

鱼肉制品中脂肪的测定

赵亮, 柴平海 (华测检测认证集团股份有限公司上海分公司食品事业部, 上海 201206)

摘要 鱼肉制品的脂肪含量较低且富含磷脂等结合态脂肪, 鱼肉制品中的脂肪检测尚无国家标准。传统的脂肪检测方法无法准确地测定鱼肉制品中的脂肪含量。脂肪检测方法有很多种, 每种方法都有其适用范围和优缺点。采用氯仿-甲醇法对比传统的酸水解法测定鱼肉制品中的脂肪含量。结果表明, 氯仿-甲醇法弥补了酸水解法水解磷脂的不足, 能够准确地测定鱼肉制品中的脂肪含量, 在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的5%。

关键词 氯仿-甲醇法; 酸水解法; 鱼肉制品; 脂肪

中图分类号 S851.34⁺7 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2015)20-285-03

Fat Determination of Fish Products

ZHAO Liang, CHAI Ping-hai (Food Department of Shanghai Branch of Center Testing International Group Co. Ltd., Shanghai 201206)

Abstract Fish products have low fat content but rich in phospholipids and so on, we still have no national standards for testing fat content of fish products. Traditional fat testing methods can not determine fat content of fish products accurately. There are many fat testing methods, each method has not only its scope but also advantages and disadvantages. In this paper, we compare chloroform-methanol method to the traditional measurement of acid hydrolysis for testing fat content of fish products. The results show that chloroform-methanol method make up the shortage of acid hydrolysis that hydrolyzing of phospholipids, and determine fat content of fish products accurately, under repeatable conditions, independent determination results show that absolute difference is no more than 5% of the arithmetic mean.

Key words Chloroform-methanol method; Acid hydrolysis method; Fish products; Fat

脂类也称脂质, 它包括2类物质, 一类是脂肪, 又名中性脂肪, 是由一分子甘油和三分子脂肪酸组成的甘油三酯; 另一类是类脂, 它与脂肪化学结构不同, 但理化性质相似。在营养学上较重要的类脂有磷脂、糖脂、胆固醇、脂蛋白等。由于脂类中大部分是脂肪, 类脂只占5%并且常与脂肪同时存在, 因而营养学上常把脂类通称为脂肪。

食品中脂肪的存在形式: 游离态的和结合态的。游离态的比如动物性脂肪和植物性脂肪; 结合态的比如天然存在的磷脂、糖脂、脂蛋白及某些加工品(焙烤食品及麦乳精等)中的脂肪, 与蛋白质或碳水化合物形成结合态。对于大多数食品来说, 游离态脂肪是主要的, 结合态脂肪含量较少。

脂肪是食品中能量最高的营养素, 也是食物中的三大营养素之一, 食品中脂肪含量的高低是衡量食品营养价值的指标之一。在食品加工生产过程中, 加工的原料、半成品、成品的脂肪含量对食品的风味、组织结构、品质、外观、口感等都有重要影响。

国标对脂肪测定的方法主要有索氏抽提法、酸水解法^[1]、盖勃法、碱水解法又称罗兹-哥特里法^[2]、减差法^[3]、近红外法^[4]等。近红外法主要测定粮食作物和饲料中的脂肪含量, 是利用有机物含有C-H、N-H、O-H、C-C等化学键的泛频振动和转动, 以漫反射方式获得近红外区的吸收光谱, 通过主成分分析、偏最小二乘法、人工神经网络等现代化学和计量学的手段, 建立物质光谱和待测成分含量间的线性和非线性模型, 从而实现对待测成分的快速计量。目前实验室没有相关仪器, 此法是一种快速检测法, 仲裁检验还是要以经典方法为准。减差法专门适用于人造奶油、食用氢化油脂脂肪的检测。过去测定脂肪普遍采用的是索式提取法, 这种

方法至今仍被认为是测定多种食品脂类含量的代表性的方法, 结果可靠, 但是此法适用于脂类含量较高, 结合态的脂类含量较少, 能烘干磨细, 不易吸湿结块的样品的测定。碱水解法适用于液态乳(生乳、加工乳、脱脂乳、部分脱脂乳等)、炼乳、乳粉、奶油等能在碱性溶液中溶解的乳制品, 也适用于豆乳或加水呈乳状的食品。酸水解法适用于脂肪被包含在食品组织内部, 或与食品成分结合而成结合态脂类, 比如谷物等淀粉颗粒中的脂类, 面条、焙烤食品组织中包含的脂类, 用索氏抽提法不能完全提取出来。这种情况下必须用强酸将蛋白质、淀粉、纤维素水解, 使脂类游离出来, 再用有机溶剂提取。此法适用于各类食品总脂肪的测定, 特别对于易吸潮、结块, 难以干燥的食品应用此方法测定效果较好。此法不适用于测定磷脂含量高的食品, 比如鱼类及其制品、蛋及蛋制品, 因为在水解条件下, 磷脂几乎完全分解为脂肪酸和碱, 使结果偏低。氯仿-甲醇法^[5]适合于含结合态脂类比较高, 特别是磷脂含量高的样品, 如鲜鱼、贝类、肉、禽、蛋等, 对于含水量高的试样更为有效。笔者就氯仿-甲醇法和酸水解法测定鱼制品中的脂肪含量进行比较。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 样品。醉鱼、多味鱼干、烤香鱼, 鱼制品均为鱼的干制品。以上样品都是取可食部分的鱼肉, 用粉碎机粉碎, 鱼制品的细度在1 mm×1 mm以下。

1.1.2 主要试剂。氯仿, 97% (体积分数) 以上; 甲醇, 96% (体积分数) 以上; 氯仿-甲醇混合液, 按2:1体积比混合; 石油醚; 无水乙醚; 无水乙醇; 盐酸; 以上试剂均由江苏强盛化学试剂有限公司生产。无水硫酸钠, 在120~135℃, 干燥1~2 h, 由上海国药集团化学试剂有限公司生产。以上试剂均为分析纯。

1.1.3 主要仪器设备。电子分析天平, 型号XS205DU, 梅特

作者简介 赵亮(1981-), 男, 江苏南通人, 助理工程师, 硕士, 从事食品检测研究。

收稿日期 2015-05-14

勒-托利多(常州)称重设备系统有限公司;涡旋混合器,型号 XW-80A,上海青浦沪西仪器厂;水浴恒温振荡器,型号 SHA-B,金坛市金南仪器制造有限公司;瓶口分液器,5~25 ml,上海通派生物科技有限公司;吸管 10 ml,上海蓝正纸塑制品有限公司;60 mm×30 mm 称量瓶、100 ml 具塞量筒、250 ml 具塞三角瓶,上海标仪仪器有限公司;电热恒温鼓风干燥箱,型号 DHG-9246A,上海贺德实验设备有限公司;干燥器,210 mm,四川中浪科技有限公司;电热板,型号 DB-4,金坛市金南仪器制造有限公司;低速台式离心机,型号 LD5-2B,上海安亭科学仪器厂。

1.2 方法

1.2.1 氯仿-甲醇法的步骤。①提取:准确称取样品 5.000 0 g,放入 250 ml 具塞三角瓶中,加入 60 ml 氯仿-甲醇混合液(氯仿:甲醇=2:1),于 60℃水浴中,从微沸开始计时提取 1 h。②回收溶剂:提取结束后,取下三角瓶,用漏斗过滤,滤液用烧杯收集,用氯仿-甲醇混合液洗涤烧瓶、滤器及滤器中的试样残渣,每次 10 ml,共计 3 次,洗涤液并入滤液中,置于 70℃水浴中回收溶剂,至三角瓶内物料显浓稠态,1 ml 左右,但不能使其干涸,冷却。③萃取、定量:用移液管加入 25 ml 石油醚,再加入 5 g 无水硫酸钠,立刻加塞振荡 1 min,将醚层移入具塞离心管中,以 3 000 r/min 离心 5 min 进行分离。将离心管中澄清的醚层全部转移至于已衡重的称量瓶内,蒸发去除石油醚,同时再加入 25 ml 石油醚入离心管,加盖振荡 1 min,以 3 000 r/min 离心 5 min 进行分离。离心管中澄清的醚层全部转移至已衡重的称量瓶内,蒸发去除石油醚后,于 100~105℃电热恒温鼓风干燥箱中烘至衡重(约 30 min),取出放入干燥器冷却 0.5 h 后称量,重复以上操作至恒重。

1.2.2 氯仿-甲醇法的计算公式。该方法测定的脂类计算公式如下:

$$x = (m_2 - m_1) \times 100\% / m$$

式中, x 为脂类质量分数(%); m 为试样质量(g); m_2 为已恒重的称量瓶与脂类质量(g); m_1 为已恒重的称量瓶质量(g)。

1.2.3 酸水解法的步骤。①水解:准确称取样品 2.000 0~5.000 0 g,放入 100 ml 具塞量筒中,加入 8 ml 水,混匀后加入 10 ml 盐酸,涡旋混匀。然后将具塞量筒放入(80±1)℃的水浴恒温振荡器,直到样品水解完全为止,大概 60 min。②取出具塞量筒,分别依次加入 15 ml 乙醇、20 ml 无水乙醚、20 ml 石油醚,混合、静置分层,将上清液吸出加入称量瓶,然后将称量瓶放在电热板上蒸发有机溶剂,待蒸干后取下;提取后的具塞量筒再次加入 20 ml 无水乙醚、20 ml 石油醚,混合、静置分层,将上清液吸出加入称量瓶,然后将称量瓶放在电热板上蒸发有机溶剂,待蒸干后取下。将称量瓶放入(100±5)℃电热恒温鼓风干燥箱干燥 2 h,取出放入干燥器冷却 0.5 h 后称量,重复以上操作至恒重。

1.2.4 酸水解法的计算公式。该方法测定的脂类计算公式如下:

$$x = (m_2 - m_1) \times 100\% / m$$

式中, x 为脂类质量分数(%); m 为试样质量(g); m_2 为已恒重的称量瓶与脂类质量(g); m_1 为已恒重的称量瓶质量(g)。

2 结果与分析

2.1 鲢鱼中脂类含量测定 由表 1 可见,酸水解法提取脂肪得到的 2 个平行试验的结果相差太大,对于脂肪含量不算高的鱼制品来说,结果极不准确,平行误差高达 97.8%,远远大于国标要求的平行误差小于 10%。氯仿-甲醇法提取的脂肪含量与该样品包装上营养标签中的脂肪含量 5.0% 很接近,而且在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不超过 1%,远小于酸水解法的平行误差要求,而且与样品包装上的脂肪含量也在 10% 误差之内。

表 1 2 种方法测定鲢鱼中脂类含量

测定方 法	样品 编号	取样 量//g	容器恒 重//g	第 1 次 恒重//g	第 2 次 恒重//g	样品含 量//%	平均 值//%	平行误 差//%
酸水解	1	2.148 7	45.141 0	45.171 2	45.171 2	1.40	0.94	97.8
	2	2.068 3	40.516 9	40.526 8	40.526 6	0.48		
氯仿-甲醇法	1	5.098 2	39.732 3	39.981 0	39.980 7	4.88	4.88	0.2
	2	5.119 0	42.973 7	43.222 8	43.222 3	4.87		

2.2 多味鱼干中脂类含量测定 由表 2 可见,酸水解法提取脂肪含量与氯仿-甲醇法提取的脂肪含量相比少了 3.58 个百分点,平行误差超过国标规定的 10% 将近 5 倍多,对于脂肪含量比较低的鱼制品来说,结果不可靠,该结果根本不能被接受。氯仿-甲醇法提取的脂肪含量与该样品包装上营养标签中的脂肪含量 6.5% 相符合,而且在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值只有 4.2%,小于酸水解法的平行误差要求,无论是准确度还是精密度都很好地满足了检测要求。

2.3 烤香鱼中脂类含量测定 由表 3 可见,酸水解法提取脂肪只有 0.4%,根据 GB7718-2011《预包装食品标签通则》修约规则也就是 0,结果根本不靠谱,平行误差高达 110%,酸水解法根本不适用于鱼制品的脂肪含量测定。氯仿-甲醇法提取的脂肪含量与该样品包装上营养标签中的脂肪含量 4.9% 很接近,而且在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值只有 3.6%,远远小于酸水解法的平行误差 10% 要求。

表 2 2 种方法测定多味鱼干中脂类含量

测定方	样品	取样	容器恒	第 1 次	第 2 次	样品含	平均	平行误
法	编号	量//g	重//g	恒重//g	恒重//g	量//%	值//%	差//%
酸水解	1	2.200 6	47.100 3	47.181 8	47.182 3	3.73	2.92	55.1
	2	2.257 5	43.067 3	43.114 7	43.115 1	2.12		
氯仿-甲醇法	1	5.081 4	46.899 3	47.234 9	47.235 4	6.61	6.50	4.2
	2	5.090 7	43.267 0	43.589 3	43.589 8	6.34		

表 3 2 种方法测定烤香鱼中脂类含量

测定方法	样品	取样	容器恒	第 1 次	第 2 次	样品含	平均	平行误
	编号	量//g	重//g	恒重//g	恒重//g	量//%	值//%	差//%
酸水解	1	3.067 2	44.300 2	44.319 3	44.319 6	0.63	0.4	110.0
	2	2.896 1	46.051 4	46.056 7	46.056 9	0.19		
氯仿-甲醇法	1	5.048 9	46.721 5	46.955 7	46.956 0	4.64	4.7	3.6
	2	5.027 3	45.002 7	45.244 1	45.244 6	4.81		

3 结论

从以上结果可以看出,酸水解法会使磷脂分解而损失,所以不能有效地提取鱼制品中的结合态脂类,导致结果普遍偏低,有的样品甚至趋于零,又由于酸水解的程度不同,导致平行样的平行误差非常大。综上所述,酸水解法根本不适用于鱼制品的脂肪测定。

极性的甲醇和非极性的氯仿所组成的混合物能有效地提取鱼及鱼制品的结合态脂类,比如磷脂,在将蛋白质、淀粉、纤维素水解,使脂类游离出来的同时,并不破坏磷脂。该法测定结果准确可靠,精密度也很好地满足了检测要求,可以广泛地应用于鱼制品的脂肪测定。

该试验对比结果很明显,氯仿-甲醇法能够准确地测定鱼及鱼制品中的脂肪含量,该方法重现性较好,可以很好地满足检测的要求。

参考文献

[1] 卫生部食品卫生监督检验所. GB/T 5009.6-2003 食品中脂肪的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2004.

[2] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5413.3-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2010.

[3] 上海市卫生防疫站. GB/T 5009.77-2003 人造奶油 氢化植物油检测方法[S]. 北京:中国标准出版社,2004.

[4] 龙伶俐,卞科,吴存荣,等. GB/T 24902-2010 粮油检验 玉米粗脂肪含量测定 近红外法[S]. 北京:中国标准出版社,2010.

[5] 宁正祥. 食品成分分析手册[M]. 北京:中国轻工业出版社,1998:147-148.

(上接第 284 页)

表 3 烟叶分切段评吸分析

等级	部位	香气	香气量	杂气	浓度	劲头	刺激性	余味	甜度
张家界桑植 C2F	叶尖	8.3	7.9	8.3	7.2	7.8	7.5	7.6	7.3
	中间	8.5	8.3	8.5	7.6	7.6	7.5	7.5	7.6
	叶基	6.8	6.4	6.0	6.5	7.5	6.1	6.3	5.5
	全叶	7.8	7.5	7.1	7.3	7.6	6.8	6.7	6.3
张家界桑植 C3F	叶尖	7.9	7.6	7.9	7.6	8.5	7.5	7.3	6.9
	中间	8.0	8.1	8.1	7.8	8.1	6.9	7.5	7.0
	叶基	6.0	6.1	5.8	6.4	8.0	6.2	6.1	5.1
	全叶	6.8	7.1	6.7	6.9	8.3	6.8	6.6	5.7

4 结语

该研究设计应用了一种打叶复烤烟叶分切加工设备,由烟叶摆叶输送单元、烟叶切断单元、烟叶出料单元以及相应的电控设备等组成。应用结果表明,此设备可将烟叶分切为叶尖、叶中、叶基三段,并可分别收集装框,设备能力在 4 000 kg/h 以上;各段烟叶常规化学成分含量、评吸质量存在差异。烟叶分切为不同的分切段,因各分切段的理化特性不同,可以形成不同的配方模块,拓宽烟叶原料的使用范围,提高卷烟原料的保障能力。目前湖南中烟工业公司在分切分类加工技术研究的支撑下,超一类卷烟由原来 35 个等级扩宽至 38 个等级,其中,中部中等烟、上部上等烟也进入了配方,使用比例不小于 2%。

参考文献

[1] 姜成康. 在 2008 年全国烟草专卖局长、公司总经理座谈会上的讲话[N]. 东方烟草报,2008-07-17.

[2] 朱尊权. 从卷烟发展史看“中式卷烟”[J]. 中国烟草学报,2004(2):4-8.

[3] 周冀衡. 发展特色烟叶是重点骨干品牌和优质烟区实现共赢的合作平台[J]. 中国烟草学报,2009,15(6):70-74.

[4] 周冀衡,张建平. 构建中式卷烟优质特色烟叶原料保障体系是中国烟草在新形势下的战略选择[J]. 中国烟草学报,2008,14(1):42-46.

[5] BURTON H R, DYE N K, BUSH L P. Distribution of tobacco constituents in tobacco leaf tissue I tobacco-special nitrosamines, nitrite, and alkaloids[J]. J Agric Food Chem, 1992, 40(6):1050-1055.

[6] 王建安,刘国顺,申洪涛,等. 烤烟调制后单叶中 4 种常规化学成分的区域分布[J]. 中国农学通报,2011,27(7):418-422.

[7] 孙承顺,李建林,程新宇,等. 把叶分离工艺在打叶复烤中的应用[J]. 中国烟草科学,2007,28(2):14-16.

[8] 王晓耕,江家洪,冉宁,等. 烟叶分切工艺在打叶复烤生产中的应用[J]. 烟草科技,2005(2):3-4.

[9] 李穗明,张建华,武凯,等. 一种烟叶分切打叶复烤方法:中国, CN101999752 A[P]. 2011.

[10] 符再德,张其龙,张晖,等. 张家界桑植浓香型烤烟烟叶分切研究[J]. 烟草科技,2011(5):51-55.

[11] 祁林,陈伟,王政,等. 浓香型烟叶不同分切区位石油醚提取物的含量[J]. 烟草科技,2014(1):53-55.