

通过 GCMS™ 和 GC-SCD 的组合分析食品气味的新方法 (1)

食品的气味分析一般使用定性能力优异的 GCMS。但是，即使微量的硫化物也会对气味造成影响，因此，就灵敏度以及分离度而言，GCMS 可能存在检测困难的情况。在本实验中，研究了将擅长综合性气味定性的 GCMS 和可以高灵敏度并且选择性检测硫化物的 GC-SCD 联用，进行食品气味分析的方法。

研究方法是，选取食品中气味较大的泡菜作为样品，对保存袋释放到外部的的气味进行了分析。

Y. Takemori, K. Kawamura, T. Ishii

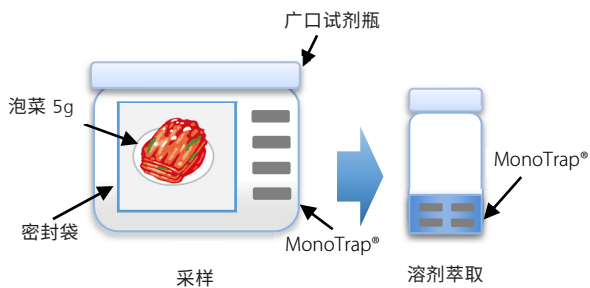


GCMS-QP™ 2020 NX + Nexis™ SCD-2030 的外观

■ 试样和分析方法

选取市售的泡菜作为样品，按照如下的步骤准备试样。

- ① 将 5g 泡菜装入袋（聚乙烯）中密封。
- ② 将①和 4 个 MonoTrap®（DCC-18、GL Sciences 公司）放入广口试剂瓶中密封。
- ③ 在室温下放置 2 小时。
- ④ 将 MonoTrap® 从广口试剂瓶中取出。
- ⑤ 使用 1mL 的乙醚 / 正戊烷混合液（1: 1）萃取④。



■ 分析条件

本实验的 GC 配置及分析条件如表 1 所示，GCMS 配置及分析条件如表 2 所示。

表 1 GC 配置及分析条件

型号	: Nexis GC-2030/SCD-2030
进样体积	: 1 μ L
进样口	: SPL
进样口温度	: 250 $^{\circ}$ C
进样模式	: 分流
分流比	: 1: 5
载气	: He
载气控制模式	: 恒压 (44.5 kPa)
色谱柱	: InertCap® 5MS/Sil (30 m \times 0.32 mm I.D., 0.50 μ m)
柱温程序	: 50 $^{\circ}$ C (5 min) - 10 $^{\circ}$ C/min - 250 $^{\circ}$ C (10 min)
检测器	: 硫化学发光检测器 (SCD)
接口温度	: 200 $^{\circ}$ C
燃烧气温度	: 850 $^{\circ}$ C
检测器气体	: H ₂ 80.0 mL/min N ₂ 40.0 mL/min O ₂ 10.0 mL/min O ₃ 25.0 mL/min

表 2 GCMS 配置及分析条件

型号	: GCMS-QP2020NX
GC	
进样体积	: 1 μ L
进样口	: SPL
进样口温度	: 250 $^{\circ}$ C
进样模式	: 分流
分流比	: 1: 5
载气	: He
载气控制模式	: 恒压 (44.5 kPa)
色谱柱	: InertCap® 5MS/Sil (30 m \times 0.32 mm I.D., 0.50 μ m)
柱温程序	: 50 $^{\circ}$ C (5 min) - 10 $^{\circ}$ C/min - 250 $^{\circ}$ C (10 min)
MS (EI 法)	
离子源温度	: 200 $^{\circ}$ C
接口温度	: 250 $^{\circ}$ C
离子化方式	: EI
采集模式	: Scan
事件时间	: 0.3 秒

分析结果

图 1 所示为 GC-SCD 的色谱图，图 2 所示为 GCMS 的总离子流图（TIC）。通过 GC-SCD，可以选择性、高灵敏度地分析 8 种硫化物。另一方面，在 GCMS 的全扫描分析中，可以检测 4 种硫成分，并检测到了醇类、酮类等其他化合物。表 3 所示为本实验中检测到的硫化物。从本结果可知，GCMS 可以全面检测气味成分，而 GC-SCD 可以检测微量的硫化物。

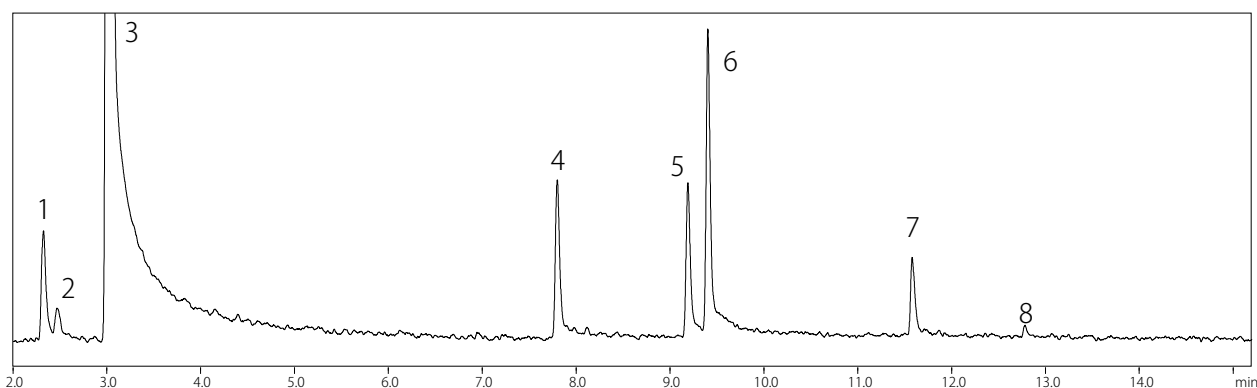


图 1 GC-SCD 的色谱图

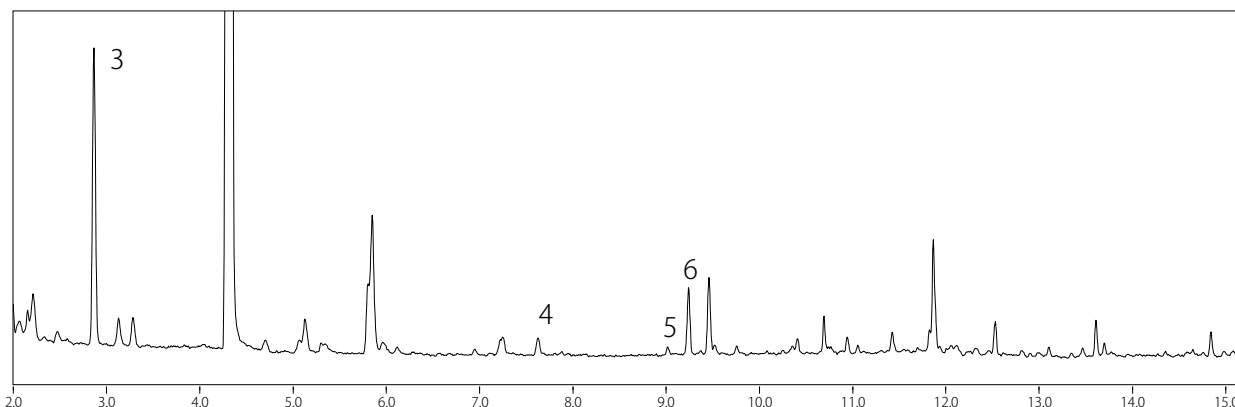


图 2 GCMS 的总离子流图

表 3 检测到的硫化物

ID	Compound Name	化合物名称
1	Allyl Methyl Sulfide	烯丙基甲硫醚
2	S-methyltioacetate	硫乙酸甲酯
3	Dimethyl disulfide	二甲基二硫
4	Allyl Methyl Disulfide	烯丙基甲基二硫化物

ID	Compound Name	化合物名称
5	Dimethyl trisulfide	二甲基三硫化物
6	4-Isothiocyanto-1-butene	4-异硫氰酸-1-丁烯
7	Diallyl disulfide	二烯丙基二硫化物
8	Trisulfide, methyl 2-propeny	三硫化物, 甲基 2-丙烯

结论

使用 GC-SCD 及 GCMS 对从保存泡菜的袋子释放到外部的的气味进行分析，检测到了 8 种硫化物。通过 GC-SCD 与 GCMS 的组合，可以轻松定性硫化物，并检测到微量的硫成分。

GCMS、GCMS-QP 及 Nexis 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。
MonoTrap 及 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：2020 年 1 月