

表 2 薏苡仁油脂的脂肪酸组成 (mol% ,  $\bar{X} \pm s$ )

批号	棕榈酸	硬脂酸	油酸	亚油酸
1	13.26 ± 0.60	1.09 ± 0.18	47.06 ± 1.08	38.50 ± 0.51
2	13.29 ± 0.17	0.85 ± 0.04	48.09 ± 0.63	37.28 ± 0.43
3	12.63 ± 0.15	1.56 ± 0.06	49.16 ± 0.58	36.65 ± 0.50
4	14.25 ± 0.13	1.13 ± 0.08	46.36 ± 0.62	38.26 ± 0.43
5	13.97 ± 0.34	0.83 ± 0.06	48.65 ± 0.75	36.56 ± 0.33
6	13.79 ± 0.11	0.90 ± 0.07	48.04 ± 0.61	37.32 ± 0.48
7	13.47 ± 0.30	0.82 ± 0.04	48.45 ± 0.69	37.26 ± 0.39
8	12.44 ± 0.13	1.47 ± 0.04	49.73 ± 0.16	36.38 ± 0.14
9	12.69 ± 0.61	0.89 ± 0.04	49.65 ± 1.17	36.76 ± 0.54

各类脂的脂肪酸残基 ,发现四种脂肪酸配比差异不大。

2.3 薏苡仁油脂的甘油残基定量分析

1mg 薏苡仁油水解后得到 113.4 ± 5.4μg 甘油。根据薏苡仁油中甘油三酯的平均分子量为 870 , 计算得出 1mg 样品中含甘油三酯为 1.11mg ,基本相等。

同时以 2 ,3——丁二醇和棕榈酸甘油酯为样品进行乙酰丙酮显色反应 ,均未显色 ,薏苡仁油脂的 B、C、D 斑

点的水解产物是脂肪酸与甘油 ,可见薏苡仁油以甘油三酯为主要成分 ,并非日本学者早先所说的 2 ,3——丁二醇脂<sup>[8]</sup>。

参考文献

1 全国中草药汇编编写组 . 全国中草药汇编 . 北京 :人民卫生出版社 ,1975.

2 苏维埃等 . 植物生理学通讯 ,1980 ,(3) :54.

3 Donald C, et al. J Am oil Chem Soc. 1960 ,37 :576.

4 日本生化学会 . 脂质化学 . 1974. 138.

5 Ami BA, et al. On the mechanism of osmoregulation in Dunaliella Enxgetic and structure of Halophillic microorganism. S. R. Caplau and Ginzburg Elsevier / North - Holland Biomedial Presseds, 1978. 529.

6 胡熊飞等译 . 油脂的化学和工艺 . 北京 :轻工业出版社 ,1988 :279.

7 田仁林 . 谷类油脂 . 北京 :科学出版社 ,1983 :47-5.

8 Ukita T, et al. Chem Pharm Dull. 1961, 9(1): 43.

气相色谱法测定猪肉、鱼和虾中三甲胺的含量

胡彩虹 许梓荣 浙江大学饲料科学研究所 杭州 310029

**摘 要** 采用气相色谱法 ,对猪肉、鱼和虾中的三甲胺含量进行测定并寻找了最佳测定条件。测得峰面积与三甲胺浓度在 0 - 25μg/ml 范围内呈良好的线性关系 ( $\gamma = 0.9999$  ,  $n = 6$ ) ,相对标准偏差为 3.1% - 5.9% ,回收率为 95.0% ~ 97.7% ,且该法操作简便、快速、准确。

**关键词** 气相色谱法 三甲胺 猪肉 鱼 虾

**Abstract** In this paper we proposed a gas chromatographic method for the determination of trimethylamine in pork, fish and shrimp and disscussed the optimum conditions of quantitative analysis. The linear range between the peak area and the concentration of trimethylanine - N was 0 - 25μg/ml ( $\gamma = 0.9999$  ,  $n = 6$ ) . The relative standard deviation was 3.1% - 5.9% and the recovery was 95.0% - 97.7% . This method was simple , rapid and accurate.

**Key words** Gas chromatography Trimethylamine Pig meat Fish Shrimp

氧化三甲胺 ((CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>NO)广泛分布于猪肉、鱼和虾中 ,它具有一种特殊的鲜味。氧化三甲胺在细菌的作用下被还原成三甲胺 ((CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>N)。另一方面 ,生物体内的卵磷脂经微生物作用也分解产生三甲胺<sup>[1]</sup>。生成的三甲胺越多则说明猪肉和鱼虾的鲜度愈差。鱼肉中三甲胺含量的测定方法有微量扩散法<sup>[2]</sup>、苦味酸法<sup>[3]</sup>、三甲胺特效电极法<sup>[4-6]</sup>。但这些方法在特异性、灵敏度上不太满意 ,且程序复杂 ,不适合大批实验材料和自动化 ,本人参照 James 等<sup>[7]</sup>的方法 ,建立了气相色谱法测

定猪肉、鱼和虾中三甲胺含量的方法。试验表明 ,这种方法简便、准确、重现性好。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

高速气相色谱仪 (附有数据自动处理装置) ,旋转式蒸发器。

三甲胺标准溶液 :三甲胺盐酸盐 ((CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>N·Cl 分析纯)用乙醇结晶后在真空干燥器内充分干燥。精

称取精制后的三甲胺盐酸盐 0.4044g 和 1ml 浓盐酸一起溶解于水中,定容至 100ml。移取此液 2ml 到 100ml 容量瓶中,再用 5% 三氯乙酸定容,作为母液,此溶液浓度为  $50\mu\text{g}/\text{ml}$  三甲胺,进一步将此溶液用 5% 氯乙酸稀释成三甲胺含量为 5、10、15、20、 $25\mu\text{g}/\text{ml}$  的溶液,即得三甲胺标准溶液。盐酸(GB622-77)、2% KOH 甲醇溶液、50% KOH、10% 三氯乙酸、5% 三氯乙酸、正庚烷、20% 十六烷醇溶液均用分析纯试剂配制。

## 1.2 色谱条件

色谱柱:不锈钢 U 形管,规格  $1.5\text{m} \times 4\text{mm}$ ;担体:2% KOH 处理后的 C-22,60-80 目;液相:20% 十六烷醇-乙醇溶液;柱温: $52^\circ\text{C}$ ;载气: $\text{N}_2$ ,  $55\text{ml}/\text{min}$ (入口压  $1.8\text{kg}/\text{cm}^2$ );检测器:氢焰离子化检测器 Sens10<sup>3</sup>。

## 1.3 试验方法

### 1.3.1 柱的制作

1.3.1.1 担体酸处理:采用 60-80 目大小的市售气相色谱用担体 C-22 或 ChromosorbW, 其中加入 2 倍量的  $6\text{mol}/\text{L}$  HCl, 不断搅拌处理 1h。处理后将浮游的微细担体粒子与盐酸溶液一起倒去。此操作反复进行至洗液无色后,在  $150^\circ\text{C}$  干燥器内干燥 2h。

1.3.1.2 碱的涂布:一般胺类的峰容易产生拖尾现象,为了防止这一现象发生,本实验采用在担体表面涂布碱的方法。将经酸处理后的担体放入到旋转蒸发用的圆底烧瓶中,并加入担体重量 2 倍量的 2% KOH 甲醇溶液。充分混合后,将烧瓶装在旋转蒸发器上,一边转动一边将甲醇蒸发,待溶液充分除去后,在  $100^\circ\text{C}$  条件下干燥 2h。再加入 2 倍量的 20% 十六烷醇-乙醇溶液,在旋转蒸发器内一边进行充分混合一边除去溶剂,用真空干燥器干燥 1 夜。干燥后的充填剂按常规方法填入不锈钢管内,并在气相色谱仪内老化 10h 备用。

### 1.3.2 样品处理

#### 1.3.2.1 冻猪肉和冻带鱼

称取冻猪肉或冻带鱼 20g,放入研钵中研细,加水 20ml 研匀。再加 40ml 10% 三氯酸,不断搅拌提取 1h 后,沉淀过滤。残留物再用 5% 三氯乙酸提取并过滤,合并滤液并定容至 100ml。

#### 1.3.2.2 罗氏沼虾

市购罗氏沼虾,剥成虾仁洗净,沥水,称取虾仁 20g,按 1.3.2.1 操作。

#### 1.3.3 样品测定

在 20ml 具塞试管中准确加入 2ml 三氯乙酸提取液和 4ml 正庚烷,然后加入 2ml 150% KOH 溶液,立即盖塞。在  $55^\circ\text{C}$  恒温水浴中加热 5min,加温后马上剧烈震荡 2min。静置 10min,待正庚烷层澄清后,取澄清液  $50\mu\text{l}$  用微量进样器注入到气相色谱柱内。计算峰面积。

1.3.4 标准曲线绘制:按上述样品测定方法,将三甲胺标准溶液注入到气相色谱柱内,测定它们各峰的面积,绘制标准曲线。

## 2 结果与讨论

### 2.1 样品处理条件选择

#### 2.1.1 水浴时间

水浴时间的选择实验表明,随水浴时间的延长,挥发出来的三甲胺越多,4-9min 趋于稳定,9min 后下降。为保证三甲胺充分挥发出来,又节省时间,故先用 5min 为最佳水浴时间。

#### 2.1.2 水浴温度

实验表明,随着水浴温度的升高,挥发出来的胺越多,温度过高(如超过  $70^\circ\text{C}$ ),响应值不稳定。为达到最大灵敏度,并保证响应值的稳定性,选择  $55^\circ\text{C}$  水浴为最佳条件。

### 2.2 色谱分离情况

三甲胺在选定色谱条件下,出峰时间为 2-3min,形成对称的锐峰,无其他干扰,冻带鱼色谱图见图 1。

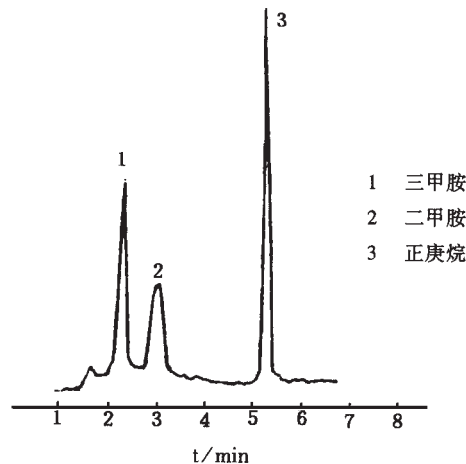


图-1 冻带鱼色谱图

### 2.3 峰面积与浓度的线性关系

按上述方法进行测定,回归方程  $Y = 32.3966X + 0.1429$  ( $\gamma = 0.9999$ ,  $n = 6$ ),标准曲线见图 2。三甲胺浓度范围 0- $25\mu\text{g}/\text{ml}$  时,浓度与峰面积呈直线关系。实验中三甲胺标准溶液的浓度不应超过这个范围,检测样品的浓度也应调制在这个范围之内。

表 1 猪肉、带鱼和罗氏沼虾中三甲胺含量

样品	测定值(mg/100g)	平均值(mg/100g)	相对标准偏差(%)
猪肉	1.05 0.94 0.96 1.07 1.02 0.93	0.99	5.9
带鱼	3.12 3.07 2.94 3.24 3.17 3.03	3.10	3.4
罗氏沼虾	1.58 1.51 1.60 1.54 1.47 1.52	1.54	3.1

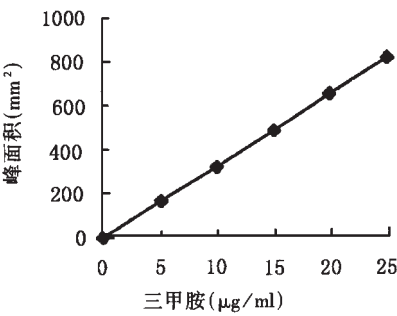


图 2 三甲胺的标准曲线

2.4 精密度的测定

猪肉、鱼肉和罗氏沼虾中三甲胺含量的测定结果见表 1。

2.5 回收率的测定

在冻猪肉、冻带鱼和罗氏沼虾样品中分别加入三甲胺标准溶液,按“试验方法”进行测定,结果见表 2

表 2 加标回收试验结果

样品	三甲胺含量 (mg/100g)	三甲胺加入值 (mg/100g)	测得值 (mg/100g)	回收率(%)
猪肉	0.98	1.00	1.93	95.0
带鱼	3.10	3.00	6.03	97.7
罗氏沼虾	1.54	1.50	2.99	96.7

参考文献

1 Aren, V. W. Biochemistry of non – protein nitrogenous compounds in fish including the use of amino acid for anaerobic energy production. Comp. Biochem. Physiol, 1988, 91B(2): 207 ~ 228.

2 Cgnway, E. J. Microdiffusion analysis and volumetric error. London: crosby lockwood and sonLtd, 1950, 63 ~ 66.

3 Dyer, W. J. Amines in fish muxcle, 1 colorimetric determination of trimethylamtne as the picrate salt. J. Fish. Res. Bd. Can., 1945, 6: 351 ~ 358.

4 郭在钧 ,万建荣等 ,用三甲胺特效电报对海产鱼虾作质量评定 . 水产学报 ,1989 ,13(3) 248 ~ 253.

5 郭大钧 ,冯婉等 ,氨电权在鲷鱼和鲢鱼鲜度质量评定上的应用 ,水产科技情报 ,1989 ,(6) 3 ~ 8.

6 郭大钧 ,奚印慈 . 鱼体中三甲胺含量的一种新测定法—气敏电极测定法。水产科技情报 ,1982 ,(4) 24 ~ 25.

7 James A. T., A, J. P. Marin, G. H. Smith. Gas – liquid partition chromatography, The separation and microestimation of ammonia and the methylamines. Biochen. J., 1952, 52: 238.

板栗果实过氧化物酶与  
多酚氧化酶特性的研究

陶月良 邱君正 林 华 章苏凤 温州师范学院生物与环境科学系 325003  
叶茂宗 黄品湖 郭秀珠 浙江省亚热带作物研究所 温州 325005

**摘 要** 针对板栗加工过程中的褐变问题,研究了沸水浴、pH 值、缓冲液、维生素 C、二硫苏糖醇等不同处理对板栗果实过氧化物酶和多酚氧化酶活性的影响。  
**关键词** 板栗 过氧化物酶 多酚氧化酶 特性

**Abstract** According to the browning phenomenon of chestnut, the research on characteristics of the activities of peroxidase and polyphenol oxidase were performed by various treatments such as boiled water, pH, buffer solution, organic acid and DTT on ripening fruits.

**Key words** Chestnut fruit Peroxides Polyphenol oxidase Characteristics