

白酒色谱分析标准物质在毛细管柱气相色谱法中的应用

张 倩¹,郝金竹²

(1.国家酒类及饮料质量监督检验中心,贵州 贵阳 550003;2.贵州省计量测试院,贵州 贵阳 550003)

摘 要: 通过用气相色谱毛细管柱使白酒各组分分离,再用白酒色谱成分分析标准物质对白酒进行定量分析,建立白酒色谱成分分析标准物质毛细管柱气相色谱的分析方法。结果表明,该方法操作简单,检测结果可靠,用白酒色谱分析标准物质有效实现了白酒色谱分析的溯源性。

关键词: 分析检测; 标准物质; 毛细管柱; 气相色谱; 白酒

中图分类号: O657.7; TS261.7; TS262.3

文献标识码: B

文章编号: 1001-9286(2011)09-0060-02

Application of Standard Substances for Liquor Chromatographic Analysis in Capillary Gas Chromatography

ZHANG Qian¹ and HAO Jinzhu²

(1. China National Center for Alcoholic Beverage & Soft Drink Quality Supervision and Inspection, Guiyang, Guizhou 550003;

2. Guizhou Provincial Institute of Metrology, Guiyang, Guizhou 550003, China)

Abstract: The analytic method had been developed by use of standard substances for liquor chromatographic analysis coupled with capillary gas chromatography. Firstly, GC capillary column was used to separate liquor compositions, then liquor quantitative analysis was carried out by standard substances for liquor chromatographic analysis. Such method had the advantages including simple operation and reliable determination results. Besides, it could effectively realize the traceability of liquor chromatographic analysis.

Key words: Analysis and determination; standard substance; capillary column; gas chromatography; liquor

白酒色谱成分分析标准物质 GBW (E)100012 (混标)是国家质量监督检验检疫总局科技项目成果。国家质量监督检验检疫总局于 2005 年 4 月 14 日正式批准“白酒色谱成分分析标准物质”为国家二级标准物质,颁发了“国家标准物质定级证书”和“中华人民共和国制造计量器具许可证”。白酒色谱成分分析标准物质(混标)用于白酒色谱分析中甲醇、乙酸乙酯、异丁醇、异戊醇、乳酸乙酯、己酸乙酯、正丙醇、仲丁醇、正丁醇、丁酸乙酯检测方法的校准和标准化,也可作为工作标准用于日常分析和检测。内标物是乙酸正丁酯。

白酒色谱成分分析标准物质是我国在白酒色谱分析方面的一个具有溯源性的标准物质。为我国白酒生产、质量鉴定、质量仲裁、打假、进出口白酒的质量监控等提供了更为有效、准确、可靠的技术监督手段。

目前,白酒色谱成分分析标准物质 GBW(E)100012 (混标)证书提供的是填充柱的出峰顺序,笔者就白酒色谱成分分析标准物质 GBW(E)100012(混标)在毛细管柱气相色谱法中的应用进行探讨。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

白酒色谱成分分析标准物质:GBW (E)100012 (混标)和 GBW(E)100013(内标)。

酒样:待检测的某白酒。

安捷伦 6890N 气相色谱仪;HP-FFAP 石英毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm)。

1.2 方法

1.2.1 实验原理

参考国家标准 GB/T 10345—2007 白酒分析方法,用白酒色谱成分分析标准物质 GBW(E)100012(混标)通过毛细管柱气相色谱内标法对酒样中的各组分进行定量分析。

1.2.2 酒样溶液制备

吸取 0.20 mL 内标 GBW(E)100013 溶液于 10.0 mL 白酒中,充分混匀。

1.2.3 气相色谱条件

收稿日期:2011-07-29

作者简介 张倩(1982-),女,四川西昌人,在读硕士。

起始柱温为 40 ℃ 保持 5 min,以 2.5 ℃/min 升至 60 ℃,再以 25 ℃/min 升至 200 ℃,保持 5 min;载气为高纯氮气(纯度为 99.999 %),恒定流量 1.0 mL/min;气化室温度 250 ℃,检测器温度 250 ℃,进样量 1 μL,分流比 50:1。

2 结果与分析

2.1 色谱分离条件的优化

白酒的主要成分是乙醇和水(所占总量的 98 %~99 %),而溶于其中的酸、酯、醇、醛等种类众多的微量有机化合物(占总量的 1 %~2 %)作为白酒的呈香呈味物质,却决定着白酒的风格和质量。白酒色谱成分分析标准物质(混标)包括甲醇、乙酸乙酯、异丁醇、异戊醇、乳酸乙酯、己酸乙酯、正丙醇、仲丁醇、正丁醇、丁酸乙酯 10 种物质,作为白酒日常分析和检测的标准物质。由于白酒组分的复杂性,所以,在确定色谱分离条件时,从载气流速、程序升温速率、分流比三方面对色谱分离条件进行优化,从而确定了 1.2.3 的气相色谱条件为最佳的分离条件。

2.2 优化条件下的色谱图

采用 1.2.3 中的气相色谱条件对白酒色谱成分分析标准物质(混标)进行分析,所得色谱图见图 1。

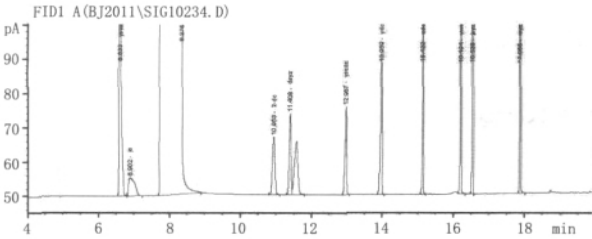


图 1 白酒色谱成分分析标准物质(混标)色谱图

以上色谱图所出峰顺序依次为乙酸乙酯、甲醇、乙醇、仲丁醇、丁酸乙酯、正丙醇、乙酸正丁酯、异丁醇、正丁醇、异戊醇、己酸乙酯、乳酸乙酯。此顺序是通过单标——确定得出的,由于所用柱子不同,各物质出峰顺序可能不同,所以需要通过单标来确定位置。

2.3 求校正因子

通过气相色谱工作站,根据白酒色谱成分分析标准物质证书标明的含量,用各组分峰面积分别求得甲醇、乙酸乙酯、异丁醇、异戊醇、乳酸乙酯、己酸乙酯、正丙醇、仲丁醇、正丁醇、丁酸乙酯的校正因子 f,结果见表 1。

2.4 酒样分析

采用 1.2.2 中的方法对酒样溶液进行制备,再采用 1.2.3 中的气相色谱条件对酒样进行分析,最后用内标法采用所求得的校正因子 f 对酒样中的甲醇、乙酸乙酯、异丁醇、异戊醇、乳酸乙酯、己酸乙酯、正丙醇、仲丁醇、正丁醇、丁酸乙酯分别进行计算。所得酒样色谱图见图 2。

2.5 方法的重复性实验

分别取同一白酒样品按 1.2.2 方法对酒样溶液进行

表 1 白酒色谱成分分析标准物质的校正因子

组分名称	保留时间 (min)	峰面积 (pA*s)	浓度 (g/L)	校正因子
乙酸乙酯	6.633	330.04865	1.8142	1.34737
甲醇	6.902	64.25800	0.3915	1.49342
仲丁醇	10.953	86.27847	0.3139	0.891800
丁酸乙酯	11.408	81.00167	0.3597	1.08849
正丙醇	11.588	88.57980	0.3946	1.09195
异丁醇	13.959	124.57767	0.3917	0.770712
正丁醇	15.122	97.73055	0.3279	0.822413
异戊醇	16.194	122.97821	0.3903	0.777946
己酸乙酯	16.529	533.48932	1.8850	0.866093
乳酸乙酯	17.865	283.89059	2.0505	1.77047

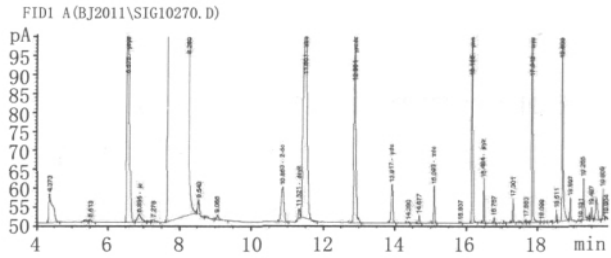


图 2 酒样中各组分色谱图

制备,共制备 6 个酒样,按 2.4 中酒样分析方法检测出白酒中各组分的含量,分别对各组分保留时间及含量进行统计。实验结果得出各组分含量的相对标准偏差(RSD %) 均达到 GB/T 10345—2007 白酒分析方法要求,表明该实验方法的重现性较好。统计结果见表 2。

3 结论

采用白酒色谱成分分析标准物质 GBW(E)100012(混标),通过毛细管柱气相色谱内标法能够对白酒中的甲醇、乙酸乙酯、异丁醇、异戊醇、乳酸乙酯、己酸乙酯、正丙醇、仲丁醇、正丁醇、丁酸乙酯 10 种组分进行准确的定量分析,该方法操作简单,检测结果可靠,有效实现了白酒色谱分析的溯源性。

表 2 6 个酒样中各组分含量及相对标准偏差 (g/L)

组分名称	酒样 1	酒样 2	酒样 3	酒样 4	酒样 5	酒样 6	RSD (%)
乙酸乙酯	1.61374	1.62071	1.61879	1.60997	1.61678	1.62158	0.2739
甲醇	0.098024	0.099107	0.098872	0.099003	0.098785	0.098521	0.4012
仲丁醇	0.169181	0.170211	0.168347	0.169871	0.167002	0.170015	0.7309
丁酸乙酯	0.031054	0.033070	0.031125	0.032782	0.030889	0.031179	3.0662
正丙醇	1.62229	1.61998	1.62517	1.63006	1.62917	1.61589	0.3366
异丁醇	0.103930	0.110671	0.108761	0.101971	0.113175	0.106871	3.8885
正丁醇	0.059054	0.060516	0.055378	0.061002	0.060151	0.058275	3.489
异戊醇	0.406168	0.410623	0.399871	0.403561	0.411011	0.403512	1.0796
己酸乙酯	0.058125	0.060012	0.057108	0.059836	0.058986	0.059012	1.8537
乳酸乙酯	2.22101	2.21956	2.22317	2.22098	2.21758	2.22631	0.1359

参考文献:

[1] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.GB/T 10345—2007 白酒分析方法[S].北京:中国标准出版社,2007.

[2] 韩志永,余逢,等.JJG 1006—94 一级标准物质技术规范[S].北京:中国计量出版社,1995.