

混合原料经过均质后,不但各分子之间的相互作用力加强,且因脂肪颗粒变小,使淀粉明胶等大分子表面吸附的脂肪颗粒数量增加,各个脂肪球之间的相互作用力更是大大加强,因而使分子表面胀力增大,料液粘度增加。

2.3 使冷食产品组织细腻

混合原料经过均质后,形成了永久性的乳状液,因而凝冻搅拌时避免了油水分离、脂肪丛集、冰结晶增大的出现,这样既提高了膨化率,又使冷食产品的组织细腻。

3 均质条件的控制

控制混合原料中乳脂肪与非乳脂肪的比例、均质压力与均质次数对均质效果是至关重要的。

3.1 均质压力与均质次数的控制

均质压力和均质次数对混合料液的凝冻和产品的组织影响甚大。如果均质压力低,脂肪不能完全乳化,造成混合料液凝冻不良,影响产品组织的细腻;如果压力过高,混合料液粘度增加,凝冻时空气难进入,影响膨化率的提高。根据实际生产经验,两次均质效果最佳,均质压力控制如下:

第一次均质压力为 15~18 MPa

第二次均质压力为 6~9 MPa

3.2 乳脂肪与非乳脂肪比例的控制

混合原料中乳脂肪与非乳脂肪的比例是否合适直接影响到均质的效果和产品的品质。如果非乳脂肪占的比例太大,不但易出现脂肪丛集,而且会大大降低冷食品的乳脂肪天然香味。如果乳脂肪比例太大,尽管可提高冷食品的品质,增强天然风味,却使成本大大增加,因为奶粉中脂肪仅占 25% 左右。如果用鲜牛奶,9 kg 牛奶才与 1 kg 奶粉相当。根据实际经验,乳脂肪与非乳脂肪的最佳比例为 23:17。

4 均质工序的操作要求

要想得到良好的均质效果,必须严格按操作要求操作。

4.1 均质前,应将均质机、老化缸、管道系统清洗消毒。

4.2 使用前应检查均质机、老化缸及管道系统是否有漏水现象,特别要检查均质机的压力表是否稳定。

4.3 开始均质时,要先开均质机,再开抽料泵,没有达到均质压力的料液一定要重新均质。

4.4 严格控制整个均质过程中的均质压力,不得过高过低。

4.5 停止均质时要先停抽料泵再停均质机。

黑米、黑芝麻中 6 种生命元素测定及其营养评价

籍雪平 河北医学院医化教研室 050017

赵瑾 蒋守规 河北大学环化室

摘 要 报道了用火焰原子吸收光谱法测定黑米及黑芝麻中铜、锌、铁、锰、钙、镁的方法。样品采用浓 HNO_3 和 HClO_4 湿法消化。并用国家计量局的标准物大米粉 (GBW0 8502) 对分析方法进行考核,回收率为 98.2%~107.6%,CV 值为 1.68%~2.37%。方法简便、快速,结果令人满意。并从生命元素的角度探讨了黑色食品的营养价值。

铜、锌、铁、锰、钙、镁是人体必需的生命元素,具有重要的生理功能、营养作用和临床诊疗

意义^[1,2],体内必需元素的缺乏可能导致一系列的病变^[3]。食品中生命元素含量直接影响人体的摄取量。因此,准确测定食品中的生命元素具有重要意义。普通食品中生命元素测定已有许多报导^[4,5],但目前对黑色食品的生命元素分析尚未多见。

食物样品组成复杂、有机质含量高,基体干扰大,因而,准确测定的关键是样品的前处理技术。

本实验用改进的湿法消化,并用火焰原子吸收法测定了黑米及黑芝麻中的6种生命元素,并从生命元素角度探讨了黑色食品的营养价值。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器:WFX-IF₂型原子吸收分光光度计(北京第二光学仪器厂);Z-0.052-7型无噪音空压机(北京崇文门电器厂);铜、锌、铁、锰、镁、钙空心阴极灯(北京真空仪表厂)。

1.1.2 试剂:HCl(超纯,美国 Alfa 公司);HNO₃、70% HClO₄(优级纯);CuO、MgO(光谱纯);ZnO(高纯);KCl、La₂O₃、MnSO₄·H₂O、Fe(NO₃)₃·9H₂O、CaCO₃(分析纯);实验用水均为石英三次蒸馏水。

1.2 溶液配制

1.2.1 标准储备液:Cu、Zn、Fe、Mn、Ca、Mg的标准储备液分别用CuO、ZnO、Fe(NO₃)₃·9H₂O、MnSO₄·H₂O、CaCO₃和MgO配成含Cu、Zn、Fe、Mn、Mg 1000 mg/L, Ca 500 mg/L,储于硬质聚乙烯瓶中,于冰箱4℃保存。

1.2.2 标准系列:Cu、Zn标准系列用1.5% HCl溶液稀释,Fe、Mn标准系列用1.5% HCl+0.2% CaCl₂溶液稀释,浓度依次为:0.10, 0.50, 0.75, 1.00, 2.00 mg/L;Ca、Mg标准系列用1.5% HCl+0.1% La+0.1% KCl溶液稀释,浓度系列分别为:0.20, 0.75, 1.00, 2.00, 3.00 mg/L及0.10, 0.50, 0.75, 1.00, 2.00 mg/L。各元素标准系列储于聚乙烯瓶中。每周新配。

1.3 样品制备

1.3.1 标准物:大米粉(GBW 08502)于80℃恒重4 h。

1.3.2 大米样:用石英水冲洗两遍,烘干,研细,于80℃恒重4 h。

1.3.3 芝麻样:用石英水冲洗两遍,烘干,于80℃恒重4 h。

1.3.4 经典湿法消化:精称0.4 g左右大米样和0.15 g左右芝麻样,置50 ml小烧杯中,加入5 ml浓HNO₃,盖上表面皿,放置过夜,次日于电热板上120℃加热,待大量NO₂气体逸出后,加300 μl HClO₄,升温至160℃左右消化,近干时,用石英水冲洗器壁,继续加热至近干,反复几次将多余的酸赶尽。用1.5% HCl将样品定容到5 ml容量瓶中,转移至聚乙烯瓶中,待测。

1.4 样品测定

按表1工作条件,用火焰原子吸收法测定样品中的Cu、Zn、Fe、Mn、Ca、Mg的含量。

为了严格质量控制,在测定样的同时,附加标准物大米粉(GBW 08502)与被测样品同时消化,同时测定,来考核分析方法的准确度和精密度。

2 结果与讨论

2.1 污染的防止

微量分析中出现误差的主要原因之一就是样品在分析前就被污染。污染源可来自实验室环境、器皿、试剂及分析者等。因此,防止样品污染在保证数据可靠性上占有非常重要的地位。为保证实验结果的可靠性,本实验所用一切器皿均用5% HNO₃密封浸泡3日,每日更换一次新酸,用前用石英水洗净,干燥后密封储存备用。操作过程严格避免用手直接接触器皿。保持实验室清洁。在上述严格抗污染的实验条件下,实验测得值是可信的。

2.2 湿法消化

本实验用HNO₃、HNO₃/H₂O₂、HNO₃/H₂SO₄、HNO₃/HClO₄消化样品,结果只有HNO₃/H₂SO₄和HNO₃/HClO₄混合酸能使样品消化完全。考虑到H₂SO₄易与Ca形成难溶物造成损失,故本文选用HNO₃/HClO₄消化样品。

表1 仪器工作条件

	Cu	Zn	Fe	Mn	Ca	Mg
波长 (nm)	324.5	213.6	248.3	279.5	422.7	285.2
狭缝 (nm)	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
宽脉冲 (mA)	0.9	1.0	2.0	1.2	1.3	1.2
窄脉冲 (mA)	1.1	1.0	2.0	1.3	1.2	1.2
负高压 (V)	-292	-377	-380	-370	-360	-314
燃烧器高 度(mm)	6.0	6.5	6.0	6.0	6.0	6.0
空气流 量(L/min)	7.0	7.0	7.3	7.0	7.0	7.2
乙炔气流 量(L/min)	1.2	1.0	1.2	1.0	1.0	1.2

在未加盖敞口消化过程中发现,随温度升高,硝酸不断蒸发,甚至未等与样品充分反应就已蒸发掉,使样品炭化、变黑,造成损失。欲使样品消化完全,必须不断补加新酸,这样酸用量增大,空白值增高。为克服这一缺点,应采用表面皿覆盖小杯子消化,这样产生的酸蒸气遇盖后慢慢冷凝又回滴到杯子中,并可防止样品的溅

出,同时还可避免降尘的污染,此法用酸量明显减少,消化时间缩短,结果见表2。

表2 消化条件比较

消化 方法	HNO ₃ 用量 (ml)	HClO ₄ 用量 (ml)	消化时间 (h)	消化液
加盖 回流	5.0	0.3	2	无色或浅 黄色、透明
敞口 消化	8~10	1.0	4	黄色、浑浊

样品用量为0.4 g左右。

2.3 分析方法的精密度

随机抽取样品溶液一份,按同样方法和仪器工作条件,测定10次。方法的精密度以变异系数 CV 表示,Cu、Zn、Fe、Mn、Ca、Mg 的 CV 值分别为:2.20%、1.80%、2.10%、1.80%、2.37%和1.68%,结果满意。

2.4 分析方法准确度

判断测定结果是否准确可靠,通常分析者采用加标回收方法测定回收率,从而检验测定结果的准确度。但由于样品组成和价态非常复杂,而且易受其它组分的影响,而加入的标准物只是一种简单的离子或化合物,容易被提取剂提取出来,这样测得的回收率不能很好地反映样品的实际回收率。故近年来采用标准物质来检验方法的准确度^[7,8]。本实验选用国家计量局的标准物质大米粉(GBW 08502)对消化条件及测定方法进行了考核。结果见表3。

表3 大米标准物元素分析

元素	Cu	Zn	Fe	Mn	Ca	Mg
测定值(μg/g)	2.8±0.1	14.2±0.1	5.1±0.1	9.8±0.3	54±3	121±0
标准值(μg/g)	2.6±0.3	14.1±1.0	5.1±0.4	9.8±0.4	55±5	120±10
平均回收率(%)	107.6	100.7	100.0	100.0	100.8	98.2

由表3可知,各元素的测定值与标准值吻合,结果令人满意。

2.5 黑米与白米、黑芝麻与白芝麻生命元素含

量比较

应用本文建立的方法,对大米和芝麻中的6种生命元素进行了测定,结果见表4。

表4 大米与芝麻中6种元素含量分析

(μg/g)

元素	Cu	Zn	Fe	Mn	Ca	Mg
白大米	2.1±0.1	17.1±0.3	5.1±0.2	22.9±0.4	46.3±2.3	324.6±0.33
黑大米	2.4±0.2	23.6±0.4	16.2±0.8	22.5±0.6	175.0±16.6	397.1±0.4
白芝麻	12.7±0.5	36.9±0.9	45.0±1.4	13.5±0.7	7301±350	892.3±1.0
黑芝麻	15.6±1.0	42.0±0.4	45.2±1.1	32.7±0.8	9234±460	798.0±0.8

2.5.1 黑白两色食物中生命元素含量比较:从表4可以看出,黑米中 Zn、Fe、Ca、Mg 含量显著高于白米,Mn、Cu 含量无明显差别。黑芝麻中 Ca、Mn、Zn、Cu 含量显著高于白芝麻,Fe 没有明显差异,而 Mg 比白芝麻略低。

由此可见黑白两色食物中生命元素差别是比较显著的。

2.5.2 不同品种食物中生命元素含量比较:由表4可知,除了白芝麻中 Mn 含量低于大米外,其余几种元素含量芝麻比大米高。为了更清楚地比较食物中元素的总体水平,将各元素在这4种食品中含量画成曲线图,如图1所示。

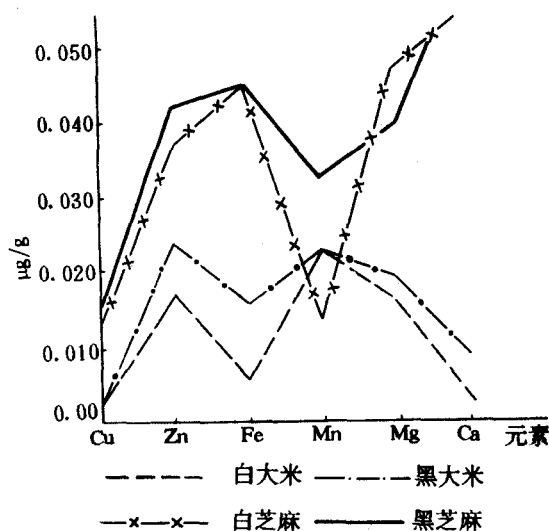


图1 大米与芝麻中生命元素总体水平

图中可清楚地看到:黑芝麻中元素总体水平最高,白大米最低。4者顺序依次为:黑芝麻>白芝麻>黑大米>白大米。但也有个别元素例外,如白芝麻中 Mn 含量最低,而 Mg 含量却高于黑芝麻。

由此可见,不同种类食物中生命元素含量差异是非常显著的。

2.6 黑米与黑芝麻的营养价值

目前,国际上流行吃黑色食品,如黑面包、黑蘑菇、黑海藻等。国内市场也有黑芝麻糊出售。这并不是因为黑色是当前的流行色调,而是因为黑色食物中确有不少于人体有益的营养。如丰富的蛋白质、氨基酸^[9],多种维生素及无机矿物元素。中医将许多黑色食物列入“补”之列。本文仅从生命元素角度对其营养价值加以探讨。

黑米乃我国稻米中之珍品。从上面的讨论可知,黑米中无机元素 Zn、Fe、Ca、Mg 含量显著高于白米。这些都是人体必需的元素。Zn 和 Fe 具有重要的生理功能、营养作用和临床诊疗意义。Zn 能参与多种酶的合成,缺 Zn 后可引起一系列生化紊乱^[3]。Fe 是构成血红蛋白、肌红蛋白、细胞色素及过氧化氢酶的重要成份。缺 Fe 时,出现贫血,可造成各种器官的生化异常及生态变异^[3]。钙是人体含量最丰富的元素之一,Ca 在神经、肌肉应激、神经冲动传递等生理过程中起着非常重要的作用。Ca 摄入量不足可导致血钙降低,低血钙会引发一系列的病理反应^[10]。

仅从这些元素的高含量还不能说明其营养价值,关键是看这些元素是否易被人体吸收。黑色食物蛋白质、氨基酸含量比白色食物高,且富含多种维生素。而蛋白质、氨基酸影响着上述几种元素的吸收、分布、转运和利用。如蛋白质有助于 Fe、Zn、Ca 的吸收利用^[8],半胱氨酸、谷胱甘肽具有还原作用,能将三价铁还原为二价铁,有利于 Fe 的吸收。维生素 D 能促进 Ca 的吸收,维生素 A 与 Zn 关系密切,维生素 C 与 Fe 形成

可溶性螯合物,使Fe在高的pH下也能呈溶解状态,有利于Fe的吸收^[8]。

所以,食用黑米、黑芝麻有益于健康,不仅生命元素含量高,而且易被人体吸收。正如中医所认为的那样,黑米有滋阴活血、补肝益肾益脾胃之功效。黑芝麻入药食疗有益肝、补肾养血、润咽乌发养容颜之作用。

参考文献

- 1 L. Fishbein. Trace and Ultratrace Elements in Nutrition: An Overview. Toxicological and Environmental Chemistry, 1987, 14: 73~99.
- 2 T. R. Cheek. Calcium Regulation and Homeostasis. Curr. Opin. Cell Biol, 1991, 3(2): 199~205.
- 3 孔祥瑞编. 必需微量元素的营养、生理及临床意义. 合肥: 安徽科技出版社, 1982.
- 4 D. K. Teherani. Trace Elements Analysis in Rice. J. Radioanal Nucl Chem, 1987, 117(3): 133~143.
- 5 洪紫萍. 原子吸收法测定粮食中铜锌铅镉. 环境科学, 1985, 6(5): 70~72.
- 6 E. Stryjewska and S. Kubel. Statistical Estimation of the Influence of Mineralization Methods on the Results of Heavy Metals Determination in Cereals by the DPASV. Fresenius Z. Anal Chem, 1987, 327(7): 679~683.
- 7 全洁. 中国大米环境标准物质的研制及其技术特性. 北京: 中国环境科学, 1984, 5: 56~60.
- 8 陈清, 卢国珪主编. 微量元素与健康. 北京: 北京大学出版社, 1989.
- 9 高如嵩. 西北农学院学报, 1984, 1: 97~100.
- 10 武汉医学院主编. 营养与食品卫生学. 北京: 人民卫生出版社, 1981.

粮油制品过氧化值测定应注意的一个问题

黄晓青 江门市产品质量监督检验所 529000

过氧化值是食品中的一个重要质量指标,是卫生部规定的强制性指标,各类产品超过规定指标的,一般给予销毁或不准销售、食用。粮油制品的过氧化值测定,大多要从产品中抽提出脂肪(纯油类除外),然后测定脂肪的过氧化值。最新国家标准 GB 5009. 56(糕点卫生标准的分析方法)中规定:在适量的样品中,加入适量的石油醚(沸程30~60℃)放置过夜,用快速滤纸过滤后,减压回收溶剂得到的油脂,供测定酸价过氧化值用。其后操作:过氧化值按 GB 5009. 37进行,操作方法如下:

精密称取2~3g混匀样品,置250ml碘瓶中,加30ml三氯甲烷—冰乙酸混合溶液,使样品完全溶解,加入1.00ml饱和碘化钾溶液,紧密塞好瓶盖,并轻轻振摇0.5min,然后暗处放

置3min,取出加100ml水摇匀,立即用0.002N硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色,加1ml淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失为终点,取相同量三氯甲烷—冰乙酸溶液、碘化钾溶液、水按同一方法做空白试验。计算:

$$X_2 = \frac{(V_2 - V_3) \times N_2 \times 0.1269}{m_2} \times 100$$

式中: X_2 ——样品过氧化值

V_2 ——样品消耗硫代硫酸钠标准溶液体积

V_3 ——试剂空白消耗硫代硫酸钠标准溶液体积

N_2 ——硫代硫酸钠标准溶液的当量浓度

m_2 ——样品质量

在基层的实际检验操作中,由于缺少减压回收石油醚装置,试剂通常用自然挥发法去掉,