

洁卫生,耐运输,可长久贮存,但要防虫蛀和返潮。

(八)柿霜:

将柿霜从柿饼上打下,每百斤柿饼可收二斤柿霜,筛去杂质,倒入锅内熬化,等快要沸

腾时,加入少量蛋清,把悬浮的杂质吸附而漂浮起来,捞去杂质,把糖汁倒入直径六厘米,深约一厘米的圆模中,凝固后取出,此糖入口即化,老幼食之咸宜。

食 品 中 糖 精 检 验 方 法

奉化县卫生防疫站 宋家铨

随着分析仪器发展,糖精检验方法至今已有十多种。大多数都是按提取、净化、鉴定和定量等程序进行。

1. 提取:食品种类繁多,必须按不同类型分别处理,从中提取糖精,大多数检验方法中提取这一步骤大同小异,归纳如下:

(1)不含蛋白质、脂肪等液体样品:采用将样品反复振摇,驱除 CO_2 ,取适量样品酸化,用乙醚提取。^[1]

(2)含酒精的液体样品:将样品碱化,在沸水浴上蒸去酒精,然后酸化,用乙醚提取。

(3)蛋白质、脂肪、淀粉量高的样品:用透析法处理。将捣碎样品放入透析用的玻璃纸筒内,加入 $0.02\text{NN}_a\text{OH}$,然后在盛有 $0.02\text{NN}_a\text{OH}$ 瓶内透析。放置24小时,吸取一定量透析液,酸化,用乙醚提取。

2. 净化:乙醚提取液中往往含有不少杂质,对于某些检验方法有干扰,如紫外分光光度法,就需要净化。一般采用糖精易溶于碱性溶液特点,反复提取,达到净化。

3. 鉴定和定量:糖精检验方法大致分类为可见光分光光度法、紫外吸收分光光度法,薄层层析法、极谱法和离子对色谱法。

(1)可见光分光光度法:

一、纳氏比色法^[2]:将糖精乙醚溶液蒸干,残渣用 $\text{H}_2\text{O}_2-\text{H}_2\text{SO}_4$ 消化,消化后得游离氨,用纳氏试剂显色,呈黄色,在420nm处测定光密度。方法简单,易掌握,多数单位采

用。但是它易受杂质干扰,尤其含氮化合物混入乙醚中,使结果偏高。

二、酚磺酞比色法^[3]:将蒸干残渣在 175°C 温度中与苯酚硫酸混合物(苯酚:硫酸 $5:3\text{V/V}$)反应2小时,显色后溶于 $20\%\text{NaOH}$ 中,在558nm波长处测定光密度。这方法糖精回收率为 $90\sim 121\%$,糖精含量在 $2\sim 8$ 微克/毫升范围内服从比耳定律。显色反应有特异性,对糖精专一。但仍受有色杂质影响,可利用碱性氧化铝微柱层析除去^[4]。

三、吩噻嗪和醋酸铜比色法^[5]:将糖精乙醚提取液蒸干,残渣用 50% 乙醇溶解,然后加入 0.5% 醋酸铜和吩噻嗪溶液,在 $65\sim 70^\circ\text{C}$ 水浴中加热50分钟。冷却后用二甲苯提取,在510nm波长处测定光密度。每毫升二甲苯中糖精含量在 $20\sim 400$ 微克之间时,服从比耳定律。其优点环己基氨基磺酸盐、山梨酸、苯甲酸、对羟苯甲酸、脱氢醋酸等食品添加剂均无干扰。糖精回收率在 $95.7\sim 103.6\%$ 。

(2)紫外吸收分光光度法:利用糖精在碳酸氢钠溶液中,在270nm波长处有一特征吸收峰^[6]。目前有二种方法。一、碳酸氢钠提取法^[7]:用 2% 碳酸钠溶液提取糖精乙醚溶液中糖精,测定它在270nm处光密度。简便,快速。糖精的回收率为 95% ,变异系数为 $2.4\sim 3.7\%$,糖精含量在 $10\sim 10$ 微克范围服从比耳定律。但是苯甲酸、山梨酸有干扰。排除办法可在乙醚提取前,将溶液调节至 $\text{PH}4$,用乙醚提取干扰

物将溶液调成强酸后，再用乙醚提取，测定。

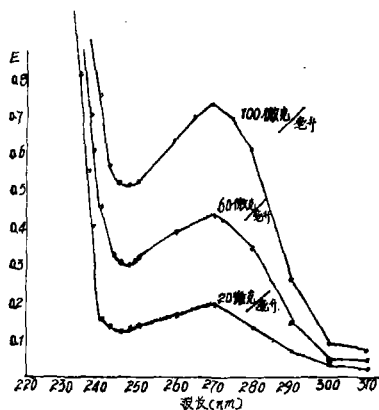


图1 糖精钠的吸收曲线


二、薄层层析分离法^[6]：将糖精乙醚提取液蒸干，残渣用无水乙醇溶解，然后点在硅胶板上，在展开剂苯：乙酸乙酯：乙酸(12:7:1V/V)中展开，在紫外灯下观察，(糖精 R_f 为 0.15。)将条状斑刮下溶于 2 % NaHCO₃ 中，在 270nm 处测定光密度。糖精平均回收率为 101.5 %，变异系数为 7.5 %。

(3)薄层层析法：薄层层析法比较简单。一般工厂实验室容易做，但是只能做到半定量，欲得到准确数据，则需用仪器配合^[8]。分析步骤：将糖精乙醚提取液蒸干，残渣用无水乙醇溶解，吸取一定量点在硅胶板上，展开后，显色，与标准样品比较斑点大小。见表 1。

表1 糖精的薄层层析法

展 开 剂	显 色 剂	斑 点 颜 色	R _f	检 测 限
苯:乙酸乙酯:乙酸(10:7:0.3 V/V)	253.7nm 紫外光	兰白色	0.15	1μg
	1% 亚硝酸钠乙醇液	褐色	0.15	0.5μg
苯:乙酸乙酯:乙酸(9:3:0.1 V/V)	253.7nm 紫外光	兰白色	0.3	1μg
	1% 亚硝酸钠乙醇液	黄色	0.3	1μg

(4)极谱法^[9]：根据糖精的 $-N-\overset{\overset{O}{\parallel}}{C}$

基团 (结构式为  在滴汞电极上产生

还原波，糖精浓度与极限扩散电流成直线关系；糖精的 $E^{1/2} = -1.58 V$ (对饱和甘汞电极)。分

析步骤为将糖精乙醚提取液蒸干，用 NH₄Cl—NH₄OH 缓冲溶液 (PH=7.5) 溶解残渣，测定 -1.3V 至 -1.9V 的还原波。糖精平均回收率为 98 %。

(5)离子对色谱法^[10]：近年来发展的高效液相色谱法，只要对样品经行膜滤法简单处理后，就可以测定糖精含量。由于仪器比较贵重，很难推广。

参考文献

- (1)卫生部 食品卫生检验方法 理化部分 第1版 78 页 技术标准出版社 北京 1979
- (2)同上 79~80页
- (3)Fernandez- Flores, E et, al, J Assoc of AnalCh-em, 56(6):1411 1973
- (4)李昆山：食品中糖精酚磺酞比色测定法的改进 中华预防医药杂志 1:10 1983 [接44页]

食品科学

FOOD SCIENCE

一九八五年第七期总第六十七期

编 辑：全国食品科技情报中心站
北 京 市 食 品 研 究 所
出 版：《中 国 食 品》杂 志 社
通 讯 处：北京东城区东总布胡同弘通巷3号
印 刷：北 京 新 华 印 刷 厂
国内发行：北 京 市 报 刊 发 行 局
国外发行：中国际图书贸易总公司
(北京 2820 信箱)

邮局代号：2-439 国外代号：M 686

广告经营许可证：京东字 074 号

北京市期刊登记证第 349 号

全年订价：7.20 元

零售价：0.60 元

LF 法就不能不引起鱼肉品质的最大劣化。但事实恰恰相反。从我们的实际试验结果来看,把虹鳟鱼用原来的冰藏法和 -3°C 的 LF 法分别贮藏 10 天比较。冰藏者已腐烂发黄,但 LF 法者仍充分保持了它的鲜鱼品质,即仍具有生鱼片加工的鲜度。从而获得了好评。

前面已经谈过,鱼肉鲜度测定常数 K 值是衡量鱼肉新鲜性的尺度。而 20% 则是生鱼片鲜度的标准。从我们的贮藏试验结果来看,冰藏的虹鳟鱼,只要贮藏 1 天,就已超过了 20%。而使用 LF 法贮藏,直到第 12 天后,仍在 20% 界限之内。

笔者的另一个试验结果表明,使用冰藏法贮藏虹鳟鱼,经 3 周后,就已完全腐烂成肥料。而使用 LF 法,贮藏 3 周后,仍具有鲜鱼的品质。除去加工生鱼片外,用于其他加工调制均具有足够的鲜度。

在日本,从东北到九州,自古以来不吃死鲤鱼。必须输送活鱼,供消费者需要。据说,这是因为鲤鱼的鲜度下降极快。但现在用 K 值加以检验,就可看出事实并非如此。在 6 天冰藏之中,鲤鱼的鲜度仍不会下降到生鱼片水平以下。它的鲜度下降速度大体上和鲷鱼、鲷鱼相当。据此,LF 法可以取代活鱼运输的方法。

轻冻法的基本研究要点

综观 LF 法试验研究,其基本要点有二:

1. 把鲜鱼放在 -3°C 下,贮藏 2 周,制成极端缓慢冻结鱼肉,再放在电子显微镜下观察证明,并没有看到冰晶毁坏了鱼肉组织细胞的情况。

2. 鱼肉的蛋白质主体是肌动球蛋白大分子。把它分别贮藏在 -3°C 和 -3°C 之下,比较双方变质的程度,结果发现,放在 -3°C 下要

(上接 64 页)

[5] Tanaka, a, et, al, analyst 102(12 14):367, 1977

[6] 李明元等 食品中糖精钠、苯甲酸的测定 中华预防医药杂志 1:52~55 1980

[7] 青山允等 食品卫生研究 26N01:59 1976

[8] 李昆山 食品中糖精和苯甲酸的薄层层析测定法

比放在 -30°C 下的冷冻变质更小。

实践证明,“最大冰晶生成带”理论不准。这种说法引自国外,辗转传抄,以误传误,而完全缺乏实验的依据。

轻冻法和细菌

在 LF 法试验中,最近已被阐明的原理之一是,它还具有抑菌作用。一般来说细菌可因冷冻,加热和干燥而死亡。在从活菌变成死菌这一过程中,可产生受伤菌。伤菌虽然并非就是死菌,但在菌体受伤以后,对养分要求就更严格,如不给予氨基酸等养分的供应,就无法恢复健康。试验证明,一旦把大肠菌和鱼类的腐败菌放到 -3°C 的 LF 贮藏条件下,它所产生的受伤菌的死菌数量,要比放在 -30°C 下多得多。应该认为,这是因冰冻低温损伤细胞膜所致。事实上,使用 LF 法贮藏要 -30°C 冷冻法所造成的菌体细胞内容物外流的情况更显著。这一点,在防腐上是十分值得注意的。

水产加工品的新型长期贮藏法

在水产加工品的贮藏中,不仅要防腐,还要防止脂肪变质。

众所周知,脂肪的变质,从氧化反应开始。作为冷血动物的鱼类的脂肪,这种反应特别显著。最近,日本的“三菱瓦斯化学”利用铁粉,经特殊加工,制成了一种名为“I—エシレス”的脱氧剂,十分有效。使用 LF 法的抑菌作用,再加这种脱氧剂,防止鱼肉的脂肪氧化,两者结合起来,就组成了新型的水产加工品的长期贮藏法。这种方法,经过在八丈岛等渔区的实际应用,取得了良好的效果。使用贮藏品加工调制成的菜肴,经过同行的品尝鉴定,获得了“划时代的贮藏方法”的称誉。

孙家华节译自《食品开发》1981. Vol.16 No. 9, 27~33。

中华预防医药杂志 4:232~233 1982

[9] 郑世荣 食品中糖精钠含量的极谱分析法 分析化学 2:161 1979

[10] 范崇阳:离子色谱法测定食品中的苯甲酸、山梨酸和糖精钠 5:595 1981