

MDGC-GCMS分析白酒中的成分

GCMS-063

摘要：本文采用MDGC-GCMS系统，通过两根极性不同的毛细管柱串联，对酿造白酒中的成分进行进一步分离，实现准确定性分析。

关键词：多维气质联用仪 白酒

MDGC-GCMS系统是岛津公司为应对复杂样品分析而全新推出的多维色谱仪系统。MDGC采用双柱箱系统，通过切割单元将两根极性不同的毛细管柱连接起来，在第一根色谱柱上未达到完全分离的组分可通过Multi Deans Switching切割系统进入第二根色谱柱进行进一步的分离，该系统可减少峰的重叠，增强定性定量结果的可靠性。

实验部分

1.1 仪器

Shimadzu MDGC-GCMS多维气质联用仪：
 GC-2010气相色谱仪、Multi Deans Switching切割系统、
 GCMS-QP2010 Ultra气质联用仪和MDGCsolution色谱工
 作站

1.2 分析条件

1.2.1 一维GC的分析条件

色谱柱：GL InertCap Pure-WAX，
 0.25 mm×30 m×0.25 μm

进样口温度：200℃

柱温：40℃(5 min) 5℃/min 100℃ 10℃/min
 210℃ (10 min)

载气控制：恒压130 kPa

进样模式：分流(1:20)

检测器：FID，温度250℃

尾吹气：He，流速为10 mL/min

H₂流速：40 mL/min

Air流速：400 mL/min

Switching压力为70 kPa

1.2.2 二维GCMS分析条件

色谱柱：DB-624，0.32 mm×30 m×1.8 μm

柱温：50℃(15 min) 10℃/min 230℃(4 min)

离子源温度：200℃

接口温度：220℃

扫描方式：SCAN

扫描范围：m/z 29-300

结果与讨论

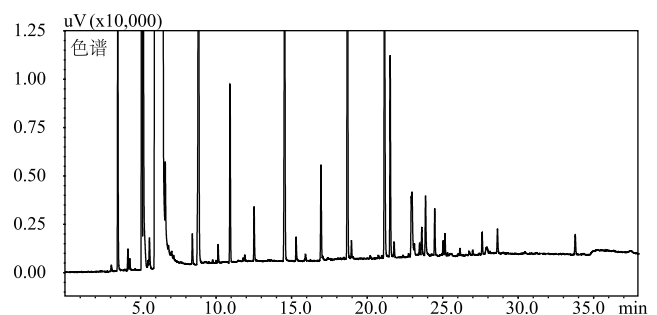


图1 白酒GC-FID第一维色谱图

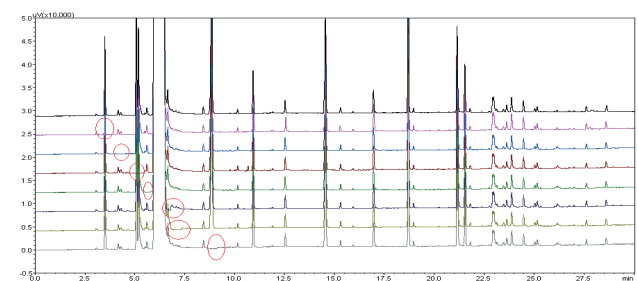
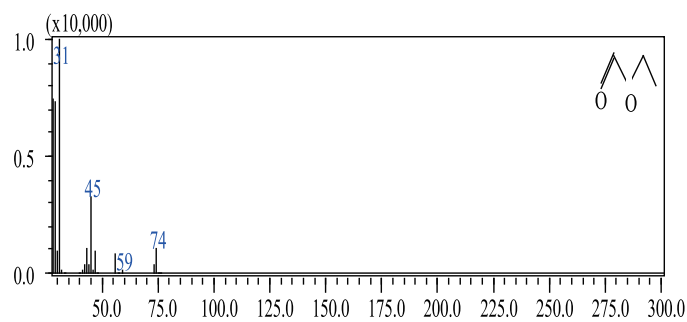


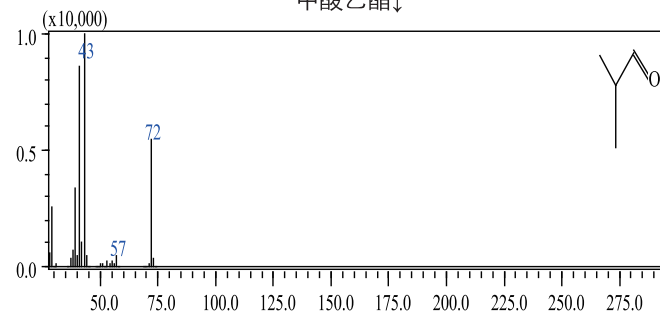
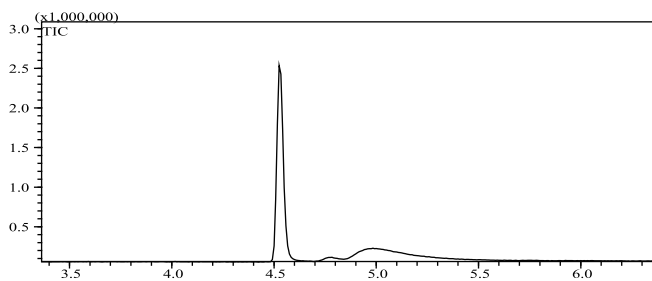
图2 任意选择不同的组分，切割到第二根色谱柱，对任意组分进行切割，其他组分的保留时间在第一根色谱柱上没有任何变化。

定性结果:

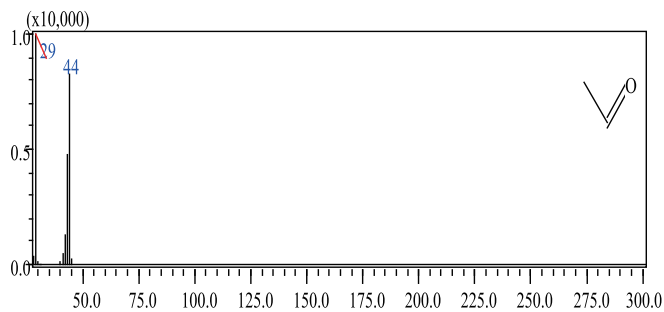
以下是经过依次切割, 进入到GCMS的化合物, 经过第二根色谱柱的分离, 相似度检索得到分离后的定性结果。



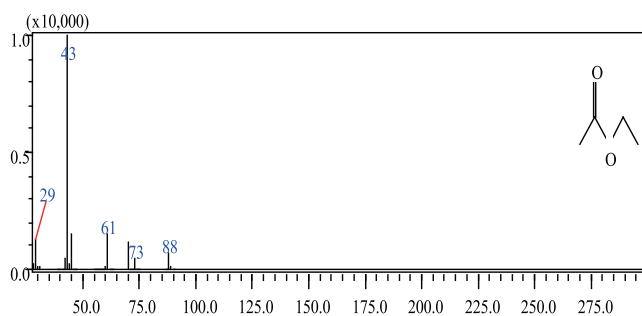
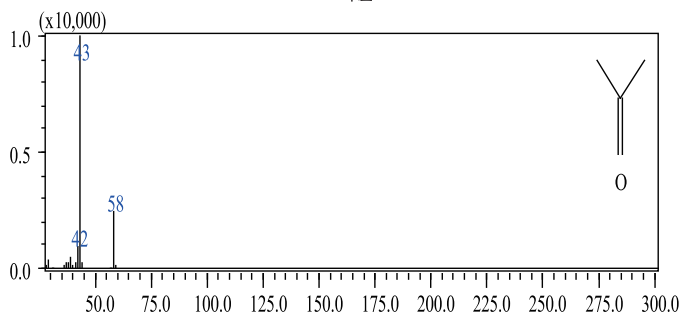
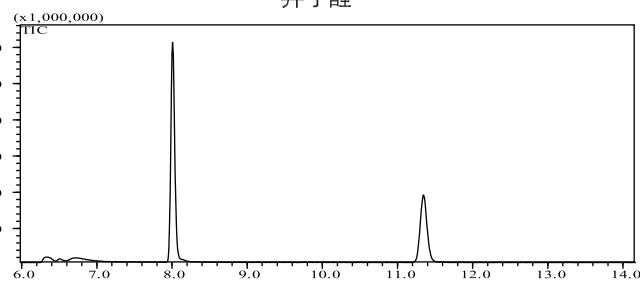
甲酸乙酯↓



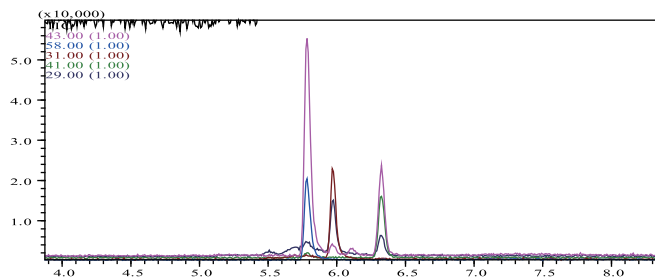
异丁醛



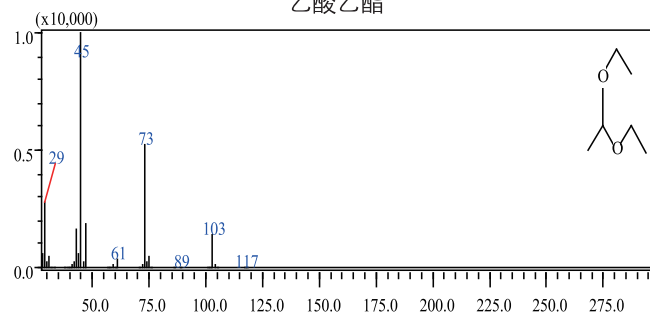
乙醛



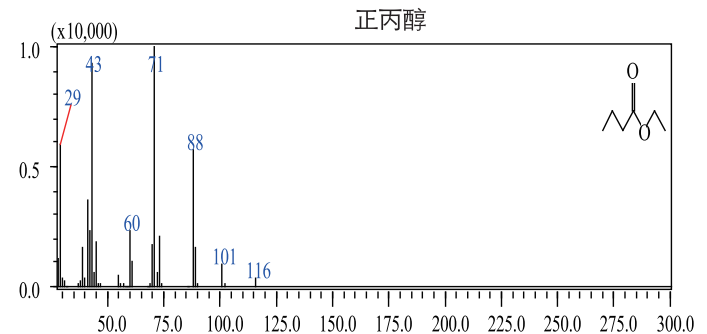
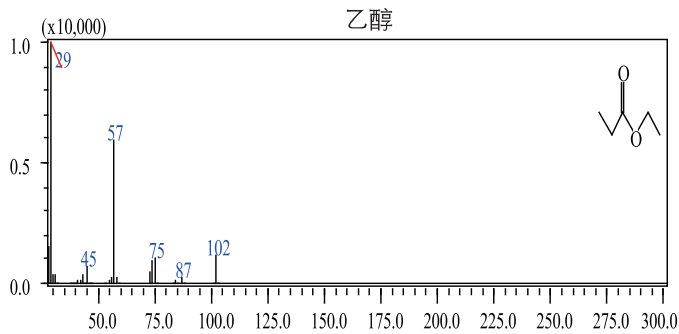
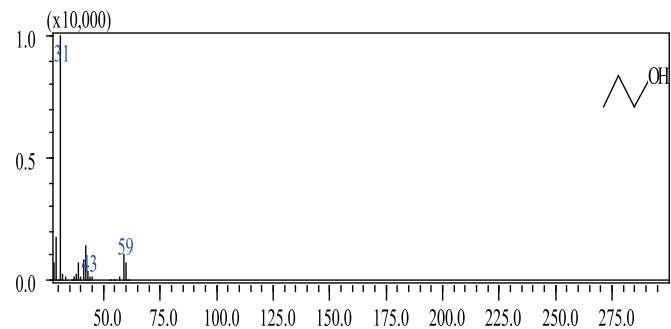
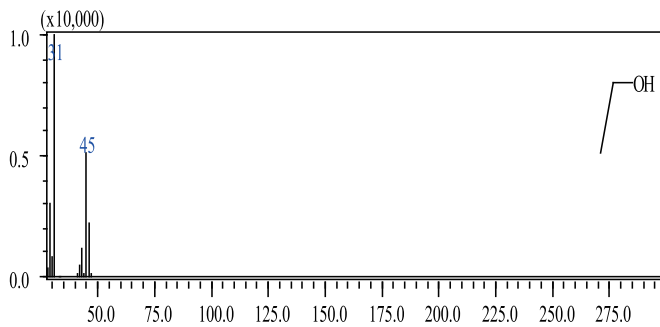
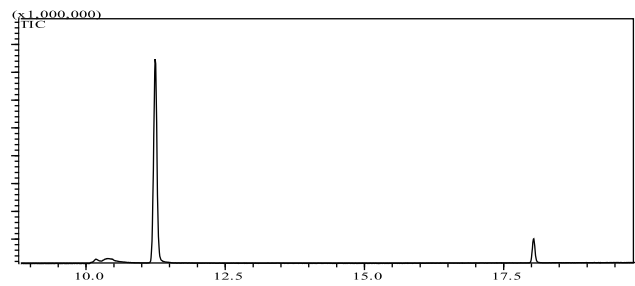
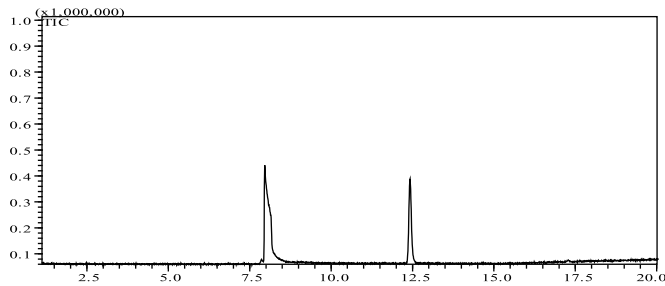
乙酸乙酯



丙酮



乙缩醛



乙醇

正丙醇

乙酸乙酯

丁酸乙酯

结论

本系统适用于复杂基质样品的分析，将复杂基质当中不易分离的组分切割至第二根极性不同的色谱柱，进行二次分离，提高了分离效率，并且重现性良好。可以对复杂基质的目标化合物进行准确性定量分析。