

芝麻香型白酒“特征组分”气相色谱分析方法探讨

孙 洁 孙丽臻 李好转

(山东景芝酒业股份有限公司, 山东 景芝 262119)

摘 要: 芝麻香型特征组分“3-甲硫基丙醇”在国家标准中规定其含量低微(≥ 0.5 mg/L), 准确定量难度大。建立了新的“3-甲硫基丙醇”检测方法, 结果表明, 该方法所测出的“3-甲硫基丙醇”的相对标准偏差为 1.13 %, 平均回收率为 95.16 %, 最低检出限为 0.1 mg/L。该方法简便、快速、准确度高, 适用于芝麻香型白酒特征组分“3-甲硫基丙醇”的测定。

关键词: 分析方法; 气相色谱; 芝麻香型白酒; 3-甲硫基丙醇

中图分类号: TS262.3; O657.7; TS261.7

文献标识码: B

文章编号: 1001-9286(2011)02-0063-02

Research on Gas Phase Chromatography Analytical Method of Characteristic Compositions of Sesame-flavor Liquor

SUN Jie, SUN Li-zhen and LI Hao-zhuan

(Shandong Jingzhi Liquor Co.Ltd., Jingzhi, Shandong 262119, China)

Abstract: There have explicit quality requirement in national standards about the characteristic compositions of 3-methylthiopropanol in sesame-flavor liquor (≥ 0.5 PPM). However, It is hard for accurate determination of 3-methylthiopropanol in practice. A new determination method of 3-methylthiopropanol has been developed. RSD of such method is only 1.13 %, its average recovery rate is 95.16 %, and its minimum detection limit is 0.1 mg/L. Such method has the advantages including simple operation, rapid determination, and high accuracy and it is quite suitable for the determination of 3-methylthiopropanol in sesame-flavor liquor.

Key words: analytical method; GC (gas chromatography); sesame-flavor liquor; 3-methylthiopropanol

芝麻香型白酒是建国后自主创新的新香型白酒。随着工艺技术的成熟, 现在行业内形成了生产芝麻香型白酒的热潮。景芝酒业作为芝麻香型白酒的始创企业, 在芝麻香型白酒的生产和分析检验方面走在了同行业的前列。公司研制的“一品景芝”是中国芝麻香型白酒的代表, 产品兼具浓香、清香、酱香 3 种香型特点, 芝麻香幽雅纯正, 深受广大消费者的喜爱。

作为芝麻香型白酒的特征组分“3-甲硫基丙醇”在《芝麻香型白酒》国家标准中有明确的质量要求, 但它的含量低微(≥ 0.5 mg/L), 微量的杂峰和分离不完全, 将严重影响它的准确定量。所以选择正确的分析方法, 提高分析的“准确度”, 对于保证芝麻香型白酒的质量起着重要的作用。

1 材料与方法

1.1 惠普 5890 型色谱仪分析

以前用惠普 5890 型色谱仪配进口交联毛细管柱 PEG20M 和复合毛细管柱 FFAP 及分析方法, 所测的 3-甲硫基丙醇, 其灵敏度和准确度偏低, 见表 1。

表 1 3-甲硫基丙醇试验值及回收率值 (n=8)

次数	加标后 测得总量 (mg/L)	待测物量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	回收率 (%)	回收率 平均值 (%)	RSD (%)
1	2.500	1.5	1.2	87.3	88.46	1.86
2	2.550	1.5	1.2	89.5		
3	2.594	1.5	1.2	91.2		
4	2.609	1.5	1.2	93.4		
5	2.563	1.5	1.2	88.6		
6	2.486	1.5	1.2	94.3		
7	2.576	1.5	1.2	95.7		
8	2.614	1.5	1.2	93.8		

1.2 利用安捷伦 6820 色谱仪分析

1.2.1 仪器与试剂

美国 Agilent6820 型气相色谱仪; FID 检测器, 分流/不分流进样口; 北京汇博精瑞科技公司数据工作站; 内标: 2-乙基正丁酸为进口分装品。

1.2.2 色谱条件

毛细管柱: 美国进口 CP-WAX 57CB Capillary Column 50 m $\times$ 0.25 mm ID DF=0.2 μ m。

收稿日期: 2010-12-22

柱温:初温 40 °C 恒温 2 min, 然后以 6 °C/min 升到 200 °C, 保持 15 min。

载气: 99.999 % 高纯氮, 氮气: 30 mL/min, 氢气: 30 mL/min, 空气: 350 mL/min, 检测室温度: 240 °C, 进样口温度: 220 °C。

1.2.3 操作方法

①用 60 % 乙醇配制 2 % (v/v) 2-乙基正丁酸为内标液。

②于 10 mL 容量瓶中准确加入 10 mL 酒样, 加入 0.1 mL 2 % 内标液混匀, 色谱进样量为 1.2 μ L。

1.2.4 定性与定量方法

①利用纯物质对照的定性方法

将纯物质直接加入试样中, 某一组分的峰高增加, 表明试样中有所加入的这一组分。

②校正: 在一定的试样(不含待测组分)中加入一定量的待测组分和内标溶液, 混匀进样, 求出定量校正因子。

③定量: 在 10 mL 试样中加入 0.1 mL 内标溶液, 混匀进样, 求出待测组分的含量。

2 结果与讨论

2.1 分析结果

利用安捷伦 6820 色谱仪配进口 CP-WAX 57CB 毛细管柱, 对“3-甲硫基丙醇”进行分析, 其对“3-甲硫基丙醇”的分离度和准确度有了很大的提高, 结果见表 2。

表 2 3-甲硫基丙醇试验值及回收率值 (n=8)

次数	加标后 测得总量 (mg/L)	待测物量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	回收率 (%)	回收率 平均值 (%)	RSD (%)
1	2.632	1.5	1.2	94.3	95.16	1.13
2	2.606	1.5	1.2	92.8		
3	2.593	1.5	1.2	89.8		
4	2.666	1.5	1.2	97.2		
5	2.642	1.5	1.2	95.2		
6	2.680	1.5	1.2	100.1		
7	2.653	1.5	1.2	96.1		
8	2.656	1.5	1.2	96.3		

2.2 分析结果讨论

2.2.1 色谱柱对测定结果的影响

色谱柱是气相色谱仪的中心, 色谱柱因为使用过久, 灵敏度会降低, 而“3-甲硫基丙醇”含量太低, 在色谱柱上出峰很小, 或根本不出峰, 所以色谱柱的选择尤为重要。

2.2.2 杂质峰对测定结果的影响

芝麻香型白酒特征组分“3-甲硫基丙醇”在国家标准中含量低微 (≥ 0.5 mg/L), 微小的杂质峰将严重影响测定结果的准确定量, 所以, 每次对芝麻香酒样进行“3-甲硫基丙醇”测定时, 开机点火稳定后, 一定要跑空白, 直至

基线无杂质峰再进行酒样分析。

2.2.3 进样量对测定结果的影响

在柱型允许的情况下, 尽量增大进样量, 使分析数据的精密度有所改善。

2.2.4 分流比对测定结果的影响

如果仪器设置的分流比过大, 酒样进入色谱柱流量小, 被测组分面积过小, 影响被测组分的准确定量。减少分流比, 被测组分面积明显变大, 计量更准确。

2.2.5 温度对测定结果的影响

柱温过高, 被测组分“3-甲硫基丙醇”和“戊酸”分离度小于 1.5, 不能完全分开, 见色谱图 1。为了改变这种状态, 采取降低柱子的初温, 降低程序升温速率, 能使 2 个组分完全分开, 取得了满意的结果, 见色谱图 2。

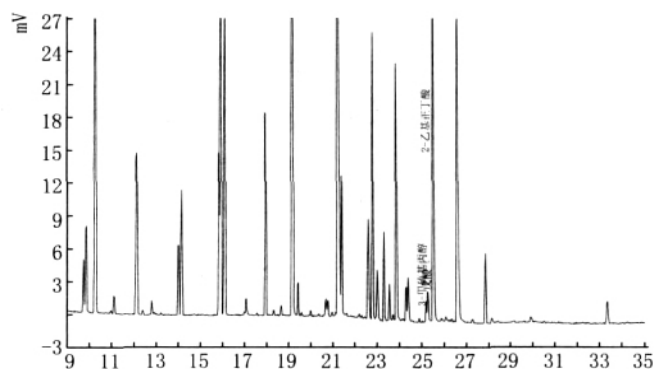


图 1 柱温过高分离效果差

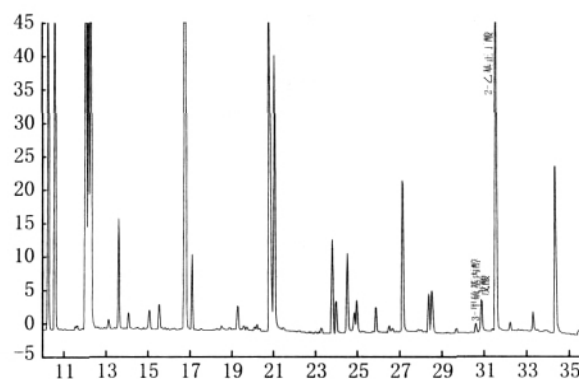


图 2 降低柱子初温分离效果

3 结论

通过多年实践和应用, 利用安捷伦 6820 色谱仪配进口 CP-WAX 57CB 毛细管柱, 专门针对“3-甲硫基丙醇”建立了一套新的分析方法, 使芝麻香型特征组分“3-甲硫基丙醇”的分离度和准确度有了很大的提高。该方法简便、快速、准确度高, 适用于芝麻香型白酒特征组分“3-甲硫基丙醇”的测定。

参考文献:

- [1] 蔡心尧, 尹建军, 胡国栋. 毛细管柱直接进样测定白酒香味组分的研究[J]. 色谱, 1997, (5): 367.