

全二维气质联用仪用于香精香料指纹图谱分析

1 前言

随着食品、日化、烟草等工业的迅速发展，香精香料作为重要的添加剂，正成为国民经济中不可缺少的原料。香精香料的化学成分复杂，对其一种或几种化学成分进行定性定量的分析，难以实现有效的香精香料质量控制。应用指纹图谱研究香精香料化学成分，能基本反映香精香料的全貌，能对其整个内在品质进行检测，实现对香精香料内在质量的综合评价和全面控制。

近年来，指纹图谱已成为香精香料分析应用研究的热点。相比于传统的气相色谱（GC）检测方法，全二维气相色谱（GC×GC）用于检测香精中的挥发性和半挥发性成分，具有分离效率高、峰容量大、样品信息丰富等优点。香精香料中多为挥发性及半挥发性物质，全二维气相色谱质谱联用仪可提供全貌的指纹图谱结构信息。因此，GC×GC-MS 是建立香精香料挥发性和半挥发性成分指纹图谱的先进有效的方法之一。

2 实验部分

2.1 主要设备与试剂

东西分析 GC×GC-TOF MS 3300 型全二维气质联用仪、全二维气质联用数据处理系统

2.2 样品和数据的分析处理

考察 6 种不同制作工艺香精香料挥发性和半挥发性成分指纹图谱情况，样品编号分别是：EXBB、EXOM、EXSK、ESM、EXML、EXWL。

香精样品分别取 0.1 μL 进仪器分析，对相似度大于 60 的组分进行鉴别分类。

2.3 分析条件

全二维气相色谱条件：

第一维色谱柱 DB-5MS (30m×0.25mm×0.25um) 石英毛细管柱，第二维色谱柱 DB-17HT (2m×0.25mm×0.15um) 石英毛细管柱；

恒流模式，柱流量 1 mL/min，进样量 0.1 μ L，分流进样，分流比 50:1，进样口：280 $^{\circ}$ C，吹扫流量：2mL/min。调制周期,4 s，热调制时间为 0.3 s。

第一维柱温箱升温程序：起始温度 70 $^{\circ}$ C保持 2 min 后，以 4 $^{\circ}$ C/min 升温至 110 $^{\circ}$ C，保持 1 min，再以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 220 $^{\circ}$ C保持 5 min。

第二维柱温箱升温程序：起始温度 60 $^{\circ}$ C保持 2 min 后，以 4 $^{\circ}$ C/min 升温至 100 $^{\circ}$ C，保持 1 min，再以 5 $^{\circ}$ C/min 升温至 210 $^{\circ}$ C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 220 $^{\circ}$ C，传输线温度为 250 $^{\circ}$ C。检测器电压为 1840 V。质谱检出溶剂延迟为 2min，质量扫描范围 36–600 amu，采集频率为 100 spectrum/s。

3 实验结果

3.1 GC×GC-TOF MS 香精指纹图谱

对 6 种不同制作工艺的香精 EXBB、EXOM、EXSK、ESM、EXML、EXWL 进行分析。实验结果表明，6 种不同制作工艺的香精指纹图谱出峰个数和出峰位置都存在差异。香精挥发性和半挥发性成分指纹图谱见下图 1。同时，对检索相似度大于 60 的组分进行鉴定分类，分类总结见下表 1。

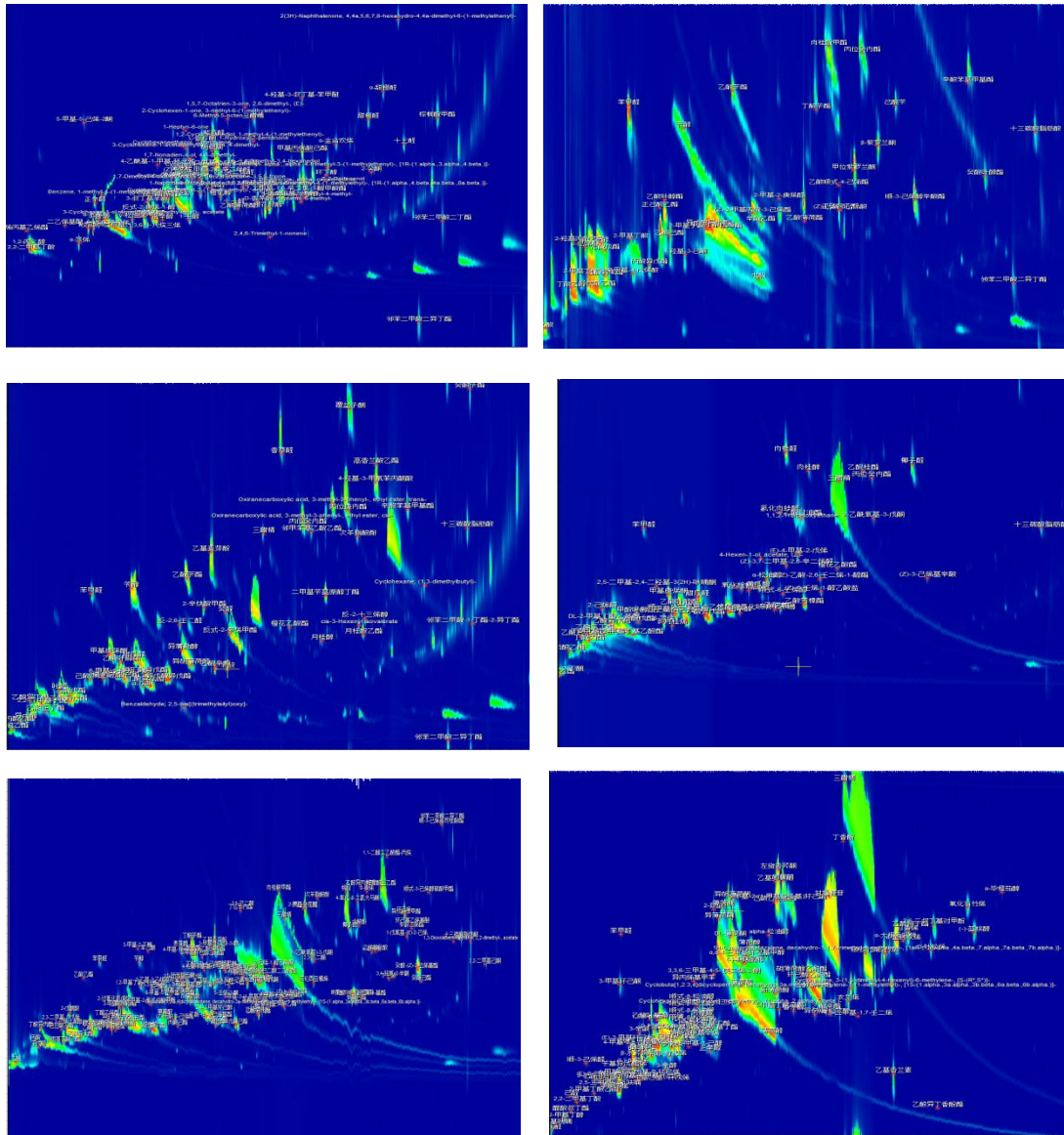


图 1 EXBB、EXOM、
EXSK、ESM、
EXML、EXWL

EXBB :分析软件自动寻峰 193 个组分,检索相似度大于 60 的共 41 种化合物,分别为醇类 2 种、酸类 7 种、脂类 26 种、醛类 3 种、酮类等 3 种。

EXOM :分析软件自动寻峰 187 个组分,检索相似度大于 60 的共 83 种化合物,分别为萜烯类 15 种、醇类 21 种、酸类 1 种、脂类 10 种、醛类 14 种、酮类 16 种、其他杂环和

饱和长链烃 6 类等种。

EXWL : 分析软件自动寻峰 193 个组分, 检索相似度大于 60 的共 57 种化合物, 分别为醇类 8 种、酸类 5 种、脂类 32 种、醛类 7 种、酮类 2 种、其他杂环和饱和长链烃类等 3 种。

EXML : 分析软件自动寻峰 134 个组分, 检索相似度大于 60 的共 53 种化合物, 分别为萜烯类 4 种、醇类 9 种、酸类 2 种、脂类 27 种、醛类 5 种、酮类 3 种、其他杂环和饱和长链烃类等 3 种。

ESM : 分析软件自动寻峰 171 个组分, 检索相似度大于 60 的共 101 种化合物, 分别为萜烯类 32 种、醇类 26 种、酸类 1 种、脂类 15 种、醛类 5 种、酮类 13 种、其他杂环和饱和长链烃类等 9 种。

EXSK : 分析软件自动寻峰 215 个组分, 检索相似度大于 60 的共 123 种化合物, 分别为萜烯类 13 种、醇类 12 种、酸类 7 种、脂类 57 种、醛类 4 种、酮类 22 种、其他杂环和饱和长链烃类等 8 种。

表 1 不同制作工艺 GC×GC-TOF MS 香精指纹图谱分类化合物个数

香精编号	自动寻峰	相似度大于 60	脂类	醇类	酸类	醛类	酮类	萜烯类	其他
EXBB	193	41	26	2	7	3	3	0	0
EXOM	187	83	10	21	1	14	16	15	6
EXWL	193	57	32	8	5	7	2	0	3
EXML	134	53	27	9	2	5	3	4	3
ESM	171	101	15	26	1	5	13	32	9
EXSK	215	123	57	12	7	4	22	13	8

4 总结

综上所述，东西分析全二维气质联用仪 GC×GC-TOF MS 3300 型，及其配套的数据处理系统完全适用于香精香料全二维气质联用仪指纹图谱分析。