

使用 Agilent QuickProbe GC/MS 系统 在 60 秒内完成食品筛查

作者

Melissa Churley, Philip Wylie
和 David Peterson
安捷伦科技有限公司

摘要

Agilent QuickProbe 是一种用于 GC/MS 的直接插入式进样装置，我们对使用该装置来筛查非提取食品样品进行了评估。食品分析得益于快速筛查，它能快速识别出可疑并需要进一步研究的样品。

前言

食品和植物性药物的传统 GC/MS 筛查需要进行样品前处理，如 QuEChERS 或其他液相提取法。使用 QuickProbe 系统可以实现简单快速的筛查分析，而无需样品前处理。QuickProbe 装置包含一根短的 GC 色谱柱，它安装在 Agilent 5975 或 5977 GC/MSD 仪器的柱温箱顶部。使用玻璃探头接触样品，然后将探头插入一个与大气连通的加热进样口完成进样。在氮气流存在的情况下，对色谱柱进行超快速加热，从而实现样品组分的分离。使用 Agilent MassHunter 工作站采集软件和未知物分析软件进行数据采集和分析，并通过搜索用户或市售谱库识别谱图。我们对许多食品样品类型进行了研究，包括各种油、香料混合物、饮料、植物材料和调味剂。样品可能包括此处所述的未进行萃取处理的样品，或通过现有实验室工作流程得到的提取物。

实验部分

Agilent 5977B 单四极杆质谱仪与配备独立 QuickProbe 控制单元的 Agilent 7890B GC 仪器联用（图 1）。QuickProbe 系统（G3971A）包含一个开放式进样口（其中包含一根带砂芯的专用衬管（5190-5104），如图 2 所示），一根 $1.5\text{ m} \times 0.25\text{ mm}$, $0.1\text{ }\mu\text{m}$ DB-1HT 色谱柱和一根 $0.7\text{ m} \times 0.18\text{ mm}$, $0.18\text{ }\mu\text{m}$ DB1-MS 色谱柱（用作质谱仪的限流器）。

将氦气作为载气。对 GC/MS 系统进行自动调谐。圆形尖端玻璃样品探头（5190-5118）采用非接触式包装（图 3），将其用图 4 所示的 QuickProbe 支架（G3971-60200）固定，用作进样装置。Pocket 尖端探头（5190-5113）的尖端处有一个凹口或“口袋”，有利于粉末样品的分析。仪器条件见表 1。柱温保持时间和升温速率也有一些变化。



图 1. 安装在 Agilent 5977 GC/MS 系统上的 Agilent QuickProbe (G3971A) 装置



图 2. 带砂芯的专用衬管 (5190-5104)



图 3. 采用非接触式包装的样品探头（圆形尖端，5190-5118；Pocket 尖端，5190-5113）



图 4. 处于取样位置的探头支架，左侧插入了探头 (G3971-60200)

首先将玻璃探头插入探头支架，然后在处于取样位置（图 4）时将探头沿着固体食品或植物材料刮擦进行取样。对于液体样品，需把探头尖端浸入液体中。对粉末或颗粒样品进行取样时，将玻璃探头与样品摩擦或将 Pocket 尖端探头轻敲进样品中。进样时，首先将玻璃探头缩回支架中。同时按下 QuickProbe 装置上的启动按钮和探头支架上的推杆，装置开始运行并将探头定位至进样口温度最高的部分。进样时间一般为 5 秒，可以根据需要调整时间。采用 MassHunter 工作站采集软件和未知物分析软件进行数据采集和处理。NIST 谱库匹配的最小匹配因子为 60。

结果与讨论

利用 QuickProbe GC/MS 系统可以很容易地鉴别出各种食品成分。对未进行萃取的食品样品进行分析得到色谱图。这些色谱图展示了将色谱分离与质谱解卷积结合

后，在筛查高度复杂的样品并鉴定目标物方面的强大能力（图 5–9）。括号中给出了每个组分的 NIST 谱库匹配得分。作为示范，我们使用 GC/MS QuickProbe 系统对几种油（如鱼油、芝麻籽油和植物油）进行了鉴别。

表 1. 仪器条件

QuickProbe 和气相色谱条件	
进样口温度	250 °C (仅恒温)
进样模式	分流 (固定分流比, 约为 1:10)
柱温	35 °C, 保持 6 秒 以 4 °C/s 升至 325 °C, 保持 0 秒 (或延长维持时间)
运行时间	通常为 40–60 秒
传输线温度	280 °C
质谱条件	
离子源温度	280 °C
四极杆温度	150 °C
离子化	EI 模式
EMV 模式	增益因子
增益因子	10 (应为检测目标峰所需的最低值; 最小值为 0.05)
溶剂延迟	0 min
扫描类型	Scan (38–550 μ, 6250 μ/s)
每秒扫描次数	9.7

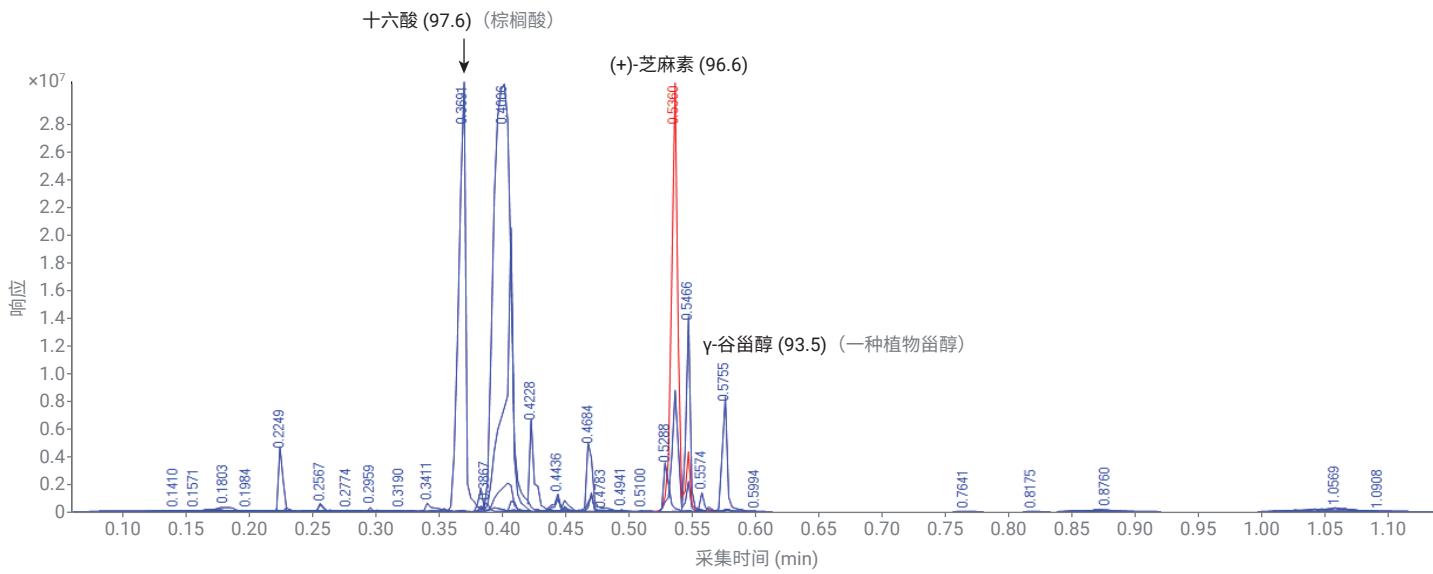


图 5. 芝麻籽油。特征组分芝麻素的谱库匹配得分高达 96.6

这是由于芝麻籽油中含有芝麻素（图 5）、鱼油中含有胆固醇（图 6）等特征性成分。图 7 所示的植物油谱图显示了 2,4-癸二烯醛的峰，它是氧化过程的产物，是油炸食品特征香气的来源之一。

通过手动压碎玻璃探头周围的植物叶子，可以筛查植物材料的成分。在加州月桂叶中发现了特征化合物伞形酮（图 8），通过该化合物能够将该物种与真正的月桂叶或月桂树区分开来^[1]。由于加州月桂叶

具有治疗功效，美洲原住民将其用于各种药用目的。这一物种有时被称为“头痛树”，因为伞形酮可能导致一些敏感个体头痛。甲基丁香酚也被确定为该样品的主要成分。

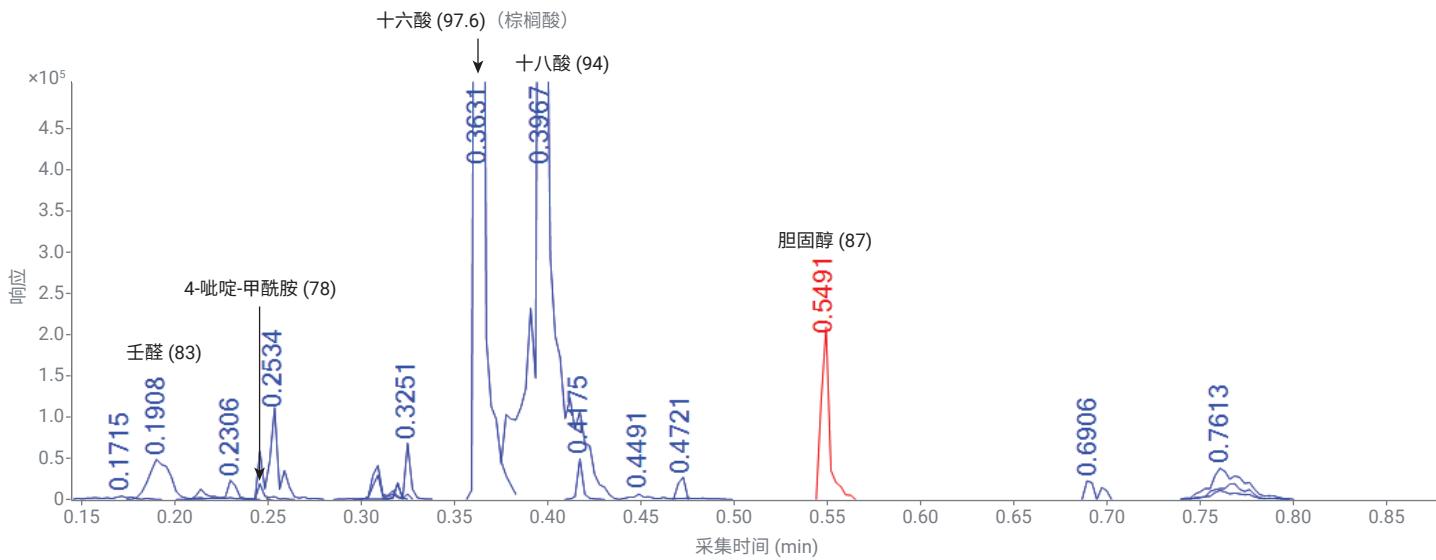


图 6. 市售鱼油的色谱图，显示了胆固醇的峰

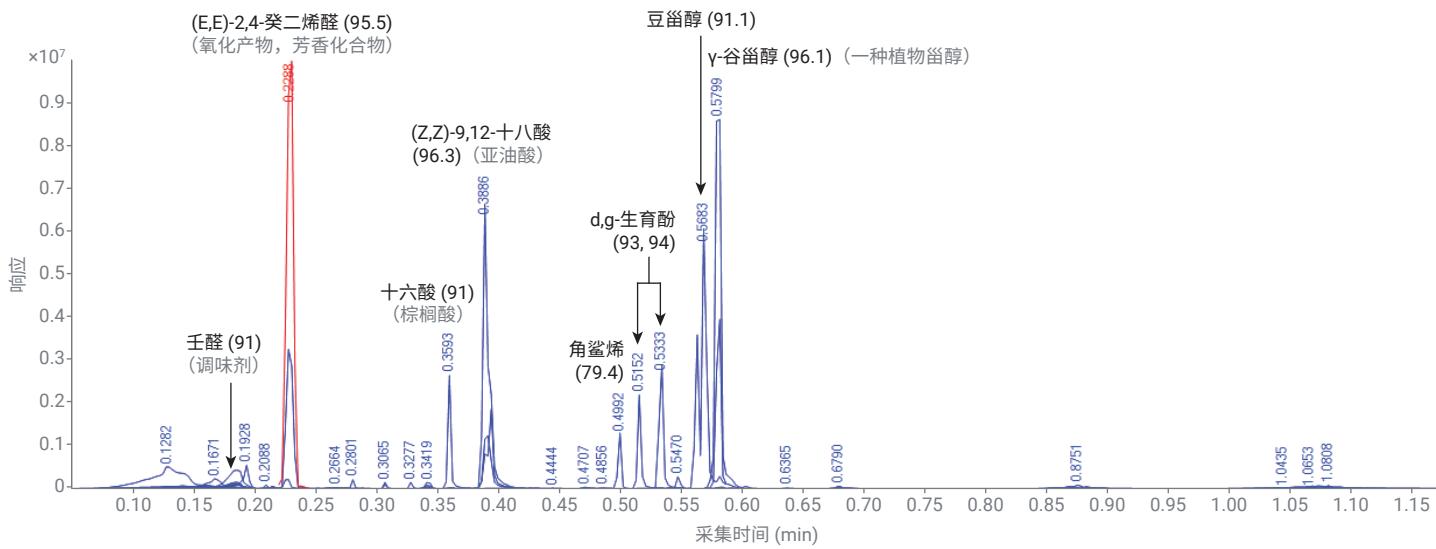


图 7. 植物油谱图 (棉花籽)

图 9 显示了胡椒香料混合调味粉的色谱图。在该样品中检测出了来自黑胡椒的化合物胡椒碱，以及在草药和香料中发现的 n-异丁基-2,4-癸二烯酰胺。我们还检测出了维生素 E，其谱库匹配得分为 81。

QuickProbe GC/MS 系统无需进行样品前处理，一分钟内即可成功完成几种食品样品的表征。使用圆形尖端或 Pocket 尖端玻璃探头对液体（油）、颗粒状或天然食品以及植物材料等各种类型的样品

进行取样。固体植物材料（即大麻）的其他进样方法（使用热脱附技术）已获得成功，请参阅其他文献（安捷伦出版物 5994-1357EN）。

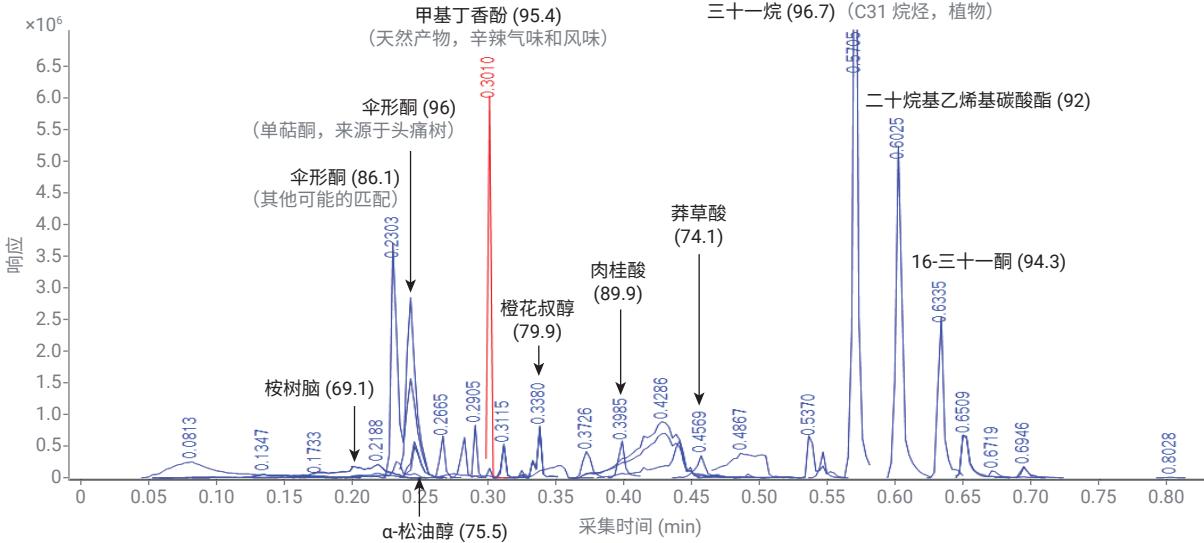


图 8. 来自加州月桂树（头痛树）的树叶

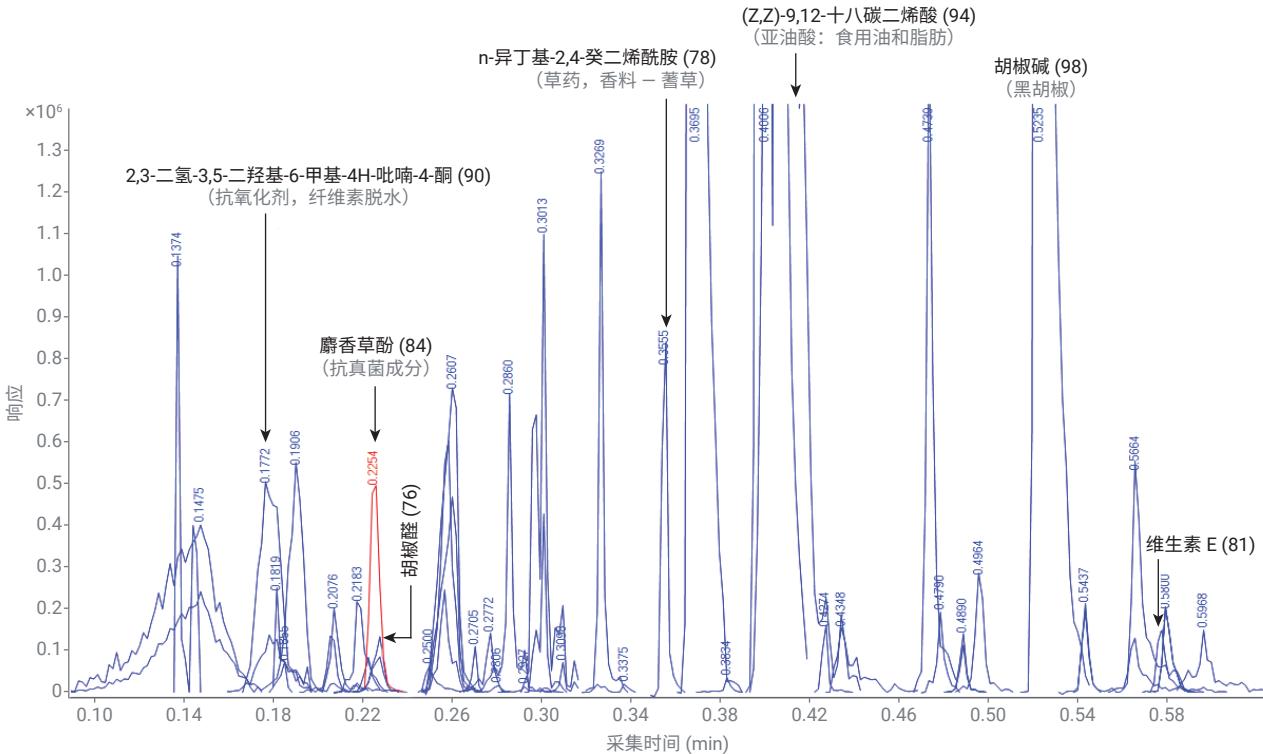


图 9. 含有黑胡椒的香料混合调味粉

结论

Agilent QuickProbe GC/MS 系统的强大之处在于，它使用与质谱仪联用的短 GC 色谱柱，无需事先萃取即可对复杂食品和植物进行快速色谱分析。使用安捷伦未知物分析软件识别特征样品成分，并与 NIST 谱库进行谱图匹配。因此，使用 QuickProbe GC/MS 系统可在 60 秒内实现食品筛查。

参考文献

1. Wang, M. et al. Application of GC/Q-TOFQ Combined with Advanced Data Mining and Chemometric Tools in the Characterization and Quality Control of Bay Leaves. *Planta Med* **2018** Sep, 84(14), 1045–1054. doi: 10.1055/a-0585-5987. Epub 2018 Mar 14

查找当地的安捷伦客户中心：

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线：

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

www.agilent.com

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司, 2019

2019 年 12 月 11 日, 中国出版

5994-1505ZHCN

DE.568912037