

ICS 67.160.10
分类号: X 62
备案号: 46759-2014

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 4709—2014

黄酒中挥发性酯类的测定方法 静态顶空-气相色谱法

**Determination of volatile ester components in Chinese rice wine—
Static headspace-gas chromatography**

2014-07-09 发布

2014-11-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国酿酒标准化技术委员会（SAC/TC 471）归口。

本标准起草单位：国家黄酒产品质量监督检验中心、中国食品发酵工业研究院、浙江赞宇科技股份有限公司、中国绍兴黄酒集团有限公司、中国食品有限公司、深圳市华测检测技术股份有限公司、新华锦（青岛）即墨老酒有限公司。

本标准主要起草人：郑云峰、钟其顶、顾秀英、傅建伟、孙建平、郭冰、杜祖远、余燕飞、高红波、欧菊芳、邹慧君、吴玉文、韩吉臣。

黄酒中挥发性酯类的测定方法 静态顶空-气相色谱法

1 范围

本标准规定了黄酒中挥发性酯类的静态顶空-气相色谱测定方法。

本标准适用于黄酒中甲酸乙酯、乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙酸异戊酯、己酸乙酯组分的测定。

本标准方法的检出限（mg/L）分别为：甲酸乙酯为 0.2；乙酸乙酯为 0.2；乙酸丁酯为 0.1；乙酸异戊酯为 0.4；己酸乙酯为 0.6。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

在密闭容器中，易挥发的酯类组分在一定温度下气液两相间达到动态平衡，此时酯类组分在气相中的浓度和它在液相中的浓度成正比，吸取上部气体部分进样，经色谱柱分离后，用氢火焰离子化检测器检测，内标法定量分析。

4 试剂和材料

除另有说明外，所有试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

4.1 乙醇：色谱纯。

4.2 氯化钠。

4.3 甲酸乙酯、乙酸乙酯、乙酸丁酯、乙酸异戊酯、己酸乙酯、叔戊醇标准物质：纯度不小于 99%。

4.4 乙醇溶液（60%，体积分数）：量取 60 mL 乙醇（4.1），用水定容至 100 mL，混匀。

4.5 乙醇溶液（15%，体积分数）：量取 15 mL 乙醇（4.1），用水定容至 100 mL，混匀。

4.6 叔戊醇内标储备液（2.0 mg/mL）：称取 0.200 g 叔戊醇至 100 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（4.5）定容至 100 mL，混匀。0℃～4℃冰箱密封保存，1 个月内使用。

4.7 酯混合标准储备液：分别称取甲酸乙酯 1.000 g、乙酸乙酯 5.000 g、乙酸丁酯 0.100 g、乙酸异戊酯 0.100 g、己酸乙酯 0.100 g 于 100 mL 容量瓶中，用乙醇溶液（4.4）定容混匀，配制成的标准储备液于 0℃～4℃冰箱密封保存，1 个月内使用。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：配氢火焰离子化检测器（FID）。

5.2 分析天平：感量为 0.1 mg。

5.3 顶空进样设备。

5.4 顶空进样针。

5.5 顶空进样瓶：体积为 20 mL。

5.6 移液管：1.0 mL 和 5.0 mL。

6 分析步骤

6.1 参考色谱条件

6.1.1 色谱柱：聚乙二醇毛细管柱（50 m×0.25 mm×0.25 μm）或等效色谱柱。

6.1.2 色谱柱温度：初温 35 ℃，保持 1 min，以 3.5 ℃/min 升到 120 ℃，以 15 ℃/min 升到 200 ℃，保持 2 min。

6.1.3 检测器温度：250 ℃。

6.1.4 进样口温度：200 ℃。

6.1.5 载气流量：1.0 mL/min。

6.1.6 进样量：1.0 mL。

6.1.7 不分流。

6.2 参考顶空条件

6.2.1 平衡温度：50 ℃。

6.2.2 平衡时间：30 min。

6.2.3 振荡频率：500 r/min。

6.3 校正因子（值）的测定

准确吸取酯混合标准储备液（4.7）0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL 于 4 个 100 mL 容量瓶中，用同一黄酒样品定容至刻度，混匀。分别吸取上述制备的 4 个加标样品和不加标的黄酒样品各 5.0 mL，置于 5 个 20 mL 顶空进样瓶中，加入 2.0 g 氯化钠和 0.10 mL 叔戊醇内标储备液（4.6），压紧瓶盖后，混匀。按照色谱条件（6.1）及顶空条件（6.2）测定，记录各组分的峰面积（或峰高），按照公式（1）和公式（2）计算各组分的相对校正因子：

$$A'_3 = \frac{A_1}{A_2} \times A_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A'_3 —— 加标样品中的组分校正后的峰面积（或峰高）；

A_1 —— 不加标样品中内标峰面积（或峰高）；

A_2 —— 加标样品中内标峰面积（或峰高）；

A_3 —— 加标样品中组分峰面积（或峰高）。

$$f = \frac{A_1}{A'_3 - A_4} \times \frac{c_2}{c_1} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

f —— 各组分的校正因子；

A_1 —— 不加标样品中内标峰面积（或峰高）；

A'_3 —— 加标样品中的组分校正后的峰面积（或峰高）；

A_4 —— 不加标样品中各组分峰面积（或峰高）；

c_2 —— 样品中加入的各组分标准溶液浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_1 —— 样品中加入的叔戊醇浓度，单位为毫克每升（mg/L）。

6.4 样品前处理

准确吸取 5.0 mL 黄酒样品于 20 mL 顶空进样瓶中，加入 2.0 g 氯化钠和 0.10 mL 叔戊醇内标储备液（4.6），压紧瓶盖后，混匀。

6.5 样品测定

按色谱条件（6.1）及顶空条件（6.2）进行样品测定，根据各酯类标准物质（4.3）的保留时间，与待测样品中组分的保留时间进行定性，定性色谱图参见附录 A。根据各组分和叔戊醇内标的峰面积（或峰高），求出峰面积（或峰高）之比，采用内标法计算黄酒中各酯类组分的含量。

7 结果计算

样品中各组分的含量按公式（3）计算：

$$X = c_1 \times \frac{A_5}{A_6} \times f \quad (3)$$

式中：

- X —— 样品中各组分的含量，单位为毫克每升（mg/L）；
- c_1 —— 样品中加入的叔戊醇浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
- A_5 —— 样品中各组分的峰面积（或峰高）；
- A_6 —— 样品中叔戊醇内标的峰面积（或峰高）；
- f —— 各组分的校正因子的算术平均值。

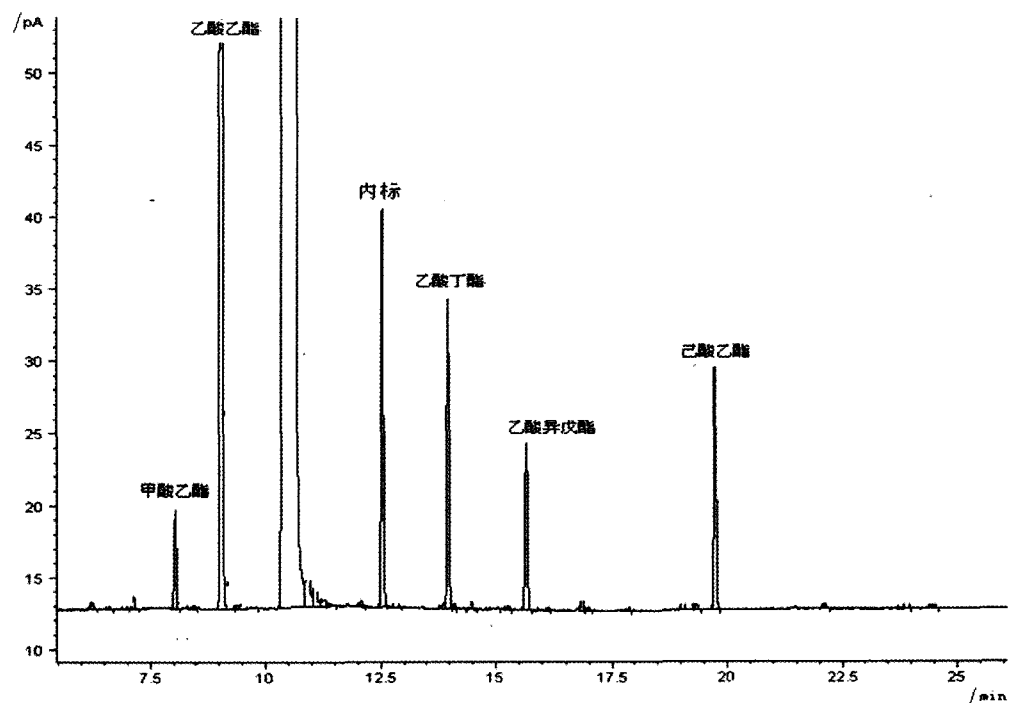
以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留两位有效数字。

8 精密度

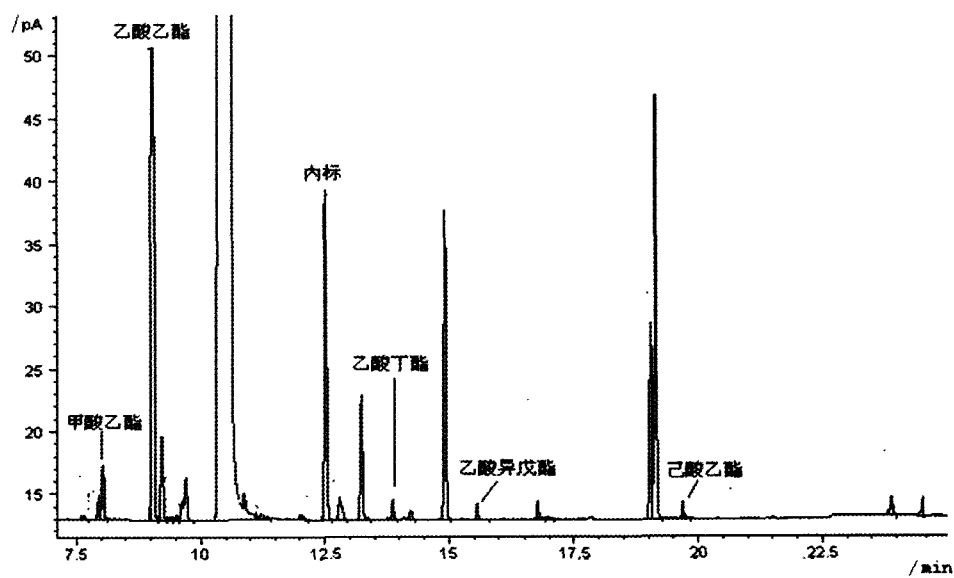
在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的 10%。

附录 A
(资料性附录)

5 种酯标准品及黄酒样品的色谱图



图A.1 5种酯标准品的色谱图



图A.2 黄酒样品中5种酯的色谱图