

# GCMS 法测定葡萄酒中二甘醇含量

## GCMS-543

**摘要：**本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，参考相关行业标准，建立了葡萄酒中二甘醇含量检测方法。在 0.1~10 mg/L 浓度范围内，二甘醇相关系数 R 为 0.9997。取浓度为 0.1 mg/L 的二甘醇标准溶液，连续 6 次进样，二甘醇峰面积 RSD 小于 3%，重复性结果良好。样品加标平均回收率为 103.2%。该方法操作简便，能够有效测定葡萄酒中二甘醇的含量。

**关键词：**气相色谱质谱联用仪 葡萄酒 二甘醇

### 技术特点：

- ❖ 样品采用乙醇直接稀释，简单方便，可操作性强。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，能有效去除干扰杂质，提高检测灵敏度。

葡萄酒发酵过程中生成的酒精、甘油、丁二醇等高级醇等物质，这些都是甜味物质，因此一些酒精或甘油含量略高的葡萄酒，尝起来会带有甜味。

二甘醇是一种价格低廉的化学添加剂，一些不法商贩会在酿造的葡萄酒中加入二甘醇，以增加酒的甜度和强化酒体园润的口感。但由于二甘醇具有毒性，摄取过量，可损害肝脏和肾脏，严重者可引致死亡。中毒初期可出现呕吐、腹泻及腹痛，情况严重

者在其后数天可出现急性肾衰竭及其它症状。为此，葡萄酒中严禁添加二甘醇。

本文参考《SN/T4675.9-2016 出口葡萄酒中二甘醇的测定气相色谱 - 质谱法》标准，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了葡萄酒中二甘醇含量检测方法，该方法操作简便、能够有效地应对葡萄酒中二甘醇的测试。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

### 1.2 分析条件

色 谱 柱：	SH-Rtx-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm		
柱 温 程 序：	120°C (1 min)_25°C /min_170°C _5°C /min_ 230°C (5 min)		
进 样 口 温 度：	250°C	色 谱 柱 流 量：	1.0 mL/min
进 样 方 式：	分流	离 子 源 温 度：	200°C
分 流 比：	20:1	接 口 温 度：	250°C
进 样 量：	1 μL	采 集 模 式：	SIM, 化合物信息见表 1。
载气控制方式：	色谱柱流量		

### 1.3 样品前处理

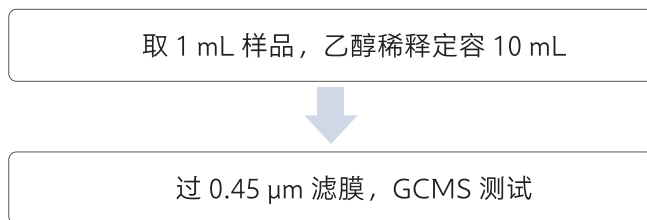


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 二甘醇标准溶液色谱图

二甘醇标准溶液色谱图如图 1 所示。

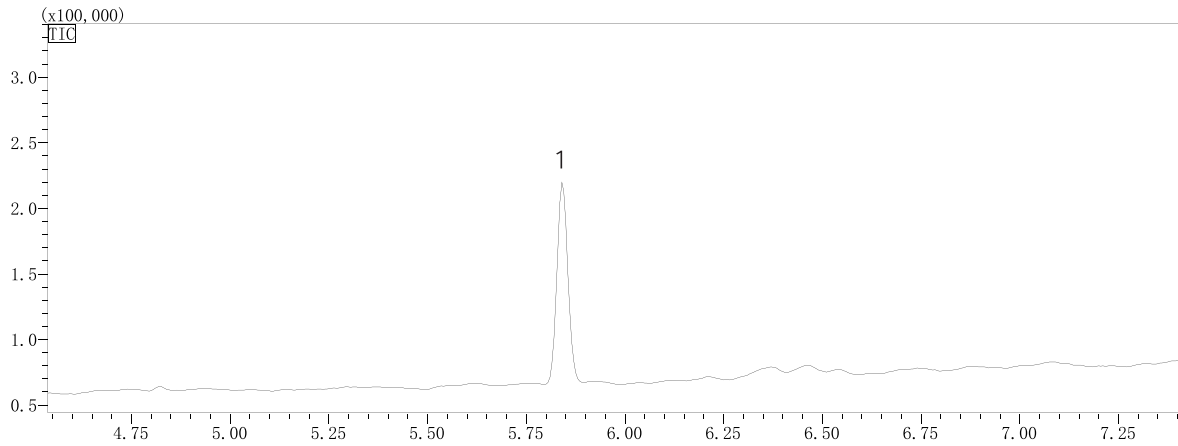


图 2 二甘醇标准溶液色谱图 (浓度 1.0 mg/L)

表 1 二甘醇信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	二甘醇	Diethylene glycol	111-46-6	5.845	45	75, 76

### 2.2 标准曲线及检出限

分别配制 0.1、0.5、1.0、2.0、5.0 和 10 mg/L 的二甘醇标准溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准曲线，二甘醇标准曲线见图 3。其质量色谱图见图 4。并以 0.1 mg/L 的二甘醇标准溶液测定结果计算出仪器检出限 (S/N=3)，检出限结果见表 2。

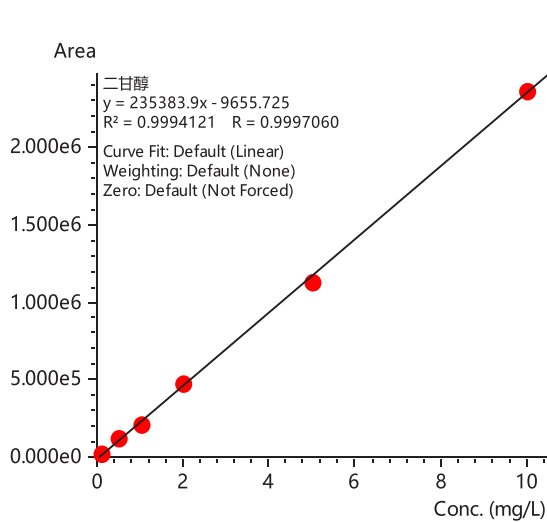


图 3 二甘醇标准曲线

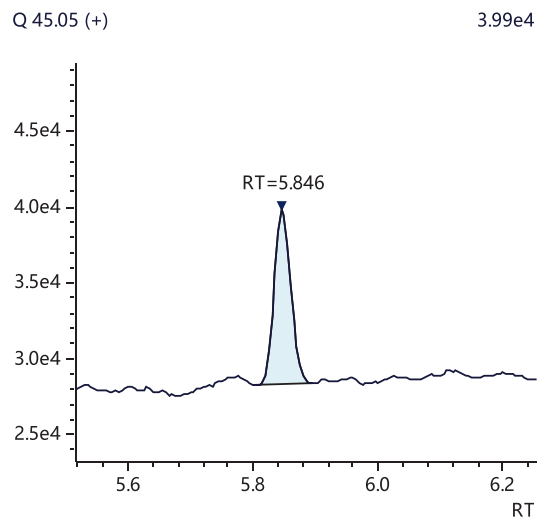


图 4 二甘醇质量色谱图 (浓度 0.1 mg/L)

表2 标准曲线信息、重复性结果及仪器检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	峰面积 RSD (%) (n=6)	检出限 (mg/L)
1	二甘醇	0.9997	2.3	0.008

### 2.3 重复性测试

取浓度为 0.1 mg/L 的二甘醇准溶液连续进样 6 针，考察重复性。结果见表 2。

### 2.4 样品测试及加标回收率

取某市售的葡萄酒样品，按照 1.3 进行样品前处理，经 GCMS 测定，该样品色谱图如图 4 所示，该样品未检测出二甘醇。以该样品为空白样品，在样品中添加二甘醇，添加浓度为 3.0 mg/L，按照 1.3 平行处理 3 份，回收率结果见表 3。

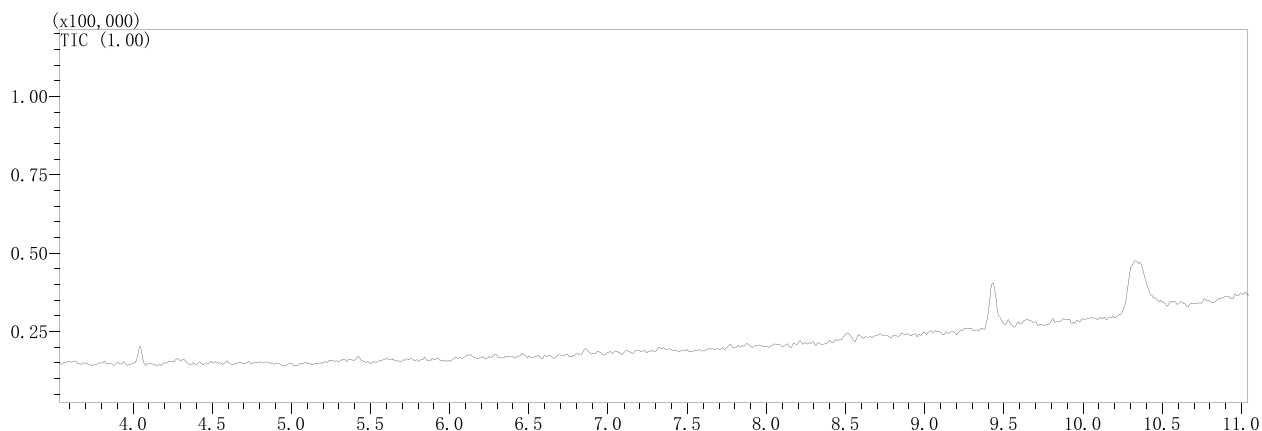


图4 某市售葡萄酒样品色谱图

表3 回收率结果

No.	化合物名称	样品含量 (mg/L)	测定值 (mg/L)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	二甘醇	N.D.	3.19	2.97	3.13	103.2

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，参考相关行业标准，建立了葡萄酒中二甘醇的检测方法。在 0.1~10 mg/L 浓度范围内，二甘醇线性关系良好，相关系数 R 为 0.9997。取浓度为 0.1 mg/L 的二甘醇标准溶液，进行重复性测试，二甘醇峰面积 RSD 小于 3%。样品加标平均回收率为 103.2%。该方法操作简便，能够有效的测定葡萄酒中二甘醇的含量。

岛津应用云

