

蒽酮-硫酸法测定蛋糕总糖含量的研究

竺巧玲*, 俞 薇

(宁波市鄞州区质量技术监督检测中心(宁波市鄞州区食品安全检测中心), 宁波 315100)

摘 要: **目的** 首次采用蒽酮-硫酸法测定蛋糕总糖含量, 建立蛋糕总糖测定的一种新方法。**方法** 采用蒽酮-硫酸法测定蛋糕总糖, 分别考察该方法的最佳测定波长、精密度、稳定性、重现性及加标回收率, 并与国家标准测得的结果进行比较评价。**结果** 最佳波长选择为 620 nm, 方法检出限为 0.032%, 精密度实验 RSD 为 1.72%, 重现性实验 RSD 为 2.07%, 平均回收率为 98.5%, 96.2%, 97.0%, 稳定性较好, 并与国家标准方法进行比较发现, 两法测定的结果基本一致, 差异无统计学意义。**结论** 该法具有简便快速、检出限低、准确度高、精密度高和重现性好的优势, 具备较高的实际应用价值, 可替代直接滴定法满足蛋糕总糖日常检测分析的要求。

关键词: 蛋糕; 总糖; 蒽酮-硫酸法

Determination of content of total sugar in cake by anthrone-sulfuric acid method

ZHU Qiao-Ling*, YU Wei

(Ningbo Yinzhou Measurement and Test Center for Quality and Technique Supervising (Food Safety Testing Center of Yinzhou District), Ningbo 315100, China)

ABSTRACT: **Objective** To establish a new method for determination of total sugar in cake by using the anthrone sulphuric acid for the first time. **Methods** Wavelength, precision, stability, repeatability and recovery rate were measured respectively by the anthrone-sulfuric acid method, and with the national standard of the measured results were compared to evaluate. **Results** The detection wavelength was 620 nm, the detection limit of the method was 0.032%, the RSD of precision experiment was 1.72%, the RSD of repeatability experiment was 2.07%, the average recovery rate was 98.5%, 96.2%, 97.0% respectively. This method had a good stability. Compared with the national standard method, these two measurement results were basically the same without statistically significant difference. **Conclusion** The method is simple and rapid, with low detection limit, accuracy, high precision and repeatability, and have a higher practical application value, which can replace the direct titration method to satisfy the analysis for cake total sugar daily inspection requirements.

KEY WORDS: cake; total sugar; anthrone sulfuric acid method

1 引 言

蛋糕是以鸡蛋、白砂糖、小麦粉为主要原料, 以牛奶、果汁、奶粉、香粉、色拉油、水, 起酥油、泡打粉为辅料, 经过搅拌、调制、烘烤后制成一种点心。

蛋糕中的总糖是重要的质量指标, 生活中会依据蛋糕中总糖的含量来评价其质量、营养以及风味。这主要是因为碳水化合物广泛存在于动植物体内, 是食品的主要成份之一, 人体行为所需要的能量主要由食物中的糖类提供。因此, 准确地测定蛋糕中的总糖

*通讯作者: 竺巧玲, 质量工程师, 主要研究方向为食品质量管理和食品安全检测。E-mail: 23743801@qq.com

*Corresponding author: ZHU Qiao-Ling, Quality Engineer, NingboYinzhou Measurement and Test Center for Quality and Technique Supervising(Food Safety Testing Center of Yinzhou District), No. 258, Huifeng East Road,Yinzhou District, Ningbo 315100. E-mail: 23743801@qq.com

含量对于蛋糕的营养评价和工艺方面有着十分重要的意义。目前总糖的测定方法有蒽酮-硫酸法、高效液相色谱法、直接滴定法、酶法等。国家标准测定蛋糕总糖采用 GB/T 20977-2007《糕点通则》^[1]附录 A 标准,直接滴定法(斐林氏容量法),此法操作复杂,准确度高,重现性好,但由于反应复杂,对操作人员要求较高。高效液相色谱法、酶法简便、快捷、准确,但需昂贵的仪器、多糖标准品及特定的酶,因此应用受限。蒽酮-硫酸法是利用组成多糖的单糖缩合反应而建立的比色法,其干扰因素多,重现性较直接法差,但操作简单,易于快速测定且无需精密仪器,应用比较广泛。目前,蒽酮比色法测定其他总糖的研究^[2-13]较多,而利用蒽酮比色法测定蛋糕总糖未见有相关文献报道,本研究采用蒽酮-硫酸法测定蛋糕总糖含量,同时优化测定条件,并与国家标准方法测得的结果进行比较,为建立新的蛋糕总糖测定方法提供一定的实验依据。

2 材料与方法

2.1 材料与仪器

紫外可见分光光度计(美国 Perkin Elmer 公司);电子天平(北京赛多利斯仪器系统有限公司);数显恒温水浴锅(江苏国华仪器有限公司);葡萄糖(分析用标准品 G116305 阿拉丁试剂有限公司);蒽酮(分析纯);硫酸(分析纯);移液管和容量瓶均为 A 级。

本实验所做蛋糕样品均购于宁波市某超市。

2.2 检测方法

2.2.1 蛋糕总糖提取工艺流程^[1]

称取粉碎后的蛋糕样品 0.25 g(精确至 0.0001 g),放入 100 mL 烧杯中,加 50 mL 实验室用水(通过 GB/T 6682-2008^[14]标准三级水验收,以下同)浸泡 30 min(浸泡时多次搅拌),慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液及 5 mL 亚铁氰化钾溶液,再过滤至三角瓶,在滤液中加入盐酸溶液(浓盐酸与实验室用水 1:1 混合)10 mL,置 70 °C 水浴中水解 10 min,取出迅速冷却后加酚酞指示剂 1 滴,用 20%氢氧化钠溶液中和至溶液呈微红色,转入 250 mL 容量瓶,加水至刻度,摇匀备用,此为待测液。

2.2.2 蛋糕总糖含量的测定-蒽酮-硫酸比色法^[15]

葡萄糖对照品溶液的制备:精密称取 105 °C 干燥至恒重的无水葡萄糖对照品 0.1 g,加适量实验室用水溶解,转移至 1000 mL 容量瓶中,加实验室用水

至刻度,摇匀,得 0.1 mg/mL 的对照品溶液,转移至试剂瓶中,备用。

吸光光度法:分别取 0.1 mg/mL 葡萄糖标准溶液 0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 于不同试管中,各以水补至 1.0 mL,然后加由 72%浓硫酸配制的 0.05%蒽酮溶液 5 mL,摇匀,沸水浴 15 min,放置 20 min 后用 1 cm 吸收皿于最大吸收波长下测吸光值,同时做空白实验。

样品总糖含量测定:取一定浓度的样品待测液 0.2 mL,补水至 1.0 mL,0.05%蒽酮溶液 5 mL,摇匀,沸水浴 15 min,放置 20 min 后于最大吸收波长下测吸光值。测得的吸光值代入回归方程,即可算出待测液中总糖的含量。按公式 $X=C \times V \times 100 / (m \times D \times 1000)$,其中 X 为样品的蛋糕总糖含量(%); C =待测液中总糖含量(mg); V =样品提取液的体积(mL); m =样品质量(g); D =取样体积(mL)。

3 结果与分析

3.1 最佳测定波长的确定

取标准使用液 0.5 mL 和蛋糕样品 A 待测液 0.2 mL 加蒽酮溶液显色后,以实验室用水为空白,用紫外可见分光光度计于 500~720 nm 波长范围内扫描,结果见图 1。

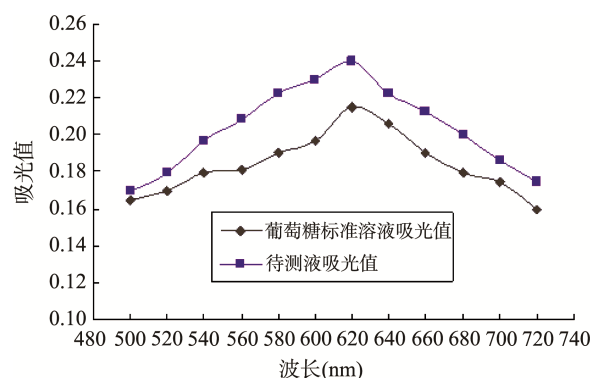


图 1 最佳测定波长的确定

Fig. 1 The determination of optimum wavelength

由图 1 可知,标准使用液与待测样品溶液在 620 nm 处均有最大吸收,所以选择 620 nm 作为测定波长。

3.2 标准曲线、回归方程与方法检出限

选取 620 nm 作为测定波长,以葡萄糖质量浓度为横坐标,以吸光值为纵坐标,绘制了标准曲线(图 2),得出回归方程为 $C=0.2441A_{620nm}+0.0001$, $r^2 =$

0.9999。由图发现, 在配制的浓度范围内(0.02~0.1 mg/mL)其浓度与吸光度具有良好的线性关系。方法检出限根据国际理论化学和应用化学联合会(IU-PAC)的规定计算, 对样品空白进行 11 次测定, 求出标准偏差 SD, $3SD/b$ 为 0.000647 mg/mL, 即为该条件下仪器的检出限, 换算为方法检出限为 0.032%。

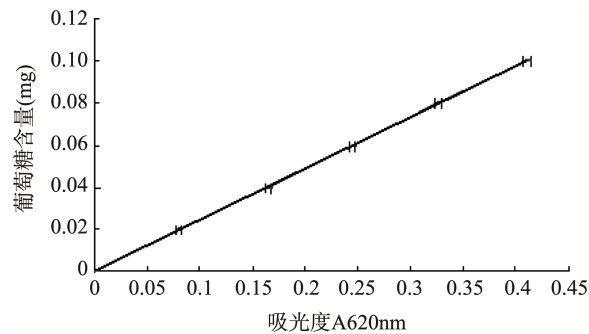


图 2 总糖含量测定标准曲线
Fig. 2 Standard curve for determination of the content of total sugar

3.3 精密度实验

按标准曲线制备方法重复测定蛋糕样品 A 6 次, 根据测定结果计算蛋糕总糖的相对标准偏差(RSD), 结果见表 1。

表 1 精密度实验结果 Table 1 Results of precision experiment						
名称	总糖含量(%)					平均值 标准 RSD (%) 偏差 (%)
蛋糕 样品 A	29.95	29.35	30.55	29.35	30.20	30.05 29.88 0.515 1.72

由表 1 可知, 蛋糕总糖样品 A 测定结果的相对标准偏差为 1.72%, 表明蒽酮-硫酸测定蛋糕总糖方法精密度良好。

3.4 稳定性实验

分别吸取蛋糕样品 A 的待测液 0.2 mL, 按照本文“2.2.2”中的方法在 620 nm 处每隔 20 min 测定 1 次吸光值, 连续 2 h 考察其稳定性。结果表明, 2 h 内吸光值保持稳定, 测得总糖 RSD 为 0.30%, 该方法稳定性良好, 结果见表 2。

3.5 重现性实验

将为考察方法的重现性, 取同批次购买的蛋糕样品 A 6 份, 按照 2.2.1 方法制备样品待测液, 根据

测定结果计算蛋糕总糖的相对标准偏差(RSD), 结果见表 3。

表 2 稳定性实验结果 Table 2 Results of stability experiment	
时间(min)	吸光值 A
20	0.245
40	0.245
60	0.246
80	0.247
100	0.245
120	0.245
140	0.246
160	0.245
180	0.246
RSD(%)	0.300

表 3 重现性实验结果									
Table 3 Results of repeatability experiment									
名称	总糖含量(%)						平均值 (%)	标准 偏差	RSD (%)
蛋糕 样品 A	29.15	29.35	30.55	29.55	30.45	30.35	29.90	0.619	2.07

由表 3 可知, 同一批 6 份蛋糕样品 A 总糖测定结果的相对标准偏差为 2.07%, 表明该方法重现性较好。

3.6 加标回收率实验

精密吸取样品 A 待测液 0.1 mL 3 份, 各加入不同量的葡萄糖标准溶液, 按照标准曲线制备方法测定吸光度值, 分别检测 3 次, 计算回收率, 结果见表 4。

通过计算得到平均回收率分别为 98.5%, 96.2%, 97.0%, RSD 值分别为 1.57%, 1.04%, 1.19%, 说明蒽酮-硫酸法准确度良好。

3.7 与国家标准方法(直接滴定法)测定结果比较

为了充分评估蒽酮-硫酸法的有效性, 采用蒽酮-硫酸法对 6 种蛋糕样品的总糖进行检测, 并与 GB/T 20977-2007《糕点通则》^[1]附录 A 国标法(直接滴定法)的测定结果进行比较, 两种方法测定的结果见表 5, 对两组数据进行相关性分析, 其相关系数为 0.999, 说明两组数据之间呈显著相关, 差异无统计学意义,

表 4 加标回收率实验结果
Table 4 Results of recovery test and calibration

平均原含量(mg)	加标量(mg)	测得量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD (%)
0.0299	0.020	0.0500	100.2	98.5	1.57
0.0299	0.020	0.0489	98.0		
0.0299	0.020	0.0485	97.2		
0.0299	0.030	0.0577	96.3		
0.0299	0.030	0.0570	95.2	96.2	1.04
0.0299	0.030	0.0582	97.2		
0.0299	0.040	0.0686	98.2		
0.0299	0.040	0.0678	97.0	97.0	1.19
0.0299	0.040	0.0670	95.9		

表 5 两种方法的测定结果比较
Table 5 Comparison of the determination results of two methods

样品名称	蒽酮-硫酸法检测 结果(%)	国标法检测结果 (%)
样品 A	29.88	29.60
样品 B	20.30	20.55
样品 C	18.65	18.50
样品 D	19.50	19.69
样品 E	25.36	25.56
样品 F	32.16	32.00

并由实验结果可见两组数据基本一致，因此可以作为蛋糕中总糖测定的一种新方法。

4 结 论

本文建立了蛋糕中总糖测定的新方法-蒽酮-硫酸法，与直接滴定法进行比较发现，两法测得的结果基本一致，差异无统计学意义，并对测定条件进行了优化，选择最佳波长为 620 nm，得出线性回归方程 $C=0.2441A_{620nm}+0.0001$ ， $r^2 = 0.9999$ ，方法检出限为 0.032%，精密度实验 RSD 为 1.72%，重现性实验 RSD 为 2.07%，平均回收率为 98.5%，96.2%，97.0%。由此可见，该法具有简便快速、检出限低、准确度高、精密度高和重现性好优势，具备较高的实际应用价值，可替代直接滴定法满足蛋糕总糖日常检测分析的要求。

参考文献

[1] 中国国家标准化管理委员会. GB/T 20977-2007 糕点通则[S]. Chinese National Standardization Management Committee. GB/T 20977-2007General technical requirement for the pastry[S].

[2] 梁丽军,曾哲灵,熊涛,等. 蒽酮-硫酸法测定大蒜多糖含量[J]. 食品科学, 2008, 29(9): 499–502.
Liang LJ, Zeng ZL, Xiong T, et al. Determination of content of polysaccharide in garlic seed by anthrone-sulfuric method[J]. Food Sci, 2008, 29(9): 499–502.

[3] 范传颖, 陶正明, 吴志刚. 苯酚硫酸法与蒽酮硫酸法测定铁皮石斛中多糖含量的比较[J]. 浙江农业科学, 2013, 7: 799–801.
Fan CY, Tao ZM, Wu ZG. Comparison of phenol sulfuric acid method and anthrone sulfuric acid method for the determination of content of polysaccharides in Dendrobium candidum[J]. Zhejiang Agric Sci, 2013, 7: 799–801.

[4] 王黎明, 夏文水. 蒽酮-硫酸法测定茶多糖含量的研究[J]. 食品科学, 2005, 26 (7): 185–188.
Wang LM, Xia WS. Determination of TPS by improvement of anthrone-sulfuric acid method[J]. Food Sci, 2005, 26 (7): 185–188.

[5] 魏苑, 张盛贵. 蒽酮-硫酸法测定枸杞多糖含量的研究[J]. 食品工业科技, 2011, 32(3): 399–401.
Wei Y, Zhang SG. Determination of content of Lycium barbarum polysaccharide by anthrone-sulfuric acid method[J].Sci Technol Food Ind, 2011, 32(3): 399–401.

[6] 李艳玲, 史仁玖, 张显忠. 蒽酮-硫酸法测定泰山灰树花中海藻糖含量的研究[J]. 食品科学, 2009, 30(8): 218–220.
Li YL, Shi RJ, Zhang XZ. Determination of trehalose content of grifola frondosa mycelia by anthrone-sulfuric acid method[J].

- Food Sci, 2009, 30(8): 218–220.
- [7] 李强, 唐微, 石园园, 等. 蒽酮-硫酸法和 3,5-二硝基水杨酸法测定杜仲水提液多糖含量[J]. 食品工业科技, 2010, 31(10): 370–374.
- Li Q, Tang W, Shi YY, *et al.* Determination of polysaccharide in water extraction from eucommia ulmoides oliver by 3,5-dinitrosalicylic acid(DNS)method and anthrone-sulfuric method[J]. Sci Technol Food Ind, 2010, 31(10): 370–374.
- [8] 翁霞, 辛广, 李云霞. 蒽酮比色法测定马铃薯淀粉总糖的条件研究[J]. 食品研究与开发, 2013, (17): 86–88.
- Weng X, Xin G, Li YX. Study on determination conditions of total sugar from potato starch by anthrone colorimetry[J]. Food Res Development, 2013, (17): 86–88.
- [9] 刘晓涵, 陈永刚, 林励, 等. 蒽酮硫酸法与苯酚硫酸法测定枸杞子中多糖含量的比较[J]. 食品科技, 2009, 34(9): 270–272.
- Liu XH, Cheng YG, Lin L, *et al.* Comparison of methods in determination of polysaccharide in Lycium barbarum L[J]. Food Sci Technol, 2009, 34(9): 270–272.
- [10] 张红, 王腾, 李翠清. 响应面分析优化蒽酮-硫酸法测定桑叶中多糖的含量[J]. 食品工业科技, 2012, 33(24): 62–65.
- Zhang H, Wang T, Li CQ. Determination of polysaccharides from mulberry leaf by optimization of anthrone-sulfuric acid method by response surface methodology[J]. Sci Technol Food Ind, 2012, 33(24): 62–65.
- [11] 文赤夫, 董爱文, 李国章, 等. 蒽酮比色法测定紫花地丁中总糖及还原糖含量[J]. 现代食品科技, 2005, 21(3): 122–123.
- Wen CF, Dong AW, Li GZ, *et al.* Determination of total sugar and reducing sugar in viola philippicassp munda W. becker by anthrone colorimetry[J]. Guangzhou Food Sci Technol, 2005, 21(3): 122–123.
- [12] 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.
- Li XX, Li JZ. Determination of the content of soluble sugar in sweet corn with optimized anthrone colorimetric method[J]. Storage Process, 2013, 13(4): 24–27.
- [13] 谭海刚, 梅英杰, 关凤梅, 等. 蒽酮-硫酸法测定酵母海藻糖的含量[J]. 现代食品科技, 2006, 22(1): 125–128.
- Tan HG, Mei YJ, Guan FM, *et al.* Determination of trehalose content by anthrone-sulphuric acid colorimetric method [J]. Guangzhou Food Sci Technol, 2006, 22(1): 125–128.
- [14] 中国国家标准化管理委员会. GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法[S].
- Chinese National Standardization Management Committee. GB/T 6682-2008 Water for analytical laboratory use-Specification and test methods[S].
- [15] 大连轻工业学院. 食品分析[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1994.
- Dalian Institute of Light Industry. Food analysis[M]. Beijing: Chinese Light Industry Press, 1994.

(责任编辑: 邓伟)

作者简介



竺巧玲, 质量工程师, 主要研究方向为食品质量管理和食品安全检测。
E-mail: 23743801@qq.com