

Stanovení karbonylových látek ve víně

O. PETROVA, G. JANIČEK, J. DAVÍDEK, Katedra chemie a zkoušení potravin VŠCHT, Praha

663.253

Objektivní posouzení jakosti vína je stále otevřeným problémem, neboť na jakosti vína se podílejí látky, z nichž mnohé nejsou ani dosud bezpečně identifikovány [1]. Celou tuto problematiku komplikuje ještě skutečnost, že směrodatným znakem pro kvalitu vína není pouze absolutní množství jednotlivých vonných složek vína, ale především jejich vzájemný harmonický poměr. Jistě významným znakem jakosti vína je aroma vína. Na tvorbě aromatu vína se uplatňují jednak složky přecházející do vína přímo z hroznů, jednak látky vznikající během kvasného procesu a při dalším zrání vína. Těchto látek je samozřejmě daleko více než těch, které jsou přítomny v původní šťávě hroznů. Nejsou tedy aromatické látky neměnnou složkou vína, nýbrž prodávají poměrně značný vývoj, který končí prakticky až u konzumenta. Koncentrace aromatických látek ve víně je různá, není však ve většině případů rozhodující absolutní množství té či oné látky, nýbrž síla jejího organoleptického vjemu. Na tvorbě aromatu vína se kromě jiných látek podílejí především estery nižších mastných kyselin [2–5] aldehydy a ketony [6], těkavé kyseliny [7], alkoholy [8–9], aminy [10–11].

Tato práce popisuje metodu stanovení těkavých karbonylových sloučenin, které patří k významným složkám vína. Využito se reakce aldehydů a ketonů se semikarbazidem a vzniklé semikarbazony se stanovily polarograficky. Vypracovaná metoda je rychlá a vhodná i pro sériová stanovení.

Experimentální část

Reagencia a roztoky

Pufr pH 4,7: 0,15 M roztok octanu sodného a semikarbazidu hydrochloridu v destilované vodě.

$2 \cdot 10^{-3}$ M roztok acetaldehydu v destilované vodě
0,5% roztok želatiny v destilované vodě.

Veškerá měření byla provedena na polarografu podle Heyrovského, typ V 301b výrobek fy Zbrojov-

ka, v Kalouskově nádobce s oddělenou merkuro-sulfátovou elektrodou. Použitá kapalina měla při výšce sloupce $h = 40$ cm průtokovou rychlost 2,36 mgHg/s a dobu kapky 2,8 s.

K destilaci karbonylových sloučenin se použilo přístroje pro destilaci s vodní párou. Rozbory jednotlivých vín byly provedeny podle JAM a některými aplikovanými metodami podle literárních údajů. V jednotlivých vzorcích vín byla stanovena specifická váha, alkohol, cukr, titrační kyselost a těkavé kyseliny. Kromě uvedených látek byl ještě jodometricky běžným způsobem stanoven acetaldehyd [11].

V předcházející práci [12] se určil optimální způsob izolace těkavých karbonylových sloučenin i podmínky jejich stanovení. Izolaci karbonylových látek lze provést podle tohoto pracovního postupu:

50 ml průměrného vzorku vína se neutralizuje 0,1 N roztokem NaOH do slabě alkalické reakce. Z tohoto roztoku se izolují těkavé karbonylové látky destilací s vodní párou. Destilát se jímá do 50 nebo 100 ml odměrné baňky jako předlohy, do které se předem dá 25, resp. 50 ml roztoku pufru acetátu a semikarbazidu hydrochloridu pH 4,7. Jímá se destilát v množství 25, resp. 50 ml. Tohoto získaného roztoku, ve kterém jsou (jak bylo dříve zjištěno) veškeré těkavé karbonylové sloučeniny se použije k vlastnímu polarografickému stanovení.

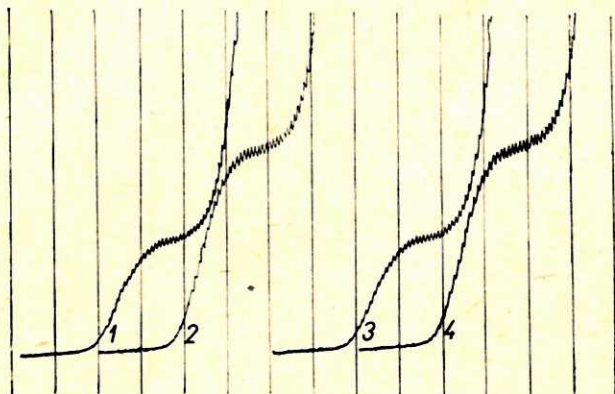
Polarografické stanovení

Do Kalouskovy polarografické nádoby se pipetuje 2 až 5 ml destilátu vína, doplní se do objemu 5 ml roztokem pufru octanu sodného a semikarbazidu, přidá se 0,5 ml 0,25 % roztoku želatiny, doplní vodou do 10 ml. Z roztoku se odstraní kyslík probubláním proudem dusíku a provede se záznam polarografické křivky. Potom se k roztoku přidá 2 ml $2 \cdot 10^{-3}$ M roztoku acetaldehydu, opět se odstraní kyslík a provede se záznam polarografické křivky s přidaným množstvím standardu. Množství

Tabulka 1

Stanovení karbonylových látek ve víně

Druh vína	Měrná hmota při 20/4	Alkohol %	Cukr g/100 ml	Titrační kyselost g/l	Těkavé kyseliny g/l	Karbonylové látky	
						jodometr.	polarograf.
Gracie	0,9919	10,3	0,16	5,61	0,43	77,6	73,0
Neuburské	0,9938	12,0	0,11	6,58	0,47	67,9	69,0
Müller Thurgau	0,9917	10,2	0,13	5,92	0,36	80,1	75,1
Zelený Kvítek	0,9920	11,0	0,06	5,92	0,48	79,2	77,3
Tramín	0,9925	12,3	0,09	4,20	0,47	88,2	77,1
Sauvignon	0,9911	11,3	0,10	5,02	0,38	26,4	27,2
Pavlovské bílé	0,9921	11,6	0,08	5,40	0,39	61,3	58,1
Vlašský ryzlink		11,8	0,09	5,40	0,37	45,9	44,0
Vavřínecké	0,9943	12,9	0,07	7,38	0,49	30,7	31,2
Ludmila červené	0,9947	13,0	0,07	4,93	0,36	40,5	39,2



Obr. 1. Polarografické stanovení karbonylových látek ve Vlašském ryzlinku

Křivka č. 1 a 3 vzorek; Křivka č. 2 a 4 vzorek + 2 ml 2,10⁻³ M roztoku acetaldehydu; nasycená merkurosulfátová elektroda h 40 cm citlivost 1/20 100 mV/absc; polarografováno od 9. závitů. Provedeno podle pracovního postupu uvedeného v textu.

karbonylových látek ve víně se vyjádří v % acetaldehydu, jakožto hlavního zástupce karbonylových sloučenin ve víně.

Množství acetaldehydu v standardním roztoku se stanoví titrační hydroxylaminovou metodou tímto postupem: Do 300 ml baňky se napipetuje 25 ml standardního roztoku acetaldehydu, přidá se 10 ml 1 N roztoku hydroxylaminhydrochloridu, 150 ml destilované vody, dobře se promíchá a nechá se asi 30 minut stát v zazátkované baňce. Potom se obsah baňky titruje 0,1 N roztokem hydroxidu sodného za přídavku několika kapek indikátoru (používá se směsného indikátoru podle Mercka složeného z 0,1% vodného roztoku metyl-oranže a 0,2% vodného roztoku indigokarmínu v poměru 1:1). Indikátor dává v kyselém prostředí červené zbarvení, při přechodu šedé, v zásaditém zelené. Vzhledem k tomu, že samotný hydroxylaminhydrochlorid reaguje kyselé, je nutné ještě určit jeho slepou hodnotu. K práci se bere rovněž 10 ml 1 N roztoku a postupuje se stejným způsobem jako při titraci vzorku. Zjištěná hodnota se odečte od spotřeby 0,1 roztoku hydroxidu sodného při vlastní titraci. 1 ml 0,1 N roztoku hydroxidu sodného odpovídá 4,4 mg acetaldehydu.

Vypracovanou polarografickou metodou byly sta-

noveny karbonylové látky v 10 vzorcích tržního vína: Výsledky těchto analýz byly srovnány s doposud používaným jodometrickým stanovením a jsou v dobré shodě (tabulka 1). Složení analyzovaných vín je normální a odpovídá požadavkům. Množství zjištěných aldehydů v jednotlivých vzorcích dosti kolísá. Nejmenší množství bylo nalezeno v Sauvignonu, u ostatních bílých vín jsou obsahy karbonylových látek vyšší a pohybují se v rozmezí 50 až 80 mg/l. Červená vína obsahovala nižší množství karbonylových látek (30 až 40 mg/l). Vzhledem k tomu, že karbonylové látky se uplatňují dosti výrazným způsobem na organoleptické vlastnosti potravin, a to jak na vůni, tak i chuť, lze předpokládat, že stanovení celkového množství těchto látek ve víně bude přispěvkem k metodice objektivního posuzování jakosti vín.

Souhrn

V práci je popsáno stanovení karbonylových látek ve víně. K tomuto účelu bylo použito polarografického stanovení, které je založeno na polarografické redukci vzniklých semikarbazonů. Na základě optimálních podmínek izolace a vlastního polarografického stanovení [12] byla provedena analýza 10 druhů tržních vín. Výsledky získané touto metodou byly srovnány s jodometrickým stanovením a jsou v dobré shodě. Vypracovaná polarografická metoda je rychlá, dostatečně přesná a vhodná pro sériovou stanovení. Vlastní polarografická analýza netrvá déle jak 15 min, izolace destilací s vodní párou asi 30 min. Metodou se stanoví veškeré těkavé karbonylové sloučeniny vína. Vyjadřují se jako acetaldehyd, který je hlavním zástupcem karbonylových sloučenin ve víně.

Literatura

- [1] Hennig, V.-Villforth, F.: „Vorratspflege und Lebensmittelforschung“, 5, 1941: 181.
- [2] Krumphanzl, V.-Dyr, J.: „Průmysl potravin“, 13, 1962: 436.
- [3] Bayer, E.: „Vitis“, 1, 1957: 34.
- [4] Bayer, E.-Reuther, H.: „Chem. Ber.“, 89, 1956: 2541.
- [5] Bayer, E.-Reuther, H.: „Angew. Chem.“, 68, 1956: 698.
- [6] Bayer, E.: „Vitis“, 1, 1957: 93.
- [7] Bayer, E.: „Vitis“, 1, 1958: 298.
- [8] Drawert, F.-Kupfer, E.: „Angew. Chem.“, 72, 1960: 33.
- [9] Drawert, F.: „Vitis“, 2, 1960: 172.
- [10] Drawert, F.-Just, F.-Drews, H.: „Die Brauerei“, 11, 1958: 169.
- [11] Hrdlička, J.-Kubiček, J.: „Kvasný průmysl“, 9, 1963: 35.
- [12] Davidek, J.-Petrova, O.-Janiček, G.: Sborník VŠCHT Praha, oddíl Fak. potravinář. technol. [v tisku].

Došlo do redakce 10. 9. 1965.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНИЛОВЫХ ВЕЩЕСТВ В ВИНЕ

Описывается полярографический метод определения карбонильных групп, основанный на полярографической редукции образующихся семикарбазонов. Результаты полученные при исследовании 10 разных сортов вина совпадают с результатами иодометрического анализа. Полярографический метод дает возможность обнаружить все в вине присутствующие летучие карбонильные соединения. В течении примерно 45 минут они появляются как ацетальдегид. Метод обеспечивает достаточную точность и может быть рекомендован для применения в производственных условиях.

BESTIMMUNG DER KARBONYL- STOFFE IN WEINEN

Es wird die polarographische Bestimmung der Carbonylgruppen beschrieben, die auf der polarographischen Reduktion der entstandenen Semikarbazone basiert. Die mittels dieser Methode erzielten Ergebnisse stimmen mit den jodometrisch festgestellten Werten überein. Mittels der beschriebenen Methoden werden die gesamten flüchtigen Carbonylverbindungen bestimmt, welche als Azetaldehyd während ca 45 Min. ausgedrückt werden. Die ausgearbeitete polarographische Methode ist ausreichend präzise und für Serienbestimmungen geeignet.

DETERMINATION OF CARBONYL COMPOUNDS IN WINE

The article deals with a polarographic method which has been developed for determining carbonyl compounds in wine. The method is based on the reduction of semikarbazones. The results of ten analyses covering ten different sorts of wine fit very well the results of iodometric analyses. The method enables to determine all volatile carbonyl substances which are shown as acetaldehyde within 45 minutes. The described method is reasonably accurate and can be recommended for routine analyses.