白酒中固态发酵酒的鉴别及含量的测定

王东新,胡永钢,王金英,张生万 (山西大学化学化工学院,山西 太原 030006)

摘 要: 利用光度法对固态发酵酒和新型白酒的显色现象进行了研究,建立了定量测定白酒中固态发酵酒含量的新方法。研究表明,固态发酵酒在碱性条件下,70 ℃恒温 4 h 显色后,在 363 nm 处吸光度值与其在白酒中的体积百分含量有良好的线性关系,其线性范围为 25 %~100 %(v/v),相关系数 r=0.991,回收率 95.91 %~100.8 %,相对标准偏差(RSD)为 1.14 %,该法可用于市售白酒中固态发酵酒与新型白酒的鉴别及白酒中固态发酵酒所占体积百分含量的测定,具有快速、准确、可靠的优点。

关键词: 分析检测; 固态发酵酒; 新型白酒; 光度法 中图分类号:Q657.3;TS261.7 文献标识码:A 文章编号:1001-9286(2005)02-0079-03

Distinguishment of Liquor by Solid Fermentation and Its Content in Liquor Determination

WANG Dong-xin, HU Yong-gang, WANG Jin-ying and ZHANG Sheng-wan (Chemical Engineering College of Shanxi University, Taiyuan, Shanxi 030006, China)

Abstract: Spectrophotometry was applied to study coloration in new type liquor and in liquor by solid fermentation method. Furthermore, a new method for quantificational measurement of the content of liquor by solid fermentation in liquor was described by UV-Vis spectra. The experimental results showed that liquor by solid fermentation could occur color reaction when laid in thermostat water bath for four hours at 70 °C on the alkali condition. After color reaction, the absorbency of liquor by solid fermentation was proportional to its content in liquor at 363 nm. The linear range was $25 \% \sim 100 \% (v/v)$ with a correlation coefficient of 0.991, the recoveries and RSD were 95.91 % $\sim 100.8 \%$ and 1.14 % respectively. The method could distinguish liquor by solid fermentation from new type liquor and determine the content of liquor by solid fermentation in liquor. This method had the advantages of rapidity, accuracy and reliability. (Tran. by YUE Yang)

Key word: analysis and detection; solid state fermentation liquor; new type liquor; spectrophotometry

固态发酵酒是指以糖或淀粉为原料,经固态配料、糖化发酵、蒸馏而制得的白酒;新型白酒(又称新工艺白酒)则是指以优质食用酒精为基础酒,经过添加香料和陈酒而勾兑成的各种香型白酒。近几年,随着勾兑技术的提高,新型白酒完全可与固态发酵酒相媲美[□]。但是市售的这两类酒并没有明确的标识,为了保护我国传统发酵酒的发展,建立简易鉴别和测定白酒中固态发酵酒含量的方法,具有实际的使用价值。对白酒的分析检验,除GB10781 中规定的项目外,鉴别质量主要依靠色谱法。但由于新型白酒中微量物质的含量与固态发酵酒中的

差别很小,故该法对两类酒的鉴别受到限制。其他方法对于各种香型的新型白酒则不能给出定量结果。

应用气相色谱法测定白酒的成分^[2]、紫外光谱法测定酒中糠醛的含量^[3]、激光拉曼光谱测定酒中甲醇的含量^[4-5]、原子吸收分光光度计鉴别伪劣白酒^[6]等方法来鉴别白酒的质量及真假酒已有不少的报道,固态发酵酒和新型白酒的定性鉴别法^[7]也有报道,但是,定量鉴别方法至今未见报道。有资料表明固态发酵酒在碱性加热条件下会显色,本文对该显色现象进行了研究,确定了显色条件,建立了定量测定新型白酒中固态发酵酒含量的新

基金项目: 山西省自然科学基金(20041013)和山西省科技攻关课题(021171)资助项目。

收稿日期:2004-09-22

作者简介: 王东新(1978-), 男, 山西阳高人, 在读硕士研究生。

方法,同其他鉴别方法相比具有简单、快捷、灵敏、准确的优点,既可鉴别又可定量测定白酒中固态发酵酒的含量。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

Lambda-2型双光束紫外-可见分光光度计(美国 PE 公司),恒温磁力搅拌器等。

NaOH,无水乙醇等所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

乙醇碱液:由 65%(v/v) 乙醇水溶液与 1 mol/L NaOH 溶液按 12:1.8 的体积比配成的溶液在 70% 恒温 水浴中加热 4 h 后得到。

65 度清香型固态发酵酒与新型白酒(由杏花村汾酒 厂提供)。

1.2 实验原理与方法

1.2.1 实验原理

固态发酵酒在碱性加热条件下酒体变黄,并且不同类型的白酒,显色的深浅有明显差异,比如:凤香型白酒(西凤)呈浅黄色,清香型白酒呈黄色,浓香型白酒(五粮液)呈暗黄色,酱香型白酒(茅台)呈深黄色^[7];对于同种香型的白酒,不同厂家的酒显色也各不相同,显色后均在 λ_{max} 为 363 nm 处有吸收,对同一厂家、同一香型的白酒,显色后其吸光度值与固态发酵酒在白酒中的体积百分含量有良好的线性关系,通过测定吸光度值可求得白酒中固态发酵酒的含量,该法也可鉴别新型白酒和固态发酵酒。本工作是选取清香型白酒(汾酒)作为研究对象。

1.2.2 实验方法

准确移取 12 mL 待测酒样于 50 mL 具塞比色管中,加入 1.8 mL 1 mol/L NaOH 溶液,在 70 ° 恒温水浴中加热 4 h,以下简称处理酒样。加热完毕后冷却至室温,用乙醇碱液定容至 50 mL,然后在 363 nm 处以乙醇碱液作为对照测定其吸光度,代入线性方程,求得待测酒样中固态发酵酒的含量。

2 结果与讨论

2.1 测定波长的选择

以乙醇碱液为对照,对处理酒样、固态发酵酒原样进行光谱扫描;以空气为对照,对乙醇碱液、65%(v/v)乙醇水溶液进行光谱扫描,结果见图 1。

由图 1 可得,处理酒样在 363 nm 附近出现了吸收峰,而原样在此处没有吸收,可判断 363 nm 附近的吸收是酒体显色产生的,故选择 363 nm 作为测定波长进行研究。乙醇碱液在 363 nm 处没有吸收,选用乙醇碱液作

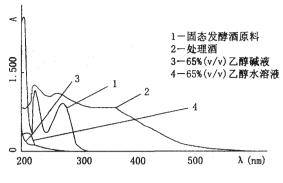


图 1 光谱扫描图

为对照溶剂。

2.2 氢氧化钠溶液加入量的影响

固态发酵酒在碱性加热实验中,加碱量的不同,显色深浅也不同。取 8 支 50 mL 具塞比色管,各加入 12 mL 固态发酵酒,再分别加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液 0.8 mL,1 mL,1.2 mL,1.5 mL,1.8 mL,2 mL,2.2 mL,2.5 mL,混匀,在 70 $^{\circ}$ C恒温水浴中加热 4 h 后冷却至室温,定容后在 363 nm 处测定吸光度。以加碱量为横坐标,吸光度为纵坐标作图,见图 2。

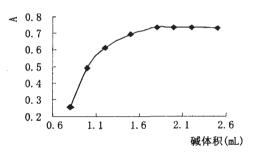


图 2 氢氧化钠溶液的加入量的影响

由图 2 可看出,随着加碱量的增加,吸光度值先随之变大后基本保持恒定,当加碱量为 $1.8~\mathrm{mL}$ 时吸光度达最大值,故可确定酒样与最佳氢氧化钠溶液 $(1~\mathrm{mol/L})$ 的体积比为 12:1.8。

2.3 显色时间和温度的影响

固态发酵酒在碱性加热实验中,随着加热温度及时间的不同,显色程度不同。向 8 支 50 mL 具塞比色管中分别加入 12 mL 固态发酵酒和 1.8 mL 1 mol/L 氢氧化钠溶液,于 40 $^{\circ}$ C水浴中分别恒温 1 h,1.5 h,2 h,2.5 h,3 h,3.5 h,4 h,4.5 h 后,冷却至室温,用乙醇碱液定容后在363 nm 处测定吸光度。同上述实验方法分别测定在50 $^{\circ}$ C,60 $^{\circ}$ C,70 $^{\circ}$ C,80 $^{\circ}$ C,90 $^{\circ}$ C时恒温处理酒样的吸光度,测定结果见图 3。

由于在 $90 \, ^{\circ}$ 化水浴中加热 $2 \, h$ 后,冷却至室温,酒体呈乳浊状,干扰紫外—可见吸收光谱的测定。从图 3 可明显看出, $70 \, ^{\circ}$ 见显色 $4 \, h$ 时的吸光度值最大。由此可确定最佳显色温度为 $70 \, ^{\circ}$,时间为 $4 \, h$ 。

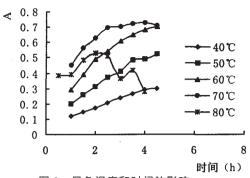
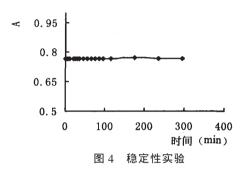


图 3 显色温度和时间的影响

2.4 稳定性实验

取一定量的处理酒样间隔一定的时间测定其吸光度,见图 4。实验表明在显色后 5 h 内稳定性良好。



2.5 标准曲线的绘制

准确移取固态发酵酒与 65%(v/v)乙醇水溶液不同比例的混合酒样 10%, 按照 1.2.2 所述方法测定吸光度, 绘制标准曲线, 见图 5。

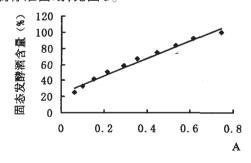


图 5 吸光度与固态发酵酒含量(%)的关系图

实验表明,吸光度值与白酒中固态发酵酒含量在 $25\%\sim100\%$ (v/v)范围内有良好的线性关系,其一元线性回归方程为 y=109.48x+24.052,相关系数 r=0.991。

2.6 精密度试验

按照固态发酵酒:65 %(v/v)乙醇水溶液=1:1 配制试样,按照 1.2.2 中所述的方法进行 7 次平行实验。结果见

表 1。

| 表 1 | 精密度试验 | | | |
|--------|-----------------|------------|---------------|--|
| 吸光度 | 固态发酵酒的 含量(%) | 平均值 (%) | 相对标准 偏差(%) | |
| 0. 240 | 50. 33 | | | |
| 0. 230 | 49. 23 | | | |
| 0. 233 | 49. 56 | 49. 55 | 1. 14 | |
| 0. 230 | 49. 23 | | | |
| 0. 240 | 50. 33 | | | |
| 0. 230 | 49. 23 | | | |
| 0. 227 | 48. 90 | | | |

2.7 样品及回收率的测定

准确移取 12 mL 新型白酒于 50 mL 具塞比色管中,按照 1.2.2 所述的实验方法进行 3 次平行试验,其固态发酵酒的平均含量为 35.62%。同法测定新型白酒和固态发酵酒 3 种比例的混合酒样,进行回收率的计算,回收率在 $95.91\%\sim100.8\%$ 。其结果见表 2。

表 2 白酒中固态发酵酒的回收率测定结果

| 项目 - | V _新 :V _國 | | | |
|-----------|--------------------------------|--------|---------|--|
| | 8:4 | 6:6 | 3:9 | |
| 理论含量(%) | 57. 08 | 67. 81 | 83. 905 | |
| | 56. 90 | 66. 53 | 82.08 | |
| 实际测得含量(%) | 57. 11 | 66. 20 | 82. 30 | |
| | 57. 33 | 65. 76 | 82. 30 | |
| | 99. 46 | 97. 44 | 97. 56 | |
| 回收率(%) | 100. 1 | 96. 78 | 97.85 | |
| | 100.8 | 95. 91 | 97.85 | |

参考文献:

- [1] 沈怡方.白酒生产技术全书[M].北京:中国轻工业出版社,
- [2] 项蓓.浅谈运用气相色谱法鉴别真假国家名优白酒[J].酿酒, 1992,(5):26-32.
- [3] 许汉英,赵晓君.分光光度法测定白酒中的糠醛[J].应用化学, 1997,14(3):84-86.
- [4] 王文科.乙醇和甲醇混合液激光拉曼光谱研究[J].北京化工大学学报,1995,22(04):81-85.
- [5] 许道连,钟先信.酒中甲醇含量检测方法[J].重庆大学学报, 2000,23(02):109-111.
- [6] 张薇君.利用原子吸收分光光度计鉴别伪白酒的方法研究[J]. 新疆质量与标准化,1992,(5):39-42.
- [7] 李杰,李香芹.蒸馏酒与配制酒的简易鉴别法的探讨[J].食品科学,1998,19(11):27-28.

广东 2004 年酒类销售超 150 亿元

本刊讯:据悉,2004年广东全省酒类市场在原材料大幅涨价以及毒酒事件等不利条件影响下,依然取得了可喜的成绩,全省酒类销售额超过 150 亿元。其中,啤酒增长最快,同比增长 15.5%。全省平均千升酒利润高达 226元,高于全国啤酒业平均利润的 75%。(小小)