

毛细管气相色谱法测定白酒中多种微量成分

吴卫宇

(国家酒类及加工食品质量监督检验中心泸州实验室,四川 泸州 646000)

摘要: 采用毛细管气相色谱法同时测定白酒中多种微量成分。色谱柱为 DB-WAX(30 m×0.32 mm×0.25 μm), 采用程序升温, 分流进样方式, 检测器为氢火焰离子化检测器(FID)。在选定的色谱条件下, 各种微量成分得到较好的分离, 方法回收率在 90.5%~100.8%之间, 重现性好, 准确度高。

关键词: 分析检测; 白酒; 毛细管柱; 气相色谱; 微量成分

中图分类号: TS262.3; TS261.7; O657.7 文献标识码: B 文章编号: 1001-9286(2011)05-0108-02

Measurement of Multiple Trace Compositions in Liquor by Capillary Gas Chromatography

WU Weiyu

(Luzhou Lab of State Wine & Processing Food Quality Inspection & Supervision Center, Luzhou, Sichuan 646000, China)

Abstract: Several trace compositions in liquor were measured simultaneously by capillary gas chromatography and the related technical conditions were summed up as follows: chromatographic column as DB-WAX (30 m×0.32 mm×0.25 μm), temperature programming, split sampling, and FID as detector. Under the above conditions, all trace compositions were separated successfully with the recoveries between 90.5%~100.8%. Such method had the advantages such as good repeatability and high accuracy. (Tran. by YUE Yang)

Key words: determination and analysis; liquor; capillary; gas chromatography; trace compositions

白酒是中国传统蒸馏酒, 由淀粉或糖质原料发酵蒸馏而得, 酒质无色(或微黄)透明, 经贮存老熟后, 具有以酯类为主体的复合香味。白酒的主要成分是乙醇和水, 占白酒总量的 98%~99%, 而溶于其中的酸、酯、醇、醛等种类众多的微量有机成分(占总量的 1%~2%)作为白酒的呈香呈味物质, 决定着白酒的风格和质量。

白酒呈香呈味物质的检测已经进入非常成熟的阶段。笔者采用毛细管气相色谱法测定白酒中多种微量成分, 主要是成品白酒中常见低沸点的醇、酯、醛等组分, 以期达到良好的定量结果。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

气相色谱仪: agilent7890A、FID 检测器、7683 自动进样器。

试剂: 乙酸乙酯、己酸乙酯、甲醇为 Accustandard 标准品; 乳酸乙酯、丁酸乙酯、乙醛、乙缩醛、仲丁醇、正丙醇、异丁醇、戊酸乙酯、正丁醇、异戊醇、正戊醇、正己醇、糠醛、乙酸正戊酯(内标), 均为色谱纯。

1.2 色谱条件

色谱柱: DB-WAX(30 m×0.32 mm×0.25 μm); 载气:

氮气; 恒流: 2 mL/min; 进样口温度: 230 °C; 柱温: 初始温度为 35 °C, 保持 5 min 后, 以 8 °C/min 升温至 125 °C, 以 40 °C/min 升至 230 °C, 保持 2 min; 检测器温度: 250 °C; 氢气流速: 40 mL/min; 空气流速: 400 mL/min; 尾吹气流速: 30 mL/min; 分流比 40:1; 进样量: 0.2 μL。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱的选择

白酒色谱分析所用的毛细管色谱柱通常都是极性柱, 常见的有 FFAP、HP-INNOWAX、DB-WAX 等, 这几种毛细管柱均为聚乙二醇色谱柱, FFAP 柱为酸改性色谱柱, HP-INNOWAX 柱温度上限高, DB-WAX 柱适合分析低沸点物质, 经测试几种型号的色谱柱后发现, FFAP 柱乙酸乙酯和乙缩醛无法分离; HP-INNOWAX 柱乙酸乙酯和乙缩醛、丁酸乙酯和正丙醇分离度不好; DB-WAX 柱出现各化合物峰形尖锐, 可获得满意的分离效果。

2.2 分流比的选择

选择适当的分流比可改善峰形, 设置分流比分别为 10:1、20:1、30:1、40:1, 进样后发现随着分流比的增加, 峰形越好, 峰的分离度越好, 检测器响应信号降低, 当分离

收稿日期: 2011-01-04

作者简介: 吴卫宇(1978-), 男, 四川泸州人, 大学本科, 工程师, 从事酒类及加工食品产品质量监督检验。

度达到 40:1 时,乙酸乙酯与乙缩醛基本分离,各组分峰形清晰。

2.3 柱温的探讨

当起始柱温为 40 °C 时,乙酸乙酯和乙缩醛的峰无法分离,将起始柱温降低至 35 °C,得到良好的分离效果;当最后的待测组分糠醛的峰出现后,快速升温,将残留成分吹掉。

2.4 进样量的选择

通常气相色谱的样品进样量为 1 μL ,7890A 的工作站软件支持 0.2 μL 进样,选择 0.2 μL 进样,各组分的分离度更好。

2.5 内标的选择

参照 GBT10345—2007 白酒分析方法,选用乙酸正戊酯为内标,较高沸点的组分不采集,因此不用选用第二内标。

2.6 线性关系

配制各组分混合标准系列溶液,5 个浓度点混标分别进样,标准图谱见图 1。

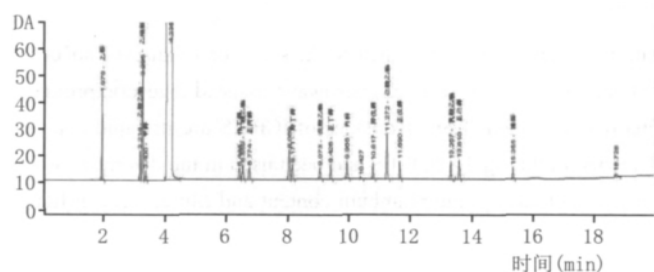


图 1 标准图谱

以各组分面积与内标面积之比为纵坐标,以相应的组分浓度为横坐标作图进行优化比较。在优化后的色谱条件下,除乳酸乙酯相关系数为 0.9990 外,其余各组分的相关系数均达到 0.9998 以上。

2.7 回收试验

为了测定结果的准确度,进行回收试验。测定样品中的组分含量,样品图谱见图 2,组分含量见表 1 中的本底值。

在 5 mL 酒样中加入 0.1 mL 的混合标准溶液后,测定各组分的回收率,结果见表 1。

由表 1 可见,所测组分中正戊醇因无本底值,添加值很低,造成回收率误差较大,其余指标的回收率在 90.5 %

(上接第 107 页)

参考文献:

- [1] 李燕萍,许宏贤,钱莹,段钢.发酵液中乙醇含量的近红外光谱 NIRS 定量分析与验证[J].食品与发酵工业,2008(7):136-140.
- [2] 张建新,李慧.傅里叶变换近红外光谱法测定豆腐干中总酸、

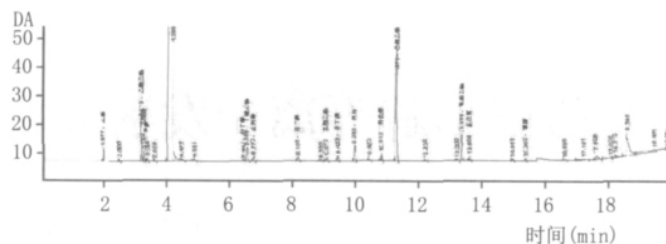


图 2 样品图谱

表 1 酒样回收试验

组分	本底值 (g/L)	添加混标浓度 (g/L)	测定值 (g/L)	回收率 (%)
乙醛	0.400	7.215	0.486	91.1
乙酸乙酯	0.872	1.541	0.875	98.9
乙缩醛	0.198	5.832	0.311	100.8
甲醇	0.094	0.698	0.104	98.3
仲丁醇	0.041	0.600	0.047	90.5
丁酸乙酯	0.357	0.954	0.355	96.3
正丙醇	0.101	0.606	0.102	92.0
异丁醇	0.056	0.611	0.062	92.7
戊酸乙酯	0.081	0.605	0.087	95.3
正丁醇	0.075	0.588	0.08	94.1
异戊醇	0.123	0.596	0.124	93.7
己酸乙酯	2.306	2.140	2.28	99.0
正戊醇	-	0.607	0.010	84.0
乳酸乙酯	0.844	1.415	0.849	99.3
正己醇	0.045	0.626	0.052	92.2
糠醛	0.042	0.591	0.048	91.0

~100.8 % 之间,说明本方法的测定结果准确可靠。

3 结论

建立了同时测定白酒中 16 种香气成分的毛细管柱气相色谱分析方法。该方法可以实现多种组分的良好分离,灵敏度高,测量结果准确可靠,重现性好,特别是白酒中几个关键组分:乙酸乙酯与乙缩醛;仲丁醇、丁酸乙酯与正丙醇实现了非常好的分离效果。因此,此方法适用于同时测定白酒中多种组分的含量。

参考文献:

- [1] 石相莉,邓全道.酒中甲醇、杂醇油、乙酸乙酯、己酸乙酯的检测[J].中国卫生检验杂志,2007,17(11):2107-2113.
- [2] 汤道文,王卫东,汤翠红,谢玉球.毛细管柱气相色谱法测定白酒中乙酸乙酯和乙缩醛[J].酿酒科技,2010(4):90-91.

蛋白质和水分含量[J].食品与发酵工业,2008(1):124-128.

- [3] 刘巍,李德美,刘国杰,黄卫东,战吉成.利用近红外光谱技术对葡萄酒原产地进行 Fisher 判别[J].酿酒科技,2010(7):65-69.
- [4] 严衍禄,赵龙莲,韩东海,杨曙明,等.近红外光谱分析基础与应用[M].北京:中国轻工业出版社,2005.