

清爽型黄酒中总糖测定方法比较

李军鹏, 苏其美, 冯举耀, 邓德忠

(湖北楚园春酒业有限公司, 湖北 宜昌 444200)

摘要: 分别用亚铁氰化钾滴定法、硫酸苯酚法、3,5-二硝基水杨酸比色法(DNS法)测定清爽型黄酒中的总糖,并对测定结果及精确度进行分析。结果表明,3种方法中3,5-二硝基水杨酸比色法与亚铁氰化钾滴定法的测定结果无显著差异,而且其精确度最高。

关键词: 分析检测; 测定方法; 清爽型黄酒; 总糖

中图分类号:TS262.4;TS261.4;TS261.7 文献标识码:B 文章编号:1001-9286(2010)05-0102-02

Comparison of the Determination Methods of Total Sugar in Light Yellow Rice Wine

LI Jun-peng, SU Qi-mei, FENG Jun-yao and DENG De-zhong

(Hubei Chuyuan Chun Winery Co.Ltd., Yichang, Hubei 444200, China)

Abstract: Total sugar in light yellow rice wine was determined by potassium ferricyanide titration, phenol-sulfuric acid method and 3,5-dinitrosalicylic acid colorimetry (DNS colorimetry) respectively and the determination results and the determination accuracy of the three methods were analyzed. The experimental results showed that there was no significant difference in the determination results between DNS colorimetry and potassium ferricyanide titration and the accuracy of DNS colorimetry was the highest among the three methods.

Key words: analysis determination; determination methods; clean yellow rice wine; total sugar

清爽型黄酒是以稻米、蚕米等为原料,用酒曲、酶制剂和酵母为糖化发酵剂,经蒸煮、糖化、发酵,也可根据生产需要在酿造过程中除加糖化发酵剂外,还可以添加符合国家规定的药食兼用的植物物料进行混合发酵,经压榨、澄清、过滤、煎酒、贮存、勾兑而成酿造原汁酒,香气清雅,口味清爽^[1]。黄酒中总糖含量是决定黄酒等级的重要指标之一^[2]。

总糖的测定方法较多,廉爱农法、亚铁氰化钾滴定法、硫酸-苯酚法、蒽酮比色法、3,5-二硝基水杨酸比色法等方法是利用酸水解法使没有还原性的双糖和多糖彻底水解成有还原性的单糖,利用还原糖的测定方法来测总糖的含量,气相色谱法和高效液相色谱法不但可测定各种糖的总量,而且能分别测定糖的组成。现行中华人民共和国标准中对黄酒总糖的测定方法分别为廉爱农法(适用于甜型和半甜型)和亚铁氰化钾滴定法(适用于干型和半干型)^[2]。传统的干型、半干型黄酒具有幽雅的香气和清爽的口感与国际酒类流行趋势的清爽型口味相符,深受广大消费者的喜爱^[3-4]。测定干型、半干型黄酒的亚铁氰化钾滴定法受样品处理、实验温度和滴定速度的影响,

对判断所产黄酒的类型产生较大的影响^[5],而目前测定总糖使用较广的是3,5-二硝基水杨酸比色法和硫酸苯酚法,这两种方法的精确度较高,测定成本较低。因此,本试验以清爽半干型黄酒为材料,采用亚铁氰化钾滴定法、硫酸苯酚法、3,5-二硝基水杨酸比色法对黄酒中总糖含量进行测定和比较,以期选择出一种快速、成本低的测定方法,为实际生产提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料

实验材料为清爽半干型黄酒,由湖北楚园春酒业有限公司提供。

1.2 方法

1.2.1 测定方法

①亚铁氰化钾滴定法:参照GB/T13662—2008中干型、半干型黄酒总糖的测定^[2]。

②硫酸-苯酚法:吸取试样5.0 mL于100 mL容量瓶中,加蒸馏水30 mL和6 mol/L盐酸5.0 mL,置于68~70℃水浴中加热水解15 min,冷却后,加入1 g/L甲基红

基金项目:湖北宜昌远安维生素黄酒科技攻关项目。

收稿日期:2010-03-02

作者简介:李军鹏(1983-),男,硕士研究生,研究方向为黄酒品质控制。

指示液 2 滴,用 200 g/L 的氢氧化钠溶液中和至红色消失,加水定容至 100 mL,摇匀用滤纸过滤后作为试样水解液备用;取水解液 1.0 mL,以蒸馏水补至 2.0 mL,然后加入 6% 苯酚 1.0 mL 及浓硫酸 5.0 mL,摇匀冷却至室温以后,于 490 nm 测光密度,以 2.0 mL 水按同样显色操作作为空白,利用标准曲线的回归方程 $y=7.185x-0.0022$, $r^2=0.9990$, 式中 y 为吸光值, x 为总糖量, 每个样品做 5 次重复, 求出样品中总糖含量。

③3,5-二硝基水杨酸比色法: 样品水解液的备用同硫酸苯酚法, 吸取水解液 1.0 mL, 加入 3,5-二硝基水杨酸试剂 2.0 mL, 沸水浴 2 min, 取出后用流动水迅速冷却, 各加入蒸馏水 9.0 mL, 摇匀, 在 540 nm 波长处测定光吸收值, 利用标准曲线的回归方程 $y=0.4443x-0.0107$, $r^2=0.9993$, 式中 y 为吸光值, x 为总糖量, 每个样品 5 次重复, 求出样品中总糖含量。

1.2.2 回收率试验

在已知总糖含量的 100 mL 清爽型黄酒中精确地加入烘干的标准葡萄糖 5 mg, 并将加标样品在恒温下搅拌 30 min, 再进行 5 次重复测定。

计算公式:

$$\text{回收率} = \frac{\text{加标准试样测定值} - \text{试样测定值}}{\text{加标量}} \times 100\%$$

1.2.3 数据处理

采用 SAS 软件中的新复极差法分析差异显著性。

2 结果与分析

2.1 3 种方法测定黄酒的总糖含量

表 1 列出了采用 3 种测定方法分别进行 5 次重复测定清爽型黄酒中总糖含量的测定结果。对表 1 中的数据进行分析可知, 3,5-二硝基水杨酸法与亚铁氰化钾法对清爽型黄酒总糖含量的测定结果差异不显著 ($P > 0.01$), 而硫酸-苯酚法与亚铁氰化钾法存在差异 ($P < 0.01$)。3,5-二硝基水杨酸法测定的清爽型黄酒中总糖含量最大, 其次是亚铁氰化钾法的测定结果, 硫酸-苯酚法的测定结果最小。

2.2 3 种测定方法的回收率

测定方法是否准确可靠, 可以通过回收率来反映。表

表 1 3 种测定方法测定的黄酒总糖含量 (g/L)

方 法	重 复					平均 值
	1	2	3	4	5	
亚铁氰化钾法	18.80	18.90	18.85	18.90	18.95	18.88
硫酸-苯酚法	17.90	17.90	17.55	17.20	17.20	17.55
3,5-二硝基水杨酸法	19.05	19.09	19.11	19.14	19.06	19.09

2 列出了 3 种方法进行回收率试验的测定结果。表 2 结果表明, 3 种测定方法的回收率存在差异, 硫酸-苯酚法的回收率与亚铁氰化钾法的回收率之间差异显著 ($P < 0.01$), 3,5-二硝基水杨酸法和亚铁氰化钾法的回收率之间差异不显著 ($P > 0.01$), 其中 3,5-二硝基水杨酸法的回收率最接近 100%, 说明其测定清爽型黄酒中总糖含量的准确性更高。

表 2 3 种测定方法的总糖回收率

处 理	总糖回收率 (%)					
	1	2	3	4	5	平均 值
亚铁氰化钾法	96.81	97.15	96.94	97.08	96.87	96.97
硫酸-苯酚法	94.57	94.46	94.78	94.60	94.65	94.61
3,5-二硝基水杨酸法	97.15	97.14	97.16	97.20	97.18	97.16

3 讨论

3 种方法中, 硫酸-苯酚法较简便, 3,5-二硝基水杨酸法次之, 亚铁氰化钾法滴定时必须保持斐林试剂呈沸腾状态, 且要注意滴定速度的把握。但是 3,5-二硝基水杨酸法与亚铁氰化钾法的测定结果差异不显著, 而且此法的回收率最接近 100%, 所以, 用 3,5-二硝基水杨酸法测定清爽型黄酒中总糖是目前工业化生产判断黄酒类型的一种快速、成本低的测定方法。

参考文献:

- [1] 汪建国. 对清爽型黄酒风味的认识和探讨[J]. 中国酿造, 2007, (11): 48-50.
- [2] GB/T13662—2008, 黄酒[S].
- [3] 都海渤, 王异静. 黍米在清爽型红随黄酒中的应用[J]. 酿酒, 2008, 35(2): 100-101.
- [4] 汪建国, 沈玉根, 陆伟杰, 等. 同里红清爽型功能黄酒的工艺开发与创新[J]. 酿酒, 2008, 35(3): 71-73.
- [5] 姚正堂, 蒋已峰, 都宇红. 黄酒中总糖的铁氰化钾滴定测定法[J]. 职业与健康, 2007, 23(6): 422-423.

郎酒集团向玉树地震灾区捐款 2000 万元

本刊讯: 2010 年 4 月 14 日, 青海玉树地震发生后, 四川郎酒集团一直在关注着灾区同胞的安危。20 日, 郎酒集团慷慨解囊, 通过民政部为青海地震灾区捐赠款项 2000 万元, 为玉树兄弟姐妹奉献郎酒人的一片爱心, 尽企业的一份力量, 帮助灾区人民战胜困难。

灾害无情人有情, 同心同德中国郎! 时时刻刻都在关注灾区灾情的郎酒集团董事长汪俊林表示, 在国家和人民群众需要的时候, 企业一定要尽到企业公民的职责, 全力支持受灾地区重建家园和恢复生产, 用实际行动践行品牌企业的社会责任, 为构建和谐社会的贡献一份力量。(小小)