

GC-MS 分析广柑油挥发性成分

北京东西分析仪器有限公司 北京 100049

摘要: 本文采用同时蒸馏萃取法提取广柑油中挥发性有机物, 馏出液用旋转蒸发仪浓缩, 然后进 GC-MS 分析, NIST 标准谱库检索定性, 峰面积归一化法定量。

关键词: 广柑油, 挥发性有机物, GC-MS, 面积归一化

广柑是甜橙的另一种称呼, 甜橙是柑橘的一种, 柑橘加工产生了约占鲜重 40%~50% 的皮渣。国内外对皮渣的综合利用进行了大量的探索和研究。其中, 提取香精油是柑橘皮渣综合利用的重要途径之一。提取的香精可用于食品行业, 也可应用于药品和日化行业。对于柑橘类香精油的成分分析国内外都有报道, 都采用国外进口仪器。本文利用国产的 GC-MS 3100 对甜橙提取精油进行成分分析, 以扩大国产气质联用仪的应用范围。

1 实验部分

1.1 仪器及材料

气质联用仪 (GC-MS3100 北京东西分析仪器有限公司), 同时蒸馏萃取装置, 旋转仪, 过滤装置。测试样品广柑。

1.2 分析条件

色谱条件: DB-5MS 毛细管柱 (30m×0.25mm×0.25 μ m); 进样方式: 分流进样; 分流比: 50:1; 进样量: 0.4 μ L; 载气为 He (99.999%); 柱前压: 0.1MPa; 柱流量: 1.0 ml/min; 进样口温度: 230 $^{\circ}$ C; 柱箱升温程序: 40 $^{\circ}$ C 保持 10min; 以 10 $^{\circ}$ C /min 升温至 230 $^{\circ}$ C, 保持 3min。

质谱条件: EI 源; 电子能量: 70eV; 离子源温度: 210 $^{\circ}$ C; 接口温度: 230 $^{\circ}$ C; 扫描方式: 全扫描; 扫描范围: 30~350amu; 倍增器高压: 1200 V。

2 结果与讨论

本文采用同时蒸馏萃取法提取广柑油中挥发性有机物, 馏出液用旋转蒸发仪浓缩, 然后进 GC-MS 分析, NIST 标准谱库检索结合人工谱图解析进行定性, 峰面积归一化法确定各组分的相对百分含量; 总离子流图见图 1, 分析结果见表 1, 共鉴定出 18 种组分, 部分组分质谱图及检索结果见附录 1。

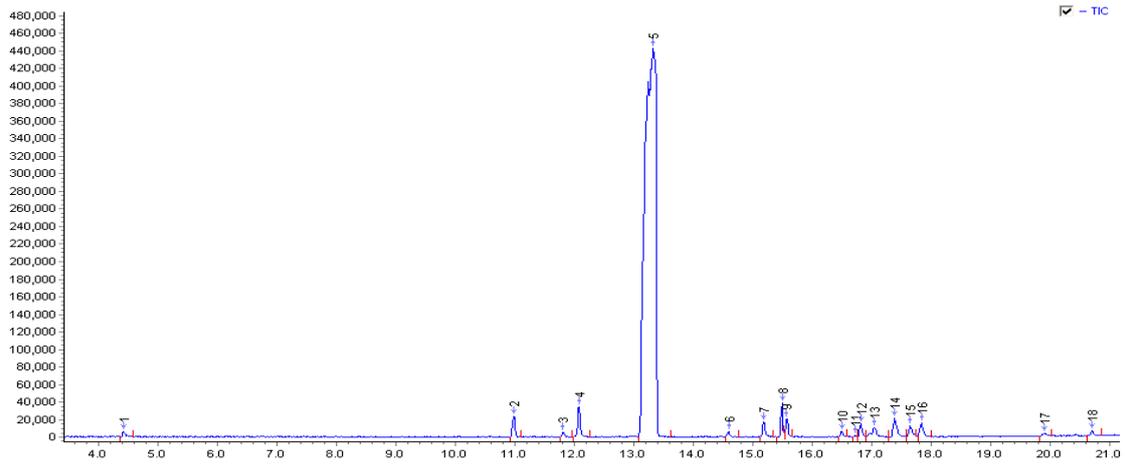


图 1 广柑油挥发性成分分析总离子流图

表 1 广柑油挥发性成分分析结果

峰号	化合物名称	保留时间 min	相对含量/%	相似度/%
1	Ethanol	4.43	0.29	90
2	1R-.alpha.-Pinene	10.98	1.07	89
3	.beta.-Phellandrene	11.81	0.23	84
4	.beta.-Myrcene	12.08	1.71	90
5	Bicyclo[4.3.0]nonane, 3-methylene-	13.32	88.26	91
6	1,6-Octadien-3-ol, 3,7- dimethyl-	14.59	0.33	87
7	trans-p-Mentha-2,8- dienol	15.18	0.89	86
8	7- Oxabicyclo[4.1.0]heptan e, 1-methyl-4-(1-methylethenyl)-	15.50	1.03	88
9	Limonene oxide, trans-	15.57	0.69	89
10	2-Isopropenyl-5- methylhex-4-enal	16.50	0.26	83
11	Cyclohexanol, 2- methylene-5-(1- methylethenyl)-	16.73	0.04	81
12	3-Cyclohexene-1- methanol, .alpha.,.alpha.4- trimethyl-	16.81	0.72	83
13	2-Cyclohexen-1-ol, 3- methyl-6-(1- methylethyl)-, cis-	17.04	0.93	86
14	2-Cyclohexen-1-ol, 2- methyl-5-(1- methylethenyl)-, cis-	17.39	1.36	88
15	Carveol 2	17.65	0.74	86
16	2-Cyclohexen-1-one, 2- methyl-5-(1- methylethenyl)-	17.83	0.88	89
17	1,2-Cyclohexanediol, 1- methyl-4-(1- methylethenyl)-	19.90	0.25	80
18	2,6-Octadien-1-ol, 3,7- dimethyl-, acetate, (Z)-	20.70	0.28	81

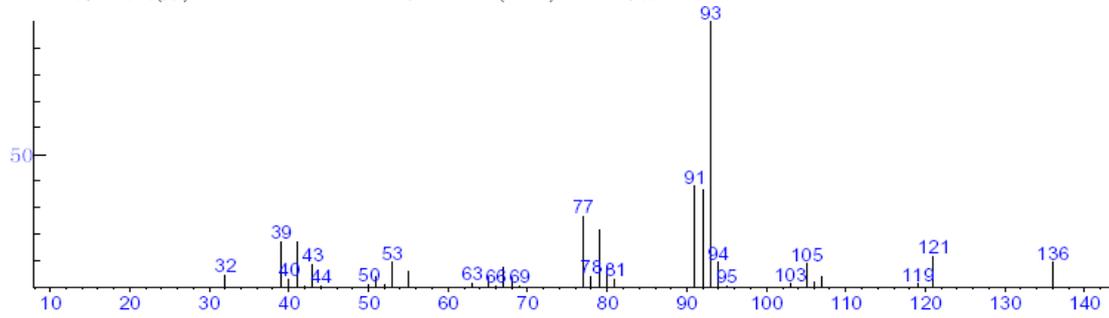
3 结论

本文应用气质联用仪对广柑的同时蒸馏萃取物进行了成分分析，共分离鉴定了 18 个峰，其中主要成分为 Bicyclo[4.3.0]nonane, 3-methylene-，与文献报道有出入，需进一步实验分析其原因。

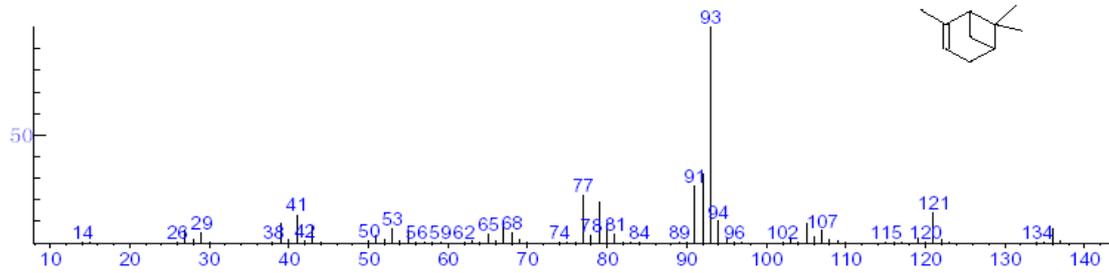
附录:

部分色谱峰对应质谱图及检索结果。

未知物2: 时间(分):10.95->10.99-10.92 基峰:m/z 93.2(4438) Peak:2 扫描点:764->767-762

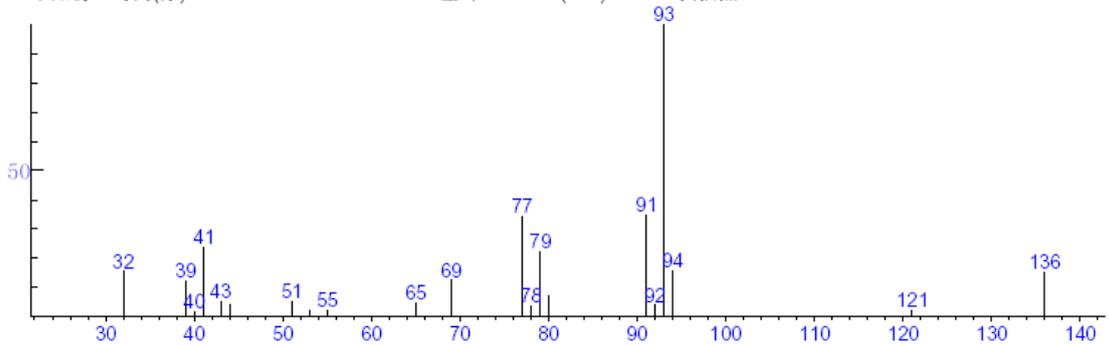


1R- α -Pinene
LibID:-1 分子式:C₁₀H₁₆ 分子量:136 离子数量:74
SI%:89 CAS#:7785708 NIST#:236141

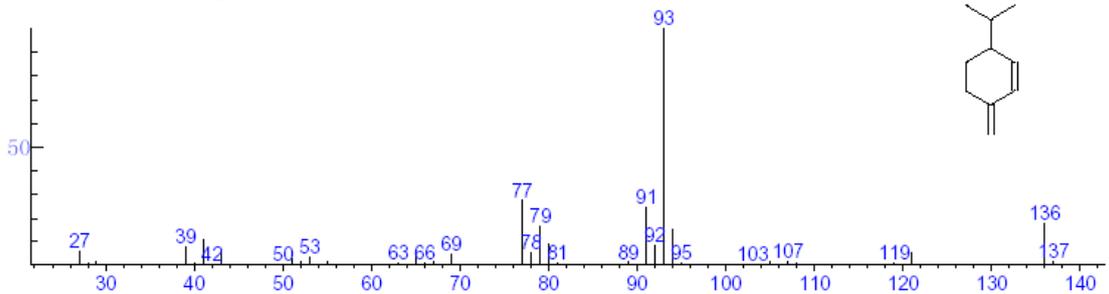


附图1 2号峰质谱图及检索结果

未知物3: 时间(分):11.78->11.83-11.75->11.78 基峰:m/z 93.2(916) Peak:3 扫描点:822->825-820->822

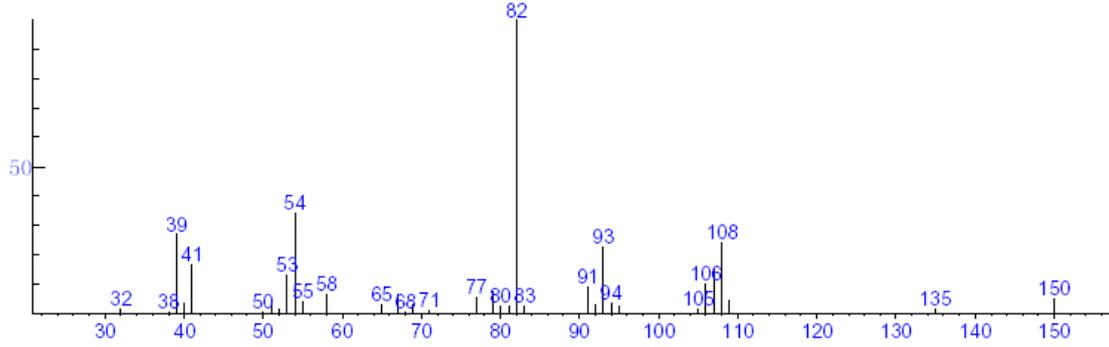


β -Phellandrene
LibID:-1 分子式:C₁₀H₁₆ 分子量:136 离子数量:40
SI%:84 CAS#:555102 NIST#:151434

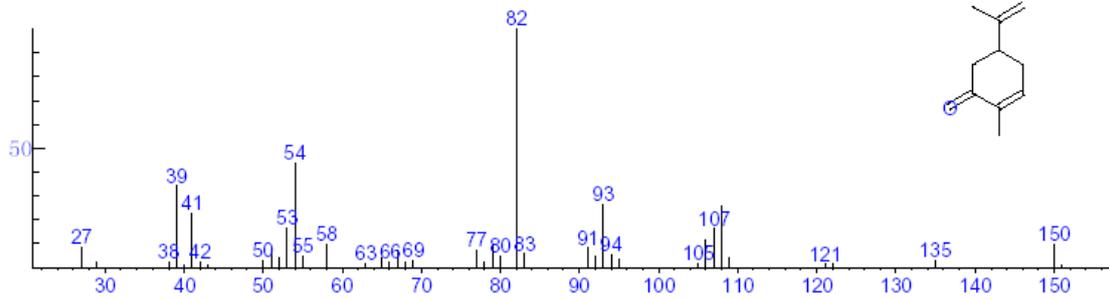


附图2 3号峰质谱图及检索结果

未知物16: 时间(分):17.80->17.85-17.78 基峰:m/z 82.1(3243) Peak:16 扫描点:1242->1245-1240



2-Cyclohexen-1-one, 2-methyl-5-(1-methylethenyl)-
LibID:-1 分子式:C₁₀H₁₄O 分子量:150 离子数量:42
SI%:89 CAS#:99490 NIST#:249278



附图3 16号峰质谱图及检索结果