

## 果汁饮料中还原糖快速测定技术的研究\*

马耀宏<sup>1,2</sup> 史建国<sup>1,2</sup> 杨俊慧<sup>1</sup> 张利群<sup>1</sup> 杨艳<sup>1</sup> 孟庆军<sup>1</sup>

1(山东省科学院中日友好生物技术研究中心, 济南, 250014)

2(山东大学生命科学院, 济南, 250010)

**摘 要** 采用还原糖测定仪法和手工斐林试剂法测定果汁饮料中的还原糖含量。结果表明, 还原糖测定仪法标准偏差、变异系数均小于直接滴定法, 其回收率为 98.4%。说明采用还原糖测定仪法测定, 数据的稳定性好, 重现性好, 测定结果的精密度好, 准确度高, 是目前测定果汁饮料中还原糖含量的一种理想方法。

**关键词** 还原糖, 斐林试剂法, 果汁饮料, 还原糖测定仪

还原糖是果汁及饮品中最重要的参数之一, 其含量的多少是水果原汁的表征指标。该指标是衡量果汁饮品中原果汁含量多少, 以及鉴别果汁饮品真伪的重要参数。因此快速准确测定果汁饮品中的还原糖, 对果汁饮品的质量控制、果汁饮料的食品安全及果汁饮品质量体系标准建立具有重要的意义。果汁饮品中的还原糖主要来自水果原汁中的果糖、葡萄糖、山梨糖醇等<sup>[1]</sup>。国内目前大多采用手工斐林试剂方法测定, 也有报道采用高效液相色谱、气相色谱、超声波检测<sup>[2,3]</sup>, 但尚无全自动测定果汁饮品中还原糖的报道。本研究采用还原糖测定仪测定果汁饮品中还原糖。该测定仪是根据斐林试剂法测定还原糖的原理建立的一种还原糖的测定系统, 由自动控制系统控制反应温度、搅拌力度、滴定速度等测定条件, 并自动将生化反应信号转化为电信号, 快速完成还原糖的测定。仪器法同手工斐林试剂测定法相比, 具有快速、准确、简单等特点, 测定时间仅需 3 min, 是目前测定果汁饮料中还原糖含量的一种理想方法。

## 1 材料与方法

### 1.1 实验材料

#### 1.1.1 测试材料

某品牌 100% 苹果汁、100% 橙汁、橙汁饮料(市售)。

#### 1.1.2 试剂

斐林甲液:  $\text{CuSO}_4$  35.0 g, 1% 次甲基兰 5 mL, 定容至 1 000 mL。

斐林乙液:  $\text{NaOH}$  126.4 g, 酒石酸甲钠 117.0 g,

亚铁氰化钾 9.4 g, 定容到 1 000 mL。

1.00% 标准葡萄糖溶液: 准确称取 10.0 g 烘干葡萄糖, 定容至 1 000 mL。

0.30% 标准葡萄糖溶液: 准确称取 3.0 g 烘干葡萄糖, 定容至 1 000 mL。

#### 1.1.3 样品

(1) 用移液管准确量取 20.00 mL 100% 橙汁至 100 mL 容量瓶, 加蒸馏水定容。配置成稀释 5 倍的 100% 橙汁稀释液。

(2) 用移液管准确量取 20.00 mL 100% 苹果汁至 100 mL 容量瓶, 加蒸馏水定容。配置成稀释 5 倍的 100% 苹果汁稀释液。

(3) 用移液管准确量取 50.00 mL 橙汁饮料至 100 mL 容量瓶, 加蒸馏水定容。配置成稀释 2 倍的橙汁饮料稀释液。

## 1.2 实验方法

### 1.2.1 传统斐林试剂法

#### 1.2.1.1 空白试验

取斐林甲乙液各 5 mL 于 250 mL 三角瓶中加水 10 mL, 并预先加入 20 mL 0.1% 标准葡萄糖溶液, 混合后于电炉上加热, 使溶液在 2 min 内沸腾, 以每分钟 20 滴的速度滴定至兰色刚好消失, 记录体积。

#### 1.2.1.2 样品滴定

取斐林试液各 5 mL, 加入样品及适量 0.1% 标准葡萄糖溶液, 使其接近终点, 以下操作如空白样的操作。滴定时应用 0.1% 标准葡萄糖溶液以不超过 1 mL 为宜, 否则应另取样重做。根据滴定液的体积计算还原糖含量。

### 1.2.2 还原糖测定仪法

仪器由山东省科学院中日友好生物技术研究中心提供<sup>[4]</sup>。操作步骤:

第一作者: 硕士, 副研究员(史建国为通讯作者)。

\* 山东省科技厅资助项目(No. 200387)

收稿日期: 2006-03-30

接通电源(220V), 进入待机状态。

(1) 开机: 按“开/关”键, 自动启动程序。仪器自动进行空白对照测定, 完成对照测定后自动进入定标程序, 试剂泵启动后, 用微量注射器将标准品注入反应池, 完成后仪器自动定标;

(2) 测定: 定标后仪器自动进入测定程序。试剂泵启动后, 用微量注射器将待测样品注入反应池,

自动完成还原糖测定并打印。

2 结果与分析

2.1 精密度试验

采用还原糖测定仪法和手工斐林试剂法同时测定 3 种果汁样品稀释液的还原糖含量, 每个样品进行 8 次平行测定。结果见表 1、表 2 和表 3。

表 1 100%橙汁精密度试验结果

项 目	斐林试剂滴定方法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$								还原糖测定仪法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$							
次 数	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	7	8
测定值	5.02	5.10	5.16	4.89	5.09	5.13	5.10	5.02	5.00	5.01	5.02	5.00	5.01	4.99	5.01	5.04
平准值	5.06								5.01							
标准偏差 S	0.085								0.015							
变异系数	0.016 8								0.002 9							

表 2 100%苹果汁精密度试验结果

项 目	斐林试剂滴定方法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$								还原糖测定仪法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$							
次 数	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	7	8
测定值	7.02	7.10	6.86	6.89	6.99	7.18	7.10	7.02	7.04	7.06	7.04	7.08	7.05	7.07	7.06	7.05
平准值	7.020								7.056							
标准偏差 S	0.108 1								0.014							
变异系数	0.015 4								0.002 0							

表 3 橙汁饮料精密度试验结果

项 目	斐林试剂滴定方法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$								还原糖测定仪法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$							
次 数	1	2	3	4	5	6	7	8	1	2	3	4	5	6	7	8
测定值	2.32	2.13	2.15	2.09	2.20	2.13	2.05	2.11	2.18	2.17	2.15	2.16	2.16	2.17	2.15	2.18
平准值	2.147 5								2.165							
标准偏差 S	0.082 2								0.012							
变异系数	0.038 2								0.005 5							

表 1、表 2 和表 3 的统计数据显示, 100% 橙汁中所含的还原糖含量是橙汁饮料中的还原糖含量的 2 倍。可以看出, 还原糖含量是果汁重要表征参数。同时, 统计数据显示还原糖滴定仪法测定的标准偏差和变异系数均小于手工斐林试剂滴定方法, 并且还原糖测定仪法测定 3 种样品时的标准偏差相差较小。表明还原糖测定仪法测定结果准确度和精密度高。

2.2 回收率试验

准确量取 10.00 mL 100% 橙汁待测样品于 100 mL 容量瓶中, 加蒸馏水定容。配置成稀释 10 倍样品稀释液。同时准确量取 10.00 mL 100% 橙汁和 0.500 0 g 无水葡萄糖标准样品于 100 mL 容量瓶, 加蒸馏水定容至 100 mL。配置成加样样品。用 2 种方法对加样样品和未加样样品进行测定, 计算加入葡萄糖的回收率, 结果见表 4。

表 4 回收率试验结果

项 目	斐林试剂法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$					还原糖测定仪法/ $\text{g}\cdot(100\text{ mL})^{-1}$				
次 数	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5
测定结果	0.98	0.96	0.98	0.95	0.94	1.01	1.00	0.99	1.00	1.01
添加前浓度	0.51					0.51				
添加量	0.5					0.5				
回收率	90.4 %					98.4 %				

由表 4 可知, 斐林试剂法的回收率为 90.4 % ; 还原糖测定仪法的回收率为 98.4 % , 说明还原糖测定

仪法准确度高,测定结果可靠性强。

### 3 讨 论

(1)还原糖测定仪法和斐林试剂法测定结果的差异性不显著,说明2种方法都可用来测定果汁饮品的还原糖含量。

(2)还原糖测定仪法标准偏差(S)变异系数(CV)均小于直接滴定法,其回收率优于直接滴定法,说明还原糖滴定仪法,数据的稳定性好,重现性好,测定结果的精密性、准确度高。这是因为还原糖滴定仪恒定了斐林试剂滴定法测定还原糖的温度、搅拌力度、蒸发量、滴定速度等手工滴定中很难控制的参数<sup>[5]</sup>,同时滴定终点不受果汁饮料颜色等杂质的干扰。

(3)果汁及饮品中的还原糖主要来自水果原汁中的果糖、葡萄糖、山梨糖醇等,含量的多少是水果原汁

的表征指标。还原糖测定仪法能快速测定果汁及饮品中还原糖含量,该方法进一步推广应用必将对果汁及饮品的质量控制、果汁饮料的食品安全及果汁饮品质量体系标准建立具有重要的意义。

### 参 考 文 献

- 1 吴建中,唐书泽,孙 唏,等.果汁饮料中原果汁含量检测技术的现状[J].食品与发酵工业,2006,32(2):78~82
- 2 Legin A, Rudnitskay A, Vlaso Yuri, et al. Tasting of beverages using an electronic tongue [J]. Sensors and Actuators, 1997, B44:291~296
- 3 刘东红,叶兴乾,周向华,等.果汁和饮料中糖组分的超声检测研究[J].农业工程学报,2005,21(2):131~134
- 4 史建国,马耀宏,孟庆军,等.还原糖测定仪测定烟叶中还原糖的研究[J].烟草研究与管理,2003(1):30~31
- 5 赵 巍.影响食品中还原糖测定的因素[J].辽宁化工,2001,30(10):64~65

## Rapid Determination of Reducing Sugar in Fruit Juice and Drinks

Ma Yaohong Shi Janguo Yang Junhui Zhang Liquan

Yang Yan Men Qingjun

1(Chinese-Japan Friendship Biotechnology Research Center of Shandong Academy of Sciences, Jinan 250014, China)

2(Shandong University, Jinan 250010, China)

**ABSTRACT** Reducing sugar in fruit juice was determined with both analyzer and ordinary method of Fehling reagent. The results indicated that the analyzer could determine reducing sugar more accurately and rapidly.

**Key words** reducing sugar, Fehling reagent, fruit juice and drinks, reducing sugar analyzer

### 信 息 窗

### 热电创新分析仪器喜获3项年度新品奖

中国上海(2006年6月23日)——世界领先的分析仪器研发和制造商——热电公司近日在“2004~2005年度仪器新产品发布论坛”上荣获3项年度新品奖。获奖产品包括DFS高分辨双聚焦磁质谱、LTQ Orbitrap组合式质谱仪和iCAP-6000系列等离子体发射光谱仪。此次新品评选活动由中国分析仪器学会与仪器行业门户网站仪器信息网联合主办,以“聚焦仪器新品,促进科技创新”为主题,旨在帮助国内仪器用户、厂商及众多业内人士及时地了解2004~2005年间在中国市场上推出的仪器新品。

创新是热电公司的核心。通过用心倾听来自用户的声音,不断研发新产品以满足不同客户的需求,热电公司成功推出新产品的重要指标就是“产品活力指数”,即在过去2年中所生产的新产品收入占全年收入的百分比。目前,热电公司的产品活力指数从2003年的15%增加到了2005年的23%,2006年的目标是25%,对新产品、新技术研发的投入超过1.7亿美元,将帮助热电公司持续地推陈出新,保持技术上的领先地位。

此番获奖的三种产品正是依据“产品活力指数”成功推出新品的实例,均有其独到之处:DFS高分辨双聚焦磁质谱,采用了最新的离子光学理论,在要求10 000以上分辨率的二恶英分析和兴奋剂分析中成为灵敏度最高的质谱;LTQ Orbitrap组合式质谱仪大大提高了分辨率、质量精度、动态范围和灵敏度等性能,并且没有制冷剂的消耗,使质量分析器不需维护,是真正的高性能和低运行成本;iCAP-6000系列则是当今世界体积最小的等离子体发射光谱仪,具有最新的CID86检测器、光学系统,被广泛用于环境、石化、冶金、食品饮料、地球化学和水泥行业的普通和元素分析实验室。

欲获取更多信息,请浏览热电公司网站:www.thermo.com