

# HS-SPME-GC-MS 联用测定孟买蓝宝石金酒中的香气成分

刘 静 侯 英 杨 蕾 杨 勇

(云南瑞升烟草技术(集团)有限公司,云南 昆明 650106)

**摘要:** 用 HS-SPME-GC-MS 联用法对孟买蓝宝石金酒的香气成分进行分析,研究了样品稀释倍数、萃取时间和不同萃取头材料对孟买蓝宝石金酒的香气物质萃取效率的影响,优化了萃取条件,建立了快速测定孟买蓝宝石金酒中香气物质的方法。结果表明,最佳分析条件为 75  $\mu\text{m}$  CAR/PDMS 黑色萃取头、萃取时间 60 min、酒样与蒸馏水的比例为 1:4。

**关键词:** 分析检测; 固相微萃取; 孟买蓝宝石金酒; 香气物质; 气质联用仪

中图分类号:TS262.3;TS261.7;O657

文献标识码:B 文章编号:1001-9286(2008)12-0109-03

## Analysis of Flavoring Compositions in Bombay Sapphire Dry Gin by HS-SPME-GC-MS

LIU Jing, HOU Ying, YANG Lei and YANG Yong

(Yun'nan Reascend Tobacco Technology Group Co. Ltd., Kun'ming, Yun'nan 650106,China)

**Abstract:** A rapid and simple method was developed for the analysis of flavoring compositions in Bombay Sapphire Dry Gin by head-space solid-phase micro-extraction associated with gas chromatography-mass spectrometry. The effects of extraction time, different extraction materials, diluted proportion on the extraction efficiency of flavoring compositions were studied and the extraction conditions were optimized. The results showed that the optimum extraction conditions were as follows: the extraction time was 60 min, the extraction material was 75  $\mu\text{m}$  CAR/PDMS, and the diluted proportion was 1:4.

**Key words:** analysis & determination; solid-phase micro-extractions(SPME); Bombay Sapphire Dry Gin; flavoring compositions; GC-MS

金酒 Gin 又称杜松子酒, Bombay Sapphire (孟买蓝宝石金酒)被公认为是全球最高档的金酒。由世界各地采集而来的 10 种草药精酿而成。金酒散发清新的松脂香,形成独特风格。常见的分析酒中的香味物质的方法是采用溶剂抽提、萃取、直接进样等方式<sup>[1]</sup>,这些方法具有溶剂多、时间长、萃取效率低等缺点。固相微萃取技术具有操作简单、样品处理步骤少等优点,现已被广泛用于环境监测、土壤科学等领域<sup>[2-4]</sup>。本文采用 HS-SPMS 与 GC-MS 技术相结合,对孟买蓝宝石金酒的挥发性香味物质进行分析,从萃取时间、萃取头的选择、萃取温度对实验进行了优化,最终确定 SPME 的萃取的最佳温度、时间、样品稀释倍数及萃取头的选择。为深入研究金酒的香味成分提供可靠的理论依据。

### 1 材料与方法

#### 1.1 GC-MS 条件

仪器:GC/MS (HP6890N/5972)。

收稿日期:2008-09-08

作者简介:刘静(1980-),女,云南昭通人,助理工程师,工科学士学位,现在云南瑞升烟草技术(集团)有限公司从事化学仪器分析工作。

色谱质谱条件:毛细管柱:HP-5MS (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ),进样口温度为 240  $^{\circ}\text{C}$ ,载气:He,流速:1 mL/min,GC-MS 接口温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ,升温梯度:50  $^{\circ}\text{C}$  (1 min)-6  $^{\circ}\text{C}$  /min 250  $^{\circ}\text{C}$  (1 min),离子源:EI 源,电子能量:70 eV,扫描范围:35~455 amu,标准图谱库:NIST, WILEY 谱库。

#### 1.2 固相微萃取条件

萃取头:75  $\mu\text{m}$  CAR/PDMS、100  $\mu\text{m}$  PDMS,美国 SUPELCO 公司。

采用萃取头在顶空瓶中对裂解产物进行萃取,萃取时间为 60 min,萃取温度为 50  $^{\circ}\text{C}$ ,然后将 SPME 进样针头插入气相色谱高温汽化室中进行解吸附,解吸附时间为 2 min。

#### 1.3 实验样品

市售孟买蓝宝石金酒。

#### 1.4 实验方法

移取 1 mL 样品和 4 mL 蒸馏水加入到顶空瓶中,

在水浴下,萃取时间为 60 min,萃取温度为 50 ℃,之后将 SPME 进样针插在气相色谱的高温汽化室中进行解吸附,时间为 2 min,裂解产物进入气相色谱/质谱(GC/MS)进行分离与鉴定,进行标准谱库检索。

## 2 结果与讨论

### 2.1 萃取条件的优化

#### 2.1.1 萃取时间的优化

考察了不同的萃取时间(15 min、30 min、60 min 和 90 min)对 SPME 萃取量的影响,根据对色谱峰面积之和的大小来确定最佳的萃取时间,结果见图 1。

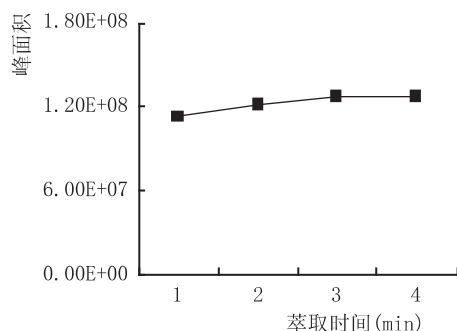


图 1 萃取时间对 SPME 萃取量的影响

从图 1 可看出,随着萃取时间的增加,色谱峰面积也随之增大,但是萃取时间超过 60 min 后,色谱峰面积增加不明显,萃取基本达到平衡。为了达到快速测定的目的,选用平衡时间为 60 min 的萃取时间来进行实验。

#### 2.1.2 萃取头材料的优化

萃取头选用 75 μm CAR/PDMS 和 100 μm PDMS 进行考察。根据对色谱峰面积之和的大小来确定最佳的萃取头材料,结果见图 2。

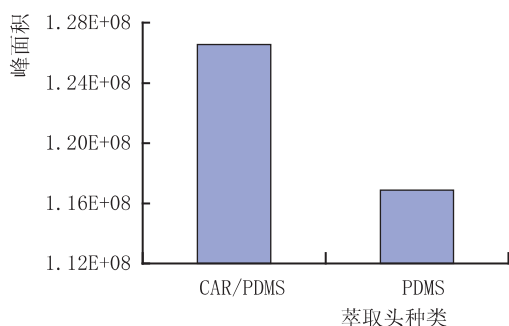


图 2 萃取材料对 SPME 萃取量的影响

从图 2 可以看出,选用 75 μm CAR/PDMS 萃取得到的色谱峰面积明显大于 100 μm PDMS 色谱峰面积,所以选用 75 μm CAR/PDMS 来进行实验。

#### 2.1.3 稀释倍数的优化

考察了不同的稀释倍数(样品与蒸馏水比例分别为 1:4、1:9、1:14)对 SPME 萃取量的影响,根据对色谱峰面

积之和的大小来确定最佳的稀释倍数,结果见图 3。

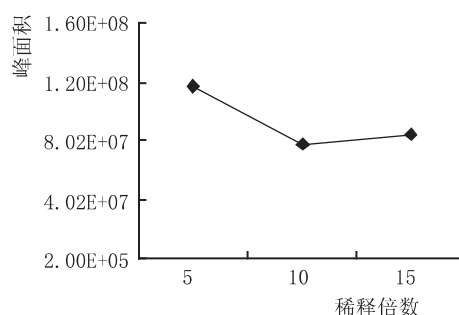


图 3 稀释倍数对 SPME 萃取量的影响

从图 3 可看出,随着稀释倍数的增加,色谱峰面积的也随之下降,在样品与蒸馏水比例为 1:4 时,色谱峰的面积是最大的,所以选用样品与蒸馏水比例为 1:4 来进行实验。

### 2.2 酒中的香气成分

应用 HS-SPME-GC-MS 在 75 μm CAR/PDMS 黑色萃取头,萃取时间为 60 min,稀释倍数在酒样品与蒸馏水的比例为 1:4 的条件下测定了孟买蓝宝石金酒中香味成分,结果见图 4 和表 1。

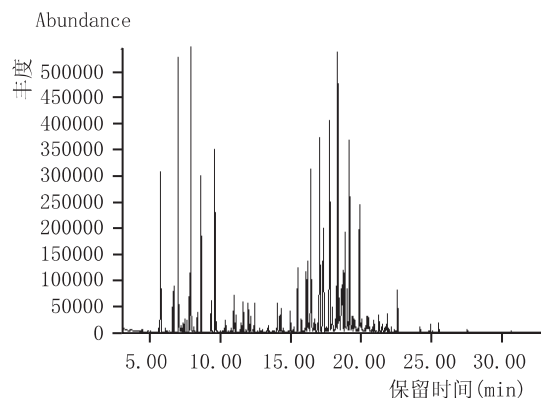


图 4 孟买蓝宝石金酒的总离子流图

## 3 结论

3.1 应用 HS-SPME-GC-MS 在 75 μm CAR/PDMS 黑色萃取头,萃取时间为 60 min,在酒样品与蒸馏水的比例为 1:4 条件下测定了孟买蓝宝石金酒中香味成分。

3.2 建立了测定孟买蓝宝石金酒中香味成分的方法。在鉴定出的 41 种香味物质中,有烯炔类物质 27 种,占到了总含量的 85.6%。其中,α-蒎烯、月桂烯、茨烯、L-柠檬烯、α-葎草烯、β-葎澄茄油烯、δ-杜松烯等主要成分表征了孟买蓝宝石金酒特有的杜松子油的香味特征。

### 参考文献:

- [1] 曾祖训.白酒香味成分的色谱分析[J].酿酒,2006,(33):3-6.
- [2] 吴波,张寒俊,余珠花.白酒中痕量挥发性有机物的固相微萃取 HS-SPME-GC-MC 分析[J].中国酿造,2006,(2):69-73.

表 1 孟买蓝宝石金酒的挥发性物质

RT	化合物名称	归一化峰面积 (%)	RT	化合物名称	归一化峰面积 (%)
5.74	$\alpha$ -蒎烯	3.09	15.75	橙花醇乙酸酯	0.37
6.07	茨烯	0.10	16.08	$\alpha$ -古巴烯	1.29
6.64	$\beta$ -蒎品烯	0.73	16.44	$\beta$ -榄香烯	4.28
6.70	$\beta$ -蒎烯	0.91	16.66	异喇叭烯	0.39
7.01	$\beta$ -月桂烯	6.29	17.06	$\beta$ -石竹烯	4.64
7.33	$\alpha$ -水芹烯	0.30	17.32	$\gamma$ -榄香烯	3.71
7.46	3-萜烯	0.26	17.77	$\alpha$ -葎草烯	6.66
7.61	$\alpha$ -蒎品烯	0.24	17.96	2-异丙基-5-甲基-9-亚甲基-二环[4.4.0]癸-1-烯	0.97
7.80	m-百里香素	0.21	18.24	八氢-7-甲基-4-亚甲基-1-异丙基-萜	1.43
7.90	L-柠檬烯	6.46	18.35	$\beta$ -葎澄茄油烯	7.09
8.12	反式- $\beta$ -罗勒烯	0.19	18.44	$\alpha$ -愈创烯	1.02
8.36	3,7-二甲基-1,3,7-辛三烯	0.12	18.71	六氢化-4,7-二甲基-1-异丙基-萜	1.52
8.62	$\gamma$ -蒎品烯	3.05	18.86	$\beta$ -红没药烯	2.79
9.35	$\alpha$ -蒎品油烯	0.85	19.00	古巴烯	1.39
9.60	芳樟醇	3.71	19.18	$\delta$ -杜松烯	4.47
11.50	4-蒎品醇	0.21	19.36	1,2,3,4,4a,7-六氢-1,6-二甲基-4-异丙基-萜	0.48
11.94	辛酸乙酯	0.24	19.89	大根香叶烯 B	3.03
14.06	1,7,7-三甲基-二环[2.2.1]庚-2-基乙酸酯	0.73	20.49	十五烷酸乙酯	0.23
14.19	2-十一烷酮	0.46	21.86	$\gamma$ -芹子烯	0.50
14.30	十三烷	0.54	24.20	十九烷酸乙酯	0.23
15.48	$\alpha$ -葎澄茄油烯	2.82			

- [3] 魏宁漪,段天璇,马长华.固相微萃取技术及其在天然产物分析中的应用[J].中国中药杂志,2004,(3):197-199.
- [4] 郭静,岳田利,袁亚宏,高振鹏.顶空固相微萃取在猕猴桃酒香

气成分测定中的应用[J].农产品加工(学刊),2007,(3):34-36.

## 茅台西凤两厂 开展技术交流

本刊讯 2008年10月30日,茅台酒厂中高层管理和技术人员30多名来到西凤酒厂,进行实地考察和技术交流,共商白酒事业发展大计。据悉,国内老牌名酒厂家开展技术交流这在市场经济以来酒业领域还是第一次。

茅台酒和西凤酒分别是中国酱香型和凤香型白酒的代表,在国内白酒行业中独树一帜。1952年,在首届国家评酒会上同获中国名酒,是老牌名酒中的两朵奇葩,也是中国白酒行业的两面旗帜。两家企业之间,交流广泛。

当天,茅台酒厂中高层管理人员参观了西凤制曲、制酒、贮存勾兑、成品酒包装等生产工艺流程。双方技术人员就生产工艺和管理技术进行了交流和探讨;就我国白酒行业发展趋势、发展战略、技术创新、产品质量、营销策略、内部管理等进行广泛交流和切磋。双方认为,中国白酒行业发展机遇到来,老牌名酒企业之间要不断加强联系与交流,加快发展,做大做强,扩大老牌名酒的影响力和市场占有率,引领白酒行业健康、有序、快速发展,推动中国食品工业再上新台阶。(小小)

## 各门功课都辅导 提高成绩有诀窍 向全国中小学生推荐 权威教学辅导类报纸 《少年文摘报》系列版

全国上万所小学初中高中将本报列为重要的教学辅导资料,期中期末考试直接从本报选取

高中版:高考试题命中率连续10年超过80%;初中版:中考试题命中率连续7年超过80%

少年文摘报作为全国唯一一份以指导中小学生学习 and 传授百科知识为主要内容的学习辅导类精品文摘报纸,从全国上万种教辅类报刊和百科书籍中萃选精华,分为学习版、百科知识版、达标试题版和写作与阅读版四个系列。

一、各年级学习版系列:紧扣教学主线,重难点突出,同步性强,释疑解惑切中要害,具有很强的实用性和指导性。

二、各年级百科知识版系列:传播百科知识,培养学习兴趣,丰富人生阅历,开阔知识视野,拓展创新能力,具有很强的可读性和趣味性。

三、各年级课程达标试题版:单元测试、期中试题、期末试题、冲刺试题环环相扣,难易搭配科学合理,呈梯度上升,具有很强的指导性和实用性。

四、各年级写作与阅读版:博览名著佳作,提升阅读品位,培养写作兴趣,指导写作训练,具有很强的针对性和可读性。

请到邮局订阅本报,错过邮局订阅,也可汇款到报社订阅。查阅样报请上网或来信索样。

(网址:www.shnwzb.com)

汇款地址:兰州市白银路

甘肃新闻大厦少年文摘报

财务处 邮编:730030

电话:0931-8156591

0931-4540077 4542809

联系人:李老师

**诚征发行代理**

少年文摘报系列版	邮发代号	报纸名称	全年价
53-224	高一语数英学习版	周报	57.00
53-225	高一文理综合学习版	周报	57.00
53-226	高一课程达标试题版	月报	48.00
53-227	高一写作与阅读版	周报	30.00
53-228	高二语数英学习版	周报	57.00
53-229	高二文综学习版	周报	57.00
53-230	高二理综学习版	周报	57.00
53-231	高二文科达标试题版	月报	48.00
53-232	高二理科达标试题版	月报	48.00
53-233	高二写作与阅读版	周报	30.00
53-234	高考语数英学习版	周报	57.00
53-235	高考文综学习版	周报	57.00
53-236	高考理综学习版	周报	57.00
53-237	高考文科模拟试题版	月报	60.00
53-238	高考理科模拟试题版	月报	60.00
53-239	高三写作与阅读版	周报	30.00