

# 白酒中 23 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, 浙江省温岭市 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)

《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》(GB5009.266-2016)

《白酒质量标准 第 1 部分: 浓香型白酒》(GB/T1078.1-2021)

《白酒质量标准 第 9 部分: 芝麻香型白酒》(GB/T1078.9-2021)

## 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、丙酸、异丁酸、丁酸、异戊酸、戊酸、己酸、庚酸、辛酸标准物质纯度 $\geq 99\%$ 。

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 (2.1.1), 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 $\mu$ m

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、己酸乙酯、乳酸乙酯、正己醇、乙酸、丙酸、异丁酸、丁酸、异戊酸、戊酸、己酸、庚酸、辛酸单标准储备溶液: 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  |
| 丙酸   | 1.0202 | 101.00  |
| 异丁酸  | 0.9793 | 96.95   |
| 丁酸   | 0.9840 | 97.42   |
| 异戊酸  | 0.9429 | 93.35   |
| 戊酸   | 0.9585 | 94.89   |
| 己酸   | 0.9678 | 95.81   |
| 庚酸   | 0.9390 | 92.96   |
| 辛酸   | 0.7341 | 72.68   |

3.1.3 己酸乙酯标准储备溶液: 准确称取 0.3465g 己酸乙酯标准物质至 10 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、正己醇混合标准中间溶液: 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   |

3.1.5 乙酸、丙酸、异丁酸、丁酸、异戊酸、戊酸、己酸、庚酸、辛酸混合标准中间溶液: 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] |
|-----|--------|
| 乙酸  | 1.14   |
| 丙酸  | 0.33   |
| 异丁酸 | 0.33   |
| 丁酸  | 0.33   |
| 异戊酸 | 0.35   |
| 戊酸  | 0.35   |

|    |      |
|----|------|
| 己酸 | 0.66 |
| 庚酸 | 0.35 |
| 辛酸 | 0.45 |

3.1.6 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。

3.1.7 混合标准使用溶液的配制: 分别吸取 1.60mL(3.1.4)混合标准中间溶液、1.60mL(3.1.5)混合标准中间溶液、和 0.40mL (3.1.3) 己酸乙酯标准储备溶液于 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 (3.1.6)，充分摇匀。制成如下表浓度的标准使用溶液。各组分含量以下表中对应的内标物计。

| 序号 | 组分名  | 标曲点<br>3[g/L] | 内标物    |
|----|------|---------------|--------|
| 1  | 乙醛   | 0.2038        | 乙酸正戊酯  |
| 2  | 乙酸乙酯 | 1.0047        | 乙酸正戊酯  |
| 3  | 乙缩醛  | 0.3947        | 乙酸正戊酯  |
| 4  | 甲醇   | 0.3890        | 叔戊醇    |
| 5  | 仲丁醇  | 0.3985        | 叔戊醇    |
| 6  | 丁酸乙酯 | 0.3946        | 乙酸正戊酯  |
| 7  | 正丙醇  | 0.8016        | 叔戊醇    |
| 8  | 异丁醇  | 0.3873        | 叔戊醇    |
| 9  | 戊酸乙酯 | 0.4160        | 乙酸正戊酯  |
| 10 | 正丁醇  | 0.4087        | 叔戊醇    |
| 11 | 异戊醇  | 0.3769        | 叔戊醇    |
| 12 | 己酸乙酯 | 1.3721        | 乙酸正戊酯  |
| 13 | 乳酸乙酯 | 1.2086        | 乙酸正戊酯  |
| 14 | 正己醇  | 0.3758        | 叔戊醇    |
| 15 | 乙酸   | 0.8004        | 2-乙基丁酸 |
| 16 | 丙酸   | 0.2133        | 2-乙基丁酸 |

|    |     |        |        |
|----|-----|--------|--------|
| 17 | 异丁酸 | 0.2048 | 2-乙基丁酸 |
| 18 | 丁酸  | 0.2058 | 2-乙基丁酸 |
| 19 | 异戊酸 | 0.2091 | 2-乙基丁酸 |
| 20 | 戊酸  | 0.2126 | 2-乙基丁酸 |
| 21 | 己酸  | 0.4047 | 2-乙基丁酸 |
| 22 | 庚酸  | 0.2082 | 2-乙基丁酸 |
| 23 | 辛酸  | 0.2093 | 2-乙基丁酸 |

### 3.2 样品配制

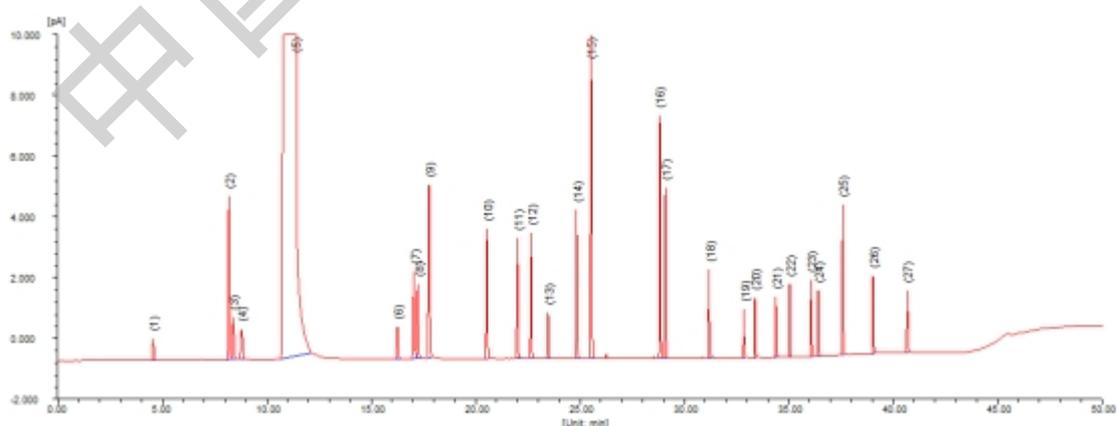
吸取白酒样品于 10mL 容量瓶，定容至刻度，加入 0.2mL 叔戊醇、乙酸正戊酯、2-乙基丁酸混合内标溶液（4.1.6），充分摇匀，待测。

## 4 测定

### 4.1 色谱条件

- (1) 进样口：250℃；
- (2) 柱温：初始 35℃，保持 10min，以 1℃/min 升到 40℃，以 6℃/min 升到 100℃，保持 1min，以 8℃/min 升到 200℃，保持 5min，以 15℃/min 升到 230℃，保持 5min；
- (3) 检测器：240℃；
- (4) 流量：0.50 mL/min
- (5) 分流比：60：1；
- (6) 进样量：0.4μL。

### 4.2 23 种酯类、醇类和酸类典型谱图

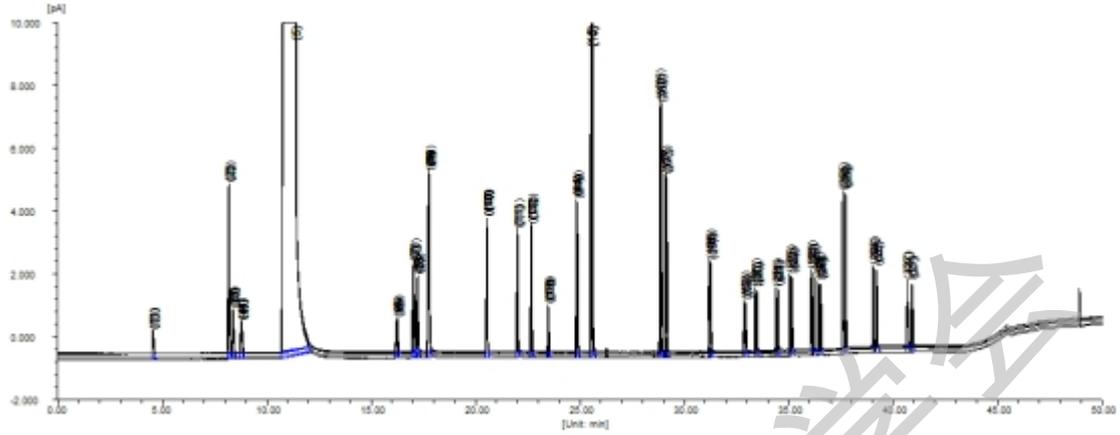


- 1.乙醛 2.乙酸乙酯 3.乙缩醛 4.甲醇 5.乙醇 6.叔戊醇（内标）7.仲丁醇 8.丁酸乙酯 9.正丙醇 10.异丁醇  
11.戊酸乙酯 12.正丁醇 13.乙酸正戊酯（内标） 14.异戊醇 15.己酸乙酯 16.乳酸乙酯 17.正己醇 18.乙酸

19.丙酸 20.异丁酸 21.丁酸 22.异戊酸 23.戊酸 24.2-乙基丁酸（内标） 25.己酸 26.庚酸 27.辛酸

### 4.3 重复性实验

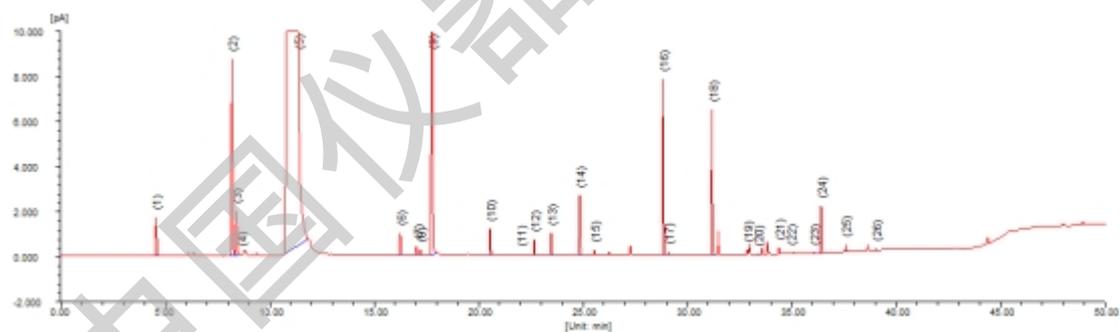
#### 4.3.1 23 种酯类、醇类和酸类标准溶液重复性谱图及结果



| 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            | 4.590     | 0.124  | 2944.1      | 1.7350 | 746.6     | 2.3677 | 0.1961    | 1.5535 | 6   |
| 2  | 乙酸乙酯          | 8.206     | 0.123  | 21705.8     | 0.6496 | 5360.7    | 1.0352 | 0.9685    | 0.2112 | 6   |
| 3  | 乙缩醛           | 8.415     | 0.118  | 6648.9      | 0.7703 | 1397.1    | 1.2141 | 0.3840    | 0.5530 | 6   |
| 4  | 甲醇            | 8.810     | 0.127  | 6662.7      | 0.7258 | 1014.0    | 1.5849 | 0.3842    | 0.5241 | 6   |
| 5  | 乙醇            | 11.395    | 0.107  | 14560290.0  | 0.3190 | 746116.1  | 0.7014 |           |        | 6   |
| 6  | 叔戊醇<br>(内标)   | 16.284    | 0.124  | 5838.1      | 0.6409 | 1067.0    | 1.2671 |           |        | 6   |
| 7  | 仲丁醇           | 17.069    | 0.091  | 13360.0     | 0.9971 | 2824.9    | 1.3007 | 0.3898    | 1.2695 | 6   |
| 8  | 丁酸乙酯          | 17.258    | 0.086  | 11141.3     | 3.3946 | 2388.4    | 1.9454 | 0.3767    | 3.2318 | 6   |
| 9  | 正丙醇           | 17.800    | 0.064  | 26500.8     | 0.5082 | 5769.1    | 1.1853 | 0.7800    | 0.2003 | 6   |
| 10 | 异丁醇           | 20.573    | 0.025  | 15338.6     | 0.3962 | 4288.7    | 0.9222 | 0.3784    | 0.3237 | 6   |
| 11 | 戊酸乙酯          | 22.036    | 0.050  | 13260       | 0.6883 | 3891.8    | 1.6493 | 0.3973    | 0.1364 | 6   |
| 12 | 正丁醇           | 22.696    | 0.064  | 13089.1     | 0.5191 | 4074.1    | 1.2345 | 0.3996    | 0.3227 | 6   |
| 13 | 乙酸正戊酯<br>(内标) | 23.511    | 0.078  | 4797.1      | 0.6484 | 1481.4    | 1.4498 |           |        | 6   |

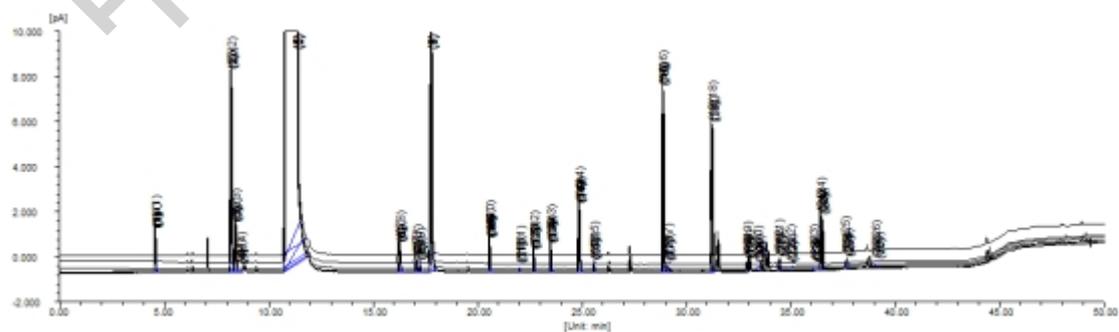
|    |            |        |       |         |        |         |        |        |        |   |
|----|------------|--------|-------|---------|--------|---------|--------|--------|--------|---|
| 14 | 异戊醇        | 24.873 | 0.106 | 15098.1 | 0.3709 | 4850.8  | 0.8751 | 0.3679 | 0.2972 | 6 |
| 15 | 己酸乙酯       | 25.575 | 0.123 | 45197.9 | 0.6820 | 13610.5 | 1.3820 | 1.2038 | 0.1324 | 6 |
| 16 | 乳酸乙酯       | 28.869 | 0.137 | 22883.8 | 0.4156 | 7975.2  | 1.2428 | 1.1575 | 0.4053 | 6 |
| 17 | 正己醇        | 29.132 | 0.141 | 15821.1 | 0.3940 | 5629.6  | 0.7966 | 0.3661 | 0.3268 | 6 |
| 18 | 乙酸         | 31.266 | 0.151 | 9518.4  | 0.9938 | 2923.2  | 1.5260 | 0.7646 | 1.0882 | 6 |
| 19 | 丙酸         | 32.939 | 0.161 | 4539.8  | 0.5632 | 1603.9  | 1.2123 | 0.2137 | 0.7310 | 6 |
| 20 | 异丁酸        | 33.465 | 0.165 | 5407.1  | 0.3324 | 1990.8  | 0.9097 | 0.2055 | 0.5201 | 6 |
| 21 | 丁酸         | 34.471 | 0.175 | 5509.2  | 0.4255 | 2017.1  | 0.5442 | 0.2060 | 0.6687 | 6 |
| 22 | 异戊酸        | 35.137 | 0.181 | 6515.1  | 0.4036 | 2422.3  | 1.0681 | 0.2097 | 0.6357 | 6 |
| 23 | 戊酸         | 36.162 | 0.192 | 6676.4  | 0.3172 | 2528.1  | 0.9224 | 0.2124 | 0.5713 | 6 |
| 24 | 2-乙基丁酸(内标) | 36.503 | 0.196 | 5629.4  | 0.5143 | 2148.4  | 1.3657 |        |        | 6 |
| 25 | 己酸         | 37.681 | 0.211 | 13160.7 | 0.6169 | 4988.4  | 1.0429 | 0.3835 | 0.6636 | 6 |
| 26 | 庚酸         | 39.145 | 0.249 | 7332.4  | 0.5756 | 2543.4  | 1.3970 | 0.2088 | 0.6962 | 6 |
| 27 | 辛酸         | 40.812 | 0.316 | 7550.9  | 0.7044 | 2062.7  | 1.4611 | 0.2092 | 0.9661 | 6 |

#### 4.3.2 酱香型白酒样品谱图及6针重复性分析结果



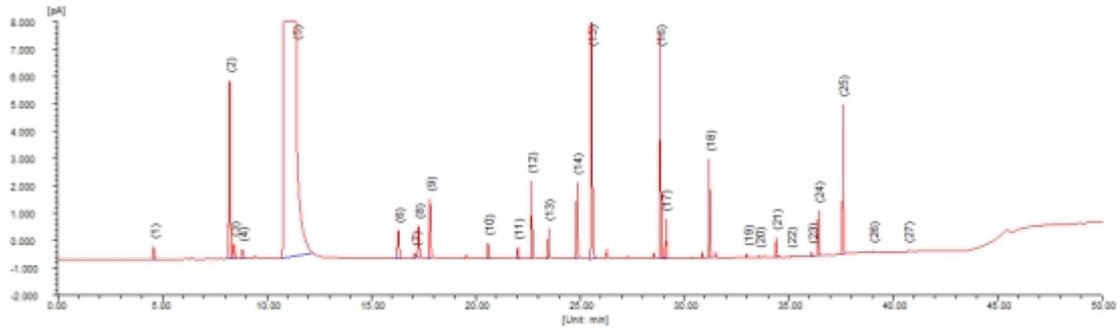
| 峰序 | 组分名     | 保留时间[min] | 半峰宽[min] | 峰高[fA]   | 峰面积[fA*s]  | 峰面积[%]  | 含量[g/L] |
|----|---------|-----------|----------|----------|------------|---------|---------|
| 1  | 乙醛      | 4.593     | 0.056    | 1682.7   | 5952.7     | 0.0444  | 0.6301  |
| 2  | 乙酸乙酯    | 8.222     | 0.061    | 8707.8   | 34808.8    | 0.2596  | 2.4627  |
| 3  | 乙缩醛     | 8.430     | 0.071    | 1958.8   | 9159.3     | 0.0683  | 0.8325  |
| 4  | 甲醇      | 8.669     | 0.061    | 57.7     | 215.8      | 0.0016  | 0.0137  |
| 5  | 乙醇      | 11.389    | 0.307    | 712862.9 | 13223663.6 | 98.6392 |         |
| 6  | 叔戊醇(内标) | 16.288    | 0.085    | 974.0    | 5375.3     | 0.0401  |         |

|    |             |        |       |          |            |          |        |
|----|-------------|--------|-------|----------|------------|----------|--------|
| 7  | 仲丁醇         | 17.072 | 0.076 | 403.3    | 1944.2     | 0.0145   | 0.0627 |
| 8  | 丁酸乙酯        | 17.263 | 0.073 | 223.8    | 1038.6     | 0.0077   | 0.0555 |
| 9  | 正丙醇         | 17.808 | 0.071 | 11119.9  | 52189.4    | 0.3893   | 1.7144 |
| 10 | 异丁醇         | 20.589 | 0.054 | 1175.4   | 4235.0     | 0.0316   | 0.1161 |
| 11 | 戊酸乙酯        | 22.029 | 0.051 | 63.2     | 204.2      | 0.0015   | 0.0098 |
| 12 | 正丁醇         | 22.697 | 0.048 | 684.2    | 2200.8     | 0.0164   | 0.0746 |
| 13 | 乙酸正戊酯 (内标)  | 23.505 | 0.048 | 966.9    | 3139.5     | 0.0234   |        |
| 14 | 异戊醇         | 24.865 | 0.052 | 2670.6   | 10421.0    | 0.0777   | 0.2825 |
| 15 | 己酸乙酯        | 25.560 | 0.050 | 225.6    | 759.3      | 0.0057   | 0.0352 |
| 16 | 乳酸乙酯        | 28.853 | 0.042 | 7818.6   | 22432.3    | 0.1673   | 1.8136 |
| 17 | 正己醇         | 29.111 | 0.044 | 177.4    | 519.2      | 0.0039   | 0.0134 |
| 18 | 乙酸          | 31.224 | 0.046 | 6448.1   | 19796.7    | 0.1477   | 1.7640 |
| 19 | 丙酸          | 32.909 | 0.038 | 211.2    | 497.7      | 0.0037   | 0.0247 |
| 20 | 异丁酸         | 33.434 | 0.045 | 54.5     | 197.2      | 0.0015   | 0.0079 |
| 21 | 丁酸          | 34.429 | 0.040 | 296.3    | 802.2      | 0.0060   | 0.0316 |
| 22 | 异戊酸         | 34.955 | 0.038 | 79.9     | 197.0      | 0.0015   | 0.0067 |
| 23 | 戊酸          | 36.107 | 0.041 | 54.0     | 160.5      | 0.0012   | 0.0054 |
| 24 | 2-乙基丁酸 (内标) | 36.439 | 0.038 | 2099.5   | 5354.2     | 0.0399   |        |
| 25 | 己酸          | 37.619 | 0.035 | 303.5    | 656.0      | 0.0049   | 0.0212 |
| 26 | 庚酸          | 39.064 | 0.044 | 60.1     | 172.2      | 0.0013   | 0.0052 |
|    |             |        | 总计:   | 761379.9 | 13406091.6 | 100.0000 | 9.9833 |



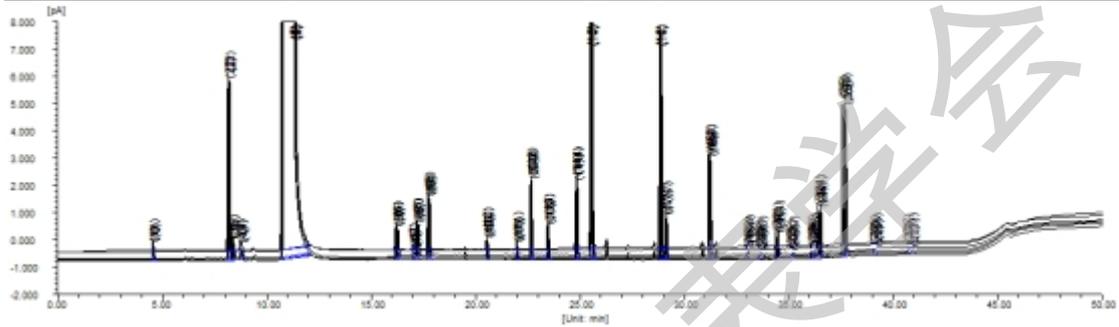
| 序号 | 组分名        | 平均时<br>间[min] | 时间<br>RSD% | 平均面积<br>[fA*s] | 面积<br>RSD% | 平均峰高<br>[fA] | 峰高<br>RSD% | 平均含<br>量[g/L] | 含量<br>RSD% | 谱图数 |
|----|------------|---------------|------------|----------------|------------|--------------|------------|---------------|------------|-----|
| 1  | 乙醛         | 4.599         | 0.240      | 5976.5         | 1.2313     | 1656.2       | 1.8855     | 0.6259        | 0.7946     | 6   |
| 2  | 乙酸乙酯       | 8.226         | 0.237      | 35107.8        | 0.9364     | 8701.3       | 0.5408     | 2.4575        | 0.1919     | 6   |
| 3  | 乙缩醛        | 8.434         | 0.242      | 9154.0         | 0.7057     | 1938.0       | 0.8007     | 0.8232        | 0.6751     | 6   |
| 4  | 甲醇         | 8.673         | 0.247      | 215.7          | 4.0310     | 57.3         | 2.1523     | 0.0135        | 4.6489     | 6   |
| 5  | 乙醇         | 11.393        | 0.239      | 13283340       | 0.7371     | 715586.5     | 0.3817     |               |            | 6   |
| 6  | 叔戊醇（内标）    | 16.306        | 0.177      | 5457.9         | 1.3128     | 989.5        | 2.0046     |               |            | 6   |
| 7  | 仲丁醇        | 17.089        | 0.146      | 1980.1         | 1.4850     | 406.4        | 1.1295     | 0.0629        | 1.0714     | 6   |
| 8  | 丁酸乙酯       | 17.278        | 0.142      | 1060.8         | 3.9232     | 230.1        | 2.1707     | 0.0561        | 3.9359     | 6   |
| 9  | 正丙醇        | 17.826        | 0.125      | 52910.9        | 1.2325     | 11132        | 0.9303     | 1.7118        | 0.1317     | 6   |
| 10 | 异丁醇        | 20.608        | 0.084      | 4331.4         | 1.6501     | 1193.2       | 1.4464     | 0.1169        | 0.4495     | 6   |
| 11 | 戊酸乙酯       | 22.051        | 0.084      | 199.9          | 4.9112     | 61.9         | 4.1501     | 0.0095        | 4.9553     | 6   |
| 12 | 正丁醇        | 22.719        | 0.088      | 2237.8         | 1.4772     | 696.2        | 1.7072     | 0.0747        | 0.5037     | 6   |
| 13 | 乙酸正戊酯（内标）  | 23.528        | 0.095      | 3173.1         | 0.9739     | 980.3        | 1.7858     |               |            | 6   |
| 14 | 异戊醇        | 24.892        | 0.115      | 10606.9        | 1.3486     | 2725.5       | 1.4589     | 0.2832        | 0.1958     | 6   |
| 15 | 己酸乙酯       | 25.591        | 0.131      | 771.5          | 1.6687     | 226.7        | 2.0443     | 0.0354        | 1.4927     | 6   |
| 16 | 乳酸乙酯       | 28.889        | 0.137      | 22735.9        | 1.2784     | 7895.2       | 1.2418     | 1.8187        | 0.4996     | 6   |
| 17 | 正己醇        | 29.148        | 0.141      | 525.6          | 1.4379     | 179.2        | 1.8698     | 0.0134        | 1.4039     | 6   |
| 18 | 乙酸         | 31.267        | 0.148      | 19526.4        | 1.3353     | 6326.4       | 1.3200     | 1.7028        | 1.8272     | 6   |
| 19 | 丙酸         | 32.957        | 0.154      | 533.9          | 3.9801     | 226.2        | 4.3426     | 0.0259        | 2.5725     | 6   |
| 20 | 异丁酸        | 33.483        | 0.156      | 217.3          | 5.2337     | 62.9         | 6.8653     | 0.0085        | 4.0656     | 6   |
| 21 | 丁酸         | 34.484        | 0.166      | 841.5          | 3.1603     | 313.5        | 3.3574     | 0.0324        | 1.8431     | 6   |
| 22 | 异戊酸        | 35.011        | 0.169      | 198.0          | 2.7176     | 80.2         | 1.2158     | 0.0066        | 3.0932     | 6   |
| 23 | 戊酸         | 36.171        | 0.18       | 171.3          | 7.7741     | 58.2         | 4.2345     | 0.0056        | 6.3413     | 6   |
| 24 | 2-乙基丁酸（内标） | 36.503        | 0.183      | 5471.6         | 1.5444     | 2148.8       | 1.7551     |               |            | 6   |
| 25 | 己酸         | 37.693        | 0.197      | 663.5          | 1.9310     | 253.8        | 9.6438     | 0.0210        | 2.7126     | 6   |
| 26 | 庚酸         | 39.154        | 0.233      | 175.5          | 2.6558     | 61.3         | 1.6959     | 0.0051        | 2.3540     | 6   |

### 4.3.3 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         | 4.615     | 0.065    | 462.7   | 1891.8     | 0.0141  | 0.1672  |
| 2  | 乙酸乙酯       | 8.251     | 0.063    | 6553.8  | 27107.5    | 0.2022  | 1.6014  |
| 3  | 乙缩醛        | 8.460     | 0.073    | 550.2   | 2650.2     | 0.0198  | 0.2011  |
| 4  | 甲醇         | 8.861     | 0.112    | 360.4   | 2546.0     | 0.0190  | 0.1527  |
| 5  | 乙醇         | 11.418    | 0.305    | 71624.5 | 13211997.1 | 98.5308 |         |
| 6  | 叔戊醇 (内标)   | 16.352    | 0.085    | 1037.1  | 5673.5     | 0.0423  |         |
| 7  | 仲丁醇        | 17.127    | 0.072    | 184.3   | 834.5      | 0.0062  | 0.0255  |
| 8  | 丁酸乙酯       | 17.318    | 0.070    | 1154.9  | 5243.1     | 0.0391  | 0.2341  |
| 9  | 正丙醇        | 17.856    | 0.073    | 2167.1  | 10430.7    | 0.0778  | 0.3246  |
| 10 | 异丁醇        | 20.628    | 0.055    | 562.3   | 2074.7     | 0.0155  | 0.0539  |
| 11 | 戊酸乙酯       | 22.054    | 0.052    | 391.6   | 1330.5     | 0.0099  | 0.0532  |
| 12 | 正丁醇        | 22.722    | 0.047    | 2811.7  | 8922.0     | 0.0665  | 0.2865  |
| 13 | 乙酸正戊酯 (内标) | 23.524    | 0.048    | 1088.6  | 3759.7     | 0.0280  |         |
| 14 | 异戊醇        | 24.880    | 0.049    | 2777.6  | 9917.0     | 0.0740  | 0.2547  |
| 15 | 己酸乙酯       | 25.577    | 0.049    | 15683.3 | 52570.6    | 0.3921  | 2.0351  |
| 16 | 乳酸乙酯       | 28.860    | 0.043    | 8254.3  | 23823.8    | 0.1777  | 1.6084  |
| 17 | 正己醇        | 29.118    | 0.042    | 1437.6  | 4084.5     | 0.0305  | 0.0999  |
| 18 | 乙酸         | 31.239    | 0.047    | 3622.6  | 11604.8    | 0.0865  | 1.2787  |
| 19 | 丙酸         | 33.038    | 0.066    | 148.9   | 583.8      | 0.0044  | 0.0358  |
| 20 | 异丁酸        | 33.622    | 0.040    | 70.0    | 188.5      | 0.0014  | 0.0093  |
| 21 | 丁酸         | 34.438    | 0.040    | 715.0   | 1985.4     | 0.0148  | 0.0967  |

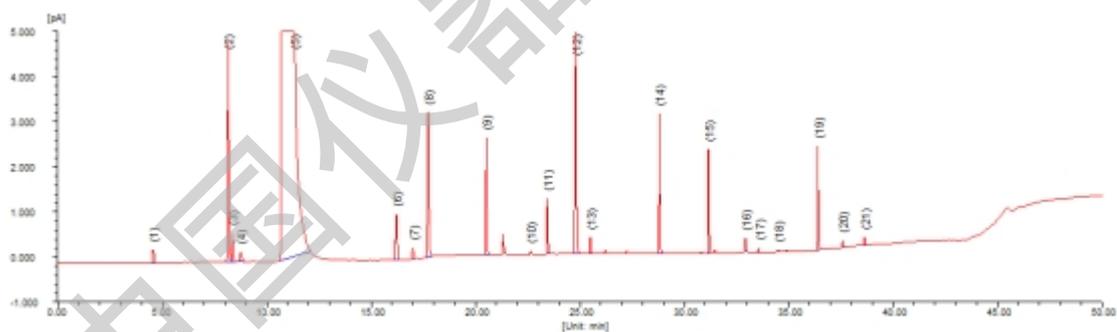
|    |             |        |       |          |            |          |        |
|----|-------------|--------|-------|----------|------------|----------|--------|
| 22 | 异戊酸         | 35.115 | 0.052 | 68.3     | 253.6      | 0.0019   | 0.0106 |
| 23 | 戊酸          | 36.118 | 0.041 | 174.8    | 495.2      | 0.0037   | 0.0205 |
| 24 | 2-乙基丁酸 (内标) | 36.451 | 0.038 | 1667.4   | 4329.9     | 0.0323   |        |
| 25 | 己酸          | 37.621 | 0.039 | 5498.5   | 14344.7    | 0.1070   | 0.5739 |
| 26 | 庚酸          | 39.087 | 0.043 | 66.3     | 188.9      | 0.0014   | 0.0070 |
| 27 | 辛酸          | 40.722 | 0.049 | 55.6     | 171.2      | 0.0013   | 0.0062 |
|    |             |        | 总计:   | 773807.4 | 13409003.0 | 100.0000 | 9.1371 |



| 序号 | 组分名        | 平均时<br>间[min] | 时间<br>RSD% | 平均面<br>积[fA*s] | 面积<br>RSD% | 平均峰<br>高[fA] | 峰高<br>RSD% | 平均含<br>量[g/L] | 含量<br>RSD% | 谱图数 |
|----|------------|---------------|------------|----------------|------------|--------------|------------|---------------|------------|-----|
| 1  | 乙醛         | 4.588         | 0.355      | 1827.9         | 2.2154     | 414.6        | 8.0383     | 0.1782        | 3.0223     | 6   |
| 2  | 乙酸乙酯       | 8.201         | 0.370      | 26328.5        | 2.1124     | 6469.8       | 2.0058     | 1.7155        | 3.2651     | 6   |
| 3  | 乙缩醛        | 8.410         | 0.366      | 2603.7         | 2.6597     | 529.9        | 2.8298     | 0.2180        | 3.9618     | 6   |
| 4  | 甲醇         | 8.809         | 0.361      | 2431.7         | 2.6121     | 344.9        | 3.8069     | 0.1498        | 1.0443     | 6   |
| 5  | 乙醇         | 11.351        | 0.363      | 1298972        | 1.2364     | 710532.      | 0.8789     |               |            | 6   |
| 6  | 叔戊醇 (内标)   | 16.276        | 0.280      | 5525.7         | 1.8936     | 992.1        | 3.1671     |               |            | 6   |
| 7  | 仲丁醇        | 17.06         | 0.234      | 795.6          | 2.8046     | 172.4        | 4.1493     | 0.0250        | 2.1473     | 6   |
| 8  | 丁酸乙酯       | 17.248        | 0.240      | 5092.8         | 1.6995     | 1096.6       | 3.2632     | 0.2508        | 3.3836     | 6   |
| 9  | 正丙醇        | 17.795        | 0.202      | 10132          | 1.832      | 2070.9       | 3.4547     | 0.3238        | 0.3046     | 6   |
| 10 | 异丁醇        | 20.588        | 0.131      | 1979.3         | 2.5044     | 541.6        | 2.6123     | 0.0528        | 1.2011     | 6   |
| 11 | 戊酸乙酯       | 22.026        | 0.116      | 1284.6         | 2.6134     | 373.4        | 3.4174     | 0.0567        | 3.0855     | 6   |
| 12 | 正丁醇        | 22.699        | 0.112      | 8723.7         | 1.6177     | 2716.7       | 2.4242     | 0.2876        | 0.4295     | 6   |
| 13 | 乙酸正戊酯 (内标) | 23.507        | 0.116      | 3413.4         | 5.1749     | 1040.8       | 2.9938     |               |            | 6   |

|    |            |        |       |         |        |         |        |        |        |   |
|----|------------|--------|-------|---------|--------|---------|--------|--------|--------|---|
| 14 | 异戊醇        | 24.874 | 0.127 | 9703.7  | 1.4571 | 2707    | 2.0067 | 0.2559 | 0.4735 | 6 |
| 15 | 己酸乙酯       | 25.573 | 0.144 | 50555.1 | 2.4432 | 15124.2 | 2.9532 | 2.1582 | 2.7944 | 6 |
| 16 | 乳酸乙酯       | 28.874 | 0.154 | 23308.3 | 1.6288 | 8118.3  | 2.2516 | 1.7359 | 3.6363 | 6 |
| 17 | 正己醇        | 29.135 | 0.158 | 4000.6  | 1.3756 | 1393.2  | 1.9733 | 0.1005 | 0.6521 | 6 |
| 18 | 乙酸         | 31.265 | 0.17  | 11315.2 | 1.7542 | 3530.8  | 1.9584 | 1.2829 | 0.2916 | 6 |
| 19 | 丙酸         | 33.072 | 0.183 | 566.4   | 2.1693 | 143     | 2.7852 | 0.0358 | 0.7197 | 6 |
| 20 | 异丁酸        | 33.661 | 0.193 | 182.3   | 3.5833 | 68.9    | 2.3543 | 0.0093 | 2.6542 | 6 |
| 21 | 丁酸         | 34.482 | 0.200 | 1932.7  | 2.235  | 690.2   | 2.8667 | 0.0969 | 0.8129 | 6 |
| 22 | 异戊酸        | 35.162 | 0.207 | 217.0   | 9.2500 | 60.4    | 7.3075 | 0.0093 | 7.4991 | 6 |
| 23 | 戊酸         | 36.173 | 0.221 | 474.5   | 3.4874 | 166.7   | 3.5054 | 0.0202 | 2.1624 | 6 |
| 24 | 2-乙基丁酸(内标) | 36.507 | 0.224 | 4208.0  | 1.8278 | 1602    | 2.9256 |        |        | 6 |
| 25 | 己酸         | 37.685 | 0.242 | 14090.2 | 1.3793 | 5325.8  | 2.4686 | 0.5801 | 0.6781 | 6 |
| 26 | 庚酸         | 39.170 | 0.288 | 184.2   | 5.1819 | 63.3    | 3.6421 | 0.0070 | 6.0736 | 6 |
| 27 | 辛酸         | 40.832 | 0.360 | 174.4   | 4.1493 | 52.9    | 4.7135 | 0.0065 | 3.8650 | 6 |

#### 4.3.4 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[<br>min] | 半峰宽<br>[min] | 峰高<br>[fA] | 峰面积<br>[fA*s] | 峰面积<br>[%] | 含量<br>[g/L] |
|----|------|---------------|--------------|------------|---------------|------------|-------------|
| 1  | 乙醛   | 4.574         | 0.094        | 298.4      | 1618.2        | 0.0120     | 0.1344      |
| 2  | 乙酸乙酯 | 8.176         | 0.061        | 4907.9     | 19546.4       | 0.1445     | 1.0848      |
| 3  | 乙缩醛  | 8.383         | 0.072        | 647.4      | 3125.0        | 0.0231     | 0.2228      |
| 4  | 甲醇   | 8.782         | 0.110        | 220.1      | 1508.0        | 0.0111     | 0.0906      |

|    |                    |        |       |              |            |              |        |
|----|--------------------|--------|-------|--------------|------------|--------------|--------|
| 5  | 乙醇                 | 11.328 | 0.304 | 720423<br>.3 | 13417104.5 | 99.1995      | 0.0000 |
| 6  | 叔戊醇<br>(内标)        | 16.252 | 0.086 | 1020.0       | 5664.7     | 0.0419       |        |
| 7  | 仲丁醇                | 17.038 | 0.075 | 256.7        | 1210.5     | 0.0089       | 0.0370 |
| 8  | 正丙醇                | 17.770 | 0.074 | 3225.6       | 15660.1    | 0.1158       | 0.4882 |
| 9  | 异丁醇                | 20.554 | 0.054 | 2601.6       | 9392.6     | 0.0694       | 0.2443 |
| 10 | 正丁醇                | 22.661 | 0.047 | 69.4         | 207.4      | 0.0015       | 0.0067 |
| 11 | 乙酸正<br>戊酯(内<br>标)  | 23.467 | 0.047 | 1250.9       | 4002.2     | 0.0296       |        |
| 12 | 异戊醇                | 24.827 | 0.053 | 4976.0       | 19655.5    | 0.1453       | 0.5057 |
| 13 | 己酸乙<br>酯           | 25.515 | 0.050 | 386.7        | 1299.7     | 0.0096       | 0.0473 |
| 14 | 乳酸乙<br>酯           | 28.815 | 0.043 | 3129.2       | 9069.6     | 0.0671       | 0.5752 |
| 15 | 乙酸                 | 31.207 | 0.048 | 2316.1       | 7624.8     | 0.0564       | 0.5979 |
| 16 | 丙酸                 | 32.974 | 0.060 | 317.1        | 1206.4     | 0.0089       | 0.0527 |
| 17 | 异丁酸                | 33.588 | 0.041 | 115.4        | 326.1      | 0.0024       | 0.0115 |
| 18 | 丁酸                 | 34.541 | 0.037 | 58.7         | 143.1      | 0.0011       | 0.0050 |
| 19 | 2-乙基<br>丁酸(内<br>标) | 36.423 | 0.039 | 2317.4       | 6084.2     | 0.0450       |        |
| 20 | 己酸                 | 37.614 | 0.042 | 167.9        | 468.4      | 0.0035       | 0.0133 |
| 21 | 庚酸                 | 38.656 | 0.041 | 174.0        | 456.6      | 0.0034       | 0.0120 |
|    |                    |        | 总计:   | 748879<br>.9 | 13525373.8 | 100.000<br>0 | 4.1292 |

| 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          | 4.566      | 0.203   | 1574.4       | 3.1245  | 309.628   | 2.9628  | 0.13379    | 2.0089  | 6   |
| 2  | 乙酸乙酯        | 8.159      | 0.187   | 18993.3      | 1.8774  | 4689.9    | 2.5227  | 1.0779     | 0.8662  | 6   |
| 3  | 乙缩醛         | 8.367      | 0.176   | 30267.2      | 1.9420  | 629.839   | 2.0396  | 0.2204     | 0.9905  | 6   |
| 4  | 甲醇          | 8.764      | 0.185   | 1472.0       | 1.5141  | 217.308   | 2.04    | 0.0896     | 1.5099  | 6   |
| 5  | 乙醇          | 11.303     | 0.191   | 132536       | 0.9950  | 7144.99   | 0.6214  |            |         | 6   |
| 6  | 叔戊醇<br>(内标) | 16.213     | 0.158   | 5594.7       | 1.1431  | 1006.1    | 1.3474  |            |         | 6   |
| 7  | 仲丁醇         | 17.002     | 0.144   | 1205.2       | 1.4238  | 252.864   | 1.331   | 0.0373     | 0.7896  | 6   |
| 8  | 正丙醇         | 17.73      | 0.130   | 15437.1      | 1.2691  | 3221.1    | 1.1202  | 0.4872     | 0.4137  | 6   |

|    |           |        |       |         |        |        |       |        |        |   |
|----|-----------|--------|-------|---------|--------|--------|-------|--------|--------|---|
|    |           | 9      |       | 7       |        |        | 0     |        |        |   |
| 9  | 异丁醇       | 20.534 | 0.116 | 923.71  | 1.2052 | 2542.9 | 1.727 | 0.2433 | 0.4011 | 6 |
| 10 | 正丁醇       | 22.650 | 0.122 | 221.0   | 4.9198 | 70.4   | 1.126 | 0.0072 | 5.8973 | 6 |
| 11 | 乙酸正戊酯(内标) | 23.461 | 0.127 | 391.35  | 1.4056 | 1206.9 | 2.175 |        |        | 6 |
| 12 | 异戊醇       | 24.826 | 0.142 | 193.413 | 1.1805 | 4852.5 | 1.879 | 0.5038 | 0.3488 | 6 |
| 13 | 己酸乙酯      | 25.517 | 0.159 | 128.60  | 1.7958 | 379.3  | 1.624 | 0.0478 | 1.5762 | 6 |
| 14 | 乳酸乙酯      | 28.824 | 0.161 | 891.27  | 1.3513 | 3060.6 | 1.448 | 0.5781 | 0.4991 | 6 |
| 15 | 乙酸        | 31.222 | 0.171 | 740.97  | 1.9844 | 2249.7 | 2.001 | 0.5944 | 0.5335 | 6 |
| 16 | 丙酸        | 32.991 | 0.182 | 120.70  | 2.2249 | 316.3  | 2.923 | 0.0539 | 1.7611 | 6 |
| 17 | 异丁酸       | 33.607 | 0.186 | 307.1   | 4.5939 | 111.1  | 2.632 | 0.0119 | 4.1523 | 6 |
| 18 | 丁酸        | 34.    | 0.192 | 131     | 6.141  | 55.3   | 4.9   | 0.004  | 4.905  | 6 |

|    |                    |                |       |     |       |       |     |       |       |   |
|----|--------------------|----------------|-------|-----|-------|-------|-----|-------|-------|---|
|    |                    | 56             |       | .7  | 9     |       | 75  | 7     | 4     |   |
|    |                    |                |       |     |       |       | 7   |       |       |   |
| 19 | 2-乙基<br>丁酸(内<br>标) | 36.<br>44<br>8 | 0.214 | 594 | 1.513 | 2258. | 1.7 |       |       | 6 |
|    |                    |                |       | 6.4 | 9     | 9     | 67  |       |       |   |
|    |                    |                |       |     |       |       | 0   |       |       |   |
| 20 | 己酸                 | 37.<br>64<br>3 | 0.228 | 438 | 4.688 | 155.4 | 4.3 | 0.012 | 3.686 | 6 |
|    |                    |                |       | .1  | 7     |       | 27  | 8     | 2     |   |
|    |                    |                |       |     |       |       | 9   |       |       |   |
| 21 | 庚酸                 | 38.<br>68<br>7 | 0.255 | 460 | 1.910 | 173.3 | 1.3 | 0.012 | 1.871 | 6 |
|    |                    |                |       | .3  | 2     |       | 94  | 4     | 0     |   |
|    |                    |                |       |     |       |       | 3   |       |       |   |

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 23 种酯类、醇类和酸类组分同时进行准确定量分析。由于白酒的生产过程通常包括发酵、蒸馏和混合，不同的原材料、微生物以及生产工艺，造成白酒的成分非常复杂，同时白酒中含有高含量的水，当测定其酯类、醇类、醛类、酸类以及其他痕量风味物质的含量时，会出现重复性差、分离度达不到要求以及峰形严重畸变的情况，进而影响各组分的准确定量。本方法参考《白酒分析方法》（GB/T 10345-201X）（征求意见稿）、《食品安全国家标准 食品中甲醇的测定》（GB5009.266-2016）《白酒质量标准 第 1 部分：浓香型白酒》（GB/T1078.1-2021）和《白酒质量标准 第 9 部分：芝麻香型白酒》（GB/T1078.9-2021）的检测方法，通过方法优化、验证很好地解决了上述问题。该方法简单、检测速度快、重现性良好、峰形尖锐、分离度好，并且能对不同白酒样品中 23 种酯类、醇类和酸类组分同时进行准确定量分析，大大提高了检测效率。