解决方案|全二维气相色谱-飞行时间质谱法检测酒样

简介

白酒是中国的国酒，具有悠久的历史。香气是影响消费者选择的重要因素。白酒的香气由上千种挥发性化合物共同决定，然而目前对白酒挥发性组分的认识还不全面，其风味功能尚不清楚。气相色谱作为混合物的分离工具，对挥发性、半挥发性化合物的分离分析发挥了重要的作用。以传统一维色谱作为分离基础的分析技术最大的缺点就是峰容量不足。对于复杂体系的分离分析，使用常规的色谱分析方法，仅仅靠提高柱成效或提高柱选择性都难以得到满意的分析结果。近年来，GCxGC 因具有高分辨率、高灵敏度、高峰容量等优点，引起了人们的广泛关注。本文在优化的实验条件下，采用 GC X GC TOFMS 对中国传统白酒的微量成分进行了定性分析，证明了 GC X GC TOFMS 在白酒成分分析方面有明显的优势。

实验部分

主要设备与试剂

GC×GC-TOF MS 3300 型全二维气质联用仪

分析条件

全二维色谱条件： 使用HP-INNOWAX（30 m×0.25 mm×0.15μm）色谱柱

（Agilent Technologies）和DB-17HT(2.5m×0.25mm×1μm)高温气相色谱柱（Agilent Technologies）两个毛细管柱，分别安装在不同的柱箱中。它们通过通用的压紧连接器连接。将HP-INNOWAX（30 m×0.25 mm×0.25μm）色谱柱用作色谱柱1。将DB-17HT(2.5m×0.25mm×1μm)高温气相色谱柱用作色谱柱2。

GC 进样口温度 250℃，液体进样采用分流模式进行，分流比 20:1，进样量 1 μL。载气为高纯氦（纯度 > 99.9995%）。 样品运行采用恒压模式。调制时间为 7 s，热调制时间为 0.5 s，调制补偿温度为 20 ℃。

第一维柱温箱升温程序：起始温度 40 ℃保持 2 min 后，以 5 ℃/min升温至 230 ℃保持 5 min。

第二维柱温箱升温程序：起始温度 60 ℃保持 2 min，后以 5 ℃/min升温至 250 ℃保持 5 min。

飞行时间质谱条件: EI 离子源，电压为 70 eV，离子源温度为 230 ℃，传输线温度为 280℃。检测器电压为 1790 V。质谱检出溶剂延迟为 3.5min，质量扫描范围m / z 35–450，采集频率为 100 spectrum/s。

样品处理

液液萃取后的样品，溶剂二氯甲烷，取 1μL 进样。

实验结果

五个酒样A1、B1、C1、D2、G2经全二维气质联用仪分析，采集的数据经全二维数据分析系统分析。A1、B1、C1、D2、G2五个样品的总离子流图作了自动

寻峰定性和归一化定量。

样品的总离子流图

A1样品总离子流图，二维等高色谱图和三维立体图见下图1。

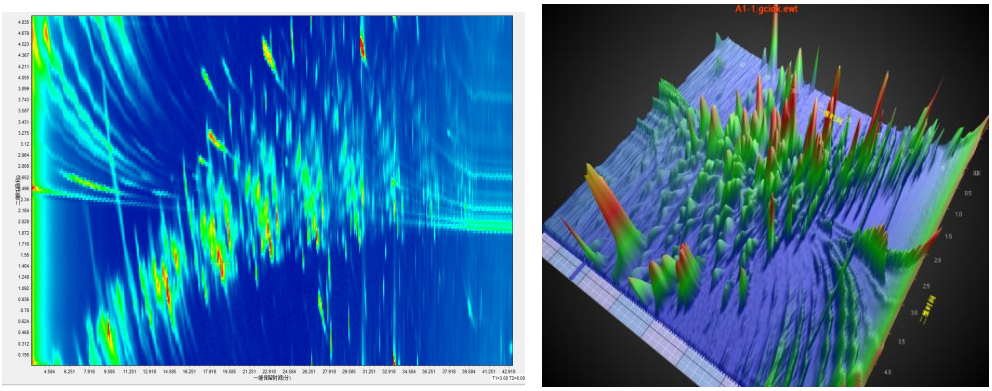

图 1、 A1 样品二维等高色谱图和三维立体图

B1样品总离子流图，二维等高色谱图和三维立体图见下图2。

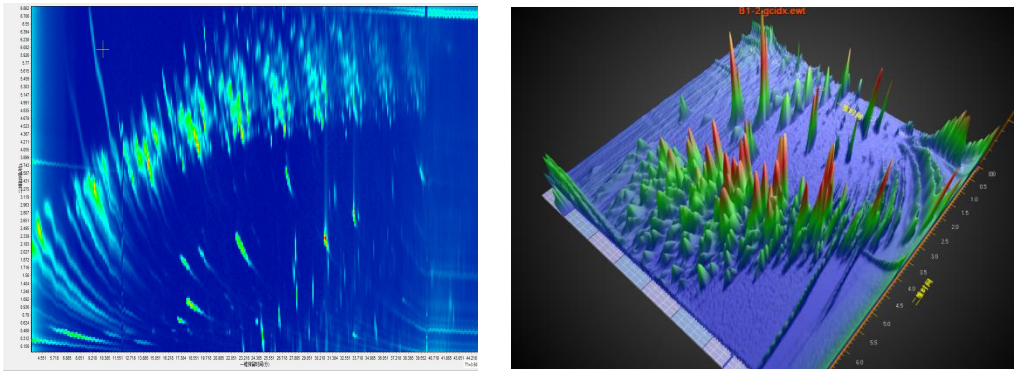

图 2、 B1 样品二维等高色谱图和三维立体图

C1样品总离子流图，二维等高色谱图和三维立体图见下图3

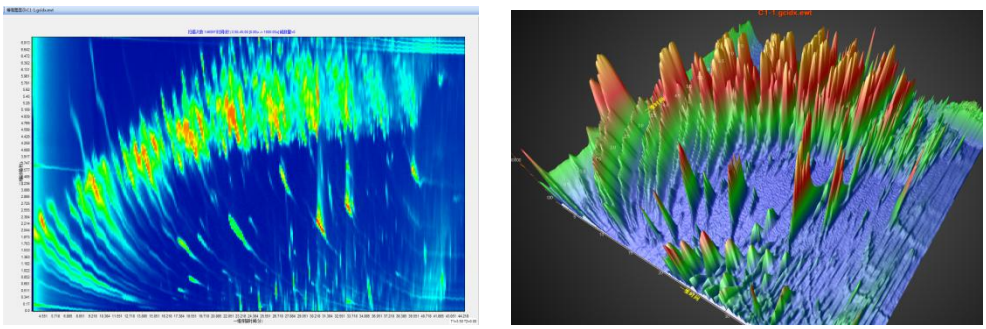

图 3、 C1 样品二维等高色谱图和三维立体图

D2样品总离子流图，二维等高色谱图和三维立体图见下图5

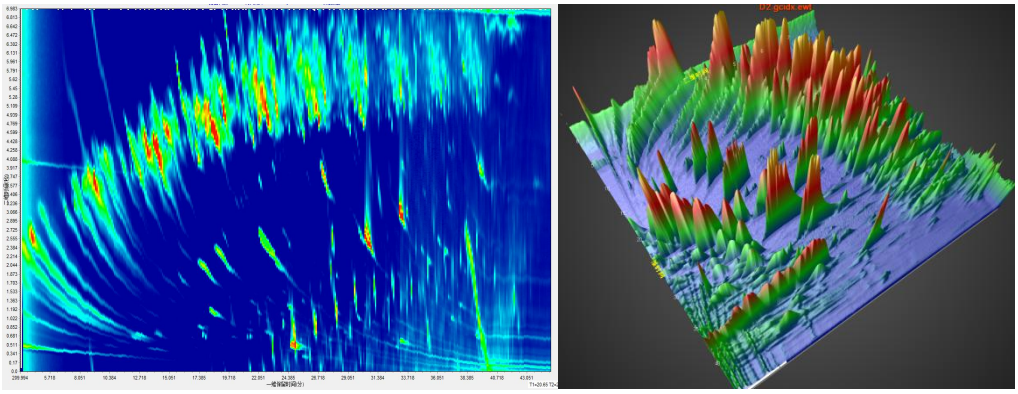

图 4、 D2 样品二维等高色谱图和三维立体图

G2样品总离子流图二维等高色谱图和三维立体图见下图7。

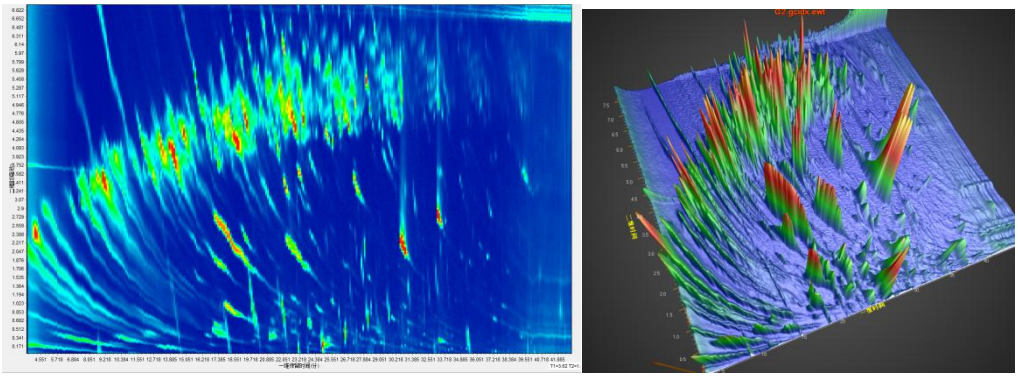

图5、 G2样品二维等高色谱图和三维立体图

小结

由于白酒组成复杂，含量不均匀，基体复杂，种类繁多，而且大部分物质为痕量组分，检测十分困难。到目前为止，还没有白酒化学组成结构的详细名单或相关数据库。东西分析的全二维气相色谱-飞行时间质谱仪3300用于酒样的分析，足以体现全二维气质联用的分离效率高、峰容量大的优势。同时，通过实验也说明了液液萃取的酒样挥发性成分丰富复杂，谱图中展示了酒样的全二维结构谱图信息，其在白酒微量成分分析及风格形成机理研究领域有很大的优势。