

---

## 索氏提取脂肪测定仪的粗脂肪测定残余法

### 一、方法原理：

一定量的样品经有机溶剂浸提脂肪,称剩余物重,有重量的减少求得脂肪重量计算脂肪含量

### 二、试剂:

1. 无水。

### 三、仪器:

脂肪提取器、水浴、干燥器;烘箱。

### 四、操作步骤:

1. 取经脱脂处理后烘干过的滤纸,折叠成一头开口的纸包,用铅笔编号,然后称重( / 万天平·W1)。
2. 取粉碎样品 1g 左右,小心放入纸包内,将口折封,在 1000 c 烘 1 小时,放干燥器中冷却后,称重(W2)。
3. 将纸包放入脂肪提取器内,加入无水,使能全部浸没纸包并有部分流入下部 烧瓶中。
4. 安装好浸提器,注意接口不漏气,水浴加热下部烧瓶(温度约 50℃),通水冷凝回流 10 小时左右,控制每小时回流 10 次左右。
5. 打开脂肪提取器,取出纸包,风干+然后在 105℃烘于 1—2 小时。
6. 置于干燥器中冷却后,称重(W3)。

### 五、计算:

月旨肪%=[(w2-w3)\*100]/w2-w1 式中: W1: 滤纸包空重(g) w2: (滤纸包+样品)重(g)  
W3: (滤纸包+残余物)重(g)

索氏提取脂肪测定仪的粗脂肪测定残余法

### 六、注意事项:

1. 滤纸用中速或慢速的,不要用快速的;滤纸形状可为方形也可为圆形。
2. 滤纸先经脱脂烘干处理,方法是:滤纸放在大烧杯中,加无水浸泡 4—6 小时,取出晾干,105℃烘干,在干燥器中冷却备用。
3. 样品磨细过 40 目筛,磨碎时先弃去开始的部分样品,其余的再磨混匀,注意磨碎时使样品不要发热,磨碎样不要久放,及时测定,称样重:油料样品 1g 左右,谷物样 3—5g。
4. 如样品含水份较多,应先烘干,烘干的时间和温度要注意控制,温度过高或时间过长,可能使不饱和脂肪酸氧化或油脂挥发影响结果,或使油脂氧化难以提取。
5. 滤纸包必须折好,确保样品不漏出。如在实,验过程中有样品漏出,必须重做。纸包的 大小,必须适合浸提器的口径和高度,纸包高度应低于回流弯管,使纸包能完全被浸没。
6. 整个脂肪提取器内部都应干燥无水,按装好后各接口应密闭不漏气,冷凝管上口用脱脂棉花松松堵上或是接上 CaCl<sub>2</sub> 干燥管,防水份进入和防挥发出去。

- 
7. 所用必须无水，否则一些糖和水溶性无机物会被抽提出来而造成误差。如有水，可先加无水  $\text{CaCl}_2$  处理，然后用 Na 去水，也可以在中加无水石膏，振荡数次，静置 10 小时以上，然后蒸馏，取 35t2 以下馏液应用，除外，也可用石油醚、沸点 30—600 c
  8. 回流速度通过加热温度控制，一般 45—5012，冬夏应有区别，保持温和沸腾，下滴较快但不连成线(约每秒 3—4 滴)，每小时回流循环 10 次左右，回流 10 小时左右，\*时间长短视样品含油量而定。
  9. 不得用电炉或其它明火加热，如闻到空气中有较强的味，应检查有无漏。以及 冷凝水是否流通或流量太小，整个提取过程中，冷凝水不能中断，注意室内通风。
  10. 有时浸提器中已满，却不能通过虹吸管一下手流人底部烧瓶，降低了清提效率 遇此情况可轻轻摇动提取器或将浸提器稍向虹吸管一侧倾斜，使得虹吸作用能进行， 器时要注意。’
  11. 取出滤纸包，必须先在空气中晾干再放人烘箱，烘干温度 105C，不可过高， 也不能过长。烘干后在干燥器中冷却半小时以上再称重，称量时要迅速。
  12. 实验结束后，回收，方法是：在浸提器中满而尚未从虹吸管下流； 醚倒入回收瓶内，如此进行几次，至烧瓶中无为止。：

索氏提取脂肪测定仪的粗脂肪测定残余法

### 七、思考题：

1. 用残余法测脂肪，哪些因素可能引起测定结果发生正误差，哪些因素可引起产生负误差？
2. 样品在用浸提之前为什么要烘干？为什么不能高温和长时间烘干？
3. 为什么说用此法测得的是粗脂肪？
4. 残余法与直接法测脂肪相比，操作有何异同，各有什么优缺点？
5. 如果：①浸提器接口漏气；②滤纸未经脱脂烘干处理；③纸包过长，高于虹吸乍 浸提过程中途停电 5 小时；⑤使用的是未经蒸馏的用过的；⑥残余物烘干[ 120Y3；⑦浸提过程中停水 2 小时；⑧样品未磨碎，会发生什么问题？对测定有何影响

资料来源：杭州川一实验仪器有限公司