

# 芝麻酱、花生酱酸值和过氧化值 测定中的油脂提取方法

高牡丹<sup>1,2</sup>, 师景双<sup>1,2</sup>, 胡明燕<sup>1,2</sup>

(1. 山东省食品药品检验研究院, 济南 250100; 2. 国家市场监督管理总局重点实验室(肉及肉制品监管技术), 济南 250100)

**摘要:**为解决现有芝麻酱和花生酱酸值、过氧化值测定中油脂提取方法存在的提取时间长、效率低等问题,通过在样品中加入丙酮水溶液,使蛋白质发生变性、絮凝,从而破坏芝麻酱、花生酱稳定的溶胶体系,使体系快速分层,油脂快速游离出来,从而快速高效地提取油脂。具体方法:按料液比1:1向芝麻酱、花生酱样品中加入丙酮水(体积比1:1)溶液,搅拌混匀后加入3倍样品体积的石油醚,振摇提取,静置约30 min分层,将上层有机相经无水硫酸钠过滤,于40℃脱除溶剂,获得油脂。通过加入丙酮水溶液大大缩短了油脂提取时间,效率极大提高,并且降低了提取时间长带来的油脂氧化风险,提高了结果准确度。通过精密度、准确度方法学考察,证明该方法准确可靠。综上,该方法可以用于芝麻酱、花生酱产品酸值、过氧化值测定中油脂的提取。

**关键词:**芝麻酱;花生酱;丙酮;油脂提取;酸值;过氧化值

中图分类号:TS225.1;TQ646.2 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2023)03-0106-05

## Oil extraction method in the determination of acid value and peroxide value of sesame paste and peanut butter

GAO Mudan<sup>1,2</sup>, SHI Jingshuang<sup>1,2</sup>, HU Mingyan<sup>1,2</sup>

(1. Shandong Institute for Food and Drug Control, Jinan 250100, China; 2. Key Laboratory of Supervising Technology for Meat and Meat Products for State Market Regulation, Jinan 250100, China)

**Abstract:** To solve the problems of long extraction time and low efficiency of the existing methods for oil extraction in the determination of acid value and peroxide value of sesame paste and peanut butter, the acetone water solution was added to the sample to denature and flocculate the protein, thereby destroying the stable sol system of peanut butter/sesame paste, so that the system could be quickly stratified, and the oil was quickly freed out, so the oil could be extracted efficiently and quickly. The specific extraction method was as follows: adding acetone-water (volume ratio 1:1) solution to the sesame paste and peanut butter sample (ratio of samples mass to solvent volume 1:1), stirring and mixing well, adding petroleum ether 3 times the sample volume, shaking, standing for stratification for about 30 min, the upper organic phase was filtered through a funnel filled with anhydrous sodium sulfate, and the solvent was removed at 40℃ to obtain oil. The extraction time was greatly shortened by adding acetone water solution, the efficiency was greatly improved, and the risk of oil oxidation caused by long extraction time was reduced, and the accuracy of the results was improved. The method was proved to be accurate and reliable by means of precision and accuracy methodology. In conclusion, the extraction method can be

used to extract oil from sesame paste and peanut butter products for the determination of acid value and peroxide value.

**Key words:** sesame paste; peanut butter; acetone; oil extraction; acid value; peroxide value

收稿日期:2022-01-19;修回日期:2022-11-11

作者简介:高牡丹(1982),女,高级工程师,研究方向为食品质量分析(E-mail)51980184@qq.com。

通信作者:胡明燕,正高级工程师(E-mail)humingyan@shandong.cn。

花生酱和芝麻酱中含有脂肪、蛋白质、碳水化合物、矿物质等多种营养成分,营养价值高,加之独特的风味,是日常生活中必不可少的调味品。然而,由于芝麻酱、花生酱中油脂含量较高(约50%)<sup>[1-4]</sup>,若存储不当,很容易发生酸败、变质。酸败的花生酱、芝麻酱通常会令人不悦的哈喇味,并且酸败还可能产生醛、酮、酸等有害物质,导致肠胃不适,影响人体健康<sup>[5-6]</sup>。

酸值反映油脂的酸败程度,过氧化值是油脂酸败的早期指标,两者是评价油脂质量的重要指标<sup>[7-8]</sup>。准确检测花生酱、芝麻酱中油脂的酸值和过氧化值,对于评价产品质量是非常必要的。现行产品标准 LS/T 3311—2017《花生酱》、LS/T 3220—2017《芝麻酱》和 QB/T 1733.4—2015《花生酱》中酸值、过氧化值测定前的油脂提取方法为:①试样中加入适量石油醚振摇混匀,放置12 h及以上;②无水硫酸钠干燥过滤;③脱除溶剂。但这种油脂提取方法具体应用到花生酱、芝麻酱产品中却存在诸多问题,如:有机相为悬浊液,过滤困难;提油量,无法满足实验要求;提取的油脂含有较多杂质;油脂提取时间长导致检测结果不准确等。目前文献中该类食品油脂提取方法主要分为加水加石油醚直接提取、加乙醚直接提取、酶解后有机溶剂提取等<sup>[9-11]</sup>,但这些提取方法仍然存在许多不足,如有机相仍为悬浊液、固液两相无法快速有效分离、酶制剂对油脂酸值有影响,会产生极大系统误差。综上,亟需找到一种可高效提取花生酱、芝麻酱中油脂的方法。

丙酮是最简单的饱和酮,具有如下特点:①可使样品蛋白质变性,引起絮凝,容易过滤;②既能溶于石油醚又能溶于水,可作为助提试剂;③沸点(56.53℃)较低,在旋蒸提取中可以更快彻底除去;④毒性较低。因此,本研究拟通过向花生酱、芝麻酱中加入丙酮水溶液,建立高效的过滤体系辅助酸值、过氧化值测定中的油脂提取,并与国标方法进行对比,以研究适合花生酱、芝麻酱中油脂提取的实验方法,以便准确测定花生酱、芝麻酱的酸值和过氧化值。

## 1 材料与方 法

### 1.1 实验材料

#### 1.1.1 原料与试剂

芝麻酱、花生酱、芝麻油、花生油,市售;丙酮、石油醚(沸程30~60℃),分析纯,国药集团化学试剂有限公司;氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L)、硫代硫酸钠标准溶液(0.1 mol/L),北京曼哈格生物科技有限公司;实验用水,符合 GB/T 6682—2008

《分析实验室用水规格和试验方法》三级水要求。

#### 1.1.2 仪器与设备

电子分析天平(精度0.01 g),梅特勒-托利多公司;旋转蒸发仪,瑞士布奇公司。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 油脂的提取

##### 1.2.1.1 本实验方法

称取10 g芝麻酱或花生酱于具塞容器中,加入10 mL丙酮水(体积比1:1)溶液,玻璃棒剧烈搅拌均匀。加入30 mL石油醚,振摇提取。静置约30 min分层,将上层有机相用装有无水硫酸钠的快速滤纸过滤,收集滤液于旋蒸瓶内,于40℃的水浴下负压旋转蒸发除去溶剂,获得油脂。

##### 1.2.1.2 国标方法

参照 GB 5009.229—2016 和 GB 5009.227—2016 提取芝麻酱或花生酱中的油脂。具体操作步骤:称取10 g芝麻酱或花生酱于具塞容器中,加入30 mL石油醚,混合均匀,静置18 h分层,将上层有机相用装有无水硫酸钠的快速滤纸过滤。

#### 1.2.2 酸值、过氧化值测定

酸值测定参照 GB 5009.229—2016 中 11.3。过氧化值测定参照 GB 5009.227—2016 中 5.2。

#### 1.2.3 精密度实验

分别取花生酱、芝麻酱各3个平行样按照本实验方法(1.2.1.1和1.2.2)测定酸值、过氧化值,每个样品重复测定7次。

#### 1.2.4 准确性验证

取花生油和芝麻油样品分别按照本实验方法(1.2.1.1和1.2.2)和国标方法(GB 5009.229—2016 中第二法、GB 5009.227—2016 中第一法)进行酸值、过氧化值测定,每个样品重复测定7次。依照 GB/T 27417—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》,采用 *t*-检验法对本实验方法和国标方法测定数据之间的偏差显著性进行评估,以评价本方法的准确性。

## 2 结果与讨论

### 2.1 国标方法与本实验方法结果对比

#### 2.1.1 静置状态对比

以芝麻酱为实验材料,分别按1.2.1.1和1.2.1.2方法加入石油醚混合均匀后,静置不同时间,对两种方法的静置状态进行对比,结果见表1。

由表1可知,样品初始为悬浊状态,国标方法中,静置10 min,少量芝麻酱固体开始下沉,样品开始出现分层,上层有机相呈悬浊状态,随静置时间的延长,样品状态变化不大,静置结束时,样品

状态与静置 10 min 时基本一致。而本实验方法中静置 10 min, 样品体系明显分层, 上层有机相略微浑浊, 静置 30 min 时, 样品上层有机相澄清, 样品体系出现明显分层, 直到静置结束, 样品状态不发生变化。

综上可知, 相比国标方法, 本实验方法可以在更短时间内使样品体系分层, 大大缩短了油脂提取时间, 且分层的有机相更为澄清透明, 易于过滤。此外, 降低了提取时间长带来的油脂氧化风险, 提高了结果准确度。

表 1 静置状态对比

静置时间	样品体系状态	
	国标方法	本实验方法
0 min	样品体系呈悬浊状态	样品体系呈悬浊状态
10 min	样品体系分层, 少量芝麻酱固体聚在下层底部, 上层有机相呈悬浊状态	样品体系明显分层, 上层有机相略微浑浊
20 min	样品体系分层, 少量芝麻酱固体聚在下层底部, 上层有机相呈悬浊状态	样品体系明显分层, 上层有机相逐渐澄清
30 min	样品体系分层, 少量芝麻酱固体聚在下层底部, 上层有机相呈悬浊状态	样品体系明显分层, 上层有机相澄清
6 h	样品体系分层, 少量芝麻酱固体聚在下层底部, 上层有机相呈悬浊状态	样品体系明显分层, 上层有机相澄清
12 h	样品体系分层, 少量芝麻酱固体聚在下层底部, 上层有机相呈悬浊状态	样品体系明显分层, 上层有机相澄清
18 h	样品体系分层, 少量芝麻酱固体聚在下层底部, 上层有机相呈悬浊状态	样品体系明显分层, 上层有机相澄清
24 h	样品体系分层, 少量芝麻酱固体聚在下层底部, 上层有机相呈悬浊状态	样品体系明显分层, 上层有机相澄清

### 2.1.2 过滤状态对比

以芝麻酱为实验材料, 分别按 1.2.1.1 和 1.2.1.2 方法静置分层后, 将上层有机相分别用装有无水硫酸钠的快速滤纸和慢速滤纸过滤, 对过滤状态进行对比, 结果见表 2。

表 2 过滤状态对比

过滤方式	获得 20 mL 滤液时的 过滤时间		滤液状态	
	国标方法	本实验方法	国标方法	本实验方法
快速滤纸	3 h	4 min	滤液非常浑浊	滤液澄清
慢速滤纸	7 h	7 min	滤液浑浊	滤液澄清

由表 2 可知, 国标方法中, 样品过滤困难, 滤速

缓慢, 采用快速滤纸过滤 3 h 或慢速滤纸过滤 7 h, 滤液仍然浑浊。本实验方法中, 样品过滤迅速, 效果明显, 采用快速滤纸过滤 4 min 或慢速滤纸过滤 7 min, 滤液澄清。可见, 相比国标方法, 本实验方法可以在更短时间内得到澄清透明的滤液, 大大缩短油脂提取时间, 过滤效果更好。

### 2.2 方法的精密度(见表 3、表 4)

由表 3、表 4 可知, 采用本实验方法提取油脂后检测酸值和过氧化值, 精密度测定结果的相对标准偏差(RSD)分别为 0.69% ~ 2.94% 和 0.79% ~ 1.54%, 符合 GB/T 27417—2017《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》中对方法精密度的要求。

表 3 酸值精密度( $n=7$ )

样品	酸值(KOH)/(mg/g)								RSD/%
	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平行 7	平均	
花生酱 1	0.787	0.773	0.783	0.765	0.769	0.772	0.781	0.776	1.04
花生酱 2	0.632	0.652	0.628	0.638	0.645	0.639	0.651	0.641	1.42
花生酱 3	1.140	1.130	1.130	1.130	1.130	1.150	1.140	1.136	0.69
芝麻酱 1	0.548	0.543	0.543	0.536	0.529	0.539	0.579	0.545	2.94

续表 3

样品	酸值(KOH)/(mg/g)								RSD/%
	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平行 7	平均	
芝麻酱 2	0.727	0.713	0.732	0.716	0.721	0.729	0.717	0.722	1.01
芝麻酱 3	0.676	0.685	0.669	0.679	0.661	0.673	0.681	0.675	1.19

注:结果以样品中油脂为基准计算。下同

表 4 过氧化值精密度( $n=7$ )

样品	过氧化值/(g/100 g)								RSD/%
	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平行 7	平均	
花生酱 1	0.107	0.107	0.108	0.109	0.106	0.106	0.107	0.107	1.00
花生酱 2	0.123	0.124	0.125	0.126	0.123	0.123	0.124	0.124	0.93
花生酱 3	0.091	0.088	0.091	0.090	0.089	0.088	0.091	0.090	1.54
芝麻酱 1	0.074	0.076	0.077	0.075	0.074	0.075	0.075	0.075	1.42
芝麻酱 2	0.064	0.065	0.063	0.064	0.062	0.063	0.064	0.064	1.54
芝麻酱 3	0.135	0.134	0.136	0.135	0.135	0.133	0.136	0.135	0.79

### 2.3 方法的准确性

由于酸值、过氧化值的测定无法使用加标回收实验、质控样实验等常规方法考察准确度,而且由 2.1 可知,采用国标方法处理芝麻酱,静置 18 h 后过

滤,滤液仍浑浊,因此本实验以花生油和芝麻油为实验材料,采用 1.2.4 方法评价本实验方法的准确性,实验结果见表 5、表 6。

表 5 酸值准确性

样品	检测方法	酸值(KOH)/(mg/g)								RSD/%	$t$ 值
		平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平行 7	平均		
花生油	国标方法	0.379	0.368	0.371	0.367	0.364	0.366	0.369	0.369	1.32	1.120
	本实验方法	0.374	0.373	0.368	0.379	0.379	0.365	0.371	0.373	1.41	
芝麻油	国标方法	1.52	1.53	1.52	1.52	1.53	1.52	1.52	1.52	0.34	1.150
	本实验方法	1.53	1.53	1.52	1.54	1.52	1.53	1.52	1.53	0.49	

注: $t_{\text{双侧},12}=2.179, p=0.05$ 。下同

表 6 过氧化值准确性

样品	检测方法	过氧化值/(g/100 g)								RSD/%	$t$ 值
		平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平行 7	平均		
花生油	国标方法	0.043 6	0.043 5	0.044 1	0.044 8	0.044 6	0.043 9	0.043 2	0.044 0	1.33	1.891
	本实验方法	0.045 5	0.044 1	0.043 7	0.044 8	0.044 5	0.045 0	0.044 6	0.044 6	1.32	
芝麻油	国标方法	0.065 7	0.065 4	0.065 9	0.067 1	0.067 9	0.064 8	0.066 1	0.066 1	1.59	0.814
	本实验方法	0.066 2	0.065 7	0.065 7	0.065 8	0.066 5	0.064 1	0.065 6	0.065 7	1.16	

由表 5、表 6 可知,2 种方法花生油、芝麻油酸值和过氧化值检验结果的  $t$  值在 0.814 ~ 1.891 之间,均小于 2.179<sup>[12]</sup>,说明在 95% 的置信区间内,2 组检测结果不存在显著性差异,因此本实验方法准确可靠,符合要求。

### 3 结论

花生酱和芝麻酱的主要成分是蛋白质、碳水化合物等,本方法利用了样品该特性,加入丙酮水溶液使其中蛋白质变性,变性蛋白质和碳水化合物发生聚集絮凝,破坏花生酱和芝麻酱稳定的溶胶体系,使其中

油脂游离出来,加入石油醚后,可以在短时间内分层,使上层含油脂的有机相在后续过滤过程中速率加快,显著缩短油脂提取时间。综上可知,本研究建立样品油脂制备方法不仅操作简便、而且更为高效快速,主要体现在以下 3 点:①提油效果好,极好地满足了油脂实验需求用量;②提高过滤效率,减少与空气接触时间,提取的油脂杂质少,保证了检测结果的准确性;③油脂提取时间大大缩短,极大提高了检测效率。通过精密度、准确度方法学考察,证明本方法准确可靠。

(下转第 134 页)

## 参考文献:

- [1] 马柏林,梁淑芳,赵德义,等. 含神经酸植物的研究[J]. 西北植物学报,2004,24(12):2362-2365.
- [2] 王性炎,王姝清. 神经酸研究现状及应用前景[J]. 中国油脂,2010,35(3):1-5.
- [3] 胡丹东,崔玉娟,张继. 神经酸对帕金森病小鼠运动障碍的改善及保护作用[J]. 中国药理学通报,2021,37(11):1524-1529.
- [4] 陈威. 神经酸联合盐酸氟桂利嗪在急性脑梗死恢复期的应用[J]. 中国当代医药,2021,28(30):68-70.
- [5] SANDERS A E, WANG C, KATZ M, et al. Association of a functional polymorphism in the cholesteryl ester transfer protein (CETP) gene with memory decline and incidence of dementia[J]. JAMA,2010,303(2):150-158.
- [6] WU R, ZHONG S, NI M, et al. Effects of *Malania oleifera* Chun oil on the improvement of learning and memory function in mice[J]. Evid - based Compl Alt, 2020, 2020(1):1-12.
- [7] 杨旭昆,汪禄祥,刘艳芳,等. 7种云南野生食用菌的氨基酸组成比较分析及营养评价[J]. 食品安全质量检测学报,2016,7(10):3912-3917.
- [8] 朱圣陶,吴坤. 蛋白质营养价值评价:氨基酸比值系数法[J]. 营养学报,1988(2):187-190.
- [9] 谭微,李敏一,郭丽艳,等. 13种食用植物油中矿物质元素含量的研究[J]. 中国油脂,2018,43(2):146-149,153.
- [10] 丁欣欣,张清元,张小军,等. 中阳县主栽核桃品种矿物质元素含量比较分析[J]. 山西农业科学,2019,47(5):775-779.
- [11] 马艺丹,刘红,闫瑞昕,等. 神秘果种子营养成分分析与评价[J]. 食品工业科技,2016,37(13):346-351.
- [12] 徐素萍. 微量元素铁与人体健康的关系[J]. 中国食物与营养,2007(12):51-54.
- [13] 郗文娟,黄鸿雁. 微量元素锌与健康[J]. 微量元素与健康研究,2003(2):61.
- [14] 李青仁,王月梅. 微量元素铜与人体健康[J]. 微量元素与健康研究,2007(3):61-63.
- [15] 刘莉,唐志华. 微量元素锰与人的寿命间的正相关效应[J]. 广东微量元素科学,2002(3):17-19.
- [16] 杨月欣. 中国食物成分表[M]. 北京:北京大学医学出版社,2004:247-283.
- [17] 崔秀琴. 高纯油酸的制备和应用[J]. 南开大学学报(自然科学版),1999(2):125-127.
- [18] 侯镜德,陈至善. 神经酸与脑健康[M]. 北京:中国科学技术出版社,2006:9-62.
- [19] 洪雪娥,高荫榆,郑渊月.  $\omega-3$ 多不饱和脂肪酸营养研究进展[J]. 江西食品工业,2006(1):35-37.

(上接第109页)

与现有国标方法比较,本方法能有效克服其提取花生酱、芝麻酱中油脂时存在的问题,可用于该产品酸值、过氧化值测定中油脂的提取,为其油脂提取提供了一条新思路。

## 参考文献:

- [1] 芝麻酱:LS/T 3220—2017[S]. 北京:中国标准出版社,2017.
- [2] 花生酱:LS/T 3311—2017[S]. 北京:中国标准出版社,2017.
- [3] 花生酱:QB/T 1733.4—2015[S]. 北京:中国轻工业出版社,2015.
- [4] 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所. 中国食物成分表:第一册[M]. 2版. 北京:北京大学医学出版社,2009.
- [5] 巩阿娜,刘红芝,刘丽,等. 花生酱制备工艺、品质分析及安全性评价研究进展[J]. 食品科学,2015,36(13):272-275.
- [6] 王建中,周晓莉. 防止花生酱变质研究[J]. 粮油食品科技,1992(6):22-23.
- [7] 刘芳,王超,杨菊,等. 油脂酸价和过氧化值检测方法的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报,2019,10(14):4478-4482.
- [8] HAO M M, LI X H, LIU H D. Effect of different storage conditions on soybean oil acid value[J]. J Food Sci, 2006, 45(2):208-212.
- [9] 李铮. 芝麻酱中酸价测定方法研究[J]. 临床合理用药杂志,2013,6(5):166.
- [10] 东北农业大学. 一种水酶法提取花生油及花生酱的方法:CN201510832734.0[P]. 2016-03-23.
- [11] 朱宝安. 对乙醚萃取法测定芝麻酱中脂肪的探讨[J]. 食品研究与开发,2004,25(1):127-128.
- [12] 颜虹,徐勇勇,赵耐青,等. 医学统计学[M]. 3版. 北京:人民卫生出版社,2015.