

利用葡萄酒自动分析仪测定葡萄酒中的挥发酸

盛 慧 彭 军 姜忠军 赵荣华

(烟台张裕集团技术中心, 山东 烟台 264000)

摘 要: 利用 Futura 多通道连续流动分析仪测定葡萄酒中挥发酸含量, 具有快速、准确、灵敏度高的特点。该仪器提高了结果的准确性, 使测定样品时间大大缩短, 测定样品的再现性很好, 是一种高效率的检测方法。(丹妮)

关键词: 分析检测; 葡萄酒; 挥发酸; 连续流动分析仪

中图分类号: O657; TS262.6 文献标识码: B 文章编号: 1001-9286(2005)05-0094-03

Determination of Volatile Acids Contents in Grape Wine by Futura Continuous Flow Analyzer

SHENG Hui, PENG Jun, JIANG Zhong-jun and ZHAO Rong-hua

(Technical Center of Changyu Group Co. Ltd., Yantai, Shandong 264000, China)

Abstract: Futura continuous flow analyzer was used in the determination of volatile acids contents in grape wine and it had the advantages of rapid and accurate measurement and high sensitivity. Its application could improve the accuracy of measurement results and shorten greatly sample measurement time with good reproducibility of measured samples. Accordingly, such technique was a high efficiency determination method. (Tran. by YUE Yang)

Key words: determination; grape wine; volatile acids; Futura continuous flow analyzer

分析挥发酸度可以判断葡萄酒样的健康状况与腐败情况, 挥发酸度可以指示酒样的经过历史, 用以说明酒质变化、酿酒工艺缺点、藏酒技术不良, 亦可预先判断酒样有储存中的困难所在。新鲜的葡萄汁中只含有微量的挥发酸 (70~250 mg/L), 当葡萄汁经过酒精发酵作用, 糖分变成乙醛, 乙醛可变成酒精及醋酸。醋酸是挥发酸的主体。健康的葡萄酒中, 挥发酸含量一般不超过 0.3~0.8 g/L。使用法国 Alliance 公司生产 Futura 多通道连续流动分析仪测定葡萄酒中挥发酸含量, 在国内葡萄酒行业为数不多。Futura 多通道连续流动分析仪 (SFA Segmented Flow Analysis) 各反应液体流之间用空气或氮气气泡隔开, 用来阻止内部样品的扩散, 采用微流和宏流技术 (Microflow and Macroflow)。在同一次分析中同时应用这一专利技术, 使化学反应流速任意控制成为可能, 从而可满足不同的化学反应的速度时间要求, 每个样品均采用全蒸馏方式^[1]。最大样品处理速度为 100 个样/h, 极大节约了检测时间。

1 连续流动分析仪的反应机理

以氮气为载气, 采用蒸馏法在 100 ℃把属于醋酸系列的全体脂肪酸从其酒中蒸馏分离出来, 经过碘酸钾/碘化钾的氧化还原反应生成碘, 于 410 nm 处比色测定其黄-褐颜色反应物的光密度值。

2 试剂

2.1 酒石酸

酒石酸 25 g, 蒸馏水 1000 mL。将 25 g 酒石酸溶解于 800 mL 蒸馏水中, 然后再用蒸馏水稀释至 1000 mL。

2.2 双氧水 (H₂O₂ 0.1 % (v/v))

双氧水 30 % 0.1 mL。取 0.1 mL (H₂O₂ 于 80 mL 蒸馏水中, 用蒸馏水稀释至 100 mL。

2.3 碘化钾溶液

把 5 g 碘化钾溶解于 150 mL 的蒸馏水中, 用蒸馏水稀释至 100 mL。

2.4 碘酸钾溶液 2 g/L, Brij-35 0.5 mL

把 2 g 的碘化钾溶解于大约 800 mL 蒸馏水中, 用蒸馏水稀释至 1000 mL, 加入 0.5 mL Brij-35。

收稿日期: 2004-12-07; 修回日期: 2004-12-23

作者简介: 盛慧 (1967-), 女, 江苏人, 学士, 现在张裕集团公司技术中心从事葡萄酒分析工作, 发表论文数篇。

3 仪器设备

3.1 Futura 多通道连续流动分析仪挥发酸通道。

3.2 转盘式连续自动进样器,104 个样品。

3.3 电脑及安装 The Futura Continuous Flow Manager System Software。

3.4 氮气瓶。

4 试样要求

葡萄酒样品澄清液。

5 分析步骤

5.1 工作液制备与标准曲线

乙酸 100 % CH_3COOH 。

标准曲线梯度: 0.21 g/L, 0.42 g/L, 0.63 g/L。

5.2 设备工作参数要求

测定挥发酸范围 0.0~1.0 g/L, 样品 60 个/h, 加热池温度 100 °C, 光密度值范围 0.05~0.55, 标准液基线设置为 0, 检测波长 410 nm。寻峰时段 10~40 s, 保留时间 240 s, OD 值范围 0.05~0.5, 公差默认值为 0.005, 灵敏度设为 1000。

6 结果与讨论

6.1 标准曲线谱图 (图 1, 图 2)

联机, 测试配制好的标准溶液样品, 检出峰形的基线 OK, 仪器峰形正常。

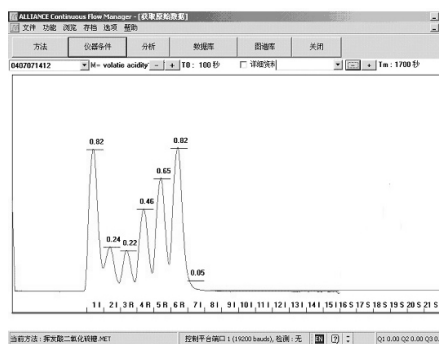


图 1 标准溶液峰形图

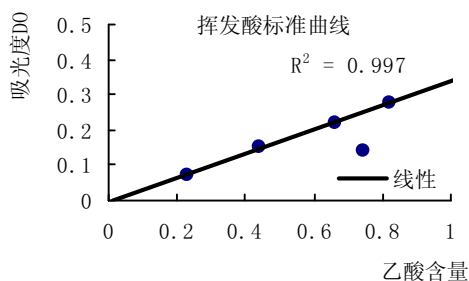


图 2 仪器测定的标准曲线

6.2 与常规仪器挥发酸分析结果的比较 (表 1)

使用常规仪器测定挥发酸的方法采用国标 GB/

表 1 两种方法的葡萄酒挥发酸测定值 (g/L)

样品	常规方法测定值	Futura 测定值	样品	常规方法测定值	Futura 测定值
1	0.46	0.48	11	0.50	0.53
2	0.55	0.52	12	0.32	0.35
3	0.56	0.55	13	0.52	0.55
4	0.50	0.50	14	0.57	0.57
5	0.52	0.57	15	0.62	0.65
6	0.51	0.50	16	0.65	0.65
7	0.48	0.49	17	0.64	0.63
8	0.61	0.62	18	0.56	0.56
9	0.60	0.61	19	0.61	0.65
10	0.58	0.60			

T15038-94, 使用双沸式蒸馏装置测定挥发酸, 国内葡萄酒生产厂大多采用此方法。

利用法国 ALLIANCE 公司的 Futura 挥发酸通道连续流动分析葡萄酒样品中的挥发酸含量结果, 和国内常规分析方法得出的结果基本吻合。

国内常规测定挥发酸以 20 mL 0.1 mol/L 的一般溶液为样品进行蒸馏, 收集 250 mL 流出液, 用 0.1 mol/L NaOH 标准溶液进行滴定, 计算乙酸含量, 其回收率要求 $\geq 99.5\%$, 以保证挥发酸能够完全蒸出。

利用仪器测定挥发酸, 利用碘酸钾/碘化钾与挥发性酸的特异性反应, 测定 410 nm 处的光密度值来计算挥发酸含量 (见图 3)。

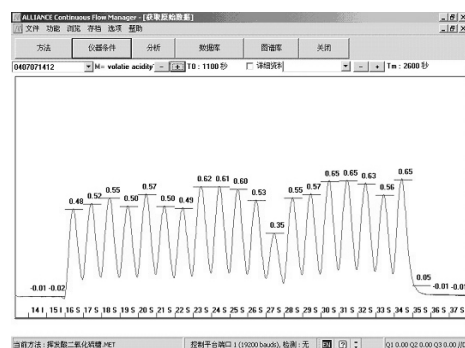


图 3 挥发酸峰形图

两种实验方法比较:

①国内常规测定方法受蒸馏装置的影响, Futura 挥发酸装置加热池蒸馏装置为密封式, 内环境温度 100 °C, 蒸馏物不受装置本身影响。

②使用国内常规测定方法蒸馏出的溶液中, 除了含有挥发酸外, 还含有 SO_2 和少量的 CO_2 , 这些物质参与酸碱滴定使挥发酸结果偏高。虽可以采取加热至沸的方法, 但要控制加热时间的长短, 人为因素多, 增加了结果的不确定性。Futura 挥发酸测定中加入酒石酸将溶液酸化, 使酒中存在的以盐的形式结合的酸尽量转化为游离挥发酸被蒸出, 提高了结果的准确性。

③与常规方法比较,测定样品时间大大缩短,常规测定 4~5 个样品/h,仪器 60 个样品/h。

④使用药品均可以国产化,降低了测定样品的成本。这对大型葡萄酒生产企业批量检测葡萄酒中挥发酸含量提供了快速准确的测定方法,其产品通过 ISO9001 认证。

6.3 测定样品的重现性

测定样品线性相关系数 $R=0.997$ 符合仪器测定条件,标准溶液配置浓度为 0.22 g/L, 0.44 g/L, 0.66 g/L, 0.82 g/L, 而实际测定值为 0.23 g/L, 0.46 g/L, 0.65 g/L, 0.82 g/L, 说明测定样品的再现性很好。选择使用一定梯度的测定样品本身作标样,进行重现性测定其相关系数均大于 0.99 (已测定)。

6.4 实践经验

利用 Futura 挥发酸通道连续流动分析仪分析葡萄酒样品时要注意整个运行通道的连续性,测试开始时,出现受刺激的第一个峰要高,一般占电脑屏幕的一半,来保证后续样品的出峰正常。要控制氮载气的流量,通

过样品加热池后的蒸馏液是否均匀 (形成气泡-样品-气泡),保证进入比色池的样品均匀整齐。进样速度比实际反应的结果滞后,通道上方的屏幕显示出峰的 DO 及基线等参数,观察测试完毕后基线是否漂移。如果在重现性测定过程中出现二次测定值偏高现象,说明是乙酸标准原液浓度高造成的,需要重新标定。在实际测试中发现,蒸馏水偏酸性,在配置标准液时应引起注意。

7 结论

利用法国 ALLIANCE 公司的 Futura 挥发酸通道连续流动分析仪测定葡萄酒样品中的挥发酸含量,快速、准确、灵敏度高,是一种高效率的检测方法。

参考文献:

- [1] Gonzalez-Rodriguez J, Perez-Juan P, Luque de Castro MD. Semiautomatic Flow-injection Method for Determination of Volatile Acidity in Wines [J]. R&D Department Perez Barquero, Montilla, Cordoba, Spain. J AOAC Int. 2001, 84(6):1846-1850.

酒精浓醪技术应用交流会在宜昌召开



俞学锋董事长致辞

本刊讯:由中国酿酒工业协会、安琪酵母股份有限公司和酿酒科技杂志社联合举办的“全国酒精浓醪技术应用交流会”于 2005 年 4 月 20 日在宜昌召开。近 30 家重点酒精企业的 40 余名代表参加了会议。中国酿酒工业协会酒精分会副秘书长李传林、宜昌市科技局局长谭卫国及天津科技大学肖冬光教授、邹海晏教授出席了会议。安琪酵母股份有限公司董事长、总经理俞学锋致辞,代表主办单位欢迎全体到会代表,并介绍了公司的生产经营情况。宜昌市科技局局长谭卫国发表了热情洋溢的讲话,列举了宜昌市的四大丰富资源,充分肯定了安琪酵母股份有限公司所取得的成绩,赞誉安琪为亚洲第一大酵母公司,是宜昌的纳税大户,带动了宜昌的经济发展。李传林副秘书长代表中国酿酒工业协会做了题为“应用浓醪发酵技术,推动酒精工业节能及清洁生产”的讲话。安琪酵母股份有限公司李志军以“使用安琪超酒实现浓醪发酵”为题,向与会代表详细介绍了安琪超酒酵母在各种原料中的试验、应用情况,在大生产中,发酵醪的酒分浓度最高可达到 13.5% (v/v),经济效益和社会效益明显。目前的发酵醪酒精浓度为 9%~11% (v/v)。天津科技大学肖冬光教授发表了“酒精工业的未来与浓醪发酵”的专题演说。安琪公司余华润、黑龙江华润公司姜勇等 10 余名代表从生产、管理、技术等不同角度在大会上做了交流发言。

会议期间,与会代表参观了安琪酵母股份有限公司,留下了深刻的印象。大会完成各项议题,圆满结束。(单雨)

带动了宜昌的经济发展。



浓醪技术交流大会