

白酒分析检测现象的有效应用

卢中明, 张宿义

(泸州老窖股份有限公司, 四川 泸州 646000)

摘要: 分析检测是白酒生产过程监控和质量控制的重要手段。然而, 在生产中却没有充分发挥分析检测的作用。企业应建立相应的分析检测岗位, 培养熟悉白酒生产工艺的高素质分析检测人员, 重视分析检测现象, 将分析检测过程中发现的异常现象作为生产监控或质量控制的依据, 为生产监控和质量控制提供更科学、更准确的信息。(陶然)

关键词: 白酒; 分析检测; 作用; 现象

中图分类号: TS262.3; TS261.7 文献标识码: B 文章编号: 1001- 9286(2008)09- 0069- 02

Effective Application of Liquor Analytic Measurement

LU Zhong-ming and ZHANG Su-yi

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

Abstract: Analytic measurement is an important approach for liquor production monitoring and liquor quality control. However, we don't make full play of the roles of analytic measurement in liquor production. Liquor-making enterprises should set corresponding analytic measurement post and train high-quality analytic measurement staffs quite familiar with liquor production techniques. Besides, the analytic measurement results should be highly valued and the abnormal phenomenon in the process of analytic measurement which could provide scientific and accurate information for liquor production could be used as evidence for production monitoring and quality control. (Tran. by YUE Yang)

Key words: liquor; analytic measurement; roles; phenomenon

白酒的分析检测是食品安全和产品质量的基本要求。甲醇、重金属(铅、锰)、杂醇油、氰化物、食品添加剂等含量的测定, 都是国家标准中明确规定必须强制执行的项目; 乙醇浓度、总酸、总酯、固形物和特征香味成分含量的测定是产品质量标准检测的项目。在生产过程控制中, 通过对白酒质量指标如总酸、总酯、乙醇浓度、香味成分含量的分析检测, 可以对其质量进行初步判断, 也可追溯到对生产过程、科研的控制, 如对糟醅发酵、产品设计、酒处理、新产品开发、工艺革新的检测与控制等等。因此, 白酒的分析检测在白酒生产监控和质量控制等方面具有重要的作用和意义。本文从白酒分析检测过程中发现的一些现象和检测结果与白酒质量及其生产过程控制等方面的关系进行探讨, 并提出一些值得关注的问题, 以期引起同行的关注, 不妥之处望同行指正。

1 白酒分析方法概述

白酒分析检测主要是测定白酒的乙醇浓度(酒精度)、总酸、总酯、固形物、特征香味成分、甲醇、重金属(铅、锰)、杂醇油、氰化物、食品添加剂等的含量, 根据GB/T 10345和GB/T 5009.48的规定, 对于乙醇(酒精

度)、总酸、总酯、固形物、甲醇、重金属(铅、锰)、杂醇油、氰化物采用的是常规分析方法, 如酸碱滴定方法、电位滴定方法、pH值滴定方法、比色法等。其中总酸、总酯的检测所使用的滴定方法是经典方法之一, 简便易学因而在白酒行业中推广最为广泛。随着现代仪器分析技术在白酒行业的广泛应用, 白酒中的香味成分、甲醇、重金属(铅、锰)、杂醇油、食品添加剂等物质的含量现在一般都采用仪器分析进行测定。目前, 在行业中应用的仪器分析技术主要有色谱技术、气-质联用技术、光谱分析技术等, 特别是色谱技术目前已经成为白酒分析检测体系中一种重要的仪器分析检测技术。

2 白酒分析检测工作存在的不足

由于白酒分析检测部门一般设置在企业的质量管理部门或专门检测部门, 很少与白酒的生产环节紧密联系, 而对于生产部门如基酒酿造、基酒贮存、酒体设计、酒源后处理等部门往往难以接触分析检测。因此, 造成白酒分析检测工作仅仅成为单纯的提供分析检测数据的过程, 而对于一些分析检测时产生的一些异常的物理、化学现象难以得到重视, 很少将分析检测过程中产

收稿日期: 2008-06-25

作者简介: 卢中明(1975-), 男, 工程师, 学士, 国家级白酒评委, 参与《白酒分析方法》GB/T 10345等国家标准的起草, 完成科研项目10项, 发表论文近20篇。

生的异常现象作为生产监控或质量控制的依据。

3 白酒分析检测中现象的有效应用

白酒分析检测现象,一般指在进行白酒常规分析检测时产生的化学反应现象(如滴定终点的指示剂颜色的变化)、样品分析结束后器皿上的残留物形态、颜色或气味(如白酒固形物测定后的蒸发皿上的残留物情况),以及进行仪器分析的图谱形态变化等。由于白酒分析检测过程中产生的现象众多,在此仅举例说明一些分析检测现象在白酒生产监控或质量控制方面的应用。

3.1 总酯测定中的返终点现象

总酯是白酒质量检测的必检项目,对于高质量的固态法白酒在总酯测定中,临近终点时,当滴加1滴酸标准溶液使溶液颜色由浅粉红色变成无色后,溶液就不再返回浅粉红色,终点很明显。而对于新工艺白酒的总酯测定,存在返终点现象。在滴定过程中,当临近终点时,滴加1滴酸标准溶液使溶液由浅粉红色变成无色后,在很短的时间内,5s、10s或20s内溶液有可能变成浅粉红色。此时继续滴加酸标准溶液在30s内不再返回粉红色,即达到终点。但30s或60s后又缓慢地变成浅粉红色。因此,在总酯测定中的返终点现象可以初步判定白酒的质量等级或生产工艺类型。

3.2 固形物测定中蒸发皿残留物的形态特征

白酒经蒸发、烘干后,不挥发性物质残留于蒸发皿中,用称量法测定白酒固形物的含量。通过对残留于蒸发皿残留物的形态特征也可了解掌握白酒产品质量等级、基础酒贮存期、后处理效果等。若蒸发皿洁净、固形物含量极低,一般来讲该产品属于新工艺白酒或贮存期极短的基酒组合而成;若蒸发皿上有黑色斑点的残留物,可以推断该酒的后处理过程中活性炭没过滤去除干净,过滤时应调节过滤压力或更换、清洗高分子滤片;若蒸发皿上有白色或黄色斑点的残留物,可以推断该酒的后处理过程中硅藻土渗透在酒中了,在硅藻土澄清过滤时应延长硅藻土循环涂料时间或加大细硅藻土的用量比例。

3.3 对仪器分析图谱的观察

一般来说,对于同企业的白酒仪器分析的图谱形态应相对稳定。鉴于此,众多的酒界科研人员利用这一特性研究开发了“白酒指纹图谱”、“白酒身份证”等鉴定白酒质量或真伪的软件系统。当然,也有利用这一特征作为生产过程监控或质量控制的手段。例如,在进行白酒气相色谱分析时,若发现样品的乙酸正丙酯色谱峰异常突出,说明该酒接触了劣质的塑料或橡胶,感染了胶臭味。

因此,在进行白酒分析检测时,应重视分析过程中所产生的一系列物理、化学变化现象,通过这些现象可以了解掌握分析样品的质量等级、生产环节的控制情况,为生产调控或工艺监控提供准确的信息。

4 如何才能有效应用白酒分析检测现象

4.1 对分析检测人员的基本要求

分析检测人员是直接接触各种分析检测的现象的,因此要想有效应用好这些物理、化学变化现象,必须要有熟悉白酒生产工艺的高素质的分析检测人员。

4.1.1 具有严谨认真、实事求是的工作态度

分析检测工作贯穿于白酒企业生产的全过程,是一项既严肃又实事求是的工作。分析检测人员应注意观察各种常规分析检测项目测定时的溶液颜色变化、器皿残留物形态等,做好记录并加以总结,形成规律性或经验性的资料,一旦在分析中发现与以前的现象不一致,必须及时做好记录,及时向相关部门反映,共同来查找造成的原因。这就要求分析检测人员对待本职工作要严谨认真、实事求是、一丝不苟,具备科学的工作态度。

4.1.2 具有坚实的理论基础知识

分析化学是分析检测的理论基础,分析人员应系统地学习和掌握,而对于白酒分析检测人员除了掌握相关的分析化学知识外,还应系统掌握白酒的相关知识,特别是白酒风味化学、胶体化学的相关知识,当遇到一些异常的分析检测现象才能准确地分析、查到原因。

4.1.3 熟悉白酒的生产工艺

作为分析检测人员特别是承担企业半成品检测人员,应熟悉白酒生产工艺。当样品分析时观察到一些异常现象,能够与生产环节联系起来。比如当测定样品固形物时发现残留在蒸发皿上有较多的黑色物质,能够想到这些黑色物质是酒处理所用活性炭。而对于一个根本不熟悉白酒后处理的检测人员来说,根本不会想到黑色物质是白酒后处理带来的,若结果在标准要求范围类,酒处理人员也不会及时发现这一异常现象。因此,企业在进行分析检测人员培训时除了分析理论知识的培训外,还应重视白酒生产工艺的培训。

4.2 企业分析检测部门的设置

企业分析检测部门不仅仅只定位于样品理化指标的检测者,更重要的应将其定位成生产过程的监视者。因此,企业除了设置专门的成品酒检测部门外,还应在制曲、酿酒、基酒收储、酒体设计、研发等部门设置相应的分析检测岗位。企业也可将所有的分析检测仪器整合在一起,成立不同的检测小组,分别承办不同的分析检测任务,根据检测任务配备既懂分析又熟悉相应生产工艺的人员作为组长,这样才能真正实现分析检测是“生产的眼睛”,把样品的检测结果由单纯的“数据结果”转变成全面“现象结果”,真正为生产监控和质量控制提供更科学、更准确的信息。

4.3 建立有效的运行机制

如何将分析检测过程中产生的现象更好地与生产监控和质量控制对接是有效应用分析检测现象的关键。因此,企业应建立相应的机制,重视分析检测现象能够

(下转第72页)

表1 凤香复合型大曲制曲工艺改进前后对照结果

项目	改进前	改进后(实验曲)
原料配比	大麦:小麦:豌豆为 45:35:20	大麦:小麦:豌豆为 45:40:15
大火期温度	58~63℃	60℃以上

表2 凤香复合型白酒大曲工艺改进前后
感官及理化指标对照结果

项目	改进前	改进后(实验曲)
水分(%)	10.85	10.30
酸度(mL/g)	0.85	0.80
糖化力(mg/g 曲·h)	830.2	730.5
液化力(g/g 曲·h)	0.19	0.21
发酵力(%)	63.56	62.32
感官	典型性好, 香气 较浓郁	典型性好, 香 气浓郁

的香气更加浓郁,有利于长期发酵,也为新产酒增加香气,增强醇厚感打下了良好的基础。

2.2 制酒生产控制

2.2.1 适当延长发酵期

延长发酵期其作用主要是促进窖内酒醅中各种物质进行生物化学反应,可以起到酯化、老熟、协调酒体的作用。我们经过实验,将凤香复合型白酒的发酵期由原来的21d延长到30d后,酒中的总酸、总酯、单酯含量显著提高,使酒的醇香味增加,新酒味明显减轻,酒体更加醇厚丰满,绵柔爽口,风格更加突出。

2.2.2 坚持缓慢装甑,缓火蒸馏,接较高酒度

据实验证明,同样的酒醅缓火蒸馏20min与大火蒸馏10min相比,新产酒中乙酸乙酯提高15%左右,己酸乙酯提高10%,乳酸乙酯降低30%~40%;由于乙酸乙酯、己酸乙酯难溶于水,易溶于乙醇,它随乙醇的馏出而馏出,它们的馏出量与酒精浓度成正比,所以我们还应采取接较高酒度,酒精度65%vol。

2.2.3 做好平窖、踩窖、泥封窖及跟窖工作

封窖为了使酒醅与外界空气隔绝,形成厌氧条件,有利于酒精发酵。如果封窖不严,或不能及时跟窖,造成窖皮破裂,就会产生酒醅发烧、霉变、生酸,甚至给酒带

来邪杂味。因此,酒醅入池后做到平窖、踩窖、泥封窖,每周跟窖检查一次,防止有害微生物入侵,保证酒醅发酵正常进行,才能有利于提高酒质。

3 从发酵窖池上采取措施提高酒质

“土窖池发酵,窖池保养,窖泥不更换”是凤香复合型白酒的工艺特点之一。窖池是发酵之本,好窖是产好酒的基础。但是好窖需靠长期精心保养,窖池保养好了,才能出好酒。具体措施是将培养成熟的己酸菌液、尾酒等喷酒在窖壁、窖底,保持窖泥湿润,增加窖池中的己酸菌数量,使发酵酒醅中己酸和己酸菌数量增多,从而增强了醅中的醇和酸的酯化作用,形成了己酸乙酯,以达到提高酒质的目的。

表3、表4是通过上述一系列措施实施后对新产酒多次抽样,感官品评及理化分析结果。

表3 发酵窖池改造前后产酒感官品评结果

改进前	改进后
醇香秀雅,具有乙酸乙酯和己酸乙酯为主的复合香气	醇香浓郁,具有乙酸乙酯和己酸乙酯为主的复合香气
酒体醇厚,谐调爽净,余味长,风格明显	醇厚丰满,绵柔爽净,诸味谐调,余味悠长,风格突出

表4 发酵窖池改造前后产酒理化指标 (g/L)

发酵期(d)	总酸	总酯	乙酯	乳酯	己酯
21	0.85	3.26	1.56	1.31	1.06
30	1.09	3.65	1.78	1.50	1.29

由表3、表4可看出,通过以上措施的有效实施,所产酒的总酸、总酯及单酯含量有所提高,醇香、醇厚感增强,酒体更加丰满谐调,风格更加突出。

4 结论

提高凤香复合型白酒的质量不能只靠勾兑,必须从源头抓起。要切实加强原料、制曲、制酒等各个环节的管理,严格工艺控制,并不断的总结和完善,为日后的贮存勾兑奠定坚实基础。

(上接第70页)

及时准确地反馈到生产中去。比如,在分析检测人员考核方案或岗位职责中,要求分析人员总结样品分析检测时的一些物理、化学现象,样品结果异常时必须记录相应的分析现象。比如对于一个成品酒的固形物超标,如果只有“数据结果”,负责酒源过滤处理的人员可能就会采用植酸对酒源进行处理以达到降固的目的;如果在分析结果通知单上附上样品在固形物测定时发现的蒸发皿有黑色的残留物,酒处理人员就会及时、准确地知道这是活性炭未过滤去除干净而造成固形物超标。

综上所述,企业对于白酒分析检测结果不能仅仅只要求一个简单的数据反馈,还应重视分析现象的描述,将分析检测中产生的异常现象能够及时与生产监控和质量控制有效地对接,才能真正实现“眼睛”的作用。作为分析检测人员更应加强白酒知识的学习,主动了解掌握生产工艺,进一步提高各方面素质,努力做好分析检测工作,真正起到分析是生产上“眼睛”的作用,为企业的生产、经营和发展作出积极的贡献。