

白酒中总酯测定方法的探讨

易新华

(上海市酒类产品质量监督检验站, 上海 200442)

摘要: 对白酒检验中的总酯分析方法进行了比对试验。试验结果表明, 在保证检测数据的准确性和可用性的基础上, 选用白酒总酯检测方法, 可达到准确、节能效果。

关键词: 白酒; 总酯; 测定方法

中图分类号: TS262.3; TS261.7

文献标识码: B

文章编号: 1001- 9286(2008)07- 0120- 02

Investigation on the Measurement Methods of Total Esters Content in Liquor

YI Xin-hua

(Shanghai Wine Products Quality Supervision Institute, Shanghai 200442, China)

Abstract: The measurement methods of total esters content in liquor were compared. The results showed that the selection of proper measurement method (based on data accuracy and data applicability) could achieve accurate and energy-saving effects.

Key words: liquor; total esters; determination methods

国家标准 GB/T10345- 2007 《白酒分析方法》(以下简称新标准方法)已于 2007 年 10 月开始实施。新标准方法在原标准的基础上, 结合了白酒行业的发展变化趋势, 并参考了国际分析化学家协会(AOAC)的分析方法, 做了较大的改动。这一变化体现了分析技术的进步。在此, 笔者根据自己工作实践体会, 借鉴酒界前辈的经验, 并考察了当前一些白酒生产厂家的实际操作状况, 就白酒总酯含量的测定方法, 根据不同的情况作了比对试验, 谈一些个人的看法, 供同行讨论。

1 检验方法

1.1 GB/T10345.8- 2007《白酒分析方法》

1.1.1 指示剂法原理

用碱中和样品中的游离酸, 再准确加入一定量的碱, 加热回流使酯皂化。通过消耗碱的量计算出总酯含量。

1.1.2 分析步骤

吸取酒样 50 mL 于 250 mL 回流瓶中, 加 2 滴酚酞指示剂, 以氢氧化钠标准滴定液滴定至微粉红色(不可过量), 记录消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数(也可作为总酸含量计算)。再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液 25.00 mL(若样品总酯含量高时, 可加入 50.00 mL), 摇匀, 放入几颗沸石或玻璃珠, 装上冷凝管(冷却水温度宜低于 15℃), 于沸水浴上回流 30 min, 取下, 冷却。然后用硫酸标准滴定溶液进行滴定, 使微红色刚好完全消

失为其终点。记录消耗硫酸标准滴定溶液的体积。同时吸取乙醇无酯溶液 50 mL, 按上述方法同样操作做空白试验, 记录消耗硫酸标准滴定溶液的体积。

1.1.3 结果计算

$$X = \frac{C \times (V_a - V_b) \times 88}{50.00}$$

式中: X——样品中总酯的质量浓度(以乙酸乙酯计), 单位为 g/L;

C——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, 单位为 mol/L;

V_a ——空白试验样品消耗硫酸标准滴定溶液的体积, 单位为 mL;

V_b ——样品消耗硫酸标准滴定溶液的体积, 单位为 mL;

88——乙酸乙酯的摩尔质量的数值, 单位为 g/mol;

$[M(CH_3COOC_2H_5) = 88]$

50.0——吸取样品的体积, 单位为 mL;

所得结果应表示至 2 位小数。

1.2 静止皂化法

1.2.1 原理

用碱中和样品中的游离酸, 再准确加入一定量的碱, 在一定条件下使酯皂化。通过消耗碱的量计算出总酯含量。

1.2.2 检测步骤

吸取酒样 50 mL 于 250 mL 具塞三角瓶中, 加 2 滴酚酞指示剂, 以氢氧化钠标准滴定溶液滴至微粉红色(不可过量, 消耗量也可作为总酸含量计算), 再准确加入氢氧化钠标准滴定溶液 25.00~50.00 mL(视总酯含量而定), 在温度大于 25℃的环境中静止皂化 24 h, 用

收稿日期 2008-04-09

作者简介: 易新华(1951-), 男, 江苏南京人, 大专, 工程师。

硫酸标准滴定溶液反滴定至微红色刚好完全消失为终点。同时吸取经处理的乙醇 50 mL, 按上述方法同样操作, 做空白试验。

1.2.3 结果计算

$$X = \frac{C \times (V_a - V_b) \times 88}{50.00}$$

式中: X——样品中总酯的质量浓度(以乙酸乙酯计), 单位为 g/L;

C——硫酸标准滴定溶液的实际浓度, 单位为 mol/L;

V_a ——空白试验样品消耗硫酸标准滴定溶液的体积, 单位为 mL;

V_b ——样品消耗硫酸标准滴定溶液的体积, 单位为 mL;

88——乙酸乙酯的摩尔质量的数值, 单位为 g/mol;

$[M(CH_3COOC_2H_5)=88]$

50.0——吸取样品的体积, 单位为 mL;

所得结果应表示至 2 位小数。

2 检测结果比较

试验共进行 2 轮。第一轮通过 2 种不同检测方法的比对试验, 对 6 个样品进行测试。第二轮是采用静止皂化法选用 4 个样品在不同条件下进行比对试验, 结果见表 1~表 5。

表 1 2 种方法结果的比较

样品	新标准方法		静止皂化法		绝对差值 (%)
	耗用 H_2SO_4 (mL)	总酯含量 (g/L)	耗用 H_2SO_4 (mL)	总酯含量 (g/L)	
样品 1	21.40	0.510	21.45	0.501	0.9
样品 2	18.60	1.020	18.65	1.011	0.4
样品 3	13.70	1.913	13.80	1.894	0.5
样品 4	12.10	2.204	12.20	2.186	0.4
样品 5	7.80	2.987	7.90	2.969	0.3
样品 6	3.10	3.844	3.15	3.834	0.1

表 2 温度为 10 °C 时检验结果 (g)

样品	静止时间 (h)			
	7	16	24	36
样品 1	2.874	2.947	2.984	3.002
样品 2	3.514	3.551	3.570	3.578
样品 3	2.380	2.398	2.434	2.462
样品 4	1.446	1.483	1.501	1.519

表 3 温度为 20 °C 时检验结果 (g)

样品	静止时间 (h)			
	7	16	24	36
样品 1	3.002	3.020	3.038	3.038
样品 2	3.642	3.652	3.652	3.652
样品 3	2.453	2.462	2.471	2.471
样品 4	1.556	1.574	1.565	1.574

2.1 试验方法比较

检测试验共进行 2 轮。第一轮选用 6 个酒样, 用 2 种试验方法同时检测进行比对试验。第二轮选用 4 个酒样, 全部采用静止皂化法检测。静止时间依据 8 h 工作规律选用 7 h、16 h、24 h、36 h 4 个时段; 皂化温度选用

表 4 温度为 30 °C 时检验结果 (g)

样品	静止时间 (h)			
	7	16	24	36
样品 1	3.028	3.028	3.038	3.038
样品 2	3.661	3.661	3.661	3.652
样品 3	2.471	2.471	2.471	2.471
样品 4	1.565	1.574	1.574	1.574

表 5 温度为 37 °C 时检验结果 (g)

样品	静止时间 (h)			
	7	16	24	36
样品 1	3.038	3.038	3.038	3.029
样品 2	3.661	3.652	3.661	3.661
样品 3	2.471	2.471	2.471	2.471
样品 4	1.574	1.574	1.565	1.574

10 °C、20 °C、30 °C、37 °C 4 个水平。选用 4 种温度各 4 个时段, 是因为温度一定时不同时间对静止皂化法的测定结果有重要影响, 之所以选用 37 °C, 是考虑到一些实验室同时也进行微生物检测, 如果利用微生物培养箱的多余空间进行皂化, 将更能够充分节约用电。

2.2 数据比较

经过检测比较: 第一轮数据表明静止皂化法与新标准方法的绝对差值均小于 1 %, 符合常规检测精密度要求。第二轮数据表明皂化温度在 20 °C 以上, 皂化时间在 16 h 以上能达到充分皂化效果。如果采用 37 °C 温度条件皂化, 时间在 8 h 以上就能达到充分皂化效果。数据与新标准方法相比也均在允许误差范围内。

3 讨论

白酒是食品中的一个大类。其质量要求由感官品尝和理化数值两方面组成, 并且感官品尝优于理化数值。相对于其他工业生产制造产品, 白酒理化分析数值的精密度要求相对也不高。选用静止皂化法测定白酒中的总酯含量, 是考虑到能节约一些用水和用电[每个样品可节约用电 0.8~1.0 kWh (以 800 W 电炉计), 节约用水 20~80 L 之间(视气温高低)], 同时可提高一些工作效率。若以目前国内白酒行业规模, 其节电节水的潜力值得引起重视。当然, 如果选用静止皂化法, 必须先要做一些试验, 与标准方法进行比对, 求出其修正值后方可实用。同时, 也要结合单位的实际情况, 因为静止皂化法也有它的不足之处, 如分析时间较长, 在气温较低的时候要注意保温等等。笔者在此只是提一个选择的建议供参考。

参考文献:

- [1] 全国食品发酵标准化中心. 中国食品工业标准汇编饮料酒卷 (第二版) [M]. 北京: 中国标准出版社, 2001.
- [2] GB/T10345-2007, 白酒分析方法[S].
- [3] QB850-83, 浓香型白酒及其试验方法[S].