

离子交换色谱法测定 10 种热带水果中的葡萄糖、蔗糖和果糖

于璐,周光明*,沈洁,余艳丽

(发光与实时分析教育部重点实验室,西南大学化学化工学院,重庆 400715)

摘要:建立了高效阴离子交换-脉冲安培检测(High performance anion exchange-pulsed amperometric detection,HPAE-PAD)测定火龙果、莲雾、牛油果等 10 种热带水果中葡萄糖、蔗糖和果糖的检测方法。热带水果中的多糖经超声萃取后,用 METROSEP CARB 1 (150 mm × 4.0 mm) 色谱柱进行分离,以 30.0 mmol/L NaOH 为流动相,等度洗脱,用安培检测器检测,18 min 可完成对样品多糖的分离和定量分析。经测定,葡萄糖和蔗糖的检出限分别为 0.1209 μg/mL 和 0.2827 μg/mL,线性范围为 1.0~70.0 μg/mL;果糖的检出限为 0.5501 μg/mL,线性范围为 5.0~80.0 μg/mL。样品溶液连续 5 次进样,3 种糖的相对标准偏差为 0.67%~7.04%,平均回收率为 78.70%~117.75%。该方法前处理简单、选择性好、灵敏度高,可用于热带水果中可溶性糖的测定。

关键词:离子交换色谱,脉冲安培检测,热带水果,葡萄糖,蔗糖,果糖

Determination of glucose, sucrose and fructose in 10 kinds of tropical fruits by ion chromatography

YU Lu, ZHOU Guang-ming*, SHEN Jie, YU Yan-li

(Key Laboratory on Luminescence and Real-Time Analysis, Ministry of Education, School of Chemistry and Chemical Engineering, Southwest University, Chongqing 400715, China)

Abstract: A high performance anion exchange-pulsed amperometric detection chromatographic method was applied to determine glucose, sucrose and fructose in pitaya, wax apple, avocado and other 7 kinds of tropical fruits. After ultrasonic extraction, the polysaccharide in tropical fruits was separated by METROSEP CARB 1 (150 mm × 4.0 mm) anion exchange column and detected by pulsed amperometric detector. 30.0 mmol/L NaOH was used for isocratic elution. Analysis of the samples could be finished within 18 min. Detection limit of glucose and sucrose were 0.1209 μg/mL and 0.2827 μg/mL respectively. The linearity ranged from 1.0 μg/mL to 70.0 μg/mL. Detection limit of the fructose was 0.5501 μg/mL. The linearity range was 5.0~80.0 μg/mL. The RSDs of 3 polysaccharide contents for 5 consecutive determinations were between 0.67% and 7.04%, and the spike recoveries were between 78.70% and 117.75%. The method had the characteristics of simple pretreatment, good selectivity and high sensitivity, and it could be applied in the determination of soluble sugars in tropical fruits.

Key words: anion exchange chromatography; pulsed amperometric detection; tropical fruits; glucose; sucrose; fructose

中图分类号:TS207.7

文献标识码:A

文章编号:1002-0306(2016)22-0094-06

doi:10.13386/j.issn1002-0306.2016.22.010

近年来,我国热带水果进口逐年增加,消费需求日益加强^[1],因此其营养成分也引起了人们的关注。热带水果营养丰富,富含糖类、有机酸、膳食纤维以及各种维生素^[2-6]。其中糖类是热带水果中一类重要的有机化合物,主要是由葡萄糖、蔗糖和果糖组成。大量实验表明,葡萄糖是生物体内新陈代谢不可缺少的营养物质和主要的热量来源之一;蔗糖热

量高,摄取过量易导致蛀牙,引起人体肥胖和糖尿病;果糖的升糖指数(GI)低,故食用后引起蛀牙和糖尿病的几率比葡萄糖或蔗糖等天然糖小,且易被机体吸收利用,适用于葡萄糖代谢及肝功能不全的患者补充能量^[7]。因此,有必要建立测定热带水果中葡萄糖、蔗糖和果糖含量的方法。

有关于糖类的测定方法主要有比色法^[8]、气相色

收稿日期:2016-06-13

作者简介:于璐(1993-),女,硕士研究生,研究方向:离子色谱,E-mail:yulu444595301@qq.com。

*通讯作者:周光明(1964-),男,博士,教授,研究方向:色谱及其联用技术,E-mail:gmzhou@swu.edu.cn。

基金项目:国家自然科学基金项目(2127710)。

谱法^[9]、高效毛细管电泳色谱法^[10]以及高效液相色谱法^[11-12]等。其中,比色法是一种传统测糖的方法,它只能测定糖类总量,不能完成糖的分离,不具备选择性^[13]。气相色谱法要求样品易挥发且分析物热稳定性良好,高效毛细管电泳色谱法中所常用的紫外检测器要求分析物对紫外光有较好的吸收,但大部分糖类没有紫外吸收且不易挥发,所以它们测定糖类事先均需衍生化处理,其操作繁琐,给实际分析工作带来较大的不便和误差^[14]。对于高效液相色谱法其常规的检测器为紫外检测器和示差折光检测器,若采用示差折光检测器虽无需衍生,但其灵敏度较低,易受温度和流动相的影响,仅适用于常量样品的分析。近年来,离子交换色谱-脉冲安培检测法已普遍用于糖类化合物的测定^[15-18],该方法可直接对糖类进行检测,无需进行柱前衍生,且灵敏度高、检测速度快、检测结果准确^[19-20],可用于热带水果中葡萄糖、蔗糖和果糖含量的测定。

目前对于北方常见水果中糖含量的测定已有很多报道,如王忠民^[21]用比色法分析了葡萄中多糖的组成;吕明霞^[22]等人用气相色谱法对山楂、梨、苹果、杏等水果中的单糖进行了分析测定,而用离子色谱法对热带水果中糖的分析测定尚未见报道。所以,本文采用离子交换色谱-脉冲安培检测法同时完成了热带水果中葡萄糖、蔗糖和果糖的分离和含量分析,为热带水果经济价值的评价和指导消费者提供了科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料及仪器

NaOH、葡萄糖和蔗糖 分析纯,重庆川东化学有限公司;D-果糖 生化试剂,成都市科龙化工试剂厂;超纯水 电导率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$;菠萝、菠萝蜜、火龙果、莲雾、木瓜、芒果、牛油果、山竹、西番莲和杨桃 均购买于当地超市。

861 Advanced Compact IC 型离子色谱仪、817 型脉冲安培检测器、METROSEP CARB 1 (150 mm \times 4.0 mm) 阴离子交换柱、化学抑制器、低脉冲串联式双活塞往复泵、双通道蠕动泵、Metrohm IC-Net 2.3 色谱工作站 瑞士万通公司(Metrohm);FA2004A 型电子天平 上海精天电子仪器有限公司;CQ50 超声波清洗器 上海必能信超声波有限公司;GM-0.33 II 隔膜真空泵 天津市腾达过滤器件厂。

1.2 实验方法

1.2.1 色谱条件 分离柱:METROSEP CARB 1 (150 mm \times 4.0 mm) 阴离子交换柱;检测器:四电位脉冲安培检测器;再生液:200 mmol/L NaOH 再生液;淋洗液:30 mmol/L NaOH 溶液;流速:1.0 mL/min;柱温:32 $^{\circ}\text{C}$;进样量:20 μL 。

1.2.2 色谱条件的选择 分别配制 5.0、10.0、20.0、30.0、50.0 mmol/L 的 NaOH 溶液作为淋洗液,选择最佳浓度。分别使用 20、25、32、35 $^{\circ}\text{C}$ 的柱温检测样品,选择最佳柱温。分别考察了流速为 1.5、1.2、1.0、0.8 mL/min 时对实验的灵敏度、标准样品的分离度以及出峰时间的影响,选择最佳流速。

1.2.3 标准溶液的配制 精确称取葡萄糖、蔗糖和 D-果糖的标准样品各 0.1000 g,加入超纯水溶解于烧杯中,再分别转移至 100 mL 的容量瓶中并定容至刻度,得到质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液。最后用移液管从 1000 $\mu\text{g/mL}$ 葡萄糖、蔗糖和果糖的标准溶液中分别吸取一定量的溶液至 100 mL 的容量瓶中,配制得到葡萄糖和蔗糖浓度为 1.0、5.0、10.0、20.0、30.0、50.0、70.0 $\mu\text{g/mL}$,果糖浓度为 5.0、10.0、20.0、30.0、50.0、70.0、80.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准溶液,摇匀后用 0.45 μm 水系过滤膜过滤、待测。

1.2.4 样品前处理 芒果洗净去核,切碎,用陶瓷研钵研磨成均匀的浆糊状。精确称取 0.1000 g,加入 10.0 mL 室温下的超纯水超声(功率为 100 W)萃取 30 min。用布氏漏斗过滤,将滤液转移至 100 mL 容量瓶中定容,摇匀后用 0.45 μm 水系过滤膜过滤、待测。

菠萝、菠萝蜜、火龙果、莲雾、木瓜、牛油果、山竹、西番莲和杨桃的前处理方法同芒果,由于牛油果中含糖量极少,所以其中牛油果的称取量为 2.0000 g。

1.2.5 样品中多糖提取单因素实验 称取 0.1000 g 浆糊状的芒果,加入一定量室温下的超纯水超声萃取一定时间,按照 1.2.3 的方法处理,1.2.1 中的条件测定,计算各单糖的提取率。各因素水平为:加水量 0.1:10、0.1:20、0.1:30、0.1:40、0.1:50 和 0.1:60 g:mL;萃取时间 10、20、30、40、50 和 60 min。

提取率(%) = 单糖的实验测定值/样品称取量 $\times 100$

1.2.6 数据处理 本实验采用外标法对其峰面积定量,通过 Excel 作出峰面积(Y)对其质量浓度(X)的线性回归方程,根据方程计算出其测定值。每种样品重复进样 5 次,计算出各种单糖的平均测定值,相对标准偏差和平均含量。采用加标定性法对 3 种糖进行定性分析,并计算其加标回收率。

单糖的平均含量(%) = 单糖的平均测定值/样品称取量 $\times 100$

单糖的加标回收率(%) = (加标试样测定值 - 平均测定值)/加标量 $\times 100$

2 结果与讨论

2.1 样品中多糖提取单因素实验

2.1.1 提取料液比的选择 由图 1 可知,料液比对葡萄糖、蔗糖和果糖的提取率的影响都很小,所以依据节约用料的原则选择料液比为 0.1:10 g/mL。

2.1.2 萃取时间的选择 从图 2 中可以看出,葡萄糖和蔗糖随着萃取时间的增加,提取率变化不明显,说明萃取时间对葡萄糖和蔗糖的影响较小。而果糖在不同萃取时间的提取率差异较大,当萃取时间大于 30 min 时,果糖的提取率稍有下降。实验发现超声时间越长,溶液中的杂质越多,过滤的时间越长,故最终考虑选取 30 min 为萃取时间。

2.2 色谱条件的选择

2.2.1 淋洗液的选择 本实验使用氢氧化钠溶液作为流动相洗脱样品(结果见图 3),其出峰顺序为葡萄糖、蔗糖、果糖。实验发现 NaOH 溶液浓度与保留时

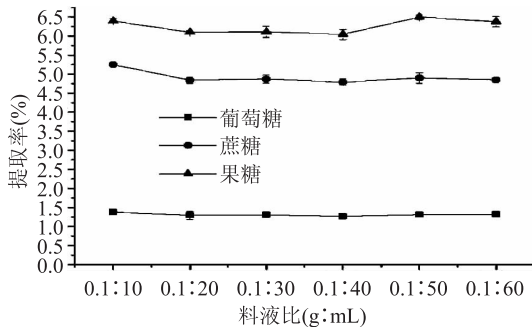


图1 料液比对3种糖提取率的影响

Fig.1 Effect of liquid ratio on three kinds of sugar extraction rate

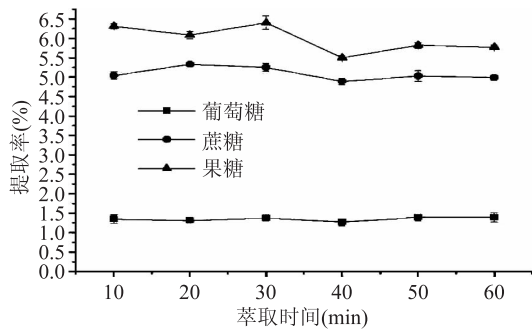


图2 萃取时间对3种糖提取率的影响

Fig.2 Effect of extraction time on three kinds of sugar extraction rate

间呈反比,浓度越高,保留时间越短;浓度越低,保留时间越长。当 NaOH 溶液浓度高于 10.0 mmol/L,低于 30.0 mmol/L 时,葡萄糖和蔗糖无法实现分离;而浓度高于30.0 mmol/L 时,发现果糖峰与蔗糖峰严重重叠,无法分离。当 NaOH 溶液浓度为 5.0 mmol/L 和 30.0 mmol/L 时,三种糖的分离效果理想,但在 NaOH 溶液浓度为 5.0 mmol/L 时总分析时间需要 35min,而当 NaOH 溶液浓度为 30.0 mmol/L 时,三种糖可在 18 min 以内完成分离,所以本实验最终确定淋洗液的浓度为 30.0 mmol/L。

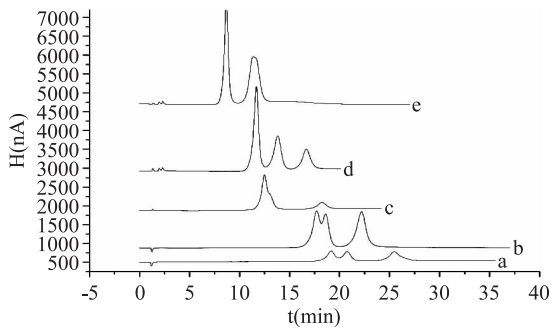


图3 淋洗液浓度对实验的影响

Fig.3 Effect of the eluent concentration on experiment
注:a.5.0 mmol/L;b.10.0 mmol/L;c.20.0 mmol/L;
d.30.0 mmol/L;e.50.0 mmol/L。

2.2.2 色谱柱温度和淋洗液流速的选择 改变色谱柱温度,观察标准样品的色谱峰发现(图4):色谱柱的温度对色谱峰的分度度的影响很大,当温度降低,峰底随之变宽,柱压逐渐升高,而温度的升高又使得色谱峰

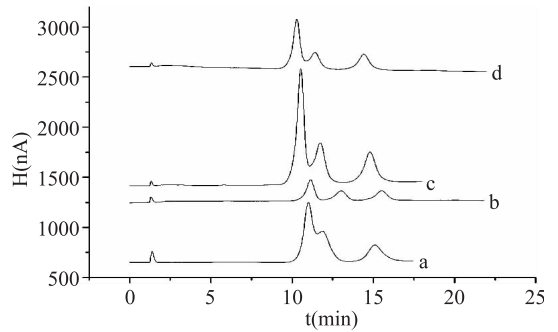


图4 柱温对实验的影响

Fig.4 Effect of the column temperature on experiment
注:a.35 °C;b.32 °C;c.25 °C;d.20 °C。

的分度度变差,故综合考虑选择柱温为 32 °C。

流速的改变对实验的灵敏度以及糖的分度度、出峰时间均有一定的影响(结果见图5)。当流速增大,分析时间缩短,但柱压增大,造成灵敏度下降及分度度降低;当流速减小,保留时间却增加。因此最终选择洗脱流速为 1.0 mL/min 最为适宜。

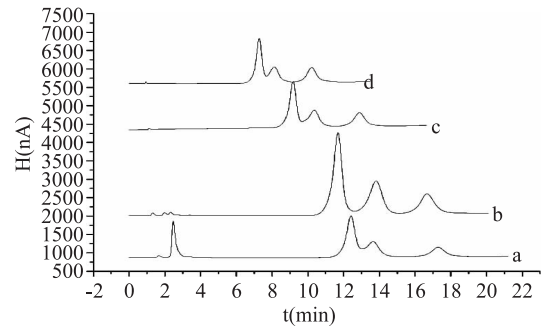


图5 淋洗液流速对实验的影响

Fig.5 Effect of the eluent flow rate on experiment
注:a.0.8 mL/min;b.1.0 mL/min;c.1.2 mL/min;d.1.5 mL/min。

2.3 标准曲线的绘制和检出限的测定

分别测定 1.2.2 项条件下配制的混合标准溶液,绘制标准曲线。50 μg/mL 葡萄糖、50 μg/mL 蔗糖和 70 μg/mL 果糖混合标准溶液谱图如图 6 所示。本实验采用外标法对峰面积定量,以 3 种糖的峰面积(Y)对其质量浓度(X)进行线性回归,根据 S/N = 3 计算仪器检出限。结果如表 1 所示。

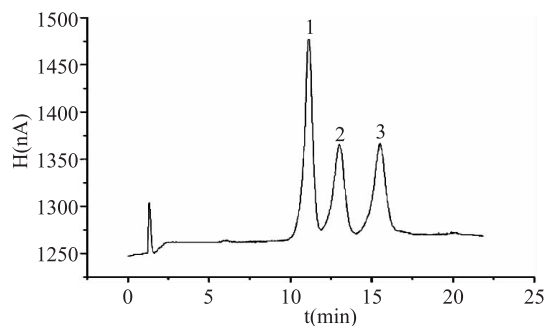


图6 标准样品色谱图

Fig.6 Chromatogram of three kinds of standard samples
注:1.葡萄糖;2.蔗糖;3.果糖。

2.4 重现性实验和加标回收率

按照 1.2.3 项中样品处理方法处理样品,在 1.2

表1 线性方程,线性范围与仪器检出限

Table 1 Linear regression equations, linear ranges and detection limits

标样	线性方程	相关系数 R^2	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)
葡萄糖	$y = 1043.2x - 768.53$	0.9995	1.0~70.0	0.1209
蔗糖	$y = 610.33x - 311.05$	0.9997	1.0~70.0	0.2827
果糖	$y = 360.69x - 949.88$	0.9973	5.0~80.0	0.5501

表2 重现性实验和加标回收率结果

Table 2 Results of reproducibility and spiked recovery

样品	名称	样品平均值 ($\mu\text{g/mL}$, $n = 5$)	相对标准偏差 RSD (%)	加标值 ($\mu\text{g/mL}$)	测定值 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 (%)
菠萝	葡萄糖	10.676	5.91	20.00	29.236	92.80
	蔗糖	21.502	5.00	20.00	39.614	90.56
	果糖	25.336	1.20	20.00	47.513	110.88
菠萝蜜	葡萄糖	57.832	4.05	20.00	75.797	89.83
	蔗糖	64.321	2.09	30.00	97.772	111.50
	果糖	84.184	1.99	20.00	101.353	85.84
火龙果	葡萄糖	61.115	2.26	20.00	76.854	78.70
	蔗糖	-	-	20.00	17.532	87.62
	果糖	42.077	2.80	30.00	70.229	93.84
莲雾	葡萄糖	17.885	6.89	20.00	38.635	103.75
	蔗糖	-	-	10.00	10.894	108.94
	果糖	30.539	5.65	30.00	61.409	102.90
芒果	葡萄糖	4.993	6.40	10.00	14.568	95.75
	蔗糖	59.926	0.67	20.00	78.218	91.46
	果糖	68.222	6.69	20.00	91.772	117.75
木瓜	葡萄糖	35.026	3.32	20.00	53.902	94.38
	蔗糖	-	-	10.00	9.666	96.66
	果糖	37.332	2.19	20.00	60.512	115.90
牛油果	葡萄糖	15.042	7.04	15.00	29.962	99.47
	蔗糖	14.289	5.50	15.00	29.033	98.29
	果糖	33.415	4.98	30.00	63.708	101.22
山竹	葡萄糖	24.664	2.20	15.00	38.563	92.53
	蔗糖	82.565	3.46	20.00	100.772	91.04
	果糖	35.596	5.10	15.00	49.600	93.36
西番莲	葡萄糖	14.977	5.36	15.00	30.197	101.47
	蔗糖	12.313	4.33	15.00	24.816	83.35
	果糖	32.455	1.07	30.00	57.717	84.21
杨桃	葡萄糖	24.498	3.84	10.00	33.908	94.1
	蔗糖	5.162	1.25	5.00	9.952	95.81
	果糖	38.465	2.59	20.00	57.829	96.82

注:-表示未检出。

项中优化的色谱条件下连续对样品进行5次测定做重复性实验,计算平均值和样品测定值的相对标准偏差,测定结果如表2所示。

为了减小误差,本实验采用加标定性法对其进行定性分析。在测出本底值后,准确称取0.1000 g 菠萝、菠萝蜜、火龙果、莲雾、木瓜、牛油果、山竹、西番莲和杨桃,2.0000 g 牛油果,分别向其中加入定量的标准物质,采用1.2.3项中样品处理方法处理样品,进样测定,计算回收率如表2所示。

由表2可知,10种样品测定值的相对标准偏差为0.67%~7.04% ($n = 5$),平均回收率为78.70%~

117.75%。其中火龙果、莲雾和木瓜中均未检测出蔗糖,查阅文献^[23-25]得知,火龙果与木瓜中几乎不含蔗糖,而莲雾中尚未检测到蔗糖可能是由于它本身蔗糖含量较低,在经过前处理后其样品含量低于检出限。

2.5 样品测定结果及色谱图

将处理好的样品按照1.2项中的色谱条件进行色谱分析,其中火龙果和西番莲的色谱图见图7~图8。从谱图中可以发现,三种糖的分离效果好。

10种热带水果的测定结果如表3所示。由表3数据可知,几种水果中牛油果总的含糖量(0.3183%)最低,菠萝蜜总的含糖量(20.6337%)最高,山竹

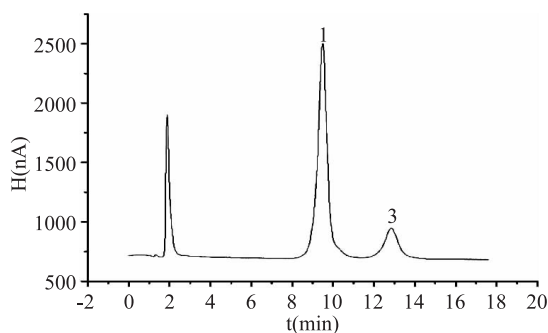


图7 火龙果色谱图

Fig.7 Chromatogram of pitaya

注:1.葡萄糖;3.果糖。

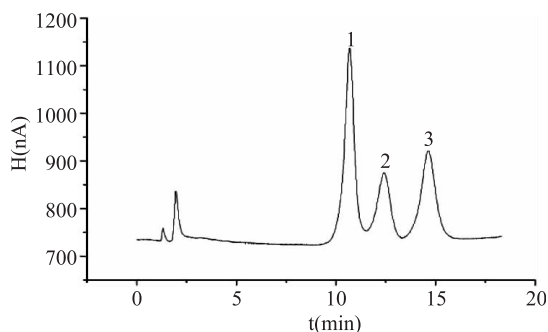


图8 西番莲色谱图

Fig.8 Chromatogram of passionflower

注:1.葡萄糖;2.蔗糖;3.果糖。

表3 样品测定结果

Table 3 The determination results of the samples

样品	葡萄糖含量 (%)	蔗糖含量 (%)	果糖含量 (%)	总糖含量 (%)
菠萝	1.0676	2.1502	2.5336	3.2178
菠萝蜜	5.7832	6.4321	8.4184	20.6337
火龙果	6.1115	-	4.2077	10.3192
莲雾	1.7885	-	3.0539	4.8424
芒果	0.4993	5.9926	6.8222	13.3141
木瓜	3.5026	-	3.7332	7.2358
牛油果	0.0752	0.0715	0.1671	0.3183
山竹	2.4664	8.2565	3.5596	14.2825
西番莲	1.4977	1.2313	3.2455	5.9745
杨桃	2.4498	0.5162	3.8465	6.8125

(14.2825%)、火龙果(10.3192%)以及芒果(13.3141%)的含糖量相对较多,其他几种水果总糖含量差异不大,在3.2178%~7.2358%之间。其中葡萄糖含量最高的是火龙果(6.1115%),其次是菠萝蜜(5.7832%),含量较低的是芒果(0.4993%)和牛油果(0.0752%),其含量低于1%,其他几种水果中葡萄糖的含量在1.0676%~2.4664%之间;蔗糖含量较高的是山竹(8.2565%),菠萝蜜(6.4321%)和芒果(5.9926%),而杨桃(0.5162%)和牛油果(0.0715%)的含量低于1%,火龙果、莲雾和木瓜中的蔗糖含量由于低于仪器检出限而未被检测出;在10种热带水果中,除山竹和火龙果之外,果糖的含量在多糖总含量中所占的比例最高,尤其是菠萝蜜(8.4184%)和芒

果(6.8222%),其中菠萝、莲雾、木瓜、西番莲以及杨桃的果糖含量在2.5336%~3.8465%之间,而果糖含量最低的是牛油果(0.1671%),但也远高于牛油果中葡萄糖和蔗糖的含量,说明果糖是热带水果中可溶性多糖最重要的组成部分。

由此可见,患有肥胖症和糖尿病等的特殊人群可以选择牛油果、火龙果、莲雾和木瓜等蔗糖含量少的水果食用,葡萄糖代谢和肝功能不全的患者可以选择葡萄糖含量少,但勿选择果糖含量较多的芒果食用,这样人们不仅可以享受水果的风味,还不用担心由于摄入过多而引起身体不适。

3 结论

本文采用超声萃取10种热带水果中的葡萄糖、蔗糖和果糖,采用离子交换色谱-脉冲安培检测法对葡萄糖、蔗糖和果糖的含量进行了分离和定量分析。该方法检测成本低、灵敏度高、准确性好,为热带水果中葡萄糖、蔗糖和果糖的含量测定提供了一个快速、简便的方法。经测定,葡萄糖和蔗糖的检出限分别为0.1209 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和0.2827 $\mu\text{g}/\text{mL}$,果糖的检出限为0.5501 $\mu\text{g}/\text{mL}$;3种糖的相对标准偏差为0.67%~7.04%,平均回收率为78.70%~117.75%。实验表明,在所测定的10种热带水果中葡萄糖(0.0752%~6.1115%)、蔗糖(0.0715%~8.2565%)和果糖(0.1671%~8.4184%)的含量丰富,且不同水果主要含糖量有所差异,为热带水果经济价值的评价和指导消费者提供了一定的参考。

参考文献

- [1]陈新建,陈道明.中国热带水果生产贸易现状及发展对策[J].中国热带农业,2010(3):14-17.
- [2]陈仪新,卫智权,陆广利,等.芒果不同部位化学成分和药理作用的研究近况[J].广西中医药大学学报,2015,18(2):102-105.
- [3]房一明,张彦军,谷凤林,等.菠萝蜜的营养成分与鉴别比较研究[J].热带作物学报,2014,35(10):2088-2092.
- [4]鲁力,叶玉屏,郑艳燕,等.油梨果实营养成分分析[J].广西热带科技,1991(3):36-37.
- [5]王晓红.莲雾的营养成分分析[J].中国食物与营养,2006,12(4):53-54.
- [6]邓博一,申铨日,邓用川.海南百香果、莲雾、青枣营养成分的比较分析[J].食品工业科技,2013,34(12):335-338.
- [7]陈洁,杨红芸.果糖的研究进展[J].华西药学杂志,2000,15(2):111-112.
- [8]李晓旭,李家政.优化蒽酮比色法测定甜玉米中可溶性糖的含量[J].保鲜与加工,2013,13(4):24-27.
- [9] Ruiz - Aceituno L, Carrero - Carralero C, Ramos L, et al. Development of a carbohydrate silylation method in ionic liquids for their gas chromatographic analysis [J]. Analytica Chimica Acta, 2013, 787(1):87-92.
- [10] Wang T, Yang X, Wang D, et al. Analysis of compositional carbohydrates in polysaccharides and foods by capillary zone electrophoresis [J]. Carbohydrate Polymers, 2012, 88(2):

(下转第107页)

征滩羊肉的水分含量,该方式具有广泛的应用前景。

结合系水力和加压失水率的变化,通过相关性分析得出,滩羊肉的保水性本质上取决于由生物膜、肌纤维、生物大分子等共同构成的内部结构。冻融处理改变了滩羊肉的内部结构,进而引发了水分的内部迁移和向外迁移。通过不同状态水分的弛豫时间反映出了迁移的难易程度,通过各状态水分的相对含量反应出了水分迁移的结果,即水分分布。系水力和加压失水率只是从表面、宏观的角度,反应出滩羊肉对水分的裹挟能力。最终得出冷冻滩羊的保水性在一定范围内随着解冻温度的降低而提高。

参考文献

- [1] Bertram H C, Andersen H J, Karlsson A H. Comparative study of low-field NMR relaxation measurements and two traditional methods in the determination of water holding capacity of pork [J]. *Meat Science*, 2001, 57(2): 125-132.
- [2] Sánchez-Alonso I, Moreno P, Careche M. Low field nuclear magnetic resonance (LF-NMR) relaxometry in hake (*Merluccius merluccius* L.) muscle after different freezing and storage conditions [J]. *Food Chemistry*, 2014, 153(12): 250-257.
- [3] Bosmans G M, Lagrain B, Ooms N, et al. Storage of parbaked bread affects shelf life of fully baked end product: A ¹H NMR study [J]. *Food Chemistry*, 2014, 165(12): 149-156.
- [4] 郭恒, 钱怡, 李颖杰, 等. 解冻温度对冷冻鲑鱼品质、质构及超微结构的影响 [J]. *中国食品学报*, 2014, 14(12): 49-55.
- [5] Boonsumrej, Sirintra, Chaiwanichsiri, et al. Effects of freezing and thawing on the quality of tiger shrimp frozen by air-blast and
- (上接第 98 页)
- 754-762.
- [11] 李静芳, 张素文, 彭美纯, 等. 高效液相色谱法检测乳制品中果糖、葡萄糖、蔗糖和乳糖的含量 [J]. *食品工业科技*, 2011, 32(6): 391-393.
- [12] Ouchemoukh S, Schweitzer P, Bey M B, et al. HPLC sugar profiles of Algerian honeys [J]. *Food Chemistry*, 2010, 121(2): 561-568.
- [13] Dubois M, Gilles K A, Hamilton J K, et al. Colorimetric method for determination of sugars and related substances [J]. *Analytical Chemistry*, 2002, 28(3): 350-356.
- [14] 林慧, 冯云, 颜春荣, 等. 糖类化合物的分析方法研究进展 [J]. *食品与药品*, 2014, 16(6): 448-452.
- [15] 张磊, 周光明, 张丽君, 等. 离子色谱法测定鲜果和干果中的三种糖 [J]. *四川大学学报: 自然科学版*, 2014, 51(4): 791-796.
- [16] 许丽. 离子色谱法在没食子酸和可溶性糖类分析中的应用研究 [D]. 重庆: 西南大学, 2012: 23-26.
- [17] Cai L, Xiaojun S U, Xiong X. Analysis of sugar components of fermented rice wine by ion chromatography [J]. *Agricultural Science & Technology*, 2013, 13(10): 1500-1502.

cryogenic freezing [J]. *Journal of Food Engineering*, 2007, 80(1): 292-299.

- [6] 威军. 反复冻融对羊肉品质的影响研究 [D]. 南京: 南京农业大学, 2009.
- [7] 王薇, 罗瑞明, 李俊丽, 等. 不同贮藏温度下滩羊肉的保水性及色泽变化特性 [J]. *食品与机械*, 2015, 31(3): 139-141.
- [8] Farouk M M, Wieliczko K J, Merts I. Ultra-fast freezing and low storage temperatures are not necessary to maintain the functional properties of manufacturing beef [J]. *Meat Science*, 2004, 66(1): 171-179.
- [9] 李银, 李侠, 张春晖, 等. 利用低场核磁共振技术测定肌原纤维蛋白凝胶的保水性及其水分含量 [J]. *现代食品科技*, 2013(11): 2777-2781.
- [10] Lagerstedt Å, Enfält L, Johansson L, et al. Effect of freezing on sensory quality, shear force and water loss in beef [J]. *Meat Science*, 2008, 80(2): 457-461.
- [11] 吕玉, 臧明伍, 史智佳, 等. 解冻和加工过程中冷冻猪肉保水性的研究 [J]. *中国食品学报*, 2012, 12(1): 148-152.
- [12] 威军, 高菲菲, 李春保, 等. 低场 NMR 研究冻融过程中羊肉持水力的变化 [J]. *江苏农业学报*, 2010, 26(3): 617-622.
- [13] 吴亮亮, 罗瑞明, 孔丰, 等. 食盐添加量对滩羊肉蒸煮损失、嫩度及水分分布的影响 [J]. *食品工业科技*, 2016, 37(1): 322-325, 366.
- [14] 周光宏, 罗欣, 徐幸莲, 等. 肉品加工学 [M]. 北京: 中国农业出版社, 2008: 30-127.
- [15] Bertram HC, Purslow PP, Andersen HJ. Relationship between meat structure, water mobility, and distribution: a low-field nuclear magnetic resonance study [J]. *Journal of agricultural and food chemistry*, 2002, 50(4): 824-829.

- [18] Eggleston G, Borges E. Multiple applications of ion chromatography oligosaccharide fingerprint profiles to solve a variety of sugar and sugar-biofuel industry problems. [J]. *Journal of Agricultural & Food Chemistry*, 2015, 63(11): 2841-2851.
- [19] 李仁勇, 梁立娜, 牟世芬. 高效阴离子交换色谱-脉冲安培检测食品中糖的应用进展 [J]. *食品与发酵工业*, 2010, 36(7): 97-101.
- [20] 丁永胜, 牟世芬. 高效阴离子交换色谱-脉冲电化学检测方法及应用 [J]. *分析化学*, 2005, 33(4): 557-561.
- [21] 王忠民, 吴谋成, 李小定, 等. 葡萄糖的提取及含量测定 [J]. *新疆农业大学学报*, 2002, 25(2): 57-58.
- [22] 吕明霞, 李媛, 张飞, 等. 气相色谱法分析北方水果中膳食纤维的单糖组成 [J]. *中国食品学报*, 2012, 12(2): 213-218.
- [23] 秦复霞. 火龙果多糖提取纯化及单糖组成检测 [J]. *南方农业*, 2016(15): 103-105.
- [24] 王文. 皱皮木瓜多糖的提取、分离、表征及化学修饰 [D]. 郑州: 河南工业大学, 2011: 27-28.
- [25] 陈静, 吴光斌, 陈发河. HPLC 测定采后莲雾果实中可溶性糖含量及在贮藏期的变化 [J]. *食品与机械*, 2012, 28(6): 103-105.