

婴幼儿谷物辅助食品中脂肪含量检测方法的探讨

杨志才, 王玲玲, 邢薇薇, 张居舟

安徽省食品药品检验研究院(安徽国家农副加工食品质量监督检验中心), 安徽合肥 230051

【摘要】婴幼儿谷类辅助食品是特殊膳食食品的一种,其脂肪含量的检验方法在《国家食品安全监督抽检实施细则(2021版)》中指定按照GB 5009.6-2016《食品安全国家标准 食品中脂肪的测定》进行,但是此方法包含4种检验方法,应该选取哪种方法检验细则中并未提及。为解决实际检验过程中碰到的问题,特选取样品针对不同方法进行研究,结果显示第二法酸水解法和第三法碱水解法都能有效提出脂肪,提取上效果未见显著差异,但碱水解法结果均略高于酸水解法,且精密度优于酸水解法,因此,本研究认为碱水解法更适合作为婴幼儿谷物辅助食品中脂肪的检验方法。

【关键词】婴幼儿谷类辅助食品;脂肪;酸水解法;碱水解法;索氏抽提法;方法选择

【中图分类号】F323.3 **【文献标识码】**A **【DOI】**10.12325/j.issn.1672-5336.2022.14.017

Discussion on the detection method of fat content in cereal complementary foods for infants and young children

【Abstract】Cereal supplementary food for infants and young children is a kind of special dietary food. The inspection method of its fat content is specified in the "Implementation Rules for National Food Safety Supervision and Sampling Inspection (2021 Edition)" in accordance with GB 5009.6-2016 "National Food Safety Standard in Foods". Fat Determination", but this method includes four inspection methods, which method should be selected is not mentioned in the inspection rules. In order to solve the problems encountered in the actual inspection process, the samples were specially selected for research on different methods. The results showed that the second method of acid hydrolysis method and the third method of alkaline hydrolysis method could effectively extract fat, and there was no significant difference in the extraction effect. The results of the alkaline hydrolysis method were slightly higher than those of the acid hydrolysis method, and the precision was better than that of the acid hydrolysis method. Therefore, this study believes that the alkaline hydrolysis method is more suitable as a test method for fat in cereal complementary foods for infants and young children.

【Key words】cereal supplementary food for infants and young children; fat; acid hydrolysis method; alkaline hydrolysis method; Soxhlet extraction method; method selection

《国家食品安全监督抽检实施细则(2021版)》^[1](下文简称国抽文件)包含三十三大类食品,其中第二十八大类特殊膳食食品,指的是为了满足某些特殊人群生理需要,或某些疾病患者营养需要,按照特殊配方专门加工的食品,包含婴幼儿谷类辅助食品、婴幼儿罐装辅助食品、营养补充品三小类,其成分或成分含量,应与可类比的普通食品有着显著不同,且针对婴幼儿、孕妇等特殊群体,因此,检验的严谨性就显得尤为重要。三类中涉及脂肪检测的主要是婴幼儿谷类辅助食品,故本文选取实验对象针对此类。依据国抽文件,婴幼儿谷类辅助食品应符合GB10769《婴幼儿谷类辅助食品》^[2](以下简称GB10769)的要求,其中脂肪项目指定检验方法是GB 5009.6-2016《食品安全国家标准 食品中脂肪的测定》^[3](以下简称GB 5009.6),此标准涉及四种方法,且明

确了检测范围,分别是:第一法索氏抽提法适用于水果、蔬菜及蔬菜制品、粮食及粮食制品、肉及肉制品、蛋及蛋制品、水产及水产制品、糖果、焙烤食品等食品中游离态脂肪含量的测定;第二法酸水解法适用于水果、蔬菜及其制品、肉及肉制品、粮食及粮食制品、水产及其制品、蛋及蛋制品、糖果、焙烤食品等食品中游离态脂肪及结合态脂肪总量的测定;第三法碱水解法适用于乳及乳制品、婴幼儿配方食品中脂肪的测定;第四法盖勃法适用于乳及乳制品、婴幼儿配方食品中脂肪的测定。其中盖勃法针对液体试样,明显不适合此类样品,排除此法。其余三种方法,标准给定的适用范围均未明示包含特殊膳食食品,究竟应该选用哪一种方法,文件并未明确。那哪一种方法更适合此类食品的检验?方法之间又有什么差异?本文针对此展开探讨。

基金项目:安徽省重点研究与开发计划项目“食用植物油中关键危害物检测与控制技术研究”(项目编号:202004a07020024)

作者简介:杨志才(1986—),男,汉族,山东省潍坊市,硕士,工程师,研究方向:食品安全与检验。

1 材料与amp;方法

1.1 实验材料

选取两款脂肪含量标识值差别较大的特殊膳食食品作为样品，脂肪含量较高的某款婴幼儿磨牙棒饼干（标识脂肪含量 9.7g/100g）、脂肪含量较低的某款原味有机米粉（标识脂肪含量 0.8g/100g）。

盐酸(HCl)、无水乙醇(C₂H₅OH)、无水乙醚(C₄H₁₀)，石油醚（沸程为 30 ~ 60℃），均为分析纯，购自国药集团；α-淀粉酶，购自 Sigma。

1.2 仪器设备

恒温水浴槽：室温到 99.9℃，德国 LAUDA；XSE204 电子天平：感量为 0.0001g，梅特勒—托利多仪器有限公司；电热鼓风干燥箱，103℃，BINDER；半自动索氏抽提脂肪仪，FOSS Soxtec 2055；50mL 螺纹离心管。

1.3 实验方法

1.3.1 实验原理

索氏抽提法：脂肪易溶于有机溶剂。试样直接用石油醚或无水乙醚等溶剂抽提后，蒸发掉溶剂，干燥，即得游离态脂肪的含量；酸水解法：食品中结合态脂肪必须要用强酸使其从试样中游离出来，脂肪游离物易溶于有机溶剂，试样经盐酸水解后用无水乙醚或石油醚提取，除去溶剂后即能得到游离态和结合态脂肪的总含量；碱水解法：用无水乙醚和石油醚抽提样品的碱（氨水）水解液，通过蒸馏或蒸发去除溶剂，测定溶于溶剂中的抽提物的质量。

1.3.2 实验流程

第一法索氏抽提法：将试样混匀，称取约 5g，准确至 0.001g，全部移入滤纸筒内。浸提杯经 103℃ 烘箱干燥至恒充分重后倒入 70 ~ 90mL 石油醚，将滤纸筒和浸提杯连接在半自动索氏抽提仪上，按仪器操作说明，设置温度为 135℃，沸腾时间 30min，淋洗时间 50min，回收时间 10min，提取完毕后将浸提杯转移至 103℃ 烘箱干燥至恒重，称量计算。

第二法酸水解法：称取约 2g，准确至 0.0001g，置于 50mL 试管内，加入约 8mL 水，混匀后再加 10mL 盐酸。将试管放入 70℃ ~ 80℃ 水浴中，每隔 5min ~ 10min 以玻璃棒搅拌 1 次，至试样消化完全为止，约 40min ~ 50min。取出试管，加入 10mL 乙醇，缓和但彻底地进行混合，加入约 10mL 乙醚，手动振荡 1min，加入约 10mL 石油醚，轻轻震荡 30s，静置 20min，待上部液体清晰，吸出上清液于已恒重的锥形瓶内。重复用无水乙醚和石油醚抽提三次，合并所有提取液，旋转蒸发掉试剂后，将脂肪收集瓶放入 100℃ ± 5℃ 的烘箱中干燥至恒重，称量。

第三法碱水解法：称取混匀后的试样约 2g（精确至 0.0001g）至于 50mL 螺口离心管中，加入少量淀粉酶（约 0.1g），加入约 8mL 水，盖上瓶盖搅拌均匀后，置于 65℃ ± 5℃ 水浴中 2 小时，每隔 10 分钟摇混 1 次，直至淀粉水解完全。加入 2.0mL 氨水，混合充分后立即将离心管放入 65℃ ± 5℃ 的水浴中，加热 15min ~ 20min，期

表 1 婴幼儿磨牙棒饼干三种脂肪提取方法结果比对

		称样量 (g)	首次称重 (g)	最终称重 (g)	脂肪含量 (g/100g)	平均值	RSD (%)
婴幼儿磨牙棒饼干	第一法：索氏抽提法	5.4846	45.5253	46.0564	9.68	9.71	1.15
		5.1314	46.0758	46.5824	9.87		
		5.1653	45.4524	45.9565	9.76		
		5.0821	45.6025	46.0872	9.54		
		5.1787	45.8718	46.3766	9.75		
		5.1879	46.0699	46.5716	9.67		
	第二法：酸水解法	1.2760	71.6187	71.7519	10.44	10.86	3.87
		1.5761	65.6125	65.7782	10.51		
		1.4818	62.0653	62.2245	10.74		
		1.3421	65.2386	65.3935	11.54		
		1.5327	63.9606	64.1255	10.76		
		1.3777	72.5366	72.6905	11.17		
	第三法：碱水解法	1.1192	63.8374	63.9609	11.03	11.10	0.64
		1.3720	54.9178	55.0713	11.19		
		1.4952	55.2478	55.4141	11.12		
		1.3364	80.2925	80.4401	11.04		
		1.3014	50.9195	51.0651	11.19		
		1.3881	56.0525	56.2059	11.05		

表 2 婴幼儿米粉三种脂肪提取方法结果比对

		称样量 (g)	首次称重 (g)	最终称重 (g)	脂肪含量 (g/100g)	平均值	RSD (%)
原味有机米粉	第一法: 索氏抽提法	4.7579	39.0910	39.0939	0.06	0.09	98.33
		4.4779	37.1536	37.1661	0.28		
		4.2523	37.0271	37.0304	0.08		
		4.2043	37.4360	37.4384	0.06		
		4.4437	41.4851	41.4871	0.05		
		4.6447	40.4363	40.4382	0.04		
	第二法: 酸水解法	1.3929	62.2493	62.2671	1.28	1.27	1.81
		1.4361	55.2521	55.2708	1.30		
		1.3059	72.4339	72.4500	1.23		
		1.3689	48.9321	48.9495	1.27		
		1.4578	64.0415	64.0599	1.26		
		1.4627	50.9230	50.9414	1.26		
	第三法: 碱水解法	1.5407	66.7316	66.7525	1.36	1.38	1.48
		1.6417	73.5806	73.6038	1.41		
		1.5175	56.0579	56.0791	1.40		
		1.6241	69.4000	69.4225	1.39		
		1.5565	65.1985	65.2201	1.39		
		1.3688	53.5594	53.5781	1.37		

间取出振荡几次。水浴结束后取出离心管, 冷却到室温。加入 10mL 乙醇, 缓和但彻底地进行混合, 加入约 15mL 乙醚, 手动振摇 1min, 加入约 15mL 石油醚, 轻轻震荡 30s, 静置 20min, 待上部液体清晰, 吸出上清液于已恒重的锥形瓶内。重复用无水乙醚和石油醚抽提 3 次, 合并所有的提取液, 旋转蒸发掉试剂后, 将脂肪收集瓶放至 $100^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥至恒重, 称量。

2 结果与分析

2 组样品, 3 种方法检验, 每种方法做 6 个平行, 对所得结果进行分析。对脂肪含量标识值较高的婴幼儿磨牙棒饼干 (见表 1), 3 种方法的 RSD 值均小于 5%, 索氏抽提法结果偏低, 碱水解法结果略高于酸水解法, 提取上效果未见显著差异, 但样品脂肪含量在 5%~15% 之间, 碱水解法的两次独立测定结果之差 $\leq 0.2\text{g}/100\text{g}$, 精密度优于酸水解法; 对脂肪含量标识值较低的原味有机米粉 (见表 2), 索氏抽提法未有效提取脂肪, 碱水解法结果略高于酸水解法, 但样品脂肪含量在 $\leq 5\%$ 时, 碱水解法的两次独立测定结果之差 $\leq 0.1\text{g}/100\text{g}$, 精密度优于酸水解法。

3 结束语

第一法索氏抽提法, 对高脂肪含量的样品, 提取结果偏低, 效果不理想, 对低脂肪含量的样品, 很难有效提出脂肪, 因此认为此法不适合用于婴幼儿辅助食品脂肪的提取, 建议放弃。

第二法酸水解法和第三法碱水解法都能有效提出脂肪, 标准中碱水解法, 又称罗紫-哥特里法 (Rose-Gottlieb) 是利用氨-乙醇溶液破壁, 对选取的两组样品的检验结果显示, 碱水解法结果均略高于酸水解法, 若从统计学中样本只能无限接近总体的原理分析, 相对酸水解法, 碱水解法能提取出更多脂肪, 并且采用碱水解法时, 其结果的精密度优于酸水解法。另 GB10769 虽指定检验方法为 GB5413.3-2010《婴幼儿食品和乳品中脂肪的测定》^[4], 但此方法已被 GB 5009.6-2016 代替, 变更为其中的第三法碱水解法和第四法盖勃法, 若从追溯的角度考虑, 第三法碱水解法应该更适合此类食品检验。

参考文献:

- [1] 国家食品安全监督抽检实施细则 (2021 年版) [S]. 2021: 214-277.
- [2] GB 10769-2010, 食品安全国家标准 婴幼儿谷类辅助食品 [S].
- [3] GB 5009.6-2016, 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定 [S].
- [4] GB 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].