

气相色谱法测定白酒中酯类和醇类物质含量

GC-207

摘要：本文利用岛津公司的 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了一种白酒中乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇的检测方法。在 5~2500 mg/L 浓度范围内，标准曲线相关系数均在 0.999 以上，线性关系良好。相关浓度标准溶液重复分析 6 次，峰面积相对标准偏差均小于 1.0%。对实际样品进行三个浓度水平添加回收，平均回收率在 72%~109% 之间。本方法参考新修订的 GB/T 10345-202X《白酒分析方法》，检出限、线性、重复性等均满足标准相关要求，可以用于白酒中乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇的测定。

关键词：气相色谱仪 酯类 醇类 白酒

白酒是中国传统蒸馏酒，酒文化源远流长，唐朝诗人杜甫有诗所言“李白斗酒诗百篇，长安市上酒家眠；天子呼来不上船，自称臣是酒中仙”，可见酒在中国文化中重要地位。

白酒风味多变，主要成分是乙醇和水，溶于其中的酸、酯、醇、醛等众多微量有机成分只占总量 1% 左右，而这些微量有机物质作为白酒呈香物质，决定了白酒的风味和质量。

为促进白酒行业提高产品质量，健康发展，与国际接轨，增强企业的市场竞争力，由中国食品发酵工业研究院等单位起草修订了 GB/T 10345-202X《白酒分析方法》，修改了乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇的测定方法。本文参考该方法进行实验，结果表明检出限、线性、重复性等满足标准相关要求，为企业相关检测提供了参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱 :SH-PolarD (60 m×0.25 mm×0.25 μ m)

柱温程序: 35°C (1 min)_5 °C /min_70°C _2°C /min_100°C _
15 °C /min_230°C (6 min)

进样口温度: 250°C

恒流模式: 0.8 mL/min

分流比: 40:1

进样量: 1 μ L

检测器温度: 250°C

■ 样品前处理

准确吸取 1 mL 样品，加入 0.1 mL 混合内标溶液，充分摇匀，上机待测。

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

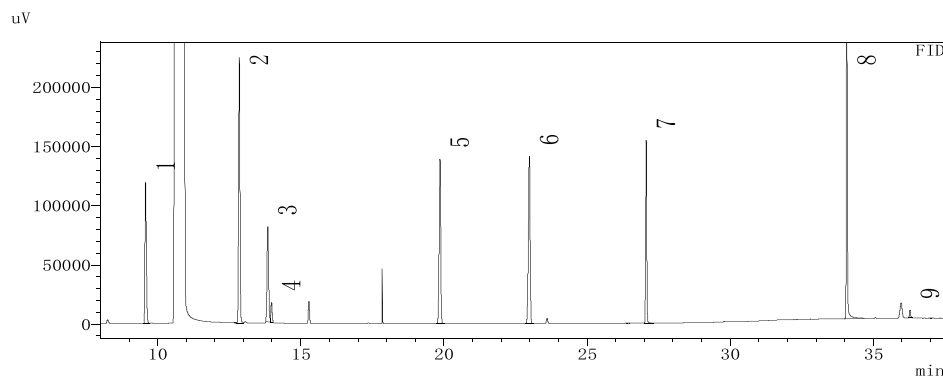


图 1 标准溶液色谱图

表 1 化合物信息

| No. | 化合物名称 | 英文名称 | CAS 号 | 检测目标物 |
|-----|--------------|---------------------|----------|--------|
| 1 | 乙酸乙酯 | Ethyl acetate | 141-78-6 | 9.574 |
| 2 | 叔戊醇 (IS) | 2-Methyl-2-butanol | 75-85-4 | 12.850 |
| 3 | 正丙醇 | 1-Propanol | 71-23-8 | 13.845 |
| 4 | 丁酸乙酯 | Ethyl butanoate | 105-54-4 | 13.975 |
| 5 | 乙酸正戊酯 (IS) | Pentyl acetate | 628-63-7 | 19.862 |
| 6 | 己酸乙酯 | Ethyl hexanoate | 123-66-0 | 22.984 |
| 7 | 乳酸乙酯 | Ethyl lactate | 97-64-3 | 27.066 |
| 8 | 2-乙基丁酸 (IS) | 2-Ethylbutyric Acid | 88-09-5 | 34.072 |
| 9 | β -苯乙醇 | Phenylethyl alcohol | 60-12-8 | 36.282 |

注：IS 为内标组分

3.2 标准曲线和检出限

取 1 μ L 进样，以各酯类、醇类组分的浓度与对应内标浓度的比值为横坐标，各酯类、醇类组分峰面积与对应内标峰面积比值为纵坐标，绘制标准工作曲线，标准曲线如图 2 所示。乙酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯浓度范围为 250 mg/L~2500 mg/L；丁酸乙酯浓度范围为 25 mg/L~250 mg/L；正丙醇浓度范围为 100 mg/L~1000 mg/L； β -苯乙醇浓度范围为 5 mg/L~50 mg/L，根据各标准曲线最低浓度点数据，以 3 倍信噪比计算 6 种化合物仪器检出限，各化合物检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

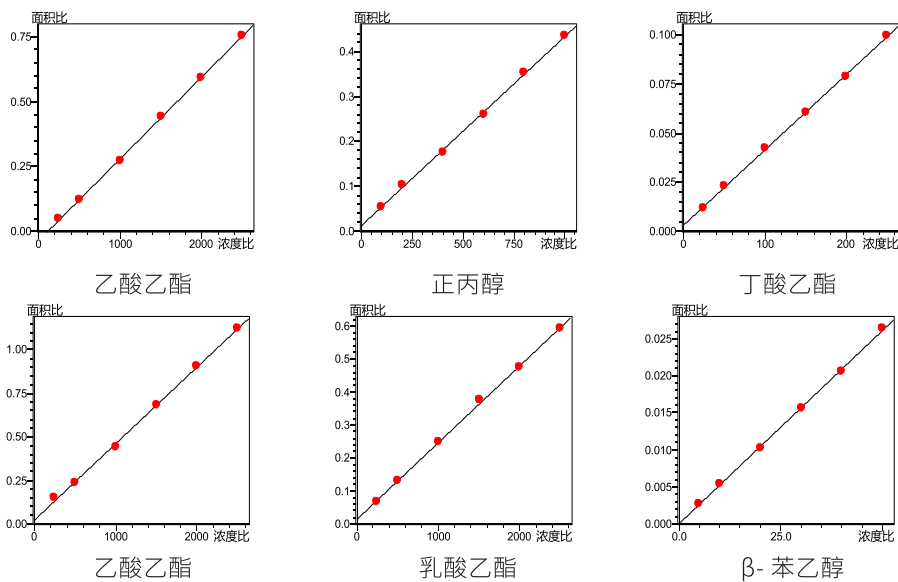


图 2 己酸标准曲线

表 2 相关系数与仪器检出限

| No. | 化合物 | 相关系数 | 检出限 (mg/L) |
|-----|--------------|--------|------------|
| 1 | 乙酸乙酯 | 0.9997 | 3.21 |
| 2 | 正丙醇 | 0.9990 | 0.92 |
| 3 | 丁酸乙酯 | 0.9993 | 1.09 |
| 4 | 己酸乙酯 | 0.9990 | 1.19 |
| 5 | 乳酸乙酯 | 0.9990 | 1.17 |
| 6 | β -苯乙醇 | 0.9993 | 0.64 |

3.3 重复性实验

取相关浓度标准品溶液进行 6 次平行测定，考察重复性，结果表明各化合物峰面积 RSD% 小于 1.0%，保留时间 RSD% 小于 0.01%，测定结果见表 3。

表 3 标准品溶液己酸重复性结果

| No. | 化合物 | 峰面积 RSD(%) | 保留时间 RSD(%) |
|-----|---------------|------------|-------------|
| 1 | 乙酸乙酯 | 0.417 | 0.001 |
| 2 | 叔戊醇 | 0.369 | 0.003 |
| 3 | 正丙醇 | 0.333 | 0.006 |
| 4 | 丁酸乙酯 | 0.933 | 0.005 |
| 5 | 乙酸正戊酯 | 0.873 | 0.009 |
| 6 | 己酸乙酯 | 0.731 | 0.009 |
| 7 | 乳酸乙酯 | 0.311 | 0.004 |
| 8 | 2- 乙基丁酸 | 0.712 | 0.001 |
| 9 | β - 苯乙醇 | 0.824 | 0.002 |

3.4 实际样品检测与加标回收率考察

以上述样品前处理方法，分析某白酒样品，色谱图如图 3 所示。利用标准曲线测定各化合物结果如表 4 所示。对实际样品进行加标实验，分别添加三个浓度，考察加标回收情况。实验结果表明加标回收率在 72%~109% 之间，回收率良好，结果如表 4 所示。

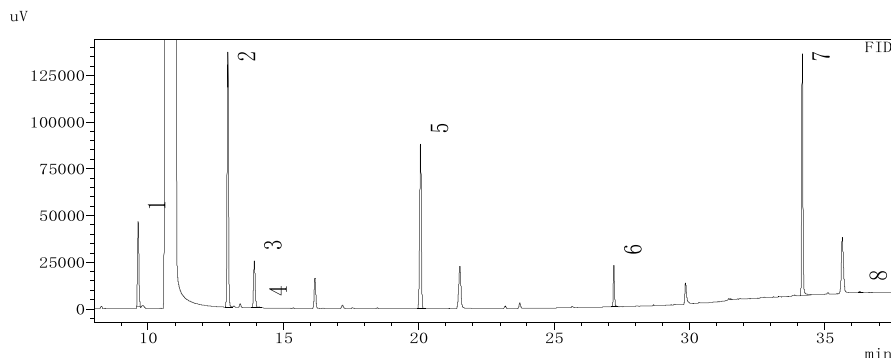


图 3 某品牌白酒样品色谱图

表 4 添加回收率结果

| No | 化合物 | 本底值 (mg/L) | 添加浓度 (mg/L) | 平均测定值 (mg/L) | 平均回收率 (%) |
|----|------|------------|-------------|--------------|-----------|
| 1 | 乙酸乙酯 | 1510.74 | 1000 | 2282.37 | 77.16 |
| | | | 1500 | 2860.32 | 89.97 |
| | | | 2000 | 3318.20 | 90.37 |
| 2 | 正丙醇 | 499.89 | 400 | 788.67 | 72.20 |
| | | | 600 | 1030.16 | 88.38 |
| | | | 800 | 1278.42 | 97.32 |
| 3 | 丁酸乙酯 | 14.10 | 100 | 104.26 | 90.16 |
| | | | 150 | 178.60 | 109.67 |
| | | | 200 | 232.04 | 108.97 |

| | | | | | |
|---|--------------|--------|------|---------|--------|
| 4 | 己酸乙酯 | N.D. | 1000 | 852.49 | 85.24 |
| | | | 1500 | 1306.18 | 87.08 |
| | | | 2000 | 1756.99 | 87.85 |
| 5 | 乳酸乙酯 | 661.54 | 1000 | 1589.03 | 92.75 |
| | | | 1500 | 2298.8 | 109.15 |
| | | | 2000 | 2662.58 | 100.05 |
| 6 | β -苯乙醇 | 11.56 | 20 | 28.32 | 83.80 |
| | | | 30 | 44.53 | 109.90 |
| | | | 40 | 55.06 | 108.75 |

■ 结论

本方法采用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了气相色谱仪检测白酒中乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇的方法。在校准曲线浓度范围内相关系数大于 0.999，线性良好。重复分析 6 次，峰面积相对标准偏差均小于 1%，重复性良好。对样品进行三个浓度水平添加回收，平均回收率在 72%~109% 之间，回收率良好。该方法操作简单方便，能够有效测定白酒中乙酸乙酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、正丙醇、 β -苯乙醇含量。

岛津应用云

