

分光光度法测定苹果酒中的高级醇

甄会英,王 颖,李长文,张 伟,袁 丽

(河北农业大学食品科技学院,河北 保定 071001)

摘 要: 利用分光光度法测定苹果酒中的高级醇,检测波长 477 nm,以标准曲线法定量,测得相对标准偏差为 2.0313,回收率为 103.632%,具有操作简便、快捷、精密度好、准确度高的特点。

关键词: 苹果酒; 高级醇; 分光光度法

中图分类号:TS262.7;O657.3 文献标识码:B 文章编号:1001-9286(2005)05-0104-03

Determination of Higher Alcohols in Cider by Spectrophotometry

ZHEN Hui-ying, WANG Jie and LI Chang-wen et al.

(Food Science & Technology College of Hebei Agriculture University, Baoding, Hebei 071001, China)

Abstract: Spectrophotometry was applied in the determination of higher alcohols in cider: determination wavelength as 477 nm, quantification by standard curve method, relative standard deviation measured as 2.0313, and recovery rate as 103.632%. Such technique had the advantages of simple and rapid operation and high accuracy and precision. (Tran. by YUE Yang)

Key words: cider; higher alcohols; spectrophotometry

苹果酒中的高级醇主要有正丙醇、正丁醇、异丁醇、戊醇、异戊醇、活性戊醇、辛醇、 β -苯乙醇、色醇、酪醇等^[1],是苹果酒中的主要香味物质。高级醇浓度与苹果酒的口感、品质有很大的关系,如异丁醇、异戊醇呈苦、涩味,适量的异丁醇、异戊醇、正丙醇赋予苹果酒以醇厚感,但含量过高也会给苹果酒带来不愉快的口感^[2]。另外,高级醇含量过高还对人体有毒害作用,这一点已引起了酒类生产者和消费者的高度重视。鉴于高级醇在苹果酒中的重要性,测定苹果酒中高级醇的含量,对于提高苹果酒的质量和风味有着很重要的意义。

目前,高级醇的测定方法主要有分光光度法和气相色谱法,但气相色谱法测定成本较高。分光光度法一般采用国标中白酒的检测方法,但对于该方法的检测波长有不同的报道,黄伟坤^[3]等认为在 520~543 nm 有最大吸收峰,徐文华等^[4]报道在 495 nm 处有最大吸收峰,针对以上情况,本文拟对显色后的高级醇标准溶液和苹果酒样进行可见光区的全波长扫描,以确定其检测波长,采用标准曲线法定量,并对测定结果的重现性和准确度及测定中需注意的问题进行讨论。

1 材料与方法

1.1 主要仪器及试剂

收稿日期:2004-11-30

作者简介:甄会英(1974-),女,河北人,在读硕士,研究方向为果蔬加工原理与技术,发表论文数篇。

UV755B 型分光光度计,上海精密科学仪器有限公司。

异戊醇、异丁醇、无水乙醇、浓硫酸、盐酸间苯二胺、对二甲氨基苯甲醛均为分析纯。

1.2 样品制备

取 50 mL 苹果酒,用酒精蒸馏器在电炉上蒸馏,收集馏出液 49~50 mL,混匀后测定。

1.3 检测波长的测定

高级醇(正丙醇除外)经浓硫酸脱水后,转为不饱和烃,与对二甲氨基苯甲醛发生缩合反应,生成紫红色化合物,该化合物在一定波长范围内有最大吸收峰,并在杂醇油浓度低于 60 mg/L 范围内遵守比尔定律,可用于杂醇油的定量测定。

分别取 5 mL 标样和 5 mL 样品显色后进行可见光区的全波长扫描。

1.4 标准溶液的制备

1.4.1 无甲醇乙醇制备

取无水乙醇(分析纯)200 mL,加入 0.25 g 盐酸间苯二胺,在沸水浴中回流 2 h,然后蒸馏,收集中间馏分 100 mL,按照显色步骤操作至不显色即得无杂醇油乙醇。

1.4.2 无杂醇异戊醇、异丁醇制备

分别取分析纯的异戊醇、异丁醇各 50 mL,在沸水浴中蒸馏,收集中间馏分各 25 mL。

1.4.3 高级醇标准使用液的配制

根据预先用气相色谱法测定的苹果酒中异丁醇和异戊醇的比例,确定标准溶液中异丁醇:异戊醇为 1:4。气相色谱测定结果见表 1。

表 1 苹果酒中异丁醇和异戊醇含量 (mg/L)

高级醇	异丁醇	异戊醇
	83.4707	354.0149
	83.4309	354.0149
测定值	84.2678	356.9943
	83.1120	350.3688
	84.0885	352.8065
平均值	83.6740	353.6399
标准偏差	0.4849	2.3942
变异系数(%)	0.2169	1.0707

向 100 mL 容量瓶中加入无杂醇油乙醇 50 mL,异戊醇 1.04 mL,异丁醇 0.26 mL,加水定容至 100 mL,置于低温保存。

从以上溶液中取 1 mL 加入 100 mL 容量瓶中,加水定容至 100 mL,即得 1 mL 相当于 0.1 mg 的高级醇标准使用液。

1.5 杂醇油标准曲线的测定

在 10 mL 比色管中,按表 2 参数加入各溶液。

表 2 系列高级醇标准液

编 号	0	1	2	3	4	5
高级醇标准使用液 (mL)	0.0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
0.1mg/mL (mg)	0.00	0.02	0.04	0.06	0.08	0.10
水 (mL)	2.0	1.8	1.6	1.4	1.2	1.0

将比色管置于冰水浴中冷却,以较慢的速度,沿倾斜的比色管壁准确加入 4 mL 0.5% 对二甲氨基苯甲醛浓硫酸溶液,摇匀。将比色管置于沸水浴中,加热显色 20 min,取出迅速在冰水浴中冷却,用水定容至 10 mL,摇匀,随即进行比色测定。

在最大吸收波长下测定吸光度,绘制标准曲线,求得标准方程,并且对方程进行回归分析并计算其相关系数。

1.6 酒样的显色处理

吸取 5 mL 按 1.2 处理的酒样,加水定容至 50 mL。吸取适量酒样稀释液 5 mL,置于 50 mL 的容量瓶中,加水至 10 mL,将容量瓶置于冷水浴中冷却,以较慢的速度,沿倾斜的壁准确加入 20 mL 0.5% 对二甲氨基苯甲醛浓硫酸溶液,摇匀。将比色管置于沸水浴中,加热显色 20 min,取出迅速在冰水浴中冷却,用水定容至 50 mL,摇匀,立即进行比色测定,进而由回归方程求出高级醇

的含量。

1.7 定量测定

采用标准曲线法,依据高级醇标准溶液的高级醇含量和显色后的吸光度值绘制标准曲线,利用线性方程计算定量结果。

2 结果与分析

2.1 检测波长的确定

可见光区全波长扫描结果见图 1。

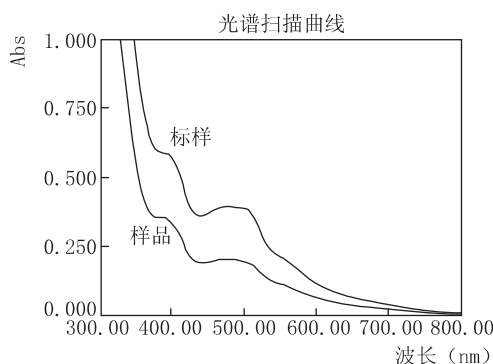


图 1 显色反应的吸收光谱图

根据扫描结果,标准溶液显色后在 477 nm 处有最大吸收峰。

2.2 标准曲线的绘制

采用 1.5 的方法绘制杂醇油标准曲线,结果见图 2,其回归方程为:

$$y=0.00977x -0.0849 \quad R=0.9994$$

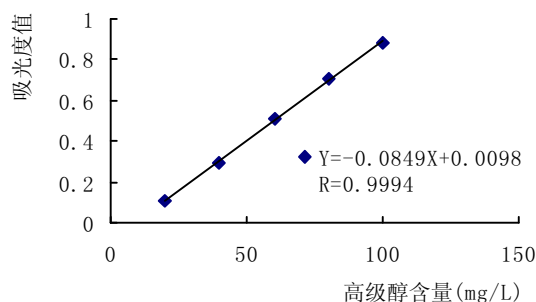


图 2 高级醇标准曲线

注:Y 为吸光度值,X 为高级醇含量 (mg/L);线性范围为 20~100 mg/L。

2.3 测定方法的精密度 (重现性)

测定方法的精密度 (重现性)主要由变异系数来表示,变异系数在 10% 以下,说明方法的精密度高,即重现性好。因此,用同一样品进行平行试验,经过比色测定,测定结果及标准差和变异系数见表 3。

表 3 比色法测定高级醇精密度

测定值 (mg/L)	平均值	标准偏差	变异系数
366.33 370.42 365.30 358.14 367.35	365.508	4.542	2.031

由表3可以看出,相对标准偏差为2.0313,该方法的精密度较高。

2.4 测定方法的回收率

为了确定该方法的准确度,进行了回收率试验。采用对二甲氨基苯甲醛比色法测定某一发酵液中的杂醇油含量作为本底量(mg/L),在本底量的基础上加入浓度为0.1 mg/mL标准杂醇油溶液(异丁醇与异戊醇1:4混合)0.2 mL,测定加标后酒样高级醇含量,计算加标后回收率,结果见表4。

表4 比色法测定杂醇油的回收率(n=5)

本底量 (mg/L)	标准加入量 (mg)	标准回收量 (mg)	回收率 (%)	RSD (%)
442.780	0.020	0.019	103.632	0.041

由表4可知,比色法平均回收率为103.632%,可见,该方法回收率较高。

3 讨论

3.1 操作时,可以通过气相色谱分析异丁醇和异戊醇比例,以此为依据配制标准溶液,使标准溶液的组成和比例与样品接近。

3.2 硫酸-对二甲氨基苯甲醛溶液必须沿管壁缓慢加入,确保加入后不立即反应,然后各管同时摇匀,尽可能使各管同时反应。

3.3 该显色反应不是高级醇的特效反应,酒样中可能含有的醛、缩醛、酮和萜类等因在浓硫酸作用下也能脱水生成不饱和烃的化合物而干扰醇的测定。因此瞬间温

度不能过高,把各比色管放入冰水浴中冷却后再加入硫酸-对二甲氨基苯甲醛溶液,各管摇匀操作必须在冰水浴中进行。另外,显色结束加水定容后,摇匀操作也会使瞬间温度升高,因此也须在冰水浴中进行。

3.4 试样处理后,要立即进行测定,否则会降低准确度。

3.5 此方法对温度要求较严格,受温度影响较大,所以要经常重做标准溶液,以消除温度变化对被测试样的影响。

3.6 另外,回收率测定中标准溶液组成为异丁醇和异戊醇,因此,该方法只对该两种醇测定准确度较高(酒样中其他高级醇含量较少),而酒样中高级醇含量过高时,其毒性和苦涩味的来源也主要是这两种醇。因此,对于一般的分析检测,这种方法已满足需要,是一种较经济、简便的方法。而如果需要检测高级醇中含量较少的直链组分如正丙醇、正丁醇等,或要了解各组分的分布情况,则有条件的地方最好采用气相色谱法。

参考文献:

- [1] 汪江波,郭健.啤酒酿造过程中的高级醇[J].湖北工学院学报,2003,(3):75-77.
- [2] 丁祥庆.对白酒中杂醇油含量的看法[J].酿酒科技,1983,(1):9-14.
- [3] 黄伟坤.食品检验与分析[M].北京:中国轻工业出版社,1989.
- [4] 徐文华,潘承荣,张传云.对二甲氨基苯甲醛比色法测定酒中杂醇油的改进[J].中国公共卫生,1997,(2):69.

“安琪超级酿酒酵母及其应用技术”通过专家鉴定



超级酿酒酵母鉴定会

本刊讯:“安琪超级酿酒酵母的研制及其在酒精浓醪发酵中的应用”于2005年4月19日通过了湖北省科技厅组织的专家鉴定。专家组认为:“安琪超级酿酒酵母的研制及其在酒精浓醪发酵中的应用”为国内首创,达到国际先进水平。

安琪酵母股份公司于初建开始,一直致力于为酿酒行业服务,积极参与和推动酿酒行业的技术进步,先后开发了耐高温酿酒高活性干酵母等系列酿酒用产品,产生了巨大的社会效益和经济效益。耐高温酿酒高活性干酵母、黄酒酵母均为国家科技成果推广计划,耐高温酿酒高活性干酵母及其应用技术的推广被评为国家科技进步奖。

2002年,针对我国酒精行业迅猛发展对技术进步的迫切需求,安琪公司确定了酒精浓醪发酵技术的研究开发课题,2003年研制成功了超级酿酒酵母及其应用技术。在国内众多酒精厂的支持下,应用推广收到了很好的效果。

专家们认为,超级酿酒酵母选用的菌株YY具有耐高温、耐乙醇等特点,是一株优良的酒精发酵酵母菌株。超级酿酒酵母产品既保留了活性干酵母的优良性能,同时又改善了

了发酵醪液的营养状态,增强了酵母的酒精耐受性,有效地提高了产酒精能力,具有创新性。

超级酿酒酵母的酒精浓醪发酵工艺先进合理,所选择的同步糖化发酵技术,能够降低染菌的机会,减少渗透压对酵母生长、发酵的影响,使酒精浓醪发酵的大规模工业化生产成为现实。

该产品使用简便,适用范围广,具有发酵活性强、产酒精浓度高、发酵周期短、生产稳定等特点,能够显著提高设备利用率,降低能耗和酒精生产成本,减少废物排放,具有显著的经济效益和社会效益。

若以全国300万吨酒精年产量的1/2采用安琪超酒来测算,平均发酵酒度提高20%来计算,吨酒精减少配料用水1.3~1.8吨,减少蒸馏废液30%,减少耗汽0.2~0.3吨,DDGS成本降低以80元计,可减少配料水220万吨,减少蒸馏废液260万吨,减少耗汽40万吨,降低DDGS成本9600万元,为行业带来14000万元的经济效益。同时,由于资源消耗的减少、废物排放的降低,将产生很大的社会效益。(单雨)