

采用三重四极杆 GC-MS 系统和 SPME-Arrow 定量分析加工食品中的呋喃和烷基呋喃

01-00876-CN

Yuto Nakasuji 和 Yu Nagao

特点描述

- ◆ 使用 SPME-Arrow 可实现加工食品中呋喃及烷基呋喃的高灵敏度分析。
- ◆ MRM 模式即使在复杂基质中也能实现高可靠性分析。
- ◆ AOC-6000 Plus 自动进样器可通过自动化预处理提升工作效率与再现性。

■ 引言

呋喃和烷基呋喃化合物常见于咖啡等多种食品中。这些物质属于挥发性有机化合物，能增添香气。然而，各国近期研究均报告这些化合物存在健康隐患，欧盟已建议对呋喃及烷基呋喃加强监测¹⁾。

这些化合物通常采用 HS-GC/MS 方法进行测量，该方法在高浓度样本中表现便捷高效。然而，对于低浓度样品，需进行浓缩预处理。本文章介绍的 SPME-Arrow 结合 GC-MS/MS 系统的分析方法，可在复杂基质样品中实现微量浓度的稳定检测。

■ 仪器配置与分析条件

实验分析采用 AOC-6000 Plus 多功能自动进样器和 GCMS-TQ8040 NX 三重四极杆气相色谱质谱联用系统（图 1）。AOC-6000 Plus 作为多功能自动进样器，可根据样品特性及检测目的，自动切换不同进样方式，如液体进样、顶空进样和固相微萃取（SPME）（图 2）。本次分析采用 SPME-Arrow 进行样品分析，其耐用性较传统 SPME-fiber 更优。

当使用涉及浓缩的采样方法（如 SPME 法）时，基质中的杂质也可能被浓缩，从而使灵敏度因杂质干扰而难以提高。本分析中通过 SPME 方法与三重四极杆 GC-MS 系统的 MRM 模式的联用，实现了对加工食品中呋喃的高灵敏度分析。

详细分析条件见表 1。



图 1 AOC™ -6000 Plus + GCMS-TQ™ 8040 NX

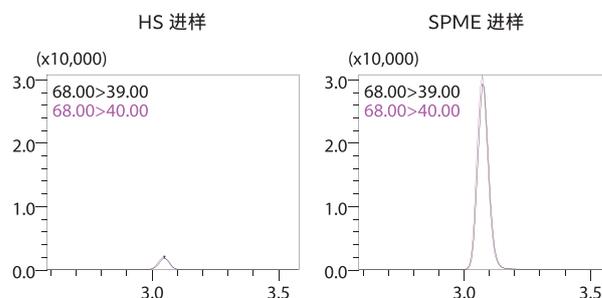


图 2 AOC-6000 Plus HS 与 SPME 模式下的呋喃 (1 ng/mL) 色谱图

表 1 分析条件

AOC-6000 Plus		GC	
SPME-Arrow:	Carbon WR/PDMS, 120 μm (P/N: 227-35331-01)	进样方式:	分流
调节温度:	280°C	分流比:	20
预热时间:	5 min	载气:	He
恒温温度:	50°C	载气控制:	恒定线速度 (30.0 cm/s)
恒温时间:	10 min	隔垫吹扫:	3.0 mL/min
搅拌器转速:	250 rpm	色谱柱:	SH-I-5 MS (P/N 227-36022-02) (30 m × 0.25 mm I.D., 1.00 μm)
搅拌器转速:	250 rpm	柱温:	40°C (2 min) - 3°C /min - 60°C (0 min) - 20°C /min - 220°C (5 min)
样品萃取时间:	20 min	MS	
样品解吸时间:	1 min	离子源温度:	200°C
进样后老化时间:	5 min	接口温度:	250°C
		采集模式:	MRM
		循环时间:	0.5 sec
		调谐模式:	正常

■ 样品制备

本次分析对表 2 所列的六个组分进行了分析。首先，用甲醇将每种成分稀释到 0.05 - 50 µg/mL 的浓度，制备标准溶液。随后，称取 4.5 g 氯化钠和 10 mL 超纯水，装入 20 mL 螺口瓶中，再加入 2 µL 各浓度标准溶液，配制浓度为 0.01 至 10 ng/mL 的水溶液作为分析标准品。为防止咪喃化合物在制备过程中挥发，在配制标准溶液时使用了 GL Sciences 公司的无冰 VOC 制备套件。

使用市售婴儿食品作为未知样品。称取 1 g 均质样品，装入含有 4.5 g 氯化钠的 20 mL 螺口瓶中，立即加入 9 mL 超纯水，密封瓶口后使用涡旋混合器充分混匀，完成待测样品的制备。

表 2 目标化合物及监测离子列表

化合物	离子 1 m/z	离子 2 m/z
咪喃	68.00 > 39.00	68.00 > 40.00
2- 甲基咪喃	82.00 > 54.00	81.00 > 53.00
3- 甲基咪喃	82.00 > 54.10	81.00 > 53.00
2- 乙基咪喃	96.00 > 81.00	96.00 > 53.00
2,5- 二甲基咪喃	96.00 > 81.00	96.00 > 53.10
2,3- 二甲基咪喃	96.00 > 81.10	96.00 > 67.00

■ 标准品的分析结果

图 3 显示了各组分在最低浓度 0.01 ng/mL 时的 MRM 色谱图。系统灵敏度达到检测要求，且在 0.01 ng/mL 浓度水平下进行的六次重复分析结果显示，所有组分的峰面积 %RSD 均低于 10%，这表明即使在极低浓度下仍具备良好的重复性。

图 4 显示了各组分的校准曲线。由于本次分析中的定量范围较宽，因此在计算定量时，校准曲线按 1/C 加权。所有组分均显示出良好的线性 (R > 0.996)。

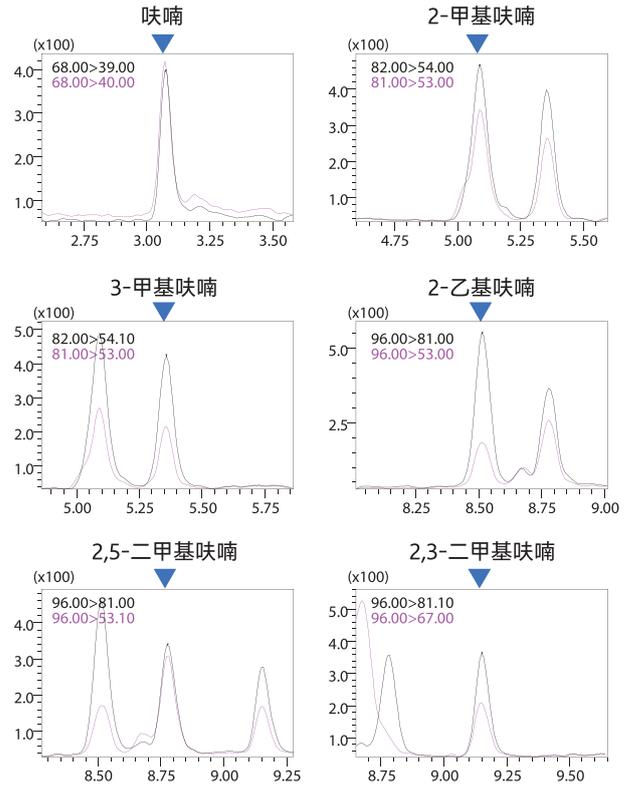


图 3 校准曲线最低浓度 (0.01 ng/mL) 下的 MRM 色谱图

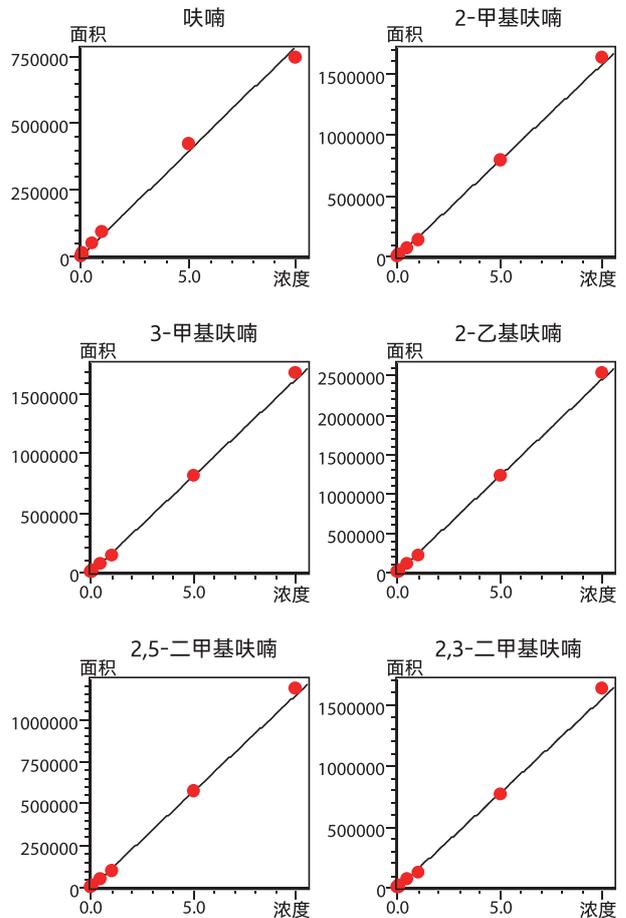


图 4 各目标物的校准曲线 (0.01 - 10 ng/mL)

■ 未知样品的分析结果

采用外标法和标准加入法对未知样品进行基质效应评估。两种方法的定量结果均以样品中质量浓度形式列于表 3。

对比两种方法的定量结果表明，结果基本一致，但由于标准品与未知样品间基质差异的影响，部分化合物的定量结果存在偏差。这表明需通过进一步稀释或使用氘代内标进行校正，以抑制基质效应。

表 3 婴儿食品中咪喃类物质的定量检测结果

	外标 (µg/kg)	加入标准品 (µg/kg)
咪喃	7.9	9.1
2-甲基咪喃	0.37	0.37
3-甲基咪喃	0.14	0.11
2-乙基咪喃	0.31	0.43
2,5-二甲基咪喃	< 限值	< 限值
2,3-二甲基咪喃	N.D.	N.D.

注：“N.D.”表示未检出，“< 限值”表示超出校准范围

■ SIM 与 MRM 的对比

为证实 MRM 对选择性的提升效果，同时使用 SIM 模式进行了分析。通常而言，与 SIM 模式相比，三重四极杆 GC-MS 系统的 MRM 模式具有更好的选择性，因此灵敏度更高，检测更稳定。

图 5 显示了在婴儿食品中检测到的四种成分的 SIM 和 MRM 色谱图。虽然两种模式均能检测到每种成分，但 MRM 模式选择性更高，而 SIM 模式更易受杂质干扰。因此，在 SIM 模式下，可能需要根据样品进行手动峰整合或定量离子调整。

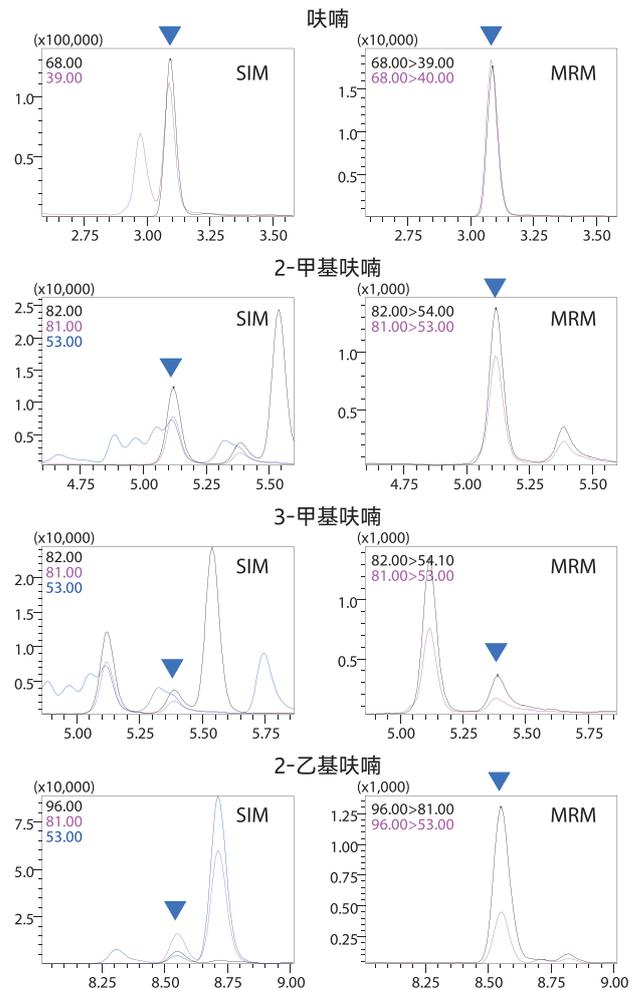


图 5 婴儿食品中咪喃类物质的 SIM 与 MRM 色谱图对比

■ 结论

采用 SPME-Arrow 和三重四极杆 GC-MS 系统联用，对加工食品中的咪喃和烷基咪喃进行了定量分析。AOC-6000 Plus 多功能自动进样器采用 SPME-Arrow 法，可实现咪喃化合物的高灵敏度和高重现性的定量测量。此外，通过三重四极杆 GC-MS 系统的 MRM 模式提高选择性，获得了更可靠的分析结果。

< 参考文献 >

- 2022 年 3 月 25 日欧盟委员会 (EU) 关于监测食品中咪喃及烷基咪喃含量的第 2022/495 号建议 (EU)
<https://eur-lex.europa.eu/eli/reco/2022/495/oj/eng>
 (2025 年 2 月 4 日访问)

岛津应用云



GCMS-TQ 和 AOC 是岛津制作所或其附属公司在日本和 / 或其他国家 / 地区的商标。



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: 2025 年 3 月

› 请填写调查问卷

相关产品 某些产品可能更新为更新的型号。



› GCMS-TQ™ 8040 NX

三重四极杆气相色谱质谱联用仪...



› AOC-6000 Plus

AOC-6000 Plus多功能自动进样器

相关解决方案

› 食品和饮料

› 饮食限制

› 价格咨询

› 产品咨询

› 技术服务/支持咨询

› 其他咨询