

利用自动顶空冷阱捕集和 GC-MS 系统 对食品和饮料中的二丁基羟基甲苯（BHT）进行筛选

这项研究表明，使用新型 Centri® 自动化多模式采样和浓缩系统进行气相色谱-质谱法（GC-MS）数据采集分析，可用于筛选食品和饮料中的痕量添加剂（BHT）。本应用研究了早餐谷物和茶冲剂，并且在两种样品中以 ng / g 水平检测到抗氧化剂 BHT，以及一系列芳香化合物。

二丁基羟基甲苯（BHT，抗氧剂 264）是添加到食品中的一种抗氧化剂，可以减缓氧化速率，而氧化速率是造成食品变质的主要因素。这种抗氧化剂还广泛用于化妆品、制药和工业用油。尽管美国食品和药物管理局将 BHT 列为“GRAS”（一般认为是安全的），但由于对健康风险的不确定性，在食品中使用 BHT 引起了一些关注，这导致对该物质需要继续进行监测。

在这项研究中，我们演示了在两种食品（一种基于水稻的早餐麦片和一种红茶冲剂）中使用顶空冷阱捕集采样的新型 Centri 自动化多模式平台联合 GC-MS 进行 BHT 的全自动采样和检测。

顶空采样色谱图（图 1）显示了两个样品中 BHT 的检测，红茶冲剂也显示了大量的芳香化合物。这些包括乙醛（# 3）和反-2-己烯醛（# 5）作为主要成分，它们为茶提供“绿色/草茶，以及 α -紫罗兰酮（# 29）和 β -紫罗兰酮（# 30），这些微量成分具有低气味阈值和显着的“木质/花香”香气。



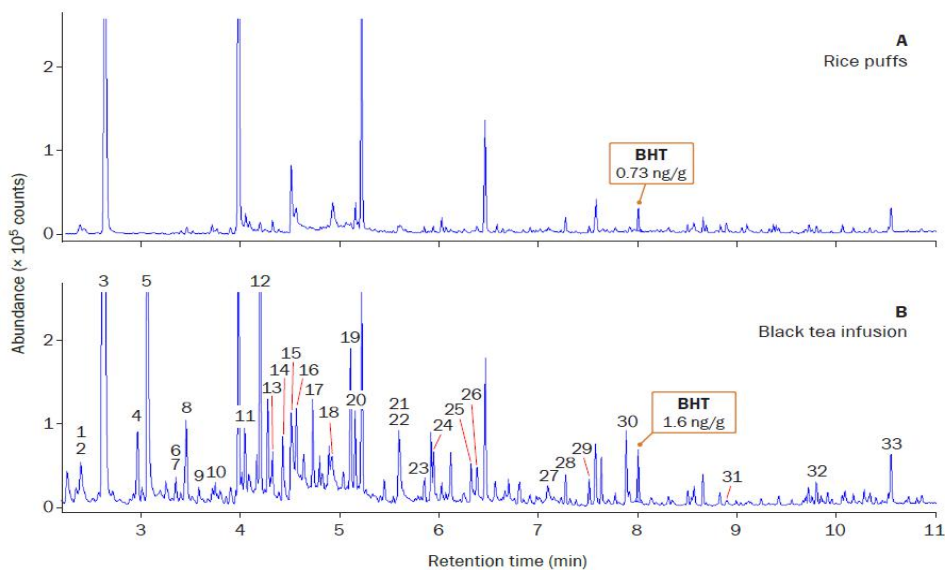
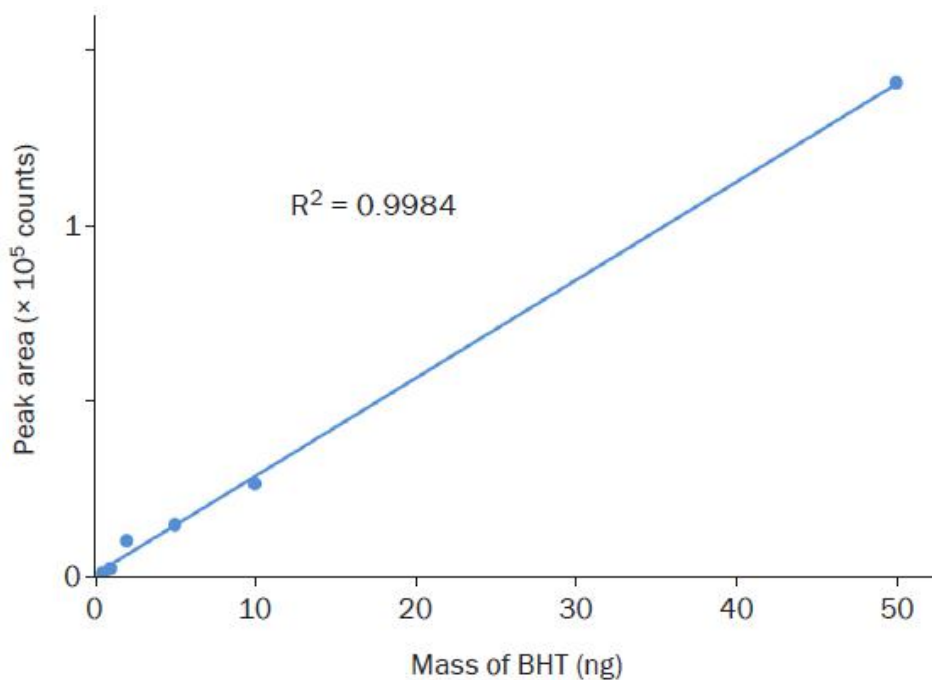


图 1 (A) 大米泡芙和 (B) 红茶冲剂的顶空色谱图。

这两种产品均含有 BHT，并且红茶冲剂中含有大量芳香化合物。

- | | | | | |
|-------------------|------------|--------------------|-----------------|------------------|
| 1、甲苯 | 2、正庚醇 | 3、己醛 | 4、糠醛 | 5、反-2-己烯醛 |
| 6、2-正丁基呋喃 | 7、2-庚酮 | 8、庚醛 | 9、2-乙基苯酚 | 10、 α -蒎烯 |
| 11、苯甲醛 | 12、2-正戊基呋喃 | 13、辛醛 | 14、反,反-2,4-庚二烯醛 | |
| 15、异辛醇 | 16、柠檬烯 | 17、苯乙醛 | 18、苯乙酮 | |
| 19、芳樟醇 | 20、壬醛 | 21、辛酸 | 22、正壬醇 | |
| 23、正十三烷 | 24、癸醛 | 25、壬酸 | 26、反-2-癸烯醛 | |
| 27、2-十一碳烯醛 | 28、正十五烷 | 29、 α -紫罗兰酮 | | |
| 30、 β -紫罗兰酮 | 31、苯甲酮 | 32、正十五烷醛 | 33、邻苯二甲酸二异丁酯 | |



BHT 的定量基于 1 – 50ng 的 6 点校准曲线（图 2），表明大米泡芙中 BHT 的浓度为 0.73 ng/g，红茶冲剂中 BHT 的浓度为 1.6 ng/g。

结合这两种物质的分析特点，使顶空采样具有低于毫微克（数量级）的灵敏度：

- 与不使用分析物聚焦的顶空方法相比，使用分析物重新聚焦于 Centri 聚焦冷阱可以获得更好的 GC-MS 峰形。
- 使用 2:1（非常低）分流比进样意味着将大部分样品送至 GC-MS。在许多冷阱系统中，使用如此低的分流比会导致峰形较差，但使用 Centri 可以避免这种情况，因为聚焦冷阱的优化设计和高效的反向解吸。

综上所述，我们已经证明了 Centri 能够对食品和饮料进行高灵敏度的顶空冷阱采样分析，以改进对痕量添加剂和芳香化合物的检测。这种能力由 Centri 提供的其他采样模式补充——HiSorb 大容量吸附提取、顶空和 SPME——所有这些模式都可以从常温模式（无需冷冻技术）中有效采集样品，从而提高灵敏度。此外，（在一个序列中）通过允许使用不同进样模式对多个样品类型进行无人值守的分析，Centri 极大地提高了实验室的分析效率以及样品吞吐量。

Centri® 的背景

Markes 国际公司的 GC-MS Centri 是第一个（具有高的灵敏度、无需人值守的）集中分析固体、液体和气体样品中 VOCs 和 SVOCs 采样和预浓缩的平台。

Centri 包括 HiSorb™ 大容量吸附萃取，顶空，SPME 和采样管热脱附。领先的自动化技术和分析捕获技术用于提高样品吞吐量并最大限度地提高灵敏度，适用于各种应用——包括食品，饮料和香料产品的分析，环境监测，临床研究和法医分析。

此外，Centri 允许任何进样模式下被分离的样品，重新收集到干净的吸附剂管上，避免了重复冗长的样品提取过程并提高有价值样品的安全性等诸多好处。

有关 Centri 的更多信息，请访问 www.phky.com.cn。





实验

样品

大米泡芙：1g

红茶冲剂：1 g 干的红茶冲剂溶于 10 mL 水

顶空冷阱模块

仪器：Centri (Markes International)

样品平衡时间：80°C 搅拌 30min (在 300 rpm 的转速下)

进样体积：顶空进样 1 mL

冷阱：U-T12ME-2S

冷阱流速：50 mL/min

冷阱解析：40°C 到 290°C 保持 3 min

分流流速：2 mL/min

传输线温度：180° C

GC

色谱柱：BP-5MS™ 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

柱流速：2 mL/min

升温程序：35°C (5 min), 10°C/min to 150°C (1 min), 30°C/min to 280°C (5 min)

进样口温度：220°C

辅助加热器：280°C

MS

扫描范围：大米泡芙 m/z 35 - 300

红茶冲剂 m/z 45 - 350

离子源温度：大米泡芙 250°C

红茶冲剂 300°C

传输线温度：290°C

BHT 的定量离子：m/z 205；定性离子：m/z 220

软件

TargetView™ GC-MS 软件 (Markes International) 用于选择性地去除不需要的背景噪声并对分析物峰进行去卷积，从而在随后的自动比较过程中改进对低水平分析物的识别，与从 NIST 2017 数据库中的光谱生成的定制库进行比较。

Centri®、HiSorb™、Micro-Chamber 和 TargetView™ 是 Markes International 的商标。BP5MS™ 是 SGE Analytical Science (Trajan Scientific) 的商标。

应用是在规定的分析条件下进行的。在不同条件下的操作，或具有不相容的样本矩阵，可能会影响所示的性能。

