

# 气相色谱法测定白酒中的甲醇含量

GC-240

**摘要：** 本文利用岛津气相色谱仪 Nexis GC-2030，参考现行标准 GB 5009.266-2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》，建立了白酒中甲醇含量的测定方法。实验结果显示甲醇在 100-1000 mg/L 的浓度范围内线性关系良好，相关系数达到 0.9992。标准品溶液重复进样 6 次，甲醇与内标峰面积比的 RSD% 小于 3%，表明仪器精密度良好。加标回收率实验中，甲醇的平均加标回收率在 96.8% 至 104.7% 之间。甲醇仪器检出限为 1.9 mg/L。该方法简单方便，能够有效的检测白酒中甲醇的含量。

**关键词：** 气相色谱仪 白酒 甲醇

甲醇是白酒中最主要的有害物质，具有剧烈的神经毒性，长期少量摄入甲醇会引起体内许多脏器的慢性损伤。由于原料中的酯类物质在酿酒过程会分解产生甲醇，使得白酒中不可避免含有少量该物质。GB 2757-2012《食品安全国家标准蒸馏酒及其配制酒》中规定以粮谷类为原料的白酒中甲醇含量应 $\leq 0.6$  g/L（以 100% vol 酒精度折算，下同），其他为原料的白酒中甲醇含量应

$\leq 2.0$  g/L。白酒中的甲醇含量作为判断白酒卫生指标是否合格的重要检测项目，无论是在白酒生产厂家出厂检验，还是在市场监管部门的抽样监测中，皆为必检项目。

本文参考 GB 5009.266-2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》，采用岛津 Nexis GC-2030 进行分析，该方法灵敏度高、重复性好，可用于白酒中甲醇含量的测定，为白酒质量保证提供借鉴。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：Nexis GC-2030

### 1.2 分析条件

色谱柱：SK-WAX，60 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu$ m

岛津（上海）实验器材有限公司，P/N: 380-07200-02

柱温程序：35 $^{\circ}$ C (2 min)\_5 $^{\circ}$ C /min\_70 $^{\circ}$ C \_2 $^{\circ}$ C /min\_100 $^{\circ}$ C \_20 $^{\circ}$ C /min\_230 $^{\circ}$ C (6 min)

载气：N<sub>2</sub>

控制模式：色谱柱流量

流速：0.8 mL/min

检测器：FID 检测器

进样方式：分流进样

检测器温度：250 $^{\circ}$ C

分流比：20:1

氢气流量：32 mL/min

进样量：1  $\mu$ L

空气流量：200 mL/min

进样口温度：250 $^{\circ}$ C

尾吹气流量：24 mL/min

## ■ 样品前处理

吸取试样 10.0 mL 于试管中，加入 0.1 mL 叔戊醇（20 g/L），混匀，待测。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标样色谱图

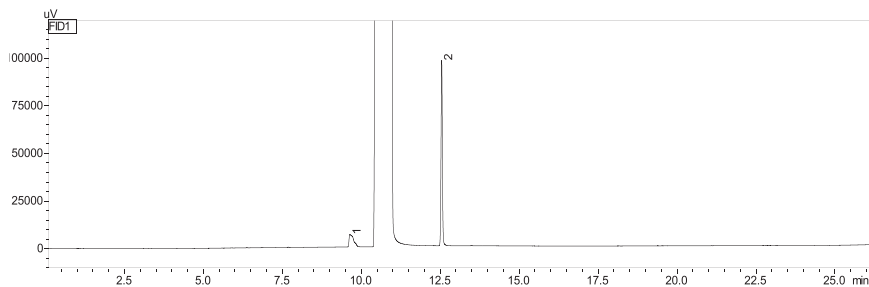


图1 甲醇 (200 mg/L) 和叔戊醇 (内标) 标准品色谱图

表1 化合物信息

| No. | 中文名称     | 英文名称               | CAS 号   | 保留时间 (min) |
|-----|----------|--------------------|---------|------------|
| 1   | 甲醇       | methanol           | 67-56-1 | 9.613      |
| 2   | 叔戊醇 (内标) | 2-Methyl-2-butanol | 75-85-4 | 12.542     |

### 3.2 标准曲线和检出限

分别配制 100、200、400、800、1000 mg/L 的甲醇标准溶液各 10 mL，并加入 0.1 mL 叔戊醇 (20 g/L) 作为内标，混匀后取 1  $\mu$ L 进样。以甲醇与内标浓度比为横坐标，峰面积比为纵坐标，制作标准曲线，如图 3 所示。根据最低浓度点标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限，结果如表 2 所示。

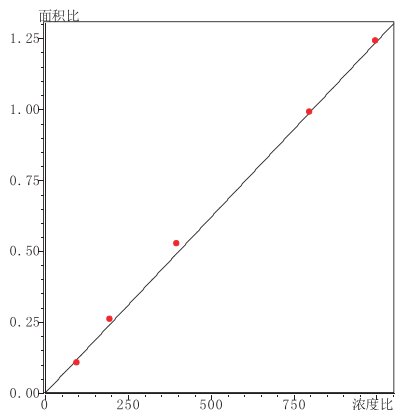


图2 甲醇标准曲线

表2 各组分相关系数及检出限

| No. | 组分名称 | 相关系数 (R) | 检出限 (mg/L) |
|-----|------|----------|------------|
| 1   | 甲醇   | 0.9992   | 1.9        |

### 3.3 重复性实验

按照 1.2 分析条件，取甲醇 200 mg/L 浓度水平标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，测定结果见表 3。从表 3 结果可以看出，甲醇与内标峰面积比的 RSD% 小于 3%，重复性良好。

表3 标样峰面积比重复性结果 (n=6)

| No. | 名称 | 峰面积比     |          |          |          |          |          | RSD (%) |
|-----|----|----------|----------|----------|----------|----------|----------|---------|
|     |    | 1        | 2        | 3        | 4        | 5        | 6        |         |
| 1   | 甲醇 | 0.219985 | 0.217528 | 0.234097 | 0.220592 | 0.224689 | 0.221537 | 2.64    |

### 3.4 实际样品测试

取某品牌白酒样品，按前述样品前处理步骤进行处理，上机检测得样品中甲醇浓度为 21.79 mg/L。白酒样品色谱图如下图 4 所示。

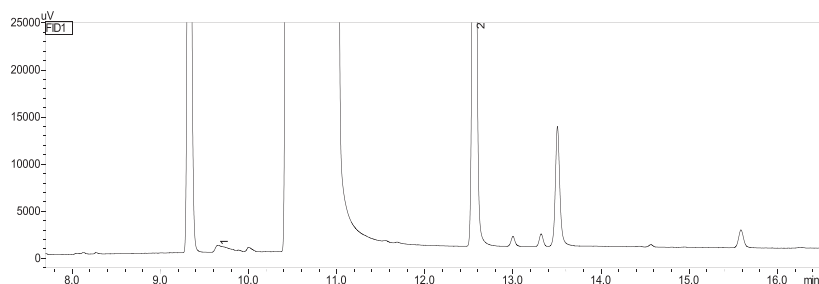


图 3 白酒样品色谱图

### 3.5 加标回收测试

取 10 mL 白酒样品，加入 0.1 mL 内标溶液，并对实际样品进行低中高浓度加标实验，甲醇的理论加标浓度分别为 100、400 和 600 mg/L。重复处理 3 次，取三次平行测定结果的平均值评估回收率，加标回收结果见表 4。

表 4 加标回收测试结果

| No. | 化合物 | 含量 (mg/L) | 加标量 (mg/L) | 测定含量 (mg/L) |         |         | RSD (%) | 平均回收率 (%) |
|-----|-----|-----------|------------|-------------|---------|---------|---------|-----------|
|     |     |           |            | 1           | 2       | 3       |         |           |
| 1   | 甲醇  | 21.792    | 100        | 120.478     | 122.196 | 127.644 | 3.68    | 101.6     |
|     |     |           | 400        | 439.949     | 442.200 | 439.353 | 0.36    | 104.7     |
|     |     |           | 600        | 602.787     | 601.645 | 603.052 | 0.13    | 96.8      |

## ■ 结论

采用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，参考现行标准 GB 5009.266-2016《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》建立了白酒中甲醇含量的测定方法。在一定浓度范围内甲醇的线性相关系数大于 0.999。精密度测定结果表明甲醇与内标峰面积比的 RSD% 值小于 3%，重复性良好。低、中、高加标实验中，甲醇的平均加标回收率范围在 96.8% 至 104.7% 之间。检测结果表明线性、重复性、检出限等均满足标准相关要求，且该方法操作简单、灵敏度高、重复性好，可用于白酒中甲醇含量的测定。

岛津应用云

