

仪器研制(242~251)

便携式食品直链和支链淀粉速测仪的研制

谭亮^{1,2}, 马家麟^{1,2}, 冀恬^{1,2}, 王虹蕾^{1,2}, 王婷^{1,2}, 李玉林^{1,2}

(1. 中国科学院西北高原生物研究所公共技术服务中心, 青海西宁 810001;

2. 中国科学院西北高原生物研究所青海省青藏高原特色生物资源研究重点实验室, 青海西宁 810001)

摘要: 依据等吸收双波长消去比色法原理, 研制了便携式食品直链和支链淀粉速测仪, 并进行两种淀粉含量的检测。验证试验结果表明线性关系 ($R^2 > 0.999$)、精密性 ($RSD\% < 0.7\%$)、稳定性 ($RSD\% < 1.5\%$)、重复性 ($RSD\% < 2.0\%$)、重现性(实验室内 $RSD\% < 2.5\%$, 实验室间 $RSD\% < 4.2\%$)、回收率(平均回收率高于 90%, $RSD\% < 2.5\%$) 和系统适用性(设备 $RSD\% < 2.0\%$, 设备之间 $RSD\% < 3.5\%$) 良好。其检测过程简单、快速、准确, 两种淀粉的检测和参比波长集成在仪器装置单片机系统中, 试验时可直接使用, 无需再次对其进行设定。两种淀粉的吸光度差值 $\Delta A_{\text{直}}$ 和 $\Delta A_{\text{支}}$ 只需测定两次, 节省了操作时间, 提高了样品的检测效率。便携式速测仪的研制为快速、准确地检测大批量样品中两种淀粉提供了有力的技术保障。

关键词: 便携式速测仪; 双波长消去比色法; 食品直链和支链淀粉; 仪器研制

中图分类号: O657.32

文献标志码: B

文章编号: 1006-3757(2019)04-0242-10

DOI: 10.16495/j.1006-3757.2019.04.006

Development of Portable Speed Measuring Apparatus for Amylose and Amylopectin in Food

TAN Liang^{1,2}, MA Jia-lin^{1,2}, JI Tian^{1,2}, WANG Hong-lei^{1,2}, WANG Ting^{1,2}, LI Yu-lin^{1,2}

(1. *Public Technical Service Center, Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810001, China;*

2. *Qinghai Key Laboratory of Qinghai-Tibet Plateau Biological Resources, Northwest Institute of Plateau Biology, Chinese Academy of Sciences, Xining 810001, China*)

Abstract: According to the principle of equal absorption dual-wavelength elimination colorimetric method, two starch contents were determined by the developed portable speed measuring apparatus for amylose and amylopectin in food. The validation test results indicated that the results of linear response ranges ($R^2 > 0.999$), precision ($RSD\% < 0.7\%$), stability ($RSD\% < 1.5\%$), repeatability ($RSD\% < 2.0\%$), reproducibility ($RSD\% < 2.5\%$ in the same laboratory and $RSD\% < 4.2\%$ in different laboratories), recovery (average recovery was more than 90%, $RSD\% < 2.5\%$), system applicability ($RSD\% < 2.0\%$ for each apparatus and $RSD\% < 3.5\%$ between different apparatuses) were good, respectively. The detection process is simple, fast and accurate, the detection wavelength and reference wavelength of the two starches which were integrated in the single-chip microcomputer system of the instrument device were used directly. So these parameters were no need to be set again during the experiment and only two times of the absorbance differences were need to be determined. The operation time was saved and the sample detection efficiency was improved. The development of this portable speed measuring apparatus provides a powerful technical guarantee for the rapid and accurate detection of two different starches as in large batches of samples and it is an important technological innovation in the functional development of the function of speed

收稿日期: 2019-11-15; 修订日期: 2019-12-17.

基金项目: 中国科学院兰州区域中心 2019 年度自主知识课题(1z201903), 青海省重点实验室发展建设专项(2017-ZJ-Y10)

作者简介: 谭亮(1984-), 男, 工程师, 硕士, 主要从事食品检测与天然产物成分分析研究, E-mail: tanliang@nwipb.cas.cn.

measuring apparatus for starch.

Key words: portable speed measuring apparatus; dual-wavelength elimination colorimetric method; amylose and amylopectin in food; instrument development

紫外可见分光光度计是一种历史悠久、覆盖面广、适用于多领域的分析仪器,在有机化学、生物化学、药品分析、食品检验、医药工业、环境保护和生命科学等领域的科研、生产中得到了广泛的应用^[1-4]。单波长双光束分光光度计是经单色器分光后经反射镜分解为强度相等的两束光,一束通过参比池,一束通过样品池。光度计能自动比较两束光的强度,此比值即为试样的透射比,经对数变换将它转换成吸光度并作为波长的函数记录下来。其优点是两束光同时分别通过参比和样品池,吸光度的大小不受入射光强度的影响,可以减少或消除因光源强度不稳定而引入的误差^[5-8]。

实验室目前使用的 Varian Cary 300 Bio 型单波长双光束分光光度计存在的主要问题是使用空白溶液作参比,因此需要在样品池中同时安装参比和样品池,增加了分光光度计的体积尺寸,不易于形成便携式小型的体积构造。此外,根据双波长比色原理,测定食品中的淀粉时,虽然可检测得到直链淀粉、支链淀粉和总淀粉 3 组数据,但每个样品均需要分别测定 4 次两种淀粉在检测 and 参比波长处的吸光度(一个样品需要切换波长反复比色 4 次),在进行大批量样品的检测时,操作费时、效率低。因此,我们开发研制了用于测定食品中直链和支链淀粉的便携式速测仪。测定时直接使用设定好的直链和支链淀粉各自的检测和参比波长,只需测定两次即可得到 $\Delta A_{直}$ 和 $\Delta A_{支}$ 。检测大批量样品时,节省了操作时间,检测效率得到很大的提高。此外,无需用空白溶液作参比,没有参比池,节省出多余的空间,其体积尺寸适于设计成小型的便携式淀粉速测仪。

1 工作原理

依据等吸收双波长消去比色法原理:吸收光谱重叠的 a、b 两组分混合物中,若要消除 b 的干扰以测定 a,可从 b 的吸收光谱上选择两个吸光度相等的波长 λ_1 和 λ_2 ,测定混合物的吸光度差值,然后根据 ΔA 值来计算 a 的含量。我们设计的便携式淀粉速测仪将同一光源发出的光分成两束,分别经过两个单色器后,得到两束不同波长 λ_1 和 λ_2 的单色光。利用切光器或斩波器将两束光汇集成一条光路,并

以一定的频率交替照射同一吸收池引起脉冲信号,然后经过光电倍增管和电子控制系统接收转化为两种波长的吸光度差 ΔA ,最后由显示器显示出来。在同一吸收池中,样品溶液本身就是自己的参比对照溶液,无需再用空白溶液作参比,只需测定两次即可得到 $\Delta A_{直}$ 和 $\Delta A_{支}$,极大提高了大批量样品的检测效率。因省去原有参比池,适于设计成小型的淀粉速测仪,便于携带并可现场快速检测。研制前后仪器的工作原理如图 1 所示。

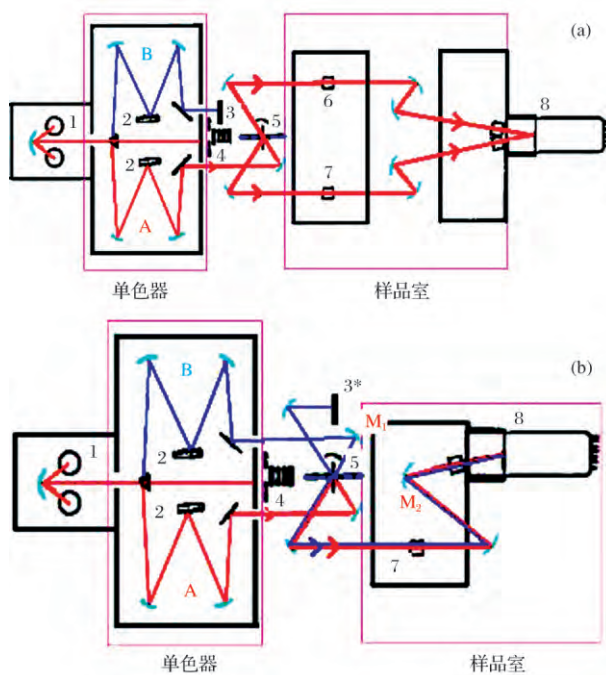


图 1 实验室单波长双光束分光光度计 (a)、研制的双波长分光光度计 (b) 工作原理图
 Fig. 1 Principle diagram of single wavelength and double beam spectrophotometers (a), development of dual-wavelength spectrophotometer (b)

(1) 光源, (2) 光栅, (3、3*) 光闸, (4) 滤光片, (5) 斩波器, (6) 参比池, (7) 样品池, (8) 光电倍增管

2 仪器装置各模块及可实现功能

便携式食品直链和支链淀粉速测仪外观如图 2 所示。整个仪器装置主要包含 4 个模块: (1) 光路模块: 包括光源、滤色片、狭缝、光栅和样品池,由主芯片 STM32 通过控制 4 台步进电机控制光路。光源的光束经过两个单色器,经过滤光片、入射狭缝、准直

镜、光栅、物镜和出射狭缝分为两束单色光之后,通过斩波器和光闸将两个单色器产生的不同波长的光线,汇集成一条光路,交替通过样品池引起脉冲信号,并被光电倍增管交替接收转化为两种波长的吸光度差 ΔA 。(2) 检测模块: 光束通过样品池后,经过光电池、放大电路和 A/D 转换器的转换后变为电信号并放大,其结构简单,进一步减小了仪器的体积,降低仪器成本。将模拟电信号转换为数字信号之后输给主芯片 STM32,由它实现数据处理与分析,最后的分析结果通过液晶显示屏输出,实现人机交互。(3) 硬件模块: 集检测模块、LCD 液晶显示屏、按键扩展、RS232 串口通信、打印机扩展和电池断电自动报警(电源监控模块)于一体^[9]。该仪器具有灵活的工作电源模式,具有电池、直流电源和交流 220 V 三种供电方式,适合不同场合使用。仪器本身具有电池断电自动报警功能,防止在电池断电的情况下检

测出不准确的结果。此外,点击“保存”按键可以自动保存检测结果,并可将检测数据导入到电脑。仪器可选配台式微型打印机,点击“打印”按键可实现快速自动打印检测结果。(4) 软件模块: 系统的软件采用 C51 语言编写,通信部分的 PC 机软件采用 VC++ 6.0。软件模块具有数据采集、处理、显示、打印、通信和按键等。其中,前期工作已经采用双波长比色法确定出食品直链和支链淀粉的测定和参比波长^[10],并在该仪器的研制过程中直接将波长参数集成在仪器的 MCS-51 系列单片机系统中,试验时无需再次进行设定,只需通过点击“选择”按键,即可切换选择直链和支链淀粉的测定,通过点击“检测”按键,即可自动在液晶显示屏上显示出直链淀粉在两个波长下的吸光度值差值 $\Delta A_{直}$ 和支链淀粉在两个波长下的吸光度差值 $\Delta A_{支}$,或者直链和支链淀粉在两个波长下的透光率差值。



图 2 便携式食品直链和支链淀粉速测仪外观图

Fig. 2 Appearance figure of portable speed measuring apparatus for amylose and amylopectin in food

3 应用实例

3.1 直链和支链淀粉测定和参比波长的确定

将质量浓度均为 1.0 mg/mL 的直链和支链淀粉标准溶液加入碘试剂显色后的,吸收曲线叠加于同一个坐标系里(450~900 nm),如图 3 所示。依据溶液中某溶质在两个波长下均有吸收,则两个波长的

吸收差值与该溶质浓度成正比的原理,通过等吸收双波长消去法确定两种淀粉各自的测定和参比波长。当测定直链淀粉含量时,选择直链淀粉吸收峰波长 λ_2 作为测定波长,在这一波长位置作 x 轴的垂线,此垂线与干扰组分支链淀粉的吸收光谱相交于某一点(吸光度为 $A_{支2}$),再从该点作一条平行于 x 轴的直线,此直线又与支链淀粉的吸收光谱相交于

等吸收点(吸光度为 $A_{支1}$, $A_{支1} = A_{支2}$), 则选择该交点相对应的波长 λ_1 作为直链淀粉的参比波长, 从而消除在测定波长 λ_2 处支链淀粉对直链淀粉含量测定的干扰. 同理, 当测定支链淀粉含量时, 选择支链淀粉吸收峰波长 λ_4 作为测定波长, 在这一波长位置作 x 轴的垂线, 此直线与干扰组分直链淀粉的吸收光谱相交于某一点(吸光度为 $A_{直4}$), 再从该点作一条平行于 x 轴的直线, 此直线又与直链淀粉的吸收光谱相交于等吸收点(吸光度为 $A_{直3}$, $A_{直3} = A_{直4}$), 则选择该交点相对应的波长 λ_3 作为支链淀粉的参比波长, 从而消除在测定波长 λ_4 处直链淀粉对支链淀粉含量测定的干扰.

由试验结果可知: 直链淀粉的测定和参比波长分别为 $\lambda_2 = 563 \text{ nm}$ 和 $\lambda_1 = 511 \text{ nm}$, 支链淀粉的测定和参比波长分别为 $\lambda_4 = 542 \text{ nm}$ 和 $\lambda_3 = 722 \text{ nm}$.

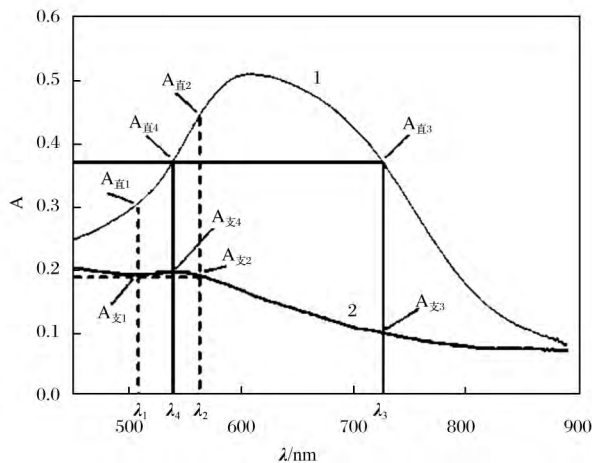


图 3 直链和支链淀粉吸收曲线叠加扫描图(450~900 nm)

Fig. 3 Superposition of scanning spectrum of absorption curve of amylose and amylopectin (450~900 nm)

(1) 直链淀粉吸收曲线, (2) 支链淀粉吸收曲线

3.2 方法学验证

3.2.1 线性关系考察

直链淀粉双波长标准曲线: 准确移取质量浓度为 0.9901 mg/mL 的直链淀粉标准溶液 0.2 、 0.3 、 0.4 、 0.5 、 0.6 mL , 分别置于 6 个 25 mL 容量瓶中, 加入 15 mL 蒸馏水, 并以浓度为 1 mol/L 的冰乙酸溶液调节 pH 为 3.5 , 然后加入 0.25 mL 碘试剂, 再加蒸馏水定容至 25 mL , 摇匀, 静置 15 min 后, 以两吸光度差值即 $\Delta A_{直} = A_{\lambda_2} - A_{\lambda_1} = A_{563 \text{ nm}} - A_{511 \text{ nm}}$ 为纵坐标, 直链淀粉质量(m) 为横坐标, 绘制直链淀粉双波长标准曲线, 如图 4 所示. 由图 4 可知, 直链淀粉的质量

在 $0.198 \sim 0.594 \text{ mg}$ 范围内呈良好的线性关系, 回归方程为 $y = 0.3099x - 0.0165$, $R^2 = 0.9991$.

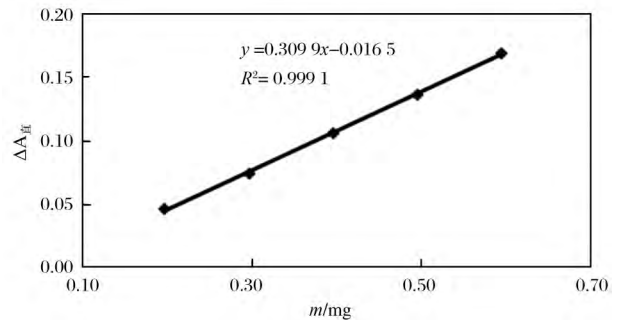


图 4 直链淀粉双波长标准曲线

Fig. 4 Dual-wavelength standard curve of amylose

支链淀粉双波长标准曲线: 准确移取质量浓度为 0.9995 mg/mL 的支链淀粉标准溶液 0.5 、 1.0 、 1.5 、 2.0 、 3.0 mL , 分别置于 6 个 25 mL 容量瓶中, 按照“3.2.1”所述步骤进行, 以两吸光度差值即 $\Delta A_{支} = A_{\lambda_4} - A_{\lambda_3} = A_{542 \text{ nm}} - A_{722 \text{ nm}}$ 为纵坐标, 支链淀粉质量(m) 为横坐标, 绘制支链淀粉双波长标准曲线, 如图 5 所示. 由图 5 可知, 支链淀粉的质量在 $0.50 \sim 3.00 \text{ mg}$ 范围内呈良好的线性关系, 回归方程为 $y = 0.1366x - 0.0199$, $R^2 = 0.9995$.

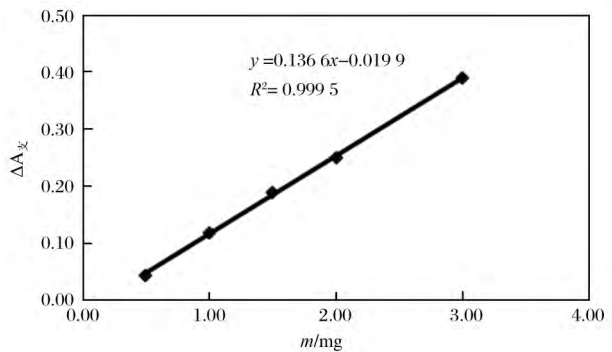


图 5 支链淀粉双波长标准曲线

Fig. 5 Dual-wavelength standard curve of amylopectin

3.2.2 精密度

准确移取一份已制备好的淀粉提取液(采自青海玉树的四长二短芒白青稞) 1.0 mL 置于 25 mL 容量瓶中, 按照“3.2.1”所述步骤进行, 于 511 、 542 、 563 、 722 nm 4 个波长处重复测定吸光度 $A_{511 \text{ nm}}$ 、 $A_{542 \text{ nm}}$ 、 $A_{563 \text{ nm}}$ 、 $A_{722 \text{ nm}}$ 共 6 次, 计算直链和支链淀粉含量的 RSD 值, 确定检测精密度. 测定结果: 青稞淀粉提取液中直链和支链淀粉含量的 RSD 分别为 0.62% 和 0.45% , 表明检测精密度良好.

3.2.3 稳定性

准确移取一份已制备好的淀粉提取液(采自青海玉树的四长二短芒白青稞) 1.0 mL 置于 25 mL 容量瓶中,按照“3.2.1”项下所述步骤进行,室温下放置,于 511、542、563、722 nm 4 个波长处每隔 1 h 测定吸光度 $A_{511\text{ nm}}$ 、 $A_{542\text{ nm}}$ 、 $A_{563\text{ nm}}$ 、 $A_{722\text{ nm}}$ 各一次,计算直链和支链淀粉含量的 RSD 值,确定检测溶液的稳定性.结果表明青稞淀粉测定液在 12 h 内稳定性良好,直链和支链淀粉含量的 RSD 分别为 1.1%和 1.3%.

3.2.4 重复性

准确移取 5 份已制备好的同一淀粉提取液(采自青海玉树的四长二短芒白青稞) 各 1.0 mL 置于 5 个 25 mL 容量瓶中,按照“3.2.1”所述步骤进行,于 511、542、563、722 nm 4 个波长处测定吸光度 $A_{511\text{ nm}}$ 、 $A_{542\text{ nm}}$ 、 $A_{563\text{ nm}}$ 、 $A_{722\text{ nm}}$,计算直链和支链淀粉含量的 RSD 值,确定检测重复性.结果青稞淀粉提取液中

直链和支链淀粉含量的 RSD 分别为 1.5%和 1.8%,结果表明检测重复性良好.

3.2.5 回收率

采用加样回收法,称取已粉碎过 250 μm 孔径筛并且已知直链和支链淀粉含量的青稞样品(采自青海玉树的四长二短芒白青稞) 粉末 9 份,每份 50 mg(准确至 ± 1 mg),分别按低、中、高浓度精密加入直链淀粉(0.990 1 mg/mL)和支链淀粉标准溶液(5.005 mg/mL) 2.5、5.0、7.5 mL,每一浓度 3 份,按照“3.2.1”所述步骤进行,于 511、542、563、722 nm 4 个波长处测定吸光度 $A_{511\text{ nm}}$ 、 $A_{542\text{ nm}}$ 、 $A_{563\text{ nm}}$ 、 $A_{722\text{ nm}}$,计算直链和支链淀粉含量的平均回收率和 RSD 值,确定检测的回收率.结果如表 1、2 所列.由表 1、2 可见,直链和支链淀粉含量的平均回收率分别为 91.14%和 91.73%,RSD 分别为 1.70%和 2.25%,表明检测具有良好的准确性.

表 1 直链淀粉回收率试验结果($n = 9$)

Table 1 Results of recovery test of amylose ($n = 9$)

样品 编号	称样质量 /mg	原有直链淀粉 质量/mg	加入直链淀粉 质量/mg	测得直链淀粉 质量/mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	50.5	4.75	2.48	6.98	90.29	91.14	1.70
2	49.9	4.69	2.48	6.91	89.74		
3	50.2	4.72	2.48	6.91	88.69		
4	50.2	4.72	4.95	9.18	90.09		
5	50.0	4.70	4.95	9.23	91.46		
6	50.1	4.71	4.95	9.29	92.58		
7	50.3	4.73	7.43	11.62	92.75		
8	50.5	4.75	7.43	11.53	91.33		
9	50.1	4.71	7.43	11.64	93.31		

表 2 支链淀粉回收率试验结果($n = 9$)

Table 2 Results of recovery test of amylopectin ($n = 9$)

样品 编号	称样质量 /mg	原有支链淀粉 质量/mg	加入支链淀粉 质量/mg	测得支链淀粉 质量/mg	回收率 /%	平均回收率 /%	RSD /%
1	50.5	25.10	12.51	36.27	89.32	91.73	2.25
2	49.9	24.80	12.51	36.13	90.52		
3	50.2	24.95	12.51	36.03	88.59		
4	50.2	24.95	25.03	47.77	91.21		
5	50.0	24.85	25.03	48.21	93.34		
6	50.1	24.90	25.03	47.85	91.71		
7	50.3	25.00	37.54	60.15	93.65		
8	50.5	25.10	37.54	59.77	92.37		
9	50.1	24.90	37.54	60.52	94.88		

3.2.6 定量限和检出限

依据 ICH 指导原则中 Q2(R1) 分析方法的验证方法学内容,根据一定量空白响应的标准偏差(σ)和被测物标准曲线的斜率(S)来计算定量限($QL = 10 \times \sigma / S$)和检出限($DL = 3.3 \times \sigma / S$)。通过绘制直链和支链淀粉双波长标准曲线以确定斜率 S ,另准确移取 10 份 1.0 mL 不加样品的提取液作为空白对照溶液,于 511、542、563、722 nm 4 个波长处测定吸光度 $A_{511 \text{ nm}}$ 、 $A_{542 \text{ nm}}$ 、 $A_{563 \text{ nm}}$ 、 $A_{722 \text{ nm}}$,求出这 10 份空白对照溶液响应值的标准偏差 σ 结果如表 3、4 所列。

表 3 直链淀粉定量限和检出限试验结果($n = 10$)
Table 3 Results of quantitative limit and detection limit test of amylose ($n = 10$)

空白 编号	两吸光度差值 $\Delta A_{\text{直}}$	定量限 $QL/(\text{mg})$	检出限 $DL/(\text{mg})$
1	0.012 4	0.158	0.052
2	0.008 6		
3	0.007 5		
4	0.006 9		
5	0.010 8		
6	0.007 8		
7	0.016 2		
8	0.017 7		
9	0.010 2		
10	0.021 3		

表 4 支链淀粉定量限和检出限试验结果($n = 10$)
Table 4 Results of quantitative limit and detection limit test of amylopectin ($n = 10$)

空白 编号	两吸光度差值 $\Delta A_{\text{支}}$	定量限 $QL/(\text{mg})$	检出限 $DL/(\text{mg})$
1	0.015 7	0.401	0.132
2	0.017 2		
3	0.010 4		
4	0.006 6		
5	0.010 2		
6	0.008 3		
7	0.010 6		
8	0.022 5		
9	0.010 5		
10	0.021 1		

3.3 青稞中直链和支链淀粉的含量测定

将粉碎过 250 μm 孔径筛的青稞粉末 100 mg 置于 25 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 无水乙醇,涡旋以润湿样品。加入 1.0 mL 质量浓度为 1.0 mol/L 的氢氧化钠溶液,涡旋混匀后置沸水浴中加热 2 min,再取出涡旋 30 s,如此重复 3~5 次后冷却至室温,定容至 25 mL 摇匀,过滤,制得淀粉提取液。准确移取淀粉提取液 1.0 mL 置于另一 25 mL 容量瓶中,分别加入 15 mL 蒸馏水,并以浓度为 1 mol/L 的冰乙酸溶液调节 pH 为 3.5,然后加入 0.25 mL 碘试剂,再加蒸馏水定容,摇匀,制得淀粉测定液。静置 15 min 后,分别测定两吸光度差值即 $\Delta A_{\text{直}}$ 和 $\Delta A_{\text{支}}$,并分别在直粉、支链淀粉双波长标准曲线上,查得两种淀粉测定液各自的两吸光度差值所对应的淀粉质量,分别计算出青稞中直链和支链淀粉的含量,二者之和为青稞总淀粉含量,结果如表 5 所列。直链和支链淀粉及总淀粉的含量(以干基计,按 GB/T 20264、GB/T 21305 测定水分)的质量分数 ω ,分别按式(1)、式(2)、式(3)进行计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1 \times V}{V_1 \times m(1 - w_m)} \times 100 \quad (1)$$

$$\omega_2 = \frac{m_2 \times V}{V_2 \times m(1 - w_m)} \times 100 \quad (2)$$

$$\omega = \omega_1 + \omega_2 \quad (3)$$

式中: ω_1 —青稞中直链淀粉(以干基计)的含量,单位为克每百克($\text{g}/100\text{g}$); ω_2 —青稞中支链淀粉(以干基计)的含量,单位为克每百克($\text{g}/100\text{g}$); ω —青稞中总淀粉(以干基计)的含量,单位为克每百克($\text{g}/100\text{g}$); m_1 —从双波长直链淀粉标准曲线上查得供试品溶液中直链淀粉质量,单位为毫克(mg); m_2 —从双波长支链淀粉标准曲线上查得供试品溶液中支链淀粉质量,单位为毫克(mg); V_1 、 V_2 —移取制备直链和支链供试品溶液体积,单位为毫升(mL); V —样品显色定容总体积,单位为毫升(mL); m —试样的质量,单位为毫克(mg); w_m —试样的含水量, %。

每个样品取两个平行样进行测定,以其算术平均值作为测定结果,保留小数点后 1 位。在重复条件下两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

由表 5 可见,青海境内青稞中支链淀粉含量均高于直链淀粉含量,约高出 5.4 倍。来自青海称多的湟源蓝青稞总淀粉含量最高为 75.4 $\text{g}/100\text{g}$ DW,来

表 5 青海境内不同产地和品种青稞中直链和支链淀粉的含量结果($n = 3$)Table 5 Determination results of amylose and amylopectin in hullessbarley samples collected from different habitats and varieties in Qinghai ($n = 3$) / (g/100 g DW)

序号	青稞品种	产地	直链淀粉含量	支链淀粉含量	总淀粉含量
1	长芒白青稞	青海玉树	10.6	53.5	64.0
2	四长二短芒白青稞	青海玉树	10.3	54.7	65.2
3	长芒红青稞	青海班玛	8.6	58.3	66.8
4	二道眉白青稞	青海称多	11.4	60.0	71.4
5	二道眉黑青稞	青海称多	11.8	58.1	69.9
6	湟源蓝青稞	青海称多	10.8	64.7	75.4
7	二道眉紫青稞	青海囊谦	12.4	56.5	68.9
8	长钩芒白青稞	青海囊谦	10.3	58.0	68.4
9	互助白青稞	青海互助	12.8	55.6	68.4
10	湟源花青稞	青海湟源	12.3	59.9	73.2
11	六棱红青稞	青海大通	12.1	55.7	67.7
12	四棱白大麦	青海乐都	9.1	58.0	67.0
13	四棱蓝青稞	青海民和	10.0	60.1	70.1
14	长芒黄脉青稞	青海民和	10.6	58.9	69.5
15	四棱红青稞	青海循化	11.0	63.5	70.1

自青海玉树的长芒白青稞总淀粉含量最低为 64.0 g/100g DW.

3.4 不同设备检测比对验证

中国科学院西北高原生物研究所分析测试中心实验室抽检了一种青稞样品(来自青海玉树的长芒白青稞,由青海大学农牧科学院送检).分别使用研制的便携式食品直链和支链淀粉速测仪和目前分析测试中心实验室使用的 Varian Cary 300 Bio 型单波

长双光束分光光度计测定此样品中直链和支链淀粉的含量,以进行不同设备检测之间的比对验证试验,每台设备均测定 6 次,以确定检测结果的重复性,结果如表 6 所列.由表 6 可见,不同设备检测结果的 RSD 在 0.58%~1.79%之间,不同设备之间检测直链和支链淀粉的 RSD 分别为 3.30%、2.21%,结果表明使用所研制设备的检测系统适用性良好.

表 6 使用不同设备测定的青稞中直链和支链淀粉含量($n = 3$)Table 6 Determination results of amylose and amylopectin in hullessbarley samples using different equipments ($n = 3$) / (g/100 g DW)

重复检测次数	研制设备		已有设备	
	直链淀粉含量	支链淀粉含量	直链淀粉含量	支链淀粉含量
1	10.6	53.4	11.2	55.1
2	11.0	53.6	11.3	54.5
3	11.0	54.5	11.2	54.8
4	10.7	53.7	11.6	54.4
5	11.0	52.7	11.1	54.3
6	10.7	53.1	11.5	54.3
平均值	10.8	53.5	11.3	55.2
设备 RSD%	1.79	1.10	1.71	0.58
设备之间 RSD%	3.30	2.21	-	-

3.5 实验室间比对验证

中国科学院西北高原生物研究所分析测试中心实验室抽检了二种青稞样品(分别来自青海湟源的湟源花青稞和青海玉树的长芒白青稞,由青海大学农牧科学院送检),统一制备,进行这二种青稞样品中直链和支链淀粉的含量测定,同时发送至中国科学院西北高原生物研究所生态中心实验室和青海省水文地质工程地质环境地质调查院检测实验室进行

实验室间比对验证试验,每个实验室均测定6次,以确定研制的便携式食品淀粉速测仪与其他实验室设备检测的重现性,结果如表7~9所列。由表7~9可见,实验室内检测结果的RSD均低于2.5%,不同实验室间(均与中国科学院西北高原生物研究所分析测试中心实验室比较)检测结果的RSD均低于4.2%。结果表明使用所研制设备的检测系统适用性良好,检测具有良好的重现性。

表7 分析测试中心实验室测定的二种不同青稞中直链和支链淀粉含量($n = 3$)

Table 7 Determination results of amylose and amylopectin in two different hullessbarley samples by Laboratory of Analytical Testing Center ($n = 3$)

重复检测次数	青海湟源(湟源花青稞)		青海玉树(长芒白青稞)	
	直链淀粉含量	支链淀粉含量	直链淀粉含量	支链淀粉含量
1	12.3	60.3	10.6	53.4
2	11.9	61.1	11.0	53.6
3	12.2	61.4	11.0	54.5
4	12.4	59.3	10.7	53.7
5	12.1	60.5	11.0	52.7
6	12.4	59.2	10.7	53.1
平均值	12.2	60.3	10.8	53.5
实验室内 RSD%	1.84	1.51	1.79	1.10

表8 1#实验室测定的二种青稞中直链和支链淀粉含量($n = 3$)

Table 8 Determination results of amylose and amylopectin in two different hullessbarley samples by Lab #1 ($n = 3$)

重复检测次数	青海湟源(湟源花青稞)		青海玉树(长芒白青稞)	
	直链淀粉含量	支链淀粉含量	直链淀粉含量	支链淀粉含量
1	12.0	59.1	10.2	51.5
2	11.5	56.1	10.5	51.3
3	11.3	56.4	10.4	50.7
4	11.5	57.1	10.1	50.9
5	11.3	57.4	10.4	50.2
6	11.4	56.3	10.7	49.8
平均值	11.5	57.1	10.4	50.7
实验室内 RSD%	2.19	1.94	2.18	1.29
实验室间 RSD%	3.91	3.88	2.94	3.74

表 9 2#实验室测定的二种青稞中直链和支链淀粉含量($n = 3$)Table 9 Determination results of amylose and amylopectin in two different hullessbarley samples by Lab #2 ($n = 3$)

重复检测次数	青海湟源(湟源花青稞)		青海玉树(长芒白青稞)	
	直链淀粉含量	支链淀粉含量	直链淀粉含量	支链淀粉含量
1	11.5	57.5	10.5	51.5
2	11.3	58.3	10.3	50.6
3	11.4	58.7	10.1	52.2
4	12.0	56.8	10.1	51.9
5	11.2	58.8	10.4	50.2
6	11.5	56.6	10.4	50.6
平均值	11.5	57.8	10.3	51.2
实验室内 RSD%	2.33	1.66	1.54	1.58
实验室间 RSD%	4.15	3.00	3.35	3.17

4 结论

研制的便携式食品直链和支链淀粉速测仪是一款小型、便于携带的双波长分光光度计。依据等吸收双波长消去法原理,确定直链淀粉的测定和参比波长分别为 563 nm 和 511 nm,支链淀粉的测定和参比波长分别为 542 nm 和 722 nm。验证试验结果表明:使用研制的便携式食品直链和支链淀粉速测仪进行两种淀粉含量检测,其线性关系良好,检测过程简单、快速、准确,测定时只在同一吸收池中比色,样品溶液本身又是自己的参比对照溶液,无需再用空白溶液作参比,只需测定二次即可得到 $\Delta A_{直}$ 和 $\Delta A_{支}$,提高了样品的检测效率,为方便、快速、准确地检测大批量样品中两种淀粉提供了技术支撑,具有很强的应用推广价值。

参考文献:

- [1] 辛宏斌. TU-1901 双光束紫外可见分光光度计的分析研究[J]. 仪器仪表与分析监测, 2014 (1): 29-31. [XIN Hong-bin. TU-1901 double beam uv-vis spectrophotometer analysis [J]. Instrumentation Analysis Monitoring, 2014 (1): 29-31.]
- [2] 李仁杰,丁建秋,姜玮伦,姚慧敏. 紫外-可见分光光度法测定刺玫果中总黄酮的含量[J]. 人参研究, 2019 (4): 41-42. [LI Ren-jie, DING Jian-qiu, JIANG Wei-lun, YAO Hui-min. Determination of total flavonoids in Rosa Davurica Pall by UV-Vis [J]. Ginseng Research, 2019 (4): 41-42.]
- [3] 陈翠霞,林珊,罗小林,饶久平. 紫外可见分光光度法检测肉质香肠中亚硝酸质量浓度的研究[J]. 现代盐化工, 2019 (6): 22-24. [CHEN Cui-xia, LIN Shan, LUO Xiao-lin, RAO Jiu-ping. Determination of nitrite content in meat sausage by ultraviolet spectrometer method [J]. Modern Salt and Chemical Industry, 2019 (6): 22-24.]
- [4] 邓萌萌,周波,吴佳欣,王晓宇,潘晓鹃,赵俊红. 鸡血藤有效部位提取物紫外-可见分光光度法测定总黄酮含量[J]. 四川中医, 2018, 36(11): 195-197. [DENG Meng-meng, ZHOU Bo, WU Jia-xin, WANG Xiao-yu, PAN Xiao-juan, ZHAO Jun-hong. UV-vis spectrophotometry determination for total flavonoids from spatholobus suberectus Dunn. Extract [J]. Journal of Sichuan of Traditional Chinese Medicine, 2018, 36(11): 195-197.]
- [5] 易映萍,王玮,高玲玲,陈建帅. 双光束分光光度计控制系统的研究[J]. 信息技术, 2015 (2): 1-5. [YI Ying-ping, WANG Wei, GAO Ling-ling, CHEN Jian-shuai. Double beam spectrophotometer analysis and display system based on STM32 [J]. Information Technology, 2015 (2): 1-5.]
- [6] Imura K, Sakakibara K. Colorimeter. U. S: Patent 6917429[P], 2005-07-12 [2019-11-15].
- [7] Hirschler R, Gay J. Industrial Colour Measurement-the

- State of the Art [C]. 9th Congress of the International Colour Association. International Society for Optics and Photonics, Rochester, USA: SPIE, 2002, 4421: 773-776.
- [8] 赵恒. 一种改进型双光束分光光度计的设计[D]. 武汉: 华中科技大学, 2011. [ZHAO Heng. An improved design of spectrophotometer with double beam [D]. Wuhan: Huazhong University of Science and Technology, 2011.]
- [9] 王秀丽. 小型直链淀粉测定仪的设计与开发[D]. 北京: 中国农业大学, 2005. [WANG Xiu-li. The design and development of pint-sized measurement device on amylose content [D]. Beijing: China Agricultural University, 2005.]
- [10] 谭亮,董琦,耿丹丹,胡风祖. 双波长比色法测定不同产地和品种青稞中直链和支链淀粉的含量[J]. 食品工业科技, 2015, 36(2): 79-84. [TAN Liang, DONG Qi, GENG Dan-dan, HU Feng-zu. Determination of amylose and amylopectin in hullessbarley from different habitats and varieties by dual-wavelength colorimetric method [J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(2): 79-84.]

声明

因中国科学院实施院机关科研管理改革,对其内设机构进行了相应调整,原“中国科学院计划财务局”调整为“中国科学院条件保障与财务局”,原“中国科学院计划财务局”下属的“中国科学院兰州分院分析测试中心”撤销。

本刊正在申请将“分析测试技术与仪器”的主办单位由原来的“中国科学院兰州化学物理研究所、中国科学院计划财务局、中国科学院兰州分院分析测试中心”变更为“中国科学院兰州化学物理研究所、中国科学院条件保障与财务局”。

因变更周期较长,尚未批复,特此说明。

《分析测试技术与仪器》编辑部