

白酒中有机酸及常规阴离子的测定

摘要：采用离子色谱法检测白酒中的有机酸和常规阴离子，采用三种方法对白酒进行预处理。一：白酒直接稀释一定倍数然后进样；二：白酒蒸发至干然后加超纯水溶解残渣；三：碱性条件下白酒蒸发至干然后加超纯水溶解残渣。第一种方法由于白酒中含有大量的乙醇，乙醇干扰到其它离子的检测，第二种方法由于部分有机酸是可挥发性所以无法检测检测甲酸、乙酸，第三种方法能够避免前两种方法所出现的问题，但是由于 F⁻、乳酸、乙酸出峰非常相近，分离度小于 1.2 故三种离子以峰高作为定量依据。其它离子如甲酸、Cl⁻、NO₃⁻、PO₄³⁻、SO₄²⁻可以得到很好的检测。

关键词：离子色谱法 白酒 阴离子、有机酸

1. 引言

白酒中主要酸类为乳酸、乙酸、甲酸、丁酸和己酸等有机酸类其中乳酸和乙酸含量最高，酸类是影响白酒口味的主要因素。白酒中阴离子主要是酿造用水带来的，通常我们对白酒中的阴离子含量没有明确含量要求，但其实阴离子的含量高低对酒的质量也有一定的影响，例如如果白酒中阴离子含量过高容易产生沉淀进而影响白酒的质量。本文采用离子色谱法检测白酒中的有机酸和阴离子具有检出限低、灵敏度高，方便快捷等优点，且具有一次进样能够同时测出所含的有机酸和阴离子的优势。

2. 实验部分

2.1 仪器与设备

IC1820（青岛舜宇恒平）：抑制型电导检测器
万分之一分析天平（AE224 上海舜宇恒平）
超声清洗仪
恒温水浴锅
常规实验室仪器
0.22 um 针头过滤膜

2.2 试剂

Na₂CO₃（优级纯、天津大茂化学试剂厂）
NaOH（优级纯、天津市光复科技发展有限公司）
阴离子标准溶液（购自国家标准物质网）

2.3 实验条件

色谱柱：阴离子色谱柱，Shodex IC SI-52 4E
 流动相：3.6 mM Na₂CO₃ aq.
 流速：0.8 mL/min
 检测器：抑制型电导检测器（温度，40 °C）
 抑制器电流：60 mA
 柱温：45 °C
 进样量：25 μL

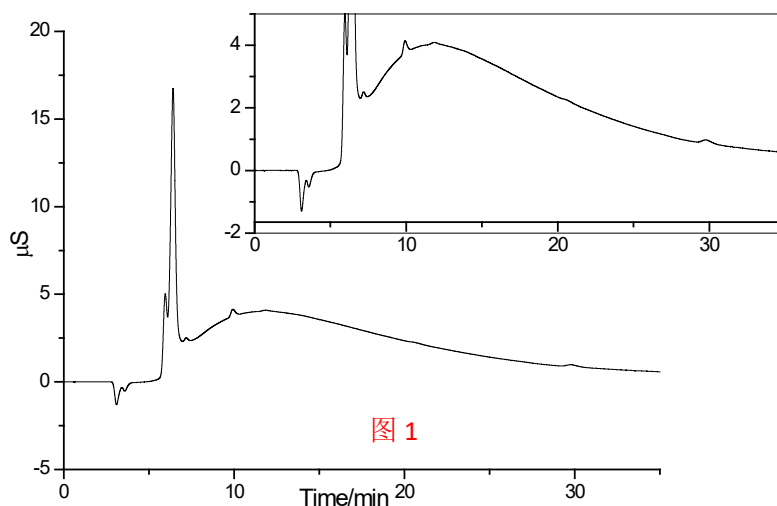
3.结果与讨论

3.1 样品预处理

方法一：样品稀释一倍然后过 0.22 μm 过滤膜进离子色谱仪测定，结果如图 1 所示。由于大量乙醇的存在，已经干扰到其它离子的测定，此方法不可行。

方法二：量取 20 mL 白酒样品 100 °C 水浴加热直至蒸干，然后加超纯水溶解残渣并定容至 20 mL，超声 10 min，静置 30 min，然后样品过 0.22 μm 过滤膜进离子色谱仪检测，结果如图 2 所示。此时可挥发性酸乙酸、甲酸随着乙醇一起挥发掉，所以此法也不可行。

方法三：取 20 mL 白酒样品加入 1mL 0.1 mol 的 NaOH 溶液于 100 °C 水浴中加热直至蒸干，然后加超纯水溶解残渣并定容至 20 mL。超声 10 min，静置 30 min，然后样品过 0.22 μm 过滤膜进离子色谱仪检测，结果如图 3、图 4 所示。由于 F⁻、乳酸、乙酸出峰时间接近分离度小于 1.2 故无法以峰面积作为依据对三种离子进样定量，需以峰高为定量依据。



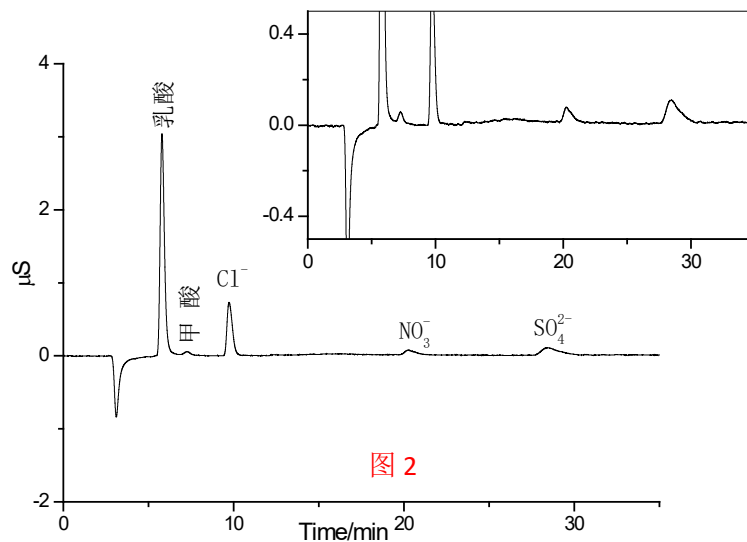


图 2

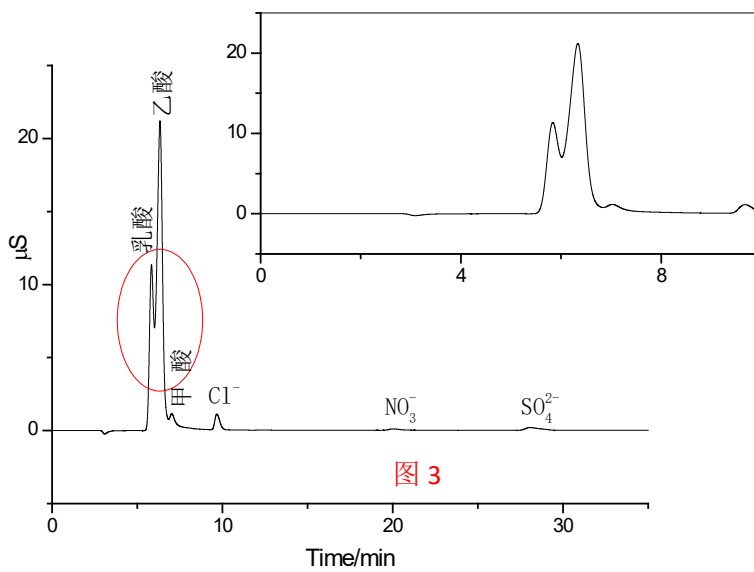


图 3

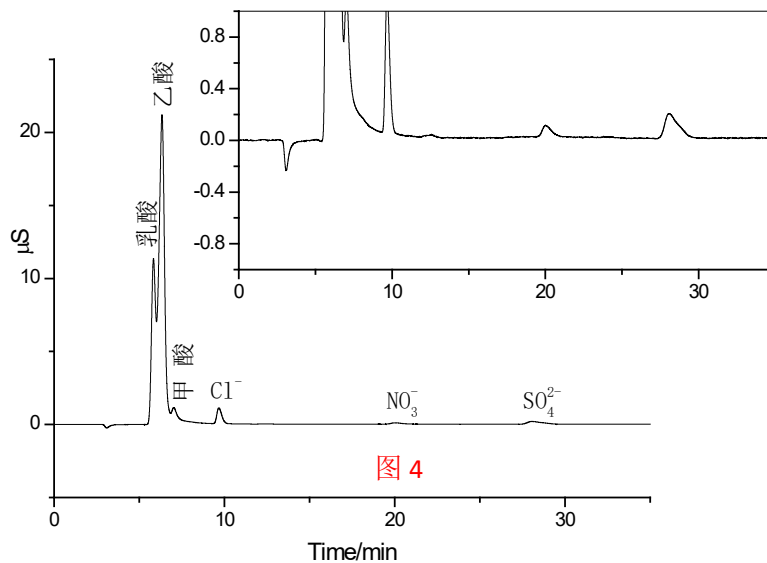


图 4

3.2 检测方法

离子色谱法, 根据各个样品中离子含量配置相应阴离子的混合标准溶液, 以时间定性、峰面积或峰高定量建立标准曲线。

3.3 加标回收

乳酸、乙酸以峰高为定量依据测得其加标回收率在 78.6% - 82.5%之间; 甲酸、Cl⁻、NO₃⁻、SO₄²⁻以峰面积为定量依据测得其加标回收率在 98.5% - 102.7%之间。

4. 结论

白酒样品在碱性条件下水浴加热蒸发至干然后加超纯水溶解剩余残渣, 采用离子色谱法配置 Shodex IC SI-52 4E 色谱柱检测, 能够准确、有效、快速地检测白酒中的有机酸和常规阴离子。

对于具体样品还需要探讨所需氢氧化钠溶液的具体用量。

注: Shodex 是株式会社力森诺科的注册商标