

关键字

添加香料的饮用水
香料
香味
GC/MS
吹扫捕集
洗发香波
牙膏
挥发物



采用吹扫捕集 GC/MS 识别

香料和香味

简介

很多消费品，例如牙膏、洗发香波和添加香料的饮用水中，添加了香料和香味。香料和香味的挥发性是相当强的，因此定性和定量地检测它们，在生产过程中是很重要的质量控制步骤。这份应用文档描述了如何使用 OI 分析仪器公司的 4560 吹扫捕集样品浓缩仪，识别几种消费品中的挥发性香料和香味。

实验和结果

参与测试的三种不同类型的消费品是：牙膏、洗发香波和添加香料的饮用水。将大约 2.16 克的牙膏，或者大约 0.51 克的极少量的一份香波放在处理方便的针形喷射管的底部。不需要加入水到每个测试物中。然后将喷射管安装在样品浓缩仪的前部，喷射针定位在样品表面之上 0.5 厘米。样品被 Infra-Sparge™ 样品加热器加热到 45°C，并吹扫 11 分钟至 #10 捕集阱（Tenax®，硅凝胶和碳分子筛）。被捕集的物质在 180°C 解析 4 分钟，并采用 Agilent 6890/EPC 气相色谱（GC）配合 Agilent 5973 质量选择检测器（MSD）进行分析。

用注射器将 10mL 添加香料的饮用水注入到 25mL 过滤喷射管中，并按照与牙膏和洗发香波相同的步骤进行分析。4560 型吹扫捕集样品浓缩仪和 GC/MS 检测器的完整的仪器操作条件列在表 1。

牙膏分析的总离子色谱图（TIC）显示于图 1。样品中最后六个挥发性香料和香味，通过与 NIST 谱图库比较被鉴定识别。牙膏总离子色谱图中选定峰的 NIST 谱线识别显示于图 2。图 3 是香波样品的总离子色谱图，图 4 是色谱图中选定峰的 NIST 谱线识别。图 5 和图 6 显示了分析添加香料的饮用水的同样的情况。

表 1 仪器配置和优化的仪器操作条件

吹扫捕集	OI 分析仪器公司的 4560 吹扫捕集样品浓缩仪
额外的玻璃器皿	处理方便的针形喷射管
捕集	OI 分析仪器公司的#10 捕集阱 (Tenax®、硅胶和碳分子筛)
吹扫气流量	40mL/min
样品温度	45°C
吹扫时间	11 分钟
吹扫温度	15°C
解析时间	4 分钟
解析温度	180°C
烘培时间	10 分钟
烘培温度	190°C
水管理部件	开启
传输管线温度	100°C
总周期时间	25 分钟
气相色谱	Agilent 6890 plus GC 带 EPC
柱	J&W DB-VRX, 60m, 0.25mm 内径, 1.4 μm 涂层厚度
载气	氦气
模式	脉冲分流
入口温度	200°C
压力	16.2psi
分流比	14: 1
脉冲压力	23.0psi
脉冲流量	1 分钟
分流流量	14.0mL/min
炉温程序	35°C, 4 分钟 6°C/min 升温到 175°C 10°C/min 升温到 240°C 保持 10 分钟
质谱仪	Agilent 5973 质谱仪带 Turbo 泵选项
模式	扫描型, 35-260amu
扫描/秒	3.25
溶剂延迟	4 分钟
传输管线温度	240°C
源温度	230°C
四极杆温度	150°C

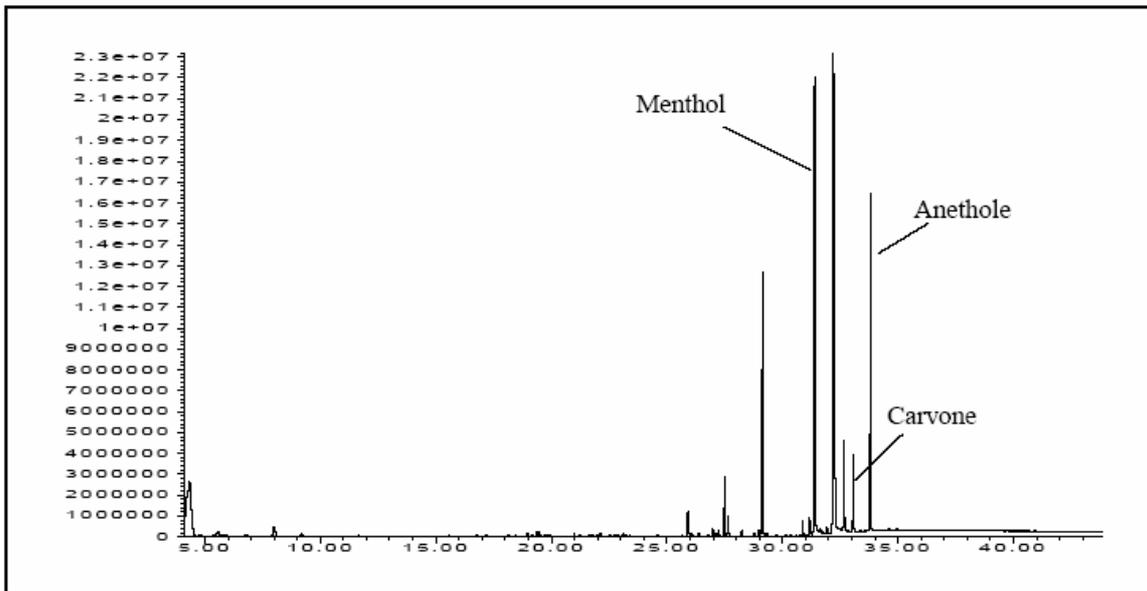


图 1 牙膏样品中的挥发性香料和香味的总离子色谱图

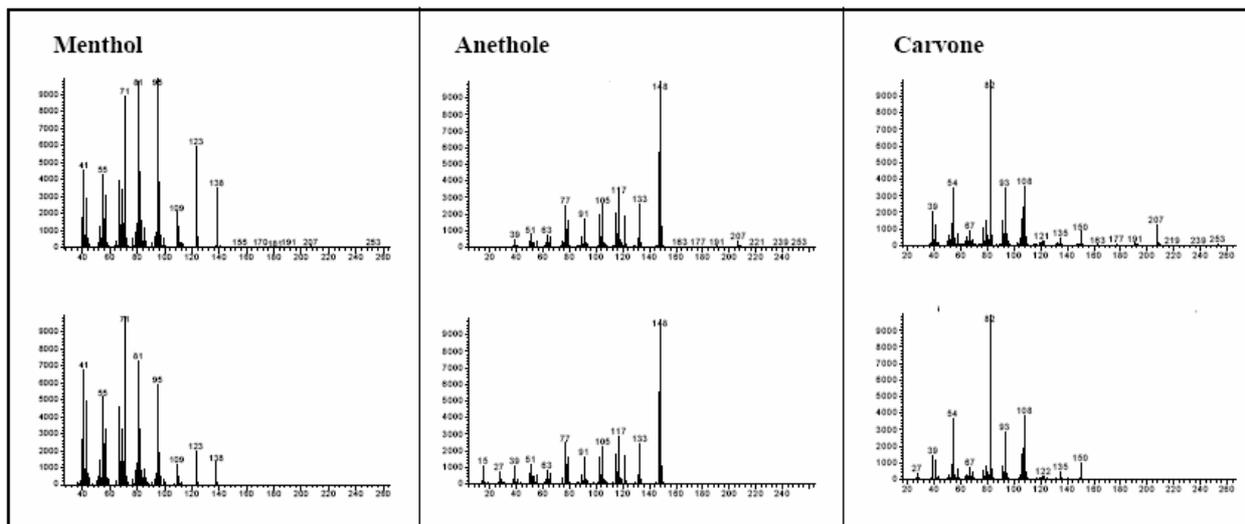


图 2 牙膏色谱图中的三个峰在 NIST 谱线图库中的搜索结果

注释: *Menthol* 薄荷醇; *Anethole*, 茴香脑; *Carvone*, 香芹酮。

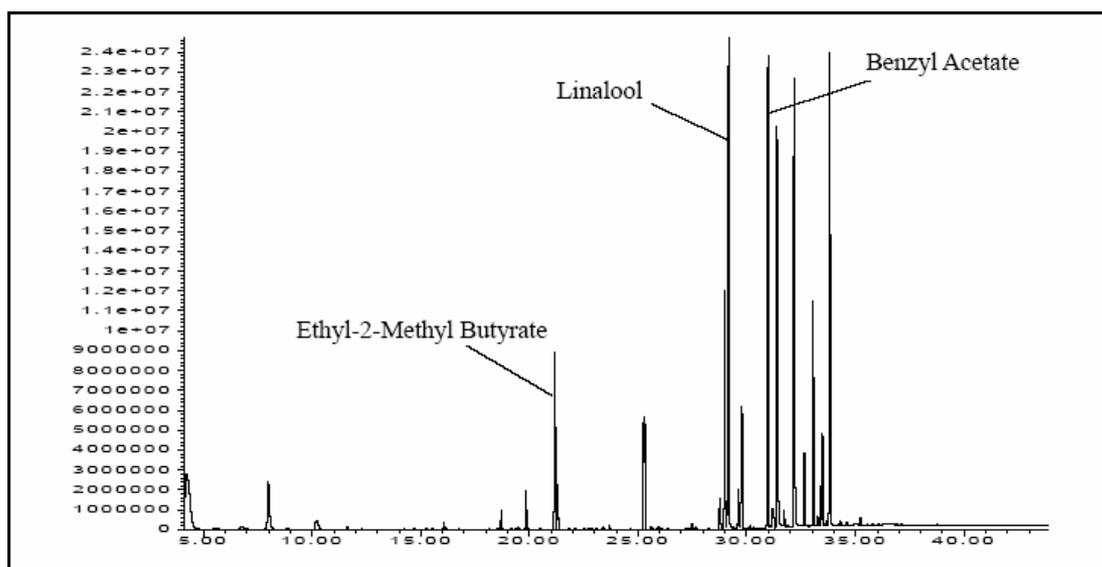


图3 香波样品中的挥发性香味的总离子色谱图

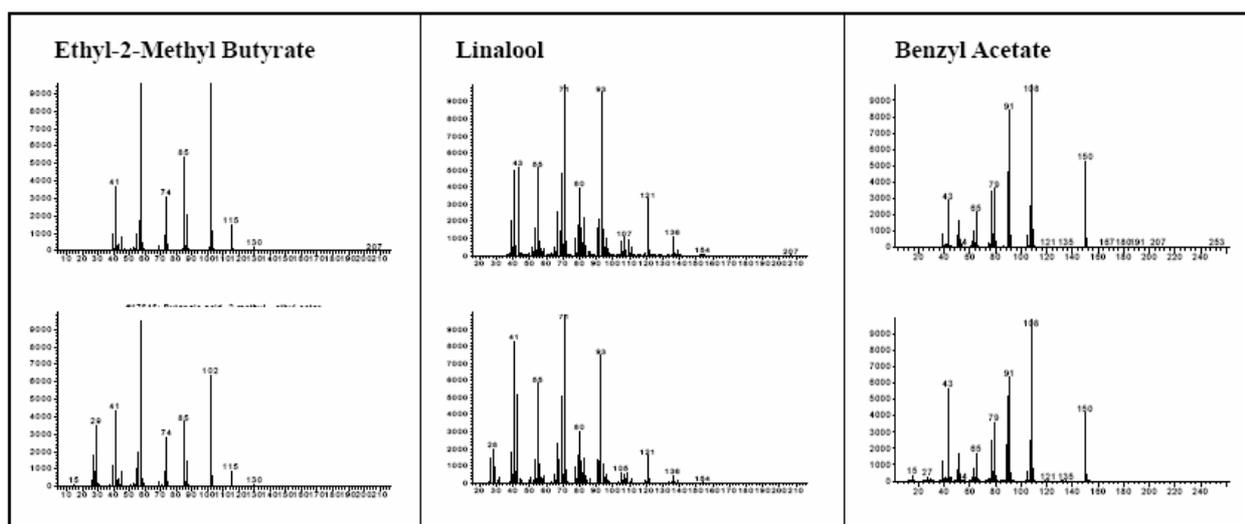


图4 香波色谱图中的三个峰在NIST谱线图库中的搜索结果

注释: *Ethyl-2-Methyl Butyrate* 乙烷基-2-丁酸甲酯; *Linalool*, 沉香醇; *Benzyl Acetate*, 乙酸苯甲酯。

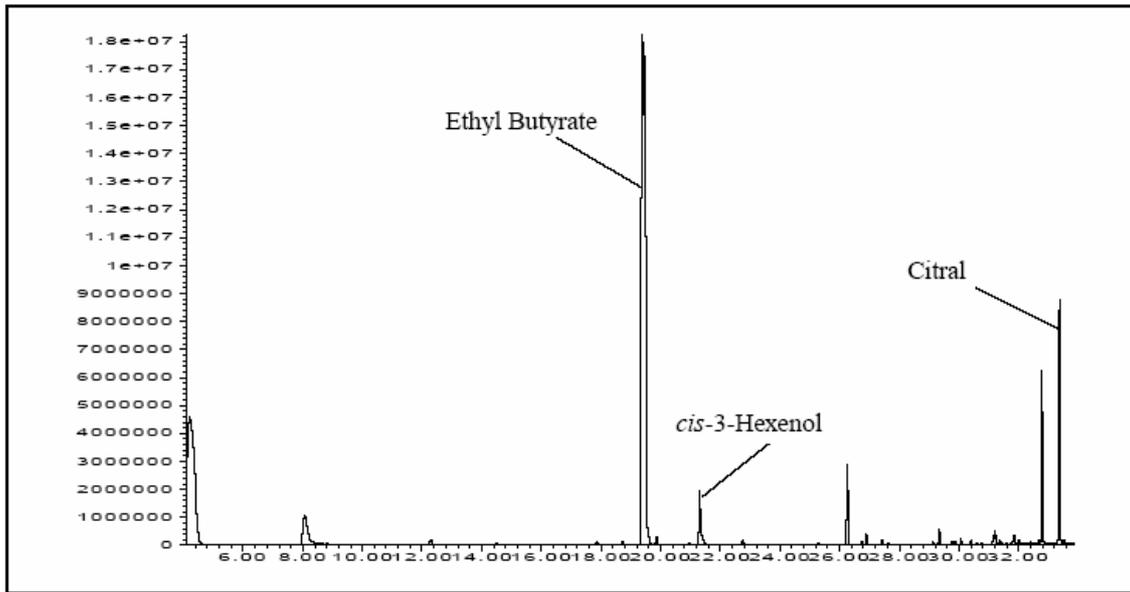


图 5 添加香料的饮用水样品中的挥发性香味的总离子色谱图

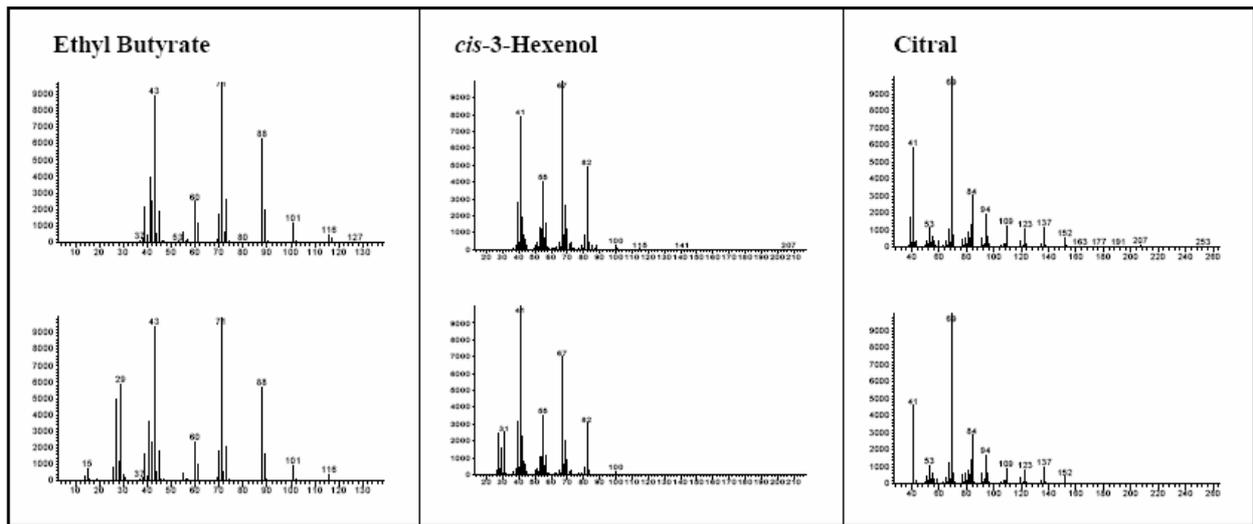


图 6 添加香料的饮用水色谱图中的三个峰在 NIST 谱线图库中的搜索结果

注释: *Ethyl Butyrate* 顺式-3-己烯醇; *cis-3-Hexenol*, 沉香醇; *Citral*, 柠檬醛。

结论

OI 分析仪器公司的 4560 吹扫捕集样品浓缩仪所配置的处理方便的针形喷射管能够快速简便地安装，用于分析消费产品，如牙膏、洗发香波和添加香料的饮用水中的挥发性物质。样品的制备包括简单的称重适当数量的物质。由于采用了处理方便的喷射管几乎完全消除了样品之间的清洗。通过使用 NIST 谱线库搜索应用（作为 5973 软件的一个选项），正峰的识别是直接和简单的。

Tenax 是 Enka 研究实验室 Arnhem 的注册商标



P.O. Box 9010
College Station, Texas 77842-9010
Tel: (979) 690-1711 • FAX: (979) 690-0440 • www.oico.com