

气相色谱法测定白酒中的微量成分

吕建霞 余翀天 梁立娜

赛默飞世尔科技（中国）有限公司

关键词

GC-FID, 白酒, 微量成分

摘要

白酒中的微量成分的含量高低直接影响着白酒的风格。本方法以乙酸正丁酯为内标, 以氢火焰离子化为检测器, 建立了白酒中12种微量成分的定量方法。本方法克服了常规法测定白酒中微量成分操作繁琐、时间长的缺点, 实现了较好的分离效果和实验精密度。

1 引言

白酒是中国传统的蒸馏酒, 为世界七大蒸馏酒之一。白酒的主要成分是乙醇和水, 而溶于其中的酸、酯、醇、醛等种类众多的微量有机化合物作为白酒的呈香呈味物质, 却决定着白酒的风格和质量。通过对白酒微量成分的剖析, 可以看出白酒的各种微量成分的定性种类比较一致, 但在量比关系上差异较大, 正是这种差异构成了白酒各种不同的香型和风格特点。

在常规法测定白酒中微量成分的含量分析中, 一直沿用比色法, 用分光光度计进行检测, 但此方法操作繁琐、时间长, 不利于提高工作质量和工作效率。而色谱法主要是利用物质的沸点、极性以及吸附性质的差异来实现混合物的分离, 其分析速度快、准确。我国采用气相色谱技术分析白酒香味组分的工作始于1968年, 轻工业部食品发酵工业研究所与中科院大连化物所合作, 采用了填充柱、毛细柱和制备色谱等系列分离方法, 并结合红外、质谱等鉴定技术, 从茅台酒中定性鉴定出了50种组分, 奠定了我国采用现代色谱分析技术分析白酒的基础。对于白酒行业来说, 气相色谱的应用还有很大的应用前景, 如在白酒指纹图谱的建立、原材料农药残留分析等方面都还有很大的应用潜力。目前, 国内外普遍采用毛细管色谱技术分析酒中的微量成分, 气相色谱法已经成为应用于白酒分析中最为广泛和有效的仪器分析技术。

在现行国标中, 酒中乙酸乙酯、杂醇油等微量成分的含量都是通过采用填充柱色谱法或毛细柱色谱法进行测定的, 为了获得更好的分离效果以及避免由于被测组分的沸点范围较大而引起的分析时间拖长等弊端, 本方法采用程序升温毛细管色谱法, 对白酒中的微量成分的含量进行分析。



2 实验部分

2.1 主要仪器设备与试剂

仪器: 气相色谱仪, Trace 1310, 美国ThermoFisher。

试剂: 白酒混合标准溶液、乙酸正丁酯内标溶液, 购于国家标准物质中心。

2.2 GC分析条件

仪器参数设置见表1。

3 结果与讨论

3.1 白酒混合标样的色谱图

白酒混合标准溶液直接进样得到的色谱图如图1所示。

表1 仪器参数设置

仪器型号及配置	Trace 1310 分流不分流进样口 FID检测器
色谱柱类型尺寸及柱温	TR-FFAP毛细柱 60m×0.25mm×0.25μm 柱温：40℃（4min）-5℃/min-60℃（1min）-20℃/min-220℃（10min）
检测器类型、工作参数	FID检测器，温度250℃ 氢气，35 mL/min 空气，350 mL/min 尾吹气，氮气，40 mL/min
进样口工作参数	温度220℃，分流比50:1
载气类型及流速	载气：氮气，恒流模式，流速1 mL/min 真空补偿 off

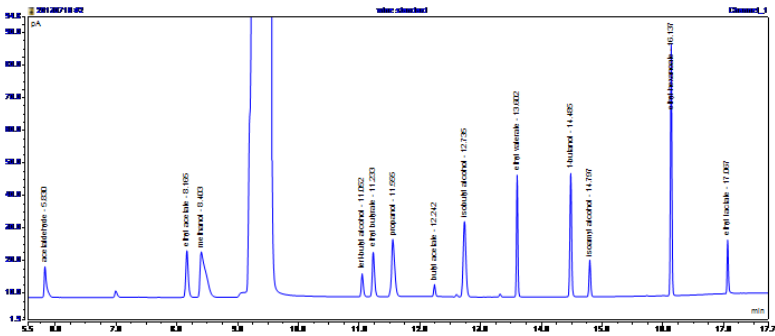


图1 白酒混合标准溶液色谱图

3.2 定量分析

3.2.1 相对质量校正因子的测定

白酒混合标准溶液直接进样，平行测定3次，按下式计算相对质量校正因子f。

$$f = W_i A_s / W_s A_i$$

式中：Ai —— 内标物（乙酸正丁酯）的峰面积
As —— 某待测组分的峰面积
Ws —— 某待测组分的含量（g/L）
Wi —— 内标物（乙酸正丁酯）的含量（g/L）

3.2.2 白酒样品的测定

取酒样1mL于比色管中，加入0.01mL的乙酸正丁酯标准溶液，混合均匀后进样1μL。

待测组分的含量按下式计算 $W_s = A_s W_i / f A_i$

式中：Ai —— 内标物（乙酸正丁酯）的峰面积
As —— 某待测组分的峰面积
Wi —— 内标物（乙酸正丁酯）的含量（g/L）
f —— 某待测组分的相对质量校正因子

采用该方法测定了5个白酒样品中微量成分的含量，结果列于表2中。

表2 实际样品测定结果 (mg/L)

保留时间	化合物	样品1	样品2	样品3	样品4	样品5
5.83	乙醛	74.1	29.1	37.0	44.1	51.3
8.16	乙酸乙酯	1141.0	628.2	1265.7	1639.2	806.1
8.40	甲醇	5.5	3.6	5.0	7.1	9.2
11.05	仲丁醇	2.4	1.1	2.0	2.0	1.6
11.23	丁酸乙酯	6.7	15.0	15.0	10.3	11.7
11.56	正丙醇	23.2	20.0	85.7	111.0	104.1
12.74	异丁醇	21.8	19.8	9.5	11.9	10.1
13.60	戊酸乙酯	5.1	9.8	4.2	3.6	2.1
14.48	正丁醇	31.3	20.5	28.9	19.3	15.8
14.80	异戊醇	1594.3	1098.2	1986.3	50.0	47.1
16.14	己酸乙酯	372.3	185.9	458.1	552.8	425.3
17.07	乳酸乙酯	287.1	225.9	657.2	1108.9	519.3

4 结论

本文采用赛默飞世尔气相色谱仪测定白酒中的微量成分，白酒直接进样，采用内标法定量，方法简单，定量准确。

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

免费服务热线：800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher
 S C I E N T I F I C