

表 2 几种肉样品的重复定量的精密度

样 品	各次测定值 (克/100克样品)	平均值 (%)	标准差	变异系数 (%)
鲜猪通脊肉	0.055 0.053 0.057	0.056	0.002	3.57
	0.057 0.056 0.058			
鲜猪腹横肌	0.197 0.199 0.203	0.202	0.004	1.98
	0.198 0.204 0.208			
鲜猪半膜肌	0.095 0.097 0.101	0.099	0.003	3.03
	0.102 0.097 0.104			
腓 肠 肌	0.334 0.342 0.340	0.339	0.006	1.77
	0.324 0.348 0.345			
火 腿 肠	0.185 0.188 0.189	0.188	0.002	1.06
	0.189 0.185 0.190			

70℃以上加热半小时，使结缔组织充分软化，易于绞碎匀质。

实验发现氧化时的不同温度对本实验结果有一定的影响。我们通过改变氧化时的温度，进行羟脯氨酸含量的测定，其结果见图 2

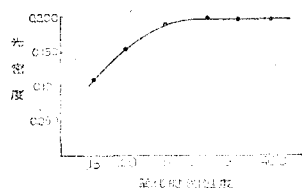


图 2 氧化温度影响曲线

从图 2 可以看出，当氧化时的温度低于 20℃ 以上时，测得的结果较平行，反应最完全。

实验还发现显色反应时的不同温度对本实验结果也有一定的影响。我们通过改变显色时的温度，对羟脯氨酸含量进行了测定，结果见图 3。实验表明，显色时的温度低于 58℃ 时，实验结果明显偏低，温度高于 58℃ 时，结果较平行，反应最完全。

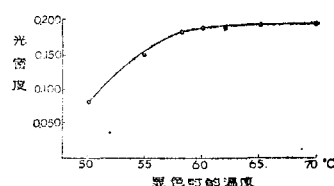


图 3 显色温度影响曲线

关于肉和肉制品中羟脯氨酸的测定，目前国内研究甚少，其测定方法还需进一步探讨和研究。这对提高我国肉食品质量，推动食品科学的发展具有一定的促进作用。

#### 参 考 文 献

- (1) 徐永平译：国外畜牧科技 4:42, 1985
- (2) ISO3496—1978

## 以改良苯酚酮比色法测定食品中的锡

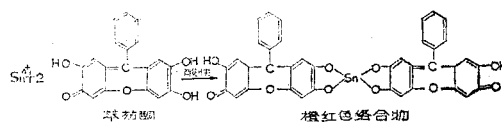
江苏省阜宁县卫生防疫站 高 峻

食品中锡的测定最常用的是苯酚酮化学比色法。但笔者在实验中发现，该法 pH 值不易控制，结果重现性较差。故参考有关资料<sup>[1,2,3]</sup>，对原法进行了改进，即以醋酸—醋酸钠缓冲液代替氨水与硫酸来调节、控制 pH 值；以聚乙烯醇代替明胶作为胶体保护剂。经实验证实，改良法的灵敏度、精密度、准确度均较原法为好，且有操作简便、快速等优点。

### 方法与实验

一、原理：四价锡离子( $\text{Sn}^{4+}$ ) 在酸性溶液

中与苯酚酮生成微溶性橙红色络合物，在保护性胶体存在下与标准比较定量。



### 二、仪器与试剂

(一) 仪器

1. 721 型分光光度计 (上海第三分析仪器厂)。

2. 25 毫升比色管。

## (二) 试剂

### 1. 缓冲液的配制

(1) 1 M醋酸: 取冰醋酸(99%)59毫升于1000毫升容量瓶中, 加蒸馏水稀释至刻度。

(2) 1M醋酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ): 称取醋酸钠68克加蒸馏水溶解, 并稀释至500毫升。

将(1)液与(2)液按2:1 (v/v) 混合即成。

2. 0.5%聚乙烯醇: 临用时现配。

其他试剂同文献<sup>[4]</sup>。

### 三、实验步骤

1. 样品处理: 取样品5~10克于150毫升消化瓶中, 加硝酸10毫升, 硫酸2.0毫升, 放玻璃珠数粒, 放置1~2小时。在电炉上消化至溶液澄清透明。取下放冷, 加蒸馏水定容至50毫升。同时作试剂空白。

2. 分析: 精密吸取样品消化液1.0~5.0毫升及相同量的试剂空白液, 分别置于25毫升比色管中, 另取6支25毫升比色管, 分别加入锡标准应用液(1 ml  $\approx 10\mu\text{gSn}^{4+}$ )、0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0毫升, 于标准管中加1:9硫酸补足1.0毫升, 分别向样品及标准管中加入10%酒石酸0.5毫升, 缓冲液5.0毫升, 混匀。加入0.5%聚乙烯醇1.0毫升, 10%抗坏血酸2.5毫升, 加蒸馏水至25毫升, 混匀。加入0.01%苯茚酮2.0毫升, 混匀。放置30分钟后, 以2厘米比色杯、290 $\mu\text{m}$ 波长, 测其光密度, 并绘制标准曲线。

### 3. 计算

$$\text{锡}(\text{mg/kg}) = \frac{(A_1 - A_2) \times 1000}{W \times \frac{V_2}{V_1} \times 1000}$$

$A_1$ : 测定用样品消化液中锡含量( $\mu\text{g}$ )。

$A_2$ : 试剂空白消化液中锡含量( $\mu\text{g}$ )。

$W$ : 样品重量(g)。

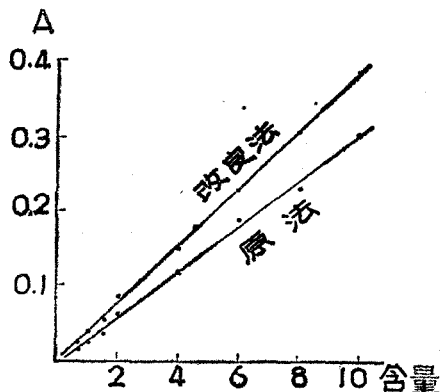
$V_1$ : 样品消化液总体积(ml)。

$V_2$ : 测定用样品消化液体积(ml)。

## 结果与讨论

### 一、线性关系及检出限

由附图看出, 在0~10 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ 锡浓度范围内, 两法线性关系良好。但若以 $A=0.01$ 为可重现值时, 则原法检出限为0.5 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ ,  $e$ 为 $3.0 \times 10^4$ 。改良法检出限为0.2 $\mu\text{g}/25\text{ml}$ ,  $e$ 为 $7.4 \times 10^4$ 。改良法灵敏度较原法提高2倍多。



锡标准曲线 图( $\mu\text{g}-/25\text{ml}$ )

### 二、方法的精密度试验

以芦笋罐头为测定样品, 于加标后, 分别用改良法、原法进行连续六次试验, 结果表明, 改良精密度明显好于原法(表1)。

表1 改良法与原法的精密度试验

次 数	改 良 法			原 法		
	样品本底	加标2 mg	加标5 mg	样品本底	加标2 mg	加标5 mg
1	12.80	14.75	17.60	12.90	14.65	17.50
2	12.75	14.65	17.67	14.70	14.65	17.20
3	12.75	14.65	17.86	12.80	14.98	15.50
4	12.60	14.70	17.83	12.60	14.40	17.80
5	13.07	15.00	17.35	13.40	15.10	16.50
6	12.70	14.55	17.58	11.80	13.70	18.50
$\bar{X}$	12.78	14.71	17.65	13.03	14.89	17.50
S	0.158	0.154	0.19	0.968	0.95	1.05
C.V	1.24	1.05	1.06	7.4	6.4	6.1

### 三、回收率试验

用8份不同品种的罐头样品, 分别加入2.0 mg和5.0 mg锡标准液, 用改良法及原法进行回收试验。改良法回收范围在92.5~105%之间, 平均回收率为98.3%。原法回收范围在85~110%之间, 平均回收率为93.6%。证明, 改良法的准确性较原法为好(表2)。

### 四、显色最佳 pH 值的控制

苯茚酮与四价锡、离子络合时, pH在1.0~

表 2 改良法与原法的回收率比较

编 号	样品含量 (mg/kg)	加标量 (ug)	改 良 法		原 法	
			测得值	回收率 %	测得值	回收率 %
1	4.80	2	6.65	92.5	6.61	90.5
2	3.20	2	5.11	95.5	4.90	85.0
3	2.80	2	4.72	96.0	4.59	89.0
4	6.85	2	8.82	98.5	8.75	95.0
4	10.53	5	15.45	98.4	15.24	94.2
5	13.50	5	18.51	100.2	18.24	94.8
7	2.75	5	7.74	99.8	8.25	110.0
8	2.52	5	7.77	105.0	7.03	90.2
$\bar{x}$				98.2		93.6

1.2 间显色最好。但原法以 1:1 氨水和 1:9 硫酸调节酸度时, pH 值波动幅度较大(一般在 0.8~1.4 之间 H), 达不到最佳显色的 pH 值, 显色一般不稳。而醋酸-醋酸钠缓冲液则具有一定缓冲能力, 不但使 pH 值控制在 1.0~1.2 之间(一般在 1.1 左右)的最佳显色范围内, 且操作简便、快速。

## 米胚芽过氧化值测定方法初探

浙江农业大学 应铁进 席珣芳

### 提 要

本文总结了作者对米胚芽过氧化值测定的脂肪抽提条件以及不同过氧化值测定方法所作的对比试验。综合试验结果, 以无水乙醚为溶剂, 用索氏抽提器在 60°C、3~4 小时的条件下提取米胚芽脂肪, 对所得样品不经烘干, 直接进行过氧化值测定, 可以得到兼顾准确性、精密度与测定工作效率的结果。用 D、Pearson(1976)推荐的 Sully 法测定过氧化值的精密度(CV=6.62)比相同条件下经典方法的精密度(CV=9.45)略高。回收试验的平均回收率为 89.3%, 变异系数为 5.14。

米、麦胚芽及其制品在储存中, 常因所含的大量油脂产生氧化酸败而使新鲜度下降。过氧化物为脂肪氧化酸败过程中的第一个中间产物, 因此, 过氧化值可以作为评价米、麦胚芽新鲜度的一个参考指标。脂肪过氧化值的测定

五、聚乙烯醇的透明度、分散度均好于明胶, 是本法较为理想的胶体保护剂。但在 17°C 以下时, 胶体可相互粘合形成絮状物, 使分散度减小, 降低了胶体的保护作用, 影响结果准确性。故当室温低于 17°C 时, 胶体保护剂应放 25°C 水浴加温后使用。

六、样品在消化过程中, 硝酸量不宜过多, 火力不宜过大, 否则会产生不溶于水的偏锡酸, 使结果偏低。

### 参 考 文 献

- (1) 日本食品工业学会主编(郑州粮食学院译): 食品分析法(上册), P:224, 1986
- (2) 《金属与矿物原料分析手册》, 吉林人民出版社第一版, P:254, 1979
- (3) 朱可信等主编: 卫生监测分析专辑, P:224, 1986
- (4) 中华人民共和国《食品检测方法》理化部份 GB5009 16-85

方法已有技术标准<sup>[1]</sup>。但这种经典方法受反应时间与环境温度的影响较大, 重现性略嫌不够。而有关非纯油脂制品的过氧化值测定的报道则不多见。作为米胚芽保鲜研究的一部分, 我们对米胚芽过氧化值测定的样品处理条件作了初步研究, 并对一种新的过氧化值测定方法作了精密度及准确性评价。

### 一、材料与方法

本研究于 1987 年在浙江农业大学食品系进行。所用试材为国营嵊县第一米厂购买的新鲜米胚芽, 过氧化物标准加入液采用明显酸败的猪油乙醚溶液。所用试剂均为分析纯。

#### 1、样品预处理

采用索氏抽提器提取脂肪。称取新鲜米胚芽样品 10.00 克, 于研钵中加少量石英砂磨细