

# Application News

## No. M278

GC/MS

### 使用 ITEX DHS 的白葡萄酒香气成分的高灵敏度分析

分析食品和饮料中的香气成分时，使用定性能力优异的气相色谱质谱仪（GC-MS）。另外，在导入试样时，多采用采样方便的 SPME（固相微萃取法）和 HS（顶空）法。但是，上述的试样导入方法存在分析部分香气成分时灵敏度不足的问题。

本次，作为多功能自动采样器 AOC-6000 的样品导入新选项，开发了 ITEX DHS（管内 动态顶空萃取）法。ITEX DHS 通过在进样针内的吸附剂浓缩顶空瓶的顶空成分，与传统的顶空法相比，能进行高灵敏度的分析。

使用 ITEX DHS 进行了白葡萄酒香气成分的分析，将在本应用新闻中报告该结果。

K. Kawamura

#### ■ 使用 ITEX DHS 的样品导入

ITEX DHS 使用进样针对加热后的顶空瓶的顶空空间进行多次抽取，由此，使挥发性成分吸附浓缩在进样针前端的吸附剂中。

然后，在 GC 进样口上部，对吸附剂进行加热，将挥发性有机化合物瞬间导入 GC 进样口进行分析（图 1）。通过增加萃取时的抽取次数，与以往的 HS 法相比，可实现高灵敏度。



图 1 ITEX DHS 的样品导入

#### ■ 样品和分析条件

将市售的白葡萄酒 10mL 置于 20mL 顶空瓶中作为测定样品。使用装置和分析条件如表 1 所示。另外，为了比较，还利用 HS 法进行了分析。

表 1 分析条件

GCMS	: GCMS-QP™2020		
自动进样器	: AOC-6000		
色谱柱	: DB-WAXetr (长度 60 m、0.25 mm I.D.、df=0.25 μm)		
<b>ITEX DHS 条件</b>		<b>HS 条件</b>	
吸附剂	: Tenax® TA	平衡温度	: 60°C
预清洁温度	: 270 °C	平衡时间	: 10 min
预清洁时间	: 5 min	搅拌速度	: 500 rpm
平衡温度	: 60 °C	进样针温度	: 90°C
平衡时间	: 10 min	进样流速	: 10 mL/min
搅拌速度	: 500 rpm	进样体积	: 500 μL
进样针温度	: 90 °C		
吸附剂温度	: 40 °C		
萃取次数	: 50		
萃取体积	: 1000 μL		
解析温度	: 250 °C		
解析流速	: 100 μL/s		
进样体积	: 500 μL		
<b>GC 条件</b>		<b>MS 条件</b>	
进样口温度	: 250 °C	接口温度	: 240°C
进样模式	: 分流进样 (分流比 15)	离子源温度	: 200°C
隔垫吹扫流量	: 3.0 mL/min	离子化方式	: EI
载气控制模式	: 恒压 (83.5 kPa)	测定模式	: Scan
柱温程序	: 50°C (5 min) → 10°C/min → 250°C (10 min)	事件时间	: 0.3 秒

## ■ 分析结果

HS 和 ITEX DHS 的分析结果如图 2 所示。利用 HS 仅检测出了醇类、酯类、羧酸类等主要成分，利用 ITEX DHS 还检测出了除此以外的微量成分。除了醇类、酯类、羧酸类以外，还检测出了醛类和呋喃酮类、硫化化合物等。此外，ITEX DHS 通过增加抽样时的抽取次数，可以进一步提高灵敏度。图 3 表示硫磺味的二甲基二硫醚与杏仁味的糠醛的 HS 和 ITEX DHS 的各抽取次数下的 TIC 色谱峰面积的比较。

## ■ 总结

通过使用可以浓缩挥发性成分的 ITEX DHS，能高灵敏度地分析传统 HS 难以检测出的微量成分。

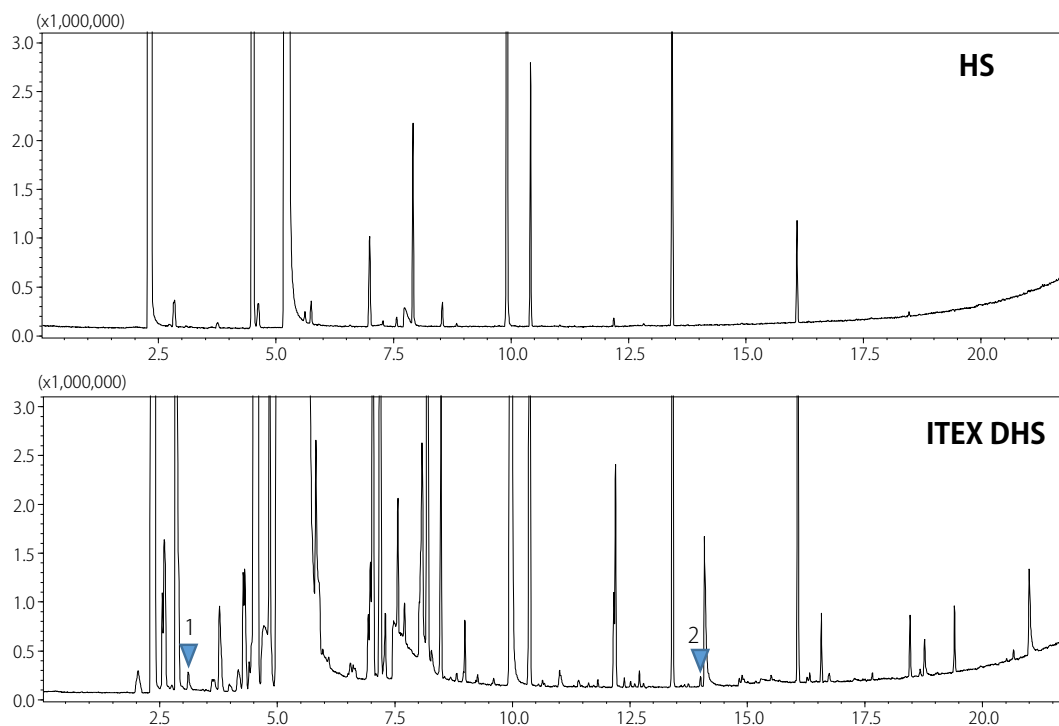


图 2 HS 与 ITEX DHS 的 TIC 比较

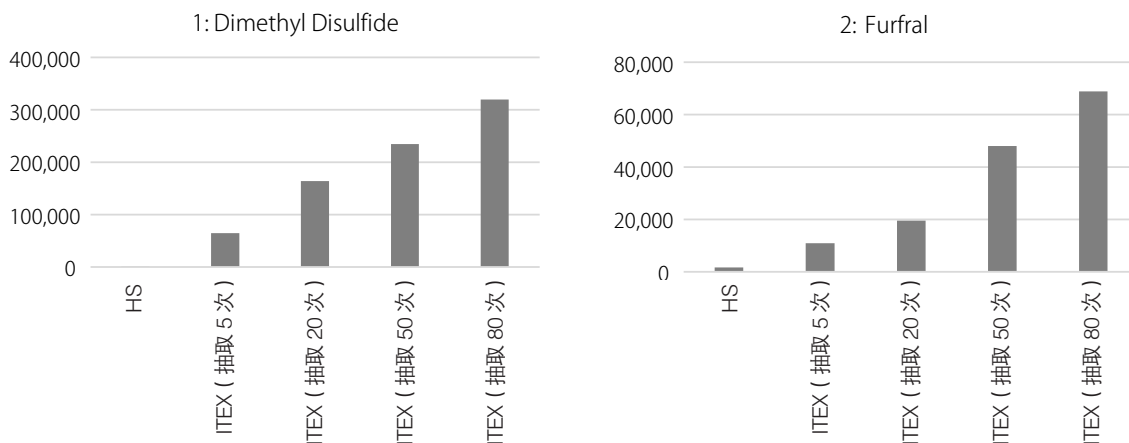


图 3 HS 与 ITEX DHS 的各抽取次数下的谱峰面积比较

GCMS-QP 是岛津制作所株式会社的商标。  
Tenax 是 Buchem B.V. 的注册商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2018 年 11 月