

# Application News

## No. G296

气相色谱法

### GC-FID 结合衍生化方法， 分析日本酒香味成分二乙酰

在食品行业中，常常会使用分析仪器进行新品开发过程中的质量评估。在酿造业中，会对质量造成巨大影响的香气成分分析是一个重要的分析指标。气相色谱仪结合顶空的分析方法很久以前便被用于分析日本酒酿造中的香气成分。通过将上述分析方法与高灵敏度检测器相结合，使低浓度香气成分的检测成为了可能。然而，上述分析方法具有配置系统十分昂贵且样品制备需要足够经验的分析人员等缺点。

本文将介绍使用信和化工株式会社的衍生化试剂实施的简单前处理方法，以及通过简单 GC 配置分析的日本酒香气成分分析例。

E. Kobayashi, T. Murata

#### ■ 二乙酰衍生化试剂盒 Shinwa DS-DA (Diacetyl) 信和化工株式会社

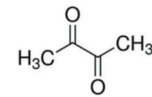
本品为对酒类、饮料中的二乙酰进行衍生化，通过气相色谱法测量所需的试剂盒。



图 1 Shinwa DS-DA (Diacetyl)

#### ■ 日本酒中的二乙酰

二乙酰具有特殊的香气，是一种会给发酵饮料、食物的品质带来巨大影响的化合物。一般而言，这种香气对于通过乳酸发酵生产的乳制品，如发酵黄油和部分奶酪等来说是必不可少的，但对于酒类等通过酒精发酵生产的饮食品而言可谓是一种恶臭。尤其是对清酒制造业而言，可谓是一种令人不快的代表性气味，在生产时会进行定量评估。



#### ■ 通过 Shinwa DS-DA 进行的二乙酰衍生化反应

二乙酰与邻苯二胺反应，生成 DMQX (2,3-Dimethyl Quinoxaline)。二乙酰具有两个羰基，因此会降低 FID 的灵敏度，但由于衍生化后的 DMQX 具有喹啉结构，因此 FID 的灵敏度有所提升。

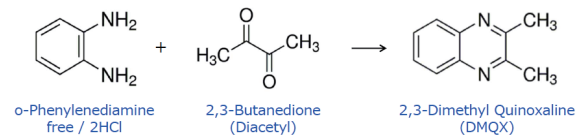


图 2 通过 Shinwa DS-DA 进行的二乙酰衍生化反应

#### ■ 通过 Shinwa DS-DA 进行的二乙酰衍生化步骤

我们使用 Shinwa DS-DA (Diacetyl) 试剂盒对样品（日本酒）进行了衍生化反应。样品中的二乙酰发生反应，生成 DMQX。此外，我们还添加了 MPQX (Methyl n-Propyl Quinoxaline) 作为内标物质。

##### 通过 Shinwa DS-DA 进行的二乙酰的衍生化

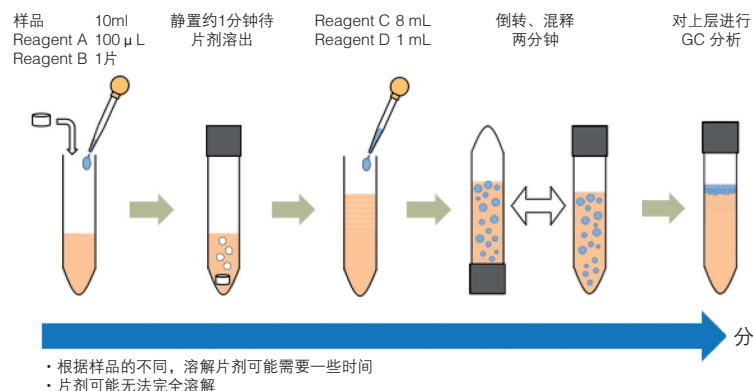


图 3 通过 Shinwa DS-DA 进行的二乙酰衍生化步骤

## ■ 仪器配置和分析条件

供于分析的仪器配置和分析条件如表 1 所示

表 1 分析条件

气相色谱仪	: GC-2010 Plus
自动进样器	: AOC-20i
进样口	: SPL
色谱柱	: ULBON HR-52 (25 m × 0.25 mm I.D. df = 0.25 mm)
检测器	: 氢火焰离子化检测仪 (FID)
进样量	: 2 μL
载气	: He, 30 cm/sec
分流比	: 5: 1
进样口温度	: 200 °C
检测器温度	: 280 °C
柱温	: 100 °C (2 min) - 10 °C/min - 270 °C (5 min)

## ■ 通过 Shinwa DS-DA 进行的二乙酰衍生物分析

如图 4 所示, 二乙酰衍生化反应后的 DMQX 的色谱峰保留时间是 9.6 min。

图 5 中的虚线为向模拟市售酒组成制备的 15% 乙醇水溶液中添加二乙酰后测得的校正曲线。另一方面, 实线为向市售酒中添加二乙酰后的校正曲线。分析结果说明市售酒中的二乙酰为 125 ppb (μg/L)。

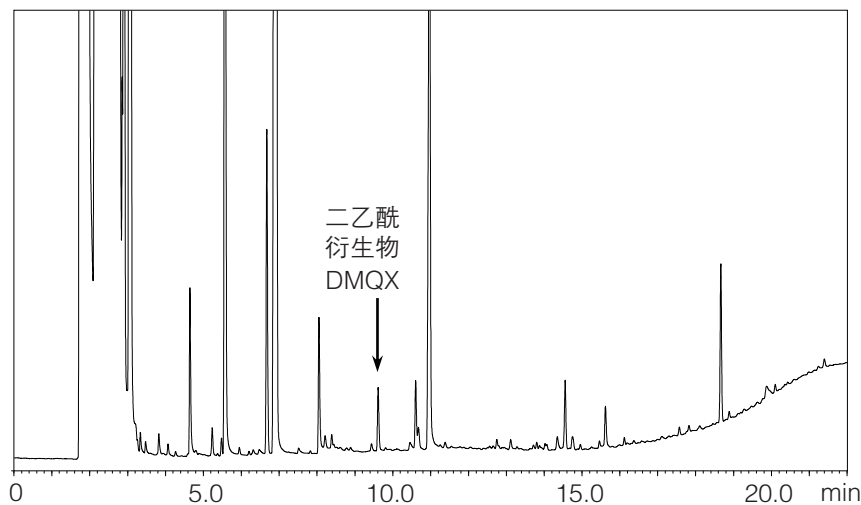


图 4 日本酒样品在二乙酰衍生化反应后的色谱图

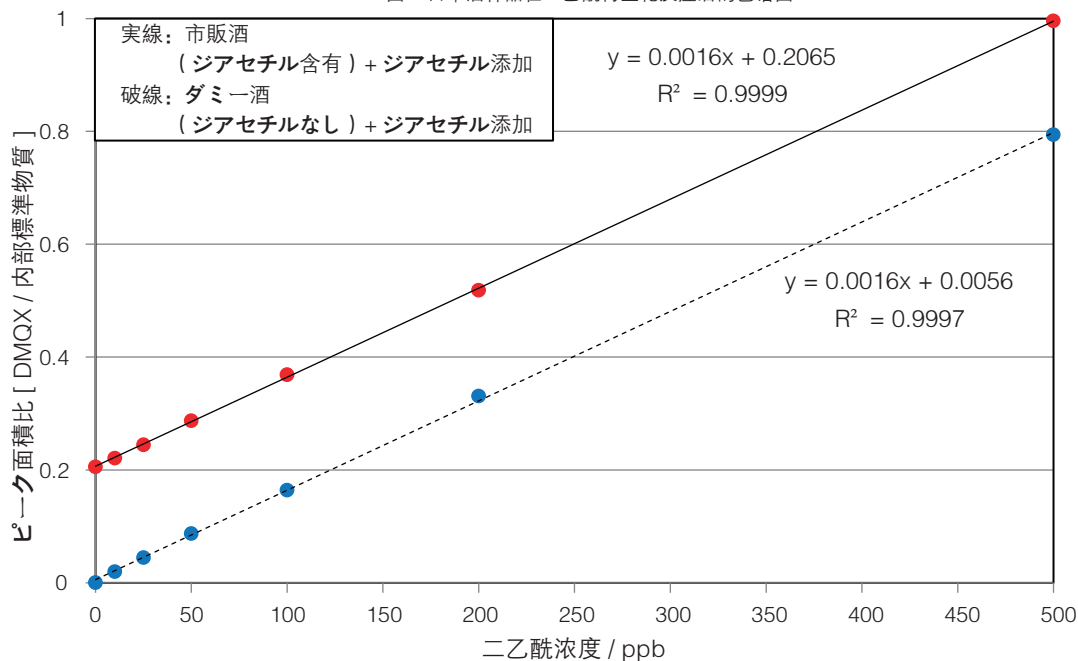


图 5 二乙酰衍生物样品的校正曲线



岛津企业管理(中国)有限公司  
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2017 年 8 月