FOSS

Manual no. AN310 Rev. 1
Jun 12, 2015

AN 310

Soxtec™ 8000 萃取系統

使用 Soxtec™ 8000 系統萃取粗脂肪

版權所有

Today's Instruments Co., Ltd.

今日儀器股份有限公司

一般資訊

本操作手冊為原文操作手冊之逐文翻譯，若中文譯本與原文手冊有異，以原文手冊為依據。

在此感謝您選購本公司所代理之精密儀器，本公司在全台各重要城市皆設有營業據點，能提供您快速的購買諮詢及售後服務。若您對所購買的儀器有任何操作的問題，敬請來電，本公司的專業服務團隊將為您提供快速且有效率的服務。

林口總管理處

244 新北市林口區中山路 71 號 8 樓

電話：02-2603-2311

傳真：02-2603-2333

台北營業處

244 新北市林口區文化北路二段 8 號

電話：02-2608-0909

傳真：02-2608-2988

嘉義營業處

600 嘉義市玉山路 240 巷 16 號 9 樓之 2

電話：05-285-6845

傳真：05-285-6844

新竹營業處

300 新竹市自由路 67 號 10 樓之 1

電話：03-534-6133

傳真：03-531-2325

台南營業處

710 台南市永康區中華路 22 號 12 樓之 5

電話：06-311-0012

傳真：06-311-0015

台中營業處

403 台中市西區精誠十六街 39 號 7 樓之 1

電話：04-2329-1616

傳真：04-2329-0175

高雄營業處

804 高雄市鼓山區裕誠路 1091 號 6 樓

電話：07-554-9955

傳真：07-554-9922

目錄

1 說明 1

2 範圍 1

3 安全性 1

4 原理 1

5 試劑 1

6 設備 1

7 樣品製備 2

7.1 固體樣品 2

3.2 半固體樣品 2

7.3 液體樣品 3

7.4 樣品稱重 3

8 分析說明 3

8.1 萃取前先乾燥樣品 3

8.2 萃取杯的乾燥與稱重流程 4

8.3 冷凝器密封 4

8.4 Soxtec 8000 儀器設定 4

9 流程 5

9.1 製備 5

9.2 萃取 5

9.2.1 萃取結束 6

10 計算 6

11 修訂記錄 6

1 說明

以下資訊說明使用 FOSS Soxtec™8000 萃取系統分析粗蛋白的一般原則。

2 範圍

在粗脂肪方法的普遍描述中，沒有考慮到特定樣品的優化流程。針對特定樣品的方法，可以搜尋 FOSS 應用文件資料庫。

3 安全性

索氏方法需要用到有機溶劑，有時候會需要酸來進行水解。為了實驗室安全，必須小心地處理這些溶液。參考試劑/溶劑的物質安全資料表之使用說明與防護建議。

4 原理

脂肪的萃取是以輕質石油作為溶劑，Randall 改良的索氏方法萃取。使用冷的溶劑潤洗之前，先將測試的部位浸入到沸騰的溶劑中，可減少萃取所需要的時間。溶劑將脂肪、油脂、色素，以及其他可溶的物質溶解出來。萃取後，將溶劑蒸發，再以冷凝回收。經過乾燥後，以重量測定脂肪殘留結果。5

5 試劑

5.1 根據特定樣品的應用文件，使用 40~60℃石油醚。

5.2 助濾劑，Celite 545

6 設備

6.1 分析天枰，準確至 0.1mg。

6.2 研磨用設備，例如 Foss Cyclotec、Cemotec 或 Knifetec Mill。

6.3 Soxtec 8000 溶劑萃取系統，包含配件，且配有適合溶劑的冷凝器密封。詳見操作手冊。

6.4 空氣通風烘箱，可於 103±2℃操作。

6.5 乾燥器，含有足夠的乾燥劑。

6.6 脫脂棉花。

6.7 直徑 5-6mm 玻璃粒。

7 樣品製備

脂肪分析的樣品製備必須小心，以避免最後結果的誤差。取得一個能夠代表大宗產品的樣品，採樣流程登記有案可遵循，但是因產品與產業不同而有差異。這裡無法涵蓋所有流程。

從實驗室樣品取得大宗產品的分析樣品時，可能會包含一個或多種方式來確保均質化。人工均質的方式可用在 Soxtec 系統。

樣品應經過均質，使樣品與試劑的接觸最大化。有效的研磨程序可增加樣品的表面積，增加處理的效率並改善結果的準確度。建議的粒徑大小為<1mm。

根據處理的樣品不同，例如混合物、化合物或單一物質，而採用不同的方法。

無論分析的樣品類型為何，除非在分析前使用令人滿意的樣品製備，否則會產生明顯的誤差。

7.1 固體樣品

固體樣品一般會用一些研磨的方式處理，可使用適當的實驗室研磨設備。採用一致的處理方式是重要的，如此一來能獲得滿意的結果。建議的粒徑大小為<1mm。

3.2 半固體樣品

此類的樣品是最難處理的，特別是當粒徑尺寸，和/或組成的硬度差異很大時。根據特定的樣品類型，均質或球式研磨可能可以提供適當的樣品。

富含脂肪與水分的樣品在萃取前，必須先經過其他的步驟。這些處理步驟有很多變化，針對類樣品的建議步驟如下：

將砂或其他惰性助濾劑，例如 Celite 放入萃取圓筒濾紙的底部，然後稱取樣品放入圓筒濾紙。

用玻棒將樣品與沙/Celite 混合。混合後，使用小片棉花擦拭玻棒，放進圓筒濾紙內。

在樣品頂部鋪上薄薄的脫脂棉花，並向下壓入中心。樣品的中心形成一個”棉花通道”。

若特定樣品的應用文件沒有建議其他步驟，則將混合物於圓筒濾紙內放置在烘箱 103 ±2℃，兩小時，乾燥。

7.3 液體樣品

根據要從樣品內萃取的物質而定，會需要不同的程序。

樣品含有顆粒，例如廢水，會經過過濾收集需要萃取的部份。對於懸浮液吸附在惰性物質如 Celite 矽或棉花，也是一個選擇。

少量的體積（10-20ml）或是過濾無法將可萃取的物質分離時，有兩種其他可能的方式：

- 若可萃取的物質沒有揮發性，則可嘗試真空乾燥。
- 使用 Celite 或棉花吸收液體。

7.4 樣品稱重

使用可準確至±0.1mg 的分析天平來稱重。實際樣品重量不可超過方法所述之重量，這是為了確保處理過程時有適當的試劑活性。

建議樣品重量	
脂肪含量	樣品重量
0-10%	2-3 g ± 0.1 mg
10-25%	1-2 g ± 0.1 mg
>20-25%	0.5-1 g ± 0.1 mg

表格 1 建議稱取的樣品量

8 分析說明

以下段落將一步一步說明如何使用 Soxtec8000 系統進行溶劑萃取，步驟可應用於各種樣品。這些步驟可依特別實驗室或樣品類型而優化。

8.1 萃取前先乾燥樣品

建議乾燥樣品以去除樣品大部分的水分，否則可能會與有機溶劑干擾。萃取前，若特定樣品類型的應用文件未提及其他步驟，則將樣品至於圓筒濾紙內，放置在 103±2 的對流烘箱 2 個小時，乾燥圓筒濾紙內的樣品。

8.2 萃取杯的乾燥與稱重流程

在每個萃取杯加入 5-10 個玻璃球，然後在 103 的對流烘箱乾燥。稱重前在乾燥箱中冷卻至室溫。萃取過後，將萃取杯乾燥、冷卻並再次稱重。稱重萃取杯至準確度 ±0.1mg。

適用於大部分條件的建議乾燥與冷卻時間列於表 2。

萃取杯的乾燥與冷卻時間				
萃取杯類型	103℃乾燥時間 （分鐘）		乾燥器中的冷卻時間（分鐘）	
	萃取前	萃取後	不含萃取杯支架	包含萃取杯支架
鋁杯	≧30	30	45	60
玻璃杯	≧50	50	75	75

表 2 建議的萃取杯乾燥與冷卻時間

注意萃取杯應乾燥直到恆重。根據使用的烘箱類型（空氣對流烘箱或真空轟相等）乾燥時間可調整。清洗後的萃取杯需要至少 2 小時的乾燥時間。注意，萃取後萃取杯乾燥時間過久可能會氧化脂肪，得到過高的結果。

依據乾燥器的尺寸與類型，也需調整冷卻時間。萃取前後的冷卻時間大約相同。

8.3 冷凝器密封

選擇與溶劑相容的冷凝器密封，詳見操作手冊。

8.4 Soxtec 8000 儀器設定

萃取程式設定

本通用應用文件的建議萃取程式設定與溶劑體積，是使用石油醚，見表 3。注意溫度可能需要優化，如下。其他溶劑的建議溫度請見操作手冊。

優化溫度設定

正確的加熱板溫度設定是必要的，可在萃取過程中達到量好的溶劑迴流，建議迴流速度為每秒 3-5 滴。如何確認與調整迴流速度請見操作手冊。

溶劑的溫度設定是根據溶劑的沸點，若抽氣櫃內的氣流明顯高於建議時，在萃取期間會冷卻萃取杯，因此需要調整溫度的設定。不同批次的石油醚 40-60℃根據 40-60℃範圍內的實際組成比例，可能需要不同的溫度。若使用過高的溫度設定，溶劑會劇烈的沸騰，有些樣品類型會增加發泡的風險並減少脂肪。蒸發階段可萃取物質的氧化也會增加。

9 流程

9.1 製備

1. 在每個萃取杯內加入 5-10 個玻璃球。乾燥並冷卻萃取杯，稱重並記錄重量。將萃取杯放入到萃取杯架。

2. 將套管適配器放在圓筒濾紙上。在天平上使用圓筒濾紙支撐器，將樣品稱重放進圓筒濾紙，記錄重量並將圓筒濾紙移到圓筒濾紙支架或對接工具。

3. 在每個樣品的上方鋪上一層薄薄的脫脂棉花並向下壓進到圓筒中心。預先乾燥棉花，見分析細節。

9.2 萃取

溶劑	萃取杯類型	溶劑體積（mm）	溫度（℃）	沸騰/潤洗/回收時間（分鐘）
乙醚 40-60℃	鋁杯	85	90	20/40/8
	玻璃杯	85	160	20/40/8

表 3 萃取成是設定與溶劑體積

1. 按下控制器上的電源開關，啟動儀器餅完全打開迴流冷凝器的冷水龍頭。

2. 在控制器上，選擇程式並根據表 3 或特定應用文件設定沸騰/潤洗/回收的加熱板溫度與時間。

3. 檢查過溫設定，若有需要則調整設定。

4. 檢查溶劑回收燒杯是空的。

5. 按下樣品下壓按鈕，將圓筒濾紙插入對接工具，在樣品架上裝上所有的圓筒濾紙。按下樣品上推按鈕，並拉出對接工具。

6. 插入裝有萃取杯的萃取杯架。按下冷凝器下壓按鈕將冷凝器與萃取杯對接到加熱板上。

7. 使用移液器與溶劑添加轉盤加入 85ml 溶劑。在第一個位置額外添加 5ml 溶劑以補償閥門管路的無效體積。

注意：確認萃取杯都在對接位置，避免添加時濺出溶劑。

8. 按下控制器的開始按鈕 。萃取程式會自動進行。

9.2.1 萃取結束

1. 萃取完成後，按下冷凝器上推按鈕，移除萃取杯架。
2. 插入圓筒濾紙對接工具並按下樣品下推按鈕，從萃取杯架卸除所有的圓筒濾紙。當杯架都一一卸除後，將工具拉出。
3. 清空溶劑回收燒杯並放回抽屜。
4. 乾燥並冷卻萃取杯，稱重並記錄重量。
5. 見計算章節，計算結果。

10 計算

使用下列算式計算脂肪：

$$\%\text{脂肪} = \frac{W_3 - W_2}{W_1} \times 100$$

W1 = 樣品重量（g）

W2 = 萃取杯重量（g）

W3 = 萃取杯+殘留物重量（g）

11 修訂記錄

Rev.	日期	修訂記錄	核准
1	2013-01-16	First issue.	MWG