

# 应用顶空气相色谱法测定 发酵酒及配制酒的乙醇浓度

张似蓉 应绍箕 郑 酿 宁波市卫生防疫站 315010

发酵酒及配制酒中乙醇浓度的测定,目前国内多采用蒸馏后比重计测定法即国标法<sup>[1~2]</sup>,气相色谱直接进样法<sup>[3]</sup>。前者操作繁琐、花费时间长、目视比重计时个体误差大,后者对色谱柱污染大,样品分析周期长。本文应用顶空气相色谱法(HSGC)测定发酵酒及配制酒的乙醇浓度,简便、快速、对色谱柱污染少,线性范围 $5 \sim 5000 \times 10^{-6}$ ,相关系数0.9986,变异系数1.83%,与GB法比较 $P > 0.05$ 两者测得结果无显著差异。

## 1 实验方法与结果

**仪器与试剂** SP-2308气相色谱仪氢火焰离子化检测器;自制130 ml玻璃平衡瓶;1 ml注射器;无水乙醇(AR)。

**样品** 黄酒,葡萄酒。

**色谱条件** 长1.5 m内径4 mm玻璃柱填充402有机担体(60~80目);检测与汽化室温度:180℃;柱箱温度:150℃;流速:氮气42 ml/min,氢气48 ml/min,空气585 ml/min。

**标准曲线制作及样品测定** 配制浓度为0~20%(V/V)的乙醇系列,分别精密吸取1 ml于盛有50 ml纯水的平衡瓶内,立即加盖密封,轻轻摇匀后于室温静态平衡15 min,分别抽取1 ml顶空气注入色谱仪中,以保留时间定性,峰高对浓度作图,即成标准曲线。精密吸取1 ml样品同上法操作。

## 2 结果与讨论

**色谱柱的选择** 曾选用5% SE-30白色担体、PEG-20 M红色担体及402有机担体3种色谱

填充柱进行测定,结果表明3种柱均能得到满意结果,但当样品混有甲醇时该3种柱分离效果以402柱最佳,见图1。

**平衡温度的选择** 在-2~35℃室温内按上述条件测定乙醇浓度,已具有足够的响应值,不必再加温增加灵敏度,这样就简化操作步骤又减少因加温而带来的诸多不利于精密度的弊端<sup>[4]</sup>。

**平衡时间的选择** 平衡时间在5~50 min之间,每隔一定时间,分别平行进顶空气5次,当15 min后,气-液两相已处平衡,故平衡时间选择15 min。

**方法的准确度与精密度** 对同一样品用顶空气相色谱法与国标比重法(GB法)进行对照测定,结果见表1。

表1 两种方法测定结果比较

样品 编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
HSGC 法	14.5	14.7	12.6	12.2	12.2	9.9	7.7	11.4	8.0	16.4
GB 法	14.5	14.5	12.7	12.5	12.6	9.6	7.4	11.2	8.0	16.3

上述两法测定结果基本接近,两法平均总差值为0.3,  $S 0.24$ ,  $S_x 0.0759$ ,  $t 0.3953$ ,  $t 0.05(9) = 2.262$ ,  $t < t 0.05$ ,  $p > 0.05$ 。说明两法测定结果无显著差别。

该法的回收率试验见表2

该法的精密度试验见表3

表2 回收率试验

样品含量 %	加标量 %	测得量 %	回收率 %	平均回收率 %
7.7	8	15.08	96.1	98.5
8	5	13.10	100.8	
11.4	8	18.85	97.2	
9.9	1	10.90	100	

1. 甲醇 2. 乙醇

图1 色谱图

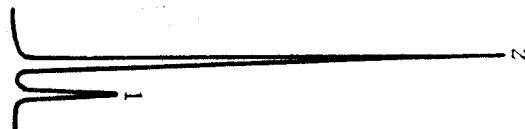


图1 色谱图 1. 甲醇 2. 乙醇

表3 精密度试验

样品编号	样品含量 均值 n=5 %	标准差 S %	变异系数 CV %
1	14.7	0.158	1.08
2	12.2	0.150	1.22
3	16.4	0.300	1.83
4	8.0	0.187	1.48

## 参考文献

- 1 郑世荣主编. 食品卫生检验技术. 四川科学技术出版社, 1986.
- 2 中华人民共和国国家标准. 食品卫生检验方法(理化部分). 中国技术出版社, 1986.
- 3 孙立波等. 气相色谱法测定配制酒和发酵酒的乙醇浓度. 食品卫生理化检验文集. 北京大学出版社, 1991.
- 4 穆乃强. 分析化学, 1987, 13(3): 187.

## 3 小结

应用顶空气相色谱法测定发酵酒及配制酒的乙醇浓度, 其线性范围宽, 准确度及精密度试验结果令人满意. 该法与蒸馏后酒精比重法测定结果, 两者无显著差异. 本法还可以用来测定含醇饮料、药用浸膏等乙醇浓度。

## 蕃茄制品霉菌计测及用 TcA-Tob 合剂处理霉菌

朱 曜 四川商检局 610081

蕃茄制品包括蕃茄酱、蕃茄沙司、蕃茄汁、蕃茄浆、调味蕃茄酱等, 其中以蕃茄酱罐头最为普遍, 也是我国出口的主要罐头食品之一。有些国家要求检验霍华德(Howard)霉菌, 以验证蕃茄酱所使用的蕃茄原料的卫生质量情况, 尤其是霉菌在蕃茄上生长繁殖的情况。蕃茄从产地运到罐头食品厂, 一时生产不了, 或蕃茄生产旺季时, 往往大量收购, 先在冷库内贮藏, 生产多少取出多少, 以免在高温下积压而加速其腐

败变质。然而冷库中存在抗低温的霉菌和细菌, 如冷库没有很好地消毒灭菌, 更未做到防霉防菌的生长, 蕃茄也未经消毒灭菌防霉防菌合剂处理而贮藏于冷库里, 很容易引起霉菌在蕃茄上生长繁殖。使用已生霉菌的蕃茄生产蕃茄制品, 必然在成品中检出霉菌丝体。如果蕃茄上生长能产生毒素的霉菌, 加工出来的成品, 就会有毒素存在, 如产生致癌物质的 B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub> 等的黄曲霉、棕曲霉均在冷库里检出过。因此, 生产蕃茄