使用 Agilent J&W DB-WAX 超高惰性毛细管气相色谱柱对蒸馏酒进行分析

应用简报

香精、香料和食品

作者

Kenneth Lynam
安捷伦科技公司

Yun Zou
安捷伦科技公司
上海

摘要

Agilent J&W DB-WAX 超高惰性气相色谱柱对含有大量水或水-乙醇混合物的蒸馏酒样品具有出色的稳定性。这款色谱柱的高惰性可确保醇类、醛类及有机酸等难以分析的挥发性同系物获得完美峰形。

前言

酒精饮料的质量和风味与饮料中的复杂混合成分直接相关。一些成分具有芬芳的香气与愉悦的口感，而其他一些元素则可能带来不受欢迎的风味或口感特征。全球的蒸馏酒生产商和调制者对这些因素具有专业见解，因此能够将其感官技能与气相色谱和 GC/MS 等现代分析工具相结合。酿酒厂在扩大贸易、出口与打击仿冒保护自身品牌时，控制酒中风味物质的质量并满足法规要求是必不可少的环节。

过去，具有极性聚乙二醇（PEG，wax 型）气相色谱固定相的气相色谱是用于表征蒸馏酒的一种工具。PEG 固定相色谱柱对蒸馏酒中的风味物质成分具有出色的选择性，并能提供有用的综合信息。蒸馏酒样品中的水份含量很高 (40% - 80%)，因此其分析极具挑战性。除此之外，一些目标化合物的含量极低，通常低于 ppm 级。

Agilent Technologies

传统的 PEG 色谱柱存在一些不足，尤其在分析乙醇/水基质中较强的化学活性组分时，这种不足尤为明显。醛类、醇类和有机酸类的分析常受到色谱柱惰性不足的影响，这会导致峰拖尾以及不一致、不准确的结果。一些传统的 PEG 固定相可能对水溶液样品不稳定，这会导致色谱柱性能下降、重现性差以及寿命缩短。

本应用简报中使用 Agilent J&W DB-WAX UI 色谱柱来表征蒸馏酒。本研究重点介绍 wax 色谱柱的惰性对酒中问题较多组分的影响。这种固定相独特的惰性可使多种标准和优质蒸馏酒中的醇类、有机酸类和醛类物质获得更尖锐、更一致的峰形。

实验部分

蒸馏酒样品分别购自中国上海和美国特拉华州威尔明顿的当地酒零售供应商处。在分析之前，将每种样品小心转移至 2 mL 自动进样器样品瓶中，并以纯样品形式进样至气相色谱。

仪器

表 1 和 2 列出了仪器和分析条件，表 3 列出了流路消耗品备件。

表 1. 系统 1 条件

参数	值
气相色谱系统：	Agilent 7890B/FID
色谱柱：	Agilent J&W DB-WAX UI, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm（部件号 122-7032UI）
自动进样器：	Agilent 7683B 自动进样器和样品盘，5 µL 进样针（部件号 G4513-80213），进样量 0.5 µL
载气：	氦气，恒流模式，0.7 mL/min
进样口：	惰性流路，分流/不分流，250 °C，分流比 30:1
柱温箱：	样品运行：40 °C (4 min)，以 5 °C/min 升至 100 °C，再以 10 °C/min 升至 200 °C (10 min)（运行时间 36 min） 溶剂运行：40 °C (4 min)，以 5 °C/min 升至 56 °C，再以 100 °C/min 升至 200 °C (10 min)（运行时间 18.64 min）
FID：	250 °C

表 2. 系统 2 条件

参数	值
气相色谱系统：	Agilent 7890B/FID
色谱柱：	Agilent J&W DB-WAX UI, 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm（部件号 122-7032UI）
自动进样器：	Agilent 7683B 自动进样器和样品盘，5 µL 进样针（部件号 G4513-80213），进样量 0.5 µL
载气：	氢气，恒流模式，2.5 mL/min
进样口：	分流/不分流，225 °C，分流比 20:1
柱温箱：	35 °C (5 min)，以 12 °C/min 升至 240 °C（保持 5.0 min）
FID：	250 °C

表 3. 流路备件

参数	值
样品瓶：	棕色，带书写签，经认证，2 mL，螺口盖样品瓶套装（部件号 5182–0554）
隔垫：	不粘连 BTO 隔垫（部件号 5183-4757）
柱螺帽：	手拧式，进样口/检测器（部件号 5190-6194）
密封垫圈：	15% 石墨:85% Vespel，短型，0.4 mm 内径，适用于 0.1 - 0.25 mm 色谱柱（10/包，部件号 5181-3323）
衬管：	带玻璃毛的安捷伦超高惰性分流衬管（部件号 5190-2295）
进样口密封垫：	超高惰性，镀金，带垫圈（部件号 5190-6144）

结果与讨论

中国白酒已经有 5000 多年的历史 [2]。典型的白酒生产过程包括发酵、蒸馏和混合。不同生产地区所采用的原材料、微生物以及生产工艺不同，这意味着中国白酒的成分非常复杂，其中包括酯类、醇类、醛类以及其他痕量风味物质 [3]。

图 1 为中国白酒中一些主成分的示例色谱图。DB-WAX UI 色谱柱对中国白酒样品中常见的难分离成分具有出色的分离度和峰形。将乙酸丁酯（峰 11）用作内标。如图 1 所示，乙酸乙酯（峰 3）与乙缩醛（峰 4）实现了基线分离。2-戊醇（峰 13）和戊酸乙酯（峰 14）在某些供应商的 WAX 型色谱柱上无法实现完全分离。然而，这两种物质在 DB-WAX UI 色谱柱上均有良好的分离度。DB-WAX UI 的惰性和选择性确保了糠醛与乙酸（峰 24）和己酸异戊酯（峰 25）可实现分离。本样品中的乙醇 (38% v/v) 严重过载，但仍显示出了出色的峰形。洗脱出的甲醇、正丙醇、异丁醇、2-戊醇、1-丁醇、异戊醇、2-庚醇以及 1-己醇峰均为尖锐的对称峰。蒸馏酒精饮料中的醛类物质同样难以分析，通常出现拖尾峰以及保留时间不稳定。而本文中醛类物质在惰性 wax 柱上的峰形尖锐且易于积分。可以说，这些样品中最难分离的化合物类别就是有机酸。这些化合物通常显示出严重的峰拖尾，因此在惰性不足的 wax 色谱柱上几乎不可能实现准确的定量分析。然而，采用 DB-WAX UI 色谱柱时，有机酸类化合物的峰形尖锐且对称，从而实现了一致的积分与可靠的定量分析。

将纯中国白酒或溶剂空白（乙醇:水，38:62 v/v）重复进样 200 次以测试分析重现性和色谱性能稳定性。每进行 10 次分析后进行一次溶剂空白进样。

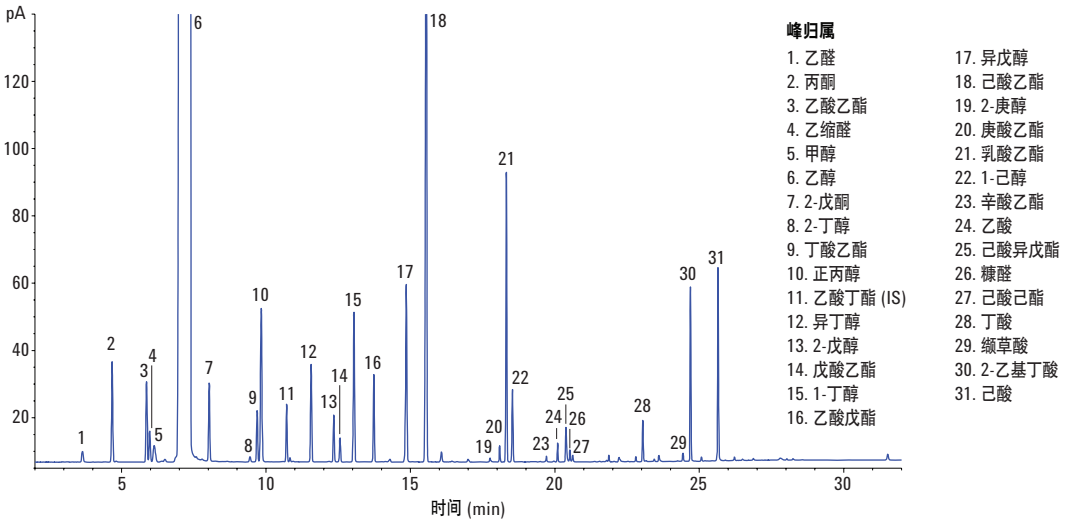


图 1. 使用 Agilent J&W DB-WAX 超高惰性 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm 气相色谱柱（部件号 122-7032UI）所得中国白酒样品的 GC/FID 色谱图

图 2 表明了 200 次重复进样过程中的保留时间稳定性。由于这种纯中国白酒样品的主要成分是水 (62% v/v)，因此不存在由于水溶液样品重复进样所导致的保留时间稳定性漂移问题。在研究过程中也可保持良好的峰形。200 次进样过程中的保留时间和峰形均保持一致，这清楚表明 DB-WAX UI 色谱柱对于复杂的含水酒精饮料分析具有稳定性和惰性。

图 3 为纯 Maker's Mark 波本威士忌样品第 1 次和第 50 次进样获得的叠加色谱图。醇类、醛类和有机酸类物质的峰形清晰尖锐。高含水量（按体积计，60%）纯威士忌样品的 50 次进样过程中获得了优异的保留时间重现性。棘手分析物的峰形对称，在整个研究过程中保持一致。DB-WAX UI 毛细管气相色谱柱对 Marker's Mark 样品表现出出色的惰性和固定相稳定性。

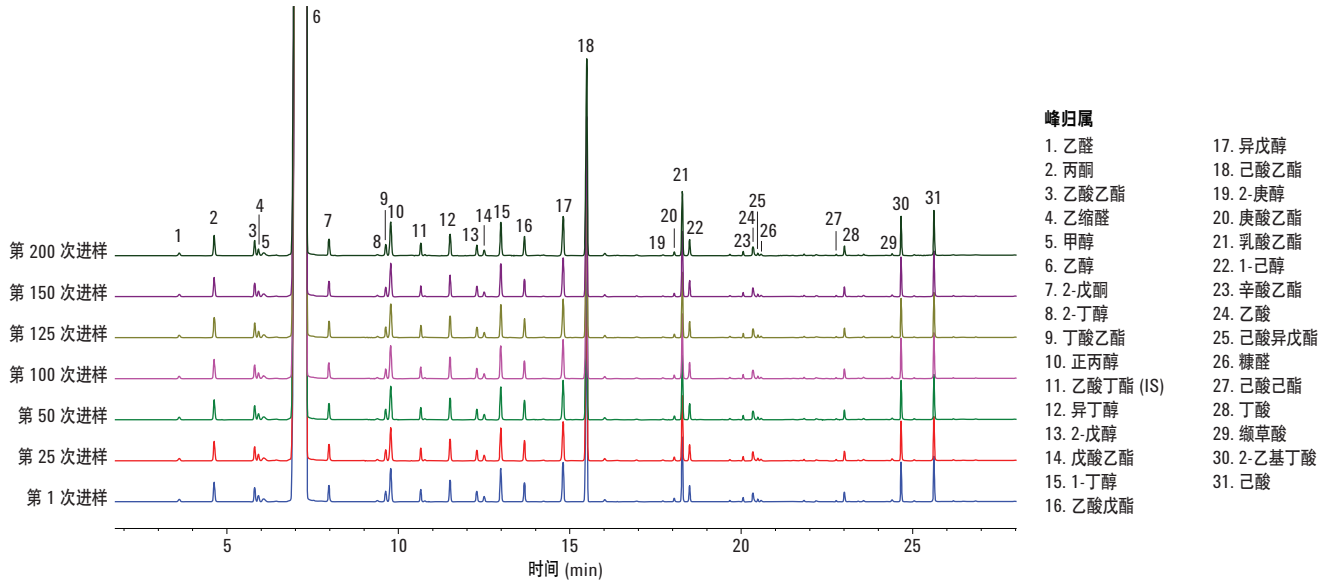


图 2. 使用 Agilent J&W DB-WAX 超高惰性 30 m × 0.25 mm, 0.25 µm 气相色谱柱（部件号 122-7032UI）分析与图 1 所用同一中国白酒样品的重复进样的 GC/FID 叠加色谱图

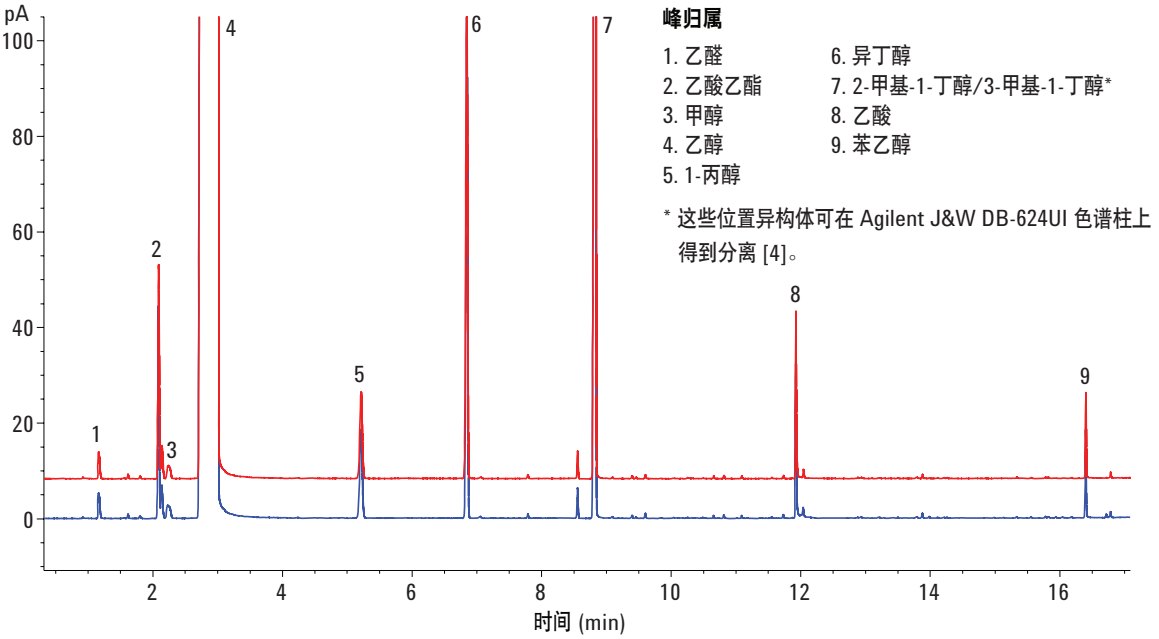


图 3. 纯 Maker's Mark 威士忌样品第 1 次和第 50 次进样获得的叠加色谱图。条件见表 2

结论

本应用简报展示了 Agilent J&W DB-WAX UI 色谱柱对蒸馏酒中的难分析挥发性化合物的定量分析具有显著的积极影响。通过对高含水量样品的重复进样凸显了 DB-WAX UI 固定相稳定性。醇类、醛类和有机酸类化合物的保留时间和峰形在中国白酒 200 次的直接进样过程中均保持一致。惰性 Wax 色谱柱在蒸馏酒分析中具有卓越的惰性和一致性。

参考文献

1. Piggott, J. R. Whisky, Whiskey and Bourbon: Composition and Analysis of Whiskey. *Encyclopedia of Food and Health*, Elsevier, LTD, **2016**
2. Shurtleff, W.; Aoyagi, A. History of Koji-Grains and/or Soybeans Enrobed with a Mold Culture (300 BCE To 2012): Extensively Annotated Bibliography and Sourcebook. Soyinfo Center, **2012**
3. Zheng, Y.; Zhao, J. W.; Zhang, F. G Huang, M. Q.; Sun, B. G.; Zheng, F. P.; Sun, J. Y. Analysis of volatile compounds of Bandaojing sesame-flavor liquor. *Food Sci.* **2014**, *35*, 60–65
4. Lynam, K.，*使用 Agilent J&W DB-624 超高惰性毛细管色谱柱对精馏酒进行 GC/MS 顶空筛查*，应用简报，安捷伦科技公司，出版号 5991-0659CHCN，**2012**

更多信息

这些数据仅代表典型的结果。有关我们的产品与服务的详细信息，请访问我们的网站 www.agilent.com。

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278，400-820-3278（手机用户）

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

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。

本文中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2016

2016 年 3 月 11 日，中国出版

5991-6638CHCN

Agilent Technologies