

高效液相色谱法测定白酒中乳酸和乙酸含量

冯向东

(湖北稻花香酒业股份有限公司,湖北 宜昌 443112)

摘要: 采用高效液相色谱法检测白酒中乳酸、乙酸含量,检测速度快,检测样品浓度范围宽,精密度和准确度高。高效液相色谱法和气相色谱法联用可对白酒中有机酸含量进行全面分析。

关键词: 白酒; 分析; 高效液相色谱法; 乳酸; 乙酸

中图分类号:TS262.2;TS261.7;O653.7

文献标识码:B

文章编号:1001-9286(2009)05-0115-02

Determination of the Content of Lactic Acid & Acetic Acid by HPLC

FENG Xiang-dong

(Daohuaxiang Liquor Industry Co.Ltd., Yichang, Hubei 443112, China)

Abstract: HPLC was used to measure the content of lactic acid and acetic acid in liquor and it had the advantages including rapid determination, wide detection range, and high precision and accuracy. HPLC associated with GC could be used for comprehensive analysis of organic acids in liquor. (Tran. by YUE Yang)

Key words: liquor; analysis; HPLC; lactic acid; acetic acid

有机酸是白酒中重要的呈香呈味物质,在白酒微量芳香成分中占很大比例,有机酸在白酒中的含量的高低直接影响酒质的好坏,所以定量分析白酒中有机酸的含量,对指导白酒酿造、勾兑有重大作用。目前,利用气相色谱仪可以分析白酒中乙酸、丙酸、丁酸、己酸等有机酸,但是由于乳酸在 FID 上没有响应,所以在气相色谱仪上直接进样不能分析白酒中的乳酸。利用高效液相色谱仪直接进样,可同时分析出白酒中乳酸、乙酸的含量,此方法快速、准确度高、检测浓度范围宽,同时弥补了气相色谱仪不能直接分析乳酸的缺点。

1 材料与方法

1.1 材料

Agilent 1200 HPLC 配在线空气脱气机、柱温箱、紫外检测器、四元泵、100 位全自动进样器。

1.2 仪器设备

超纯水处理机,溶剂过滤器,电子天平:分度值为 0.1 mg,色谱柱:Agilent ZORBAX SB-Aq 4.6×150 mm。

1.3 样品试剂

标样:乳酸和乙酸均为色谱纯。

试剂:CuSO₄·5H₂O 分析纯。

1.4 方法

1.4.1 流动相配制

流动相:0.002 mol/L CuSO₄, 准确称取 0.5 g CuSO₄·5H₂O,用超纯水配制成 1 L 溶液,用 0.53 μm 水系滤膜在溶剂过滤器上过滤备用。

1.4.2 标准溶液配制

乳酸、乙酸混合标准溶液配制的浓度见表 1,标准溶液配制的溶剂均为超纯水。

项目	表 1 乳酸、乙酸混合标准溶液浓度 (mg/L)				
	标样号				
	1#	2#	3#	4#	5#
乳酸	12.172	24.345	121.72	243.45	1217.2
乙酸	7.3	36.5	73.0	365.0	730.0

1.4.3 仪器参数

仪器参数设置:VWD 254 nm,柱温箱 30 °C,流动相流速 1 mL/min,进样量 10 μL。

2 结果与分析

2.1 乳酸和乙酸色谱测定分析

标样和白酒样品色谱检测分析结果见图 1 和图 2。

2.2 标准曲线

乳酸和乙酸标准曲线见图 3 和图 4。

2.3 白酒样品测定

样品精密度测试,对同一白酒样品进行 6 次检测,结果见表 2。

收稿日期:2009-03-23

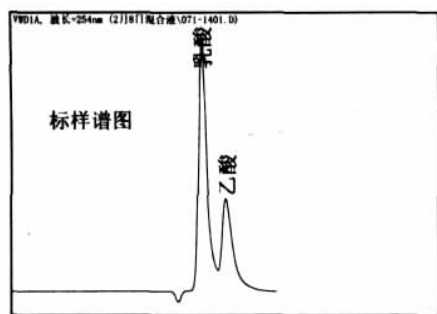


图1 标样色谱图

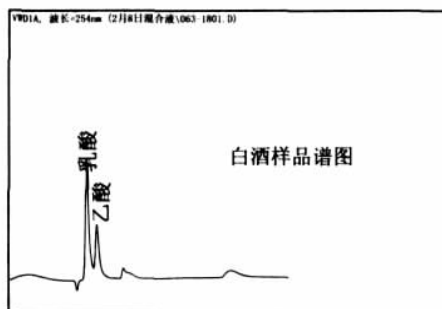


图2 白酒样品色谱图

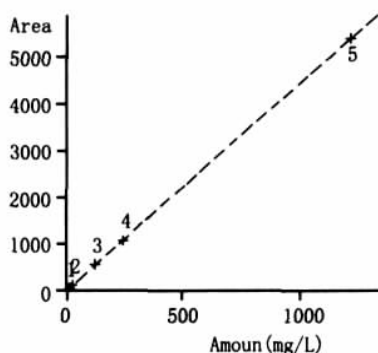


图3 乳酸标准曲线

从表2分析可知,乳酸和乙酸6次测试结果的极差小于平均值的5%。

2.4 样品回收率分析

样品回收率测试,对6个白酒样品进行加标回收检测,结果见表3。

2.5 注意事项

①检测白酒样品时,如果乳酸和乙酸分离度不高,可以适当减少进样量,提高分离度。

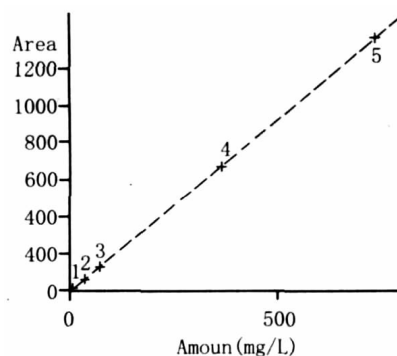


图4 乙酸标准曲线

表2 样品精密度检测结果 (mg/L)

检测次数	乳酸	乙酸
1	245.6	335.6
2	241.8	337.7
3	243.9	330.4
4	239.2	336.7
5	240.5	332.2
6	241.7	339.5
平均值	242.1	335.35
标准偏差	2.31	3.34
相对标准偏差(%)	0.95	1.02

表3 样品回收率测定结果 (mg/L)

样品号	乳酸			乙酸		
	加标量	检测结果	回收率(%)	加标量	检测结果	回收率(%)
1	30.43	30.0	98.6	29.75	30.4	102.3
2	30.43	29.1	95.6	29.75	31.1	104.5
3	60.86	57.1	93.9	59.5	58.7	98.6
4	60.86	59.2	97.3	59.5	58.2	97.8
5	91.29	84.5	92.6	89.25	89.1	99.8
6	91.29	83.6	91.6	89.25	92.6	103.7

②在进行白酒样品检测时,要适当延长每个样品的分析时间,因为白酒中成分很多,要让样品充分流出色谱柱再做下一个样品。

3 结论

高效液相色谱仪法检测白酒中乳酸、乙酸的含量,速度快,检测样品浓度范围宽,精密度和准确度都很高,高效液相色谱仪和气相色谱仪相结合可以对白酒中有机酸含量进行全面分析,为科学指导白酒生产有重要意义。●

(上接第114页)

含量可科学规范地表示为: $(64.0 \pm 2.4) \mu\text{g/mL}$ 。

参考文献:

- [1] 中国实验室国家认可委员会.化学分析中不确定度的评估指南(第一版)[M].北京:中国计量出版社,2002.
- [2] JJF1059-1999,测定不确定度评定与表示[S].

- [3] 刘春晓,臧慕文.纯铝中 Si、Fe、Cu、ICP-AES 法测定结果的不确定度评定[J].分析实验室,2007,26(1):70-75.
- [4] 孙锡丽,葛晓明.火焰原子吸收光谱法测定铁矿石中铜含量不确定度的分析[J].冶金分析,2004,24(1):69-72.
- [5] 张丽萍,李伟辉,马晓贝.啤酒中 α -氨基酸含量分析方法研究[J].酿酒科技,2007,(7):134-135.