

T/AHFIA

安徽省食品行业协会团体标准

T/AHFIA XXX-2021

白酒中甲醛含量的测定 气相色谱法

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

安徽省食品行业协会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 给出的规则起草。

本文件由安徽古井贡酒股份有限公司提出。

本文件由安徽省食品行业协会归口。

本文件起草单位：安徽古井贡酒股份有限公司、安徽瑞思威尔科技有限公司、安瑞安信科检测科技有限公司、安徽明光酒业股份有限公司等。

本文件主要起草人：

白酒中甲醛含量的测定 气相色谱法

1 范围

本文件规定了白酒中甲醛经过衍生试剂衍生后的气相色谱测定方法。
本文件适用于白酒中甲醛含量的测定。

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实验方法

3 原理

试样中甲醛和五氟苄基羟胺经过衍生生成稳定肟衍生物，通过正己烷液液萃取分离，采用气相色谱FID检测器测定以保留时间定性，外标法定量。

4 试剂与材料

以下所用试剂，除特别注明外，均为分析纯试剂，水为符合GB/T 6682规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 正己烷：色谱纯。

4.1.2 乙醇：色谱纯。

4.1.3 五氟苄基羟胺盐酸盐：Sigma-Aldrich。

4.1.4 甲醛标准品：o2si。

4.2 试剂配制

4.2.1 PFBHA 衍生试剂（20 g/L）：准确称取 1.0 g 五氟苄基羟胺盐酸盐至于 50 mL 容量瓶中，加水定容至刻度。

4.2.2 甲醛标准储备液：把甲醛标准品置于 50 mL 容量瓶中，10%乙醇溶剂定容至刻度。

5 仪器与设备

5.1 气相色谱仪：配有 FID 检测器。

5.2 分析天平：感量 0.1 mg。

5.3 涡旋震荡仪。

5.4 恒温水浴锅。

5.5 移液枪。

6 分析步骤

6.1 试样制备

准确量取白酒样品 2.0 mL 于 10 mL 比色管中，向其中加入 0.4 mL PFBHA 衍生试剂，摇匀，在 40℃ 水浴下提取 60 min，取出放置至室温，加入 2.0 mL 正己烷，涡旋震荡 1min，静置取上层溶液，待测。

6.2 测定

6.2.1 仪器参考条件

6.2.1.1 色谱柱：DB-Wax 色谱柱。

6.2.1.2 进样口温度：250℃。

6.2.1.3 流速：2.0 mL/min。

6.2.1.4 进样模式：不分流。

6.2.1.5 进样量：1.0 ul。

6.2.1.6 程序升温：初温 50℃，保持 2 min，然后以 20℃/min 升至 100℃，保持 0.1 min，然后以 5℃/min 升至 180℃，保持 1min，然后以 4℃/min 升至 200℃，保持 0.1 min，然后以 20℃/min 升至 230℃，保持 10min。

6.2.2 标准曲线的制定

配制系列浓度的甲醛标准工作溶液：先取6个10 mL容量瓶，选用适当量程的移液器分别吸取甲醛标准储备液0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00mL，用乙醇定容至刻度，摇匀，得甲醛浓度范围0.1- 4.0 mg/L，以峰面积为横坐标，对应浓度为纵坐标建立标准曲线。标准色谱图参见附录A。

7 结果计算

试样中醛类物质的含量 A 以毫克每升 (mg/L) 表示，按式 (1) 计算：

$$A = \frac{C \times V_1}{V_2} \quad (1)$$

式中：

A——试样中甲醛的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

C——待测样品中甲醛的浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

V₁——试样的体积，单位为毫升 (mL)；

V₂——萃取试剂的体积，单位为毫升 (mL)；

每个试样取两份进行平行测定，以两次平行测定的算数平均值为测定结果，结果保留小数点后两位数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值，不应超过算术平均值的15 %。

9 检出限和定量限

白酒中甲醛的检出限为0.03 mg/L，定量限为0.10 mg/L。
