

气相色谱法测定白酒中乙酸乙酯含量 (P231)



单体物质

- 单体物质是在主发酵阶段形成的特殊香气，不同生产设备和工艺产生的主体香成分不一样。如泥窖产生浓香型的白酒主体香气成分以己酸乙酯为代表，而发酵缸产生的清香型白酒主体香气成分以乙酸乙酯为代表。



一、实验目的

- 掌握气相色谱法测定白酒中乙酸乙酯含量
- 掌握气相色谱仪的结构及使用方法

二、实验原理

试样被汽化后，随同载气进入色谱柱，利用被测定的各组分在气液两相中具有不同的分配系数，在柱内形成迁移速度的差异而得到分离。分离后的组分先后流出色谱柱，进入氢火焰离子化检测器，根据色谱图上各组分峰的保留值与标样对照进行定性，利用峰面积（或峰高），以内标法定量。



三、实验仪器和试剂

1、仪器：

- ◆ 气相色谱仪，备用氢火焰离子化检测器（FID）；
- ◆ 色谱柱
- ◆ 微量注射器

2、试剂：

- ◆ 乙醇，色谱纯（分析纯代替）。配成 60% 乙醇水溶液；
- ◆ 乙酸乙酯，色谱纯，作标样用。2% 溶液（用 60% 乙醇水溶液配制）；
- ◆ 乙酸正戊酯，色谱纯，作内标用。2% 溶液（用 60% 乙醇水溶液配制）



四、实验步骤

1、色谱条件的确定

毛细管柱

- 载气为高纯氮，流速为 $0.5 \sim 1.0 \text{ mL/min}$ ，分流比为 37 : 1，尾吹气约为 $20 \sim 30 \text{ mL/min}$ 。
- 氢气流速为 40 mL/min ，空气流速为 400 mL/min 。
- 检测器温度、注样器温度： 220°C 。
- 柱温：初始柱温为 60°C ，保持 3 min 后，以 3.5°C/min 升温到 180°C ，继续恒温 10 min。



四、实验步骤

• 2、校正因子（ f ）的测定

吸取 2 % 乙酸乙酯标准溶液 1.0 mL，移入 100 mL 容量瓶中，然后加入 2 % 内标液 1.0 mL，用 60 % 乙醇溶液稀释至刻度。[上述溶液中乙酸乙酯和内标的浓度均为 0.02%（体积分数）。]

进行 GC 检测，记录乙酸乙酯和内标峰的保留值及其峰面积（或峰高），其比值计算出乙酸乙酯的相对校正因子（ f ）。



四、实验步骤

• 3、试样的测定

吸取 10.0 mL 酒样于 10 mL 容量瓶中，加入 2 % 内标液 0.10 mL，混匀后，在与 f 值测定相同的条件性进样，根据保留时间测定乙酸乙酯峰的位置，并测定乙酸乙酯与内标峰面积（或峰高），求出峰面积（或峰高）之比，计算出酒样中乙酸乙酯的含量。



五、结果计算

· 校正因子按下式计算：
$$f = \frac{A1}{A2} \times \frac{d2}{d1}$$

式中 f：乙酸乙酯的相对校正因子；

A1：标样 f 值测定时内标物的峰面积或峰高；

A2：标样 f 值测定时乙酸乙酯的峰面积或峰高；

d1：内标物的相对密度；

d2：乙酸乙酯的相对密度。



五、结果计算

- 酒样中乙酸乙酯的含量测定按下式计算：

$$X = f \times \frac{A3}{A4} \times I \times 10^{-3}$$

- 式中 X：酒样中乙酸乙酯的浓度， g/L ；
f：乙酸乙酯的相对校正因子；
A3：酒样测定时乙酸乙酯的峰面积或峰高；
A4：酒样测定时内标物的峰面积或峰高；
I：酒样测定时内标物的浓度， mg/L



六、精密度

- 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，不应超过平均值的 5 %，所得结果应保留两位小数。

