

# 农村食品中 666 DDT 残留检测中样液乳化 现象的消除方法

何 抗 生

在进行农药残留检验的时候,有些样品由于含脂肪、色素、糖、果胶等物质较多,在抽提、萃取、净化过程中,常常发生样液乳化,有的甚至变成糊状,既浪费时间,又影响萃取率,检出偏低。因此,防止和处理好样液乳化,一直是农残检验工作中的重要课题。

不同的样品其发生乳化的阶段不完全相同,大致有三种情况:第一种是在对样品加入溶剂抽提振摇的时候,样液就乳化,造成过滤困难,严重乳化者无法过滤,这部分叫做抽提乳化。此类主要有水果,水果罐头,酱油,蜂蜜,炼乳等样品。第二种是在有机溶剂对水相或过滤液进行萃取抽提振摇时,溶剂层产生乳化,造成难于分层,这部分叫做萃取乳化,此类有茶叶(茶场)、糖等。第三种是在萃取完毕以后,对有机溶剂层加硫酸磺化净化时,振摇发生乳化。这部分叫做磺化乳化。主要是花生等。

为了避免样液乳化,人们想了许多办法,例如:减少试样数量(重量),减少振摇的时间和次数;减低振摇的强度;调整有机溶剂的比例,用离心机高速离心,以达到分离目的等等。这些措施无疑是起了积极作用的。但不是万全之法,它容易造成试样代表性不足,抽提萃取不完全,影响检出的准确性。因此有些样液的乳化是很难避免的。由于各种样品的理化性质不同,所以不能用一个办法抽提净化,也不能用一种办法去解决样液的乳化问题。要根据不同样品的特性,采取不同的办法处理。

下面就较容易乳化的样品作一些探索试验:

1.水果和水果罐头:这类样品含有丰富的糖类、果胶、果酸、纤维和维生素,样品经捣碎后加进有机溶剂振摇抽提时,极易乳化,甚至变成糊状,致使无法过滤。解决的办法是在捣碎称取试样后,即缓缓加入2倍于样品的无水硫酸钠,并用玻璃棒搅匀,然后再加进有机溶剂(20%丙酮——石油醚)振摇20分钟,静置30分钟,用快速滤纸或六层纱布过滤,其余按常规方法操作,这样处理样液后,在溶液分配后和加酸磺化时都不再容易乳化。

2.酱油类:深色酱油含有大量的色素和盐分,还有氨基酸等蛋白类。加进石油醚,丙酮之类的有机溶剂振摇,极易乳化,变成糊状,且数天不变。解决的办法是称取样品(一般为5克),倒进分液漏斗后,加进5倍于样品的冰醋酸摇匀,再加进5~6倍于样品的石油醚,猛烈振摇数分钟不会乳化。静置后迅速分层。收集全部石油醚抽提液,加进2%硫酸钠溶液振摇分配,也不会乳化。

3.蜂蜜和炼乳类:蜂蜜含有大量的果糖、葡萄糖,花粉等,炼乳含较多的乳酪和蔗糖,乳糖和乳酸等。这两类样品都是极易乳化的。解决的办法是:2克样品加进8毫升(即1:4)热蒸馏水溶解后,再加进丙酮2毫升、草酸钾0.5克和石油醚20毫升,先轻摇十多次后,即可用力猛烈振摇。静置后即分层,没有乳化现象。

鲜奶:20克样品加进20毫升无水乙醇摇匀,再加进乙醚15毫升,草酸钾0.5克,石油醚30毫升,先轻摇十多次后,再用力振摇,静置后也能即分层,并不乳化。

4.茶叶(茶汤)类:茶叶含茶多酚,单宁,咖啡碱和色素为主,因此也是容易乳化的,解决的办法是:称取200毫升茶汤(常温)倒进分液漏斗后,即加进甲酸10毫升,丙酮40毫升,先摇数次,再加进石油醚40毫升,猛烈振摇1分钟,静置后即分层,不乳化。或者加入60毫升丙酮、20毫升硫酸水溶液(1:1),摇匀后,加入石油醚40毫升,猛烈振摇1分钟,

静置后也很快分层，不乳化。在用石油醚对茶汤作第二、三次抽提时，会有少量乳化，可以不去理它，让它全部留在分液漏斗内，到最后加进数克无水硫酸钠，稍振动，乳化层全部消失，分液漏斗内容物即变清澈。

试验表明：在对茶汤抽提时加进适当数量的甲酸，效果是明显的；如果将茶汤降温至10度左右再抽提，效果更佳，茶汤的温度高，抽提时则较易乳化。

5.糖类：糖在抽提前须先加5倍的水溶解。糖样加进有机溶剂去振摇抽提时也极易发生乳化现象。解决的办法是加进石油醚振摇抽提后（石油醚层出现乳化现象），静置2~3分钟，即用滴管滴加约5毫升丙酮，乳化层会慢慢消失。溶剂层和水层分层清楚，水层转入另一分液漏斗，按上述方法重复操作二次，抽提回收率可达到99.9%。

6.花生、大豆类：这是一类含脂肪和蛋白质较丰富的样品，如果用石油醚、丙酮作抽提剂，在振摇抽提和液液分配萃取阶段，样液都不发生乳化，但在加浓硫酸净化，振摇时则极易乳化。这时，切忌用力摇，要轻摇，少摇，

（上接第65页）

成风味的研究试制，力图得到更多的天然风味剂，对一般销售者更有吸引力。

诚然，如果你去品尝同一种风味，由不同的两条路线合成的，一般而言，化学合成的比较单调，“尖锐”，而生物合成的则较柔合，更令人愉快，味醇厚近天然产品。在奶酪风味合成中就有这方面的体会。几乎全部参加过对比品尝的人都认为生物合成的味道优越于化学合成的。

一般化学合成仅仅是一、二个，最多少数几个化合物混合，而生物合成的产物则相当复杂，除一、二或少数主要成分外，尚有不少其他成分陪衬，成为基底，使得风味更复杂、柔和。这在色谱图上可以明显的看出，但是，有机化学合成也有它的优点，速度快，较简单，味道强（一般情况下，与生物合成相比而言）。因此，在进行风味合成的研究和试制中，将两者结合起来，可能是较好的道路。

为了达到研制风味剂产品的最终目的，一些基础性的研究也是很必须的。分析、鉴定风味化合物，从

尽量避免样液乳化，第一、二次加酸磺化时，摇动数次，即静置分层，弃去磺化层。第三次加磺化时，可以猛摇，如果样液出现乳化现象，可以静置数分钟，从下层弃去明显的酸磺化层，从上口将上清液转移到另一个分液漏斗，集中全部乳化样液，加进7~8倍的2%硫酸钠溶液，用力摇动1分钟，（加进硫酸钠溶液的数量以能溶解掉乳化样液为宜），这样，有机层和水层很快就能分离，且有机层会较清澈，然后，再弃去水层，对有机层再加浓硫酸磺化就不会再乳化了，另一个解决办法是，对乳化的样液加进5~10克无水硫酸钠猛烈振摇半分钟，乳化层也全部消散样液变清澈。

对于加进浓硫酸净化，容易造成样液乳化的这类商品，采用柱层析法，即加进氟罗里硅土、氧化铝、活性炭、无水硫酸钠等吸附剂，用恰当的淋洗液淋洗，也是普遍可行的办法。

## 参 考 资 料

- [1] 广州商检局选择A·O·A·C 1970年版《农药残留量薄层层析法》。
- [2] 上海商检局《出口茶叶中六六六、DDT残留量检验方法》。

而模拟合成它们，可达到目的，这也是现代大多数风味化学家们所采用的手段。但也有不少科学家注意到，如果从更基础的方面着手，可能会更自由地创制风味。这就是研究风味化合物的化学结构和口味的关系，假如能发现某些规律，当人们需要某种味道剂，就可以按某一特定结构的化合物去合成，事情就更为简单了。但，情况并不是那么单纯的，多年来，不少科学家志立于这方面的研究，发现了某些规律，如碳水化合物中的单糖，低聚糖中，—OH与甜度的关系等等，然而这极为有限，远不能指导“合成”的实践，况且有许多例外，和不好解释的现象。有的化合物结构迥然不同，但会有一样的味道，而有的结构十分类似，味道却截然不同，例如硝基苯胺（nitro-aniline）NO<sub>2</sub>在磷位和对位均无味，而间位的则很甜；羟基喹啉（hyobroxiquinoline）如OH在第7位是无味的，换到第8位则立刻变得很苦，诸如这类问题，风味化学家是难以解释的，因为嗅、味均是人的一种生理感觉，化学家如果没有感官生理学家的配合是难以揭示“味道”的“真正本质”的。