

## APPLICATION NOTE



## 赛里安 HT3 顶空进样器 分析橄榄油中苯系物（BTEXS）的含量

### 前言

食用橄榄油作为健康饮食的一部分，对健康的好处可以追溯到 20 世纪 50 年代中期。在 20 世纪 90 年代末，对橄榄油其他成分的研究，包括测定苯、甲苯、乙苯、二甲苯和苯乙烯(BTEXS)的浓度。其中一些化合物是自然产生的，而另一些可能是通过加工橄榄油引入的。

由于橄榄油的天然来源，最近的方法已用于测定存在的苯、甲苯、乙苯、二甲苯和苯乙烯(苯系物)的量。这些方法推荐使用静态顶空技术从各种橄榄油中提取苯系物，使用多种技术，包括不同的样品大小，选择离子监测，和用特氟龙涂层搅拌棒搅拌密封样品，以达到这些化合物的最低可检测水平。

本应用将探讨 HT3 的静态和动态方法检测各种橄榄油中苯系物的能力。采用静态法对橄榄油风味和香气的挥发性风味化合物进行表征，动态方法用于低浓度的挥发性有机化合物，如苯系物，并提高低检测水平的信噪比，HT3 允许以同一顺序执行这两种方法。



实验条件

SCION 8300 GC 和 8700 SQ 联用，配备 8400PRO 自动进样器，SCION HT3 顶空进样器。



进样口	分流流量 15 ml/min, 200 °C	
色谱柱	SCION-624MS	
程序升温	35°C (2 min), 10°C/min to 130°C, 20°C/min to 240°C (2 min)	
载气	氦气	
柱流量	1.5 ml/min	
自动进样器	8400PRO	
工作站	Compass CDS/ MSWS/ HT3 Teklink	
质谱传输线温度	230 °C	
离子源温度	230 °C	
离子源类型	EI	
扫描开始	0.5	
扫描模式	Full Scan	
HT3	静态值	动态值
阀箱温度	140°C	170 °C
管路温度	140°C	180 °C
样品温度	90°C	90 °C
样品平衡时间	20min	10min



标准样品制备

7 种不同的橄榄油样品从当地市场获得。其中三种被鉴定为 S1，来自同一家制造商，含有淡味、纯橄榄油和特级初榨橄榄油。剩下的四种橄榄油都是来自不同生产商的特级初榨橄榄油，其中一种被贴上了有机标签。其中六种橄榄油是用玻璃容器包装的。其中一种贴着 S2 标签，装在塑料容器里。所有橄榄油的标签上都标明了原产国，详见表 2。

表 2

供应商	包装	品级	橄榄油来源	包装来源
S1	透明玻璃	淡香	意大利	意大利
S1	透明玻璃	纯	意大利、西班牙	意大利
S1	透明玻璃	特级初榨	西班牙、突尼斯	意大利
S2	透明 PET 塑料	特级初榨	西班牙、突尼斯	
S3	透明玻璃	特级初榨	意大利、西班牙、希腊、突尼斯	
S5	深绿色玻璃	有机特级初榨	意大利	

静态和动态顶空方法的苯系物峰面积，峰面积归一化到每个橄榄油样品的最大峰面积，归一化峰面积数据如表 3 所示。

表 3

组分	方法	S1 淡香	S1 纯	SI 特级初榨	S2	S3	S4	S5
苯	静态	100.0	35.8	13.5	14.4	18.3	12.8	15.7
	动态	100.0	67.4	51.7	57.7	77.7	42.4	73.5
甲苯	静态	11.6	25.7	68.6	37.0	100.0	48.2	28.4
	动态	6.9	22.5	65.8	42.2	100.0	48.0	32.0
乙苯	静态	0.0	34.0	36.5	23.0	100.0	50.1	42.1
间、对二甲苯	静态	1.8	21.0	46.4	32.5	100.0	55.7	14.1
	动态	4.0	29.6	46.9	32.9	100.0	57.4	18.3
邻二甲苯	静态	0	26.0	45.2	29.8	100.0	54.4	15.8
苯乙烯	静态	0.0	4.4	100.0	17.1	15.3	51.8	10.7
	动态	0.8	11.0	100.0	19.2	16.8	54.2	14.8



在橄榄油样品中加入一种标准物质，其中含有苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯和苯乙烯，以确定这些化合物的保留时间。在 22mL 顶空小瓶的 10g 橄榄油中加入 1μL 的 2000μg/mL 标准溶液。所有静态和动态橄榄油顶空瓶在 HT3 和 SCION GC/MS 系统上按单个序列进行分析，参数见表 1。采用总离子色谱法对样品中的苯系物进行定量，表 4 列出了化合物定量离子及定性离子。

表 4

组分	Primary Quantitation ion m/z	Secondary Confirmation ion m/z
苯	79	77, 51
甲苯	91	92, 65
乙苯	91	106, 105
间对二甲苯	106	91, 105
邻二甲苯	106	91, 105
苯乙烯	104	103, 78

实验结果

用质谱软件对 78m/z、91m/z、104m/z 和 106m/z 的苯系物离子进行求和，得到求和离子色谱(SIC)。比较了各橄榄油样品静态顶空法和动态顶空法的 SIC 值。图 2 到图 6 是这些对比图。动态顶空法对橄榄油中这些化合物的灵敏度至少是静态顶空法的 100 倍。

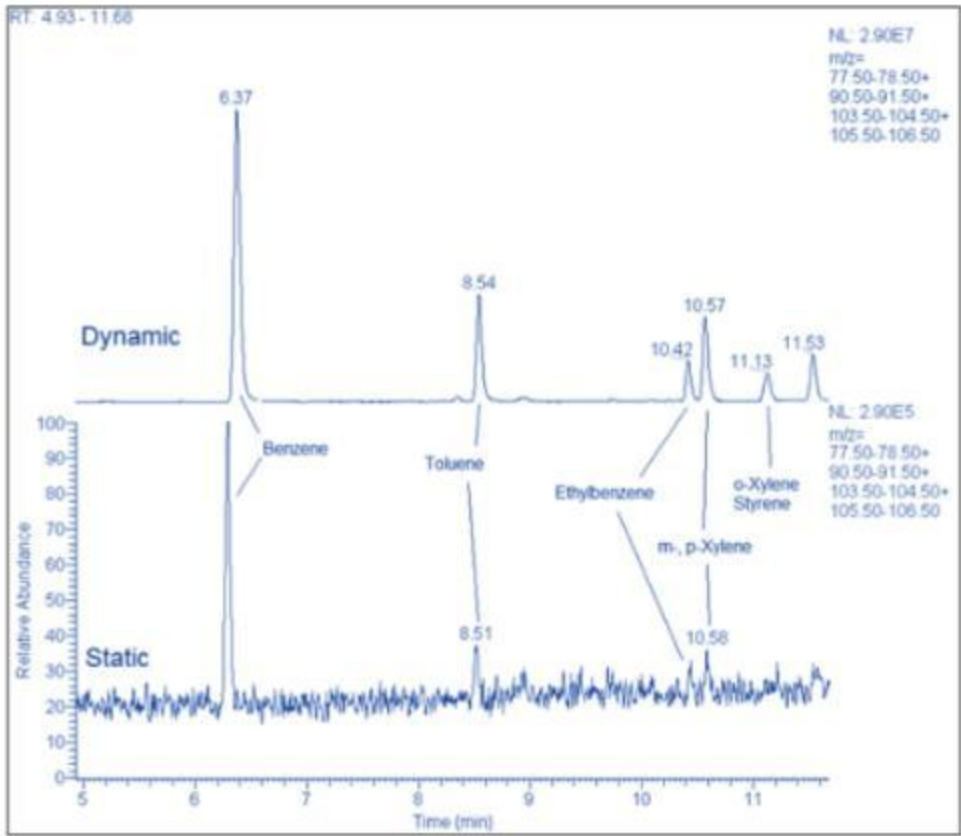


图 2 淡香橄榄油样品 S1 苯系物离子的静态和动态加总离子色谱图比较

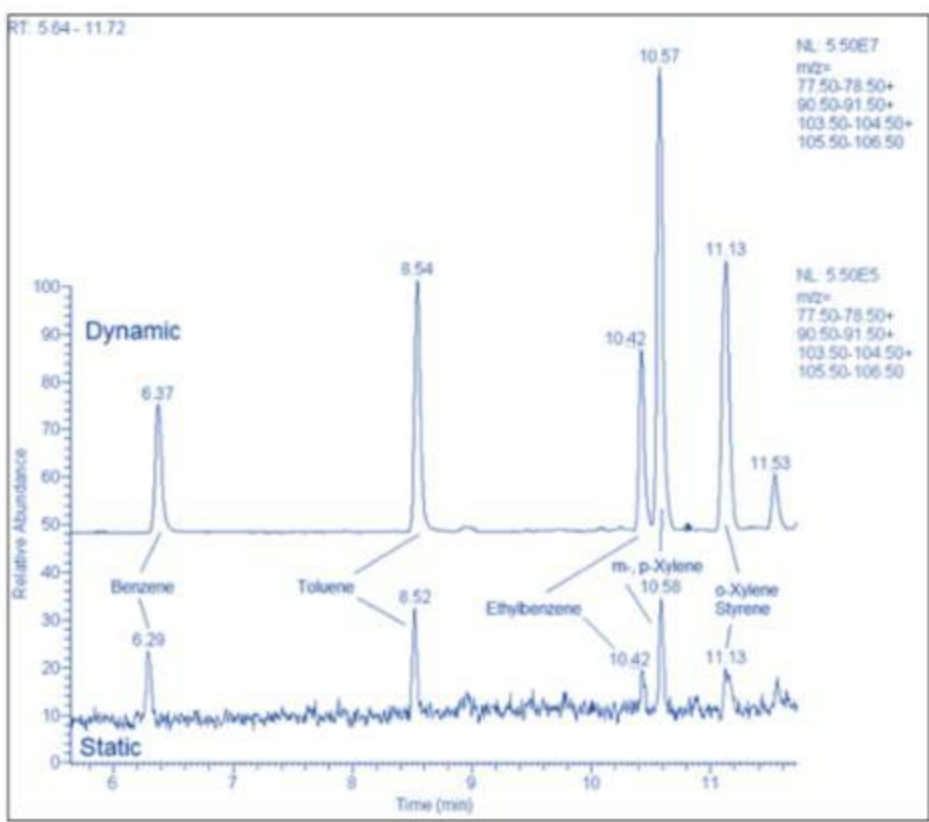


图 3 S1 纯橄榄油样品 S1 苯系物的静态和动态聚合离子色谱图比较



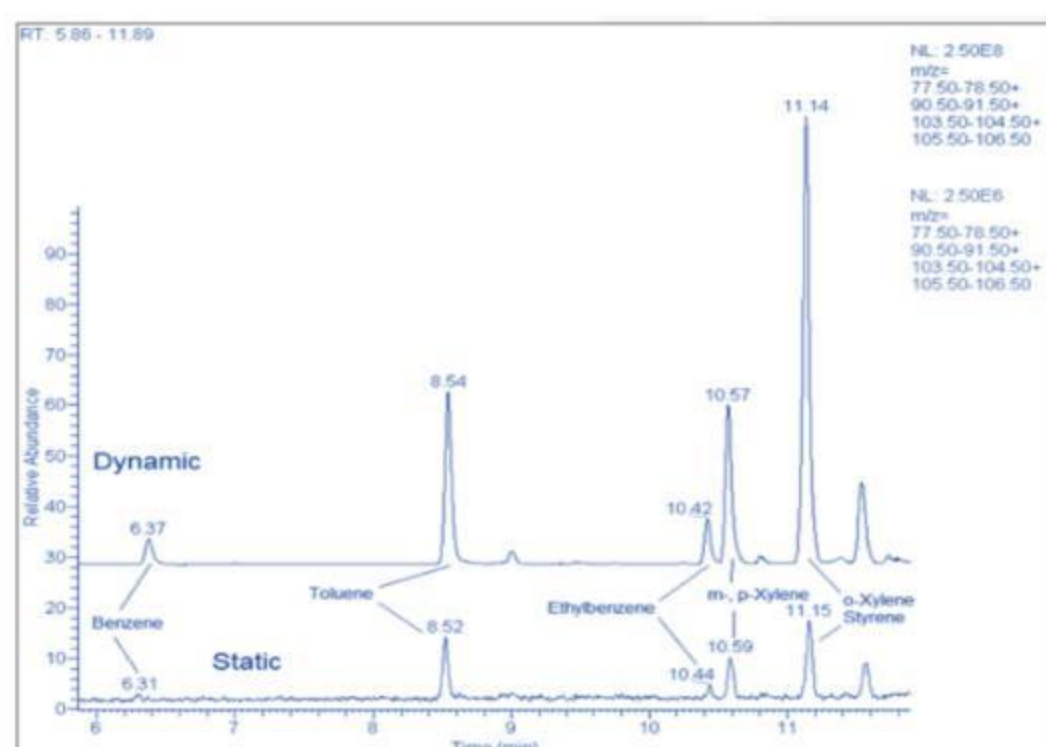


图4 特级初榨橄榄油样品 S1 苯系物离子的静态和动态总离子色谱图的比较

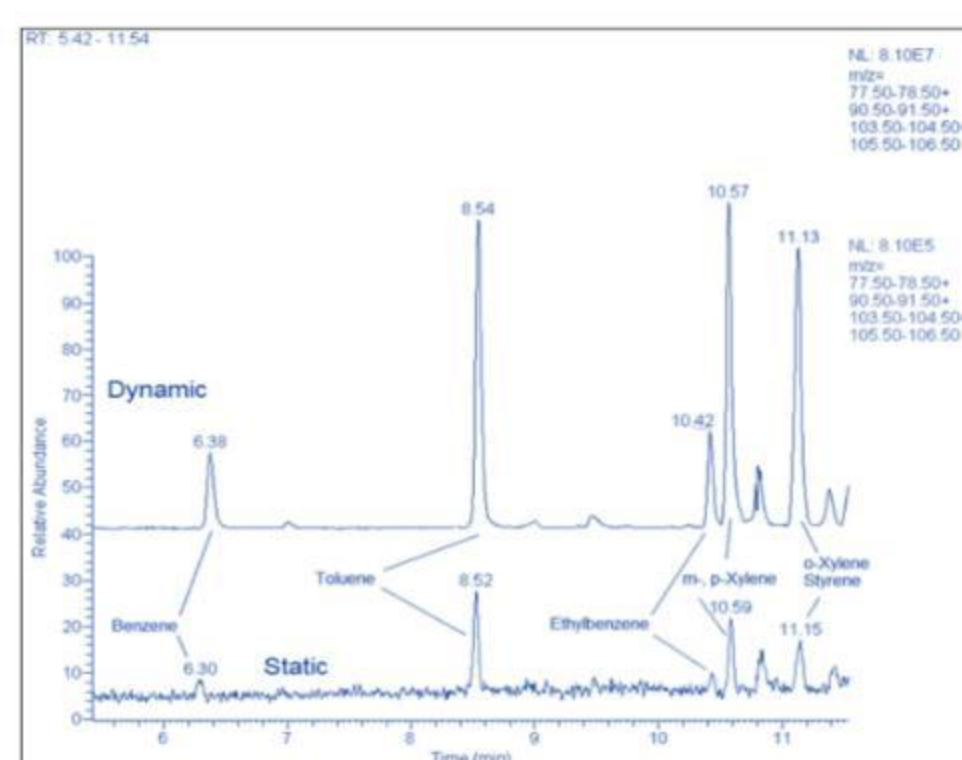


图5 PET 瓶特级初榨橄榄油样品 S2 苯系物的静态和动态总离子色谱图比较

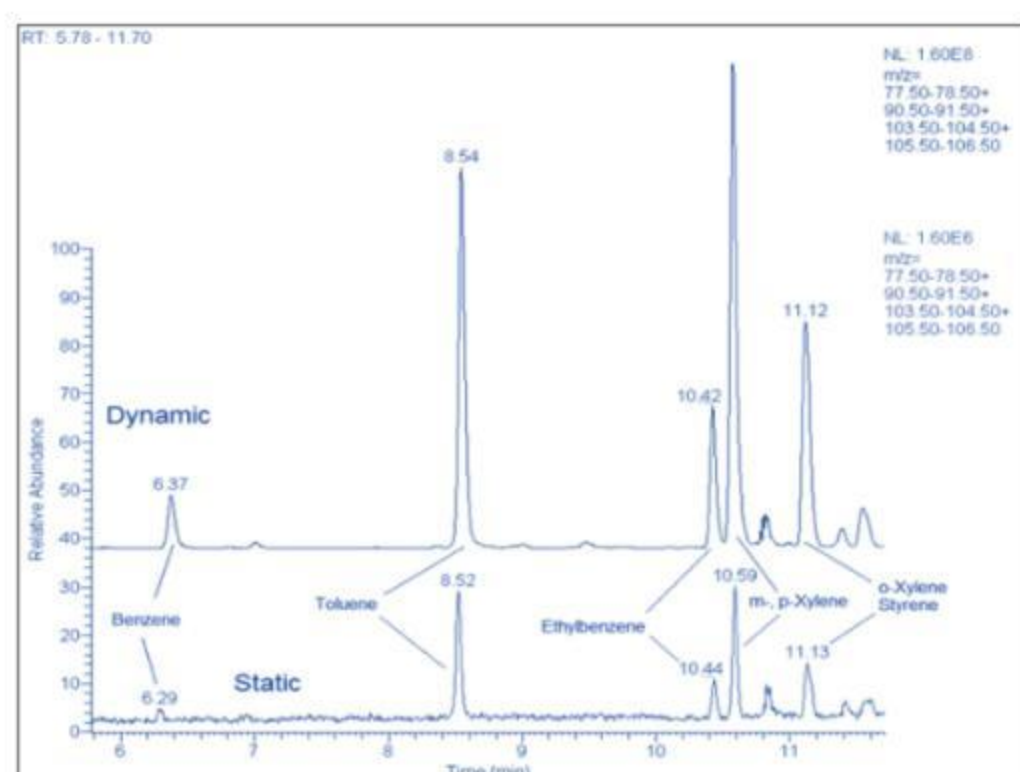


图6 特级初榨橄榄油样品 S3 苯系物的静态动态总离子色谱图的比较

## 结论

近年来，在橄榄油样品中发现了痕量的苯系物，采用气质联用 SIM 方式监测静态顶空法测定橄榄油中苯系物的含量。SCION HT3 是一种灵活的仪器，可以对包括橄榄油在内的各种样品基质进行静态和动态顶空分析。7 个橄榄油样品同时测试了 HT3 对苯、甲苯、乙苯、二甲苯和苯乙烯的静态和动态模式。静态方式需要 10g 橄榄油，而动态方式需要 2g。

数据表明，除苯外，所有这些化合物的结果都相似。动态模式检测到 7 个橄榄油样品中有 6 个苯浓度更高。第七份橄榄油样本用于标准化峰面积数据。

动态方法也证明了所有化合物的信噪比增加，比静态方法的样品少 5 倍。该捕集阱还可以从橄榄油的其他基质效应中初步分离苯系物。

HT3 为橄榄油行业提供了对其产品进行静态和动态采样的能力。这使得他们能够在静态模式下检测橄榄油的挥发性风味化合物，然后在动态模式下检测低浓度的苯系物。



**400-810-7898**  
**[www.techcomp.cn](http://www.techcomp.cn)**  
**[www.techcomp.com.hk](http://www.techcomp.com.hk)**



天美集团官方网站



天美色谱微信