

## 解决方案 | 全二维气相色谱/飞行时间质谱仪检测维生素 E 软胶囊挥发性成分

### 简介

天然维生素 E 被认为是“自由基最直接的捕获者”，具有强大的抗氧化作用，维生素 E 是多酸类天然营养素，人体自身不能合成，仅靠从食物中摄取不能满足人体需要，必须从体外补充，天然 VE 在发达国家被誉为“生命奇迹丸”。维生素 E 是一种脂溶性维生素，又称生育酚，是最主要的抗氧化剂之一。人体正常的呼吸、新陈代谢等过程都会产生氧化作用，体内的氧会转化成一种极不稳定的物质——自由基。若自由基产生过量，则会破坏健康的细胞，加速机体的衰老进程并诱发癌症、心脑血管疾病等。维生素 E 能有效清除体内的自由基，保护细胞膜、皮肤、血管、心脏、眼睛、肝脏及乳房等组织，减少罹患动脉硬化等疾病的机率。本文利用全二维气相色谱-飞行时间质谱仪（GC×GC-TOF/MS）检测了维生素 E 软胶囊的挥发性成分，通过专用的全二维色谱软件分析，对分离的组分用 NIST 谱库检索，匹配度在 70% 以上的化合物共有 38 个。

### 实验部分

#### 实验材料与仪器

维生素 E 软胶囊

GC×GC-TOF/MS 3300 全二维气相色谱飞行时间质谱联用仪

#### 实验条件

一维色谱柱：DB-5MS (30m×0.25mm×0.25μm)；二维色谱柱：HP-17ht (2.5m×0.1mm×0.1μm)。

进样口温度：280℃；进样量为 1 μL，分流进样，分流比 30:1。

柱 1 程序升温：60℃以 2℃/min 升温至 120℃后，再以 20℃/min 升温至 180℃；

柱 2 程序升温：70℃以 2℃/min 升温至 130℃后，再以 20℃/min 升温至 190℃。

调制器热喷温度恒定 250℃保持 33 min；冷气流 500 L/h；调制周期 4 s；热喷时间 0.3s。

离子源温度：220℃；电离能量：-70 V；检测器电压：-1650 V；接口温度：260℃；质量扫描范围：41-500。

## 样品处理

直接取 0.2μL 的维生素 E 软胶囊用 GC×GC -TOF/MS 分析

## 实验结果

经 GC×GC -TOF/MS 分析，共有 38 个化合物被全二维色谱软件确认，鉴定出峰体积相对百分比 0.01%以上的 29 种，通过对 38 个组分归一化定量，百分含量在 20%以上的有萜品油烯、右旋萜二烯，百分含量在 10%以上的有 1,4-桉叶素，百分含量在 1%以上的有邻异丙基甲苯、桉叶油醇、2-蒎烯、α-水芹烯、萜品烯、蒎烯、月桂烯，其余 28 种化合物都是在 1%以下，详细成分列表见表 1。

表 1 维生素 E 软胶囊全二维气相色谱/质谱成分分析结果

峰号	一维保留时间 min	二维保留时间 S	英文名称	中文名称	CAS	匹配度 %	化学式	分子量	峰体积百分比 %
1	5.83	0.79	(1S)-2,6,6-Trimethylbicyclo[3.1.1]	左旋-α-蒎烯	7785264	73	C10H16	136	0.0021

			hept-2-ene						
2	6.5	0.92	Bicyclo[2.2.1]hept-2-ene, 1,7,7-trimethyl-	2-蒎烯	464175	83	C10H16	136	0.0043
3	6.67	0.76	4-Octene, 2,6-dimethyl-, [S-(E)]-		62960763	86	C10H20	140	0.0171
4	7.08	1	Tricyclo[2.2.1.0(2,6)]heptane, 1,7,7-trimethyl-		508327	85	C10H16	136	0.0618
5	7.5	1.05	alpha.-Pinene	2-蒎烯	80568	91	C10H16	136	6.1989
6	7.75	0.98	R(-)3,7-Dimethyl-1,6-octadiene	香茅烯	10281568	76	C10H18	138	0.0034
7	8.08	1.2	Camphene	蒎烯	79925	94	C10H16	136	3.1793
8	8.67	0.98	2-Nonene, 3-methyl-, (E)-		17003995	79	C10H20	140	0.0049
9	8.83	1.25	3-Carene	萜品烯	13466789	78	C10H16	136	0.0057
10	9.25	1.06	1-Methyl-4-(1-methylethyl)-cyclohexane	对孟烷	99821	82	C10H20	140	0.0172
11	9.25	1.36	beta.-Pinene	β-蒎烯	127913	86	C10H16	136	0.2457
12	9.67	1.29	beta.-Myrcene	月桂烯	123353	88	C10H16	136	1.0023
13	10.17	1.17	Cyclohexane, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-		1124272	91	C10H18	138	1.2886
14	10.42	1.32	alpha.-Phellandrene	α-水芹烯	99832	92	C10H16	136	4.0938
15	10.83	1.51	7-Oxabicyclo[2.2.1]heptane, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	1,4-桉叶素	470677	87	C10H18O	154	15.7716
16	11.25	1.28	Cyclopentane, pentylidene-		53366555	82	C10H18	138	0.4683
17	11.33	1.72	o-Cymene	邻异丙基甲苯	527844	87	C10H14	134	9.5589
18	11.58	1.47	D-Limonene	右旋蒎二烯	5989275	87	C10H16	136	21.1828
19	11.67	1.69	Eucalyptol	桉叶油醇	470826	95	C10H18O	154	8.8793
20	12.42	1.65	beta.-Phellandrene	3-亚甲基-6-(1-甲基乙基)环己烯	555102	81	C10H16	136	0.0311
21	13	1.67	gamma.-Terpinene	萜品烯	99854	92	C10H16	136	4.9425
22	13.67	1.76	Cyclohexene, 4-methyl-1-(1-methylethenyl)-		586674	85	C10H16	136	0.0085
23	13.75	2.07	6-Propenylbicyclo[3.1.0]hexan-2-one		75283464	65	C9H12O	136	0.0219
24	14.5	1.89	Cyclohexene, 1-methyl-4-(1-methylethylidene)-	萜品油烯	586629	87	C10H16	136	21.3954
25	14.67	2.34	Benzene, 4-ethenyl-1,2-dimethyl-		27831136	60	C10H12	132	0.2205
26	16.33	2.13	Fenchol	葑醇	1632731	87	C10H18O	154	0.4634
27	17.33	2.21	3-Cyclohexen-1-ol, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-		586823	83	C10H18O	154	0.4197
28	17.75	2.53	p-Mentha-1,8-dien-7-ol	紫苏醇	536594	69	C10H16O	152	0.0087
29	18.08	2.31	Cyclohexanol, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-	β-松油醇	138874	89	C10H18O	154	0.0563

30	18.5	2.44	Cyclohexanone, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-	薄荷酮	10458147	84	C10H18O	154	0.0046
31	18.92	2.48	endo-Borneol	2-茨醇	507700	84	C10H18O	154	0.01
32	19.42	2.52	Bicyclo[2.2.1]heptan-2-ol, 1,7,7-trimethyl-, (1S-endo)-	合成右旋龙脑	464459	83	C10H18O	154	0.0066
33	19.83	2.14	dl-Menthol	薄荷脑	89781	86	C10H20O	156	0.026
34	20	2.41	Terpinen-4-ol	(-)-4-萜品醇	562743	79	C10H18O	154	0.0286
35	20.33	3.14	Benzeneethanol, .alpha.,.alpha.-di methyl-, acetate	乙酸二甲基苜基原酯	151053	79	C12H16O 2	192	0.0141
36	20.92	2.49	alpha.-Terpineol	alpha-松油醇	98555	84	C10H18O	154	0.3119
37	21.17	2.61	1,3-Cyclohexadiene, 1-methyl-4-(1-methylethyl)-	α-萜品烯	99865	74	C10H16	136	0.0272
38	23.42	3.08	Carveol	L-香芹醇	99489	80	C10H16O	152	0.0168

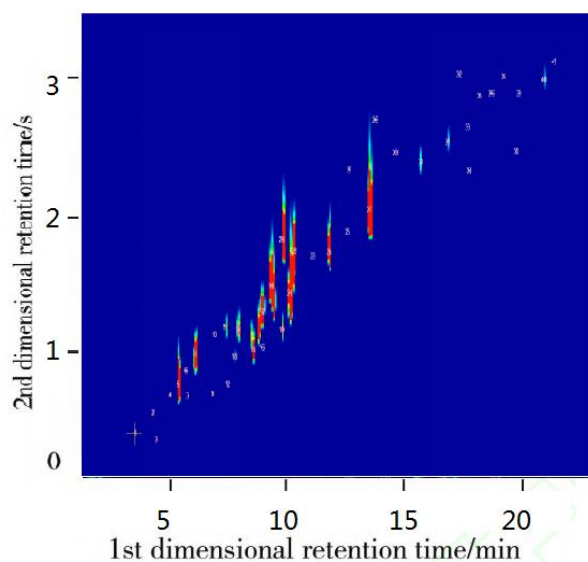


图 1、全二维色谱等高显示图

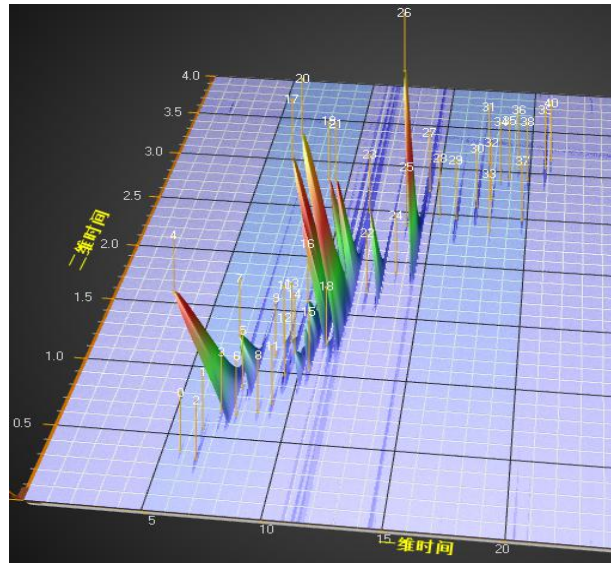


图 2 全二维色谱三维显示图

## 结论

利用全二维气相色谱-飞行时间质谱法检验了保健品降血脂胶囊剂挥发性成分，通过专用的全二维色谱软件分析，对分离的组分用 NIST 谱库检索，匹配度在 70% 以上的化合物共检出 38 种，其中的成分有烯萜类 15 种、醇类 8 种、酮类 1 种，其他 14 种。全二维气质联用仪应用于维生素 E 软胶囊挥发性成分检测有效可行。