

白酒色谱成分分析标准物质的重要作用*

郝金竹

(贵州省计量测试院, 贵州 贵阳 550003)

摘要: 白酒色谱成分分析标准物质为国家二级标准物质,其混标编号为 GBW(E)100012,内标编号为 GBW(E)100013。用 GBW(E)100012 白酒色谱成分分析标准物质(混标)的 f 值测定“试样”的浓度,结果准确可靠。该标准物质将为白酒气相色谱分析、白酒生产和产品质量提供保证。(孙悟)

关键词: 分析检测; 白酒; 气相色谱分析; 标准物质

中图分类号: TS261.47 ;S657.71 ;TS262.3 **文献标识码:** B **文章编号:** 1001-9286(2005)08-0079-02

The Vital Role of the Analysis Standard Substances for Chromatogram Composition in Liquor

HAO Jin-zhu

(Guizhou Measurement Institute, Guiyang, Guizhou 550003, China)

Abstract: The standard substances for liquor chromatogram composition analysis belong to national grade II standard substances with its mixed standard serial number as GBW (E)100012 and its internal standard serial number as GBW (E)100013. The concentrations of sample liquors measured by f value of GBW (E)100012 standard substances are accurate and reliable. Such standard substances will prove to be the strong technical assistance to ensuring liquor gas chromatographic analysis, liquor production, and liquor product quality. (Tran. by YUE Yang)

Key words: analysis and determination ;liquor ;gas chromatographic analysis ;standard substance

标准物质是一种材料均匀、性能稳定的材料或物质,它的某个(些)化学和物理性质已经准确定值,并附有定值的不确定度,用以校准设备、评价测量方法或给材料赋值,以保证测量所获结果的准确性和可靠性。

白酒色谱成分分析标准物质是国家质量监督检验检疫总局“Y01-C04”号科技项目和贵州省经济贸易委员会技术创新项目。项目承担单位是贵州省计量测试院,协作单位是贵州省饮料酒行业产品质量监督检验站。该标准物质于 2005 年 3 月 7 日通过了受国家质量监督检验检疫总局和贵州省经济贸易委员会委托、由贵州省质量技术监督局主持召开的白酒色谱分析标准物质鉴定会。鉴定完成后,按照《标准物质管理办法》的有关规定,经国家质量监督检验检疫总局审查,于 2005 年 4 月 14 日由国家质量监督检验检疫总局下达国质检量函[2005]209 号文“关于批准 58 种国家二级标准物质的通知”,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,白酒色谱成分分析标准物质(混标)编号为 GBW(E)100012,白酒色谱成分分析标准物质(内标)编号为 GBW(E)100013,并颁发了“国家标准物质定级证书”和“制造计量器具许可证”。

该标准物质的研制成功,填补了我国白酒色谱成分分析标准物质的空白,在我国白酒气相色谱分析中将起重要作用。

1 我国白酒气相色谱分析现状

根据中华人民共和国国家标准《白酒试验方法》和《白酒生产许可证制度》的规定,气相色谱仪是白酒生产必须和必备的分析仪器。白酒气相色谱分析的相对重量校正因子 f 值和加入内标液的准确性是保证白酒气相色谱分析测量结果准确度的关键。我国以前没有白酒色谱成分分析标准物质,各白酒生产厂在测定相对重量校正因子 f 值和配制内标液时,使用的试剂是用市面上买

* 基金项目 国家质量监督检验检疫总局科技项目(Y01-C04)和贵州省经济贸易委员会技术创新项目。

收稿日期 2005-06-23

作者简介 郝金竹(1945-),女,高级工程师,全国化学计量专业委员会委员,多年来从事标准物质研究工作,发表论文多篇。

表 1 5 个不同单位测试 GBW (E) 100012 白酒色谱成分分析标准物质 (混标) 结果

表 1 5 个不同单位测试 GBW (E) 100012 白酒色谱成分分析标准物质 (混标) 结果								(mg/100 mL)	
出峰 顺序	成分 名称	(混标) 标准值	标准物质 (混标) 测试单位					平均值	相对标准 偏差 (%)
			(一)	(二)	(三)	(四)	(五)		
1	甲醇	39.31	53.56	20.92	27.96		41.80	36.06	40.32
2	乙酸乙酯	178.76	226.38	216.83	191.56	142.40	175.13	190.46	17.76
3	异丁醇	40.06	50.02	42.38	39.61	35.35	39.40	41.35	13.20
4	乙酸正丁酯	35.93	35.93	36.20	34.88				(内标)
5	异戊醇	40.28	47.67	38.95	39.53	43.35	37.60	41.42	9.87
6	乳酸乙酯	203.12	222.73	201.48	251.61	264.97	190.30	226.22	14.08
7	己酸乙酯	187.86	219.49	200.74	198.76	182.61	210.20	202.36	6.81

注: GBW (E) 100012 白酒色谱成分分析标准物质 (混标) 相对不确定度为 3.3%。

来的色谱纯试剂自己进行配制,由于色谱纯试剂没有准确值,其标称值与实际值不一样,并且生产试剂的厂家不同,实际含量也不相同。另外,使用的乙醇溶剂杂质太多,再加上各单位在配制标准溶液过程中使用的计量器具以及操作人员带来的误差,致使各单位测出的相对重量校正因子 f 值的数值偏差较大,从而造成待测组分浓度值的误差。同一个酒样中各种成分的含量,不同单位的分析结果不一样,因此,不能为生产提供正确可靠的分析数据。

我们请 5 个单位用本单位的相对重量校正因子,测试 GBW (E) 100012 白酒色谱成分分析标准物质 (混标) 浓度,测试结果见表 1。

表 1 测试结果说明,由于没有可以溯源的白酒色谱成分分析标准物质,各单位测出的浓度值与标准值之间偏差较大,致使在日常的白酒气相色谱分析工作中不能为生产提供准确可靠的分析数据。

2 白酒色谱成分分析标准物质的作用

分析是工艺、生产的眼睛,是产品质量把关的手段。对分析工作的要求是提供准确可靠的分析数据。我们研制的白酒色谱成分分析标准物质是一个可以溯源的标准物质,如果各酒厂在生产中采用以上标准物质作为检测标准,所测出的相对重量校正因子 f 值是准确、可靠的,所测出的浓度值是准确、可靠的。

表 2 是请某单位用 GBW (E) 100012 白酒色谱成分

表 2 用 GBW (E) 100012 白酒标准物质的 f 值测试“测试样”的结果

出峰 顺序	成分 名称	“测试样”		单位(%) 实测值	相对误 差(%)
		标准值			
1	甲醇	47.47	46.95	-1.1	
2	乙酸乙酯	180.11	181.83	+1.0	
3	异丁醇	47.96	49.17	+2.5	
4	乙酸正丁酯	35.93	35.93	0.0	
5	异戊醇	48.38	49.85	+3.0	
6	乳酸乙酯	205.45	204.95	-0.2	
7	己酸乙酯	261.62	268.45	+2.6	

注: “测试样” 相对不确定度为 3.3%。

分析标准物质 (混标) 计算的相对重量校正因子 f 值测试“测试样”的浓度。

表 2 的测试结果说明,用 GBW (E) 100012 白酒色谱成分分析标准物质 (混标) 计算的相对重量校正因子 f 值准确可靠,所测出的浓度值相对误差完全落在“测试样”相对不确定度范围内,浓度测量值是准确可靠的。

白酒色谱成分分析标准物质在我国白酒气相色谱分析中起着重要作用。该标准物质的研制成功,结束了我国白酒行业气相色谱分析中因混合标样不统一,造成相对重量校正因子 f 值的数值偏差较大,致使分析结果误差大、溯源困难的现状。

该标准物质将为全国各酒厂的白酒气相色谱分析提供准确可靠的分析数据,为白酒生产流程的控制到产品质量的检验提供可靠的保证,使生产过程处于良好的质量控制状态,达到高质量的生产运行。●

(上接第 78 页)

polyacid catalyzed oxidation of lignin and lignin models to benzoquinones.[J] Journal of Wood Chemistry and Technology. 2000,20(1):19-41.

[5] Hames, B. R.; Kurek, B.; Pollet, B.; Lapierre, C.; Monties, B.(1998). Interaction between MnO₂ and oxalate: Formation of a natural and abiotic lignin oxidizing system[J].Journal of Agricultural and Food Chemistry. 1998,46(12):

[6] Thompson, D. N.; Hames, B. R.; Reddy, C. A.; Grethlein, H. E. In vitro degradation of insoluble lignin in aqueous media by lignin peroxidase and manganese peroxidase. Applied biochemistry and Biotechnology[A].Proceedings of the Nineteenth Symposium[C].1998.

[7] 张文富,张丽. 45 种农用化工产品制造技术[M]. 北京:金盾出版社.1991.

[8] Lapierre C.et.al. Holzforchung[M]. 1994,48: supplement.

[9] J.P. 凯西. 制浆造纸化学工艺学[M]. 北京:中国轻工业出版社,1998.

[10] 周建成,李中正.木质素磺酸盐衍生物用于混凝土减水剂体系的研究[J].纤维素科学与技术,2002,10(2):20-24.

[11] 张杰,李中正.木质素作为脱硫剂的研究[J].纤维素科学与技术,1997,5(1):48.

[12] 韦汉道,等.木质素的应用研究[J].广州化学,1990,(2):37.

[13] 马庆虎.木质素的研究[EB/OL].http://www.sciencenews.com.