

蓝莓香精组成成分的 GC-MS 分析

1 前言

香精(perfume compound) ,亦称调合香料,是由人工调配出来的各种香料的混合体,具有特定的香型。香精香料可以用来改善、增加和模仿食品的香气和香味;可作为食品添加剂使用。香精的组成成分复杂,过去对香精的检测主要依靠一些常规的理化方法,不但速度慢,而且也很难弄清其中的组成;然而,气质联用仪的出现解决了这些难题,它使香精香料的成分分析从组分的分离到化学结构的鉴定真正达到了方便、快速、准确要求,利用 GC-MS 能同时达到定性和定量的目的,从而监控香料的质量,指导香精香料品种的改良,为合成新的香精香料做出重大贡献。

2 实验部分

2.1 仪器及试剂

气质联用仪 GC-MS3100 (北京东西分析仪器有限公司),
Equity-5(30m×0.25mm×0.25um)石英毛细管柱, 1uL 微量注射器。

样品: 蓝莓香精

2.2 分析条件

质谱条件: EI 源, 离子源温度: 150℃, 电子能量: 70eV, 扫描方式: 全扫描,
扫描范围: 28.5~400u, 扫描周期: 0.6s, 接口温度: 260℃, 倍增器高压: 1200
溶剂延迟: 2min。

色谱条件: Equity-5(30m×0.25mm×0.25um)石英毛细管柱, 进样口: 260℃, 分流进样, 进样量: 0.1uL, 分流比: 50:1, 柱前压: 60KPa, 吹扫流量: 2ml/min, 柱温: 35℃ 保持 1min, 以 5℃/min 速率升至 270℃, 保持 5min。

2.3 结果与讨论

用 GC-MS3100 分析了蓝莓香精的组成成分;图 1 为某品牌香精全扫描 TIC 图;经 NIST 标准谱库检索结合人工分析,共检测出 32 种组分(见表 1),其中主要成分有乙基香

兰素, 香兰素, 丁酸乙酯, 十八烯酸, 麦芽醇, 棕榈酸, 乙酸苄酯, 辛酸, 香茅醇等; 绝大部分组分匹配度大于 85%。另外进行了归一化定量, 定量结果见表 1。

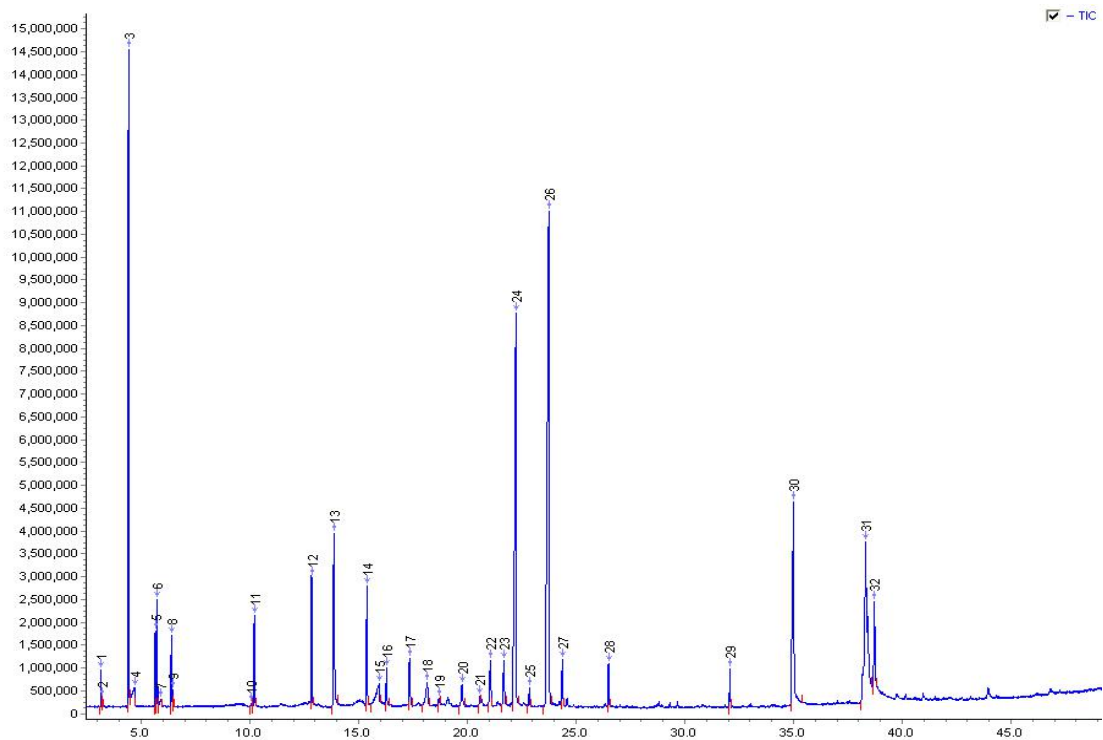


图 1 蓝莓香精全扫描色谱图

表 1 蓝莓香精挥发性成分分析结果

峰号	保留时间 min	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对含量 %	匹配度 %
1	3.12	3-甲基-1-丁醇	1-Butanol, 3-methyl-	123-51-3	C ₅ H ₁₂ O	0.43	91
2	3.18	2-甲基-1-丁醇	1-Butanol, 2-methyl-	137-32-6	C ₅ H ₁₂ O	0.07	90
3	4.40	丁酸乙酯	Butanoic acid, ethyl ester	105-54-4	C ₆ H ₁₂ O ₂	9.26	91
4	4.68	丁酸	Butanoic acid	107-92-6	C ₄ H ₈ O ₂	1.18	88
5	5.64	2-甲基-丁酸乙酯	Butanoic acid, 2-methyl-, ethyl ester	7452-79-1	C ₇ H ₁₄ O ₂	1.24	94
6	5.72	3-甲基-丁酸乙酯	Butanoic acid, 3-methyl-, ethyl ester	108-64-5	C ₇ H ₁₄ O ₂	1.56	91
7	5.91	3-甲基-丁酸	Butanoic acid, 3-methyl-	503-74-2	C ₅ H ₁₀ O ₂	0.26	90
8	6.38	乙酸-3-甲基-1-丁醇酯 (乙酸异戊酯)	1-Butanol, 3-methyl-, acetate	123-92-2	C ₇ H ₁₄ O ₂	1.13	92
9	6.45	乙酸-2-甲基-1-丁醇酯	1-Butanol, 2-methyl-, acetate	624-41-9	C ₇ H ₁₄ O ₂	0.22	91
10	10.06	己酸	Hexanoic acid	142-62-1	C ₆ H ₁₂ O ₂	0.06	81
11	10.19	己酸乙酯	Hexanoic acid, ethyl ester	123-66-0	C ₈ H ₁₆ O ₂	1.57	92
12	12.81	己酸-2-丙烯酯	Hexanoic acid, 2-propenyl ester	123-68-2	C ₉ H ₁₆ O ₂	2.33	89

峰号	保留时间 min	中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对含量 %	匹配度 %
2	3	麦芽醇					
13	13.86	(3-羟基-2-甲基-4-吡喃酮)	Maltol	118-71-8	C ₆ H ₆ O ₃	5.30	90
14	15.37	乙酸苄酯	Acetic acid, phenylmethyl ester	140-11-4	C ₉ H ₁₀ O ₂	2.55	94
15	15.93	辛酸	Octanoic Acid	124-07-2	C ₈ H ₁₆ O ₂	1.54	87
16	16.27	水杨酸甲酯	Methyl Salicylate	119-36-8	C ₈ H ₈ O ₃	0.76	88
17	17.33	3,7-二甲基-6-辛烯-1-醇 (香茅醇)	6-Octen-1-ol, 3,7-dimethyl-	106-22-9	C ₁₀ H ₂₀ O	1.01	91
18	18.16	2-癸烯醛	2-Decenal, (Z)-	2497-25-8	C ₁₀ H ₁₈ O	1.31	90
19	18.70	壬酸	Nonanoic acid	112-05-0	C ₉ H ₁₈ O ₂	0.17	80
20	19.75	2,4-癸二烯醛	2,4-Decadienal	2363-88-4	C ₁₀ H ₁₆ O	0.84	89
21	20.57	邻氨基苯甲酸甲酯 (氨基酸甲酯)	Benzoic acid, 2-amino- methyl ester	134-20-3	C ₈ H ₉ NO ₂	0.16	88
22	21.05	2-十一烯醛	2-Undecenal	2463-77-6	C ₁₁ H ₂₀ O	1.35	92
23	21.67	肉桂酸甲酯	2-Propenoic acid, 3-phenyl-, methyl ester	103-26-4	C ₁₀ H ₁₀ O ₂	1.14	88
24	22.23	香兰素	Vanillin	121-33-5	C ₈ H ₈ O ₃	15.96	94
25	22.85	α-紫罗酮	3-Buten-2-one,4-(2,6,6-trimethyl-2-cyclohexen-1-yl)-, (E)-	127-41-3	C ₁₃ H ₂₀ O	0.47	86
26	23.74	乙基香兰素	Ethyl Vanillin	121-32-4	C ₉ H ₁₀ O ₃	24.11	94
27	24.37	β-紫罗兰酮	3-Buten-2-one, 4-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-, (E)-	79-77-6	C ₁₃ H ₂₀ O	0.92	91
28	26.49	桃醛 (十一烷酸内酯)	2(3H)-Furanone, 5-heptyldihydro-	104-67-6	C ₁₁ H ₂₀ O ₂	0.95	92
29	32.07	十四酸异丙酯	Isopropyl Myristate	110-27-0	C ₁₇ H ₃₄ O ₂	0.82	90
30	35.00	十六酸 (棕榈酸)	n-Hexadecanoic acid	57-10-3	C ₁₆ H ₃₂ O ₂	8.64	91
31	38.32	油酸 (十八烯酸)	Oleic Acid	112-80-1	C ₁₈ H ₃₄ O ₂	10.30	91
32	38.73	硬脂酸	Octadecanoic acid	57-11-4	C ₁₈ H ₃₆ O ₂	2.41	87

3 结论

气质联用技术是香精组成成分分析最有效的分析手段，本文利用国产仪器 GC-MS3100 分析了蓝莓香精的组成，共鉴定出 32 种物质，其中主要成分有乙基香兰素，香兰素，丁酸

EWAI

东西分析

乙酯，十八烯酸，麦芽醇，棕榈酸，乙酸苄酯，辛酸，香茅醇等；绝大部分组分相似度大于85%。该方法简单、快速而准确，完全满足此方面的分析测试要求。