

# 使用配备氦气节省模块以进行载气切换的 Agilent 8850 气相色谱系统分析香草提取物的方法转换

## 作者

Jessica Kovach  
安捷伦科技有限公司

## 摘要

在全球的香料公司中，分析和了解香精与香料物质的成分是质量控制 (QC) 和研发 (R&D) 实验室工作的核心。本应用简报重点介绍了 Agilent 8850 单通道气相色谱仪的性能，它成功实施了用于详细分离研发实验室中所用香料的常用但耗时较长的气相色谱方法，以及适用于 QC 分析的快速方法。安捷伦方法转换软件为用户提供了在研发和 QC 等实验室之间转换色谱方法的简单工具<sup>[1]</sup>。使用氦气和氢气作为载气，演示了如何将耗时相对较长（50 分钟）的研发方法转换为快速（< 5 分钟）QC 方法。氦气节省模块被用作气体切换装置，以便在同一个采样序列中评估两种载气时实现高样品通量。氦气和氢气的效率分别提高了 10 倍和 14 倍，且不会影响分离的色谱属性或方法的精度和线性。最后，我们使用氢气作为载气，通过快速方法分析了三种受欢迎的市售产品：两种香草提取物和一种香草香料。应用于市售复杂基质产品的快速方法达到了预期的性能标准，同时展现了出色的分离效率。

## 前言

香精香料的吸引力每天都在影响着消费者购买产品的决策。随着对营养成分的关注加深，消费者开始逐渐避免使用天然和人工 (N&A) 成分配制的产品，转而选择天然甚至有机成分。香草是深受消费者习惯变化影响的香料品种。它是全世界最畅销的香料之一，广泛存在于绝大多数市售产品中<sup>[2]</sup>。最近香草豆面临着供需压力，使得生产高质量香草提取物作为独立产品在杂货店货架上销售或作为天然香草香精和香料的成分变得困难且成本高昂。在这些情况下，对香草提取物进行轻微掺假以扩大天然原料的供应变得极具吸引力；通常受到监测的香草掺杂物包括香豆素、乙基香草醛、丁香酚和愈创木酚<sup>[2,3]</sup>。

但掺假会影响美国食品药品监督管理局制定的香草提取物鉴定标准。因此，香料公司依靠 QC 实验室实施可靠且灵敏的分析技术，以筛查来料成分，确保从成分供应商处购买的材料符合预期纯度标准，从而尽快将成分用于即将生产的香料配方。通常采用研发实验室中采用的气相色谱方法，但由于色谱柱柱长、色谱柱直径和固定相的差异，难以统一研发和 QC 职能部门采用的方法。

安捷伦方法转换软件是统一气相色谱方法的实用工具，尤其是当每个实验室使用不同的气相色谱柱时，该软件内置于每个气相色谱系统中并可供下载<sup>[1]</sup>。该工具支持直接转换、考虑了要转换的两组色谱柱尺寸最佳效率的转换，以及速度增益转换选项。

本应用简报展示了如何将一种耗时的研发型方法转换为一种快速、高效的 QC 方法，以满足高样品通量和更简单的定量需求。展示了两组方法转换，一组使用氦气作为载气，另一组使用氢气作为载气。无论使用何种载气，要转换的初始方法都相同。分析标准品的精度和线性，以及在香草提取物中的应用都证明了转换的成功。

## 实验部分

### 化学品与试剂

购买了五种具有香草属性的化学品，它们存在于香草提取物或香草香料中，或可作为掺假物在香草提取物中检出。这些标准品包括香草醛 ( $\geq 97\%$ , FCC, FG)、乙基香草醛 ( $\geq 98\%$ , FCC, FG)、愈创木酚 ( $\geq 99\%$ , FG)、丁香酚 ( $\geq 99\%$ , FG) 和香豆素晶体，均购自 Sigma-Aldrich (St. Louis, MO, USA)。将无水癸烷 ( $\geq 99\%$ ) 作为内标，将无水 (200 proof) 乙醇 ( $\geq 99.5\%$ ) 作为制备标准品和香草提取物稀释液的溶剂，这两种化学品同样购自 Sigma-Aldrich。

三种常见品牌的香草提取物 — 纯香草提取物、有机香草提取物和香草香料 (人工香料) 购自在线零售商，然后将转换后的方法应用于这些仅需极少样品前处理的受欢迎市售产品。

氢气载气方法使用纯度规格为 99.9999% 的实验室氢气，氦气方法使用规格标准相似的实验室氦气。

使用多组分标准品进行了重现性研究，该标准品中每种分析物的含量均为 100 ppm，包括作为内标的癸烷，其含量同样为 100 ppm。然后，在稀释 10 倍的市售产品中，香草提取物的精度也得以体现。

在 10–100000 ppm (10% v/v) 的范围内，以 10 倍为增量进行了线性研究。用乙醇为五种分析物分别制备 100000 ppm 标准品。10、100、1000 和 10000 ppm 标准品由乙醇逐级稀释。每种标准品中均含有与分析物浓度相当的癸烷。

为定量分析从商店购买的香草提取物样品中的分析物，创建了 100–5000 ppm 的工作校准范围。使用之前在方法线性实验中使用的 1000 和 10000 ppm 溶液制备 500 和 5000 ppm 的多组分标准品。直接从之前制备的方法线性样品中将 100 和 1000 ppm 的等分溶液装入样品瓶。

## 仪器和方法

本研究的整个过程均在 Agilent 8850 气相色谱系统完成，该系统配备分流/不分流 (S/SL) 进样口、用于载气切换的氦气节省模块 (图 1) 和火焰离子化检测器 (FID)。使用氦气节省模块作为载气切换装置，用户可以将两种载气连接到模块的入口，从而根据序列中给定的方法确定向分流/不分流进样口提供哪种气体作为载气。



图 1. 安捷伦氦气节省模块，其中辅助气体通道支持氢气或氮气作为氦气的替代载气

将实验室氦气连接至氦气节省模块的氦气通道，将实验室氢气连接至氦气节省模块的辅助气体通道 (图 2)。输出通道直接与分流/不分流进样口的 EPC 的载气通道连接。

**A**

**B**

**C**

图 2. 在 Agilent 8850 本地用户界面上，用户可以在配置界面选择氦气节省模块上辅助通道的气体类型 (A)，启用模块控制进样口 (B)，然后在方法中选择要为特定分析向进样口提供的气体 (C)

连接两种载气的氦气节省模块简化了气相色谱仪的使用，在需要替代载气时无需手动配置和重新配置气体连接，此外还能在同一个序列中使用两种载气。这些优势既提高了灵活性，又提高了样品通量，从而优化了气相色谱系统在夜间和周末的使用。总体而言，氦气节省模块提高了实验室日常操作的效率。

### 色谱柱选择

方法转换始于 60 m × 0.25 μm, 320 μm 内径 (id) Agilent J&W DB-1 色谱柱。60 m DB-1 色谱柱是气相色谱进行香精和香料研发分析时常用的色谱柱类型。质量控制实验室更适合使用 10 m, 100 μm 内径色谱柱，以提高分析速度和效率，因此选择了 10 m × 100 μm 内径, 膜厚 0.1 μm 的 J&W DB-1 色谱柱。为了逐步演示方法转换，选择了两根额外的 J&W DB-1 色谱柱，并保持与 10 m × 100 μm 内径色谱柱相同的相比率。这两根额外的色谱柱规格分别为 20 m × 180 μm 内径, 0.18 μm 液膜厚度和 30 m × 250 μm 内径, 0.25 μm 液膜厚度。10、20 和 30 m 色谱柱的相比率保持恒定，为 249.25。表 1 显示了使用氦气和氢气作为载气时四根 DB-1 色谱柱的详细操作条件。图 3 展示了方法转换软件的使用，并展示了如何从最初的 50 分钟方法中转换得到不同色谱柱推荐的色谱条件。

表 1. 氦气和氢气载气的方法转换条件

| 参数     | 值  |   |
|--------|--|---|
| 气相色谱系统 | 配备 7693A 自动液体进样器的 Agilent 8850 气相色谱仪   |   |
| ALS    | 1 μL 进样量   |   |
|        | 溶剂 A = 异辛烷, 1 次预清洗, 1 次后清洗<br>溶剂 B = 异辛烷, 1 次预清洗, 1 次后清洗, 1 次样品清洗, 排气泡 6 次<br>分流/不分流进样针: 10 μL (部件号 G4513-80203)   |   |
| 进样口    | 325 °C<br>隔垫吹扫流速: 3 mL/min<br>1) 25:1 分流比<br>2) 25:1 分流比<br>3) 50:1 分流比<br>4) 200:1 分流比  |   |
|        | - 进样口隔垫, 高级绿色, 不粘连 (部件号 5190-3158)<br>- 低压降分流衬管 (部件号 5183-4647)<br>- 用于气相色谱毛细管柱的柱螺帽 (部件号 5181-8830)<br>- 色谱柱连接 — 6 mm, 使用石墨密封垫圈工具 (部件号 G3440-80217)  |   |
| 氦气节省模块 | - 输出通道连接至分流/不分流 EPC<br>- 辅助气体节省通道连接至实验室氢气 (H <sub>2</sub> )<br>- 氦气通道连接至实验室氦气 (He)   |   |
| 色谱柱    | 1) Agilent J&W DB-1 60 m × 320 μm, 0.25 μm (5 英寸柱架) (部件号 123-1062E)<br>石墨密封垫圈, 适合 0.1–0.32 mm 色谱柱 (部件号 5080-8853)  |   |
|        | 2) Agilent J&W DB-1 30 m × 250 μm, 0.25 μm (5 英寸柱架) (部件号 123-1032E)<br>石墨密封垫圈, 适合 0.05–0.25 mm 色谱柱 (部件号 500-2114)  |   |
| 色谱柱    | 3) Agilent J&W DB-1 20 m × 180 μm, 0.18 μm (5 英寸柱架) (部件号 123-1022E)<br>石墨密封垫圈, 适合 0.05–0.25 mm 色谱柱 (部件号 500-2114)  |   |
|        | 4) Agilent J&W DB-1 10 m × 100 μm, 0.10 μm (5 英寸柱架) (部件号 123-1012E)<br>石墨密封垫圈, 适合 0.05–0.25 mm 色谱柱 (部件号 500-2114)  |   |
| 柱温箱    | 恒定流速 (He):   | 恒定流速 (H <sub>2</sub> ):   |
|        | 1) 1 mL/min<br>2) 1 mL/min (最佳柱效转换)<br>3) 0.72 mL/min<br>4) 0.4 mL/min   | 1) 1 mL/min<br>2) 1.25 mL/min (最佳柱效转换)<br>3) 0.90 mL/min<br>4) 0.5 mL/min |
| 柱温箱    | <b>He 载气参数:</b><br>1) 40 °C (保持 0 min), 以 5 °C/min 升至 280 °C (保持 2 min); 运行时间 = 50 min<br>2) 40 °C (保持 0 min), 以 12.556 °C/min 升至 280 °C (保持 0.8 min); 运行时间 = 19.91 min<br>3) 40 °C (保持 0 min), 以 21.136 °C/min 升至 280 °C (保持 0.48 min); 运行时间 = 11.84 min<br>4) 40 °C (保持 0 min), 以 51.36 °C/min 升至 280 °C (保持 0.2 min); 运行时间 = 4.87 min   |   |
|        | <b>H<sub>2</sub> 载气参数:</b><br>1) 40 °C (保持 0 min), 以 5 °C/min 升至 280 °C (保持 2 min); 运行时间 = 50 min<br>2) 40 °C (保持 0 min), 以 14.756 °C/min 升至 280 °C (保持 0.68 min); 运行时间 = 16.94 min<br>3) 40 °C (保持 0 min), 以 27.109 °C/min 升至 280 °C (保持 0.37 min); 运行时间 = 9.22 min<br>4) 40 °C (保持 0 min), 以 69.974 °C/min 升至 280 °C (保持 0.14 min); 运行时间 = 3.57 min<br><br>* 可选: 在 280–325 °C 之间增加第二个升温程序, 升温速率为 60 °C/min, 进行运行中色谱柱烘烤, 以代替运行后烘烤<br><br>柱温箱平衡时间 = 1 分钟<br>运行后烘烤 = 325 °C 持续 2 分钟 (* 色谱柱烘烤可选) |   |
| FID    | 300 °C, H <sub>2</sub> = 30 mL/min, 空气 = 400 mL/min, N <sub>2</sub> = 25 mL/min<br>通用 0.011 英寸内径 FID 喷嘴 (部件号 5200-0176)  |   |
| 数据采集速率 | 20 Hz  |   |
| 序列进样   | 通过 10 次进样评估 3 天的日间精度; 先后进行氦气进样和氢气进样  |   |
|        | 在线性和工作校准中, 每个浓度水平进样 4 次; 先后进行氦气进样和氢气进样   |   |
|        | 每个香草提取物样品进行六次进样; 先后进行氦气进样和氢气进样   |   |

采用方法转换器转化好的方法，分别在四根色谱柱上对香草分析物标准品进行日间精度评估。通过 30 m 和 10 m DB-1 色谱柱验证了线性，展示了在分析方法中，使用大内径到小内径色谱柱和速度增益时，进样器和检测器在香草分析物的工作浓度范围内的线性。将转换后的 10 m 色谱柱方法应用于香草提取物和香料的实际样品，以提高实际样品的分析精度。对这些香草提取物产品中的五种分析物进行了工作校准和定量分析。

Method Translator

Speed gain: 13.9948

Translate

**Best Efficiency**

Last file imported:

### Original Method Parameters

Gas: H2

Length (m): 60 m

Inner Diameter (µm): 320 µm

Film Thickness (µm): 0.25 µm

Phase Ratio: 319.25

Inlet Pressure (gauge): 4.6893 psi

Outlet Flow (mL/min): 1 mL/min

Average Velocity (cm/s): 18.712 cm/sec

Outlet Pressure (abs): 14.696 psi

Holdup Time: 5.3442 min

Outlet Velocity (cm/s): 21.766 cm/sec

### Calculated Method Parameters

Gas: H2

Length (m): 10 m

Inner Diameter (µm): 100 µm

Film Thickness (µm): 0.10 µm

Phase Ratio: 249.25

Inlet Pressure (gauge): 25.49 psi

Outlet Flow (mL/min): 0.5 mL/min

Average Velocity (cm/s): 55.902 cm/sec

Outlet Pressure (abs): 14.696 psi

Holdup Time: 0.29814 min

Outlet Velocity (cm/s): 111.44 cm/sec

Pressure Units: PSI

Original Column Capacity: 3.51

Translated Column Capacity: 0.10

The column capacity of the translated method is 3% of the original column capacity. You may need to adjust your injection volume.

Isothermal

**Ramps**

1

| #    | Ramp Rate (°C/min) | Final Temp (°C) | Final Time (min) |
|------|--------------------|-----------------|------------------|
| Init |                    | 40              | 0                |
| 1    | 5                  | 280             | 2                |

Total Run Time: 50.00 min

| #    | Ramp Rate (°C/min) | Final Temp (°C) | Final Time (min) |
|------|--------------------|-----------------|------------------|
| Init |                    | 40              | 0                |
| 1    | 69.974             | 280             | 0.14             |

Total Run Time: 3.57 min

图 3. 显示使用最佳柱效确定在氢气载气条件下将 60 m DB-1 转换为 10 m DB-1 方法参数的方法转换器软件屏幕截图

## 结果与讨论

### 方法转换

如 100 ppm 多组分标准品的色谱图 (图 4) 所示, 对于本研究使用的四根色谱柱, 五种目标化合物在两种载气条件下均出现良好的色谱峰形和基线分离。使用 60 m DB-1 和 10 m DB-1 时, 目标分析物的分离度值分别为 > 4 和 > 3.5 (表 2)。使用氦气载气进行方法转换后, 分析速度提高了 10 倍, 而使用氢气载气进行方法转换后, 分析速度提高了 14 倍 (图 3)。不管使用哪一种载气, 实验室都可以在保持相同洗脱顺序的情况下显著地提高分析效率。

表 2. 使用氢气载气将 60 m 色谱柱方法转换为 10 m 色谱柱方法后的 100 ppm 香草分析物的分离度

| 化合物       | 60 m 保留时间 (min) | 平均分离度 (H <sub>2</sub> 载气) (n = 10) | 10 m 保留时间 (min) | 平均分离度 (H <sub>2</sub> 载气) (n = 10) |
|-----------|-----------------|------------------------------------|-----------------|------------------------------------|
| 癸烷 (ISTD) | 16.254          | 88.995                             | 1.260           | 16.471                             |
| 愈创木酚      | 18.092          | 25.169                             | 1.401           | 18.403                             |
| 丁香酚       | 25.574          | 97.835                             | 1.962           | 69.526                             |
| 未知杂质      | 25.858          | 3.725                              | n.d.            | n.d.                               |
| 香草醛       | 26.165          | 4.024                              | 2.010           | 5.818                              |
| 香豆素       | 27.160          | 12.183                             | 2.088           | 9.175                              |
| 乙基香草醛     | 27.678          | 6.444                              | 2.122           | 3.979                              |

\* n.d. = 未检出

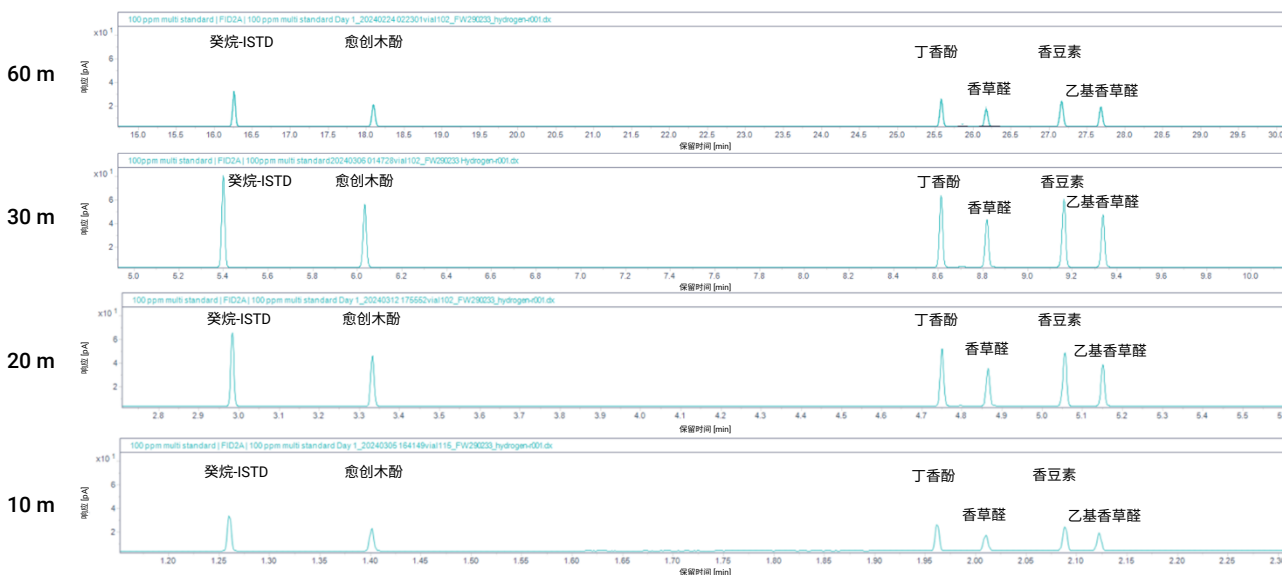


图 4. 使用香草香味分析物和内标癸烷将氢气载气方法从 60 m DB-1 色谱柱转换为 10 m DB-1 色谱柱

## 峰面积精度

使用方法转换所用的四根色谱柱，分别在三天内每天针对每种载气进样 10 次，评估了五种目标分析物的峰面积精度。对每种载气条件下每天 10 次进样的结果进行内标归一化处理，取平均值，然后制表。

基于四种转换方法中的不同色谱柱，对五种分析物做了相应的研究，氦气载气条件下获得的峰面积精度 < 1.85% RSD，氢气载气条件下获得的峰面积精度 < 2.5% RSD (表 3)。使用这两种载气时，目标分析物的精度 RSD 较低，这使我们确信，该方法能够可靠处理每种色谱柱的一次性分离，以及数天的重复测量。

## 方法校准

使用 30 m DB-1 和 10 m DB-1 方法验证了线性。使用氦气和氢气载气在 10–100000 ppm 范围内对五种目标分析物进行了研究。由于这五种化合物在最终的应用中浓度差异很大，因此验证一个很宽的线性范围至关重要。这些化合物在提取物和香料中的浓度不同。它们在进入不同食品的香料或香精中的浓度变化会更大，因此非常需要一种适用于较大浓度范围的方法。获得的最低  $R^2$  为 0.9997，有

几种化合物的  $R^2 = 1.0000$ 。图 5 显示了在 10 m DB-1 方法中的两种载气条件下香草醛的线性回归模型示例。从表 4 中

可以明显看出，从尺寸较大的色谱柱到长度和直径小得多的色谱柱，线性得到保持，同时分析时间显著缩短。

表 3. 使用氢气载气转换的四根 Agilent J&W DB-1 色谱柱的日间峰面积精度 (%RSD)

| 平均峰面积精度 (%RSD) (n = 10 次进样/天) |       |       |       |       |       |
|-------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 色谱柱                           | 愈创木酚  | 丁香酚   | 香草醛   | 香豆素   | 乙基香草醛 |
| 第 1 天                         |       |       |       |       |       |
| 60 m                          | 2.114 | 1.789 | 1.487 | 1.487 | 1.597 |
| 30 m                          | 0.885 | 0.956 | 1.013 | 0.930 | 0.997 |
| 20 m                          | 0.649 | 0.801 | 0.844 | 0.849 | 0.850 |
| 10 m                          | 1.125 | 0.818 | 0.995 | 0.966 | 1.067 |
| 第 2 天                         |       |       |       |       |       |
| 60 m                          | 1.429 | 1.537 | 1.424 | 1.595 | 1.594 |
| 30 m                          | 0.707 | 0.676 | 1.227 | 0.732 | 0.970 |
| 20 m                          | 0.467 | 0.560 | 0.646 | 0.509 | 0.621 |
| 10 m                          | 1.119 | 0.920 | 1.096 | 0.908 | 0.984 |
| 第 3 天                         |       |       |       |       |       |
| 60 m                          | 1.224 | 1.357 | 2.441 | 1.780 | 2.223 |
| 30 m                          | 0.792 | 1.110 | 1.434 | 1.170 | 1.317 |
| 20 m                          | 0.590 | 0.655 | 0.722 | 0.569 | 0.666 |
| 10 m                          | 0.582 | 0.740 | 0.746 | 0.749 | 0.900 |

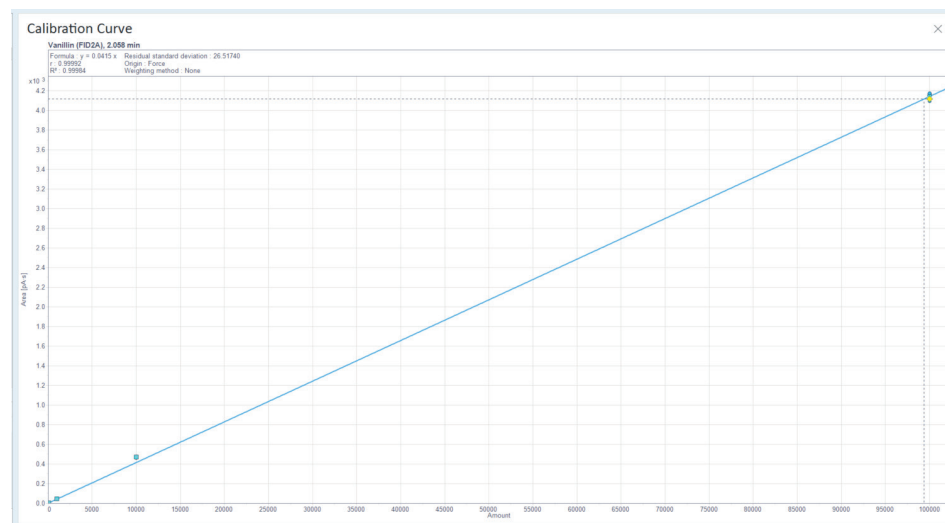


图 5. 使用氢气载气通过 Agilent J&W DB-1, 10 m 色谱柱获得的香草醛 10–100000 ppm 全范围校准曲线示例

## 香草提取物和香料

将 10 m DB-1 色谱柱分析方法应用于购自在线零售商的两种香草提取物和一种香草香料，进一步证明成功实现了使用两种载气的方法转换。与方法转换一样，在工作校准范围内对峰面积精度和线性行为的研究也非常重要。本应用简报涵盖的最后一个重点在于，提取物和香料中检出的目标香草香味化合物的定量分析。

对于 10 m DB-1 方法检出的分析物峰面积，两种载气条件下每种提取物和香料 6 次进样的峰面积精度 < 4% RSD (表 5)。峰面积精度表明，转换的方法可成功应用于香草提取物和香草香料样品，两种样品的基质复杂程度都高于分析标准品。

为了更好地定量分析提取物和香料中任何可检出量的五种香草香味化合物，除了前文讨论的总体方法校准之外，还研究了 100–5000 ppm 的工作校准范围。之所以选择较小的浓度范围，是因为它与提取物中预期的分析物浓度更相关。工作校准范围内五种分析物各自的  $R^2$  与线性范围更宽的方法校准中的性能相似 (表 6)。

表 4. 通过 30 m 和 10 m DB-1 获得的香草分析物 10–100000 ppm 线性相关系数

| 化合物                      | $R^2$  |        |
|--------------------------|--------|--------|
|                          | 氮气载气   | 氢气载气   |
| <b>30 m DB-1 (n = 4)</b> |        |        |
| 愈创木酚                     | 0.9999 | 0.9999 |
| 丁香酚                      | 1.0000 | 0.9999 |
| 香草醛                      | 0.9997 | 0.9997 |
| 香豆素                      | 0.9998 | 0.9998 |
| 乙基香草醛                    | 1.0000 | 0.9999 |
| <b>10 m DB-1 (n = 4)</b> |        |        |
| 愈创木酚                     | 1.0000 | 1.0000 |
| 丁香酚                      | 0.9999 | 0.9999 |
| 香草醛                      | 0.9998 | 0.9998 |
| 香豆素                      | 0.9998 | 0.9998 |
| 乙基香草醛                    | 1.0000 | 1.0000 |

表 5. 三种实际香草产品中可检测到的分析物的峰面积精度 (%RSD)

| 色谱柱                       | 愈创木酚 | 丁香酚  | 香草醛   | 香豆素  | 乙基香草醛 |
|---------------------------|------|------|-------|------|-------|
| <b>氮气载气, 10 m (n = 6)</b> |      |      |       |      |       |
| 纯香草提取物                    | n.d. | n.d. | 1.263 | n.d. | n.d.  |
| 有机香草提取物                   | n.d. | n.d. | 1.009 | n.d. | n.d.  |
| 人工香草香料                    | n.d. | n.d. | 3.812 | n.d. | 2.631 |
| <b>氢气载气, 10 m (n = 6)</b> |      |      |       |      |       |
| 纯香草提取物                    | n.d. | n.d. | 0.862 | n.d. | n.d.  |
| 有机香草提取物                   | n.d. | n.d. | 0.342 | n.d. | n.d.  |
| 人工香草香料                    | n.d. | n.d. | 1.269 | n.d. | 0.902 |

\* n.d.= 未检出

表 6. 通过 10 m Agilent J&W DB-1 色谱柱获得的香草香味分析物 100–5000 ppm 相关系数, n = 4

| 化合物   | $R^2$  |        |
|-------|--------|--------|
|       | 氮气载气   | 氢气载气   |
| 愈创木酚  | 0.9998 | 0.9998 |
| 丁香酚   | 0.9999 | 1.0000 |
| 香草醛   | 0.9999 | 0.9998 |
| 香豆素   | 0.9999 | 0.9999 |
| 乙基香草醛 | 0.9998 | 0.9998 |



每种提取物和人工香料都需要用乙醇进行 10 倍稀释，以减少对进样口消耗品的基质效应，并减小进样的蒸气体积。提取物可能含有大量的水分，在进样时使进样口的蒸气体积膨胀，从而导致柱上样品量不一致。提取物基质的非挥发性成分在未稀释时会损坏进样口衬管，本质上将进样口衬管里的玻璃棉视为样品流路内的过滤器。在研究多次进样的精度时，也会影响柱上样品量的一致性。

香草提取物和香料的色谱分析（图 7）表明，除香草醛和乙基香草醛外，还有许多分析物可能被检出，即使是被描述为疑似掺假物的分析物，其定量结果也不可靠，因为这些信号的信噪比 (S/N) 低于 10；10 为定量限 (LOQ) 阈值。

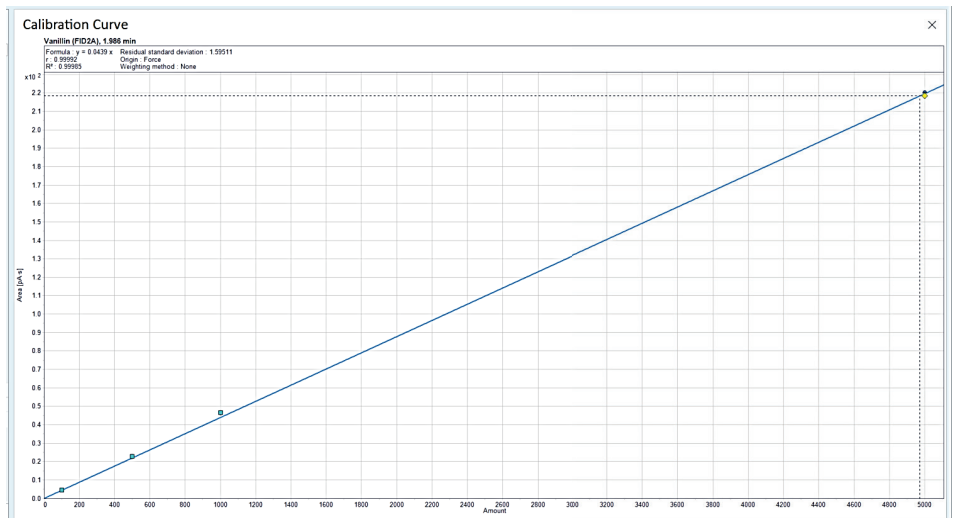


图 6. 使用氢气载气通过 Agilent J&W DB-1, 10 m 色谱柱获得的香草醛 100–5000 ppm 工作校准范围示例

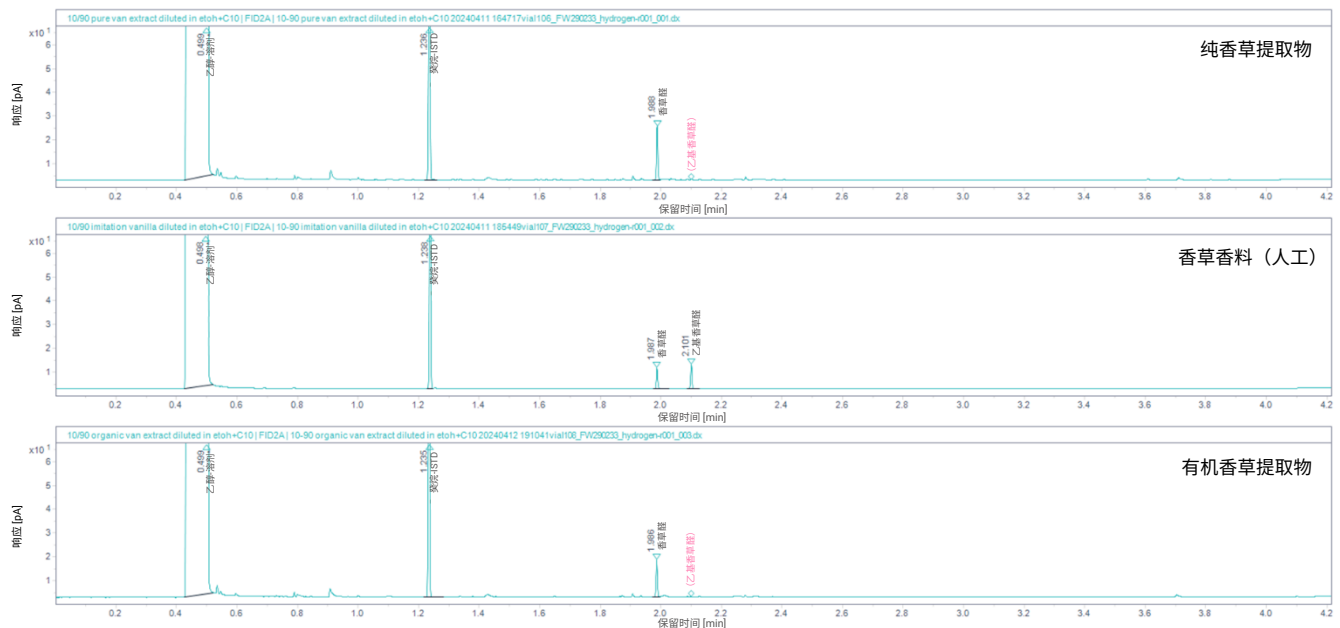


图 7. 通过 10 m Agilent J&W DB-1 色谱柱转换方法获得的三种香草提取物市售产品的代表性色谱图

对于可能出现的低浓度信号，质谱检测器 (MSD) 是峰归属的首选补充手段；这是因为低浓度信号可能是从提取物的复杂基质中分离出来的分析物，它们具有相似的保留行为，但又不是目标分析物的掺假物。每种市售产品都含有可定量水平的香草醛 (图 8)，分析物的信噪比 > 10，且保留时间与标准品一致。只有人工香料的配方中多了一种分析物，即乙基香草醛，但这并不意外；人工香料或仿制品的配方中可以添加天然来源的乙基香草醛，而不会影响香料的鉴定标准。

## 结论

本应用简报介绍了使用 Agilent 8850 气相色谱系统对一部分香草香味化合物进行的成功分析，这是一种适用于复杂香料基质相对耗时的研发方法。在另一种方法中，同样的香草香味化合物在不到五分钟的时间内成功完成分析。这种快速方法受到关注高效率和高样品通量的实验室青睐，例如香料公司中 QC 实验室的工作流程。QC 实验室中的气相色谱用户使用的是柱长更短、柱径更小的色谱柱，因为他们主要分析的是来料的纯度，然后在接下来的几小时内将来料加入正在生产的香料配方中。因此，快速方法对于香精生产商的日常运营至关重要。

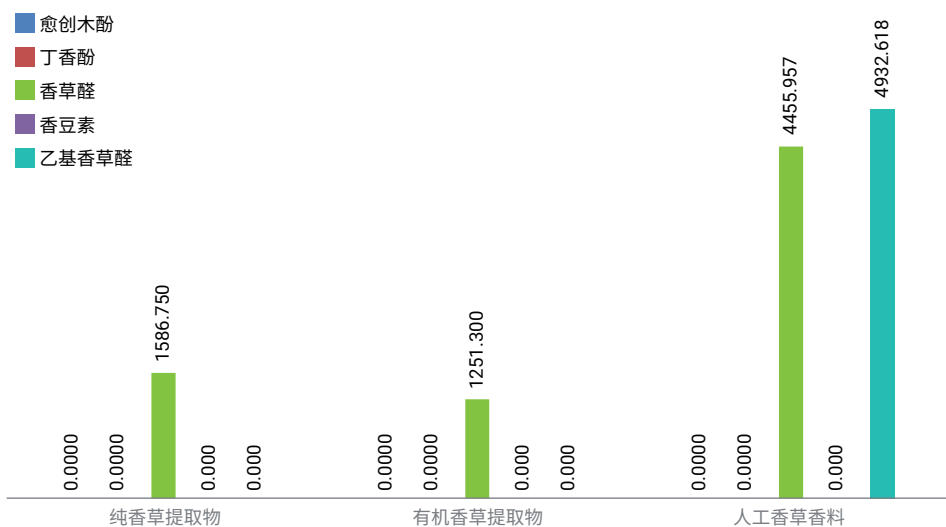


图 8. 使用氢气载气获得的三种香草提取物市售产品中可检测的分析物浓度 (ppm)

为了便于将耗时 50 分钟的方法转换为耗时不到 5 分钟的方法，我们使用了方法转换软件，以便轻松转换方法参数，并为 8850 气相色谱系统匹配氮气节省模块，将其用作气体切换装置，供偏好使用氢气等替代载气的用户使用。使用该模块，用户可以灵活地在序列表中逐行切换载气，而不必手动更换连接至进样口的气体，也不必等到序列结束后再切换到替代载气。氮气节省模块的灵活性和省时性让实验室能够提高分析效率，并有机会实现更高的样品通量。

从耗时方法转换到快速方法，氢气载气方法的分析速度提高了 10 倍，氮气载气方法的分析速度提高了 14 倍。无论是耗时方法还是快速方法，无论是氮气载气还是氢气载气，8850 气相色谱仪在五种香草香味化合物的分析中均表现出出色的性能，基线分离度值大于 3.5，日间峰面积精度低于 2.5% RSD，线性  $R^2 \geq 0.9997$ ，其中几种化合物的线性  $R^2 = 1.0000$ 。

## 参考文献

1. 安捷伦气相色谱计算器和方法转换软件可通过以下网址下载：<https://www.agilent.com/en/support/gas-chromatography/gccalculators>
2. Cristina, M. M.-L.; et al. Prediction of coumarin and Ethyl Vanillin in Pure Vanilla Extracts Using MID-FTIR Spectroscopy and Chemometrics. *Talanta* **2019**, *197*, 264–269. DOI: [10.1016/j.talanta.2019.01.033](https://doi.org/10.1016/j.talanta.2019.01.033)
3. Lingxia, X.; et al. Advances in the Vanillin Synthesis and Biotransformation: A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews* **2024**, *189(A)*. DOI: [10.1016/j.rser.2023.113905](https://doi.org/10.1016/j.rser.2023.113905)

查找当地的安捷伦客户中心：

[www.agilent.com/chem/contactus-cn](http://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](mailto:LSCA-China_800@agilent.com)

在线询价：

[www.agilent.com/chem/erfq-cn](http://www.agilent.com/chem/erfq-cn)

[www.agilent.com/gc/8850](http://www.agilent.com/gc/8850)

DE53316897

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，2024  
2024年8月5日，中国出版  
5994-7401ZHCN