

GC×GC-qMS 定性分析火锅底料中挥发性组分

GCMS-201

摘要：采用全二维气相色谱质谱联用法 (GC×GC-qMS)，以极性柱 InertCap Pure Wax(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) 作为第一维色谱柱，弱极性柱 BPX-5 (2.5 m × 0.1 mm × 0.1 μm) 为第二维色谱柱，对火锅底料中的挥发性组分进行分析。在相同条件下，1# 火锅底料有 193 种组分，2# 火锅底料有 112 种组分，信噪比大于 200。实验结果显示，GC×GC-qMS 在火锅底料香味成分分析及研究领域有很大的优势。

关键词：全二维气相色谱质谱联用法 火锅底料 定性分析

全二维气相色谱 (GC×GC) 是 20 世纪 90 年代发展起来的一种分离复杂混合物的全新手段，它把分离机理不同而又相互独立的两根色谱柱通过调制器以串联方式连接成二维气相色谱柱系统。全二维气相色谱与普通一维气相色谱相比，具有分辨率更高、峰容量更大、灵敏度好、分析速度快等优点。

本方法利用岛津全二维气相色谱质谱联用法对火锅底料中的挥发性香味成分进行分析比较，结合 NIST11 标准质谱库，对每个颜色较深的 Blob 进行谱库检索，定性其中的香味物质。实验结果表明，不同的火锅底料中含有不同的挥发性成分，此方法的开发为火锅底料配方的研究提供了可靠地科学依据。

实验部分

1.1 仪器

岛津全二维气相色谱质谱联用仪
GCMS-QP2010 Ultra (GC×GC-qMS)

1.2 分析条件

顶空条件

平衡温度：90°C

平衡时间：30 min

进样体积：1 mL

GC 条件

色谱柱 1：InertCap Pure Wax(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)

色谱柱 2：BPX-5 (2.5 m × 0.1 mm × 0.1 μm)

柱温程序：40°C (2 min)_2°C /min_230°C

载气：He

载气控制方式：恒压 260 kPa

进样口温度：240°C

调制周期：6 sec

分流进样，分流比 10:1

MS 条件

离子化方式：EI

离子源温度：200°C

色谱 - 质谱接口温度：230°C

溶剂延迟时间：3.5 min

采集方式：Scan

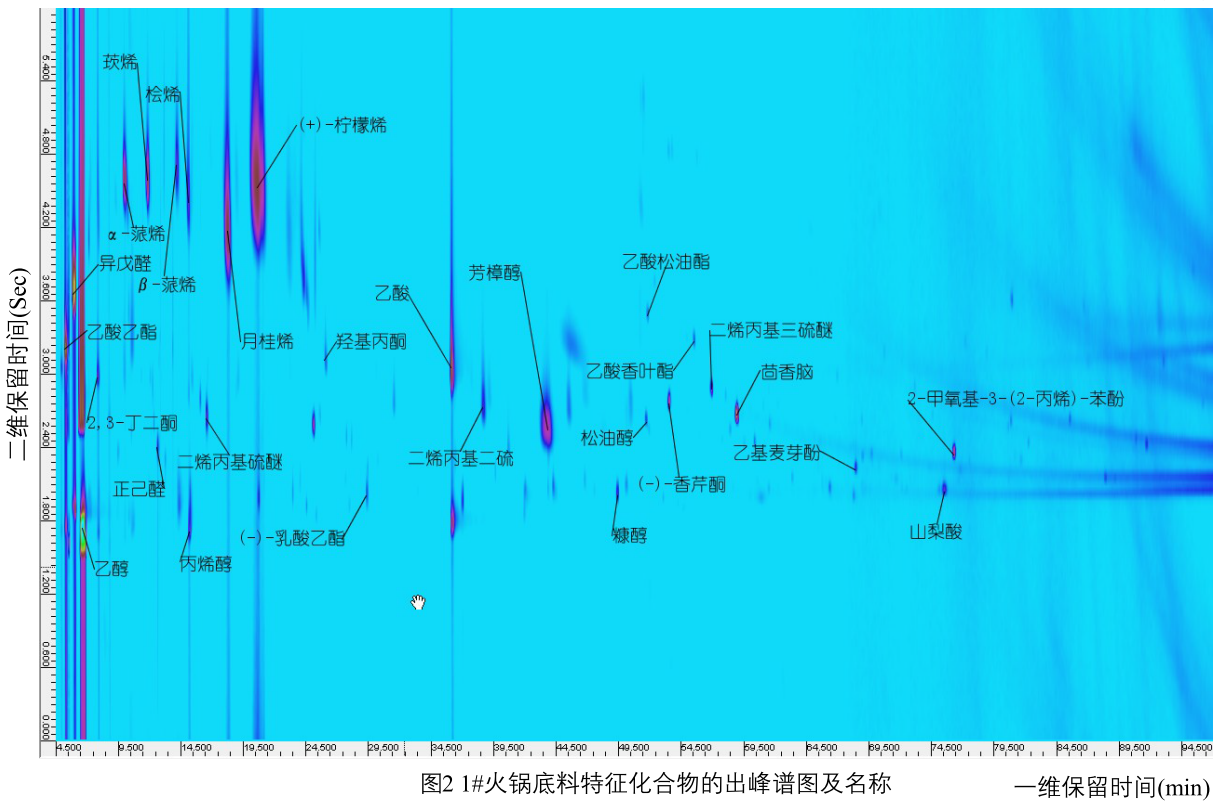
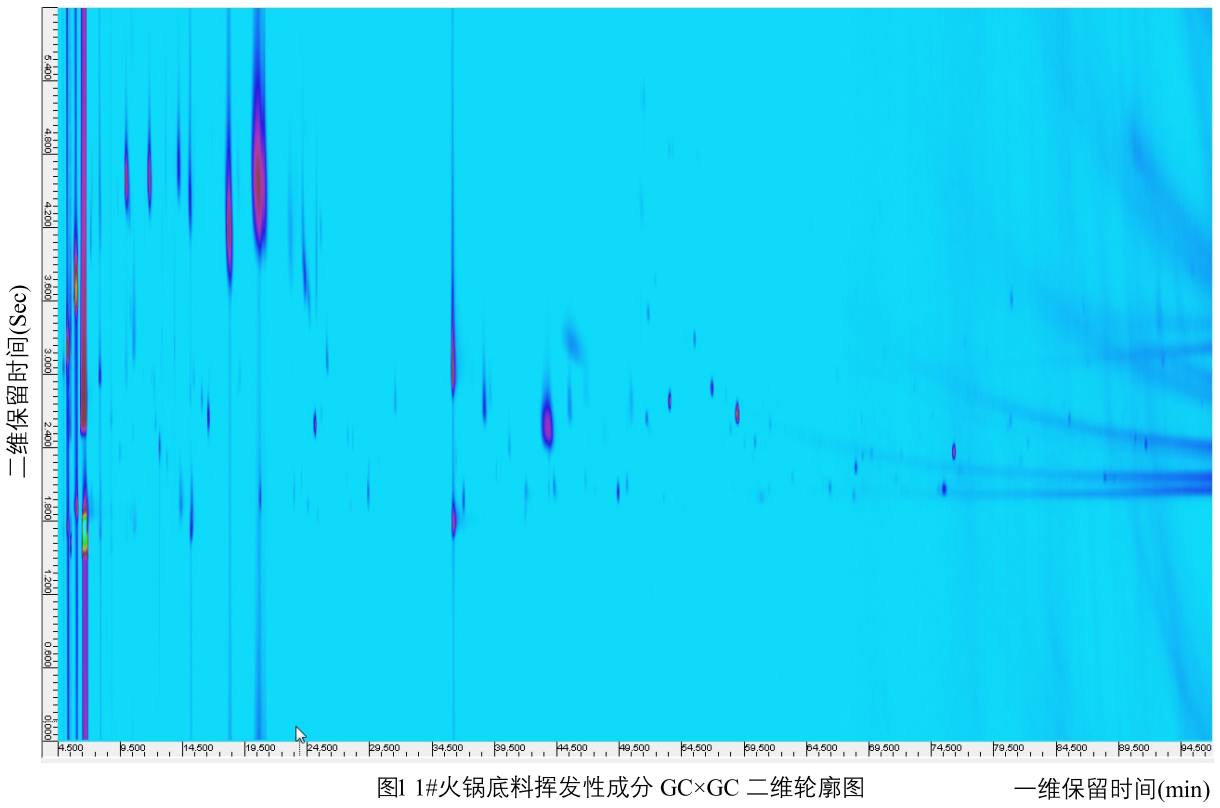
质量范围：33~350 amu

采样频率：50 Hz

结果讨论

2.1 色谱图

采用 GC-Image 软件绘制样品的 GC×GC 二维轮廓图如图 1 和图 3 所示。其中，横坐标为色谱柱一的保留时间，单位为分钟；纵坐标为色谱柱二的保留时间，单位为秒。每一个组分对应一个 Blob，Blob 的颜色越深，该组分的浓度越高。



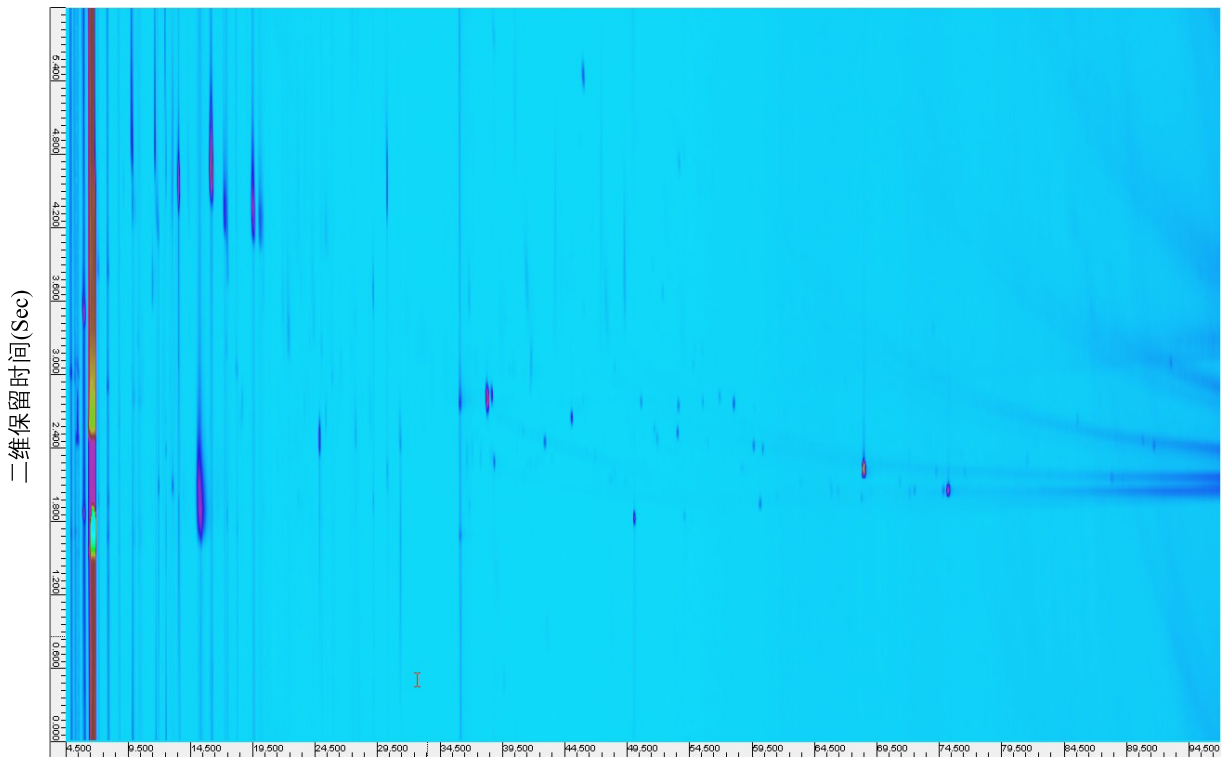


图3 2#火锅底料挥发性成分 GC×GC 二维轮廓图

一维保留时间(min)

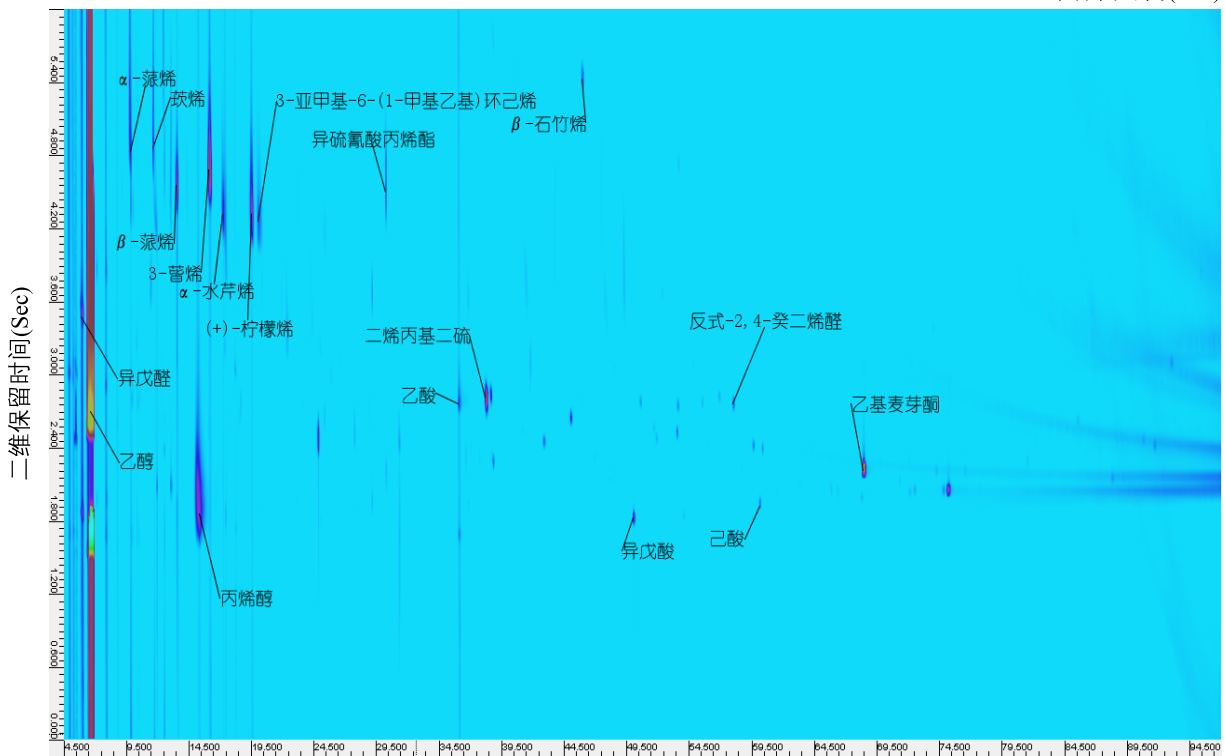


图4 2#火锅底料特征化合物的出峰谱图及名称

一维保留时间(min)

2.2 定性检索结果

通过计算, 1# 火锅底料共有 193 个组分, 2# 火锅底料共有 112 个组分的信噪比大于 200, 结合 NIST 11 标准质谱库, 对颜色较深 Blob 进行谱库检索定性, 正向检索相似度大于 800, 反向检索相似度大于 900。其部分主要成分如表 1 及表 2 所示。

表1 1#火锅底料挥发性组分的定性结果

No.	化合物名称	英文名称	CAS#
1	乙酸乙酯	Ethyl acetate	141-78-6
2	异戊醛	3-Methylbutyraldehyde	590-86-3
3	乙醇	Ethanol	64-17-5
4	2,3-丁二酮	2,3-Butanedione	431-03-8
5	α -蒎烯	alpha-Pinene	80-56-8
6	(-)-蒎烯	(-)-Camphene	5794-04-7
7	正己醛	Caproaldehyde	66-25-1
8	β -蒎烯	beta-Pinene	127-91-3
9	丙烯醇	Allyl alcohol	107-18-6
10	桉烯	Sabinene	3387-41-5
11	二烯丙基硫醚	Diallyl sulfide	592-88-1
12	月桂烯	Myrcene	123-35-3
13	(+)-柠檬烯	D-Limonene	5989-27-5
14	羟基丙酮	Hydroxyacetone	116-09-6
15	乳酸乙酯	Ethyl lactate	97-64-3
16	乙酸	Acetic acid	64-19-7
17	二烯丙基二硫	Diallyl disulphide	2179-57-9
18	芳樟醇	Linalool	78-70-6
19	糠醇	Furfuryl alcohol	98-00-0
20	松油醇	Terpineol	8000-41-7
21	乙酸松油酯	Terpinyl acetate	80-26-2
22	(-)-香芹酮	L(-)-Carvone	6485-40-1
23	乙酸香叶酯	Geranyl acetate	105-87-3
24	二烯丙基三硫醚	Diallyl trisulfide	2050-87-5
25	茴香脑	cis-Anethol	104-46-1
26	乙基麦芽酚	Ethylmaltol	4940-11-8
27	山梨酸	Sorbic acid	110-44-1

表2 2#火锅底料挥发性组分的定性结果

No.	化合物名称	Compound name	CAS#
1	异戊醛	3-Methylbutyraldehyde	590-86-3
2	乙醇	Ethanol	64-17-5
3	α -蒎烯	alpha-Pinene	80-56-8
4	(-)-蒎烯	(-)-Camphene	5794-04-7
5	β -蒎烯	beta-Pinene	127-91-3
6	丙烯醇	Allyl alcohol	107-18-6
7	3-葑烯	3-Carene	13466-78-9
8	α -水芹烯	alpha-Phellandrene	99-83-2
9	(+)-柠檬烯	D-Limonene	5989-27-5
10	β -水芹烯	beta-Phellandrene	555-10-2
11	异硫氰酸丙烯酯	Allyl isothiocyanate	57-06-7
12	乙酸	Acetic acid	64-19-7
13	二烯丙基二硫	Diallyl disulphide	2179-57-9
14	β -石竹烯	beta-Caryophyllene	87-44-5
15	异戊酸	3-Methylbuttersäure	503-74-2
16	反式-2,4-癸二烯醛	2,4-Decadienal	2363-88-4
17	己酸	Hexanoic acid	142-62-1
18	乙基麦芽酮	Ethyl mantol	4940-11-8

结论

本文建立了全二维气相色谱质谱联用法 (GC \times GC-qMS) 测定火锅底料中挥发性物质的分析方法。在相同分析条件下, 信噪比大于 200 的峰, 1# 火锅底料有 193 种组分, 2# 火锅底料有 112 种组分。通过 NIST11 标准谱库检索, 主要特征香气组分被定性。结果表明, 岛津公司全二维色谱 GC \times GC-qMS 可以有效对火锅底料挥发性成分进行分离并定性。