

酒中杂醇油含量测定的改进方法

梁跃波

杂醇油指酒中除甲醇、乙醇以外的高级醇类。以戊醇、异丁醇、异戊醇、丙醇为主。饮料酒中的杂醇油，是制酒原料中蛋白质、氨基酸、糖类等，在制酒过程中分解形成的。它具有较高的沸点和强烈的刺激性和麻醉性，杂醇油的毒性随碳链的增长而加剧。在人体内的氧化速度较乙醇慢，停留时间也较长。饮用含杂醇油过多的酒，易发生头晕、头痛、呕吐、昏睡等现象。含杂醇油过多的酒酒味不纯，酒液易发生浑浊。从而影响到酒的商品价值。

目前，酒中杂醇油含量的测定方法一般是用对二甲胺基苯甲醛比色法。近年来，随着气相色谱仪的使用和推广，使酒中各成分及有害物质如甲醇、杂醇油的测定方法更加准确和方便。气相色谱的使用，便于大批量样品的多种成分的测定。通常，一次进样可定量测定酒中二十余种物质。如醛、醇、酯、酸等化合物。所以，气相色谱仪用于酒中杂醇油的定量测定是今后工作的发展方向。

但是，应当注意到当前一些基层卫生防疫部门，由于专用仪器少，加之日常工作中酒样是零星多次送检，不便进行批量测定。故化学法仍不失为当前一种行之有效的方法。在工作中我们发现，现在的化学测定方法——对二甲胺基苯甲醛比色法（见《中华人民共和国卫生部食品卫生检验方法理化部分1979年第一版》）在实际应用中显色不稳定，工作曲线重现性差，线性关系不满意。对此，各地有过一些改进，但效果仍不十分理想。鉴于目前尚未有过系统的报告，我们针对上述问题，在原方法的基础上作了一些改进。经试验证明：改进后的方法显色较稳定，结果也比较可靠。现将

试验报告如下：

一、试验原理：

杂醇油在硫酸溶液中脱水生成相应的烯，然后与对二甲胺基苯甲醛发生缩合反应，生成黄棕色至紫红色的化合物，比色定量测定样品中杂醇油。

二、实验仪器及试剂

1.72型分光光度计一台。0.5厘米比色杯若干只。

2. 0.5% 对二甲胺基苯甲醛硫酸溶液；称取分析纯对二甲胺基苯甲醛0.5克，加硫酸溶解并稀释至100毫升。

3. 无杂醇乙醇。

4. 分析纯硫酸。

5. 杂醇油标准溶液。精密称取分析纯异戊醇0.080克，分析纯异丁醇0.020克于100毫升容量瓶中，加无杂醇乙醇50毫升，加水定容，混匀，置冰箱中保存。临用时准确吸取此贮备液5毫升于50毫升容量瓶中，加水至刻度，混匀。此标准液1毫升相当于0.1毫克杂醇油。

三、实验方法

标准液0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5毫升、样品液0.2毫升分别加入10毫升比色管中，加1:1硫酸至1毫升，混匀。置冰水浴中分别加入0.5% 对二甲胺基苯甲醛硫酸液2毫升，混匀。置沸水浴中加热30分钟后取出置冰水浴中冷却，各管分别加入硫酸2毫升，混匀。取出冰水浴后在波长520纳米、0.5厘米比色杯中，5伏灯电压下比色测定。

四、实验结果

见表一、表二、表三。

五、试验讨论

1.改进后的方法显色稳定,主要是由于加样后不经水的稀释直接加入 1:1硫酸,使杂醇油得到充分的脱水,保证了烯烃化作用的进行。有利于与对二甲胺基苯甲醛的综合显色。

2.改进后的方法低浓度点光密度值不稳定的原因,估计是由于操作误差引起。本试验未

表一: 杂醇油测定方法改进前工作曲线各点D值表

标准液(ml)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
光密度值最小值	0.057	0.154	0.201	0.278	0.393
光密度值最大值	0.175	0.350	0.423	0.515	0.630
光密度值平均值	0.1173	0.2487	0.3507	0.4416	0.5515
标准差	0.03138	0.0402	0.05915	0.06771	0.06095
变异系数	27.1	16.2	16.9	15.3	11.1
试验次数	15	15	15	15	15

表二: 杂醇油测定方法改进后工作曲线各点D值表

标准液(ml)	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
光密度值最小值	0.098	0.270	0.435	0.548	0.650
光密度值最大值	0.137	0.306	0.455	0.590	0.720
光密度值平均值	0.1262	0.2893	0.4470	0.5757	0.6965
标准差	0.01194	0.01043	0.006706	0.01581	0.01881
变异系数	9.45	3.61	1.50	2.73	2.70
试验次数	15	15	15	15	15

作进一步研究。在样品测定时,为控制D值在 0.2~0.8 范围内,样品可取经稀释后的酒样 0.2~0.4毫升。

3.所加样品、硫酸、显色剂的量应当准确。

4.加显色剂应缓慢,加后充分混匀后再加热。不然结果偏低。

5.本试验有意放宽一些试验条件,沸水浴水温86~93℃,加热时间28~35分钟,显色后

表三: 杂醇油测定方法改进后回收试验结果

测得值(mg)	标准加入量(mg)	加入后测得值(mg)	回收率(%)
0.0115	0.010	0.0257	102.5
0.0115	0.020	0.0365	105
0.0123	0.010	0.0226	103
0.0123	0.020	0.033	103.5
0.009	0.020	0.0305	107.5
0.009	0.025	0.0357	106.8
0.009	0.030	0.0380	96.7
0.009	0.035	0.0445	104.3
0.009	0.040	0.0470	95
0.0445	0.010	0.0535	90
0.0445	0.010	0.054	95
0.0312	0.005	0.036	96
0.0312	0.005	0.037	116
0.0312	0.010	0.0415	103
0.0312	0.010	0.0415	103
0.0312	0.010	0.0415	103
0.0312	0.020	0.0505	96.5
0.0312	0.020	0.0505	96.5
0.0312	0.020	0.0506	97
			×101.1

在12~23℃情况下10~60分钟内比色,结果差异不大。

6.在试验中使用过四批显色液,试验表明:显色剂的配制对显色影响不大。

六、实验结论

本试验分别以平行操作的方法对改进前后的显色结果进行了十五次对照试验。改进后的方法显色稳定,工作曲线重现好。表现在光密度值的变异系数减少。改进后的方法回收满意。改进后的方法值得在酒中杂醇油含量测定时采用。

参 考 资 料

《白酒生产分析检验》轻工出版社 1978 年第一版。
 胥学礼:酒中主要杂醇的气相色谱分析,《食品与发酵工业》1979.5。
 《卫生化学检验》四川医学院1981年版。
 《食品科学》1981.12。
 《有机化学》卫生出版社1978年版。