

解卷积法定性分析啤酒中香气成分

气相色谱质谱联用仪 (GC-MS) 具有良好的定性能力, 常用于分析食品、饮料中的香气成分。但如果试样的基质干扰较多, 或预处理时进行了高度浓缩, 会导致结果中出现很多峰, 目标成分被掩盖在其他峰内, 有时无法通过总离子色谱图 (TIC) 找出目标成分。

NIST 公司提供的 AMDIS 软件通过对 GCMS 数据进行解卷积, 从重叠的质谱中提取出单一的谱图, 进行峰检测。然后通过数据库对检测到的全部峰进行检索, 完成化合物定性。通过使用解卷积, 即使在目标峰与相邻峰重叠的情况下, 也可以完成峰的检测和定性。

本篇应用为您介绍利用解卷积对啤酒中香气成分进行鉴定的方法。

K. Kawamura

■ 试样和分析条件

样品为市售的比尔森型啤酒。将 10 mL 啤酒和 3g NaCl 装入 20 mL 的顶空瓶中, 利用 AOC-6000 多功能自动进样器进行测试。使用可以对化合物进行高浓缩处理的 SPME Arrow 进行样品的导入。图 1 所示为分析时使用的 GCMS-QP™ 2020 NX 及多功能自动进样器 AOC-6000 的外观。表 1 所示为系统配置及分析条件。



图 1 GCMS-QP™ 2020NX + AOC-6000

表 1 分析条件

自动进样器	: AOC-6000		
GC-MS	: GCMS-QP2020 NX		
色谱柱	: InertCap® Pure Wax (30m、0.25 mm I.D.、df=0.25 μm) (GL Sciences)		
SPME Arrow 条件			
SPME Arrow	: DVB/Carbon WR/PDMS (外径 1.1 mm、膜厚 120μm、长 20mm)		
老化温度	: 250 °C		
进样前老化时间	: 5 min		
孵化温度	: 80 °C		
孵化时间	: 10 min		
震荡速率	: 250 rpm		
样品提取时间	: 30 min		
搅拌速率	: 500 rpm		
样品解析时间	: 2 min (250°C: GC 气化室温度)		
GC 条件		MS 条件	
气化室温度	: 250 °C	接口温度	: 250 °C
进样模式	: 不分流进样 (1: 5)	离子源温度	: 200 °C
吹扫气流量	: 3.0 mL/min	离子源	: EI
控制模式	: 压力恒定 (83.5 kPa)	测定模式	: Scan
柱温箱温度	: 50 °C (5 min) → 10 °C /min → 250 °C (10 min)	间隔时间	: 0.1 秒

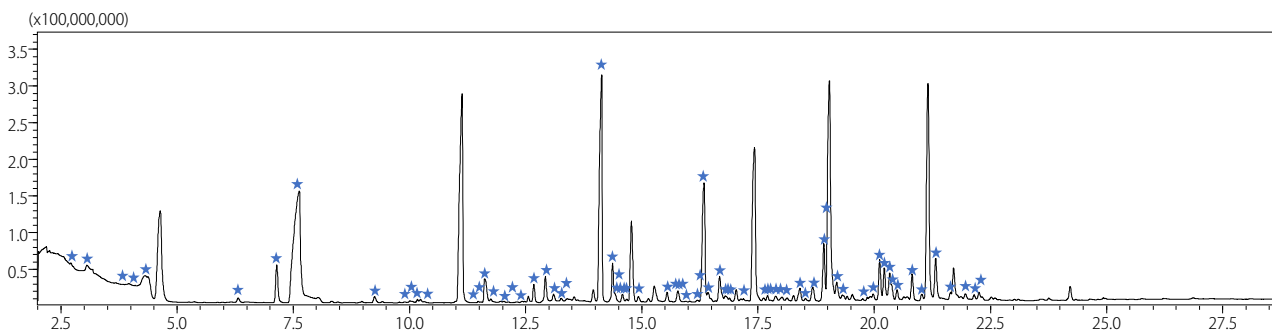


图2 啤酒的总离子色谱图 (TIC)
(星号标记为测试中鉴定的香气成分目标峰)

通过解卷积进行数据分析

利用 GCMSsolution™ 的附加功能 AMDIS，可以同时进行峰检测以及化合物定性并将保留时间、化合物信息等记录到 GCMSsolution 中，以便后续更加详细地分析。

通过 AMDIS 解卷积在指定的质谱数据库中鉴定化合物 (目标分析)。另外，使用 GCMSsolution 的自动定性功能，可以通过 NIST 数据库等对检测到的峰进行定性 (非目标分析)。

本篇应用的总离子色谱图 (TIC) 如图 2 所示。解卷积峰的定性使用的是在 AMDIS 上配置的香气成分数据库 (NISTFF)。通过 AMDIS 分析，检测到 1384 个峰，对其中的 78 个峰进行了化合物鉴定。

香气成分的目标分析

在使用香气成分数据库的目标分析中，鉴定了 78 种化合物。在上述峰中包括使用 TIC 难以检测，而通过解卷积可以进行鉴定的化合物。例如，牻牛儿醇的色谱图如图 3 所示。牻牛儿醇在本实验分析的 TIC 上被掩盖在相邻的己酸的峰之下，使用 TIC 难以进行鉴定。牻牛儿醇是单萜醇类的一种，是来自于啤酒花的香气成分。

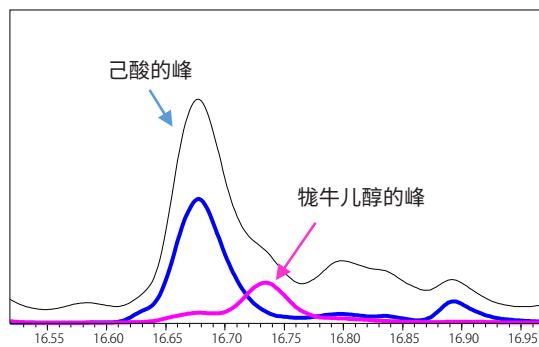


图3 牻牛儿醇的质谱与 TIC

非目标分析

全面鉴定除香气成分之外的化合物时，进行非目标成分分析。根据由 AMDIS 解卷积检测到的峰保留时间信息，利用 GCMSsolution 的自动定性功能，可以通过 NIST 数据库进行自动定性 (图 4)。此时，被基质掩盖的峰可以通过反向检索进行高精度定性。

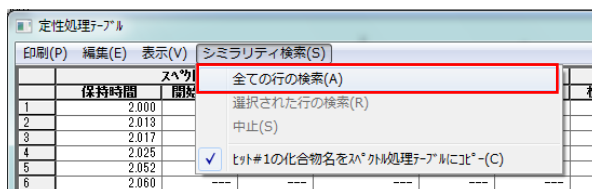


图4 使用 GCMSsolution 自动定性

作为非目标分析结果的一个示例，图 5 所示的保留时间为 14.44 分钟的峰被鉴定为反式-4-癸烯酸乙酯。

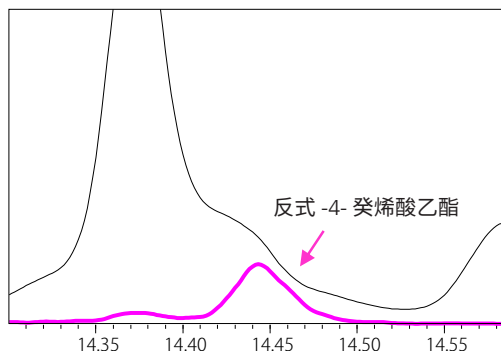


图5 反式-4-癸烯酸乙酯的质谱和 TIC

总结

通过使用解卷积，可以从相互重叠的峰中提取出单一的峰，进行化合物的鉴定。通过使用 GCMSsolution 的 AMDIS 附加功能，对基于解卷积的分析提供支持。针对鉴定的化合物，可以使用多变量分析等手段，探索上述成分对气味的贡献度。

岛津应用云



关于 GCMSsolution AMDIS Add-in，请向本公司销售部门垂询。
GCMS-QP 及 GCMSsolution 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。
InertCap 是 GL 科学株式会社在日本的注册商标。



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: 2020 年 1 月