

# GC × GC-qMS 法定性分析白酒中的风味物质

## GCMSMS-021

**摘要：**本文采用全二维气相色谱质谱联用法 (GC × GC-qMS) 对两种白酒样品中的风味成分进行定性分析，分别定性出 816 和 422 种化合物。结果表明，全二维气相色谱较常规气相色谱具有更大的峰容量、更高的分辨率和灵敏度，结合岛津 GCMS-QP2010 Ultra 四极杆气质联用仪的 ASSP 高速扫描技术，能够为复杂样品的测定提供准确的分析结果。

**关键词：**全二维气相色谱质谱联用法 白酒 定性分析

我国白酒与白兰地、威士忌、伏特加、朗姆酒、金酒并列为世界六大蒸馏酒，是宝贵的民族遗产。白酒气味的芳香纯正，入口绵甜爽净，其主要成分是乙醇和水，约占总重量的 98% 左右，其余的微量成分约占 2%，包括有机酸、醇、醚、醛、酯类以及其它芳香族化合物。白酒中的微量成分虽然含量极少，但决定着酒的香气、口味和风格，构成了白酒的不同典型性。因此，白酒风味的形成，与其香味成分的组成与含量不开。

全二维气相色谱 (GC × GC) 是 20 世纪 90 年代发

展起来的一种分离复杂混合物的全新手段，它把分离机理不同而又相互独立的两根色谱柱通过调制器以串联方式连接成二维气相色谱柱系统。全二维气相色谱比普通一维气相色谱具有分辨率更高、峰容量大、灵敏度好、分析速度快等优点。

本实验将全二维气相色谱质谱联用法 (GC × GC-qMS) 应用于白酒风味成分的分析。结果表明，GC × GC-qMS 为复杂样品的分析提供了很好的手段。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津全二维气相色谱质谱联用仪  
GCMS-QP2010 Ultra (GC × GC-qMS)

#### 1.2 GCMS 分析条件

GC 条件  
色谱柱一：InertCap Pure Wax(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)；  
色谱柱二：BPX-1 (2.5 m × 0.1 mm × 0.1 μm)  
柱温程序：40°C (2 min)\_2°C /min\_230°C (23 min)  
载气：He  
载气控制方式：恒压 200 kPa  
进样口温度：220°C  
调制周期：5 sec  
进样方式：不分流进样 (1min)

进样量：1 μL

MS 条件

离子化方式：EI  
离子源温度：200°C  
色谱 - 质谱接口温度：230°C  
溶剂延迟时间：3 min  
采集方式：全扫描 Scan  
质量范围：31~325 amu  
采样频率：50 Hz

#### 1.3 样品制备

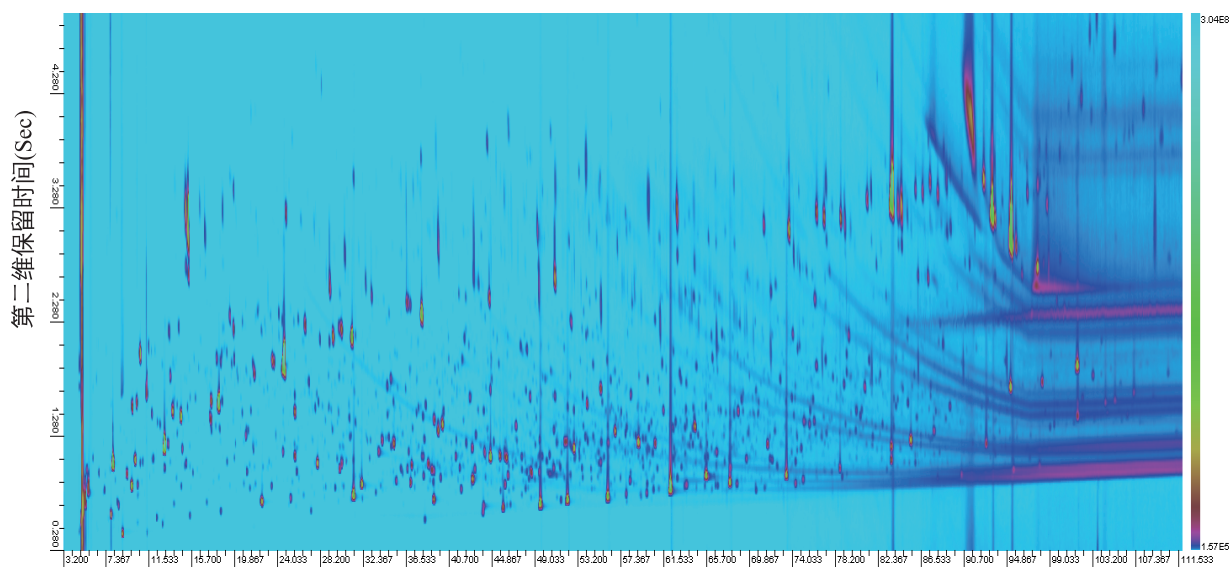
取 40 mL 白酒样品，加入 5 mL 饱和食盐水。加入 40 mL 正戊烷分别萃取 3 次，合并萃取液。经无水硫酸钠干燥后，浓缩至 1 mL，转移至进样小瓶，上机分析。

### 结果讨论

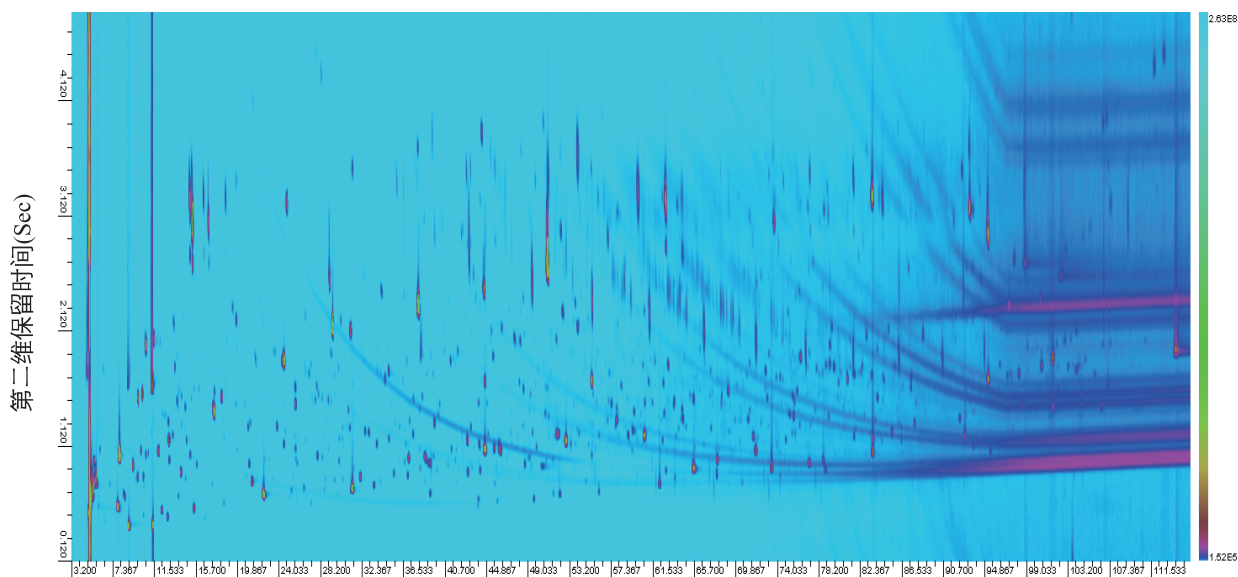
#### 2.1 色谱图

采用 GC × GC-qMS 对某白酒样品进行分析，得到的二维轮廓图如图 1 所示。

分析结果表明，GC × GC 第一维采用 InertCap Pure Wax(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)，第二维采用 BPX-1(2.5 m × 0.1 mm × 0.1 μm) 的柱系统，能够将一维色谱图上重叠的化合物按照极性和沸点在二维谱图上进行排布，各化合物实现了正交分离 (如图 2)。



第一维保留时间(min)  
图 1 茅台酒的二维轮廓图



第一维保留时间(min)  
图 2 红星二锅头的二维轮廓图

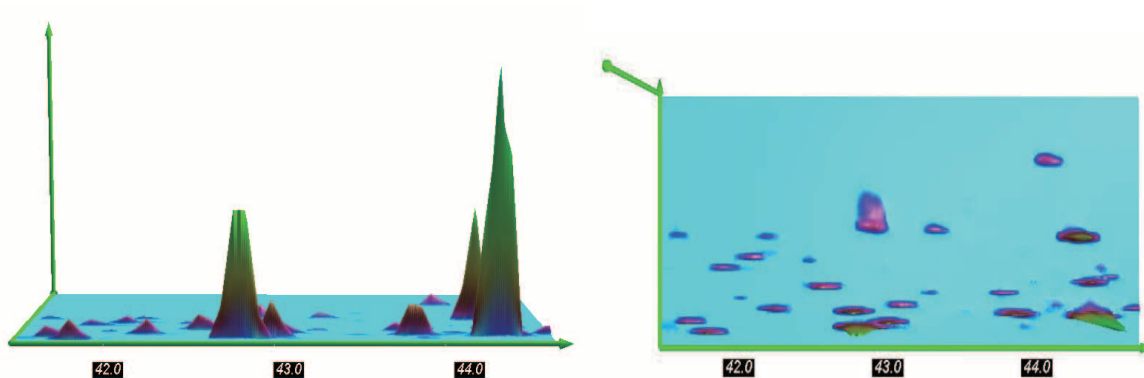


图 2 茅台酒的三维色谱图

## 2.2 定性检索结果

结合 NIST 11 标准质谱库，对每个峰进行谱库检索，分别有 816 和 422 个峰被定性出（检索相似度大于 800）。具体结果及分布图分别见表 1。

表 1 白酒样品的定性检索结果

NO.	类型	定性的组分数（种）	
		茅台	红星二锅头
1	醇类化合物	105	70
2	酚类化合物	7	1
3	醚类化合物	108	69
4	醛类化合物	18	27
5	酮类化合物	76	35
6	酯类化合物	302	129
7	羧酸类化合物	65	27
8	含氮化合物	50	9
9	含硫化合物	6	8
10	其他化合物	79	47
	合计	816	422

## 结论

与常规气相色谱相比，GC×GC 具有分辨率高、峰容量大、灵敏度高、分析速度快、族分离效应和瓦片效应等优点，而岛津四极杆气质联用仪 GCMS-QP2010 Ultra 的高速扫描控制技术 ASSP 能够提供高达 20000 u/sec 的扫描速度和最高 100 Hz 的采样频率，保证了全二维色谱中宽度很窄的色谱峰的有效采集，且四极杆质谱检测器采集得到的质谱图与标准质谱图具有更好的匹配度，保证了定性结果的准确性。因此，GC×GC-qMS 是分析复杂混合物的强有力工具。