

采用 Agilent 8860 气相色谱仪分析 蒸馏酒中的醇类、醛类和酯类

作者

Youjuan Zhang
安捷伦科技（上海）有限公司
中国上海，邮编 200131

摘要

使用配备火焰离子化检测器 (FID) 的 Agilent 8860 气相色谱仪分析蒸馏酒中的醇、醛、有机酸和酯类物质可实现高灵敏度、良好的线性和稳定性。色谱柱的高惰性可确保大多数化合物获得出色的峰形。

前言

蒸馏酒是以乙醇-水为基质同时含有数百种风味化合物的复杂混合物，其中包括醇、醛、有机酸和酯类物质。这些微量成分的比例对决定白酒的风味和品质至关重要。对生产企业来说，对原料中的风味化合物以及后续糖化、发酵和蒸馏过程中的风味化合物的监控和检测也极为重要。

中国白酒以其浓郁的风味以及悠长的回味而闻名于世。根据香型，中国白酒可以分为酱香型，浓香型，清香型，米香型等。长期以来，人们对白酒的研究主要集中在微生物的进化和发酵过程中风味物质的形成等方面，并且分析了主要芳香化合物（如酯、酸、醇和醛类物质）对典型白酒类型的影响。乙酸乙酯、乳酸乙酯和己酸乙酯的浓度和比例对白酒的风味起决定性作用。为保障饮酒者的健康，白酒生产过程中应严格控制甲醇、异丁醇和异戊醇的浓度。在本应用简报中，将一些实际样品进样至 Agilent 8860 气相色谱系统，并对特定香型的白酒进行了分析。同时，对白酒中最常见的 10 种化合物进行了定量分析。

实验部分

采用配备 FID 的 8860 GC 执行分析。采用配备 5 μ L 进样针的 Agilent 7693A 自动液体进样器完成样品引入。表 1 列出了使用的仪器和条件。

样品前处理

用微量进样针加入规定量的各种标准化合物，制备混合标准品储备液。在 60:40 的乙醇:水溶液 (v/v) 中制备 10 种化合物的储备液，每种化合物的浓度均为 1000 μ g/mL。

每个校准浓度准备 6 个样品瓶，通过向乙醇水溶液中加入不同量的储备液获得所需浓度。配制得到的校准标准溶液的浓度分别为 10、30、50、100、500 和 1000 μ g/mL。向每个校准浓度中加入内标 (IS)，对应的 IS 浓度为 440 μ g/mL。

实验中用的白酒样品是从中国当地的零售供应商处购得，并作为纯样品进样至 GC。

表 1. Agilent J&W DB-FATWAX 超高惰性柱用于烈酒分析的方法条件

参数	值
气相色谱系统	8860 GC/FID
进样口	分流/不分流, 250 °C, 分流比 30:1 衬管: 超高惰性衬管 (部件号 5190-2295)
色谱柱	J&W DB-FATWAX 超高惰性柱, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ m (部件号 G3903-63008)
载气	氮气, 1 mL/min, 恒流
柱温箱	40 °C (4 分钟), 然后以 5 °C/min 升至 100 °C, 然后以 10 °C/min 升至 200 °C (10 分钟)
FID	250 °C, 氢气: 30 mL/min, 空气: 300 mL/min, 尾吹气 (N ₂): 25 mL/min
进样量	0.5 μ L

结果与讨论

为了开发一种监测白酒中风味物质的可靠方法，采用配备自动进样器和 FID 的 8860 GC 进行分析。图 1 显示了 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度下系统获得的 10 种标准化合物和 1 种内标的典型色谱图。

图 2、图 3 和图 4 是不同香型的中国白酒样品中主要成分分析的示例色谱图。系统对醇、醛、有机酸和酯类物质均实现了优异的分离度和峰形。如图 2 所示，乙酸乙酯、乙缩醛和甲醇基本实现了基线分离。甲醇具有强极性，容易拖尾，但在此方法中，其峰形尖锐且对称。

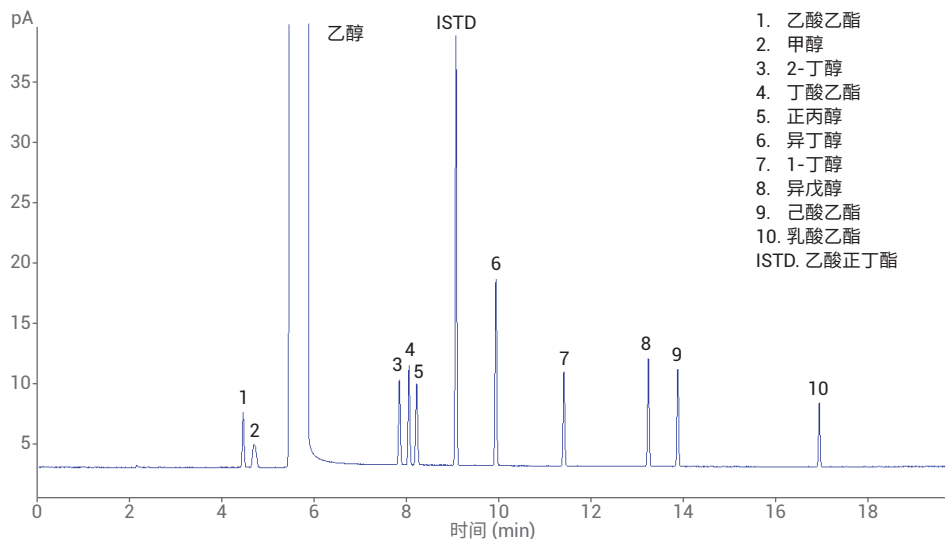


图 1. 使用 J&W DB-FATWAX 超高惰性柱获得的 10 种目标化合物 (100 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 的 GC/FID 色谱图

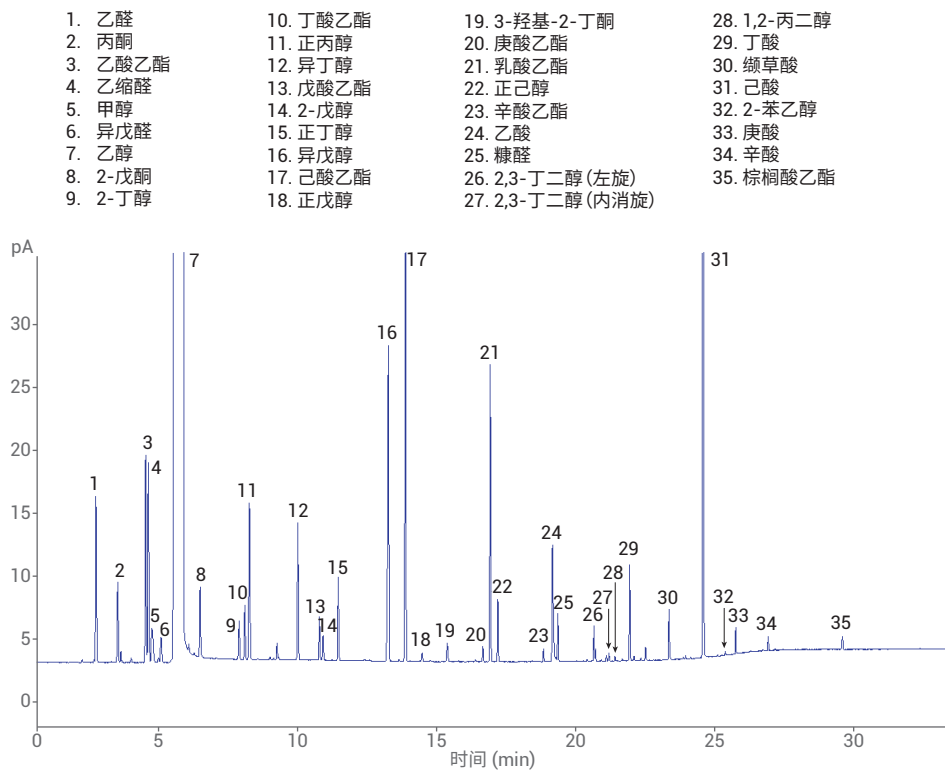


图 2. 酱香型中国白酒样品的 GC/FID 色谱图

- | | | | |
|---------|----------------|-----------------|------------------|
| 1. 乙醛 | 10. 丁酸乙酯 | 19. 正戊醇 | 28. 2,3-丁二醇(内消旋) |
| 2. 丙酮 | 11. 正丙醇 | 20. 3-羟基-2-丁酮 | 29. 1,2-丙二醇 |
| 3. 乙酸乙酯 | 12. 乙酸正丁酯 (IS) | 21. 庚酸乙酯 | 30. 丁酸 |
| 4. 乙缩醛 | 13. 异丁醇 | 22. 乳酸乙酯 | 31. 缬草酸 |
| 5. 甲醇 | 14. 戊酸乙酯 | 23. 正己醇 | 32. 己酸 |
| 6. 异戊醛 | 15. 2-戊醇 | 24. 辛酸乙酯 | 33. 2-苯乙醇 |
| 7. 乙醇 | 16. 正丁醇 | 25. 乙酸 | 34. 庚酸 |
| 8. 2-戊酮 | 17. 异戊醇 | 26. 糠醛 | 35. 辛酸 |
| 9. 2-丁醇 | 18. 己酸乙酯 | 27. 2,3-丁二醇(左旋) | 36. 棕榈酸乙酯 |

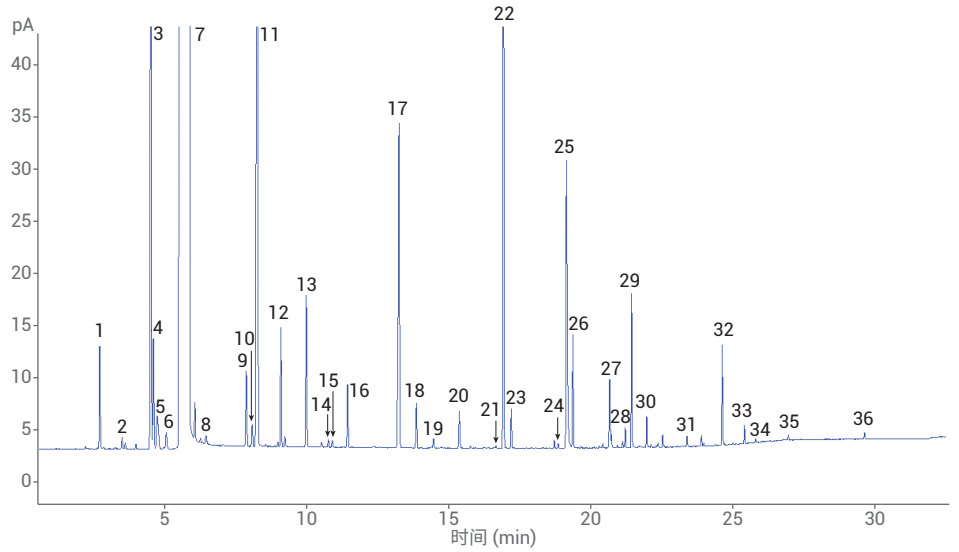


图 3. 浓香型中国白酒样品的 GC/FID 色谱图

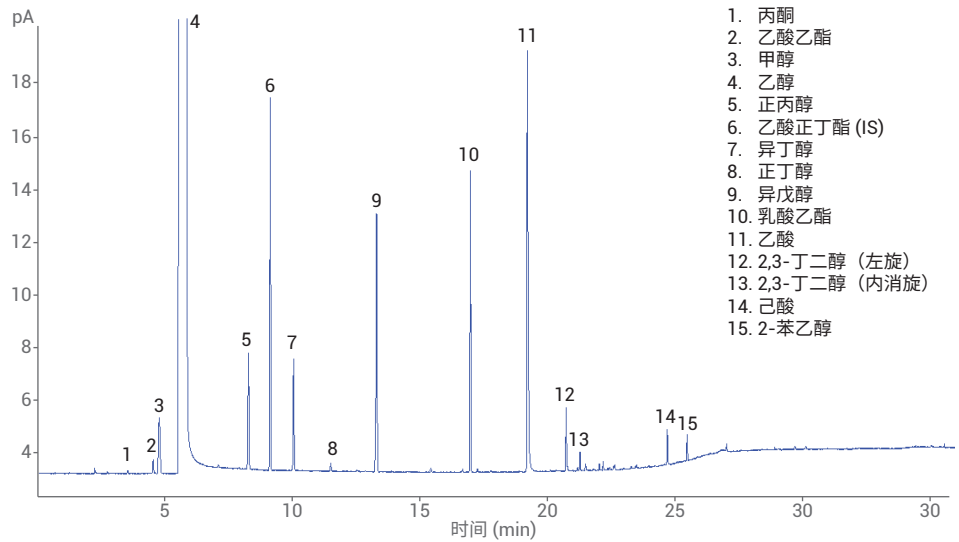


图 4. 清香型中国白酒样品的 GC/FID 色谱图

在 10–1000 µg/mL 浓度范围内所有 10 种化合物的相关系数 (R^2) 均 ≥ 0.9992 。表 2 给出了详细的校准信息，图 5、图 6 和图 7 分别为甲醇、异丁醇和乳酸乙酯的校准曲线。

表 2. 10 种目标化合物的 R^2 、RSD 和 LOD

名称	RT	R^2	RSD (n = 6)		MDL (µg/mL)
			100 µg/mL	中国白酒	
乙酸乙酯	4.51	0.9992	3	2.8	3
甲醇	4.75	0.9998	1.3	1.2	5
2-丁醇	7.88	0.9998	1.3	1.4	2
丁酸乙酯	8.09	0.9995	2.5	2.2	2
正丙醇	8.26	0.9998	1.1	1.1	2
异丁醇	9.96	0.9998	1.1	1.2	2
1-丁醇	11.43	0.9998	1.4	1.2	2
异戊醇	13.25	0.9998	1.2	1.3	2
己酸乙酯	13.88	0.9998	1.6	1.1	2
乳酸乙酯	16.93	0.9999	1.1	1.2	3

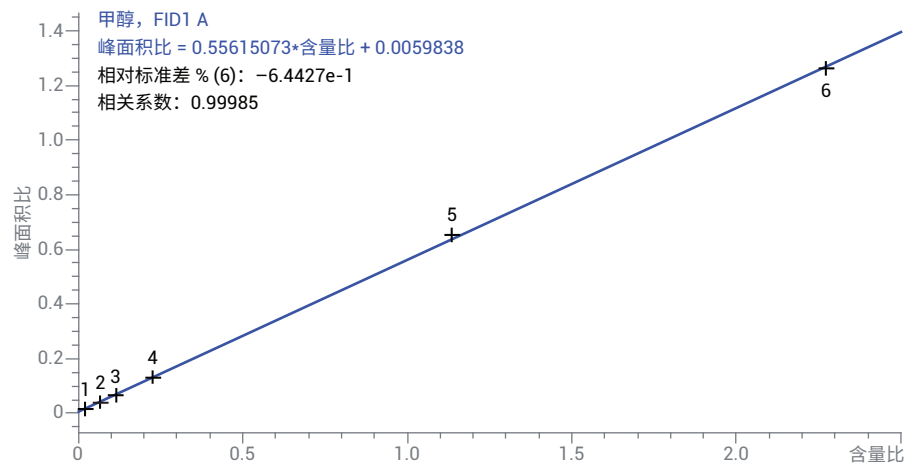


图 5. 甲醇校准曲线 ($R^2 = 0.99985$)

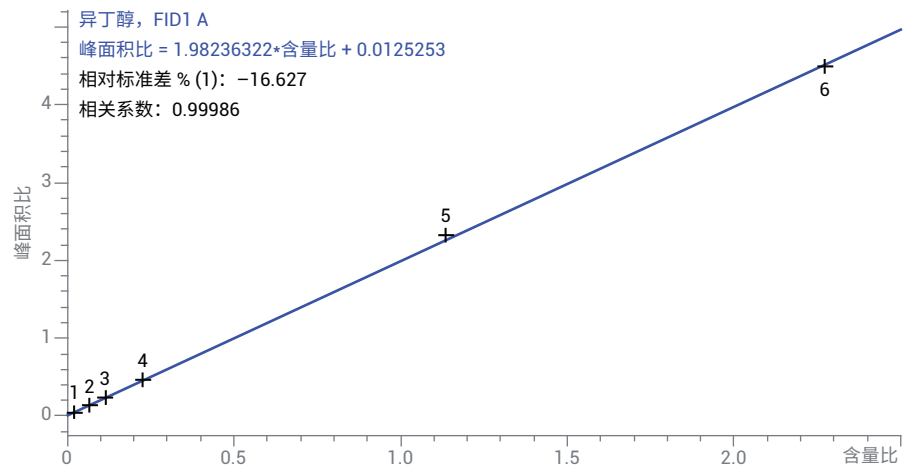


图 6. 异丁醇校准曲线 ($R^2 = 0.99986$)

为验证系统的完整性，考察了其重现性。采用标准品和实际样品进行重现性测试。由表 2 可知，大多数化合物的峰面积 %RSD 远低于 3%。图 8 是中国白酒 6 次重复进样的叠加谱图。如图所示，保留时间和峰面积稳定性都很出色。

使用信噪比 (S/N) 计算方法检测限 (MDL)。使用浓度为 5 µg/mL 的标准溶液测试 MDL，表 2 列出了所有化合物的值。所有化合物的 MDL 均 ≤ 5 µg/mL。

结论

在本应用简报中，配备自动进样器和 FID 的 8860 GC 为白酒中的醇、醛、有机酸和酯类物质分析提供了一种可靠且经济的解决方案。EPC 控制和 J&W DB-FATWAX UI 色谱柱可实现出色的峰形、分离度，以及优异的重现性。

参考文献

1. Y. Kenneth L.; Zhou, Y. 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，安捷伦科技公司应用简报，出版号 5991-6638CHCN，**2016**
2. Cai, X. Y.; Yin, J. J.; Hu, G. D. Determination of Minor Flavor Components in Chinese Spirits by Direct Injection Technique with Capillary Columns. *Chin. J. Chromatogr.* **1997**, 15(5)

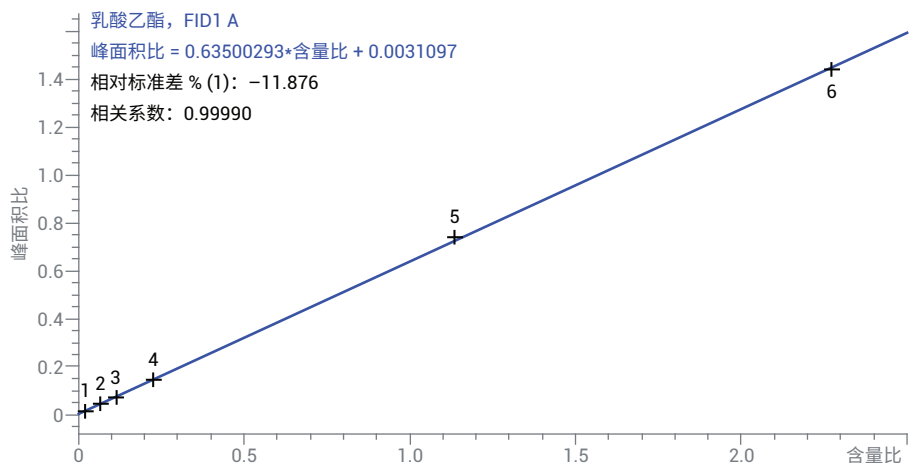


图 7. 乳酸乙酯校准曲线 ($R^2 = 0.99985$)

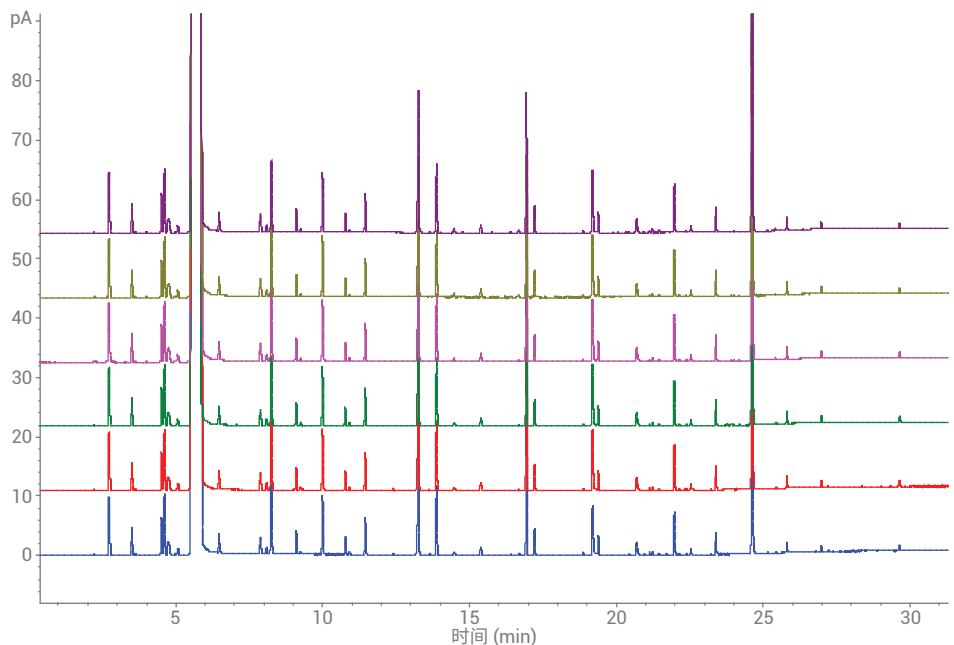


图 8. 同一中国白酒样品 6 次重复进样的 GC/FID 叠加色谱图

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

本文中的信息、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, 2019
2019 年 1 月 2 日, 中国出版
5994-0490ZHCN

 **Agilent**
Trusted Answers