

УДК 663.253.2: 547.477

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ВИНОДЕЛИИ

Кацева Г.Н., Аристова Н.И., Панов Д.А.

Проведено сравнение физико-химических методов определения сорбиновой кислоты в стандартных растворах и модельных образцах. С помощью спектрофотометрического метода определено содержание данного консерванта в семи винах, произведенных в Украине.

Ключевые слова: сорбиновая кислота, определение, виноделие.

ВВЕДЕНИЕ

Сорбиновая кислота (Е-200) и ее соли (Е-201 и Е-202) являются пищевыми консервантами, разрешенными для применения во всех странах. Основанием к их использованию послужили достаточно высокие фунгицидные свойства. Особенно высока активность сорбиновой кислоты в отношении дрожжевых грибов, кроме того, она задерживает действие дегидрогеназной энзимной активности плесневых грибов [1, 2].

В виноделии сорбиновая кислота применяется в качестве консерванта для биологической стабилизации полусухих и полусладких вин в дозах, не превышающих 200 мг/дм³ и вводится непосредственно перед розливом в виде 5% раствора.

При определенных условиях сорбиновая кислота способна придавать винам неприятные тона: при самоокислении и ее этерификации появляется прогорклый тон; в результате жизнедеятельности молочнокислых бактерий и дрожжей – тон герани. Поэтому кислота и сорбаты не используются для стабилизации вин, предназначенных для длительной выдержки. Международная Организация Винограда и Вина (МОВВ) рекомендует защищать вино с введенной сорбиновой кислотой от доступа воздуха, использовать все способы снижения доз сорбиновой кислоты [3].

В связи со сказанным контроль содержания сорбиновой кислоты в винах и виноматериалах является необходимым. В литературе описаны как химические, так и физико-химические методы ее определения [4, 5].

В данной работе приведена сравнительная характеристика пяти методов определения сорбиновой кислоты в стандартных растворах и смесях, а также определено ее содержание в некоторых винах Украины.

Исследование проводилось совместно с испытательно-аналитической лабораторией отдела химии и биохимии вина НИВиВ «Магарач», г. Ялта.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В работе для определения содержания сорбиновой кислоты (СК) в вине и виноматериалах в зависимости от концентрации были использованы следующие методы:

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ВИНОДЕЛИИ

– в области концентраций, превышающих 1 мг/мл, использованы потенциометрическое и кондуктометрическое титрование спиртовых растворов ($K_a = 1,7 \cdot 10^{-5}$) кислоты стандартизованным раствором гидроксида натрия.

– при концентрациях менее 0,1 мг/мл использованы оптические методы.

Фотометрический метод основан на способности малеинового альдегида, являющегося продуктом окисления сорбиновой кислоты в кислой среде, образовывать окрашенное соединение с тиобарбитуровой кислотой. Условия определения: $\lambda = 532$ нм, кюветы с длиной оптического пути 10,06 мм, прибор КФК-2.

При использовании СФ-16 измерения проводились в УФ-области при $\lambda = 256$ нм.

Расчеты концентрации СК проводились по соответствующим градуировочным графикам.

– в области концентраций 0,1 – 1,0 мг/мл определение содержания сорбиновой кислоты проводилось методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ). Для измерений использован хроматограф фирмы Shmadzu (модель LC20 Prominence). Колонка Phenomenex Luna C18 (2) размером 2,1x150 мм заполнена сорбентом с привитой октадецильной фазой зернением 3,0 мкм. В качестве элюента использован 0,1% раствор трифторуксусной кислоты в метаноле. Идентификация пика сорбиновой кислоты на регистрируемой хроматограмме производили методом добавки стандартного образца, а также по времени удерживания и спектральной характеристике. Массовую концентрацию кислоты рассчитывали, используя среднее значение площадей полученных пиков. Расчет массовой концентрации сорбиновой кислоты проводился по формуле:

$$C = 0,5 S_1 / S,$$

где S_1 – площадь пика, соответствующего содержанию СК в исследуемом образце (см^2); S – площадь пика, соответствующего содержанию СК в стандартном образце; 0,5 – массовая концентрация СК в стандартном образце.

Сравнительная характеристика методов определения СК представлена в табл. 1.

Модельные растворы готовились с содержанием органических кислот в количествах, соответствующих их содержанию в винах [6] и постоянным количеством СК.

Обработка методов спектрофотометрии и ВЭЖХ для определения СК проводилась на вине Каберне Совиньон методом добавок. Содержание введенной сорбиновой кислоты составляло 100 мг/дм³.

При определении СК в модельных системах и винах использовалась отгонка с водяным паром. Для удаления летучих кислот дистиллят выпаривался досуха с $\text{Ca}(\text{OH})_2$ и затем из сухого остатка готовился раствор для определения СК.

В табл. 2 представлены результаты анализа семи вин Украины, проведенного методом абсорбционной спектрофотометрии.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В табл.1 представлены результаты определения массовой концентрации СК в стандартных растворах пятью используемыми методами, основанными на различных принципах. Установлены оптимальные концентрационные интервалы применимости каждого метода и ошибки определений:

- электрохимические методы: $100 < C \leq 4000$ мг/дм³;
 - спектрофотометрические: $10 \leq C \leq 100$ мг/дм³;
 - ВЭЖХ: $10 \leq C \leq 1000$ мг/дм³.
- Ошибка не превышает 2,65%.

Таблица 1.

Сопоставление результатов определения сорбиновой кислоты разными методами в стандартных растворах (n = 3; P = 0,95)

Физико-химические методы	Введено СК		Найдено СК		
	C, мг/мл	m, мг	C, мг/мл	m, мг	σ, %
Потенциометрическое титрование	2,80	140,3	2,65 ± 0,07	132,3 ± 3,5	2,65
Кондуктометрическое титрование	2,80	140,3	2,81 ± 0,01(6)	140,3 ± 0,8	0,57
Фотометрия	0,10	5,0	0,10	5,0 ± 0,1	2,00
Спектрофотометрия	0,02	1,0	0,02	0,9 ± 0,0(1)	1,11
ВЭЖХ	0,50	25,0	0,49	24,5 ± 0,2	0,82

Результаты анализа модельных систем с постоянным содержанием СК и органических кислот показывают хорошую воспроизводимость. Ошибки измерений не превышают 3%, степень перегонки составляет 93%.

При сравнении методов абсорбционной спектрофотометрии и ВЭЖХ, примененных для определения СК в вине Каберне Совиньон методом добавок (100 мг/л), установлено, что оба дают хорошие результаты. Ошибка не более 2%, что не превышает допустимой погрешности метода.

Спектрофотометрический метод прост в исполнении, достаточно объективен, не требует дорогостоящего оборудования, поэтому был использован для определения СК в семи полусухих и полусладких винах (табл. 2).

Данные табл. 2 свидетельствуют, что содержание сорбиновой кислоты не превышает количество, предусмотренное законодательством ЕЭС о вине.

Таблица 2.

Результаты анализа вин на содержание сорбиновой кислоты методом абсорбционной спектрофотометрии (n=3 ; P=0,95)

Название	C, мг/дм ³	σ, %
Каберне Массандра (Алушта)	< 0,10	–
Кадарка	13,75 ± 0,01	0,07
Каберне Совиньон (Магарач)	< 0,10	–
Шабо	8,75 ± 0,01	0,11
Каберне (Феодосия)	2,50 ± 0,00	0,00
Монастырская изба	7,33 ± 0,01	0,13
Изабелла	3,75 ± 0,00	0,00

Результаты проведенных исследований были использованы при разработке методических указаний по определению сорбиновой и бензойной кислот в соках, сусле, виноматериалах, виноградных и плодовых винах и в различных напитках методом ВЭЖХ (РД – 0033483051) [7].

ВЫВОД

Проведено сравнение физико-химических методов определения сорбиновой кислоты в стандартных растворах и модельных образцах. С помощью спектрофотометрического метода определено содержание данного консерванта в семи винах, произведенных в Украине.

Список литературы

1. Овчарова Т. Г. Применение сорбиновой кислоты в пищевой промышленности / Т. Г. Овчарова, В. А. Засосов, О. Н. Бабичева. – М.: Мир, 1966. – С. 3-5.
2. Поздняковский В. М. Гигиенические основы питания, безопасность и экспертиза продовольственных товаров: учебн., 2 изд. / В. М. Поздняковский. – Новосибирск: Из-во НГУ, 1999. – 448 с.
3. Сборник Международных методов анализа и оценки вин и сусел // [под ред. Н. А. Мехузла] – М.: Пищевая пром., 1993. – 319 с.
4. Сиггиа С. Количественный органический анализ по функциональным группам / С. Сиггиа, Дж. Г. Хана. – М.: Химия, 1983. – С. 312-316.
5. Руководство по методам анализа качества и безопасности пищевых продуктов / [под ред. М. М. Скорухина, М. Тутельян] М.: Медицина, 1998. – 330 с.
6. Валуйко Г. Г. Вино и виноделие / Г. Г. Валуйко // Виноградарство и виноделие. – 1990. – №3. – 27 с.
7. Методические указания: Определение массовой концентрации сорбиновой и бензойной кислот в соках, сусле, виноматериалах, виноградных и плодовых винах, пиве, слабоалкогольных и безалкогольных напитках методом высокоэффективной жидкостной хроматографии. Методика выполнения измерений. РД- 0033483051 – 2007. – Ялта, 2007.

Katceva G.M., Aristova N.I., Panov D.O. Metodi viznachennja sorbinovoi kisloti u vinorobstvi // Vcheni zapiski Tavrijskogo natsionalnogo univertsitetu im. V.I. Vernadskogo. Serija „Biologija, himija”. – 2009. – T.22 (61). – № 1. – С. 160-163.

Проведене порівняння фізико-хімічних методів визначення сорбінової кислоти в стандартних розчинах і модельних зразках. За допомогою спектрофотометричного методу визначений зміст даного консерванту в семи винах, вироблених в Україні.

Ключові слова: сорбінова кислота, визначення, виноробство.

Katceva G N., Aristova. N.I., Panov D.A. The methods of sorbic acid determination in the wine-making // Uchenye zapiski Tavricheskogo Natsionalnogo Universiteta im. V. I. Vernadskogo. Series «Biology, chemistry». – 2009. – V.22 (61). – № 1. – P. 160-163.

Comparison of physical and chemical methods of sorbic acid determination is conducted in standard solutions and models standards. By a spectrophotometry method maintenance of these preservatives is certain in seven wines made in Ukraine.

Keywords: sorbic acid, determination, wine-making.

Поступила в редакцію 15.05.2009 г.