DOI:10.13652/j.spjx.1003.5788.2023.80024 [文章编号] 1003-5788(2023)10-0062-07

直接进样气相色谱法测定白酒中 17 种醛类物质

Determination of 17 aldehydes in Baijiu (Chinese liquor) by direct injection gas chromatography

罗 玥[1,2] 钟慈平[1,2] 黄 萍[1,2]

LUO Yue[1,2] *ZHONG Ciping*[1,2] *HUANG Ping*[1,2]

陈燕梅[3] 唐 静[1,2] 余晓琴[1,2]

CHEN Yanmei[3] *TANG Jing*[1,2] *YU Xiaoqin*[1,2]

(1. 四川省食品检验研究院,四川 成都 610000;2. 国家市场监管重点实验室〔白酒监管技术〕,四川 成都 610000;3. 成都大学,四川 成都 610000)

(1. *Sichuan Institute of Food Inspection*, *Chengdu*, *Sichuan* 610000, *China*; 2. *Key Laboratory of Baijiu Supervising Technology for State Market Regulation*, *Chengdu*, *Sichuan* 610000, *China*; 3. *Chengdu University*, *Chengdu*, *Sichuan* 610000, *China*)

摘要:目的:探究白酒中醛类物质含量情况。**方法:**建立白酒中 17 种醛类物质测定方法,并运用统计学方法进行性能指标研究。**结果:**经过统计学分析确定白酒中 17 种醛类物质检出限为 0.7~5.9 mg/L,定量限为 1.9~14.6 mg/L,在 0.6~320.0 mg/L 质量浓度范围内通过标准曲线质量检验,线性关系满足要求,加标回收率为 73%~114%,实验室内变异系数≤11%,正确度偏差范围为-18.7%~8.0%。**结论:**该方法可用于白酒中多种醛类物质测定。

关键词:白酒;气相;醛类物质;性能指标

Abstract: Objective: To explore the content of aldehydes in Baijiu. **Methods:** A method for the determination of 17 aldehydes in Baijiu was established, and the methodological performance indexes were studied using statistics. **Results:** Through statistical analysis, the detection limit of 17 aldehydes in Baijiu was determined to be 0.7~5.9 mg/L, the limit of quantification was 1.9~14.6 mg/L, which passes the quality inspection of the calibration curve within the range of 0.6~320.0 mg/L, and the linear relationship meets the requirements. The recovery rate of intermediate standard addition in Baijiu was 73%~114%, the coefficient of variation in the laboratory was ≤11%, and the accuracy deviation range was -18.7%~8.0%. **Conclusion:** The method can be used for the determination of various aldehydes in Baijiu.

Keywords: Baijiu; liquor gas phase; aldehydes; performance index

白酒中的醛类化合物主要有甲醛、乙醛、正丙醛、正丁醛、异丁醛、异戊醛、正己醛、苯甲醛、苯乙醛、丙烯醛、糠醛、乙缩醛等[1-5]。司波等利用高效液相色谱法测定白酒中的丙烯醛、丙酮醛、巴豆醛、5-羟甲基糠醛、甲醛和乙醛[6],利用气相色谱衍生法测定白酒中 13 种醛类物质[7];鲍忠定等[8]利用气相色谱质谱法测定绍兴酒中的异戊醛、糠醛、苯甲醛;徐志飞等[9]利用气相色谱质谱联用法测定白酒中的壬醛和癸醛。白酒中的醛类物质既是风味物质,有呈香的作用,同时有些醛类物质也是有害物质。研究表明,白酒中的甲醛、乙醛、巴豆醛(又叫丁烯醛)、丙烯醛、异丁醛、糠醛这类小分子活性羰基化合物对人体健康有害[10-13],且与癌症、神经退行性疾病、糖尿病并发症、阿尔茨海默症、衰老、动脉粥样硬化等多种疾病密切相关[14]。

因此,研究拟收集白酒中可能含有的所有醛类化合物,建立一种简单快速测定白酒中 17 种醛类物质(包括乙醛、乙缩醛、异丁醛、丁醛、异戊醛、苯乙醛、苯甲醛、戊醛、丁烯醛、正己醛、庚醛、辛醛、壬醛、癸醛、十一醛、十二

基金项目:四川省科技计划项目(编号:2023YFS0398);四川省市场监督管理局科技计划项目(编号:SCSJS2023015);四川省食品检验研究院院立科研项目(编号:SFIK-YL-2022-09)

作者简介:罗玥,女,四川省食品检验研究院高级工程师,硕士。

通信作者:余晓琴(1979—),女,四川省食品检验研究院正高级工程师,博士。E-mail:544432261@qq.com

收稿日期:2023-01-11 **改回日期:**2023-06-01

醛、十四醛)的气相色谱直接测定法,利用统计学对该方法进行性能指标分析,测定80种白酒中醛类物质含量并进行风险评估,为白酒中有害醛类物质制定检测方法和限量提供依据,为食品安全监管提供有力的数据支撑。

1　材料与方法

1.1　材料与仪器

1.1.1　材料与试剂

白酒:包括红星二锅头、绵竹大曲、江津原浆、高粱酒、郎酒、水井坊等80种白酒,市售;

乙醇:色谱纯,成都市科隆化学品有限公司;

乙醛:1 000.0 μg/mL,北京曼哈格生物科技有限公司;

丁醛、异戊醛、戊醛、丁烯醛、正己醛、庚醛、辛醛、壬醛、癸醛、十一醛、十二醛、十四醛:纯度≥95%,上海阿拉丁生化科技股份有限公司;

异丁醛:≥97%,北京坛墨质检科技有限公司;

苯乙醛:98.8%,天津阿尔塔科技有限公司;

苯甲醛:99.8%,上海安谱实验科技股份有限公司;

叔戊醇:99.4%,广州佳途科技股份有限公司;

Agilent DB-WAX毛细管色谱柱(60 m×0.25 mm,0.25 μm)、Agilent DB-624毛细管色谱柱(30 m×0.32 mm,1.80 μm):安捷伦科技有限公司。

1.1.2　主要仪器设备

气相色谱仪:GC2010plus型,日本岛津公司;

超纯水系统:GenPure UV-TOC/UF×CAD plus型,赛默飞世尔科技公司;

电子天平:XSE105型,梅特勒—托利多科技(中国)有限公司;

涡旋混匀器:541-10000-00-3型,南京海道夫科学仪器有限公司。

1.2　方法

1.2.1　标准溶液配制

(1)醛类物质标准混合溶液配制:准确称取15种醛类物质标准品约6 mg、乙缩醛标准品40 mg于10 mL容量瓶,用60%乙醇定容,得到质量浓度约为600～4 000 mg/L的醛类物质标准储备溶液;准确吸取醛类标准储备溶液1 mL及质量浓度为1 000 mg/L的乙醛标准储备液3 mL于10 mL容量瓶,用60%乙醇定容,得到质量浓度范围为60～400 mg/L的醛类物质标准混合使用液。

(2)叔戊醇内标配制:精密称取叔戊醇标准物质1.6 g于100 mL容量瓶,用60%乙醇定容,得到质量浓度为16 g/L的叔戊醇标准储备液。取质量浓度为16 g/L的叔戊醇标准储备液0.5 mL于10 mL容量瓶,用60%乙醇定容,得到质量浓度为0.8 g/L的叔戊醇标准使用液。

(3)标准曲线:分别取质量浓度为60～400 mg/L的醛类物质标准混合使用液10,20,50,100,200,400,600,800 μL,用60%乙醇定容至1 mL,加入100 μL质量浓度为0.8 g/L的叔戊醇内标,混匀后上机测定。

1.2.2　样品前处理

准确移取混匀后的白酒样品1 mL于进样小瓶中,加入100 μL质量浓度为0.8 g/L的叔戊醇内标,混匀后上机测定。

1.2.3　色谱条件

色谱柱为Agilent DB-WAX(60 m×0.25 mm,0.25 μm);进样口温度220 ℃,进样量1.0 μL,分流比30∶1;载气流速1.0 mL/min;FID检测器温度250 ℃;程序升温:33 ℃保持8.88 min,以10 ℃/min升至60 ℃,保持2 min,以15 ℃/min升至130 ℃,保持1 min,以10 ℃/min升至250 ℃,保持5 min;内标法定量。

1.2.4　检出限和定量限

分别取质量浓度为60～400 mg/L的醛类物质标准混合使用液10,20,30,50,60,150 μL,用60%乙醇定容至1 mL,分别加入100 μL质量浓度为0.8 g/L的叔戊醇内标,混匀后上机测定,独立重复测定6次,结果用于t检验,判断测定值与理论值是否有显著性差异。

1.2.5　回收率

分别取醛类物质标准混合使用液0.30,1.00,1.50 mL于10 mL容量瓶中,用含醛类物质较小的白酒样品定容,独立重复测定6次,得到各醛类物质的加标回收率。

1.2.6　数据处理

采用岛津Labsolution工作站处理醛类物质保留时间、峰面积、信噪比、标准曲线等,采用Excel软件进行统计学数据处理。

2　结果与分析

2.1　色谱柱及色谱条件优化

由图1～图4可知,色谱柱DB-624在白酒样品中存在乙醛分不开的情况,而色谱柱DB-WAX在白酒样品中

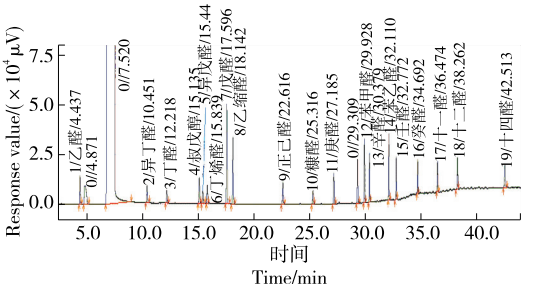

图1　色谱柱DB-624测定17种醛类物质出峰顺序图谱

Figure 1　Determination of peak sequence chromatograms of 17 aldehydes by chromatographic column DB-624

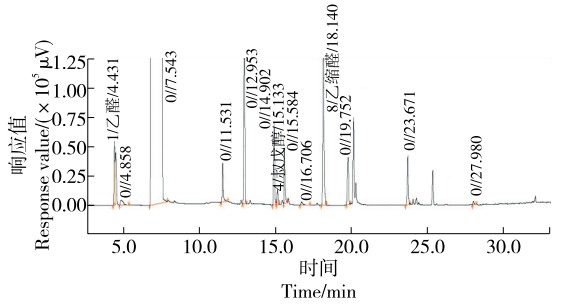

图 2　色谱柱 DB-624 测定白酒中 17 种醛类物质图谱

Figure 2　Determination of 17 aldehydes in Baijiu by chromatographic column DB-624

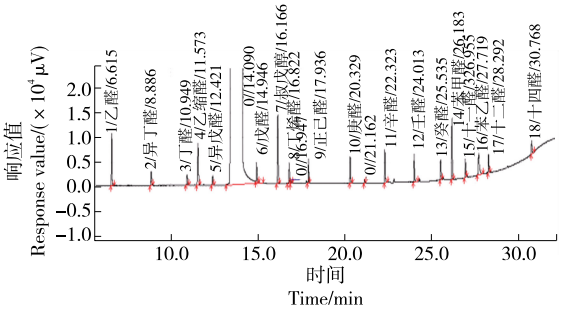

图 3　色谱柱 DB-WAX 测定 17 种醛类物质出峰顺序

Figure 3　Determination of peak sequence chromatograms of 17 aldehydes by chromatographic column DB-WAX

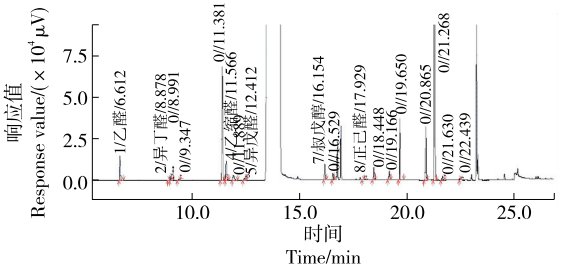

图 4　色谱柱 DB-WAX 测定白酒中 17 种醛类物质图谱

Figure 4　Determination of 17 aldehydes in Baijiu by chromatographic column DB-WAX

乙醛能较好地与其他成分分离，因此选择色谱柱 Agilent DB-WAX (60 m×0.25 mm，0.25 μm)测定白酒中 17 种醛类物质。

2.2　方法学性能指标验证

2.2.1　标准曲线质量检验　按照 GB 17378.2—2007 对 17 种醛类物质标准曲线系列浓度各点测定值进行回归直线统计检验，根据标准计算容许值 M，$M \leqslant 1.5$ 表示标准曲线通过统计学检验，否则应补测该浓度点，直到满意。由表 1 可知，17 种醛类物质线性浓度范围为 0.6～320.0 mg/L，线性相关系数良好，相关系数均在0.999以上，M 值均小于 1.5。

表 1　17 种醛类物质线性范围及线性回归方程表

Table 1　Table of linear range and linear regression equation of 17 aldehydes

化合物名称	线性范围/(mg·L^{-1})	回归方程	相关系数
乙醛	3～240	Y=0.006 1X−0.010 9	0.999 87
异丁醛	1～80	Y=0.007 2X−0.003 8	0.999 91
丁醛	0.6～53.0	Y=0.007 7X+0.001 0	0.999 92
乙缩醛	4～320	Y=0.005 6X−0.009 9	0.999 91
异戊醛	0.6～53.0	Y=0.007 8X−0.000 94	0.999 95
戊醛	0.9～74.0	Y=0.008 9X−0.003 7	0.999 96
丁烯醛	0.8～70.0	Y=0.008 8X−0.000 35	0.999 98
正己醛	1～80	Y=0.008 4X−0.002 7	0.999 98
庚醛	1～84	Y=0.01X−0.000 92	0.999 99
辛醛	1～108	Y=0.009 8X−0.015	0.999 64
壬醛	1～108	Y=0.008 2X−0.005 6	0.999 94
癸醛	0.8～68.0	Y=0.009 7X−0.006 8	0.999 90
苯甲醛	1.6～130.0	Y=0.014X−0.011	0.999 85
十一醛	0.8～69.0	Y=0.009 2X−0.003 4	0.999 95
苯乙醛	1.7～136.0	Y=0.011X−0.011	0.999 98
十二醛	0.8～69.0	Y=0.009 4X−0.005 4	0.999 90
十四醛	2～60	Y=0.005 7X−0.000 1	0.999 97

2.2.2　定量限　分别对 S20、S30、S50、S60、S150 浓度点进行 t 检验，得到 3 倍检出限 S30 结果见表 2，前 15 种醛类物质测定值与理论值均无显著性差异，但十二醛和十四醛有显著性差异。对 S50 进行 t 检验计算，结果均无显著性差异，因此确定 17 种醛类物质定量限范围为1.9～14.6 mg/L(表 3)。

2.2.3　检出限　采用信噪比法、逐步稀释法和目视评估法 3 种较简单的方式综合评价计算 17 种醛类物质测定方法的检出限，结果见表 3。由表 3 可知，17 种醛类物质的检出限为 0.7～5.9 mg/L。

2.2.4　回收率及精密度　分别取 17 种醛类物质标准使用液(60～400 mg/L) 0.30，1.00，1.50 mL，用白酒样品定容至 10 mL，混匀后取 1 mL，加入 100 μL 质量浓度为 0.8 g/L 的叔戊醇内标，上机测定，得到加标回收率为 73%～114%(表 4)，精密度满足 GB/T 27404—2008 中的实验室内变异系数≤11%的要求。

2.2.5　回收率及精密度　分别取 17 种醛类物质标准使用液(60～400 mg/L) 0.30，1.00，1.50 mL，用该白酒样品定容至 10 mL，混匀后取 1 mL，加入 100 μL 质量浓度为 0.8 g/L 的叔戊醇内标，上机测定，得到测定值与真值的

偏差范围为－18.7%～8.0%(见表5),满足GB/T 27404—2008中的偏差范围为－20%～10%的要求。

2.2.6　白酒中醛类物质测定　由表6可知,市售白酒中乙醛和乙缩醛含量较高,80种白酒中检出率高达75%以上,异戊醛检出率为42.5%,戊醛检出率为62%,异丁醛检出率为26.3%。

80种白酒中乙醛含量范围为4.8～602.0 mg/L,平均值为163.0 mg/L,乙缩醛含量范围为6～518 mg/L,平均值为151 mg/L。动物试验得到乙醛的基准剂量95%下限值为56 mg/(kg·d)。假设中国人均饮酒量100 mL/d,乙醛含量163 mg/L,人均体重为60 kg时,乙醛在白酒中的边界暴露值(MOE值)为207。基于动物试验数据,当MOE值低于10 000时,有较大的致癌风险,且MOE越小,致癌风险越大[15]。白酒中乙醛、乙缩醛含量较高,对于经常饮酒的人有致癌风险。因此,很有必要建立食品安全国家标准方法对白酒中乙醛和乙缩醛进行食品安全风险监测,通过大量数据积累建立白酒中乙醛、乙缩醛限量值。

2.2.7　与其他方法进行数据比较　为了验证该方法的准确性,测定了3种白兰地样品中的乙醛和乙缩醛,并与白兰地标准方法验证结果进行比较,两种方法的测定结果相对标准偏差在10%以内(见表7)。

表2　17种醛类物质3倍检出限t检验结果

Table 2　Three fold detection limit t test results of 17 aldehydes

化合物名称	S10标点浓度	3倍S10理论值/(mg·L^{-1})	3倍检出限S30测定值/(mg·L^{-1})	6次测定标准偏差	t	$t_{0.05}$	结论
乙醛	3.008	9.024	9.273	0.37	1.646	2.776	符合
异丁醛	0.997	2.991	2.977	0.25	0.137	2.776	符合
丁醛	0.668	2.004	1.920	0.15	1.372	2.776	符合
乙缩醛	4.010	12.030	12.014	0.73	0.054	2.776	符合
异戊醛	0.666	1.998	2.033	0.25	0.343	2.776	符合
戊醛	0.930	2.790	2.793	0.28	0.026	2.776	符合
丁烯醛	0.874	2.622	2.463	0.23	1.693	2.776	符合
正己醛	0.998	2.994	2.937	0.14	0.997	2.776	符合
庚醛	1.048	3.144	3.038	0.22	1.180	2.776	符合
辛醛	1.338	4.014	3.988	0.34	0.187	2.776	符合
壬醛	1.352	4.056	3.982	0.13	1.394	2.776	符合
癸醛	0.845	2.535	2.594	0.26	0.556	2.776	符合
苯甲醛	1.624	4.872	4.718	0.18	2.096	2.776	符合
十一醛	0.861	2.583	2.587	0.10	0.098	2.776	符合
苯乙醛	1.701	5.103	5.224	0.21	1.411	2.776	符合
十二醛	0.864	2.592	2.297	0.07	10.036	2.776	不符合
十四醛	0.992	2.976	2.646	0.21	3.849	2.776	不符合

表3　17种醛类物质检出限、定量限

Table 3　LOD and LOQ of 17 aldehydes

化合物名称	检出限/(mg·L^{-1})	定量限/(mg·L^{-1})	化合物名称	检出限/(mg·L^{-1})	定量限/(mg·L^{-1})	化合物名称	检出限/(mg·L^{-1})	定量限/(mg·L^{-1})
乙醛	4.6	9.3	丁烯醛	0.9	2.5	苯甲醛	2.3	4.7
异丁醛	1.5	3.0	正己醛	1.2	2.9	十一醛	1.3	2.6
丁醛	0.7	1.9	庚醛	1.2	3.0	苯乙醛	1.7	5.2
乙缩醛	5.9	12.0	辛醛	2.5	4.0	十二醛	4.1	12.7
异戊醛	0.8	2.0	壬醛	1.7	4.0	十四醛	5.1	14.6
戊醛	1.2	2.8	癸醛	1.0	2.6			

表 4　醛类物质加标回收率和精密度

Table 4　Recovery and precision of aldehydes ($n=6$)

化合物名称	测定浓度/(mg·L^{-1})	本底/(mg·L^{-1})	加标浓度/(mg·L^{-1})	回收率/%	精密度/%	化合物名称	测定浓度/(mg·L^{-1})	本底/(mg·L^{-1})	加标浓度/(mg·L^{-1})	回收率/%	精密度/%
乙醛	21.447±0.006	12.683	9.024	105	8.8	辛醛	4.577±0.005	0.000	4.014	114	1.2
	39.887±0.022	12.683	30.081	88	6.6		12.777±0.037	0.000	13.380	94	6.3
	53.806±0.017	12.683	45.122	92	5.5		18.436±0.023	0.000	20.070	92	5.7
异丁醛	2.933±0.011	0.000	2.991	95	9.6	壬醛	3.706±0.013	0.000	4.056	91	3.1
	8.368±0.017	0.000	9.970	77	3.6		11.540±0.031	0.000	13.520	85	7.6
	12.227±0.012	0.000	14.955	74	4.0		18.165±0.030	0.000	20.280	90	7.2
丁醛	1.770±0.032	0.000	2.004	76	8.3	癸醛	2.454±0.027	0.000	2.535	97	6.5
	5.480±0.028	0.000	6.680	73	8.6		7.293±0.023	0.000	8.450	86	5.6
	8.432±0.010	0.000	10.020	76	5.8		11.612±0.016	0.000	12.675	92	3.8
乙缩醛	23.374±0.004	10.530	12.030	107	6.2	苯甲醛	5.160±0.014	0.000	4.872	106	3.5
	43.859±0.017	10.530	40.100	83	4.7		16.952±0.028	0.000	16.240	104	7.0
	60.790±0.010	10.530	60.150	84	3.7		25.199±0.016	0.000	24.360	103	3.9
异戊醛	2.145±0.020	0.000	1.998	107	2.2	十一醛	2.729±0.012	0.000	2.583	106	2.9
	5.847±0.021	0.000	6.660	88	5.6		8.577±0.022	0.000	8.610	100	5.5
	8.122±0.018	0.000	9.990	81	4.3		13.664±0.022	0.000	12.915	106	5.3
戊醛	2.657±0.024	0.000	2.790	95	5.8	苯乙醛	4.937±0.010	0.000	5.103	97	2.5
	8.122±0.010	0.000	9.300	87	1.2		15.240±0.021	0.000	17.010	90	5.3
	11.875±0.007	0.000	13.950	85	2.6		25.097±0.035	0.000	25.515	98	8.6
丁烯醛	2.708±0.013	0.000	2.622	101	4.4	十二醛	2.597±0.018	0.000	2.592	100	4.4
	8.806±0.018	0.000	8.740	95	1.5		7.736±0.038	0.000	8.640	90	9.3
	13.455±0.011	0.000	13.110	100	2.6		11.626±0.030	0.000	12.960	90	7.3
正己醛	3.096±0.018	0.000	2.994	96	4.7	十四醛	2.714±0.033	0.000	2.976	91	8.1
	8.588±0.026	0.000	9.980	80	4.4		9.246±0.015	0.000	9.920	93	3.7
	12.451±0.014	0.000	14.970	80	1.6		14.946±0.031	0.000	14.880	100	6.7
庚醛	3.079±0.037	0.000	3.144	96	9.1						
	9.015±0.010	0.000	10.480	84	1.9						
	13.395±0.012	0.000	15.720	85	2.0						

表 5　醛类物质加标回收率和正确度

Table 5　Recovery rate and accuracy of added standard of aldehydes ($n=6$)

化合物名称	测定浓度/(mg·L^{-1})	本底/(mg·L^{-1})	真值/(mg·L^{-1})	偏差/%	化合物名称	测定浓度/(mg·L^{-1})	本底/(mg·L^{-1})	真值/(mg·L^{-1})	偏差/%
乙醛	21.447	12.683	9.024	−2.9	辛醛	4.334	0.000	4.014	8.0
	39.887	12.683	30.081	−9.6		12.777	0.000	13.380	−4.5
	53.806	12.683	45.122	−8.9		18.436	0.000	20.070	−8.1
异丁醛	2.933	0.000	2.991	−1.9	壬醛	3.706	0.000	4.056	−8.6
	8.368	0.000	9.970	−16.1		11.540	0.000	13.520	−14.6
	12.227	0.000	14.955	−18.2		18.165	0.000	20.280	−10.4
丁醛	1.770	0.000	2.004	−11.7	癸醛	2.454	0.000	2.535	−3.2
	5.480	0.000	6.680	−18.0		7.293	0.000	8.450	−13.7
	8.432	0.000	10.020	−15.8		11.612	0.000	12.675	−8.4
乙缩醛	23.374	11.058	12.030	2.4	苯甲醛	5.160	0.000	4.872	5.9
	43.859	11.058	40.100	−18.2		16.952	0.000	16.240	4.4
	60.790	11.058	60.150	−17.3		25.199	0.000	24.360	3.4

续表 5

化合物名称	测定浓度/(mg·L^{-1})	本底/(mg·L^{-1})	真值/(mg·L^{-1})	偏差/%	化合物名称	测定浓度/(mg·L^{-1})	本底/(mg·L^{-1})	真值/(mg·L^{-1})	偏差/%
异戊醛	2.145	0.000	1.998	7.4	十一醛	2.729	0.000	2.583	5.7
	5.847	0.000	6.660	−12.2		8.577	0.000	8.610	−0.4
	8.122	0.000	9.990	−18.7		13.664	0.000	12.915	5.8
戊醛	2.657	0.000	2.790	−4.8	苯乙醛	4.937	0.000	5.103	−3.3
	8.122	0.000	9.300	−12.7		15.240	0.000	17.010	−10.4
	11.875	0.000	13.950	−14.9		25.097	0.000	25.515	−1.6
丁烯醛	2.708	0.000	2.622	3.3	十二醛	2.597	0.000	2.592	0.2
	8.806	0.000	8.740	0.8		7.736	0.000	8.640	−10.5
	13.455	0.000	13.110	2.6		11.626	0.000	12.960	−10.3
正己醛	3.096	0.000	2.994	3.4	十四醛	2.714	0.000	2.976	−8.8
	8.588	0.000	9.980	−13.9		9.246	0.000	9.920	−6.8
	12.451	0.000	14.970	−16.8		14.946	0.000	14.880	0.4
庚醛	3.079	0.000	3.144	−2.1					
	9.015	0.000	10.480	−14.0					
	13.395	0.000	15.720	−14.8					

表 6　80 种白酒中醛类物质含量

Table 6　Aldehydes content in 80 kinds of Baijiu　　mg/L

样品	乙醛	异丁醛	乙缩醛	异戊醛	戊醛	正己醛
某浓香型白酒	164～347	10～80	150～348	16～47	6～49	1～4
某小曲酒	20～164	1.3～3.0	31～218	1～16	0	0
80 个白酒	4.8～602.0	1.1～80.0	6～518	0.5～47.0	1～65	1.4～3.6
80 个白酒平均含量	163	24.7	151	21	16.9	2.2

表 7　3 种白兰地样品中乙醛和乙缩醛测定结果比较

Table 7　Comparison of determination results of acetaldehyde andacetal in 3 brandy samples

样品	乙醛			乙缩醛		
	试验方法结果/(mg·L^{-1})	白兰地标准方法验证结果/(mg·L^{-1})	相对标准偏差/%	试验方法结果/(mg·L^{-1})	白兰地标准方法验证结果/(mg·L^{-1})	相对标准偏差/%
白兰地 1 号	38.35	35.95	6.50	22.92	21.38	7.0
白兰地 2 号	93.09	88.95	4.50	56.87	53.60	5.9
白兰地 3 号	75.00	70.90	5.60	41.88	38.75	7.8

3　结论

研究建立了白酒中 17 种醛类物质测定方法,并用统计学进行方法性能指标分析。结果表明,该方法简单快速,方便监管机构和企业应用。用该方法测定 80 批次白酒中 17 种醛类物质含量,其中乙醛、乙缩醛含量较高,异丁醛、异戊醛、戊醛、正己醛均有检出。

参考文献

[1] 胡名志. 增加醇醛检测指标完善白酒标准[J]. 酿酒科技, 2010, 196(10): 58-60.
HU M Z. Adding alcohol aldehyde detection indicators to improve Baijiu standards[J]. Brewing Technology, 2010, 196(10): 58-60.

[2] 郝莉花, 巩凡, 潘鹏云. 气相色谱法测定不同香型白酒中 5 种醛类化合物的含量[J]. 中国卫生检验杂志, 2022, 32(20): 2 433-2 436.
HAO L H, GONG F, PAN P Y. Determination of five aldehydes in different flavor Baijiu by gas chromatography[J]. Chinese Journal of Hygienic Inspection, 2022, 32(20): 2 433-2 436.

[3] 朱明, 殷红, 靳喜庆. 气相色谱—氢火焰离子化检测器法测定白酒中 50 种风味物质[J]. 中国酿造, 2021, 40(5): 168-172.

ZHU M, YIN H, JIN X Q. Determination of 50 flavor substances in Baijiu by gas chromatography hydrogen flame ionization detector [J]. China Brewing, 2021, 40(5): 168-172.

[4] 中国国家标准化委员会. 白酒风味物质阈值测定指南: GB/T 33406—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016: 8.
China National Committee for Standardization. Guidelines for determination of threshold value of flavor substances in Baijiu: GB/T 33406—2016[S]. Beijing: China Standards Press, 2016: 8.

[5] 范文来, 徐岩. 酒类风味化学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2014: 94-97.
FAN W L, XU Y. Liquor flavor chemistry[M]. Beijing: China Light Industry Press, 2014: 94-97.

[6] 司波, 袁雯雯, 顾会会. 高效液相色谱分析白酒及加工中活泼羰基化合物[J]. 食品与发酵工业, 2021, 47(10): 240-245.
SI B, YUAN W W, GU H H. Analysis of active carbonyl compounds in Baijiu and its processing by HPLC[J]. Food and Fermentation Industry, 2021, 47(10): 240-245.

[7] 司波, 袁雯雯, 贾梦玮. 气相色谱—电子捕获检测器法分析不同产地、不同香型白酒中活性羰基化合物[J]. 分析与检测, 2021, 47(22): 241-248.
SI B, YUAN W W, JIA M W. Analysis of active carbonyl compounds in Baijiu of different origins and flavors by gas chromatography electron capture detector [J]. Analysis and Detection, 2021, 47(22): 241-248.

[8] 鲍忠定, 孙培龙, 许荣年. 动态顶空进样 GC/MS 法测定不同酒龄绍兴酒的挥发性醛类化合物[J]. 酿酒科技, 2007(1): 97-98.
BAO Z D, SUN P L, XU R N. Determination of volatile aldehydes in Shaoxing wine of different ages by dynamic headspace GC/MS [J]. Liquor-Making Science & Technology, 2007(1): 97-98.

[9] 徐志飞, 吴宇伉, 蒋瑜宏. 气相色谱质谱联用法测定白酒中 4 类风味物质[J]. 食品与机械, 2022, 38(11): 76-81, 124.
XU Z F, WU Y K, JIANG Y H. Determination of four flavor substances in Baijiu by gas chromatography-mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2022, 38(11): 76-81, 124.

[10] 周晓芳. 顶空气相色谱法同时测定水中乙醛、丙烯醛、正丁醛和异丁醛[J]. 分析仪器, 2022(2): 50-53.
ZHOU X F. Simultaneous determination of acetaldehyde, acrolein, n-butyraldehyde and isobutyraldehyde in water by headspace gas chromatography[J]. Analytical Instrument, 2022(2): 50-53.

[11] 项丹, 衷彦华, 李质华. 毛细管气相色谱法快速测定酒中醛类化合物[J]. 吉林医学院学报, 1998, 18(2): 53.
XIANG D, ZHONG Y H, LI Z H. Rapid determination of aldehydes in wine by capillary gas chromatography[J]. Journal of Jilin Medical College, 1998, 18(2): 53.

[12] 张肇元, 于晓青, 李利荣. 高效液相色谱法测定水中 15 种羰基化合物的方法研究[J]. 质量与检测, 2020(24): 32-34.
ZHANG Z Y, YU X Q, LI L R. Study on the determination of 15 carbonyl compounds in water by HPLC[J]. Quality and Detection, 2020(24): 32-34.

[13] 刘剑平, 孙慧, 马继勇. 气相色谱法测定白酒中微量醛[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(3): 324-325.
LIU J P, SUN H, MA J Y. Determination of trace aldehydes in Baijiu by gas chromatography [J]. Chinese Journal of Hygienic Inspection, 2005, 15(3): 324-325.

[14] 王睿. 多孔钙铝石块体材料的制备、掺杂及性能[D]. 杭州: 浙江大学, 2019.
WANG R. Preparation, doping and properties of porous calcium aluminite block materials [D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2019.

[15] 朱梦旭, 范文来, 徐岩. 我国白酒蒸馏过程及原酒、成品酒中乙醛的研究[J]. 食品与发酵工业, 2016, 42(4): 6-11.
ZHU M X, FAN W L, XU Y. Study on the distillation process of Baijiu and acetaldehyde in raw liquor and finished liquor in China [J]. Food and Fermentation Industry, 2016, 42(4): 6-11.

(上接第 61 页)

[30] 丁玉龙, 葛宇, 徐红斌, 等. 微波消解—电感耦合等离子体质谱法测定乳制品中总碘[J]. 分析测试技术与仪器, 2016, 22(3): 184-188.
DING Y L, GE Y, XU H B, et al. Determination of total iodine in dairy products by microwave digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Anal Test Technol Instrum, 2016, 22(3): 184-188.

[31] 潘灿盛, 张志舟, 夏冰, 等. 抑制电导离子色谱法测定奶酪中硫氰酸根的不确定度评定[J]. 食品与机械, 2023, 39(3): 49-54, 121.
PAN C S, ZHANG Z Z, XIA B, et al. Evaluation of uncertainty for the determination of thiocyanate in cheese by inhibited conductivity ion chromatography[J]. Food & Machinery, 2023, 39(3): 49-54, 121.

[32] 宣栋操, 朱震海, 蔡嵘. 顶空气相色谱法测定牛奶中的硫氰酸盐[J]. 中国卫生检验杂志, 2012, 22(8): 1 754-1 756.
XUAN D C, ZHU Z H, CAI R. Determination of thiocyanate in milk by headspace gas chromatography [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2012, 22(8): 1 754-1 756.

[33] 胡桂林, 薛志清, 张河霞, 等. 气相色谱法测定牛奶和奶粉中的硫氰酸盐[J]. 中国乳品工业, 2010, 38(10): 54-56.
HU G L, XUE Z Q, ZHANG H X, et al. Determination of thiocyanate in milk and milk powder by gas chromatography[J]. China Dairy Industry, 2010, 38(10): 54-56.