

索氏提取仪测定蛋白粉全脂肪含量

1 前言

蛋白粉一般是采用提纯的大豆蛋白、酪蛋白、乳清蛋白等蛋白，或上述几种蛋白的复合加工制成的富含蛋白质的粉末，其用途是为缺乏蛋白质的人补充蛋白质，也可作为功能添加剂用于食品工业生产中。本文参照《GB 5009.6-2016 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定》第二法酸水解法进行蛋白粉全脂肪含量的测定，其原理为：试样经盐酸加热水解，将包含的结合的油脂释放出来，过滤，洗涤至中性，干燥后，用石油醚抽提、除去溶剂，得到全脂肪量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

SOX606 索氏提取仪；超高速粉碎机；分析天平；鼓风干燥箱；电热板；干燥器；100mL 量筒；250mL 烧杯；表面皿。

2.2 试剂

石油醚（沸程 30~60℃）；盐酸；滤纸；脱脂棉。

实验用水应符合 GB/T6682 中三级用水的规格，使用试剂除特殊说明外，均为分析纯。

3 实验方法

3.1 仪器准备

请参照说明书，清洗溶剂杯，干燥并称重记为 m_0 。

3.2 样品制备

样品混合均匀，精确称取干燥样品 3.0g（记为 m），置于锥形瓶（250mL）中。

3.3 酸水解

往盛有样品的锥形瓶（250mL）中加入 50mL 2mol/L 盐酸溶液和 2 颗玻璃珠，盖上表面皿，于电热板上加热至微沸，保持 1h，每 10min 旋转摇动 1 次。取下锥形瓶，加入 150mL 热水，混匀，过滤。锥形瓶和表面皿都用热水洗净，热水一并过滤。沉淀用热水洗至中性。将沉淀和滤纸置于大表面皿上，于 100℃ 干燥箱内干燥 1h，冷却。干燥后的沉淀和滤纸全部放入滤纸筒内，并覆盖上一层脱脂棉。

3.4 仪器参数设置

打开冷凝水，启动索氏提取仪，设置萃取参数如下：

| SOX606 参数设置 | | | |
|-------------|-------|-------|--------|
| 萃取模式 | 索氏热萃取 | 萃取时间 | 180min |
| 试剂添加量 | 100mL | 回流时间 | 7min |
| 萃取温度 | 70℃ | 预干燥时间 | 20min |

抽提完成后，烘干溶剂杯至恒重，记为 m_1 。

4 结果与讨论

4.1 实验结果

增重法计算全脂肪含量：

$$\text{全脂肪含量 (\%)} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% ,$$

其中， m_1 ——溶剂杯和粗脂肪质量，g

m_0 ——溶剂杯质量，g

m ——试样质量，g

| 编号 | 样品质量 m(g) | 溶剂杯质量 m_0 (g) | 溶剂杯+脂肪质量 m_1 (g) | 脂肪含量 (%) | 平均值 (%) |
|-----|--------------|--------------------|-----------------------|-------------|------------|
| 蛋白粉 | 3.0374 | 84.8810 | 85.5802 | 23.02 | 22.90 |
| | 3.0445 | 82.2018 | 82.8952 | 22.78 | |
| | 3.0632 | 85.6455 | 86.3470 | 22.90 | |

4.2 结论

《GB 5009.6-2016 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定》中对于精密度规定：在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。本次实验测得蛋白粉全脂肪平均值为 22.90%，三次独立实验测定结果的绝对差值均未超过算术平均值的 1%，重复性良好，符合标准要求。

参考文献

[1] GB 5009.6-2016 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定[S].

注意事项

实验中仪器萃取温度设置一般高于所用溶剂沸点 10-20℃为宜。石油醚均存在易燃易爆风险，且会对人体造成伤害，实验过程中应注意保持良好通风，或将仪器放置于通风橱中。