

精油香气成分分析 - 高粘度样品的稳定连续分析解决方案 -

石井 寿成

01-00004-CN

用户体验优点

- ◆ 使用 Sampler Navigator 功能，可轻松设置稳定、连续分析高粘度样品的条件。
- ◆ 通过使用 AOC-30i 增加清洗瓶的最大数量，可以防止溶剂耗尽，并可以连续分析多个样品。
- ◆ 通过组合多种类型的清洗溶剂，可以最大限度地提高清洗效果。

■ 前言

通过蒸汽蒸馏法从植物和果实中获得的精油，被广泛应用于化妆品和食品的添加剂。很多精油的粘度较大，使用 GC 进行分析时，一般建议进行稀释，但是，这样就很难测定微量的香气成分。

在本文中，我们使用 AOC-30i 的 Sampler Navigator 功能分析了薄荷油，并测量了微量香气成分。



图 1 Nexis™ GC-2030 + AOC-30i

■ 注射器清洗溶剂的选择

精油具有高粘度，容易在针尖上残留样品，并且是具有不同极性的化合物混合在一起的复杂样品。进行连续分析时，为了防止出现残留和样品交叉污染，注射器清洗非常重要。

AOC-30i 可配置 4 个清洗瓶。可使用多种溶剂清洗注射器，能够分析多种化合物混合在一起的复杂样品。

在精油分析中，将极性溶剂乙醇、丙酮和非极性溶剂正己烷联合使用，可以最大限度地提高清洗性能。

此外，随着清洗瓶数量的增加，可以预防在连续分析中可能出现的问题，例如附着在针尖上的样品污染清洗溶剂和清洗溶剂耗尽等等。

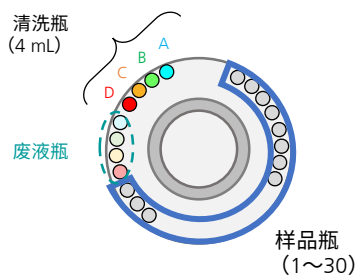


图 2 AOC-30i 的转盘

■ 通过 Sampler Navigator 设定进样条件

分析精油等高粘度样品时，注射器内可能混入气泡，无法准确地固定进样量。图 3 上方所示为按照“标准”条件连续分析柠檬油时的色谱图。从中可知，在第 8 次分析中，未能顺利进样。分析高粘度样品时，需要优化样品的进样速度和注射器的清洗次数。

LabSolutions™ GC 根据样品的性状和分析目的，预设了 AOC-30i 的推荐条件（图 4）。各预设条件为经验丰富的分析工作者推荐，可以一键设置为推荐条件。“高粘度样品”的预设条件中设置了稳定进样高粘度样品的条件，如图 3 下方所示，可以作为精油的进样条件使用。

※ 此结果仅为一个示例。粘度因气温、湿度的不同而变化，无法保证结果的再现。

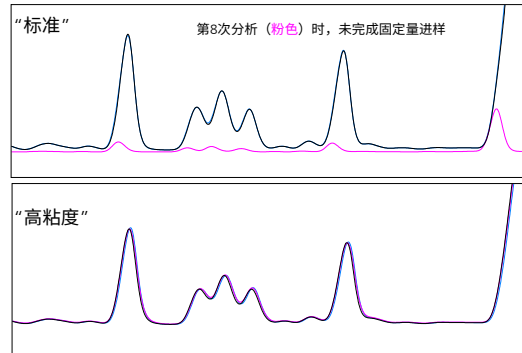


图 3 在柠檬油的连续 10 次分析中，第 7、8、9 次的色谱图重叠



Sampler Navigator 功能
根据目的选择进样条件

还可以对详细的进样条件进行编辑
※ 预设条件本身不会变更。

图 4 LabSolutions™ GC 的设置画面

薄荷油的分析

采用 Nexis GC-2030 + AOC-30i, 按照如下条件进行了薄荷油分析。注射器使用的是 Xtra Life Microsyringe, 10 μ L (P/N 227-35400-01)。

清洗溶剂使用的是丙酮 (A、C)、乙醇 (B)、正己烷 (D)。

※ 按 A → 进样 → B → C → D 的顺序进行清洗。

表 1 分析条件

型号	: Nexis GC-2030 / AOC-30i		
进样量	: 0.5 μ L		
进样温度	: 260°C		
进样模式	: 分流		
分流比	: 1:100		
载气	: He		
载气控制模式	: 恒线速度 (40 cm/sec)		
色谱柱	: SH-Rtx™-Wax (P/N 221-75897-30) (30 m \times 0.32 mm I.D., 1.0 μ m)		
柱温程序	: 90°C - 8°C/min -240°C (15 min)		
检测器	: 氢火焰离子化检测器 (FID)		
检测器温度	: 300°C		
检测器气体	: H ₂ 32.0 mL/min, Air 200 mL/min		
尾吹气	: He (24 mL/min)		
进样器设置	抽吸次数	0 次	
	进样前样品清洗	0 次	
	柱塞进样速度	中速	
	柱塞吸入速度	中速	
	吸入后等待时间	3.0 sec	
※ 通过“高粘度样品”预设条件进行自动设置			

结果

通过图 5 的色谱图鉴定出 17 种成分。在鉴定出的 17 种成分中, 5 次连续分析的面积重复性为 0.8% 以下, 取得了良好的结果 (表 2)。

分析“高粘度样品”时, 减慢了注射器的动作速度, 并通过增加清洗次数, 可保证进行连续分析。

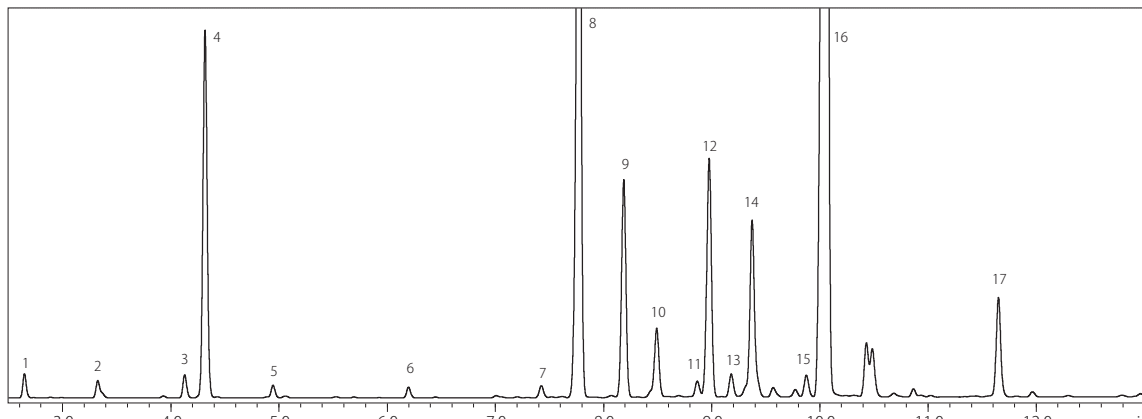


图 5 薄荷油的色谱图

表 2 各种化合物的面积重复性 (n=5)

序号	化合物名称	保留时间 (min)	面积重复性 (RSD%)
1	β -蒎烯	2.632	0.67
2	桉烯	3.306	0.70
3	右旋柠檬烯	4.107	0.68
4	桉树脑	4.294	0.62
5	对聚伞花素	4.919	0.65
6	3-辛醇	6.173	0.63
7	反式桉烯水合物	7.398	0.67
8	右旋薄荷酮	7.748	0.61
9	右旋异薄荷酮	8.161	0.60
10	β -波旁烯	8.471	0.61
11	甲酸薄荷酯	8.844	0.72
12	乙酸薄荷酯	8.958	0.59
13	异胡薄荷醇	9.156	0.65
14	新薄荷醇	9.352	0.63
15	松油醇	9.542	0.56
16	薄荷醇	10.038	0.61
17	脑膜	11.625	0.62

总结

分析精油等的高粘度样品, 在不稀释的情况下进样时, 建议参考 Sampler Navigator 的“高粘度样品”预设条件进行分析。可稳定地进行连续分析, 且再现性良好。

进一步提高重现性时, 请确认注射器是否顺利抽吸, 然后增加抽吸次数, 或提高样品进样时的柱塞进样速度。另外, 如果使用“高粘度样品”预设条件仍无法进行连续分析, 建议降低柱塞吸入速度和进样速度。

分析高粘度样品时的注意事项

含有大量难挥发性成分的高粘度样品建议稀释后进行分析。例如, 食用油等含有大量甘油三酯的样品必须进行稀释。

Nexis 及 LabSolutions 为岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。
Rtx 是 Restek Corporation 在美国及其他国家的商标或注册商标。



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。

