

气相色谱技术与白酒分析

余开华

(贵州省轻工业科学研究所, 贵州 贵阳 550002)

摘 要: 气相色谱技术以分离效率高、分析速度快、灵敏度高、样品用量少而广泛用于酿酒行业的理化指标分析。白酒行业常用的色谱柱有 DNP 填充柱、大口径毛细柱和细口径毛细管柱。利用气相色谱可对白酒卫生指标甲醇和杂醇油进行控制,对白酒中的主体香含量、四大酯含量、微量香味成分含量进行测定,开展对白酒芳香成分的剖析和风味关系的研究,以及对白酒中酒用香精含量的测定。(孙悟)

关键词: 白酒; 气相色谱; 定性分析; 定量分析

中图分类号: TS262.3.0657.71 **文献标识码:** B **文章编号:** 1001-9286(2005)12-0090-02

Gas Chromatography and Liquor Analysis

SH E Kai -hua

(Guizhou Provincial Light Industry Science Research Institute, Guiyang, Guizhou 550002, China)

Abstract: Gas chromatography has wide use in liquor-making industry because it has the advantages of rapid separation and analysis, high sensitivity, and small sample use quantity. The chromatographic columns usually used in liquor-making industry include DNP packed column, large caliber capillary column, and small caliber capillary column. Gas chromatography could be used in the control of liquor sanitary indexes such as methanol and fusel oil, the measurement of main flavoring components contents and the contents of four main esters and trace flavoring substances in liquor, the research on the relationship between liquor flavoring compositions and liquor flavors, and the determination of liquor fragrance content (Trans. by YUE Yang)

Key Words: liquor; gas chromatography; qualitative analysis; quantitative analysis

气相色谱分析法作为一种新型的分离技术,以分离效率高、分析速度快、灵敏度高、样品用量少,能对白酒中甲醇、杂醇油等控制性组分的含量及呈香呈味物质含量进行准确的分析,广泛用于酿酒行业。

自从国家强制实行《白酒生产许可证》制度以来,气相色谱仪成为白酒行业生产和质量控制中必备和必需的分析仪器,许多小酒厂虽然按要求购买了气相色谱仪,但没有认识到气相色谱在白酒内在质量监控中所起到的重要作用,没有充分发挥气相色谱的优越性和价值,致使气相色谱仪的使用率不高。下面笔者就气相色谱仪在白酒行业的应用进行简要介绍。

1 气相色谱定性定量依据

气相色谱法的主要用途是对样品进行定性定量分析。对一个样品进行色谱分析,总是要先进行分离,再做定性鉴定,然后再进行定量。

1.1 气相色谱定性分析

定性分析就是要确定分析样品中有些什么组分。在气相色谱分析中,就是要确定各色谱峰代表什么组分。白酒行业常用的定性方法有以下几种。

1.1.1 利用已知物直接对照进行定性^[1]

将未知物和已知标准物在同一色谱柱上,用相同的色谱操作条件进行分析,作出色谱图后进行对照比较。

1.1.2 利用文献值对照进行定性^[1]

利用已知物的文献保留值与未知物的测定保留值对照来进行定性分析。

1.2 气相色谱定量分析^[1,2]

色谱定量分析是色谱分析“三部曲”之一,就是要确定样品中某一组分的准确含量。色谱定量分析与绝大部分的仪器定量分析一样,是一种相对定量方法,而不是绝对定量方法。它是根据仪器检测器在某些条件限定下,色谱峰的峰高或峰面积与所测组分的浓度成正比来

收稿日期: 2005-08-17

作者简介: 余开华 (1960-),女,四川重庆人,高级工程师,从事酒类产品质量检验。

进行定量的,其基本公式为:

$$W_i(C_i) = f_i A_i(h_i)$$

其中 W_i ——组分 i 的质量;

C_i ——组分 i 的浓度;

f_i ——组分 i 的校正因子,与检测器的性质和被测组分的性质有关;

A_i ——组分 i 的峰面积;

H_i ——组分 i 的峰高。

由此可见,在色谱定量分析中,要得到可靠的定量分析结果,必须准确测定峰面积或峰高和校正因子,选择合适的定量方法,尽可能减少分析步骤带来的误差。

白酒气相色谱定量分析一般主要采用测量峰面积、用内标法进行计算。

2 白酒行业常用色谱柱

2.1 DNP 填充柱

DNP 填充柱为白酒厂应用最多的一种柱子。其优点是恒温操作,对仪器要求相对较低,稳定性好,操作容易,采用直接进样法,一次进样能分析出醇、醛、酯等 10 多种组分,分析时间在 30~40 min,缺点是不能检测出白酒中的有机酸含量。

2.2 大口径毛细柱

内径为 0.53 mm 的毛细柱,由于一次进样能分析醇、醛、酯及乙酸、丙酸、丁酸等 20 多种成分,分析时间短,采用柱头进样、恒温操作,仪器要求相对较低。缺点是乙酸乙酯与正丙醇,乙缩醛与正丁醇分离不好。

2.3 细口径毛细管柱

能分离的组分多,但对仪器的要求很高,仪器必须带毛细管分流系统,程序升温,稳定性好。缺点是柱子价格昂贵。

3 气相色谱在白酒行业中的主要应用

白酒的主要成分是乙醇和水(占总量 98%~99%),而溶于其中的酸、酯、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。因此,气相色谱分析在白酒内在质量监控上起着“眼睛”的作用。它在白酒成分分析中的应用主要包括以下几个方面。

3.1 对白酒卫生指标甲醇和杂醇油的控制

白酒中甲醇、杂醇油是酒类卫生监测指标中的 2 项重要指标,GB2757^[3]和 GB10345^[4]规定对甲醇、杂醇油的含量和检验方法作了严格的要求。用气相色谱仪可直接进样,并可快速、准确地测出酒样中甲醇和杂醇油的含量。

3.2 对酒厂的基础酒指标的测定

基础酒的好坏是决定成品酒能否达到质量标准的

关键。对基础酒的分析验收和对主要微量成分的测定,是指导微机勾兑、保证产品质量稳定、统一质量标准、获得工厂经济效益的重要因素,而气相色谱仪是最理想的分析工具。对基础酒中的 3 项指标的测定如下。

3.2.1 主体香含量测定

白酒是很多香味成分的集合体,独特香型取决于主体香味成分在酒中的含量。例如浓香型白酒的主体香是己酸乙酯,高度酒的最高量不能超过 2.5 g/L^[5],低度不能超过 2.0 g/L^[6]。

3.2.2 四大酯含量的测定

己酸乙酯、乳酸乙酯、乙酸乙酯、丁酸乙酯为白酒的四大酯。大量试验表明,四大酯的量比协调,特别是己酸乙酯与乳酸乙酯的量比关系,是决定酒的香型、香气浓郁、纯正的关键,可以利用气相色谱仪来对四大酯的含量进行测定。

3.2.3 微量香味成分含量的测定

白酒中四大酯作为主体香味成分决定了白酒的香型,但除此之外,其他微量的酯、酸、醛、酮都是助香成分,它们在助香过程中起着烘托、缓冲、平衡的三大作用,控制其含量范围以及与主体香味成分的量比关系是否恰当,直接影响白酒的风味特征。

3.3 开展对白酒芳香成分的剖析和风味关系的研究

白酒成分非常复杂,酒中有些重要成分对酒的典型风味关系还没有被认识,需要利用气相色谱仪与其他仪器配合使用开展醇和醇以外的多种复杂微量成分的分析研究,为保证名特优白酒产品质量和提高白酒质量提供更广泛、准确的科学依据。

3.4 酒用香精含量的测试

随着国家白酒产业政策的调整和人们消费观念的改变,白酒低度化已成为一种发展趋势,因此食用香精使用越来越广,对其质量要求也越来越高,用气相色谱可快速准确测出各种香精成分的含量。

4 结束语

随着色谱技术的发展,色谱技术对酿酒行业的影响会越来越大,应用会越来越广,将会为探索白酒的奥秘和促进白酒的发展作出贡献。

参考文献:

- [1] 汪正范.色谱定性定量(第一版)[M].北京:化学工业出版社,2001.
- [2] 陈功,王福林.白酒气相色谱分析疑难问答(第一版)[M].北京:中国轻工业出版社,1998.
- [3] GB2757,蒸馏酒及配制酒卫生标准[S].
- [4] GB10345,白酒试验方法[S].
- [5] GB/T10781.1,浓香型白酒[S].
- [6] GB/T 11859.1,低度浓香型白酒[S].