

白酒中 16 组分酯类、醇类和酸类的分析

刘海侠

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江 温岭 317500)

摘要: 样品被气化后, 经色谱柱分离, 由于被测定组分在气液两相中具有不同的分配系数, 分离后的各待测组分按先后顺序流出色谱柱, 进入氢火焰离子化检测器检测, 内标法定量分析。

关键词: 白酒;酯类;醇类;酸类

1 参考标准

《白酒分析方法》(GB/T 10345-201X) (征求意见稿)

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 乙醇: 色谱纯。

2.1.2 乙醛、乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、仲丁醇、丁酸乙酯、正丙醇、异丁醇、戊酸乙酯、正丁醇、异戊醇、己酸乙酯、乳酸乙酯、正己醇、乙酸、正己酸标准物质纯度 $\geq 99\%$ 。

2.1.3 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸内标标准物质纯度 $\geq 99\%$ 。

2.1.4 乙醇溶液 (60%, 体积分数): 量取 60 mL 乙醇 (3.1.1), 用水定容至 100mL, 混匀。

2.2 仪器设备

2.2.1 福立 GC9720Plus 气相色谱仪, 氢火焰检测器 (FID)

2.2.2 DB-WAX UI/30m*0.25mm*0.25 μm

2.2.3 福立 FL1092T 自动进样器

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

3.1.1 乙醛标准储备溶液: 准确称取 0.7657g 乙醛至 10 mL 容量瓶中, 用纯水定容, 混匀。置 0°C~4°C 低温冰箱密封保存。

3.1.2 乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、仲丁醇、丁酸乙酯、正丙醇、异丁醇、戊酸乙酯、正丁醇、异戊醇、乳酸乙酯、正己醇、乙酸和己酸单标准储备溶液: 按下表, 分别准确称取各组分至

不同的 10mL 容量瓶中，用乙醇溶液(60%，体积分数)定容，混匀，配制成单标储备溶液，置 0°C~4°C低温冰箱密封保存。

组分名	质量[g]	浓度[g/L]
乙酸乙酯	0.9582	95.72
乙缩醛	0.8306	82.23
甲醇	0.7674	75.97
仲丁醇	0.9250	91.58
丁酸乙酯	0.8897	88.08
正丙醇	0.8434	83.50
异丁醇	0.8150	80.69
戊酸乙酯	0.8754	86.66
正丁醇	0.9215	91.23
异戊醇	0.7932	78.53
乳酸乙酯	1.0716	106.09
正己醇	0.7909	78.30
乙酸	1.0992	109.70
正己酸	0.9678	95.81

3.1.3 己酸乙酯标准储备溶液: 准确称取 0.8644g 己酸乙酯标准物质至 25 mL 容量瓶中，用乙醇溶液(60%，体积分数)定容，混匀。置 0°C~4°C低温冰箱密封保存。

3.1.4 乙醛、乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、仲丁醇、丁酸乙酯、正丙醇、异丁醇、戊酸乙酯、正丁醇、异戊醇、乳酸乙酯、正己醇、乙酸和正己酸混合标准使用溶液: 按下表，精密吸取各组分单标准储备溶液至 25mL 容量瓶中，用乙醇溶液(60%，体积分数)定容，混匀。置 0°C~4°C低温冰箱密封保存。

组分名	体积[mL]
乙醛	0.42
乙酸乙酯	1.64
乙缩醛	0.75
甲醇	0.80
仲丁醇	0.68

丁酸乙酯	0.70
正丙醇	1.50
异丁醇	0.75
戊酸乙酯	0.75
正丁醇	0.70
异戊醇	0.75
乳酸乙酯	1.78
正己醇	0.75
乙酸	1.14
正己酸	0.66

3.1.5 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸混合内标溶液(1%，体积分数): 分别吸取叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸各 1.0mL 至 100mL 容量瓶中，用乙醇溶液(60%，体积分数)定容，混匀。置 0°C-4°C低温冰箱密封保存。

3.1.6 系列标准溶液的配制: 分别吸取 0.40mL 、 0.80mL、1.60mL、3.20mL、4.00mL (3.1.4) 混合标准使用溶液和 0.10mL 、 0.20mL、0.40mL、0.80mL、1.00mL (3.1.3) 己酸乙酯标准储备溶液于 5 个 10mL 容量瓶中，用乙醇溶液(60%，体积分数)定容混匀，分别加入 0.20mL 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸混合内标溶液 (3.1.5)，充分摇匀。依次制成如下表浓度的系列标准溶液。各组分含量以下表中对应的内标物计。

序号	组分名	标曲点	标曲点	标曲点	标曲点	标曲点	内标物
		1[g/L]	2[g/L]	3[g/L]	4[g/L]	5[g/L]	
1	乙醛	0.0509	0.1019	0.2038	0.4075	0.5094	乙酸正戊酯
2	乙酸乙酯	0.2512	0.5024	1.0047	2.0094	2.5118	乙酸正戊酯
3	乙缩醛	0.0987	0.1974	0.3947	0.7894	0.9868	乙酸正戊酯
4	甲醇	0.0972	0.1945	0.3890	0.7780	0.9724	叔戊醇
5	仲丁醇	0.0996	0.1993	0.3985	0.7971	0.9963	叔戊醇
6	丁酸乙酯	0.0986	0.1973	0.3946	0.7892	0.9865	乙酸正戊酯
7	正丙醇	0.2004	0.4008	0.8016	1.6031	2.0039	叔戊醇
8	异丁醇	0.0968	0.1936	0.3873	0.7746	0.9682	叔戊醇
9	戊酸乙酯	0.1040	0.2080	0.4160	0.8320	1.0400	乙酸正戊酯

10	正丁醇	0.1022	0.2044	0.4087	0.8174	1.0218	叔戊醇
11	异戊醇	0.0942	0.1885	0.3769	0.7539	0.9423	叔戊醇
12	己酸乙酯	0.3423	0.6846	1.3692	2.7384	3.4230	乙酸正戊酯
13	乳酸乙酯	0.3021	0.6043	1.2086	2.4171	3.0214	乙酸正戊酯
14	正己醇	0.0940	0.1879	0.3758	0.7517	0.9396	叔戊醇
15	乙酸	0.2001	0.4002	0.8004	1.6007	2.0009	2-乙基丁酸
16	正己酸	0.1012	0.2024	0.4047	0.8094	1.0118	2-乙基丁酸

3.2 样品配制

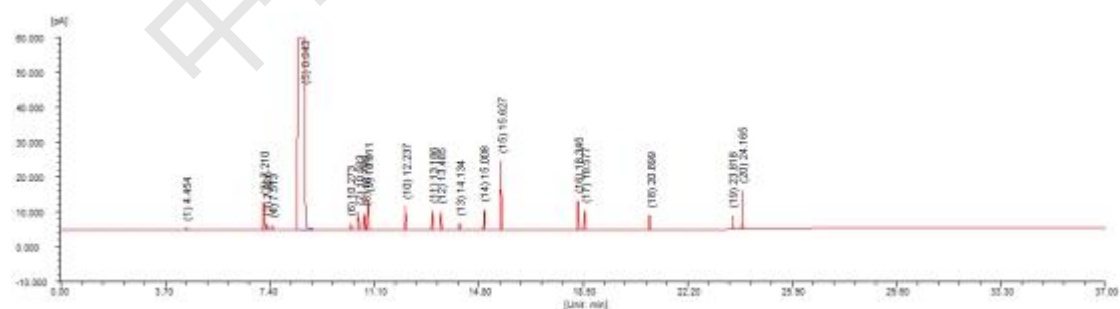
吸取白酒样品于 10mL 容量瓶，定容至刻度，加入 0.2mL 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸混合内标溶液（3.1.5），充分摇匀，待测。

4 测定

4.1 色谱条件

- (1) 进样口：230℃；
- (2) 柱温：初始 40℃，保持 6min，以 10℃/min 升到 80℃，以 5℃/min 升到 120℃，保持 2min，以 35℃/min 升到 220℃，保持 15min；
- (3) 检测器：240℃；
- (4) 流量：初速 0.50 mL/min，保持 23min，以 0.50 mL/min 升到 1.0 mL/min，保持 30min。
- (5) 分流比：60：1；
- (6) 进样量：0.4μL。

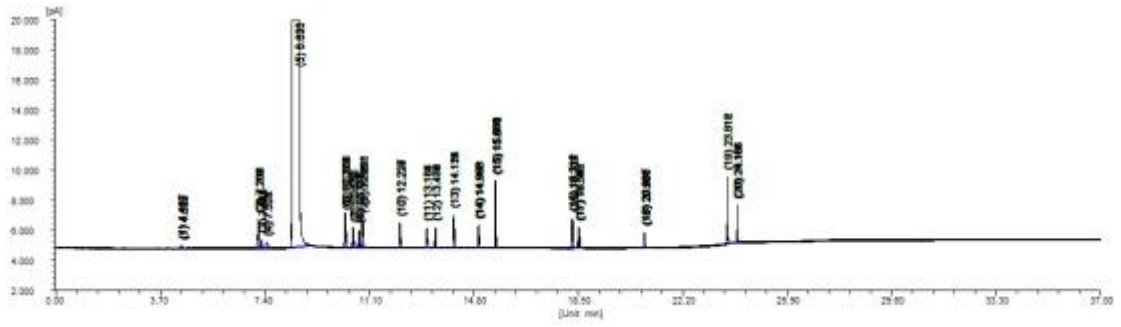
4.2 16 种酯类、醇类和酸类典型谱图



1.乙醛 2.乙酸乙酯 3.乙缩醛 4.甲醇 5.乙醇 6.叔戊醇(内标) 7.仲丁醇 8.丁酸乙酯 9.正丙醇 10.异丁醇 11.戊酸乙酯 12.正丁醇 13.乙酸正戊酯(内标) 14.异戊醇 15.己酸乙酯 16.乳酸乙酯 17.正己醇 18.乙酸 19.2-乙基丁酸 20.正己酸

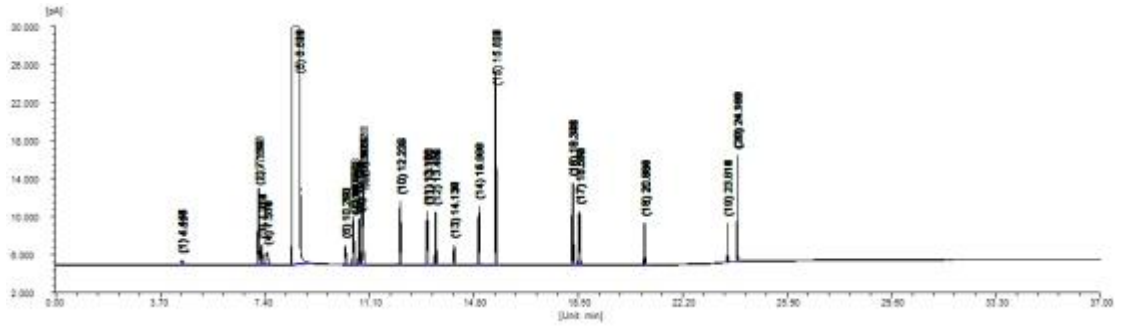
4.3 重复性实验

4.3.116 种酯类、醇类和酸类标曲浓度点 1 重复性谱图及结果



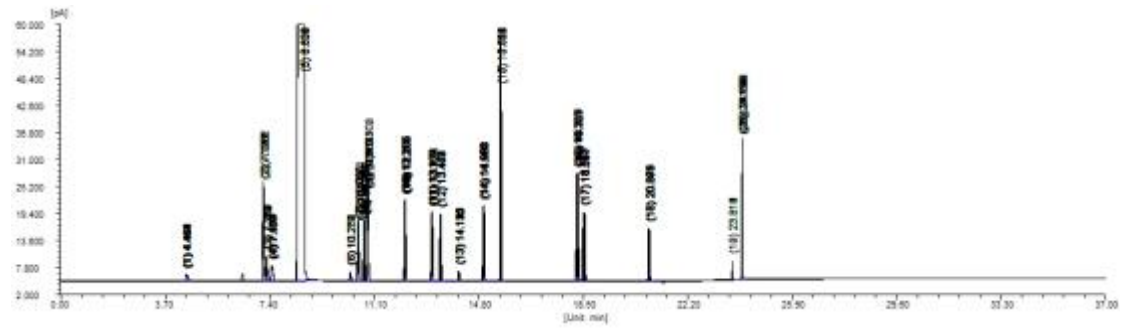
序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD %	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [g/L]	含量 RSD%	谱图数
1	乙醛	4.484	0.903	782.5	2.0477	135.7	13.4197	0.0467	2.2999	6
2	乙酸乙酯	7.201	0.026	5466.1	0.7879	1930.0	1.5199	0.2568	0.2757	6
3	乙缩醛	7.318	0.027	1828.6	0.7102	563.4	2.8975	0.0966	0.5928	6
4	甲醇	7.505	0.024	1782.1	0.7337	371.6	8.2988	0.0946	0.6396	6
5	乙醇	8.633	0.028	14780879	0.9166	1833351.6	0.4681	-0.0031	-36.3566	6
6	叔戊醇 (内标)	10.263	0.049	5960.5	0.7503	2201.5	4.6739	0	0	6
7	仲丁醇	10.573	0.051	3531.7	0.6216	1283.7	7.0522	0.1019	0.1717	6
8	丁酸乙酯	10.779	0.027	2850.4	0.629	1182.0	0.808	0.1014	0.4010	6
9	正丙醇	10.900	0.063	6881.0	0.6460	2170.8	11.5326	0.2094	0.2842	6
10	异丁醇	12.225	0.038	3858.5	0.9144	1652.4	1.0708	0.1012	0.325	6
11	戊酸乙酯	13.172	0.033	3259.3	0.9305	1335.8	0.9677	0.1061	0.2039	6
12	正丁醇	13.472	0.036	3278.5	0.9170	1360.8	0.9000	0.1066	0.2794	6
13	乙酸正戊酯 (内标)	14.119	0.036	5401.6	1.039	2212.7	0.8032	0	0	6
14	异戊醇	14.992	0.042	3728.5	0.8370	1512.8	1.0294	0.0970	0.2391	6
15	己酸乙酯	15.608	0.041	10973.8	1.0802	4483.2	0.6992	0.3623	0.1686	6
16	乳酸乙酯	18.325	0.051	5513.2	0.6102	2018.2	1.2146	0.3185	0.3978	6
17	正己醇	18.556	0.054	3828.2	1.3104	1386.5	0.9980	0.0966	0.5712	6
18	乙酸	20.896	0.033	2307.6	0.8293	1060.2	1.2379	0.1978	0.7646	6
19	2-乙基丁酸 (内标)	23.815	0.009	5708.2	0.8115	4465.9	0.5771	0	0	6
20	正己酸	24.164	0.009	3144.7	0.5988	2470.8	0.7130	0.1018	0.4475	6

4.3.2 16 种酯类、醇类和酸类标曲浓度点 3 重复性谱图及结果



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD %	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [g/L]	含量 RSD%	谱图数
1	乙醛	4.471	0.789	3161.0	2.8214	482.7	15.3977	0.2029	1.5338	6
2	乙酸乙酯	7.201	0.076	22132.6	2.1823	7822.7	3.7003	1.0043	0.6086	6
3	乙缩醛	7.318	0.071	7034.6	1.7369	2122.9	3.6478	0.3986	0.2242	6
4	甲醇	7.505	0.073	6883.3	0.9935	1333.4	5.6938	0.3806	0.2518	6
5	乙醇	8.634	0.074	14742434.0	0.5472	1827101.5	0.5557	0.0025	46.4963	6
6	叔戊醇 (内标)	10.268	0.043	5845.1	0.8111	2051.3	4.4486	0	0	6
7	仲丁醇	10.579	0.040	14080.4	0.8910	4779.8	6.3724	0.3837	0.1779	6
8	丁酸乙酯	10.782	0.056	11511.9	1.6158	4831.6	2.3299	0.3916	0.5348	6
9	正丙醇	10.908	0.036	27627.8	1.0345	7829.8	9.1407	0.7706	0.2741	6
10	异丁醇	12.229	0.052	15581.3	0.7972	6707.1	1.5000	0.3733	0.1124	6
11	戊酸乙酯	13.177	0.053	13351.0	1.7007	5548.0	1.9959	0.4120	0.1527	6
12	正丁醇	13.477	0.053	13165.8	0.7085	5528.3	0.9858	0.3944	0.2215	6
13	乙酸正戊酯 (内标)	14.125	0.052	5137.0	1.5715	2100.9	1.6718	0	0	6
14	异戊醇	15.000	0.052	15107.2	0.7697	6194.4	0.7448	0.3625	0.3241	6
15	己酸乙酯	15.618	0.053	48048.4	1.4817	19905.8	1.1197	1.3826	0.1455	6
16	乳酸乙酯	18.336	0.059	23127.7	0.6769	8631.8	0.6181	1.2039	1.0165	6
17	正己醇	18.568	0.06	15496.8	0.9015	5669.9	0.8745	0.3616	0.4295	6
18	乙酸	20.893	0.035	9631.0	0.6582	4431.1	1.4948	0.7797	0.5836	6
19	2-乙基丁酸 (内标)	23.817	0.010	5244.8	0.6377	4107.6	0.5602	0	0	6
20	正己酸	24.163	0.008	13500.6	0.6098	11159.9	0.7511	0.3948	0.4809	6

4.3.3 16 种酯类、醇类和酸类标曲浓度点 5 重复性谱图及结果

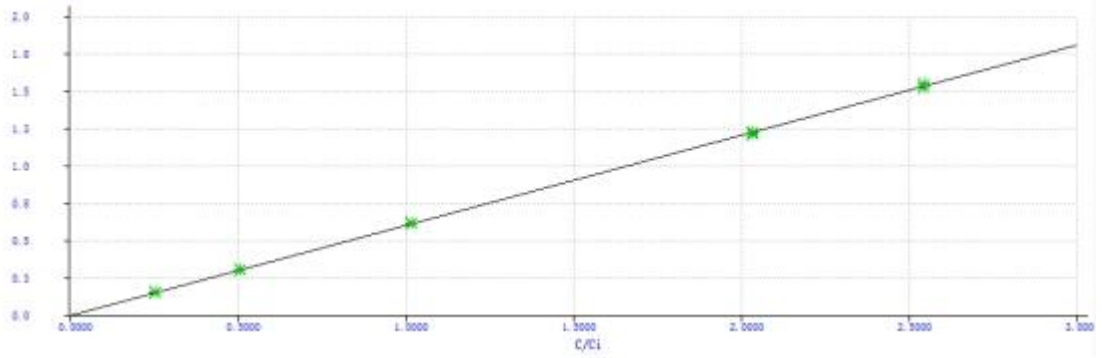


序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD %	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [g/L]	含量 RSD%	谱图数
1	乙醛	4.448	0.074	8146.5	1.7715	1359.6	13.2456	0.5122	1.0979	6
2	乙酸乙酯	7.199	0.067	58394.7	1.8277	20814.7	2.8249	2.5415	0.2322	6
3	乙缩醛	7.316	0.064	17709.2	2.0333	5397.5	3.9663	0.9824	0.3220	6
4	甲醇	7.501	0.067	17133.1	1.0139	3359.2	5.7191	0.9631	0.1754	6
5	乙醇	8.628	0.077	14481914	0.8055	1809400.9	0.5903	0.0007	136.6592	6
6	叔戊醇 (内标)	10.263	0.056	5773.3	1.0047	1994.3	5.7229	0	0	6
7	仲丁醇	10.575	0.058	36167.3	1.2099	12292.5	6.6826	0.9817	0.3207	6
8	丁酸乙酯	10.777	0.067	30255.3	2.0176	12800.1	2.6011	0.9847	0.2815	6
9	正丙醇	10.904	0.057	71450.8	1.4038	20183.7	9.8244	1.9722	0.5206	6
10	异丁醇	12.222	0.074	40330.1	1.1103	17458.2	1.7428	0.9556	0.2325	6
11	戊酸乙酯	13.171	0.075	35090.2	1.9831	14765.2	2.0729	1.0349	0.1963	6
12	正丁醇	13.469	0.077	33948.4	1.1189	14366.2	1.2808	1.0078	0.3352	6
13	乙酸正戊酯 (内标)	14.117	0.078	5267.2	1.8511	2154.4	1.9181	0	0	6
14	异戊醇	14.991	0.08	39070.3	1.0618	16236	1.2617	0.9293	0.3116	6
15	己酸乙酯	15.613	0.084	127506.6	1.7956	52109.6	1.7098	3.4524	0.1569	6
16	乳酸乙酯	18.323	0.095	61140.2	0.9898	23267.3	1.1281	3.0109	0.9577	6
17	正己醇	18.554	0.097	40103.8	1.0055	14881.2	0.9045	0.9283	0.2399	6
18	乙酸	20.873	0.057	25295.5	1.0574	11392.7	1.2662	1.9745	0.6869	6
19	2-乙基丁酸 (内标)	23.814	0.012	5295.8	1.2551	4140.7	0.9861	0	0	6
20	正己酸	24.159	0.009	35801.9	0.9875	30079.4	1.2130	1.0012	0.8478	6

4.4 标准曲线方程及相关系数

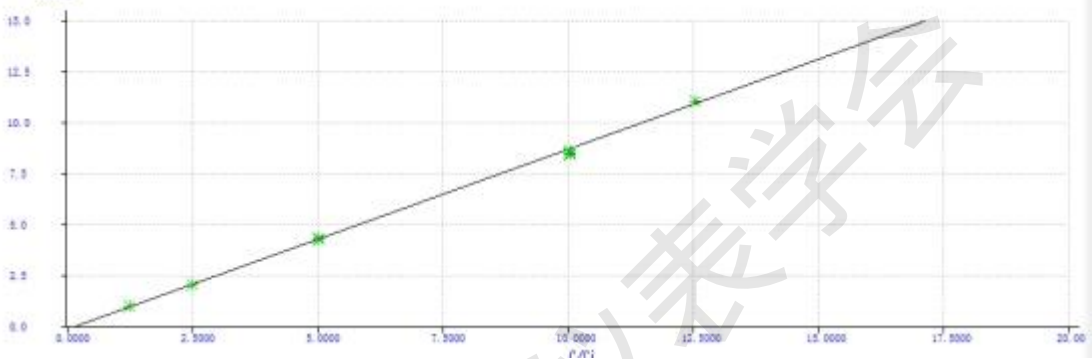
乙醇： 曲线方程： $A/A_i = 0.004225 + 0.602282 \cdot (C/C_i)$ ， 相关系数： 0.99993

内标法



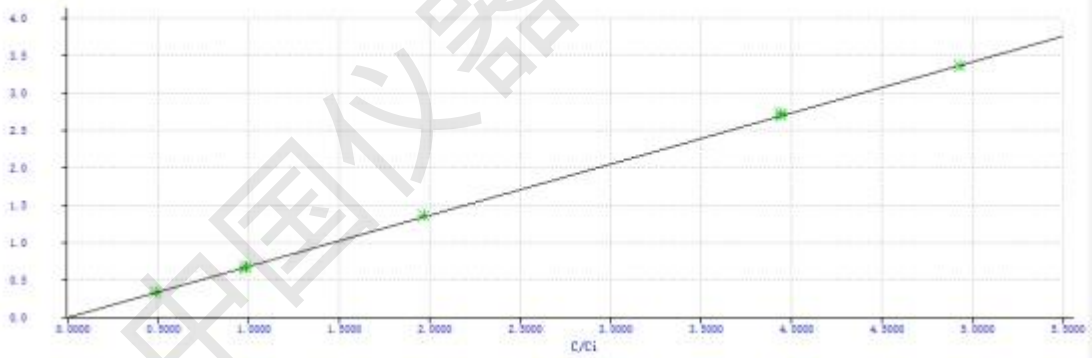
乙醇乙酯： 曲线方程： $A/A_i = -0.120316 + 0.881913 \cdot (C/C_i)$ ， 相关系数： 0.99932

内标法



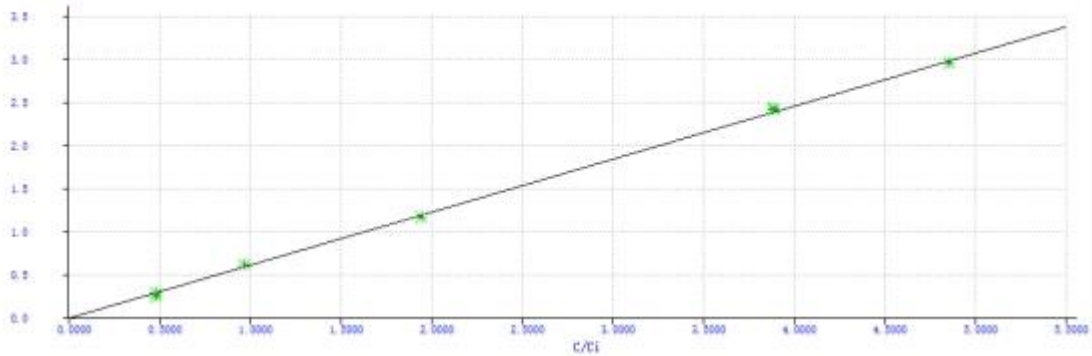
乙醇胺： 曲线方程： $A/A_i = 0.008989 + 0.682627 \cdot (C/C_i)$ ， 相关系数： 0.99096

内标法



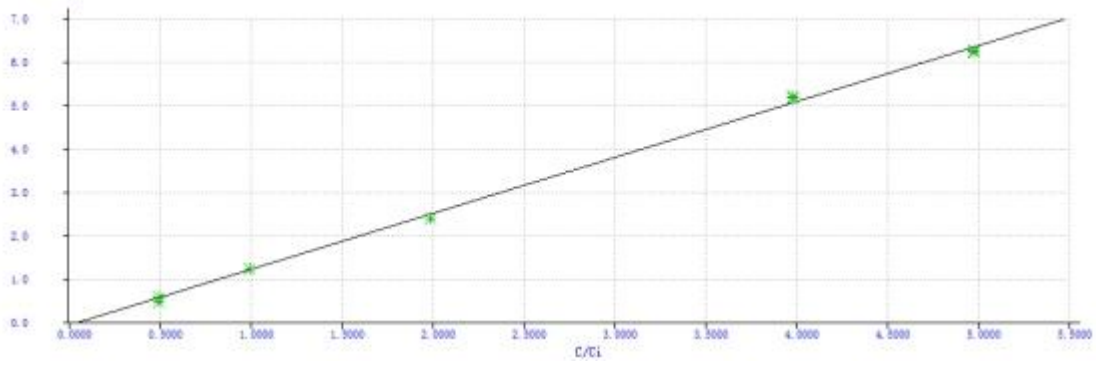
甲醇： 曲线方程： $A/A_i = 0.008301 + 0.614911 \cdot (C/C_i)$ ， 相关系数： 0.99932

内标法



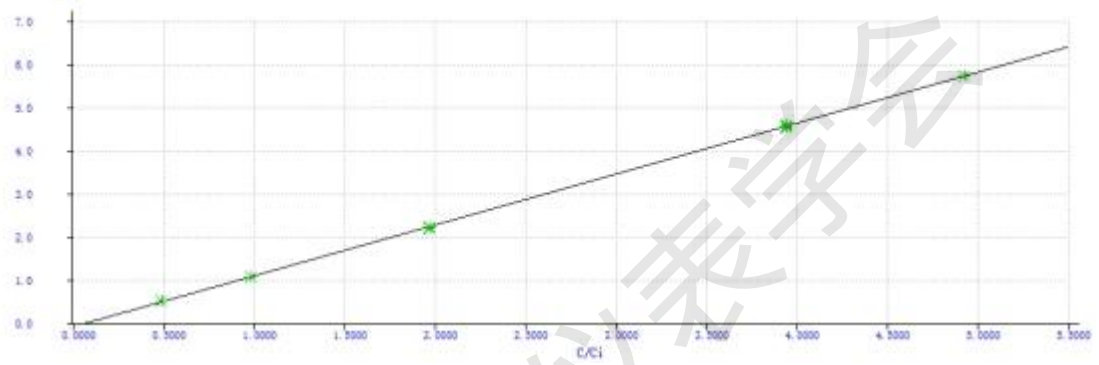
仲丁醇 : 曲线方程 : $A/A_i = -0.064362 + 1.2280336 \cdot (C/C_i)$, 相关系数 : 0.99873

内标法



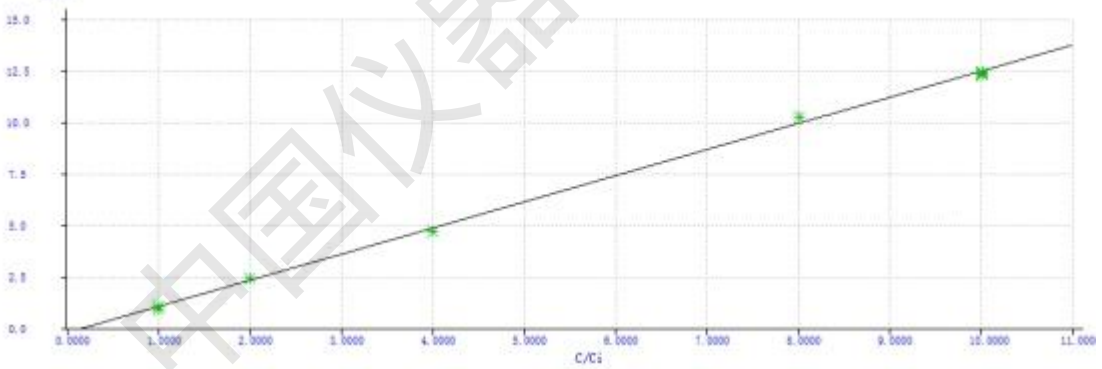
丁酸乙酯 : 曲线方程 : $A/A_i = -0.071355 + 1.181095 \cdot (C/C_i)$, 相关系数 : 0.99997

内标法



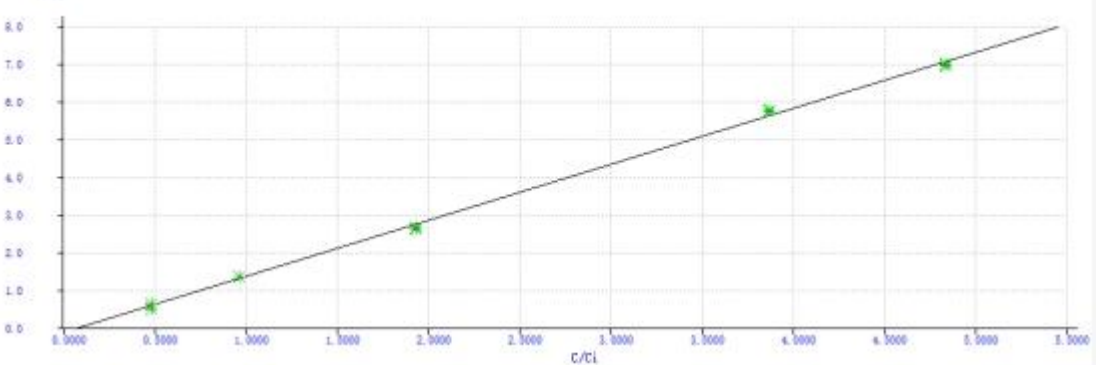
正丙醇 : 曲线方程 : $A/A_i = -0.178466 + 1.273138 \cdot (C/C_i)$, 相关系数 : 0.99858

内标法



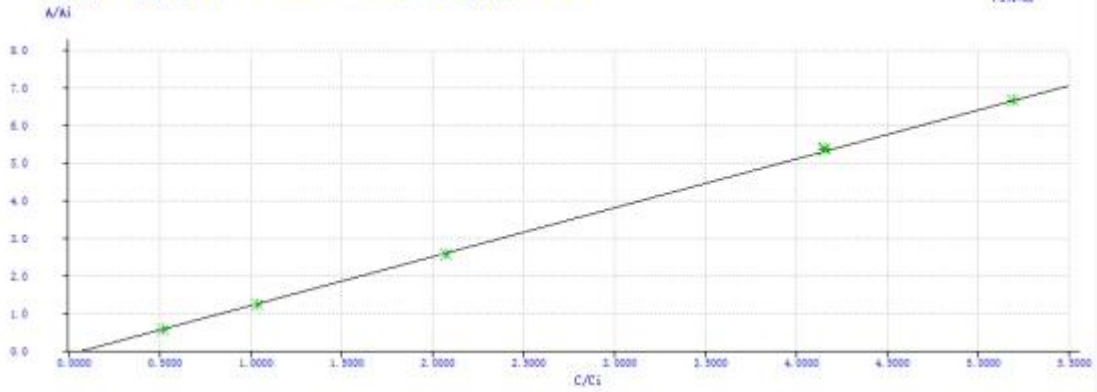
异丁醇 : 曲线方程 : $A/A_i = -0.103277 + 1.483574 \cdot (C/C_i)$, 相关系数 : 0.99867

内标法



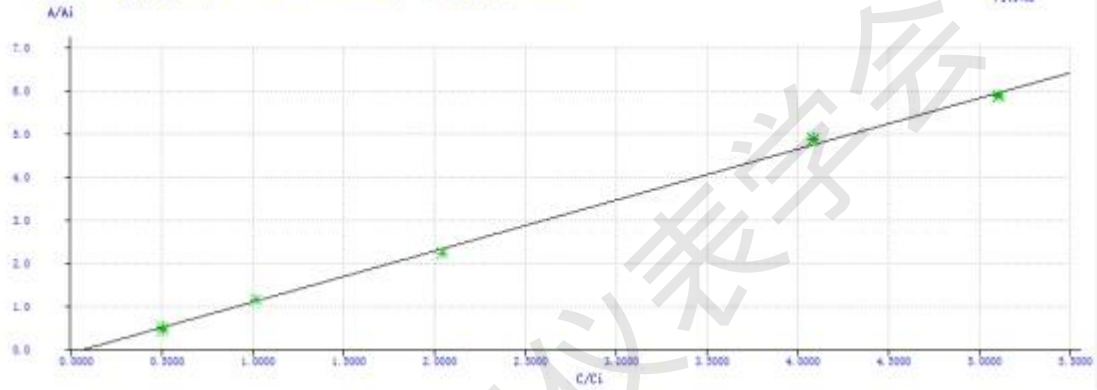
丙酸乙酯：曲线方程： $A/A_i = -0.068720 + 1.304577 \cdot (C/C_i)$ ，相关系数：0.99988

内标法



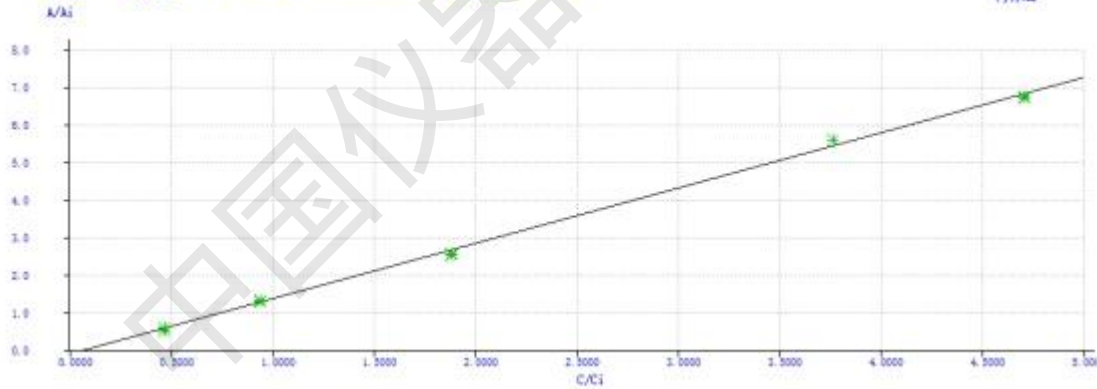
正丁醇：曲线方程： $A/A_i = -0.080402 + 1.182856 \cdot (C/C_i)$ ，相关系数：0.99862

内标法



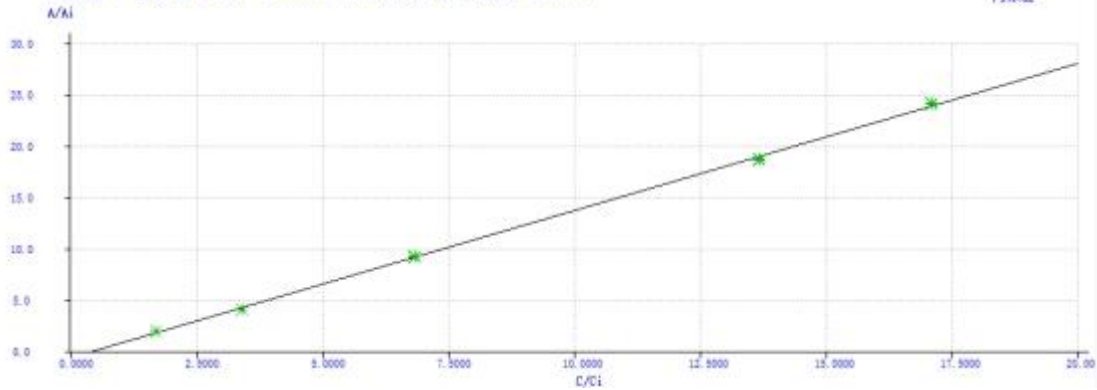
异丙醇：曲线方程： $A/A_i = -0.089603 + 1.475720 \cdot (C/C_i)$ ，相关系数：0.99056

内标法



己酸乙酯：曲线方程： $A/A_i = -0.1568880 + 1.435349 \cdot (C/C_i)$ ，相关系数：0.99954

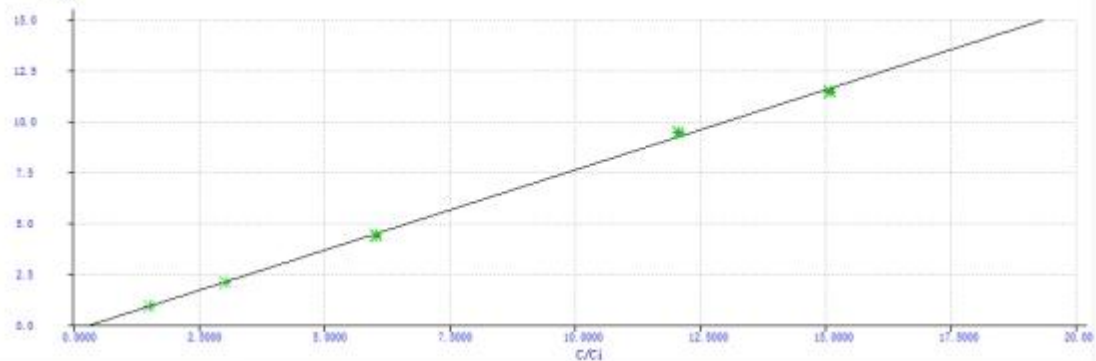
内标法



乳酸乙酯：曲线方程：A/Ai = -0.232083 + 0.798578*(C/Ci)，相关系数：0.99925

内标法

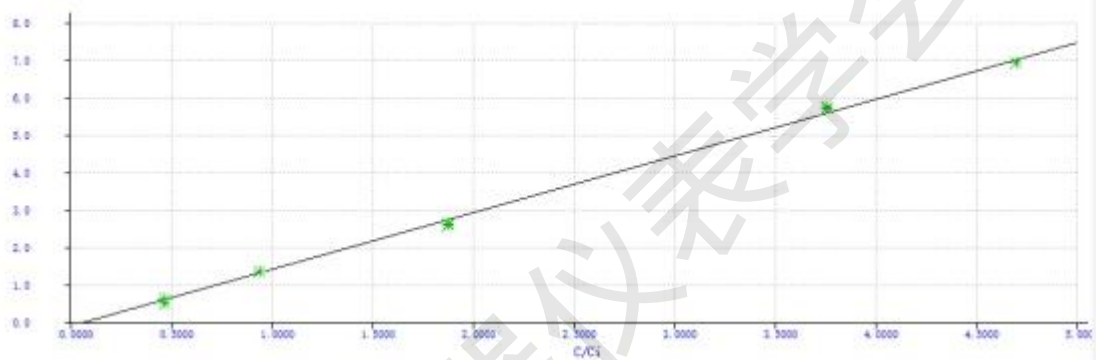
A/Ai



正己醇：曲线方程：A/Ai = -0.089980 + 1.516024*(C/Ci)，相关系数：0.99864

内标法

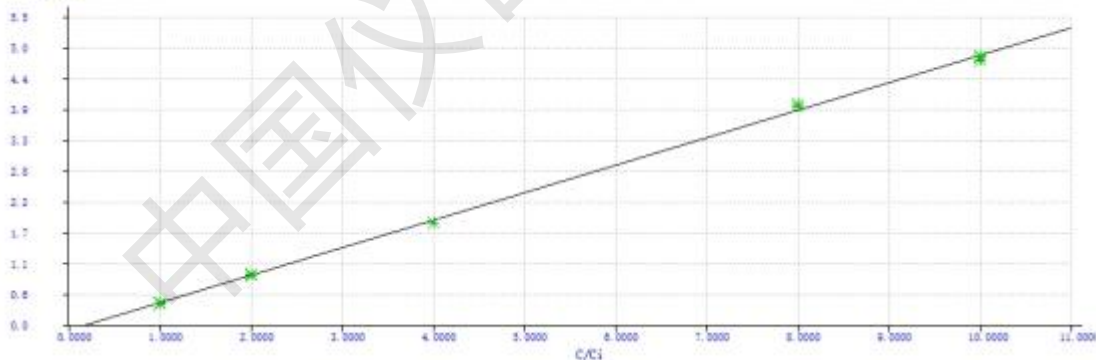
A/Ai

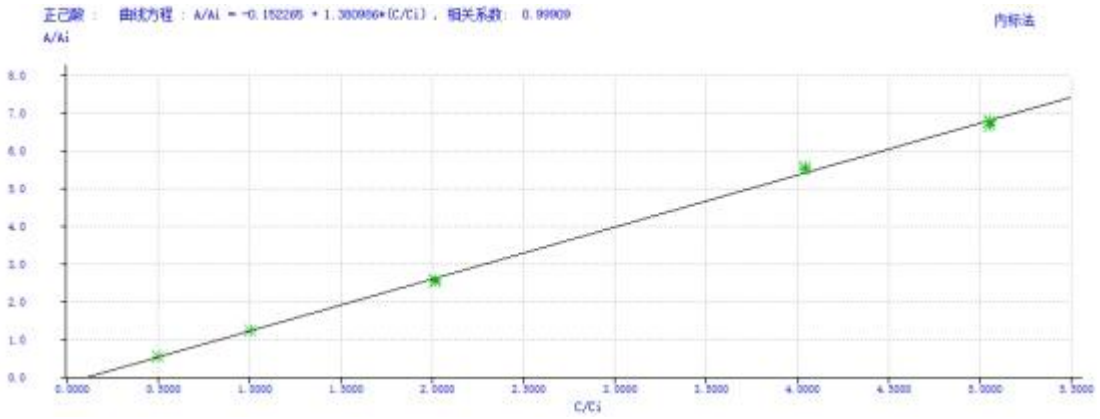


乙酸：曲线方程：A/Ai = -0.002612 + 0.492215*(C/Ci)，相关系数：0.99896

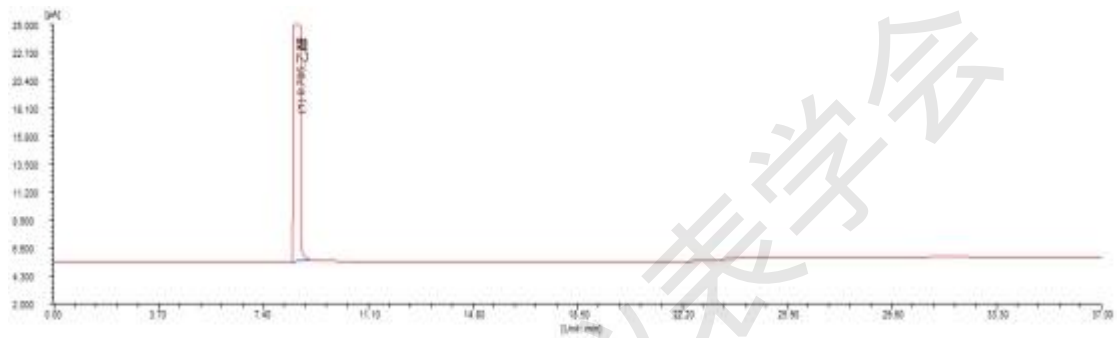
内标法

A/Ai





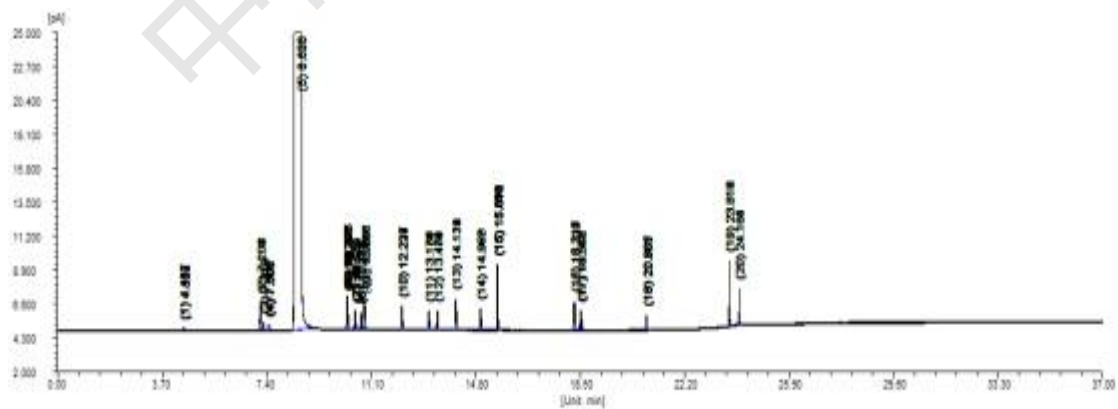
4.5 试剂空白谱图



峰序	组分名	保留时间 [min]	半峰宽 [min]	峰高 [fA]	峰面积 [fA*s]	峰面积 [%]	含量 [g/L]
1	乙醇	8.705	0.136	1875054.4	15499299.3	100.0000	
总计:				1875054.4	15499299.3	100.0000	0.0000

4.6 检出限谱图及结果

4.6.1 16种酯类、醇类和酸类标曲浓度点1七针重复性谱图



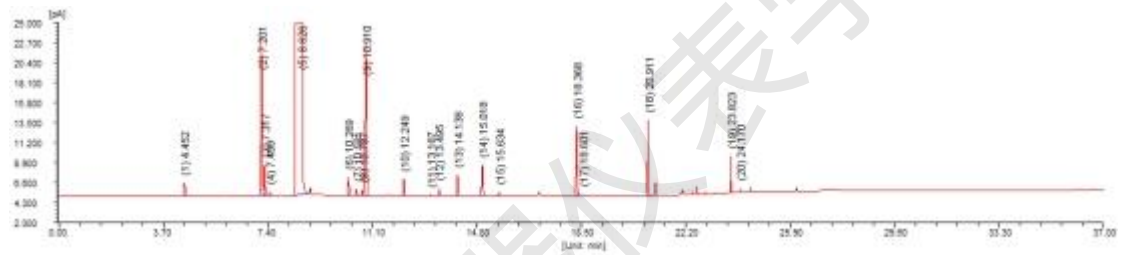
序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD %	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [g/L]	含量 RSD%	谱图数
1	乙醛	4.487	0.835	780.5	1.9966	136.0	12.237	0.0466	2.2306	7
2	乙酸乙酯	7.202	0.027	5466.6	0.7195	1932.5	1.4299	0.2568	0.2517	7
3	乙缩醛	7.318	0.027	1829.0	0.6512	565.1	2.7483	0.0966	0.5424	7
4	甲醇	7.505	0.026	1782.7	0.6744	373.8	7.6912	0.0946	0.5846	7
5	乙醇	8.634	0.027	14776805	0.8402	1832586	0.4415	-0.0034	-35.649	7
6	叔戊醇 (内标)	10.263	0.045	5962.9	0.6929	2214.1	4.5015		0	7
7	仲丁醇	10.573	0.047	3533.7	0.5875	1292.3	6.6321	0.1019	0.1622	7
8	丁酸乙酯	10.779	0.025	2850.1	0.5751	1182.5	0.7464	0.1014	0.3694	7
9	正丙醇	10.9	0.058	6880.9	0.5897	2188.3	10.657	0.2093	0.2763	7
10	异丁醇	12.225	0.035	3859.3	0.8363	1654.3	1.0249	0.1012	0.3001	7
11	戊酸乙酯	13.171	0.031	3260	0.8509	1337.0	0.9157	0.1061	0.1876	7
12	正丁醇	13.471	0.034	3281.4	0.8697	1361.8	0.8466	0.1066	0.2797	7
13	乙酸正戊酯 (内标)	14.119	0.034	5402.1	0.9487	2212.5	0.7339		0	7
14	异戊醇	14.992	0.04	3729.8	0.7689	1513.4	0.9451	0.097	0.2189	7
15	己酸乙酯	15.607	0.04	10977.9	0.9906	4484.7	0.6436	0.3624	0.1644	7
16	乳酸乙酯	18.323	0.051	5515.6	0.569	2023.0	1.2712	0.3186	0.3706	7
17	正己醇	18.555	0.054	3831.0	1.2109	1386.5	0.911	0.0966	0.5270	7
18	乙酸	20.895	0.033	2312.5	0.937	1063.7	1.4215	0.1981	0.7785	7
19	2-乙基丁酸 (内标)	23.815	0.009	5711.1	0.7526	4468.8	0.554		0	7
20	正己酸	24.163	0.009	3145.6	0.5516	2471.0	0.651	0.1018	0.4113	7

4.6.2 16种酯类、醇类和酸类检出限结果

序号	组分名	1[g/L]	2[g/L]	3[g/L]	4[g/L]	5[g/L]	6[g/L]	7[g/L]	检出限[g/L]
1	乙醛	0.0458	0.0468	0.0466	0.0457	0.0487	0.0468	0.0467	0.0031
2	乙酸乙酯	0.2568	0.2577	0.2575	0.2562	0.2566	0.2577	0.2559	0.0023
3	乙缩醛	0.0966	0.0975	0.0967	0.0961	0.0965	0.0975	0.0959	0.0020
4	甲醇	0.0945	0.0958	0.0941	0.0944	0.0943	0.0958	0.0944	0.0023
5	仲丁醇	0.1020	0.1021	0.1018	0.1016	0.1019	0.1021	0.1019	0.0006
6	丁酸乙酯	0.1013	0.1020	0.1017	0.1009	0.1016	0.1020	0.1011	0.0014

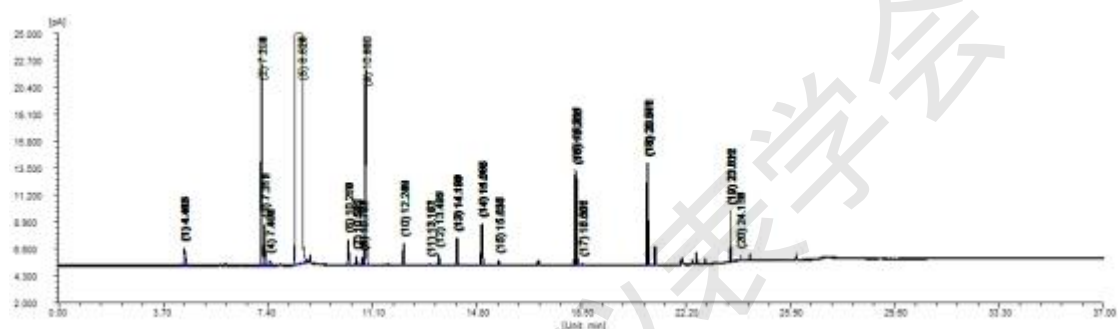
7	正丙醇	0.2089	0.2105	0.2090	0.2091	0.2091	0.2105	0.2097	0.0022
8	异丁醇	0.1011	0.1012	0.1006	0.1013	0.1013	0.1012	0.1017	0.0010
9	戊酸乙酯	0.1062	0.1065	0.1061	0.1059	0.1058	0.1065	0.1061	0.0008
10	正丁醇	0.1069	0.1064	0.1063	0.1066	0.1064	0.1064	0.1070	0.0009
11	异戊醇	0.0969	0.0969	0.0966	0.0969	0.0971	0.0969	0.0973	0.0007
12	己酸乙酯	0.3629	0.3623	0.3626	0.3629	0.3620	0.3623	0.3613	0.0018
13	乳酸乙酯	0.3192	0.3201	0.3194	0.3166	0.3184	0.3201	0.3176	0.0041
14	正己醇	0.0968	0.0962	0.0957	0.0971	0.0970	0.0962	0.0968	0.0016
15	乙酸	0.1997	0.1965	0.1994	0.1978	0.1979	0.1965	0.1959	0.0046
16	正己酸	0.1017	0.1010	0.1022	0.1020	0.1021	0.1010	0.1020	0.0016

4.7 酱香型白酒样品谱图及 6 针重复性分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[FA]	峰面积[FA*s]	峰面积[%]	含量[g/L]
1	乙醛	4.452	0.071	1490.9	6545.5	0.0481	0.3787
2	乙酸乙酯	7.201	0.042	18377.0	49641.0	0.3646	1.9961
3	乙缩醛	7.317	0.047	3535.0	10864.8	0.0798	0.5541
4	甲醇	7.499	0.076	481.0	2303.3	0.0169	0.1238
5	乙醇	8.626	0.127	1730754.4	13406626.3	98.4769	-0.0321
6	叔戊醇 (内标)	10.269	0.042	2190.8	5923.6	0.0435	
7	仲丁醇	10.581	0.043	767.7	2146.5	0.0158	0.0662
8	丁酸乙酯	10.787	0.038	698.7	1671.4	0.0123	0.0616
9	正丙醇	10.910	0.050	17712.7	56453.8	0.4147	1.5252
10	异丁醇	12.249	0.036	1895.4	4428.9	0.0325	0.1147
11	戊酸乙酯	13.187	0.038	134.2	325.1	0.0024	0.0223
12	正丁醇	13.495	0.038	938.1	2270.4	0.0167	0.0784
13	乙酸正戊酯 (内标)	14.138	0.038	2332.0	5718.0	0.0420	

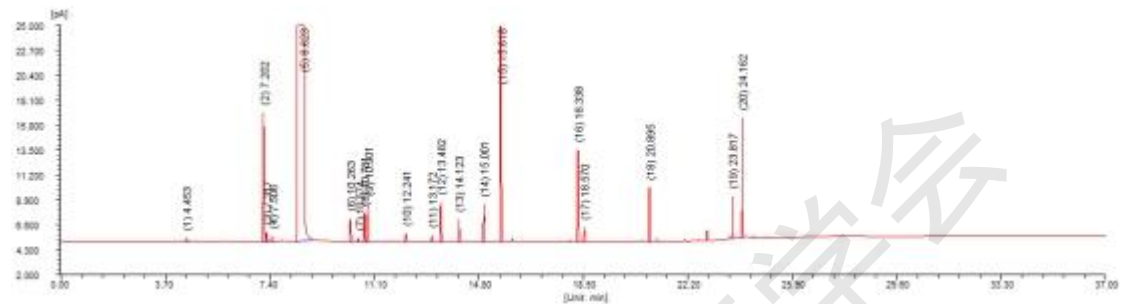
14	异戊醇	15.018	0.045	3529.0	10673.3	0.0784	0.2564
15	己酸乙酯	15.634	0.039	418.2	1048.7	0.0077	0.1048
16	乳酸乙酯	18.368	0.041	8044.8	21649.6	0.1590	1.0217
17	正己醇	18.601	0.044	184.2	534.0	0.0039	0.0238
18	乙酸	20.911	0.033	8766.2	19013.3	0.1397	1.4305
19	2-乙基丁酸 (内标)	23.823	0.019	4300.6	5530.3	0.0406	
20	正己酸	24.170	0.019	484.6	618.7	0.0045	0.0383
	总计:			1807035.6	13613989.6	100.0000	7.7645



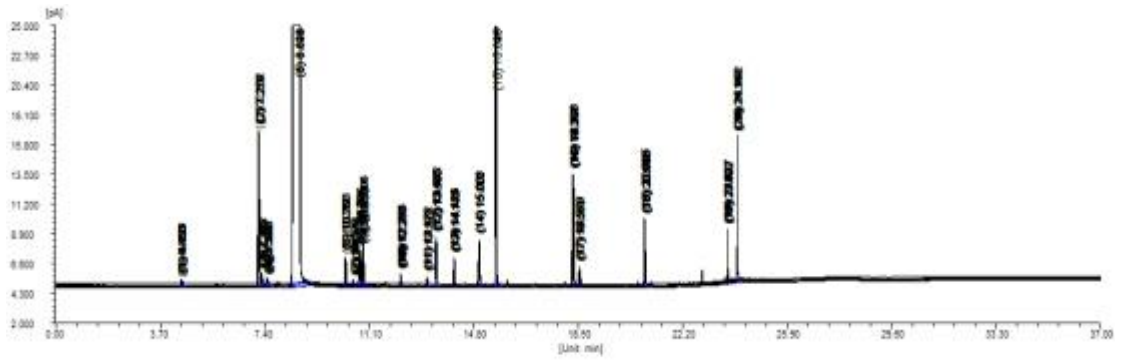
序号	组分名	平均时间 [min]	时间 RSD %	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [g/L]	含量 RSD%	谱图数
1	乙醛	4.451	0.065	6522.1	1.3593	1457.7	5.6529	0.3785	0.6007	6
2	乙酸乙酯	7.200	0.044	49567	0.7397	18340.2	0.6341	1.9992	0.1542	6
3	乙缩醛	7.316	0.044	10862.5	0.7391	3506.4	0.7963	0.5557	0.2293	6
4	甲醇	7.498	0.045	2298.5	0.701	476.7	2.4751	0.1235	0.5935	6
5	乙醇	8.623	0.047	13408316.0	0.7439	1734036.8	0.3428	-0.0322	-0.5931	6
6	叔戊醇 (内标)	10.264	0.056	5927.5	0.7455	2159.2	2.9484		0	6
7	仲丁醇	10.576	0.059	2142.3	0.7458	751.5	4.0386	0.066	0.2906	6
8	丁酸乙酯	10.781	0.066	1662.9	0.8433	693.8	0.8124	0.0615	0.1672	6
9	正丙醇	10.904	0.061	56333.1	0.6215	17264.7	7.2926	1.521	0.4701	6
10	异丁醇	12.240	0.079	4429.5	0.706	1887.9	0.8481	0.1147	0.1003	6
11	戊酸乙酯	13.176	0.094	325.9	1.1428	134.2	0.8438	0.0224	0.3251	6
12	正丁醇	13.483	0.098	2273.3	0.8689	941.5	0.8091	0.0784	0.2893	6
13	乙酸正戊酯 (内标)	14.126	0.104	5700.6	0.7835	2338.1	0.8456		0	6
14	异戊醇	15.003	0.115	10674.9	0.7921	3516.6	0.7212	0.2563	0.1155	6

15	己酸乙酯	15.618	0.119	1041.8	0.9162	417.3	1.2178	0.1047	0.0751	6
16	乳酸乙酯	18.344	0.151	21650.2	0.8379	8106.6	1.339	1.0247	0.3029	6
17	正己醇	18.575	0.159	540.7	1.5172	184.5	1.1287	0.0239	0.5789	6
18	乙酸	20.893	0.097	18978	0.8262	8721.5	1.0347	1.4377	0.7852	6
19	2-乙基丁酸（内标）	23.818	0.020	5491.7	0.607	4298.8	0.689		0	6
20	正己酸	24.167	0.014	612.1	2.7168	478.5	1.4008	0.0382	1.1487	6

4.8 浓香型白酒样品谱图及6针重复性分析结果

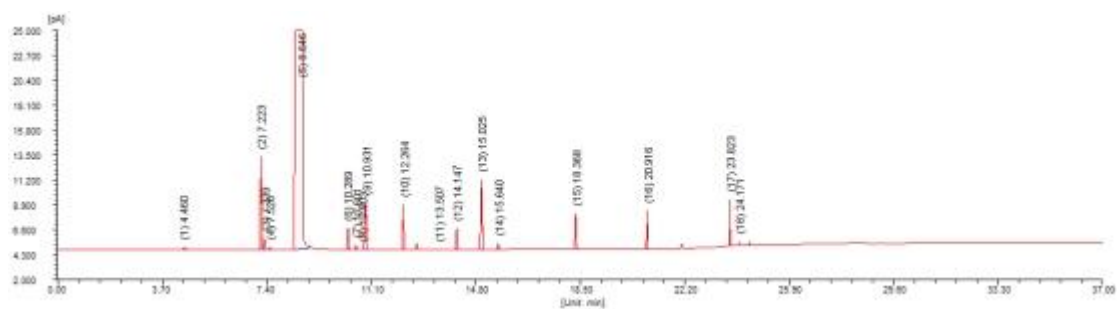


峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[g/L]
1	乙醛	4.453	0.081	357.8	1747.2	0.0130	0.1113
2	乙酸乙酯	7.202	0.042	11937.1	32418.7	0.2408	1.4551
3	乙缩醛	7.317	0.048	882.4	2764.7	0.0205	0.1547
4	甲醇	7.506	0.077	527.8	2497.7	0.0185	0.1376
5	乙醇	8.623	0.126	1722127.7	13258179.0	98.4655	-0.0288
6	叔戊醇（内标）	10.263	0.041	2174.0	5795.4	0.0430	
7	仲丁醇	10.574	0.043	350.4	955.4	0.0071	0.0356
8	丁酸乙酯	10.781	0.037	2708.2	6442.2	0.0478	0.2239
9	正丙醇	10.901	0.049	3572.7	11171.6	0.0830	0.3309
10	异丁醇	12.241	0.037	865.4	2027.5	0.0151	0.0611
11	戊酸乙酯	13.172	0.038	618.8	1529.8	0.0114	0.0591
12	正丁醇	13.482	0.037	3725.0	8862.1	0.0658	0.2722
13	乙酸正戊酯（内标）	14.123	0.038	2110.8	5149.2	0.0382	
14	异戊醇	15.001	0.042	3483.0	9828.6	0.0730	0.2420
15	己酸乙酯	15.618	0.038	24476.1	58945.6	0.4378	1.6744
16	乳酸乙酯	18.338	0.041	8584.1	23019.1	0.1710	1.1957
17	正己醇	18.570	0.043	1429.4	3970.2	0.0295	0.1022
18	乙酸	20.895	0.032	5098.6	10915.4	0.0811	0.8966
19	2-乙基丁酸（内标）	23.817	0.019	3979.4	5139.3	0.0382	
20	正己酸	24.162	0.018	11100.9	13433.2	0.0998	0.4006
			总计:	1810109.5	13464792.5	100.0000	7.3240

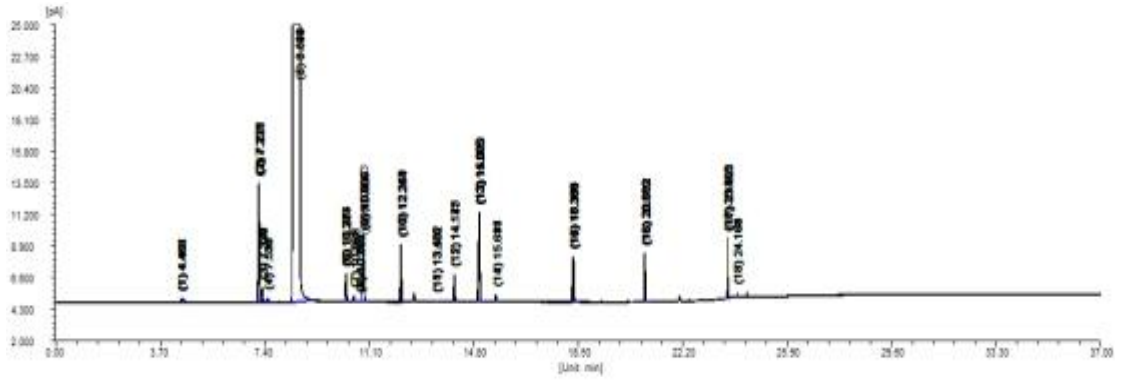


序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD %	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [g/L]	含量 RSD%	谱图数
1	乙醛	4.460	0.106	1766	0.9666	352	13.4009	0.112	1.0992	6
2	乙酸乙酯	7.212	0.117	32498.2	0.8153	11929.4	1.0318	1.4524	0.2802	6
3	乙缩醛	7.328	0.119	2754.6	1.0148	869.5	2.0101	0.1534	0.4901	6
4	甲醇	7.515	0.106	2530.8	2.0453	506.3	7.1236	0.1388	0.9845	6
5	乙醇	8.632	0.097	13267859	0.7701	1724440.4	0.538	-0.0299	-4.7872	6
6	叔戊醇 (内标)	10.274	0.096	5821.5	1.1485	2105.0	4.4491	0	0	6
7	仲丁醇	10.586	0.097	965.0	1.4502	335.9	7.5937	0.0357	0.9498	6
8	丁酸乙酯	10.79	0.074	6439.1	0.703	2701.5	0.7977	0.2229	0.3631	6
9	正丙醇	10.913	0.106	11242.4	0.9227	3317.6	11.5974	0.3314	0.6352	6
10	异丁醇	12.251	0.08	2037.6	1.2437	861.9	1.0556	0.0611	0.2189	6
11	戊酸乙酯	13.181	0.069	1517.4	1.1479	614.9	0.9157	0.0586	0.7122	6
12	正丁醇	13.492	0.071	8924.6	1.2111	3734.9	0.7794	0.2728	0.2726	6
13	乙酸正戊酯 (内标)	14.132	0.07	5171.6	0.9628	2110.8	0.8261	0	0	6
14	异戊醇	15.01	0.071	9875.7	1.1129	3515.5	1.1479	0.2421	0.1229	6
15	己酸乙酯	15.626	0.07	58962.2	0.8162	24430.4	1.0114	1.6679	0.2962	6
16	乳酸乙酯	18.347	0.078	23106	0.6453	8629.3	0.8061	1.1951	0.3673	6
17	正己醇	18.579	0.08	3998.6	0.9900	1441.1	0.8642	0.1025	0.3267	6
18	乙酸	20.900	0.048	10959.7	0.5832	5097.8	1.2836	0.9021	0.3399	6
19	2-乙基丁酸 (内标)	23.819	0.011	5127.4	0.4607	3995.7	0.5845	0	0	6
20	正己酸	24.165	0.008	13435.6	0.278	11100.4	0.2527	0.4015	0.2557	6

4.9 清香型白酒样品谱图及 6 针重复性分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[g/L]	
1	乙醛	4.460	0.139	259.0	1906.0	0.0138	0.1260	
2	乙酸乙酯	7.223	0.043	8657.0	24180.8	0.1748	1.1315	
3	乙缩醛	7.339	0.050	1100.0	3585.1	0.0259	0.2089	
4	甲醇	7.526	0.090	323.0	1810.6	0.0131	0.0966	
5	乙醇	8.646	0.129	1745692.7	13713698.7	99.1590	-0.0257	
6	叔戊醇 (内标)	10.289	0.047	1993.5	5934.2	0.0429		
7	仲丁醇	10.601	0.050	449.9	1420.8	0.0103	0.0471	
8	丁酸乙酯	10.803	0.038	76.8	178.2	0.0013	0.0182	
9	正丙醇	10.931	0.063	4406.0	17422.0	0.1260	0.4892	
10	异丁醇	12.264	0.037	4201.6	9939.8	0.0719	0.2397	
11	正丁醇	13.507	0.037	99.7	246.7	0.0018	0.0206	
12	乙酸正戊酯 (内标)	14.147	0.038	2033.0	4966.1	0.0359		
13	异戊醇	15.025	0.048	6551.0	20507.5	0.1483	0.4805	
14	己酸乙酯	15.640	0.039	574.1	1439.5	0.0104	0.1197	
15	乳酸乙酯	18.368	0.042	3324.8	9072.0	0.0656	0.5235	
16	乙酸	20.916	0.032	3599.1	7728.5	0.0559	0.6043	
17	2-乙基丁酸 (内标)	23.823	0.019	4348.6	5502.4	0.0398		
18	正己酸	24.171	0.020	363.3	469.6	0.0034	0.0344	
				总计:	1788053.2	13830009.2	100.0000	4.1146



序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD %	平均面积 [fA*s]	面积 RSD%	平均峰高 [fA]	峰高 RSD%	平均含量 [g/L]	含量 RSD%	谱图数
1	乙醛	4.458	0.135	1887.4	1.7424	266.5	3.7759	0.1257	1.0585	6
2	乙酸乙酯	7.218	0.116	24095.1	0.9291	8692.8	0.7788	1.1357	0.3123	6
3	乙缩醛	7.334	0.114	3563.9	0.9400	1104.6	0.9939	0.2092	0.3297	6
4	甲醇	7.521	0.106	1796.0	1.1297	333.3	2.7123	0.0967	0.8856	6
5	乙醇	8.641	0.097	13671615	0.6297	1757764.3	0.5205	-0.024	-6.2107	6
6	叔戊醇 (内标)	10.281	0.083	5883.2	1.0254	2041.8	2.3899	0	0	6
7	仲丁醇	10.593	0.081	1406.4	1.2031	461.4	2.8004	0.0471	0.3394	6
8	丁酸乙酯	10.795	0.082	183.5	3.062	77.7	1.3204	0.0184	1.1822	6
9	正丙醇	10.921	0.084	17337.1	0.854	4654.4	4.6397	0.4910	0.2116	6
10	异丁醇	12.255	0.091	9894	0.9292	4176.9	0.6674	0.2402	0.1397	5
11	正丁醇	13.496	0.074	243.6	2.7596	99.5	1.5035	0.0206	0.9456	6
12	乙酸正戊酯 (内标)	14.136	0.074	4930.2	1.1614	2012.1	1.0767	0	0	6
13	异戊醇	15.013	0.078	20361.2	0.9619	6529.9	0.9175	0.4812	0.1547	6
14	己酸乙酯	15.627	0.076	1420.5	1.8613	569.3	1.3319	0.1194	0.3254	6
15	乳酸乙酯	18.350	0.086	9028.3	0.9981	3318.4	1.0252	0.5246	0.3121	6
16	乙酸	20.905	0.053	7693.8	0.9993	3577.0	0.988	0.6000	0.6012	6
17	2-乙基丁酸 (内标)	23.820	0.014	5519.6	0.8464	4353.3	0.9223	0	0	6
18	正己酸	24.168	0.010	480.4	2.7153	355.1	1.3898	0.0347	1.1456	6

5 方法验证结果

序号	组分名	保留时间 [min]	时间 RSD%	面积 RSD%	相关系数 R ²	检出限 [g/L]
1	乙醛	4.471	0.789	2.8	0.999	0.0031
2	乙酸乙酯	7.201	0.076	2.2	0.999	0.0023
3	乙缩醛	7.318	0.071	1.7	0.999	0.0020
4	甲醇	7.505	0.073	0.99	0.999	0.0023
5	仲丁醇	8.634	0.074	0.55	0.998	0.0006
6	丁酸乙酯	10.579	0.040	0.89	0.999	0.0014
7	正丙醇	10.782	0.056	1.6	0.998	0.0022
8	异丁醇	10.908	0.036	1.0	0.998	0.0010
9	戊酸乙酯	12.229	0.052	0.80	0.999	0.0008
10	正丁醇	13.177	0.053	1.7	0.998	0.0009
11	异戊醇	13.477	0.053	0.71	0.998	0.0007
12	己酸乙酯	15.000	0.052	0.77	0.999	0.0018
13	乳酸乙酯	15.618	0.053	1.5	0.999	0.0041
14	正己醇	18.336	0.059	0.68	0.998	0.0016
15	乙酸	18.568	0.060	0.90	0.998	0.0046
16	正己酸	20.893	0.035	0.66	0.999	0.0016

从以上实验验证结果可以得出，该方法能够对不同白酒样品中 16 种酯类、醇类和酸类组分进行准确定量分析。