

# 高效液相色谱-二极管阵列检测法检测蜂蜜 中外源性 $\gamma$ -淀粉酶残留量

费晓庆<sup>1\*</sup>, 谭梦茹<sup>2</sup>, 张睿<sup>1</sup>, 沈崇钰<sup>1</sup>, 吴斌<sup>1</sup>, 丁涛<sup>1</sup>, 杨功俊<sup>2</sup>

(1. 江苏出入境检验检疫局食品实验室, 南京 210001; 2. 中国药科大学药学院, 南京 211198)

**摘要:** **目的** 利用高效液相色谱-二极管阵列检测法(HPLC-DAD)测定蜂蜜中外源性 $\gamma$ -淀粉酶残留量。**方法** 选取对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖作为 $\gamma$ -淀粉酶的酶解底物, 于55℃和pH 4.50的0.10 mol/L乙酸钠缓冲液中反应90 min。采用C<sub>18</sub>柱分离底物和酶解产物对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖, 流动相为乙腈/水(15:85, v:v)。通过测定酶解产物的含量来确定 $\gamma$ -淀粉酶残留量。**结果** 本方法的线性范围为1~50 U/kg, 定量限为1 U/kg, 回收率在94.0%~107.2%之间, 相对标准偏差在3.2%~5.1%之间。采用本方法对市售蜂蜜和淀粉类糖浆共58个样本进行考察, $\gamma$ -淀粉酶检出率为79.3%。采用本方法测定一个掺入5%淀粉类糖浆的蜂蜜, 测得 $\gamma$ -淀粉酶残留量为3.6 U/kg。**结论** 本方法能够有效地从酶学的角度快速鉴定蜂蜜中淀粉类糖浆的掺假。

**关键词:**  $\gamma$ -淀粉酶残留量; 蜂蜜掺假鉴定; 高效液相色谱-二极管阵列检测法

## Determination of the exogenous $\gamma$ -amylase residue in honey by high performance liquid chromatography-diode array detector

FEI Xiao-Qing<sup>1\*</sup>, TAN Meng-Ru<sup>2</sup>, ZHANG Rui<sup>1</sup>, SHEN Chong-Yu<sup>1</sup>, WU Bin<sup>1</sup>,  
DING Tao<sup>1</sup>, GONG Jun-Yang<sup>2</sup>

(1. Laboratory of Food, Jiangsu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Nanjing 210001, China;  
2. College of Pharmacy, China Pharmaceutical University, Nanjing 211198, China)

**ABSTRACT: Objective** To develop a new method for determination of exogenous  $\gamma$ -amylase activity in honey using high performance liquid chromatography-diode array detector (HPLC-DAD). **Methods** 4-nitrophenyl beta-D-maltotriose was chosen as the substrate of  $\gamma$ -amylase. This enzymatic reaction was under the condition of 55 °C and 0.10 mol/L sodium acetate-acetic acid buffer solution (pH 4.50) for 90 min. Substrate and enzymatic hydrolysate 4-nitrophenyl beta-D-glucose were separated by high performance liquid chromatography on a C<sub>18</sub> column. Isocratic elution was employed with a mobile phase consisting of acetonitrile/water (15:85, v:v). By identifying the content of enzymatic hydrolysate at 310 nm, the residue of  $\gamma$ -amylase in honey could be determined. **Results** The method showed a good linearity between the concentration and peak area with the correlation coefficient over than 0.999. The linear range of  $\gamma$ -amylase was 1~50 U/kg with

基金项目: 国家科技支撑计划项目(2012BAK17B10)、江苏省“333工程”科研项目(BRA2013276)、江苏出入境检验检疫局科研项目(2011KJ40)

**Fund:** Supported by the National Key Technology Support Program (2012BAK17B10), the Research Program of 333 Engineering in Jiangsu Province (2010CBB02301) and the Technology Program of Jiangsu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau (2011KJ40)

\*通讯作者: 费晓庆, 工程师, 主要研究方向为食品检测和食品掺假鉴定研究。E-mail: dii01208@163.com

\*Corresponding author: FEI Xiao-Qing, Engineer, Jiangsu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, No. 99, Zhonghua Road, Nanjing 210001, China. E-mail: dii01208@163.com

the quantification limit 1 U/kg. Recoveries were between 94.0% and 107.2%, with relative standard deviations from 3.2% to 5.1%. This method was used to analyze 58 honey and starch syrup samples, and the detection rate of  $\gamma$ -amylase was 79.3%. To further verify the detection capability of this method, an authentic honey was mixed with 5% rice syrup.  $\gamma$ -amylase content of this sample was 3.6 U/kg. **Conclusion** This method can effectively identify honey adulteration by starch syrups from the perspective of enzymology.

**KEY WORDS:**  $\gamma$ -amylase activity; honey adulteration detection; high performance liquid chromatography-diode array detector

## 1 引言

天然纯正的蜂蜜具有较高的营养价值,它富含氨基酸、维生素、多酚、多糖、类黄酮等多种活性物质,因此也具有较高的经济价值。少数蜂蜜生产商为了牟取非法利益,在纯正蜂蜜中掺入便宜的糖浆,其中淀粉类糖浆是蜂蜜掺假时常用掺假原料<sup>[1]</sup>。蜂蜜掺假行为严重损害了广大消费者的经济利益,同时影响了国内外蜂产品市场的正常秩序,对我国的国际贸易产生了不良影响。

目前,蜂蜜掺假鉴定方法主要有指纹图谱技术(如糖指纹图谱<sup>[2]</sup>、氨基酸指纹图谱<sup>[3]</sup>)、红外光谱法<sup>[4,5]</sup>、拉曼光谱法<sup>[6]</sup>、薄层色谱法<sup>[7]</sup>、核磁共振法<sup>[8]</sup>和元素分析-同位素质谱联用法<sup>[9,10]</sup>等,这些检测手段存在着干扰多、耗时长、灵敏度低、仪器昂贵、无法鉴定碳-3植物糖浆掺假等不足。因此,开发一种灵敏又快速的蜂蜜掺假检测方法变得极为迫切。

王艳等<sup>[11]</sup>采用液相色谱-示差折光检测法测定蜂蜜中外源性 $\beta$ -呋喃果糖苷酶的残留量,能够有效地从酶学角度鉴定甜菜糖浆的掺假,但无法鉴定淀粉类糖浆的掺假。淀粉类糖浆(包括大米糖浆、木薯糖浆、小麦糖浆和玉米糖浆等)是蜂蜜掺假使用较多的原料。在生产淀粉类糖浆的糖化工艺中,需要使用 $\gamma$ -淀粉酶对液化后的淀粉进行进一步酶解<sup>[12,13]</sup>。

$\gamma$ -淀粉酶(又称糖化酶,葡萄糖淀粉酶,淀粉葡萄糖苷酶)能水解淀粉中的 $\alpha$ -1,4葡萄糖苷键,它与 $\alpha$ -淀粉酶联合作用能较快地将淀粉转化成淀粉类糖浆。这些糖浆在糖的组成方面与蜂蜜相似,通过常规检测手段已无法有效鉴别。到目前为止,尚未见纯正蜂蜜中含有 $\gamma$ -淀粉酶的文献报道<sup>[14,15]</sup>,因此通过测定蜂蜜中 $\gamma$ -淀粉酶残留量,可以从酶学的角度来鉴定蜂蜜是否掺入淀粉类糖浆。

$\gamma$ -淀粉酶的测定主要有分光光度法<sup>[16]</sup>、葡萄糖酶

电极法<sup>[17]</sup>、滴定法<sup>[18]</sup>和液相色谱法<sup>[19,20]</sup>等。这些方法主要用于研究淀粉生产糖浆工艺中的样本。虽然费晓庆等<sup>[20]</sup>报道了一种测定蜂蜜中 $\gamma$ -淀粉酶残留量的方法,但该方法需要采用凝胶色谱进行样品预处理,操作繁琐且耗时较长,并且使用的同位素质谱仪价格昂贵,方法不易推广。

以对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖作为酶解反应底物,在pH 4.50的0.10 mol/L乙酸钠缓冲液体系中于55℃酶解反应90 min,经HPLC分离底物和酶解产物对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖,通过二极管阵列检测器在线测定酶解产物的响应,利用酶解产物的响应与酶残留量之间的对应关系来确定 $\gamma$ -淀粉酶残留量。相对于文献报道方法<sup>[20]</sup>,本法具有灵敏度高、操作便捷、检测迅速等优点,通过对纯正蜂蜜、市售蜂蜜、淀粉类糖浆和掺入一定量淀粉类糖浆的蜂蜜样本的考察,能够快速有效地鉴定蜂蜜是否掺入淀粉类糖浆。

## 2 材料与amp;方法

### 2.1 仪器、试剂与材料

1200高效液相色谱(德国Agilent公司);二极管阵列检测器;SHZ-88恒温水浴振荡器(江苏太仓市实验设备厂);Sevenmulti精密pH计(梅特勒-托利多公司);十万分之一电子天平(梅特勒-托利多公司);XW-80A涡旋混合器(上海医科大学仪器厂);0.22  $\mu$ m水相滤膜(上海百赛生物科技有限公司);Milli-Q超纯水仪(美国Millipore公司)。

$\gamma$ -淀粉酶(纯度>99.0%,70 U/mg,提取自Aspergillus niger,瑞士Sigma公司),对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖和对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖(纯度>99.0%,瑞士Sigma公司),乙腈为色谱纯(德国Merck公司),乙酸钠和乙酸均为国产分析纯。

准确称取 $\gamma$ -淀粉酶标准品,用水配制成1.0 mg/mL的标准储备溶液,使用时再用水配制成0.01

mg/mL 的标准工作溶液。

准确称取对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖, 用水配制成 10.0 mg/mL 的底物反应溶液。

乙酸钠缓冲溶液: 称取 8.2 g 乙酸钠于 1000 mL 烧杯中, 加适量水溶解后, 用乙酸溶液调节至 pH 4.50, 用水定容至 1000 mL。

## 2.2 实验方法

### 2.2.1 样品制备

天然蜂蜜样品包括: 油菜蜜、洋槐蜜、荆条蜜、椴树蜜、紫云英蜜、葵花蜜、芦芯蜜、棉花蜜、荞麦蜜、香橙蜜、麦卢卡蜜、龙眼蜜、百花蜜(来自国内外不同地区的蜂农或者蜂蜜供应商), 共计 13 个蜜种 55 个样本。这些蜂蜜通过其他检测手段(包括液相色谱/元素分析-同位素质谱法、薄层色谱法、糖的组成、5-羟甲基糠醛含量、酶值)被确认为纯正蜂蜜。

为了验证方法对掺假蜂蜜的检测能力, 选取 35 个蜂蜜和 23 个淀粉类糖浆样品共 58 个采用本方法检测  $\gamma$ -淀粉酶残留量, 这些蜂蜜来自日常检测样品、国内蜂农、蜂蜜供应商和糖浆生产企业。

准确称取 2 g(精确到 0.01 g)蜂蜜或者糖浆样品用 pH 4.50 的 0.10 mol/L 乙酸钠缓冲液溶解后, 在蜂蜜溶液中加入 100  $\mu$ L 10.0 mg/mL 对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖溶液, 用乙酸钠缓冲液定容至 5 mL, 混匀, 盖上塞子于 55  $^{\circ}$ C 恒温水浴中震荡 90 min 后过 0.22  $\mu$ m 的水相滤膜后进高效液相检测。

### 2.2.2 标准曲线的建立

分别取 0.01 mg/mL  $\gamma$ -淀粉酶标准溶液 3、5.5、14.5、28.5、57、145  $\mu$ L, 加入 100  $\mu$ L 10.0 mg/mL 对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖溶液, 用 pH 4.50 的 0.10 mol/L 乙酸钠缓冲液定容至 5 mL, 于 55  $^{\circ}$ C 恒温水浴中震荡 90 min 后过 0.22  $\mu$ m 的水相滤膜后进行液相检测。上述标准溶液对应于  $\gamma$ -淀粉酶的量依次为 1、2、5、10、20、50 U/kg(注: 折算公式: 酶残留量= $V \times 0.01 \times 70 / m$ ,  $V$  为加入  $\gamma$ -淀粉酶工作溶液体积, 以 mL 计;  $m$  为样品质量, 以 kg 计)。

以酶解反应生成的对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖的峰面积  $A(\text{mAU} \cdot \text{s})$  为纵坐标, 以  $\gamma$ -淀粉酶的量  $C(\text{U/kg})$  为横坐标, 绘制标准曲线, 外标法定量。

### 2.2.3 色谱条件

Kromasil 100-5C<sub>18</sub> 色谱柱(5  $\mu$ m, 150 mm $\times$ 4.6 mm *i.d.*, 瑞典 AKZO NOBEL 公司), 流动相为乙腈/水 (15:85, *v:v*), 流速为 1.0 mL/min, 柱温为室温, 进

样体积 10  $\mu$ L。二极管阵列检测器检测波长: 310 nm。

## 3 结果与讨论

### 3.1 缓冲溶液体系的选择

对相同浓度下 pH=4.50 的乙酸钠-乙酸缓冲液、柠檬酸钠-氢氧化钠缓冲液和磷酸二氢钾-磷酸缓冲液三种缓冲体系进行了考察比较(结果见图 1)。采用同一浓度  $\gamma$ -淀粉酶标准溶液(5 U/kg), 用上述三种缓冲液定容。经过实验发现, 反应体系在乙酸钠缓冲液体系中响应信号比另外两种好, 酶解反应产物对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖的峰面积响应最大, 最终选取该缓冲溶液体系。

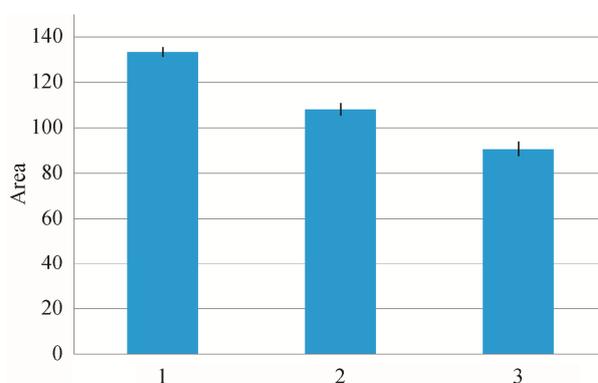


图 1 不同缓冲体系的产物峰面积响应

Fig. 1 Peak area of 4-nitrophenyl beta-D-glucose in different buffer solutions

1、乙酸钠-乙酸缓冲液; 2、柠檬酸钠-氢氧化钠缓冲液; 3、磷酸二氢钾-磷酸缓冲液

### 3.2 酶解反应温度的选择

反应温度是影响酶解反应的重要因素。过低的反应温度将会抑制酶的活性, 过高的反应温度可能会使得酶失去部分活性。选取温度分别为 45、50、55、60、65  $^{\circ}$ C, 对不同反应温度下 5 U/kg 的  $\gamma$ -淀粉酶标准溶液生成的对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖响应信号进行了考察(图 2)。从图 2 中可以看出, 当温度大于 55  $^{\circ}$ C 时, 酶的活性迅速降低。当温度为 55  $^{\circ}$ C 时, 酶解产物的响应信号最大, 因此选取该温度为反应温度。

### 3.3 酶解反应 pH 的选择

缓冲体系 pH 值对酶的活性影响较大, 所以必须寻找缓冲体系的最佳 pH 条件。 $\gamma$ -淀粉酶在 pH 3.50~5.50<sup>[12]</sup>范围内均有较好的稳定性, 选取 pH 依次

为 3.50、4.00、4.50、5.00 和 5.50 的 0.10 mol/L 乙酸钠缓冲溶液, 在 55 °C 反应温度下考察不同 pH 条件对酶解产物响应信号的影响。不同 pH 值条件下对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖的峰面积见图 3。结果表明, pH 为 4.50 时酶解产物对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖的峰面积最大。因此选定 pH 4.50 作为最适宜的酶解反应 pH 条件。

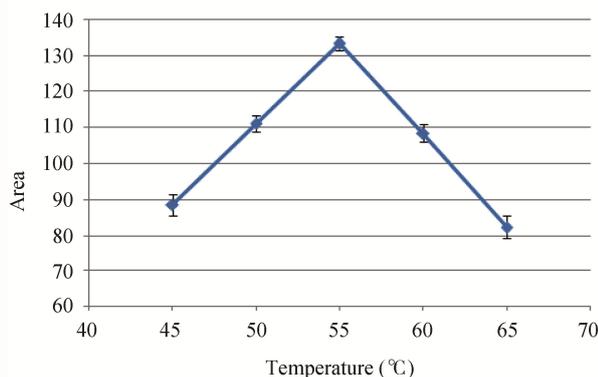


图 2 不同反应温度下对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖的峰面积响应

Fig. 2 Peak area of 4-nitrophenyl beta-D-glucose in different reaction temperature

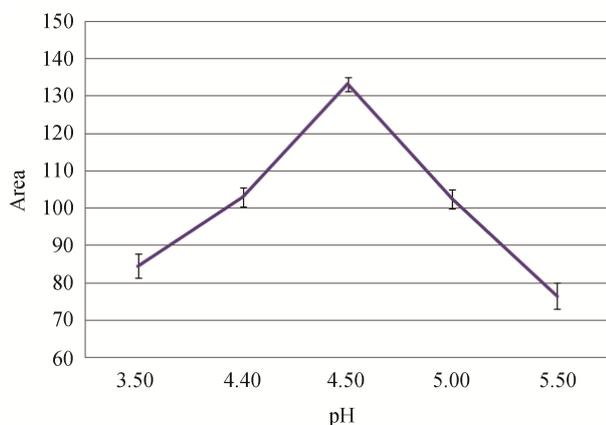


图 3 不同 pH 条件下对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖的峰面积响应

Fig. 3 Peak area of nitrophenyl beta-D-glucose in different reaction pH

### 3.4 酶解反应时间的选择

在反应初始阶段, 底物对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖浓度足以使酶饱和, 反应速率与酶的浓度成正比关系<sup>[21]</sup>, 即单位时间内酶解产物的生成量与酶的浓度呈线性关系, 这个线性关系正是酶残留量测定的依据。但是随着酶解反应的进行, 底物不断被酶解, 底

物浓度将不再过量, 这个线性关系将逐渐被破坏。所以必须找出最佳酶解时间, 通过比较 30、60、90、120、150 min 五个不同反应时间下所得标准曲线的相关系数(数据未详细列出), 可以发现随着反应时间的延长, 酶解反应时间大于 90 min 时标准曲线的线性相关系数变差。而较短的酶解反应时间下, 酶解产物的响应较小, 不利于方法的灵敏度的提高。所以综合上述因素选择酶解反应时间为 90 min。

### 3.5 色谱条件的选择

本文色谱分离的基本要求是将底物与酶解产物进行分离, 本文选取常规的 C<sub>18</sub> 柱, 利用底物和酶解产物与固定相之间疏水作用力的差异性, 以乙腈/水为流动相实现了两者的分离。同时, 发现有些蜜种的蜂蜜(如葵花蜜)中某个未知干扰组分与酶解产物的峰部分重叠, 通过改变乙腈/水的比例, 在乙腈/水(15:85, v:v)条件下, 最终实现了底物、酶解产物和未知干扰组分三者之间的分离。

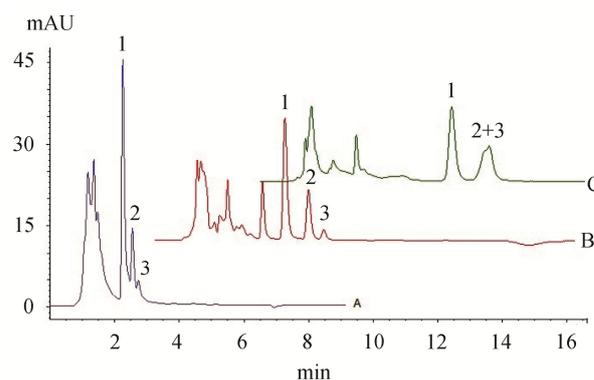


图 4 葵花蜂蜜的 HPLC-DAD 色谱图

Fig. 4 HPLC-DAD chromatogram of a sunflower honey  
注: 1. 对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖; 2. 对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖; 3. 未知组分

A: 乙腈/水(10:90,v:v); B: 乙腈/水(15:85,v:v); C: 乙腈/水(20:80,v:v)

### 3.6 分析方法的评价

#### 3.6.1 标准曲线

取不同浓度的  $\gamma$ -淀粉酶, 按 2.2 确定的实验步骤进行操作, 以酶解产物对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖峰面积  $A(\text{mAU}\cdot\text{s})$  对酶的浓度  $C(\text{U/kg})$  作图建立标准曲线, 酶的浓度与对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖含量有良好的线性关系, 校准曲线相关系数为 0.993, 线性范围为 1~50 U/kg, 检出限为 0.3 U/kg, 定量限为 1 U/kg。

表 1 回收率和精密度数据( $n=6$ )  
Table 1 Data of recovery and precision ( $n=6$ )

| 蜜种  | 添加水平 (U/kg) | 检测值 (U/kg) | 回收率 (%) | RSD (%) |
|-----|-------------|------------|---------|---------|
| 荆条蜜 | 2           | 2.03       | 101.5   | 4.6     |
|     | 5           | 5.04       | 100.8   | 3.9     |
|     | 20          | 20.22      | 101.1   | 3.3     |
| 洋槐蜜 | 2           | 1.97       | 98.5    | 4.7     |
|     | 5           | 4.89       | 97.8    | 4.1     |
|     | 20          | 19.96      | 99.8    | 3.2     |
| 油菜蜜 | 2           | 1.88       | 94.0    | 5.1     |
|     | 5           | 4.96       | 99.2    | 4.2     |
|     | 20          | 20.23      | 101.2   | 3.7     |
| 椴树蜜 | 2           | 2.04       | 102.0   | 4.8     |
|     | 5           | 5.06       | 101.2   | 4.1     |
|     | 20          | 21.45      | 107.2   | 3.8     |

### 3.6.2 方法学考察

以不含  $\gamma$ -淀粉酶的纯正蜂蜜为基质做添加回收实验, 选择了四种常见品种的蜂蜜(洋槐蜜、油菜蜜、荆条蜜和椴树蜜), 添加水平分别为 2、5、20 U/kg, 每个添加水平测定 6 次, 计算得到的回收率和室内精密度(见表 1)。结果表明, 四种蜂蜜样本的回收率为 94.0%~107.2%, 相对标准偏差为 3.2%~5.1%, 可见本方法具有较高的精密度, 并且对于常见蜜种的检测具有较好的适用性。

同样选取上述四种蜜种的蜂蜜, 经实验室外 5 家单位对上述四个蜜种测定三个浓度水平(结果未列出), 方法的实验室间相对标准偏差在 4.9%~6.2%之间。由结果可以看出, 方法精密度高、实用性强, 可操作性好, 适用于蜂蜜中  $\gamma$ -淀粉酶的检测。

### 3.7 在淀粉类糖浆掺假鉴定方面的应用

本文以国内外各地区 13 个蜜种 55 个蜂蜜样本为研究对象, 经过本方法检测, 上述纯正蜂蜜均未检出  $\gamma$ -淀粉酶, 从酶学的角度进一步验证了这些蜂蜜为纯正蜂蜜。由于天然纯正蜂蜜中不含有  $\gamma$ -淀粉酶, 而本方法定量限为 1 U/kg, 因此当检测到样本中  $\gamma$ -淀粉酶残留量 >1 U/kg 时, 即判定该样品含有  $\gamma$ -淀粉酶, 为掺假蜂蜜。

同时选取 58 个样本采用本方法考察这些样本的外源性  $\gamma$ -淀粉酶残留量, 用于进一步验证本方法鉴

定掺假蜂蜜的能力。其中 35 个为日常检测蜂蜜样本, 23 个为糖浆样本, 这些糖浆样本包括常见的各种淀粉类糖浆(大米糖浆、玉米糖浆、木薯糖浆和小麦糖浆)、甜菜糖浆和甘蔗糖浆。检测结果表明, 有 58 个中 46 个样本检出含有  $\gamma$ -淀粉酶, 检出率为 79.3%。其中 35 个蜂蜜样品的检出率为 77.1%, 而 19 个糖浆样品含有  $\gamma$ -淀粉酶, 检出率为 82.6%, 表明这 19 个样本为淀粉类糖浆。未检出含有  $\gamma$ -淀粉酶的 4 个糖浆样本均为非淀粉类糖浆。

为了进一步验证本方法对蜂蜜中掺入淀粉类糖浆的鉴定能力, 本文选取纯正洋槐蜂蜜和淀粉类糖浆样本各 1 个, 在该纯正蜂蜜中掺入 5%的淀粉类糖浆, 采用本方法进行检测, 测得该样本中  $\gamma$ -淀粉酶残留量为 3.6 U/kg(见图 5)。

费晓庆等<sup>[20]</sup>的方法只能鉴定  $\gamma$ -淀粉酶残留量 >5 U/kg 的掺假样本, 对于图 5 的掺假样本将无法鉴定, 可见本法在灵敏度和方法有效性方面优于费晓庆的方法。另外费的方法需要采用凝胶色谱技术对样品进行预处理, 操作步骤繁琐; 同时本方法酶解反应时间仅需 90 min, 而费的方法需要 48 h, 耗时过长; 另外费的方法需要利用同位素比值质谱仪进行检测, 该设备比较昂贵, 在成本方面高于本方法。总之, 在方法灵敏度、操作性、方法推广度方面本文报道的方法优于文献方法。

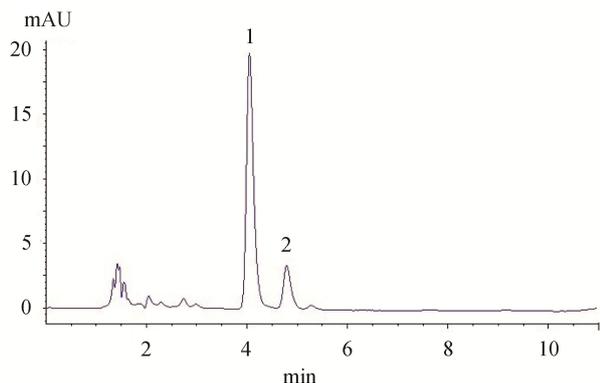


图5 掺入5%淀粉类糖浆的蜂蜜样品 HPLC-DAD 色谱图

Fig. 5 HPLC-DAD chromatogram of a honey sample adulterated with 5% starch syrup

注: 1. 对硝基苯- $\beta$ -D-麦芽三糖; 2. 对硝基苯- $\beta$ -D-葡萄糖。

## 4 结论

本文提出一种快速而且灵敏的检测蜂蜜中外源性  $\gamma$ -淀粉酶残留量的方法, 样品无需预处理, 直接与底物进行酶解反应, 利用酶解产物的量与酶残留量之间的对应关系检测  $\gamma$ -淀粉酶的残留量, 方法的线性范围为 1~50 U/kg, 定量限为 1 U/kg。本方法灵敏度较高、快速有效、可操作性强, 可从酶学角度鉴定蜂蜜中淀粉类糖浆的掺假, 有力地提高了蜂蜜掺假的检测能力。

## 参考文献

- [1] GB/T 21533-2008 蜂蜜中淀粉糖浆的测定 离子色谱法[S]. GB/T 21533-2008 Determination of starch syrup in honey-Ion chromatography[S].
- [2] Megherbi M, Herbreteau B, Faure R, *et al.* Polysaccharides as a marker for detection of corn sugar syrup addition in honey[J]. *J Agric Food Chem*, 2009, 57(6): 2105-2111.
- [3] Cotte JF, Casabianca H, Giround B, *et al.* Characterization of honey amino acid profiles using high-pressure liquid chromatography to control authenticity[J]. *Anal Bioanal Chem*, 2004, 378(5): 1342-1350.
- [4] Kelly JD, Petisco C, Downey G. Application of fourier transform midinfrared spectroscopy to the discrimination between irish artisanal honey and such honey adulterated with various sugar syrups[J]. *J Agric Food Chem*, 2006, 54(17): 6166-6171.
- [5] Chen LZ, Xue XF, Ye ZH, *et al.* Determination of Chinese honey adulterated with high fructose corn syrup by near infrared spectroscopy[J]. *Food Chem*, 2013, 128(4): 1110-1114.
- [6] Li SF, Shan Y, Zhu XR, *et al.* Detection of honey adulteration by high fructose corn syrup and maltose syrup using Raman spectroscopy[J]. *J Food Compos Anal*, 2012, 28(1): 69-74.
- [7] Puscas A, Hosu A, Cimpou C. Application of a newly developed and validated high-performance thin-layer chromatographic method to control honey adulteration[J]. *J Chromatogr A*, 2013, 1272(1): 132-135.
- [8] Bertelli D, Lolli M, Papotti G, *et al.* Detection of honey adulteration by sugar syrups using one-dimensional and two-dimensional high-resolution nuclear magnetic resonance[J]. *J Agric Food Chem*, 2010, 58(15): 8495-8501.
- [9] Tosun M. Detection of adulteration in honey samples added various sugar syrups with  $^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$  isotope ratio analysis method[J]. *Food Chem*, 2013, 138(2-3): 1629-1632.
- [10] GB/T 18932.1-2002 蜂蜜中 C-4 植物糖含量测定方法 稳定碳同位素比率法[S]. GB/T 18932.1-2002 Method for the determination of C-4 plant sugars in honey-Stable carbon isotope ratio method[S].
- [11] 王艳, 吴斌, 张晓燕, 等. 示差折光-液相色谱法测定蜂蜜中  $\beta$ -呋喃果糖苷酶残留量[J]. *分析化学*, 2012, 40(10): 1602-1606. Wang Y, Wu B, Zhang XY, *et al.* Determination of  $\beta$ -fructofuranosidase by liquid chromatography with refractive index detector[J]. *Chin J Anal Chem*, 2012, 40(10): 1602-1606.
- [12] 陈廷登, 林夕慧. 大米糖浆制造及应用[J]. *浙江工业大学学报*, 2005, 33(5): 576-578. Chen TD, Lin XH. Study on the manufacture of rice syrup and its application in brewing[J]. *J Zhejiang Univ Technol*, 2005, 33(5): 576-578.
- [13] 李兴革, 李志江, 牛广财, 等. 利用糖化酶水解马铃薯淀粉生产糖浆的工艺研究[J]. *中国酿造*, 2010, 219(6): 59-62. Li XG, Li ZJ, Niu GC, *et al.* Syrup production technology with saccharifying enzyme hydrolysis of potato starch[J]. *China Brew*, 2010, 219(6): 59-62.
- [14] Serrano S, Espejo R, Villarejo M, *et al.* Diastase and invertase activities in Andalusian honeys[J]. *Int J Food Sci Tech*, 2007, 42(1): 76-79.
- [15] 章彬佳, 程春生, 胡福良. 蜂蜜中几种常见酶的研究进展[J]. *蜂蜜杂志*, 2007, 28(6): 11-13. Zhang BJ, Cheng CS, Hu FL. The research progress of several common enzyme in honey[J]. *Chin J Bee*, 2007, 28(6): 11-13.
- [16] Buckow R, Heinz V, Knorr D. Two factional model for evaluating the activity of glucoamylase from aspergillus niger under combined pressure and temperature conditions[J]. *Food Bioprod Proc*, 2005, 83(C3): 220-228.
- [17] 史建国, 周风臻, 杨明慧, 等. 用葡萄糖酶电极法测定葡萄糖淀粉酶活性的研究[J]. *生物工程学报*, 1996, 12(S1): 226-231. Shi JG, Zhou FZ, Yang MH, *et al.* Study on the determination of glucoamylase with glucose enzyme electrode [J]. *Chin J Biotech*,

- 1996, 12(S1): 226–231.
- [18] GB 8276-2006 食品添加剂 糖化酶制剂[S].  
GB 8276-2006 Food additive-glucoamylase preparation[S].
- [19] Sutthirak P, Dharmsthiti S, Lertsiri S. Effect of glycation on stability and kinetic parameters of thermostable glucoamylase from *Aspergillus niger*[J]. *Process Biochem*, 2005, 40(8): 2821–2826.
- [20] 费晓庆, 吴斌, 沈崇钰, 等. 蜂蜜中外源性  $\gamma$ -淀粉酶残留量的测定[J]. *色谱*, 2012, 30(8): 777–781.  
Fei XQ, Wu B, Shen CY, *et al.* Determination of exogenous  $\gamma$ -amylase residue in honey [J]. *Chin J Chromatogr*, 2012, 30(8): 777–781.

- [21] 吴俊明. 食品化学[M]. 北京: 科学出版社, 2004.  
Wu JM. *Food Chemistry*[M]. Beijing: Science Press, 2004.

(责任编辑: 张宏梁)

## 作者简介

费晓庆, 工程师, 主要研究方向为食品检测和食品掺假鉴定研究。  
E-mail: dii01208@163.com

---

## “水产品加工与贮藏”专题征稿

水产品腐败变质的原因主要是水产品本身带有的或贮运过程中污染的微生物, 在适宜条件下生长繁殖, 分解鱼体蛋白质、氨基酸、脂肪等成分产生有异臭味和独行的物质, 致使水产品腐败变质, 丧失食用价值, 这不仅造成巨大的经济损失, 而且威胁到人们的生命健康。因此, 以杀死微生物为目标的杀菌技术, 一直是水产品加工行业以及整个食品行业共同关注的问题。水产品加工不同于其他食品, 不仅要求保持水产品原有的风味和色泽, 还要具有良好的口感和质地, 因此水产品的加工与贮藏技术影响着整个水产工业的发展。

鉴于此, 本刊特别策划了“水产品加工与贮藏”专题, 由渤海大学**励建荣教授**担任主编, 围绕**水产品保鲜加工技术、水产品加工副产物的综合利用、海洋生物活性物质的提取分离机活性鉴定研究、功能性保健食品和海洋药物的研制、水产品的质量安全研究和风险评估**等或您认为本领域有意义的问题展开讨论, 计划在 2014 年 12 月出版。

本刊编辑部和励教授欢迎各位专家为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述、实验报告、研究论文均可, 请在 2014 年 11 月 20 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

投稿方式:

网站: [www.chinafoodj.com](http://www.chinafoodj.com)

E-mail: [tougao@chinafoodj.com](mailto:tougao@chinafoodj.com)

《食品安全质量检测学报》编辑部