

# 高效液相色谱法测定豉香型白酒中微量的高级脂肪酸

余剑霞

(广东省南海九江酒厂有限公司, 广东 九江 528205)

**摘要:** 以石油醚对白酒中微量的高级脂肪酸进行萃取浓缩后作柱前衍生化处理, 采用 Waters  $\mu$  Bondapak™ C18 液相色谱柱、紫外检测器进行检测。结果表明, 测得亚麻酸、肉豆蔻酸、亚油酸、油酸、棕榈酸、硬脂酸的相对标准偏差分别为 0.84%、0.42%、0.42%、0.77%、0.22%、3.07%, 回收率为 91.4%~105.5%, 线性范围为 0~50 mg/L,  $r = 0.99954$ 。该方法简单、准确、重现性好。

**关键词:** 分析检测; 高效液相色谱法; 豉香型白酒; 高级脂肪酸

中图分类号: TS262.39; O657.72; TS261.7 文献标识码: B 文章编号: 1001-9286(2006)06-0089-02

## Determination of Higher Fatty Acids in Soybean-flavor Liquor by HPLC

YU Jian-xia

(Jiujiang Distillery Co. Ltd., Jiujiang, Guangdong 528205, China)

**Abstract:** Higher fatty acids in soybean-flavor liquor were determined by HPLC (The fatty acids extracted by petroleum ether and the concentrates derived, and the derivants detected on the Waters  $\mu$ Bondapak™ C18 HPLC Col (300 mm  $\times$  3.9 mm i.d., 10  $\mu$ m), UV 242 nm). The relative standard deviations of linolenic acid, myristic acid, linoleic acid, oleic acid, palmitic acid and stearic acid were 0.84%, 0.42%, 0.42%, 0.77%, 0.22% and 3.07% respectively and the recovery was 91.4%~105.5%. The linear relationship of calibration curve was good in the range of 0 mg/L to 50 mg/L,  $r = 0.99954$ . The method was simple and accurate with good reproducibility.

**Key words:** determination; high-performance liquid chromatography (HPLC); soybean-flavor liquor; higher fatty acids

豉香型白酒是以大米为原料, 小曲大酒饼为糖化、发酵剂, 半固态半液态边糖化边发酵、液态蒸馏所得斋酒, 斋酒再经陈肥肉浸泡、贮存、勾兑而成的一种白酒, 其口感风味为豉香独特、醇和甘滑<sup>[1,2]</sup>。豉香型白酒中的高级脂肪酸正是由于这种特殊的生产工艺而在酒体中产生, 并且其在豉香型白酒中的含量对浸肉工艺有重要的作用, 故对豉香型白酒中的高级脂肪酸含量进行准确的检测十分重要。但是, 由于豉香型白酒中的高级脂肪酸含量甚微, 目前已有的检测方法并不适用<sup>[3-5]</sup>。而现阶段同行业中并未有制订相关的、对应的检测方法。故此, 本文采用高效液相色谱法测定豉香型白酒中微量高级脂肪酸, 样品前处理较为简单, 回收率高, 灵敏度及重现性好。

### 1 材料与方 法

#### 1.1 仪器和试剂

Waters Breeze 1525 高效液相色谱系列 (包括 1525 高压梯度二元泵、2487 高灵敏度紫外检测器、Breeze 色谱工作站), 恒温水浴锅。含量大于 99.999% 的高纯氮

气; 乙腈、石油醚、丙酮为 HPLC 专用试剂; 乙酸、 $\alpha$ -溴苯乙酮、亚麻酸、肉豆蔻酸、油酸、棕榈酸、亚油酸、硬脂酸等为色谱纯; 其他试剂为优级纯或分析纯; 实验用水为超纯水。

#### 1.2 色谱条件

色谱柱为 Waters  $\mu$ Bondapak™ C18 HPLC Column (300 mm  $\times$  3.9 mm i.d., 10  $\mu$ m); 流动相为乙腈-水 (体积比为 82:18), 流速为 1.0 mL/min; 检测波长为 242 nm; 柱温为 35  $^{\circ}$ C; 进样量为 20  $\mu$ L。

#### 1.3 反应试剂及标准溶液的配制

1.3.1  $\alpha$ -溴苯乙酮、三乙胺分别溶解于丙酮中, 分别配制成 2 mg/mL, 10 mg/mL, 10 mg/mL 的溶液, 在 0  $^{\circ}$ C 下保存待用。

1.3.2 精确称取肉豆蔻酸、棕榈酸、油酸、硬脂酸、亚麻酸、亚油酸等色谱标准样品各 30 mg, 分别用丙酮溶解并定容至 25 mL, 配成 1 g/L 的标准储备液于 0  $^{\circ}$ C 下保存待用。

#### 1.4 样品预处理

准确吸取 20 mL 样品用 20 mL 石油醚萃取 4 次,

收稿日期 2006-02-14

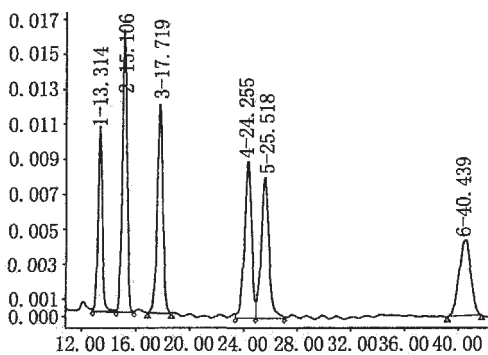
作者简介: 余剑霞 (1973-), 女, 广东南海人, 大专, 工程师, 主要从事技术研发工作, 发表论文数篇。

合并石油醚层用超纯水水洗至中性,然后用无水硫酸钠脱水,过滤,在40℃下以高纯氮气吹干。残余物分别加入10 mg/mL 溴苯乙酮丙酮溶液和10 mg/mL 三乙胺丙酮溶液各1 mL,置沸水浴中反应10 min后,加入2 mg/mL 乙酸丙酮溶液1.75 mL,置于沸水浴中继续反应5 min,取出冷却后,在40℃下以高纯氮气吹干溶剂。残余物加入5 mL 乙腈定容、摇匀,最后以0.45 μm 滤膜过滤后待用。

## 2 结果与分析

### 2.1 待测物的分离

在上述实验条件下,混合标样在42 min内得到完全的分,其色谱图见图1。



注:1-亚麻酸 2-肉豆蔻酸 3-亚油酸  
4-油酸 5-棕榈酸 6-硬脂酸

图1 混合标样的色谱图

### 2.2 标准曲线与线性范围

分别准确吸取上述各组分的储备液各10 μL, 20 μL, 30 μL, 40 μL, 50 μL,以丙酮为溶剂,分别配制成5个不同浓度梯度的混合标准溶液,按照上述色谱条件依次进样分析各标准溶液。以峰面积Y为纵坐标,以质量浓度X(mg/L)为横坐标进行线性回归,结果表明各线性关系良好。亚麻酸、肉豆蔻酸、亚油酸、棕榈酸、油酸、硬脂酸的回归方程Y:峰面积;X:含量(mg/L)和相关系数r依次为:

$$Y=0.004X+0.529, r=0.99998$$

$$Y=0.004X+0.731, r=0.99984$$

$$Y=0.004X+0.653, r=0.99954$$

$$Y=0.004X+0.569, r=0.99985$$

$$Y=0.004X+0.526, r=0.99986$$

$$Y=0.004X+0.562, r=0.99954$$

线性范围为0~50 mg/L。

### 2.3 精密度试验

应用上述试验方法对同一样品平行测定8次,得出亚麻酸、肉豆蔻酸、亚油酸、棕榈酸、油酸、硬脂酸测定结果的相对标准偏差(RSD)均少于3.1%,满足分析要求。结果见表1。

### 2.4 回收率试验

表1 精密度试验结果(n=8)

指标	样品测定值(mg/L)								RSD (%)
	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#	8#	
亚麻酸	4.73	4.32	4.30	4.31	4.31	4.30	4.37	4.35	0.84
肉豆蔻酸	5.14	5.16	5.14	5.17	5.14	5.17	5.18	5.20	0.42
亚油酸	5.50	5.49	5.50	5.51	5.58	5.48	5.48	5.55	0.42
棕榈酸	4.64	4.65	4.62	4.63	4.63	4.62	4.63	4.63	0.22
油酸	4.98	5.01	4.95	4.96	4.99	4.90	4.91	5.00	0.77
硬脂酸	4.59	4.69	4.43	4.56	4.54	4.75	4.93	4.69	3.07

取20 mL样品各3份,其中1份作空白本底量,另外2份分别添加已知量的标准溶液,经上述实验方法进行回收率试验,试验结果表明,各种脂肪酸的回收率均在91.4%~105.5%之间,回收率和准确度满足分析要求。试验结果见表2。

表2 回收率试验结果

指标	本底值(mg/L)	加入量(mg/L)	本底值与实测值之差(mg/L)	回收率(%)
亚麻酸	1.72	4.22	4.04	95.7
	1.72	6.33	5.93	93.7
肉豆蔻酸	2.38	5.02	4.65	92.6
	2.38	7.53	6.88	91.4
亚油酸	2.35	5.27	5.04	95.6
	2.35	7.91	7.29	92.2
棕榈酸	2.33	4.74	5.00	105.5
	2.33	7.11	6.67	93.8
油酸	2.54	5.02	5.21	103.8
	2.54	7.54	7.78	103.2
硬脂酸	2.36	4.64	4.61	99.4
	2.36	6.96	6.50	93.4

## 3 结论

3.1 以石油醚对白酒中微量的高级脂肪酸进行萃取浓缩后作柱前衍生化处理,采用Waters μBondapak™ C18液相色谱柱、紫外检测器进行检测。

3.2 此法测定亚麻酸、肉豆蔻酸、亚油酸、油酸、棕榈酸、硬脂酸的相对标准偏差分别为0.84%, 0.42%, 0.42%, 0.77%, 0.22%, 3.07%,回收率为91.4%~105.5%,线性范围为0~50 mg/L, r=0.99954。

3.3 该方法简单、准确、重现性好。

### 参考文献:

- [1] 李国红,李国林,李大和.新型白酒生产技术(八)[J].酿酒科技,2001(4):110-115.
- [2] 李大和.白酒工人培训教程.[M].北京:中国轻工业出版社,1999.
- [3] 王立,汪正范,牟世芬,丁晓静.色谱分析样品处理[M].北京:化学工业出版社,2001.
- [4] 何照范,张迪清.保健食品化学及其检测技术.[M].北京:中国轻工业出版社,1998.
- [5] 张金廷.脂肪酸及其深加工手册.[M].北京:化学工业出版社,2002.