

实验技术与方法

微波法快速测定酱油中可溶性无盐固形物含量的方法研究

胡志芬¹ 李东波² 张琳² 张文德¹

(1. 唐山市疾病预防控制中心, 河北 唐山 063000;

2. 华北煤炭医学院预防医学系, 河北 唐山 063000)

摘要:目的 研制一种简便、快速、准确测定酱油中可溶性无盐固形物的检验方法。方法 基于微波法测定食品中水分/固形物或挥发物的原理,优化了仪器的加热功率、时间、加热温度及取样量等适宜条件,建立了微波法测定酱油中可溶性无盐固形物含量的快速分析方法。结果 在仪器设置加热功率50%、时间15 s、温度105℃、取样量0.5 ml条件下,测定结果与国标法(重量法)比较相一致,经配对 *t* 检验, $P > 0.05$,差异无统计学意义。同一样品重复测量6次,相对标准偏差(RSD)为1.06%~1.45%。结论 用微波法测定酱油中可溶性无盐固形物含量,操作简便、快速、准确、省时,分析时间仅需2~3 min,适宜日常样品的快速监测。

关键词:调味品;化学;分析;微波

Study on Rapid Determination of Contents of Saltless Soluble Solid Material in Soy Sauce by Microwave Method

HU Zhi-fen, LI Dong-bo, ZHANG Lin, ZHANG Wen-de

(Tangshan Municipal Center for Disease Control and Prevention, Hebei Tangshan 063000, China)

Abstract: **Objective** To develop a simple, rapid and accurate method for determining the contents of saltless soluble solid material in soy sauce. **Method** Certain conditions of instruments including temperature, time, power and sampling amount were optimized according to the principle of determining moisture content/solid material or volatile matter in foods based on microwave method. **Results** The conditions of instruments indicated that heating power was 50% and the sampling amount was 0.5 ml for 15 s at 105℃ and the results showed no significant difference ($P > 0.05$) in comparison with national standard method. The relative standard deviation was 1.06% - 1.45% ($n = 6$). **Conclusion** The analyzing time need only 2 - 3 min for one sample. The improved method was simple, rapid, accurate and could determine the contents of saltless soluble solid material in soy sauce.

Key word: Condiments; Chemistry, Analytical; Microwaves

酱油中可溶性无盐固形物是指可溶性总固形物减去食盐含量后的差值,是判定酱油的一项重要质量指标。可溶性总固形物指溶解在酱油中的可溶性成分。酱油中可溶性无盐固形物的质量标准,各国均有不同的规定,日本“农林产品标准及质量法规”(JAS法)规定酱油分为两个等级,特级酱油的可溶性无盐固形物含量16%、一级酱油为14%^[1]。我国规定了酿造酱油 GB 18186—2000 国家标准^[2]和配制酱油 SB 10336—2000 行业标准^[3],根据酿造方法的不同,对高盐稀态发酵酱油和低盐固态发酵酱油制定出4个等级指标,即特级、一级、二级、三级,不同等级酱油中的可溶性无盐固形物含量指标

又有所不同。配制酱油以酿造酱油为主体,与酸水解植物蛋白调味液、食品添加剂等配制而成,其可溶性无盐固形物指标8.00 g/100 ml;而配制酱油所用的酸水解植物蛋白调味液规定可溶性无盐固形物含14.00 g/100 ml^[4]。目前,酱油中可溶性固形物的测定有国标法^[2]和折光计法^[5]。国标法采用样品直接干燥重量法测定,方法虽然准确,但由于操作存在样品蒸干、容器反复干燥、恒重等过程,不仅繁琐、耗时长,而且经济成本也比较高,工作效率低下。折光计法操作简便、快速、不需要成本,但目视测量存在一些人读数为误差等因素。因此,研究一种简便、快速、准确的检测技术,实现对酱油质量的快速监督及监测具有十分重要的意义。本课题基于微波快速加热挥发测定食品中水分的特点及原理,探讨了酱油中可溶性无盐固形物的分析方法。

作者简介:胡志芬 女 副主任技师

通讯作者:张文德 男 主任技师

1 材料与方 法

1.1 材 料

微波水分/固形物或挥发物测定仪 (SMART 5 型,美国 CEM 公司)、电热恒温鼓风干燥箱 (DHG-9143 BS- 上海新苗医疗器械制造有限公司)、万分之一电子天平 (BT 124S 北京赛多利斯仪器系统有限公司)、快速定量滤纸 (杭州新华滤纸厂)、自动加样器 (1 000 μ l) 或刻度移液管 (1.00 ml)。

所用样品均来源于唐山市各大超市,为不同厂家生产的瓶装酱油。

1.2 测定原理

在微波加热条件下,试样中的水分及挥发性物质快速挥发并干燥至恒重,其残留物为可溶性总固形物。可溶性总固形物减去食盐含量即为可溶性无盐固形物。

1.3 测定步骤

待测试样充分振摇后,直接用滤纸过滤,弃去初滤液,续滤液供测定。

精密吸取 0.50 ml 续滤液滴加于仪器内置的试样垫上,在设置的仪器参数温度 105、加热功率 50%、时间 15 s 的条件下测定,当仪器恒定后自动读取试样中可溶性总固形物含量。

1.4 计算

试样中可溶性无盐固形物含量 (g/100 ml) = 测得试样中可溶性总固形物含量 (g/100 ml) - 食盐含量 (g/100 ml)

2 食盐含量的测定

按 GB 18186—2000 国家标准方法 (硝酸银滴定法)^[2] 操作。

3 结 果

3.1 仪器最佳测试条件的选择

3.1.1 加热功率选择 选择某酱油作试验样品 (下同),依方法进行操作,在仪器加热功率 30%、40%、50%、60%、70%、80% 范围,自动读取试样中可溶性总固形物含量。结果见表 1。由于仪器功率在 30%~80% 范围,测得的可溶性总固形物含量非常接近,所以选功率 50%。

3.2.2 温度选择 固定加热功率 50%,改变温度 90~130 范围,依方法进行操作,自动读取试样中可溶性总固形物含量。结果见表 2。可见,随着温度的增加,可溶性总固形物含量有略降低的趋势,当仪器温度在 100~130 范围,两者之间测得可溶性总固形物含量的相差值误差相应较小。考虑到如果温度偏低,水分等蒸发干燥的速度可能较慢;温度过高,一是影响仪器的使用寿命,二是可能引起可溶性固形物中的某些成分进一步分解或挥发损失。因此,故选仪器温度 105。

3.3.3 时间选择 固定仪器加热功率 50%、加热温度 105,变化内置时间在 5~25 s 范围,依方法进行操作,自动读取试样中可溶性总固形物含量,结果见表 3。可见,在 5~25 s 范围,测得可溶性总固形物含量非常接近。故仪器内置时间选 15 s。

表 1 不同功率对测定的影响

| 加热功率 (%) | 30 | 40 | 50 | 60 | 70 | 80 |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 取样量 (ml) | 0.527 | 0.571 | 0.576 | 0.500 | 0.452 | 0.430 |
| 可溶性总固形物含量 (g/100 ml) | 29.88 | 30.43 | 28.99 | 29.96 | 30.38 | 30.48 |

表 2 不同温度对测定的影响

| 仪器温度 () | 90 | 95 | 100 | 105 | 110 | 115 | 120 | 125 | 130 |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 取样量 (ml) | 0.707 | 0.560 | 0.485 | 0.513 | 0.605 | 0.566 | 0.545 | 0.530 | 0.560 |
| 可溶性总固形物含量 (g/100 ml) | 30.89 | 30.41 | 30.34 | 30.12 | 30.02 | 30.02 | 29.47 | 29.40 | 29.45 |

表 3 不同时间对测定的影响

| 设置时间 (s) | 5 | 10 | 15 | 20 | 25 |
|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 取样量 (ml) | 0.448 | 0.584 | 0.606 | 0.429 | 0.521 |
| 可溶性总固形物含量 (g/100 ml) | 30.18 | 29.86 | 30.31 | 29.00 | 29.21 |

3.2 取样量的选择

仪器本身测量是将待测试样加入到内置天平的垫片上,仪器载重称量试样范围: 0.000 0 ~ 50.000 0 g,测量精度 0.1 mg。考虑到酱油样品不同于水分较少的固体样品 (如奶粉、面粉等),水分含量较高,并且承载试液的垫片面积有限,如果加样液过多,不仅会增加蒸发干燥和恒重的时间,还可能会影

响仪器的使用寿命;加样过少,虽然蒸发干燥和恒重时间加快了,但由于试样中可溶性固形物较低,反而会增加仪器的测量误差。为此,对取样量作了探讨,试验表明,取样量在 0.10~0.70 ml 范围,测得的可溶性总固形物含量没有明显差别。但为了避免取样量过少引起的较大偏差,本试验取样选 0.5 ml。

3.3 精密度试验

依照操作方法,对 3 种不同品牌的酱油分别重复测定 6 次,试验结果见表 4。本法测得酱油中可溶性无盐固形物含量的相对标准偏差 (RSD) 在 1.06% ~ 1.45% 范围,说明本法符合方法学要求。

表 4 可溶性无盐固形物含量精密度试验结果 (n=6) (g/100 ml)

| 检测次数 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 均值 | RSD(%) |
|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 酱油 1 | 9.51 | 9.49 | 9.52 | 9.55 | 9.53 | 9.54 | 9.52 | 1.06 |
| 酱油 2 | 13.56 | 13.45 | 13.62 | 13.52 | 13.41 | 13.53 | 13.52 | 1.38 |
| 酱油 3 | 27.47 | 27.49 | 27.46 | 27.50 | 27.52 | 27.45 | 27.48 | 1.45 |

3.4 本法与国标法测定结果的比较
随机抽取市售酱油样品,分别用本法和国标法(重量法)同时进行测定,结果见表 5。将测定结果用卫生统计学配对 t 检验,本法 t 值 = 2.061, $t_{(0.05/2,4)} = 2.776$, $P > 0.05$, 差异无统计学意义。

表 5 本法与国标法的比较结果 g/100 ml

| 样品 | 食盐含量 | 微波法 | | 国标法 | |
|----|-------|-----------|------------|-----------|------------|
| | | 可溶性总固形物含量 | 可溶性无盐固形物含量 | 可溶性总固形物含量 | 可溶性无盐固形物含量 |
| 1 | 17.55 | 40.10 | 22.55 | 39.30 | 21.75 |
| 2 | 19.01 | 28.97 | 9.96 | 29.14 | 10.13 |
| 3 | 14.63 | 39.50 | 24.87 | 39.46 | 24.83 |
| 4 | 17.40 | 27.67 | 10.27 | 26.66 | 9.26 |
| 5 | 19.01 | 44.40 | 25.39 | 43.74 | 24.73 |

参考文献

[1] 寺野重造, 橋爪洋, 小熊悟. 食品の検査と分析[J]. ぶんせき, 2000, 307(7): 300-394.
 [2] GB 18186—2000. 酿造酱油[S].
 [3] SB 10336—2000. 配制酱油[S].
 [4] SB 10338—2000. 酸水解植物蛋白调味液[S].
 [5] 胡志芬, 孙仕萍. 折光计法测定酱油中可溶性无盐固形物的含量[J]. 化学分析计量, 2003, 12(3): 43-44.

[收稿日期: 2008 - 11 - 20]

中图分类号: R15; O655; TS202 文献标识码: B 文章编号: 1004 - 8456(2009)02 - 0128 - 03

《中国食品卫生杂志》2009 年征订启事

《中国食品卫生杂志》(ISSN 1004 - 8456/CN 11 - 3156/R) 系中华预防医学系列杂志, 公开发刊, 双月刊, 96 页。所设栏目论文部分有: 论著、实验技术与方法、监督管理、调查研究、综述、食物中毒、CAC 专栏、网络信息等; 法规文件部分刊登有关食品卫生的国家法律、法规、标准、行政答复、通告等。读者可以通过本刊及时掌握国家新颁布的食品卫生法律、法规, 了解最新食品卫生科研成果, 解决工作中遇到的问题, 提高论文水平。

本刊可通过邮局订阅, 邮发代号: 82 - 450; 亦自办发行并常年办理订阅。

自办发行办法如下: 2009 年《中国食品卫生杂志》全年售价 87 元(含邮费)。从邮局汇款请注明订阅册数、详细的收件人地址、单位、邮编、姓名; 通过银行汇款的单位, 请在汇款的同时寄函或电传我以下内容, 订阅册数、详细收件人地址、邮编、单位、姓名, 以便准确邮寄。

希望挂号投寄期刊的用户, 每期杂志需加挂号费 3 元, 全年挂号费 18 元, 并请在寄款时同时说明要求挂号。

汇款地址: 北京市宣武区南纬路 29 号 《中国食品卫生杂志》编辑部

邮 编: 100050

联系人: 姜人怡

电 话: (010) 83132658

电 传: (010) 83132658

银行汇款: 工商银行北京潘家园支行

账 号: 0200022709008904285

户 名: 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所 请注明“《中国食品卫生杂志》订阅款”

《中国食品卫生杂志》编辑部

2008 年 9 月