

mg/100g, 上升到 299.20mg/100g。椭圆形的由 198.0mg/100g, 上升到 272.80mg/100g。随后又缓慢下降。从多次实验所得到的大量分析数据推断, 一般原料在采摘后的第三天~第五天开始加工最为理想, 对提高成品中营养成分也有一定效益, 从而对确定采摘时期, 定期存放

原料, 择期投料加工, 便利大生产有一定帮助。

但猕猴桃中维生素 C 的含量在贮藏期呈波状情况, 出现二个波峰, 其机理还待进一步探讨研究。

## 食品保鲜脱氧剂脱氧效率的测定

福建省测试技术研究所 黄文凤 陈庆樟

### 摘 要

本实验采用催化转化法测定氧气。气样在氢气运载下经涂有钯的 GPX—101 色谱柱, 氧气被定量地转化成水, 后经 GPX—101 柱使之与其他组份分离。本文提出了采用该法对脱氧剂进行脱氧效率测定。方法灵敏度为  $1.0 \times 10^{-8}$  摩尔氧气。一次进样 3 分钟内完成。水对氧气的测定有干扰。

脱氧剂的保鲜作用是靠脱氧剂与密封食品容器内的氧气反应, 使密封容器中的氧气浓度降至 1% 以下, 从而抑制微生物的作用, 达到食品保鲜的目的。

测定脱氧剂的脱氧效率即测定食品包装容器中使用脱氧剂后所残留的氧气含量。

通常测定空气中的氧气是受用 5 Å 分子筛为固定相的气固色谱法。但在常温下, 5 Å 分子筛仅能将空气分离成  $N_2$ ,  $O_2 + Ar$  两个组份。欲将氧气与氩气分离, 准确地定出氧气的含量, 则须在  $-78^\circ C$  的低温下进行, 这就给分析微量氧气带来了困难。Swinerton 与 Havlena 对微量氧气的测定都做了探讨, Havlena 曾提出用 5 Å 分子筛柱与 Porapak T 柱以及涂有钯的 Porapak Q 柱三柱串联分离  $N_2$ ,  $O_2$  和 Ar。其对氧气的测定下限为  $5 \times 10^{-8} M$ 。国内也有用价格昂贵的碳分子筛经涂钯处理后用于分离氧气与氩气的报道, 我们在工作中, 试图寻找分离效果好, 价格便宜的固定相用于测定脱氧剂的脱氧效率。我们先后用 GDX—101、GDX—104、TDX—01 等固定相, 分别涂复上 1%、2% 和 3% 的钯, 并比较它们对组分氧气的分离效果, 摸索钯催化剂的涂复方法与涂复量。最后确定用 GDX—101 涂以 2% 钯作为预催化柱, 气样在氢气的运载下, 先经过预柱使氧气在钯催化下转化为水, 然后进入由 GDX—101 填充而成的主柱使其分离测定。此法灵敏度高, 可以测定低至  $1.0 \times 10^{-8} M$  的氧气。

### 实 验 部 分

仪器: SC—8 型气相色谱仪 (四川分析仪器厂); 1mv 记录仪。

试剂: 色谱固定相 GDX—101 60/80 目;

氯化钯  $PdCl_2 \cdot 2H_2O$  (A.R)

醋酸 (A.R)

碳酸钠 (AR)

超纯氢

高纯氮 (99.995%)

纯氧

### 色谱柱制作:

(1) 按 GDX—101 重量的 2% 称取  $PdCl_2 \cdot 2H_2O$  51 毫克并溶于 5% 的醋酸水溶液中, 随后倒入 2 克的 GDX—101, 浸泡、搅拌。十分钟后加入 100 毫克的  $Na_2CO_3$ , 搅拌。

(2) 将浸泡好的固定相先在红外灯下烘至干爽, 后移入  $110^\circ C$  烘箱中干燥 30~60 分钟, 固定相外观应是均匀的红棕色小颗粒。

(3) 取外径 4 毫米, 内径 3 毫米, 长 1 米的不锈钢柱, 先装填入 60/80 目的 GDX—101 大约 75 厘米, 后填入涂有  $PdCl_2$  的固定相大

约 25 厘米, 通氢逐渐升温到  $180^{\circ}\text{C}$  并在  $180^{\circ}\text{C}$  还原 4 ~ 6 小时, 制成的催化剂为均匀的小黑色颗粒。

色谱条件:

预柱段: 0.25m 2 %Pd/GDX—101 60/80

主柱段: 0.75m GDX—101 60/80

热导检测器: 衰减 1/8

汽化室温度:  $110^{\circ}\text{C}$

柱温:  $100^{\circ}\text{C}$

热导池温度:  $104^{\circ}\text{C}$

桥电流: 150 mA

载气:  $\text{H}_2$

载气流量: 40 毫升/分

平面六通阀进样, 定量管体积: 50  $\mu\text{L}$ 。

色谱图如图 1。

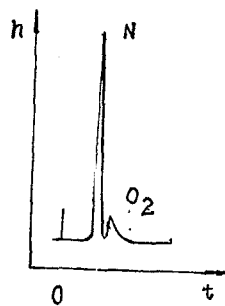


图 1 色谱分离图

工作曲线制作:

采用静态配气法, 取 100 毫升玻璃注射器 (内有聚乙烯塑料片用作搅拌, 橡皮帽封口), 用高纯氮配制含氧 10% 的气体 100 毫升, 后逐级稀释为 5 %, 3 %, 2 %, 10% 和 0.5% 的标准系列。经平面六通阀与针角之间密封体系取样, 每次进样 50 微升, 采用峰高定量。制作的工作曲线如图 2 所示。

样品测定:

实验在如图 3 所示的装置中进行, 脱氧剂

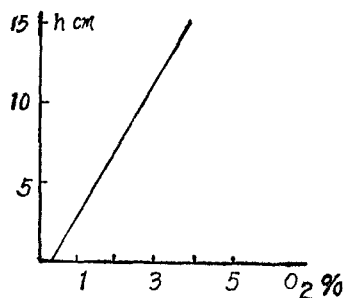


图 2 氧气工作曲线

悬于密封空烧瓶中, 三天后已充分脱氧。测定时从分液漏斗中放入浓甘油, 注入的甘油既脱了部分水, 又提高了瓶内的气压。从硅胶干燥管上端抽取气体注入六通阀分析。

结果与讨论

(1) GDX—101 是有吸附性担体, 低温时对水的吸附使水峰拖尾较严重, 因而柱温选择在  $100^{\circ}\text{C}$ 。

(2) 钯的涂复量对柱效, 峰形影响很大, 尤其是, 分析微量氧气时应特别注意涂复量和涂复的均匀程度。

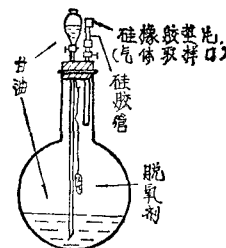


图 3 样品测定装置

(3) 由于采用氧气转为水的测定方法, 故水的干扰严重, 样品气中要严格除水, 我们采用甘油和硅胶干燥管除水。

(4) 本法简单、快速, 灵敏度高, 无须任何复杂的装置, 苛刻的条件, 一次进样仅在 3 分钟内完成。