

使用 GC/MS 异味分析系统分析精油中的香味成分

01-00154-CN

真保 惠美子、长尾 优

使用益处

- ◆ 使用 GC/MS 异味分析系统，即使是无嗅味香精，也可以进行成分分析。
- ◆ 利用 GC/MS 异味分析系统数据库中的化合物组分感官信息轻松评估样品的香味。
- ◆ 使用 GC-MS/MS，可对含有杂质的样品进行更可靠的定性分析。

前言

众所周知，香味具有帮助情绪放松、掩盖异味以及提升食欲的作用。因此，香精香料在日用品、化妆品、食品等诸多领域中都具有重要应用。我们通常可以采用嗅觉感官试验来对香气进行评估，但如果使用气相色谱质谱法，则可以提高对复杂香味成分的分析鉴定水平。

GC/MS 异味分析系统是一个包含多种异味化合物的专业信息的数据库，用于分析可引起异味的物质。我们知道，这些产生异味的物质，根据浓度和调配比例的不同，也可以散发出令人愉悦的香味。在本文中，我们应用 GC/MS 异味分析系统对无嗅香精进行分析。以下是使用气相色谱质谱联用仪 GCMS-TQ8040 NX 评估精油香味物质的例子。

什么是 GC/MS 异味分析系统？

虽然 GC/MS 已被广泛用于各种异味分析的应用，但这需要花费大量的精力来制定仪器分析条件和进行数据的后处理。GC/MS 异味分析系统可以大大提高异味物质研究的效率。图 1 展示了 GC/MS 异味分析系统的完整分析流程。本系统可适配 3 种不同的色谱柱，也可适用于多种不同的预处理方式，包括 MonoTrap®、固相微萃取、顶空进样等。同时，该系统还支持使用电子嗅探装置进行分析。更重要的是，该系统还可以通过对特定内标物的采集分析，来建立定量校准曲线，以便实验人员对异味物质进行半定量分析。

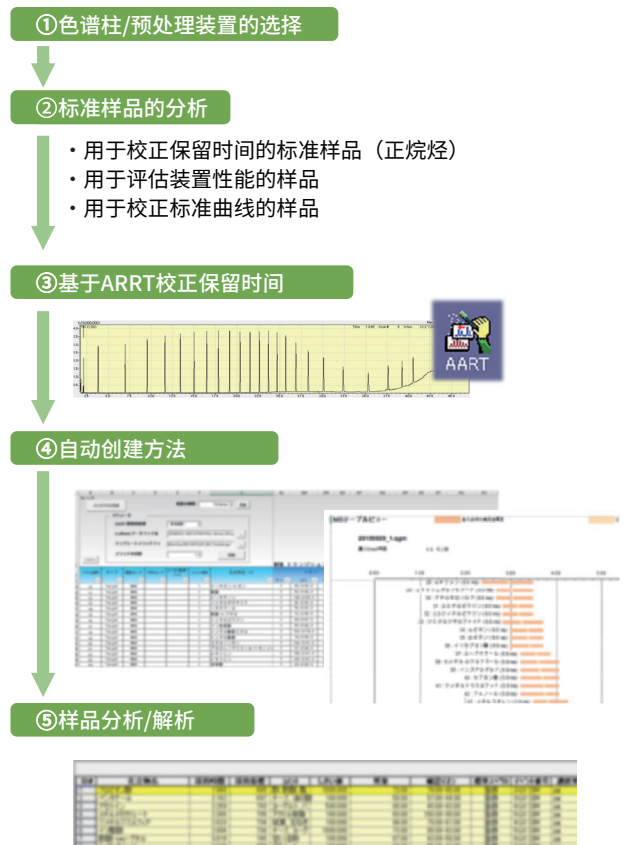


图 1 GC/MS 异味分析系统的分析流程

表 1 测定条件

自动进样器	: AOC-20s Plus	[AOC]	
自动注射器	: AOC-20i Plus	进样量	: 1 µl
仪器	: GCMS-TQ8040 NX		
[GCMS]			
流量控制模式	: 压力 (44.5 kPa)	柱温程序	: 50 °C (5 min) → 10 °C/min → 250 °C (10 min)
进样模式	: 分流 (1:5)	接口温度	: 250 °C
载气	: He	离子源温度	: 200 °C
隔垫吹扫流速	: 3 mL/min	m/z 范围	: 45 ~ 500 amu
色谱柱	: InertCap® 5MS/Sil (30 m×0.32 mm ID, 0.5 µm)	事件时间	: 0.1 min (SCAN) 0.3 min (SIM/MRM)

分析条件

表 1 为本例中所使用的设备配置及分析条件。GC/MS 异味分析系统支持 SIM 和 MRM 两种采集模式。我们参照 GC/MS 异味分析系统中记录的分析条件，进行了 SCAN-SIM 和 SCAN-MRM 两种采集模式进行分析。这里，我们采用了直接进样的方式进行简单实验。

精油分析

用乙醇将四种市售精油（茉莉、薰衣草、玫瑰、柑橘类果实）稀释至 0.1%，作为分析样品。

通过 SIM 和 MRM 采集，得到了香料的主要成分占比以及它们的气味特性，结果如图 2 所示。纵轴坐标按照占比最高的组分含量值进行设置，其他组分按比例进行显示。图中展示了 8 种通过 MRM 采集得到的主要成分组分，不包括仅通过 SIM 采集检测到的成分。图中的方框显示了不同组分的“气味特性”。

主要异味组分

感官信息

化合物名 (J)	保持指標	コメント (J) においの質	しきい値
ベンゾフェノン	1651	樹脂、杏仁豆腐	10
2,4,6-トリプロモフェノール	1662	消毒、樹脂	100
1-テトラデカノール	1679	蠟、甘い油	1000
...

图 3 GC/MS 异味数据库示例

检测到的组分可以通过数据库中的登记信息，查找到它们的气味特征。例如，茉莉精油中检测到的主要成分，具有类似植物的香味。薰衣草精油则具有较为清新的香味，如薄荷香、樟脑香和茴芹香味。而柑橘精油，正如它的名字一样，含有高含量的柑橘香味。

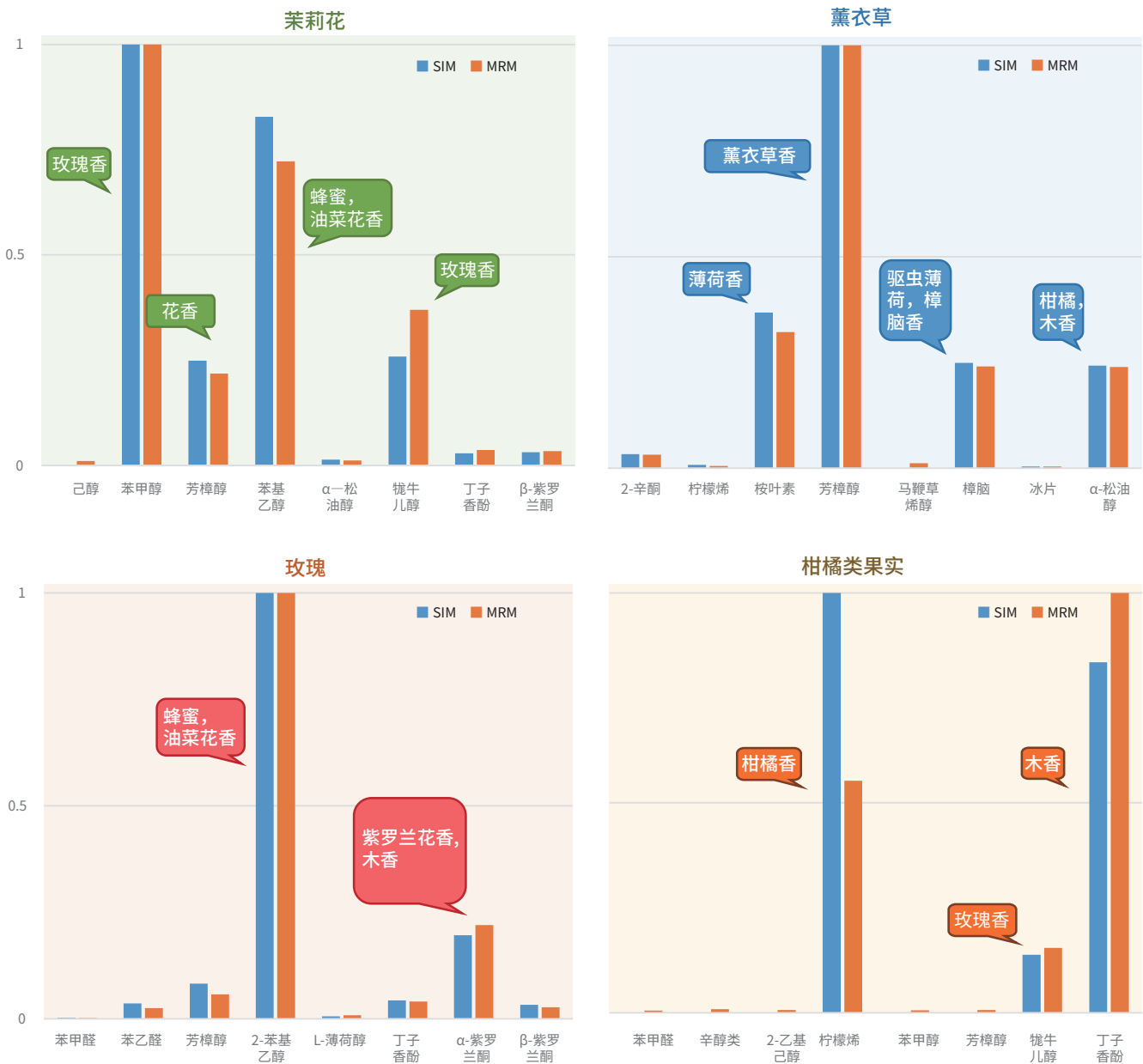


图 2 4 种精油的主要组分比率和香味特征
纵轴：占比最高的组分含量值设定为纵轴最大值

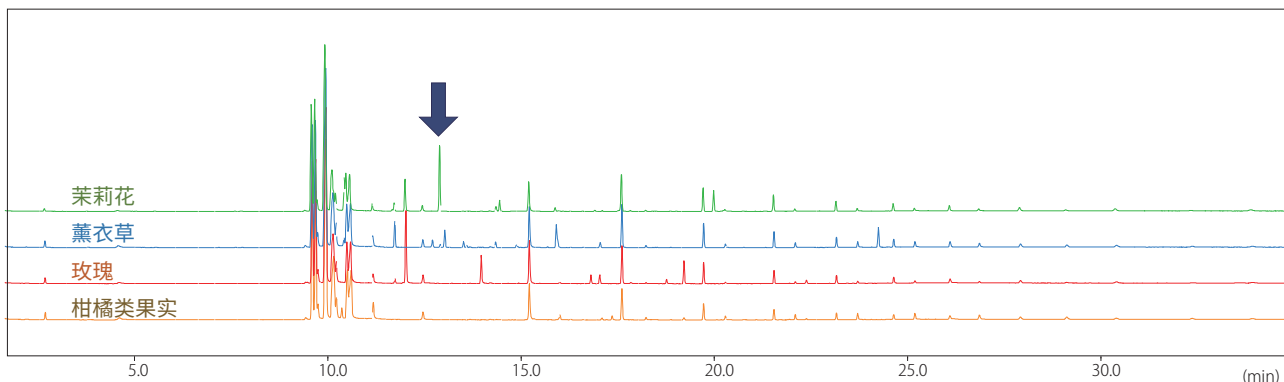


图 4 4种精油 (0.1%) 的 SCAN 采集 TIC 色谱图

使用 GC/MS 异味分析系统的方法创建工具，可轻松创建 SIM/MRM 分析条件，此外，方法还可以实现 SCAN 模式与 SIM 模式或者 MRM 模式的同步采集。图 4 展示了 SCAN-MRM 同步采集获得的 4 种样品的 TIC 色谱图。通过 SCAN 模式采集得到的色谱图，可以采用通用的质谱数据库进行色谱峰检索。例如，茉莉花样品色谱图下的特征峰（如图 4 箭头），通过谱库检索，鉴定为乙酸苄酯。醋酸苄酯是茉莉花等花卉精油的主要组分，具有香甜的气味。因此在这个例子中，使用 SCAN 与 SIM/MRM 同步扫描的采集模式，可检索到异味分析数据库以外的其他组分。

通过 MRM 分析进行准确的定性

香水可由多种成分组合而成。并且，香料通常提取自天然植物，因此往往具有大量杂质，从而使复杂基质的样品分析变得困难。MRM 采集的选择性比 SIM 采集高，因此更适合此类样品的分析。下图所示为 SIM 采集和 MRM 采集的比较。

在这个例子中，当使用 SIM 采集时，茉莉花样品中的正癸醛（图 5）由于离子强度比例不匹配而未被识别，但在 MRM 采集时则被成功识别。相反，正十二醛（图 6）由于 SIM 采集下得到的离子强度比落在允差范围内，因此被识别。但在 MRM 采集时却未能识别。

SIM 采集时，杂质会影响目标离子的峰型，干扰定性。根据上述两个示例可以推断出，采用两步裂解的 MRM 采集，可以得到更为准确的鉴定结果。

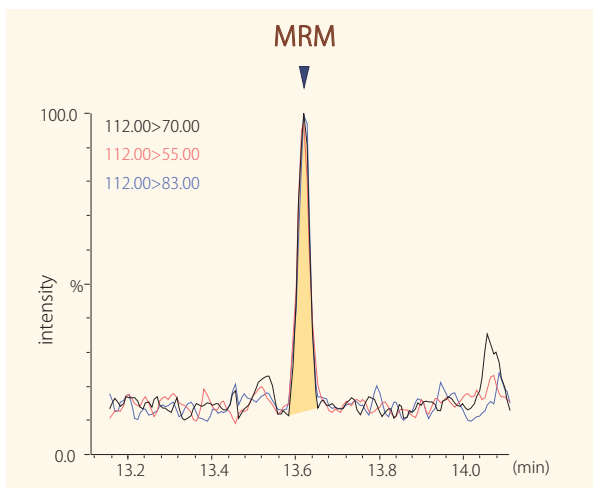
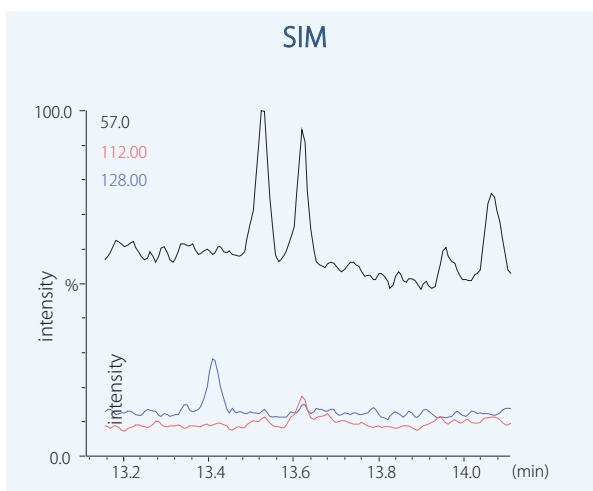


图 5 茉莉花样品中正癸醛的色谱图

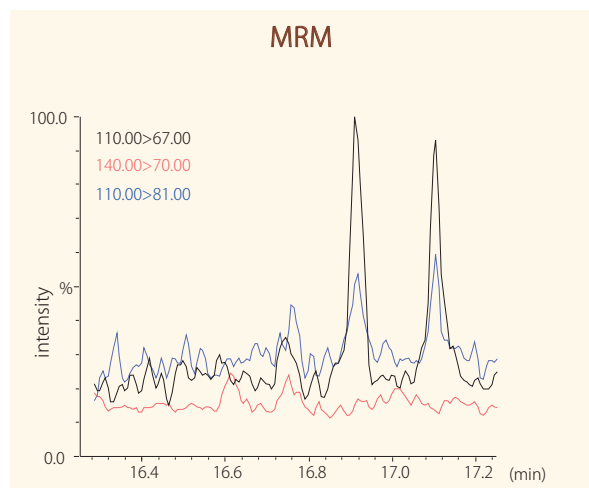
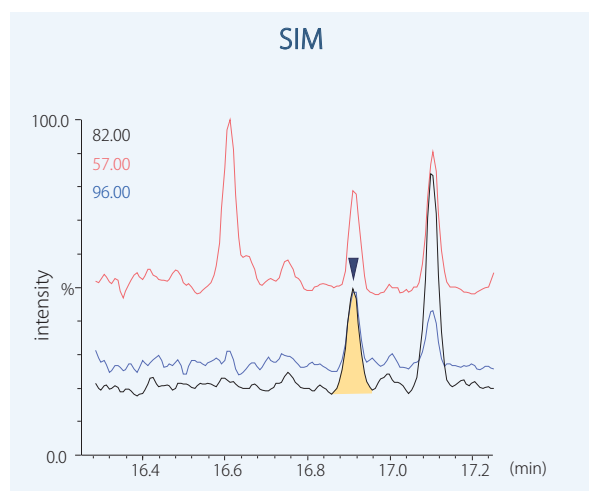


图 6 茉莉花样品中正十二醛的色谱图

为了模拟复杂基质的样品，我们将少量矿物油添加到茉莉花样品中进行分析。SIM 采集结果表明，如图 7，矿物油的添加影响了 α -萜品醇的碎片峰。而当采用 MRM 采集时，即使样品中混入了矿物油，也依然能够准确地进行定性。

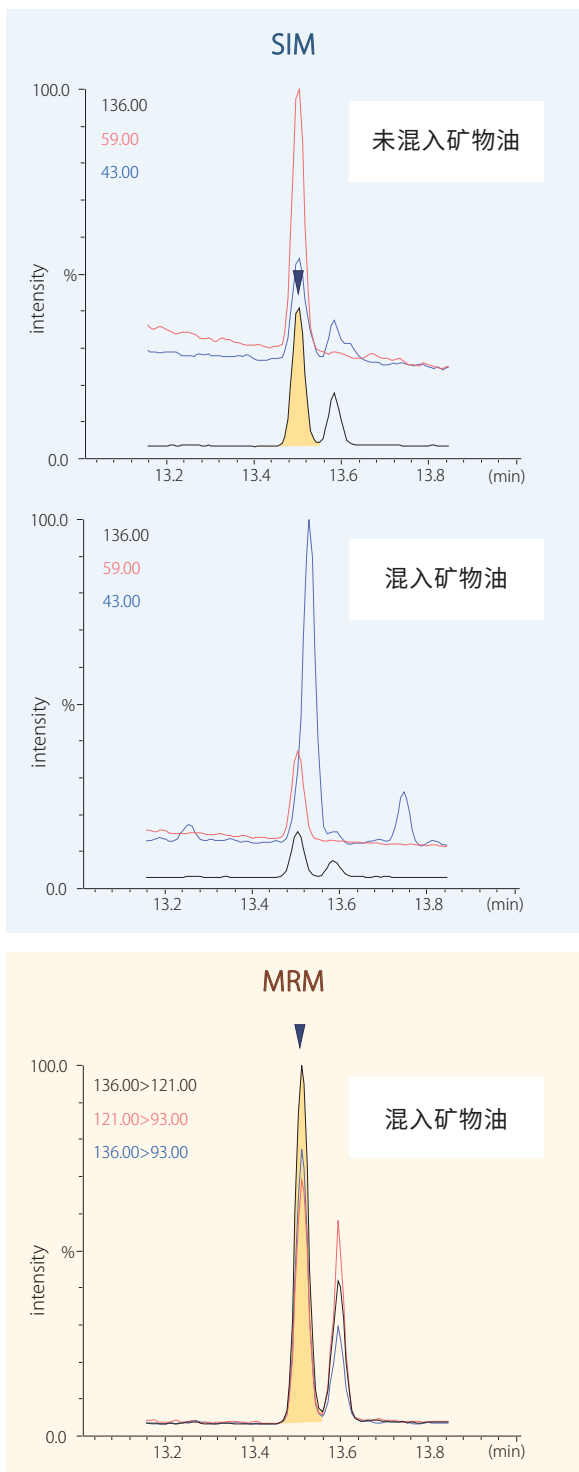


图 7 茉莉花样品中 α -萜品醇的色谱图

结论

本文使用气相色谱质谱联用仪 GCMS-TQ8040 NX (图 8) 对精油进行了分析。使用 GC/MS 异味分析系统可轻松鉴定 4 种精油的特征成分。通过 SCAN 与 SIM/MRM 同步采集模式，可对 GC/MS 异味分析系统中未包含的成分进行谱库检索定性。此外，虽然杂质的存在，增加了香水（如芳香油）样品的分析难度，但 MRM 模式的采用可以提供高度可靠的定性结果，提高了复杂样品香味成分分析的可靠性。



图 8 GCMS-TQ™8040 NX + AOC-20i+s

GCMS-TQ 是株式会社岛津制作所在日本及其他国家的商标。
MonoTrap 是 GL 科学株式会社在日本的注册商标。
InertCap 是 GL 科学株式会社在日本的注册商标。

岛津应用云



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：2021 年 3 月