

酒精饮料的顶空GC分析

使用顶空GC分析的一大类物质是食品中的香味成分。香味并不是食品本身，而是从食品中挥发出来的成分刺激鼻粘膜后让我们感觉到的。因此，与其分析食品本身，还不如以顶空进样法分析从食品中挥发的成分更能获得与“香味成分”有相关性的数据。

图2，图3分别表示直接向GC进样1 μL 日本酒进行分析所获得的色谱图，以及分析100℃、30分钟保温时的顶空气体所获得的色谱图。使用完全一样的色谱柱以同一条件进行了分析。（顶空气体的灵敏度是直接GC分析的2倍。）可知如果直接进样分析，使香味成分本身的峰不易看清，并且，分析时间长。

以下介绍各种食品的顶空进样法分析例。

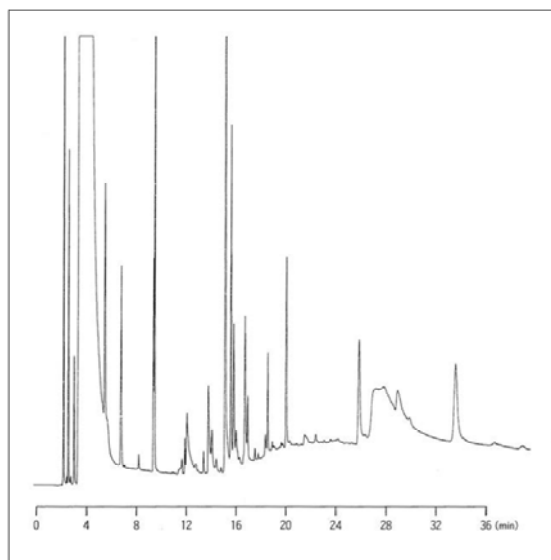


图2 日本酒（1 μL 直接进样）的分析

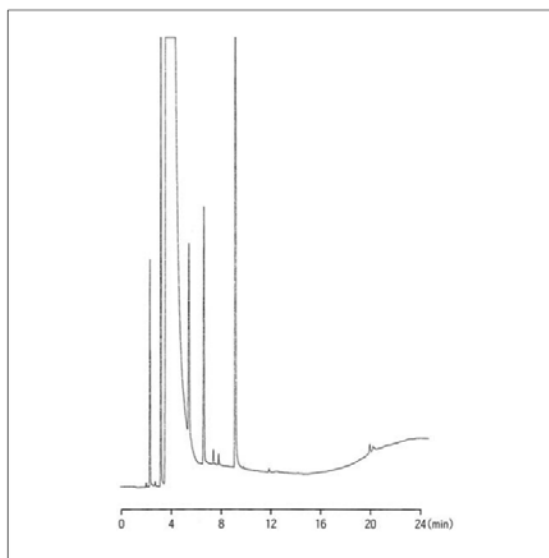


图 3 日本酒（顶空气体 0.8 mL）的分析

1 清酒（本酿造酒，吟酿酒）

各种各样的成分参与酒的香味，但起到较大作用的是低级醇及低级乙酯。特别是乙酯类就有类似水果的甜香味，因此，在吟酿酒等分析中是重要分析成分。

图4~6是本酿造酒与2种吟酿酒的比较，可知吟酿酒的乙酯类明显地多。

■Analytical Conditions

Sample Thermostatting Conditions

Sample Quantity : 5 mL

Thermostatting Temp. : 100°C

Thermostatting Time : 60 min

HSG Injection Volume : 0.8 mL

GC Conditions

Column : CBP20-S25-050

(25 m × 0.33 mm I.D. df=0.5

Column Temp. μm)

Inj. Temp. : 50°C (5 min) -10°C/min -200°C

Det. Temp. : 230°C

Carrier Gas : 230°C

Detector : He 1.35 mL/min

Split Ratio : FID

■ Peaks

1 Acetaldeh

2 Acetone

3 Ethyl Ace

4 Ethanol

5 n-Propyl

6 Isobutyl A

7 Isoamyl A

8 Isoamyl A

9 Ethyl n-C;

10 Ethyl n-C;

11 Ethyl n-C;

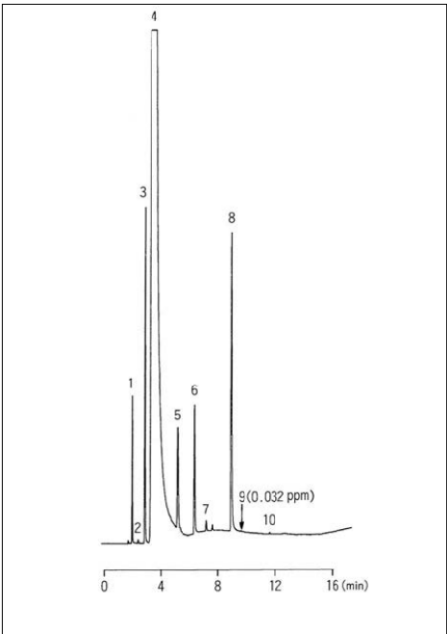


图4 本酿造酒的分析

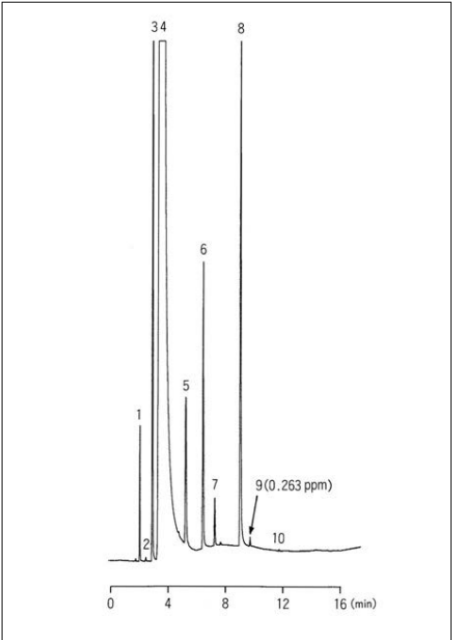


图5 吟酿酒A的分析

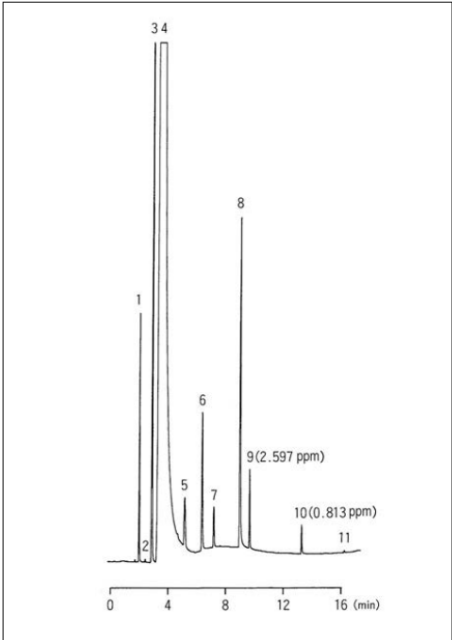


图6 吟酿酒B的分析

2 白酒，葡萄酒，威士忌，白兰地，朗姆酒

其他酒精饮料例如图7~11所示。色谱图中表示以标准添加法*定量己酸乙酯及辛酸乙酯的值。乙醇浓度越高，乙酯类的检测灵敏度越低，因此，威士忌、白兰地的乙酯类的表现峰面积变小。

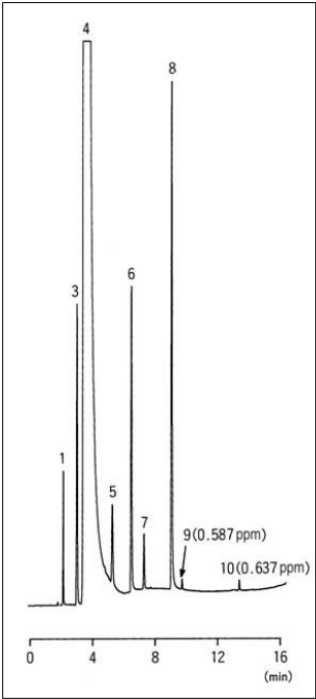


图7 白酒的分析

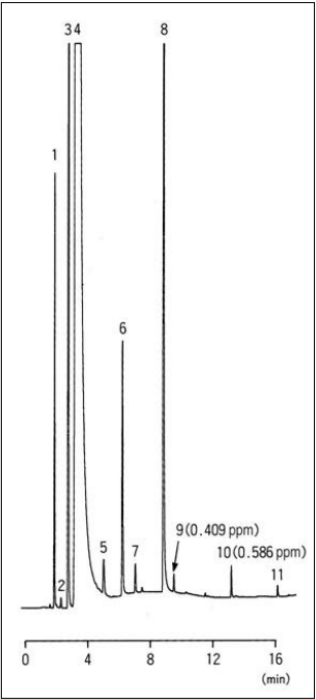


图8 葡萄酒的分析

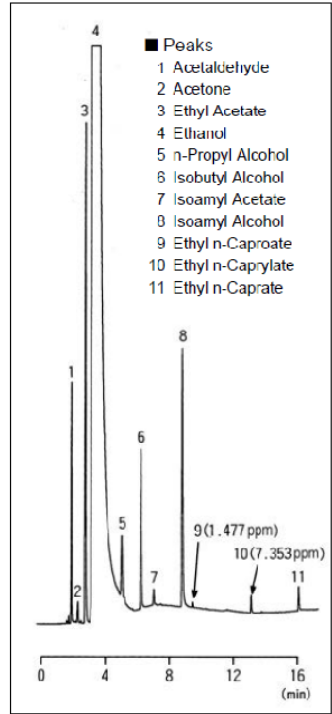


图9 威士忌的分析

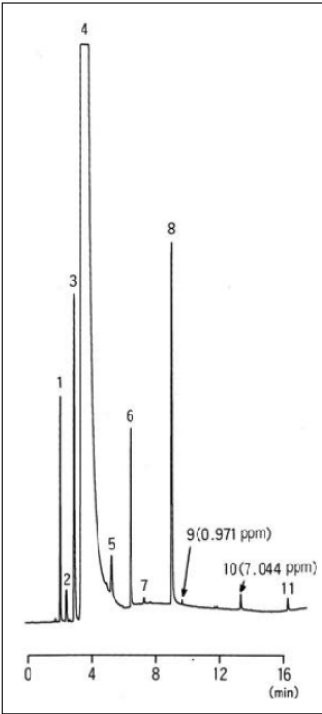


图10 白兰地的分析

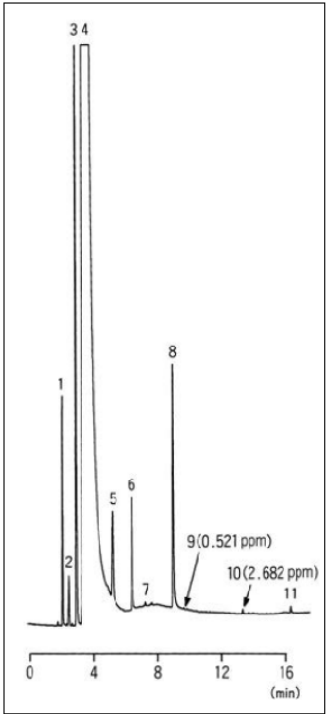


图11 朗姆酒的分析

※关于标准添加法

顶空气体色谱法通过分析样品的顶空气体测出样品中挥发成分的组成，但即使是同一成分，因受到样品本身的形状、溶剂组成、其他共存成分等的影响，向气相中挥发的难易程度不同，因此，一般而言定量比较困难。

对于添加被测定成分后可均匀混合的液体样品而言，最为可靠的定量法是标准添加法。将同一样品放入2个样品瓶中，1个直接封入，另一个这添加已知量的被测定成分，混合后封入。对它们按同一条件进行保温分析，依据获得的峰面积差进行定量。以图12~14所示的白兰地中己酸乙酯和辛酸乙酯的定量为例。

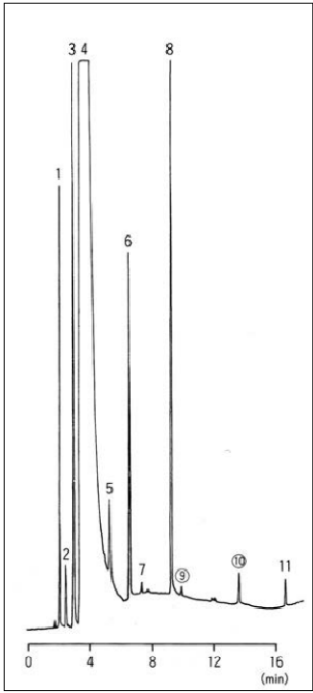


图12 无添加分析

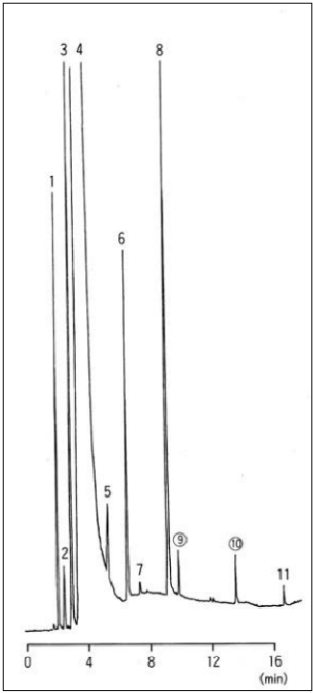


图13 各添加4 ppm己酸乙酯和辛酸乙酯的分析

- Peaks
- | | |
|--------------------|---------------------|
| 1 Acetaldehyde | 7 Isoamyl Acetate |
| 2 Acetone | 8 Isoamyl Alcohol |
| 3 Ethyl Acetate | ⑨ Ethyl n-Caproate |
| 4 Ethanol | ⑩ Ethyl n-Caprylate |
| 5 n-Propyl Alcohol | 11 Ethyl n-Caprate |
| 6 Isobutyl Alcohol | |

向2个20mL的样品瓶中各放入5 mL的白兰地，1个直接封入，另一个添加己酸乙酯和辛酸乙酯各4ppm后封入。对它们在100℃下进行1小时保温，然后分析了其0.8mL的顶空气体。

如图14所示，横轴取各自成分的添加量，纵轴取峰面积，进行外推，与横轴的交点表示定量值。可知此白兰地中含0.984 ppm的己酸乙酯，含5.513 ppm的辛酸乙酯。顺便介绍一下，将1 μL此白兰地直接进样GC中进行定量的结果，己酸乙酯为1.003 ppm，辛酸乙酯为5.592 ppm。

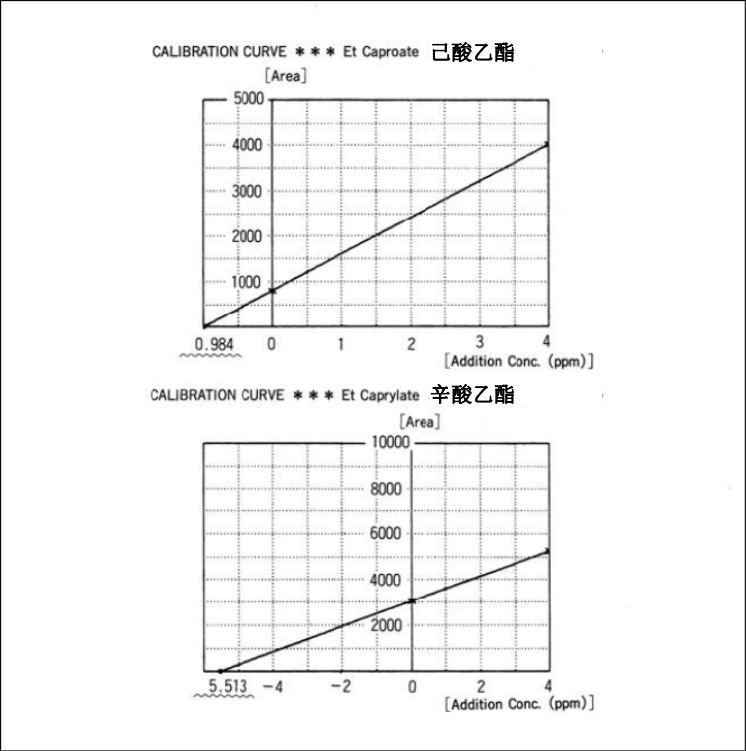


图14 己酸乙酯和辛酸乙酯的定量值