

# GC-FID 快速分析浓香型白酒中的主要成分

向双全 张志刚

(金徽酒业集团公司检测中心,甘肃 徽县 742308)

**摘要:** 利用 LZP-930 大口径毛细管柱准确快速地分离、定量浓香型白酒中的 20 个主要骨架组分。经过本中心万余次的定性定量分析,各个分析指标均非常稳定,色谱分析数据精确、可靠,生产指导性强。该方法简便、科学,实用性强。

**关键词:** 分析方法; GC-FID 分析; 白酒; 色谱骨架组分

中图分类号:TS262.3;TS261.7;O657;O657.8

文献标识码:B

文章编号:1001-9286(2012)03-0092-02

## Rapid Analysis of Main Compositions of Luzhou-flavor Liquor by GC-FID

XIANG Shuangquan and ZHANG Zhigang

(Measurement Center of Jinhui Liquor Industry Group, Huixian, Gansu 742308, China)

**Abstract:** 20 main skeleton components of Luzhou-flavor liquor were rapidly separated and quantitated by GC-FID by use of LZP-930 large caliber capillary column. Thousands of quantitative and qualitative analysis done in our center achieved accurate analytic data and reliable results. Such method was simple, scientific and practical. (Tran. by YUE Yang)

**Key words:** analytic methods; GC-FID; Baijiu(liquor); chromatographic skeleton components

选用中科院兰州化物所研制的 LZP-930(0.53 mm×18 m)大口径毛细管色谱柱进行分离、定性、定量了金徽酒中 20 个主要骨架组分,其中,己酸乙酯的出峰时间为 9 min,完成整个分析的时间为 10 min。全国多数白酒生产企业均将 LZP-930 大口径毛细管色谱柱作为白酒卫生指标和质量控制的常规分析柱<sup>[1]</sup>,以浓香型白酒定量分析指标为例,一般为乙醛、甲醇、正丙醇、乙酸乙酯、仲丁醇、异丁醇、乙缩醛、正丁醇、异戊醇、丁酸乙酯、乳酸乙酯、己酸乙酯 12 个主要色谱骨架成分。通常分析一个白酒样品需要时间均在 25 min 左右,己酸乙酯在 20 min 附近出峰。也有分析稍快的,可在 22 min 内定性定量白酒中的 25 个骨架成分<sup>[2]</sup>。

本实验通过精准优化色谱分析条件,并且在另外 2 台气相色谱仪上同时安装了 2 根相同的(LZP-930(0.53 mm×18 m)大口径毛细管色谱柱,按常规方法做定量分析对比,经过 3000 余次试验证明,本公司生产的金徽十八年酒在该色谱条件下定性定量的主要色谱骨架成分分析数据准确、稳定,完全可以运用于实际生产指导。为企业的高速发展提供了准确、及时的理化参考数据,特别是为勾调大师在半成品白酒、成品白酒以及金徽系列白酒勾兑过程中提供了实时的理论参考数据。小样、大样送检只需 10 余分钟,即当场就能知道结果,为提高企业的产

品质量和生产效率起到了良好的促进作用。

### 1 材料与方法

#### 1.1 材料与仪器

样品:本公司生产的“金徽十八年酒”(浓香型,酒度 52 %vol)。

试剂:均为美国进口色谱纯。

仪器:Agilent7890GC 仪,FID 检测器,7683 自动进样器。

#### 1.2 试验方法

##### 1.2.1 气相色谱条件

色谱柱:LZP-930 白酒分析专用柱 0.53 mm×18 m;进样量:0.2×2 μL,采用不分流模式,样品直接进样;柱流量:6.1 mL/min,采用恒流模式,载气为高纯氮气;

气化室温度:220 °C,FID 温度:230 °C;

柱箱温度:采用程序升温,初始温度 35 °C 保持 2.9 min,以 20 °C/min 升到 73 °C 保持 1.2 min,再以 25 °C/min 升到 150 °C 保持 3.8 min。

##### 1.2.2 直接进样进行 GC 分析

定性分析:采用色谱纯配制成标准物质进行定性分析。准确称取一定量的色谱纯在 100 mL 容量瓶中,用 60 %vol 的乙醇定容至刻度,混匀。准确吸取标准溶液

收稿日期:2011-12-02

作者简介:向双全(1979-),工程师,检测中心、技术中心主任,科研所副所长。

9.9 mL, 加入 0.1 mL 4% 的乙酸丁酯内标溶液, 混匀, 直接进样分析。根据色谱图的保留时间以及参照另外 2 台色谱的出峰顺序定性。

定量分析: 将配好内标和混合标样的溶液连续进样 5 次, 求平均校正因子、准确度、精密度、变异系数、回收率等参数, 待以上指标均合格后完成定量程序, 可直接用于样品分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 定性定量分析

在本文色谱操作条件下金徽十八年酒的目标色谱峰分离完全, 峰型对称(见图 1), 完全可用于定性、定量分析。再则参照其他 2 台色谱仪的出峰顺序、测定结果以及该白酒专用分析柱出厂检验色谱图, 可确认笔者的操作是精准的, 分析数据完全可以采用。

### 2.2 精密度分析

测定本方法精密度采用在同一色谱条件下连续进样 5 次获得定量结果(见表 1)。从表 1 可以看出本实验所采用的分析方法得出的结果标准偏差都非常小, 基本都在 0.50 以下, 变异系数也均符合试验要求, 由此可见本方法所得分析结果的精密度是相当高的。

### 2.3 回收率以及线性关系测定

准确称取一定量在金徽十八年酒检测中具有代表意义的标准物质甲醇、乙酸乙酯、异戊醇、乳酸乙酯、己酸乙酯、己酸于 100 mL 容量瓶中, 配制成标准样品, 准确吸取 10 mL 于 200 mL 的容量瓶中, 再加入另一个已知含量的标准溶液, 在以上条件下加内标进行回收试验, 测定回收率, 结果见表 2。由表 2 可以看出, 回收试验的平均回收率基本都在 5% 以内, 变异系数也均符合试验要求, 由此表明, 本方法所得分析结果的回收率是可信的。

## 3 讨论

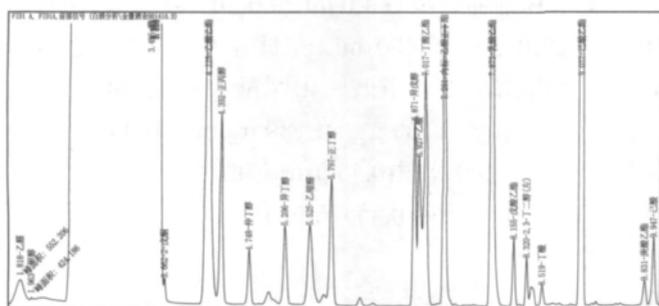


图 1 金徽十八年酒在 LZP-930 柱上直接进样 GC 色谱图

表 1 精密度测定 (n=5)

组分	测定值(mg/100 mL)					平均值	标准偏差 (RSD, %)	变异系数 (CV, %)
	1	2	3	4	5			
乙醛	21.2	21.9	20.7	22.0	21.5	21.5	0.53	2.46
甲醇	11.4	10.5	11.6	11.3	10.9	11.1	0.35	3.15
乙酸乙酯	91.7	91.8	91.7	91.5	91.1	91.6	0.30	0.32
正丙醇	15.8	15.6	15.4	15.9	15.7	15.7	0.19	1.21
仲丁醇	6.1	6.1	6.3	6.0	6.7	6.2	0.28	4.52
异丁醇	8.9	8.8	9.0	8.8	8.9	8.9	0.10	1.12
乙缩醛	23.1	23.1	23.5	23.9	23.2	23.4	0.40	1.71
正丁醇	7.6	7.5	7.6	7.7	7.5	7.6	0.10	1.32
异戊醇	23.0	23.1	23.1	23.1	23.3	23.1	0.11	0.48
丁酸乙酯	27.6	27.9	27.5	27.6	27.3	27.6	0.22	0.80
乳酸乙酯	86.6	86.4	86.6	86.3	86.7	86.5	0.19	0.22
戊酸乙酯	3.2	3.3	3.5	3.1	3.7	3.4	0.24	8.00
己酸乙酯	231.3	231.9	231.4	230.9	231.0	231.3	0.30	0.13
庚酸乙酯	1.8	1.7	1.9	1.8	1.9	1.8	0.09	5.00
己酸	28.9	29.2	29.7	29.5	29.6	29.4	0.33	1.12

表 2 回收率测定 (n=3) (%)

组分	样品含量 (mg/100 mL)	添加量 (mg/100 mL)	测定值 (mg/100 mL)	回收率	平均回收率	回收率变异系数
甲醇	18.6	14.4	33.2	101.3	102.0	0.69
		14.4	33.4	102.7		
		14.4	33.3	102.1		
乙酸乙酯	90.3	35.7	125.9	99.7	100.7	0.91
		35.7	126.5	101.4		
		35.7	126.4	101.1		
异戊醇	24.8	12.9	37.8	100.7	98.4	2.3
		12.9	37.5	98.4		
		12.9	37.2	96.1		
乳酸乙酯	70.5	32.2	103.4	102.2	105.6	3.14
		32.2	104.7	106.2		
		32.2	105.4	108.4		
己酸乙酯	219.1	33.7	253.0	100.6	99.5	1.05
		33.7	252.6	99.4		
		33.7	252.3	98.5		
己酸	26.0	14.6	40.1	96.6	98.6	2.05
		14.6	40.7	100.7		
		14.6	40.4	98.6		

本实验采用 LZP-930 大口径毛细管柱在经过严格的色谱操作条件下, 10 min 内完成整个样品的色谱组分分析, 且结果非常准确、稳定。相比于以往文献资料和现有其他白酒生产厂家在使用该柱进行分析产品的结果, 本操作方法较其他方法在分析速度上提高了 1 倍以上, 起到了事半功倍的分析效果。从 2 年的运行期间来看, 结果令人非常满意, 对提高企业的产品质量和生产效率起到了促进作用。

### 参考文献:

- [1] 吕祖芳. 530  $\mu$  大口径毛细管柱在气相色谱分析中的潜力[J]. 色谱, 1995(9): 346-350.
- [2] 黄艳梅. 利用大口径毛细管柱气相色谱法快速测定白酒中的香味组分[J]. 酿酒科技, 2006(10): 95-97.