

安捷伦 J&W DB-624 超高惰性毛细管色谱柱 GC/MS 静态顶空法筛查精馏酒

应用报告

食品检测和农业

作者

Ken Lynam
安捷伦科技有限公司

摘要

本研究重点阐述了安捷伦 J&W DB-624UI 超高惰性色谱柱静态顶空 GC/MS 法筛查精馏酒的有效性。色谱柱的惰性为复杂精馏酒基质中的活性醛分析提供了良好的峰形。从橙味白兰地酒和波旁酒样品的分析结果中可观察到明显的差异。DB-624UI 色谱柱的惰性和选择性使静态顶空分析精馏酒的过程变得简单明确。

前言

蒸馏酒的小批量生产正在成为一种日益流行的生产方式，同时这种方式也拓宽了市场，满足了那些口味挑剔消费者的需求。对这些饮品中存在的味道成分进行分析有助于跟踪完整的发酵过程、进行批次质量控制或者评估新型配方/传统配方对酒香的影响。本研究使用安捷伦 J&W 超高惰性 DB-624UI 毛细管色谱柱对选定的几种酒的成分进行了检测。

杂醇油以及相关发酵产品对酒精饮料的芳香和口味起着至关重要的决定作用。杂醇油或高级醇以及他们的酯类、邻二酮和醛类都会对酒中气味特性的平衡产生影响。顶空 GC/MS 分析可用于监测所需的气味特性在批内产品中的增加情况，可以控制异味成分，或者作为研究和开发的工具，研究开发新型配方来增强复杂基质中的芳香特性。



Agilent Technologies

使用静态顶空 GC/MS 来筛查酒中芳香组分是一种非常简便的检测方法。因为这些饮品中存在大量的乙醇，通常需要将酒在顶空瓶中按 5:1 或更高的比例进行稀释，来解决组分与乙醇共流出的问题。

材料和方法

研究使用安捷伦 7890/5975C GC/MS 系统，配以分流/不分流进样口和 MSD 三轴检测器以及安捷伦 7697A 顶空进样器，同时使用 MSD Chem Station E.02.02 软件进行一系列实验。

仪器条件

色谱柱:	安捷伦 J&W DB-624UI 超高惰性色谱柱, 30 m × 0.32 mm, 1.8 μm (部件号 123-1334UI)
载气:	氦气, 2.3 mL/min, 恒流, 35 °C
柱箱:	35 °C (5 min), 10 °C/min 升至 100 °C (1.5 min), 15 °C/min 升至 220 °C (3.0 min), 25 °C/min 升至 250 °C (2.8 min)
进样口:	分流/不分流, 220 °C, 1 μL, 分流比 20:1
进样体积:	1 mL
MSD:	扫描范围 30-400 amu, 离子源温度 230 °C, 四级杆温度 150 °C, 传输线温度 260 °C
GC/MS:	安捷伦 7890/5975C, 带 MMI 和 FID
进样器:	111 位样品盘的安捷伦 7697A 顶空进样器

流路备件和耗材

样品瓶:	20 mL 平底钳口顶空瓶 (100/包, 部件号 5182-0837)
样品瓶盖:	顶空瓶盖/高性能隔垫 (100/包, 部件号 5190-3987)
隔垫:	不粘连流失性和温度优化隔垫 (50/包, 部件号 5183-4757)
进样口衬管:	1 mm 直型单锥惰性衬管 (部件号 5190-4047)
密封垫圈:	0.5 mm 内径, 85/15 Vespel/石墨短垫圈 (10/包, 部件号 5062-3514)
封盖器:	20 mm 电动封盖器 (部件号 5190-3189)
传输线:	0.53 mm 去活熔融石英管 (5 m, 部件号 160-2535-5)
螺母:	1/6 到 1/32 英寸变径螺母 (部件号 0100-2594)
镀金密封圈:	带垫圈的镀金密封垫 (10/包, 部件号 5190-2209)
放大镜:	20 倍放大镜 (部件号 430-1020)

样品制备

发酵相关醇类标准品、醛类标准品和杂醇酯类标准品均购于美国密苏里州圣路易斯市的 Sigma Aldrich 公司。将这些标准品用乙醇 (200-proof 分子生物学级别, 购于 Sigma Aldrich) 制备成浓度为 1000 μL/L 的三类储备液, 后续稀释使用去离子水稀释。

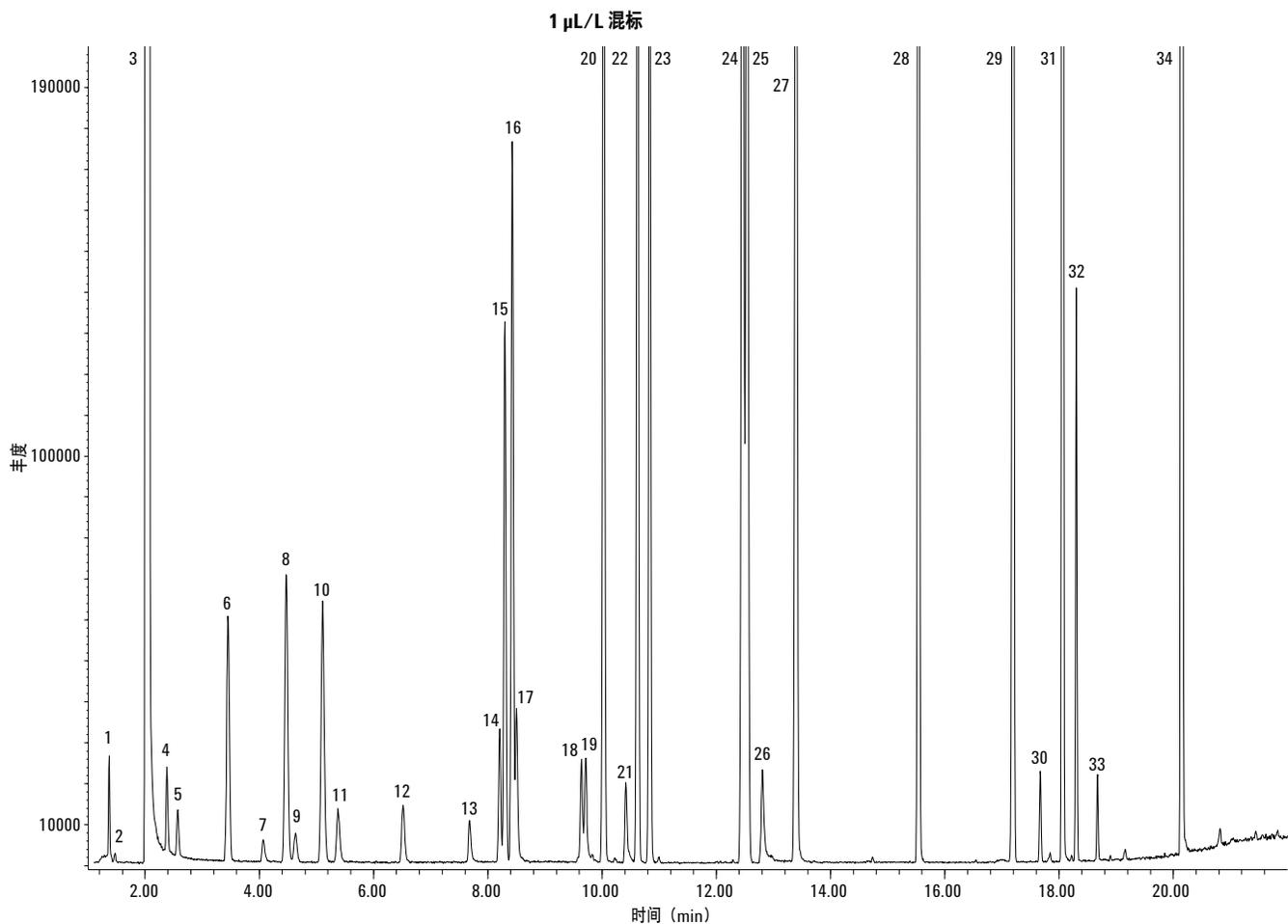
酒分别购于当地百货店, 一种顶级橙味白兰地, 一种打折橙味白兰地和一种酸麦芽波旁酒均用于气味成分分析。将 8 mL 去离子水加入到事先装有 2 mL 酒的顶空瓶中, 溶液的终体积为 10 mL, 白酒被稀释了 5 倍。

结果和讨论

图 1 所示为 1 μL/L 的醛类和杂醇油类以及杂醇酯混标的总离子流图, 在此浓度下, 使用 SCAN 模式, 每种标准的谱图都与美国国家标准与技术研究院 (NIST) 谱库高度匹配。安捷伦 J&W DB-624UI 色谱柱实现了组分的良好分离。醛类的峰形尖锐而明确, 充分说明了色谱柱的超高惰性。

色谱柱对混标中感兴趣组分的选择性也十分优异, 对位置异构体异戊醇和旋性戊醇以及他们的酯类分离度良好。如果想要获得水平相当的分离度, 平常使用的色谱柱需要 60 m 长, 而这导致了额外的运行时间, 而本研究可以在 28 min 内即完成整个分析。

使用 SCAN 模式可以在 1 μL/L 浓度上直接进行发酵和蒸馏相关气味组分的筛查。与乙醇出峰接近的感兴趣组分得到了很好的分离, 并可通过 NIST 谱库进行轻松地检索和识别。对已经给定的一系列目标化合物, 可以通过已知的定性和定量离子碎片信息进行 SIM/SCAN 同时扫描或 SIM 扫描实现更低浓度的检测。

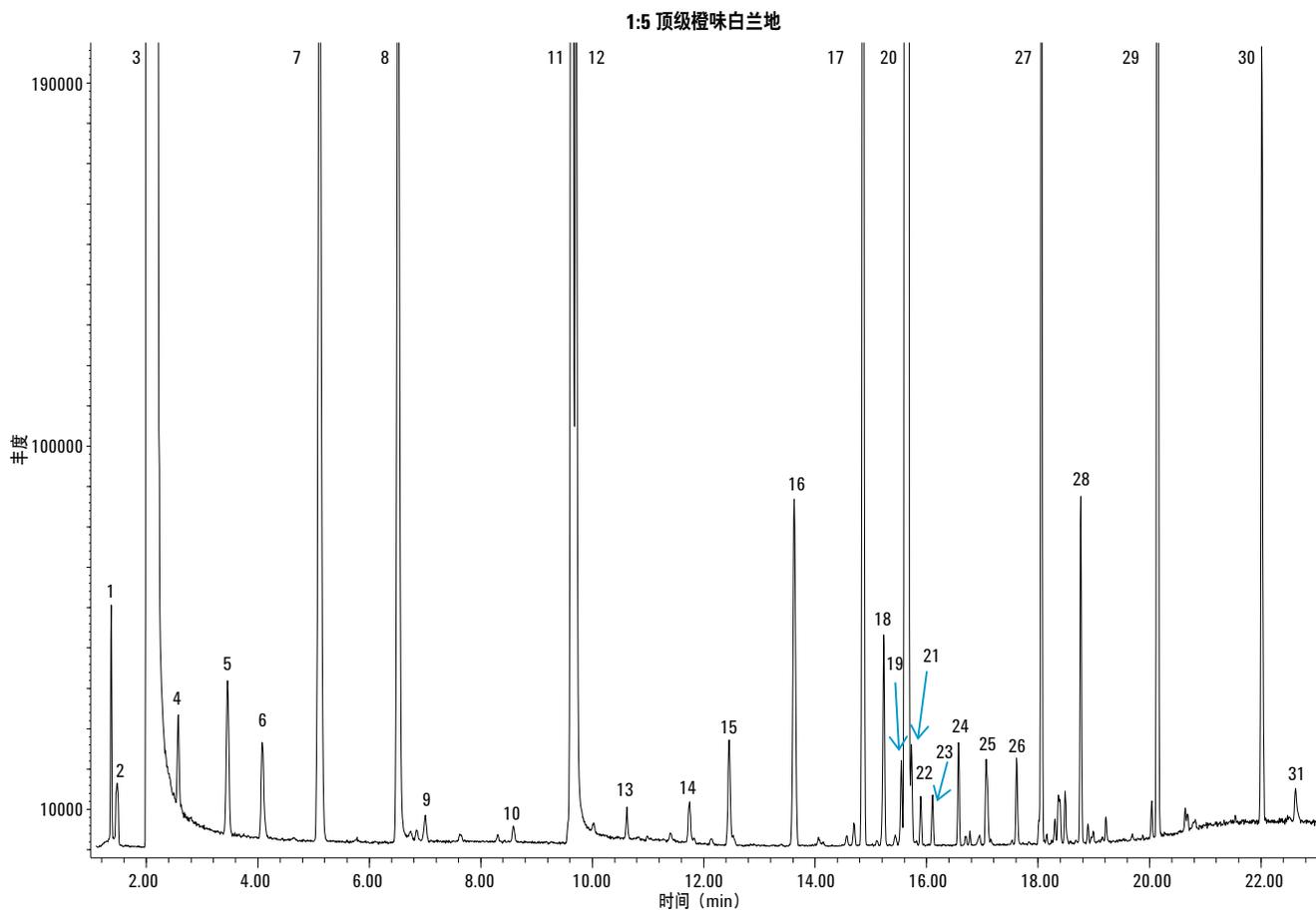


峰序号	12. 异丁醇	24. 乙酸异戊酯
1. 乙醛	13. 1-丁醇	25. 旋性乙酸戊酯
2. 甲醇	14. 2,3-戊二酮 (邻二酮)	26. 1-己醇
3. 乙醇	15. 丙酸乙酯	27. 庚醛
4. 丙酮	16. 乙酸丙酯	28. 辛醛
5. 异丙醇	17. 3-戊醇	29. 1,3,5-三聚甲醛杂质
6. 异丁醛	18. 异戊醇	30. 1,3,5-三聚甲醛杂质
7. 1-丙醇	19. 旋性戊醇	31. 辛酸乙酯
8. 丁醛	20. 乙酸异丁酯	32. 乙酸苏合香酯
9. 2,3-二丁酮 (邻二酮)	21. 1-戊醇	33. 3-甲氧基苯甲醛
10. 乙酸乙酯	22. 丁酸乙酯	34. 癸酸乙酯
11. 2-丁醇	23. 正己醛	

图 1. 醛类、杂醇油和杂醇酯混标在安捷伦 J&W DB-624UI (30 m x 0.32 mm, 1.8 μ m) 色谱柱上的总离子流图

图 2 中顶级橙味白兰地的总离子流图显示了一个良好的酒分筛查分析图。混标中相当大量的组分出现在样品的谱图中，同时还包括某些额外的色谱峰，主要以乙酸乙酯到长链有机酸酯如肉豆蔻酸乙酯 (C₁₆) 为主。

要特别注意第 1, 5, 10, 14 和 19 位置上的醛类物质的完美峰形，醛类因为自身的活性特点，一直是色谱分析的挑战，本研究未观察到活性物质分析常见的峰拖尾现象。

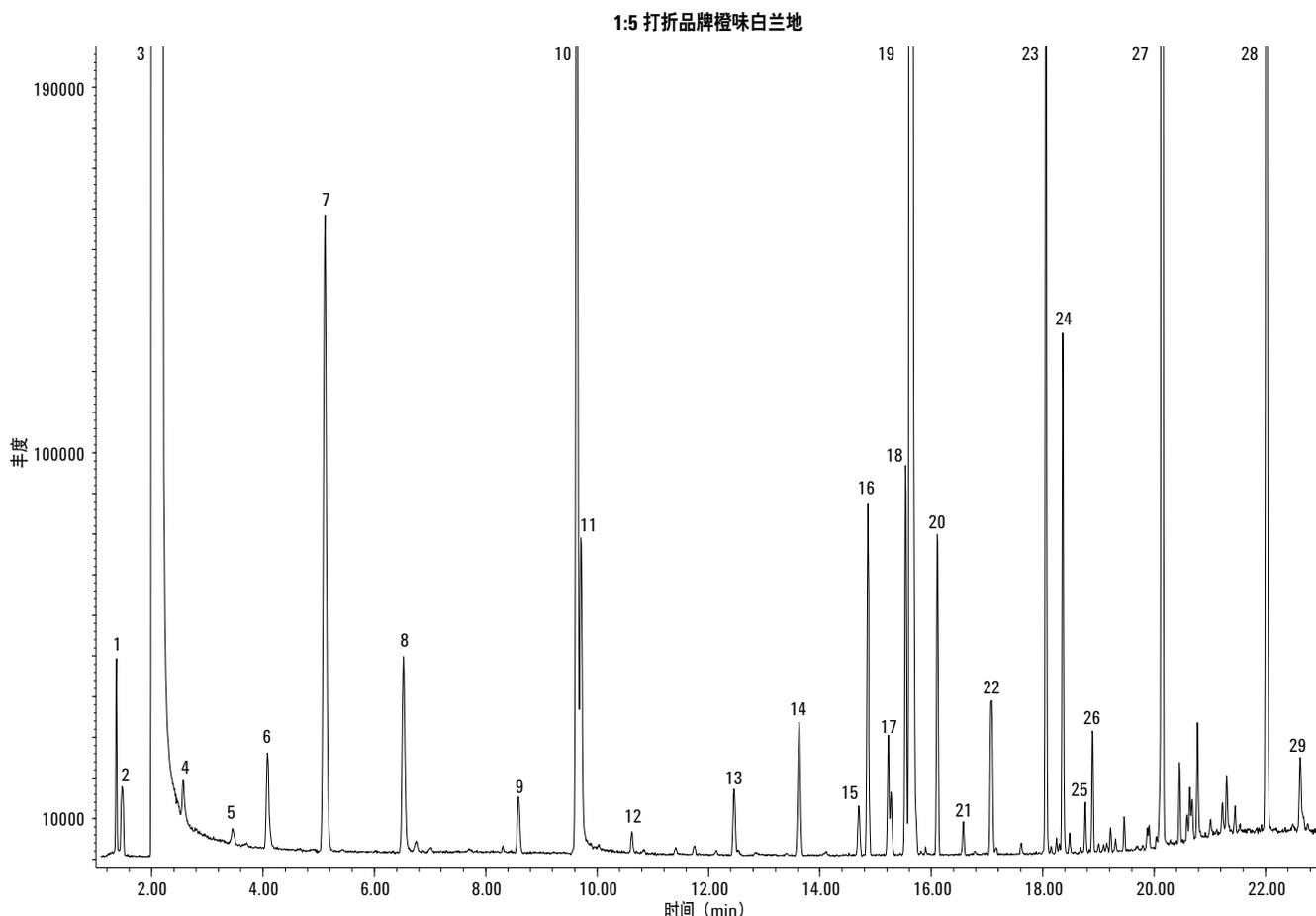


峰序号	11. 异戊醇	22. β -罗勒烯
1. 乙醛	12. 旋性戊醇	23. γ -松油烯
2. 甲醇	13. 丁酸乙酯	24. (+) 4-萜烯
3. 乙醇	14. 异丁醛	25. β -芳樟醇
4. 甲酸乙酯	15. 乙酸异戊酯	26. 反式-2-萜醇
5. 异丁醛	16. α -蒎烯	27. 辛酸乙酯
6. 1-丙醇	17. β -蒎烯	28. α -松油醇
7. 乙酸乙酯	18. 己酸乙酯	29. 癸酸乙酯
8. 异丁醇	19. 辛醛	30. 月桂酸乙酯
9. 烯丙基乙醚	20. 右旋柠檬烯	31. 肉豆蔻酸乙酯
10. 乙醛	21. β -茴香萜	

图 2. 顶级橙味白兰地经顶空瓶中去离子水稀释 5 倍后在安捷伦 J&W DB-624UI (30 m x 0.32 mm, 1.8 μ m) 色谱柱上的总离子流图

图 3 中打折品牌橙味白兰地的总离子流图显示了一个良好的酒分筛查分析图，这与图 2 中顶级橙味白兰地的谱图有显而易见的差别。其中的异丁醛，乙酸乙酯和异戊醇含量均低于顶级橙味白兰

地。 β -蒎烯水平的差别尤其引人注目，打折品牌白兰地中的浓度远远低于顶级白兰地。14 min 到 22 min 流出的萜类化合物的差别也非常明显。



峰序号

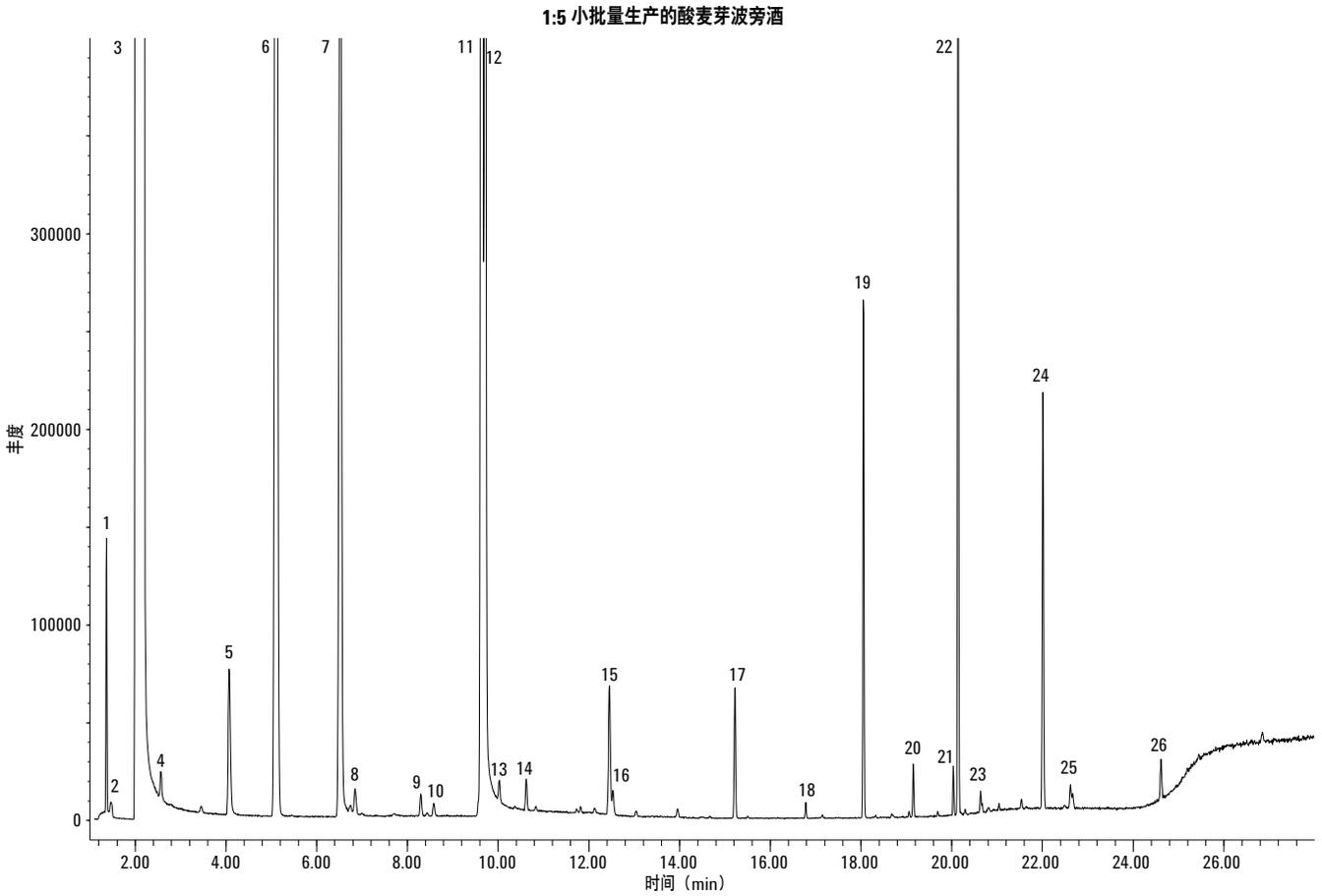
1. 乙醛
2. 甲醇
3. 乙醇
4. 甲酸乙酯
5. 异丁醛
6. 1-丙醇
7. 乙酸乙酯
8. 异丁醇
9. 乙醛

10. 异戊醇
11. 旋性戊醇
12. 丁酸乙酯
13. 乙酸异戊酯
14. α -蒎烯
15. β -蒎烯
16. β -月桂烯
17. 己酸乙酯
18. 3-萜烯
19. 辛醛

20. 右旋柠檬烯
21. γ -松油烯
22. (+) 4-萜烯
23. β -芳樟醇
24. 辛酸乙酯
25. 癸醛
26. 辛醛二乙缩醛
27. 癸酸乙酯
28. 月桂酸乙酯
29. 肉豆蔻酸乙酯

图 3. 打折品牌橙味白兰地经顶空瓶中去离子水稀释 5 倍后在安捷伦 J&W DB-624UI (30 m x 0.32 mm, 1.8 μ m) 色谱柱上的总离子流图

图 4 为小批量生产的酸麦芽波旁酒的总离子流图。波旁酒的分析筛查图在某种程度上比图 2 和图 3 中的橙味白兰地简单。在波旁酒样品中，某些关键的特异性指标如乙酸乙酯、异丁醇、异戊醇、旋性戊醇和癸酸乙酯（C12）的浓度均较前二者高。



峰序号	9. 丙酸乙酯	18. 庚酸乙酯
1. 乙醛	10. 二乙氧基乙烷	19. 辛酸乙酯
2. 甲醇	11. 异戊醇	20. 壬酸乙酯
3. 乙醇	12. 旋性戊醇	21. 反式-4-癸烯酸乙酯
4. 甲酸乙酯	13. 乙酸异丁酯	22. 癸酸乙酯
5. 1-丙醇	14. 丁酸乙酯	23. 辛酸异戊酯
6. 乙酸乙酯	15. 乙酸异戊酯	24. 月桂酸乙酯
7. 异丁醇	16. 旋性乙酸戊酯	25. 癸酸异戊酯
8. 二乙氧基甲烷	17. 己酸乙酯	26. 肉豆蔻酸乙酯

图 4. 小批量生产的酸麦芽波旁酒经顶空瓶中去离子水稀释 5 倍后在安捷伦 J&W DB-624UI (30 m x 0.32 mm, 1.8 μm) 色谱柱上的总离子流图

结论

安捷伦 J&W DB-624UI 30 m × 0.32 mm, 1.8 μm 色谱柱在分析复杂酒基质中发酵和蒸馏相关化合物的过程中表现出了优异的情性和选择性。无论是 1 μL/L 标准溶液还是橙味白兰地样品，其中的醛类化合物尖锐而对称的峰形充分证明了色谱柱的超高情性。本报告论证了高情性和高选择性的 J&W DB-624 UI 色谱柱静态顶空 GC/MS 法分析筛查复杂酒基质的有效性。

更多信息

本文中的数据仅代表测定的典型结果。有关产品和服务的更多信息，请访问 www.agilent.com/chem/ultrainert。

www.agilent.com/chem/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2012
2012年6月7日，中国印刷
5991-0659CHCN



Agilent Technologies