

电位滴定法测定大曲酸度的研究

陈安静,周 军,许德富,李云辉

(泸州老窖股份有限公司,四川 泸州 646000)

摘 要: 大曲酸度是大曲的重要质量指标之一,采用传统指示剂法测定大曲酸度,受到大曲颜色干扰,误差较大。采用电位滴定法测定大曲酸度,通过大量实验数据绘图确定滴定终点 pH 值。该方法操作简便,提高了测定结果的准确性,用于生产过程大曲样品测定,结果令人满意。

关键词: 酸度; 大曲; 电位滴定

中图分类号:TS261.1;O65

文献标识码:B

文章编号:1001-9286(2011)08-0112-02

Research on the Determination of Daqu Acidity by Potentiometric Titration Method

CHEN Anjing, ZHOU Jun, Xu Defu and LI Yunhui

(Luzhou Laojiao Co.Ltd., Luzhou, Sichuan 646000, China)

Abstract: Daqu acidity is one of the important quality indicators. Traditional indicator method to determinate daqu acidity is easily interfered by Daqu color and may produce large error. However, potentiometric titration to determine daqu acidity, by drawing a large number of experimental data to determine the titration end point pH, is simple to operate with high accuracy. Its use in practice has achieved satisfactory results.

Key words: acidity; Daqu; potentiometric titration

在大曲酒酿造过程中,大曲作为产酒生香剂^[1],具有“酒之骨”的美誉。传统大曲酒酿造的整个过程都是依赖微生物及其酶类的繁殖代谢和生化演化而得以进行,所以大曲质量控制对大曲酒的生产有着重要作用。测定大曲酸度的传统方法为酚酞指示剂法^[2],人工判断过程中,指示剂加入量、操作者对滴定终点颜色的判定,以及大曲样本颜色(尤其是高温大曲呈深褐色)对滴定终点的干扰等,可能影响到测定结果,所以很有必要对大曲酸度的检测方法进行深入的研究。

电位滴定法是根据滴定过程中指示电极电位的突跃,确定滴定终点的一种电容分析方法,该方法检测准确、成本低、操作简单,因而被广泛运用^[3]。尤其是对有色溶液、浑浊溶液等体系的测定,更适合采用电位滴定法。采用电位滴定法测定大曲的酸度,准确快捷,测定结果稳定,可以达到生产的要求。

1 材料与方法

1.1 主要仪器及试剂

1.1.1 仪器

雷磁 ZD-2 自动电位滴定仪、pH 复合电极。

1.1.2 试剂

NaOH 标准溶液。

1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理

称取 10 g 大曲样品于 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,置于磁力搅拌器上搅拌 30 min,静置过滤。

1.2.2 测定

准确移取 20 mL 滤液于小烧杯中,加 25 mL 水,放入磁力搅拌子,插入电极,打开磁力搅拌器,用 NaOH 标准溶液滴定,随着 NaOH 标准溶液的滴入,pH 值逐渐增大,直至 pH8.20 时,停止滴定,读取 NaOH 标准溶液消耗的体积,计算出大曲酸度。

1.2.3 计算公式

$$\text{酸度}(\text{mmol}/10\text{ g}) = \frac{M \times V \times 200}{20} = M \times V \times 10$$

式中:V——滴定时消耗 NaOH 的体积,mL;

M——NaOH 溶液的浓度,mmol/L;

200——样品处理液的体积,mL;

20——吸取样品处理液的体积,mL。

收稿日期:2011-05-09

作者简介:陈安静(1983-),女,重庆铜梁人,现从事白酒分析检测工作。

通讯作者:周军(1971-),男,四川合江人,现从事白酒酒体设计、管理工作。

优先数字出版时间:2011-07-08 地址: <http://www.cnki.net/kcms/detail/52.1051.TS.20110708.1017.001.html?uid=>

2 结果与讨论

2.1 滴定终点的判断

准确移取 20 mL 滤液于小烧杯中,加 25 mL 水,放入磁力搅拌子,插入电极,打开磁力搅拌器,用 NaOH 标准溶液滴定,每滴定 0.1 mL,记录 NaOH 的消耗量以及对应 pH 值(见图 1、图 2)。并作出 pH-V 滴定曲线和 $\Delta \text{pH}/\Delta V$ -V 曲线(V:NaOH 体积, mL)。

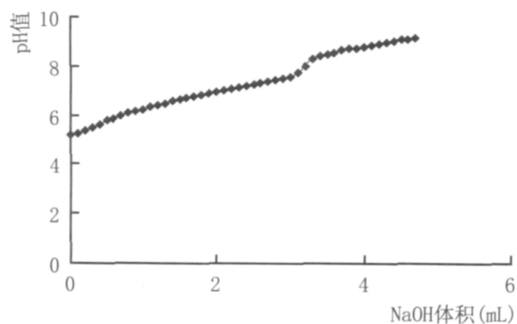


图 1 pH-V 曲线图

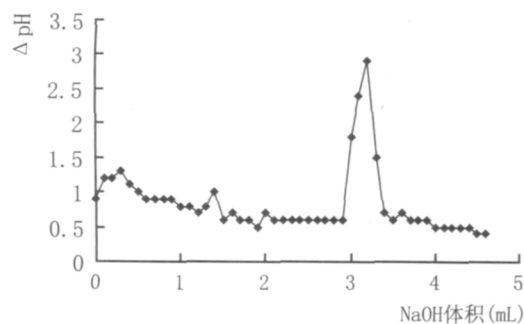


图 2 ΔpH -NaOH 体积曲线图

由图 1 可知,随着 NaOH 的不断滴入, pH 值不断增大,且 NaOH 体积与 pH 值呈线性关系,在 pH 8.20 附近线性相关系数增大。由图 2 可见,随着 NaOH 不断滴入,开始 ΔpH 值基本不变,在 pH 8.20 时, ΔpH 值呈现突跃,根据电位滴定终点确定的方法^[4],确定该滴定过程滴定终点为 pH 8.20。

综上所述,大曲酸度的滴定终点为 pH 8.20。

2.2 两种方法测定大曲酸度的结果比较

2.2.1 指示剂法

准确移取处理试液 20 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加水 25 mL,加入酚酞指示剂 2 滴,用氢氧化钠标准溶液滴定,直至酚酞变色,30 s 内不褪色为止。

2.2.2 电位滴定法

准确移取处理试液 20 mL 于小烧杯中,加水 25 mL,插入复合电极,用氢氧化钠标准溶液滴定,直至 pH 值为 8.20。

2.2.3 两种方法结果比较

对两种测定方法的结果进行对比分析,结果见表 1。

表 1 两种不同方法测定结果比较

样品	指示剂法 酸度均值 (mmol/10 g)	RSD	电位滴定法 酸度均值 (mmol/10 g)	RSD	两种方法之差 (mmol/10 g)
1#	0.58	1.75	0.57	0.64	0.01
2#	0.34	2.23	0.34	0.88	0
3#	0.3	1.96	0.3	0.96	0

由表 1 可知,电位滴定法的 RSD 明显低于指示剂法,而两种方法的结果误差完全在大曲酸度分析允许的误差范围之内,电位滴定法的稳定性、准确性均高于指示剂法。

3 结论

电位滴定法测定结果与指示剂法测定结果相差较小。根据滴定曲线的一阶导数确定滴定终点,方便准确,误差小,测定结果稳定,避免了指示剂法的人工判断过程中,指示剂加入量、操作者对滴定终点颜色的判定,以及大曲本身颜色对滴定终点的干扰等方面引入的误差。此方法可以应用于生产过程中对大曲酸度的质量控制。

参考文献:

- [1] 沈才洪,许德富,沈才萍,刘强.大曲质量标准的研究(第一报):大曲“酒化力”的探讨[J].酿酒,2004(3):29-30.
- [2] 蔡定域.酿酒工业分析手册[M].北京:轻工业出版社,1988.
- [3] 姜丽娟,魏建荣.自动电位滴定法测定水中总硬度方法的研究[J].中国卫生检验杂志.2005,15(5):538-539.
- [4] 潘祖亭.分析化学[M].北京:科学出版社,2010.

洋河股份荣膺上市公司三项大奖

本刊讯 据《糖酒快讯-食品资讯》报道,6月22日,在由中国最具影响力的财富管理媒体《理财周报》发起主办的中国最具权威的上市公司评选活动中,洋河股份荣获“2011中国中小创业板上市公司最佳董事会10强”、“2011中国上市公司创造价值最快董事会10强”和“2011中国上市公司最具价值总裁”三项大奖。

洋河股份总裁、苏酒实业董事长兼总经理张雨柏应邀出席了在深圳举行的“2011中国上市公司董事会价值管理论坛暨2011中国上市公司最佳董事会颁奖典礼”,并作了《穿越生命周期,坚持打造核心竞争力》的主题演讲,表达了公司对不断打造两个增长极,继续向高端化和全国化迈进的决心。他的演讲博得了在座嘉宾的强烈共鸣和阵阵掌声。(小小)

来源 糖酒快讯-食品资讯 2011-07-06