

解决方案|香精成分 GC-MS 分析

香精是由多种香（原）料成分组成的复杂混合物，可能包含各种天然提取物、各种合成的香料、溶剂等，广泛应用于食品、医药、日用等加香产品中。由于香精构成的复杂性，例如天然精油就是一种复杂的混合物，许多单体原料就含有多种异构体及其众多杂质，这样给解析整个香精的构成带来一定的困扰。目前对于香精类产品的分析主要集中在其香气成分的分析上。本文利用 GC-MS 对食品香精进行了成分分析，并确定了几十种主要成分。供相关人员参考。

实验部分

仪器设备

GC-MS 3200 气相色谱（四极）质谱联用仪

实验条件

色谱条件

Equity-5 (30m×0.25mm×0.25μm) 石英毛细管柱；柱压：60KPa；分流进样；进样量：0.04μL；进样口：270℃；吹扫流量：5mL/min；柱箱升温程序：40℃保持 1min，以 5℃/min 速率升至 270℃保持 5min。

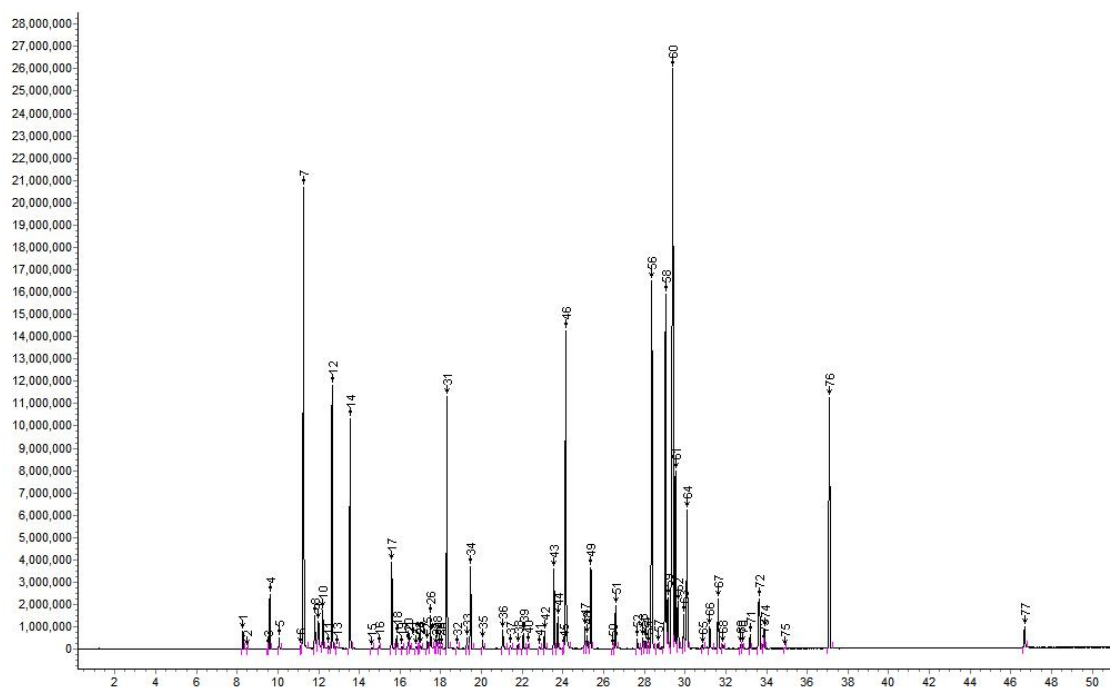
质谱部分

离子源：EI 源，源温：200℃；电子能量：70eV；接口温度：270℃；采集时间：0-55min。

扫描方式：全扫描，扫描质量数范围：33-400u。

实验结果

样品谱图



样品全扫描谱图

样品定性结果

表 1 香精 B 成分 GC-MS 检测结果

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	面积	面积(%)
1	Pinene	8.28	80-56-8	89	2610588	0.2380
2	Pentanoic acid, 2-methyl-, ethyl ester	8.48	39255-32-8	83	95934	0.0087
3	Bicyclo[3.1.0]hex-2-ene, 4-methyl-1-(1-methylethyl)-	9.50	28634-89-1	86	109251	0.0100
4	Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)-	9.59	18172-67-3	92	9070724	0.8269
5	Myrcene	10.05	123-35-3	90	1732860	0.1580

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	面积	面积(%)
6	p-Cymene	11.11	99-87-6	86	477062	0.0435
7	D-Limonene	11.26	5989-27-5	91	93050280	8.4826
8	1-Propanol, 2-(2-hydroxypropoxy)-	11.81	106-62-7	82	8748336	0.7975
9	1-Propanol, 3,3'-oxybis-	11.99	2396-61-4	86	7770682	0.7084
10	?Terpinene	12.2	99-85-4	89	6628736	0.6043
11	1-Cyclohexyl-2-methyl-2-propanol	12.48	5531-30-6	75	462619	0.0422
12	7-Octen-2-ol, 2,6-dimethyl-	12.66	18479-58-8	83	55519240	5.0612
13	1-Propanol, 3,3'-oxybis-	12.88	2396-61-4	84	545974	0.0498
14	1,6-Octadien-3-ol, 3,7-dimethyl-, formate	13.55	115-99-1	86	46234980	4.2149
15	1,2-Dihydrolinalool	14.59	18479-51-1	70	215883	0.0197
16	(+)-2-Bornanone	14.96	464-49-3	85	597372	0.0545
17	2-Hexene, 6,6-dimethoxy-2,5,5-trimethyl-	15.59	67674-46-8	85	14935760	1.3616
18	Cyclohexanol, 5-methyl-2-(1-methylethyl)-	15.83	1490-04-6	88	2443085	0.2227
19	1,2-Dihydropyridine, 1-(1-oxobutyl)-	16.08	N/A	77	311661	0.0284
20	Terpineol	16.39	98-55-5	83	1263093	0.1151
21	trans-Ethyl-linalyl acetate	16.47	N/A	79	684133	0.0624
22	Decanal	16.79	112-31-2	80	381767	0.0348
23	2-Sec-Butylcyclohexanone	16.92	N/A	84	506774	0.0462
24	Cyclohexanone, 2-(1-methylheptyl)-	17	54549-90-5	89	661298	0.0603
25	9-Decene-1-nitrile	17.34	61549-49-3	70	1457037	0.1328
26	Citronellol	17.49	106-22-9	90	6239530	0.5688
27	Trans-3-methylpent-3-ene-5-ol	17.74	30801-95-7	81	304818	0.0278
28	Acetic acid, (3-methylbutoxy)-, 2-propenyl ester	17.81	67634-00-8	85	1500111	0.1368
29	Hexane, 1-chloro-5-methyl-	17.9	33240-56-1	74	158746	0.0145
30	(-)-Carvone	18.01	6485-40-1	82	258726	0.0236
31	Butanoic acid, 3-methyl-, 1-ethenyl-1,5-dimethyl- 4-hexenyl ester	18.31	1118-27-0	87	50885870	4.6389
32	Neral	18.81	106-26-3	76	429703	0.0392
33	Bicyclo[2.2.1]heptane, 2-chloro-2,3,3-trimethyl-	19.29	465-30-5	84	2092413	0.1907
34	Cyclohexanol, 2-(1,1-dimethylethyl)-, acetate,	19.46	20298-69-	88	15395010	1.4034

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	面积	面积(%)
	cis-		5			
35	ortho tert-Butyl cyclohexyl acetate	20.05	88-41-5	81	1752363	0.1597
36	Cyclohexanol, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-, acetate	21.04	10198-23-9	89	3996615	0.3643
37	Bicyclo[3.1.1]heptane, 6,6-dimethyl-2-methylene-, (1S)-	21.41	18172-67-3	81	643166	0.0586
38	?Damascone	21.77	31089-90-4	88	691790	0.0631
39	4,7-Methanoazulene, 1,2,3,4,5,6,7,8-octahydro-1,4,9,9-tetramethyl-, [1S-(1?4?7?)]-	22.04	514-51-2	89	3119193	0.2844
40	Cyclohexane, 1-ethenyl-1-methyl-2,4-bis(1-methylethenyl)-,	22.28	515-13-9	87	727292	0.0663
41	(1S,1aS,1bR,4S,5S,5aS,6aR)-1a,1b,4,5a-Tetramethyldecahydro-1,5-methanocyclopropa[a]indene	22.85	52617-34-2	78	310070	0.0283
42	Caryophyllene	23.09	87-44-5	91	3040996	0.2772
43	?Guaiene	23.56	#####	92	15834400	1.4435
44	Seychellene	23.75	20085-93-2	89	6526732	0.5950
45	Humulene	24.01	6753-98-6	73	146011	0.0133
46	3-(4-Isopropylphenyl)-2-methylpropionaldehyde	24.14	103-95-7	89	82824760	7.5505
47	Aromandendrene	25.08	489-39-4	81	4224085	0.3851
48	Aciphyllene	25.19	87745-31-1	86	3046165	0.2777
49	Azulene, 1,2,3,5,6,7,8,8a-octahydro-1,4-dimethyl-7-(1-methylethenyl)-, [1S-(1?7?8a?)]-	25.36	3691-11-0	91	16585950	1.5120
50	Methylphenylsilane	26.43	766-08-5	66	104622	0.0095
51	1,4-Methano-1H-indene, octahydro-4-methyl-8-methylene-7-(1-methylethyl)-, -	26.58	3650-28-0	75	8604008	0.7844
52	1- Cycloheptene, 1,4-dimethyl-3-2- (2-methyl-1-propene-1-yl)-4-vinyl-	27.65	N/A	82	1748469	0.1594
53	?Elemene	27.92	29873-99-2	81	2232028	0.2035
54	Acetic acid, 5,5-dimethyl-6-(3-methyl-buta-1,3-dienyl)-7-oxa-bicyclo[4.1.0]hept-1-ylmethyl ester	28.05	N/A	70	1406603	0.1282
55	3-Buten-2-one,	28.17	79-70-9	69	534019	0.0487

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	面积	面积(%)
	4-(2,5,6,6-tetramethyl-1-cyclohexen-1-yl)-					
56	Cedrene	28.36	11028-42-5	86	92826050	8.4622
57	1-Penten-3-one, 1-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-	28.65	127-43-5	76	1026679	0.0936
58	Cyclopentaneacetic acid, 3-oxo-2-pentyl-, methyl ester	29.05	24851-98-7	78	94359750	8.6020
59	3-Buten-2-one, 4-(2,5,6,6-tetramethyl-1-cyclohexen-1-yl)-	29.15	79-70-9	80	11981020	1.0922
60	1-Penten-3-one, 1-(2,6,6-trimethyl-1-cyclohexen-1-yl)-	29.4	127-43-5	76	1.96E+08	17.8818
61	1,4-Benzenediol, 2-[(1,4,4a,5,6,7,8,8a-octahydro-2,5,5,8a-tetra methyl-1-naphthalenyl)methyl]-, [1R-(1?4a?8a?)-	29.53	39707-55-6	81	38185880	3.4811
62	Cyclopentaneacetic acid, 3-oxo-2-pentyl-, methyl ester	29.65	24851-98-7	79	10571090	0.9637
63	2-(4a,8-Dimethyl-6-oxo-1,2,3,4,4a,5,6,8a-octahydro-naphthalen-2-yl)-propionaldehyde	29.94	N/A	71	7592203	0.6921
64	1H-Indene, 2,3,3a,4,7,7a-hexahydro-2,2,4,4,7,7-hexamethyl-, trans-	30.09	54832-81-4	75	37637360	3.4311
65	Cyclododecene	30.84	1501-82-2	81	850301	0.0775
66	Octanal, 2-(phenylmethylene)-	31.2	101-86-0	91	4716029	0.4299
67	Naphtho[2,1-b]furan, dodecahydro-3a,6,6,9a-tetramethyl-	31.62	3738-00-9	82	10729030	0.9781
68	Ethanone, 1-(2,3,4,7,8,8a-hexahydro-3,6,8,8-tetramethyl-1H-3a,7-methanoazulen-5-yl)-	31.86	68039-35-0	82	763336	0.0696
69	8-Ethyl-4,6,6,8-tetramethyl-3,4,6,7-tetrahydro-1H-cyclopenta(G)-2-benzopyran	32.72	N/A	81	642470	0.0586
70	Indan, 6-tert-butyl-1,1,3,4-tetramethyl-3-neopentyl-	32.81	29577-23-9	72	598383	0.0546
71	Oxacyclohexadecan-2-one	33.19	106-02-5	87	2851273	0.2599
72	Cyclopenta[g]-2-benzopyran, 1,3,4,6,7,8-hexahydro-4,6,6,7,8,8-hexamethyl-	33.63	1222-05-5	92	17937590	1.6352
73	1,2-Benzenedicarboxylic acid, bis(2-methylpropyl) ester	33.85	84-69-5	89	0	0.0000
74	7-Acetyl-6-ethyl-1,1,4,4-tetramethyltetralin	33.89	88-29-9	86	2105231	0.1919

序号	英文名称	保留 时间	CAS 号	相似度 (%)	面积	面积(%)
75	Cyclopenta[g]-2-benzopyran, 1,3,4,6,7,8-hexahydro-4,6,6,7,8,8-hexamethyl-	34.89	1222-05-5	80	72511	0.0066
76	Ethylene brassylate	37.09	105-95-3	92	68093120	6.2075
77	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	46.68	117-81-7	83	5376947	0.4902

实验总结

由于香精构成的复杂性，操作分析特别考验操作者的能力，需要拆分得到干净的质谱图，才能便于检索。本文采用 GC-MS 法分析一种香精的成份，通过改变初始柱温、升温速率、进样方式等条件探索出合适的 GC-MS 分析方法。发现初始温度为 40℃，升温速率 5℃/min 为较佳色谱条件，同时结合采用溶液稀释和直接进样的方法得到质谱图，可解析出该香精的主要成份，供相关人员参考。