

大豆脂肪测定方法研究

郑 云 兰

(黑龙江省农业科学院)

陆 师 国

(中国农业科学院油料研究所)

摘 要

本试验采用标准样品黑农26和吉林3号大豆为材料,对目前较好的几种大豆脂肪化学测定法进行了对比试验研究。结果确立了为脂肪提取的YG—2型最佳仪器和各不同仪器的最佳提取时间及温度的工作条件。为制定国家标准法提供了依据。

前 言

大豆含油量的测定方法较多,主要分仪器和化学测定两大类。影响大豆种子脂肪测定的重要因素是温度和时间。我们分别对现行的大豆脂肪含量化学测定法采用的三种不同提取器的效能,不同提取温度、时间及三种仪器在不同室温下提取效果进行了试验。共测得两千多数据,进行数理统计分析,确立了最佳仪器YG—2型脂肪抽提器和三种不同仪器的最佳提取时间和温度的工作条件。

材 料 和 方 法

供试大豆样品:黑农26、吉林3号提取试剂:乙醚(A、R)。定量滤纸(中速)。
方法:

1. 60ml 索氏提取器——油重法。
2. YG—2型脂肪提取器——残余法。
3. 500ml 索氏提取器——残余法。

* 全国农业分析标准化研究课题,潘桂珠同志参加了部分工作。

** 本文经中国农业科学院王连铮研究员、黑龙江农科院实验技术中心郑成国审阅,深表谢意!

本文于1989年1月24日收到。

This paper was received on Jan. 24, 1989.

结果和讨论

一、三种不同提取器测定脂肪试验

用三种不同提取器在不同温度、时间条件下，测定黑农26和吉林3号两个大豆品种

脂肪含量如图1、2。

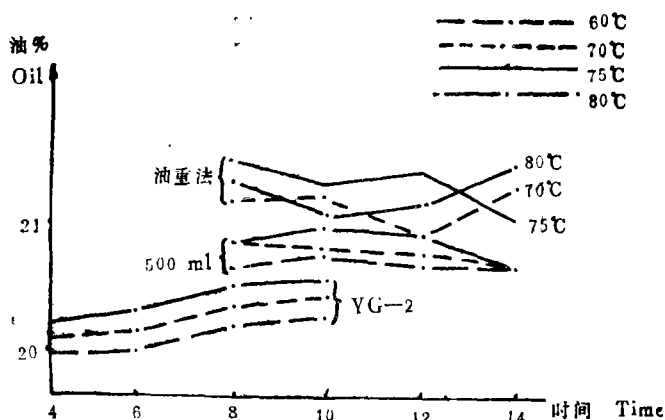


图1 黑农26
Fig. 1 Hei Nong 26

图1看出，YG—2型提取器不仅容量大承受样品多，并在同一孔水浴上提取，受水浴温度因子影响小，重现性好，稳定性强。它在不同提取温度和时间影响下，曲线呈缓慢有规律的平行上升，表现出优良性能。油重法的60ml索氏提取器和残余法中的500ml索氏提取器与YG—2型提取器相比较，从图1三种方法的曲线可见：油重法交叉点较

多，上下跳动不够稳定，500ml提取法次之，因为这两种仪器分析过程较YG—2型复杂，多孔水浴提取，温度影响大，要求条件高，所以YG—2型显示了它的优越性，图1中曲线表现平稳上升为最好。

二、不同水浴温度试验

图1看出，脂肪提取时，水浴温度高低直接影响乙醚回流速度和次数，影响测定结果精密度，因此水温是脂肪测定中的重要环节。

1. 油重法(60ml)提取温度。

从图1、2可见，大豆黑农26在水温75℃提取时，四点处理中有三点提取的脂肪高于其他两个温度。而吉林3号大豆也以75℃水温提取的脂肪为最高。

表1说明，油重法对两个大豆品种脂肪的分析，提取时间在8小时内，对75℃与70℃；75℃与80℃进行变数间的t值测验，差异均显著。所以，75℃是油重法的最佳水浴提取温度。

2. 残余法(YG—2型)抽提温度

图1表明，用YG—2型提取器测定黑农26脂肪含量，其结果以80℃水温为最高，与另两个温度处理相比较，曲线缓慢平行上升，很有规律性。从表1可见，在8小时提取时间内80℃与70℃，70℃与60℃t值显著或较为显著。

从图2的吉林3号分析结果看出，3个温度处理在不同提取时间内，数字都很相近。表1,60个变量中12个平均数最大与最小平均数绝对相差为0.19%，误差1.05%左右，在操作误差允许范围之内。图3中虽可见80℃提取脂肪结果虽较70℃低，但

提取时间在 8 小时内（表 1）60℃与 70℃，70℃与 80℃，60℃与 80℃ t 值结果差异并不显著，所以仍可以认为 80℃水温是 YG—2 型最佳提取温度。

3. 残余法（500ml）
提取温度

图 1 表明：以 500ml 索氏提取器测定黑农 26 脂肪含量，水温 80℃为佳，各变量数值均比其他两个温度处理为高。在 10 小时提取时间内，各值均不显著。其中变量（x）最大值 18.27% 与最小值 18.05%，绝对相差只为 0.22%，相对偏差在 1.2% 左右，为操作误差所

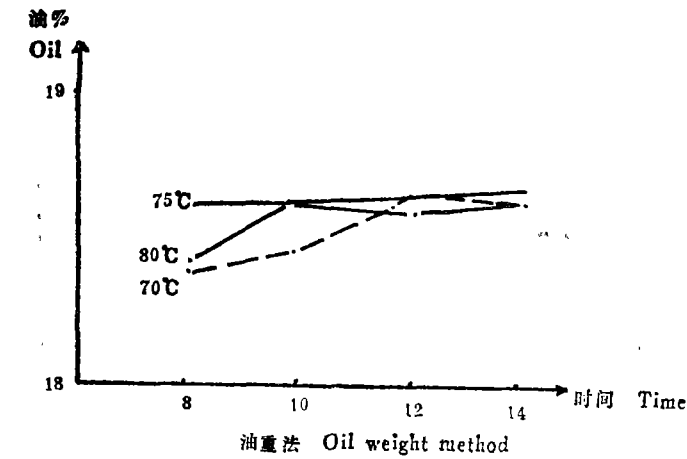


图 2 吉林 3
Fig. 2 Jilin 3

表 1 大豆脂肪提取不同方法于 8、10 小时最佳温度的测定

Table 1 Test of the optimum temperature on soybean oil extracting for 8 and 10 hours by using different methods.

时间 Time 方法 Methods 温度 Temp. 品种名 Varieties	8 小 时		8 hours		10 小时 10 hours	
	油重法—60ml Oil-weight method		残余法—YG—2 Remainder method		残余法—500ml Remainder method	
	℃	t	℃	t	℃	t
黑 农 26 Heinong 26	70—75	3.71 *	60—70	2.18 *	60—70	0.49
	75—80	2.99 *	70—80	3.63 *	70—80	2.33
	70—80	1.98	60—80	2.44	60—80	2.22
吉 林 3 Jilin 3	70—75	3.72 *	60—70	2.00	60—70	2.98 *
	75—80	3.67 *	70—80	2.70	70—80	2.96 *
	70—80	0.80	60—80	0.73	60—80	3.00 *

* 差异显著性 t 值测定超 5 % 显著水准
Significance of difference by t test above 5 % level.

允许。吉林 3 号也是如此，所以 80℃ 仍可作为 500ml 最佳提取温度。

三、不同提取时间试验

大豆脂肪测定中，乙醚提取时间的长短直接影响分析结果的准确度，因而时间是重要因素之一。

1. 油重法 (60ml) 最佳提取时间。

黑农26大豆脂肪含量在最佳温度75℃水浴上进行提取。从图 1 看出 4 个不同提取时间中，脂肪含量以 8 小时为最高。8 小时以后曲线呈下降趋势。吉林 3 号脂肪含量在 75℃情况下 (图 2)，坐标曲线稍有上升，横坐标接近平行。4 个不同提取时间，分析数字极为相近，最大值为 18.69%，最小值为 18.62%，绝对偏差为 0.07%。对各处理点进行 t 测验 (表 2) 均不显著。油重法提取 8 小时结果即达准确程度。

表 2 最佳温度条件下三种仪器提取时间

Table 2 Test of extracting time on the optimum temperature by using three kinds of instruments

品 种 Varieties	方 法 Methods		温 度 Temp.		Treatments	
	60ml 油重法 Oil-weight method		YG-2 残余法 Remainder method		500ml 残余法 Remainder method	
	75℃		80℃		80℃	
	小 时 hour	t	小 时 hour	t	小 时 hour	t
黑 农 26 Heinong 26	8—10	3.70 *	8—4	2.56	10—8	0.10
	8—12	1.09	8—6	2.42	10—12	0.42
	8—14	2.56	8—10	0.53	10—14	4.35 *
吉 林 3 Jilin 3	8—10	0.96	8—4	2.38	10—8	3.45 *
	8—12	1.09	8—6	1.73	10—12	1.84
	8—14	2.36	8—10	0.34	10—14	2.19

* 差异显著性 t 值测定超 5 % 显著水准
Significance of difference by t test above 5 % level

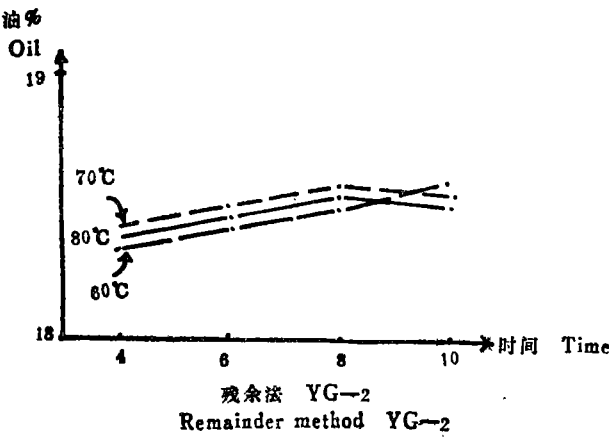


图 3 吉 林 3
Fig. 3 Jilin 3

2. 残余法 (YG-2) 最佳提取时间

黑农26大豆经 3 个不同水浴温度和 4 个提取时间处理得出的 60 个分析数据，依着各处理间变量平均值，绘出的坐标曲线。图 1 明显地看出：3 条曲线在 4—8 小时之间，分析结果有规律上升，而在 8—14 小时，曲线趋于平行，表明在 8 小时脂肪已提取完全。而吉林 3 号大豆各处理分析结果 (图 3) 处理间变量极为相近，4—8 小时曲线稍有上

升,提取8小时后曲线也趋于平行。为此对两个大豆品种,在最佳温度条件下,提取时间以8小时最佳。

3. 残余法(500ml)最佳提取时间

试验表明,以500ml索氏提取器测定黑农26号大豆脂肪含量,水浴温度80℃提取10小时结果最高,但10小时与8小时、10小时与12小时t值测验结果差异很不显著,提取10小时其结果20.46%与提取8小时20.41%绝对偏差为0.05,相对偏差仅有0.2%左右。说明8小时脂肪已提取完全。

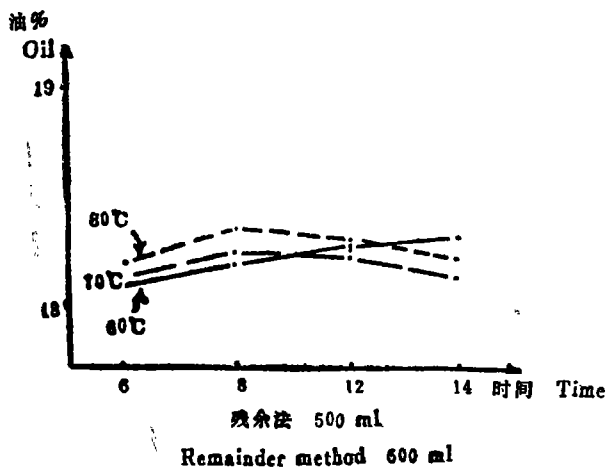


图4 吉林3
Fig. 4 Jilin 3

吉林3号大豆用500ml索氏提取器以60℃10小时结果为最高,但在全部处理变数集团中,各处理平均数最大值与最小值间相对偏差仍在操作误差允许之内(图4)。可见,为提高工效又保证脂肪提取完全。80℃提取8小时仍然可做为500ml索氏提取器的最佳提取时间。

四、不同室温对不同提取器测定结果的影响

我们在试验中发现,大豆脂肪测定时,不但水浴温度、提取剂(乙醚)回流的时间对测定结果有影响,而且提取器所处的环境温度(室温)也直接影响脂肪抽提程度。为此,我们又做了不同室温对黑农26脂肪含量

测定结果的影响。在水温80℃以500ml提取,回流提取8、10、12、14小时,4个处理在室温15—20℃下,测定结果均高于在室温7—8℃。为测知差异的可靠性,进行了t测验。YG—2法在同一孔水浴温度(80℃),4个不同提取时间,两种不同室温(15—20℃和7—8℃)条件下所得数据,t测验3点呈显著,另一点不显著。而500ml提取法,在同一水温下,4点均不显著。从而说明室温对YG—2法有影响,对500ml提取法影响不大,对油重法几乎无影响。

试验结果表明,500ml提取法,在室温15—20℃回流10小时提取脂肪含量最高,但与8小时比其值并不显著。同样8小时与12、14小时相比也不显著,所以室温15—20℃回流8小时,水温80℃为500ml提取法的最佳条件。

YG—2型在室温15—20℃条件下,水温80℃,4个提取时间,测得的结果有缓慢上升趋势,以8小时为最高,但与6小时5次重复的平均值相比,绝对相差只有0.02%,t测验差异不显著。因此,我们认为节省提取时间,于室温15—20℃情况下,在80℃水浴上回流提取6小时,可做为YG—2法最佳提取时间。

在室温7—8℃情况下,用3种仪器同时测得黑农26和吉林3号大豆含油量其结果

表 3 不同室温对不同提取器效果的测定

Table 3 Effect of determination of different analyzing methods under different room temperature

15—20℃			7—8℃			7—8℃		
提取时间 Time of extraction	方法对比 Method compa- rison	t	提取时间 Time of extraction	方法对比 Method compa- rison	t	提取时间 Time of extraction	方法对比 Method compa- rison	t
8	油重法与 YG—2 Oil-weight me- thod and YG—2	3.85*	8	油重法与 YG—2 Oil-weight me- thod and YG—2	13.42*	8	油重法与 YG—2 Oil-weight me- thod and YG—2	23.49**
6 8	YG—2 与 500ml	2.49	8	YG—2 与 500ml	4.58*	8	YG—2 与 500ml	2.68
8	油重法与 500ml Oil-weight me- thod and 500ml	1.97	8	油重法与 500ml Oil-weight me- thod and 500ml	5.24**	8	油重法与 500ml Oil-weight me- thod and 509ml	11.14**

* 油重法水浴温度为75℃，500ml 提取法与 YG—2 法水浴温度为80℃，品种为黑农26和吉林 3 号。

均呈显著差异，顺序是油重法最高，500ml 提取法次之，YG—2 法最低。

为进一步证明室温15—20℃条件，3 种仪器测定结果的差异。我们又对脂肪含量在 17—22 % 间10 个大豆品种在最佳条件下进行了对比试验，其结果如表 4。

表 4 10 个大豆品种用不同方法测定结果对比

Table 4 Comparison of the results of determination by using different methods on 10 soybean varieties

方 法 Methods	油重法 60ml Oil-weight method 60 ml	残余法 YG—2 Remainder method YG—2	偏 差 Deviation	残余法 YG—2 Remainder method YG—2	残余法 500ml Remainder method 500ml	偏 差 Deviation
品种名 Varieties						
敦化豆 Dunhuadou	21.63	21.76	—0.13	21.76	21.50	+0.26
王井春 Wangjingchun	22.48	22.35	+0.13	22.35	22.18	+0.17
钢6610—5 Gang 6610—5	21.49	21.44	+0.05	21.44	21.53	—0.09
钢6634—7—8 Gang 6634—7—8	23.11	22.70	+0.41	22.70	22.86	—0.16
平顶香 Pingdingxiang	20.60	20.45	+0.15	20.45	20.59	—0.14
讷河早半月 Nehezaobanyue	19.05	18.83	+0.22	18.83	18.64	+0.19
八月忙 Bayuemang	17.39	17.05	+0.34	17.05	17.05	0.00
牡丰 5 号 Mufeng 5	18.59	18.50	+0.09	18.50	18.47	+0.03
德都大白眉 Dedudabaimei	18.18	17.88	+0.30	17.68	17.95	—0.27
合交13号 Heliao 13	22.02	21.96	+0.06	21.96	21.80	+0.16
总偏差 All deviation			+1.00			—0.15

由表 4 可见,油重法测得结果仍比 YG—2 法偏高,而 500ml 提取法与 YG—2 法测得结果差异不大,绝对偏差正负相差很接近。

结 论

综上所述,测定少量样品的油料作物种子脂肪含量,一般可采用油重法(仲裁方法),在室温 15—20℃ 条件下,水浴温度 75℃,提取 8 小时为宜。如测定大量样品,为了提高工效,可采用残余法——YG—2 型提取法,在室温 15—20℃ 条件下,水浴温度 80℃,提取 6—8 小时。对含油量高的样品可提取 8—10 小时。

参 考 文 献

- [1] A. И. 耶尔马科夫等, 1958, 植物生物化学研究法, 科学出版社。
- [2] ISO: 1968 Recommendation R 659 Oleaginous seeds Determination of oil content.
- [3] AACC Method 30—26 CRUDE FAT in Soy FOURS Revised 10—8—76.

STUDY ON DETERMINATION METHOD FOR SOYBEAN OIL ANALYSIS

Zheng Yunlan

(Heilongjiang Academy of Agricultural Sciences)

Lu Shiguo

(Oil Crops Research Institute, Chinese Academy of Agriculture Sciences)

Abstract

The Standard varieties Heinong 26 and Jilin 3 we taken as experimental materials. YG—2 Model and it's optimum working conditions inciuding extraction time and temperature had been found to be the optimum one among different instruments, by our study.

The results our study provide many basic data and scientific basis for working out the National standard method.