

Application News

No. A480

光吸收分析
Spectrophotometric Analysis

使用光谱反射法和多变量分析 对蛋黄酱中的脂质进行定量分析

Quantitative Analysis of Fat in Mayonnaise by Reflectance Spectroscopy and Multivariate Analysis

蛋黄酱现在已成为我们日常生活中普遍使用的一种调味料。随着人们越来越重视健康，目前市场上出现了通过调整蛋黄酱的脂质来减少卡路里的商品。因此，正确测定蛋黄酱中的脂质，并将其应用到商品开发是非常重要的。通常，通过索氏提取法来计算蛋黄酱的脂质，但该方法需要使用大量时间来重复蒸发溶剂并萃取目标物质。

本文对使用螺口瓶的反射测定与多变量分析结合使用的方法进行说明，由此可以简单地对脂质进行定量。关于多变量分析，使用了多元回归法和 PLS 法，并比较了定量精度。结果表明两种方法的分析精度都很高。并且，在对塑料瓶装蛋黄酱的直接测定中，多元回归法和 PLS 法获取的定量精度也很高。本文将介绍使用这两种方法进行分析的示例。

■ 蛋黄酱的光谱反射测定

Total Luminous Reflectance Measurement of Mayonnaise

使用脂质含量不同的 8 种蛋黄酱作为测定样品。表 1 为蛋黄酱包装上标记的脂质。按照脂质从多到少的顺序，对样品标上字母 A~H。

将固定用夹具安装在积分球上，使所有样品能够设置在相同位置进行测定。将样品放入玻璃制螺口瓶中，并设置在积分球上（图 1），交换同一样品的螺口瓶，分别测定 2 次。因此，总数据数为 16（ $8 \times 2 = 16$ ）。

此次测定中使用了一次性螺口瓶，并使用了美国 Labsphere 公司制的氟类树脂白板 Spectralon®作为反射测定的基准板。

表 2 和图 2 分别为测定条件和测定结果。图 2 的纵轴以吸光相关的 $\log_{10}(R_0/R)$ 的值来显示。此处， R_0 是基准板的反射强度， R 是样品的反射强度。图 2 的“Abs.”表示 $\log_{10}(R_0/R)$ 。由图 2 可知，2 次重复测定的结果几乎重叠，说明交换螺口瓶产生的影响较小。图 3 中放大显示了图 2 的 1000 nm~1500 nm 的范围。用圆圈标出了脂质的吸光位置（1210 nm 附近）。由此可知，样品中脂质含量越多，吸收峰就越大。

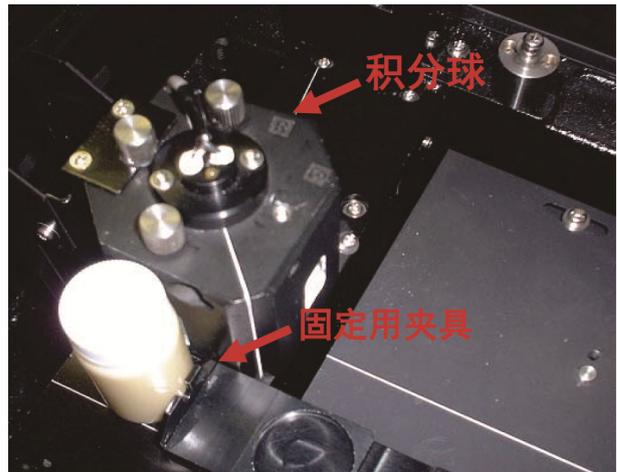


图 1 将样品设置在积分球上
Sample Set in Integrating Sphere

表 1 测定的 8 种蛋黄酱
Measurements of 8 Types of Mayonnaise Samples

样品	包装上标记的脂质 (g/15 g)
A	11.8
B	11.2
C	9.8
D	8.6
E	5.2
F	5.1
G	3.6
H	2.2

表 2 测定条件
Analytical Conditions

仪器	: 紫外可见近红外分光光度计 UV-3600、大型样品室 MPC-3100（内置积分球）
测定波长范围	: 200 nm~2300 nm
扫描速度	: 中速
采样间距	: 2.0 nm
测光值	: 反射率
狭缝宽度	: (20) nm

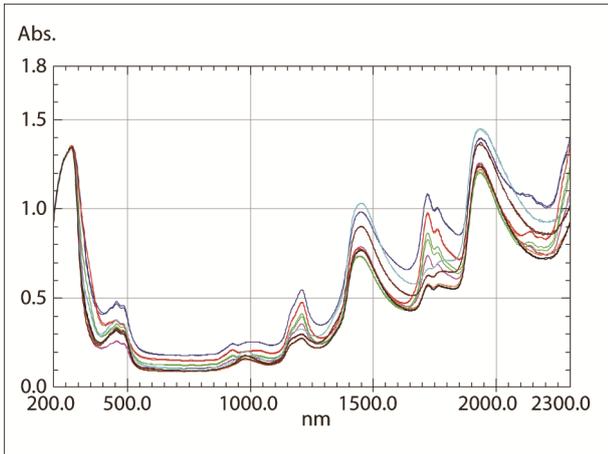


图2 测定光谱

红: A、绿: B、蓝: C、紫: D、黑: E、橙: F、褐: G、浅蓝: H
Total Luminous Measurement Spectra
Red: A, Green: B, Blue: C, Purple: D, Black: E, Orange: F, Brown: G, Light Blue: H

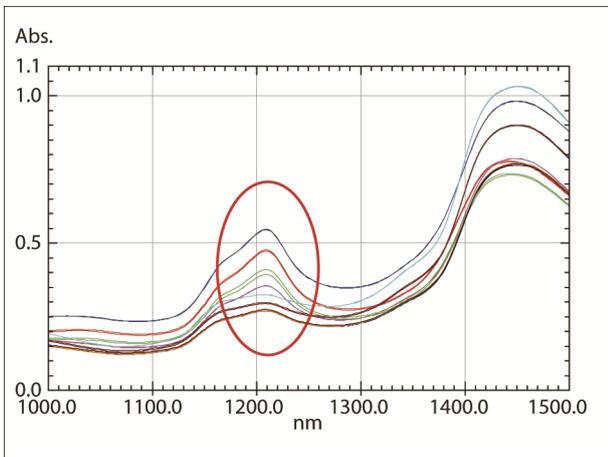


图3 图2的放大图

红: A、绿: B、蓝: C、紫: D、黑: E、橙: F、褐: G、浅蓝: H
Expanded Spectra of Fig. 2
Red: A, Green: B, Blue: C, Purple: D, Black: E, Orange: F, Brown: G, Light Blue: H

■ 定量结果

Results of Quantitative Analysis

使用多变量分析的多元回归法和 PLS 法对脂质进行定量。以表 1 的 A、C、E、G、H 作为标准样品，绘制了各方法的校准曲线。使用蛋黄酱包装上标记的脂质作为标准样品的真值。

为确认校准曲线的精度，使用表 1 中 B、D、F 样品作为验证样品。表 3 为使用各方法的校准曲线对验证样品的脂质获取的测定结果。

比较后可知，两种方法的定量精度并无明显差异，说明定量结果良好。表 3 的 RMSEP 是图 4 中定义的值，表示预测值与实际值平均差的指标。

PLS 法使用 CAMO 公司制多变量分析软件 The Unscrambler®¹⁾ 进行了计算。多元回归法使用 Microsoft 公司制表格计算软件 Excel®²⁾ 的“回归分析”功能进行了计算。

注释：多元回归法的计算中使用了 1150 nm、1210 nm、1240 nm、1280 nm 这 4 种波长数据。PLS 法的计算中对 1150 nm~1280 nm 间的所有数据进行了中心平均化处理。

表 3 使用螺口瓶测定中验证样品校准曲线的测定结果
Predicted Amounts of Fat Calculated by Each Calibration Model for Validation Samples Measured in Vials

样品	包装上标记的脂质 (g/15 g)	采用多元回归法的测定结果	采用 PLS 法的测定结果
B (第 1 次)	11.2	10.17	10.02
B (第 2 次)	11.2	10.72	10.50
D (第 1 次)	8.6	8.05	8.23
D (第 2 次)	8.6	7.87	8.20
F (第 1 次)	5.1	4.90	4.89
F (第 2 次)	5.1	4.99	5.00
RMSEP		0.603	0.610

*RMSEP : Root Mean Square Error of Prediction

$$RMSEP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y'_i - y_i)^2}{N}}$$

y'_i 是预测值, y_i 是实际值, N 是评价用样品数。

图 4 RMSEP 的定义公式
Definition of RMSEP

直接测定塑料瓶装蛋黄酱

Measurement of Mayonnaise in Containers

此次测定的蛋黄酱容器材质全部相同, 皆为 PE (聚乙烯) 和 EVOH (乙烯-乙烯醇共聚树脂)。因此, 我们尝试了直接对塑料瓶装蛋黄酱进行测定。

蛋黄酱容器的厚度根据样品不同会有所差异。蛋黄酱的数据也会受到容器厚度的透过影响。这与在多变量分析中再添加一个目标成分 (脂质) 以外的成分是同等的。多变量分析可校正其他成分的变动部分。因此, 校正该厚度的变动部分后则可以对脂质定量。

图 5 为将样品设置在积分球上的照片; 图 6 为 A~H 所有样品的测定结果。测定条件与表 2 相同。将样品重新设置在积分球上, 分别测定 2 次。

图 7 为图 6 的放大图, 用圆圈标出脂质的吸收位置

(1210 nm 附近)。由此可知, 样品中脂质含量越多, 吸收峰就越大。各样品的脂质请参照表 1。

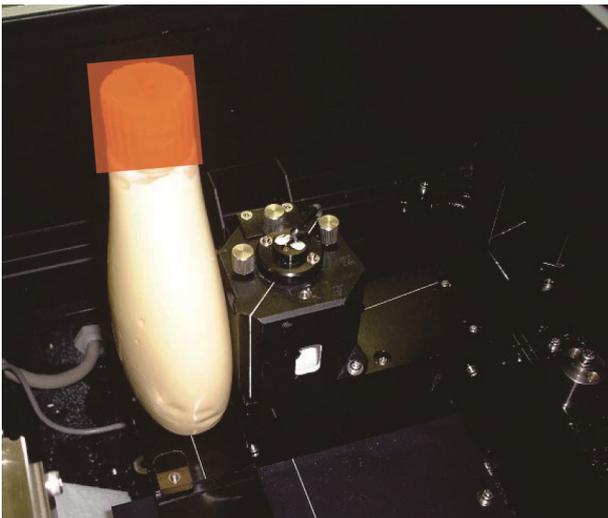


图 5 将样品设置在积分球上
Sample Set in Integrating Sphere

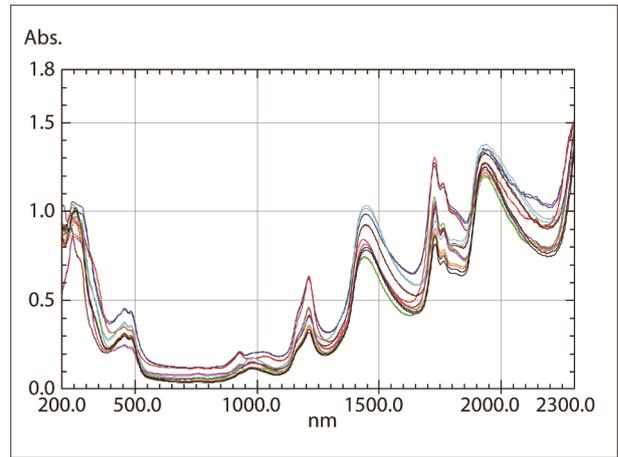


图 6 测定光谱
Total Luminous Measurement Spectra
Red: A, Green: B, Blue: C, Purple: D, Black: E, Orange: F, Brown: G, Light Blue: H

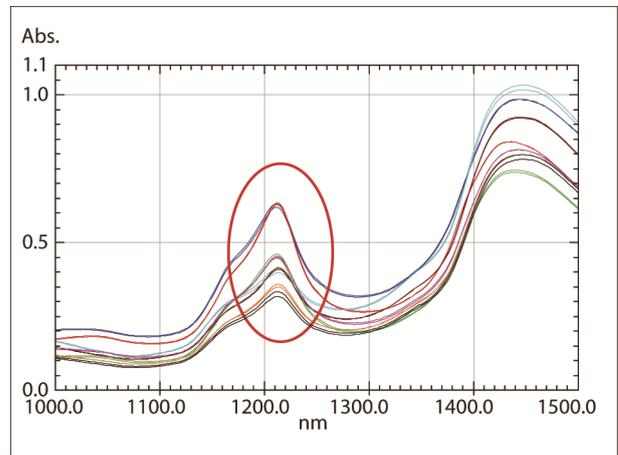


图 7 图 6 的放大图
Expanded Spectra of Fig. 6
Red: A, Green: B, Blue: C, Purple: D, Black: E, Orange: F, Brown: G, Light Blue: H

■ 直接测定塑料瓶装蛋黄酱的定量结果

Quantitative Analysis Results for Measurement of Mayonnaise in Containers

与使用螺口瓶的测定方法相同，对脂质进行了定量。表 4 为验证样品校准曲线的测定结果。由此可知，多元回归法和 PLS 法的测定结果均良好。

注释：多元回归法的计算方法中使用了 1180 nm、1210 nm、1240 nm、1300 nm 这 4 种波长数据。PLS 法的计算中对 1100 nm~1300 nm 间的所有数据进行了中心平均化处理。

表 4 直接测定塑料瓶装蛋黄酱中对于验证样品校准曲线的测定结果
Predicted Amounts of Fat Calculated by Each Calibration Model for Validation Samples Measured in Containers

样品	包装上标记的脂质 (g/15 g)	采用多元回归法的测定结果	采用 PLS 法的测定结果
B (第 1 次)	11.2	11.10	11.28
B (第 2 次)	11.2	10.96	11.25
D (第 1 次)	8.6	8.02	7.98
D (第 2 次)	8.6	8.17	8.18
F (第 1 次)	5.1	4.86	4.76
F (第 2 次)	5.1	4.95	4.83
RMSEP		0.334	0.355

- 1) The Unscrambler 是 CAMO 公司的商标或者注册商标。
- 2) Excel 是 Microsoft 公司的商标或者注册商标。

■ 总结

Conclusion

本次分析使用了以下两种方法：

- 使用螺口瓶进行测定
- 直接对塑料瓶装蛋黄酱进行测定。

采用多变量分析的多元回归法和 PLS 法，对蛋黄酱的脂质进行了定量，并比较了其定量精度。由结果可知，多元回归法和 PLS 法这两种测定方法都获取了良好的定量结果。

以往测定高粘性的乳脂状样品时，会通过涂敷在玻璃板的方发进行透过测定，但如果涂敷不均匀，将很难获得高精度的测定结果。使用本方法，能够通过简单的操作获取高精度的数据。

综上所述，本次分析的结果表明，本方法可有效地对蛋黄酱等乳脂状样品中脂质进行定量分析。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

- * 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
 - * 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
- 如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2014 年 5 月