

采用大口径毛细管柱测定白酒中乙酸乙酯与正丙醇检出顺序的探讨

崔磊¹, 陈建生²

(1. 安徽文王酿酒股份有限公司, 安徽 临泉 236400; 2. 安徽临泉县卫生防疫站, 安徽 临泉 236400)

摘要: 采用大口径毛细管柱(18 m×0.53 mm)进样分析白酒时, 乙酸乙酯首先检出, 正丙醇随后检出; 其检出顺序上与 DNP 填充柱的检出顺序相反。异丁醇与乙缩醛, 丁酸乙酯与异戊醇, 戊酸乙酯与乳酸乙酯的出峰先后与已有资料报道的出峰顺序一致。(孙悟)

关键词: 分析检测; 毛细管柱; 白酒; 乙酸乙酯; 正丙醇

中图分类号: TS262.3; O657.8 文献标识码: B 文章编号: 1001-9286(2005)06-0096-02

Investigation on Detection Sequence of Ethyl Acetate and N-propanol in Liquor by Large Caliber Capillary Column

CUI Lei¹ and CHEN Jian-sheng²

(1. Anhui Wenwang Liquor-making Co. Ltd., Linquan, Anhui 236400; 2. Linquan Hygiene and Disease Control Center, Linquan, Anhui 236400, China)

Abstract: Sample injection analysis of liquor was done by large caliber capillary column (18 m×0.53 mm). Ethyl acetate was detected firstly and n-propanol detected subsequently (inverse detection sequence presented by DNP packed column analysis). Peak occurrence sequence of isobutyl alcohol, acetal, ethyl butyrate, isoamyl alcohol, ethyl pentanoate and ethyl lactate were in accord with the reports in previous data. (Tran. by YUE Yang)

Key words: analysis and determination; capillary column; liquor; ethyl acetate; n-propanol

多年来,随着白酒市场竞争的白炽化,各生产厂家不惜重金购置气相色谱仪,以运用高科技毛细管柱技术分离各种微量成分,目的在于研究、开发新品种,增强竞争力。不少论文、论著对毛细管柱的使用技术进行了大量的报道,介绍了很多成熟的经验。然而,笔者在实践中却发现大口径毛细管柱(18 m×0.53 mm)分析白酒时,并不像一直以来报道的那样,乙酸乙酯与正丙醇在检出顺序上与 DNP 填充柱的检出顺序是相反的,而实际情况则是乙酸乙酯首先检出,正丙醇随后检出。

为此,笔者做了大量的试验,采用叠加法,对乙酸乙酯及正丙醇进行定性,下面就我们试验中的典型示例作一介绍。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器: 天美 GC7890 II 型, N2000 工作站(浙大智能

信息研究所)。

1.1.2 试剂: 基准乙醇、色谱纯乙酸乙酯、正丙醇。

1.2 色谱条件

18 m×0.53 mm 大口径毛细管柱; 载气: N₂; 柱温: 55 ℃; 检测器温度: 220 ℃; 进样温度: 200 ℃; 灵敏度: 9; 衰减: 1; 柱内流量: 1.5 mL/min; H₂ 流量: 35 mL/min; Air 流量: 150 mL/min; 进样量: 0.4 μL。

2 试验结果

2.1 首先将乙酸乙酯与正丙醇以适当浓度溶于基准乙醇中制得 1 号溶液, 然后取 0.4 μL 该溶液进样, 采集色谱图样, 图谱编号为 A0016(见图 1)。根据图谱可看出, 第一个峰的峰高低于第二个峰的峰高。

2.2 然后在 1 号溶液的基础上只添加乙酸乙酯, 制得 2 号溶液, 同样进样 0.4 μL 该溶液, 采集色谱图样, 图样编号为 A0017(见图 2)。根据图样可明显看出, 第一个峰的

收稿日期: 2004-11-15

作者简介: 崔磊(1972-), 女, 大专, 工程师, 现任安徽文王酿酒股份有限公司全质办主任兼化验中心主任, 从事质检工作 10 多年, 对气相色谱有较深的研究, 发表过多篇质检方面的论文。

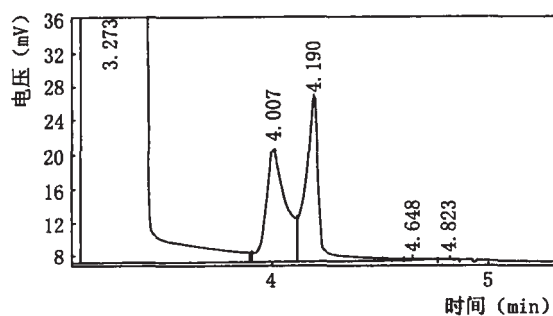


图1 A0016 图谱

峰高高于第二个峰的峰高。

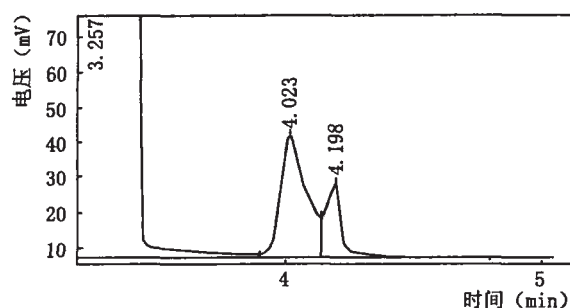


图2 A0017 图谱

2.3 进一步试验：我们在2号溶液的基础上只增加正

(上接第95页)

度升温至 200 ℃,保持 15 min。进样口温度 200 ℃;分流比 10;离子源温度 230 ℃;接口温度 230 ℃;电离电压 70 eV;检测器电压 0.96 kV;扫描范围 29~350 m/z;扫描方式 Scan。

2 葡萄酒中芳香成分的定量分析

将以上 3 种浓缩液均分别注入毛细管色谱柱进行分析,综合 3 种浓缩液的色谱图,应用色谱法和色谱质谱联合两种方法进行未知样品的定性。一般性成分用标准试剂在同样的色谱条件下测定其保留时间的方法来判定。但有些组分由于缺少标准物质核对,用色谱质谱联用仪器来鉴定。重点对 4 种葡萄酒用上述两种方法进行了剖析,共鉴定出主要的香味化合物共 63 种。其中醇类 22 种、酯类 22 种、酸类 9 种、内酯 3 种、酚类 2 种、羟基化合物 3 种。并进行初步的定量,结果见表 1。

3 结论

以解百纳干红葡萄酒为样品,选取有代表性的正丙

醇,制得 3 号溶液,取该溶液进样 0.4 μL,得 A0018 图谱(见图 3)。根据图样可得出,第二个峰高度增加。

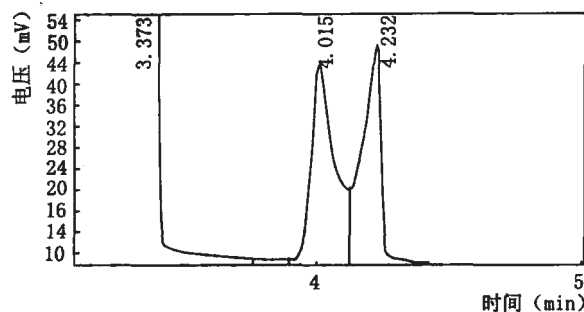


图3 A0018 图谱

3 结论

由此可见,在采用大口径毛细管柱分析白酒时,乙酸乙酯与正丙醇的出峰顺序是与填充柱相吻合的,即乙酸乙酯首先检出,正丙醇随后检出,而并不像一直以来人们所接受的观点那样。同时,笔者还对异丁醇与乙缩醛、丁酸乙酯与异戊醇、戊酸乙酯与乳酸乙酯的出峰先后进行了定性,结果与大家所公认的大口径的出峰顺序是一致的。●

醇、乙酸乙酯、癸酸乙酯、异丁酸这 4 种化合物,进行加标回收率测定,结果得到较好的回收率,均在 84%~107%之间。

实验证明,这些方法实用有效,操作简单,但因葡萄酒中芳香成分含量极少,要求浓缩较高的倍数,所以样品用量大,溶剂用量也大。对 3 种萃取液综合分析,能够得到较完全的微量成分,该方法可以在葡萄酒的研究和质量控制上推广应用。

参考文献：

- [1] 邹建凯.气相色谱/质谱研究中国干红葡萄酒香味成分[J].分析化学,2001(4):493.
- [2] 孙兰萍.白酒中芳香成分的组成及其分离鉴定[J].化工装备技术,2002(23):12-14.
- [3] 吴惠勤,等.酱香型酒香气成分研究[J].分析测试学报,1996,(15) 5-8.
- [4] 李志斌.浅谈枝江大曲酒的风格及形成[J].酿酒科技,2004,(5):108-110.

吉林开展酿酒行业职业技能培训

本刊讯:吉林省酿酒协会将于 6 月 13-19 日举办酿酒行业职业技能培训。

此次职业技能考核鉴定是与职业技能培训相结合,培训与考核的内容是以《白酒酿造工国家职业标准》、《啤酒酿造工国家职业标准》、《食品检验工国家职业标准》等相应职业资格等级条件要求为基础,适当增加新技术、新技能等相关知识,分理论知识与技能操作两部分进行。邀请大连轻工学院等专家授课与考核鉴定。

凡是吉林省境内酒类生产企业的在职职工均可申请参加培训与考核鉴定,分为酿酒工和食品检验工两个职业,报名人数不限。根据酿造工、检验工的高、中级技师国家职业标准,经考核鉴定合格者,由省劳动和社会保障厅核发国家酿造工、检验工高级技师、技师职业资格证书。(小砂)