

解决方案 | 全二维气相色谱-飞行时间质谱法分析液液萃取食醋样品

1 前言

食品的气味种类繁多,容易变化,不同的原料、产地、气候以及不同的酿造工艺,食醋的风味以及口感都会千差万别,因此食醋的气味成为影响消费者接受度和满意度的一个重要因素,食品气味主要涉及挥发性物质与非挥发性物质的相互作用,一般来讲,挥发性有机物质是食品具有特殊香气和风味的主要原因,因此对于食醋中挥发性风味物质的研究具有重要意义。

2 实验部分

2.1 主要设备与试剂

GC×GC-TOF MS 3300 型 全二维气质联用仪

2.2 样品处理

食醋液液萃取后的样品,溶剂二氯甲烷,取 1 μ L 进样。

2.4 分析条件

全二维色谱条件: 使用HP-INNOWAX (30 m×0.25 mm×0.15 μ m) 色谱柱

(Agilent Technologies) 和DB-17HT(2.5m×0.25mm×1μm)高温气相色谱柱 (Agilent Technologies) 两个毛细管柱 , 分别安装在不同的柱箱中。它们通过通用的压紧连接器连接。将HP-INNOWAX (30 m×0.25 mm×0.25μm) 色谱柱用作色谱柱1。将DB-17HT(2.5m×0.25mm×1μm)高温气相色谱柱用作色谱柱2。

GC 进样口温度 250℃ , 液体进样采用分流模式进行 , 分流比 20:1 , 进样量 1 μL。载气为高纯氮 (纯度 > 99.9995%)。样品运行采用恒压模式。调制时间为 7 s , 热调制时间为 0.5 s , 调制补偿温度为 20 °C。

第一维柱温箱升温程序 : 起始温度 40 °C保持 2 min 后 , 以 5 °C/min升温至 230 °C保持 5 min。

第二维柱温箱升温程序 : 起始温度 60 °C保持 2 min , 后以 5 °C/min升温至 250 °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 230 °C , 传输线温度为 280°C。检测器电压为 1790 V。质谱检出溶剂延迟为 3.5min , 质量扫描范围m / z 35-450 , 采集频率为 100 spectrum/s。

3 实验结果

样品经GC×GC-TOF MS 3300型全二维气质联用仪分析 , 并对采集的数据利用专业的全二维数据分析系统进行分析。样品的总离子流图做了自动寻峰定性和归一化定量。使用质量数m/z=45做示例 , 对样品选择离子45流图进行寻峰检索定性分析。

由实验结果可知 , 食醋样品中鉴定出的化合物个数都在400以上 , 表明样品中挥

发性有机成分非常丰富。

3.1 全二维色谱总离子流图和全二维色谱选择离子流图

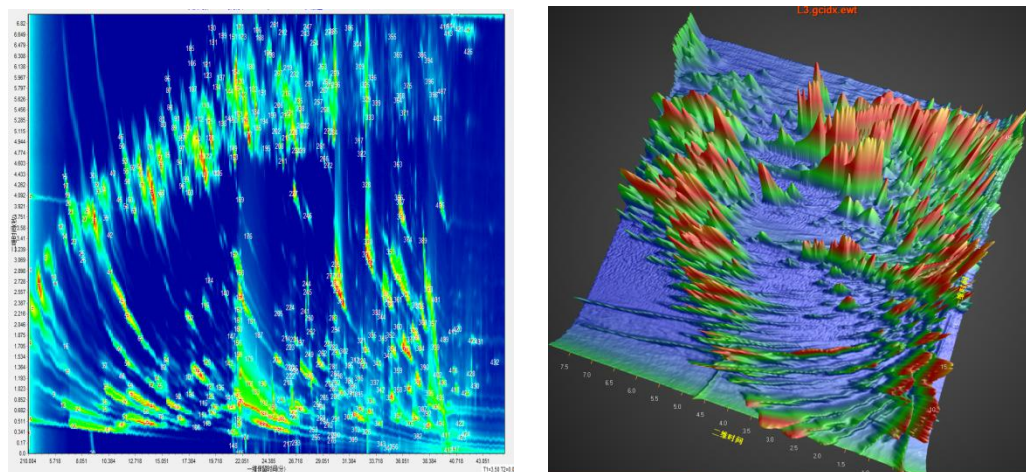


图 1 样品二维等高色谱图和三维立体图

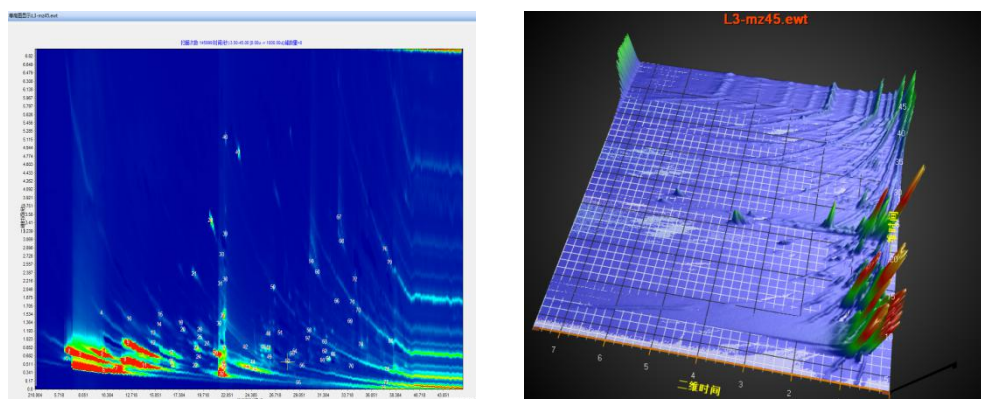


图 2 样品 SIM m/z45 二维等高色谱图和三维立体图

3.2 样品定性分析

数据分析方法参数，水平基线设置100万，峰高设置130万。下图3展示了峰高设置130万时所定性的化合物。

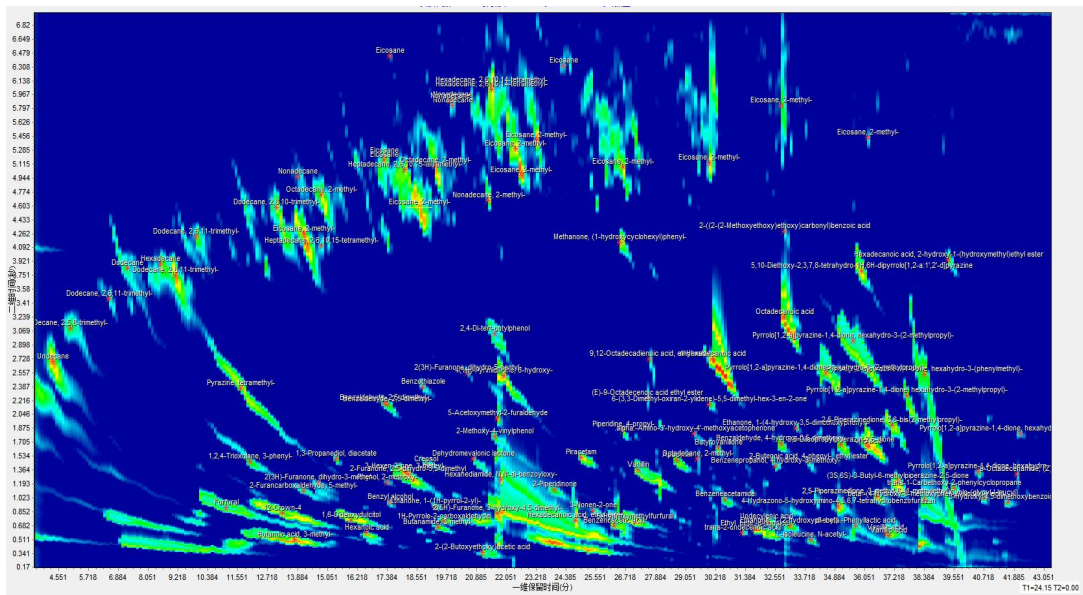


图 3 样品定性标注 (参数设置: 峰高在 130 万以上的组分)

4 小结

由实验结果可知,东西分析GC×GC-TOF MS 3300完全适用于食醋样品的分析,并且展示了其他检测手段无法媲美的优势。由GC×GC-TOF MS色谱总离子流图可以看出,食醋中挥发性有机成分非常丰富,可为食醋风味成分的鉴定和开发研究提供最为强大有效的分析手段。