

配制酒中的苯甲酸和山梨酸的快速测定

吴晓红^{1,2} 李小华^{1,2} 马美华¹

(1.江苏经贸职业技术学院,江苏 南京 210007;2.江苏省食品安全工程技术研发中心,江苏 南京 210007)

摘要: 采用高效液相色谱法建立了快速分析配制酒中苯甲酸和山梨酸的方法。最佳色谱条件为 柱温 25 ℃,流动相体系为甲醇与 0.02 mol/L 乙酸铵溶液体积比 20+80,流速 1 mL/min。此方法快捷可靠,精密度高,适用于大量样品的快速测定。

关键词: 高效液相色谱法; 苯甲酸; 山梨酸

中图分类号:TS262.8;TS261.4;O657.7;TS261.7 文献标识码:B 文章编号:1001-9286(2012)03-0094-02

Rapid Determination of Benzoic Acid and Sorbic Acid Content in Mixed Wine

WU Xiaohong^{1,2}, LI Xiaohua^{1,2} and MA Meihua¹

(1. Jiangsu Vocational Institute of Economy and Trade, Nanjing, Jiangsu 210007; 2. Jiangsu Research and Development Center for Food Safety Engineering, Nanjing, Jiangsu 210007, China)

Abstract: A method for rapid determination of benzoic acid and sorbic acid content in mixed wine had been developed by use of HPLC. The optimum chromatographic conditions were summed up as follows: the column temperature was at 25 ℃, the volume ratio of methanol and 0.02 mol/L NH₄Ac was 20:80, and the speed of mobile phase was 1 mL/min. Such method was suitable for rapid determination of large quantity of samples due to its simplicity, reliability and high precision.

Key words: high performance liquid chromatography; benzoic acid; sorbic acid

配制酒,又称调制酒,是酒类中一个特殊的品种。配制酒是一个比较复杂的酒品系列,它的诞生虽晚于其他酒类品种,但发展却很快。配制酒是以发酵酒、蒸馏酒或者食用酒精为酒基,加入可食用的花、果、动植物或中草药,或以食品添加剂为呈色、呈香及呈味物质,采用浸泡、煮沸、复蒸等不同工艺加工而成的酒。

最新国家标准^[1]规定:调制酒(仅限预调酒)中防腐剂以苯甲酸计,最大使用量为 0.4 g/kg。随着科学技术的进步,越来越多地发现化学合成食品防腐剂对人体造成的积累性慢性伤害较严重,许多国家重新审视对化学合成食品防腐剂的使用^[2]。随着现代食品工业的发展,食品防腐剂的超量和超范围使用现象十分严重,对食品防腐剂的检测也越来越受到人们的重视。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Agilent 1200 液相色谱(具有紫外检测器和自动进样器)、HP-01 容积过滤器、甲醇(色谱纯)、蒸馏水(石英亚沸二次蒸馏水)。

乙酸铵溶液(0.02 mol/L):称取 1.54 g 乙酸铵,加石

英亚沸二次蒸馏水 1000 mL 溶解,经滤膜(0.45 μm)过滤。

碳酸氢钠溶液(20 g/L):称取 2 g 碳酸氢钠(优级纯),加水至 100 mL,振摇溶解。

苯甲酸标准储备液:准确称取 0.1000 g (精确至 0.0001 g) 苯甲酸(色谱纯),加碳酸氢钠溶液(20 g/L) 5 mL,加热溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加水定容至 100 mL,苯甲酸含量为 1 mg/mL。

山梨酸标准储备液:准确称取 0.1000 g 山梨酸(色谱纯,精确至 0.0001 g),加碳酸氢钠溶液(20 g/L)5 mL,加热溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加水定容至 100 mL,山梨酸含量为 1 mg/mL。

苯甲酸、山梨酸混合标液:分别吸取苯甲酸标准储备液、山梨酸标准储备液各 1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,加水定容至 100 mL。由此制得苯甲酸、山梨酸含量为 10 μg/mL、20 μg/mL、40 μg/mL、60 μg/mL、80 μg/mL、100 μg/mL 的标准系列溶液。经滤膜(0.45 μm)过滤。

样品:配制果酒和伏特加,购于超市。

1.2 色谱条件

色谱柱: Zorbax XDB C₁₈ (4.6 mm×150 mm×5 μm); 流动相: 甲醇 + 乙酸铵溶液(0.02 mol/L) (20+80); 流速 1 mL/min; 进样量 10 μL; 紫外检测波长 230 nm; 柱温 25 °C。

1.3 样品处理

取样品 25 mL 于小烧杯中, 88 °C 水浴 1.5 h 除去乙醇, 加水定容至 50 mL 容量瓶中, 经 0.45 μm 滤膜过滤。

1.4 定量方法

外标法定量。

2 结果与分析

2.1 测定波长的选择

对苯甲酸、山梨酸标准溶液进行紫外光谱扫描, 发现苯甲酸、山梨酸在 230 nm 波长处都有强吸收, 因此, 把 230 nm 选作液相色谱测定波长。

2.2 分离温度的选择

柱温从 20 °C 开始上升, 每隔 2.5 °C 测定 1 次苯甲酸、山梨酸混合标准溶液的色谱图, 结果发现, 保留时间随着温度的升高而减少, 峰形随着温度的升高而变差, 但温度变化对峰面积影响不大。25 °C 时对于保留时间和峰形是最佳温度, 故选择 25 °C 作为分离温度。

2.3 流动相梯度的选择

实验中选用的流动相为甲醇与 0.02 mol/L 乙酸铵溶液体积比分别为: 5+95、10+90、15+85、20+80, 流速 1.0 mL/min, 进样量 10 μL。由实验结果可看出, 流动相体积比为 20+80 时, 出峰所需时间短, 2 个待测组分分离度大于 1.5, 峰面积基本不变, 峰形更好, 故本实验采用此体积比的流动相对样品进行测定。标准溶液色谱图中, 2 种组分出峰的时间顺序依次为: 苯甲酸 2.683 min, 山梨酸 3.376 min。

2.4 工作曲线

将配制的标准溶液在优化的色谱条件下进样 10 μL 进行测定, 以标准溶液浓度 C 为横坐标, 峰面积 A 为纵坐标绘制标准曲线, 结果表明线性良好。回归方程、相关系数如下:

$$A_{\text{苯甲酸}} = 2.2827 + 23.1978C (r=0.9999)$$

$$A_{\text{山梨酸}} = 7.0063 + 40.6592C (r=0.9999)$$

苯甲酸、山梨酸的工作曲线见图 1。

2.5 样品及回收率测定

采用优化的色谱条件对两个不同样品进行测定, 进样量 10 μL, 其结果见图 2、图 3。

从图 2、图 3 可知, 样品中大部分有紫外吸收的物质在 2.6 min 之前出峰, 不干扰苯甲酸和山梨酸的测定。向已知浓度体积的样品中加入一定量的标准溶液, 按照 1.3

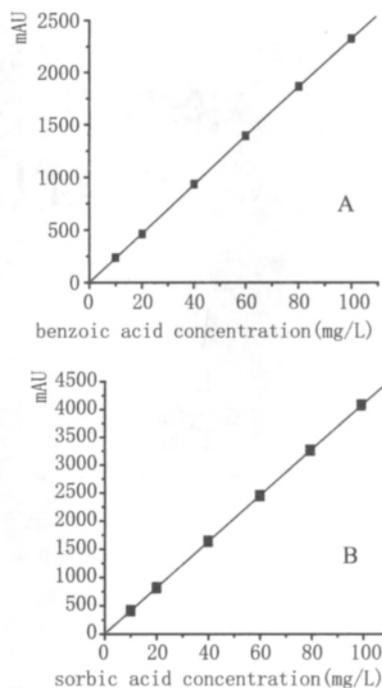


图 1 苯甲酸(A)、山梨酸(B)的工作曲线

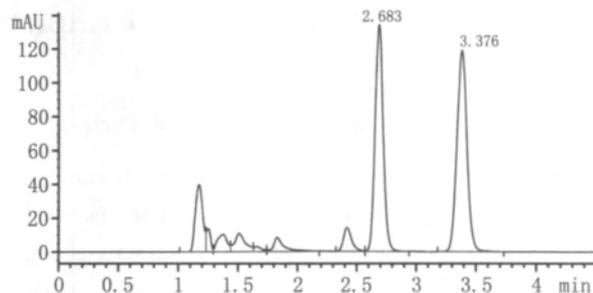


图 2 伏特加样品色谱图

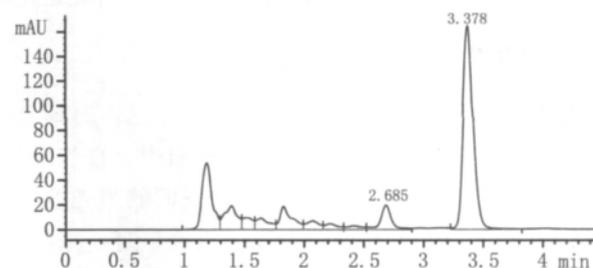


图 3 配制果酒样品谱图

处理后进行测定, 计算结果的回收率, 结果见表 1。

2.6 方法的精密度

对同一个样品平行测定 5 次, 计算出苯甲酸、山梨酸的测定结果的相对标准偏差(RSD)分别为 0.60 %、1.06 %。

3 结论

本研究建立了用液相色谱法测定配制酒中苯甲酸和山梨酸的方法, 该方法灵敏度高, 回收率高, 精密度好。(下转第 102 页)

院与黑龙江省酒业协会主办《酿酒》杂志,它们成为了深受我国酿酒界广大管理干部和科技人员欢迎的专业报道酿酒行业科技动态的权威杂志,为我国的酿酒知识和试验成果的传播及酿酒工业的发展作出了重大贡献。

如前所述,随着西方的酿酒生产传入我国,西方的啤酒工业、白兰地酒工业以及酒精工业等也相继进入了中国。现在,特别是其中的啤酒工业和酒精工业,已成为我国酒类生产中的两大重要工业,大大促进了我国酿酒生产的全面发展。

在我国传统的酒类生产中,由于我国有几千年的酿酒历史,产品品种繁多,如有蒸馏白酒、黄酒、葡萄酒、果酒等。而名白酒的生产是其中重要的酒种,它与世界名酒白兰地、威士忌、伏特加、朗姆酒和金酒并列为世界六大蒸馏酒,是我国宝贵的民族遗产。

由于近代以来西方现代科学知识的传入和我国酿酒科学研究的发展,以及广大酿酒工作者的创造性劳动,促使我国的白酒生产得到飞跃发展。一些传统的名优白酒的生产和产品质量都得到了大大提高,从而,使它们在我国人民的生活和心目中的地位越来越高。如今,由于我国酿酒生产的发展和产品质量的提高,加上国民经济的大力发展,我国一些传统的名优白酒除了成为人们日常生活中的喜爱及民间请客送礼和日常酒宴中首选酒种外,也因其本身珍贵而受到一些名酒收藏爱好者和有理财眼光的藏家的青睐。近年,一些有年头的我国名白酒在拍卖场上被一些藏家追捧抢拍。例如在北京长风2011年春季拍卖会上,一瓶1959年产的五星牌茅台酒,已被抢拍到160万之多。

我国名白酒中发展较大的是泸州大曲酒,它有“醇香浓郁、清冽甘爽、回味悠长、饮后尤香”的特点,深受广大消费者欢迎。由于20世纪60年代后期相关研究工作的深入进行,揭破了泸州大曲酒产香之谜,并在随后的研究中产生了人工窖泥技术,大大促进了泸州大曲酒生产的大发展。故此,方心芳先生在他的《祝“酿酒”成功—兼谈高温制曲》一文中简要谈到:“中国酒的酿造发明历史悠久。但用近代微生物学的方法酿酒,国内是从20世纪30年代左右开始的,解放以后才见成效。若说20世纪50年代是提高酿酒淀粉利用率的时期,60年代是摸索提高白酒质量的时期,70年代是实验推广泸州老窖白酒的时期……”。

1950年后,由于我国酒类生产研究的广泛深入开展取得丰硕的成绩,大大促进了我国酒类生产的发展,使得酒类市场上各种酒产品琳琅满目,繁荣了市场,丰富了人民的生活。我国酿酒行业的大力发展,带来的经济效益在食品工业中名列前茅,是我国国民经济中的一个重要组成部分,它为国家创造了大笔税收,为国家财政作出了重要贡献。

关于1950年后我国白酒生产的发展上,我国酒界泰斗秦含章先生还曾概括为:“行业不断壮大,装备不断更新,产量不断增加,质量不断提高,结构不断调整,品种不断增加,市场不断丰富,出口不断扩大,包装不断改进和事业不断发展”。

参考文献:

- [1] 黄修明.《尚书·酒诰》与儒家酒德文化[J].北京化工大学学报:社会科学版,2009(1):61-66.

(上接第95页)

表1 样品中苯甲酸与山梨酸含量及回收率

项目		伏特加	配制果酒
测定值(g/L)	苯甲酸	0.055	0.010
	山梨酸	0.034	0.048
加标量(g/L)	苯甲酸	0.040	0.060
	山梨酸	0.040	0.060
加标测定值(g/L)	苯甲酸	0.094	0.068
	山梨酸	0.072	0.107
回收率(%)	苯甲酸	97.5	96.7
	山梨酸	95.0	98.3

山梨酸含量的方法,优化了色谱分析条件,得到了满意的实验结果,线性关系和精密度良好,加标回收率可达95%以上,且样品处理简单,适用于大量样品快速准确的检测。

参考文献:

- [1] GB 2760—2011,食品添加剂使用标准[S].
[2] 金时俊.食品添加剂现状、生产、性能、应用[M].上海:华东化工学院出版社,1992.

2011年茅台出口创汇突破1亿美元

本刊讯 2011年,贵州茅台集团出口创汇再创历史新高,首次突破1亿美元,标志着茅台酒转身国际化品牌迈出坚实步伐。

近年来,茅台不断加强营销管理,在全国范围内广纳贤才,发展的销售片区已达31个,驻外公司9个,2010年还实行了销售大区制,在全国成立了9个销售大区。构建了一个自成体系、基础巩固、全面覆盖、反应灵敏的国酒营销网络体系。目前,国酒茅台拥有国内客户近2000家,国外(境外)代理商57家,市场覆盖亚洲、欧洲、美洲、大洋洲、南部非洲及中国重要口岸的免税市场。(小小)