

蛋类脂肪检测方法优化

林露凡

名成腾德检测服务(福州)有限公司, 中国·福建 福州 350000

摘要: 对各类蛋, 如鸡蛋、鸭蛋、鹌鹑蛋等样品的脂肪检测方法的探讨, 提出以碱水解法进行前处理, 对实验条件进行改进后, 新方法测定的各种蛋类脂肪含量能够得到满意的结果, 而且测定时长有效缩短, 节省了方法测定时间。

关键词: 蛋类; 脂肪; 碱水解; 时效

Optimization of egg fat detection methods

Lin Lufan

Tentamus Mandy Analytics Fuzhou Co., LTD., China Fujian Fuzhou 350000

Abstract: This paper discusses the fat detection methods for various raw eggs, such as chicken eggs and duck eggs, and proposes to use the alkaline hydrolysis method for pretreatment. After improving the experimental conditions, the new method can achieve satisfactory results in determining the fat content of various raw eggs, and the determination time is effectively shortened, saving the determination time of the method.

Keywords: Eggs; Fat; Alkaline hydrolysis; Aging

0 引言

脂肪含量的测定对于食品营养标签的制定有这至关重要的作用, 目前蛋与蛋制品中脂肪含量的测定方法有《食品安全国家标准 食品中脂肪的测定 GB 5009.6-2016》;《蛋与蛋制品卫生标准的分析 GB/T 5009.47-2003》, 不同样品需要选择不同的分析方法方能得到比较准确的脂肪含量数据。不同方法测定比较见表 1。

表1 不同产品不同检测方法比较

方法	前处理方法	提取试剂
GB 5009.6-2016 第一法	索氏抽提	石油醚
GB 5009.6-2016 第二法	酸水解	乙醚
GB 5009.6-2016 第三法	碱水解	乙醚+石油醚
GB/T 5009.47-2003	冷浸法	三氯甲烷

鸡蛋中的脂肪并非主要以游离态存在, 而是以更为复杂的脂质形式为主, 并与蛋白质等其他生物分子结合形成稳定的结构。鸡蛋的化学成分复杂, 其中脂质是重要的组成部分。蛋黄是鸡蛋中脂质的主要储存部位。一项研究表明, 鸡蛋脂质占鸡蛋干重的约 36%。蛋黄脂质的主要类别包括三酰甘油(TG)、磷脂(PL)、胆固醇酯和胆固醇。具体来说, 三酰甘油是鸡蛋中主要的脂质类别, 占比可达 86.9% 至 90.2%⁴。磷脂也是蛋黄中重要的脂质成分, 例如

卵磷脂(磷脂酰胆碱, PC)和磷脂酰乙醇胺(PE) 567。PC 在蛋黄脂质组中占据了显著比例, 在 DHA 强化鸡蛋蛋黄的脂质组学分析中, PC 的种类数量最多, 达到 153 种, 占总脂质种类的 20.25%, 在腌制过程会影响蛋黄中游离脂质的释放。一项研究显示, 在腌制过程中, 游离脂质的含量会逐渐增加。腌制 28 天后, 游离脂质的百分比从初始的约 10% 增加到约 20%, 而总脂质含量相对稳定在 30%-35% 之间。这说明虽然初始状态下大部分脂质不是游离态, 但在特定加工条件下, 如腌制, 游离脂质的比例会发生变化。鸡蛋中的脂肪主要以三酰甘油和磷脂等复合脂质形式存在, 并与蛋白质结合形成稳定的结构, 而非大量游离态的脂肪。这些脂质的物理化学状态和组成特性赋予了鸡蛋独特的营养价值和功能特性。鸡蛋中的脂肪并不是简单地以油滴形式散装在其中, 它们以一种叫做“乳浊液”的稳定形态存在。脂肪不仅被乳化, 还与蛋白质等物质结合; 强大的“保护层”阻碍物理提取, 这些微小的脂肪滴之所以能稳定存在, 不聚集成大的油层, 是因为它们表面包裹着一层强大的保护膜, 在鸡蛋中脂肪主要和蛋白质结合形成脂蛋白, 如低密度脂蛋白和高密度脂蛋白。脂肪被“溶解”或包裹在这些亲水性的蛋白质结构中。因为这层坚固的保护层, 简单的物理方法往往效率低下或提取不完全, 碱水解能够破坏保护膜, 变性包裹在脂肪外的蛋白质, 使

其失去结构,瓦解掉脂肪滴的保护层,碱和甘油三酯发生反应,将酯键断裂,生成甘油和脂肪酸盐,脂肪酸盐是离子型的,既亲水又亲油,这使得它们能够完全溶解在水相中,从而与体系中的其他不溶成分分离。

本文提出一种基于蛋制品的基本性质,更改实验条件开发出一种更适用于日常实验的检测方法,通过与《食品安全国家标准 食品中脂肪的测定 GB 5009.6-2016》检测方法比较,所得的实验数据更加稳定,精确度更好,检测效率有大幅度提升。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

氨水、乙醚、石油醚、95%乙醇,均为分析纯,西陇试剂,实验样品均为日常检测样品

1.2 仪器与设备

分析天平(),梅特勒托利多公司;振摇器 SK-1;水浴锅 HWS-26 型,上海一恒科技有限公司;鼓风干燥器 SHA-C, memmert。

1.3 实验方法

1.3.1 样品制备

取样品可食部分,混合均匀,装入自封袋备用。液体样品摇匀备用

1.3.2 试样前处理

(1)取试样 2-3g 于 100mL 具塞比色管中,加入氨水 10mL,充分摇匀后,将比色管置于 70-80℃水浴锅中加热 40-60min(样品水解至颜色浅绿色即可),水解期间摇动试样 1-2 次,保证样品分散均匀。

(2)取出样品,冷却至室温后,加入 10mL 无水乙醇,缓和但彻底地进行混合,避免液体太接近瓶颈。如果需要,可加入 2 滴刚果红溶液;加入 25mL 乙醚,塞上瓶塞,使用振摇器按约 100 次每分钟,振摇 1 分钟,注意避免形成持久乳化液,小心地打开塞子,用少量的混合溶剂冲洗塞子和管口,加入 25mL 石油醚,塞上塞子,继续振摇 30 秒;将装有样品的比色管静置 30 分钟直到上层澄清,并明显与水相分离;小心打开瓶塞,用少量混合溶剂冲洗到管内,将上层清液尽可能地使用塑料滴管抽提到脂肪收集瓶中,避免倒出水层。

(3)向比色管内加入 5mL 乙醇,按照上述步骤进行混合,重复上述振摇步骤,用 15mL 无水乙醚和 15mL 石油醚,进行第二次抽提。

(4)重复混合和振摇步骤,用 15mL 无水乙醚和 15mL 石油醚,进行第三次抽提。

其中空白试验与样品检验同时进行,采用 10mL 水代替试样,使用相同步骤相同试剂。

1.3.3 称量

取出接收瓶,回收无水乙醚或石油醚,待接收瓶内溶剂剩余 1mL-2mL 时在水浴上蒸干,再于 $100 \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥 1 小时,放干燥器内冷却半小时后称量,重复烘干操作直至恒重。

1.3.4 脂肪含量计算

$$W=(G-G_0)/m*100$$

式中: w 为脂肪含量, g/100g; G 为恒重后接收瓶的质量 g, G₀ 为接收瓶空瓶的质量, g; m 为称取样品的重量, g

2 结果与分析

2.1 精密度实验

选取 4 种具有代表性的样品进行精密度实验,平行测定 6 次,测定结果详见表 2。4 种样品的相对标准偏差为 1.31%~1.78%,平均相对标准偏差为 1.60%,表明方法重复性良好。

2.2 测定方法脂肪数据与国家标准方法脂肪数据对比

分别采用实验方法与国家标准方法,对 10 批次样品脂肪进行测定,相对误差 0.78%~5.33%,平均相对误差 2.92%,见表 3。在国家标准方法检测蛋类脂肪过程中,第一法索氏提取准确度最高和所购样品营养标签脂肪数据最吻合,但是如遇生鸡蛋则需要先将样品烘干成固体后,用滤纸包裹放入抽滤桶中,进行 6 到 10 个小时的回流抽提,耗时长;第二法酸水解方法对于蛋类标准没有特别注明蛋类需要烘干等前处理若按其他食品处理,结果不平行,且和标签数据差距较大。此方法用氨水前处理 40 分钟到 1 小时后,进行三次提取,水浴蒸干溶剂后,烘干 1 小时即可得到结果。

不同人员在同一实验条件下,选取 10 批次具有代表性样品进行稳定性实验,相对误差 1.00%~6.45%,平均相对误差 2.56%,见表 4。

2.3 蛋与蛋制品中脂肪含量结果与标准方法比对数据

《蛋与蛋制品卫生标准分析方法》(GB/T 5009.47—2003)中,脂肪采用三氯甲烷冷浸法进行提取测定,但三氯甲烷毒性较大,且在浸提过程中,需要至少洗涤浸提管 10 次才能达到浸提效果,否则脂肪检测数据偏低,不能达到提取效果,本方法能将蛋制品脂肪检测统一到普通食

表2 精密度实验测定结果 (n=6)

样品名称	脂肪含量 (g/100g)						平均值	标准差	RSD%
	1	2	3	4	5	6	g/100g	g/100g	
土鸡蛋	9.2	9.4	9.1	9.2	9.4	9.3	9.3	0.12	1.31
鹌鹑蛋	11.2	11.0	11.4	11.4	11.2	11.5	11.3	0.18	1.63
鸭蛋	13.1	12.5	12.8	12.9	13.0	12.7	12.8	0.22	1.68
乌鸡蛋	10.6	10.4	10.2	10.7	10.3	10.4	10.4	0.19	1.78

表3 本方法与国家标准方法比对数据

样品名称	脂肪含量 (g/100g)		相对误差%	平均相对误差%
	GB 5009.6-2016	本方法		
土鸡蛋	9.0	9.3	3.28	2.92
鹌鹑蛋	10.7	11.3	5.45	
鸭蛋	12.9	12.8	0.78	
乌鸡蛋	10.2	10.4	1.94	
松花蛋	10.9	10.7	1.85	
咸鸭蛋	9.5	9.7	2.08	
鸡蛋 (白皮)	10.4	10.0	3.92	
鸡蛋 (红皮)	10.1	9.8	3.02	
海鸭蛋	13.2	13.4	1.50	
鹅蛋	15.4	14.6	5.33	

表4 不同实验人员测定数据比对

样品名称	脂肪含量 (g/100g)		相对误差%	平均相对误差%
	实验员1	实验员2		
土鸡蛋	9.3	9.6	3.17	2.56
鹌鹑蛋	11.3	11.0	2.69	
鸭蛋	12.8	12.	6.45	
乌鸡蛋	10.4	10.7	2.84	
松花蛋	10.7	10.4	2.84	
咸鸭蛋	9.7	9.5	2.08	
鸡蛋 (白皮)	10.0	10.1	1.00	
鸡蛋 (红皮)	9.8	9.9	1.01	
海鸭蛋	13.4	13.2	1.50	
鹅蛋	14.6	14.9	2.03	

品脂肪检测中，使检测效率及准确度都得到显著提升。分别采用本方法与《蛋与蛋制品卫生标准分析方法》(GB/T 5009.47—2003) 国家标准方法，本方法无论从环保还是从时效方面都有显著优势。

3 结语

作为营养成分重要组成部分，脂肪的测定一直是食品检测机构最基础的检测项目。通过对蛋类脂肪含量检测方法的整合和改进，新的检测方法不但能够满足蛋类脂肪测

定数据准确度，在检测效率和操作实用性等方面都有显著提升。本方法的相对标准偏差为 1.31% ~ 1.78%，平均相对标准偏差为 2.92%。针对蛋及蛋制品进行分类数据比对，其结果相对误差为 2.56%，结果远远低于国家标准 10%、5% 以及 3%，方法适用性强。利用碱水解脂肪进行提取，能避免三氯甲烷等有害实际污染。

参考文献：

[1] Chemical Composition of Egg and Egg Products,

Handbook of Food Chemistry, Hoon H. Sunwoo Naiyana
Gujral, DOI 10.1007/978-3-642-41609-5_28-1.

[2] 国家食品药品监督管理总局 . 国家卫生和计划
生育委员会 . 食品安全国家标准食品中脂肪的测定: GB

5009.6-2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.

[3] 中华人民共和国卫生部 . 蛋与蛋制品卫生标准的分
析方法: GB/T 5009.47-2003[S]. 北京: 中国标准出版社,
2003.