

使用 Agilent 8890 气相色谱系统对蒸馏酒进行分析

作者

Brent Casper
安捷伦科技有限公司
Wilmington, DE, USA

摘要

对气相色谱 (GC) 而言，蒸馏酒分析是一项挑战性应用，因为样品基质中存在大量水分。样品中的水分会缩短气相色谱柱寿命，并需要用户不断进行进样口和色谱柱维护。本应用简报证明配备 Agilent J&W DB-WAX UI 色谱柱的 Agilent 8890 气相色谱系统能够对烈酒进行高重现性分析。

前言

过去几年，美国波旁威士忌越来越受欢迎。为满足这一日益增长的需求，美国各地的酿酒厂大幅增加。波旁威士忌产量的增加导致需要对烈酒进行快速、可重现分析。

传统上，由于蒸馏酒水分含量高 (40%–80%)，难以采用 GC 对其进行分析¹。通常，分析含水量如此高的样品需要进行大量样品前处理或使用液相色谱 (LC)²。采用 GC 进行烈酒分析时，通常使用极性聚乙二醇 (PEG) 色谱柱进行分离。对基质包含高浓度醇类/水的样品重复进样时，极性 PEG 色谱柱容易发生降解。因此，需要用户频繁地进行进样口和/或色谱柱维护³。

本应用简报展示了在 8890 气相色谱系统上使用 J&W DB-WAX UI 气相色谱柱对烈酒进行分析。工作流程包括对纯波旁威士忌进行重复进样。结果证明，该系统能够分析具有挑战性基质的复杂样品，并保持优异的保留时间和峰面积精密密度。

实验部分

测试样品

Woodford Reserve 精选 (Woodford Reserve Distiller's Select) 波旁威士忌购自当地的烈酒零售商。将波旁威士忌样品转移至具有 250 μ L 样品瓶内插管的 2 mL 自动进样器样品瓶中，并以纯样品进样至 GC 中。

表 1. 气相色谱方法条件

方法参数	
气相色谱仪	8890 系列气相色谱仪
软件	OpenLab CDS 2.2
自动液体进样器	Agilent 7693A 自动液体进样器 (进样量 1 μ L)
进样口 (分流/不分流)	250 °C, 分流比 50:1
色谱柱	J&W DB-WAX UI (部件号 122-7032UI)
色谱柱流速	2.0 mL/min (恒流模式)
柱温箱	40 °C (保持 4 分钟), 以 5 °C/min 升至 100 °C (不保持), 以 10 °C/min 升至 200 °C (不保持) 方法时间: 26 分钟
FID	250 °C 空气 400 mL/min 氢气 30 mL/min 氮气 25 mL/min

表 2. 所用的安捷伦消耗品清单

消耗品	部件号
带隔垫的螺纹盖	5185-5820
2 mL 螺纹口样品瓶	5182-0716
样品瓶内插管 (250 μ L)	5181-8872
ALS 进样针, 蓝色, 10 μ L, PTFE 推杆	G4513-80203
高级绿色惰性隔垫	5183-4759
进样口衬管 O 形圈, 不粘连	5188-5365
惰性衬管, 超高惰性, 分流, 低压降	5190-2295
J&W DB-WAX 超高惰性色谱柱, 30 m \times 0.25 mm, 0.25 μ L	122-7032UI
J&W DB-WAX 超高惰性色谱柱, 20 m \times 0.18 mm, 0.18 μ L	121-7022UI

仪器

使用配备火焰离子化检测器 (FID) 的 8890 气相色谱系统完成波旁威士忌的分析。在分流模式下使用分流/不分流进样口。在恒流模式下使用氮气作为载气。表 1 列出了详细的方法参数，表 2 列出了消耗品清单。

结果与讨论

图 1 展示了利用 GC/FID 分析纯 Woodford Reserve 波旁威士忌得到的色谱图示例。由于样品乙醇含量较高 (45%)，乙醇峰 (峰 3) 远大于微量组分的色谱峰。使用 J&W DB-WAX UI 色谱柱还获得了其他挑战性目标分析物的优异峰形。这些分析物包括浓度低得多的醇类、酯类和有机酸。

波旁威士忌的这些微量成分有助于形成烈酒的各种复杂风味¹。

由于波旁威士忌中存在多种目标分析物，因此在执行重复分析时需要采用惰性气相色谱流路。使用 J&W DB-WAX UI 色谱柱能够对纯波旁威士忌进行多次进样分析，且无需反复进行色谱柱维护。

通过波旁威士忌的重复进样分析，开展稳定性研究。图 2 展示了波旁威士忌样品第 1 次和第 400 次进样得到的 FID 色谱图叠加。图 2 表明，在 400 次进样中，实现了优异的保留时间稳定性和一致的峰形。这一结果证明了 8890 气相色谱系统和 J&W DB-WAX UI 色谱柱的稳定性。400 次重复进样后，一些色谱分析挑战性化合物 (如乙酸，峰 7) 表现出轻微的峰拖尾。

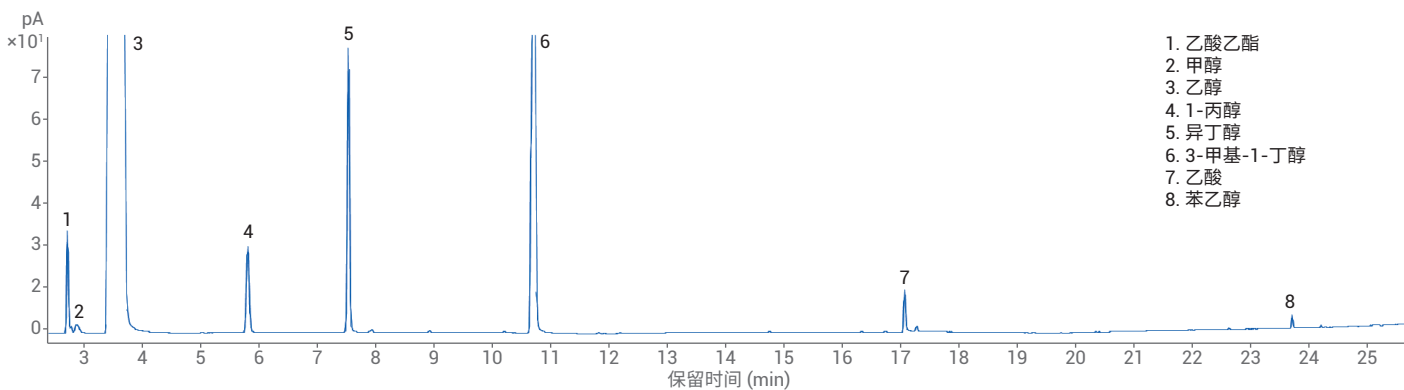


图 1. Woodford Reserve 精选波旁威士忌的分析色谱图示例

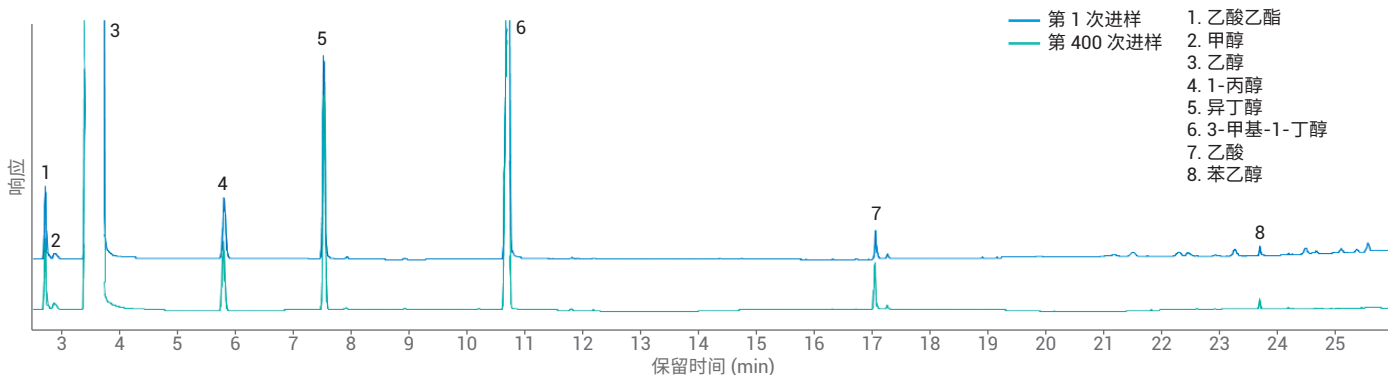


图 2. Woodford Reserve 精选波旁威士忌第 1 次和第 400 次进样的示例色谱图叠加

另一组实验旨在通过缩短烈酒分析所需的 GC 运行时间来提高通量。为缩短分析时间，考察了两种不同的方法。第一种方法是，安装具有类似固定相但内径 (id) 更小的色谱柱。第二种方法是，使用氢气作为载气。表 3 列出了采用小内径色谱柱并以氮气和氢气作为载气的方法参数。借助方法转换工具，将方法从 30 m × 0.25 mm, 0.25 μm 色谱柱转换到 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm 色谱柱。

图 3 展示了在 0.18 mm 的小内径色谱柱上采用氢气作为载气分析 Woodford Reserve 波旁威士忌得到的结果。采用小内径色谱柱，分析时间从原来的 26 分钟缩短至 19 分钟。即使分析时间缩短，仍获得了目标分析物的良好峰形。其中一个示例是有机酸，如图 3 中的峰 7 所示。

将载气由氮气换为氢气，烈酒分析时间进一步缩短至 12.8 分钟。图 4 展示了使用 20 m × 0.18 mm, 0.18 μm 色谱柱并以氢气作为载气得到的色谱图。换用氢气载气和小内径色谱柱使分析时间缩短为原来 (图 1) 的一半 (从 26 分钟缩短至 13 分钟)，同时目标分析物仍可保持良好的峰形。

表 3. 用于 0.180 mm 内径色谱柱分析的方法条件

	氮气载气	氢气载气
进样口 (分流/不分流)	250 °C, 分流比 200:1	250 °C, 分流比 200:1
色谱柱	J&W DB-WAX UI (部件号 121-7022UI)	J&W DB-WAX UI (部件号 121-7022UI)
色谱柱流速	1.0 mL/min (恒流模式)	1.2 mL/min (恒流模式)
柱温箱	40 °C (保持 4 分钟); 以 8.8 °C/min 升至 100 °C (不保持); 以 17 °C/min 升至 200 °C (保持 2.3 分钟) 方法时间: 19.01 分钟	40 °C (保持 2.67 分钟); 以 13 °C/min 升至 100 °C (不保持); 以 25 °C/min 升至 200 °C (保持 1.54 分钟) 方法时间: 12.83 分钟
FID	250 °C 空气 400 mL/min 氢气 30 mL/min 氮气 25 mL/min	250 °C 空气 400 mL/min 氢气 30 mL/min 氮气 25 mL/min

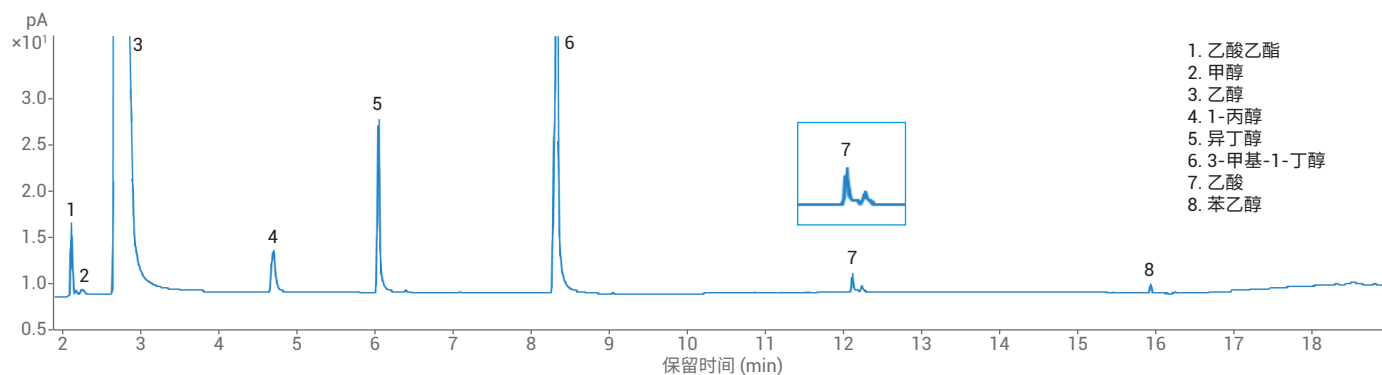


图 3. 在 0.180 mm 内径色谱柱上以氢气作为载气对 Woodford Reserve 波旁威士忌进行分析

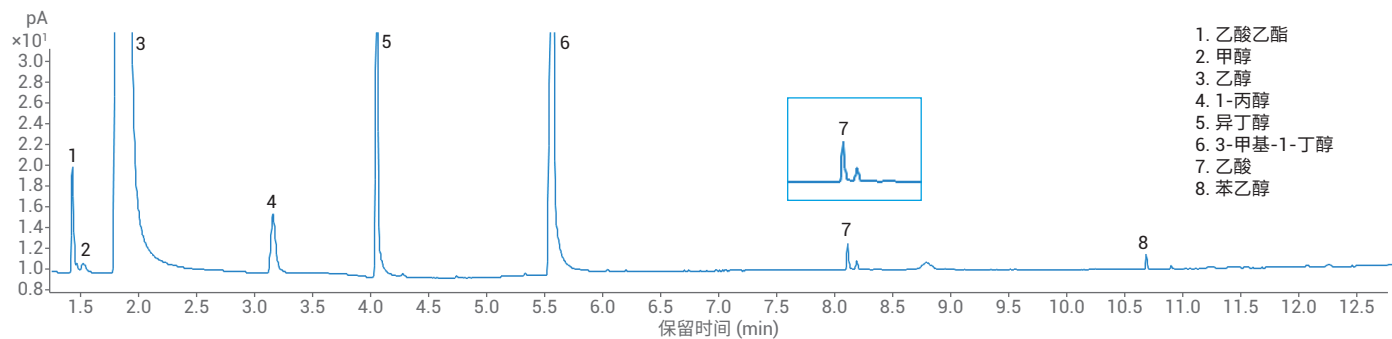


图 4. 在 0.180 mm 内径色谱柱上以氢气作为载气对 Woodford Reserve 波旁威士忌进行分析

结论

蒸馏酒等水溶液样品的分析是气相色谱的一项特殊挑战。配备 J&W DB-WAX UI 色谱柱的 8890 气相色谱系统的研究证明，惰性流路能够在水溶液样品的 400 次进样分析过程中提供可重现的结果。还可借助方法转换工具和小内径色谱柱，通过简单的步骤即可缩短分析时间，提高样品通量。

参考文献

1. 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. Ng, L.; Lafontaine, P.; Harnois, J. Gas Chromatographic-Mass Spectrometric Analysis of Acids and Phenols in Distilled Alcohol Beverages. Application of Anion-Exchange Disk Extraction Combined with In-Vial Solution and Silylation, *J. Chromatogr. A* **2000**, *873(1)*, 29-38
3. MacNamara, K.; Lee, M.; Robbat Jr., A. Rapid Gas Chromatographic Analysis of Less Abundant Compounds in Distilled Spirits by Direct Injection with Ethanol-Water Venting and Mass Spectrometric Data Deconvolution. *J. Chromatogr. A* **2010**, *1217(1)*, 136-142
4. Fitzgerald, G.; et al. Characterization of Whiskeys Using Solid-Phase Microextraction with Gas Chromatography-Mass Spectrometry. *J. Chromatogr. A* **2000**, *896(1-2)*, 351-359

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, 2018
2018年12月7日, 中国出版
5994-0487ZHCN

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

