

气相色谱法测定液态奶制品中乙醇含量

付大友¹, 袁 东^{1,2}, 王 蓉¹, 李艳清¹, 邹时英¹

(1. 四川理工学院材料与化学工程系 四川 自贡 643000; 2. 四川大学轻纺与食品学院 四川 成都 610065)

摘 要: 本文针对目前食品消费市场流行的液态奶制品, 建立了顶空气相色谱测定液态奶制品中挥发性组分乙醇的方法, 并优化了测定条件, 得到方法的回收率范围为 88.5%~108.8%, 精密度为 6.1%, 方法的线性范围为 0~1.0 mg/ml, 结果表明本法具有简便、快速、准确等优点。

关键词: 气相色谱法; 液态奶制品; 乙醇

Determination of Alcohol in Liquid Milk Product by Gas Chromatography

FU Da-you¹, YUAN Dong^{1,2}, WANG Rong¹, LI Yan-qing¹, ZOU Shi-ying¹

(1. Department of Material and Chemical Engineering, Sichuan University of Science and Engineering, Zigong 643000, China;
2. College of Light Industry, Textile and Food, Sichuan University, Chengdu 610065, China)

Abstract: In this paper, the method of determining alcohol in the liquid milk product by headspace gas chromatography was carried out. Through the optimized conditions the results of determination are: recovery range 88.5%~108.8%, precision 6.1%, and the linearity range 0~1.0 mg/ml. The results showed that the advantage of this method is simple, fast and accurate.

Key words: gas chromatography; liquid milk product; alcohol

中图分类号: R151.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2007)02-0264-03

随着社会的发展, 人们的健康意识不断增强, 对奶制品, 尤其是液态奶制品作为一种新兴的食品, 其本身对人体具有保健作用^[1], 因此越来越多地被广大消费者所接受, 每年正以 30% 以上的速度增长。由此可见液态奶在奶业发展中具有举足轻重的地位, 但目前人们对奶制品的了解却非常少^[2], 因此对液态奶的深入了解和研究就变得特别重要。液态奶制品的组成复杂, 营养物质丰富。特别是液态奶制品中可挥发性物质, 由于含量低、不易测定, 目前国内外还未见相关研究报道。但不可否认, 液态奶制品中的挥发性成分对其质量、口感和风味有重大的影响, 甚至决定其产品的生存、发展。本文利用顶空气相色谱法技术^[3], 建立了测定液态奶制品中挥发性组分乙醇含量的方法, 并考察了方法的回收率、精密度, 结果表明本法具有快速、准确、简便等优点, 探索出了研究液态奶制品挥发性成分的方法, 为企业提高液态奶制品的质量、风味等指标提供了可靠的依据。

1 材料与方法

1.1 仪器及试剂

AutoSystem XL Gas Chromatograph 美国 PE 公司;

DK—S22 型电热恒温水浴锅 上海精宏实验设备有限公司; 医用盐水瓶 (250 ml); 乙醇 (AR); 市售液态奶制品 四川新阳平乳业有限公司。

1.2 方法

1.2.1 样品采集

从市场购买液态奶制品, 冰箱保存, 待用。

1.2.2 顶空采样器的制作

将 250 ml (总体积 330 ml) 的医用盐水瓶洗净, 烘干。为防止橡胶塞对顶空气体的吸附并增加装置气密性, 在塞子底部包裹一层聚四氟乙烯薄膜, 分析时将样品注入瓶中, 然后压紧塞子即可。

1.2.3 色谱条件

色谱柱: 2 m × 3 mm 不锈钢柱 (5% PEG-20M, 上试 101 白色担体 60~80 目); 汽化室温度: 200 °C; 氢火焰检测器温度: 200 °C; 柱温: 50 °C 恒温 2 min, 以 10 °C/min 程序升温至 130 °C, 恒温 5 min 结束。气体流速: N₂: 25 ml/min; H₂: 30 ml/min; 空气: 400 ml/min。衰减: 1/8。

1.2.4 气液平衡条件

平衡温度 60 °C; 平衡时间 40 min; 平衡时气液比 1:1。

收稿日期: 2005-11-15

作者简介: 付大友 (1964-), 男, 教授, 研究方向为分析检测技术的应用。

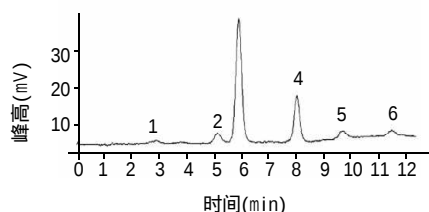
1.2.5 试样分析

对购买的液态奶制品在1.2.3色谱条件和1.2.4气液平衡条件下进行色谱分析,用5ml 进样器取2ml 顶空气体进样分析。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择^[4]

影响色谱分离效果的因素较多,在选定色谱柱的条件下,最主要的影响因素是载气的流速和柱温。气化室和检测器温度选择200℃,氢气和空气的流速分别为30ml/min和400ml/min的条件下,通过实验得到样品在载气流速为25ml/min,柱温从50℃恒温2min,以10℃/min程序升温至130℃,恒温5min结束分析的条件下,其分离效果好,见图1。



1. 乙醛; 2. 乙酸乙酯; 3. 乙醇; 4. 乙酸异丁酯; 5. 乙酸正丁酯; 6. 异戊醇。

图1 液态奶制品顶空色谱分离图(气液比1:1)

Fig.1 Headspace chromatogram of liquid milk product (gas/liquid, 1/1)

2.2 气液平衡条件的选择

2.2.1 色谱顶空瓶的选择

传统的顶空气相色谱法采用50ml 刻度比色管为气液平衡瓶,本实验改用医用250ml 盐水输液瓶为气液平衡瓶,可使操作简单、易行^[5]。本实验通过考查乙醇色谱峰的峰高来确定较好的气液平衡条件。

2.2.2 气液体积比的影响

本实验以液态奶制品进行实验,在50℃恒温30min后,取样进行测定乙醇峰高,数据见表1。由表1可得气液体积比为1:1时,样品中乙醇色谱峰最高,故本实验选择气液体积比为1:1。

表1 气液体积比的影响

Table 1 Effects of volume ratio of gas and liquid phase

气液体积比	乙醇峰高(mV)
2:1	38.6
1:1	59.3
1:2	41.7

2.2.3 气液平衡时间的影响

本实验以液态奶制品进行实验,一定时间后分别取样测定,通过其峰高的变化来考查平衡时间对测定的影

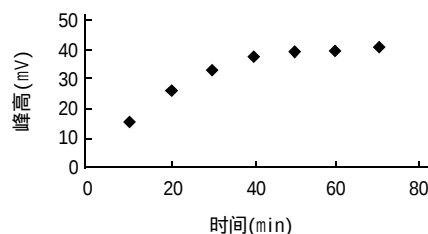


图2 平衡时间对乙醇峰高的影响

Fig.2 Effects of equilibration time on the ethanol peak height

响,结果见图2。由表图可见,水样放置40min后,峰高基本稳定,因此选择平衡时间为40min。

2.2.4 平衡温度的影响

本实验以液态奶制品进行实验,在选定不同的温度下,放置40min后取样测定乙醇的峰高,其变化见图3。由图3可知乙醇的峰高随温度的升高而升高,方法的灵敏度可得到提高,但50℃后增加较缓慢。温度太高,水分含量增加太大,取样后容易在进样器中冷凝。因此水浴温度选择60℃。

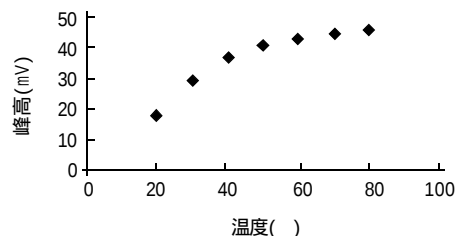


图3 平衡温度对乙醇峰高的影响

Fig.3 Effects of equilibration temperature on the ethanol peak height

2.3 样品色谱图中乙醇峰的定性

按1.2.5样品分析步骤,得到样品挥发性成分色谱图,再根据乙醇纯物质的保留时间对样品色谱图中乙醇峰进行定性。

2.4 标准曲线的绘制

在6只顶空瓶中分别加入165ml水,并依次用微量进样器加入乙醇,使其浓度为0、10.0、50.0、100.0、250.0、500.0、1000μg/ml。按1.2.5的实验条件,分别取2.0ml顶空气体进样3次,其色谱峰高取平均值进行回归,得到回归方程为 $h=89.2c+231.5$ (c的单位为μg/ml, h的单位为μV),相关系数为0.985。在0~1.0mg/ml范围内成线性。

2.5 方法精密度测定

按1.2.5的实验条件,分别取顶空气样测定6次,测定结果见表2,得到方法的变异系数分别为6.2%、6.0%,由此可见方法的精密度满足分析的要求。

2.6 回收率测定

本文通过加入一定量分析纯的乙醇做标准来测定方

表2 精密度的测定

Table 2 Determination of precision

样品	峰高(mV)						平均值(mV)	变异系数(%)
1	35.8	36.9	39.4	35.3	37.1	32.6	36.2	6.2
2	38.5	37.9	37.3	33.6	40.5	38.3	37.7	6.0

表3 回收率的测定

Table 3 Determination of recovery

样品	加标量(μg/ml)	回收量(μg/ml)	回收率(%)	平均回收率(%)
1	10.0	8.9	89.0	94.2
2	20.0	17.7	88.5	
3	15.0	14.3	95.3	
4	25.0	27.2	108.8	
5	50.0	46.4	92.8	
6	80.0	72.5	90.6	

法的回收率,结果见表3,由表3可知,方法的加标回收率范围为88.5%~108.8%,平均值为94.2%,证明方法的准确度满足分析样品的要求。

2.7 样品分析

按实验1.2.5的实验条件,分析了市售四川新阳平乳业有限公司袋装液态奶制品16个,根据回归方程计算出样品中的乙醇含量,结果见表4。由表4可见,纯鲜奶的含量最低,其它奶制品中乙醇含量相对较高。

3 结 论

本文通过顶空气相色谱法对液态奶制品中乙醇含量

表4 样品中乙醇含量的测定

Table 4 Determination of ethanol concentration in samples

样品名称	乙醇含量(μg/ml)
纯鲜牛奶	7.2
甜牛奶	19.7
巧克力奶	278.9
核桃花生奶	81.1
原味乳酸饮料	10.9
草莓乳酸饮料	117.0
哈密瓜乳酸饮料	26.4

的分析,结果表明液态奶制品中的挥发性成分乙醇含量较高,方法的精密度和准确度满足分析样品的要求。对液态奶制品中挥发性物质的分析,顶空色谱法是简便、快速的一种测定方法,为研究液态奶制品的质量、风味和口感与挥发性物质的含量关系提供了依据。对于液态奶制品中乙醇的来源还有待进一步的调查。

参考文献:

- [1] 丁耐克. 食品风味化学[M]. 北京:中国轻工业出版社, 2001.
- [2] 谷鸣, 恽海程. 国内液态奶制品的生产现状及对策[J]. 食品与机械, 2000(1): 40-41.
- [3] 梁瑞娥, 韩菊, 张桂芳, 等. 顶空气相色谱法分析食醋、酱油中的微量有机物[J]. 河北化工学院学报, 1992, 13(3): 31-40.
- [4] 付大友, 袁东, 谭文渊, 等. 聚类分析方法用于汽油质量研究[J]. 吉林化工学院学报, 2005, 22(2): 6-10.
- [5] 高明, 周英田. 顶空气相色谱法测定水中挥发性卤代烃方法的改进[J]. 解放军预防医学杂志, 1994, 12(4): 280-282.



金黄色葡萄球菌导致新型肺炎

研究人员发现,令人闻之色变的金黄色葡萄球菌,可以在72h之内制造一种会造成患者死亡的肺炎。

金黄色葡萄球菌(*S. aureus*)可以将编码毒素的基因与其它菌株交换,而且很明显地,这个交换基因的过程经常发生。

根据这篇发表于最新一期《Science》的研究报告,这种毒素称为Panton Valentine leukocidin或PVL,会导致肺炎,而且可能杀死健康组织。

引领研究的德州A&M健康科学中心Gabriela Bowden表示,幸运的是,受到感染的患者会马上发高烧,所以细心的医生一下子就可以辨认出这种细菌感染。

去年12月,带有新毒素的MRSA杀死了二名英国患者,而这种肺炎被称为坏死性肺炎。患者受到感染后,肺部组织会被破坏且会导致一些免疫细胞死亡。PVL本身的毒性强到可以破坏肺部,而且毒素完全不受抗生素影响。

目前最普遍的超级病菌,为抗甲氧苯青霉素金黄色葡萄球菌,简称MRSA(methicillin-resistant *Staphylococcus aureus*)。在许多国家,金黄色葡萄球菌是造成院内感染的主要致病菌之一。