

鱼类含脂量的样品处理、保藏和分析方法的比较研究*

王可玲 李爱杰** 黄颂芳 滕文法

鱼类含脂量作为一项生态-生理指标,近廿年来在渔业生物学研究中应用越来越多,其意义也越来越明显了^[1,14,16]。但是,由于常用的分析粗脂肪的方法——索氏法,花费人力物力较大,进行一次分析需要2—3天的时间,而渔业生物学调查却往往需要分析大量的样品,甚至一次取样数百个,有时还要远离实验室到野外去收集样品。我们在过去的工作中体会到,由于方法的限制大大影响了这项工作的开展。另外,一次取样很多不可能马上分析完,其中还存在着样品如何处理和保藏的问题。因此,具有一定准确度而又迅速简便的含脂肪量样品的处理、保藏和分析的方法,这不仅是从事测定脂肪含量工作人员所关心的问题,也是渔业生物学工作者关心的问题。

过去一些学者在这方面做过很多有价值的工作,然而我们没有见到从样品处理、保藏到分析的一整套方法。有些工作目前仅限于方法上的探讨,在实际应用上尚有一定的问题,如毛细管法^[5]、皂化法^[3]、比重法^[9,14,18]等,虽然能快速测定,但准确度差;有些方法虽具有一定的准确度,但需另行配备一套设备,操作也不简便,如二氯甲烷提取法^[11]、脱脂残余物法^[4]等。最近见到有用红外线天秤测定含脂量的报道^[16],由于文献收到较晚本报告中没有涉及。在样品保藏方面方法很多^[1,8,11,15],有些在实际工作中已经应用。但是,各种方法对于样品含脂量在保藏期间的变化与影响如何尚不清楚。因此,在1964年到1965年,我们主要从如何保藏样品和简化分析方法这两方面,按照**鼓足干劲,力争上游,多快好省地建设社会主义**的总路线的精神、和毛主席关于“**要节约闹革命**”的教导,进行了一些比较实验,为提高工作效率、简化操作方法和节省人力物力提供依据,以便在渔业资源调查中加以应用。

山东海洋学院孙守田同志和中国科学院海洋研究所鱼类生态组的许多同志都曾帮助过工作,**张孝威**、徐恭昭等同志对这项工作提出过宝贵意见,在此一并致谢。

一、实验材料

在实验过程中,我们采用了不同种鱼类的肌肉和肝作材料,各种鱼皆购自青岛鱼市场,部分肝样品购自青岛水产加工厂。

1. 肌肉(代表低含脂量样品)

* 中国科学院海洋研究所调查研究报告第376号。

** 李爱杰系山东海洋学院,王可玲等三人系中国科学院海洋研究所。

先后使用过鲈鱼、鳊鱼、带鱼和银鲳的肌肉。取样时,去皮去骨,置有机玻璃上用刀反覆地剁成肉酱,并上下翻动,力求均匀。然后以减量法在分析天秤上每样称取5克左右,供作实验样品。

2. 肝(代表高含脂量样品)

先后使用过鲨鱼、牙鲆、河鲀、鲛鰵和黑鲷的肝。取样时除去胆囊,输胆管及大的血管等,然后剪细混匀,每样在分析天秤上称取4克左右,供作实验样品。

在整个实验中,共分析了1,025个样品。每个样品一般皆平行测定3次,所得数据取其平均值,个别样品也有分析2次、4次或5次者。

二、实验方法与结果

1. 取样方法实验

我们采用的取样方法有下列三种:

(1) 烘干样 将称得之样品(肌肉或肝,以下同)直接放入垫有脱脂玻璃纸的称瓶内,散开,置105℃烘箱中,烘至恒重。分析前,为简化手续不再经磨碎过筛等手续,直接连同玻璃纸一起,利用其干燥后的脆性,压碎装入圆筒滤纸内,或包入滤纸包内。

(2) 吸水样 将称得之样品,放入研钵中,加入3—4倍于样品重的无水硫酸钠,研磨吸水至呈松散的细屑。然后仔细地移入圆筒滤纸内。残余物用脱脂棉擦净,连脱脂棉一起放入原滤纸筒内。分析时直接将滤纸筒放入抽取器中。

(3) 消毒样 将称得的样品,放在脱脂的玻璃纸上,卷成长条状,放入试管中,管口封以橡皮奶头。用注射器穿过奶头抽气,并马上放入沸腾着的煮沸消毒器中。煮沸消毒2小时后,趁热取出,把奶头上部弯至试管一侧,并紧紧地用橡皮圈缠牢,使试管内部呈半真空状态。分析前,将样品从试管中取出,展开玻璃纸,散开样品,置105℃烘箱中烘至恒重,其他同烘干样。

我们选用几种鱼的肌肉和肝对上述三种取样方法进行了比较分析。分析方法用索氏法,用乙醚在水浴上抽取16小时。分析结果列入表1。

表1 三种取样方法对含

项 目	样 品		取 样 方 法		肌 肉							
					鲈 鱼			鲳 鱼 1*		鲳 鱼 2*		
					烘 干	吸 水	消 毒	烘 干	消 毒	烘 干	吸 水	
平行测定粗脂肪含量					0.32	0.62	0.29	2.59	2.53	6.31	6.95	
					0.31	0.57	0.34	2.63	2.82	6.54	6.65	
					0.31	0.55	0.33	2.83	2.91	6.35	6.94	
					0.36	0.62	0.36			6.38		
平 均 值					0.33	0.59	0.33	2.68	2.75	6.40	6.85	
精 密 度(相 对 偏 差)					6.06	5.08	6.06	3.62	5.45	1.17	1.90	
相 对 误 差(对 烘 干 样)					0	+78.79	0	0	+2.61	0	+7.03	

从表 1 可以看出：

烘干法精密度较高,在我们的实验中,肌肉样除鲢鱼的精密度低于吸水法外,其他皆较另外两种方法为高,肝样亦高。烘干法也是一种常用的方法,故以下的讨论都与烘干样作比较。

吸水法分析结果的精密度虽较高,但其与烘干法的相对误差,则因含脂量的高低而异。对肌肉,所测得的结果都偏高,尤其对含脂量低的样品影响更大,鲢鱼肌肉含脂量以烘干样分析为 0.33%,而以吸水样分析则为 0.59%,其相对误差竟高达 79%。这可能因肌肉含水量高(鲢鱼肌肉含水量在 83% 左右),无水硫酸钠不足以完全吸水,因而样品内的无机盐和其他水溶性成分在抽取时,同时被抽入索氏瓶所致。而对肝,则有两种情况:高含脂量(如鲈肝)与烘干法比较无明显差别;低含脂量(如黑鲟肝)则表现了与肌肉一致的现象。看来,吸水法对低含脂量样品,用索氏法的分析结果比烘干样者偏高;而对高含脂量的样品,则与烘干样相近。

消毒法分析结果的精密度较差,肝样品尤为明显。其与烘干样的相对误差,对肌肉相差不大,对肝则较大。这可能是由于鲈鱼的肝组织容易受热破坏,脂肪在消毒时渗出,粘附于瓶壁或纸上,在处理过程中容易损失所致。

总之,三种方法比较起来以烘干法较好,但它需要烘箱设备,费时较长;消毒法和吸水法需用设备简便,可在野外取样,能否在实际工作中应用,在下一节中将结合它们在保藏期间的变化作进一步的讨论。

2. 样品保藏实验

在三种取样方法的基础上,我们把鲢鱼肌肉样品分成 7 组,把鲈肝样品分成 6 组;在不同的保藏条件下,进行了两个月的保藏实验。保藏样品的方法如下:

- (1) 烘干常温组 将烘干的样品放入 25℃ 环境中保藏。
- (2) 烘干低温组 将烘干的样品放入 -10℃ 环境中保藏。
- (3) 消毒常温组 将消毒样品放入 25℃ 环境中保藏。
- (4) 消毒低温组 将消毒样品放入 -10℃ 环境中保藏。
- (5) 吸水低温组 将吸水的样品,装入广口瓶中,加盖后以蜡密封,置 -10℃ 低温

脂量测定的影响(%)

				肝						
鲢 鱼 3#		鳊 鱼		鲈 鱼			黑 鲟 1#		黑 鲟 2#	
烘 干	吸 水	烘 干	吸 水	烘 干	吸 水	消 毒	烘 干	吸 水	烘 干	吸 水
4.17	4.19	0.63	0.68	64.22	62.66	60.07	7.07	8.74	7.22	8.76
4.03	4.28	0.63	0.69	64.25	63.58	53.30	7.09	8.77	7.19	8.82
4.16	4.39	0.63	0.64		64.66	54.34				
					64.26					
4.14	4.29	0.63	0.67	64.24	63.79	55.90	7.08	8.76	7.21	8.79
1.46	1.63	0	2.99	0.02	1.05	4.97	0.14	0.17	0.21	0.34
0	+4.13	0	+6.35	0	-0.70	-12.98	0	+23.73	0	+21.91

中保藏。

(6) 低温密闭组 将称得的样品,按消毒样品的方式,包成长条状,放入试管内,管口用橡皮奶头封闭,置 -10°C 环境中保藏。

(7) 低温防腐组 将称得的样品,放入垫有经乙醚抽提过的玻璃纸上,取 20p.p.m 的金霉素溶液 10 毫升分两次加入,两次之间间隔 10 分钟,而后如低温密闭组同样处理,置 -10°C 环境中保藏。

1—6 组,肌肉和肝都进行了试验,第 7 组因肝的浆汁加入 10 毫升金霉素溶液在操作上不方便,所以只进行了肌肉样品的保藏试验。

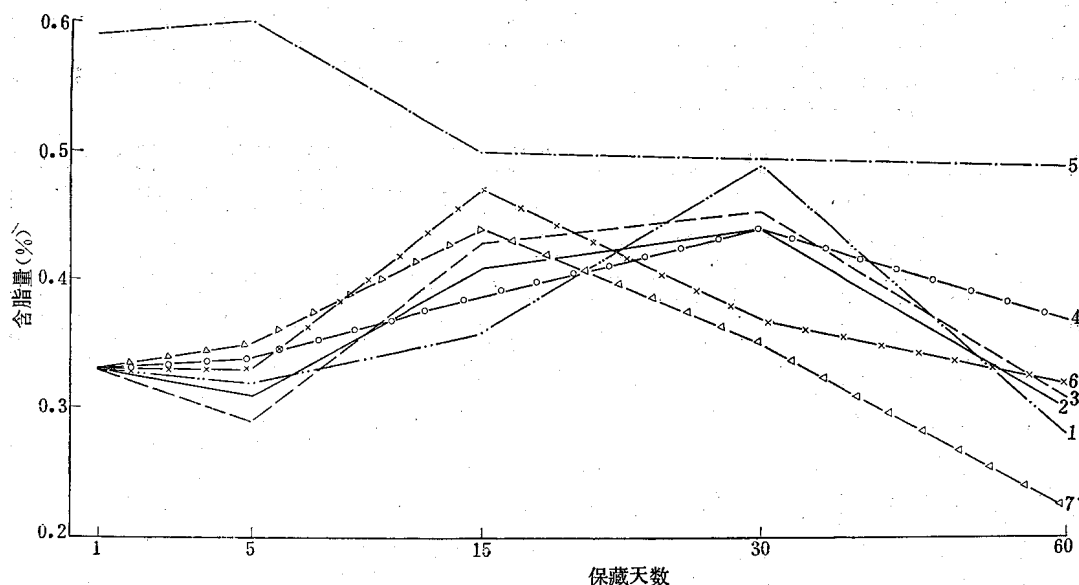


图 1 鲢鱼肌肉在几种保藏条件下粗脂肪含量的变化(对湿重%)

1. 烘干低温 2. 烘干常温 3. 消毒低温 4. 消毒常温 5. 吸水低温 6. 低温密闭 7. 低温防腐

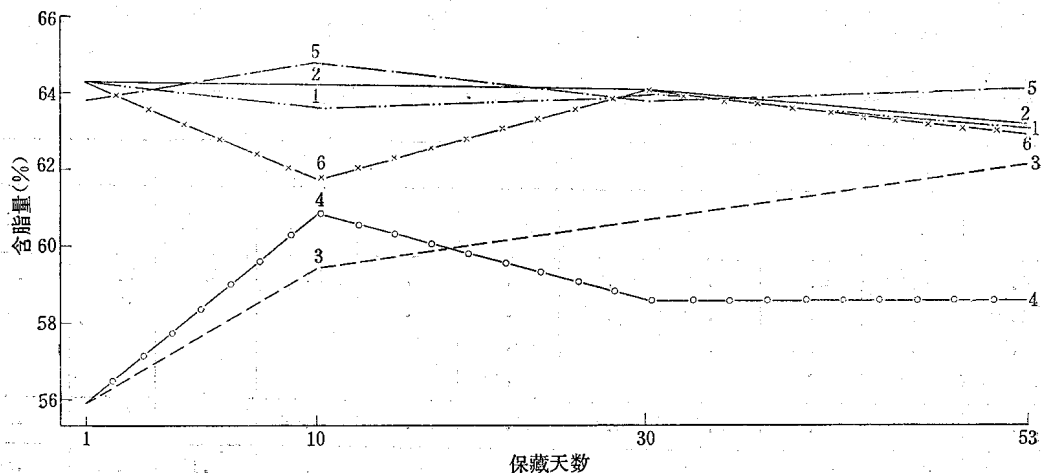


图 2 鲢鱼肝在几种保藏条件下含脂量变化(对湿重的%)

1. 烘干低温 2. 烘干常温 3. 消毒低温 4. 消毒常温 5. 吸水低温 6. 低温密闭

在保藏期间,按期用索氏法进行粗脂肪含量的分析,所用条件同前。除吸水低温组样品仍用吸水样品直接分析外,其他6组皆用烘干样分析。结果如图1和图2所示。

从图1和图2中可以看出,对低含脂量的鲢鱼肌肉来说,几种方法都有较大的变化:①烘干常温和低温,消毒常温和低温四组有着几乎一致的变化,保藏的前5天变化不大,分别略有升降,而后逐渐升高,至1个月时达最高值,2个月时又下降。这种现象的出现可能是由于油脂经过氧化物,氧化分解所致。②低温密闭和低温防腐两组与前4组变化趋势类似。不同处是变化的最高值提前在第15天处,而后则下降。③吸水低温组,前5天的变化也不大,而后略有下降,自15天直至60天保持在相近的水平上。但整个保藏期间,含脂量一直比其他6组偏高。对高含脂量的鲈鱼肝来说,烘干常温与低温、吸水低温和低温密闭组在53天的保藏过程中,除低温密闭组可能由于测定上的误差而出现较显著的下降外,其他变化不大,几乎保持在同一条直线上;而消毒常温与低温两组则变化很大,且得值低于其他四种方法,其原因已在取样方法的实验中阐明,系由于消毒过程中油脂渗出沾失所致。

在肌肉的消毒,烘干以及肝的烘干保藏实验中,各分为低温和常温两个对照组,分析结果表明,它们的变化几乎完全一致。因而可以认为, -10°C 的低温条件,对烘干和消毒样品是不必要的。另外,比较肌肉的低温密闭和低温防腐两组,二者的波动趋势相似,差异不大,因之也可以省略防腐这一麻烦的步骤。

为进一步验证上述结果,我们又以鲢鱼肌肉(含脂量较高)和另一种小鲈鱼的肝,对肌肉的烘干常温,吸水低温、消毒常温及低温密闭四组和肝的吸水低温、烘干常温及低温密闭三组,做了一个月保藏期的重复实验。在重复实验中,定期用索氏法分析含脂量的变化。实验结果列入图3。

从图3可以看出,鲢鱼肌肉与鲢鱼不同,在一个月的保藏期间,含脂量虽有变化,但较之鲢鱼肌肉稳定。在前10天,四种方法皆无大的变化,至15天,消毒常温仍保持不变,其

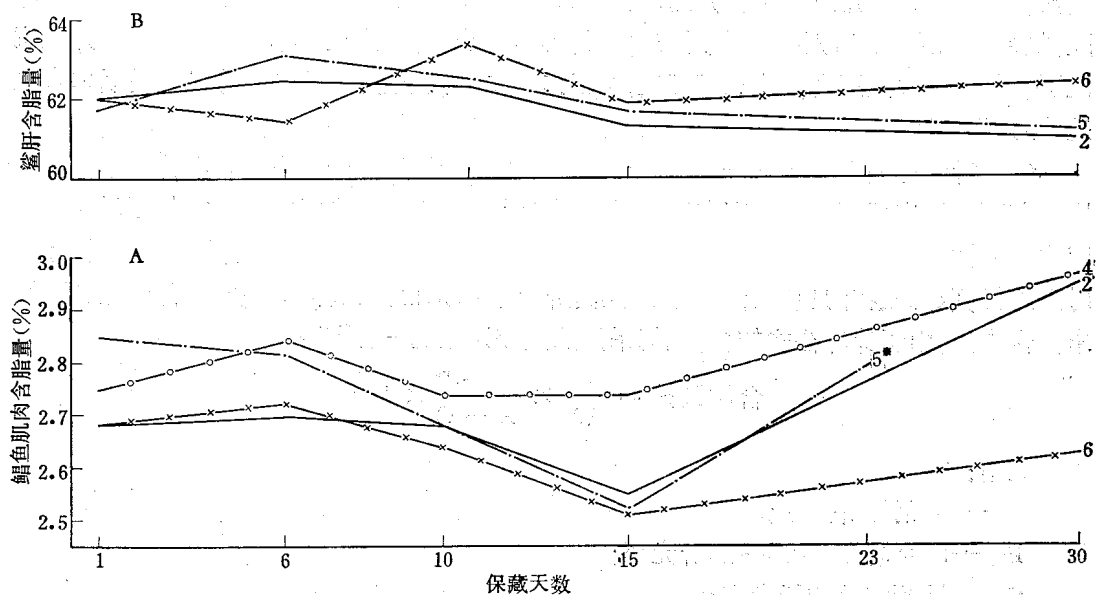


图3 几种保藏条件下鲈肝(B)、鲢鱼肌肉(A)含脂量(对湿重%)的变化(图例同图1)

他三组略有降低,以后四组皆有不同程度的上升,其上升趋势与鲢鱼肌肉是一致的。在我们的实验期间,低温密闭组在保藏至 10 和 11 天时,由于电冰箱发生故障,致使温度上升,因此 10 天后的资料仅能供作参考。鲢肝用三种方法保藏,在一个月的期间内,略有起伏,变化不大,与前述图 2 所示基本上是一致的。不同的是,低温密闭组在第 10 天出现一个峰,而不像图 2 所示得值那么低。在两次实验中,低温密闭组皆比吸水低温和烘干常温两组变化略大些。

上述实验结果表明:高含脂量(60%左右)的鲢肝样品的保藏,吸水低温,烘干常温及低温和低温密闭四种方法都是可行的。在 53 天的保藏过程中无大的变化;中脂鱼的肌肉——鲢鱼肌肉,以烘干常温和吸水低温以及消毒常温和低温密闭四种方法,可保藏 10 天左右;低含脂量的鲢鱼肌肉,在保藏的前 5 天中,含脂量的变化都不大。由上可见含脂量越低,其保藏的时间越短,似乎有这样一个趋势。考虑到我们是从机轮渔获物返港后在鱼市场收集的样品,在渔轮上已经经过 2—10 多天的冰藏期,因而实际的保藏时间要相应的比上述时间长些。

3. 粗脂肪分析方法的比较实验

从渔业资源调查的实际出发,我们选择了四种分析方法进行了比较实验:

(1) 索氏法——被认为是经典的方法,我们以此法为标准,对其余三种方法进行比较分析。

(2) 大岛氏^[7]法——将样品用滤纸包好称重后,置于铜丝网上,一并放入大岛氏水分测定器的圆底烧瓶内,加入甲苯,装好测定器加热 1 小时,再静置 1 小时,读取侧管内水分读数。然后,取出包有脱脂残余物的滤纸包,用乙醚冲洗数次,烘干称重。样品重减去水份及残渣重,即为粗脂肪重。

(3) 乙醚冷浸法^[13]——称取 4 克左右样品加三倍于样品的无水硫酸钠研磨吸水(在实验中为对照也使用过烘干样),而后移入具塞量筒(或具塞大试管中),加入 25 毫升乙醚,加塞,每隔 1 小时振摇 1 次,摇三次后,静置 1 小时,共冷浸 4 小时。吸取 5 毫升浸取液于已称重的称量瓶内,使乙醚挥发,放入 105℃ 烘箱内烘至恒重。称量瓶前后重量之差,即为粗脂肪重。

(4) 折光计法^[2,10,12,17]——此法是目前测定含脂量较快的一种方法,在分析动植物含脂量方面已见应用。称取 4 克左右的样品,置于 40 毫升的坩锅中,加入 3 倍于样品重的无水硫酸钠,用玻棒搅匀,经 1—2 小时吸水后,加入 10 毫升 α -溴代萘做溶剂,浸提半小时后过滤,取滤液在阿贝氏折光计上,测其折光率。从已知该样品纯油的折光率及比重,求其含脂量,由于计算公式较多,我们采用的是较通用的一种^[2,10]:

$$\text{含脂量}\% = \frac{VD}{W} \times \frac{A - B}{A - C} \times 100$$

式中:

A——溶剂的折光率;

B——混合溶液(滤液)的折光率;

C——被测定油的折光率;

D——被测定油的比重;

V——加入溶剂的毫升数；

W——样品重。

为了比较四种分析方法的优劣,我们用同一样品平行地对四种方法进行分析,结果列入表 2。

表 2 四种粗脂肪分析方法的比较(%)

分析方法	索氏	大岛	冷浸	折光	索氏	大岛	冷浸	折光	索氏	冷浸	折光	索氏	冷浸	折光
肌								肉						
样 品	鲳 鱼 2 [#]				鲳 鱼 3 [#]				带 鱼 1 [#]			带 鱼 2 [#]		
平均 值	4.95	5.15	4.97	4.77	1.71	1.40	1.88	1.28	4.09	4.09	4.09	3.69	3.80	3.83
精 密 度	0.95	14.70	0.87	1.05	0.99	14.52	1.33	3.71	2.20	0.98	5.79	1.08	0.88	1.49
相对误差*	0	+4.04	+0.40	-3.64	0	-18.12	+9.94	-25.14	0	0	0	0	+2.98	+3.79
肝														
样 品	鲨 鱼 A ^{**}				鲨 鱼 B ^{**}				鲛 鳕			河 鲩		
平均 值	63.15	54.09	60.93	68.91	77.17	—	73.42	72.84	36.37	35.23	35.72	66.27	64.47	65.59
精 密 度	4.48	5.29	1.26	1.71	0.87	—	0.35	1.54	1.26	0.34	4.12	0.33	1.03	0.86
相对误差*	0	-14.35	-3.52	+9.12	0	—	-4.86	-5.61	0	-3.13	-1.79	0	-2.72	-1.03

* 对索氏法的相对误差。 ** A. B. 表示二种不同的鲨鱼肝,因取样品时无法鉴定种名。

从表 2 中可以看出:

(1) 大岛氏法有较低的精密度和较大的相对误差。此法的优点是可同时测定水分、不需要脱水即能直接测定脂肪、测定时间较短等。但它存在以下严重缺点:①准确度差,一方面因为读取水分的侧管刻度仅 0.1 毫升,(加长侧管虽可读至 0.01 毫升,但在实际上还有困难)另一方面,残渣常易散失,其重量不易称量准确。②操作并不很简便,特别是处理和称量残渣重量时,手续仍感繁难。③耗用药品比索氏法还多,不经济。由于上述原因,我们认为不适合在渔业资源调查中应用,因而没有对它作进一步的实验。

(2) 折光计法,受温度、脂肪组成、鱼油比重、样品脱水程度和颗粒大小等等条件影响颇大,因而如条件掌握不好则难以得到好的结果。如表 2 鲳鱼肌肉 3[#] 和鲨肝 A 系实验初期测定的样品,因操作时条件控制不严故误差较大。后来的实验,严格按前述方法进行,注意将样品以无水硫酸钠充分吸水、研细并在浸取时搅拌两次,则得值与索氏法较为近似。然而所得结果的精密度和对索氏法的相对误差仍不十分理想,其中肝和肌肉比较,前者比后者稳定些,但得值一般比索氏法偏低,这一点与乙醚冷浸法相似,而肌肉得值的结果则时高时低,不够稳定。肝与肌肉所得结果的这种差异,可能因肝含水量较低,样品易于用玻棒压碎,故吸水和浸提皆较肌肉完全因而得值较稳定。

根据我们实验中的体会,如果在取样时样品放入特制的小研杯(高 5.5 厘米,上口内径 4.5 厘米,下底外径 3 厘米另带一 9 厘米长的研杵)中,加入无水硫酸钠研磨吸水 1 小时后,加 α -溴代萘,并在浸提过程中再研磨几次,则吸水和浸提效果可能更好些,结果也将更精确些。我们在实验中因短时间没能制成这种小研杯,故此项目实验没能进一步深入进行。尽管如此,由于折光计法测定手续简便迅速,仪器简单易于携带,适于野外工作。从

其测定结果来看,与索氏法较接近,精密度亦较高。因之,在应用大量样品说明问题的渔业资源调查中,此法可以考虑采用;至于其他方面的应用,尚需进一步研究影响其准确度的各种条件。

(3) 乙醚冷浸法的精密度和对索氏法的相对误差都有较好的结果,加之其设备简单,测定手续简便,耗用药品较少,而且费时较短,是值得采用的方法。下面我们着重对此法进行了实验:

① 脱水方式的影响:我们以同一质量的样品分别用烘干法,无水硫酸钠吸水和无水磷酸氢二钠吸水处理,而后测定其含脂量,并以索氏法作为对照。分析结果列入表3。

表3 三种脱水方式对乙醚冷浸法分析结果的影响(%)

样 品	9月捕的鲱鱼 1 [#]				9月捕的鲱鱼 2 [#]				3月捕的鲱鱼 3 [#]			3月捕的鲱鱼 4 [#]		
	索氏法	乙醚冷浸法			索氏法	乙醚冷浸法			索氏法	乙醚冷浸法		索氏法	乙醚冷浸法	
		A	B	C		A	B	C		A	B		A	B
平 均 值	4.12	4.14	3.98	3.78	4.12	4.10	4.26	3.83	6.37	6.47	6.53	6.43	6.34	6.70
精 密 度	1.46	0.89	0.97	0.93	1.46	2.44	2.69	2.23	0.24	4.33	1.38	2.57	3.31	3.43
相对误差 (对索氏法)	0	+0.49	-3.40	-8.25	0	-0.49	+3.39	-6.58	0	+1.57	+2.51	0	-1.40	+4.20

A. 烘干样品; B. 无水硫酸钠吸水样品; C. 无水磷酸氢二钠吸水样品。

从表3可见,三种脱水方式与索氏法比较起来有类似的精密度。但以其对索氏法的相对误差看,则以烘干法最好,无水硫酸钠吸水样品次之,无水磷酸氢二钠吸水样品最差。后者出现的较大相对误差,与其吸水性能关系不大(其吸水性大于无水硫酸钠),可能因其具有碱性,在吸水过程中,与脂肪产生了皂化作用所致。

在实际工作中,根据不同的条件可以采用烘干法或无水硫酸钠吸水法。烘干法的优点是精密度较高、结果与索氏法接近、操作简便,可以同时测定水分及干物质的含量,样品

表4 不同含脂量样品对乙醚

样 品	肌 肉									
	大西洋竹筴鱼*		7月份捕的鲱鱼		9月份捕的鲱鱼		3月份捕的鲱鱼		12月份捕的鲱*	
	甲	乙	甲	乙	甲	乙	甲	乙	甲	乙
平行测定粗脂肪含量	0.8	1.0	1.74	1.85	4.17	4.14	6.35	6.24	19.8	19.1
	0.7	0.9	1.70	1.90	4.03	4.08	6.38	6.88	18.8	18.8
	0.7	0.9	1.70		4.16	4.19		6.28	18.7	18.8
	0.6	0.8							18.7	18.1
	0.6	0.8							18.1	17.7
平 均 值	0.7	0.9	1.71	1.88	4.12	4.14	6.37	6.47	18.8	18.4
精 密 度	8.57	6.67	1.17	1.59	1.46	0.89	0.24	4.33	2.02	2.72
相 对 误 差 (对索氏法)	0	+28.57	0	+9.94	0	+0.49	0	+1.55	0	-2.13

甲——索氏法分析结果; 乙——乙醚冷浸法分析结果。*根据 Г. С. Христоферзен 氏资料。 ** A'、B'

可以常温保存等。其缺点是费时较长、需要烘干设备。无水硫酸钠吸水法精密度亦较高,其相对误差虽稍大于烘干法,但它不需烘干设备,样品处理时间较短,在野外条件下,还是有其应用的价值。

② 不同含脂量样品的影响: 表 4 是用乙醚冷浸法测定不同种鱼类肌肉和肝含脂量的结果与索氏法进行的比较。

表 4 中列举了我们的 8 种样品同 Христоферзен^[13] 的 3 种样品的分析结果。为比较方便,将肌肉和肝分别按含脂量高低作了排列。从精密度看,乙醚冷浸法并不逊于索氏法,多数样品的精密度都在 2% 左右,含脂量小于 1% 者,乙醚冷浸法及索氏法的精密度都低。从与索氏法的相对误差看,肌肉样品有含脂量越低其相对误差越大的趋势,对高含脂量的肝样 Христоферзен 没有分析;从我们的结果看,得值皆偏低。为探索肝样品使用乙醚冷浸法分析的适宜条件,我们又进行了下面的实验。

③ 不同浸取时间、溶剂量和浸提温度的影响: 我们用烘干样品和无水硫酸钠吸水样品,分别在不同温度(15℃, 23℃ 及 28℃)、不同浸提时间(4、5、6 小时),不同溶剂量(25、30 及 35 毫升乙醚)的条件下,以乙醚冷浸法分析了几种鱼肝的含脂量。各次实验皆以索氏法作为对照,进行比较。分析结果列入表 5。

从表 5 可见,不同浸提时间分析结果表明: 乙醚冷浸法对吸水样,浸提 5、6 小时者并不比浸提 4 小时者得值更高,因此,浸提 4 小时已足够,无需增长时间;而对烘干样,则似有随浸提时间增长得值上升的趋势。这可能由于烘干样颗粒紧密,乙醚较难浸入而脂肪较难渗出所致。在分析时,如果采用烘干样,则需适当加长浸提时间。

用不同溶剂量浸提所得结果,无论吸水样或烘干样都看不出有规律的升降,三者得值皆近似。因此,为节省药品,以采用 25 毫升乙醚浸提为宜。

在不同温度条件下浸提,三种鱼肝的分析结果都相似,并不因浸提温度不同而显示较大的差别。这说明在我们所分析的温度范围内,不需要控制温度。在实际工作中由于减少控制温度的麻烦,从而增加了乙醚冷浸法的实际应用价值。

冷浸法分析结果的影响(%)

11月份捕的鲢*		肝									
		牙 鲈		黑 鲈		鲨 A***		白点星鲨		鲨 B***	
		甲	乙	甲	乙	甲	乙	甲	乙	甲	乙
22.0	22.7	9.98	9.65	16.51	15.00	25.17	24.32	59.50	55.05	76.16	72.22
21.6	22.4	10.06	9.75	15.91	14.00	25.52	24.07	58.19	54.00	77.35	74.53
21.2	22.0	10.11	9.81	15.42	14.80	25.33	23.91	57.46	54.35	77.99	73.37
21.0	21.7										
21.2	21.6										
21.4	22.1	10.05	9.74	15.95	14.60	25.34	24.10	58.38	54.47	77.17	73.37
1.50	1.72	0.47	0.59	2.38	2.74	0.49	0.61	1.27	0.72	0.87	1.05
0	+2.80	0	-3.08	0	-8.46	0	-4.89	0	-6.76	0	-4.92

表示另外两种鲨鱼。

表 5 不同浸提时间、溶剂量、浸提温度对乙醚冷浸法分析结果的影响 (%)

分析条件	样 品	分 析 方 法		吸 水 样		烘 干 样	
				含 脂 量	相 对 误 差	含 脂 量	相 对 误 差
浸 提 时 间 (小 时)	牙 鲆 肝	索 氏 法		10.45	0	10.05	0
		乙 醚 冷 浸	4	9.74	6.79	9.64	4.08
			5	9.63	7.85	9.69	3.58
			6	9.68	7.37	9.83	2.19
溶 剂 量 (毫 升)	鲈 肝 A*	索 氏 法		25.76	0	25.34	0
		乙 醚 冷 浸	25	24.10	6.44	24.18	4.58
			30	23.88	7.30	23.95	5.49
			35	24.14	6.29	24.42	3.63
浸 提 温 度 (℃)	河 鲮 肝	索 氏 法		66.27	0	—	—
		乙 醚 冷 浸	15	64.47	2.07	—	—
			23	62.66	5.88	—	—
			28	63.85	3.62	—	—
	鲈 肝 B*	索 氏 法		77.17	0	—	—
		乙 醚 冷 浸	15	73.37	4.92	—	—
			23	73.76	4.81	—	—
			28	73.42	4.86	—	—
	鲛 鳎 肝	索 氏 法		36.37	0	—	—
		乙 醚 冷 浸	15	34.89	4.07	—	—
			23	35.23	3.13	—	—
			28	34.93	3.96	—	—

* 表示两种不同的鲈肝

高含脂量的肝样品,以吸水样用乙醚冷浸法多次测定结果,得值都偏低。这是由于样品中粗脂肪溶于乙醚,使乙醚的量有所增加,而在由 5 毫升乙醚中含脂量换算为全部溶于乙醚中的脂肪含量时,却仍按原注入样品中的乙醚量换算,这就不可避免地引起得值偏低的现象。但是,从我们的实验结果可以看出,由于一些其他原因(如乙醚的挥发等),偏低的差值皆小于因样品脂肪溶于乙醚而使乙醚增量的理论计算差值。因此,要使乙醚冷浸法在实际工作中能够应用,减少由此产生的误差,还应根据不同鱼肝含脂量的多少,找出一实验校正值来,加以校正。

三、结 语

在 1964—1965 年期间,进行了三种取样方法,七种样品保藏方法和四种分析方法的比较实验,并研究了几种条件对乙醚冷浸法分析结果的影响。实验的主要结果是:

1. 三种取样方法比较起来,对低含脂量的肌肉样品以烘干法最好,消毒法次之,吸水法有结果偏高的现象;对高含脂量的样品,则烘干法与吸水法皆好,消毒法误差较大,不适于高含脂量的样品。

2. 在样品的保藏期间, -10°C 的低温条件对烘干和消毒样品是不必要的。我们认为肌肉样品可以采用烘干取样常温保存, 吸水取样低温保藏(在实验室条件下), 或者消毒取样常温保藏(在野外条件下), 如时间不允许, 也可采用低温密闭保藏。

样品的保藏期限, 依含脂量高低而不同。对已冰藏 1 周左右的鱼体说来, 含脂量在 50% 左右者, 用吸水低温, 烘干常温和低温密闭等法皆可保藏 1—2 个月无碍; 低含脂量者用消毒常温、烘干常温和低温密闭可保藏半月左右; 含脂量在 1% 左右者仅能保藏 5—6 天。

3. 四种分析方法中, 索氏法最好, 但花费人力物力较多; 大岛氏法准确度差, 操作烦琐, 不适于在大量分析中使用; 折光计法测定速度快、设备简单、准确度较高, 得值亦与索氏法相近, 在应用大量资料说明问题的渔业资源调查中可以考虑采用, 至于在其他方面的应用, 尚需对影响其准确度的各种条件进行研究; 乙醚冷浸法是较好的方法, 含脂量在 2—25% 左右的样品, 其分析结果并不逊于索氏法, 而且条件简单, 测定方便, 需用时间较短, 耗用药品也少, 是可以在调查中采用的方法。

4. 乙醚冷浸法, 在一般的室温下不受温度的影响。样品以烘干或无水硫酸钠吸水处理皆可。吸水样用 25 毫升乙醚浸提 4 小时较为适宜; 烘干样的浸提时间需要加长。样品含脂量在 2—25% 左右, 准确度较高, 过高或过低含脂量的样品, 相对误差有随之增大的趋势, 在实际应用时应加以注意。高含脂量的肝样品得值一般比索氏法偏低, 但较稳定, 应用时可根据具体对象找出一校正值来。

参 考 文 献

- [1] 王可玲、黄颂芳, 浙江近海大黄鱼含脂量的变化。(即刊稿)
- [2] 汪训芳, 1957. 对于用“折光指数”快速测定米糠含油量的意见。《化学世界》1957(9): 421。
- [3] 别洛杰尔斯基, A. H., 普洛斯克夫, H. H., 1956. 植物生物化学实验指导, 高等教育出版社, 73—74 页。
- [4] 彼坚布尔斯基, A. B., 1954. 农业化学分析。科学出版社, 82—85 页。
- [5] 轻工业部上海食品工业科学研究所, 1958. 油料作物中油份含量之快速测定方法简报。
- [6] 骆肇堯等, 1962. 金霉素冰用于拖网渔轮上的保鲜效果研究。太平洋西部渔业研究委员会第五次会议论文集。科学出版社, 67—77 页。
- [7] 大岛幸吉, 菅原辰郎, 1936. 简易水分及び脂肪定量装置的新考案。《水产学杂志》1936(12): 12—24。
- [8] 北林邦次、中村邦典、首藤勝夫、石川宜次, 1963. スルリイカの生化学的研究 (XXI), 粗脂肪含量についての再检讨。《水产厅北海道区水产研究所研究报告》. 27: 52—56。
- [9] Богданов, Г. А. и Лапин, Ю. Е. 1963. О методике определения фактора жирности рыб. *Вопросы ихтиологии* 3 (4): 748—751.
- [10] Головин, А. Н., 1962. Рефрактометрический способ определения жира в китовой Муке. *Рыбное Хозяйство* 1962 (3): 72—74.
- [11] Кривобок, М. Н. и Тарковская, О. И. 1962. Определение жира в теле рыб. *Руководство по Методике исследований физиологии рыб*. Изд. АН СССР. стр. 134—142.
- [12] Симонова, И. Н. и Давыдова, Л. К. 1964. Рефрактометрический метод определения жирности сельди. *Рыбное хозяйство* 1964 (12): 64—67.
- [13] Христоферсен, Г. С., 1964. Экспресс-метод определения жира в рыбе. *Рыбное хозяйство* 1964(2): 78—81.
- [14] Шульман, Г. Е., 1963. Динамика содержания жира в теле рыб. *Успехи современной биологии* 49 (2): 225—239.
- [15] Шубников, Д. А., 1962. Полевые методы определения жирности рыб. *Руководство по методике исследований физиологии рыб*. Изд. АН СССР. стр. 143—146.
- [16] Cushing, D. H., 1968. *Fisheries Biology, A Study in Population Dynamics*, University of Wisconsin Press. p 164—165.
- [17] Dreosti, G. M., Merwe, R. P. Van der., 1955. Rapid determination of oil in fish meal. *S. Afric Shipp. News and Fishing Ind. Rev.* 10 (2): 56—57, 59, 61, 63.

- [18] Tester, A., 1940. A specific method for determining fathness (condition) in hering (*Clupea pallasii*). *J. of the Fisher. Res. Board of Canada*, 4(5).

COMPARATIVE STUDIES ON THE METHODS OF PREPARATION AND PRESERVATION OF SAMPLES AND ANALYTICAL METHODS FOR DETERMINING FISH FAT CONTENT*

Wang Keling

(*Institute of Oceanology, Academia Sinica*)

Li Aijie

(*Shangtung Institute of Oceanology*)

Huang Sungfang and Teng Wenfa

(*Institute of Oceanology, Academia Sinica*)

ABSTRACT

In order to develop a method applicable for the analysis of fish fat content in fishery biological investigation, three methods of sampling, seven methods of sample preservation, and four analytical methods were comparatively studied during 1964—1965, and 1025 samples were determined. The results obtained are summarized below:

1. Three methods in sample preparation: oven-drying, aseptic and water-absorbing, were comparatively studied. For muscle samples, oven-drying is the best method; next to it is the aseptic method. The fat content values obtained by water-absorbing method are higher than oven-drying and aseptic. For liver samples, both the oven-drying and water-absorbing methods are suitable, but the errors obtained by aseptic method are comparatively high.

2. Sample preservation. It is not necessary to preserve the oven-drying and asepticizing samples under lower temperature condition e.g. -10°C . Both the oven-drying samples kept in the room temperature and water-absorbing samples kept in low temperature will meet the analytical requirement of the fishery investigation.

3. The duration for preservation can be varied according to the fat content of the samples. The high fat content (over 50%) samples can be preserved for one or two months without influencing the results; and the low fat content samples can be preserved for about twenty days. If the fat content is less than 1%, the preserving results will be altered in ten days later.

4. In comparison with the Soxhlet's method, Ohshinia's method is less accurate and more troublesome in operation, therefore it is not to be recommended. Refractometer method is time saving and the equipments used to perform it are easy to operate, so it can be widely used in fishery investigations. As it is less accurate, this method needs to be further studied and improved before it can be used in other investigations.

When the fat content is less than 25%, cold-ether-extracting method is better than Soxhlet's method as it requires no special equipments and the testing time required is half that of Soxhlet's. Therefore, this easy performing method is recommended in fishery investigations.

* Contribution No. 376 from the Institute of Oceanology, Academia Sinica.