

白酒气相色谱指纹图谱实验方法学的研究

吴天祥, 郑 岩, 汤庆莉

(贵州大学化学工程学院, 贵州 贵阳 550003)

摘 要: 对建立白酒的气相色谱指纹图谱的方法与条件进行了探索, 结果表明, 最佳条件为: 载气(氮气)流速为 1.3 mL/min, 分流比为: 50:1。同时对所建立的实验方法进行了考察, 其仪器精密度试验中各色谱峰相对保留时间的相对标准偏差 RSD< 0.03%, 相对峰面积的相对标准偏差 RSD< 5.0%。样品稳定性试验中各色谱峰相对保留时间的相对标准偏差 RSD< 0.04%, 相对峰面积的相对标准偏差 RSD< 5.0%, 说明仪器精密度、实验方法可靠、样品稳定, 满足指纹图谱的技术要求。

关键词: 白酒; 气相色谱指纹图谱; 方法学

中图分类号: TS262.3; O657.71; TS2621.7

文献标识码: A 文章编号: 1001-9286(2008)09-0043-06

Study on Methodology of Fingerprint of Gas Chromatography of Liquor

WU Tian-xiang, ZHENG Yan and TANG Qing-li

(Chemical Engineering College of Guizhou University, Guiyang, Guizhou 550003, China)

Abstract: The methods and conditions for the establishment of fingerprint of GC of liquor were studied and the results showed that the optimum conditions were as follows: flow velocity of carrier gas (nitrogen) was 1.3 mL/min and the split ratio was 50:1. Meanwhile, the established methodology was investigated and RSD of the relative retention time for each chromatographic peak was less than 0.03% and RSD of relative peak area was less than 5.0%. The stability test of samples indicated that RSD of peak retention time for each chromatographic peak was less than 0.04% and RSD of relative peak area was less than 5.0%. The precision of the apparatus, reliable experimental methods, and stable samples were the basic technical requirements for fingerprint.

Key words: liquor; fingerprint of GC; methodology

气相色谱法的分离原理是使混合物中的各组分在固定相(固定液)与流动相(载体)间进行交换, 由于各组分在性质和结构上的不同, 当它们被流动相推动经过固定相时与固定相发生的相互作用的大小、强弱会有差异, 以致各组分在固定相中滞留的时间有长有短, 而按顺序流出达到分离的目的。气相色谱法本是一种分离手段, 但自从气相色谱配备各种检测器(如 FID、TCD、FPD 等)以后, 能使分离分析一次完成, 具有分离效果好、灵敏度高、选择性强、分析速度快、用途广泛等优点, 使气相色谱成为一种极重要的现代分析工具^[1-2]。目前通常采用填充色谱分析和毛细管色谱分析, 进行填充色谱分析时可采用邻苯二甲酸二壬酯(DNP)和吐温-60(Tween-60):7 的混合柱(简称 DNP 混合柱)和 PEG 20M(聚乙二醇, 平均相对分子质量 20000)柱 2 种; 进行毛细管色谱分析时通常采用 FFAP 柱(FFAP 是 PEG 20M 与 2-硝基对苯二酸的反应产物)^[3]。采用气相色谱法分析白酒香味组分的工作始于 1968 年, 轻工业部食品发酵工业研究所(现改名为中国食品发酵工业研究

院)与中科院大连化物所合作, 对茅台酒香味组分进行了剖析研究, 采用了包括填充柱、毛细管柱和制备色谱在内的系列分离方法以及红外、质谱等鉴定技术, 从茅台酒中定性鉴定了 50 种组分^[4], 从而奠定了在我国采用现代色谱技术分析白酒的基础。此后的 30 余年间, 在国内科研单位和一些白酒生产企业的共同努力下, 气相色谱在白酒分析中得到了极其广泛的应用^[5]。

1 材料与方法

1.1 仪器与材料

HP6890 气相色谱(美国惠普公司); 色谱柱为 HP-INNOWAX 19091N-113(30 m×0.32 mm×0.25 μm)弹性石英毛细管柱。

贵州茅台酒(53%vol): 贵州茅台酒股份有限公司; 乙酸正戊酯, 乙醇(色谱纯), 均购于上海 sigma 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 内标溶液制备

收稿日期: 2008-07-24

作者简介: 吴天祥(1965-), 男, 贵州人, 博士, 教授, 硕士生导师, 研究方向: 食品工程, 发表研究论文 40 余篇。

准确吸取 2 mL 乙酸正戊酯, 用 50 %vol 乙醇定容至 100 mL, 配制成 2 % (v/v) 的内标溶液。

1.2.2 酒样溶液制备

吸取 0.1 mL 内标溶液于 10 mL 白酒中, 充分混匀。

1.2.3 气相色谱条件

载气及流速: 氮气 1.3 mL/min; 汽化室温度: 250 ; 进样量 1 μ L; 尾吹: 40 mL / min;

检测器: 氢火焰离子化检测器; 氢气流速: 30 mL / min; 空气流速: 400 mL/min。

2 结果与分析

2.1 色谱分离条件的优化

由于本研究选取的白酒涉及浓香型、酱香型、米香型、清香型、董香型 5 大香型、10 多种品牌, 所以在确定色谱分离条件时, 选取了组成成分较多的酱香型的贵州茅台酒为研究对象优化分离条件。

2.1.1 载气流速的选择

载气流速的选择都是围绕着分离效能高、分析速度快这两个要求来进行的^[9]。从速率理论中可知, 要获得最佳分离效能, 就要选用最佳线速, 在最佳线速下柱效虽然高, 但是分析时间长, 速度慢, 往往不能满足实际快速分析需要, 这时可采用比最佳流速大一些的所谓实用流速来分析。本实验在对氮气流速的考查选择上采用了 1.0 mL/min、1.3 mL/min 和 1.5 mL/min 3 种流速, 实验结果(见图 1)表明, 氮气的流速对出峰时间及峰面积大小的影响很小。最终选定 1.3 mL/min 作为本实验载气的流速。

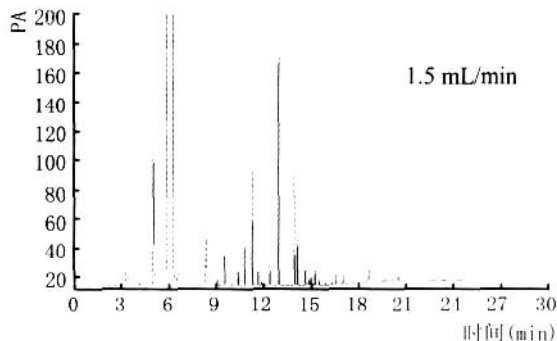
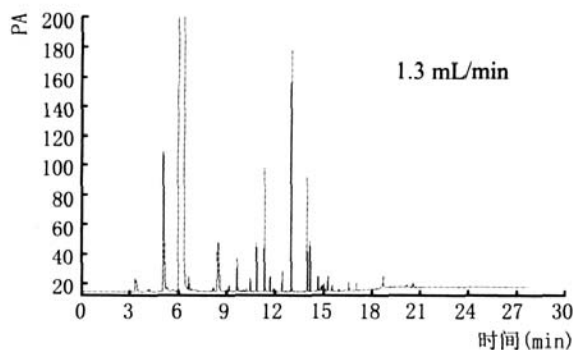
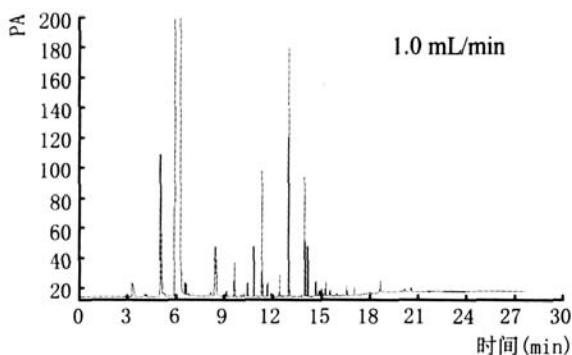


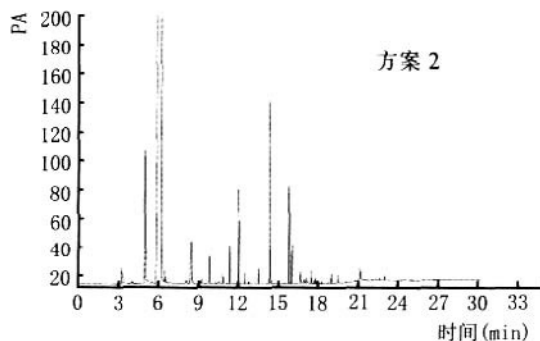
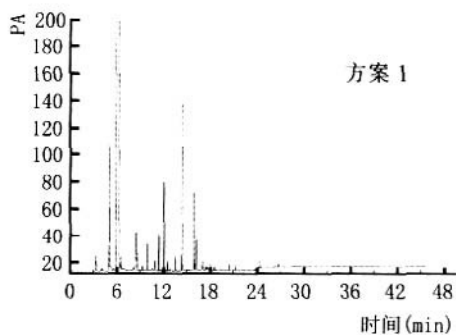
图 1 不同载气流速的气相色谱图

2.1.2 程序升温的优化

当组分出峰较慢时, 可以采用程序升温以缩短分析时间, 达到快速分析的目的。本实验采用 4 套程序升温方案(见表 1), 实验结果(见图 2)表明, 第 4 套方案的程序升温条件比较适合, 既缩短了分析时间, 又可达到大多数组分的分离。

表 1 程序升温方案

项目	方案			
	1	2	3	4
初始温度与保持时间(°C, 5min)	40	40	40	40
升温速率(°C/min)	6	6	6	6
1 段温度与保持时间(°C, 0min)	52	52	52	52
升温速率(°C/min)	10	10	10	12
2 段温度与保持时间(°C, min)	240 20	130 0	130 0	130 0
升温速率(°C/min)	—	20	25	25
最终温度与保持时间(°C, 10min)	—	240	240	240



2.1.3 分流比的选择

毛细管柱内径很细($\Phi 0.1-0.3$ mm), 样品容量很小,

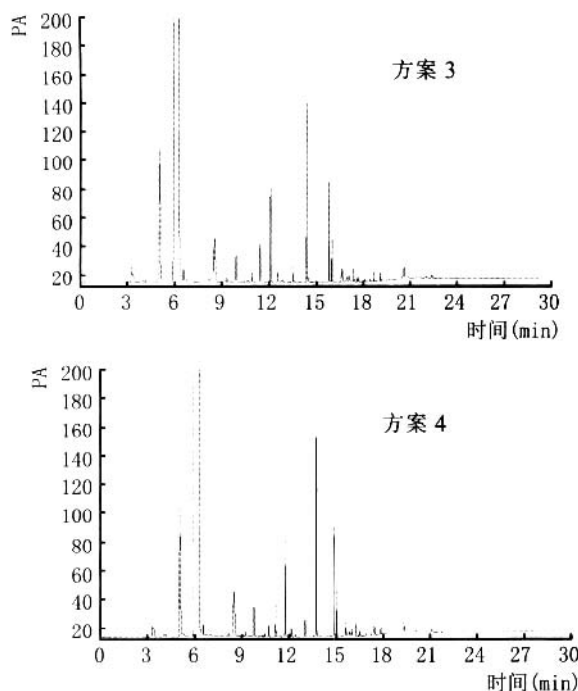
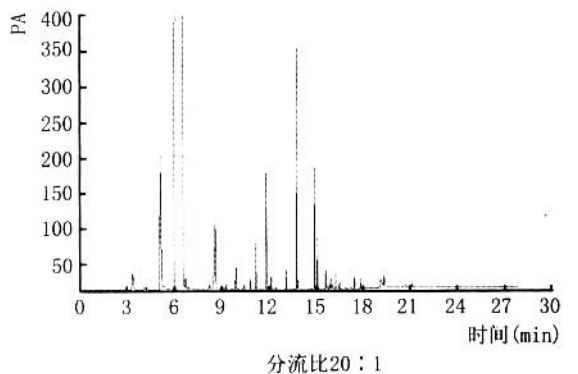
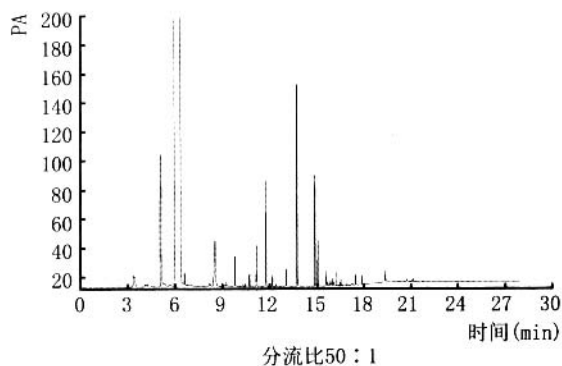


图2 不同方案的 GC 图谱

其液膜只有 $0.2 \sim 1.0 \mu\text{m}$, 相应的固定液只有几十毫克, 所以进样量必须极小。要把这样极微量样品瞬间引进毛细管柱, 只能采用分流法进样。而分流法很容易造成非线性分流, 从而发生歧视现象。本实验选择 20 1、50 1、80 1, 实验结果(见图 3)表明, 50 1 的分流比比较适合。



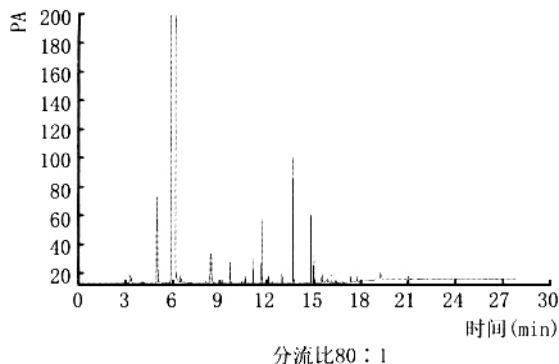
分流比20:1



分流比50:1

2.2 实验方法考察^[7]

2.2.1 30 min 组分流出图



分流比80:1

图3 不同分流比气相色谱图

取贵州茅台酒按 1.2.2 方法制备酒样, 考察了运行时间为 50 min 的 GC 图谱, 确定主要色谱峰在 3 ~ 23 min 之间(见图 4)。在后面的色谱中只截取 3 ~ 24 min 的色谱图。

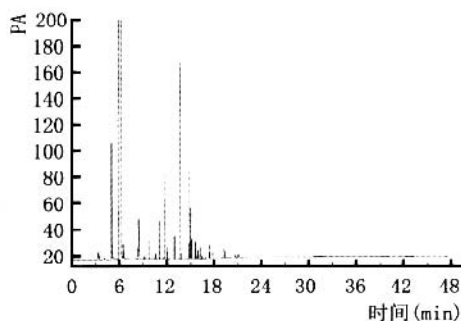


图4 30 min 组分流出图

2.2.2 仪器精密度试验

取 1 个贵州茅台酒样, 按“1.2.2.2”项方法制备酒样溶液, 按“1.2.3”实验条件下, 重复进样 5 次。参照国家药品监督管理局发布的《中药注射剂指纹图谱研究的技术要求(暂行)》^[8], 色谱法采用相对保留时间标定指纹峰。在贵州茅台酒的指纹图谱中, 内标乙酸正戊酯的峰标记为 s 峰, 相对峰面积为 1, 相对保留时间为 1, 以各共有指纹峰的保留时间与乙酸正戊酯保留时间比值作为各峰的相对保留时间; 以各共有峰面积与乙酸正戊酯峰面积的比值作为各峰的相对峰面积。实验结果见表 2 和表 3。26 个共有峰面积占总峰面积 98 % 以上, 共有指纹峰的相对保留时间 RSD 均小于 0.03 %, 相对峰面积 RSD 均小于 5.0 %, 表明仪器的精密度较好。

2.2.3 方法重现性试验

取乙酸正戊酯试剂按“1.2.1”项方法制备 5 份内标溶液, 并按“1.2.3”实验条件测定, 测得乙酸正戊酯的保留时间为 11.151, 其 RSD 为 0.04 %; 峰面积平均值为 4635.706, RSD 为 2.31 %, 表明内标溶液配制方法重现性良好。

分别取同一个贵州茅台酒酒样 5 次, 分别按“1.2.2”项方法制备酒样溶液, 并按“1.2.3”实验条件测定, 分别

表 2 仪器精密度的试验结果 (相对保留时间 α 值)

进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)	进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)
峰 1	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.02	峰 14	1.169	1.168	1.168	1.168	1.168	1.169	0
峰 2	0.362	0.362	0.362	0.362	0.362	0.362	0.03	峰 15	1.232	1.232	1.232	1.232	1.232	1.232	0.01
峰 3	0.449	0.449	0.449	0.449	0.449	0.449	0.02	峰 16	1.335	1.335	1.335	1.335	1.335	1.335	0.01
峰 4	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.01	峰 17	1.352	1.352	1.352	1.352	1.352	1.352	0.01
峰 5	0.586	0.586	0.586	0.586	0.586	0.586	0.01	峰 18	1.400	1.400	1.400	1.400	1.400	1.400	0.01
峰 6	0.729	0.729	0.729	0.729	0.729	0.729	0.02	峰 19	1.433	1.433	1.433	1.433	1.433	1.433	0.01
峰 7	0.760	0.760	0.759	0.760	0.760	0.760	0.02	峰 20	1.456	1.456	1.456	1.456	1.456	1.456	0.01
峰 8	0.826	0.826	0.826	0.826	0.826	0.826	0	峰 21	1.480	1.480	1.480	1.480	1.480	1.480	0.01
峰 9	0.875	0.875	0.876	0.875	0.875	0.875	0	峰 22	1.565	1.565	1.565	1.565	1.565	1.565	0.01
峰 10	0.935	0.935	0.935	0.935	0.935	0.935	0	峰 23	1.601	1.602	1.602	1.602	1.602	1.602	0.01
峰 11	0.959	0.959	0.959	0.959	0.959	0.959	0	峰 24	1.721	1.720	1.720	1.720	1.720	1.720	0.04
峰 s	1.000	1.000	1	1	1	1	0	峰 25	1.734	1.734	1.735	1.734	1.735	1.734	0.01
峰 12	1.053	1.053	1.053	1.053	1.053	1.053	0	峰 26	1.859	1.859	1.859	1.859	1.860	1.859	0.01
峰 13	1.089	1.089	1.089	1.089	1.089	1.089	0	峰 27	1.894	1.893	1.894	1.894	1.894	1.894	0.01

表 3 仪器精密度的试验结果 (相对峰面积 A_r)

进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)	进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)
峰 1	1.054	1.067	1.066	1.070	1.072	1.066	0.65	峰 14	0.564	0.565	0.563	0.565	0.564	0.564	0.15
峰 2	0.078	0.081	0.081	0.081	0.083	0.081	1.87	峰 15	3.838	3.844	3.837	3.844	3.837	3.840	0.10
峰 3	6.668	6.649	6.638	6.634	6.628	6.643	0.23	峰 16	1.935	1.939	1.933	1.943	1.942	1.938	0.23
峰 4	0.136	0.137	0.136	0.137	0.135	0.136	0.81	峰 17	0.938	0.939	0.939	0.942	0.938	0.939	0.17
峰 5	0.486	0.487	0.486	0.486	0.486	0.486	0.08	峰 18	0.139	0.137	0.132	0.131	0.139	0.136	2.98
峰 6	0.142	0.141	0.140	0.142	0.143	0.142	0.86	峰 19	0.287	0.291	0.291	0.291	0.292	0.290	0.73
峰 7	3.548	3.549	3.549	3.558	3.555	3.552	0.13	峰 20	0.220	0.223	0.215	0.211	0.216	0.217	2.11
峰 8	0.108	0.107	0.106	0.106	0.106	0.107	0.77	峰 21	0.088	0.087	0.088	0.087	0.086	0.087	0.63
峰 9	0.792	0.793	0.793	0.795	0.795	0.794	0.13	峰 22	0.201	0.201	0.200	0.204	0.184	0.198	3.92
峰 10	0.076	0.076	0.075	0.075	0.075	0.075	0.52	峰 23	0.109	0.110	0.109	0.110	0.110	0.109	0.50
峰 11	0.272	0.272	0.272	0.273	0.272	0.272	0.17	峰 24	0.220	0.212	0.224	0.236	0.232	0.225	4.21
峰 s	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.00	峰 25	0.211	0.210	0.212	0.212	0.212	0.211	0.43
峰 12	2.179	2.179	2.182	2.185	2.184	2.182	0.12	峰 26	0.073	0.073	0.067	0.068	0.067	0.070	4.73
峰 13	0.294	0.295	0.295	0.295	0.294	0.295	0.20	峰 27	0.123	0.125	0.123	0.126	0.126	0.125	1.36

对共有峰的相对保留时间及相对峰面积进行统计。实验结果(表 4、表 5)得出 GC 图中各色谱峰相对保留时间 RSD< 0.03 %; 各色谱峰相对峰面积的 RSD< 5.0 %, 表

明实验方法的重现性较好。

2.2.4 样品稳定性试验

取一个贵州茅台酒样, 按 “1.2.2”项方法制备酒样溶

表 4 方法重现性试验结果 (相对保留时间 α 值)

进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)	进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)
峰 1	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.01	峰 14	1.168	1.168	1.168	1.169	1.169	1.168	0.00
峰 2	0.362	0.362	0.362	0.362	0.362	0.362	0.01	峰 15	1.232	1.232	1.232	1.232	1.232	1.232	0.01
峰 3	0.449	0.449	0.449	0.449	0.449	0.449	0.01	峰 16	1.335	1.335	1.335	1.335	1.335	1.335	0.01
峰 4	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.02	峰 17	1.352	1.352	1.352	1.352	1.352	1.352	0.01
峰 5	0.586	0.586	0.586	0.586	0.586	0.586	0.01	峰 18	1.400	1.400	1.400	1.400	1.401	1.400	0.01
峰 6	0.729	0.729	0.729	0.729	0.729	0.729	0.01	峰 19	1.433	1.433	1.433	1.433	1.433	1.433	0.01
峰 7	0.760	0.760	0.759	0.760	0.760	0.760	0.01	峰 20	1.456	1.457	1.457	1.457	1.457	1.457	0.01
峰 8	0.826	0.826	0.826	0.826	0.826	0.826	0.01	峰 21	1.480	1.480	1.480	1.480	1.480	1.480	0.01
峰 9	0.875	0.875	0.875	0.875	0.875	0.875	0.01	峰 22	1.565	1.565	1.565	1.565	1.565	1.565	0.01
峰 10	0.935	0.935	0.935	0.935	0.935	0.935	0.00	峰 23	1.602	1.602	1.602	1.602	1.602	1.602	0.01
峰 11	0.959	0.959	0.959	0.959	0.959	0.959	0.00	峰 24	1.720	1.720	1.720	1.720	1.720	1.720	0.01
峰 s	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.00	峰 25	1.735	1.735	1.735	1.735	1.735	1.735	0.01
峰 12	1.053	1.053	1.053	1.053	1.053	1.053	0.00	峰 26	1.860	1.860	1.860	1.860	1.860	1.860	0.00
峰 13	1.089	1.089	1.089	1.089	1.089	1.089	0.00	峰 27	1.894	1.894	1.894	1.894	1.894	1.894	0.01

表 5 方法重现性试验结果 (相对峰面积 A_r)

进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)	进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)
峰 1	1.072	1.067	1.065	1.054	1.067	1.065	0.63	峰 14	0.564	0.559	0.551	0.556	0.556	0.557	0.85
峰 2	0.083	0.083	0.078	0.082	0.081	0.081	2.19	峰 15	3.837	3.810	3.803	3.782	3.789	3.804	0.56
峰 3	6.628	6.602	6.622	6.522	6.558	6.586	0.69	峰 16	1.942	1.920	1.911	1.900	1.905	1.916	0.87
峰 4	0.135	0.135	0.135	0.136	0.136	0.136	0.55	峰 17	0.938	0.933	0.931	0.925	0.929	0.931	0.50
峰 5	0.486	0.481	0.486	0.480	0.483	0.483	0.60	峰 18	0.139	0.137	0.126	0.131	0.124	0.131	4.99
峰 6	0.143	0.139	0.141	0.136	0.137	0.139	1.82	峰 19	0.292	0.288	0.286	0.287	0.288	0.288	0.71
峰 7	3.555	3.527	3.522	3.497	3.520	3.524	0.59	峰 20	0.206	0.201	0.200	0.198	0.196	0.200	1.86
峰 8	0.106	0.106	0.106	0.102	0.102	0.104	2.03	峰 21	0.086	0.086	0.085	0.084	0.085	0.085	1.03
峰 9	0.795	0.789	0.787	0.782	0.786	0.788	0.57	峰 22	0.184	0.168	0.167	0.165	0.168	0.171	4.61
峰 10	0.075	0.075	0.075	0.075	0.075	0.075	0.25	峰 23	0.110	0.108	0.108	0.108	0.107	0.108	1.09
峰 11	0.272	0.270	0.269	0.268	0.269	0.270	0.59	峰 24	0.242	0.251	0.253	0.252	0.261	0.252	2.62
峰 s	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.00	峰 25	0.212	0.208	0.207	0.206	0.207	0.208	1.06
峰 12	2.181	2.165	2.164	2.149	2.162	2.165	0.58	峰 26	0.067	0.066	0.065	0.064	0.064	0.065	2.36
峰 13	0.294	0.293	0.295	0.290	0.292	0.293	0.62	峰 27	1.072	1.067	1.065	1.054	1.067	1.065	0.63

表 6 样品稳定性试验结果 (相对保留时间 α 值)

进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)	进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)
峰 1	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.02	峰 14	1.168	1.168	1.168	1.168	1.168	1.168	0.00
峰 2	0.362	0.362	0.362	0.362	0.362	0.362	0.02	峰 15	1.232	1.232	1.232	1.232	1.232	1.232	0.01
峰 3	0.449	0.449	0.449	0.449	0.449	0.449	0.02	峰 16	1.335	1.335	1.335	1.335	1.335	1.335	0.01
峰 4	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.499	0.02	峰 17	1.352	1.352	1.352	1.352	1.352	1.352	0.01
峰 5	0.586	0.586	0.586	0.586	0.586	0.586	0.02	峰 18	1.400	1.400	1.400	1.400	1.400	1.400	0.01
峰 6	0.729	0.729	0.729	0.729	0.729	0.729	0.01	峰 19	1.432	1.433	1.433	1.433	1.433	1.433	0.01
峰 7	0.760	0.759	0.760	0.760	0.760	0.760	0.01	峰 20	1.456	1.456	1.456	1.457	1.457	1.457	0.01
峰 8	0.826	0.826	0.826	0.826	0.826	0.826	0.01	峰 21	1.480	1.480	1.480	1.480	1.480	1.480	0.01
峰 9	0.875	0.875	0.875	0.875	0.875	0.875	0.00	峰 22	1.565	1.565	1.565	1.565	1.565	1.565	0.01
峰 10	0.935	0.935	0.935	0.935	0.935	0.935	0.00	峰 23	1.601	1.602	1.602	1.602	1.602	1.602	0.01
峰 11	0.959	0.959	0.959	0.959	0.959	0.959	0.00	峰 24	1.721	1.720	1.720	1.721	1.720	1.720	0.04
峰 s	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.00	峰 25	1.734	1.735	1.735	1.734	1.735	1.734	0.01
峰 12	1.053	1.053	1.053	1.053	1.053	1.053	0.00	峰 26	1.859	1.859	1.860	1.859	1.860	1.860	0.02
峰 13	1.089	1.089	1.089	1.089	1.089	1.089	0.00	峰 27	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.293	0.02

表 7 样品稳定性试验结果 (相对峰面积 A_r)

进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)	进样 顺序	1	2	3	4	5	均值	RSD (%)
峰 1	1.054	1.066	1.072	1.057	1.070	1.065	0.68	峰 14	0.564	0.563	0.564	0.561	0.556	0.552	0.85
峰 2	0.078	0.081	0.083	0.081	0.081	0.081	1.70	峰 15	3.838	3.837	3.837	3.833	3.801	3.764	0.78
峰 3	6.668	6.638	6.628	6.626	6.619	6.614	0.29	峰 16	1.935	1.933	1.942	1.936	1.931	1.927	0.27
峰 4	0.136	0.136	0.135	0.134	0.134	0.133	0.91	峰 17	0.938	0.939	0.938	0.934	0.928	0.925	0.63
峰 5	0.486	0.486	0.486	0.484	0.478	0.465	1.69	峰 18	0.139	0.132	0.139	0.132	0.131	0.130	3.16
峰 6	0.142	0.140	0.143	0.142	0.141	0.135	1.94	峰 19	0.287	0.291	0.292	0.290	0.286	0.283	1.23
峰 7	3.548	3.549	3.555	3.550	3.542	3.535	0.19	峰 20	0.220	0.215	0.216	0.216	0.211	0.204	2.72
峰 8	0.108	0.106	0.106	0.106	0.105	0.105	1.02	峰 21	0.088	0.088	0.086	0.086	0.084	0.078	4.19
峰 9	0.792	0.793	0.795	0.790	0.783	0.773	1.04	峰 22	0.201	0.200	0.184	0.190	0.185	0.184	4.12
峰 10	0.076	0.075	0.075	0.075	0.075	0.075	0.60	峰 23	0.109	0.109	0.110	0.110	0.108	0.108	0.72
峰 11	0.272	0.272	0.272	0.272	0.270	0.268	0.59	峰 24	0.220	0.224	0.232	0.230	0.224	0.219	2.25
峰 s	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	0.00	峰 25	0.211	0.212	0.212	0.211	0.210	0.206	0.97
峰 12	2.179	2.182	2.184	2.179	2.173	2.165	0.31	峰 26	0.073	0.067	0.067	0.066	0.066	0.066	4.21
峰 13	0.294	0.295	0.294	0.285	0.281	0.278	2.55	峰 27	1.054	1.066	1.072	1.057	1.070	1.065	0.68

液,按“1.2.3”实验条件分别在 0 min、2 min、4 min、8 min、12 min 和 24 min 进样 (间隔期将样品封口于冰箱内保存), 分别对共有峰的相对保留时间及相对峰面积进行

统计。实验结果(表 6、表 7)得出, GC 图中各色谱峰相对保留时间 $RSD < 0.04\%$; 各色谱峰相对峰面积的 $RSD < 5.0\%$, 结果表明, 白酒酒样在 24 h 内稳定。

3 结论

3.1 对所建立白酒的气相色谱指纹图谱的方法与条件进行了探索,结果表明最佳条件为:载气(氮气)流速为 1.3 mL/min;程序升温为:40(5 min) $\xrightarrow{6\text{ /min}}$ 52(0 min) $\xrightarrow{12\text{ /min}}$ 130 (0 min) $\xrightarrow{25\text{ /min}}$ 240 10 min;分流比为:50 1。

3.2 对所建立的实验方法进行了考察,其仪器精密度试验中各色谱峰相对保留时间的相对标准偏差 RSD< 0.03 %,相对峰面积的相对标准偏差 RSD< 5.0 %;方法重现性试验中各色谱峰相对保留时间的相对标准偏差 RSD< 0.03 %,相对峰面积的相对标准偏差 RSD< 5.0 %;样品稳定性试验中各色谱峰相对保留时间的相对标准偏差为 RSD< 0.04 %,相对峰面积的相对标准偏差 RSD< 5.0 %,说明仪器精密度良好、实验方法可靠、样品稳定,满足指纹图谱的技术要求。

参考文献:

- [1] 沈怡方.白酒生产技术全书[M].北京:中国轻工业出版社,1998.
- [2] 沈尧绅,曹桂英,孙洁,等.关于白酒中醇酯等主成分气相色谱分析方法的探讨[J].酿酒,1994,(2):32-40.
- [3] 徐成勇,郭波,周莲.白酒香味成分研究进展[J].酿酒科技,2002,3(111):38-40.
- [4] 中科院大连化学物理研究所.茅台酒中香味成分的分析(内部资料)[Z].1969.
- [5] 胡国栋.气相色谱法在白酒分析中的应用现状与回顾[J].食品与发酵工业,2003,10(29):65-69.
- [6] 陈功,王福林.白酒气相色谱分析疑难问答[M].北京:中国轻工业出版社,1996.
- [7] 周欣,李章万,王道平,等.GC-MS法建立温莪术挥发油指纹图谱研究[J].中国中药杂志,2004,12(29):1138-1141.
- [8] 国家食品药品监督管理局.中药注射剂指纹图谱研究的技术要求(暂行)[J].中成药,2000,22(10):671.

(上接第 42 页)

3 结论

本实验以低温贮存 3 d 以内的啤酒废酵母为原料,采用自溶与添加外源酶相结合的方法制备酵母抽提物,对制备工艺的关键工序进行了正交优化,并确定了最佳的旋转蒸发及喷雾干燥工艺参数,最终制备出氨基氮得率和固形物得率分别达到 3.937 %和 59.24 %的酵母抽提物,其理化指标虽略逊于国外同类名牌产品(英国 OXIOD),但大都达到或超过酵母抽提物行业标准的优级指标要求^[3]。

参考文献:

- [1] 尤新.酵母提取物和酵母深加工[J].中国食品添加剂,2002,(3):34-38.

- [2] Hee Jeong Chae, Hyun Joo, Man-Jin In. Utilization of brewer's yeast cells for the production of food-grade yeast extract. Part 1: effects of different enzymatic treatments on solid and protein recovery and flavor characteristics [J]. Bioresource Technology, 2001,76: 253-258.
- [3] QB2582-2003, 酵母抽提物[S].
- [4] 晏志云,蔡奕文,彭志英.提高酵母抽提物得率及氨基氮含量的研究[J].江苏食品与发酵,2000,(3):9-13.
- [5] 张晓鸣,袁信华,章克昌.理化处理对啤酒酵母自溶的影响[J].无锡轻工大学学报.2001,20(2):154-159
- [6] 万萍.自溶促进剂乙醇自溶酵母最佳条件的研究[J].酿酒,2000,(2):62-63.
- [7] 莫重文,魏安池.生产啤酒酵母抽提物的工艺研究[J].中国调味品,2007,(4):53-55.

安徽白酒评委第二届 年会召开

本刊讯:2008年8月28日,安徽省白酒评委第二届年会在迎驾集团举行,徽酒14个厂家代表、评酒专家近50人参加了此次年会。

年会分评酒和技术交流两大环节。评酒会上,10位国家级白酒评委,24位省级白酒评委对来自古井、迎驾、皖酒等12个安徽省内白酒厂家的14种酒样进行了品质、风格及口感鉴定。在技术交流会上,白酒企业代表与专家们就企业生产、科研、新产品开发技术等方面进行了深度探讨。

安徽省酒业协会常务副会长兼秘书长李文汉表示:“年会的重要内容是质量鉴定和技术交流以及对评委的再培训、再提高。通过此次年会,相信安徽白酒行业在酒水质量以及评酒水平方面将得到进一步提升,从而促使整个安徽白酒行业的共同进步。”(肖凡)

季克良入选“影响中国改革 30年30人”候选名单

本刊讯:日前,中国改革成就巡礼专题活动组委会公示了“改革之星——影响中国改革30年30人”候选人名单,茅台集团董事长、总工程师季克良榜上有名。

“改革之星——影响中国改革30年30人”是纪念中国改革开放30周年大型社会活动推出的人物综合大奖。为保证推选活动的公开、公平、公正,主办单位通过潜心梳理和触摸,尽量公允的从30年期间众多改革精英中遴选出120名担任不同角色的标志性人物作为本奖项的候选人,予以公示。

据悉,候选名单同时还通过中国改革人物网、《中国企业报》等媒体进行公示,接受社会公众、网民和评审委员会专家的评价。投票时间为9月15日前,11月在北京举行颁奖盛典。(江砂)