

TD-GCMS 结合香味数据库分析植物幼苗挥发气体成分

GCMS-493

摘要： 本文采用 TD-30R+GCMS-QP2020 NX 结合 Smart Aroma Database 香味数据库建立了 503 种气味成分的分析方法。使用此方法对热脱附采样管富集的植物幼苗挥发气味化合物进行了检测，共检出 47 种气味成分。该方法实现了采用其他方法难以检测的植物幼苗挥发气体成分分析，同时采用香味数据库可以实现更高效、更准确的定性与半定量分析。

关键词： 热脱附 气相色谱质谱联用仪 香味数据库 植物幼苗 挥发气体

技术特点：

- ❖ 采用 TD+GCMS 的检测系统解决了植物挥发气体不易检测的问题。
- ❖ 采用香味数据库实现了更高效、更准确的定性与半定量分析。

植物在生长过程中会挥发出一些物质，不同的生长状态下植物挥发出的物质组成与含量是不同。通过研究植物的这些挥发物质可以对植物的培育保护起到指导性作用。但是，由于这些植物挥发物质往往含量低，特别是一些关键物质极微量或不稳定，对这些物质的准确分析是比较困难的。

使用 TD 采样管将空气中的挥发性物质富集后，可以采用 TD+GCMS 的分析系统进行检测。这可以很好的解决植物挥发气体的检测问题。

Smart Aroma Database 香味数据库是预先收录有香气成分化合物信息的专用数据库，可以实现数百种香气成分的筛查，可极大减少数据分析的工作量并提高准确度，得到的大量检测信息。

本文采用 TD-30R+GCMS-QP2020 NX 结合 Smart Aroma Database 香味数据库建立了 503 种气味成分的分析方法。使用此方法检测了一种植物幼苗的挥发气体，检测到 48 种气味成分。

■ 实验部分

1.1 仪器

TD-30R 热脱附仪

GCMS-QP2020 NX 气相色谱 - 质谱联用仪

1.2 分析条件

TD 参数：

脱 附 温 度： 280°C

捕集管加热温度： 250°C

热 脱 附 流 量： 60 mL/min

捕集管脱附时间： 5 min

脱 附 时 间： 10 min

阀 温 度： 250°C

捕集管冷却温度： -20°C

传 输 线 温 度： 250°C

GC-MS 参数：

色 谱 柱： SH-Polar Wax, 60 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进 样 口 温 度： 250°C

柱 温 程 序： 40°C (5 min) _3°C /min_250°C (15 min)

载 气 控 制： 恒线速度模式, 25.5 cm/s

接 口 温 度： 250°C

进 样 方 式： 分流进样

检 测 器 电 压： 调谐电压 +0.1 kV

分 流 比： 5:1

采 集 方 式： Scan, 扫描范围 35-400 amu

离 子 源 温 度： 200°C

1.3 样品前处理

将植物幼苗放置于一个密闭容器中，容器有两个管道与外界联通。将 TD 采样管连接至其中一个管道上，再接上抽气泵，以 0.5 L/min 的抽速抽气 3 小时，取下采样管上机测试。

■ 结果与讨论

2.1 气味系统方法建立流程

岛津香味数据库 (Smart Aroma Database) 包括模板方法、质谱库等文件。首先使用模板方法文件测定正构烷烃标品，通过 AART 功能 (自动调整化合物的保留时间) 利用保留指数和正构烷烃的保留时间自动调整目标化合物的保留时间。用微量注射器向 TD 采样管中添加 1 μ L C7-C30 正构烷烃混合标准溶液 (50 μ g/mL)，将此采样管安装在 TD-30R 的样品托盘进行分析，正构烷烃样品色谱图见图 1。

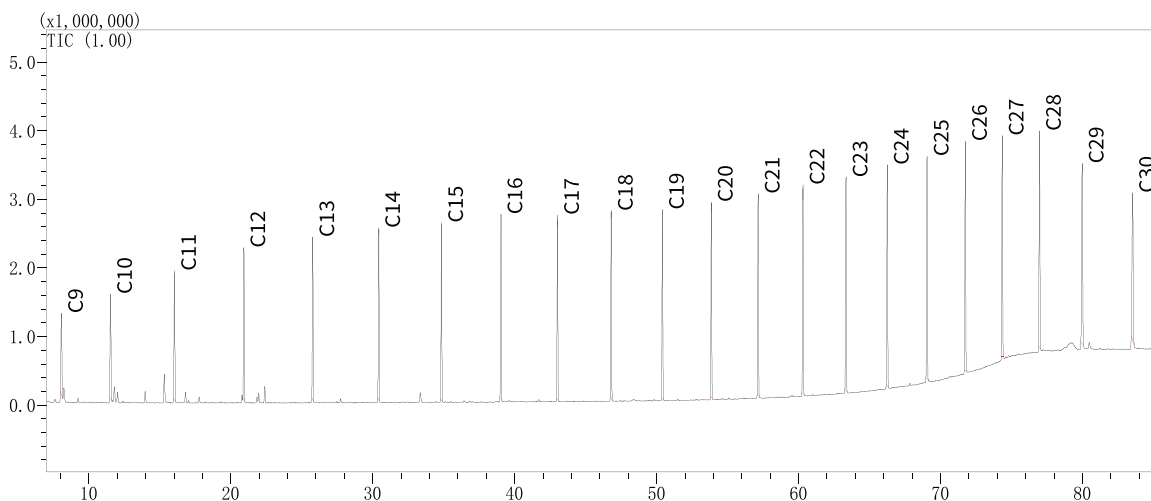


图 1 正构烷烃色谱图

采集 3 种校准曲线补正用标准物质 (10 μ g/mL)，使用生成的内标数据对香味数据库中校准曲线进行校正，3 种标准物质分别为 4- 溴氟苯、1,2- 二氯苯 -d4、苊 -d10。

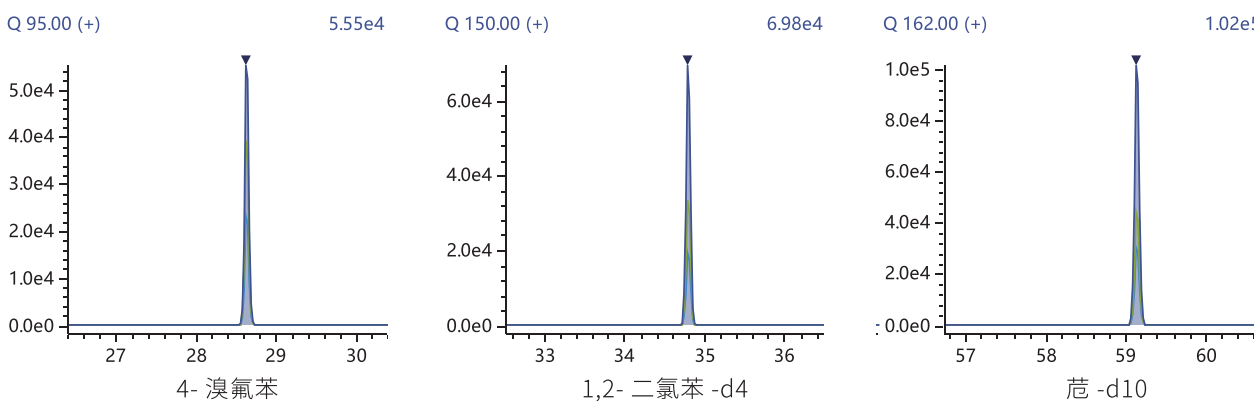


图 2 三种内标化合物质量色谱图

利用采集得到的正构烷烃数据、模板方法、内标化合物数据文件以及香味数据库建立 503 种气味成分的分析方法，利用该方法对样品中的气味成分进行定性性与半定量分析。图 2 为香味数据库的创建方法界面。



图 3 香味数据库界面

2.2 植物幼苗挥发气体检测结果

测定植物幼苗挥发气体色谱图见图 4，利用香味数据库共筛查出 48 种化合物，如表 1 所示。图 5 是检出的部分化合物的质量色谱图。

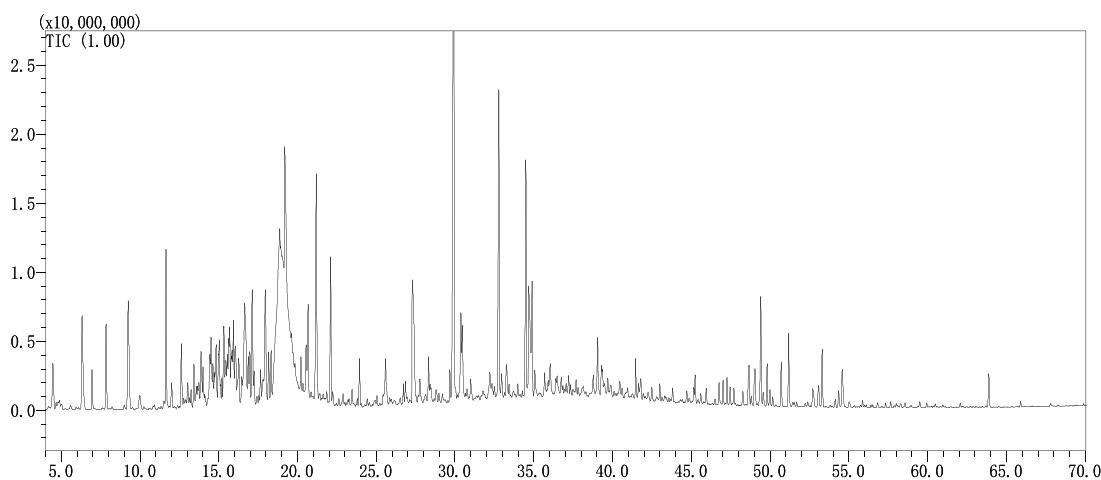


图 4 植物幼苗挥发气体色谱图

表 1 植物幼苗挥发气体成分筛查结果

No.	化合物名	保留时间 (min)	相似度 (%)	峰面积	含量 (ng)	气味描述
1	乙醛	5.037	96	1000319	—	刺激气味, 乙醚味
2	2- 甲基咪喃	7.447	84	22772	1.63	巧克力味, 可可味
3	丁醛	7.590	93	59868	25.24	刺激气味, 绿植味
4	乙酸乙酯	7.847	99	16066515	—	菠萝香味
5	2- 丁酮	8.221	90	129666	59.99	醚味
6	2- 乙基咪喃	9.941	95	412709	41.11	可可, 麦芽, 咖啡, 坚果
7	异丁酸乙酯	10.372	86	17955	5.44	甜味, 橡胶味
8	3- 戊酮	10.831	85	156531	32.13	醚味
9	α - 蒎烯	12.405	96	239643	6.04	松木, 松脂, 松节油味
10	正己醛	15.320	91	416914	215.85	脂肪味, 青草味

11	(E)-2- 戊烯醛	17.746	83	350819	51.67	草莓, 水果, 西红柿味
12	水芹烯	18.931	94	270495	45.67	松节油味, 薄荷味, 香料味
13	α - 松油烯	19.718	81	180833	13.53	柠檬味, 树脂味
14	庚醛	20.335	89	58453	23.02	脂肪味, 柑橘味, 哈喇味
15	双戊烯	20.669	92	2770015	170.48	柠檬味, 橙子味
16	异戊醇	21.426	86	247148	40.70	威士忌, 麦芽, 焦味
17	2- 己烯醛	22.103	96	3005769	853.34	苹果味, 绿植味
18	2- 正戊基呋喃	22.480	93	50505	7.40	绿豆味, 黄油味
19	正己酸乙酯	22.623	80	87274	11.84	苹果皮, 水果味
20	γ - 松油烯	23.083	83	45884	3.77	汽油味, 松节油味
21	δ - 萜品油烯	24.942	84	90051	6.77	松木味, 塑料味
22	乙酸叶醇酯	26.723	90	630821	48.4	绿植, 香蕉
23	(Z)-2- 戊烯醇	26.853	93	507767	180.14	绿植, 塑料, 橡胶
24	正己醇	28.313	81	810277	249.10	树脂, 花, 绿植
25	(E)-3- 己烯 -1- 醇	28.844	90	179347	22.30	苔藓, 清新
26	叶醇	29.913	97	18235832	2062.09	青草味
27	壬醛	30.378	95	921739	258.74	脂肪味, 柑橘味, 绿植味
28	(E,E)-2,4- 己二烯醛	30.753	94	326764	46.23	绿植味
29	醋酸	33.254	93	3878799	—	酸味
30	(Z)-3- 己烯醇 2- 甲基丁酸酯	33.825	80	122722	4.97	草本味, 甜味
31	2- 乙基己醇	34.494	97	4643434	488.77	玫瑰, 绿植
32	癸醛	35.063	90	1025750	1394.35	肥皂味, 橙皮味, 动物油
33	苯甲醛	36.391	97	1053793	174.29	杏仁, 焦糖味
34	辛醇	37.327	86	227960	14.26	试剂味, 金属味, 焦味
35	β - 石竹烯	39.291	91	126789	69.19	木头, 香料
36	丁酸	40.606	88	678066	82.65	哈喇味, 芝士味, 汗味
37	苯乙酮	41.646	94	1426507	38.30	霉味, 花香, 杏仁
38	1- 癸醇	45.44	89	37345	7.89	脂肪
39	水杨酸甲酯	46.499	93	440795	15.69	胡椒薄荷
40	己酸	48.798	95	706294	56.94	汗味
41	(E)- 橙化基丙酮	49.082	87	44125	8.81	花果绿植, 梨, 香蕉, 脂肪
42	苯甲醇	49.992	93	856742	50.74	甜味, 花香
43	苯并噻唑	53.037	89	1129285	20.71	汽油, 橡胶
44	苯酚	54.564	85	2846430	82.62	酚
45	辛酸	56.101	87	35843	7.92	汗味, 芝士
46	壬酸	59.501	96	60975	17.29	绿植, 脂肪
47	吡啶	68.293	93	159252	2.92	樟脑丸, 焦味

注: “—”表示香味数据库中无该物质半定量标线

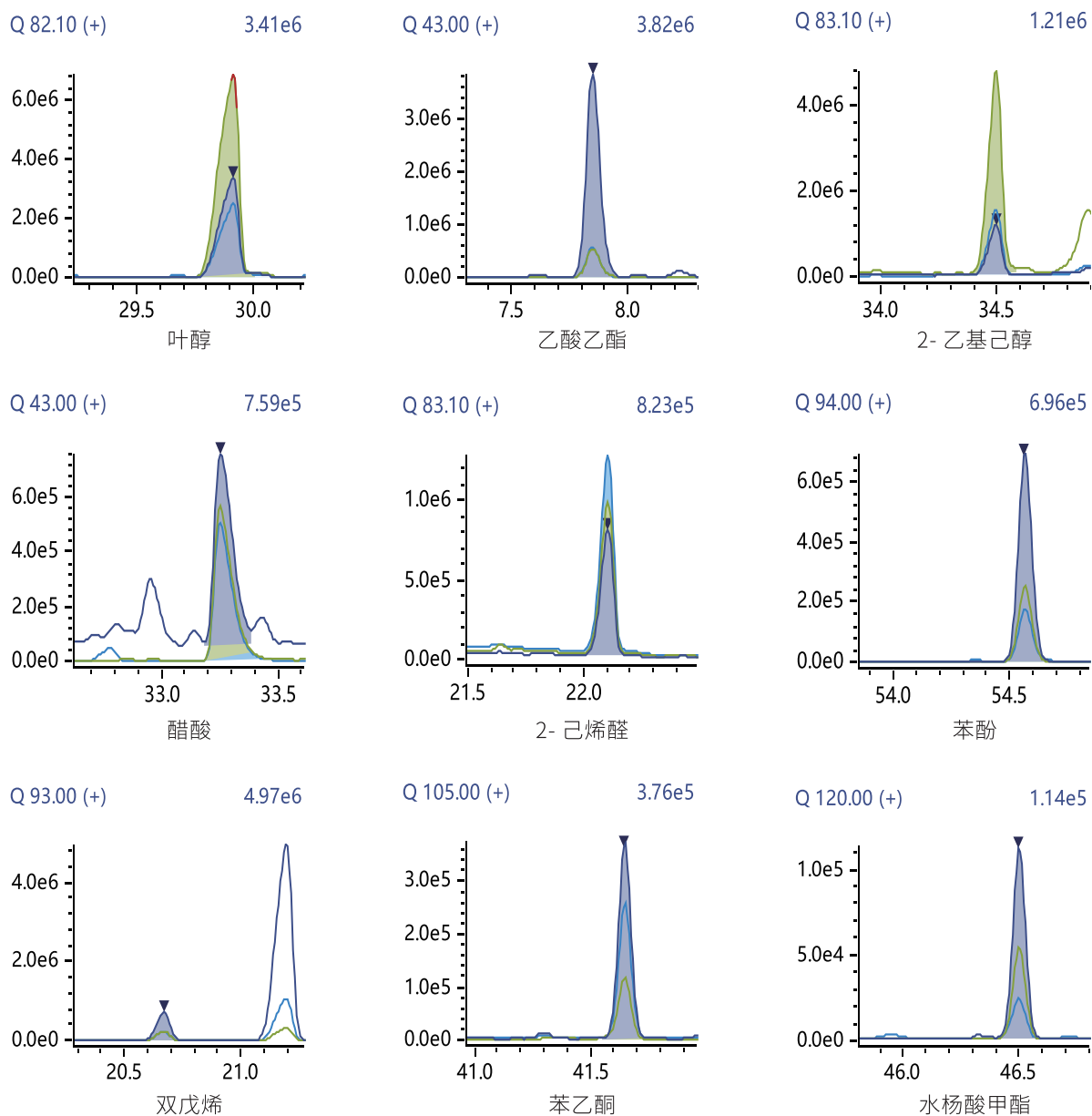


图 5 检出的部分化合物的质量色谱图

■ 结论

本文采用 TD-30R+GCMS-QP2020 NX 结合 Smart Aroma Database 香味数据库建立了 503 种气味成分的分析方法。使用此方法对热脱附采样管富集的植物幼苗挥发气味化合物进行了检测，共检出 47 种气味成分。该方法实现了采用其他方法难以检测的植物幼苗挥发气体成分分析，同时采用香味数据库可以实现更高效、更准确的定性与半定量分析。

岛津应用云

