

啤酒花中单宁的测定

海 洪

(桂林工学院材料工程系 541004)

摘 要 根据福林—丹尼斯试剂与单宁生成深兰色物质, 提出了吸光光度法测定啤酒花中单宁的方法。结果表明: 兰色物质的最大吸收波长为 760nm; 摩尔吸光系数为 $3.072 \times 10^4 \text{ L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}$; 线性范围为 $0 \sim 42 \text{ mg/L}$; 回收率在 $108.8\% \sim 95.0\%$ 之间; 变异系数为 1.64% 。

关键词 啤酒花; 单宁; 福林—丹尼斯; 吸光度

分类号 O657.32; TS262.5

单宁的测定方法较多, 但测定啤酒花中单宁含量的方法较少^[1~3]。啤酒花浸提液中的单宁, 在碱性介质中, 可以将福林—丹尼斯试剂还原, 生成深兰色物质, 其颜色深浅与单宁含量成正比。据此探讨了测定啤酒花中单宁含量的吸光光度法。

1 实验部分

1.1 主要仪器及试剂

722 型分光光度计 (上海第三分析仪器厂)。

单宁酸标准溶液 (0.1 g/L): 称取 0.025 g 单宁酸, 在 250 mL 容量瓶中用蒸馏水溶解后, 定容至刻度, 临用前配制。

福林—丹尼斯试剂: 在 375 mL 蒸馏水中加入钨酸钠 ($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 50 g , 磷钼酸 ($\text{H}_2[\text{P}(\text{MO}_2\text{O}_7)_6] \cdot x\text{H}_2\text{O}$) 10 g 及磷酸 25 mL , 加热回流 2 h , 冷却后用蒸馏水稀释至 500 mL 。

EDTA 溶液 (0.02 mol/L); NaOH 溶液 (1.0 mol/L)。

1.2 实验方法

吸取一定量的单宁酸标准溶液或啤酒花浸提液, 置于盛有 10 mL 蒸馏水的 50 mL 容量瓶中, 加福林—丹尼斯试剂 3 mL , 5 min 后再加入 4 mL EDTA 溶液及 NaOH 溶液 6 mL , 蒸馏水定容, 摇匀, 15 min 后, 于 760 nm 测定吸光度, 试剂空白作参比。

2 结果与讨论

2.1 吸收光谱曲线

用浓度为 6 mg/L 单宁溶液, 按实验方法显色后, 对不同波长的光用 722 型分光光度计测定吸光度。从吸收光谱曲线 (图 1) 可以看出, 产生的深兰色物质在 NaOH 介质中, 最大

1997 年 11 月 11 日收稿, 1998 年 4 月 6 日改回。

作者简介: 海 洪, 1966 年出生, 讲师, 生物化学专业。

吸收波长为 760nm。

2. 2 碱性介质的影响

按实验方法在不同量的 NaOH 介质中进行显色。实验结果表明, NaOH 的最佳加入量为 6mL (图 2)。

2. 3 掩蔽剂对显色的影响

试验中, 采用 EDTA 作为掩蔽剂以掩蔽显色过程中可能存在的二、三组阳离子的干扰。结果表明, 当 EDTA 的量为 4mL 时掩蔽完全 (图 3)。

2. 4 显色剂加入量对显色的影响

按实验方法加入一系列不同浓度的显色剂, 显色后, 在 1cm 比色皿中, 于波长 760nm 分别测定吸光度。结果表明显色剂的加入量 3mL 时为最佳(图 3)。

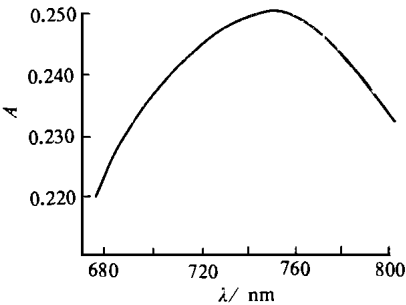


图 1 吸收光谱曲线
Fig. 1 The spectral curves

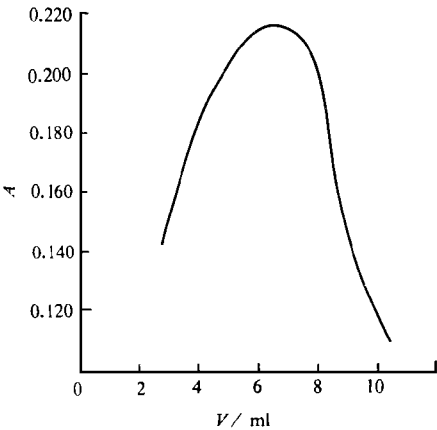


图 2 NaOH 介质的影响
Fig. 2 The effect of sodium hydroxide medium

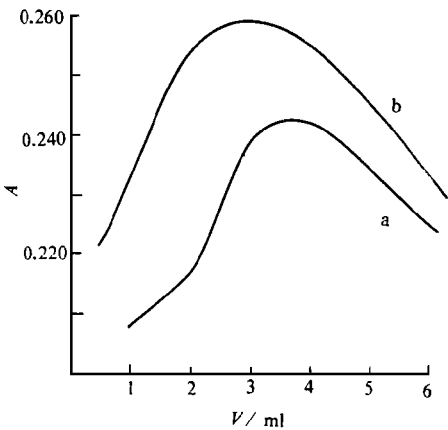


图 3 掩蔽剂及显色剂用量的影响
Fig. 3 The effect of masking agent and developer dosage
a—掩蔽剂; b—显色剂

2. 5 显色时间的测定

取一定浓度的单宁酸溶液按实验方法在室温下显色, 放置不同时间后, 测定吸光度。结果表明, 显色时间在 10~40min 内对吸光度影响不明显。

2. 6 标准曲线

取一系列不同浓度的标准单宁酸溶液, 按实验方法显色后, 在 1cm 比色皿中于波长 760nm 处分别测定吸光度, 绘制标准曲线 (图 4)。结果表明, 单宁酸浓度在 0~42mg/L 范围内符合 Beer 定律。深兰色物质的摩尔吸光系数为 $3.072 \times 10^4 \text{ L/mol} \cdot \text{cm}$ 。

3 样品分析

3. 1 单宁酸提取液

准确称量啤酒花 5g，置于 500mL 烧瓶中，加入 400mL 蒸馏水，回流 1h，趁热过滤，冷却后稀释至刻度于 500mL 容量瓶中。

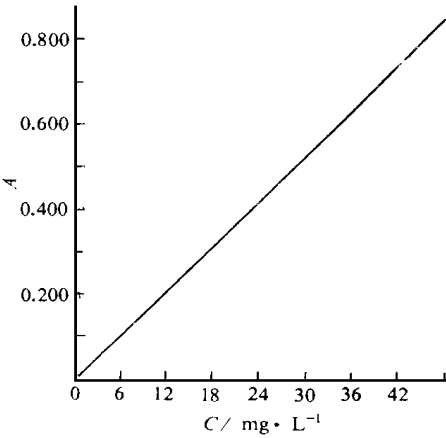


图 4 标准曲线

Fig. 4 The standard concentration curves

0. 315, 0. 329, 0. 330, 0. 323, 0. 327, 0. 333, 0. 320; $\bar{A}=0. 325$; 标准偏差为 0. 53 %; 变异系数为 1. 64 %; 单宁的平均含量为 17. 88mg/ L。其加标回收试验结果见表 1。

综上所述：本法灵敏，准确，操作简便，具有实用价值。

参 考 文 献

1 张学群，张柏青．啤酒工艺控制指标与检测手册．北京：中国轻工业出版社．1993．295
2 美国公共卫生协会．水和废水标准检验法．宋仁元等译．北京：中国建筑工业出版社，1985．493
3 Horwitz W．Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists．30th Edition．1980．185

DETERMINATION OF TANNIN IN HOPS

Hai Hong

(Department of Material Engineering, Guilin Institute of Technology)

Abstract The optimum conditions and method to determine tannin in hops by visible absorptiometry with a formed deep—blue matter of colour reagent—Folin—Donis are studied. The results show that the maximum absorbing wavelength of the matter is at 760nm, the molar absorptivity of the matter is $3. 072 \times 10^4 \text{L/mol}^\circ\text{cm}$, the concentration of tannin with Beer's law is between 0 ~ 42mg/ L, the rate of recovery of tannin is between 108. 8 ~ 95. 0 percent and the coefficient of variation is 1. 64 percent.

Key words hops; tannin; Folin—Donis; absorbance

表 1 加标回收试验

| Table 1 The results of recovery | | | | mg/ L |
|---------------------------------|-------|-----|-------|--------|
| 样品号 | 原值 | 加入量 | 测得总量 | 回收率/ % |
| 1 | 5. 2 | 10 | 15. 4 | 102. 0 |
| 2 | 23. 6 | 8 | 32. 3 | 108. 8 |
| 3 | 20. 7 | 6 | 27. 1 | 106. 7 |
| 4 | 10. 4 | 5 | 15. 2 | 96. 0 |
| 5 | 25. 9 | 2 | 27. 8 | 95. 0 |

注：样品为桂林啤酒厂提供。

3. 2 啤酒花中单宁含量的测定

吸取一定量提取液（做回收率实验时加入适量单宁酸标准），按实验方法进行平行测定，得到 A 值为 0. 327, 0. 331, 0. 321, 0. 319, 0. 325,