

二锅头中丙醇和仲丁醇的检测

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要：利用 GC-MS 3100 分析二锅头中的丙醇和仲丁醇，NIST 标准谱库检索进行定性，外标法进行定量。

关键词：GC-MS 3100，外标法，二锅头，丙醇，仲丁醇

杂醇油是在制酒过程中由蛋白质、氨基酸和糖类分解而成的。它们有强烈的气味，是白酒芳香成分之一，也是造成不同品种的酒，甚至同一品种或同一酒厂的各批酒的品质互有差异的因素之一。但杂醇油含量过高，对人体有毒害作用，使人神经系统充血，头痛，就是人们常讲的所谓“上头”，且酒味也不正。本试验目的是利用国产的气质联用仪 GC-MS 3100 对二锅头中的醇类定量方法进行探索。分析了其中丙醇和仲丁醇，得到满意的结果。

1 仪器及材料

1.1 分析仪器

GC/MS3100 气相色谱质谱联用仪（北京东西分析仪器有限公司）

二锅头（购于市场）

1.2 分析条件

色谱条件：石英毛细管柱 DB-WAX（30m×0.25mm×0.25μm）；进样方式：不分流进样，50 秒开分流阀；进样量：1 μl；进样口温度：220℃；柱流量：1.2ml/min；程序升温：55℃ 保持 1min，10℃/min 升至 220℃，保持 4min。

质谱条件：EI 源；电子能量：70eV；离子源温度：210℃；接口温度：210℃；扫描方式：全扫描；扫描质量范围：29~300amu；溶剂延迟时间：3.5min。

2 结果与分析

2.1 定性分析

二锅头直接进 GC-MS 分析，全扫描总离子流色谱图见图 1。提取质谱图进行 NIST 库检索，1 号色谱峰为丙醇、2 号色谱峰为仲丁醇，检索结果如图 2 所示。测定的谱图和标准谱图的相似度：丙醇为 88% 见图 2（a），仲丁醇为 86% 见图 2（b），分离良好可以定性。

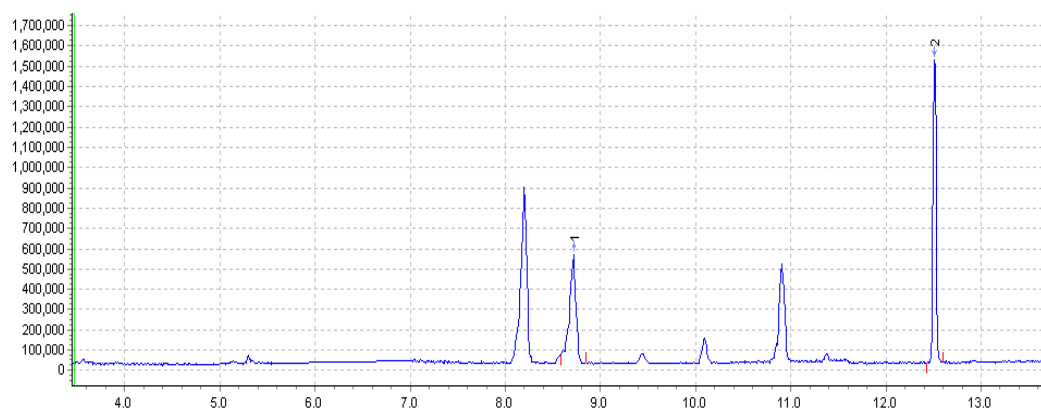
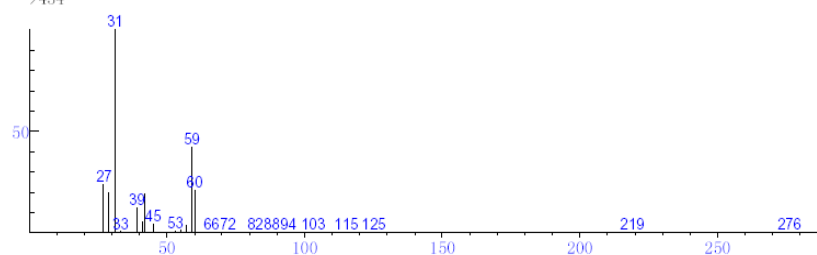
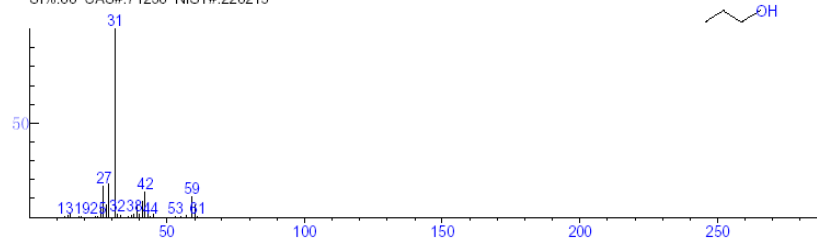


图1 二锅头 GC-MS 测定的总离子流图

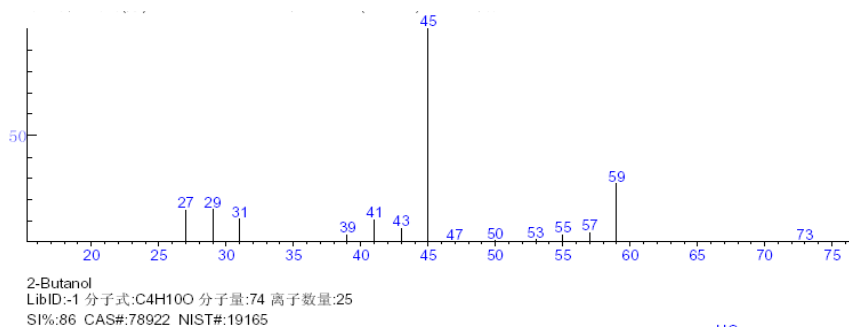
未知物1: 时间(分):8.70→8.72-8.57→8.59 基峰:m/z 31.0(177366) Peak:1 扫描点:446→449-432->434



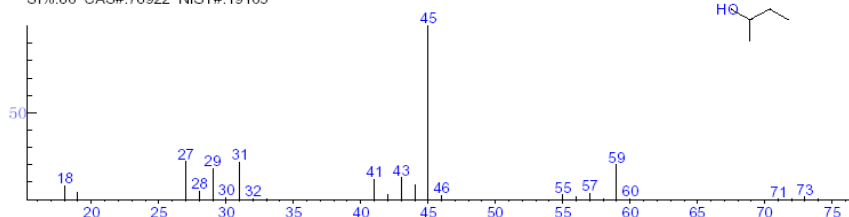
1-Propanol
LibID:-1 分子式:C3H8O 分子量:60 离子数量:31
SI%:88 CAS#:71238 NIST#:228215



(a)



2-Butanol
LibID:-1 分子式:C4H10O 分子量:74 离子数量:25
SI%:86 CAS#:78922 NIST#:19165



(b)

图3 丙醇、仲丁醇质谱图及检索结果

2.2 丙醇、仲丁醇的定量

外标法定量 配制浓度分别为 1mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L 的丙醇和仲丁醇系列标准溶液，每个浓度连续进三次，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，如 3 所示。(a) 为丙醇的标准曲线，(b) 为仲丁醇的曲线，线性良好。

计算结果给出，二锅头样品中丙醇和仲丁醇的含量分别为 5.86mg/L 和 12.58mg/L。

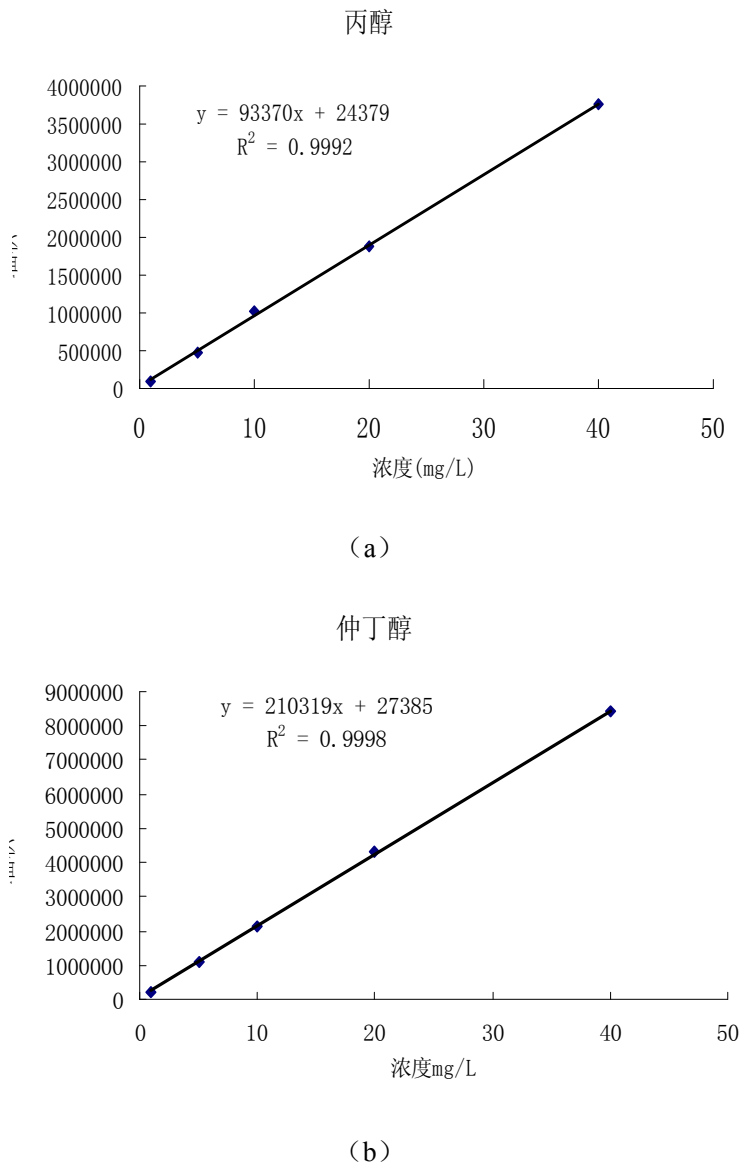


图 1 丙醇、仲丁醇的标准曲线及相关系数

3 结论

GC/MS-3100 可用于二锅头白酒中的丙醇和仲丁醇检测，在定性的同时进行定量，简化了操作步骤，缩短了检测时间，为白酒的质量控制提供了参考。