

# 气相色谱质谱联用法检测白酒中甘油

## GCMS-095

**摘要:** 白酒样品不经前处理或经甲醇稀释定容后,直接注入气相色谱-质谱联用仪中分析其中甘油的含量,方法简单、快速、灵敏。

**关键词:** 白酒 气相色谱质谱联用法 甘油

甘油是一种味甜、无色的糖浆状液体。食品中加入甘油,通常是作为一种甜味剂和保湿物质,使食品爽滑可口。白酒在发酵过程中,会生成微量的甘油,可以让酒更香醇,并增加酒的稠厚感。甘油既是白酒中香气成份之一,也是白酒中常用的添加剂,适量添加可增加酒的香气,醇甜,浓厚。根据酒体的特点和本身含甘油的多少,添加量一般在0.1%~0.3%。因此,建立快速、准确测定白酒中甘油的分析方法,不仅可以确保酒的品质质量,而且对白酒勾兑以及生产工艺控制都有着重要的意义。

目前,甘油的常用分析方法主要有折光法、滴定法和色谱法。折光法主要针对甘油含量较高的情况,滴定法操作繁琐,而且容易产生误差。色谱法是最常用的方法,包括气相色谱法和液相色谱法,但由于白酒成分复杂,测定时易受干扰,检出限较高。

本文参考甘油含量测定的检验检疫行业标准 SN/T 1111-2002 和 SN/T 2544-2010,利用岛津公司的 GCMS-QP2010 Ultra 选择合适的分析条件对白酒中的甘油进行分析,重复性、线性关系良好,方法选择性好无干扰,检测灵敏度高,定量准确。

## 实验部分

### 1.1 仪器

日本岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱-质谱联用仪

恒线速度: 36 cm/sec

进样方式: 分流进样

### 1.2 分析条件

色谱柱: Rtx-624 60 m x 0.32 mm x 1.8  $\mu$ m

进样口温度: 280 $^{\circ}$ C

色谱柱温度: 50 $^{\circ}$ C\_25 $^{\circ}$ C/min\_200 $^{\circ}$ C (1 min)

\_6 $^{\circ}$ C/min\_230 $^{\circ}$ C (4 min)

离子源温度: 200 $^{\circ}$ C

色谱-质谱接口温度: 230 $^{\circ}$ C

采用 SCAN 全扫描模式进行定性分析, SIM 选择离子模式进行定量分析, 选择离子见表 1。

表 1 甘油选择离子

序号	化合物名称	定量离子(m/z)	参考离子(m/z)
1	甘油	61	43、44、31

## 样品的制备

取白酒试样 0.5  $\mu\text{L}$  直接进样，或将适量白酒试样用甲醇稀释定容后，取 0.5  $\mu\text{L}$  上机测试。

## 结果讨论

### 3.1 甘油的色谱图

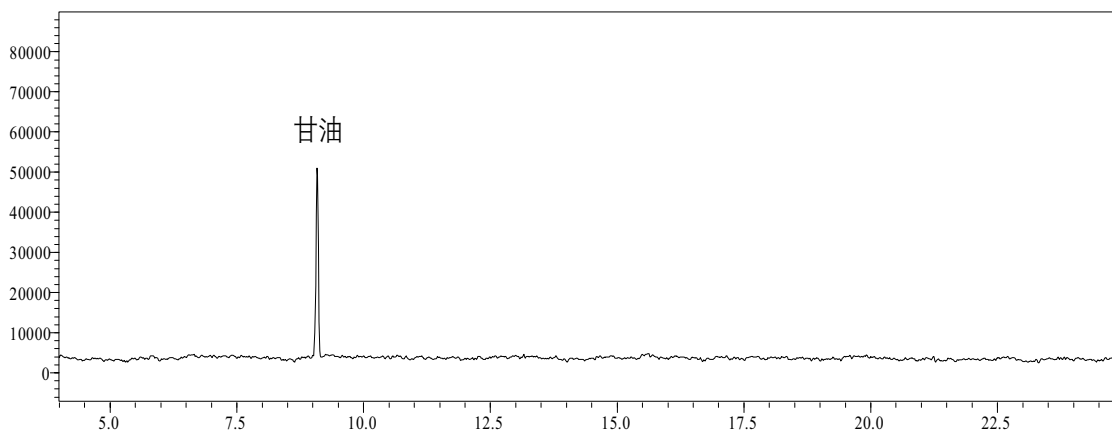


图 1 甘油的 TIC 图

### 3.2 标准曲线

配制浓度为 1.0、4.0、10、25、50、125 mg/L 的甘油标准溶液，溶剂为色谱甲醇，以 SIM 方式采集，得到标准曲线如下，相关系数为 0.9997。

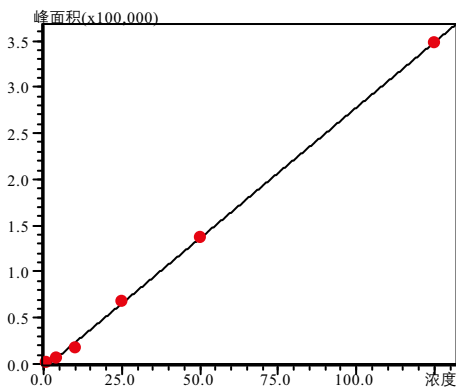


图 2 甘油标准曲线图

### 3.3 重复性测试

取 1.0 mg/L 的甘油标准溶液进行重复性测试，结果见表 2。

表2 重复性测试结果 (n=5)

序号	峰面积	保留时间
1	974	9.043
2	943	9.042
3	928	9.041
4	961	9.042
5	1101	9.043
RSD(%)	7.0	0.01

### 3.4 检出限与定量限

以 3 倍信噪比计算甘油检出限为 0.14 mg/L。以 10 倍信噪比计算甘油定量限为 0.45 mg/L。

### 3.5 回收率测试

考虑到白酒发酵过程本身就会产生一定量的甘油，故先将白酒样品稀释 10 倍，然后将甘油标准溶液添加于稀释的白酒样品中，添加甘油标准溶液浓度为 10.0 mg/L，按上述方法进行加标回收试验。回收率测定结果见表 3。加标试样中甘油的平均回收率为 99.6%，完全满足检测的需要。

表 3 甘油回收率测定结果

编号	样品溶液浓度 (mg/L)	加标溶液浓度 (mg/L)	回收率 (%)	平均回收率 (%)
1	8.97	18.51	95.4	99.6
2		18.14	91.7	
3		20.13	111.6	

### 3.6 样品分析

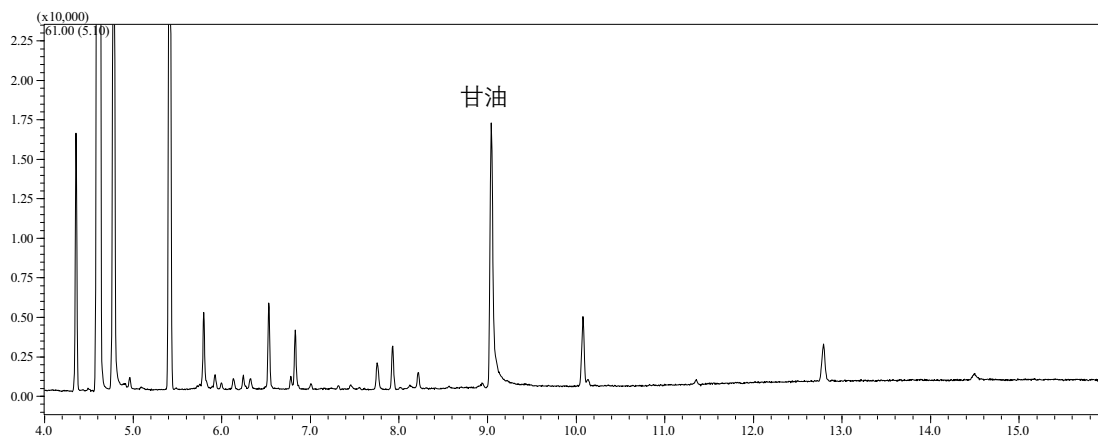


图 3 酒类样品图

取某白酒样品 0.5 $\mu$ L 原液进样，从校准曲线上测得该白酒中甘油的含量为 90.07 mg/L。

## 结论

采用岛津公司 GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 - 质谱联用仪对白酒中甘油的含量进行分析，结果表明线性关系及重复性良好，灵敏度高，定量准确，平均加标回收率为 99.6%，方法定量限为 0.45 mg/L，完全满足白酒中甘油含量检测的要求。