

快的挥发物,因此均是大有发展前途、营养丰富、风味极佳的果树饮料作物品种。

2.在韩希珍、李潮生的综述文章中,引用了 Arbvtto 的资料^[3],认为西番莲(鸡蛋果)果实在熟透掉落前10~15天内,质量最好(鲜重与 TSS 达最大值)。但是,许多文献都指出要采收完全成熟或自然成熟落地的果实^[2,6,10-14];有的还强调,成熟的、果皮已有点皱缩的果实才是真正最好的^[14]。从商品价值看,香味是西番莲果汁最重要特征之一,而完全成熟果实的香味较浓^[2,11]。Beal 指出,对加工品来说,果汁 TSS 含量是次要的特征^[10]。我们工作中也深有体会,只有完全成熟的果实香气才浓、风味才好。西番莲收获,如用于鲜果销售,可用手摘果形匀称、果皮光滑无疵、色深紫(或黄)、稍用力即会脱落的成熟果实;加工用的果实可让其自然成熟落果,每周捡收二、三次,即保证质量也节省劳力,在炎热天最好天天捡收,以免日灼。收后要放在阴凉处。

参考文献

〔1〕 庄薇萃,1986,优良饮料植物——西番莲,世界

农业,6期,21—23页。

〔2〕 李潮生(译),1986,西番莲,热带作物译丛,7期,51—52页。

〔3〕 韩希婉、李潮生,1985,鸡蛋果资源的开发利用,《食品科学》3期,1—6页。

〔4〕 左永知、杨默丽,1985,鸡蛋果引种试种初报,热带作物研究,2期,73—75页。

〔5〕 冯伟业等,1986,羊奶果引种试种报告,热带作物学报,2卷1期,139—146页。

〔6〕 林莹达,1979,百香果(经济果树,下册,118—128页,台湾丰年社)。

〔7〕 廖敏卿,1986,台湾水果集,32—33页。

〔8〕 杨恭毅,1986,杨氏艺园植物大名录,第七册,5375页,台湾中国花卉杂志社。

〔9〕 王炳(译),1975,热带与亚热带园艺作物栽培手册,74页,台湾徐氏基金会。

〔10〕 Beal,P.R.1982,Passion fruit(Passifloraaceae),Aust.Hort.80(2):57—65

〔11〕 Chan,H.T. Jr.1980,Passion fruit(in Tropical and subtropical fruit, P. 300—315, AVI Publishing Inc Westport Connecticut)。

〔12〕 Samson J.A. 1980,Tropical fruit P.222—223, Longman New York

〔13〕 Singh,H.P. et al.1986,Kaveri a hybrid Pass an fruit, Indian Hort. 30(4):25—26.

〔14〕 Reader's Digest,1984,Illustrated encyclopae'd o of gardening in South Africa, P. 541—542, Readers-Digest Association South Africa (Pty) Ltd Cape Town.

二阶导数光谱分光光度法测定可乐型 饮料中咖啡因含量的研究

广东省食品卫生监督检验所 邓平建 李海 吕澳生 戴莹

摘要

本文在碱性下用三氯甲烷抽取可乐型饮料中咖啡因的条件下,研究了样品中焦糖色成分对普通分光光度法测定咖啡因的干扰情况,采用二阶导数光谱分光光度法测定咖啡因276.5nm特征吸收峰,有效地消除了干扰。咖啡酞和可可酞中的咖啡因也具有相同的特征吸收峰。样品中咖啡因的最低检出限为0.4μg/ml,测定结果与薄层层析法的结果一致,不出现假阳性,方法的回收率为101.3±4.43%。

进口和国产的可乐型饮料的增多,使咖啡

因的测定成为食品卫生监督检验的重要项目。国内曾报导过可口可乐饮料中咖啡因的薄层层析和分光光度的测定方法,^[1]但仅见应用于可口可乐饮料。我们在应用中观察到:分光光度法由于受到样品基体的干扰,与薄层层析法相比,往往出现结果偏高和假阳性。本文研究了在碱性下经三氯甲烷抽提后,^[1]可乐型饮料的基体对分光光度法测定咖啡因的干扰情况,采用二阶导数光谱分光光度法测定进口和国产可乐型饮料中的咖啡因,有效地消除了样品基体

成分的干扰,方法的灵敏度、精密度和回收率以及与薄层层析法对照试验的结果都是令人满意的。

实验部分

(一)仪器及工作条件

UV—260型分光光度计(日本岛津),狭缝:0.5nm;波长范围:250—320nm;二阶导数光谱扫描方式($\Delta\lambda=2\text{nm}$);比色皿:1cm。

(二)咖啡因标准溶液:精密称取咖啡因100毫克,用三氯甲烷溶解并定容至100毫升;使用时稀释为100微克/毫升。

(三)测定步骤:

1. 提取: (1)

(1)可乐型饮料:将可乐型饮料200—400毫升倒入500毫升烧杯中,用玻璃棒不断地搅拌3~5分钟(赶掉 CO_2),吸取100毫升倒入250毫升的分液漏斗中,加入饱和盐水1.0毫升和1N氢氧化钠溶液2.0毫升,摇匀后以50毫升三氯甲烷分三次提取(20, 20, 10ml),每次振摇1分钟,将氯仿层经无水硫酸钠小漏斗脱水(在漏斗颈部放一小团脱脂棉,上面铺无水硫酸钠约10克),过滤于50毫升容量瓶中,用少量氯仿多次洗涤无水硫酸钠漏斗,将洗液合并于上述容量瓶中至刻度,混合均匀供测定使用。

(2)可乐型原浆(浓缩汁):准确称取样品2~3克,用10~20毫升水稀释后,移入250毫升容量瓶中,加水至刻度,摇匀后吸取50毫升倒入250毫升分液漏斗中,以下按(1)项后续步骤操作。

2. 定量:

样品抽取液(或视咖啡因含量和基体浓度作适当稀释后),用切线法(过谱线上282.0nm和269.5nm两点作切线,测量波长为276.5nm的二阶导数吸收光谱峰的高度,与标准曲线比较得出咖啡因的含量。

3. 标准曲线的制作:

准确吸取咖啡因标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{ml}$)0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0毫升于10毫升容量瓶中,

用三氯甲烷稀释至刻度,按定量方法制作标准曲线,样品中咖啡因的最低检出限为0.4微克/毫升。

结果与讨论

(一)二阶导数光谱消除样品中焦糖色成分对咖啡因测定的影响:

焦糖色是可乐型饮料常用和用量较大的成分,按样品的抽提条件(可消除糖精钠的干扰⁽¹⁾),有部分焦糖色的成分进入有机相并在279.7nm处有一吸收峰,与咖啡因276.0nm的吸收峰严重重叠(图1)。造成普通分光光度法测定的结果偏高或假阳性。用薄层层析法也证明279.7nm吸收峰的成分与标准咖啡因有不同的Rf值。图2是它们的二阶导数($\Delta\lambda=2\text{nm}$)光谱图。可见在咖啡因的导数光谱中出现的276.5nm的吸收峰未在焦糖色成分的导数光谱中出现。可用此特征峰测定咖啡因而消除焦糖色成分的干扰。试验表明:提取液中产生消光(279.7nm)值 <4.0 的焦糖色成分不干扰本法测定咖啡因。

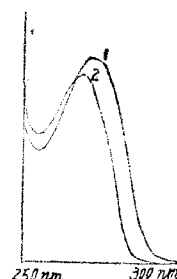


图1. 焦糖和咖啡因的吸收光谱

1—焦糖碱性氯仿提取液 2—标准咖啡因(10 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

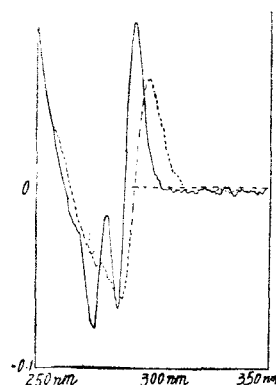


图2. 焦糖和咖啡因的二阶导数光谱

1—焦糖碱性氯仿提取液 2—标准咖啡因(10 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

对不同来源的咖啡因扫描二阶导数光谱(图3、4),表明咖啡酞和可可酞中的咖啡因具有与咖啡因标准品相同特征的二阶导数光谱。

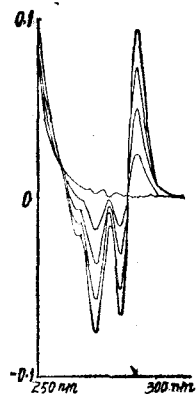


图3. 咖啡因标准系列二阶导数光谱

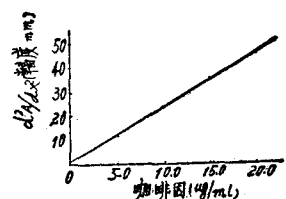


图4. 咖啡因标准工作曲线

试验过不同阶次(D)和不同 $\Delta\lambda$ 值对咖啡因导数光谱的影响。一阶导数光谱不能扫描出276.5nm的特征吸收峰;三阶以上的导数光谱由于平滑作用使吸收峰变矮甚至拉平(图5);在比较 $\Delta\lambda$ 值分别为1、2和4nm时,以 $\Delta\lambda=2\text{nm}$ 得到的分辨率和SIN都较好。为了消除样品基体对测量峰高的基线影响,采用切线法确定基线。根据咖啡因二阶导数光谱的特征,选取282.0和269.5nm为作切线的波长(见图

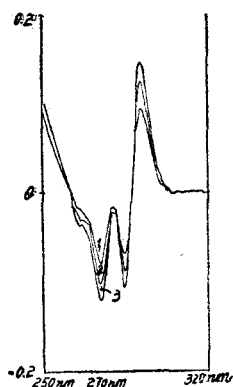


图5. 可口可乐饮料及添加标准的导数光谱

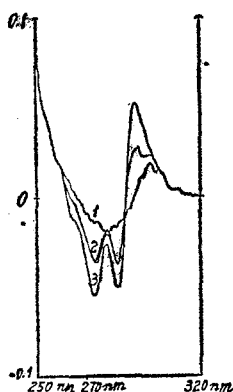


图6. 天府可乐饮料及添加标准的导数光谱

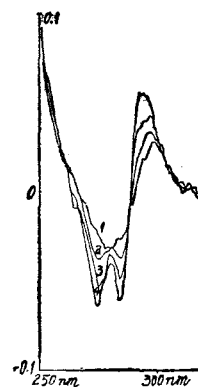


图7. 少林可乐原液及添加标准的导数光谱

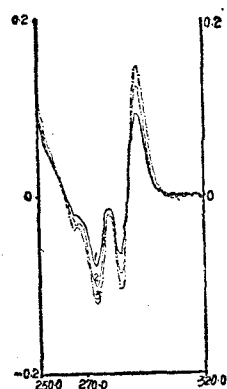


图8. 可口可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

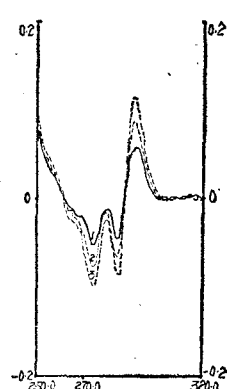


图9. 百事可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

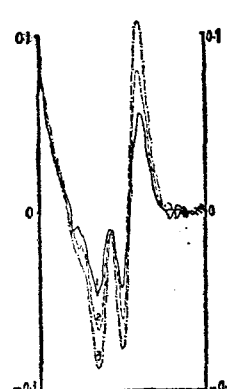


图10. 屈臣氏可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

6)。由图7可见, 峰高值与咖啡因的浓度呈良好的线性关系(浓度范围0~20 微克/毫升)

(二) 可乐型饮料和原液的测定和添加咖啡因的回收试验:

采集市面上几种进口和国产的可乐型饮料和原液, 按测定步骤进行抽提, 抽提液作适当稀释后用本法测定咖啡因含量并同时作添加回收试验, 以下列出部分样品添加咖啡因的导数光谱(图8~16, 图中1为样品光谱, 2~4为样品添加标准的光谱和样品的测定及回收率结果, 表1)。

(三) 本法与薄层层析^[1]的对照试验:

所测定过的各种可乐型饮料和原液, 抽取液作普通光谱扫描时, 均在276~280nm 间出

现吸收峰, 采用普通的紫外分光光度法在276.0nm 测定咖啡因。结果往往偏高或出现假阳性, 对用本法测定过的样品以薄层层析法作确证试验, 未发现假阳性和假阴性结果。表2还列出两种方法定量测定部分样品的结果对照。

四、讨论

本法适用于各种可乐型饮料和原液中咖啡因的测定, 来源不同的咖啡因也是具有与咖啡因标准品特征基本相同的二阶导数光谱。方法的灵敏度高, 精密度好, 操作简便, 检测快速, 能有效地消除可乐型饮料中焦糖色成分和糖精钠的干扰, 测定的结果与薄层层析法的结果一

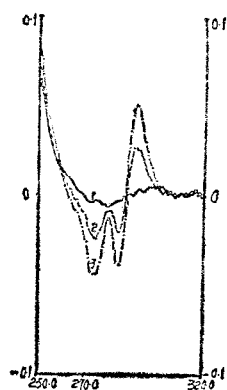


图11. 柠檬可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

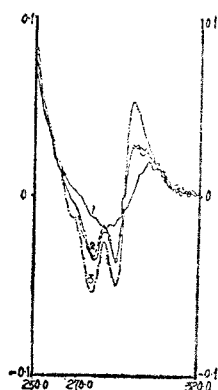


图12. 天府可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

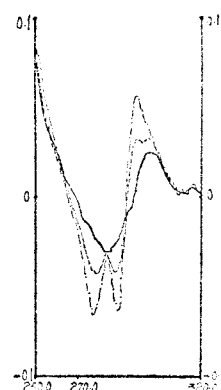


图13. 山楂可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

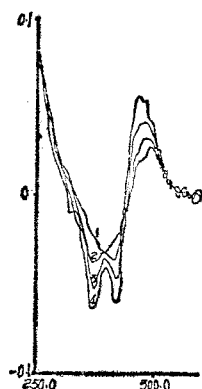


图14. 少林可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

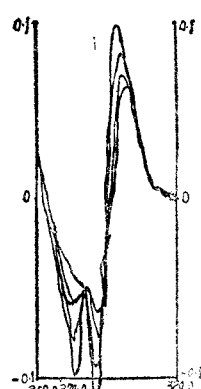


图15. 可喜可乐原液及添加标准的二阶导数光谱

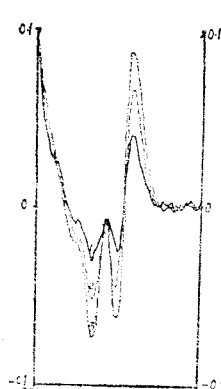


图16. 无生可乐饮料及添加标准的二阶导数光谱

表 1

样 品 种 类	样品含咖啡因 ($\mu\text{g}/\text{ml}$ 或 g)	添加咖啡因量 ($\mu\text{g}/\text{ml}$ 或 g)	测得总咖啡因 ($\mu\text{g}/\text{ml}$ 或 g)	回 收 率 (%)
可口可乐(进口)	108.75	25	133.18	97.7
可口可乐(进口)	108.75	50	156.65	95.8
百事可乐(进口)	65.00	25	89.85	99.4
百事可乐(进口)	65.00	50	116.00	102
屈臣可乐(进口)	57.50	25	81.45	95.8
屈臣可乐(进口)	57.50	50	109.50	104
柠檬可乐(进口)	未检出	25	25.00	100
柠檬可乐(进口)	未检出	50	47.90	95.8
天府可乐	未检出	25	25.00	100
天府可乐	未检出	50	52.00	104
山楂可乐	未检出	25	26.75	107
山楂可乐	未检出	50	55.00	110
少林可乐(原液)	33.30	100	140.30	107
少林可乐(原液)	33.30	166.66	194.46	96.7
少林可乐(原液)	33.30	333.33	373.30	102
可喜可乐(原液)	未检出	125	135.00	108
可喜可乐(原液)	未检出	250	260.00	104
可喜可乐(原液)	未检出	250	262.50	105
可喜可乐(原液)	未检出	250	262.50	105
可喜可乐(原液)	未检出	250	244.80	97.9
可喜可乐(原液)	未检出	375	352.50	94.0
威士可乐	31.25	25	55.21	95.8
威士可乐	31.25	50	82.21	101.9

平均回收率: 101.3%; 标准偏差: ± 4.48 ; 相对标准偏差: $\pm 4.43\%$

表 2

样 品	本法结果 $\mu\text{g}/\text{ml}$	薄层层析法结果 $\mu\text{g}/\text{ml}$
可口可乐	108.75	109.50(1)
少林可乐(原液)	33.3	30.0
可喜可乐(原液)	未检出	未检出

致, 不出现假阳性, 方法回收率为 $101.3 \pm 4.43\%$ 。

参考文献

〔1〕 北京市卫生防疫站《可口可乐饮料中咖啡因的测定》(交流资料) 1983.3