

取冷冻牛肉、冷冻蛤仔、洋葱各100克,切成厚度为20毫米的薄片,用玻璃纸分别包紧,放入3只合成树脂薄膜包装袋内,并在每只包装袋中加入300克食盐,但是要撒得均匀。其后用真空包装机进行脱气密封,放置12小时就可制得脱水盐藏制品。各处理品的脱水量如下表所示。残存水份中的盐量在25%左右。

杨建强编译自(日)特公昭59—34

各处理品的脱水量

品 种 (100g)	冷冻牛肉	冷冻蛤仔	洋葱
处理前的水分含有率(%)	74.2	84.1	93.0
处理前的重量(g)	65.7	60.8	31.3
处理后的水分含有率(%)	45.2	55.1	58.7
处理后的盐分含有率(%)	15.5	18.8	18.9

## 蔗糖脂肪酸酯纯度分析

(清华大学) 陈丽芳

(山东德州化肥厂) 胡文虹

蔗糖脂肪酸酯(以下用SE表示)作为食品添加剂早已在国外得到广泛应用,日本已具有年产6000吨的生产能力。随着我国食品工业的发展,我国科学工作者已开展SE合成和应用方面的研究。鉴于SE是食品添加剂,对其质量要严格控制,日本已制订了规格标准<sup>[1]</sup>,但其中有些方法比较古老麻烦,所用试剂绝大部分是特纯或高纯,而我国目前技术水平尚不能满足此要求,而又尚未制订出标准方法,为此我们基本上采用分析纯试剂,改进了部分分析方法,满足了SE纯度检验的要求。

SE作为食品添加剂的规格(日本标准)如下:

酸 价: 5以下。重金属: 20ppm以下。

砷 : 1ppm以下。水分: 4%以下。

游离蔗糖: 10%以下(有的为5%以下)。

灼烧残渣: 1.5%以下。

二甲基甲酰胺: 200ppm以下或无。

以下所用试剂除标明纯度外其余均为分析纯,蒸馏水为无离子水或一次蒸馏水。

(一)酸价 与日本标准相同。

(二)二甲基甲酰胺 由于该溶剂本身有毒,目前用它作溶剂合成SE的方法已被淘汰,故不必测定。

(三)砷 日本用砷斑法,该法灵敏度低,

且因色斑易退色,分析样品时要同时做标准曲线,化费时间,我们改用银盐法,用二乙氨基二硫化甲酸银—三乙胺—氯仿作吸收液,有人用三乙醇胺代替三乙胺,但根据我们试验三乙醇胺吸收液测出的光密度值数据不稳定。

日本用硝酸、硫酸混合液消化样品,我们改用硝酸、高氯酸、硫酸混合液,这使消化时间缩短约一小时且砷无损失。

称取样品2.00克于100毫升凯氏烧瓶中(瓶颈事先用石棉布包好使以后蒸发溶液缩短时间),加入5毫升HNO<sub>3</sub>/HCl<sub>4</sub>混合液(优级纯体积比4/1),浸泡15分钟,小火加热,待样品全部溶解且无泡沫时,放置冷却,沿瓶壁慢慢加入浓硫酸(优级纯)5毫升,小火加热并不时追加硝酸高氯酸混合液,每次加1毫升,直至加热后溶液不再结焦发黑为止(如变黑应立即取下,补加硝酸高氯酸混合液),此时溶液变为微黄色,取下放冷,加入10~15毫升饱和草酸铵溶液,煮沸以除去残余的硝酸和高氯酸,加热直至冒白烟,然后用小火加热,使溶液最后体积蒸发至2~3毫升(注意不要蒸干,否则砷被挥发损失),加入15%KI溶液2毫升,40%SnCl<sub>2</sub>溶液2毫升,加水使最后体积共为36毫升,此时溶液的酸度为2~3N,酸度超出此范围均使结果偏低,放置15

分钟待还原反应完全。将 8 毫升银盐吸收液放至 10 毫升刻度试管中(要求试管刻度部分至少长 100 毫米,太短  $AsH_3$  吸收不完全),把吸收装置<sup>[2]</sup>装配好,将 4 克无砷锌粒迅速倒入凯氏烧瓶中,立刻塞紧瓶塞,使其吸收 45 分钟,取出吸收管,用氯仿补至 8 毫升,在 721 型分光光度计上用 2 厘米比色皿于波长 520 毫微米处以试剂空白作对照测光密度,同时做空白试验。

砷含量在 0—10 微克范围内呈线性。

标准加入回收试验数据如表 1; 各取样品 2 克。

表 1

加入砷(微克)	0	0	3	3
测出砷(微克)	0.62	0.58	3.4	3.4
回收率(%)			94%	94%

#### (四) 炽灼残渣

由于样品灼烧后的灰分要用来测定重金属,为防止重金属铅等损失,故要加入硫酸使生成  $PbSO_4$ , 根据日本食品卫生法规<sup>[3]</sup>加入硫酸量约 1 毫升,灼烧一次,经我们试验这样灰化不完全,即使浓硫酸量加到 2 毫升。一次灰化后残留物仍带黄色,坩埚壁尚残留有碳黑点,而采用两次灰化每次加入浓硫酸量少点则可达满意结果。

为防止沾污,磁坩埚用 10% 硝酸浸泡一夜,洗净凉干。

将 25 毫升洗净凉干的磁坩埚放到马弗炉中于  $560^{\circ}C$  灼烧一小时,放到干燥器中冷却 30 分钟称重;准确称 1.00 克样品到坩埚中,滴加 10 滴浓硫酸(GR)使表面湿润,在沙浴上徐徐灼烧,注意防止冒泡溅失,尽可能在低温下使其炭化至不再冒烟,放冷,均匀滴加 40 滴浓硫酸,再在沙浴上加热至不发生硫酸蒸汽后,放马弗炉中于  $500^{\circ}C$  灼烧一小时,取出冷却,再补加浓硫酸 10 滴,再在沙浴和马弗炉中灰化灼烧如前,只是第二次灼烧时间为半小时,取出放在干燥器中冷却 30 分钟后称重。

$$\text{灰分} \% = \frac{\text{残留物重量(克)}}{\text{样品重(克)}} \times 100\%$$

(五) 重金属 在上述测定灰分后的残留物上,加浓盐酸(GR) 2 毫升和浓硝酸(GR) 0.2 毫升,在水浴上蒸干,加入 1 N 醋酸溶液 2 毫升,用定性滤纸过滤至 50 毫升奈斯勒试管中,再用 20 毫升水分数次洗涤坩埚和滤纸,用水稀至刻度。分别取 0、5、10、15、20、25、30 微克铅于奈氏试管中,加同样量醋酸和水,在各试管中滴入 3 滴 15% 硫化钠试液(水/甘油 1:3v/v),摇匀,5 分钟后目视比色。

发现在不加铅的试管中有混浊,约相当于 3 ppm 的铅量,为此分别做了加全部试剂(包括灰化时所用硫酸在内)、一次蒸馏水、二次蒸馏水、三次蒸馏的各种空白本底试验,测出相应的空白值均小于 5 ppm,三种蒸馏水的空白值比加全部试剂的空白值略低约 1~2 ppm,可见试剂空白值极微可忽略不计。同时发现标准铅系列溶液的混浊程度随着时间的推移愈严重,影响观察,所以每次测定要同时带标准。

铅的回收试验表明加入铅量 C—40 PPM 范围内,回收率均在 90% 以上。

(六) 游离糖 与日本的方法相同,只是试剂均用分析纯级。

(七) 水分 日本用卡尔费休法,该法配制试剂非常麻烦,且试剂易吸收空气中水分不易保存,我们改用气相色谱法,操作简便。该法的原理是蔗糖酯用无水乙醇浸泡一定时间将 SE 中的水浸泡至乙醇中,再用气相色谱法测乙醇中水量,从而计算出 SE 中水含量。

准确称取磨细的蔗糖酯 0.500 克于 5 毫升具塞离心试管中(试管事先在  $100 \pm 3^{\circ}C$  烘干,放干燥器中备用),准确加入用  $5 \text{ \AA}$  分子筛浸泡除水的无水乙醇 5.0 毫升,称出加入的乙醇重为  $G_2$  醇(克),再用塑料布捆紧塞子,不时摇动离心管使样品和乙醇充分接触 5 小时(不摇时试管保存在干燥器中),离心分离,取上层清液测定,用规一化法计算出乙醇中水的重量百分数为  $W_1$ ,同时做无水乙醇的空白试验,算出空白值为  $W_2$ (重量百分数)。用下式计算出 SE 中水含量。

$$\text{蔗糖酯中水重量} \% = \frac{B-A}{G_{\text{样品}}} \times 100\%$$

G 样品——蔗糖酯重量(克)。

B—浸泡样品的乙醇中水重量=G 乙醇×  
 $W_1$ (克)。

A—同样重量的无水乙醇中水的重量(克)  
 $=G \text{ 乙醇} \times W_2$ 。

气相色谱测量条件:

色谱柱固定相 GDX—102, 柱长 1 米

热导池电流 180 毫安。色谱柱温度 130°C。

气化温度 190°C, 检测温度 150°C。

出口温度 200°C。

载气  $H_2$  气, 流量 50 毫升/分, 压力 0.2 atm (表压)。

试验了浸泡时间对水含量的影响如表 2

从实验数据看出, 浸泡时间从 1→4.5 小

表 2

浸泡时间 (小时)	1	1.5	3	4.5	6.5	10	22.5	25	26
SE 中水 重量 %	0.64	0.82	0.94	1.06	1.09	1.12	1.28	1.16	1.15

时, 随着时间的增长, 水含量逐渐升高, 时间再增加到 2.5 小时, 水含量基本不变, 选用 5 小时就能满足要求。若采用连续摇震的办法, 肯定能缩短时间, 但要保证塞子在摇动时不能漏气, 勿使空气中水份漏入试管中。

参考文献:

- [1] 食品添加剂标准手册(日本标准), 河北省食品研究所编辑, 石家庄市统计印刷厂, 1985年版, PP 389—391。
- [2] 无锡轻工业学院, 天津轻工业学院合编, “食品分析”P291。

## 农村专栏

# 海带食品加工二十五例

江苏连云港市酿化厂 周明印

海带, 亦称昆布, 是介于细菌和高等植物之间的褐藻类低等植物。

海带的化学组成主要为糖类, 约为 57%。还有蛋白质 8.2%、脂肪 0.1%、粗纤维 9.8%、剩下的是无机元素(钙、铁、锰、锌、硼、碘、硒、钾等), 维生素及其它, 海带蛋白质中氨基酸种类齐全, 比例适当。尤其人体必需的八种氨基酸, 其含量十分接近 FAO/WHO 1973 年修正的关于理想蛋白质中必需氨基酸含量模式。

人类食用海带历史悠久, 除用它作菜外, 还可加工制成各种食品。本文综述了利用海带加工制成各种风味食品二十五例, 供有关食品加工企业的技术人员和工人参考。

## 1. 芝麻海带丝

原料: 海带 15 公斤, 糖精 1.5 克, 大蒜 750 克, 芝麻 500 克, 酱油 17.5 公斤, 鲜姜 500 克。

制作方法: (1) 海带用水浸泡, 洗净, 切 2~2.5 厘米宽的丝, 用沸水漂烫除腥味, 捞出

后用凉水冷却, 控净水分, 边入容器边加调料,

(2) 用少量热水溶化糖精, 同蒜末, 酱油, 姜丝混合一起, 倾入腌器中。

(3) 第二、三天各翻倒一次, 五天后把汤控出, 拌入熟芝麻和防腐剂即可包装。

成品色泽深红, 咸、辣、甜适口。

## 2. 五香海带丝

原料: 海带 50 公斤, 食盐 4.5 公斤, 味精 850 克, 原抽酱油 3 公斤, 一级酱油 9 公斤, 五香粉 150~200 克, 白糖 2.5 公斤, 酒 500 克, 姜 150 克。

制作方法: 选择优质海带浸泡洗净切成丝, 入夹层锅煮 20 分钟左右捞出, 再用清水洗净, 烘干, 将海带丝调料和防腐剂一起加入拌匀装缸熟成 15 天即可。

成品色泽褐红色, 美味可口。

## 3. 甜酱海带丝

原料: 干海带 50 公斤, 咸姜丝 2 公斤,