

# Application News

## No. G315

气相色谱法

### Nexis™ GC-2030 测定酒中的乙醇含量

日本国税厅规定了多种酒中乙醇的分析方法，其中 GC 方法为恒温气相色谱法，温度为 50°C。但在 50°C 的恒温条件下，乙醇和内标析出后，酒中的水和高沸点成分不会从柱中析出，如不提高柱温箱温度将其排出，则无法完成一个良好的分析。另外，酒的主要成分为水，因此衬管中石英棉的量和位置也需要进行微调。本文基于国税厅规定的分析方法对啤酒、利口酒、日本酒试样中的乙醇进行了定量分析，分析时间短且效果良好。

Y. Takemori

#### 试剂准备和定量方法

将乙醇用水稀释后制成 5%、10%、15%、20% (v/v) 的标准系列溶液。另将异丙醇溶于水，配制 2% (v/v) 的溶液作为内标溶液。分别取 0.1 mL 乙醇标准溶液，加入 0.9 mL 内标溶液进行分析，以创建标准曲线。

准备市售的啤酒、利口酒、日本酒作为实物样品，按照上述方法，在 0.1 mL 实物样品中加入 0.9 mL 内标溶液进行分析，使用创建的校准曲线进行定量。

#### 衬管中的石英棉和进样针

在对同一水分含量较多的酒样进行分析时，会出现重现性差的情况。通过增加衬管内石英棉的量（正常 10 mg），并较标准位置（距顶部 22 mm）略微提高石英棉填充位置后发现分析的重现性得到改善，如下图所示。另外，使用 AOC 标准配置分析水溶剂样品时会出现柱塞动作受阻，重现性差的情况，通过换用钛合金柱塞的高弹性进样针后（P/N: 221-49548）发现样品可以稳定导入。

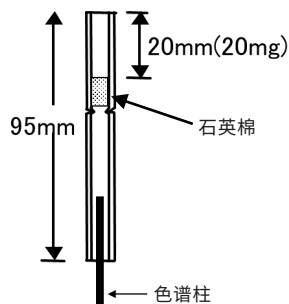


图 1 衬管内石英棉的位置和用量

#### 分析条件

本实验的设备配置及分析条件如表 1 所示。

表 1 设备配置和分析条件

Main Unit	: Nexis GC-2030 / AOC-20i plus
Column	: SH-Rtx™-1 (I.D. 0.53 mm × 30 m, df=3.00 μm)
Detector	: FID-2030
Injection Volume	: 1 μL
Injection Mode	: Split
Split Ratio	: 1 : 40
Injection Unit Temp	: 250 °C
Carrier Gas	: He
Carrier Gas Control	: Pressure
Pressure Program	: 28 kPa (3 min) - 300 kPa/min - 90 kPa (6.79 min)
Column Temp.	: 50 °C (3 min) - 40 °C/min - 200 °C - 25 °C/min - 245 °C (1.45 min)
Detector Temp.	: 250 °C
Detector Gas	: Make up (He) 24 mL/min H <sub>2</sub> 32 mL/min Air 200 mL/min

#### 标准品图谱和标准曲线

图 2 为标准品的色谱图，图 3 为标准曲线。

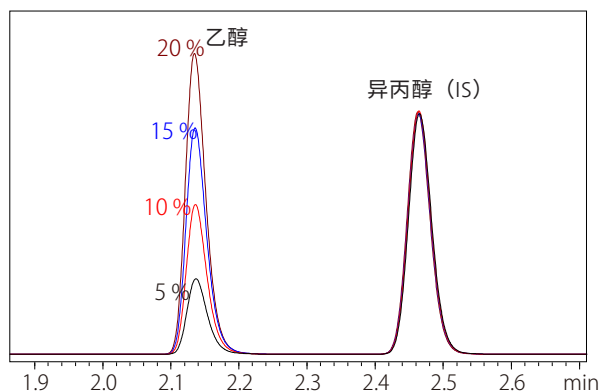


图 2 标准品的色谱图

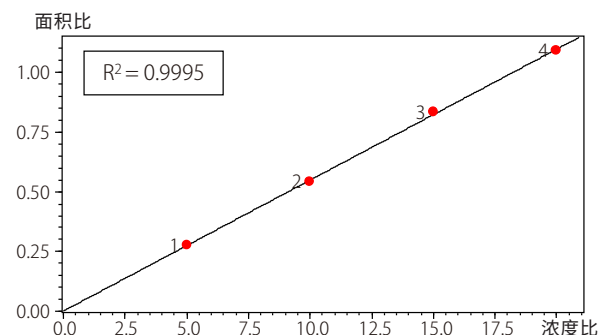


图 3 标准曲线

## ■ 实物样品的分析和乙醇定量结果

实物样品的色谱图如图 4 所示，定量结果及重现性 (n=10) 见表 2。可以看出，酒样中的高沸点成分在乙醇和异丙醇析出后也逐渐析出。

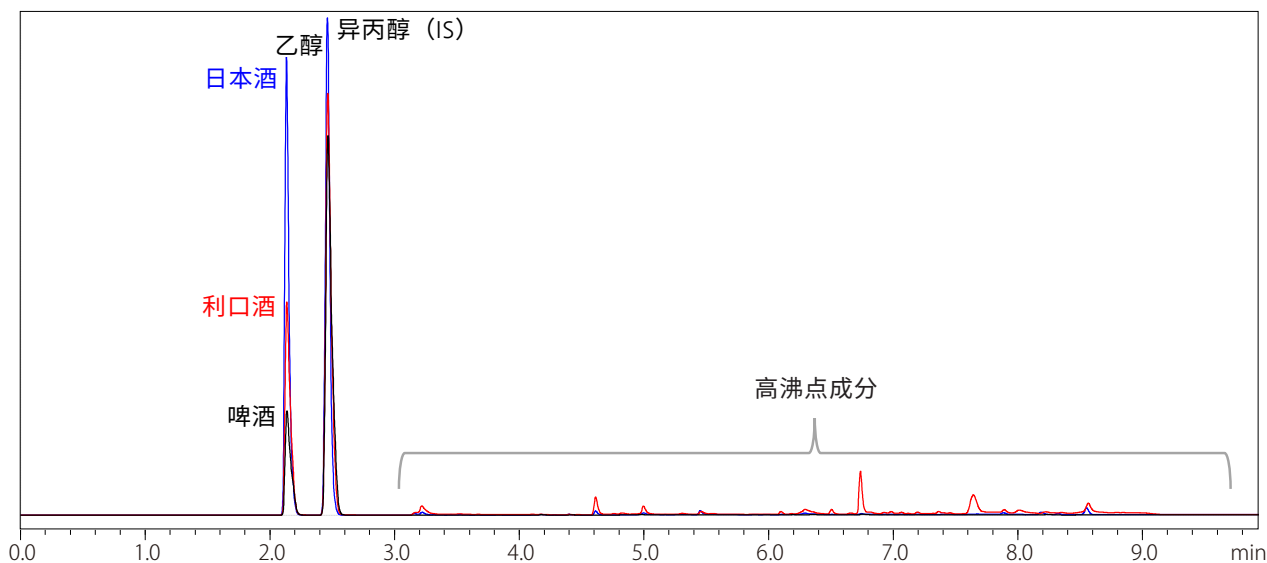


图 4 实物样品（日本酒、利口酒、啤酒）的色谱图

表 2 定量结果及重现性

	啤酒	利口酒	日本酒
第 1 次分析浓度值 (%)	4.699	8.785	15.446
第 2 次分析浓度值 (%)	4.701	8.789	15.443
第 3 次分析浓度值 (%)	4.699	8.783	15.442
第 4 次分析浓度值 (%)	4.700	8.783	15.444
第 5 次分析浓度值 (%)	4.695	8.782	15.447
第 6 次分析浓度值 (%)	4.699	8.778	15.459
第 7 次分析浓度值 (%)	4.697	8.781	15.435
第 8 次分析浓度值 (%)	4.695	8.786	15.455
第 9 次分析浓度值 (%)	4.691	8.772	15.437
第 10 次分析浓度值 (%)	4.697	8.760	15.439
平均浓度值 (%)	4.697	8.780	15.445
%RSD	0.073	0.096	0.048

## ■ 结论

乙醇及异丙醇 (IS) 析出后，再将其他不需要的成分快速排出，可以实现短时间内分析啤酒、利口酒、日本酒中的乙醇含量，且保证分析重现性良好。

※ 注意  
国税厅规定的乙醇分析方法中，GC 法与其他的分析方法原理不同，因此使用不同分析方法时定量值会有所不同。

岛津应用云

