

第八章 脂类的测定



第一节 概述(理解)

第二节 脂类的测定方法

一、索式提取法(掌握)

二、酸水解法(理解)

三、其他方法(了解)

第三节 食用油几项理化特性的测定



8.1 概述

➤ 脂类物质的种类



8.1 概述

➤ 脂类物质的存在方式

游离态

结合态



8.1 概述

➤ 脂类物质在营养学上的作用

- 为人体提供必需脂肪酸。
- 人体热能的主要来源。**37.62 KJ (9 kcal)**热能每克脂肪。
- 脂溶性维生素的良好溶剂。
- 脂蛋白可以调节人体生理机能。



8.1 概述

➤ 脂类物质在加工上的作用

- 1.** 脂类含量影响产品的风味、组织结构、品质、外观和口感等。
- 2.** 果蔬罐头中加入脂肪可以改善产品的风味。
- 3.** 面包之类的焙考食品中加入卵磷脂，可以影响面包心的柔软度，面包的体积及其结构。



8.1 概述

➤ 测定脂类物质的意义

- ✦ 评价食品的品质。
- ✦ 衡量食品的营养价值。
- ✦ 监督生产工艺的实行。
- ✦ 生产过程的质量管理。
- ✦ 研究食品的储藏方式。



8.1 概述

➤ 脂类物质提取剂的选择

常用的
有机溶剂

乙醚

石油醚

氯仿-甲醇
混合溶液



8.1 概述

乙醚

- 溶解脂肪能力强，只能提取游离脂肪。
- 约**2%**的水可溶于乙醚，可以抽出糖分等糖脂成分。(要求无水乙醚，样品无水分)。
- 沸点低(**34.6%**)。

石油醚

- 溶解脂肪能力小于乙醚，只能提取游离脂肪。
- 吸收水分少。
- 沸点大于乙醚。
- 允许样品含有微量水分，常和乙醚混合使用。

氯仿-甲醇 混合溶液

- 对于脂蛋白、磷脂的提取效率高。



8.1 概述

➤ 选择提取剂的原则

- 根据食品种类、性状和所选的分析方法，决定样品的预处理方法。
- 尽可能增加样品的表面积，减少样品的含水量。



8.2 脂类物质的测定方法

索式提取法

(代表性方法)

罗紫-哥特里法 (Rose-Gottlieb)

(主要用于乳及乳制品)

巴布科克式法和盖勃式法

酸分解法

(能对包括结合态脂类
在内的全部脂类进行定量)

氯仿-甲醇提取法



返回

8.2.1 索式抽提法

➤原理

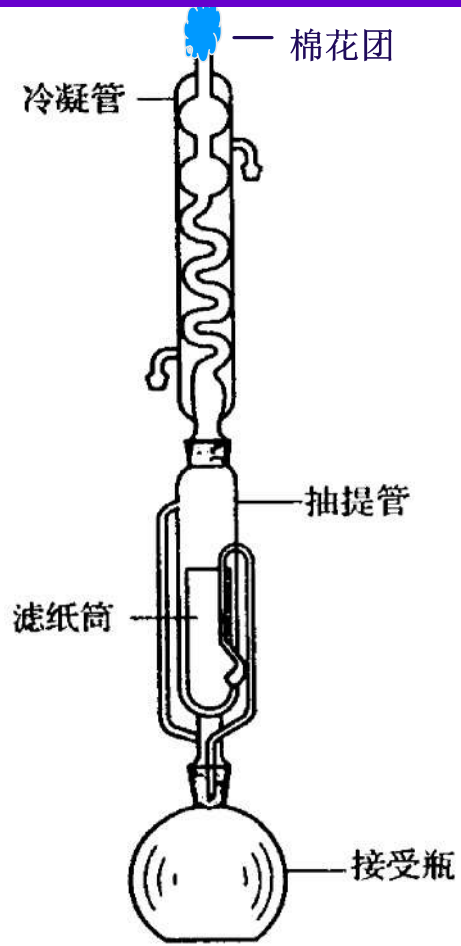
将经前处理而分散、干燥的样品用无水乙醇或石油醚等溶剂回流提取，使样品中的脂肪进入溶剂中。回收溶剂后所得到的残留物即为粗脂肪。

➤适用范围

适用于脂类含量较高、结合态脂类含量较少、能烘干磨细，不易吸湿结块的样品。



8.2.1 索式抽提法



索式提取器



8.2.1 索式抽提法

➤ 试剂

- 无水乙醚或石油醚。
- 海砂。
- 海砂(河砂) → 水洗 → 加入**6 mol/L HCl**, 煮沸, **30 min** → 冲洗至中性 → 加入**6 mol/L NaOH**, 煮沸, **30 min** → 水洗至中性
- 乙醚脱脂过的滤纸及白色棉线。



8.2.1 索式抽提法

➤操作方法

1. 样品处理

- 固体样品

干燥、研细的样品(或者测定水分后的样品) **2-5 g**

→ 移入滤筒纸(必要时, 加些海砂)。

- 半固体样品

样品(**5.0-10.0 g**) 蒸发皿 → 加入**20 g**海砂 → 放入沸水浴 → 蒸干 → **95-105℃**烘干。

2. 抽提

- 溶剂量: 接受瓶的**2/3**体积。

- 水浴: 夏天**65℃**, 冬天**80℃**左右。

- 提取时间: **6-12 h** (视含油量而定)



8.2.1 索式抽提法

3. 回收

取下接受瓶 → 水浴蒸干至瓶内剩下**1-2 ml** → **100-105℃, 2 h** → 干燥器冷却, **30 min** → 称重 → 反复操作至衡重。

➤ 计算

$$\text{脂肪(\%)} = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100$$

m₂ 接受瓶+脂质的质量, **(g)**

m₁ 接受瓶的质量, **(g)**

m 样品的质量**(g)**。如为测定水分后的样品, 以测定水分前的质量计。



8.2.1 索式抽提法

➤ 注意事项及说明

- 1.** 水分影响溶剂提取效果。溶剂吸收样品的水分而导致非脂成分溶出。
- 2.** 滤纸筒要严密，但不要包得太紧，以致影响溶剂渗透。
- 3.** 样品不要超过回流管的高度，以防样品中的脂肪不能提尽。



8.2.1 索式抽提法

➤ 注意事项及说明

- 4.** 糖以及糊精含量高的样品。样品 → 加入冷水 → 溶解糖及糊精 → 过滤 → 残渣+滤纸 → 一起烘干 → 放入抽提管。
- 5.** 抽提用的乙醚或石油醚。要求无水、无醇、无氧化物（水和醇导致水溶性物质溶解，导致脂肪氧化，烘干时也有引起爆炸的危险。），挥发残渣含量低。检验方法：乙醚**6 ml** → 烧杯 加入**2 ml 10%**碘化钾，用力振摇 → 放置**1 min** → 出现黄色 → 证明有过氧化物存在。



8.2.1 索式抽提法

➤ 注意事项及说明

- 6.** 提取时，水浴温度不可过高。**80**滴每分钟左右为宜。
- 7.** 抽提时，冷凝管上端最好连接一个氯化钙干燥管，或塞一团干燥的脱棉球。
- 8.** 检验是否抽提完全。抽提管口下的乙醚滴 → 滤纸或毛玻璃 → 挥发 → 不留油迹 → 抽提完全。
- 9.** 挥发乙醚或石油醚时，切忌用直接火加热。
- 10.** 反复加热 → 脂类氧化 → 待测样增重。重量增加时，以增重前的重量为衡重。



返回

8.2.2 酸性乙醚提取法

➤原理

将试样与盐酸溶液一同加热，使结合或包藏在组织里的脂肪游离出来，再用乙醚和石油醚提取脂肪。

➤适用范围

- 1.**对固体、半固体、粘稠液体或液体食品，特别是加工后的混合食品，容易吸湿、结块、不易烘干的食品，此法效果较好。
- 2.**对于鱼类、贝类和蛋品，含有较多的磷脂，盐酸加热后被分解为脂肪酸和碱，导致测定值偏低。



8.2.2 酸性乙醚提取法

➤ 仪器

- **100 ml**具塞刻度量筒

➤ 试剂

- **95%**乙醇
- 乙醚(不含过氧化物)
- 石油醚(**30-60**°C沸程)



8.2.2 酸性乙醚提取法

➤ 操作方法

1. 样品处理

如液体样品。样品(10.0 g) → 50 ml大试管 → 加入10 ml HCl。

每5—10 min搅拌一次，直至脂肪游离消化完全

固体样品(2.0 g) → 50 ml大试管 → 加入8 ml水，混合 → 加入10 ml HCl → 70-80 °C (40-50 min) → 加入10 ml乙醇，混合 → 冷却 → 移入100 ml具塞量筒 → 加塞，振摇1 min → 小心开塞，放出气体，再塞好 → 静置12 min → 小心开塞 → 加入石油醚—乙醚(1:1)，冲洗塞及筒口附着的脂肪 → 静置10-12 min → 上清夜 → 移入已衡重的锥形瓶 → 水浴蒸干 → 100-105 °C，2h → 干燥器冷却，30 min → 称重 → 反复操作至衡重。

5 ml乙醚洗液

25 ml乙醚试管洗液



8.2.2 酸性乙醚提取法

➤ 计算

同索式抽提法。

➤ 说明与讨论

- 1.** 样品颗粒大，消化不完全，有块状碳粒，结合性脂肪不能完全游离，导致结果偏低，有机溶剂提取时也往往易乳化。
- 2.** 水解时应防止大量水分损失，以致使酸浓度升高。



8.2.2 酸性乙醚提取法

➤说明与讨论

- 3.** 水解后，加入乙醇，使蛋白质沉淀，降低表面张力，促进脂肪球聚合，溶解一些碳水化合物、有机酸。然后加入石油醚，降低乙醇在醚中的溶解度，使乙醇溶解物残留在水层，使分层清晰。
- 4.** 挥发溶剂后，残留物中若有黑色焦油状杂质（水解物与水一同混入所致），加入等量的乙醚，溶解，过滤，挥干溶剂。



返回

8.2.3 碱性乙醚提取法(罗紫—哥特里法)

➤原理

氨—乙醇溶液破坏乳的胶体性状及脂肪球膜，解脂成分溶解于氨—乙醇溶液，而脂肪被游离出来，再用乙醚—石油醚提取脂肪。

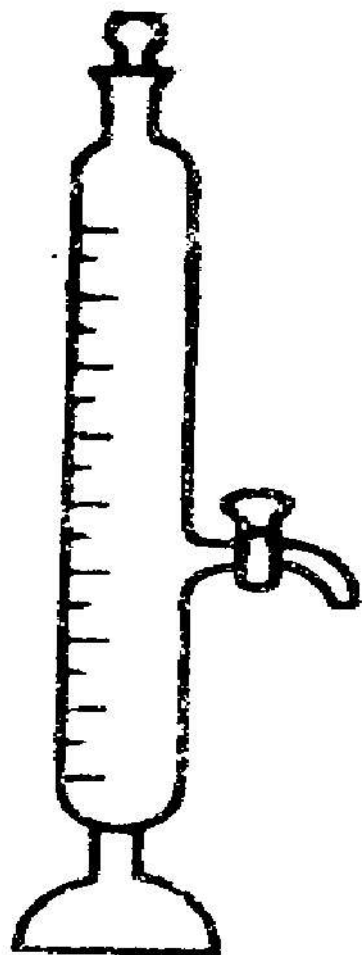
➤适用范围

- 1.** 本法为乳及乳制品脂类定量的国际标准。
- 2.** 适用于各种液状乳，各种炼乳、奶粉、奶油及冰淇淋；豆乳或加水呈乳状的食品。



8.2.3 碱性乙醚提取法(罗紫-哥特里法)

内径2.0-2.5 cm
容积100 ml



提脂瓶



8.2.4 氯仿-甲醇提取法

➤原理

试样分散于氯仿-甲醇混合液中，试样中的水分与氯仿-甲醇混合液形成提取脂类的有效溶剂，试样组织中结合态脂类游离出来的同时与磷脂等极性脂类的亲合性增大而有效地提取出全部脂类。

➤适用范围与特点

- **适用范围：**鱼、贝类、肉、禽蛋及其制品、大豆制品等结合态脂类特别磷脂含量高的样品。
- **特点：**水分有助于提取结合态脂类物质。



返回

8.2.5 巴布科克式法和盖勃式法

➤原理

用浓硫酸溶解乳中的乳糖和蛋白质，将牛奶中的酪蛋白钙盐转变成可溶性的重硫酸酪蛋白，脂肪球膜被破坏，脂肪游离出来，再利用加热离心，使脂肪完全迅速分离，直接读取脂肪层即可求得被测乳的含脂率。

➤适用范围与特点

- **适用范围：**这两种方法都是测定乳脂肪的标准方法，适用于鲜乳及乳制品脂肪的测定。
- **特点：**因为硫酸可使巧克力和糖发生炭化，所以该法不合适含巧克力和糖食品的脂肪测定。



8.2.5 巴布科克式乳脂瓶



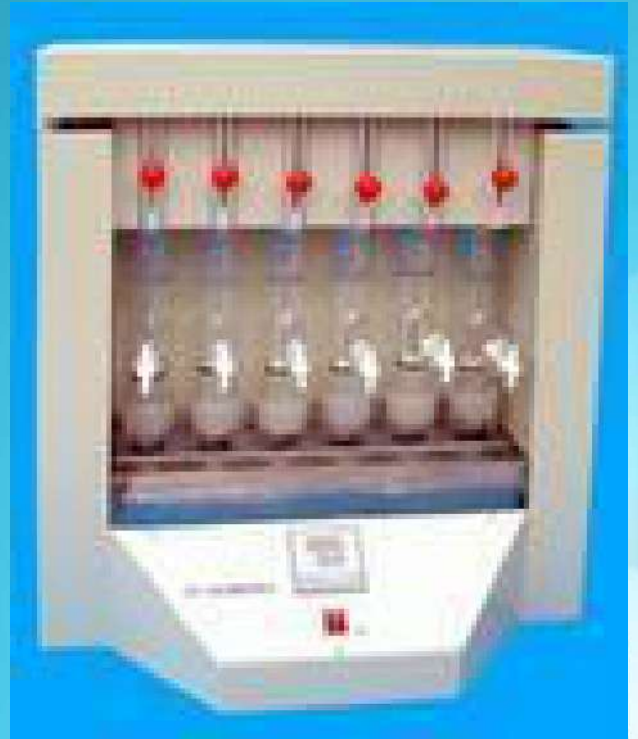
8.2.5 巴布科克式法和盖勃式法

➤说明与讨论

- 1.**硫酸浓度要严格遵守规定的要求，如过浓会使乳炭化成黑色溶液而影响读数；过稀则不能使酪蛋白完全溶解，会使测定值偏低或使脂肪层浑浊；
- 2.**硫酸除可以破坏脂肪球膜，使脂肪游离出来外，还可增加液体相对密度，使脂肪容易浮出；
- 3.**异戊醇的作用是促使脂肪析出，并能降低脂肪球的表面张力，以利于形成连续的脂肪层；
- 4.**1ml异戊醇应能完全溶于酸中，但由于质量不纯，可能有部分析出渗入到油层，而使结果偏高；
- 5.**加热和离心的目的是促进脂肪分离。



8.2.6 脂肪测定仪



8.3 食用油理化特性的测定

➤ 理化特性指标

酸价

皂化价

碘价

羰基价

过氧化值



8.3 食用油理化特性的测定

➤ 理化特性指标

酸价

是指中和**1 g**油脂中的游离脂肪酸所需氢氧化钾的质量(**mg**)。

碘价

是指**100 g**油脂所吸收的氯化碘或溴化碘换算成的碘的质量(**g**)。

过氧化值

过氧化物是油脂在氧化过程中的中间产物，化学性质很不稳定，能氧化碘化钾成为游离碘，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，根据析出的碘量可以计算油脂的过氧化值。



8.3 食用油理化特性的测定

➤ 理化特性指标

皂化价

是指中和**1 g**油脂中所含全部游离脂肪酸和结合脂肪酸所需氢氧化钾的质量(**mg**)。

羰基价

油脂氧化所生成的过氧化物，进一步分解为羰基化合物，羰基化合物和**2, 4-二硝基苯肼**反应生成腙，在碱性条件下生成醌离子，呈葡萄酒红色(**440 nm**)，其颜色深度与羰基化合物浓度呈正比。

