

气相色谱法测定食品中甲醇的含量

GC-257

摘要：本文参照 GB 5009.266-2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》，利用岛津 GC 系统测定了食品如白酒中的甲醇含量。仪器精密度良好，200 mg/L 标准品溶液平行测定 6 次，目标峰峰面积的 RSD 值均小于 1.0%；采用内标法定量，在 100-1000 mg/L 浓度范围内，化合物甲醇的校准曲线线性相关系数在 0.999 以上；仪器检出限为 5.68 mg/L；平均加标样品的回收率为 100.05%。本方法可以用于测定食品如白酒中的甲醇含量。

关键词：气相色谱仪 白酒 甲醇

技术特点：

- ❖ 参考标准方法，前处理操作简单。
- ❖ 使用 FID 氢火焰离子化检测器进行检测，甲醇灵敏度高。

中国酒文化历史悠久，白酒种类繁多，因此对于白酒质量的把控，一直是全国范围内各酒企厂家的重要工作。

因在白酒的酿造过程中易产生一定含量的甲醇，而甲醇对中枢神经系统具有麻醉作用，可致视神经和

视网膜病变，危害人体健康，故白酒中甲醇的含量应当越低越好。

本文参照 GB 5009.266-2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》，利用岛津 GC-2010 Pro 系统测定了白酒中的甲醇组分。

■ 实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro(FID)

1.2 分析条件

气相色谱条件

色 谱 柱：SH-Rtx-Wax Cap, (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱 温 程 序：30°C (4 min)_4°C/min_130°C _20°C/min_200°C (5 min)

载 气 控 制：恒线速度控制模式

进 样 方 式：分流进样

分 流 比：30:1

进 样 体 积：1 μL

进 样 口 温 度：250°C

检 测 器 温 度：250°C

空 气 流 量：500 mL/min

氢 气 流 量：50 mL/min

1.3 样品前处理

参照 GB 5009.266-2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》，吸取白酒试样 10.0 mL 于试管中，加入 0.1 mL 叔戊醇（2000 mg/L）标准溶液混匀备用。

■ 结果与讨论

2.1 标准谱图

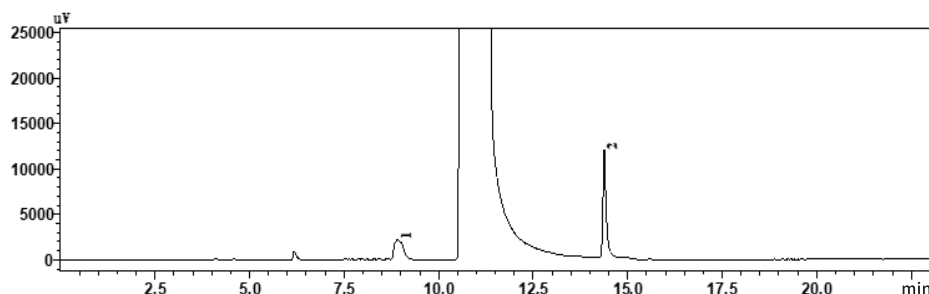


图 1 甲醇标准溶液 (200 mg/L) 谱图

表 1 甲醇标准溶液谱图信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间
1	甲醇	Methanol	67-56-1	8.968
2	叔戊醇	2-Methyl-2-butanol	75-85-4	14.421

2.2 校准曲线和检出限

分别配制 100、200、500、800、1000 mg/L 的甲醇标准溶液 10 mL 并各添加 0.1 mL 叔戊醇 (2000 mg/L) 内标溶液, 取 1 μ L 进样, 以甲醇与叔戊醇的浓度比为横坐标, 以甲醇和叔戊醇色谱峰面积的比值为纵坐标做校准曲线。根据 100 mg/L 标样数据, 以 3 倍信噪比 (峰至峰) 计算甲醇检出限, 化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

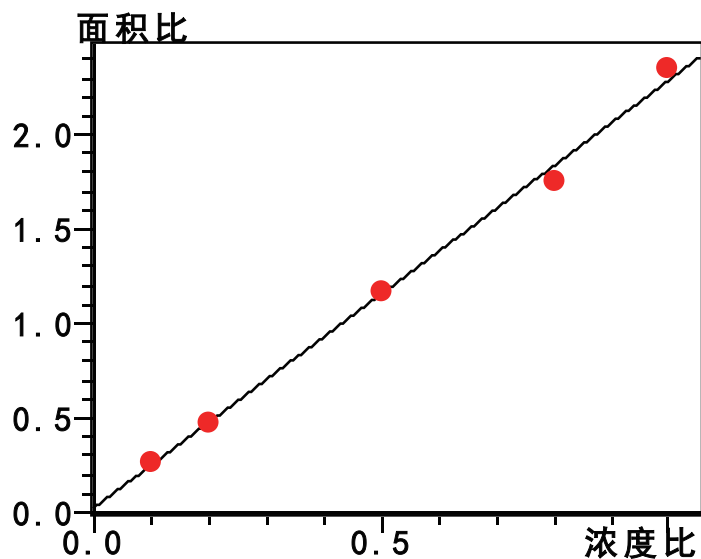


图 2 校准曲线

表 2 线性相关系数 (r) 和仪器检出限

No.	化合物	相关系数 (r)	检出限 (mg/L)
1	甲醇	0.9998	5.68

2.3 重复性实验

取 200 mg/L 标准品溶液, 连续进样 6 次, 考察仪器的重复性, 测定结果显示各化合物峰面积的 RSD% 均小于 1.0%, 表明系统精密度良好。

表 3 重复性测试结果

No.	化合物	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	甲醇	34170	33928	34348	34746	34765	34475	0.95
2	叔戊醇	71995	71679	71792	72235	71628	70938	0.61

2.4 加标回收率

取三份白酒样品进行测定, 并对三份样品进行 100 mg/L 浓度加标, 按照上述前处理方法处理后上机测试, 具体结果显示: 加标回收率分别为 100.24%、100.39%、99.52%, 平均回收率为 100.05%。

表 4 甲醇加标回收率

No.	化合物	样品浓度 (mg/L)	加标回收率 (%)
1	甲醇	N.D.	100.24
2	甲醇	N.D.	100.39
3	甲醇	N.D.	99.52

■ 结论

本文参照食品安全国家标准 GB 5009.266-2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》，建立了 GC-2010 Pro 对食品如白酒中的甲醇的测定方法。结果显示在 100~1000 mg/L 浓度范围内校准曲线线性良好，相关系数大于 0.999，仪器检出限为 5.68 mg/L。200 mg/L 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 均小于 1.0%，精密度良好。三份加标样品，100 mg/L 加标浓度的加标平均回收率为 100.05%。该方法灵敏度高，准确性好，适合白酒中甲醇的测定。

岛津应用云

