

滴定法测定含糖保健品中还原糖含量

高俊婕*, 卿太辉, 蔡伟江

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519040)

摘要: **目的** 建立含糖保健品中还原糖的定量分析方法。**方法** 采用滴定法直接进行检测。样品除去蛋白质后, 加入盐酸, 再用葡萄糖标准溶液来滴定加有处理后样品溶液的酒石酸铜溶液和酒石酸铜空白溶液, 根据二者的葡萄糖标准溶液消耗量不同, 计算测得保健品中还原糖的含量。**结果** 方法的精密度实验相对标准偏 RSD 为 0.4%, 水解液在 2 h 内的 RSD 为 0.7%, 3 个不同添加水平下, 滴定还原糖的回收率范围为 100.2%~102.1%, 平均回收率 101.4%, 相对偏差为 0.8%。**结论** 本方法样品前处理简单, 操作比较快速, 适用于添加糖类保健品中还原糖的含量测定。

关键词: 滴定法; 还原糖; 含糖保健品

Determination of reducing sugar content in sugary health care products by titration method

GAO Jun-Jie*, QING Tai-Hui, CAI Wei-Jiang

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the quantitative analysis of reducing sugar content in sugary health care products. **Methods** The samples were directly detected by titration method. Hydrochloric acid was added after removal of the protein in the samples, and the copper sulphate solution added with the sample solution after treatment and the blank copper sulphate solution were titrated with glucose standard solution, then the content of reducing sugar in health care products was calculated based on the different consumption of glucose standard solution in the two kinds of solutions. **Results** The relative standard deviation (RSD) of titration was 0.4%, and the RSD of the hydrolyzate within 2 h was 0.7%, the recovery of reducing sugar by titration was in the range of 100.2%~102.1%, the average recovery was 101.4%, and the relative standard deviation was 0.8% at 3 different adding levels. **Conclusion** This method is simple, fast, and suitable for the determination of reducing sugar in sugary health care products.

KEY WORDS: titration; reducing sugar; sugary health care products

1 引言

糖是食品的三大营养成分之一, 在很多食品生产, 特别在糖果工业中具有重要的作用。在糖果等含糖保健食品中, 糖的组成及比例直接关系到保健

食品的质量。糖类定量分析一般以还原糖的测定为基础。还原糖是指具有还原性质的糖, 如葡萄糖、果糖、乳糖和麦芽糖。其他双糖(如蔗糖)、三糖及多糖(如淀粉), 因本身不具还原性, 属于非还原糖, 可通过水解的方法生成相应的还原性单糖。糖的检测方法有很

*通讯作者: 高俊婕, 主要研究方向为保健品的检测。E-mail: 9126754983@qq.com

*Corresponding author: GAO Jun-Jie, By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China. E-mail: 9126754983@qq.com

多,如旋光法^[1]、铁氰化钾容量法^[2]、化学法^[3]、酶比色法^[4,5]、酶电极法^[6]、毛细管电泳法^[7]、高效液相色谱法等^[8]、光度法^[9-11]。这些方法存在过程烦琐、需要贵重的仪器、使用有毒的试剂、选择性不高等缺点,因此本文在总结实验文献的基础上,探索滴定法检测酸水解后还原糖的含量,其原理是样品经加乙酸锌、亚铁氰化钾除去蛋白质后,取澄清液加入盐酸在加热条件下进行水解,其中蔗糖经水解转化为还原糖。以亚甲基蓝作指示剂,在保持微沸的条件下,用葡萄糖标准溶液滴定碱性酒石酸铜溶液中加入处理后的样品溶液和碱性酒石酸铜空白溶液,根据二者消耗的体积算出还原糖的含量。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

盐酸、硫酸酮、酒石酸钾钠、氢氧化钠、冰乙酸、乙醇(以上均为分析纯,广州化学试剂厂);乙酸锌(分析纯,成都市科龙化工试剂厂);亚铁氰化钾(分析纯,天津市福晨化学试剂厂);亚甲基蓝(指示剂,国药集团化学试剂有限公司);甲基红(指示剂,天津市大茂化学试剂厂);无水葡萄糖(优级纯,日本东京化成工业株式会社);乳矿物盐压片糖果(汤臣倍健股份有限公司)。

酸式滴定管(洛阳北方玻璃技术股份有限公司);电子天平(梅特勒-托利多(常州)称重设备系统有限公司);万用电炉(北京永光明医疗仪器厂);恒温水浴锅(常州市人和仪器厂)。

2.2 分析方法

2.2.1 样品处理

称取粉碎后的固体样品 3.5 g,置于 250 mL 容量瓶中,加 50 mL 水,慢慢加入 5 mL 乙酸锌溶液(219 g/L)和 5 mL 亚铁氰化钾溶液(106 g/L),加水至刻度,混匀,静置 30 min,用干燥滤纸过滤,弃去初滤液,取续滤液备用。

2.2.2 酸水解

吸取适量上述样品处理液和 40 mL 水,置于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 盐酸(1:1, V:V),在 68~70 °C 水浴中加热 15 min,冷后加两滴甲基红指示液(1 g/L),用氢氧化钠溶液(200 g/L)中和至中性,加水至刻度,混匀。

2.2.3 标定碱性酒石酸铜溶液

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 乙液,

置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠 2 粒,从滴定管滴加约 9 mL 葡萄糖标准溶液,控制在 2 min 内加热至沸,趁沸以每 2 秒 1 滴的速度继续滴加葡萄糖标准溶液,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录消耗葡萄糖标准溶液的总体积,同时平行操作 3 份,取其平均值,计算每 10 mL(甲、乙液各 5 mL)碱性酒石酸铜溶液相当于葡萄糖的质量(mg)。

2.2.4 样品溶液预测

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠 2 粒,控制在 2 min 内加热至沸,保持沸腾以先快后慢的速度,从滴定管中滴加样品溶液,并保持溶液沸腾状态,待溶液颜色变浅时,以每两秒 1 滴的速度滴定,直至溶液蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积。

2.2.5 样品溶液测定

吸取 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 乙液,置于 150 mL 锥形瓶中,加水 10 mL,加入玻璃珠 2 粒,从滴定管滴加比预测体积少 1 mL 的样品溶液,使在 2 min 内加热至沸,趁沸继续以每两秒 1 滴的速度滴定,直至蓝色刚好褪去为终点,记录样液消耗体积,同法平行操作 3 份,得出平均消耗体积。

2.2.6 结果计算:

(1) 碱性酒石酸铜溶液的滴定度,计算公式如下:

$$A = \frac{1000 \times M \times V}{V_0}$$

式中: A—碱性酒石酸铜溶液(甲液、乙液各半)相当于葡萄糖的质量, mg;

M—葡萄糖的质量, g;

V_0 —葡萄糖稀释总体积, mL

V—碱性酒石酸铜溶液(甲液,乙液各半)消耗标准葡萄糖的平均体积, mL。

(2) 样品中还原糖含量,计算公式如下:

$$X = \frac{A}{M \times V_1 / V_0 \times 1000} \times 100$$

式中: X—样品中还原糖的含量, %;

A—碱性酒石酸铜溶液(甲液,乙液各半)相当于葡萄糖的质量, mg;

M—试样质量, g;

V_1 —平均消耗试样水解液体积, mL;

V_0 —样品水解液稀释总体积, mL。

2.3 精密度实验

称取 6 份样品, 按 2.2 分析方法进行检测, 计算样品含量及 RSD(%)。

2.4 稳定性实验

取样品水解液, 在室温下放置 0、10、20、30、60、90、120 min, 分别用来滴定置于 150 mL 锥形瓶中已吸取的 5.0 mL 碱性酒石酸铜甲液及 5.0 mL 乙液和 10 mL 水。从滴定管滴加比预测体积少 1 mL 的溶液, 使在 2 min 内加热至沸, 趁沸继续以每两秒 1 滴的速度滴定, 直至蓝色刚好褪去为终点, 记录样品水解液的消耗体积, 同法平行操作 3 份, 得出平均消耗体积。

2.5 加标回收率实验

精密称取样品, 共 9 份, 分 3 组, 每组 3 份, 于每 1 组中分别加入无水葡萄糖 100、200、300 mg 3 个不同梯度量, 按 2.2 分析方法进行检测。

3 结果与讨论

3.1 分析方法讨论

根据文献^[12]及实验证明, 蔗糖要求的水解条件, 如酸度、温度和水解时间远比其他双糖要求低。在酸水解法所规定的条件下, 蔗糖可完全被水解。1 个蔗糖分子酸解后会产生 1 个葡萄糖和 1 个果糖, 为了防止果糖分解, 用盐酸水解时必须严格控制, 样品溶液

的体积、酸的浓度及用量、水解温度和水解时间等实验条件均固定, 本实验用 5 mL 盐酸(1:1, V:V), 在 68~70 ℃水浴中加热 15 min 的酸水解条件, 从回收率上看, 该条件能充分让蔗糖进行水解。

3.2 精密度实验

样品中还原糖的精密度结果见表 1, 6 个样的相对标准偏差(RSD)小于 1.0% , 表明该方法具有良好的精密度。

表 1 精密度实验(n=6) Table 1 Precision of the experiment (n=6)			
样品	含量(%)	平均含量(%)	RSD(%)
1	29.49	29.43	0.4
2	29.43		
3	29.36		
4	29.55		
5	29.45		
6	29.31		

3.3 稳定性实验

从表 2 可以看出样品水解液, 在室温下放置 0、10、20、30、60、90、120 min, 其滴定的结果 RSD(%) 是 0.7%, 表明样品水解液在室温下放置 2 小时内具有很好的稳定性。

3.4 加标回收率实验

从表 3 中可以看出, 在 100、200、300 mg 3 个不同添加水平下, 使用滴定法滴定还原糖的回收率

表 2 稳定性实验 Table 2 Stability of the experiment								
时间(min)	0	10	20	30	60	90	120	RSD(%)
样品水解液消耗体积(mL)	10.42	10.32	10.51	10.46	10.39	10.4	10.42	0.7

表 3 加标回收率实验结果(n=3) Table 3 Results of the recovery test (n=3)				
加标量(mg)	测得加标量(mg)	回收率(%)	平均回收率(%)	RSD(%)
100.0	102.1	102.1	101.4	0.8
100.2	100.4	100.2		
100.1	101.8	101.7		
200.0	203.3	101.6		
200.0	204.1	102.0		
200.1	201.0	100.4		
300.0	306.0	102.0		
300.0	302.1	100.7		
300.2	305.1	101.6		

范围为 100.2%~102.1%, 平均回收率 101.4%, 相对偏差为 0.8%, 说明该方法对样品中还原糖的检测具有保障性。

4 结 论

本文建立了添加糖类保健品中还原糖的滴定测定方法, 采用沉淀蛋白质简单的处理方法, 加入盐酸, 于水浴中将含有的蔗糖水解成还原糖, 再用葡萄糖标准溶液来滴定加有处理后样品溶液的酒石酸铜溶液和酒石酸铜空白溶液。根据二者的葡萄糖标准溶液消耗量不同, 计算测得保健品中还原糖的含量。通过对其精密性、稳定性、回收率实验证明该方法可以测得较为准确的还原糖含量。

参考文献

- [1] 全国甘蔗糖业标准化与质量检测中心. 甘蔗制糖日常分析方法[M]. 广州: 科技出版社, 1985.
The Sugar Cane Sugar Industry Standardization and Quality Inspection Center. Sugar cane sugar daily analysis [M]. Guangzhou: Science and Technology Press, 1985.186–190.
- [2] 薄海波. 蔗糖和还原糖测定方法的探讨[J]. 现代商检科技, 1999, 9(1): 52–54.
Bo HB. Sugar and reducing sugar determination method discussed in this paper [J]. Mod Commod Inspect Technol, 1999, 9(1): 52–54.
- [3] 华南工学院, 无锡轻工业学院, 大连轻工业学院, 等. 制糖工业分析[M]. 北京: 轻工业出版社, 1987.
South China Institute of Technology, Wuxi Institute of Light Industry, Dalian Institute of Light Industry, *et al.* Sugar industry analysis [M]. Beijing: Light Industry Press, 1987.
- [4] GB/T 16286-1996 食品中蔗糖的测定方法[S].
GB/T 16286-1996 The determination method of cane sugar in food [S].
- [5] 赵凯, 许鹏举, 谷广烨. 3, 5-二硝基水杨酸比色法测定还原糖含量的研究[J]. 分析化学, 2008, 29(8): 534–536.
Zhao K, Xu PJ, Gu GY. 3, 5-2 nitro salicylic acid colorimetric method was developed for the determination of reducing sugar content in research [J]. J Anal Chem, 2008, 29(8): 534–536.
- [6] GB/T 16285-1996 食品中葡萄糖的测定方法[S].
GB/T 16285-1996 Method for determination of the glucose in food [S].
- [7] 常理文, 腰锐峰. 单糖的高效毛细管区带电泳定量分析[J]. 分析化学, 1994, 22(1): 1–5.
Chang LW, Yao RF. Monosaccharides of high performance capillary zone electrophoresis quantitative analysis [J]. J Anal Chem, 1994, 22(1): 1–5.
- [8] 马立田, 王式箴. 高效液相色谱法测定低热量食品中的葡萄糖、果糖、蔗糖[J]. 食品与发酵工业, 1998, 24(4): 12–17.
Ma LT, Wang SZ. HPLC method for determination of glucose, fructose, sucrose in low-calorie food [J]. J Food Ferment Ind, 1998, 24(4): 12–17.
- [9] 李利军, 孔红星, 伍时华, 等. 蔗糖测定的紫外分光光度新方法研究及应用[J]. 分析科学学报, 2003, 19(4): 67–369.
Li LJ, Kong HX, Wu SH, *et al.* New ultraviolet spectrophotometric method for the determination of sucrose research and application [J]. J Anal Sci, 2003, 19(4): 367–369.
- [10] 杨贵明, 蒋爱华, 薛秋生. 用 DNS 光度法测定还原糖的条件研究[J]. 安徽农业科学, 2006, 34(14): 3258–3259.
Yang GM, Jiang AH, Xue QS. With DNS the conditions for the determination of reducing sugar study [J]. J Anhui Agric Sci, 2006, 34(14): 3258–3259.
- [11] 张永勤, 薛长湖, 汤浩源, 等. 还原糖的可见分光光度法研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2007, 33(5): 97–99.
Zhang YQ, Xu CH, Tang HY, *et al.* Reducing sugar in the visible spectrophotometric method research [J]. J Food and Ferment Ind, 2007, 33(5): 97–99.
- [12] 马乃良, 许思昭, 陈美洪, 等. 食品中糖类的测定方法探讨[J]. 现代食品与科技, 2006, 22(1): 139–141.
Ma NL, Xu SZ, Chen MH, *et al.* On the determination of sugars in food method [J]. J Mod Food Sci Technol, 2006, 22(1): 139–141.

(责任编辑: 白洪健)

作者简介



高俊婕, 主要研究方向为保健品的检测。

E-mail: 9126754983@qq.com