

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

后,完全移入滤纸筒中进行抽提。采用正交法对抽提溶剂、时间及抽提后的脂肪是否烘干等三个因素对样品过氧化物测定值的影响作了试验。正交试验设计见表1。烘干条件为80℃2小时,水浴温度石油醚70℃,乙醚60℃(掌握在每5分钟回流一次)试验重复三次。

此外,还对脂肪得率与抽提时间的关系作了实验,以确定合适的抽提时间。

## 2、过氧化物测定方法比较

经典方法按中华人民共和国国家标准《食品卫生检验方法·理化部分》规定进行,但硫代硫酸钠标准溶液浓度为0.005 N。

Sully法<sup>[2]</sup>采用的测定装置为一个100毫升的圆底烧瓶,瓶口接以75厘米长的回流冷凝管,以自来水冷却。此装置稍倾斜固定于铁架台上,瓶底以酒精灯或电炉加热。

测定步骤如下:用定量加液器向烧瓶中加入20毫升1:1三氯甲烷—冰醋酸混合液,装上回流冷凝管,加热至沸腾。当出现稳定回流时,从冷凝管顶端缓缓加入饱和碘化钾溶液1.3毫升,并用少于0.3毫升的水将管内壁可能出现的碘化钾结晶洗下。然后从同一部位加

入样品脂肪1克左右,暂时关掉冷凝水,使样品完全洗入烧瓶中(亦可用少量三氯甲烷—冰醋酸液将样品洗下)。使烧瓶中的反应液保持沸腾4分钟,取下烧瓶,加蒸馏水50毫升,加盖迅速冷却,用0.005 N硫酸钠标准液滴定至淡黄色,加1%淀粉指示剂数滴,继续滴定至终点。

两法的精密度比较试验采用酸败的猪油为试材,使用时配制成10%的乙醚溶液。

## 3、回收试验

采用米胚芽为试材,按预处理试验给出的优化处理条件(无水乙醚、3~4小时,水浴60℃,所得脂肪不烘)进行样品预处理。参考曾广浩(1985)的方法<sup>[3]</sup>,过氧化物标准添加液采用10%的猪油乙醚溶液,过氧化物含量0.610%,添加量5毫升。

## 二、结果与分析

### 1、样品预处理

溶剂、抽提时间及所提取的脂肪是否经烘干等因素对样品过氧化值的影响见表1。

对样品最终过氧化物测定值影响最明显的

表1 样品预处理正交试验的直观分析

处 号 列	溶 剂	时 间	烘 否	过氧化值 (mEq/kg 脂肪)				
	1	2	3	I	II	III	Tt	X±1Sd
1	石油醚	4h	烘 干	79.5	54.2	50.7	184.4	61.5±15.7
2	石油醚	6h	不 烘	2.3	2.6	2.3	7.2	2.4± 0.2
3	乙 醚	4h	不 烘	2.4	2.1	2.8	7.3	2.4± 0.4
4	乙 醚	6h	烘 干	261.5	213.6	227.9	703.0	234.3±24.5
$\bar{T}_1$	31.9	32.0	2.4					
$\bar{T}_2$	118.4	118.4	147.9					
极差	86.5	86.4	144.5					

是烘干处理。尽管使用了比较温和的烘干条件,样品的过氧化值仍提高了数十倍。这可能是烘干过程中高温与氧的共同作用,使脂肪快速酸败的结果<sup>[4]</sup>。溶剂与烘干两因素间可能存在严重的交互作用(乙醚本身在高温及氧的存在下,可能加快生成过氧化物)。本试验所用的 $L_4(2^3)$ 小正交表限制了精确估计这种交互作用的可能性。如果剔除这种交互作用(例如,

不作烘干处理),则可以认为所用的石油醚或无水乙醚溶剂本身对样品过氧化值的影响是不大的。

本试验中,不烘干处理的脂肪样品因直接用于滴定,无法测知其确切重量。我们是采用平行样品称重来解决这个问题的。试验表明,在相同的抽提条件下(回流速度基本一致),抽提脂肪重量的误差一般不超过2%。在对同一

批次原料作大量测定的情况下,亦可作一抽提脂肪得率与抽提时间的关系曲线,以取代平行样品。

米胚芽脂肪得率与抽提时间的关系如图1,图中大部分点均为2~3次重复的结果,重复标准差在0.007~0.02克之间。一般情况下,至少需要6小时才能完全提取米胚芽中的脂肪。但抽提脂肪的目的是为了测定其过氧化值,即使抽提不完全,对最终过氧化值的影响也不大(过氧化值测定结果是以单位重量的脂肪中的过氧化物量来表示的)。考虑到这个因素,在实际操作中可适当缩短抽提时间,以提高工作效率。

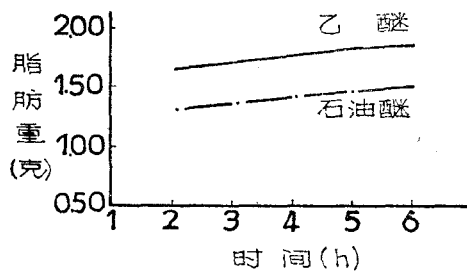


图1 米胚芽脂肪得率与抽提时间及所用溶剂的关系

## 2. 过氧化值测定方法的比较

经典方法与Sully法的精密度比较试验结果见表2。两种方法所得结果的平均值相当接近,  $t$  测验结果表明两平均值之间无显著差异。但各测定值之间的标准差与变异系数则以Sully法相对小一些。我们认为,这可能是由于Sully法采用将反应液在封闭系统中加热至沸腾,并使之回流的方法,使容器内充满三氯甲烷—冰乙酸饱和蒸气,从而大大减少了反应溶液与空气的接触。因此,该方法的重现性受时间、温度、光线等环境因素的影响要小一些。在一部分试验中,我们曾有意对沸腾时间稍作变动,所得结果与原方法仍无明显差异。

## 3. 回收试验

重复4次的回收试验结果见表3。

从样品预处理到过氧化值测定(Sully法)全过程的回收率范围从82.6%至93.0%。可以认为,这样的回收率在实际工作中已较为满

表2 过氧化值的经典测定方法与Sully法的精密度比较  
(过氧化值单位: 毫克碘%)

重复	经典方法	Sully 法
1	0.691	0.660
2	0.577	0.641
3	0.647	0.596
4	0.571	0.558
5	0.558	0.596
$\bar{X}$	0.609	0.610
S	0.0575	0.0404
CV	9.45	6.62

注:  $t=0.0318$ ,  $p>>0.05$

表3 米胚芽过氧化值测定方法的回收试验

重复	回收值(毫克碘%)	回收率(%)
1	0.548	89.8
2	0.567	93.0
3	0.504	82.6
4	0.560	91.8
$\bar{X} \pm IS$	$0.545 \pm 0.028$	$89.3 \pm 4.64$
CV	5.14	

意。回收试验包括了样品脂肪抽提过程,这从另一个角度证明,在合适的抽提条件下,采用索氏法提取米胚芽脂肪,对样品过氧化值并无明显影响。

## 三、讨论

1、有关非纯脂肪制品过氧化值测定方法的文献报导不多。曾广浩(1985)曾用有机溶剂直接振摇提取糕点食品中的脂肪的方法测定过氧化值。这种方法比较适于粉末状原料制成的食品制成品。我们曾在米胚芽上试用该法,结果发现在一般实验室所能达到的粉碎条件下,因粉碎颗粒仍具紧密组织,提取所用的时间较长,且提取率不够稳定,无法采用平行样品的方法取得脂肪重量数据。因此,我们认为,对于米胚芽等具有紧密组织的样品,采用索氏法抽提脂肪的结果较为稳定,而测定周期亦不至于太长。

2、影响米胚芽过氧化值测定的当然还有许多其他因素,其中样品含水量当为不可忽视的一项。但在一般的条件下,要调整样品含水

量而保持过氧化值不变是比较困难的。我们最近的试验表明,用普通烘干的方法调整含水量时,60℃ 6 小时的温和烘干处理已足以使样品过氧化值提高一倍多(未发表资料)。

3、高温对脂肪过氧化值的影响曾引起我们很大的兴趣。我们注意到,一般烘干处理的高温可引起样品过氧化值的剧烈变化,而抽提过程中的水浴温度及测定过程中对反应液的加温却并未使样品过氧化值升高。这种差别可能是由在高温环境中是否同时有氧的存在而引起的。这种推测是有足够根据的,事实上,高温曝气处理是现代实验室用于加速脂肪酸败,以检验脂肪抗氧化性能的常用手段<sup>[4]</sup>。因此,如果能采用某种措施在烘干过程中隔绝空气,如真空干燥等,当可对样品含水量的影响作进一步研究,亦可改进本文测定方法的某些步骤,

使测定更为精确、更为简单。

4、本试验结果表明,烘干处理对米胚芽过氧化值的影响不容忽略。采用索氏法,以无水乙醚为溶剂在水浴温度 60℃、3~4 小时的条件下提取米胚芽样品的脂肪,挥干脂肪瓶中残留的乙醚后,不经烘干直接进行过氧化值测定,则可给出比较准确与稳定的结果。

#### 参考文献

- 1、卫生部, (1979)《食品卫生检验方法·理化部分》, 技术标准出版社, 111 页
- 2、Pearson, D. (1976) The Chemical Analysis of Foods, 7th edition, London, Churchill Livingstone, pp495
- 3、曾广浩, (1985)《食品科学》, 1, 50.
- 4、Meyer, L.H. (1960) Food Chemistry, Modern Asia Edition, Tokyo, Charles E. Tuttle Company, pp32.

## 糖水青梅罐藏及其综合利用

浙江省科学院柑桔研究所 程绍南 方修贵 叶春勇

### 摘 要

本文介绍的糖水青梅罐藏新工艺,以NaCl-CaCl<sub>2</sub>混合液对梅果脱苦保脆,热碱去皮,亮兰一柠檬黄染色和低度糖液装罐为要点,与我国传统的糖青梅及日本的糖水梅加工技术相比,具有生产周期大大缩短,成品品质近于鲜果的特点。文中还叙述了利用该工艺生产的梅果皮渣制作多味梅酱的配方和技术。

### 一、前言

梅原产我国,在尔雅(公元前1100年)等古籍中已有梅的记载,后传日本、朝鲜。梅以富酸著称,据分析,含有柠檬酸、苹果酸、单宁酸、酒石酸等有机酸16种以上。每100克果肉的热量为29千卡,为水果中最低者之一,同时还含有维生素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、C、A源及钙、铁、磷等矿质营养,食物纤维含量也比柑桔、苹果高。因梅酸味强、又多带苦味,故鲜食量少,极大部分用于加工,其制品不但在国内市场久销不

衰,而且在国际市场上深受欢迎,需量日增,改革梅加工的传统工艺,开发新型产品,是强化我国果品加工业外向竞争力的措施之一。

### 二、传统糖青梅加工工艺的缺陷

梅的加工制品中,色泽翠绿、果肉松脆的糖青梅及日本的糖水梅(JP58-23745)占有重要地位,但它们的加工工艺尚存在一些缺陷。

#### (一)糖青梅加工工艺的缺陷

1. 梅果腌渍时间一般为48小时,不能缩短和延长,加之梅果采收期集中,为15~20天,所以腌渍设施容量对加工期限限制性较大。

2. 梅果需经针刺,针刺后又必须腌3~5天,费工费时。

3. 糖渍时分步多次加糖,需40天才完成,占用场地、容器多,耗时长,整个过程中易感染有害微生物。

4. 罐藏成品糖浆浓度达65%,为高糖产