

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 5658.1—2023

蒸馏酒质量鉴别方法
第 1 部分：18 种挥发性成分含量
的测定 气相色谱法

Quality identification methods for spirits—
Part 1: Determination of eighteen volatile substances in spirits—
Gas chromatography method

2023-11-01 发布

2024-05-01 实施

中华人民共和国海关总署 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 SN/T 5658《蒸馏酒质量鉴别方法》的第1部分。SN/T 5658 已经发布了以下部分：

——第1部分：18种挥发性成分含量的测定 气相色谱法；

——第2部分：橡木浸出物的测定 超高效液相色谱法；

——第3部分：多酚总量的测定 分光光度法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本文件起草单位：中国海关科学技术研究中心、中国肉类食品综合研究中心、杭州海关技术中心、谱尼测试集团股份有限公司、北京中认检测技术服务有限公司。

本文件主要起草人：韩深、刘莹、古瑾、王珮玥、梁娜娜、郑培、谢文、孙萌、张飞、刘扬。

以正式出版文本为准

引 言

随着我国经济快速增长和人民生活水平的不断提高,蒸馏酒质量和真实性成为消费者更加关注的问题。中国逐步成为全球最大的消费市场,以追求经济利益为导向的掺假掺伪等食品真实性问题愈发突出,严重侵害了消费者的权益,影响行业的健康发展。本系列标准基于特征成分分析,应用现代仪器分析技术对蒸馏酒类产品进行准确定性定量分析检测,为海关进出口蒸馏酒质量和真实性保障提供了技术支撑。

SN/T 5658《蒸馏酒质量鉴别方法》拟由以下 3 个部分组成。

- 第 1 部分:18 种挥发性成分含量的测定 气相色谱法;
- 第 2 部分:橡木浸出物的测定 超高效液相色谱法;
- 第 3 部分:多酚总量的测定 分光光度法。

以正式出版文本为准

蒸馏酒质量鉴别方法

第 1 部分：18 种挥发性成分含量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了蒸馏酒中异丁醛、乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、丁酸乙酯、2-丁醇、丙醇、异丁醇、1-丁醇、2-甲基丁醇、3-甲基丁醇、乳酸乙酯、己醇、3-顺式己烯醇、辛酸乙酯、癸酸乙酯、月桂酸乙酯、2-苯基乙醇含量的气相色谱测定方法。

本文件适用于以葡萄和粮谷为原料的蒸馏酒中异丁醛、乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、丁酸乙酯、2-丁醇、丙醇、异丁醇、1-丁醇、2-甲基丁醇、3-甲基丁醇、乳酸乙酯、己醇、3-顺式己烯醇、辛酸乙酯、癸酸乙酯、月桂酸乙酯、2-苯基乙醇的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

样品中的待测物质经过滤后，利用气相色谱柱分离，氢火焰离子化检测器测定，外标法定量。

5 试剂

除另有说明外，所用试剂均为色谱纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 乙醇。

5.2 40%乙醇溶液：量取 40 mL 乙醇，以水定容至 100 mL。

5.3 异丁醛标准物质： C_4H_8O ，CAS 号 78-84-2，纯度大于或等于 97%。

5.4 乙酸乙酯标准物质： $C_4H_8O_2$ ，CAS 号 141-78-6，纯度大于或等于 97%。

5.5 乙缩醛标准物质： $C_6H_{14}O_2$ ，CAS 号 105-57-7，纯度大于或等于 97%。

5.6 甲醇标准物质： CH_4O ，CAS 号 67-56-1，纯度大于或等于 97%。

5.7 丁酸乙酯标准物质： $C_6H_{12}O_2$ ，CAS 号 105-54-4，纯度大于或等于 97%。

5.8 2-丁醇标准物质： $C_4H_{10}O$ ，CAS 号 78-92-2，纯度大于或等于 97%。

- 5.9 丙醇标准物质: C_3H_8O , CAS 号 71-23-8, 纯度大于或等于 97%。
- 5.10 异丁醇(又称:二甲基丙醇)标准物质: $C_4H_{10}O$, CAS 号 78-83-1, 纯度大于或等于 97%。
- 5.11 1-丁醇标准物质: $C_4H_{10}O$, CAS 号 71-36-3, 纯度大于或等于 97%。
- 5.12 2-甲基丁醇标准物质: $C_5H_{12}O$, CAS 号 137-32-6, 纯度大于或等于 97%。
- 5.13 3-甲基丁醇标准物质: $C_5H_{12}O$, CAS 号 123-51-3, 纯度大于或等于 97%。
- 5.14 乳酸乙酯标准物质: $C_5H_{10}O_3$, CAS 号 687-47-8, 纯度大于或等于 97%。
- 5.15 己醇标准物质: $C_6H_{14}O$, CAS 号 111-27-3, 纯度大于或等于 97%。
- 5.16 3-顺式己烯醇标准物质: $C_6H_{12}O$, CAS 号 928-96-1, 纯度大于或等于 97%。
- 5.17 辛酸乙酯标准物质: $C_{10}H_{20}O_2$, CAS 号 106-32-1, 纯度大于或等于 97%。
- 5.18 癸酸乙酯标准物质: $C_{12}H_{24}O_2$, CAS 号 110-38-3, 纯度大于或等于 97%。
- 5.19 月桂酸乙酯标准物质: $C_{14}H_{28}O_2$, CAS 号 106-33-2, 纯度大于或等于 97%。
- 5.20 2-苯基乙醇标准物质: $C_8H_{10}O$, CAS 号 60-12-8, 纯度大于或等于 97%。
- 5.21 标准物质储备溶液: 分别称取异丁醛(5.3)、乙酸乙酯(5.4)、乙缩醛(5.5)、甲醇(5.6)、丁酸乙酯(5.7)、2-丁醇(5.8)、丙醇(5.9)、异丁醇(5.10)、1-丁醇(5.11)、2-甲基丁醇(5.12)、3-甲基丁醇(5.13)、乳酸乙酯(5.14)、己醇(5.15)、3-顺式己烯醇(5.16)、辛酸乙酯(5.17)、癸酸乙酯(5.18)、月桂酸乙酯(5.19)、2-苯基乙醇(5.20)标准物质 1 g(精确至 0.000 1 g), 用乙醇(5.1)溶解并定容至 10 mL, 配制成 100 mg/mL 的标准储备液。溶液转至棕色玻璃瓶中后, 于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱内避光保存, 6 个月内有效。
- 5.22 混合标准中间溶液: 分别取标准储备液(5.21) 0.1 mL, 混合后用乙醇(5.1)定容于 10 mL 容量瓶, 配制成浓度为 1 mg/mL 的混合标准中间溶液, 于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光保存, 6 个月内有效。
- 5.23 混合标准工作溶液: 准确移取适量的混合标准中间溶液(5.22), 用 40% 乙醇(5.2)稀释成 10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 浓度水平的混合标准工作溶液, 摇匀, 使用前配制。

6 仪器和设备

- 6.1 气相色谱仪: 配有 FID 检测器。
- 6.2 天平: 感量为 0.1 mg。
- 6.3 有机系微孔滤膜: 0.22 μm

7 测定步骤

7.1 试样的制备

将酒样摇匀, 静置 10 min, 取上清液过微孔滤膜(6.3)于进样小瓶中, 待分析。如试样中待测化合物浓度过高, 以 40% 乙醇溶液(5.2)稀释后再分析。

7.2 试样的保存

将试样于 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱内避光保存。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱条件

气相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:聚乙二醇石英毛细管,柱长 60 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μm ,CP-WAX57CB,或等效柱;
- b) 色谱柱温度:初温 35 $^{\circ}\text{C}$,保持 1 min,以 2.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 60 $^{\circ}\text{C}$,以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 180 $^{\circ}\text{C}$,保持 25 min;
- c) 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 载气:氮气(纯度 $\geq 99.999\%$),流速 1.0 mL/min;
- e) 进样量:1.0 μL ;
- f) 进样方式:分流进样,分流比 30:1 或 50:1;
- h) 燃气:氢气(纯度 $\geq 99.999\%$),流速 80 mL/min;
- i) 助燃气:空气,流速为 110 mL/min。

7.3.2 色谱测定

根据设定的色谱条件(见 7.3.1),将挥发性成分混合标准工作溶液(5.21)分别注入气相色谱仪中,以峰面积为纵坐标,标准溶液浓度为横坐标绘制标准曲线,计算线性回归方程。样品(见 7.1)与标准溶液等体积进样测定,测得峰面积,采用外标法通过上述标准曲线计算其浓度。样品中待测物应在标准曲线范围之内,如果含量超出标准曲线范围,应对样品用 40%乙醇水溶液进行适当稀释后测定。在相同试验条件下,样品与标准品工作溶液中待测物的色谱峰保留时间应一致。18 种挥发性成分色谱图见附录 A 中图 A.1,参考保留时间见附录 A 中表 A.1。

7.2.3 空白试验

用水代替试样,按 7.1 做空白试验。确认不含有干扰被测组分的物质。

8 结果计算和表述

用色谱数据处理软件或按公式(1)计算试样中某待测物的含量,计算结果应扣除空白,并保留三位有效数字。

$$X_i = c_i \times f \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X_i —— 试样中某被测组分的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c_i —— 从标准曲线中得到试样溶液中某被测组分的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

f —— 样品的稀释倍数。

9 方法的定量限、精密度和回收率

9.1 定量限

进出口蒸馏酒中异丁醛、乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、丁酸乙酯、2-丁醇、丙醇、异丁醇、1-丁醇、2-甲基丁醇、3-甲基丁醇、乳酸乙酯、己醇、3-顺式己烯醇、辛酸乙酯、癸酸乙酯、月桂酸乙酯、2-苯基乙醇的定量限均为 10.0 mg/L。

9.2 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

9.2 回收率范围

白兰地、威士忌、伏特加、葡萄蒸馏酒中异丁醛、乙酸乙酯、乙缩醛、甲醇、丁酸乙酯、2-丁醇、丙醇、异丁醇、1-丁醇、2-甲基丁醇、3-甲基丁醇、乳酸乙酯、己醇、3-顺式己烯醇、辛酸乙酯、癸酸乙酯、月桂酸乙酯、2-苯基乙醇的添加水平和回收率数据见附录 B。

以正式出版文本为准

附录 A

(资料性)

标准溶液中 18 种挥发性成分气相色谱图

标准溶液中 18 种挥发性成分气相色谱图见图 A.1。

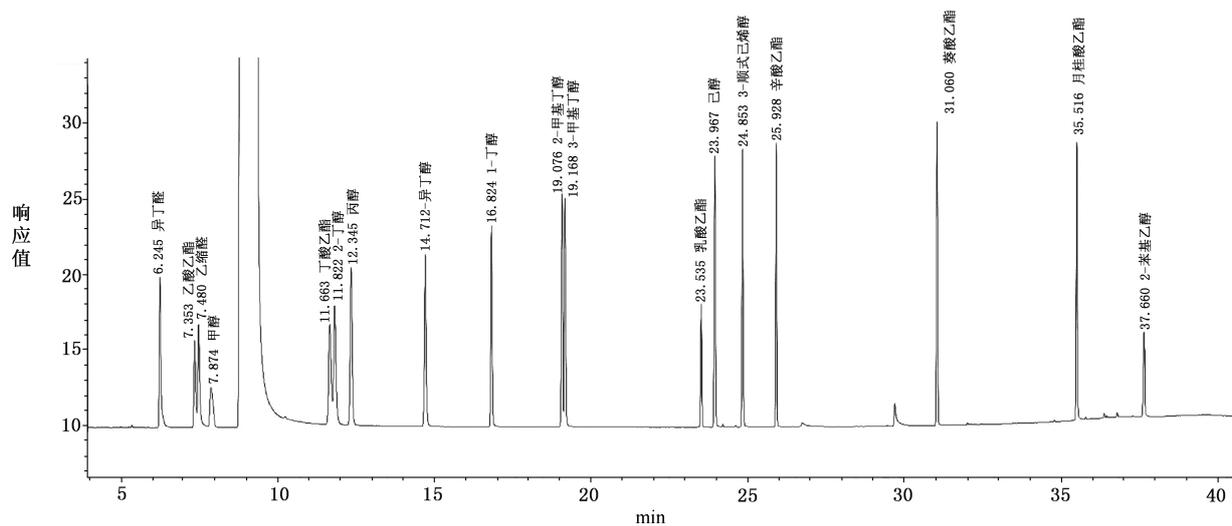


图 A.1 标准溶液中 18 种挥发性成分色谱图(100 mg/L)

挥发性成分参考保留时间见表 A.1。

表 A.1 挥发性成分参考保留时间

序号	化合物	保留时间/min
1	异丁醛	6.3
2	乙酸乙酯	7.4
3	乙缩醛	7.5
4	甲醇	7.9
5	丁酸乙酯	11.7
6	2-丁醇	11.9
7	丙醇	12.4
8	异丁醇	14.8
9	1-丁醇	16.9
10	2-甲基丁醇	19.1
11	3-甲基丁醇	19.2
12	乳酸乙酯	23.5
13	己醇	24.0
14	3-顺式己烯醇	24.9
15	辛酸乙酯	26.0
16	癸酸乙酯	31.1
17	月桂酸乙酯	35.5
18	2-苯基乙醇	37.7

附录 B

(资料性)

挥发性成分的添加水平和回收率范围

挥发性成分的添加水平和回收率范围见表 B.1~表 B.4。

表 B.1 白兰地中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
异丁醛	10	80.7~99.3
	20	98.6~107.2
	100	97.6~99.9
乙酸乙酯	10	87.8~95.9
	20	91.0~98.8
	100	93.5~99.2
乙缩醛	10	87.6~92.9
	20	91.9~93.7
	100	94.6~98.4
甲醇	10	88.5~97.3
	20	93.5~98.6
	100	91.7~97.2
丁酸乙酯	10	81.2~96.3
	20	98.0~109.8
	100	95.3~99.6
2-丁醇	10	85.3~96
	20	92.6~106
	100	94.7~97.1
丙醇	10	85.6~96.1
	20	94.4~99.9
	100	90.3~97.5
异丁醇	10	93.8~99.6
	20	92.5~99.9
	100	98.9~99.9
1-丁醇	10	80.9~87.4
	20	83.3~98.0
	100	95.2~99.0

表 B.1 白兰地中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$) (续)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
2-甲基丁醇	100	80.1~81.8
	200	98.3~99.7
	500	85.3~89.6
3-甲基丁醇	500	95.2~98.3
	1 000	95.8~99.8
	2 000	85.1~91.9
乳酸乙酯	20	93.6~94.9
	50	95.6~97.6
	100	90.0~91.7
己醇	10	80.6~98.2
	20	92.9~103.4
	100	94.5~99.7
3-顺式己烯醇	10	86.4~99.4
	20	92.7~107.7
	100	97.0~99.5
辛酸乙酯	10	80.3~97.8
	20	96.8~109.9
	100	94.7~98.8
癸酸乙酯	10	81.1~99.5
	20	97.3~109.1
	100	94.8~99.7
月桂酸乙酯	20	93.3~94.9
	50	95.6~98.0
	100	90.1~91.9
2-苯基乙醇	10	86.3~95.6
	20	94.2~108.2
	100	91.2~94.4

表 B.2 威士忌中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
异丁醛	10	81.3~99.6
	20	93.6~106.9
	100	95.9~99.8

表 B.2 威士忌中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$) (续)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
乙酸乙酯	10	90.6~97.7
	20	90.3~98.4
	100	96.0~99.6
乙缩醛	10	92.2~104.8
	20	91.2~96.0
	100	190.1~198.8
甲醇	10	90.8~95.0
	20	95.6~99.6
	100	96.7~99.8
丁酸乙酯	10	82.1~99.8
	20	94.0~103.9
	100	94.6~99.7
2-丁醇	10	82.3~99.3
	20	92.6~106.9
	100	94.5~98.0
丙醇	10	91.2~98.2
	20	96.9~99.7
	100	96.2~99.6
异丁醇	10	80.3~99.0
	20	85.6~96.6
	100	95.2~99.9
1-丁醇	10	80.6~81.7
	20	98.5~99.8
	100	85.0~87.4
2-甲基丁醇	100	96.4~99.8
	200	95.9~99.5
	500	85.5~93.3
3-甲基丁醇	500	93.4~94.5
	1 000	95.7~97.5
	2 000	90.2~91.9
乳酸乙酯	20	81.9~96.9
	50	94.8~110.0
	100	96.1~100.0

表 B.2 威士忌中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$) (续)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
己醇	10	81.4~96.4
	20	96.8~109.4
	100	95.9~98.8
3-顺式己烯醇	10	80.2~96.2
	20	94.9~103.6
	100	94.9~98.6
辛酸乙酯	10	85.0~98.0
	20	98.7~109.4
	100	94.6~98.7
癸酸乙酯	10	93.4~94.6
	20	95.8~97.7
	100	90.0~90.8
月桂酸乙酯	20	86.3~95.8
	50	95.7~106.0
	100	91.3~94.5
2-苯基乙醇	10	85.6~96.6
	20	95.2~99.9
	100	80.6~81.7

表 B.3 伏特加中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
异丁醛	10	80.3~99.4
	20	94.2~109.5
	100	94.5~99.6
乙酸乙酯	10	85.5~99.2
	20	93.8~102.4
	100	95.7~99.6
乙缩醛	10	81.2~99.0
	20	95.9~106.2
	100	95.3~99.6

表 B.3 伏特加中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$) (续)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
甲醇	10	82.7~99.7
	20	92.6~106.6
	100	94.8~99.9
丁酸乙酯	10	82.9~93.4
	20	93.0~107.4
	100	96.2~97.5
2-丁醇	10	82.7~99.3
	20	97.1~104.2
	100	96.1~99.9
丙醇	10	83.4~98.5
	20	93.7~108.5
	100	94.7~98.8
异丁醇	10	82.3~96.7
	20	93.1~109.8
	100	94.8~99.4
1-丁醇	10	88.1~98.8
	20	94.0~104.5
	100	94.6~99.3
2-甲基丁醇	100	81.4~99.2
	200	95.1~108.7
	500	94.8~99.0
3-甲基丁醇	500	80.7~92.1
	1 000	97.2~109.7
	2 000	95.0~99.5
乳酸乙酯	20	82.0~98.6
	50	96.4~108.1
	100	95.0~99.9
己醇	10	81.9~100.0
	20	102.2~109.7
	100	96.3~99.4
3-顺式己烯醇	10	83.1~90.3
	20	93.2~101.3
	100	95.6~99.5

表 B.3 伏特加中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$) (续)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
辛酸乙酯	10	82.3~99.4
	20	93.0~101.4
	100	95.2~98.7
癸酸乙酯	10	94.1~95.0
	20	95.9~97.5
	100	90.0~91.3
月桂酸乙酯	20	81.3~95.2
	50	96.0~107.4
	100	91.0~94.9
2-苯基乙醇	10	93.1~109.8
	20	94.8~99.4
	100	88.1~98.8

表 B.4 葡萄蒸馏酒中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
异丁醛	10	84.1~99.6
	20	92.9~106.3
	100	96.0~99.8
乙酸乙酯	10	94.8~98.7
	20	95.1~100.0
	100	86.5~94.0
乙缩醛	10	96.9~99.7
	20	92.5~100.0
	100	99.6~99.9
甲醇	10	95.9~99.5
	20	86.6~94.3
	100	97.0~100.0
丁酸乙酯	10	80.1~92.2
	20	94.2~109.8
	100	94.5~98.6

表 B.4 葡萄蒸馏酒中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$) (续)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
2-丁醇	10	82.3~99.4
	20	94.4~109.6
	100	95.5~99.9
丙醇	10	93.2~99.7
	20	99.6~100.0
	100	95.1~99.0
异丁醇	10	92.8~99.7
	20	99.7~99.9
	100	87.6~99.7
1-丁醇	10	97.0~99.4
	20	80.4~83.9
	100	80.1~83.5
2-甲基丁醇	100	90.6~102.4
	200	94.6~98.8
	500	94.7~99.3
3-甲基丁醇	500	99.6~100.0
	1 000	95.7~99.0
	2 000	92.7~98.5
乳酸乙酯	20	99.5~99.8
	50	81.2~92.4
	100	93.5~105.6
己醇	10	94.6~98.1
	20	86.2~97.7
	100	95.9~107.7
3-顺式己烯醇	10	95.3~98.5
	20	81.4~94.9
	100	93.1~106.9
辛酸乙酯	10	95.1~99.5
	20	82.9~100.0
	100	95.8~107.4
癸酸乙酯	10	96.5~98.7
	20	93.5~95.0
	100	95.7~97.9

表 B.4 葡萄蒸馏酒中挥发性成分的添加水平和回收率范围($n=6$) (续)

化合物	添加水平 mg/L	回收率范围 %
月桂酸乙酯	20	90.2~91.8
	50	81.3~96.6
	100	92.9~109.3
2-苯基乙醇	10	90.9~93.9
	20	87.6~99.7
	100	97.0~99.4

以正式出版文本为准