

顶空气相色谱法测定火龙果酒中的甲醇

李政

(广东省南方技师学院, 广东 韶关 512000)

摘要: 该文建立了一种用于测定火龙果酒中甲醇含量的顶空气相色谱法, 采用外标法定量。根据火龙果酒样品特点, 在 GB 5009.266-2016 的基础上调整优化气相色谱分离条件, 考察了顶空瓶加样体积、样品平衡温度、平衡时间对测定的影响, 筛选出最合适的顶空进样条件为: 加样体积 1mL; 平衡温度 80°C; 平衡时间 10min。对分析方法的线性、检出限、重复性、回收率进行验证, 结果表明: 该方法在甲醇浓度范围 42.21mg/L~844.20mg/L 内线性良好, $r=0.9999$; 检出限为 7.30 mg/L, 定量限为 24.36 mg/L; 重复测定 RSD 为 3.02%; 平均回收率为 100.14%。该方法与 GB 5009.266-2016 方法相比简便、高效, 可用于火龙果酒中甲醇含量的定量测定。

关键词: 顶空气相色谱; 外标法; 火龙果酒; 甲醇;

中图分类号: O657.7+1 **文献标识码:** A

Determination of Methanol in Huolong Fruit Wine by Headspace Gas Chromatography

LI Zheng

(Guangdong Southern Technician College, Shaoguan City, Guangdong Province, 512000)

Abstract: This article establishes a headspace gas chromatography method for the determination of methanol content in Huolong fruit wine, using external standard method for quantification. Based on the characteristics of Huolong fruit wine samples, the gas chromatography separation conditions were adjusted and optimized on the basis of GB 5009.266-2016. The effects of headspace bottle addition volume, sample equilibrium temperature, and equilibrium time on the determination were investigated. The most suitable headspace injection conditions were selected as follows: sample addition volume 1mL; Equilibrium temperature 80 °C; Balance time 10 minutes. The linearity, detection limit, repeatability, and recovery rate of the analysis method were verified. The results showed that the method had good linearity within the methanol concentration range of 42.21mg/L to 844.20mg/L, with $r=0.9999$; The detection limit is 7.30 mg/L, and the quantitative limit is 24.36 mg/L; The RSD for repeated measurements is 3.02%; The average

recovery rate is 100.14%. Compared with the GB 5009.266-2016 method, this method is simple and efficient, and can be used for the quantitative determination of methanol content in dragon fruit wine.

Keywords: Headspace gas chromatography; External standard method; Huolong Fruit Wine; Methanol;

火龙果原产于美洲，目前在华南地区广泛栽培，并形成了成熟的火龙果酒加工工艺^[1]，特别是红肉型火龙果酒具有一定的保健功能且营养价值十分丰富。果酒是以除葡萄以外的新鲜水果或果汁为原料，经全部或部分发酵酿制而成的发酵酒^[2]，发酵酿制的果酒一般会含有一定的甲醇，甲醇含量过高对人体中枢神经有抑制作用，尤其对视网膜神经系统毒性更大，因此，果酒中甲醇含量有明确的限量，火龙果酒中甲醇的测定对保证其质量意义重大。

根据 GB 5009.266-2016^[3]，果酒中甲醇含量测定采用蒸馏除去样品中不挥发性物质，加入内标叔戊醇，经气相色谱分离，氢火焰离子化检测器检测，利用内标法定量。这样操作比较复杂，前处理时间、分析时间均较长，工作效率比较低。

顶空气相色谱法将液体或固体样品中的挥发性组分收集后直接导入气相色谱仪进行分离和检测，这样可以免除冗长烦琐的样品前处理过程，避免有机溶剂带入的杂质对分析造成干扰，减少对色谱柱及进样口的污染。近年来，随着自动顶空进样器的国产化及随之而来的价格下降，顶空色谱技术以其简单实用的优点越来越广泛的应用于环境检测、酿酒业分析^[4]、食品、法庭科学、石油化工、包装材料、涂料及药物中有机残留溶剂检测^[5]等领域。

火龙果酒香气浓郁，其中含有大量挥发性酯类、有机酸类、醇类等挥发性有机物质^{[6][7]}，甲醇含量较低。本文采用顶空气相色谱法测定，外标法定量，在优化色谱分离条件的基础上，通过对气相色谱顶空进样多种条件进行筛选，从顶空瓶加样体积、样品的平衡温度、平衡时间三个方面进行考察，建立火龙果酒中甲醇测定的顶空气相色谱法。

1 材料与方法

1.1 仪器

GC-2010Plus 气相色谱仪，SPL 进样口，2mm 衬管和 FID 检测器，日本岛津公司；GC Labsolution 色谱工作站，日本岛津公司；HS-27A 自动顶空进样器（27 位进样瓶和 6 位保温槽），20mL 顶空进样瓶（带聚四氟乙烯样品瓶隔垫）；上海思达分析仪器有限公司；SK-WAX 毛细柱 30 m×0.25 mm×0.25 μm，日本岛津公司；PURELAB Flex 超纯水机，埃尔格公司；HYC-390 医用冷藏箱，青岛海尔特种电器有限公司；EL104 电子天平，梅特勒托利多公司；100-1000μL 移液枪，北京大龙。

1.2 试剂