

Application News

No. C112

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

使用 DART 对挥发性成分进行实时分析(II) 香料、花草茶和调味油的挥发性成分分析

Direct Analysis of Volatile Components in Real Time Using DART-MS (Part 2)
Analysis of Volatile Components in Spices, Herb Tea, and Flavored Oils

烹调时会释放出各种促进食欲的香味。为了研究各种食品风味，需要对这类挥发性成分进行分析。但烹调后挥发性成分会在短时间内消失，所以需要及时采集，将其高效导入分析仪器中。

在应用报告 C111 中，我们介绍了以直接电离样品的 DART (Direct Analysis in Real Time) 为离子源，组合使用用于分析挥发性成分元件 Volatimeship 和质谱仪 LCMS-8030，对巧克力类食品溶解时释放的香料进行连续测定的示例。

本次分析使用与应用报告 C111 相同的系统，对香料、花草茶和调味油释放的清凉香味成分进行了连续测定。

■ DART-MS 分析条件

DART-MS Analytical Conditions

本次分析中使用了 LCMS-8030 和 DART-SVP (IonSense 公司, MA, USA) 离子源。为了高效导入食品中的挥发性成分，将用于分析的元件 Volatimeship (Bio Chromato, Inc. 日本神奈川县) 安装在离子源与质谱仪之间 (图 1)。

利用 LCMS-8030 的超快速扫描 (最快 15,000 u/sec) 和超快速极性转换 (15 msec) 的两种功能，以一秒以下的数据点间隔进行了多通道扫描和多通道 MRM 的同时分析 (表 1)。

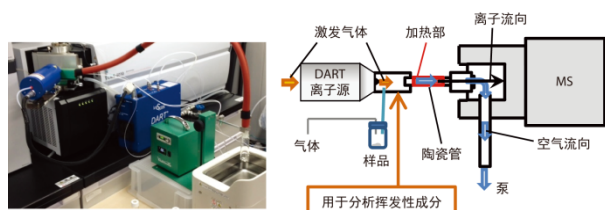


图 1 测定系统
Measurement System

表 1 分析条件
Analytical Conditions

DART 加热温度	: 300 °C
扫描模式	: Q3 scan m/z 50-1500 (正/负)
MRM 离子对	: Carvone 151>109 5 通道 (正) Limonene 137>81 12 通道 (正)
干燥气流速	: 5.0 L/min.
DL 温度	: 250 °C
加热模块温度	: 400 °C
水浴槽温度	: 65-70 °C

两种香料 (丁香和多香果)、新鲜绿薄荷叶片花草茶和两种调味油的测定方法如下。

将香料和调味油直接装入样品瓶中密封后，放置到测定系统中。将样品瓶下部浸入水浴槽中加热，通过 Volatimeship 将进入顶空的挥发性成分导入离子源后进行测定。

将花草茶的新鲜草叶装入样品瓶，添加热水后密封，蒸制 1~3 分钟后，与香料的处理步骤相同，将样品瓶下部浸入水浴槽加热，然后对顶空的挥发性成分进行测定。

■ 香料挥发性成分的分析

Analysis of Volatile Components in Spices

图 2 为丁香和多香果的正离子质谱图。

由图可知，将 Volatimeship 与 DART-MS 连接，可以实时进行高灵敏度分析，而无需采集香料的挥发性成分。对检测到的信号通过挥发性成分标准样品的质谱图进行识别。由此可知，从丁香中检测到 1,8-桉树脑、丁香油酚、乙酸丁香酚酯和石竹烯的信号；从多香果中检测到 1,8-桉树脑、丁香油酚、甲基丁香酚和石竹烯的信号。

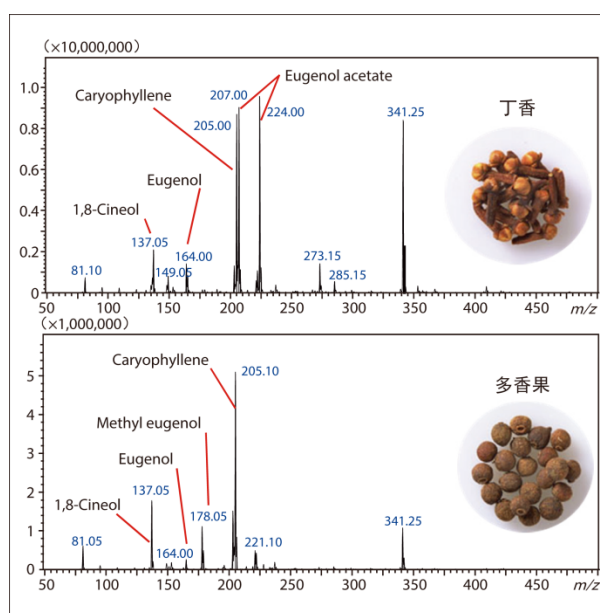


图 2 两种香料的质谱图 (正离子模式)
Mass Spectra (positive) of Two Kinds of Spices

■ 花草茶挥发性成分的分析

Analysis of Volatile Components in Herb Tea

用茶壶将花草茶蒸制一定时间后打开壶盖，对此时散发的挥发性成分进行分析。分析目标为绿薄荷的代表性挥发性成分、香味温和甘甜的香芹酮以及类似橘子皮香味的柠檬烯。检测使用香芹酮和柠檬烯标准样品进行了MRM优化。图3为花草茶蒸制三分钟后通过水浴槽加热二分钟的MRM结果。

由图可知，香芹酮和柠檬烯在开始测定后离子强度均立即增加。香芹酮离子强度直至测定结束始终保持稳定而没有大的变动，而柠檬烯在测定开始20秒种后急速减少，然后保持一定的离子强度。由此可知，花草茶的香味组成随时间推移而发生变化。

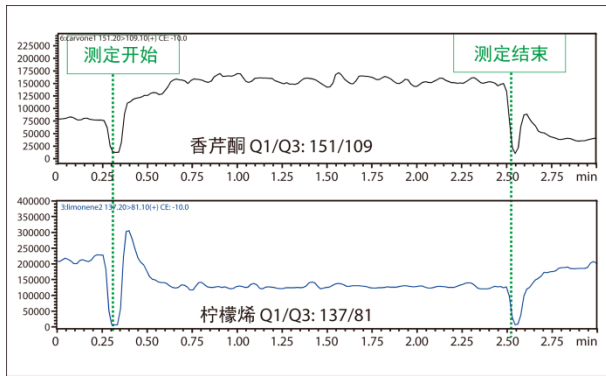


图3 花草茶的MRM色谱图（蒸制时间三分钟）
MRM Chromatograms of Herb Tea (steeped for 3 min)

图4为花草茶的两种挥发性成分香芹酮和柠檬烯在分别蒸制一、二、三分钟后MRM色谱图（将加热开始到10秒钟的部分放大）。

由图可知，任意一个蒸制时间的花草茶均得到了类似的结果，即柠檬烯离子强度在急速增加后减少，香芹酮的强度则在增加后保持一定强度。由此可知，随着蒸制时间加长，香芹酮相对于柠檬烯的比例发生了变化。花草茶的香味组成根据蒸制时间的长短而不同。

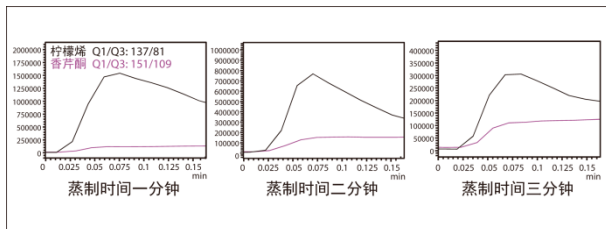


图4 花草茶的MRM色谱图（蒸制时间一、二、三分钟）
MRM Chromatograms of Herb Tea (steeped for 1, 2, or 3 min)

■ 调味油挥发性成分的分析

Analysis of Volatile Components in Flavored Oils

我们还对含挥发性成分的原料造成的香味差异进行了分析。用水浴槽对香芹酮含量基本相同的绿薄荷精油和中链甘油三酯（MCT）为原料的调味油加热，图5为得到的MRM色谱图。

由图可知，绿薄荷精油中香芹酮的MRM信号强度逐渐增加。MCT基材的风味产品在开始分析约三秒钟后香芹酮的MRM信号强度明显增加。由分析数据可知，即使所含挥发性成分相同，原料差异也会对香味造成影响。

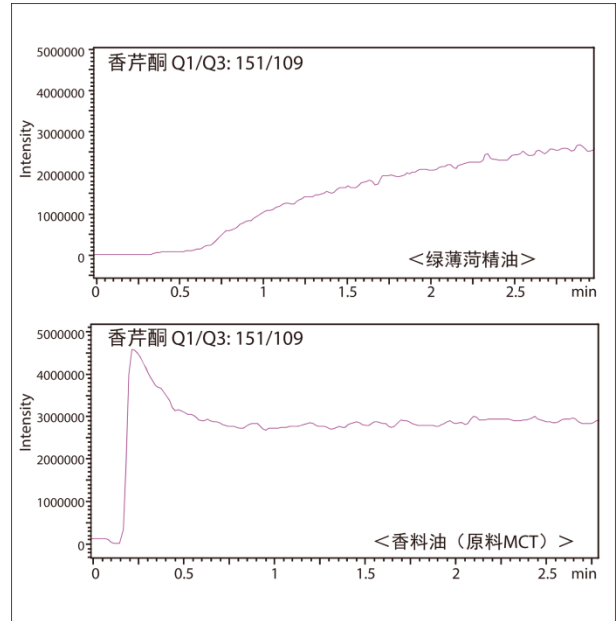


图5 调味油的MRM色谱图
MRM Chromatogram of Flavored Oils

*DART 是 IonSense 公司的产品。

鸣谢

分析数据由 S&B Foods Inc. 佐川岳人先生提供，并协助我们进行了分析，在此深表感谢。

[参考文献]

佐川岳人等，“使用 Direct Analysis in Real Time Mass spectrometry 对食品风味释放实时连续分析系统的开发”，日本食品科学工学会志 62 (7)，335-340，2015