

食品气味分析应用文集(第二版)



前言

民以食为天，食以味为先。气味是食品的一个重要特征，它与食品的品质特性有密切的联系。原料、加工工艺和贮藏环境等因素，都会对食品的气味有很大影响。良好的风味使人愉悦，给食品加分；而异味影响人们的观感，甚至损害身体健康。

从天然生产的瓜果蔬菜，到发酵加工的酱醋茶酒，关于食品中气味成分的研究不胜枚举。分析食品中的气味成分，确认其中的气味活性物质，进而改善加工工艺，有助于新产品和香料香精的研发；此外，通过寻找食品中的特征标记物，或建立指纹图谱，对食品原产地保护和掺伪鉴别等也有重要意义。但是，食品中气味成分物质繁多，构成复杂；不同物质的含量、阈值和贡献差异大；部分组分热稳定性较差。这些都对分析仪器和数据分析手段提出了巨大的考验。

感官检验是食品气味分析的经典方法。相关人员需要通过系统的、重复的专业训练取得评定资质。但由于个人的嗅觉阈值不同，对于气味强度区分能力有差异，感官检验存在一定的主观性；另外长时间的工作还会有嗅觉疲劳的风险。因此，现代食品工业中常常将仪器分析和感官检验相结合，以强化数据的客观性和准确性。

目前食品中气味物质的分析方法主要包括气质联用法（GCMS）、全二维气相色谱质谱法（GCxGC-MS）、气相色谱嗅闻法（GC-O）、电子鼻等。GCMS 和 GC-MS/MS 应用领域广，灵敏度高，定性定量能力好，是气味分析的主要手段之一。使用 GCMS 或 GC-MS/MS 分析气味成分，通常是采用全扫描（SCAN）模式采集，再利用 NIST 或其它数据库对色谱峰进行定性分析。这样处理往往要消耗分析人员大量的时间和精力；另外由于 GC 的分离能力有限，还可能存在共流出、杂峰干扰等问题影响峰识别的准确性。而使用预先收录有气味化合物信息的数据库，能极大减少分析的工作量，提高峰识别的准确度。

岛津公司作为全球著名的分析仪器综合生产厂商，针对食品气味检测的难题，推出了气味分析系统，从硬件和软件两方面制定了整体解决方案。硬件方面，配置了 AOC-6000 的气味分析系统可以采用固相微萃取（SPME）进样，样品可直接放置于顶空瓶中进行分析，避免了复杂的前处理过程。软件方面，气味分析系统提供了完整的方法包和数据库。目前发布的数据库包括 Off-flavor Database（气味数据库）和 Smart Aroma Database（香味数据库）。其中，气味数据库登记了 150 种气味化合物的参数信息，香味数据库登记了 500 余种香气组分的参数信息。通过方法包和数据库可以非常方便地建立多种气味化合物的筛查方法，并利用内置的标准曲线对检出的化合物进行定性和半定量。整个操作简单快速，检测灵敏度高。因此，岛津气味分析系统可以快速、方便地检测各种气味物质，从而帮助快速解决气味问题，为改进食品加工工艺，保护人们的身体健康提供支持。

岛津企业管理（中国）有限公司
分析中心

目 录

一、岛津气味分析系统简介	1
1.1 气味化合物简介	1
1.2 气味分析仪器	1
1.3 气味分析系统数据库	1
1.4 气味分析方法包	2
1.5 气味分析方法建立	3
二、食品中气味物质的测定	5
2.1 奶制品、油品类	
气味分析系统分析牛奶中气味成分	6
气味分析系统分析食用油中气味成分	13
气味分析系统分析牛油中风味物质	19
2.2 酒类	
气味分析系统分析啤酒研发中的气味成分	24
气味分析系统分析啤酒品质控制中的气味成分	26
气味分析系统分析红酒中挥发性成分	28
气味分析系统分析葡萄酒中气味成分	33
气味分析数据库测定果酒中的气味物质	38
2.3 植物源食品类	
气味分析系统分析野生干巴菌中的气味成分	44
气味分析系统分析玛咖中挥发性成分	49
气味分析系统分析茶叶中的香气成分	54
气味分析系统分析茶叶中 186 种气味成分	68
2.4 加工食品类	
气味分析系统分析香肠中风味物质	75
气味分析系统分析鱼肉中气味成分	81
气味分析系统分析人造肉中的气味成分	87
气味分析系统分析火锅底料中气味物质	92
气味分析系统分析食品添加剂中的气味成分	96
附录 1 食品气味分析检测项目和岛津仪器应对一览表	100
附录 2 数据库中追加登录化合物 操作步骤	101

一、岛津气味分析系统简介

1.1 气味化合物简介

气味物质是低浓度的、挥发性的、能被鼻腔嗅觉上皮细胞的蛋白受体感知的小分子物质。引起嗅觉的气味物质主要是挥发性、可溶性的有机物。有六类基本气味，依次为花香、果香、香料香、松脂香、焦臭、恶臭。气味是主观评价，因人而异。不同的人对同一种气味有不同的感受，甚至同一个人不同的环境、不同的情绪时对一种气味也有不同的感受和评价。

1.2 气味分析仪器

气味分析主要是基于色谱质谱检测的方法。岛津有非常广泛的仪器产品线，为气味检测提供全面的技术手段。对于常规分析需求，可以采用顶空与气相或气质联用仪；对于痕量气味分析，可以采用SPME或Monotrap固体吸附剂与气质联用仪或三重四极杆气质联用仪；对于成分复杂或结构类似的样品，可以使用MDGCMS或是全二维GCMS系统以提高分离度和峰容量。同时，GCMS也可以与嗅探器连接，在气味物质出峰时，通过嗅探器嗅闻气味，进一步对气味物质定性确证。岛津分析仪器为气味研究提供便利并保障数据质量。



图1 岛津气味分析仪器

1.3 气味分析系统数据库

目前气味分析系统的数据库包括气味数据库（Off-flavor Database）和香味数据库（Smart Aroma Database）两种。它们是由岛津公司经过大量实际案例积累开发而成。

气味数据库和香味数据库中分别登录有150种和508种气味物质的信息，包括：化合物名称、CAS号、SIM离子信息、MRM离子对信息、保留指数、气味描述等。气味数据库中内置了校准曲线，可通过内标样品的分析，建立分析时的校准曲线，对未知样品进行半定量分析。此外，两个数据库中分别建立了已收录化合物在3种不同色谱柱上的分析方法，针对不同类型的样品，可以选择合适的色谱柱来进行分析，以获得充分的分离度、足够的灵敏度和良好的峰形。另外，用

户还可以根据分析的需要，将气味化合物注册到气味数据库，建立专属的气味数据库。

系列号	类型	测定模式	ISTD Group	Level1浓度 (IS)	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1 (InertCap Pure-We)	保留
43	40	Target	MRM		1	Dimethyl trisulfide	1365	
44	41	Target	MRM		1	Caproic acid	1825	
45	42	Target	MRM		1	Phenol	1983	
46	43	Target	MRM		1	alpha-Methylstyrene	1319	
47	44	Target	MRM		1	2-Octanone	1276	
48	45	Target	MRM		1	o-Chlorophenol	1833	
49	46	Target	MRM		1	2-n-Propylpyridine	1355	
50	47	Target	MRM		1	Octanal	1280	
51	48	Target	MRM		1	n-Hexyl acetate	1266	
52	49	Target	MRM		1	trans,trans-2,4-Heptadienal	1479	
53	50	Target	MRM		1	p-Dichlorobenzene	1430	
54	51	Target	MRM		1	5-Ethyl-2-methylpyridine	1399	
55	52	Target	MRM		1	2-Ethyl-4-hydroxypyridine	1470	

感官信息

CAS号	用户字段1	用户字段2	用户字段3	评论 (C) Odor Quality	阈值 Odor Threshold
3658 - 80 - 8				Cabbage, Fish, Sulfur	0.1
142 - 62 - 1				Sweat	100
108 - 95 - 2				Phenol	1000
98 - 83 - 9				Gasoline, Balsamic	10
111 - 13 - 7				Soap, Gasoline	10
95 - 57 - 8				Lodine, Medicinal	1
622 - 39 - 9				Peanut butter, Cocoa, Meat, Nut	10
124 - 13 - 0				Green, Fat, Soap, Lemon	100
142 - 92 - 7				Fruit, Herb	100
4313 - 03 - 5				Stir-fried oil, Burnt	2000
106 - 46 - 7				Sweet	1000
104 - 90 - 5				Popcorn	1
104 - 76 - 7				Green, Pepp	1000

MRM 离子对及碰撞能量

组分名称 (C)	离子1				离子2				离子3			
	类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率	类型	m/z	CE	比率
Dimethyl trisulfide	T	126.0>79.0	15	100.00	Ref.1	126.0>61.0	9	35.37	Ref.2	79.0>64.0		
Caproic acid	T	73.0>55.0	9	100.00	Ref.1	87.0>45.0	9	14.53	Ref.2	73.0>27.0		
Phenol	T	94.0>66.0	9	100.00	Ref.1	66.0>40.0	12	43.83	Ref.2	94.0>40.0		
alpha-Methylstyrene	T	103.0>77.0	12	100.00	Ref.1	118.0>91.0	18	45.69	Ref.2	103.0>51.0		
2-Octanone	T	128.0>85.0	6	100.00	Ref.1	128.0>57.0	18	45.15	Ref.2	128.0>72.0		
o-Chlorophenol	T	128.0>64.0	18	100.00	Ref.1	128.0>92.0	9	26.18	Ref.2	100.0>65.0		
2-n-Propylpyridine	T	93.0>66.0	12	100.00	Ref.1	106.0>78.0	18	72.31	Ref.2	93.0>78.0		
Octanal	T	84.0>55.0	12	100.00	Ref.1	100.0>82.0	3	29.73	Ref.2	84.0>69.0		
n-Hexyl acetate	T	69.0>41.0	9	100.00	Ref.1	84.0>55.0	12	60.99	Ref.2	84.0>69.0		
trans,trans-2,4-Heptadienal	T	110.0>81.0	6	100.00	Ref.1	81.0>53.0	12	98.88	Ref.2	81.0>27.0		
p-Dichlorobenzene	T	146.0>111.0	18	100.00	Ref.1	146.0>75.0	27	59.06	Ref.2	111.0>75.0		
5-Ethyl-2-methylpyridine	T	106.0>77.0	15	100.00	Ref.1	121.0>106.0	12	92.04	Ref.2	106.0>79.0		
2-Ethyl-4-hydroxypyridine	T	83.0>55.0	6	100.00	Ref.1	83.0>55.0	6	47.53	Ref.2	83.0>44.0		

SIM 离子信息

组分名称 (C)	离子1				离子2				离子3			
	类型	m/z	比率	Ref.	类型	m/z	比率	Ref.	类型	m/z	比率	Ref.
Propionic acid	T	73.0	100.00	Ref.1	74.0	144.91	Ref.2	46.0	90.76			
Pentanal	T	68.0	100.00	Ref.1	67.0	69.04	Ref.2	44.0	280.94			
Acetoin	T	88.0	100.00	Ref.1	46.0	830.16	Ref.2	43.0	489.36			
Methyl methacrylate	T	69.0	100.00	Ref.1	100.0	26.72	Ref.2	99.0	21.99			
Dimethyl disulfide	T	94.0	100.00	Ref.1	79.0	46.23	Ref.2	51.0	11.90			
Isobutyric acid	T	73.0	100.00	Ref.1	88.0	16.97	Ref.2	43.0	232.70			
sec-Butyl acetate	T	87.0	100.00	Ref.1	43.0	684.36	Ref.2	66.0	119.14			
l-Pentanol	T	70.0	100.00	Ref.1	66.0	179.68	Ref.2	42.0	236.64			
Toluene	T	91.0	100.00	Ref.1	66.0	16.82	Ref.2	51.0	6.82			
6-Hexeno-2-one	T	66.0	100.00	Ref.1	83.0	31.83	Ref.2	98.0	20.30			
Butyric acid	T	60.0	100.00	Ref.1	73.0	33.02	Ref.2	66.0	8.74			
2-Hexanone	T	100.0	100.00	Ref.1	68.0	688.93	Ref.2	86.0	172.36			
Mesityl oxide	T	83.0	100.00	Ref.1	98.0	39.01	Ref.2	66.0	96.90			
Hexanal	T	66.0	100.00	Ref.1	82.0	17.68	Ref.2	72.0	27.43			
n-Butyl acetate	T	43.0	100.00	Ref.1	66.0	39.91	Ref.2	73.0	16.91			
2-Methylpyrazine	T	94.0	100.00	Ref.1	67.0	68.86	Ref.2	63.0	16.77			

图2 岛津气味数据库结构

1.4 气味分析方法包

为进行气味物质的研究，岛津公司推出了气味化合物的分析方法包。方法包包含了前处理装

置的分析条件、三种不同色谱柱分析时色谱质谱仪采集的方法参数、内标样品的方法参数、报告模板、气味数据库、气味化合物物质谱库文件及使用说明书等。通过分析正构烷烃标准品，校准气味物质的保留时间，通过分析内标样品，建立内置的校准曲线，然后在气味数据库中选择待分析的气味化合物，创建气味化合物的分析方法。创建方法过程简单，无需复杂的设置就能快速筛查样品中的目标气味成分。

1.5 气味分析方法建立

以 Smart Aroma Database 为例，采用 InertCap Pure-Wax 色谱柱进行气味化合物分析，采用方法包中的 Aroma_QP_IC_Wax_AART 方法采集 C7~C40 正构烷烃标准品，根据数据库中气味化合物的保留指数，调整目标组分的保留时间。正构烷烃标品色谱图见图 3。

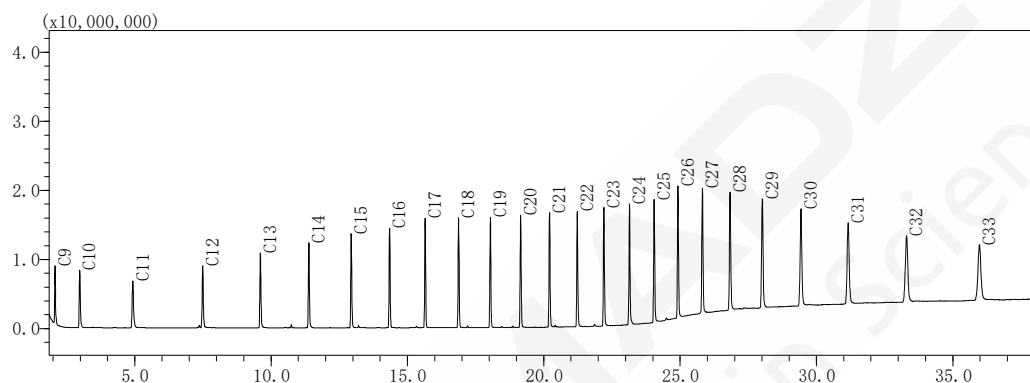


图 3 正构烷烃色谱图

使用方法包中的 Aroma_QP_IC_Wax_Correct 方法测定 4-溴氟苯、1,2-二氯苯-d4、萘-d10 3 个内标物标准品，利用内标组分的响应，可以获得各目标化合物的浓度-峰面积方程，内标样品色谱图见图 4。在无目标组分标准品的情况下，使用软件自动计算，得到测定目标组分的半定量结果。

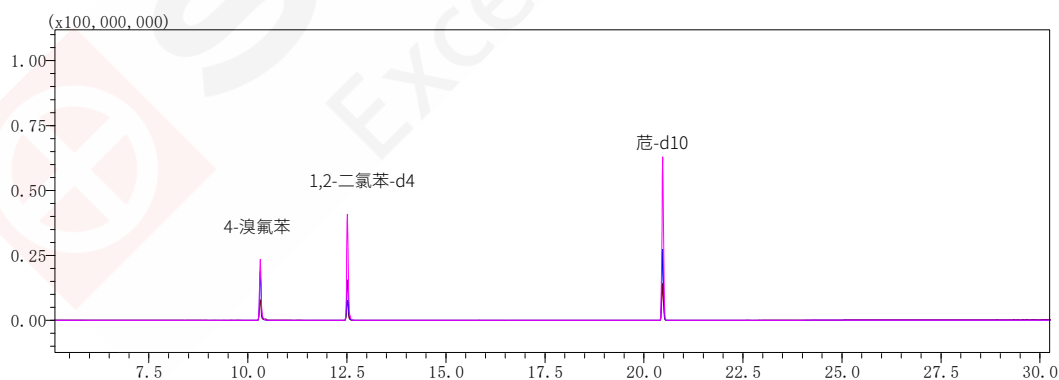


图 4 校正用内标样品色谱图（浓度：10 mg/L）

利用以上得到的正构烷烃数据、内标样品数据及香味数据库创建 498 种气味物质分析方法。GCMS-TQ 系列三重四极杆气质联用仪可利用数据库中的 MRM 离子对信息建立 MRM 方法，GCMS-QP 系列单四极杆气质联用仪利用特征离子信息建立 Scan 或 SIM 方法。方法建立过程由数据库自动完成，图 5 为方法建立界面，数据库自动对各组分进行分组，图上橙色横条为相应化

化合物的采集时间段。

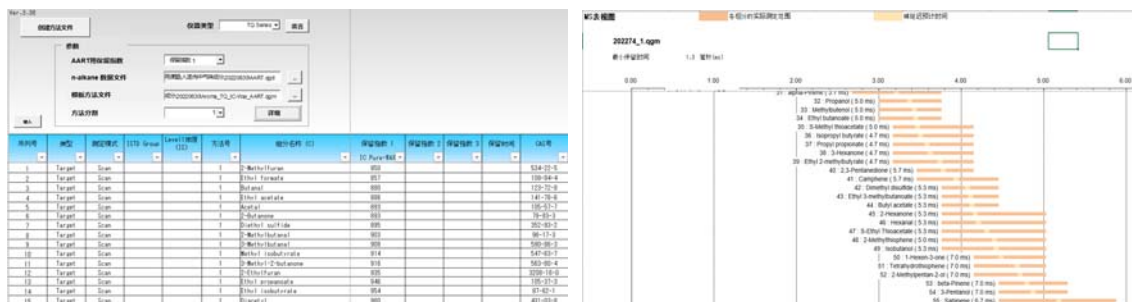


图 5 数据库方法建立界面

建立好方法后，利用此方法分析样品。样品可用顶空进样、固相微萃取进样、Monotrap 或液液萃取液体进样等方式。样品分析完成后，分析结果会直接显示在组分表的结果页面。结果如图 6 所示。

ID#	Name	Ret.Time	Conc	Unit	Descriptio	SI	m/z
1	2-甲基呋喃	No peak is detected.					
2	甲酸乙酯	No peak is identified.					
3	丁醛	No peak is identified.					
4	乙酸乙酯	2.060	46.275	ng	菠萝香味	97	43.00
5	1,1-二乙氧	No peak is detected.					
6	2-丁酮	No peak is identified.					
7	二甲基二硫	No peak is detected.					
8	2-甲基丁醛	No peak is identified.					
9	异戊醛	No peak is identified.					
10	异丁酸甲酯	No peak is detected.					
11	3-甲基-2-丁	No peak is identified.					
12	2-乙基呋喃	2.520	1.201	ng	化学品, 豆	81	96.10
13	丙酸乙酯	No peak is detected.					
14	异丁酸甲酯	No peak is detected.					
15	二乙酰	No peak is identified.					
16	2-戊酮	No peak is identified.					
17	正戊醛	No peak is identified.					
18	3-戊酮	No peak is identified.					
19	乙酸丙酯	2.725	2.148	ng	甜味, 芳香	89	73.10
20	异丁酸甲酯	No peak is detected.					

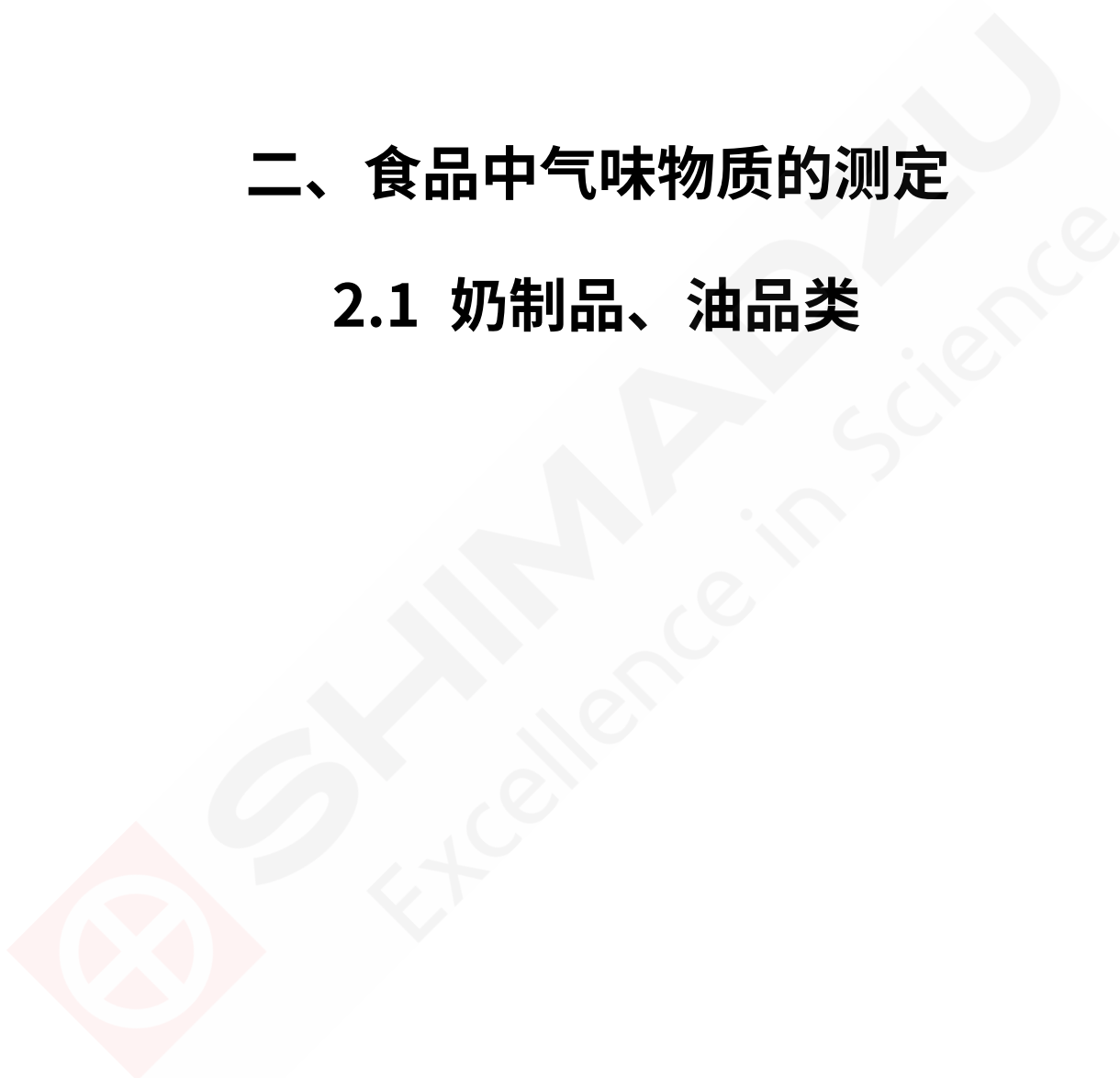
图 6 数据分析结果界面

如需出具报告，方法包中有默认报告模板，可供用户直接打印报告。

此外，气味分析系统还提供 Scan 模式的质谱谱库，可供用户对样品进行检索定性。气味分析方法包为用户提供了从前处理、方法建立到数据分析、出具报告的完整工作流程。整个过程简单快速，可帮助用户快速进行气味组分的筛查。

二、食品中气味物质的测定

2.1 奶制品、油品类



气味分析系统分析牛奶中气味成分

摘要: 本文使用岛津三重四极杆气相色谱质谱联用仪 GCMS-TQ8050 NX, 匹配全自动多功能进样器 AOC-6000 的 SPME 进样方式, 结合 Smart Aroma Database 香味数据库建立了牛奶中 503 种气味成分的分析方法。使用此方法检测了不同厂家的四种常温牛奶, 分析得到了它们气味组分的异同, 该方法操作简单, 易于分析, 适用于牛奶气味成分的筛查分析。

关键词: 气相色谱-三重四极杆气质联用仪 香味数据库 牛奶 气味成分

牛奶是日常生活常见饮品, 它含有丰富的营养成分, 如蛋白质、脂肪、钙元素等, 因此对于多数正常人群而言, 喝牛奶有许多益处。除了能给机体提供能量, 还可以促进睡眠、补充钙质使骨骼强健等。牛奶的种类多种多样, 在考虑营养成分的基础上, 人们还会选择不同风味的牛奶, 真正经过均质加工的纯牛奶, 口感稀薄, 乳香清淡。牛奶呈现的不同风味主要是由它里面的气味组分的化合物共同决定的, 这些化合物有酯类、醇类、醛类、酮类、酸类、含硫化合物等等。因此分析牛奶中的这些化合物组成是研究其风味来源一个重要方法。

Smart Aroma Database 是一款含有超过五百种化合物的专用气味分析数据库, 可以实现气味组分的靶向分析, 能够最大限度地减少分析时间成本和经济成本。本文利用 Smart Aroma Database 数据库建立 503 种气味成分的分析方法 (FASST 模式, SCAN 和 MRM 同时采集), 对四种来自不同厂家的常温全脂牛奶进行了分析。该方法方便快捷, 可以考虑作为牛奶风味分析的参考方法。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪
AOC-6000 自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数:

SPME 纤维: DVB/CAR/PDMS 80 μ m	平衡温度: 50 $^{\circ}$ C
老化温度: 260 $^{\circ}$ C	平衡时间: 5 min
老化时间 (萃取前): 3 min	萃取时间: 20 min
老化时间 (萃取后): 3 min	解吸时间: 3 min

GC-MS/MS 参数:

色谱柱: SH-Polar Wax, 60 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m	柱温程序: 40 $^{\circ}$ C (5 min) $_3^{\circ}$ C/min $_250^{\circ}$ C (15 min)
进样口温度: 250 $^{\circ}$ C	载气控制: 恒线速度模式, 25.5 cm/s

进样方式：分流进样

接口温度：250°C

分流比：5:1

检测器电压：调谐电压+0.6 kV

离子源温度：200°C

采集方式：FASST

1.3 样品前处理

将顶空瓶置于 90°C 烘箱中烘烤 60 min，准确移取 5 mL 牛奶样品于烘烤后的 20 mL 顶空瓶中，加入 1 g 氯化钠，密封后按 1.3 条件上机分析。

2. 结果与讨论

2.1 牛奶样品检测结果

对 4 种牛奶样品（以 A/B/C/D 表示）进行了测定，以 A 样品为例，TIC 图见图 1。

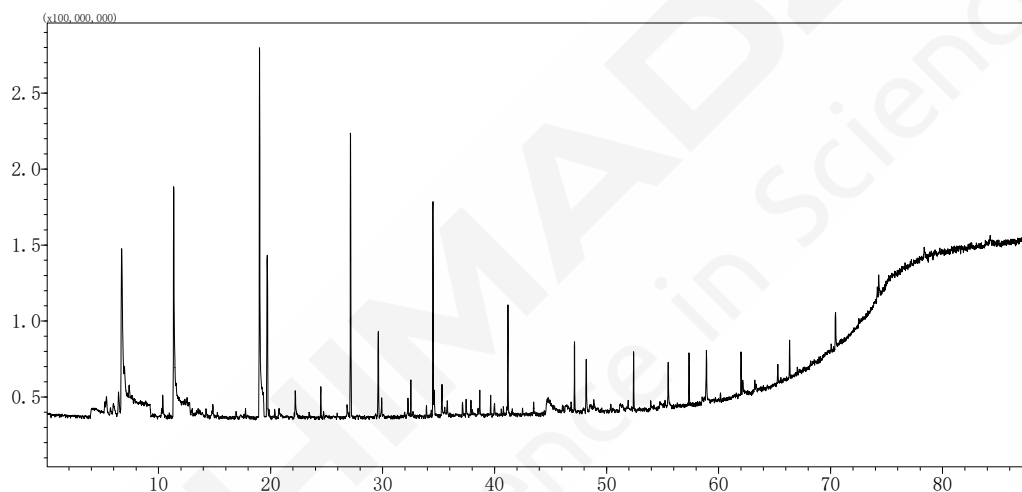


图 1 牛奶样品 A 的 TIC 图

2.1.1 牛奶样品的呈味组分的筛查结果

4 种牛奶样品共筛查出 70 种组分，结果如表 1 所示。

表 1 牛奶样品气味成分筛查结果

No.	化合物	化合物 (英文名)	保留时间	峰面积				CAS 号	气味特征
				A	B	C	D		
1	二甲基硫	Dimethyl sulfide	4.999	2319872	N.D.	2267937	1241632	75-18-3	卷心菜味、硫磺味、汽油味
2	正丁醛	Butanal	7.084	139014	216700	92141	79366	123-72-8	绿植味
3	乙酸乙酯	Ethyl acetate	7.366	921733	1360987	947607	1019689	141-78-6	菠萝香味
4	1,1-二乙氧基乙烷	Acetal	7.466	543476	585188	566777	555180	105-57-7	水果味, 奶油味
5	2-丁酮	2-Butanone	7.695	2840002	26412156	7623142	7699881	78-93-3	醚味
6	2-乙基呋喃	2-Ethylfuran	9.398	625860	439359	198586	167571	3208-16-0	可可, 面包, 咖啡, 坚果味
7	丙酸乙酯	Ethyl propanoate	9.569	36482	52373	46185	19976	105-37-3	水果味
8	异丁酸乙酯	Ethyl isobutyrate	9.841	50325	44892	39307	24749	97-62-1	甜味, 橡胶味
9	2-戊酮	2-Pentanone	10.250	12166963	14622103	10359391	12267032	107-87-9	醚味, 水果味
10	3-戊酮	3-Pentanone	10.250	6095387	7657183	5352387	6274934	96-22-0	醚味
11	2,3-丁二酮	Diacetyl	10.284	955900	1163779	811828	976748	431-03-8	黄油味
12	正戊醛	Valeraldehyde	10.352	16796650	17680063	12884093	15426934	110-62-3	杏仁味, 大麦味
13	α -蒎烯	alpha-Pinene	11.841	1200190	982207	650223	362722	80-56-8	松木, 松脂味
14	丁酸乙酯	Ethyl butanoate	12.694	2444332	2480199	2408270	2382800	105-54-4	苹果味
15	乙酸丁酯	Butyl acetate	14.354	123946	177850	384457	112772	123-86-4	梨子味
16	二甲基二硫	Dimethyl disulfide	14.399	547080	685301	744495	644837	624-92-0	洋葱味, 卷心菜味, 腐烂味
17	2-己酮	2-Hexanone	14.713	797265	1012282	928527	1016951	591-78-6	醚味
18	正己醛	Hexanal	14.803	2076537	1481026	1839770	656841	66-25-1	脂肪味, 青草味
19	乙酸异戊酯	Isoamyl acetate	16.694	175537	204609	40217	47360	123-92-2	香蕉味
20	对二甲苯	p-Xylene	17.232	633252	407109	494942	400138	106-42-3	甜味
21	戊酸乙酯	Ethyl valerate	17.330	616575	664982	916065	689562	539-82-2	酵母味, 水果味
22	间二甲苯	m-Xylene	17.525	1174487	801874	895995	733356	108-38-3	塑料味

23	δ-3-萜烯	delta-3-Carene	17.818	N.D.	41714	N.D.	N.D.	13466-78-9	柠檬味, 树脂味
24	2-庚酮	2-Heptanone	19.627	39940287	42851482	37131066	38747293	110-43-0	肥皂味
25	邻二甲苯	o-Xylene	19.725	704839	530700	542284	536181	95-47-6	天竺葵味
26	庚醛	Heptanal	19.823	3268666	3354457	1835350	1052749	111-71-7	脂肪味, 柑橘味
27	2-甲基丁醇	2-Methyl-1-butanol	20.701	1400708	1381604	1240211	929064	137-32-6	酒味, 洋葱味
28	异戊醇	Isoamyl alcohol	20.701	1452697	1424375	1244572	963608	123-51-3	威士忌, 麦芽味
29	2-正戊基呋喃	2-Pentylfuran	22.059	1709322	685118	683507	258290	3777-69-3	绿豆味, 黄油味
30	正己酸乙酯	Ethyl hexanoate	22.156	12499576	10845573	10273788	6860794	123-66-0	苹果皮, 水果味
31	1-戊醇	1-Pentanol	22.836	597239	603039	494505	311815	71-41-0	香脂味
32	苯乙烯	Styrene	23.370	2223543	1825426	2122209	1696864	100-42-5	香脂味, 汽油味
33	2-甲基吡嗪	2-Methylpyrazine	23.661	67977	91432	114760	181024	109-08-0	爆米花味
34	4-异丙基甲苯	p-Cymene	23.903	78252	113977	61621	35392	99-87-6	溶剂味, 汽油味, 柑橘味
35	1,2,4-三甲基苯	1,2,4-Trimethylbenzene	24.486	446619	335914	178925	111528	95-63-6	塑料味
36	3-羟基-2-丁酮	Acetoin	24.728	272009	374512	300078	302802	513-86-0	奶油味
37	仲辛酮	2-Octanone	24.777	269135	305270	232224	280757	111-13-7	肥皂味, 汽油味
38	乙酸叶醇酯	(3Z)-3-Hexenyl acetate	26.194	N.D.	287211	N.D.	N.D.	3681-71-8	绿植, 香蕉
39	异戊烯醇	3-Methyl-2-buten-1-ol	26.287	252076	366840	304389	317558	556-82-1	草本味
40	正己醇	1-Hexanol	27.731	968330	995650	983292	591975	111-27-3	树脂, 花, 绿植
41	二甲基三硫	Dimethyl trisulfide	29.268	775160	551287	625882	751675	3658-80-8	硫磺味, 鱼腥味, 卷心菜味
42	2-壬酮	2-Nonanone	29.594	10611031	10727452	6899478	7737822	821-55-6	热牛奶, 肥皂味, 绿植味
43	醋酸	Acetic acid	32.617	3267231	3125398	1714644	1772023	64-19-7	酸味
44	糠醛	Furfural	33.147	144205	91328	107170	45472	98-01-1	面包, 杏仁, 甜味
45	2-乙基己醇	2-Ethylhexanol	33.899	1878515	1585742	879321	1803798	104-76-7	玫瑰, 绿植
46	2-乙酰基呋喃	2-Acetylfuran	34.886	114029	95606	108065	109339	1192-62-7	香油味
47	苯甲醛	Benzaldehyde	35.725	6646085	7439335	5062463	4452462	100-52-7	杏仁, 焦糖味

48	2-甲硫基乙醇	2-(Methylthio)ethanol	35.808	8399	16071	14235	19099	5271-38-5	含硫肉类
49	甲基壬基甲酮	2-Undecanone	38.613	3282653	3431143	2133340	2274157	112-12-9	橙子, 绿植味
50	苯甲腈	Benzonitrile	39.171	256359	338666	347039	407029	100-47-0	哈喇味
51	苯甲酸甲酯	Methyl benzoate	39.768	176014	92998	N.D.	N.D.	93-58-3	西梅, 莴苣, 草本, 甜味
52	丁酸	Butyric acid	39.927	7175892	9795785	1271448	4070388	107-92-6	哈喇味, 芝士味, 汗味
53	癸酸乙酯	Ethyl decanoate	40.166	364300	292533	225667	164328	110-38-3	葡萄
54	苯乙酮	Acetophenone	40.962	774957	967574	712809	601641	98-86-2	霉味, 花香, 杏仁
55	糠醇	Furfuryl alcohol	41.161	615721	308588	343009	1139398	98-00-0	焦味
56	正戊酸	Valeric acid	44.144	1415762	906595	383663	573472	109-52-4	汗味
57	萘	Naphthalene	44.523	238388	191091	216996	148763	91-20-3	柏油味
58	4'-甲基苯乙酮	p-Acetyltoluene	45.735	121410	101999	53864	103242	122-00-9	苦杏仁
59	己酸	Capronic acid	48.145	18181629	11367534	4208177	8259444	142-62-1	汗味
60	苯甲醇	Benzyl alcohol	49.338	207694	199634	209376	165317	100-51-6	甜味, 花香
61	2、6-二叔丁基对甲酚	Butylated hydroxytoluene	50.571	41625	61007	126460	18342	128-37-0	霉味
62	苯并噻唑	Benzothiazole	52.295	923356	839651	627622	693360	95-16-9	汽油, 橡胶
63	苯酚	Phenol	53.859	238291	248440	199163	195302	108-95-2	酚
64	反式肉桂醛	trans-Cinnamaldehyde	55.179	1443322	1605263	1376890	1373016	14371-10-9	肉桂, 涂料
65	辛酸	Caprylic acid	55.410	2368987	776371	454110	611937	124-07-2	汗味, 芝士
66	壬酸	Nonanoic acid	58.847	5157761	1188939	1630534	1201277	112-05-0	绿植, 脂肪
67	3-乙基苯酚	3-Ethylphenol	59.574	55646	52251	38908	64749	620-17-7	霉味
68	丁位癸内酯	delta-Decalactone	60.161	2826437	1251666	3417028	1208991	705-86-2	椰子
69	正癸酸	Capric acid	62.133	2144802	740327	544991	615494	334-48-5	脂肪
70	苯甲酸	Benzoic acid	66.985	2103626	1237571	808879	962792	65-85-0	尿味

注: N.D.表示未检出

2.1.2 牛奶样品的气味组分的成分类别统计结果

按筛查结果中化合物的所属类别进行统计，得出四种牛奶中不同类别化合物数量，结果如图 2 所示。

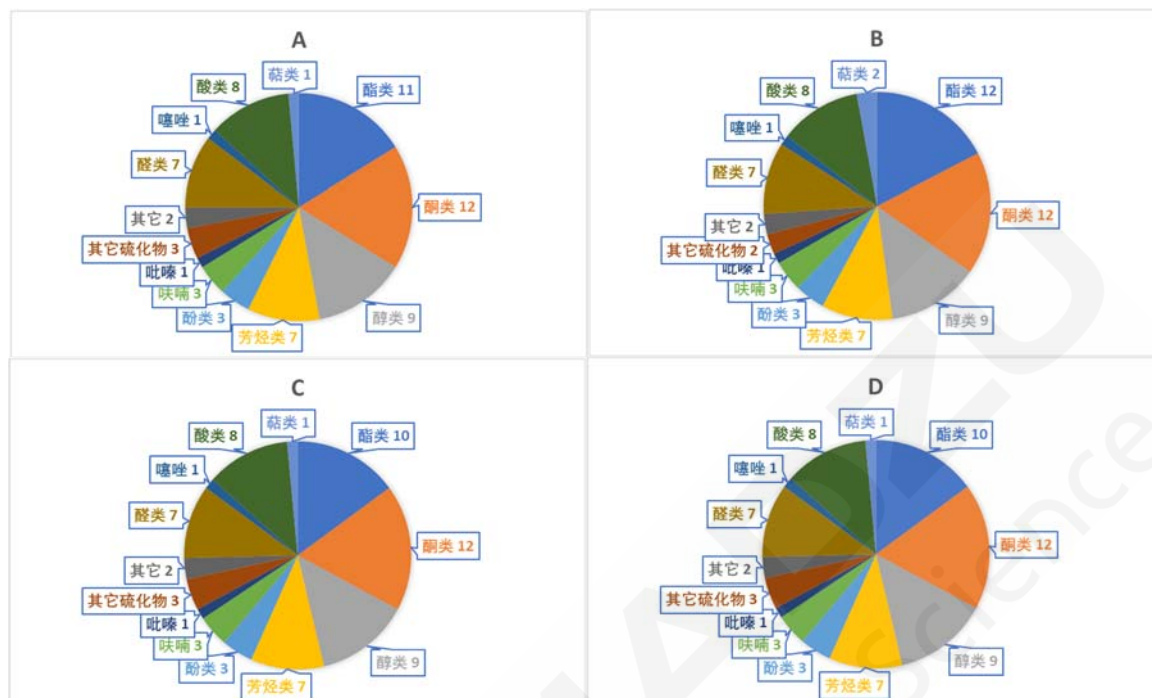


图 2 四种牛奶中气味组分的分类统计

由图可见，四种牛奶中定性分析得到的组分里，酮类和酯类物质种类均最多，醇类、酸类和醛类次之，四种牛奶呈现一定的相似性。

2.1.3 牛奶样品的气味组分的分析

韦恩图是一种关系型图表，通过图形之间的重叠来反映数据集之间的相交关系，图 3 牛奶气味成分结果的韦恩图展示了 A、B、C、D 四种牛奶的共有气味组分及各牛奶中的特有气味组分。图 3 可直观地展现四种牛奶中共有组分是 66 种，除此之外，仅 A 和 B 共有组分 1 种，仅 A、C 和 D 共有组分为 1 种，B 特有组分为 2 种。

A、C、D 共有组分为二甲基硫，二甲基硫呈卷心菜味、硫磺味、汽油味，是一种令人不愉快的气味，但是它的适量存在赋予许多牛奶重要而有益香味和风味。A 和 B 共有组分为苯甲酸甲酯，苯甲酸甲酯呈西梅，莴苣，草本，甜味。 δ -3-萜烯呈柠檬味，树脂味。B 特有组分为 δ -3-萜烯和乙酸叶醇酯。乙酸叶醇酯呈绿植，香蕉味。共有组分含量区别及特有组分共同建构了牛奶的不同风味。

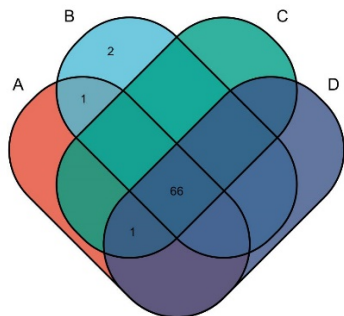


图 3 牛奶气味成分结果的韦恩图

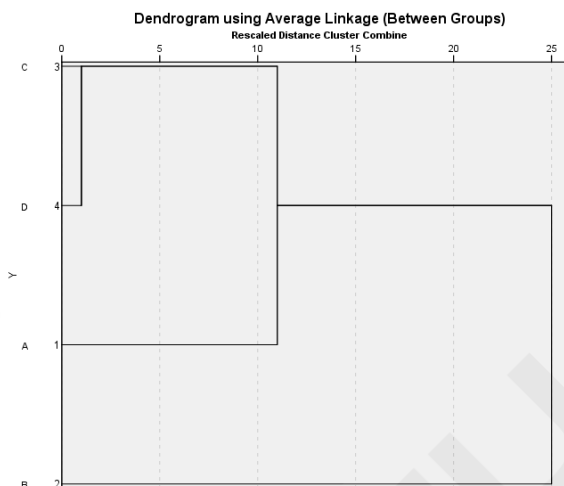


图 4 聚类分析

聚类分析是通过数据建模简化数据的一种方法，它是将数据分类到不同的类或者簇这样一个过程，所以同一个簇中的对象有很大的相似性，而不同簇间的对象有很大的相异性。图 4 为基于风味物质测定结果得到的四种常温奶样品的聚类分析图（用 IBM SPSS Statistics 26 分析），样品 B 牛奶（进口）区别于 A（国产）、C（国产），自成一类，C 和 D 相较于 A，风味成分更加接近。

3. 结论

本文采用岛津三重四极杆气相色谱质谱联用仪 GCMS-TQ8050 NX，结合 AOC-6000 多功能自动进样器 SPME 进样模式和 Smart Aroma Database 香味数据库建立了 503 种气味成分的 FASST(SCAN+MRM)分析方法。使用此方法检测了不同品牌的四种常温牛奶，共检出 70 种气味成分，其中共有组分 66 种，检出组分的类型均为酮类、酯类、醇类、酸类和醛类等，但根据峰面积判定的检出量有一定差别，经过分析可以到四种牛奶风味的异同关系。该方法简单、易操作，可以对牛奶气味组分进行靶向分析，减化了分析流程，可以参考作为牛奶风味分析的一个方法。

气味分析系统分析食用油中气味成分

摘要：本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器结合气味分析数据库建立了 150 种气味物质分析的方法，并用该方法对食用油中气味成分进行测定。该方法操作简便，分析速度快，适合食用油中气味成分的快速筛查。

关键词：气味分析 食用油 气味成分

食用油是人们生活中不可缺少的烹调原料和健康必需的营养品，食用油在制作或储存过程中会产生不同的气味，在制油过程中，油料经高温蒸炒产生的多种气味物质，会转移到油中，从而构成食用油特殊的气味。在制油过程中也会产生各种不同的气味，如用炒焦的料胚制得的油具有焦糊味，碱炼的油具有“肥皂味”，而浸出的油脂又具有溶剂味。油脂由于储存条件不当会引起酸败的气味，如难闻的哈喇味、恶臭味等。食用油脂的气味直接影响食品的风味质量和食用价值。随着人民生活水平的提高，对油脂质量的要求越来越高。因此建立一种快速有效的检测食用油中气味物质的方法至关重要。

目前，对食用油气味组成的评价主要有感官评价法和仪器评价法，其中仪器评价又包括固相萃取-气相色谱技术、气质联用法、电子鼻、电子舌等技术。感官评价法具有主观性，且面对各式各样的掺伪手段，主观嗅觉根本无法辨别真伪，必须借助现代仪器分析技术对食用油的气味物质进行客观、系统的研究与分析。

本文利用气味分析系统，无需复杂设置，无需气味物质标准品，即可轻松创建 150 种气味物质定性半定量的方法，可对食用油中的气味成分进行快速的筛查。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数：

SPME 纤维：SPME FIB-C-WR-100/10,PDMS

萃取时间：20 min

老化温度：270°C

进样口温度：250°C

老化时间（萃取前）：15 min

解吸时间：2 min

平衡温度：80°C

老化时间（萃取后）：5 min

平衡时间：5 min

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertCap Pure-Wax,30 m × 0.25

柱温程序：50°C (5 min) _10°C/min_250°C

mm × 0.25 μm

(10 min)

载气压力：83.5 kPa
进样方式：分流进样
分流比：5:1
离子源温度：200°C

接口温度：250°C
检测器电压：调谐电压+0.3 kv
采集方式：SCAN/MRM

1.3 样品的制备

称取 2.5 g 食用油样品，置于顶空瓶中密封，采用 AOC-6000 固相微萃取（SPME）装置按照 1.2 方法进行在线样品前处理，用 GCMS-TQ8040 进行在线检测。

2. 结果讨论

2.1 气味样品筛查结果

采用创建的 150 种气味物质分析方法对 4 种食用油样品进行检测，得到各样品测试结果如表 1-4 所示。

2.1.1 菜籽油样品测试结果

称取 2.5 g 菜籽油样品，置于顶空瓶中压盖，按照 1.2 方法进行处理并测试，得到菜籽油样品的测试结果：

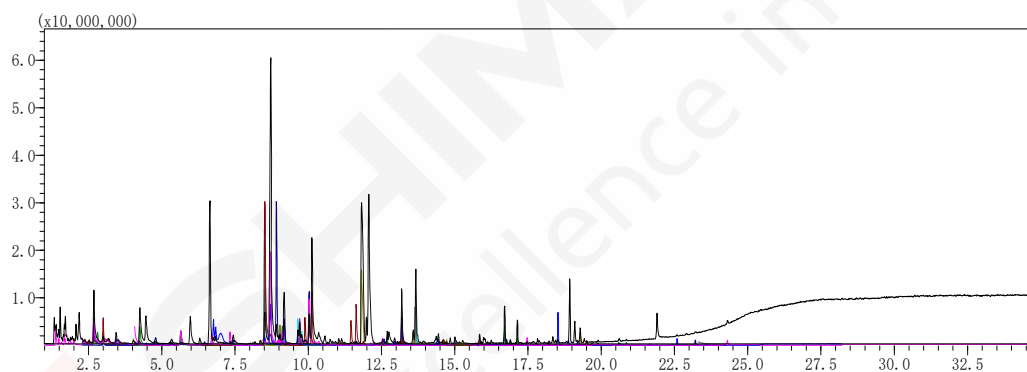


图 1 菜籽油样品色谱图

表 1 菜籽油样品气味筛查结果（浓度单位：ng/g）

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	戊醛	110-62-3	108.0	100	杏仁味，辣味，麦芽味
2	甲苯	108-88-3	1.8	2000	油漆味
3	二甲基二硫	624-92-0	3.4	100	白菜味，洋葱味，腐烂味
4	正己醛	66-25-1	62.9	1	呈生的油脂和青草气
5	2-庚酮	110-43-0	1.0	10	皂香
6	2-甲基吡嗪	109-08-0	14.6	1000	爆米花的香味
7	仲辛酮	111-13-7	4.0	10	皂味，汽油味
8	正辛醛	124-13-0	8.7	100	青辛尖锐而有力的脂蜡香
9	(E)-2-庚烯醛	18829-55-5	39.5	10	脂肪香，皂香，杏仁香
10	二甲基三硫	3658-80-8	0.5	0.1	卷心菜味，鱼味，硫磺味

11	1,2,4,5-四甲苯	95-93-2	0.3	10	甜味, 腐臭味
12	乙酸	64-19-7	68.6	1000	酸味
13	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	24683-00-9	0.1	0.01	土味, 香料味, 青椒味
14	丙酸	79-09-4	22.1	1000	腐臭味, 辛辣味, 酱油
15	甲基壬基甲酮	112-12-9	27.4	10	青香, 橙子香味
16	反式-2-癸烯醛	3913-81-3	5.5	1	橙子香味
17	异戊酸	503-74-2	0.6	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
18	1,4-二溴苯	106-37-6	3.0	100	有二甲苯的气味

2.1.2 芝麻油样品测试结果

称取 2.5 g 芝麻油样品, 置于顶空瓶中压盖, 按照 1.2 方法进行处理并测试, 得到芝麻油样品的测试结果:

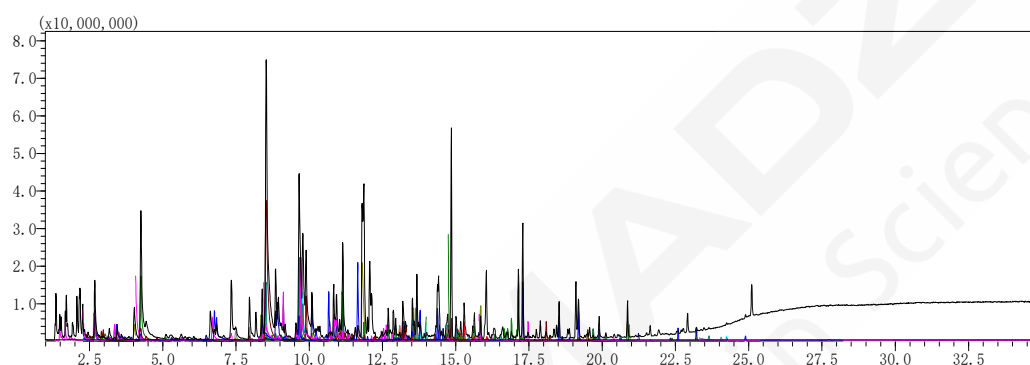


图 2 芝麻油样品色谱图

表 2 芝麻油样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	甲苯	108-88-3	5.6	2000	油漆味
2	二甲基二硫	624-92-0	33.3	100	白菜味, 洋葱味, 腐烂味
3	正己醛	66-25-1	175.9	1	呈生的油脂和青草气
4	2-庚酮	110-43-0	2.1	10	皂香
5	苯乙烯	100-42-5	2.0	100	汽油味, 香油味
6	仲辛酮	111-13-7	1.8	10	皂味, 汽油味
7	正辛醛	124-13-0	26.7	100	青辛尖锐而有力的脂蜡香
8	(E)-2-庚烯醛	18829-55-5	75.2	10	脂肪香, 皂香, 杏仁香
9	2-乙基吡嗪	13925-00-3	43.4	100	花生酱香, 木香
10	2-苯基-1-丙烯	98-83-9	0.1	10	汽油味, 香油味
11	二甲基三硫	3658-80-8	4.0	0.1	卷心菜味, 鱼味, 硫磺味
12	乙酸	64-19-7	82.7	1000	酸味
13	苯甲醛	100-52-7	8.3	1000	杏仁味, 焦糖味
14	丙酸	79-09-4	19.5	1000	腐臭味, 辛辣味, 酱油
15	反式-2-壬醛	18829-56-6	1.1	1	纸味
16	异佛尔酮	78-59-1	1.7	100	带有薄荷香或樟脑样味
17	甲基壬基甲酮	112-12-9	28.4	10	青香, 橙子香味
18	反式-2-癸烯醛	3913-81-3	8.5	1	橙子香味

19	2-羟基苯甲醛	90-02-8	6.5	1	草药味, 烤面包味
20	萘	91-20-3	0.4	10	焦油味
21	己酸	142-62-1	0.4	100	汗臭味
22	苯甲醇	100-51-6	11.0	100	甜味, 芳香味
23	苯并噻唑	95-16-9	2.2	10	汽油味, 橡胶味
24	2-溴苯酚	95-56-7	1.9	1	酚味, 碘味
25	4-乙基-2-甲氧基苯酚	2785-89-9	0.4	0.1	呈香辛料和丁香油香气
26	4-甲基苯酚	106-44-5	0.3	1	呈烟熏、草药气味
27	丁香酚	97-53-0	0.1	1	有干甜的花香和辛香
28	正癸酸	334-48-5	0.2	10	油脂味, 陈腐味
29	4-丙烯基-2-甲氧基苯酚	97-54-1	0.3	0.1	芳香气味
30	吡啶	120-72-9	0.7	10	灼烧味, 樟脑球味

2.1.3 变质花生油样品测试结果

称取 2.5 g 变质花生油样品, 置于顶空瓶中压盖, 按照 1.2 方法进行处理并测试, 得到变质花生油样品的测试结果:

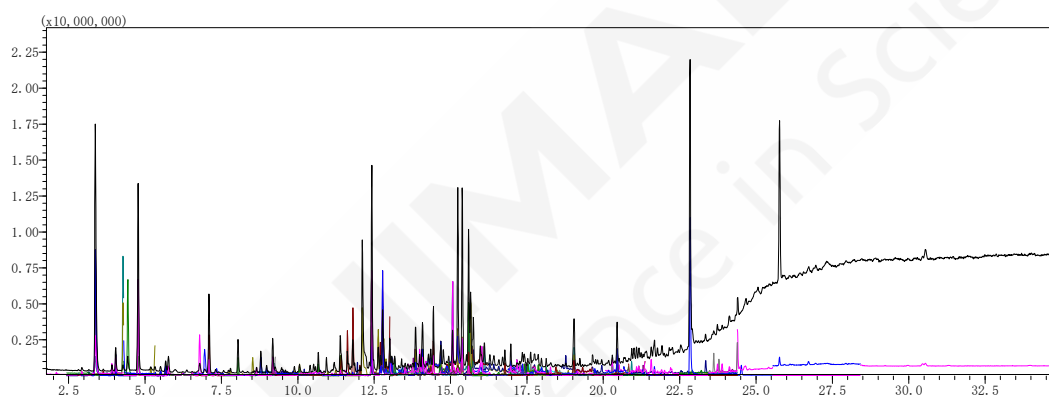


图3 变质花生油样品色谱图

表3 变质花生油样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	乙酸乙酯	141-78-6	11.1	1000	菠萝香味
2	戊醛	110-62-3	44.6	100	杏仁味, 辣味, 麦芽味
3	乙酸仲丁酯	105-46-4	1.9	100	甜味, 化学味
4	2-蒎烯	80-56-8	0.2	10	溶剂味
5	甲苯	108-88-3	8.3	2000	油漆味
6	正己醛	66-25-1	342.6	1	呈生的油脂和青草气
7	乙基苯	100-41-4	1.1	100	汽油味
8	间二甲苯	108-38-3	2.6	2000	塑料味
9	2-庚酮	110-43-0	1.6	10	皂香
10	苯乙烯	100-42-5	1.2	100	汽油味, 香油味
11	仲辛酮	111-13-7	6.5	10	皂味, 汽油味
12	正辛醛	124-13-0	113.6	100	青辛尖锐而有力的脂蜡香
13	(E)-2-庚烯醛	18829-55-5	87.4	10	脂肪香, 皂香, 杏仁香

14	乙酸	64-19-7	54.7	1000	酸味
15	癸醛	112-31-2	2.8	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
16	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	24683-00-9	0.2	0.01	土味, 香料味, 青椒味
17	丙酸	79-09-4	15.0	1000	腐臭味, 辛辣味, 酱油
18	反式-2-壬醛	18829-56-6	6.4	1	纸味
19	正辛醇	111-87-5	0.2	100	金属味, 烧焦味, 化学味
20	2-甲基异冰片	2371-42-8	32.5	0.1	土味, 发霉味
21	反式-2-癸烯醛	3913-81-3	7.8	1	橙子香味
22	1,4-二溴苯	106-37-6	32.9	100	有二甲苯的气味
23	己酸	142-62-1	1.2	100	汗臭味
24	苯甲醇	100-51-6	14.2	100	甜味, 芳香味
25	1-甲基萘	90-12-0	0.2	100	甜味, 腐臭味
26	4-乙基-2-甲氧基苯酚	2785-89-9	13.2	0.1	呈香辛料和丁香油香气
27	4-甲基苯酚	106-44-5	0.2	1	呈烟熏、草药气味
28	间甲基苯酚	108-39-4	0.1	0.1	塑料, 粪便气味
29	2,3-二甲酚	526-75-0	0.9	1	汽油味
30	丙位癸内酯	706-14-9	0.2	1	脂肪和桃子香气
31	壬酸	112-05-0	1.3	100	青香味, 油脂香味
32	丁香酚	97-53-0	0.1	1	有干甜的花香和辛香
33	4-乙基苯酚	123-07-9	1.5	100	苯酚味, 香料味
34	正癸酸	334-48-5	0.2	10	油脂味, 陈腐味
35	苯乙酸	103-82-2	1.5	10	花香味, 蜂蜜味

2.1.4 某一餐厅食用油样品测试结果

称取 2.5 g 某一餐厅食用油样品, 置于顶空瓶中压盖, 按照 1.2 方法进行处理并测试, 得到某一餐厅食用油样品的测试结果:

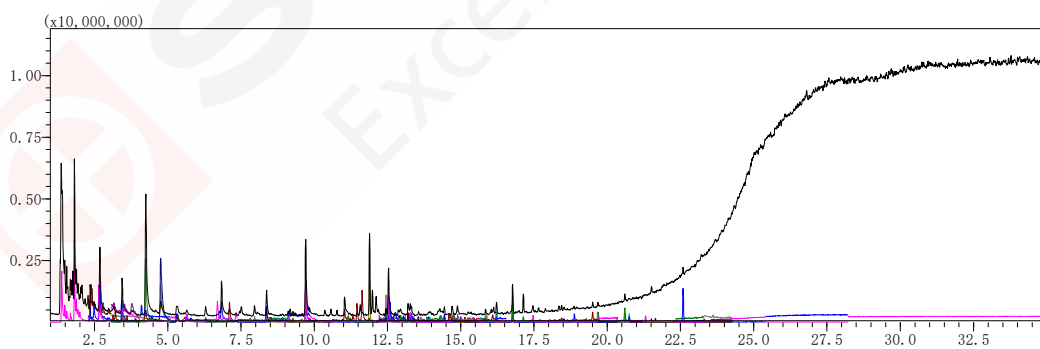


图 4 某餐厅食用油样品色谱图

表 4 某餐厅食用油样品气味筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	戊醛	110 62-3	15.6	100	杏仁味, 辣味, 麦芽味
2	甲苯	108-88-3	2.0	2000	油漆味
3	正己醛	66-25-1	40.4	1	呈生的油脂和青草气
4	乙基苯	100-41-4	0.3	100	汽油味

5	对二甲苯	106-42-3	0.1	1000	天竺葵味
6	间二甲苯	108-38-3	0.3	2000	塑料味
7	邻二甲苯	95-47-6	0.1	2000	天竺葵味
8	正辛醛	124-13-0	2.5	100	青辛尖锐而有力的脂蜡香
9	(E)-2-庚烯醛	18829-55-5	53.5	10	脂肪香, 皂香, 杏仁香
10	乙酸	64-19-7	13.4	1000	酸味
11	(E,E)-2,4-庚二烯醛	4313-03-5	5.3	2000	烧油味
12	丙酸	79-09-4	3.4	1000	腐臭味, 辛辣味, 酱油
13	反式-2-壬醛	18829-56-6	0.3	1	纸味
14	反式-2-癸烯醛	3913-81-3	1.6	1	橙子香味
15	α -松油醇	98-55-5	0.5	100	薄荷味, 茴香味, 油味
16	苯甲醇	100-51-6	1.0	100	甜味, 芳香味
17	2-溴苯酚	95-56-7	1.8	1	酚味, 碘味
18	4-甲基苯酚	106-44-5	0.1	1	呈烟熏, 草药气味
19	间甲基苯酚	108-39-4	0.1	0.1	塑料, 粪便气味
20	壬酸	112-05-0	0.4	100	青香味, 油脂香味
21	丁香酚	97-53-0	0.1	1	有干甜的花香和辛香

3. 结论

本文使用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪结合气味分析数据库对食用油中气味物质进行测定。通过采集正构烷烃和校正内标数据, 利用气味分析数据库自动创建 150 种气味物质的检测方法, 无需气味物质标准品, 即可对食用油中气味物质进行定性半定量。结果表明, 岛津 GCMS-TQ8040 和气味分析数据库操作简便, 可用于食用油中气味物质的快速筛查。

气味分析系统分析牛油中风味物质

摘要：本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪结合 AOC-6000 多功能自动进样装置的 SPME 进样方式，并利用岛津 SmartMRM 气味数据库建立了牛油中 150 种气味物质分析方法，采用三种内标物数据对曲线进行校正，利用校正后曲线对筛查出的气味物质进行半定量分析，比较样品的半定量结果与气味阈值，从而筛查牛油中特征风味成分。

关键词：三重四极杆气质联用仪 气味数据库 风味物质 牛油

牛油经过一系列生产工艺处理而成，其成品风味纯正，色泽美观，有提香加味的作用，广泛用于火锅底料、乳制品、起酥油、烘焙制品、香精香料以及调味包等制作。牛肉脂肪受热分解为游离脂肪酸，再进一步分解成醛、酮、酸等挥发性有机物，这些化合物也可作为中间物继续与蛋白质、肽、氨基酸等发生反应得到具有某些特殊气味的杂环化合物。牛油在熬制过程中会产生大量的风味物质，风味物质检测已成为相关行业的热点应用。

本文利用SPME-GC-MS/MS结合岛津气味数据库，可实现在无标准品的情况下快速建立牛油中150种风味物质的筛查方法，对牛油中风味物质进行半定量分析，从而鉴定出对牛油风味产生影响的化合物种类。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 自动进样器

1.2 分析条件

SPME参数：

SPME 纤维：FIB-P-100/10 PDMS

老化温度：270°C

样品平衡温度：80°C

样品平衡时间：10 min

解吸时间：2 min

萃取时间：15 min

GCMSMS分析条件：

色谱柱：InertCap -17MS, 30 m × 0.25 mm
× 0.25 μm

进样口温度：250°C

载气控制方式：恒压控制，83.5 KPa

离子源温度：200°C

采集模式：MRM/SCAN

柱温程序：50°C(5 min)_10°C/min_250°C(10 min)

进样方式：分流进样

分流比：5:1

接口温度：250°C

1.3 样品前处理

精确称取待测牛油样品1.6 g装入20 mL顶空瓶中，压盖密封后按1.2条件上机分析。

2. 结果

2.1 空瓶测试结果

将空白顶空瓶上机分析，其 TIC 图见图 1 所示，结果未有 150 种气味物质检出。

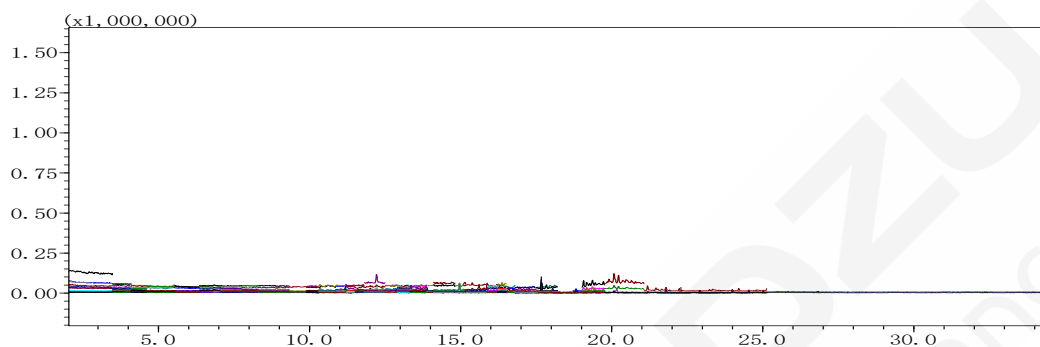


图 1 空白顶空瓶 MRM 图

2.2 牛油样品测试结果

牛油样品色谱图见图 2，牛油样品共筛查出 35 个化合物，如表 1 所示。其中半定量结果接近或大于气味阈值的风味物质有 11 种。图 3 给出了此 11 种风味物质的 MRM 色谱图。

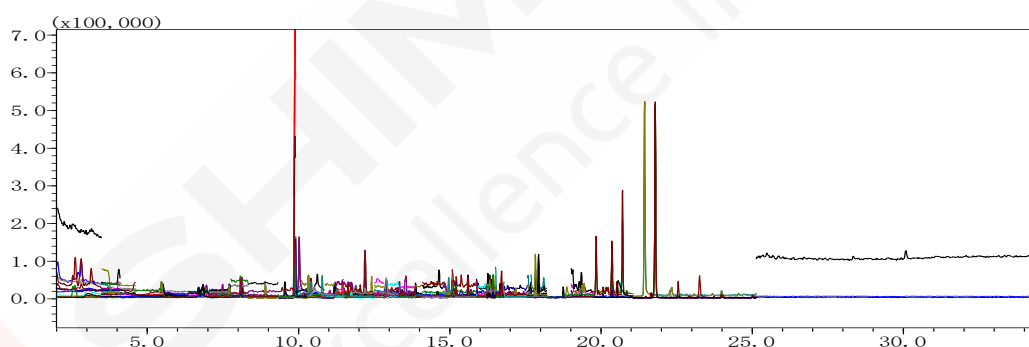
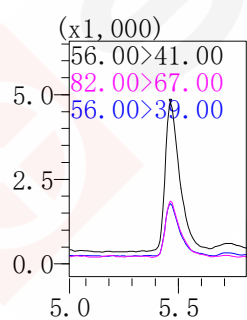


图 2 牛油样品色谱图

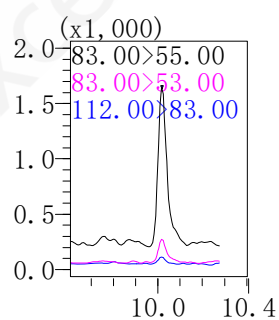
表 1 牛油样品中风味物质筛查和半定量结果 (ng/g)

No.	化合物	CAS 号	浓度	阈值	气味特征
1	正己醛	66-25-1	0.8	1	生的油脂味
2	α -蒎烯	80-56-8	0.1	10	松萜特有的气味
3	β -蒎烯	127-91-3	0.1	100	树脂和松脂香味
4	柠檬烯	138-86-3	4.1	1000	柠檬味
5	(E)-2-庚烯醛	18829-55-5	1.2	10	脂肪香
6	2-辛酮	111-13-7	0.1	10	皂味
7	α -甲基苯乙烯	98-83-9	0.1	10	香油味
8	正辛醛	124-13-0	1.5	100	脂蜡香
9	苯酚	108-95-2	0.2	1000	燃烧味
10	苯甲醛	100-52-7	0.5	1000	杏仁味，焦糖味

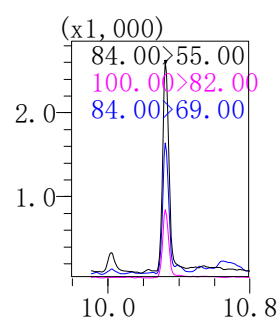
11	(E,E)-2,4-庚二烯醛	4313-03-5	0.1	2000	炒油味
12	间甲基苯酚	108-39-4	0.1	0.1	塑料味
13	苯乙醛	122-78-1	0.1	10	甜味、蜂蜜味
14	苯乙酮	98-86-2	0.1	1000	金合欢似甜香味
15	反式-2-壬醛	18829-56-6	0.5	1	纸味
16	癸醛	112-31-2	0.1	1	脂蜡香, 橙皮香
17	壬酸	112-05-0	0.7	100	油脂香味
18	反式-2-癸烯醛	3913-81-3	0.3	1	橙子香味
19	香叶醇	106-24-1	0.3	1	天竺葵, 玫瑰香
20	萘	91-20-3	0.1	10	焦油味
21	2-十一酮	112-12-9	0.2	10	柑橘类, 油脂味
22	正癸酸	334-48-5	0.1	10	油脂味
23	反式-2,4-癸二烯醛	25152-84-5	0.2	1	脂蜡味, 油炸味
24	苯并噻唑	95-16-9	0.1	10	汽油味
25	丙位辛内酯	104-50-7	0.1	1	椰子香气
26	2-甲基萘	91-57-6	0.1	1	甜味, 腐臭味
27	十二醛	112-54-9	0.3	10	脂肪香气
28	1-甲基萘	90-12-0	0.1	100	甜味, 腐臭味
29	4,5-环氧-(E)-2-癸烯醛	134454-31-2	0.1	0.01	青香味
30	吡啶	120-72-9	0.1	10	橙子, 茉莉花香
31	抗氧化剂 264	128-37-0	0.1	10	苯酚气味
32	月桂酸	143-05-2	0.7	100	金属气味
33	3-甲基吡啶	83-34-1	0.1	1	粪便、樟脑球味
34	香兰素	121-33-5	0.1	1	香草味
35	丙位十二内酯	2305-05-7	1.9	1	奶油、桃子味



正己醛



(E)-2-庚烯醛



正辛醛

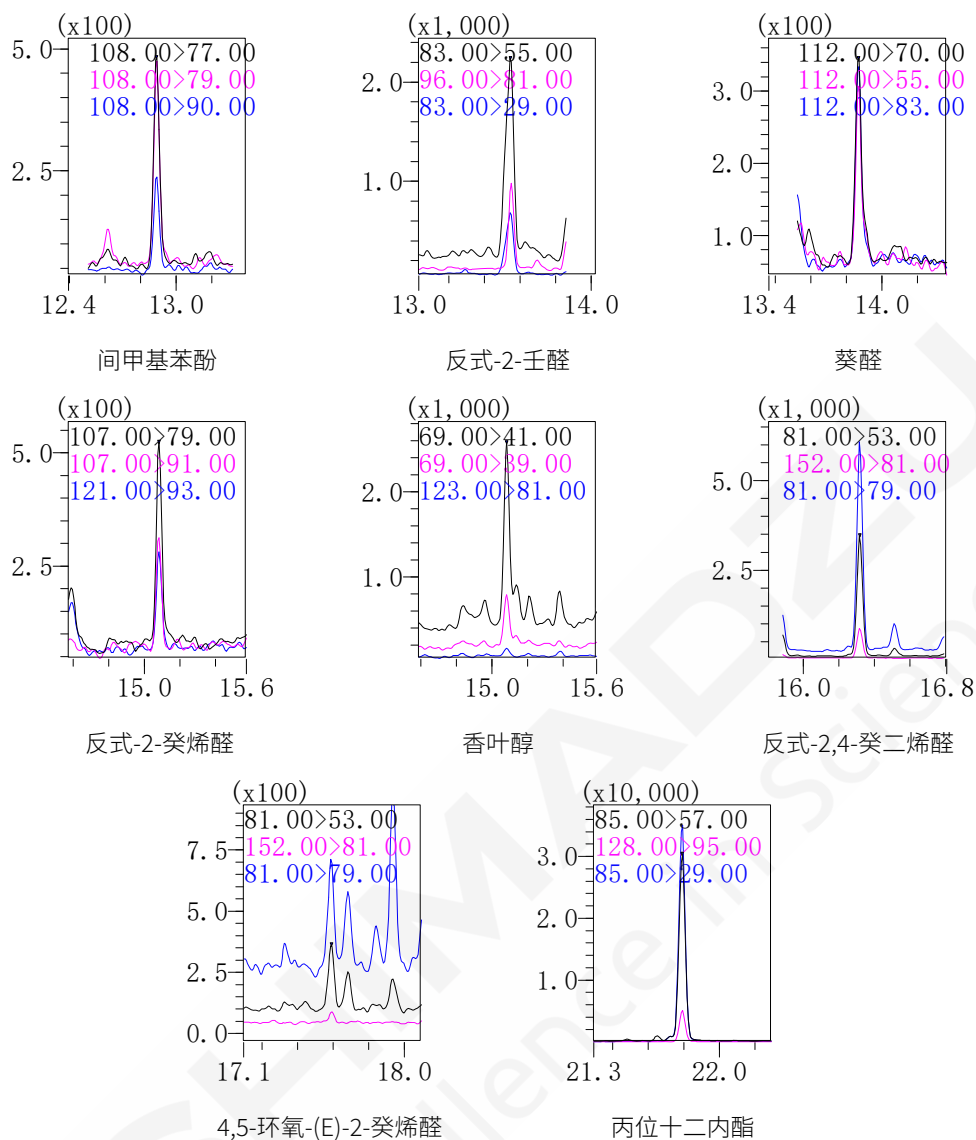


图3 牛油样品中部分物质的MRM色谱图

3. 结论

使用岛津气味分析系统对熬制牛油样品进行分析，采用 Smart MRM 数据库建立了 150 种风味物质筛查方法，利用 AOC-6000 SPME 进样，GCMS-TQ8040 MRM 模式进行样品采集，筛查结果见表 1。根据半定量结果与气味阈值的比值，给出了可能对牛油气味影响较大的 11 种风味物质。因此，岛津的气味分析系统可用于牛油中风味物质的分析，为牛油的质量控制提供参考。

2.2 酒类



气味分析系统分析啤酒研发中的气味成分

摘要：本文使用岛津气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX 和全自动多功能进样器 AOC-6000，结合 Smart Aroma Database 香味数据库建立了啤酒研发中气味成分的分析方法。使用 SCAN 模式进行分析，7 种啤酒中共检测出 204 种香气成分。对测试结果进行主成分分析确认各样品间气味成分的异同。该方法操作简单，易于分析，适用于啤酒研发中气味成分的筛查分析。

关键词：气相色谱质谱联用仪 香味数据库 啤酒 气味成分

啤酒是一种通过麦芽发酵制造而来的饮料，在世界上广受喜爱，但是不同的麦芽种类和发酵方法会使香气和味道发生改变。因为GCMS有优异的定性能力，所以它被用于分析食品饮料中的香气组分。而想要从检测出的数百种化合物中确认哪些组分会影响香气，则需要消耗大量时间处理庞杂的数据。不过，使用预先收录有化合物信息的数据库，可极大减轻数据分析的工作量。

本文通过SPME Arrow提取不同制造商、方法、啤酒样品中的香气组分，使用GCMS进行分析。利用Smart Aroma Database对实验结果进行分析。然后使用SIMCA[®]17 (Infocom公司) 对已鉴别的化合物进行主成分分析，比较不同方法酿造出来的啤酒间香气的差异。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

AOC-6000 自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数：

SPME 纤维：DVB/CAR/PDMS 120 μ m

平衡时间：10 min

老化温度：270 $^{\circ}$ C

搅拌速度：250 rpm

平衡温度：60 $^{\circ}$ C

萃取时间：30 min

GC-MS 参数：

色谱柱：SH-Polar Wax,

载气控制：恒线速度模式，25.5 cm/s

60 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m

进样方式：不分流进样

柱温程序：40 $^{\circ}$ C (5 min) $_3^{\circ}$ C/min $_250^{\circ}$ C (15 min)

离子源温度：200 $^{\circ}$ C

接口温度：250 $^{\circ}$ C

进样口温度：250 $^{\circ}$ C

采集方式：SCAN, m/z 45-400

1.3 样品前处理

样品选取7种市售啤酒。分别在不同样品瓶内装入8 g啤酒和3 g NaCl，密封后上机测定。

2. 结果与讨论

2.1 啤酒样品检测结果

依据收录在Smart Aroma Database中各化合物的保留时间信息、离子信息、质谱图信息鉴定化合物。结果共定性出204种香气组分，根据得分图对各啤酒进行了分类，结果如图1所示。此外，结合载荷图的结果，可得出各啤酒中含有哪些浓度相对高的组分。

Barrel-aged啤酒与IPA啤酒中相对高浓度的组分和其气味特征如表1所示。结果表明，Barrel-aged啤酒含有更高浓度的有浓郁甜味的香气组分，例如有蜂蜜、香草、椰子等气味的香气组分，IPA则含有更高浓度的有薄荷和草本香气的组分。

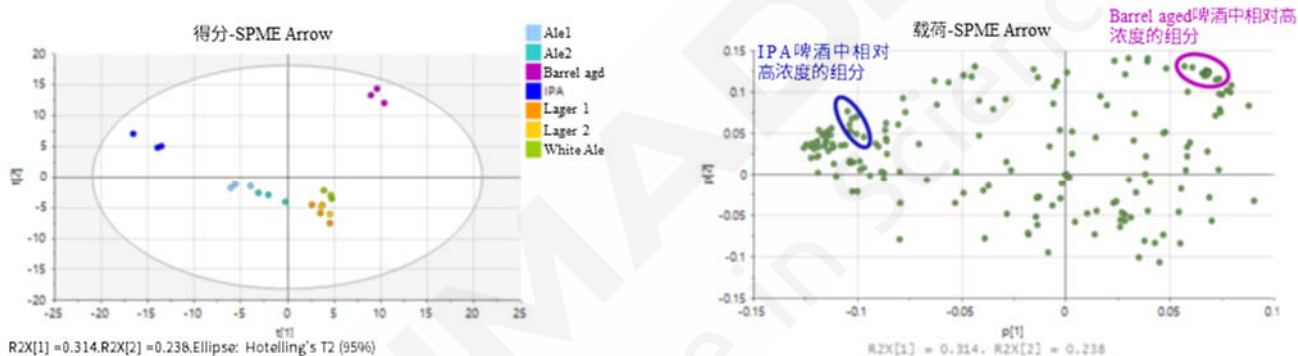


图1 使用 SPME Arrow 测定的结果得分图（左）和载荷图（右）

表1 啤酒中相对高浓度的组分

barrel aged		IPA	
化合物	气味性质	化合物	气味性质
乙酸乙酯	水果	3-甲基-2-丁烯-1-醇	草本植物
4-乙基-2-甲氧基苯酚	香料, 丁香	1-己醇	树脂、花、绿色植物
3-乙基苯酚	葡萄汁, 麝香	反式玫瑰氧化物	花
琥珀酸二乙酯	酒, 水果	3-乙氧基-1-丙醇	水果
苯甲醇	甜味, 花	顺式-3-己烯-1-醇	草
丁香酚	丁香, 蜂蜜	醋酸香叶酯	玫瑰
(E)-威土忌内酯	花, 内酯	水杨酸甲酯	薄荷
(Z)-威土忌内酯	椰子	水杨酸乙酯	冬青, 薄荷
γ -癸内酯	桃子, 脂肪		
香草酸乙酯	花, 水果, 甜味, 香草		
苯甲醛	杏仁, 焦糖		

3. 结论

本文采用可对香气组分进行高度浓缩的SPME Arrow，结合Smart Aroma Database香气数据库，对研发阶段啤酒中的香气成分进行分析。通过使用数据库进行宽泛靶向分析，简化了数据采集和数据分析的过程。最终鉴定出204种香气组分，所得结果的主成分分析结果验证了各种啤酒中的特色香气组分。

气味分析系统分析啤酒品质控制中的气味成分

摘要: 本文使用岛津气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2020 NX, 结合顶空自动进样器 HS-20 NX 的 Trap 模式, 利用 Smart Aroma Database 香味数据库建立了啤酒品质控制中气味成分的分析方法。使用 FASST 模式进行分析, SIM 高灵敏度分析 7 种目标组分, 同时根据 Scan 的结果定性其它香气组分。该方法操作简单, 适用于啤酒品控中气味成分的筛查分析。

关键词: 气相色谱质谱联用仪 顶空进样器 香味数据库 啤酒气味成分

啤酒是一种通过麦芽发酵制造而来的饮料, 在世界上广受喜爱, 不同的麦芽种类和发酵方法的啤酒香气和味道会发生变化。在分析此类样品香气组分时, 会采用定性能力优异的GCMS, 而想要从检测出的数百种化合物的数据中确认哪些组分会影响香气, 则需要消耗大量时间。不过, 使用预先收录有化合物信息的数据库, 可极大减轻数据分析的工作量。

在品质控制阶段, 通过Trap顶空法提取不同品牌、种类、制造方法的啤酒样品香气组分, 使用GCMS进行分析。利用Smart Aroma Database以Scan/SIM同时分析 (FASST分析) 的采集方式, 通过SIM高灵敏度分析目标组分, 同时根据Scan的结果定性其它香气组分。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

HS-20 NX 顶空自动进样器

1.2 分析条件

HS 参数:

模式: Trap (Tenax®TA 60/80目)	捕集冷却温度: -10 °C
多次进样次数: 5	捕集加热温度: 280 °C
平衡温度: 60°C	捕集等待温度: 25 °C
平衡时间: 30 min	样品瓶加压用气压: 80 kPa
定量环温度: 100°C	进样时间: 1 min
传输线温度: 100°C	

GC-MS 参数:

色谱柱: InertCap Pure-wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm	进样方式: 分流进样
柱温程序: 50°C (5 min) _10°C/min_250°C (10 min)	分流比: 5:1
载气控制: 恒压模式, 83.5 kPa	离子源温度: 200°C
	接口温度: 250°C
	采集方式: SCAN&SIM

1.3 样品前处理

样品选取7种市售啤酒。分别在不同样品瓶内装入8 g啤酒和3 g NaCl，添加内标物3-辛醇至最终浓度为1 mg/L进行测定。密封后上机测定

2. 结果与讨论

2.1 啤酒样品检测结果

使用HS-20 NX+GCMS以FASST模式（Scan/SIM同时测定）进行测定，啤酒的7种主要香气组分（乙酸乙酯、异丁醇、乙酸异戊酯、异戊醇、己酸乙酯、辛酸乙酯、2-苯乙醇）为目标化合物，通过SIM模式进行测定，其它组分以Scan模式进行测定。

根据SIM测定的结果，比较7种目标化合物与内标物的峰面积比，如表1所示。结果表明，SIM模式可实现高灵敏度分析，白啤酒所含7种目标香气成分最多。此外，利用Smart Aroma Database生成FASST模式采集方法，共检测出141种香气组分。使用SIMCA[®]17（Infocom公司）软件，针对检出化合物进行主成分分析，结果如图1所示，并据此对各啤酒进行分类。

表 1 啤酒重要组分的 SIM 测定结果一览

化合物	气味性质	m/z	SIM模式测定的面积比平均 (n=3)						
			啤酒1	啤酒2	桶装陈酿	IPA	Lager 1	Lager 2	白啤酒
乙酸乙酯	菠萝	43.0	16.5	16.3	23.0	18.1	17.2	17.0	23.2
异丁醇	酒, 溶剂, 苦味	43.1	2.7	2.0	3.0	3.5	2.2	2.4	3.9
乙酸异戊酯	香蕉	87.1	0.4	0.4	0.2	0.3	1.2	0.8	1.0
异戊醇	威士忌, 麦芽, 焦味	70.1	18.5	15.4	14.5	19.8	18.0	16.0	20.9
己酸乙酯	苹果皮, 水果	70.0	0.3	0.3	0.7	0.5	0.3	0.2	0.5
辛酸乙酯	水果, 脂肪	127.0	1.3	0.8	2.0	1.3	1.2	0.7	1.6
2-苯乙醇	蜂蜜, 香料, 玫瑰, 丁香	92.0	2.6	2.3	2.0	2.8	2.5	1.9	2.3

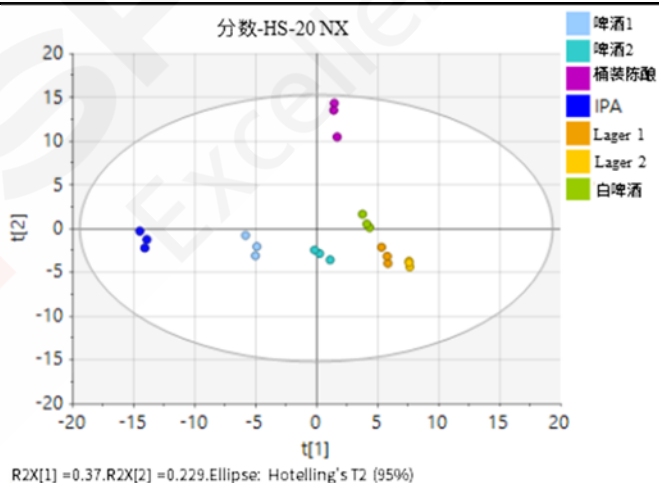


图 1 使用 HS-20 NX 测定的结果得分图

3. 结论

在产品生产质量控制阶段，利用顶空进样法（HS）进行样品预处理，使用GCMS的FASST模式实现SCAN和SIM模式同时采集。目标组分通过SIM模式分析，非目标组分通过SCAN模式进行采集并定性分析。单次分析周期仅为35分钟，可实现大批量样品高效分析。

气味分析系统分析红酒中挥发性成分

摘要: 本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器结合气味分析数据库建立了 150 种挥发性组分分析的方法,并用该方法对红酒中挥发性成分进行测定。该方法操作简便,分析速度快,适合红酒中挥发性成分的快速筛查。

关键词: 气味分析数据库 红酒 挥发性成分

红酒的挥发性成分很复杂,包括醇、酯、有机酸、挥发性酚、芳香酮等,其具有不同的化学特性,这些物质不但气味不同,相互间还存在累加、分离以及抑制等作用,因此红酒中所含的挥发性成分的种类和数量决定了酒的香气,从而影响着酒的品质。建立一种快速有效的检测红酒中挥发性成分的方法至关重要。

本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样装置结合气味分析数据库分析红酒中的挥发性成分,无需复杂设置,无需标准品,即可轻松创建 150 种挥发性组分定性及半定量的方法,可对红酒中的挥发性成分进行快速的筛查。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数:

SPME 纤维: SPME FIB-C-WR-100/10,PDMS

萃取时间: 20 min

老化温度: 240°C

进样口温度: 250°C

老化时间(萃取前): 20 min

解吸时间: 2 min

平衡温度: 80°C

老化时间(萃取后): 5 min

平衡时间: 10 min

GC-MS/MS 参数:

色谱柱: InertCap Pure-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

分流比: 5:1

柱温程序: 50°C (5 min) _10°C/min_250°C (10 min)

离子源温度: 200°C

接口温度: 250°C

载气压力: 83.5 kPa

检测器电压: 调谐电压+0.3 kv

进样方式: 分流进样

采集方式: Scan/MRM

1.3 样品的制备

精确称取 5.0 g 红酒样品至 20 mL 的顶空瓶中, 加盖密封。采用 AOC-6000 固相微萃取进样, GCMS-TQ8040 检测。利用岛津气味分析数据库对红酒中挥发性成分进行快速筛查。

2. 结果与讨论

2.1 红酒样品 a 的测试结果

精确称取 5.0 g 样品至 20 mL 的顶空瓶中, 加盖密封, 按照 1.3 方法进行处理并测试, 得到样品 a 的测试结果。

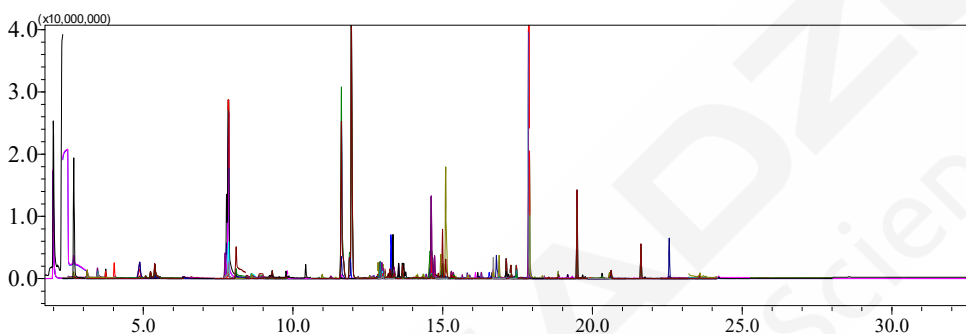


图 1 红酒样品 a 的色谱图

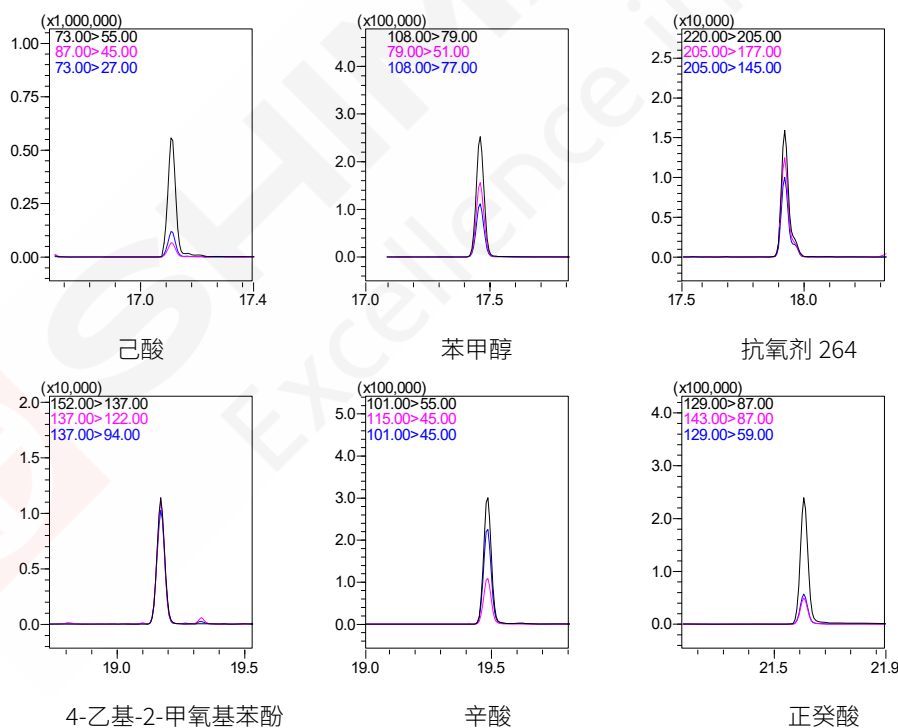


图 2 红酒样品 a 中部分挥发性成分 MRM 色谱图

表 1 红酒样品 a 的挥发性成分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	2-甲基丁酸乙酯	7452-79-1	0.1	1	苹果香气
2	乙基苯	100-41-4	0.1	100	汽油味

3	对二甲苯	106-42-3	0.1	1000	天竺葵味
4	间二甲苯	108-38-3	0.1	2000	塑料味
5	乙酸己酯	142-92-7	0.8	100	水果味, 香草味
6	正辛醛	124-13-0	0.1	100	脂蜡香, 带果香茉莉气息
7	乙二醇乙醚醋酸酯	111-15-9	0.1	100	甜味, 酯味
8	乙酸	64-19-7	11.7	1000	酸味
9	2-乙基己醇	104-76-7	0.1	1000	青香, 玫瑰花香
10	癸醛	112-31-2	0.1	1	皂味, 脂蜡香, 橙皮香
11	苯甲醛	100-52-7	1.7	1000	杏仁味, 焦糖味
12	芳樟醇	78-70-6	0.1	10	花香, 薰衣草香
13	正辛醇	111-87-5	0.5	100	金属味, 烧焦味, 化学味
14	异丁酸	79-31-2	0.5	1000	腐臭味, 奶酪味, 黄油味
15	5-甲基呋喃醛	620-02-0	0.3	1000	杏仁味, 焦糖味
16	异佛尔酮	78-59-1	0.1	100	带有薄荷香或樟脑样味
17	丁酸	107-92-6	0.5	1000	腐臭味, 奶酪味, 汗味
18	苯乙醛	122-78-1	0.3	10	甜味, 蜂蜜味,
19	马鞭烯醇	473-67-6	0.1	10	甜味, 薄荷味
20	异戊酸	503-74-2	0.5	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
21	α -松油醇	98-55-5	0.1	100	薄荷味, 茴香味, 油味
22	2-茨醇	507-70-0	0.1	1	土味, 发霉味
23	正戊酸	109-52-4	0.1	1000	汗味
24	水杨酸甲酯	119-36-8	0.1	1	薄荷味
25	己酸	142-62-1	3.1	100	汗臭味
26	愈创木酚	90-05-1	0.1	1	甜味, 药味, 烟味
27	苯甲醇	100-51-6	0.8	100	甜味, 芳香味
28	抗氧化剂 264	128-37-0	0.1	10	苯酚气味
29	庚酸	111-14-8	0.2	10	青香, 橙香, 皂香, 汽油味
30	十二醇	112-53-8	0.1	1	蜡脂香气
31	邻甲酚	95-48-7	0.1	100	苯酚气味
32	苯酚	108-95-2	0.2	1000	特殊的臭味和燃烧味
33	4-乙基-2-甲氧基苯酚	2785-89-9	0.1	0.1	呈香辛料和丁香油香气
34	辛酸	124-07-2	8.1	1000	奶酪味, 汗味
35	4-甲基苯酚	106-44-5	0.1	1	呈烟熏, 草药气味
36	间甲基苯酚	108-39-4	0.1	0.1	塑料, 粪便气味
37	2,3-二甲酚	526-75-0	0.1	1	汽油味
38	壬酸	112-05-0	0.4	100	青香味, 油脂香味
39	丁香酚	97-53-0	0.1	1	有干甜的花香和辛香
40	4-乙基苯酚	123-07-9	0.1	100	苯酚味, 香料味
41	正癸酸	334-48-5	1.9	10	油脂味, 陈腐味
42	月桂酸	143-07-7	0.3	100	金属气味

2.2 红酒样品 b 的测试结果

精确称取 5.0 g 样品至 20 mL 的顶空瓶中，加盖密封，按照 1.3 方法进行处理并测试，得到红酒样品 b 的测试结果：

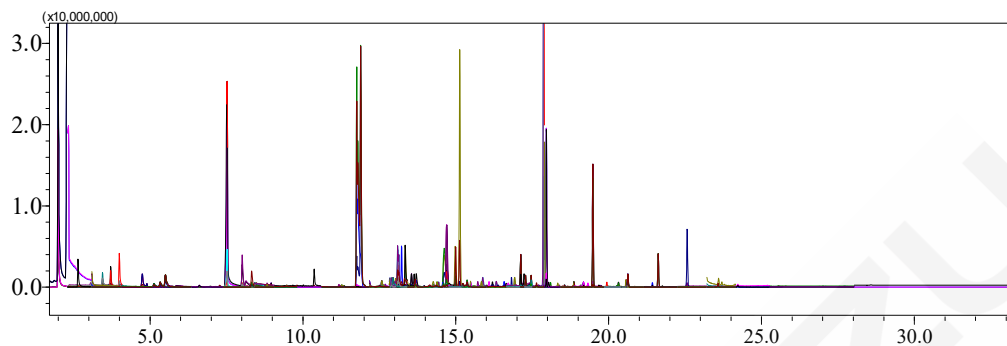


图 3 红酒样品 b 的色谱图

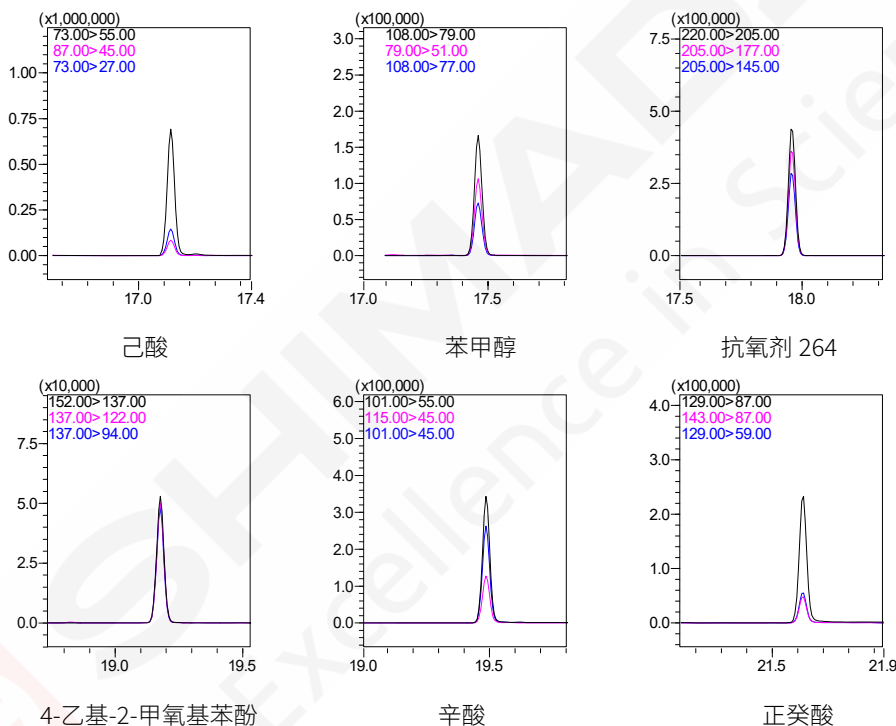


图 4 红酒样品 b 中部分挥发性成分 MRM 色谱图

表 2 红酒样品 b 的挥发性成分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	2-甲基丁酸乙酯	7452 - 79 - 1	0.1	1	苹果香气
2	二甲基二硫	624 - 92 - 0	0.1	100	白菜味, 洋葱味, 腐烂味
3	乙基苯	100 - 41 - 4	0.1	100	汽油味
4	对二甲苯	106 - 42 - 3	0.1	1000	天竺葵味
5	间二甲苯	108 - 38 - 3	0.1	2000	塑料味
6	邻二甲苯	95 - 47 - 6	0.1	2000	天竺葵味
7	苯乙烯	100 - 42 - 5	0.1	100	汽油味, 香油味
8	乙酸己酯	142 - 92 - 7	0.1	100	水果味, 香草味

9	乙酸	64 - 19 - 7	8.3	1000	酸味
10	2-乙基己醇	104 - 76 - 7	0.4	1000	青香, 玫瑰花香
11	癸醛	112 - 31 - 2	0.1	1	皂味, 脂蜡香, 橙皮香
12	苯甲醛	100 - 52 - 7	1.1	1000	杏仁味, 焦糖味
13	正辛醇	111 - 87 - 5	0.6	100	金属味, 烧焦味, 化学味
14	异丁酸	79 - 31 - 2	0.3	1000	腐臭味, 奶酪味, 黄油味
15	5-甲基呋喃醛	620 - 02 - 0	0.1	1000	杏仁味, 焦糖味
16	异佛尔酮	78 - 59 - 1	0.1	100	带有薄荷香或樟脑样味
17	丁酸	107 - 92 - 6	0.4	1000	腐臭味, 奶酪味, 汗味
18	苯乙醛	122 - 78 - 1	0.7	10	甜味, 蜂蜜味,
19	异戊酸	503 - 74 - 2	0.4	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
20	2-茨醇	507 - 70 - 0	0.1	1	土味, 发霉味
21	正戊酸	109 - 52 - 4	0.1	1000	汗味
22	水杨酸甲酯	119 - 36 - 8	0.1	1	薄荷味
23	己酸	142 - 62 - 1	3.3	100	汗臭味
24	愈创木酚	90 - 05 - 1	0.1	1	甜味, 药味, 烟味
25	十一醇	112 - 42 - 5	0.1	10	柑橘的果香
26	苯甲醇	100 - 51 - 6	0.5	100	甜味, 芳香味
27	抗氧化剂 264	128 - 37 - 0	0.9	10	苯酚气味
28	庚酸	111 - 14 - 8	0.2	10	青香, 橙香, 皂香, 汽油味
29	十二醇	112 - 53 - 8	0.1	1	蜡脂香气
30	邻甲酚	95 - 48 - 7	0.1	100	苯酚气味
31	苯酚	108 - 95 - 2	0.1	1000	特殊的臭味和燃烧味
32	4-乙基-2-甲氧基苯酚	2785 - 89 - 9	0.1	0.1	呈香辛料和丁香油香气
33	辛酸	124 - 07 - 2	8.8	1000	奶酪味, 汗味
34	间甲基苯酚	108 - 39 - 4	0.1	0.1	塑料, 粪便气味
35	2,3-二甲酚	526 - 75 - 0	0.3	1	汽油味
36	壬酸	112 - 05 - 0	0.4	100	青香味, 油脂香味
37	4-乙基苯酚	123 - 07 - 9	0.6	100	苯酚味, 香料味
38	正癸酸	334 - 48 - 5	1.8	10	油脂味, 陈腐味
39	月桂酸	143 - 07 - 7	0.3	100	金属气味

3. 结论

本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器结合气味分析数据库对红酒中的挥发性成分进行测定。通过采集正构烷烃和校正内标数据, 利用气味分析数据库自动创建 150 种挥发性组分的检测方法, 对红酒中的挥发性成分进行定性及半定量分析。红酒样品 a 中筛查出 42 种挥发性成分, 红酒样品 b 中筛查出 39 种挥发性成分。结果表明, 该方法操作简便, 分析速度快, 可用于红酒中挥发性成分的快速筛查。

气味分析系统分析葡萄酒中气味成分

摘要: 使用岛津公司 GCMS-TQ8050 NX 气相色谱三重四极杆质谱仪结合 AOC-6000 自动进样器, 利用固相微萃取 (SPME) 富集白葡萄酒和红葡萄酒挥发出的气味成分并进样, 结合岛津 Off-Flavor 气味分析系统, 建立了葡萄酒中气味成分分析的筛查方法。

关键词: 三重四极杆气质联用仪 气味组分 葡萄酒

葡萄酒是用新鲜的葡萄或葡萄汁经发酵酿成的酒精饮料。通常分白葡萄酒和红葡萄酒两种。挥发性香气成分是构成葡萄酒质量的一个重要因素, 在葡萄酒的风格和个性化方面起主要作用。葡萄酒的香气一般可分为三类: 第一类香气; 第二类香气; 第三类香气。第一类香气指来自葡萄品种本身的香气, 这类香气是由葡萄果实中原有的芳香物质和香气浓郁度决定的; 第二类香气是指葡萄酒在酿造过程中产生的香气, 取决于酿造工艺, 主要来自醇类、酯类、醛类和有机酸等; 第三类香气是指葡萄酒在陈酿过程中所发展出来的香气, 当葡萄酒被长时间保存在橡木桶中时, 陈酿过程中的氧化作用会给葡萄酒增加如咖啡、太妃糖、焦糖类气味, 主要来自醇类、酯类、醛类和有机酸等。

岛津Off-Flavor气味分析数据库目前包含150种气味化合物, 数据库中详细列出每种化合物的感官信息和方法参数, 结合方法文件等构成的气味分析系统, 可以快速建立气味物质筛查方法, 并进行半定量分析。

本文使用AOC-6000自动进样器结合岛津GCMS-TQ8050 NX三重四极杆气相色谱质谱联用仪, 利用固相微萃取 (SPME) 方法进样, 分析白葡萄酒和红葡萄酒两份样品, 筛查其中气味组分。分析结果表明, 挥发性组分中, 含量较高的化合物均为醛类、醇类、酯类和有机酸类化合物, 检出化合物在Off-Flavor数据库对应描述均为酸味、甜味和果木香味等类型, 与感官气味一致, 试验结果表明该方法可用于同类产品的气味成分分析。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050NX 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数:

SPME 纤维头: 50/30 μm DVB/PDMS/CAR;	平衡温度: 80°C
老化温度: 270°C	平衡时间: 5 min
老化时间 (萃取前): 0 min	振荡速度: 250rpm

萃取时间：30 min

解吸时间：2 min

进样口温度：250°C

老化时间（萃取后）：5 min

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertSil Pure-WAX, (30m × 0.25mm × 0.25μm)

离子化方式：EI

柱温程序：50°C(5 min)_10°C/min_250°C(10 min)

离子源温度：200°C

接口温度：250°C

载气控制模式：恒定压力（83.5kPa）

检测器电压：调谐电压+0.3kv

进样方式：分流进样（分流比 5:1）

采集方式：MRM

2. 样品前处理

量取白葡萄酒和红葡萄酒各1mL，分别置于已烘干处理过的顶空瓶中，密封，采用AOC-6000自动进样器，固相微萃取（SPME）方法进样，以GCMS-TQ8050 NX检测。

3. 结果与讨论

3.1 白葡萄酒和红葡萄酒样品筛查结果

白葡萄酒和红葡萄酒样品 TIC 图见图 1、图 2，部分组分 MC 图见图 3，样品筛查结果见表 1、表 2。

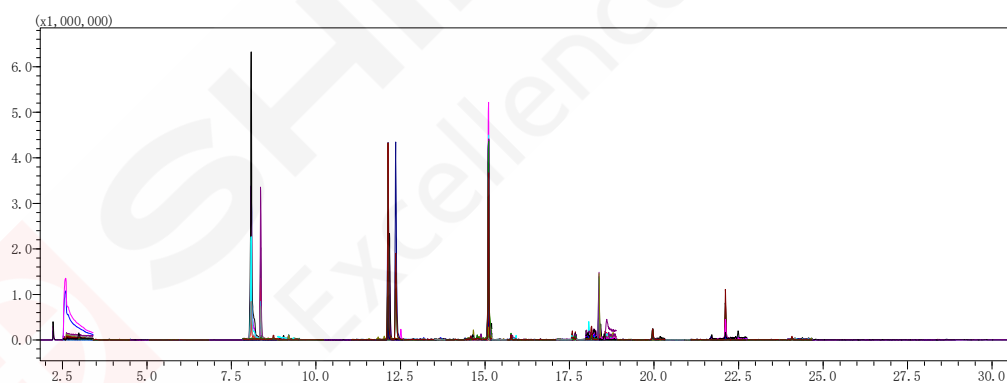


图 1 白葡萄酒样品 TIC 图

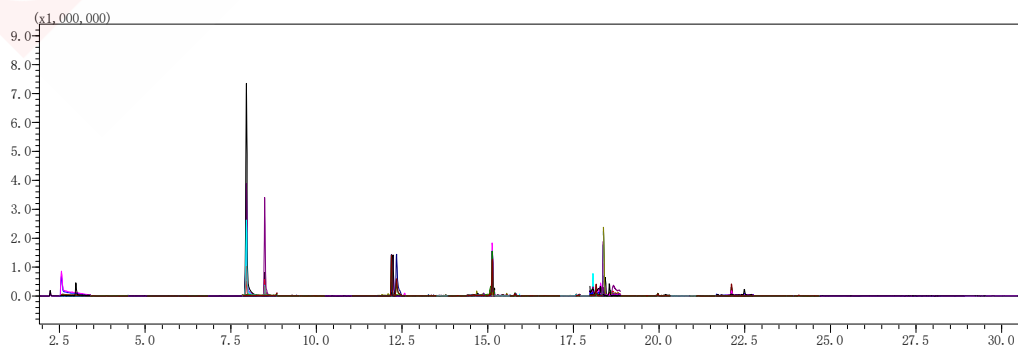
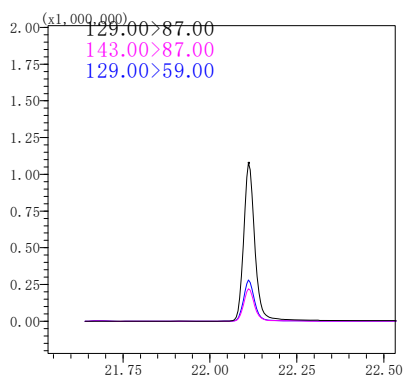
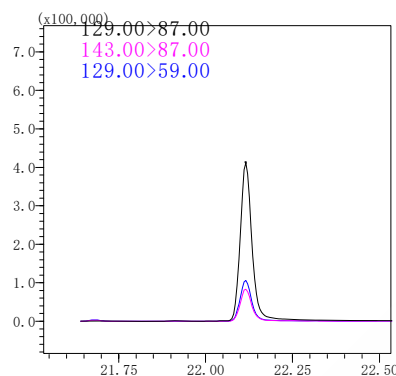


图 2 红葡萄酒样品 TIC 图

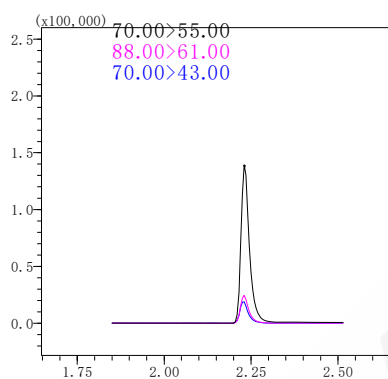


白葡萄酒

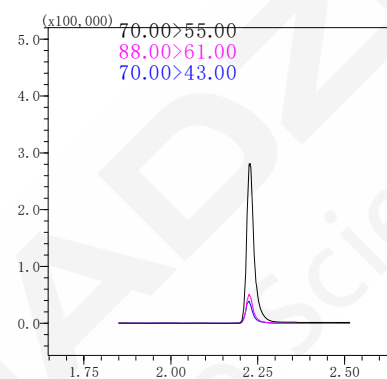


红葡萄酒

正癸酸



白葡萄酒



红葡萄酒

乙酸乙酯

图 3 白葡萄酒和红葡萄酒中部分组分 MC 谱图

表 1 白葡萄酒气味组分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	正癸酸	Capric acid	334-48-5	29.55	10	油脂味, 陈腐味
2	十二醇	1-Dodecanol	112-53-8	2.36	1	蜡脂香气
3	癸醛	n-Decanal	112-31-2	1.15	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
4	间甲基苯酚	m-Cresol	108-39-4	0.18	0.1	塑料, 粪便气味
5	乙酸乙酯	Ethyl acetate	141-78-6	22.44	1000	菠萝香味
6	2-甲基丁酸乙酯	Ethyl-2-methylbutyrate	7452-79-1	0.19	1	苹果香气
7	乙酸己酯	n-Hexyl acetate	142-92-7	4.75	100	水果味, 香草味
8	1,4-二氯苯	p-Dichlorobenzene	106-46-7	0.31	1000	甜味
9	乙酸	Acetic acid	64-19-7	73.90	1000	酸味
10	苯甲醛	Benzaldehyde	100-52-7	0.20	1000	杏仁味, 焦糖味
11	芳樟醇	Linalool	78-70-6	0.12	10	花香, 薰衣草香
12	正辛醇	1-Octanol	111-87-5	0.59	100	金属味, 烧焦味, 化学味
13	异丁酸	Isobutyric acid	79-31-2	1.79	1000	腐臭味, 奶酪味, 黄油味
14	5-甲基呋喃醛	5-Methyl furfural	620-02-0	0.29	1000	杏仁味, 焦糖味
15	苯乙醛	Phenylacetaldehyde	122-78-1	0.89	10	甜味, 蜂蜜味,

16	(E,E)-2,4-壬二烯醛	trans,trans-2,4-Nonadienal	5910-87-2	0.63	10	青香, 蜡脂香
17	水杨酸甲酯	Methyl salicylate	119-36-8	0.08	1	薄荷味
18	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	0.09	1	甜味, 腐臭味
19	苯甲醇	Benzyl alcohol	100-51-6	0.32	100	甜味, 芳香味
20	抗氧化剂 264	Dibutylhydroxytoluene	128-37-0	0.05	10	苯酚气味
21	辛酸	Caprylic acid	124-07-2	39.55	1000	奶酪味, 汗味
22	月桂酸	Lauric acid	143-07-7	14.70	100	金属气味
23	香兰素	Vanillin	121-33-5	0.20	1	香草味

表 2 红葡萄酒中气味组分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	正癸酸	Capric acid	334-48-5	17.30	10	油脂味, 陈腐味
2	乙酸乙酯	Ethyl acetate	141-78-6	12.36	1000	菠萝香味
3	2-甲基丁酸乙酯	Ethyl-2-methylbutyrate	7452-79-1	0.32	1	苹果香气
4	2-庚酮	2-Heptanone	110-43-0	0.01	10	皂香
5	乙酸己酯	n-Hexyl acetate	142-92-7	1.16	100	水果味, 香草味
6	1,4-二氯苯	p-Dichlorobenzene	106-46-7	0.35	1000	甜味
7	乙酸	Acetic acid	64-19-7	36.18	1000	酸味
8	癸醛	n-Decanal	112-31-2	0.21	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
9	苯甲醛	Benzaldehyde	100-52-7	0.29	1000	杏仁味, 焦糖味
10	芳樟醇	Linalool	78-70-6	0.24	10	花香, 薰衣草香
11	异丁酸	Isobutyric acid	79-31-2	1.30	1000	腐臭味, 奶酪味, 黄油味
12	萘	Naphthalene	128.17052	0.03	10	焦油味
13	水杨酸甲酯	Methyl salicylate	119-36-8	0.17	1	薄荷味
14	己酸	Caproic acid	142-62-1	3.34	100	汗臭味
15	香叶醇	Geraniol	106-24-1	0.12	1	天竺葵香气, 玫瑰香气
16	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	0.11	1	甜味, 腐臭味
17	十一醇	1-Undecanol	112-42-5	1.57	10	柑橘的果香
18	苯甲醇	Benzyl alcohol	100-51-6	0.40	100	甜味, 芳香味
19	1-甲基萘	1-Methylnaphthalene	90-12-0	0.07	100	甜味, 腐臭味
20	抗氧化剂 264	Dibutylhydroxytoluene	128-37-0	0.09	10	苯酚气味
21	十二醇	1-Dodecanol	112-53-8	0.91	1	蜡脂香气
22	4-乙基-2-甲氧基苯酚	p-Ethylguaiacol	2785-89-9	0.06	0.1	呈香辛料和丁香油香气
23	辛酸	Caprylic acid	124-07-2	16.27	1000	奶酪味, 汗味
24	4-乙基苯酚	p-Ethylphenol	123-07-9	0.11	100	苯酚味, 香料味
25	1-十四醇	1-Tetradecanol	112-72-1	0.93	1000	椰子香气
26	月桂酸	Lauric acid	143-07-7	8.67	100	金属气味

4. 结论

本文采用岛津气相色谱三重四极杆质谱联用仪 GCMS-TQ8050 NX，结合 AOC-6000 多功能自动进样器，测定了白葡萄酒和红葡萄酒中可能存在的气味物质。结果表明，白葡萄酒中，检出超过阈值或含量较高的 23 种物质；红葡萄酒中，检出超过阈值或含量较高的 26 种物质。检出物质中大部分是有机酸类、醇类、醛类和脂类物质，并具有令人愉悦的气味，与葡萄酒感官气味和文献中介绍葡萄酒中香气物质成分一致。实验表明，岛津 Off-Flavor 气味分析系统可以准确判断葡萄酒中气味组分，方法建立简单，速度快，可以起到快速筛查作用，在没有标准品的情况下也可以得到目标组分的半定量浓度。



气味分析数据库测定果酒中的气味物质

摘要: 本文利用岛津GCMS-TQ8050 NX三重四极杆气质联用仪结合AOC-6000多功能自动进样装置的SPME进样方式, 并利用岛津Smart MRM气味数据库建立了发酵青梅酒和调制青梅酒中150种气味物质分析方法, 采用校准用标准样品生成的曲线进行半定量分析, 使用样品中估算出的浓度与气味阈值进行比较, 筛查出特征气味成分。该方法操作简单便捷, 分析速度快, 适合果酒样品中气味物质的筛查。

关键词: 三重四极杆气质联用仪、果酒、气味物质、气味分析系统

果酒是指以新鲜水果或果汁为原料, 经调糖、调酸等工艺, 全部或部分发酵而成的酒类饮料。果酒中含有丰富的维生素、矿物质、有机酸、酚类等营养物质和功能成分。相较白酒等高度酒, 果酒酒精度要低很多, 一般在5%~14%范围内, 且酒液颜色明快, 果香浓郁, 深受年轻人的喜爱。目前我国果酒市场具有良好的发展态势。

根据酿造方式的不同, 果酒可分为三类: 发酵型果酒、调制型果酒和蒸馏型果酒。挥发性气味成分是果酒风味质量的重要决定因素, 是果酒气味的物质来源。不同类型的果酒风味有一定差异, 分析气味物质的种类、含量和形成途径, 对果酒质量鉴定、改善果酒加工工艺都有积极的意义。

本文利用SPME-GC-MS/MS结合岛津气味数据库, 可实现在无标准品的情况下快速建立果酒样品中150种气味物质的筛查方法, 为果酒企业的生产及其质量控制提供参考。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME参数:

SPME 纤维: 120 μm Carboxen/PDMS/DVB

样品平衡时间: 15 min

老化温度: 250 $^{\circ}\text{C}$

解吸时间: 5 min

样品平衡温度: 80 $^{\circ}\text{C}$

萃取时间: 25 min

GCMSMS分析条件:

色谱柱: InertCapPure-Wax,

(10 min)

30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

载气控制方式: 恒压, 83.5 kPa

进样口温度: 250 $^{\circ}\text{C}$

进样方式: 分流进样

柱温程序: 50 $^{\circ}\text{C}$ (5 min) $_10^{\circ}\text{C}/\text{min}_250^{\circ}\text{C}$

分流比: 5:1

离子源温度：200℃

采集模式：MRM

接口温度：250℃

1.3 样品前处理

将顶空瓶置于 120℃烘箱中烘烤 30 min，精确称取待测样品 2.0 g 装入顶空瓶，封瓶后上机分析。

2. 结果与讨论

2.1 调制青梅酒样品测试结果

调制青梅酒样品测定的色谱图见图 1，利用气味系统共检出 22 种化合物，如表 1 所示。半定量结果大于阈值的化合物有 3 种，分别是 2-甲基丁酸乙酯、丙位癸内酯和丁香酚。其中乙酸乙酯、乙酸、苯甲醛、丙位癸内酯等因含量较高而导致检测器饱和，计算结果会有偏差。图 2 是检出的部分化合物的质量色谱图。

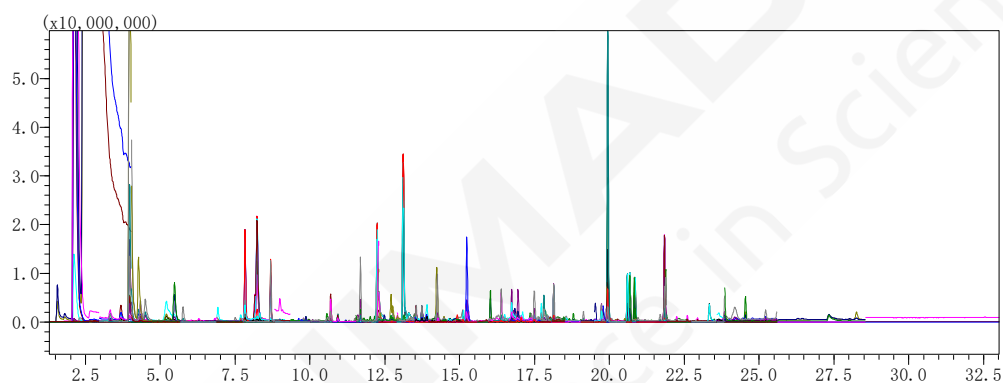


图 1 调制青梅酒样品 MRM 图

表 1 调制青梅酒样品半定量结果

No.	中文名称	半定量结果 (ng/g)	气味阈值 (ng/g)	气味特征
1	乙酸乙酯	---注	1000	菠萝香味
2	2-甲基丁酸乙酯	8.753	1	苹果香气
3	3-庚酮	0.250	1000	醚味
4	乙酸己酯	2.550	100	水果味，香草味
5	乙酸	45.369	1000	酸味
6	苯甲醛	33.527	1000	杏仁味，焦糖味
7	正辛醇	2.526	100	金属味，烧焦味，化学味
8	丁酸	0.939	1000	腐臭味，奶酪味，汗味
9	2-甲基丁酸	7.984	10	奶酪味，汗气味
10	己酸	0.664	100	汗臭味
11	苯甲醇	0.159	100	甜味，芳香味

12	苯乙醇	3.324	100	具有蜂蜜、香料、玫瑰,丁香花香气
13	beta-紫罗酮	0.058	0.1	有紫罗兰、覆盆子、海藻 香气
14	苯酚	0.104	1000	特殊的臭味和燃烧味
15	辛酸	2.297	1000	奶酪味, 汗味
16	丙位癸内酯	7.309	1	脂肪和桃子香气
17	壬酸	2.532	100	青香味, 油脂香味
18	丁香酚	4.081	1	有干甜的花香和辛香, 又似丁香油香气
19	正癸酸	1.504	10	油脂味, 陈腐味
20	月桂酸	4.830	100	金属气味
21	香兰素	0.540	1	香草味
22	肉桂酸	0.874	100	有桂皮香气

注: 乙酸乙酯含量较高, 浓度超过半定量用二次曲线范围, 下同。

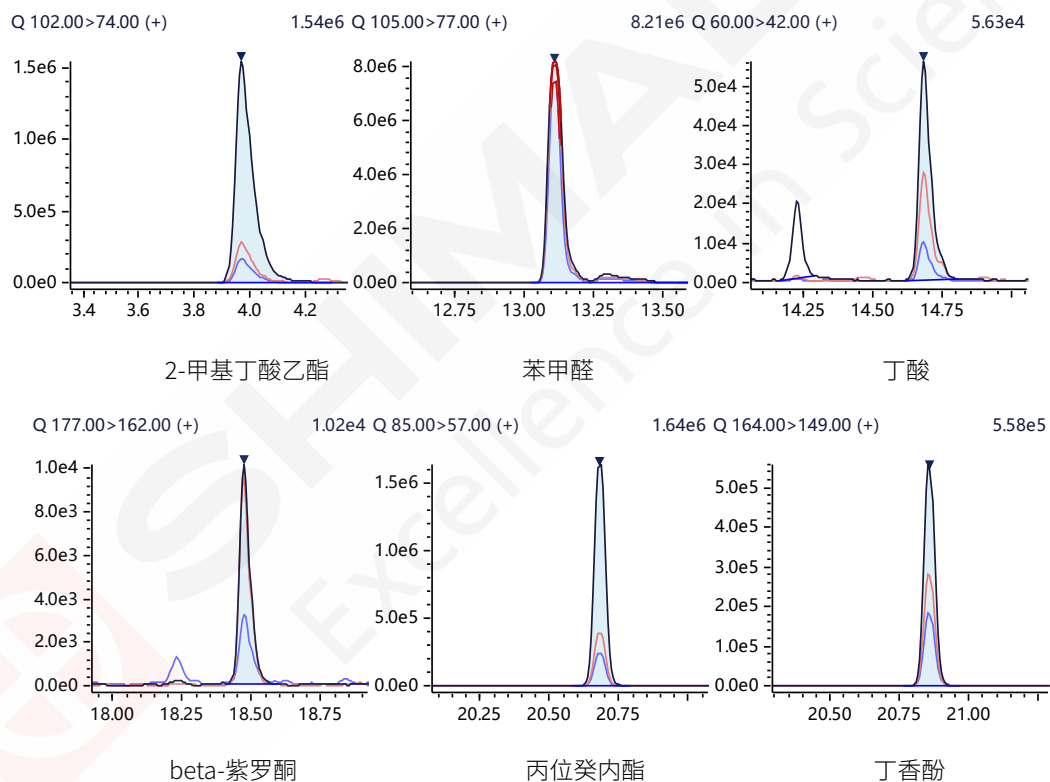


图 2 调制青梅酒样品中部分气味物质的质量色谱图

2.2 发酵青梅酒样品测试结果

发酵青梅酒样品测定的色谱图见图3。利用气味系统共检出25种化合物, 如表2所示。半定量结果大于阈值的化合物共计8种, 分别是2-甲基丁酸乙酯、癸醛、山梨酸乙酯、水杨酸甲酯、beta-紫罗酮、4-乙基-2-甲氧基苯酚、丙位癸内酯、4-丙烯基-2-甲氧基苯酚、丁香酚、香兰素。其中乙酸乙酯、乙酸、苯乙醇、山梨酸乙酯等因含量较高而导致检测器饱和, 计算结果会有偏

差。图4是检出的部分化合物的质量色谱图。

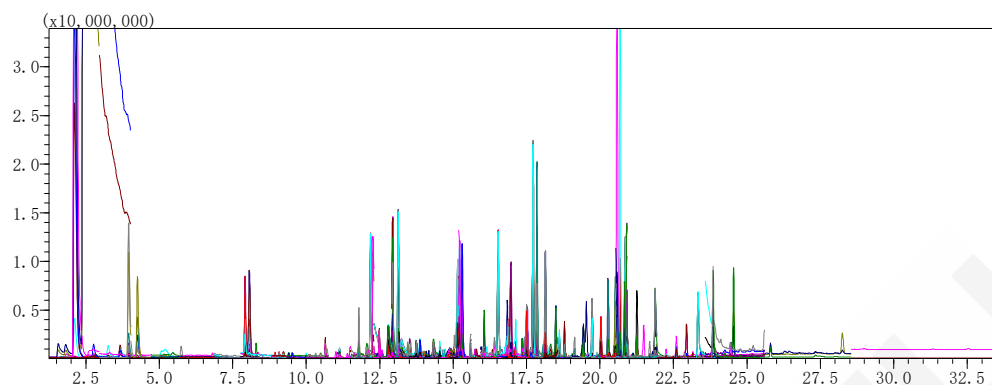


图3 发酵青梅酒样品 MRM 图

表 2 发酵青梅酒样品半定量结果

No.	中文名称	半定量结果 (ng/g)	气味阈值 (ng/g)	气味特征
1	乙酸乙酯	---	1000	菠萝香味
2	2-甲基丁酸乙酯	1.086	1	苹果香气
3	乙酸	36.914	1000	酸味
4	癸醛	8.097	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
5	山梨酸乙酯	10.851	10	似水果，醚的香气
6	苯甲醛	4.547	1000	杏仁味，焦糖味
7	丁酸	1.208	1000	腐臭味，奶酪味，汗味
8	α -松油醇	0.383	100	薄荷味、茴香味、油味
9	水杨酸甲酯	3.082	1	薄荷味
10	己酸	1.735	100	汗臭味
11	愈创木酚	0.161	1	甜味，药味，烟味
12	苯甲醇	15.841	100	甜味，芳香味
13	苯乙醇	6.197	100	具有蜂蜜、香料、玫瑰、丁香花香气
14	beta-紫罗酮	0.293	0.1	有紫罗兰、覆盆子、海藻香气
15	4-乙基-2-甲氧基苯酚	1.817	0.1	呈香辛料和丁香油香气
16	辛酸	4.547	1000	奶酪味，汗味
17	丙位癸内酯	2.073	1	脂肪和桃子香气
18	壬酸	1.772	100	青香味，油脂香味
19	丁香酚	7.136	1	有干甜的花香和辛香，又似丁香油香气
20	4-乙基苯酚	1.155	100	苯酚味，香料味

21	正癸酸	4.593	10	油脂味, 陈腐味
22	4-丙烯基-2-甲氧基苯酚	0.351	0.1	芳香气味
23	丙位十二内酯	0.151	1	甜的花香, 水果香气
24	月桂酸	8.341	100	金属气味
25	香兰素	1.306	1	香草味

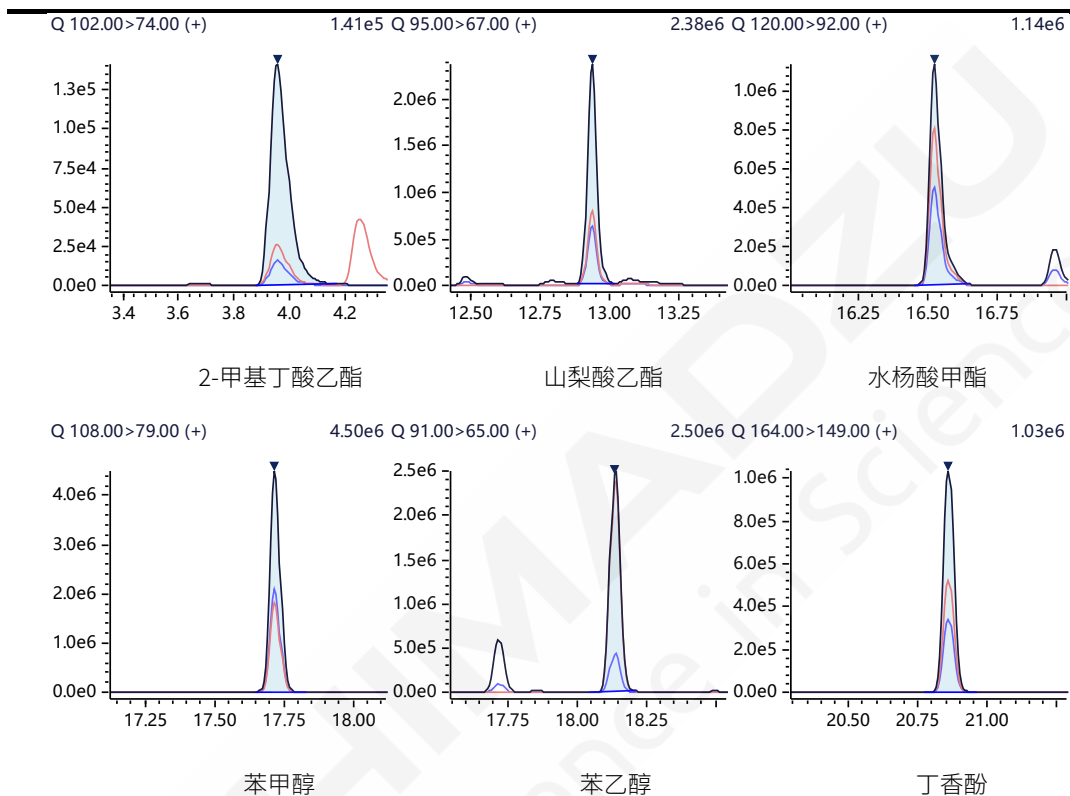
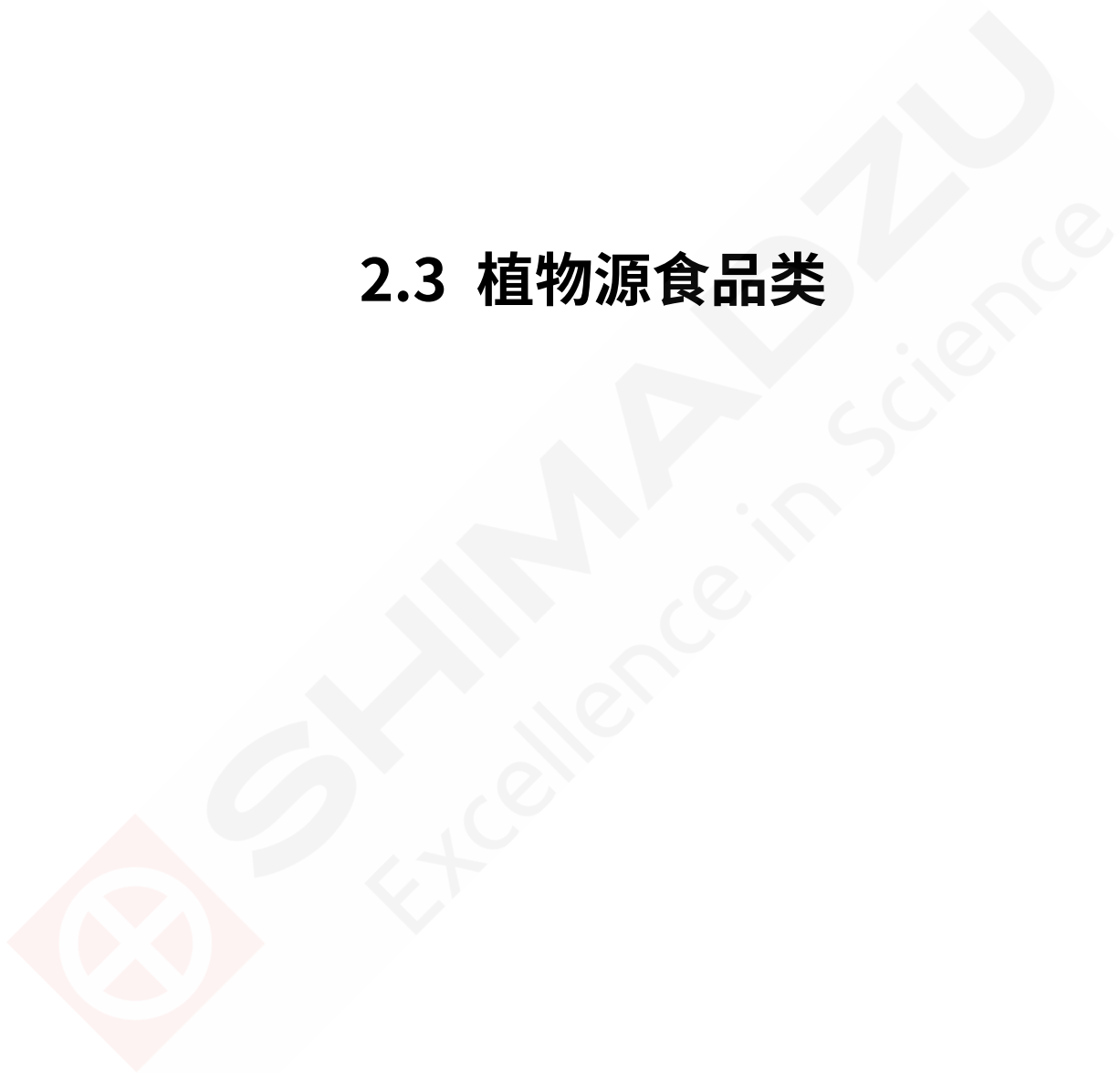


图4 发酵青梅酒样品中部分气味物质的质量色谱图

3. 结论

使用岛津气味分析系统对青梅果酒样品进行分析, 采用 Smart Database 数据库建立筛查方法, 利用 AOC-6000 SPME 进样, GCMS-TQ8050 NX 建立 MRM 采集方法进行样品分析。样品筛查结果见表 1~2, 调制青梅酒和发酵青梅酒中分别检出 22 种和 25 种气味物质。其中, 两种酒中 2-甲基丁酸乙酯、丙位癸内酯、丁香酚半定量结果均超过阈值, 对青梅酒风味有较大的影响。结果表明, 利用岛津气味分析系统, 可简单快速地分析果酒中气味物质, 为果酒的质量控制和工艺改善提供借鉴。

2.3 植物源食品类



气味分析系统分析野生干巴菌中的气味成分

摘要: 本文采用岛津GCMS-TQ8050 NX三重四极杆气相色谱质谱联用仪, 结合SPME进样和岛津Smart Aroma Database香味数据库, 建立了野生干巴菌中498种气味成分的分析方法, 在SIM采集模式下, 采用校准用标准样品生成的曲线对样品中的气味成分进行半定量分析。野生干巴菌样品中共检测出47种气味成分。该方法操作简单, 分析速度快, 适用于野生菌中气味成分的筛查分析。

关键词: 三重四极杆气质联用仪 香味数据库 野生菌 气味成分

干巴菌, 云南珍稀野生食用菌, 学名干巴革菌、对花菌。其生长在滇中及滇西的山林松树间。此菌香味浓郁、肉质坚韧、嚼味无穷、回味醇香绵长, 且存有一般酷似腌牛肉干的浓郁香气。野生菌一般生长于云南松、高山松、占风松等针叶林和混交林地带, 单生至群生。野生菌因地理环境的不同和生长植被的不同也就导致其种类的多样化。一般来说, 野生菌生长受到气温、日照、地势、周期等自然条件的影响, 并且不同环境下生长的野生菌的香味物质以及氨基酸、蛋白质和矿质元素的种类与含量也大不相同。因此天然的野生食用菌不仅是天然的绿色食品, 也是高蛋白、低脂肪、多维素的保健食品。

GCMS定性能力优异, 常被用于食品中气味成分的分析检测。但大多数食品基质相对复杂, 气味成分种类繁多, 研究人员往往需要耗费大量精力进行数据处理。使用岛津特有的数据库做数据处理, 可极大缩减数据分析的工作量。

本文利用岛津GCMS-TQ8050 NX三重四极杆气质联用仪和AOC-6000多功能自动进样器, 结合Smart Aroma Database香味数据库进行野生干巴菌中的气味成分分析, 无需复杂设置就能快速创建498种气味成分的定性及半定量方法, 可对野生菌中的气味成分进行快速的筛查与分析。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数:

SPME 纤维: SUPELCO.™

老化时间 (萃取后): 5 min

50/30μm DVB/CAR/PDMS

平衡温度: 80°C

老化温度: 250°C

平衡时间: 10 min

老化时间 (萃取前): 5 min

萃取时间: 25 min

解吸时间: 3 min

GC-MS/MS 参数:

色谱柱: InertCap Pure-Wax,

进样方式: 分流进样

30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

分流比: 5:1

进样口温度: 250°C

离子源温度: 200°C

柱温程序: 50°C (5 min) _10°C/min_250°C
(15 min)

接口温度: 250°C

检测器电压: 调谐电压+0.3 kV

载气控制: 恒压模式, 83.5 kPa

采集方式: Scan/SIM 模式

1.3 样品前处理

将顶空瓶置于 150°C 烘箱中烘烤 30 min, 精确称取待测野生菌样品 1.0 g 装入 20 mL 顶空瓶中, 密封后按 1.3 分析条件上机测试。

2. 结果与讨论

2.1 野生菌样品测试结果

测定的野生干巴菌样品色谱图见图 1, 利用香味数据库共筛查出 47 种化合物, 如表 1 所示。图 2 是检出的部分化合物的质量色谱图。

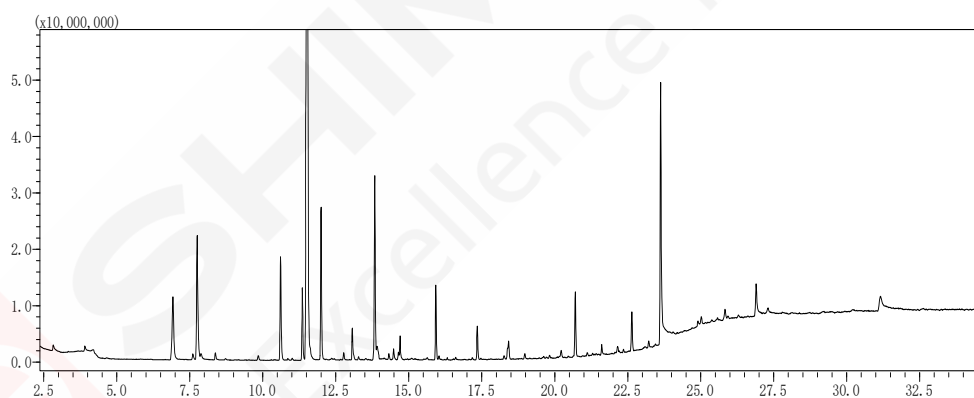


图 1 野生干巴菌样品色谱图

表 1 野生菌中气味成分筛查和半定量结果 (ng/g)

No.	化合物名称	CAS 号	浓度	气味特征
1	异戊醛	590-86-3	19.4	麦芽香味
2	α-蒎烯	80-56-8	2.9	松木味、松节油味
3	β-蒎烯	127-91-3	1.5	松木味、树脂味、松节油味
4	对二甲苯	106-42-3	0.3	香甜味
5	异戊醇	123-51-3	45.1	威士忌酒香味、麦芽香味, 烧焦味
6	苯乙烯	100-42-5	2.0	香油味、汽油味

7	3-辛酮	106-68-3	81.3	香草味、黄油味、树脂味
8	4-异丙基甲苯	99-87-6	0.1	柑橘味、溶剂味、汽油味
9	3-羟基-2-丁酮	513-86-0	11.7	黄油味、奶油味
10	1-辛烯-3-酮	4312-99-6	1.3	金属味、蘑菇味
11	正己醇	111-27-3	1.9	花香味、树脂味、绿植味
12	3-辛醇	589-98-0	26.6	苔藓味、坚果味、蘑菇味
13	(E)-2-己烯醇	928-95-0	3.3	胡桃味、叶子味、绿植味
14	(Z)-2-己烯-1-醇	928-94-9	0.4	叶子味、绿植味、葡萄酒味、水果味
15	(E)-2-辛烯醛	2548-87-0	0.8	坚果味、脂肪味、绿植味
16	醋酸	64-19-7	758.9	酸味
17	(Z)-3-己烯基丁酯	16491-36-4	76.3	红酒味、绿植味
18	合成樟脑	76-22-2	0.1	樟脑味
19	苯甲醛	100-52-7	1.2	杏仁味、焦糖味
20	丙酸	79-09-4	4.1	腐臭味、辛辣味、豆制品味
21	2,3-丁二醇异构体	513-85-9	15.2	洋葱味、水果味
22	芳樟醇	78-70-6	0.6	薰衣草味、花香味
23	1-辛醇	111-87-5	10.7	金属味、烧焦味、溶剂味
24	异丁酸	79-31-2	1.6	乳酪味、腐烂味、黄油味
25	乙酸芳樟酯	115-95-7	0.3	水果味、香甜味
26	2-戊基吡啶	2294-76-0	0.1	油脂味
27	(E)-2-辛烯-1-醇	18409-17-1	81.3	塑料味、肥皂味
28	苜硫醇	100-53-8	2.3	大蒜味
29	α -乙酸松油酯	80-26-2	0.3	石蜡味
30	α -松油醇	98-55-5	0.1	茴香味、油脂味、薄荷味
31	3-甲硫基丙醇	505-10-2	0.4	马铃薯味、香甜味
32	巴伦西亚橘烯	4630-07-3	0.3	青草味、油脂味
33	苯乙酸乙酯	101-97-3	23.2	水果味、香甜味
34	(E)-香芹醇	1197-07-5	0.3	香菜味、溶剂味
35	己酸	142-62-1	9.1	香甜味
36	月桂酸乙酯	106-33-2	0.1	树叶味
37	苯乙醇	60-12-8	29.6	蜂蜜味、香料味、玫瑰味、丁香味
38	十二醇	112-53-8	0.1	石蜡味、油脂味
39	石竹素	1139-30-6	1.3	香草味、香料味、香甜味
40	辛酸	124-07-2	3.0	奶酪味、香甜味
41	肉桂酸甲酯	103-26-4	0.1	草莓味
42	法尼醇异构体-1	4602-84-0	0.5	兰花香味
43	法尼醇异构体-2	4602-84-0	0.2	兰花香味

44	1-十六烷醇	36653-82-4	0.6	花香味、石蜡味
45	苯甲酸	65-85-0	3.5	酸臭味
46	香兰素	121-33-5	1.2	香草味
47	硬脂醇	112-92-5	0.5	油脂味

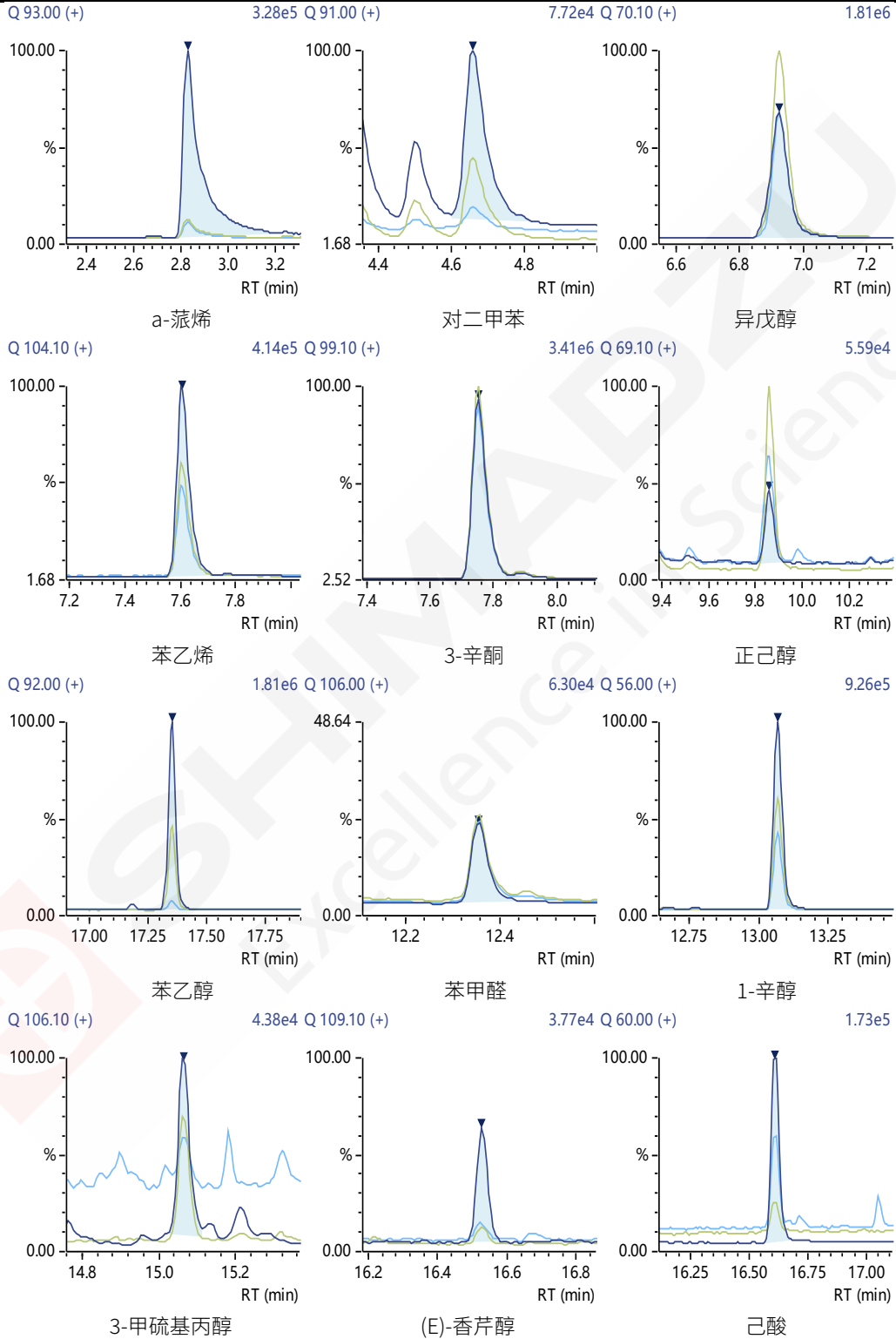


图 2 部分化合物质量色谱图

3. 结论

本文采用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 三合一自动进样器，结合岛津 Smart Aroma Database 香味数据库对野生干巴菌中的气味成分进行测定。通过采集正构烷烃和校正内标数据，在没有目标组分标准品的情况下，利用香味数据库自动创建 498 种气味成分的检测方法，对野生干巴菌中的气味成分进行定性及半定量分析。测试结果野生干巴菌样品中共检测出 47 种气味成分。实验结果表明，该方法操作简便，分析速度快，可用于各种野生菌气味成分的快速筛查及半定量分析。



气味分析系统分析玛咖中挥发性成分

摘要: 本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样装置结合 Smart Database 气味物质数据库建立了玛咖中 150 种挥发性成分分析方法, 采用校准用内标样品生成的曲线进行半定量分析, 将估算出的浓度与气味阈值进行比较, 筛查玛咖中挥发性物质。该方法操作简便, 分析速度快, 适合玛咖中挥发性物质的筛查。

关键词: 三重四极杆气质联用仪 气味分析系统 挥发性成分 玛咖

玛咖主要产于南美洲安第斯山脉和中国云南丽江, 是一种十字花科植物。叶子椭圆, 根茎形似小圆萝卜, 可食用, 是一种纯天然食品。玛咖富含高单位营养素, 对人体有滋补强身的功用。黑色玛咖是被公认为效果最好的玛咖, 产量极少。玛咖原产高海拔山区, 适宜在高海拔、低纬度、高昼夜温差、微酸性砂壤、阳光充足的土地中生长; 种植地区主要分布于南美州安第斯山脉以及中国云南丽江的玉龙雪山地区, 这两大主产区有较大面积的适种土地。而中国云南其他地区 and 新疆、西藏等地区也有少量种植。

本文利用岛津 GCMS-TQ8040 和 AOC-6000 自动进样器, 结合气味分析系统, 分析玛咖中挥发性成分, 为后续开发利用玛咖本土资源提供数据支持。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数:

SPME 纤维 1: 1 cm 75 μ m CAR/PDMS ,1 cm	平衡时间: 5 min
95 μ m WR/CAR/PDM	萃取时间: 10 min
老化温度: 270 $^{\circ}$ C	进样口温度: 250 $^{\circ}$ C
老化时间 (萃取前): 0 min	解吸时间: 2 min
平衡温度: 80 $^{\circ}$ C	老化时间 (萃取后): 5 min

GC-MS/MS 参数:

色谱柱: InertCap Pure-WAX, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m	柱温程序: 50 $^{\circ}$ C(5 min)_10 $^{\circ}$ C/min_250 $^{\circ}$ C(10 min)
载气压力: 83.5 KPa	接口温度: 250 $^{\circ}$ C
进样方式: 不分流进样	检测器电压: 调谐电压+0.3kv
离子源温度: 200 $^{\circ}$ C	采集方式: Scan/MRM 同时数据采集

1.3 样品前处理

称取玛咖样品 1.0 g, 置于顶空瓶中密封, 采用 AOC-6000 固相微萃取 (SPME) 进样, GCMS-TQ8040 检测。

2. 结果与讨论

2.1 玛咖样品测试结果

称取玛咖样品置于顶空瓶中, 用 GC-MS/MS 分析, 所得谱图如下图 1、图 2 所示, 部分化合物 MRM 见图 3, 检测到的组分结果见表 1、表 2 (表中列出筛查浓度大于气味阈值的化合物)。

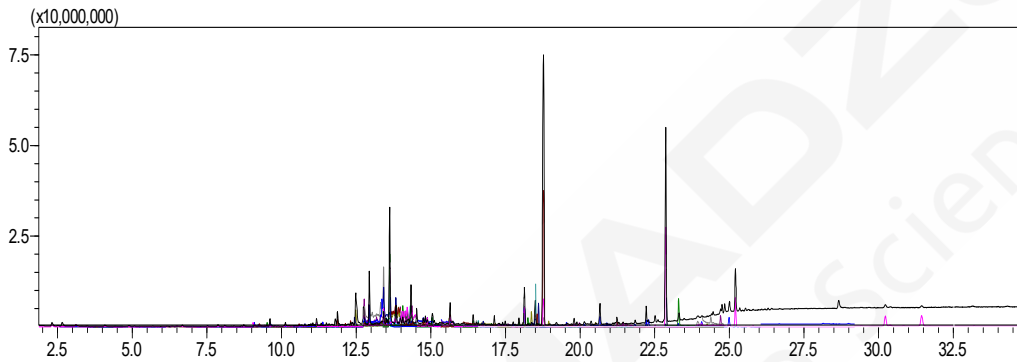


图 1 1 cm 95 μm WR/Carboxen/PDMS 萃取头结果

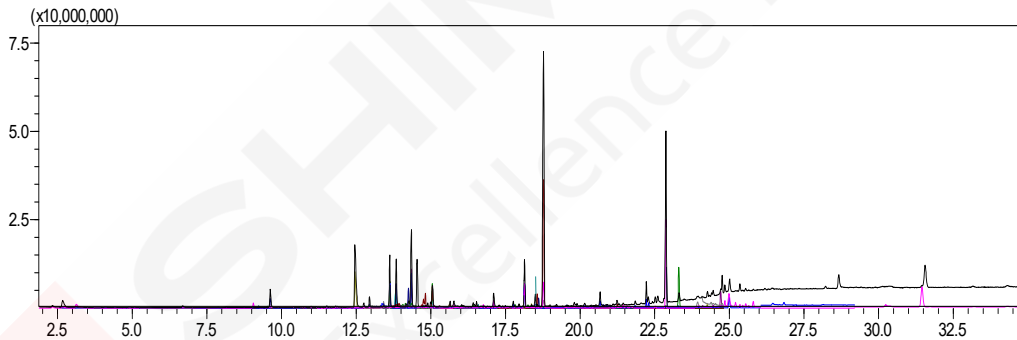
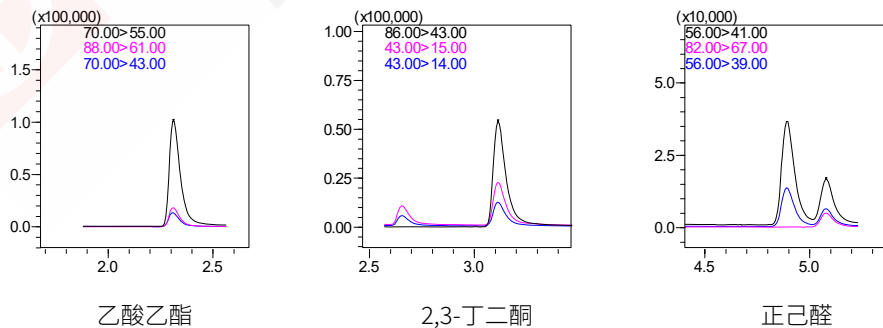


图 2 1 cm 75 μm Carboxen/PDMS 萃取头结果



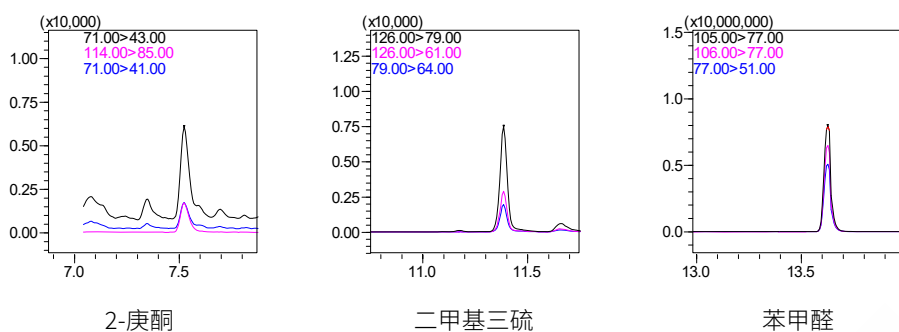


图3 部分筛查挥发性物质 MRM 图

表1 1 cm 75 μ m Carboxen/PDMS 萃取头挥发性物质数据筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	气味阈值	气味特征
1	乙酸乙酯	141 - 78 - 6	3750.1	1000	菠萝香味
2	2,3-丁二酮	431 - 03 - 8	4320.0	10	黄油香味
3	正己醛	66 - 25 - 1	264.1	1	生油脂、青草气及苹果香味
4	2-庚酮	110 - 43 - 0	22.2	10	皂香
5	二甲基三硫	3658 - 80 - 8	26.3	0.1	卷心菜味, 鱼味, 硫磺味
6	2-壬酮	821 - 55 - 6	80.2	10	青香, 皂香, 热奶香
7	癸醛	112 - 31 - 2	77.1	1	皂味, 脂蜡香, 橙皮香
8	苯甲醛	100 - 52 - 7	9443.4	1000	杏仁味, 焦糖味
9	异丁酸	79 - 31 - 2	1141.5	1000	腐臭味, 奶酪味, 黄油味
10	2-甲基异冰片	2371 - 42 - 8	6.1	0.1	土味, 发霉味
11	甲基壬基甲酮	112 - 12 - 9	245.4	10	青香, 橙子香味
12	丁酸	107 - 92 - 6	9764.6	1000	腐臭味, 奶酪味, 汗味
13	苯乙醛	122 - 78 - 1	43.7	10	甜味, 蜂蜜味
14	萘	91 - 20 - 3	25.8	10	焦油味
15	水杨酸甲酯	119 - 36 - 8	2.2	1	薄荷味
16	4-甲基戊酸	646 - 07 - 1	799.1	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
17	己酸	142 - 62 - 1	1593.9	100	汗臭味
18	2-甲基萘	91 - 57 - 6	43.3	1	甜味, 腐臭味
19	愈创木酚	90 - 05 - 1	1.2	1	甜味, 药味, 烟味
20	香叶醇	106 - 24 - 1	137.5	1	天竺葵香气, 玫瑰香气
21	苯甲醇	100 - 51 - 6	6068.8	100	甜味, 芳香味
22	苯乙醇	60 - 12 - 8	205.4	100	蜂蜜, 香料, 玫瑰, 丁香花香气
23	抗氧剂 264	128 - 37 - 0	31.6	10	苯酚气味
24	丙位辛内酯	104 - 50 - 7	19.3	1	椰子香气
25	beta-紫罗酮	79 - 77 - 6	16	0	有紫罗兰, 覆盆子, 海藻香气
26	庚酸	111 - 14 - 8	523.5	10	青香, 橙香, 皂香, 汽油味
27	间甲基苯酚	108 - 39 - 4	16.2	0.1	塑料, 粪便气味
28	2,6-二氯苯酚	87 - 65 - 0	4.1	0.1	碘味, 药味
29	丙位癸内酯	706 - 14 - 9	1.2	1	脂肪和桃子香气
30	壬酸	112 - 05 - 0	340.3	100	青香味, 油脂香味

31	丁香酚	97-53-0	7.1	1	有干甜的花香和辛香
32	正癸酸	334-48-5	268.1	10	油脂味, 陈腐味
33	香豆素	91-64-5	2.1	1	甜味, 青香味
34	月桂酸	143-07-7	658.2	100	金属气味
35	苯乙酸	103-82-2	1366.6	10	花香味, 蜂蜜味

表 2 1 cm 95 μ m WR/Carboxen/PDMS 萃取头挥发性物质数据筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	乙酸乙酯	141-78-6	6185.1	1000	菠萝香味
2	2,3-丁二酮	431-03-8	3633.2	10	黄油香味
3	甲苯	108-88-3	37.2	2000	油漆味
4	2-甲基丁酸乙酯	7452-79-1	9.1	1	苹果香气
5	正己醛	66-25-1	613.2	1	呈生的油脂和青草气及苹果香味
6	2-庚酮	110-43-0	62.3	10	皂香
7	乙酸己酯	142-92-7	133.3	100	水果味, 香草味
8	3-羟基-2-丁酮	513-86-0	8760.3	500	奶油香气
9	仲辛酮	111-13-7	38.2	10	皂味, 汽油味
10	2,3-二甲基吡嗪	5910-89-4	187.2	100	有花生酱, 可可粉香气
11	二甲基三硫	3658-80-8	54.3	0.1	卷心菜味, 鱼味, 硫磺味
12	2-壬酮	821-55-6	407.2	10	青香, 皂香, 热奶香
13	5-乙基-2-甲基-吡啶	104-90-5	8.1	1	爆米花的香味
14	1,2,4,5-四甲苯	95-93-2	19.1	10	甜味, 腐臭味
15	乙酸	64-19-7	30178.1	1000	酸味
16	癸醛	112-31-2	1294.1	1	皂味, 脂蜡香, 橙皮香
17	山梨酸乙酯	2396-84-1	28.4	10	似水果, 醚的香气
18	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	24683-00-9	14.4	0.01	土味, 香料味, 青椒味
19	苯甲醛	100-52-7	28857.5	1000	杏仁味, 焦糖味
20	正辛醇	111-87-5	139.2	100	金属味, 烧焦味, 化学味
21	2-甲基异冰片	2371-42-8	46.3	0.1	土味, 发霉味
22	甲基壬基甲酮	112-12-9	1786.4	10	青香, 橙子香味
23	苯乙醛	122-78-1	22.3	10	甜味, 蜂蜜味
24	丁酸	107-92-6	4287.2	1000	腐臭味, 奶酪味, 汗味
25	异戊酸	503-74-2	290.2	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
26	2-甲基丁酸	116-53-0	357.3	10	奶酪味, 汗气味
27	2-羟基苯甲醛	90-02-8	51.1	1	草药味, 烤面包味
28	十二醛	112-54-9	337.1	10	脂肪香气
29	萘	91-20-3	188.1	10	焦油味
30	水杨酸甲酯	119-36-8	11.6	1	薄荷味
31	格奥三银	19700-21-1	1.1	0.1	土味, 甜菜味

32	己酸	142 - 62 - 1	958.1	100	汗臭味
33	2-甲基萘	91 - 57 - 6	195.2	1	甜味, 腐臭味
34	alpha-紫罗酮	127 - 41 - 3	15.3	0.1	具有较强的紫罗兰香气
35	愈创木酚	90-05-1	4.2	1	甜味, 药味, 烟味
36	香叶醇	106 - 24 - 1	317.1	1	天竺葵香气, 玫瑰香气
37	苯甲醇	100 - 51 - 6	4653.1	100	甜味, 芳香味
38	苯乙醇	60 - 12 - 8	186.1	100	具有蜂蜜, 香料, 玫瑰, 丁香花香气
39	抗氧化剂 264	128 - 37 - 0	73.1	10	苯酚气味
40	丙位辛内酯	104 - 50 - 7	28.2	1	椰子香气
41	beta-紫罗酮	79 - 77 - 6	35.4	0.1	紫罗兰, 覆盆子, 海藻香气
42	庚酸	111 - 14 - 8	506.2	10	青香、橙香, 皂香、汽油味
43	苯并噻唑	95 - 16 - 9	23.1	10	汽油味, 橡胶味
44	十二醇	112 - 53 - 8	59.1	1	蜡脂香气
45	辛酸	124 - 07 - 2	1076.1	1000	奶酪味, 汗味
46	间甲基苯酚	108 - 39 - 4	22.2	0.1	塑料, 粪便气味
47	丙位癸内酯	706 - 14 - 9	4.1	1	脂肪和桃子香气
48	壬酸	112 - 05 - 0	472.2	100	青香味, 油脂香味
49	丁香酚	97 - 53 - 0	10.2	1	有干甜的花香和辛香
50	正癸酸	334 - 48 - 5	277.2	10	油脂味, 陈腐味
51	香豆素	91 - 64 - 5	6.1	1	甜味, 青香味
52	月桂酸	143 - 07 - 7	624.1	100	金属气味
53	二苯甲酮	119 - 61 - 9	15.1	10	杏仁味, 焦糖味
54	苯乙酸	103 - 82 - 2	1170.2	10	花香味, 蜂蜜味
55	香兰素	121 - 33 - 5	162.1	1	香草味

从表 1、表 2 结果对比来看, 两种固相微萃取纤维头测得的挥发性物质种类分别为 35、55 种, WR/Carboxen/PDMS 萃取头的结果优于 Carboxen/PDMS 萃取头, 能够筛查出更多组分。

3. 结论

本文利用岛津气味分析系统对玛咖中挥发性物质进行测定。方法利用 AOC-6000 自动 SPME 进样, GCMS-TQ8040 进行 MRM 分析。该系统操作简单, 分析速度快, 结合包含多种采集方式、多种色谱柱相关方法信息和内置标准曲线的数据库, 在没有标准品的情况下也可以得到目标组分的半定量浓度, 可在单四极杆气质联用仪或三重四极杆气质联用仪上分析各种样品所含的气味物质。

气味分析系统分析茶叶中的香气成分

摘要: 本文利用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器结合 Off-Flavor 气味分析数据库建立了 150 种气味物质的检测方法, 并用该方法对市售某品牌绿茶、红茶、乌龙茶和普洱茶等茶叶中的气味物质进行定性和半定量分析。本方法操作简便, 分析速度快, 能够有效检测茶叶中的各种香气成分。

关键词: 气味分析系统 茶叶 香气成分

茶叶香气是茶叶中的挥发性香气组分, 包括醇、醛、酮、酸、酯、内酯、酚、杂环、过氧化物、硫化物等 11 类约 700 种化合物, 茶树品种、树龄、生长环境、制茶工艺、储藏方法等都会导致成品茶中香气组成、香气物质百分含量有较大差异。茶叶香气是决定茶叶品质的重要因素之一, 因此茶叶香气分析一直受到茶叶研究者的关注。

茶叶香气主要通过气相色谱-质谱联用仪检测, 茶叶香气的提取和分离是茶叶香气分析的基础。固相微萃取是一种新型非溶剂型选择性萃取法, 因其成本低、精度高、重现性好、操作简便等特点而广泛应用于食品、环境行业。

本文利用岛津 AOC-6000 多功能自动进样器和 GCMS-TQ8050 NX 结合岛津气味分析数据库, 在无需标准品的情况下, 创建出 150 种挥发性物质 MRM 和 SCAN 同时扫描的分析方法, 不仅可以简单快速地筛查茶叶中的各种香气成分, 给出半定量结果, 还可以得到数据库以外香气成分的信息。可为茶叶香气成分的研究提供帮助。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪
AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数

SPME 纤维: SPME FIB_P_100/10, PDMS	平衡时间: 5 min
老化温度: 260°C	萃取时间: 30 min
平衡温度: 80°C	解吸时间: 2 min

GC-MS/MS 参数

色谱柱: InertCap Pure-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm	(10 min)
柱温程序: 50°C (5 min) _10°C/min_250°C	进样口温度: 250°C
	载气压力: 83.5 kPa

进样方式：分流进样

分流比：5:1

离子源温度：200°C

接口温度：250°C

检测器电压：调谐电压+0.3 kv

采集方式：FASST (SCAN+MRM 同时采集)

2. 样品前处理

称取 1.0 g 粉碎均匀的茶叶样品，置于顶空瓶中密封，采用 AOC-6000 固相微萃取 (SPME) 装置按照 1.2 方法进行在线样品前处理，用 GCMS-TQ8050 NX 进行检测。

3. 结果讨论

3.1 茶叶样品测试

利用创建的方法对市售的绿茶、红茶、乌龙茶、普洱茶样品进行检测，同时对主要未知化合物通过 NIST 谱库定性。

3.1.1 绿茶样品测试结果

分别称取 3 种市售绿茶样品 1.0 g 至 20 mL 的顶空瓶中，加盖密封。按照 1.2 方法进行处理并测试，得到测试结果如下。

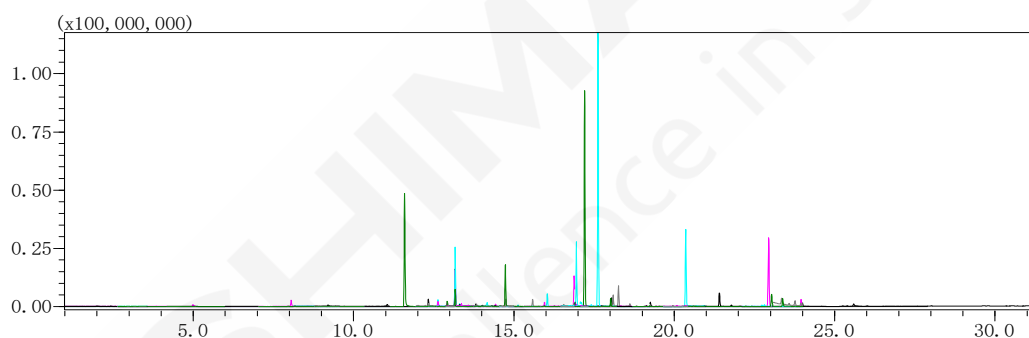


图 1. 绿茶样品色谱图

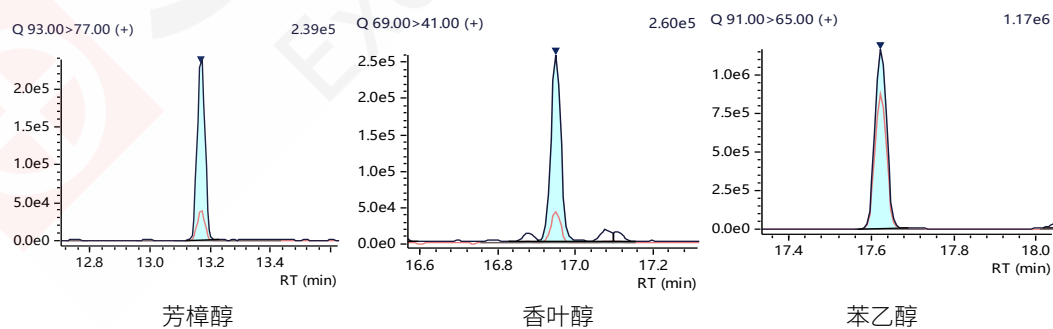


图 2. 绿茶样品中部分组分 MRM 图

表 1. 绿茶样品气味分析系统筛查结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	绿茶 1 (pg/mg)	绿茶 2 (pg/mg)	绿茶 3 (pg/mg)	气味特征
1	乙酸乙酯	Ethyl acetate	141-78-6	1.85	0.03	1.27	N.D	菠萝香味
2	2,3-丁二酮	Diacetyl	431-03-8	2.43	0.28	0.31	0.21	黄油香味
3	戊醛	Pentanal	110-62-3	1.99	3.98	3.69	3.77	杏仁味, 麦芽味
4	正己醛	Hexanal	66-25-1	3.85	0.08	0.06	0.03	青草气, 苹果香味
5	4-甲基-3-戊烯-2-酮	Mesityl oxide	141-79-7	5.00	0.18	0.23	0.14	甜味
6	1-戊醇	1-Pentanol	71-41-0	8.06	0.75	0.87	0.54	香油味
7	苯乙烯	Styrene	100-42-5	7.96	0.01	N.D	0.01	香油味
8	2-甲基吡嗪	2-Methylpyrazine	109-08-0	8.17	0.03	0.08	0.03	爆米花的香味
9	3-羟基-2-丁酮	Acetoin	513-86-0	8.58	0.30	0.36	0.45	奶油香气
10	正辛醛	Octanal	124-13-0	8.78	0.14	N.D	N.D	脂蜡香, 茉莉花香
11	2-乙基吡嗪	2-Ethylpyrazine	13925-00-3	9.57	0.01	0.04	0.01	花生酱香, 木香
12	乙二醇单丁醚	Butyl cellosolve	111-76-2	10.89	N.D	N.D	0.06	甜味, 醚味
13	1,2,4,5-四甲苯	1,2,4,5-Tetramethylbenzene	95-93-2	11.31	N.D	0.01	N.D	甜味
14	乙酸	Acetic acid	64-19-7	11.59	31.6	29.7	27.0	酸味
15	2-乙基己醇	2-Ethyl-1-hexanol	104-76-7	12.33	0.45	0.41	0.65	青香, 玫瑰花香
16	癸醛	n-Decanal	112-31-2	12.44	0.06	0.06	0.10	脂蜡香, 橙皮香
17	苯甲醛	Benzaldehyde	100-52-7	12.63	0.32	0.26	0.14	杏仁味, 焦糖味
18	2-壬基醇	2-Nonanol	628-99-9	12.93	0.05	0.05	0.04	黄瓜味
19	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	2-Isobutyl-3-methoxy pyrazine	24683-00-9	12.67	0.01	0.02	N.D	香料味, 青椒味
20	芳樟醇	Linalool	78-70-6	13.17	5.88	4.17	3.50	花香, 薰衣草香
21	异佛尔酮	Isophorone	78-59-1	13.69	0.05	0.02	0.02	薄荷香, 樟脑味
22	苯乙醛	Phenylacetaldehyde	122-78-1	14.31	0.15	0.10	0.07	甜味, 蜂蜜味
23	薄荷脑	L-Menthol	89-78-1	14.42	0.03	N.D	0.06	香味, 薄荷味
24	苯乙酮	Acetophenone	98-86-2	14.43	0.07	0.06	0.06	芳香味, 杏仁味
25	马鞭烯醇	Verbenol	473-67-6	14.80	0.08	0.09	0.07	甜味, 薄荷味
26	2-羟基苯甲醛	Salicylaldehyde	90-02-8	14.77	0.01	N.D	0.01	草药味, 烤面包味
27	α -松油醇	alpha-Terpineol	98-55-5	15.13	0.29	0.24	0.80	薄荷味, 茴香味
28	十二醛	n-Dodecanal	112-54-9	15.34	0.36	0.31	0.42	脂肪香气, 类似松叶油和橙油的强烈香气
29	水杨酸甲酯	Methyl salicylate	119-36-8	16.04	0.37	0.34	0.45	薄荷味
30	香叶醇	Geraniol	106-24-1	16.95	2.06	1.59	2.53	天竺葵香气, 玫瑰香气

31	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	16.94	0.02	0.03	0.03	甜味
32	愈创木酚	Guaiacol	90-05-1	17.01	0.01	0.01	0.01	甜味, 药味
33	alpha-紫罗酮	alpha-Ionone	127-41-3	17.02	0.07	0.10	0.03	暖的木香, 紫罗兰香气
34	苯甲醇	Benzyl alcohol	100-51-6	17.21	12.8	12.0	2.05	甜味, 芳香味
35	1-甲基萘	1-Methylnaphthalene	90-12-0	17.35	0.02	0.02	0.02	甜味
36	苯乙醇	2-Phenylethanol	60-12-8	17.62	10.6	5.71	1.41	蜂蜜、香料、玫瑰、丁香花香气
37	beta-紫罗酮	beta-Ionone	79-77-6	18.02	0.67	0.90	0.30	紫罗兰和海藻香气
38	庚酸	Enanthic acid	111-14-8	18.10	4.19	2.58	1.49	青香, 橙香
39	十二醇	1-Dodecanol	112-53-8	18.34	0.15	0.15	0.12	蜡脂香气
40	辛酸	Caprylic acid	124-07-2	19.26	2.71	3.90	2.89	奶酪味
41	4-甲基苯酚	p-Cresol	106-44-5	19.44	0.02	0.02	0.05	草药气味
42	乙二醇苯醚	2-Phenoxyethanol	122-99-6	20.08	0.06	0.04	0.10	甜味, 花香味
43	丙位癸内酯	gamma-Decalactone	706-14-9	20.16	0.01	N.D	0.01	脂肪和桃子香气
44	壬酸	Pelargonic acid	112-05-0	20.36	12.5	15.9	11.4	青香味, 油脂香味
45	丁香酚	Eugenol	97-53-0	20.35	0.01	0.01	0.02	干甜的花香和辛香, 丁香油香气
46	4-乙基苯酚	p-Ethylphenol	123-07-9	20.39	0.01	0.01	0.03	香料味
47	1-十四醇	1-Tetradecanol	112-72-1	20.50	0.06	0.08	0.11	椰子香气
48	己内酰胺	Caprolactam	105-60-2	20.52	0.07	0.08	0.09	杏仁味, 焦糖味
49	正癸酸	Capric acid	334-48-5	21.41	3.04	4.30	2.41	油脂味
50	4-丙烯基-2-甲氧基苯酚	Isoeugenol	97-54-1	22.08	0.05	0.04	0.06	芳香气味
51	香豆素	Coumarin	91-64-5	23.04	0.41	0.28	0.38	甜味, 青香味
52	二苯甲酮	Benzophenone	119-61-9	23.35	0.16	0.12	0.12	杏仁味, 焦糖味
53	苯乙酸	Phenylacetic acid	103-82-2	23.96	1.37	1.74	N.D	花香味, 蜂蜜味
54	香兰素	Vanillin	121-33-5	24.00	0.65	0.47	0.55	香草味

注: N.D 表示未检测出。

表 2. 绿茶样品 SCAN 定性结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	绿茶 1	绿茶 2	绿茶 3	气味特征
					相似度%	相似度%	相似度%	
1	反式芳樟醇氧化物	trans-Linalool oxide	34995-77-2	12.01	81	82	81	强烈木香花香气, 樟脑味
2	丁酸顺式-3-己烯酯	cis-3-Hexenyl butyrate	16491-36-4	14.00	-	-	92	水果青香, 奶油芳香
3	亚硝酸异戊酯	Isoamyl nitrite	110-46-3	14.02	-	81	-	水果香味
4	二甘醇单乙醚	Ethanol, 2-(2-ethoxyethoxy)-	111-90-0	14.14	92	-	88	微弱特殊愉快气味
5	糠醇	2-Furanmethanol	98-00-0	14.58	85	86	89	微弱香气, 焦香味

6	顺式-茉莉酮	Jasmone	488-10-8	18.05	88	-	-	茉莉花香, 芹菜籽香气
7	麦芽醇	Maltol	118-71-8	18.18	92	89	93	焦糖香, 草莓香
8	3-乙酰基吡咯	Ethanone, 1-(1H-pyrrol-2-yl)-	1072-82-8	18.25	90	90	92	花香, 清香, 酒香
9	反式-橙花叔醇	Nerolidol	40716-66-3	19.13	86	82	89	玫瑰、苹果香气
10	(+)-雪松醇	Cedrol	77-53-2	19.95	85	-	80	温和的杉木芳香
11	二氢猕猴桃内酯	Actinidiolide,dihydro	17092-92-1	22.13	85	90	81	香豆素香气, 麝香气息
12	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl Phthalate	84-66-2	22.35	94	92	93	芳香族化合物的气味
13	苯甲酸	Benzoic acid	65-85-0	22.85	93	95	96	杏仁味, 焦糖味
14	植物醇	Phytol	150-86-7	24.59	94	93	89	芳香气味
15	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	84-74-2	25.26	90	87	93	芳香气味

注：本次定性检索结果给出的是相似度大于 80% 以上的化合物。

经查阅文献，绿茶中的香气成分主要是青叶醇、紫罗酮、顺式-茉莉酮、橙花叔醇、芳樟醇、香叶醇、苯乙醛、吡嗪、呋喃衍生物等化合物。本实验中绿茶样品共检出 69 种香气成分，检出的主要化合物有 2-甲氧基-3-异丁基吡嗪、芳樟醇、香叶醇、 α -紫罗酮、 β -紫罗酮、苯乙醇、反式芳樟醇氧化物、顺式-茉莉酮、反式-橙花叔醇等，与文献报道的绿茶香气成分基本一致。

3.1.2 红茶样品测试结果

分别称取 3 种市售红茶样品 1.0 g 至 20 mL 的顶空瓶中，加盖密封。按照 1.2 方法进行处理并测试，得到测试结果如下。

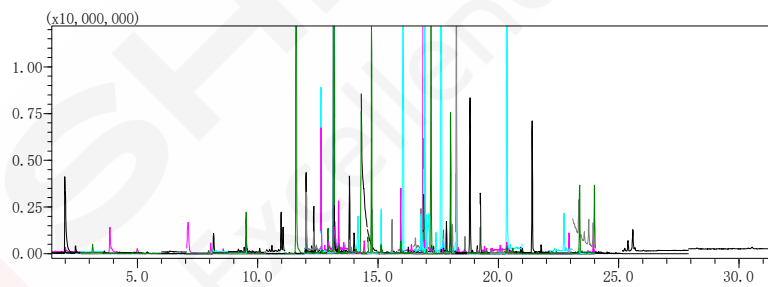


图 3. 红茶样品色谱图

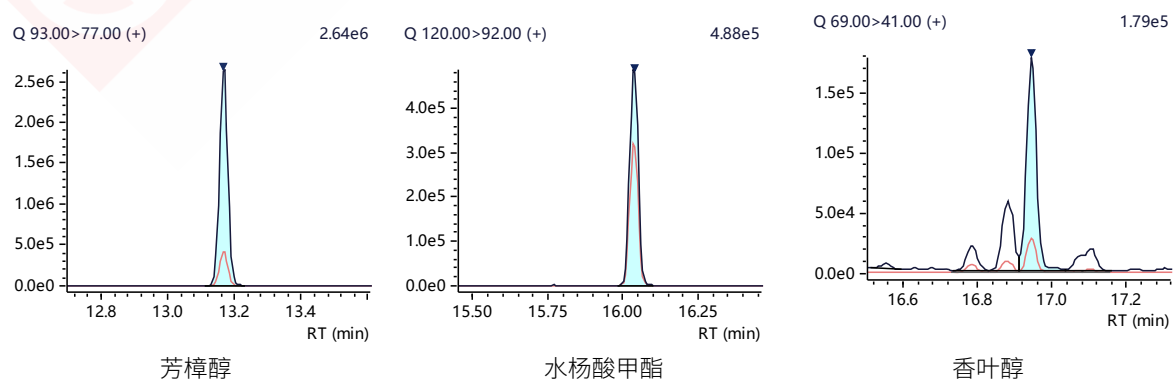


图 4. 红茶样品中部分组分 MRM 图

表 3. 红茶样品气味分析系统筛查结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	红茶 1 (pg/mg)	红茶 2 (pg/mg)	红茶 3 (pg/mg)	气味特征
1	乙酸乙酯	Ethyl acetate	141-78-6	1.84	0.04	N.D	0.03	菠萝香味
2	2,3-丁二酮	Diacetyl	431-03-8	2.43	0.51	0.26	0.82	黄油香味
3	戊醛	Pentanal	110-62-3	1.99	74.2	36.2	47.4	杏仁味, 麦芽味
4	正己醛	Hexanal	66-25-1	3.86	0.90	0.47	1.72	青草气, 苹果香味
5	4-甲基-3-戊烯-2-酮	Mesityl oxide	141-79-7	4.99	0.06	0.03	0.10	甜味
6	1-戊醇	1-Pentanol	71-41-0	8.05	0.15	0.08	1.75	香油味
7	苯乙烯	Styrene	100-42-5	7.96	0.01	0.02	0.02	香油味
8	2-甲基吡嗪	2-Methylpyrazine	109-08-0	8.17	0.19	0.04	1.82	爆米花的香味
9	3-羟基-2-丁酮	Acetoin	513-86-0	8.57	0.44	0.12	0.94	奶油香气
10	仲辛酮	2-Octanone	111-13-7	8.70	N.D	N.D	0.04	皂味
11	正辛醛	Octanal	124-13-0	8.77	0.03	N.D	0.13	脂蜡香, 茉莉花香
12	2-乙基吡嗪	2-Ethylpyrazine	13925-00-3	9.56	0.08	0.01	0.74	花生酱香, 木香
13	乙二醇单丁醚	Butyl cellosolve	111-76-2	10.88	0.01	0.01	0.01	甜味, 醚味
14	1,2,4,5-四甲苯	1,2,4,5-Tetramethylbenzene	95-93-2	11.31	0.01	0.01	0.01	甜味
15	乙酸	Acetic acid	64-19-7	11.59	24.0	14.1	70.6	酸味
16	2-乙基己醇	2-Ethyl-1-hexanol	104-76-7	12.33	0.37	0.41	0.41	青香, 玫瑰花香
17	癸醛	n-Decanal	112-31-2	12.43	0.05	0.06	0.08	脂蜡香, 橙皮香
18	苯甲醛	Benzaldehyde	100-52-7	12.63	0.92	0.76	2.63	杏仁味, 焦糖味
19	2-壬基醇	2-Nonanol	628-99-9	12.93	0.16	0.13	0.19	黄瓜味
20	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	2-Isobutyl-3-methoxy pyrazine	24683-00-9	12.67	0.01	0.02	0.14	香料味, 青椒味
21	芳樟醇	Linalool	78-70-6	13.17	49.7	56.4	6.09	花香, 薰衣草香
22	5-甲基呋喃醛	5-Methyl furfural	620-02-0	13.37	0.20	0.06	1.60	杏仁味, 焦糖味
23	异佛尔酮	Isophorone	78-59-1	13.68	0.01	0.02	0.05	薄荷香, 樟脑味
24	苯乙醛	Phenylacetaldehyde	122-78-1	14.30	4.84	12.4	6.23	甜味, 蜂蜜味,
25	薄荷脑	L-Menthol	89-78-1	14.41	0.03	0.03	0.05	香味, 薄荷味
26	苯乙酮	Acetophenone	98-86-2	14.42	0.05	0.05	0.18	芳香味, 杏仁味
27	马鞭烯醇	Verbenol	473-67-6	14.80	0.03	0.02	N.D	甜味, 薄荷味
28	2-甲基丁酸	2-Methyl butyric acid	116-53-0	14.74	2.77	1.23	9.55	奶酪味
29	2-羟基苯甲醛	Salicylaldehyde	90-02-8	14.78	0.02	0.02	0.06	草药味, 烤面包味
30	α -松油醇	alpha-Terpineol	98-55-5	15.13	1.01	1.02	0.27	薄荷味, 茴香味

31	十二醛	n-Dodecanal	112-54-9	15.34	0.30	0.25	0.39	脂肪香气, 类似松叶油和橙油的强烈香气
32	水杨酸甲酯	Methyl salicylate	119-36-8	16.04	3.62	3.26	7.48	薄荷味
33	香叶醇	Geraniol	106-24-1	16.95	1.51	1.67	27.4	天竺葵香气, 玫瑰香气
34	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	16.93	0.03	0.03	0.03	甜味
35	愈创木酚	Guaiacol	90-05-1	17.01	0.02	0.01	0.02	甜味, 药味
36	alpha-紫罗酮	alpha-Ionone	127-41-3	17.01	0.30	0.24	0.32	暖的木香, 紫罗兰香气
37	苯甲醇	Benzyl alcohol	100-51-6	17.20	1.86	1.78	30.7	甜味, 芳香味
38	1-甲基萘	1-Methylnaphthalene	90-12-0	17.34	0.02	0.02	0.02	甜味
39	苯乙醇	2-Phenylethanol	60-12-8	17.62	7.53	4.63	32.1	蜂蜜、香料、玫瑰、丁香花香气
40	beta-紫罗酮	beta-Ionone	79-77-6	18.02	1.45	1.27	2.39	紫罗兰和海藻香气
41	庚酸	Enanthic acid	111-14-8	18.09	1.72	1.59	5.17	青香, 橙香, 皂香
42	十二醇	1-Dodecanol	112-53-8	18.34	0.14	0.12	0.13	蜡脂香气
43	4-乙基-2-甲氧基苯酚	p-Ethylguaiacol	2785-89-9	18.92	0.01	N.D	0.01	香辛料和丁香油香气
44	辛酸	Caprylic acid	124-07-2	19.25	4.40	2.98	6.66	奶酪味
45	4-甲基苯酚	p-Cresol	106-44-5	19.43	N.D	N.D	0.21	草药气味
46	乙二醇苯醚	2-Phenoxyethanol	122-99-6	20.08	0.05	0.05	0.13	甜味, 花香味
47	丙位癸内酯	gamma-Decalactone	706-14-9	20.16	0.02	0.01	0.06	脂肪和桃子香气
48	壬酸	Pelargonic acid	112-05-0	20.35	15.3	10.5	19.5	青香味, 油脂香味
49	丁香酚	Eugenol	97-53-0	20.34	0.10	0.07	0.08	干甜的花香和辛香, 丁香油香气
50	4-乙基苯酚	p-Ethylphenol	123-07-9	20.39	0.02	0.01	0.04	香料味
51	1-十四醇	1-Tetradecanol	112-72-1	20.50	0.09	0.10	0.13	椰子香气
52	己内酰胺	Caprolactam	105-60-2	20.51	0.09	0.08	0.08	杏仁味, 焦糖味
53	正癸酸	Capric acid	334-48-5	21.41	3.60	2.09	6.93	油脂味
54	4-丙烯基-2-甲氧基苯酚	Isoeugenol	97-54-1	22.07	0.07	0.04	0.07	芳香气味
55	香豆素	Coumarin	91-64-5	23.03	0.01	0.01	0.18	甜味, 青香味
56	二苯甲酮	Benzophenone	119-61-9	23.34	0.10	0.10	0.15	杏仁味, 焦糖味
57	苯乙酸	Phenylacetic acid	103-82-2	23.95	0.86	0.76	2.22	花香味, 蜂蜜味
58	香兰素	Vanillin	121-33-5	23.99	1.46	0.91	1.54	香草味

表 4. 红茶样品 SCAN 定性结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	红茶 1	红茶 2	红茶 3	气味特征
					相似度%	相似度%	相似度%	
1	2-甲基丁醛	Butanal, 2-methyl-	96-17-3	1.99	91	88	90	咖啡香气, 水果、巧克力味
2	异戊醛	Butanal, 3-methyl-	590-86-3	2.01	89	87	91	果香, 脂香, 动物香, 杏仁香
3	反式-2-己烯醛	2-Hexenal, (E)-	6728-26-3	7.12	88	92	88	新鲜水果、绿叶清香气
4	2-庚醇	2-Heptanol	543-49-7	9.52	90	-	-	鲜柠檬香气, 青草-草药气味, 略有醚香和油香
5	正己醇	1-Hexanol	111-27-3	10.08	93	85	92	脂肪香, 水果香气
6	2-己烯醇	trans-2-Hexenol	2305-21-7	10.97	93	91	90	青香, 果香, 蔬菜香, 草香
7	反式芳樟醇氧化物	trans-Linalool oxide	34995-77-2	12.01	90	90	91	木香花香气, 樟脑味
8	2-乙酰基呋喃	Ethanone, 1-(2-furanyl)-	1192-62-7	12.39	-	-	92	甜味和焦糖香气
9	异丁酸叶醇酯	cis-3-Hexenyl iso-butyrate	41519-23-7	14.01	82	-	-	玫瑰香气, 香蕉和葡萄香味
10	二甘醇单乙醚	Ethanol, 2-(2-ethoxyethoxy)-	111-90-0	14.13	91	91	90	微弱特殊愉快气味
11	糠醇	2-Furanmethanol	98-00-0	14.58	92	-	92	微弱香气, 焦香味
12	3-甲基戊酸	Pentanoic acid, 3-methyl-	105-43-1	16.26	-	-	88	酸的草药气味, 青草香
13	反式-2-己烯酸	2-Hexenoic acid	1191-04-4	18.22	92	90	90	特殊持久的油脂香气
14	3-乙酰基吡咯	Ethanone, 1-(1H-pyrrol-2-yl)-	1072-82-8	18.25	-	-	92	花香, 清香, 酒香
15	反式-橙花叔醇	Nerolidol	40716-66-3	19.12	85	88	89	玫瑰、苹果香气
16	5-甲基-2-苯基-2-己醛	5-Methyl-2-phenyl-2-hexenal	21834-92-4	19.44	83	-	-	苦可可、坚果、蜜糖、烘烤和青草香味
17	香叶酸	Geranic acid	459-80-3	22.01	-	-	89	油脂青香、蔬果香气
18	二氢猕猴桃内酯	Actinidiolide, dihydro	17092-92-1	22.13	84	89	92	香豆素香气, 麝香气息
19	邻苯二甲酸二乙酯	Diethyl Phthalate	84-66-2	22.34	91	89	81	微弱的芳香族化合物的气味
20	苯甲酸	Benzoic acid	65-85-0	22.86	95	90	95	杏仁味, 焦糖味
21	植物醇	Phytol	150-86-7	24.59	94	94	91	芳香气味
22	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	84-74-2	25.26	93	93	94	芳香气味

注：本次定性检索结果给出的是相似度大于 80% 以上的化合物。

经查阅文献，红茶中的香气成分主要是醇类，如香叶醇、芳樟醇、橙花醇、苯甲醇、苯乙醇等。此外，香叶酸、芳樟醇氧化物、愈创木酚、2-己烯醛、水杨酸甲酯等化合物也是红茶中常检出的香气成分。本实验中红茶样品共检出 80 种香气成分，检出的主要化合物有芳樟醇、 α -松油醇、香叶醇、苯甲醇、苯乙醇、2-庚醇、正己醇、糠醇、反式-橙花叔醇、水杨酸甲酯、愈创木酚、 α -紫罗酮、 β -紫罗酮、香兰素等，与文献报道的红茶香气成分基本一致。

3.1.3 乌龙茶样品测试结果

分别称取 3 种市售乌龙茶样品 1.0 g 至 20 mL 的顶空瓶中，加盖密封。按照 1.2 方法进行

处理并测试，得到测试结果如下。

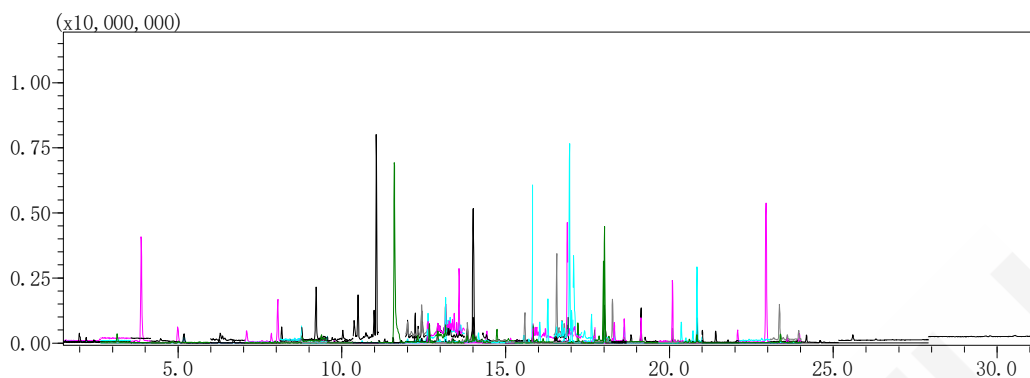


图 5. 乌龙茶样品色谱图

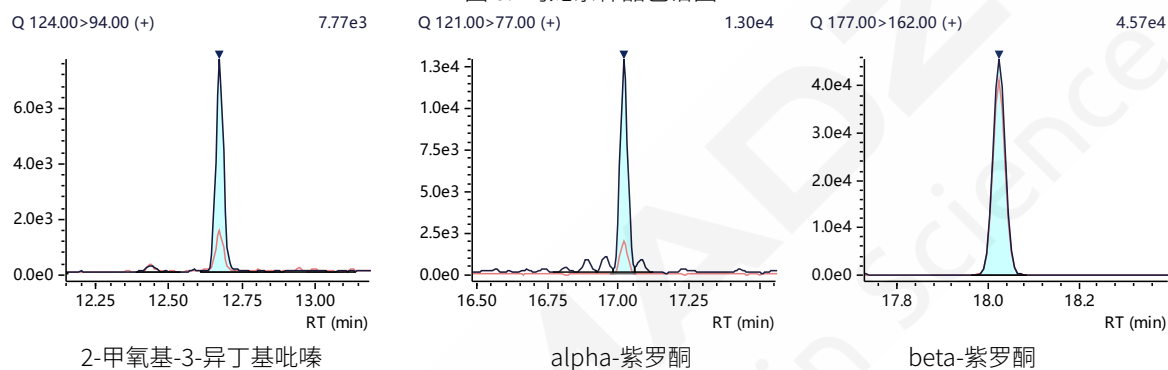


图 6. 乌龙茶样品中部分组分 MRM 图

表 5. 乌龙茶样品气味分析系统筛查结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	乌龙茶 1 (pg/ mg)	乌龙茶 2 (pg/mg)	乌龙茶 3 (pg/mg)	气味特征
1	2,3-丁二酮	Diacetyl	431-03-8	2.43	N.D	0.13	N.D	黄油香味
2	正己醛	Hexanal	66-25-1	3.88	2.13	2.60	2.51	青草气, 苹果香味
3	4-甲基-3-戊烯-2-酮	Mesityl oxide	141-79-7	4.99	0.09	0.20	0.22	甜味
4	2-庚酮	2-Heptanone	110-43-0	6.36	0.04	0.03	0.03	皂香
5	双戊烯	Limonene	138-86-3	6.70	0.07	0.09	0.09	薄荷味, 柑橘味
6	1-戊醇	1-Pentanol	71-41-0	8.05	0.37	N.D	N.D	香油味
7	苯乙烯	Styrene	100-42-5	7.96	N.D	0.01	N.D	香油味
8	2-甲基吡嗪	2-Methylpyrazine	109-08-0	8.16	0.09	0.12	0.08	爆米花的香味
9	乙酸己酯	n-Hexyl acetate	142-92-7	8.28	N.D	N.D	0.13	水果味, 香草味
10	3-羟基-2-丁酮	Acetoin	513-86-0	8.57	N.D	N.D	0.06	奶油香气
11	仲辛酮	2-Octanone	111-13-7	8.70	0.03	N.D	N.D	皂味
12	正辛醛	Octanal	124-13-0	8.78	0.62	0.80	0.64	脂蜡香, 茉莉花香
13	(E)-2-庚烯醛	trans-2-Heptenal	18829-55-5	9.38	0.63	N.D	N.D	脂肪香, 杏仁香

14	2-乙基吡嗪	2-Ethylpyrazine	13925-00-3	9.56	0.03	0.05	0.03	花生酱香, 木香
15	1,2,4,5-四甲苯	1,2,4,5-Tetramethylbenzene	95-93-2	11.31	0.01	0.01	0.01	甜味
16	乙酸	Acetic acid	64-19-7	11.60	12.6	13.4	12.9	酸味
17	2-乙基己醇	2-Ethyl-1-hexanol	104-76-7	12.33	0.06	0.08	0.08	青香, 玫瑰花香
18	癸醛	n-Decanal	112-31-2	12.44	0.28	0.29	0.27	脂蜡香、橙皮香
19	苯甲醛	Benzaldehyde	100-52-7	12.63	0.11	0.10	0.09	杏仁味, 焦糖味
20	2-壬基醇	2-Nonanol	628-99-9	12.93	0.09	0.09	0.09	黄瓜味
21	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	2-Isobutyl-3-methoxy pyrazine	24683-00-9	12.67	0.04	0.04	0.03	香料味, 青椒味
22	芳樟醇	Linalool	78-70-6	13.17	0.32	0.37	0.44	花香, 薰衣草香
23	异佛尔酮	Isophorone	78-59-1	13.68	0.01	0.01	0.01	薄荷香, 樟脑味
24	苯乙醛	Phenylacetaldehyde	122-78-1	14.31	0.12	0.12	0.07	甜味, 蜂蜜味,
25	薄荷脑	L-Menthol	89-78-1	14.43	0.04	0.04	0.04	香味, 薄荷味
26	苯乙酮	Acetophenone	98-86-2	14.43	0.02	0.02	0.02	芳香味, 杏仁味
27	马鞭烯醇	Verbenol	473-67-6	14.80	0.11	0.06	0.09	甜味, 薄荷味
28	2-羟基苯甲醛	Salicylaldehyde	90-02-8	14.78	0.01	0.01	0.01	草药味, 烤面包味
29	α -松油醇	alpha-Terpineol	98-55-5	15.13	0.03	N.D	0.04	薄荷味, 茴香味
30	(E,E)-2,4-壬二烯醛	trans,trans-2,4-Nonadienal	5910-87-2	15.15	0.05	0.06	0.05	青香, 蜡脂香
31	马鞭草烯醇	Verbenone	1196-01-6	15.04	0.02	0.03	0.03	薄荷味, 茴香味
32	十二醛	n-Dodecanal	112-54-9	15.33	0.56	0.79	0.59	脂肪香气, 类似松叶油和橙油的强烈香气
33	水杨酸甲酯	Methyl salicylate	119-36-8	16.04	0.04	0.07	0.06	薄荷味
34	反式-2,4-癸二烯醛	trans,trans-2,4-Decadienal	25152-84-5	16.51	0.03	0.03	0.03	蜡脂味
35	香叶醇	Geraniol	106-24-1	16.95	0.50	0.66	0.72	天竺葵和玫瑰香气
36	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	16.93	0.01	0.01	0.01	甜味
37	alpha-紫罗酮	alpha-Ionone	127-41-3	17.01	0.16	0.16	0.13	暖木香, 紫罗兰香气
38	十一醇	1-Undecanol	112-42-5	17.11	0.22	0.18	0.21	柑橘的果香
39	苯甲醇	Benzyl alcohol	100-51-6	17.21	0.10	0.15	0.30	甜味, 芳香味
40	1-甲基萘	1-Methylnaphthalene	90-12-0	17.35	N.D	0.01	N.D	甜味
41	苯乙醇	2-Phenylethanol	60-12-8	17.62	0.07	0.08	0.15	蜂蜜、香料、玫瑰、丁香花香气
42	beta-紫罗酮	beta-Ionone	79-77-6	18.02	0.72	0.68	0.60	紫罗兰和海藻香气
43	庚酸	Enanthic acid	111-14-8	18.10	0.49	0.49	0.47	青香, 橙香, 皂香
44	十二醇	1-Dodecanol	112-53-8	18.31	0.37	0.31	0.30	蜡脂香气

45	辛酸	Caprylic acid	124-07-2	19.26	0.74	0.71	0.63	奶酪味
46	壬酸	Pelargonic acid	112-05-0	20.36	0.77	0.75	0.55	青香味, 油脂香味
47	正癸酸	Capric acid	334-48-5	21.41	0.28	0.23	0.15	油脂味
48	4-丙烯基-2-甲氧基苯酚	Isoeugenol	97-54-1	22.08	0.25	N.D	0.13	芳香气味
49	二苯甲酮	Benzophenone	119-61-9	23.36	0.06	0.07	0.05	杏仁味, 焦糖味
50	苯乙酸	Phenylacetic acid	103-82-2	23.96	0.72	0.68	0.66	花香味, 蜂蜜味
51	香兰素	Vanillin	121-33-5	24.00	0.03	0.03	0.03	香草味
52	肉桂酸	Cinnamic acid	621-82-9	26.67	0.03	0.04	0.02	有桂皮香气

表 6. 乌龙茶样品 SCAN 定性结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	乌龙茶 1	乌龙茶 2	乌龙茶 3	气味特征
					相似度%	相似度%	相似度%	
1	乙酸烯丙酯	Allyl acetate	591-87-7	1.59	85	90	91	咖啡香气, 水果、巧克力风味
2	壬醛	Nonanal	124-19-6	10.74	84	86	85	水果香味
3	顺式芳樟醇氧化物	cis-Linalool oxide	5989-33-3	11.57	85	83	85	新鲜水果、绿叶清香气
4	反式芳樟醇氧化物	trans-Linalool oxide	34995-77-2	12.01	84	85	87	炒花生香气, 巧克力、奶油风味
5	α -法呢烯	α -Farnesene	502-61-4	15.83	93	94	93	樟脑味
6	橙花醇	Nerol	106-25-2	16.95	86	87	90	鲜柠檬香气, 青草-草药气味, 略有醚香和油香
7	反式-橙花叔醇	Nerolidol	40716-66-3	19.13	91	87	87	脂肪和水果香气
8	二氢猕猴桃内酯	Actinidiolide, dihydro	17092-92-1	22.13	90	90	89	青香, 果香、蔬菜香和草香
9	植物醇	Phytol	150-86-7	24.60	94	94	95	木香花香气, 樟脑味

注：本次定性检索结果给出的是相似度大于 80% 以上的化合物。

经查阅文献, 乌龙茶中的香气成分主要有苯甲醇、橙花叔醇、紫罗酮类、芳樟醇及其氧化物、 α -法尼烯、植醇等。本实验中乌龙茶样品共检出 61 种香气成分, 检出的主要化合物有 α -紫罗酮、 β -紫罗酮、苯甲醇、顺式芳樟醇氧化物、反式芳樟醇氧化物、 α -法尼烯、反式-橙花叔醇、植醇、橙花醇等, 与文献报道的乌龙茶香气成分基本一致。

3.1.4 普洱茶样品测试结果

分别称取 3 种市售普洱茶样品 1.0 g 至 20 mL 的顶空瓶中, 加盖密封。按照 1.2 方法进行处理并测试, 得到测试结果如下。

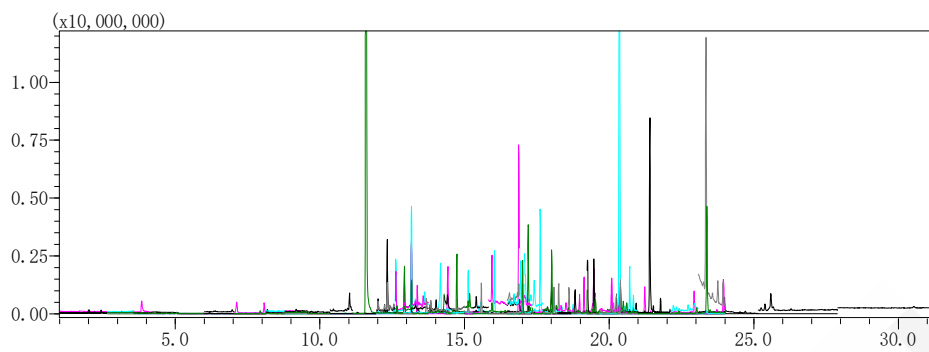


图 7. 普洱茶样品色谱图

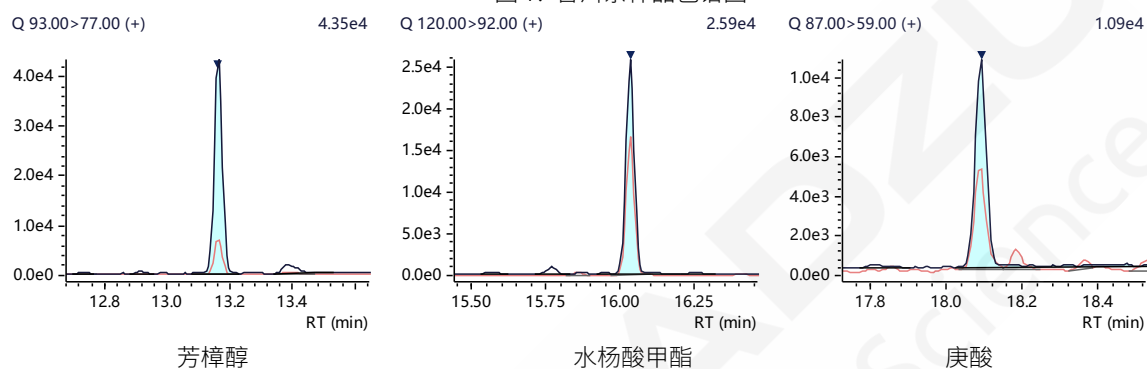


图 8. 普洱茶样品中部分组分 MRM 图

表 7. 普洱茶样品气味分析系统筛查结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	普洱茶 1 (pg/ mg)	普洱茶 2 (pg/mg)	普洱茶 3 (pg/mg)	气味特征
1	2,3-丁二酮	Diacetyl	431-03-8	2.44	0.20	0.17	0.26	黄油香味
2	戊醛	Pentanal	110-62-3	2.02	2.76	1.34	1.07	杏仁味, 麦芽味
3	正己醛	Hexanal	66-25-1	3.84	0.38	0.13	1.18	青草气、苹果香味
4	4-甲基-3 戊烯-2-酮	Mesityl oxide	141-79-7	4.99	0.01	0.01	0.01	甜味, 化学味
5	2-庚酮	2-Heptanone	110-43-0	6.33	N.D	0.01	N.D	皂香
6	1-戊醇	1-Pentanol	71-41-0	8.07	0.10	0.07	0.29	香油味
7	苯乙烯	Styrene	100-42-5	7.93	0.01	N.D	0.01	香油味
8	2-甲基吡嗪	2-Methylpyrazine	109-08-0	8.18	0.04	0.06	0.02	爆米花的香味
9	仲辛酮	2-Octanone	111-13-7	8.68	0.02	0.02	0.01	皂味
10	正辛醛	Octanal	124-13-0	8.75	0.04	N.D	0.13	脂蜡香, 茉莉花香
11	2-乙基吡嗪	2-Ethylpyrazine	13925-00-3	9.56	N.D	0.01	N.D	花生酱香, 木香
12	2-壬酮	2-Nonanone	821-55-6	10.66	N.D	0.04	N.D	青香, 热奶香
13	1,2,4,5-四甲苯	1,2,4,5-Tetramethylbenzene	95-93-2	11.29	0.01	0.01	0.01	甜味
14	乙酸	Acetic acid	64-19-7	11.59	36.3	30.5	18.7	酸味
15	2-乙基己醇	2-Ethyl-1-hexanol	104-76-7	12.33	0.46	0.20	0.13	青香, 玫瑰花香

16	癸醛	n-Decanal	112-31-2	12.42	0.08	0.05	0.04	脂蜡香, 橙皮香
17	2-茨酮	Camphor	76-22-2	12.56	0.13	0.10	0.14	樟脑味
18	苯甲醛	Benzaldehyde	100-52-7	12.63	0.26	0.10	0.23	杏仁味, 焦糖味
19	2-壬基醇	2-Nonanol	628-99-9	12.92	0.07	0.06	0.14	黄瓜味
20	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	2-Isobutyl-3-methoxy pyrazine	24683-00-9	12.67	0.03	0.01	0.12	香料味, 青椒味
21	芳樟醇	Linalool	78-70-6	13.16	1.13	1.07	0.42	花香, 薰衣草香
22	异佛尔酮	Isophorone	78-59-1	13.68	0.09	0.23	0.10	薄荷香, 樟脑味
23	苯乙醛	Phenylacetaldehyde	122-78-1	14.30	0.42	0.14	0.14	甜味, 蜂蜜味
24	薄荷脑	L-Menthol	89-78-1	14.41	0.09	0.04	N.D	香味, 薄荷味
25	苯乙酮	Acetophenone	98-86-2	14.42	0.15	0.11	0.09	芳香味, 杏仁味
26	2-甲基丁酸	2-Methyl butyric acid	116-53-0	14.75	N.D	0.98	N.D	奶酪味
27	2-羟基苯甲醛	Salicylaldehyde	90-02-8	14.77	0.02	0.02	0.02	草药味, 烤面包味
28	α -松油醇	alpha-Terpineol	98-55-5	15.13	0.82	2.18	0.31	薄荷味、茴香味、
29	十二醛	n-Dodecanal	112-54-9	15.33	0.40	0.45	0.40	脂肪香气, 类似松叶油和橙油的强烈香气
30	水杨酸甲酯	Methyl salicylate	119-36-8	16.03	0.19	0.13	0.09	薄荷味
31	香叶醇	Geraniol	106-24-1	16.95	0.17	0.22	0.16	天竺葵香气, 玫瑰香气
32	2-甲基萘	2-Methylnaphthalene	91-57-6	16.93	0.03	0.04	0.06	甜味
33	愈创木酚	Guaiacol	90-05-1	17.01	0.22	0.03	0.15	甜味, 药味
34	alpha-紫罗酮	alpha-Ionone	127-41-3	17.01	0.13	0.40	0.45	暖的木香, 紫罗兰香气
35	十一醇	1-Undecanol	112-42-5	17.08	0.18	0.32	0.18	柑橘的果香
36	苯甲醇	Benzyl alcohol	100-51-6	17.20	0.55	0.48	0.37	甜味, 芳香味
37	1-甲基萘	1-Methylnaphthalene	90-12-0	17.34	0.03	0.03	0.05	甜味
38	苯乙醇	2-Phenylethanol	60-12-8	17.62	0.35	0.43	0.52	蜂蜜、香料、玫瑰、丁香花香气
39	beta-紫罗酮	beta-Ionone	79-77-6	18.01	0.52	1.03	1.47	紫罗兰和海藻香气
40	庚酸	Enanthic acid	111-14-8	18.09	1.25	0.76	0.86	青香、橙香, 皂香
41	甲基丁香酚	Methyleugenol	93-15-2	18.76	0.07	0.08	0.06	香辛料、丁香油香气
42	4-乙基-2-甲氧基苯酚	p-Ethylguaiacol	2785-89-9	18.98	0.09	0.01	0.07	香辛料、丁香油香气
43	辛酸	Caprylic acid	124-07-2	19.25	3.20	2.83	3.03	奶酪味
44	4-甲基苯酚	p-Cresol	106-44-5	19.13	0.16	0.14	0.04	草药气味
45	乙二醇苯醚	2-Phenoxyethanol	122-99-6	20.08	0.11	0.07	0.06	甜味, 花香味
46	丙位癸内酯	gamma-Decalactone	706-14-9	20.15	0.08	0.05	0.06	脂肪、桃子香气
47	壬酸	Pelargonic acid	112-05-0	20.35	13.6	13.2	15.4	青香味, 油脂香味
48	4-乙基苯酚	p-Ethylphenol	123-07-9	20.39	0.11	0.08	0.28	香料味

49	1-十四醇	1-Tetradecanol	112-72-1	20.49	0.06	0.04	0.02	椰子香气
50	正癸酸	Capric acid	334-48-5	21.41	4.07	3.53	4.93	油脂味
51	香豆素	Coumarin	91-64-5	23.03	0.02	0.02	0.01	甜味, 青香味
52	二苯甲酮	Benzophenone	119-61-9	23.35	0.61	0.09	0.06	杏仁味, 焦糖味
53	苯乙酸	Phenylacetic acid	103-82-2	23.95	0.97	0.74	0.83	花香味, 蜂蜜味
54	香兰素	Vanillin	121-33-5	23.99	0.30	0.15	0.22	香草味

表 8. 普洱茶样品 SCAN 定性结果

No.	名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	普洱茶 1	普洱茶 2	普洱茶 3	气味特征
					相似度%	相似度%	相似度%	
1	反式芳樟醇氧化物	trans-Linalool oxide	34995-77-2	12.01	84	90	81	果香、脂香、动物香、杏仁香
2	二甘醇单乙醚	Carbitol	111-90-0	14.14	91	92	92	水果香味
3	草蒿脑	Estragole	140-67-0	16.66	-	-	81	新鲜水果、绿叶清香气
4	1,2,3-三甲氧基苯	1,2,3-Trimethoxybenzene	634-36-6	18.17	93	92	93	炒花生香气, 巧克力、奶油味
5	1,2,4-三甲氧基苯	1,2,4-Trimethoxybenzene	135-77-3	19.47	94	94	91	樟脑味
6	3,7-二甲基辛醇	1-Octanol, 3,7-dimethyl-	106-21-8	20.71	88	-	-	鲜柠檬香气, 青草-草药味, 略有醚香和油香
7	二氢猕猴桃内酯	Actinidiolide, dihydro	17092-92-1	22.13	92	90	91	脂肪和水果香气
8	苯甲酸	Benzoic acid	65-85-0	22.86	95	94	95	青香, 果香, 蔬菜香, 草香
9	蒿本内酯	Ligustilide	81944-09-4	24.23	87	85	85	木香花香气, 樟脑味
10	植物醇	Phytol	150-86-7	24.60	94	95	94	玫瑰香气, 香蕉、葡萄味
11	邻苯二甲酸二丁酯	Dibutyl phthalate	84-74-2	25.26	91	89	89	微弱特殊愉快气味

注: 本次定性检索结果给出的是相似度大于 80% 以上的化合物。

经查阅文献, 普洱茶中的香气成分主要有 1,2,3-三甲氧基苯、1,2,4-三甲氧基苯、2,6-二叔丁基对甲苯、芳樟醇、水杨酸甲酯、癸醛、芳樟醇及其氧化物、香叶醇、紫罗酮类、内酯等。本实验中普洱茶样品共检出 65 种香气成分, 检出的主要化合物有癸醛、苯甲醛、芳樟醇、水杨酸甲酯、alpha-紫罗酮、beta-紫罗酮、1,2,3-三甲氧基苯、1,2,4-三甲氧基苯、丙位癸内酯、反式芳樟醇氧化物、二氢猕猴桃内酯等, 与文献报道的普洱茶香气成分基本一致。

4. 结论

本文使用岛津 AOC-6000 多功能自动进样器和 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪结合 Off-Flavor 气味分析数据库对茶叶中的香气成分进行测定。通过测定正构烷烃和校正用内标, 在无需标准品的情况下, 创建出 150 种挥发性物质 MRM 和 SCAN 同时扫描的分析方法, 对茶叶中的气味物质进行定性和半定量分析。市售的绿茶、红茶、乌龙茶、普洱茶样品中均筛查和定性出多种香气成分, 该方法能有效用于茶叶香气成分的检测, 可为研究茶叶香气成分提供帮助。

气味分析系统分析茶叶中 186 种气味成分

摘要: 本文利用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪结合气味数据库, 采用 AOC-6000 自动进样器 SPME Arrow 进样模式, 建立了茶叶中 186 种气味成分的 MRM 半定量方法。采用正构烷烃 C9-C30 数据调整气味数据库中 186 种气味物质保留时间, 3 种内标物校正数据库中内标曲线, 无需气味物质标准品, 自动生成 186 种气味物质的半定量方法。利用此方法筛查并定量茶叶中香气成分, 该方法可为茶叶香气的相关研究提供参考。

关键词: 气相色谱-三重四极杆质谱联用仪 茶叶 气味物质

茶叶香气物质是茶叶中非常重要的感官品质指标之一, 挥发性香气物质在茶叶中含量很低, 一般仅占干物质质量的 0.01%~0.05%, 但却是决定茶叶风味品质、等级评定的重要因素。茶叶香气成分的提取方式主要有顶空固相微萃取 (HS-SPME)、同时蒸馏萃取法(simultaneous distillation extraction, SDE)、水蒸汽蒸馏法 (steam distillation, SD) 等, 其中 HS-SPME 操作简单, 并且能较真实反映茶叶中挥发性成分组成。茶叶香气物质的分析手段主要是气相色谱质谱联用仪、气相色谱-嗅闻仪联用法 (GC-O)、电子鼻等, 其中 GCMS 可同时实现挥发性成分的分离、鉴定及定量, 是常用的香气成分分析鉴定方法。

本文针对茶叶中香气物质, 在岛津气味数据库原有 150 种气味成分的基础上, 新增加了 36 种茶叶中特征性挥发性成分。并利用 HS-SPME-GC-MS/MS 结合扩充后的气味数据库, 实现了在无标准品的情况下快速建立 186 种气味成分 MRM 分析方法, 并通过内置内标曲线获得了茶叶中香气成分的含量。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数

SPME Arrow: ARR15-DVB/C-WR-120/20

平衡时间: 5min

老化温度: 250°C

萃取时间: 15min

平衡温度: 50°C

解吸时间: 2min

GC-MS/MS 参数

进样口温度: 250°C

分流比: 5:1

进样方式: 分流进样

载气控制方式: 恒压控制, 83.5 KPa

色谱柱: InertCap Pure-wax, 30m×0.25mm
 ×0.25μm
 柱温程序:
 50°C(5min)_10°C/min_250°C(10min)

离子源温度: 200°C
 接口温度: 250°C
 采集模式: MRM

2. 样品前处理

准确称取茶叶样品 0.1 g 置于 20 mL 顶空瓶中, 压盖密封后上机分析。

3. 结果与讨论

3.1 气味数据库中增加气味成分

在气味数据库中原有 150 种气味成分基础上, 针对茶叶中特征性挥发性成分, 新加入了 36 种气味成分, 并将新增加的气味成分 MRM 条件、保留指数、校准曲线等信息扩充至数据库, 使气味数据库中气味成分达到 186 种。新增加的气味成分信息如表 1。

表 1. 新增加 36 种气味成分信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号
1	二甲硫醚	Dimethyl sulfide	75-18-3
2	乙酸异丁酯	Isobutyl acetate	110-19-0
3	反式-2-戊烯醇	trans-2-Pentenal	1576-87-0
4	顺式-3-己烯醛	cis-3-Hexenal	6789-80-6
5	1-庚醛	n-Heptaldehyde	111-71-7
6	反式-2-己烯醛	(E)-2-Hexenal	6728-26-3
7	2-正戊基呋喃	2-n-Pentylfuran	3777-69-3
8	顺式-3-己烯乙酸酯	cis-3-Hexenyl Acetate	3681-71-8
9	甲基庚烯酮	6-Methyl-5-heptene-2-one	110-93-0
10	1-己醇	1-Hexanol	111-27-3
11	4-巯基-4-甲基-2-戊酮	4-Methyl-4-sulfanyl-2-pentanone	19872-52-7
12	叶醇	cis-3-Hexen-1-ol	928-96-1
13	芳樟醇氧化物 I	cis-Linalool oxide (furanoid)	60047-17-8
14	3-甲硫基丙醛	Methional	3268-49-3
15	1-辛烯-3-醇	1-Octen-3-ol	3391-86-4
16	1-庚醇	1-Heptanol	111-70-6
17	丁酸叶醇酯	cis-3-Hexenyl butanoate	16491-36-4
18	芳樟醇氧化物 II	trans-Linalool oxide (furanoid)	34995-77-2
19	长叶烯	Longifolene	475-20-7
20	茶吡咯	1-Ethyl-1H-pyrrole-2-carbaldehyde	2167-14-8
21	β-环柠檬醛	beta-Cyclocitral	432-25-7
22	癸酸乙酯	Ethyl caprate	110-38-3
23	2-糠醇	2-Furanmethanol	98-00-0

24	1-壬醇	1-Nonanol	143-08-8
25	己酸叶醇酯	cis-3-Hexenyl hexanoate	31501-11-8
26	反式-β-法呢烯	(E)-beta-Farnesene	18794-84-8
27	橙花醇	cis-Geraniol	106-25-2
28	突厥烯酮	Damascenone	23696-85-7
29	顺式香叶基丙酮	cis-Geranylacetone	3879-26-3
30	反式香叶基丙酮	trans-Geranylacetone	3796-70-1
31	顺式茉莉酮	cis-Jasmone	488-10-8
32	2-乙酰基吡咯	2-Acetylpyrrole	1072-83-9
33	橙花叔醇	Nerolidol	7212-44-4
34	棕榈酸甲酯	n-Hexadecanoic acid methyl ester	112-39-0
35	2,4-二叔丁基苯酚	2,4-Di-tert-butylphenol	96-76-4
36	香茉莉酮酸甲酯	Methyl jasmonate	1211-29-6

3.2 茶叶样品中香气物质测试结果

准确称取某市售绿茶茶叶样品 0.1 g 置于 20 mL 顶空瓶中，压紧瓶盖密封后，按照 1.2 分析条件上机分析，茶叶中气味成分 TIC 图见图 1。茶叶中筛查出的香气物质见表 2。

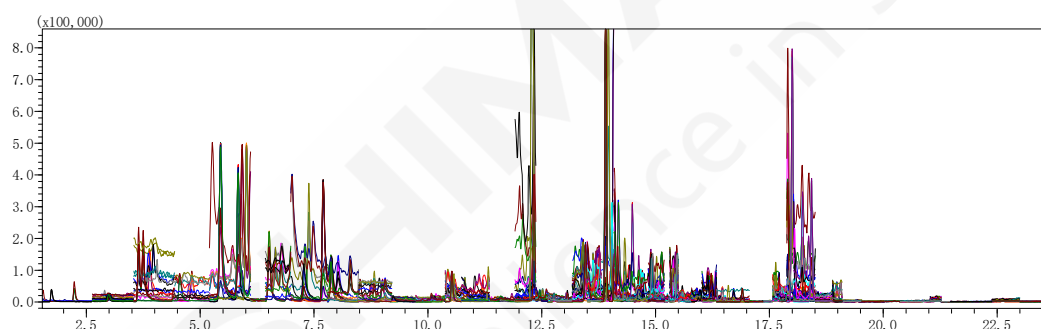


图1. 茶叶样品中气味成分谱图

表 2. 茶叶气味成分半定量结果

No.	化合物	保留时间 (min)	定量结果 (pg/mg)	气味特征
1	二甲硫醚	1.736	0.70	海鲜腥气
2	乙酸乙酯	2.236	25.14	菠萝香味
3	2,3-丁二酮	2.970	4.35	黄油香味
4	戊醛	3.015	47.75	杏仁味, 麦芽味
5	α-蒎烯	3.649	6.69	松节油气味
6	二甲基二硫	4.550	0.37	白菜味, 洋葱味
7	正己醛	4.818	30.12	青草气, 苹果香味
8	β-蒎烯	5.448	35.38	松节油香气
9	4-甲基-3-戊烯-2-酮	6.018	1.14	甜味
10	1-庚醛	7.387	2.45	水果香气
11	双戊烯	7.702	110.35	薄荷味, 柑橘味

12	桉叶油醇	7.872	64.79	甜味, 薄荷味
13	反式-2-己烯醛	8.033	98.38	绿叶清香, 水果香气
14	丙二醇甲醚醋酸酯	8.299	0.30	甜味, 酯味
15	2-正戊基呋喃	8.511	1.89	豆香, 果香
16	1-戊醇	8.824	8.80	香油味
17	2-甲基吡嗪	9.005	1.93	爆米花香味
18	3-羟基-2-丁酮	9.363	4.41	奶油香气
19	仲辛酮	9.550	0.44	皂味, 汽油味
20	2-乙基吡嗪	10.380	0.41	花生酱香, 木香
21	甲基庚烯酮	10.529	6.38	青香, 柑橘香气
22	1-己醇	10.813	8.84	水果香气
23	二甲基三硫	11.205	0.10	卷心菜味, 硫磺味
24	叶醇	11.329	10.30	药草香、绿叶香
25	乙二醇单丁醚	11.624	0.35	甜味, 醚味
26	芳樟醇氧化物 I	12.331	11.86	弱木香型香气
27	乙酸	12.288	324.90	酸味
28	1-辛烯-3-醇	12.458	3.10	蘑菇香, 薰衣草香
29	1-庚醇	12.517	1.71	果香, 脂蜡香
30	丁酸叶醇酯	12.772	0.21	水果香、清香
31	芳樟醇氧化物 II	12.773	16.33	弱木香型香气
32	(E,E)-2,4-庚二烯醛	13.042	1.69	烧油味
33	2-乙基己醇	13.063	1.96	青香, 玫瑰花香
34	2-茨酮	13.410	1.29	樟脑味
35	苯甲醛	13.462	8.03	杏仁味, 焦糖味
36	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	13.458	0.52	香料味, 青椒味
37	丙酸	13.629	83.93	腐臭味
38	芳樟醇	13.905	97.31	花香, 薰衣草香
39	异丁酸	14.081	11.69	腐臭味, 奶酪味
40	长叶烯	14.324	1.44	木香, 似鸢尾香气
41	异佛尔酮	14.492	0.40	薄荷香味
42	2-甲基异冰片	14.632	3.19	发霉味
43	茶吡咯	14.709	1.35	-
44	丁酸	14.894	24.33	腐臭味, 奶酪味
45	β -环柠檬醛	14.933	12.70	果香, 清香
46	苯乙醛	15.134	0.99	甜味, 蜂蜜味
47	苯乙酮	15.261	0.62	芳香味
48	2-糠醇	15.319	4.29	灼伤气味
49	异戊酸	15.467	22.33	腐臭味, 酸味
50	2-甲基丁酸	15.482	20.56	奶酪味
51	α -萜品醇	15.909	3.84	丁香味
52	2-茨醇	15.980	0.49	土味, 发霉味

53	正戊酸	16.326	22.54	汗味
54	水杨酸甲酯	16.907	0.79	薄荷味
55	己酸	17.640	14.85	汗臭味
56	香叶醇	17.723	1.70	天竺葵香, 玫瑰香
57	α -紫罗酮	17.855	0.55	木香, 紫罗兰香
58	反式-香叶基丙酮	17.901	1.04	花香气
59	苯甲醇	18.001	37.97	甜味, 芳香味
60	苯乙醇	18.428	10.20	玫瑰, 丁香花香气
61	γ -辛内酯	18.526	0.12	椰子香气
62	2,6-二叔丁基对甲酚	18.568	0.16	苯酚气味
63	β -紫罗酮	18.869	1.90	紫罗兰, 海藻香气
64	顺式-茉莉酮	18.893	0.42	茉莉花香
65	庚酸	18.875	6.30	青香, 橙香
66	苯并噻唑	18.985	0.03	橡胶味
67	2-乙酰基吡咯	19.065	1.90	核桃香气, 甘草香气
68	苯酚	19.645	0.05	臭味, 燃烧味
69	4-乙基-2-甲氧基苯酚	19.767	0.03	丁香油香气
70	辛酸	20.053	6.51	奶酪味
71	乙二醇苯醚	20.913	0.21	花香味
72	壬酸	21.172	8.42	青香味
73	棕榈酸甲酯	21.878	0.09	油脂味
74	正癸酸	22.240	0.70	油脂味
75	2,4-二叔丁基苯酚	22.628	0.43	苯酚气味

分析结果显示, 绿茶样品中筛查出 75 种香气物质, 并使用校正后的内标曲线进行定量, 定量结果如表 2 所示。由于篇幅所限, 图 2 展示了部分香气成分的质量色谱图。

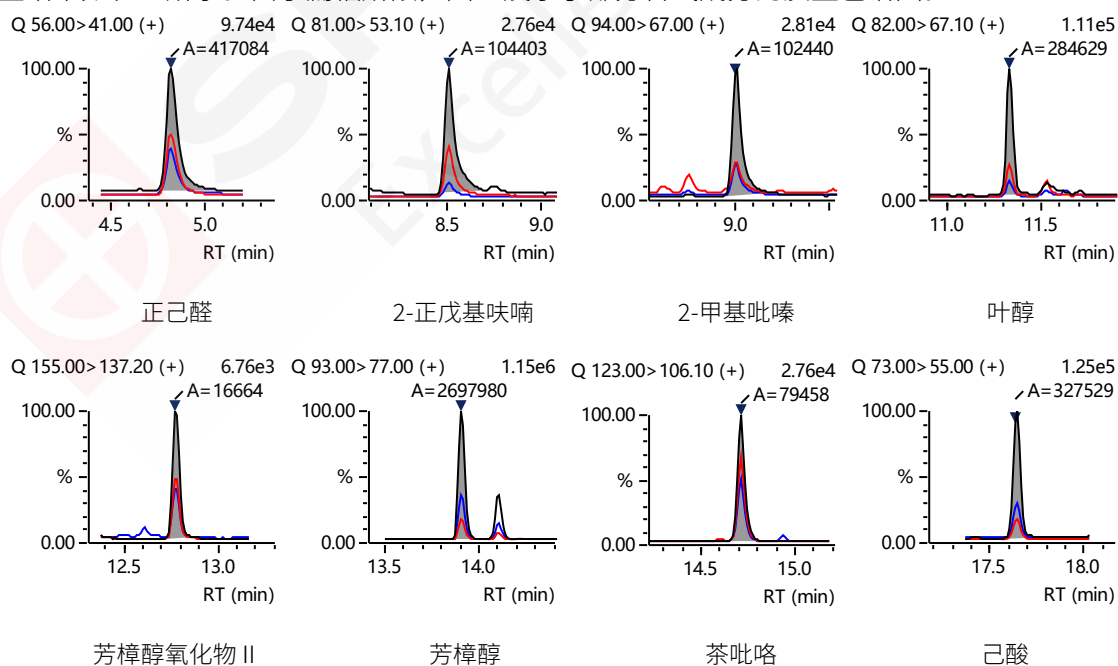


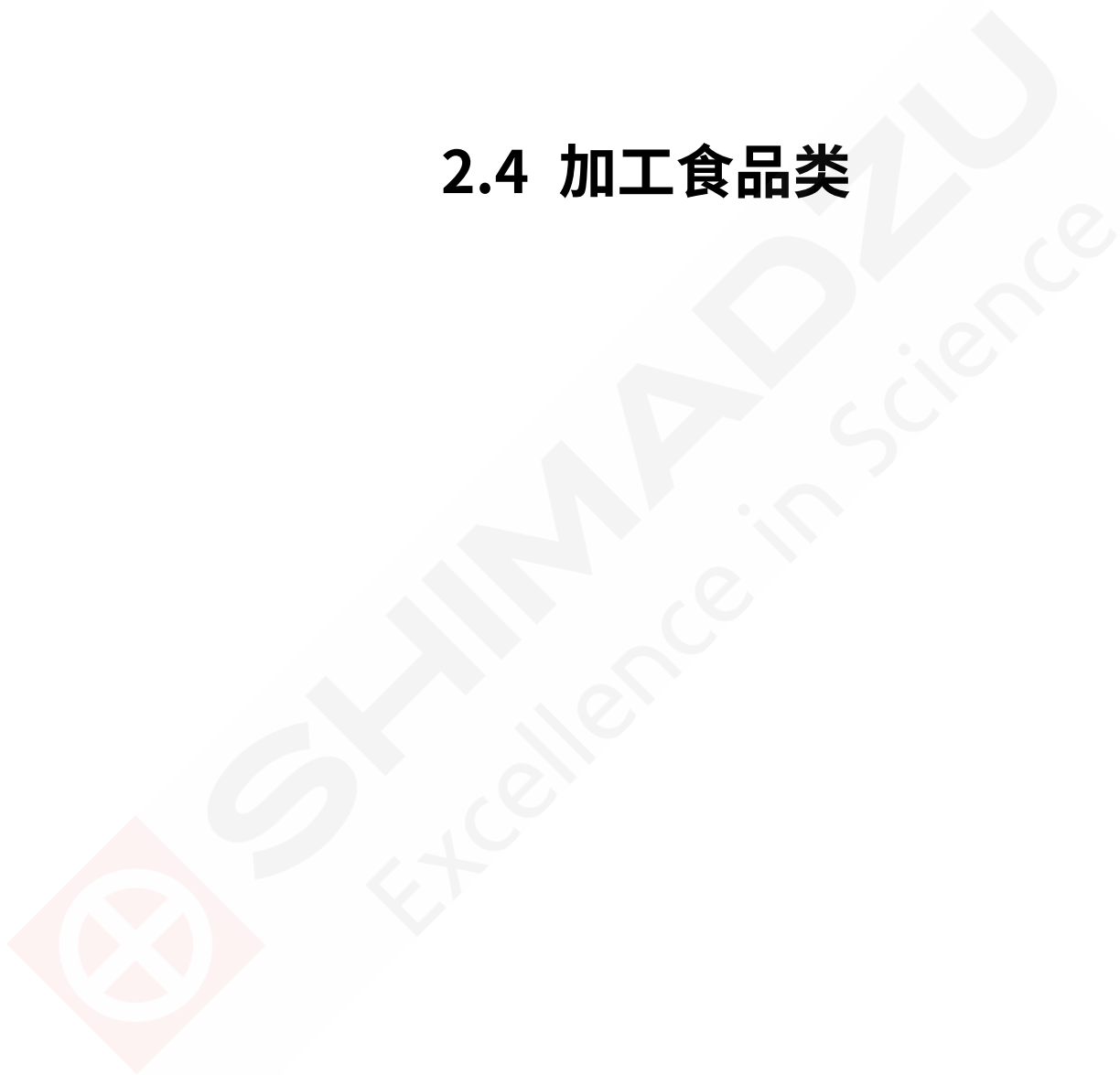
图 2. 茶叶中部分香气成分 MRM 图

4. 结论

本方法使用 GCMS-TQ8050 NX 结合气味数据库建立了茶叶中 186 种气味成分 MRM 半定量方法。利用 AOC-6000 SPME Arrow 进样，某绿茶茶叶样品中共筛查出 75 种气味成分，并利用数据库中内置校准曲线获得了这些组分在茶叶中含量。实验结果说明：GCMS-TQ8050 NX 结合岛津气味数据库，无需使用标准品即可筛查茶叶中气味成分并获得半定量结果，此方法可为茶叶中气味成分的半定量分析提供参考。



2.4 加工食品类



气味分析系统分析香肠中风味物质

摘要：本文利用岛津 GCMS-TQ8050 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器结合气味数据库建立了 150 种气味组分分析的方法，并用该方法对香肠中风味物质进行测定。该方法操作简便，分析速度快，适合香肠中风味物质的快速筛查。

关键词：气味数据库 香肠 风味物质成分

风味物质是影响发酵肉制品品质的重要因素。在发酵的过程中，微生物和环境外界因素共同作用，产生多种挥发性的有机化合物，如醇、醛、酮、酯、羧酸、内酯、吡啶、呋喃以及某些含硫的化合物。风味物质的提取方法包括蒸馏萃取技术、顶空技术、固相萃取技术、热脱附和固相微萃取技术等。

本文利用岛津 GCMS-TQ8050 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样装置结合气味数据库分析香肠中的风味物质成分，无需复杂设置，无需标准品，即可轻松创建 150 种挥发性组分定性及半定量的方法，可对香肠中的风味物质成分进行快速的筛查。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数：

SPME 纤维：SPME PDMS/DVB 65 μ m

萃取时间：20 min

老化温度：240 $^{\circ}$ C

进样口温度：250 $^{\circ}$ C

老化时间（萃取前）：20 min

解吸时间：2 min

平衡温度：80 $^{\circ}$ C

老化时间（萃取后）：5 min

平衡时间：10 min

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertCap-5 MS Sil, 30 m \times 0.32 mm \times 0.50 μ m

柱温程序：50 $^{\circ}$ C (5 min) $_10^{\circ}$ C/min $_250^{\circ}$ C (10 min)

载气压力：44.5 kPa

接口温度：250 $^{\circ}$ C

进样方式：分流进样

检测器电压：调谐电压+0.3 kv

分流比：5:1

采集方式：Scan/MRM

离子源温度：200 $^{\circ}$ C

1.3 样品的制备

精确称取 1.0 g 香肠样品至 20 mL 的顶空瓶中，加盖密封。采用 AOC-6000 固相微萃取进样，GCMS-TQ8050 检测。利用岛津气味数据库对香肠中风味物质成分进行快速筛查。

2. 结果讨论

2.1 香肠样品筛查结果

采用创建的分析方法对 2 种市售香肠样品进行检测，得到各样品测试结果如表 1、表 2 所示。

2.1.1 香肠样品 a 的测试结果

精确称取 1.0 g 样品至 20 mL 的顶空瓶中，加盖密封，按照 1.3 方法进行处理并测试，得到样品 a 的测试结果：

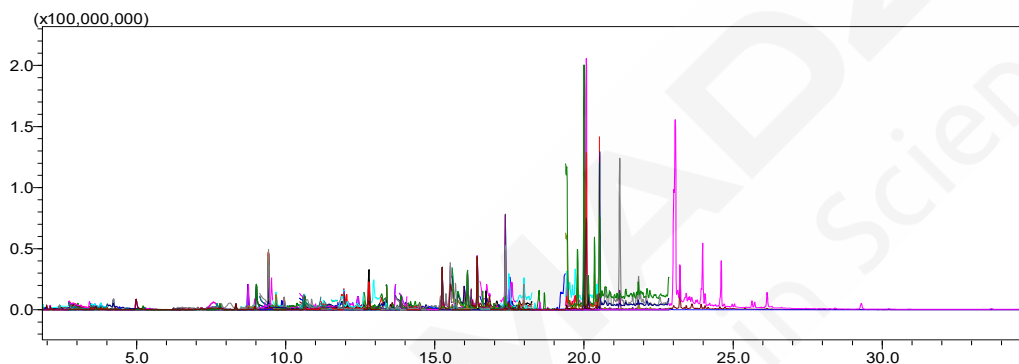


图 1 香肠样品 a 的色谱图

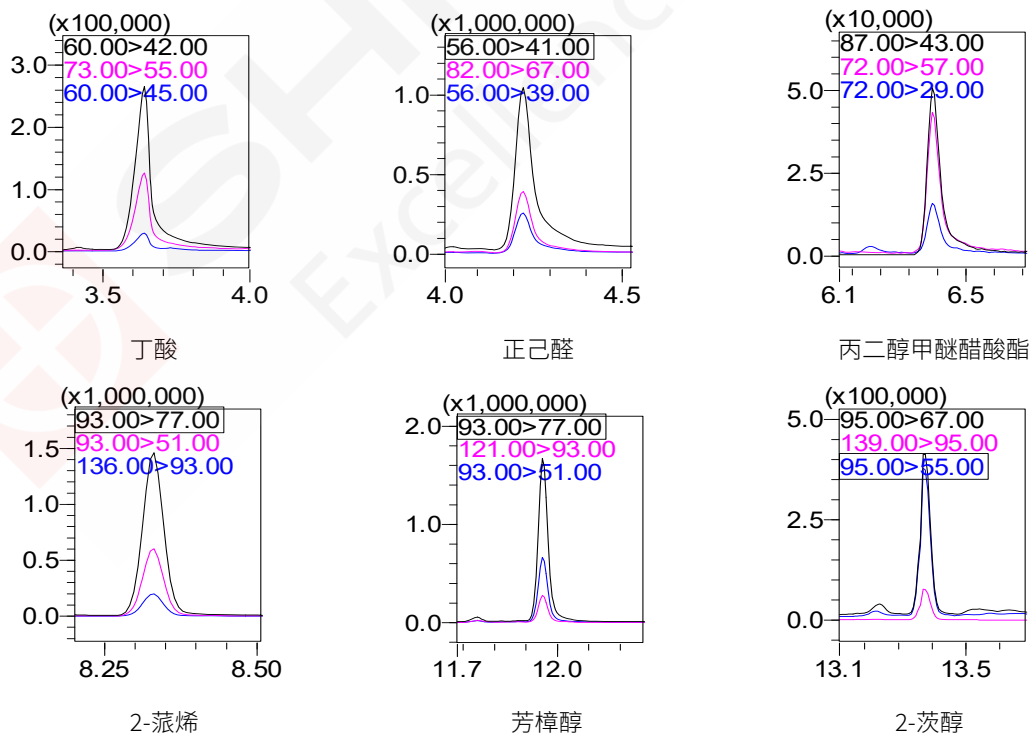


图 2 香肠样品 a 中部分风味物质成分 MRM 色谱图

表 1 香肠样品 a 的风味物质成分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	浓度	阈值	气味特征
1	丙酸	79-09-4	11596.5	1000	腐臭味, 辛辣味, 酱油
2	二甲基二硫	624-92-0	1385.1	100	白菜味, 洋葱味, 腐烂味
3	丁酸	107-92-6	13579.4	1000	腐臭味, 奶酪味, 汗味
4	2-己酮	591-78-6	973.1	10	醚味
5	正己醛	66-25-1	59257.2	1	呈生的油脂和青草气
6	2-甲基吡嗪	109-08-0	54735.5	1000	爆米花的香味
7	异戊酸	503-74-2	1264.1	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
8	2-甲基丁酸	116-53-0	1098.6	10	奶酪味, 汗气味
9	乙基苯	100-41-4	377.2	100	汽油味
10	丙二醇甲醚醋酸酯	108-65-6	3670.5	100	甜味, 酯味
11	对二甲苯	106-42-3	1765.6	1000	天竺葵味
12	正戊酸	109-52-4	3815.1	1000	汗味
13	苯乙烯	100-42-5	430.9	100	汽油味、香油味
14	乙二醇单丁醚	111-76-2	760.2	100	甜味, 醚味
15	2-乙基吡嗪	13925-00-3	1844.9	100	花生酱香, 木香
16	2-蒎烯	80-56-8	11371.1	10	溶剂味
17	苯甲醛	100-52-7	14926.3	1000	杏仁味, 焦糖味
18	己酸	142-62-1	5865.8	100	汗臭味
19	仲辛酮	111-13-7	621.9	10	皂味, 汽油味
20	正辛醛	124-13-0	29337.1	100	青辛尖锐而有力的脂蜡香
21	1,4-二氯苯	106-46-7	13842.3	1000	甜味
22	愈创木酚	90-05-1	3277.6	1	甜味, 药味, 烟味
23	芳樟醇	78-70-6	28456.5	10	花香, 薰衣草香
24	2-茨醇	507-70-0	5355.3	1	土味, 发霉味
25	萘	91-20-3	27510.8	10	焦油味
26	水杨酸甲酯	119-36-8	522.0	1	薄荷味
27	α -松油醇	98-55-5	6343.4	100	薄荷味, 茴香味, 油味
28	1,4-二溴苯	106-37-6	254.9	100	有二甲苯的气味
29	癸醛	112-31-2	21207.9	1	皂味, 脂蜡香, 橙皮香
30	(E,E)-2,4-壬二烯醛	5910-87-2	3963.9	10	青香, 蜡脂香
31	苯并噻唑	95-16-9	423.6	10	汽油味, 橡胶味
32	壬酸	112-05-0	7324.9	100	青香味, 油脂香味
33	4-乙基-2-甲氧基苯酚	2785-89-9	5331.1	0.1	呈香辛料和丁香油香气
34	1-甲基萘	90-12-0	19691.2	100	甜味, 腐臭味
35	正癸酸	334-48-5	20473.5	10	油脂味, 陈腐味
36	香兰素	121-33-5	1003.1	1	香草味

37	香豆素	91-64-5	137.0	1	甜味, 青香味
38	十二醇	112-53-8	15767.7	1	蜡脂香气
39	抗氧化剂 264	128-37-0	789.6	10	苯酚气味
40	双(2-甲基-3-咪喃基)	28588-75-2	688.7	0.1	烤肉香味
41	二苯甲酮	119-61-9	2696.3	10	杏仁味, 焦糖味

2.1.2 香肠样品 b 的测试结果

精确称取 1.0 g 样品至 20 mL 的顶空瓶中, 加盖密封, 按照 1.3 方法进行处理并测试, 得到香肠样品 b 的测试结果:

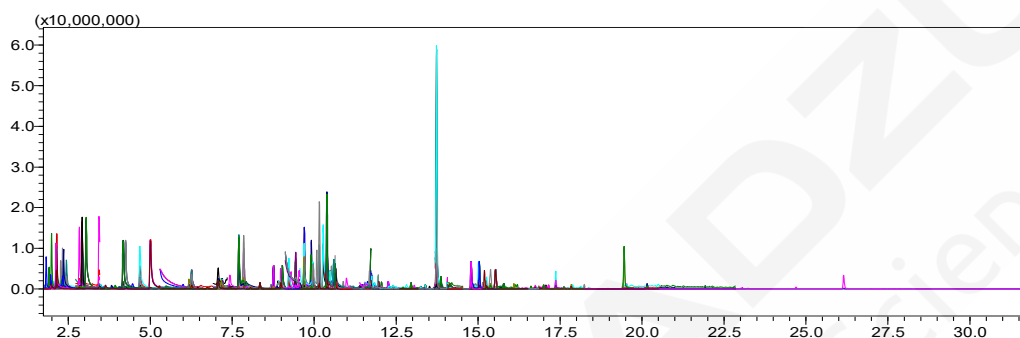


图 3 香肠样品 b 的色谱图

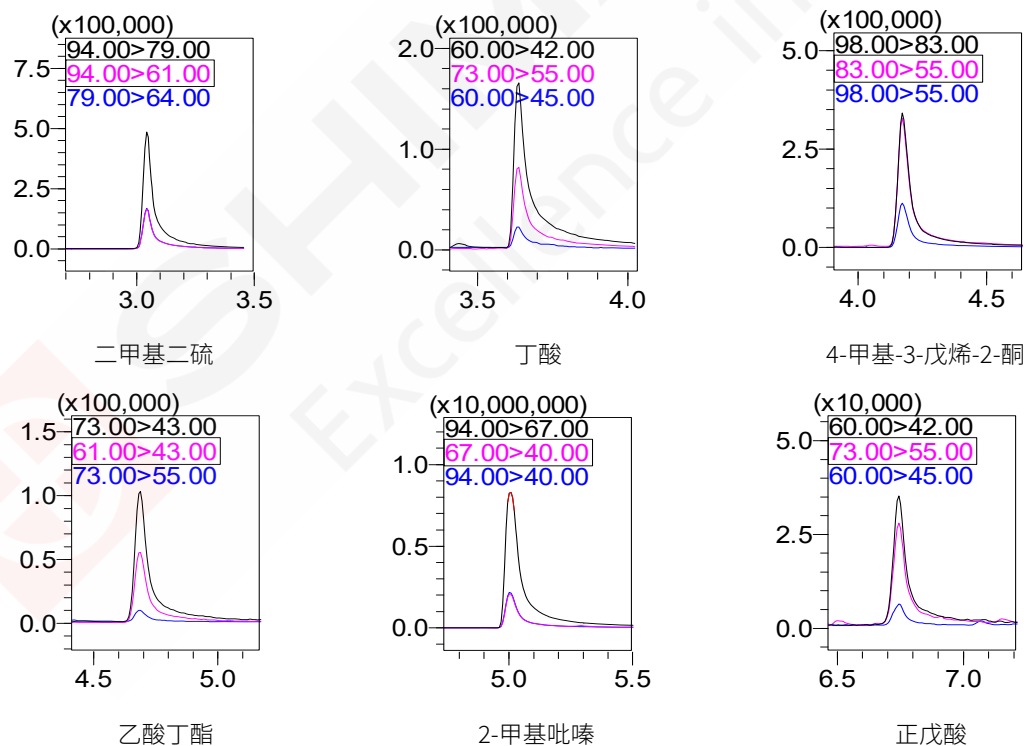


图 4 香肠样品 b 中部分风味物质成分 MRM 色谱图

表 2 香肠样品 b 的风味物质成分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	浓度	阈值	气味 (直接翻译)
1	二甲基二硫	624-92-0	11288.5	100	白菜味, 洋葱味, 腐烂味
2	1-戊醇	71-41-0	6576.2	100	香油味
3	丁酸	107-92-6	8671.4	1000	腐臭味, 奶酪味, 汗味
4	4-甲基-3-戊烯-2-酮	141-79-7	6009.5	10	甜味, 化学味
5	乙酸丁酯	123-86-4	5354.3	1000	梨的香味
6	2-甲基吡嗪	123-86-4	71010.7	1000	爆米花的香味
7	乙基苯	100-41-4	366.4	100	汽油味
8	正戊酸	109-52-4	3764.5	1000	汗味
9	苯乙烯	100-42-5	252.9	100	汽油味, 香油味
10	2-蒎烯	80-56-8	1331.2	10	溶剂味
11	5-甲基呋喃醛	620-02-0	3336.6	1000	杏仁味, 焦糖味
12	苯甲醛	100-52-7	14795.9	1000	杏仁味, 焦糖味
13	二甲基三硫	3658-80-8	2760.6	0.1	卷心菜味, 鱼味, 硫磺味
14	己酸	142-62-1	5234.8	100	汗臭味
15	苯酚	108-95-2	2289.7	1000	特殊的臭味和燃烧味
16	仲辛酮	111-13-7	1600.5	10	皂味, 汽油味
17	正辛醛	124-13-0	20232.8	100	青辛尖锐而有力的脂蜡香
18	1,4-二氯苯	106-46-7	2242.3	1000	甜味
19	2-乙基己醇	104-76-7	1441.7	1000	青香, 玫瑰花香
20	双戊烯	138-86-3	20342.2	1000	薄荷味, 柑橘味
21	苯乙醛	122-78-1	282.2	10	甜味, 蜂蜜味,
22	2-羟基苯甲醛	90-02-8	100.7	1	草药味, 烤面包味
23	正辛醇	111-87-5	1967.0	100	金属味, 烧焦味, 化学味
24	4-甲基苯酚	106-44-5	2966.4	1	呈烟熏、草药气味
25	间甲基苯酚	108-39-4	4251.5	0.1	塑料, 粪便气味
26	愈创木酚	90-05-1	16053.4	1	甜味, 药味, 烟味
27	芳樟醇	78-70-6	3505.0	10	花香, 薰衣草香
28	2-蒎酮	76-22-2	448.7	100	樟脑味
29	辛酸	124-07-2	2335.8	1000	奶酪味, 汗味
30	2-茨醇	507-70-0	1043.9	1	土味, 发霉味
31	萘	91-20-3	1997.6	10	焦油味
32	(E,E)-2,4-壬二烯醛	5910-87-2	5457.1	10	青香, 蜡脂香
33	苯并噻唑	95-16-9	122.3	10	汽油味, 橡胶味
34	4-丙基苯酚	645-56-7	1366.3	1000	苦味, 湿毛发味
35	4-乙基-2-甲氧基苯酚	2785-89-9	14745.7	0.1	呈香辛料和丁香油香气
36	2-甲基萘	91-57-6	8280.6	1	甜味, 腐臭味
37	1-甲基萘	90-12-0	1592.8	100	甜味, 腐臭味
38	丁香酚	97-53-0	85.6	1	有干甜的花香和辛香
39	3-甲基吡啶	83-34-1	37.8	1	粪便, 樟脑球气味

40	香兰素	121-33-5	429.1	1	香草味
41	alpha-紫罗酮	8013-90-9	54.0	0.1	具有较强的紫罗兰香气
42	香豆素	91-64-5	57.6	1	甜味, 青香味
43	抗氧化剂 264	128-37-0	44.8	10	苯酚气味
44	二苯甲酮	119-61-9	229.8	10	杏仁味, 焦糖味

3. 结论

本文利用岛津 GCMS-TQ8050 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器结合气味数据库对香肠中的风味物质进行测定。通过采集正构烷烃和校正内标数据, 利用气味数据库自动创建 150 种气味物质的检测方法, 对香肠中的风味物质进行定性及半定量分析。香肠样品 a 中筛查出 41 种风味物质, 香肠样品 b 中筛查出 44 种风味物质。结果表明, 该方法操作简便, 分析速度快, 可用于香肠中风味物质的快速筛查。



气味分析系统分析鱼肉中气味成分

摘要: 本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪, 结合气味分析数据库建立了 150 种挥发性组分分析的方法, 并用该方法对鱼肉中气味成分进行测定。该方法操作简便, 分析速度快, 适合鱼肉中气味成分的快速筛查。

关键词: 气味分析数据库 鱼肉 气味成分

鱼肉具有丰富的营养和令人愉悦的风味, 深受大众喜爱。风味是鱼类等水产品的主要食用品质之一, 是消费者评价其品质高低的重要指标。其中, 气味物质对鱼肉的 overall 风味起着重要作用, 是鱼肉的一个重要感官评定要素。近年来, 鱼肉的特征性气味和异味物质研究逐渐成为鱼肉挥发性成分研究中的重要部分, 也是水产行业研究的热门话题。气味物质的研究对于开发鱼肉香精香料, 改善鱼肉风味品质具有重要指导意义。

本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样装置 (配备 SPME 进样模块), 结合气味分析数据库, 创建了 150 种挥发性组分定性及半定量的方法。该方法操作简便, 无需气味物质标准品, 分析速度快, 可用于鱼肉中气味成分的快速筛查。

1. 实验部分

1.1 仪器

仪器: GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数:

SPME 纤维: FIB-C-WR-95/10

老化温度: 240°C

老化时间 (萃取前): 30 min

平衡温度: 40°C

平衡时间: 5 min

萃取时间: 30 min

进样口温度: 250°C

解吸时间: 2 min

老化时间 (萃取后): 5 min

GC-MS/MS 参数:

色谱柱: InertCap Pure-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

载气压力: 83.5 kPa

进样方式: 分流进样

分流比: 5:1

离子源温度: 200°C

柱温程序: 50°C (5 min) _10°C/min_250°C (10 min)

接口温度: 250°C

检测器电压: 调谐电压+0.3 kv

采集方式: MRM

1.3 样品的制备

精确称取 2.0 g 鱼肉样品至 20 mL 的顶空瓶中，加盖密封。采用 AOC-6000 固相微萃取进样，GCMS-TQ8040 检测。

2. 结果讨论

2.1 鱼肉样品筛查结果

采用创建的 150 种气味组分分析方法对 3 种鱼肉样品进行检测，得到各样品测试结果如下所示。

2.2.1 金昌鱼样品测试结果

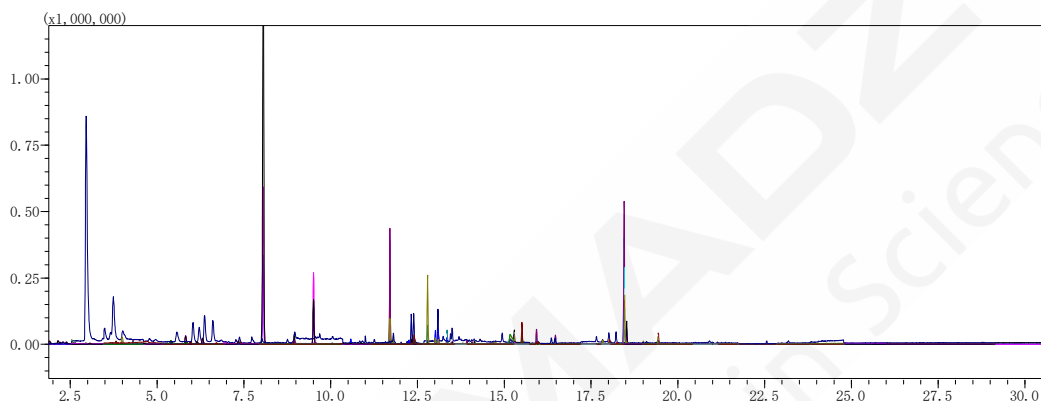


图 1 金昌鱼样品色谱图

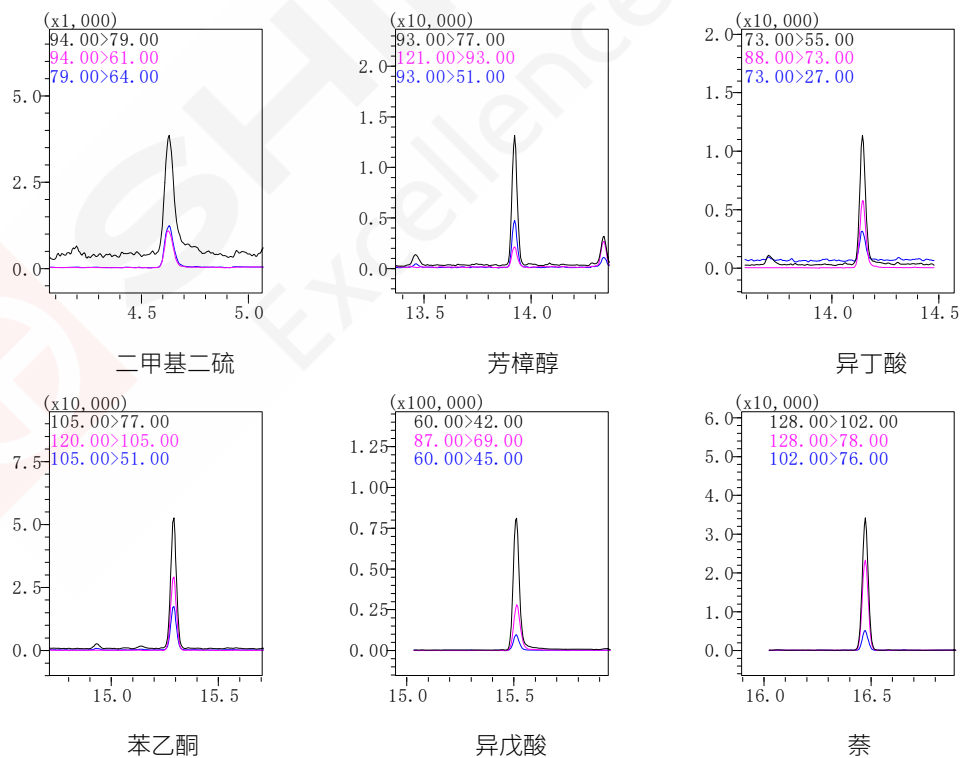


图 2 金昌鱼样品部分气味成分质量色谱图

表 1 金昌鱼样品气味成分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	乙酸乙酯	141-78-6	0.1	1000	菠萝香味
2	2,3-丁二酮	431-03-8	0.1	10	黄油香味
3	2-甲基丁酸乙酯	7452-79-1	0.1	1	苹果香气
4	二甲基二硫	624-92-0	0.4	100	白菜味, 洋葱味, 腐烂味
5	正己醛	66-25-1	0.1	1	青草气及苹果香味
6	beta-蒎烯	127-91-3	0.1	100	有松脂、树脂、松节油香气
7	间二甲苯	108-38-3	0.1	2000	塑料味
9	2-庚酮	110-43-0	0.1	10	皂香
10	桉叶油醇	470-82-6	0.1	10	甜味, 薄荷味
11	仲辛酮	111-13-7	0.1	10	皂味, 汽油味
12	乙二醇单丁醚	111-76-2	0.4	100	甜味, 醚味
13	芳樟醇	78-70-6	0.1	10	花香, 薰衣草香
14	异丁酸	79-31-2	0.3	1000	腐臭味, 奶酪味, 黄油味
15	苯乙醛	122-78-1	0.2	10	甜味, 蜂蜜味,
16	薄荷脑	89-78-1	0.1	1000	香味, 薄荷味
17	苯乙酮	98-86-2	0.1	1000	芳香味, 发霉味, 杏仁味
18	异戊酸	503-74-2	0.3	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
19	α -松油醇	98-55-5	0.4	100	薄荷味, 茴香味, 油味
20	2-茨醇	507-70-0	0.4	1	土味, 发霉味
21	萘	91-20-3	0.4	10	焦油味
22	苯甲醇	100-51-6	0.6	100	甜味, 芳香味
23	苯乙醇	60-12-8	0.1	100	具有蜂蜜、丁香花香气
24	抗氧化剂 264	128-37-0	0.7	10	苯酚气味
25	苯酚	108-95-2	0.8	1000	特殊的臭味和燃烧味

2.2.2 带鱼样品的测试结果

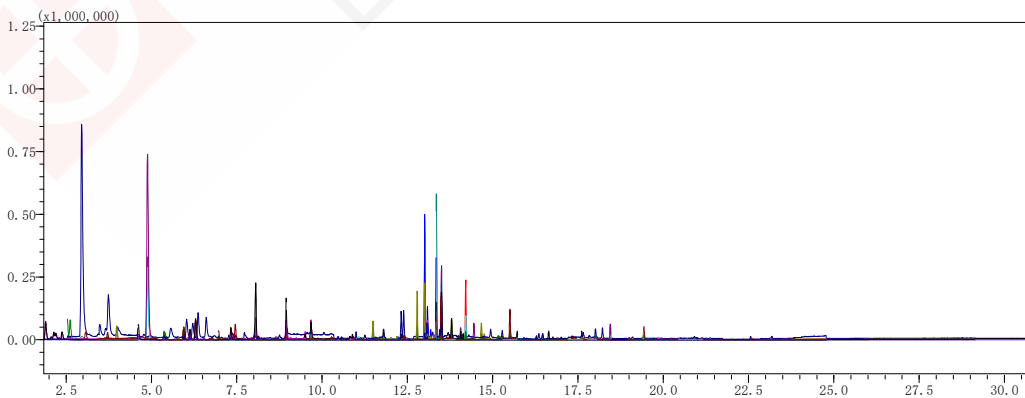


图 3 带鱼样品色谱图

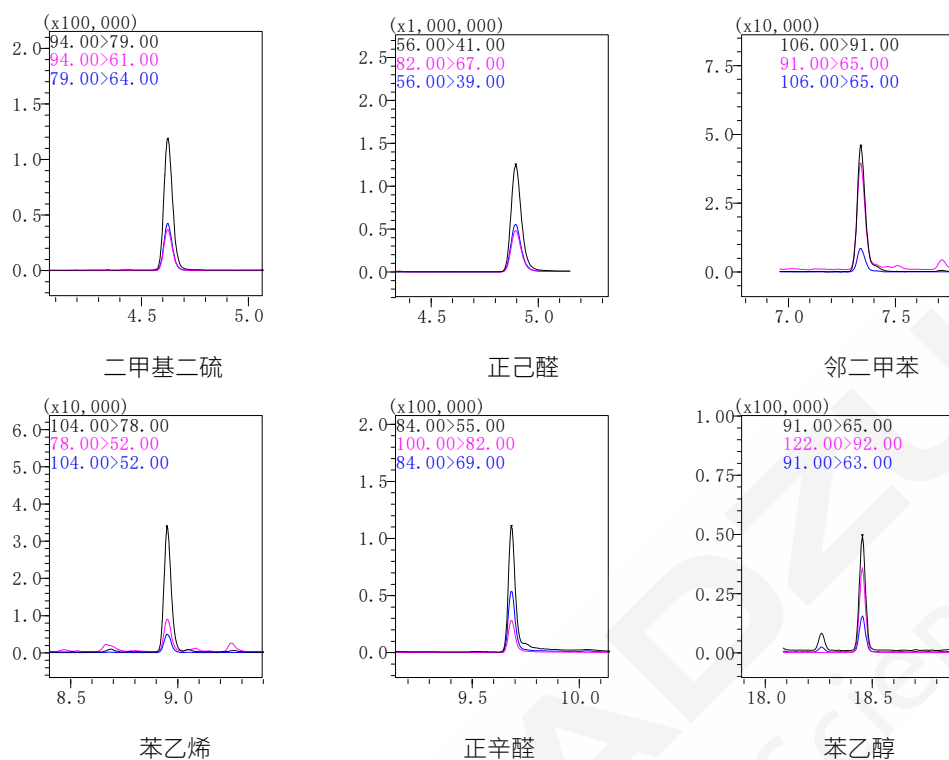


图 4 带鱼样品中部分气味成分质量色谱图

表 2 带鱼样品气味成分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	二甲基二硫	624-92-0	0.1	100	白菜味, 洋葱味, 腐烂味
2	正己醛	66-25-1	3.9	1	青草气及苹果香味
3	beta-蒎烯	127-91-3	0.2	100	有松脂、树脂、松节油香气
4	乙基苯	100-41-4	0.1	100	汽油味
5	对二甲苯	106-42-3	0.1	1000	天竺葵味
6	间二甲苯	108-38-3	0.3	2000	塑料味
7	3-庚酮	106-35-4	0.1	1000	醚味
8	邻二甲苯	95-47-6	0.2	2000	天竺葵味
9	双戊烯	138-86-3	0.2	1000	薄荷味, 柑橘味
10	苯乙烯	100-42-5	0.1	100	汽油味, 香油味
11	仲辛酮	111-13-7	0.1	10	皂味, 汽油味
12	正辛醛	124-13-0	1.6	100	带果香茉莉气息
13	(E)-2-庚烯醛	18829-55-5	0.1	10	脂肪香, 皂香, 杏仁香
14	2-壬酮	821-55-6	0.1	10	青香, 皂香, 热奶香
15	(E,E)-2,4-庚二烯醛	4313-03-5	0.9	2000	烧油味
16	癸醛	112-31-2	0.1	1	皂味, 脂蜡香, 橙皮香
17	苯甲醛	100-52-7	0.7	1000	杏仁味, 焦糖味
18	反式-2-壬醛	18829-56-6	0.2	1	纸味
19	正辛醇	111-87-5	0.1	100	金属味, 烧焦味, 化学味
20	2-甲基异冰片	2371-42-8	0.1	0.1	土味, 发霉味
21	甲基壬基甲酮	112-12-9	0.2	10	青香, 橙子香味
22	苯乙醛	122-78-1	0.4	10	甜味, 蜂蜜味,
23	异戊酸	503-74-2	0.5	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
24	(E,E)-2,4-壬二烯醛	5910-87-2	0.1	10	青香, 蜡脂香

25	萘	91-20-3	0.1	10	焦油味
26	反式-2,4-癸二烯醛	25152-84-5	0.1	1	蜡脂味, 油炸味
27	己酸	142-62-1	0.4	100	汗臭味
28	苯乙醇	60-12-8	0.1	100	具有蜂蜜、丁香花香气
29	苯酚	108-95-2	0.2	1000	特殊的臭味和燃烧味
30	壬酸	112-05-0	0.6	100	青香味, 油脂香味

2.2.3 秋刀鱼样品测试结果

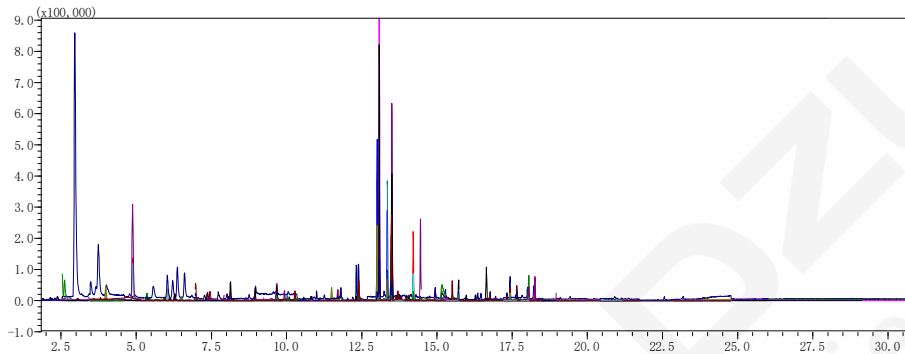


图5 秋刀鱼样品色谱图

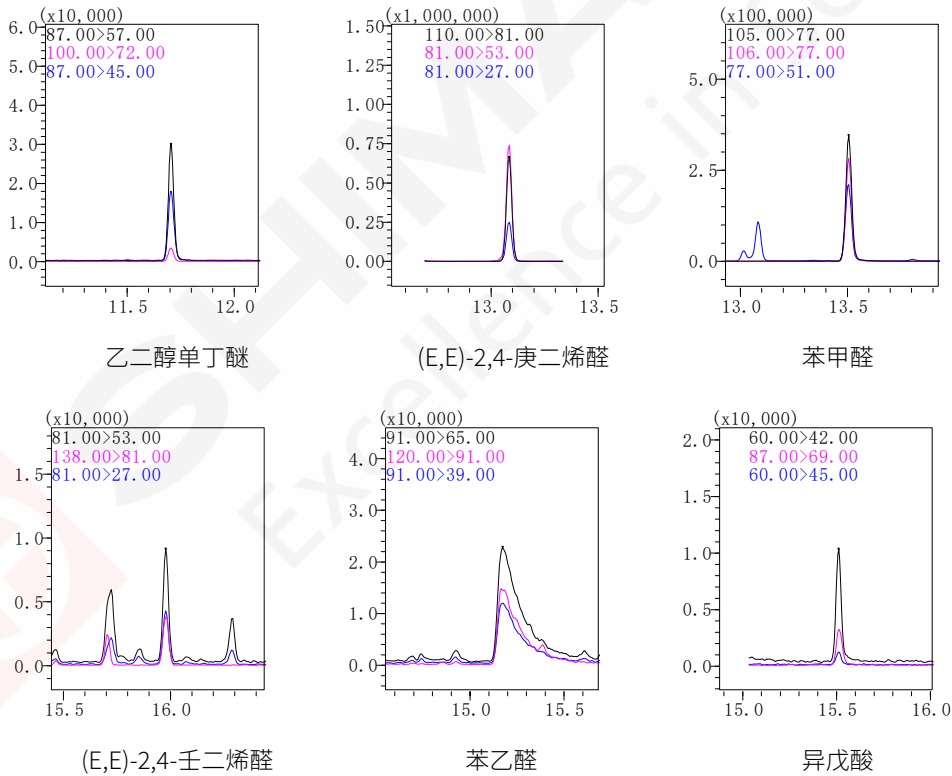


图6 秋刀鱼样品中部分气味成分质量色谱图

表 3 秋刀鱼样品气味成分筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	阈值	气味特征
1	2,3-丁二酮	431 - 03 - 8	0.3	10	黄油香味
2	正己醛	66 - 25 - 1	0.6	1	青草气及苹果香味
3	beta-蒎烯	127 - 91 - 3	0.1	100	松脂、树脂、松节油香气
4	正辛醛	124 - 13 - 0	0.6	100	带果香茉莉气息
5	(E)-2-庚烯醛	18829 - 55 - 5	0.3	10	脂肪香, 皂香, 杏仁香
6	乙二醇单丁醚	111 - 76 - 2	0.3	100	甜味, 醚味
7	(E,E)-2,4-庚二烯醛	4313 - 03 - 5	0.8	2000	烧油味
8	癸醛	112 - 31 - 2	0.1	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
9	苯甲醛	100 - 52 - 7	0.2	1000	杏仁味, 焦糖味
10	反式-2-壬醛	18829 - 56 - 6	0.1	1	纸味
11	甲基壬基甲酮	112 - 12 - 9	0.1	10	青香, 橙子香味
12	苯乙醛	122 - 78 - 1	0.7	10	甜味, 蜂蜜味,
13	异戊酸	503 - 74 - 2	0.6	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
14	(E,E)-2,4-壬二烯醛	5910 - 87 - 2	0.1	10	青香, 蜡脂香
15	辛酸	124 - 07 - 2	0.7	1000	奶酪味, 汗味
16	壬酸	112 - 05 - 0	0.5	100	青香味, 油脂香味
17	正癸酸	334 - 48 - 5	0.2	10	油脂味, 陈腐味

3. 结论

本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪, 结合气味分析数据库对三种海鱼鱼肉中的气味成分进行测定。通过采集正构烷烃和校正内标数据, 利用气味分析数据库自动创建 150 种挥发性组分的检测方法, 对鱼肉中的气味成分进行定性及半定量分析。金昌鱼样品中筛查出 25 种气味成分, 带鱼样品中筛查出 30 种气味成分, 秋刀鱼样品中筛查出 17 种气味成分。该方法操作简便, 分析速度快, 可用于鱼肉中气味成分的快速筛查。

气味分析系统分析人造肉中的气味成分

摘要：本文采用岛津三重四极杆气相色谱质谱联用仪GCMS-TQ8050 NX，结合SPME进样和岛津Smart Aroma Database香味数据库建立了人造肉中498种气味成分的分析方法，在SIM采集模式下，采用校准用标准样品生成的曲线对样品中的气味成分进行半定量分析。人造肉样品中共检测出50种气味成分。该方法操作简单，分析速度快，适用于人造肉中气味成分的筛查分析。

关键词：气相色谱-三重四极杆气质联用仪 香味数据库 人造肉 气味成分

人造肉通常可分为植物蛋白肉和动物蛋白肉两种。植物蛋白肉通常以豌豆、大豆以及其它富含植物蛋白的豆类为原料制成；动物蛋白肉则是在特定条件下，利用动物干细胞在培养基中培育得到。目前国内市场上能够购买到的人造肉食品基本都是植物蛋白肉。气味是食品的一个重要特征。研究人造肉中的气味成分，对优化人造肉加工工艺有着重要的意义。

GCMS 定性能力优异，常被用于食品中气味成分的分析。但大多数食品基质复杂，气味成分种类繁多，研究人员往往需要耗费大量精力处理数据。使用预先收录有化合物信息的数据库，可极大减少数据分析的工作量。

本文利用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样器，结合 Smart Aroma Database 香味数据库分析人造肉中的气味成分，无需复杂设置就能快速创建 498 种气味成分的定性及半定量方法，可对人造肉中的气味成分进行快速的筛查分析。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数：

SPME 纤维：CarboxenTM/PDMS/DVB 120 μ m

萃取时间：25 min

老化温度：250 $^{\circ}$ C

进样口温度：250 $^{\circ}$ C

老化时间（萃取前）：10 min

解吸时间：3 min

平衡温度：80 $^{\circ}$ C

老化时间（萃取后）：5 min

平衡时间：10 min

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertCap-Pure Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
 柱温程序：50°C (5 min) _10°C/min_250°C (15 min)
 进样方式：分流进样
 分流比：5:1

载气控制：恒压模式，83.5 kPa
 离子源温度：200°C
 接口温度：250°C
 检测器电压：调谐电压+0.2 kv
 采集方式：Scan/SIM

1.3 样品前处理

将顶空瓶置于 150°C 烘箱中烘烤 30 min，精确称取待测样品 1.0 g 装入 20 mL 顶空瓶中，密封后按 1.3 条件上机分析。

2. 结果与讨论

测定的植物蛋白肉样品色谱图见图 1，利用香味数据库共筛查出 50 种化合物，如表 1 所示。部分检出化合物的质量色谱图如图 2 所示。

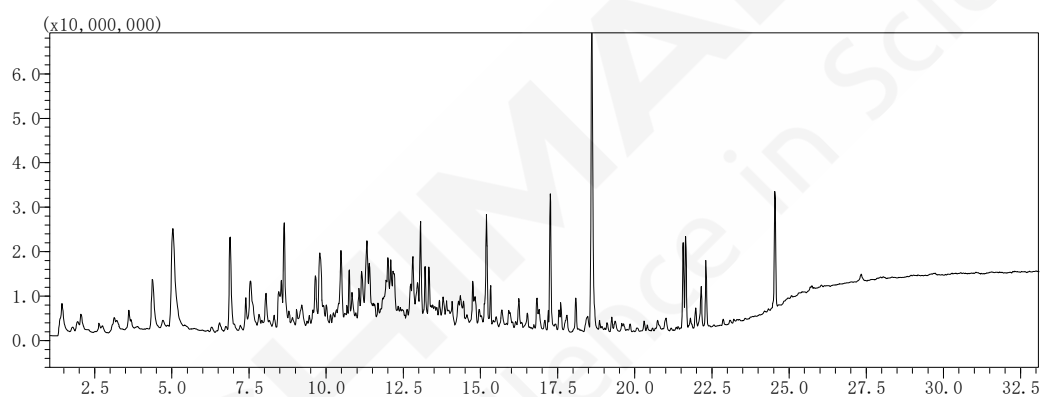


图 1 人造肉样品的色谱图

表 1 人造肉中气味成分筛查和半定量结果 (ng/g)

No.	化合物	CAS 号	浓度	气味特征
1	乙酸乙酯	141-78-6	46.3	菠萝香味
2	2-乙基呋喃	3208-16-0	1.2	可可味，咖啡味，坚果味
3	乙酸丙酯	109-60-4	2.1	甜味，芳香味
4	二甲基二硫	352-93-2	0.7	洋葱味，卷心菜味，腐烂味
5	正己醛	66-25-1	38.8	脂肪味，青草味
6	对二甲苯	106-42-3	0.9	甜味
7	间二甲苯	108-38-3	0.2	塑料味
8	吡啶	110-86-1	0.4	哈喇味
9	2-庚酮	110-43-0	68.0	肥皂味
10	双戊烯	138-86-3	1.8	柠檬味，橙子味

11	2-正戊基呋喃	3777-69-3	14.7	绿豆味, 黄油味
12	苯乙烯	100-42-5	5.5	香脂味, 汽油味
13	2-甲基吡嗪	109-08-0	15.2	爆米花味
14	2,5-二甲基吡嗪	123-32-0	21.1	可可味, 烤坚果味, 烤牛肉味,
15	2,3-二甲基吡嗪	5910-89-4	0.6	坚果味, 花生酱味, 可可味
16	正己醇	111-27-3	30.4	树脂味, 绿植味
17	2-乙基-5-甲基吡嗪	13360-64-0	4.1	水果味, 甜味
18	(E)-3-辛烯-2-酮	1669-44-9	5.7	坚果味,
19	2-乙基-3,6-甲基吡嗪	13360-65-1	0.4	土豆味, 可可味, 烤坚果味
20	2-乙基-3,5-甲基吡嗪	13925-07-0	7.8	土豆味, 焙烤味
21	2,3-二甲基-5-乙基吡嗪	15707-34-3	0.5	焦味, 爆米花味
22	醋酸	64-19-7	330.6	酸味
23	1-辛烯-3-醇	3391-86-4	18.5	蘑菇味
24	苯甲醛	100-52-7	51.8	杏仁味, 焦糖味
25	2-戊基吡啶	2294-76-0	0.2	脂肪味
26	2-乙酰基吡啶	1122-62-9	0.6	爆米花味
27	2-乙酰基吡嗪	22047-25-2	1.3	烧烤味
28	苯乙酮	98-86-2	0.4	霉味, 杏仁味
29	糠醇	98-00-0	4.3	焦味
30	γ -己内酯	695-06-7	5.8	香豆素味, 甜味
31	(E,E)-2,4-壬二烯醛	5910-87-2	2.1	石蜡味, 绿植味
32	萘	91-20-3	0.3	柏油味
33	己酸	142-62-1	202.3	汗味
34	愈创木酚	90-05-1	0.5	烟味, 甜味, 药味
35	苯甲醇	100-51-6	2.6	甜味, 花香
36	苯乙醇	60-12-8	0.5	蜂蜜味, 玫瑰味, 丁香味
37	抗氧化剂 264	128-37-0	4.4	霉味
38	甲基麦芽酚	118-71-8	1499.5	焦糖味
39	2-乙酰基吡咯	1072-83-9	3.9	坚果味, 核桃味, 面包味
40	苯酚	108-95-2	0.7	酚味
41	丙位壬内酯	104-61-0	2.2	椰子味, 桃子味
42	壬酸	112-05-0	5.1	绿植味, 脂肪味
43	麝香草酚	89-83-8	0.1	百里香味, 香料味
44	4-乙烯基-2-甲氧基苯酚	7786-61-0	4.1	丁香味, 咖喱味
45	邻氨基苯甲酸甲酯	134-20-3	0.0	蜂蜜味, 花香味
46	β -桉叶醇	473-15-4	0.2	木头味, 绿植味
47	苯甲酸	65-85-0	21.4	尿味

48	吡啶	120-72-9	0.4	樟脑丸味, 焦味
49	5-羟甲基糠醛	67-47-0	0.5	纸板味
50	香兰素	121-33-5	1.5	香草味

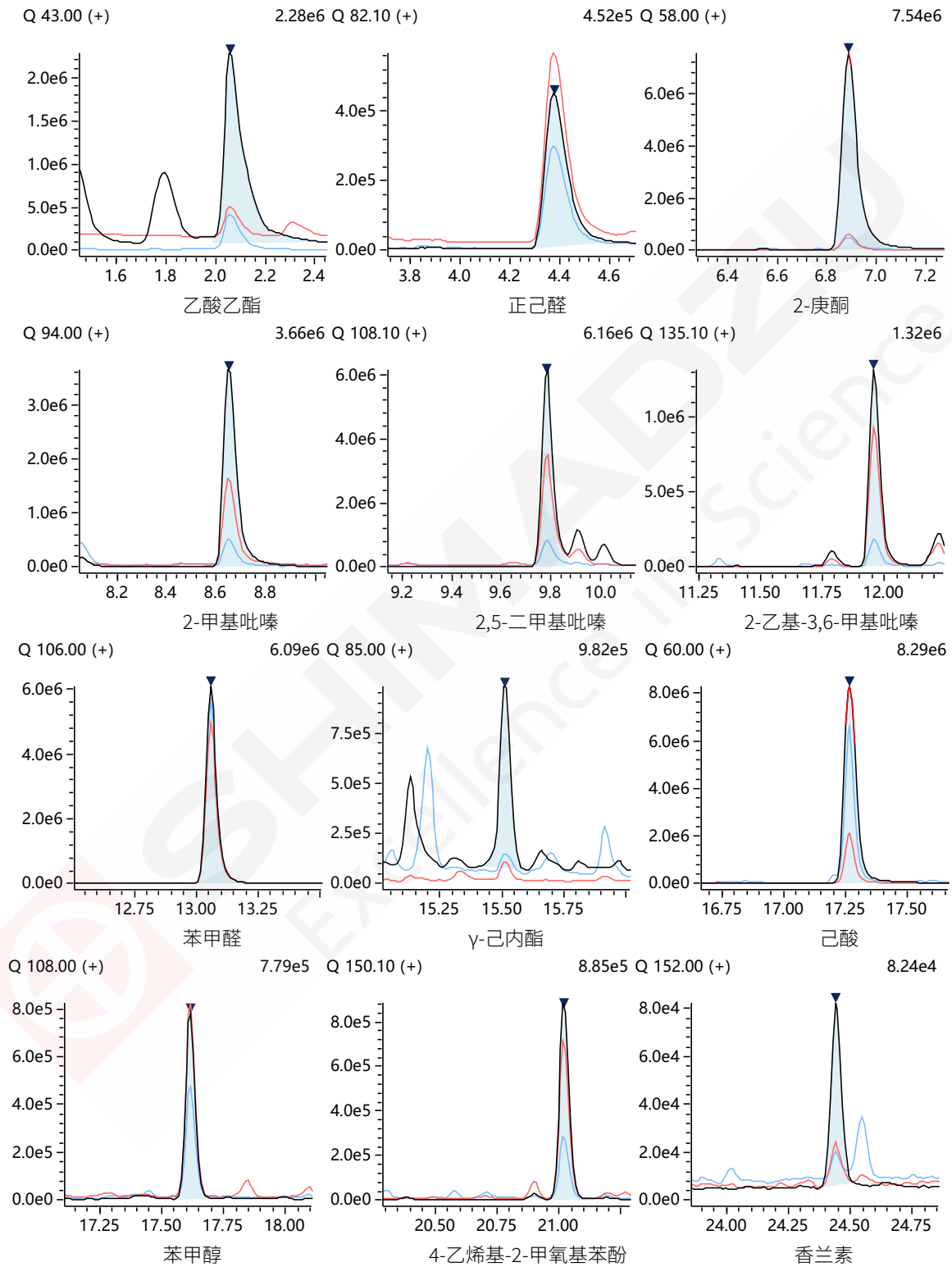


图 2 部分化合物质量色谱图

3. 结论

本文采用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪和 SPME 进样，结合岛津 Smart Aroma Database 香味数据库对人造肉中的气味成分进行测定。通过采集正构烷烃和校正内标数据，在没有目标组分标准品情况下，利用香味数据库自动创建 498 种气味成分的检测方法，对人造肉中的气味成分进行定性及半定量分析。测试人造肉样品中共检测出 50 种气味成分。结果表明，该方法操作简便，分析速度快，可用于人造肉中气味成分的快速筛查。



气味分析系统分析火锅底料中气味物质

摘要：本文利用岛津 GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 多功能自动进样装置结合 Smart Database 气味物质数据库建立了火锅底料中 150 种气味物质分析方法，采用校准用内标样品生成的曲线进行半定量分析，将估算出的浓度与气味阈值进行比较，筛查 3 种不同火锅底料的气味物质成分。该方法操作简单便捷，分析速度快，适合火锅底料中气味物质的筛查。

关键词：气味物质 GC-MS/MS 火锅底料

近年来，气味相关事件和事故不断发生，如在糕点软包装塑料袋中存有气味，新购的家用电器气味不散，环境的大气气味弥漫等。气味分析是一个在各行各业都可能涉及的问题，近年来随着人们对环境和身体健康的重视，有关气味的投诉日益增多，市场也对更加快速有效的气味分析解决方案有了迫切的需求。

有报道称，越来越多的市民反映去吃完火锅后衣服上、头发上满是火锅味儿，且几天都散不去，实在让人难受。而有知情大厨也曾爆料味道源自于各种火锅添加剂、增香剂和飘香剂等。究竟火锅底料中何种物质散发出味道，本文利用岛津 GCMS-TQ8040 和 AOC-6000 自动进样器，结合气味分析系统，筛查 3 种火锅底料样品的气味成分。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8040 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数：

SPME 纤维：10 mm FIB-P-30/10 PDMS

老化温度：270°C

老化时间（萃取前）：0 min

平衡温度：80°C

平衡时间：5 min

萃取时间：10 min

进样口温度：250°C

解吸时间：2 min

老化时间（萃取后）：5 min

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertCap Pure-Wax, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

载气压力：83.5 KPa

进样方式：不分流进样

离子源温度：200°C

柱温程序：50°C(5 min)_10°C/min_250°C(10 min)

接口温度：250°C

检测器电压：调谐电压+0.3kv

采集方式：Scan/MRM

1.3 样品前处理

称取火锅底料样品各1.0 g, 置于顶空瓶中密封, 采用AOC-6000固相微萃取 (SPME) 进样, GCMS-TQ8040检测。

2. 结果

2.1 火锅底料测试结果

称取火锅底料样品置于顶空瓶中GC-MS/MS分析, 所得谱图如下图1~图3所示, 部分化合物MRM见图4, 检测到的组分结果见表1~表3 (表中列出筛查浓度大于气味阈值的化合物)。

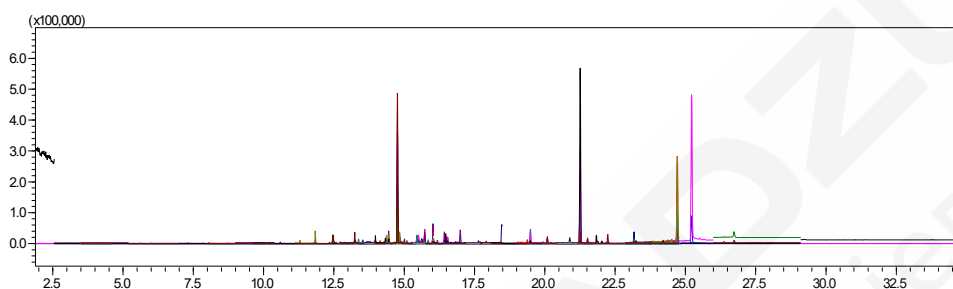


图 1 1#样品谱图

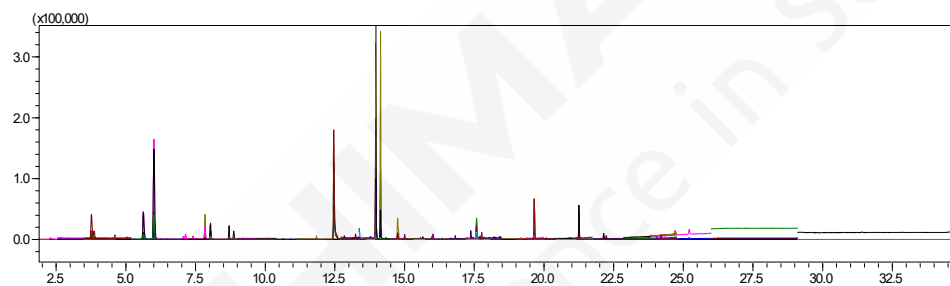


图 2 2#样品谱图

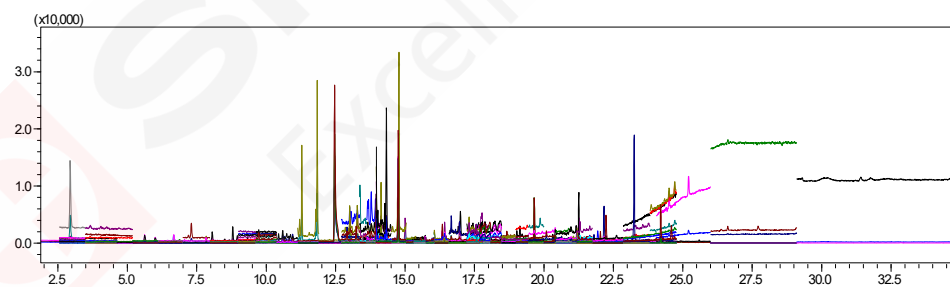
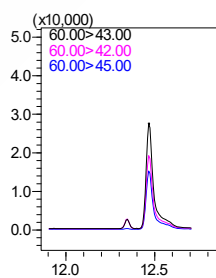
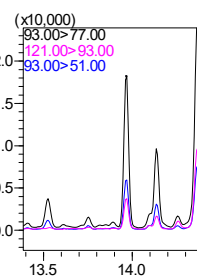


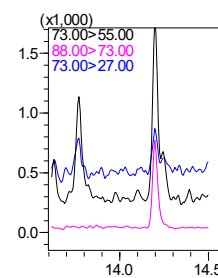
图 3 3#样品谱图



乙酸



芳樟醇



异戊酸

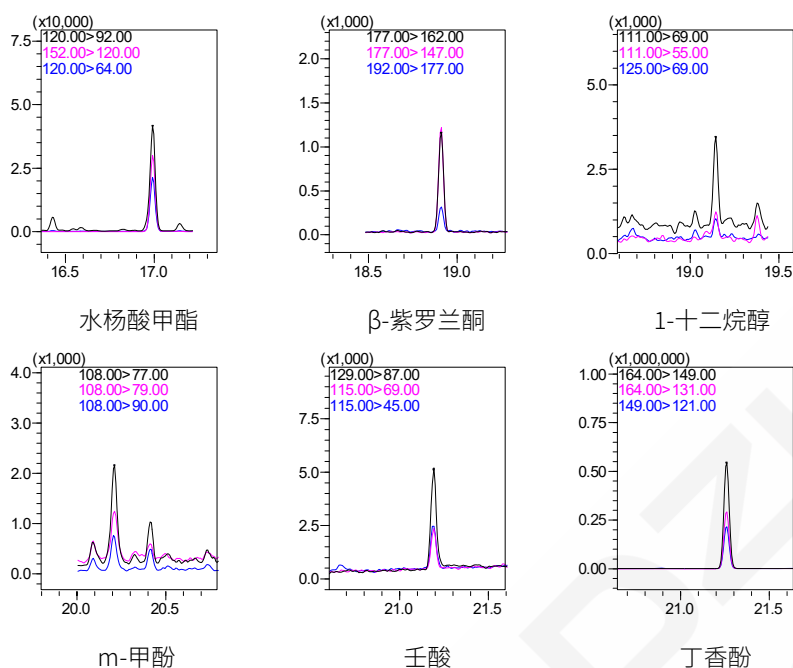


图 4 部分筛查气味物质 MRM 图

表 1 1#样品气味数据筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	气味阈值	气味特征
1	乙酸	64-19-7	2921.1	1000	酸味
2	癸醛	112-31-2	30.2	1	皂味, 脂蜡香, 橙皮香
3	芳樟醇	78-70-6	66.1	10	花香, 薰衣草香
4	2-甲基异茨醇	2371-42-8	7.2	0.1	土味, 发霉味
5	马鞭草烯醇	473-67-6	200.1	10	薄荷味, 茴香味, 油味
6	异戊酸	503-74-2	102.3	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
7	十二烷醛	112-54-9	112.2	10	脂肪香气
8	水杨酸甲酯	119-36-8	52.3	1	薄荷味
9	十一醇	112-42-5	15.2	10	柑橘的果香
10	β-紫罗兰酮	14901-07-6	3.1	0.1	紫罗兰, 覆盆子, 海藻香气
11	1-十二烷醇	112-53-8	19.4	1	蜡脂香气
12	4-乙基愈创木酚	2785-89-9	2.2	0.1	呈香辛料和丁香油香气
13	间甲酚	108-39-4	11.5	0.1	塑料, 粪便气味
14	壬酸	112-05-0	157.3	100	青香味, 油脂香味
15	双(2-甲基-3-咪喃基)二硫	28588-75-2	1.1	0.1	烤肉香味
16	丁香酚	97-53-0	2156.2	1	干甜的花香和辛香
17	癸酸	334-48-5	297.1	100	油脂味, 陈腐味
18	香豆素	91-64-5	4.1	1	甜味, 青香味
19	月桂酸	143-07-7	572.1	100	金属气味

表 2 2#样品气味数据筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	气味阈值	气味特征
1	α-蒎烯	80-56-8	76.1	10	溶剂味

2	己醛	66-25-1	15.2	1	呈生的油脂和青草气及苹果香味
3	β -蒎烯	127-91-3	154.2	100	有松脂、树脂、松节油香气
4	乙酸	64-19-7	6811.1	1000	酸味
5	癸醛	112-31-2	15.3	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
6	芳樟醇	78-70-6	1107.4	10	花香,薰衣草香
7	反式-2-癸烯醛	3913-81-3	21.1	1	橙子香味
8	异戊酸	503-74-2	103.2	100	腐臭味, 汗水味, 酸味
9	龙脑	507-70-0	2.1	1	土味, 发霉味
10	香叶醇	106-24-1	13.1	1	天竺葵香气, 玫瑰香气
11	愈疮木酚	90-05-1	2.1	1	甜味, 药味, 烟味
12	庚酸	111-14-8	392.4	10	青香, 橙香, 皂香, 汽油味
13	壬酸	112-05-0	121.5	100	青香味, 油脂香味
14	丁香酚	97-53-0	218.6	1	干甜的花香和辛香
15	癸酸	334-48-5	85.2	10	油脂味, 陈腐味
16	香豆素	91-64-5	4.2	1	甜味, 青香味
17	月桂酸	143-07-7	405.5	100	金属气味
18	香兰素	121-33-5	10.4	1	香草味

表 3 3#样品气味数据筛查结果 (浓度单位: ng/g)

No.	化合物	CAS 号	筛查浓度	气味阈值	气味特征
1	乙酸	64-19-7	2992.1	1000	酸味
2	癸醛	112-31-2	27.1	1	皂味、脂蜡香、橙皮香
3	芳樟醇	78-70-6	40.3	10	花香,薰衣草香
4	2-甲基异茨醇	2371-42-8	8.2	0.1	土味, 发霉味
5	龙脑	507-70-0	4.1	1	土味, 发霉味
6	十二烷醛	112-54-9	114.2	10	脂肪香气
7	1-十二烷醇	112-53-8	12.1	1	蜡脂香气
8	间甲酚	108-39-4	1.1	0.1	塑料, 粪便气味
9	壬酸	112-05-0	117.2	100	青香味, 油脂香味
10	丁香酚	97-53-0	33.2	1	干甜的花香和辛香
11	癸酸	334-48-5	67.1	10	油脂味, 陈腐味
12	月桂酸	143-07-7	363.4	100	金属气味

3. 结论

本文采用 GCMS-TQ8040 和岛津气味物质数据库对火锅底料中气味物质进行测定。气味分析系统操作简单, 分析速度快, 结合包含多种采集方式、多种色谱柱相关方法信息和内置标准曲线的数据库, 在没有气味标准品的情况下也可以得到目标组分的半定量浓度, 可在单四极杆气质联用仪或三重四极杆气质联用仪上分析各种样品所含的气味物质。

气味分析系统分析食品添加剂中的气味成分

摘要: 本文采用岛津三重四极杆气相色谱质谱联用仪 GCMS-TQ8050 NX, 结合 AOC-6000 plus 多功能自动进样器 SPME 进样模式和岛津 Smart Aroma Database 香味数据库建立了典型食品添加剂 5'-呈味核苷酸二钠中 487 种气味成分的分析方法。在 MRM 采集模式下, 添加剂样品中共检测出 51 种气味成分, 该方法操作简单, 分析速度快, 适用于食品添加剂中气味成分的筛查分析。

关键词: 气相色谱-三重四极杆气质联用仪 香味数据库 5'-呈味核苷酸二钠 气味成分

食品添加剂是指为改善食品口感及品质、防腐或工艺需求而加入食品中的人工合成化学物质或天然物质。食品添加剂为保证食品安全、提高食品功能性起到了积极作用。5'-呈味核苷酸二钠是典型的食品添加剂, 属增味剂, 广泛用于酱油、味精、鸡精等增鲜调味品中。5'-呈味核苷酸二钠由酵母核酸分解、分离或发酵制得, 与谷氨酸钠合用具有显著的协同作用, 鲜度大增。在 5'-呈味核苷酸二钠成品中, 生产厂家会在其中额外添加香味物质用于提高产品的香气, 使产品更具竞争力。因此对于下游食品加工企业, 准确分析原料添加剂中的香味物质成分进而优化自身产品香气显得尤为重要。

GCMS 具有定性能力强, 自动化程度高的特点, 适用于低沸点挥发性化合物分析, 尤其适合于气味物质的分析。目前, 针对气味物质定性分析缺乏专用数据库, 研究人员需要耗费大量精力处理数据并易造成结果误判。因此, 使用预先收录有气味物质化合物信息的专用数据库进行筛查, 可极大减少数据分析的工作量并提高准确度。

本文利用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 plus 多功能自动进样器, 结合 Smart Aroma Database 香味数据库分析中 5'-呈味核苷酸二钠成品中的气味成分, 无需复杂设置就能快速创建 487 种香味物质的 MRM 模式分析方法, 可对产品中的香气成分进行快速的筛查。

1. 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪

AOC-6000 plus 多功能自动进样器

1.2 分析条件

SPME 参数:

SPME 纤维: SUPELCO.™

50/30μm DVB/CAR/PDMS

老化温度：250°C

平衡时间：10 min

老化时间（萃取前）：5 min

萃取时间：25 min

老化时间（萃取后）：5 min

解吸时间：3 min

平衡温度：80°C

GC-MS/MS 参数：

色谱柱：InertCap-Pure Wax,

进样方式：分流进样

30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

分流比：5:1

进样口温度：250 °C

离子源温度：200°C

柱温程序：

接口温度：250°C

50°C (5 min) _10°C/min_250°C (15 min)

检测器电压：调谐电压+0.4 kV

载气控制：恒压模式 (83.5 kPa)

采集方式：MRM

1.3 样品前处理

将顶空瓶置于 150°C 烘箱中烘烤 60 min，称取样品约 1.0 g 装入 20mL 顶空瓶中，密封后按 1.3 条件上机分析。

2. 结果与讨论

2.1 5'-呈味核苷酸二钠样品测试结果

测定的 5'-呈味核苷酸二钠样品 TIC 图见图 1，利用香味数据库共筛查出 51 种化合物，如表 1 所示。图 2 是检出的部分化合物的质量色谱图。

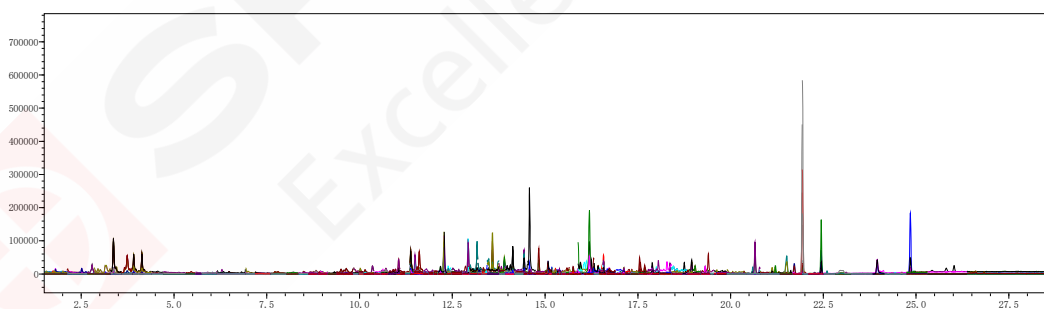
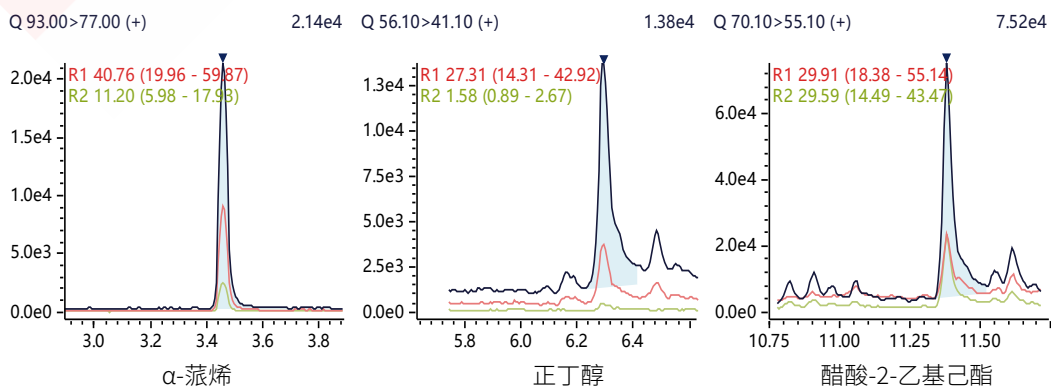


图 1 5'-呈味核苷酸二钠样品 TIC 图

表 1 5'-呈味核苷酸二钠样品香气成分筛查结果

No.	化合物	化合物 (英文名)	保留时间	峰面积	CAS 号	气味特征
1	正丁醛	Butanal	2.071	7770	123-72-8	刺鼻气味
2	2,3-丁二酮	Diacetyl	2.853	88313	431-03-8	黄油香味
3	α-蒎烯	alpha-Pinene	3.458	44845	80-56-8	溶剂味
4	正己醛	Hexanal	4.586	7880	66-25-1	青草气及苹果香味
5	β-蒎烯	beta-Pinene	5.124	6212	127-91-3	松香味、松脂味
6	间二甲苯	m-Xylene	6.029	8310	108-38-3	塑料味
7	十六醛	Hexadecanal	6.293	44635	629-80-1	纸板味
8	正丁醇	1-Butanol	6.293	42971	71-36-3	水果味
9	2-正戊基呋喃	2-Pentylfuran	8.313	7169	3777-69-3	青豆味、黄油味

10	2-甲基吡嗪	2-Methylpyrazine	8.913	29148	109-08-0	爆米花的香味
11	正辛醛	Octanal	9.463	11110	124-13-0	带果香茉莉气息
12	2,5-二甲基吡嗪	2,5-Dimethylpyrazine	10.023	60899	123-32-0	可可味、烤坚果味
13	2,6-二甲基吡嗪	2,6-Dimethylpyrazine	10.153	48500	108-50-9	可可味、烤坚果味
14	6-甲基-5-庚烯-2-酮	6-Methyl-5-hepten-2-one	10.379	4052	110-93-0	胡椒味、蘑菇味
15	2,4,5-三甲基噻唑	2,4,5-Trimethylthiazole	11.063	3339	13623-11-5	土壤味
16	2-乙基-5-甲基吡嗪	2-Ethyl-5-methylpyrazine	11.196	8604	13360-64-0	水果味、甜味
17	壬醛	Nonanal	11.380	207756	124-19-6	脂肪味、柑橘味
18	醋酸-2-乙基己酯	2-Ethylhexyl acetate	11.380	197433	103-09-3	水果味
19	(E,E)-2,4-己二烯醛	2,4-Hexadienal	11.380	59944	142-83-6	青涩味
20	2,3,5-三甲基吡嗪	2,3,5-Trimethylpyrazine	11.496	159689	14667-55-1	烤土豆味
21	(Z)-氧化芳樟醇	(Z)-Linalool oxide	12.185	3873	5989-33-3	花香味
22	醋酸	Acetic acid	12.280	277080	64-19-7	酸味
23	2,3-二甲基-5-乙基吡嗪	5-Ethyl-2,3-dimethylpyrazine	12.455	6365	15707-34-3	爆米花的香味
24	2-乙基己醇	2-Ethylhexanol	12.927	195972	104-76-7	青香, 玫瑰花香
25	癸醛	n-Decanal	13.056	3946	112-31-2	皂味、脂蜡香
26	丙酸	Propanoic acid	13.582	200845	1979/9/4	腐臭味, 辛辣味
27	丁酸	Butyric acid	14.830	162802	107-92-6	腐臭味, 奶酪味
28	L-薄荷醇	L-Menthol	15.029	12884	2216-51-5	薄荷味
29	丁酸-1-乙基-1,5-二甲基-4-己烯基酯	Linalyl butyrate	15.757	40027	78-36-4	甜味、梨味
30	α -松油醇	alpha-Terpineol	15.757	23314	98-55-5	薄荷味、茴香味
31	十二醛	n-Dodecanal	15.959	16418	112-54-9	脂肪香气
32	正戊酸	Valeric acid	16.247	87168	109-52-4	汗味
33	萘	Naphthalene	16.307	13139	91-20-3	焦油味
34	γ -庚内酯	gamma-Heptalactone	17.120	35002	105-21-5	坚果味、油脂味
35	己酸	Capronic acid	17.547	100648	142-62-1	汗味
36	香叶醇	Geraniol	17.569	68335	106-24-1	天竺葵、玫瑰香气
37	苯甲醇	Benzyl alcohol	17.890	69059	100-51-6	甜味, 芳香味
38	抗氧化剂 264	Butylated hydroxytoluene	18.365	58693	128-37-0	苯酚气味
39	十四醛三聚物	Tetradecanal	18.494	20531	124-25-4	鲜花味, 蜡味
40	十二醇	1-Dodecanol	18.951	69881	112-53-8	蜡脂香气
41	苯酚	Phenol	19.316	48870	108-95-2	特殊的臭味和燃烧味
42	对甲氧基苯甲醛	4-Methoxybenzaldehyde	19.577	3187	123-11-5	薄荷味, 甜味
43	丙位壬内酯	gamma-Nonalactone	19.630	25304	104-61-0	椰子味、桃子味
44	铃兰醛	Lilial	19.835	1194	80-54-6	花香味
45	辛酸	Caprylic acid	19.936	3438	124-07-2	奶酪味, 汗味
46	γ -癸内酯	gamma-Decalactone	20.851	6843	706-14-9	桃子味、油脂味
47	壬酸	Nonanoic acid	21.041	10683	112-05-0	青香味, 油脂香味
48	棕榈酸异丙酯	Isopropyl palmitate	21.621	18969	142-91-6	油脂味
49	十八烷醛	Octadecanal	21.858	4619	638-66-4	石油味
50	1-十六烷醇	1-Hexadecanol	22.871	1950	36653-82-4	蜡味, 花香味
51	硬脂醇	Stearyl alcohol	24.972	14920	112-92-5	石油味



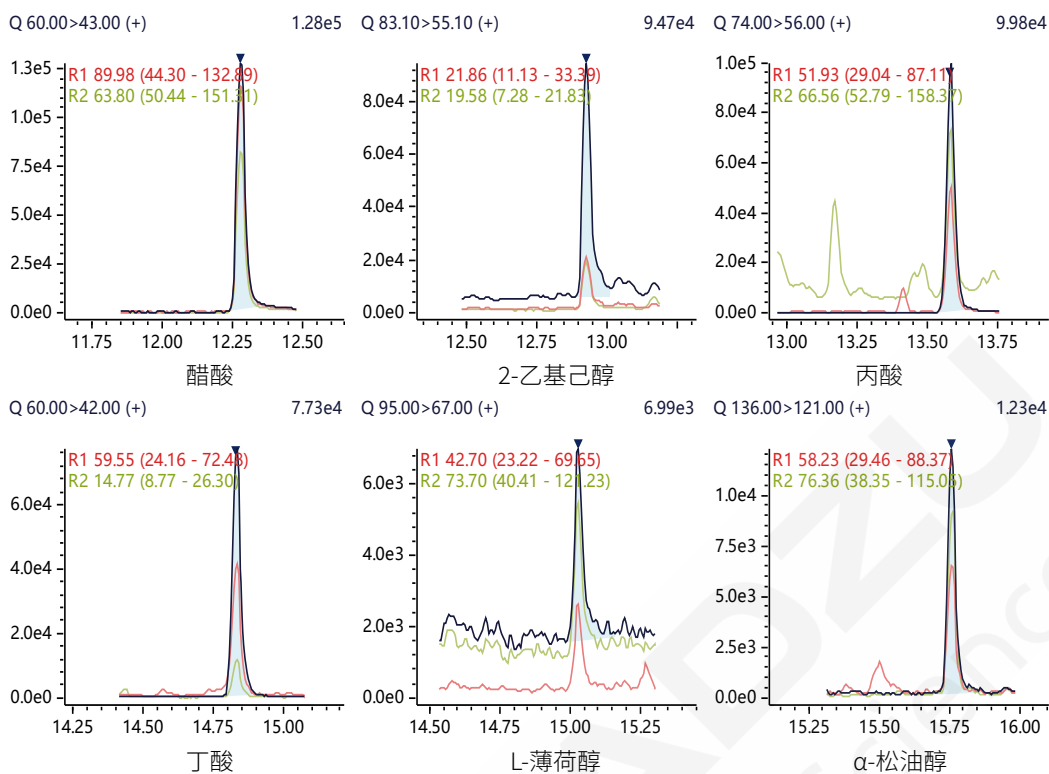


图 2 部分化合物质量色谱图

3. 结论

本文采用岛津 GCMS-TQ8050 NX 三重四极杆气质联用仪和 AOC-6000 plus 多功能自动进样器，结合岛津 Smart Aroma Database 香味数据库对食品添加剂 5'-呈味核苷酸二钠中的气味成分进行测定。通过采集正构烷烃数据，在没有目标组分标准品情况下，利用香味数据库自动创建 487 种气味成分的检测方法，对 5'-呈味核苷酸二钠中的气味成分进行定性筛查，共检测出 51 种气味成分。结果表明，该方法操作简便，分析速度快，可用于食品添加剂中气味成分的快速筛查。

附录 1 食品气味分析检测项目和岛津仪器应对一览表

检测领域	检测项目	岛津应对仪器	页码
食品气味	牛奶气味成分	GCMS-TQ8050 + AOC-6000	P6~P12
	食用油气味成分	GCMS-TQ8040 + AOC-6000	P13~P18
	牛油风味物质	GCMS-TQ8040 + AOC-6000	P19~P22
	啤酒（研发）气味成分	GCMS-QP2020 NX + AOC-6000	P24~P25
	啤酒（质控）气味成分	GCMS-QP2020 NX + HS-20 NX	P26~P27
	红酒挥发组分	GCMS-TQ8040 + AOC-6000	P28~P32
	葡萄酒气味成分	GCMS-TQ8050 NX + AOC-6000	P33~P37
	果酒气味物质	GCMS-TQ8050 NX + AOC-6000	P38~P42
	野生菌气味成分	GCMS-TQ8050 NX + AOC-6000	P44~P48
	玛咖挥发组分	GCMS-TQ8040 + AOC-6000	P49~P53
	茶叶香气成分	GCMS-TQ8050 NX + AOC-6000	P54~P67
	茶叶气味成分	GCMS-TQ8050 NX + AOC-6000	P68~P73
	香肠风味物质	GCMS-TQ8050 + AOC-6000	P75~P80
	鱼肉气味成分	GCMS-TQ8040 + AOC-6000	P81~P86
	人造肉气味成分	GCMS-TQ8050 NX + AOC-6000	P87~P91
	火锅底料气味物质	GCMS-TQ8040 + AOC-6000	P92~P95
	食品添加剂气味成分	GCMS-TQ8050 NX + AOC-6000 plus	P96~P99

附录 2 数据库中追加登录化合物 操作步骤

注释

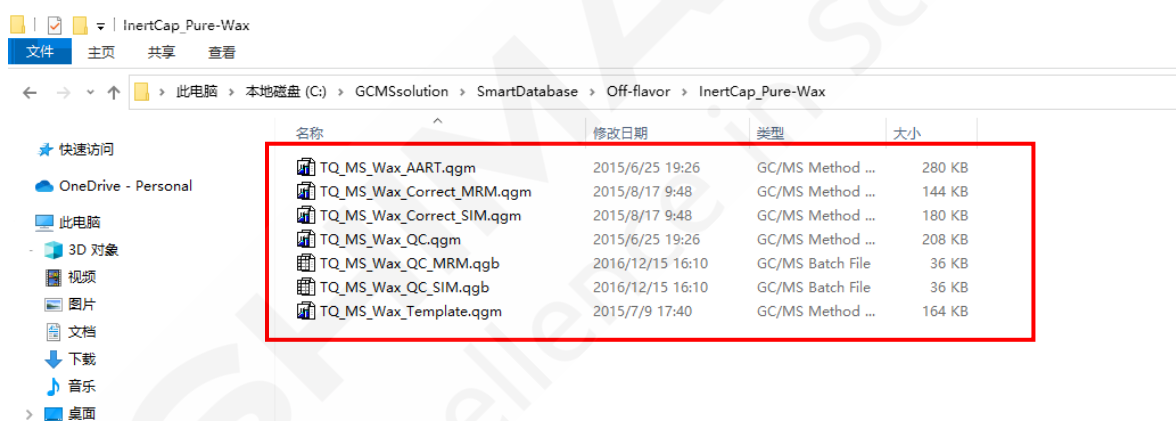
数据库中追加登录化合物校准曲线信息时，请通过液体注入方式分析标准样品的浓度系列，然后将该结果制作成校准曲线。

注释

数据库中追加登录化合物时，可能导致数据库中的初始信息损坏，建议在追加化合物登录前，原始数据库另存文件。

1. 以 Off-flavor 数据库为例。创建用于保存测定用方法文件和数据文件的文件夹，并复制 Off-flavor 文件夹中的对应色谱柱信息的文件夹中所有文件，并粘贴在所创建的新文件夹中。

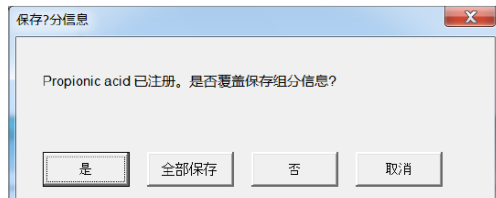
此电脑 > 本地磁盘 (C:) > GCMSsolution > SmartDatabase > Off-flavor



2. 进行系统配置及调谐，详细过程请参考 GCMS Off-flavor Analyzer 使用说明书中“2.3 预处理装置的设置”。
3. 追加登录化合物的混合标准溶液测定和正构烷烃混合标准溶液测定分别使用模板方法文件 (TQ_MS_Wax_Template.qgm) 和正构烷烃采集方法文件 (TQ_MS_Wax_AART.qgm)。追加登录化合物的 MRM 条件优化过程请参照<MRM 分析方法建立操作指南>。
4. 将追加登录化合物的 MRM 条件登录至数据库中，登录过程请参照<MRM 分析方法建立操作指南>。将已登录的数据库另存后关闭。


注释

数据库中追加登录化合物时，若该化合物之前已存在于数据库中，则会可显示下述信息。如重复登录可能会导致初始状态数据库受损而无法使用，因此请点击[否]按钮，取消登录信息中所显示的化合物信息，直接跳过。



5. 启动[GCMS 再解析]程序，打开步骤 3 采集的正构烷烃数据文件。



6. 点击  按钮，打开步骤 4 保存的数据库。

7. 针对包括追加登录化合物，内部标准物质等化合物，[类型]列设置为[Target]。

系列号	类型	测定模式	ISTD Group	Level1浓度 (IS)	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1 (InertCap Pure-We)
1	Target	MRM			1	丙酸	1518
2	Target	MRM			1	戊醛	966
3	Target	MRM			1	3-羟基-2-丁酮	1268
4	Target	MRM			1	甲基丙烯酸甲酯	998
5	Target	MRM			1	二甲基二硫	1056
6	Target	MRM			1	异丁酸	1551
7	Target	MRM			1	乙酸仲丁酯	979
8	Target	MRM			1	1-戊醇	1243
9	Target	MRM			1	甲苯	1025
10	Target	MRM			1	5-己烯-2-酮	1121

8. 根据具体情况，将[测定模式]设置为“MRM”或“SIM”。

系列号	类型	测定模式	ISTD Group	Level1浓度 (IS)	方法号	组分名称 (C)	保留指数 1 (InertCap Pure-We)
1	Target	MRM			1	丙酸	1518
2	Target	MRM			1	戊醛	966
3	Target	MRM			1	3-羟基-2-丁酮	1268
4	Target	MRM			1	甲基丙烯酸甲酯	998
5	Target	MRM			1	二甲基二硫	1056
6	Target	MRM			1	异丁酸	1551
7	Target	MRM			1	乙酸仲丁酯	979
8	Target	MRM			1	1-戊醇	1243
9	Target	MRM			1	甲苯	1025
10	Target	MRM			1	5-己烯-2-酮	1121

9. 点击数据库中[详细]按钮，取消[使用半定量标准曲线]的勾选，并点击[OK]按钮关闭窗口。



10. 在数据库中，[AART 用保留指数]选择“保留指数 1”，[n-alkane 数据文件]选择上述步骤 3 中采集的正构烷烃数据文件，[模板方法文件]选择采集步骤 3 中采集正构烷烃使用的方法文件，点击[创建方法文件]按钮。



11. 将[扫描模式]设定为[ON]，点击[OK]按钮。



12. 显示[进度条]窗口 100%完成后，弹出窗口的[文件名 (N)]中输入方法文件名称，并点击[保存]按钮，将新创建的方法文件保存。



13. 同时，将数据库文件保存，并关闭数据库文件。

14. 启动[GCMS 实时分析]程序，并点击[GCMS 实时分析]辅助条中



图标。

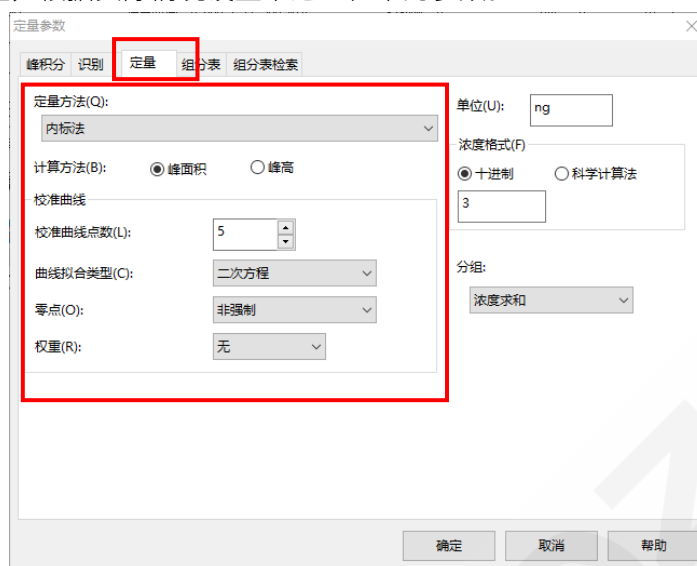
15. 打开步骤 12 中创建的方法文件，点击[方法]按钮下拉菜单中[定量参数]。



16. 点击[组分表], 选中数据库中原有化合物 (内标物质除外), 点击右键, 点击弹出窗口中[清除]按钮, 删除掉非追加登录化合物。



17. 打开[定量]按钮，根据实际情况设置下述红框中的参数。



18. 点击右键，打开“表样式”，将左侧“隐藏项目”中的[浓度]、[ISTD 组]、[类型]添加至右侧“显示项目”中。



19. 再次点击[组分表]，设置计划追加登录化合物的浓度列的浓度值。

ID#	名称	保留时间	浓度1	浓度2	浓度3	浓度4	浓度5	时间带
1	4-溴氟苯	10.786	1	1	1	1	1	缺
2	1,2-二氯苯	12.983	1	1	1	1	1	缺
3	橙花醇	17.196	1	10	100	1000	10000	缺
4	突厥烯酮	17.535	1	10	100	1000	10000	缺
5	危-d10	21.003	1	1	1	1	1	缺

20. 在追加登录化合物和内标物质中设置“ISTD”组，内标物质为对溴氟苯时，“ISTD”组设置为 1，内标物质为 1,2-二氯苯-d4 时，“ISTD”组设置为 2，内标物质为萘-d10 时，“ISTD”组设置为 3。此时，将追加登录化合物的 ISTD 组与保留时间接近的内标物质的 ISTD 组对应。

定量参数

ID#	名称	保留时间	浓度1	浓度2	浓度3	浓度4	浓度5	ISTD组
1	4-溴氟苯	10.786	1	1	1	1	1	1
2	1,2-二氯苯	12.983	1	1	1	1	1	2
3	橙花醇	17.196	1	10	100	1000	10000	3
4	突厥烯酮	17.535	1	10	100	1000	10000	3
5	萘-d10	21.003	1	1	1	1	1	3

21. 将内标物质的[类型]列设置为“ISTD”，并点击[确定]按钮。

定量参数


ID#	名称	保留时间	保留指数	类型	m/z
1	4-溴氟苯	10.786	1340	ISTD	174.00>95.00
2	1,2-二氯苯-d4	12.983	1473	ISTD	150.00>115.00
3	橙花醇	17.196	1785	目标	139.00>43.00
4	突厥烯酮	17.535	1813	目标	190.00>121.10
5	萘-d10	21.003	2124	ISTD	164.00>162.00

22. 点击菜单栏中[保存]按钮，保存方法文件。



23. 制备追加登录化合物的系列浓度标准样品，并请按着下述浓度内标物质添加至追加登录化合物各系列浓度标准样品中。

对溴氟苯	4-Bromofluorobenzene	0.1 µg/mL
1,2-二氯苯-d4	1,2-Dichlorobenzene-d4	0.1 µg/mL
萘-d10	Acenaphthene-d10	0.1 µg/mL

24. 将步骤 22 制备的样品放置在自动进样器上，并点击[GCMS 实时分析]辅助条中  批处理 图 标，即显示批处理表界面。

25. 创建批处理表。在[方法文件]列中，设定步骤 22 保存的方法文件，在[进样体积]列设定为 1 µL。

	样品瓶号	样品名称	样品 ID	样品类型	分析类型	方法文件	数据文件	级别号	进样体积
1	1	Standard S	1ppb	1.标准 (I)	IT QT	MRM_Off-flavor.qgm	std-1ppb-01.qgd	1	1
2	2	Standard S	10ppb	1.标准	IT QT	MRM_Off-flavor.qgm	std-10ppb-01.qgd	2	1
3	3	Standard S	100ppb	1.标准	IT QT	MRM_Off-flavor.qgm	std-100ppb-01.qgd	3	1
4	4	Standard S	1ppm	1.标准	IT QT	MRM_Off-flavor.qgm	std-1000ppb-01.qgd	4	1
5	5	Standard S	10ppm	1.标准	IT QT	MRM_Off-flavor.qgm	td-10000ppb-01.qgd	5	1

26. 批处理文件运行完成后，确认并修改校准曲线，并保存方法文件。

27. 打开步骤 13 保存的数据库文件，点击[输入]按钮。



28. 选择步骤 26 保存的追加登录化合物的标准曲线方法文件。

29. 显示组分信息的覆盖保存信息时，若是内标物质，则点击[否]；若是追加登录的化合物，则点击[是]。



30. 此时，追加登录化合物的标准曲线信息被导入数据库中，可通过查看数据库中“标准曲线信息 (MRM)”或“标准曲线信息 (SIM)”区域是否有信息，进行确认追加登录化合物成功与否。

输入						标准曲线信息 (MRM)			
系列号	类型	测定模式	ISTD Group	Level1浓度 (IS)	方法号	组分中文名称 (C)	二次方程 常数	二次方程 1st	二次方程 2nd
151	Target	MRM			1	4-溴萘			
152	Target	MRM			1	1,2-二萘萘-d4			
153	Target	MRM			1	萘-d10			
190	Target	MRM			1	橙花醇	-0.001488477	0.004929188	8.50396E-07
192	Target	MRM			1	突厥烯醇	-0.003692701	0.048656842	-9.03891E-07

31. 按着步骤 20 中设置的 ISTD 组，设置追加登录化合物的[校准用内部标准组]列。

系列号	类型	测定模式	ISTD Group	Level1浓度 (IS)	方法号	组分中文名称 (C)	校准用内部标准组
151	Target	MRM			1	4-溴氟苯	1
152	Target	MRM			1	1,2-二氟苯-d4	2
153	Target	MRM			1	萘-d10	3
190	Target	MRM			1	橙花醇	3
192	Target	MRM			1	突厥烯醇	3

32. 点击[详细]按钮，勾选[使用半定量标准曲线]，并点击[OK]按钮，关闭窗口。

Advanced Settings

标准曲线

使用半定量标准曲线

标准曲线校准

校准用标准样品数据:

OK 取消

33. 将内标物质的[类型]列设置为空白。

系列号	类型	测定模式	ISTD Group	Level1浓度 (IS)	方法号	组分中文名称 (C)
151		MRM			1	4-溴氟苯
152		MRM			1	1,2-二氟苯-d4
153		MRM			1	萘-d10

34. 保存数据库文件，并关闭。

此时，数据库中追加登录化合物操作完成。



本公司三条工厂获得 ISO 认证

JQA-0376

⊕ 岛津企业管理 (中国) 有限公司/岛津 (香港) 有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

北京

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14层
邮政编码: 100020
电话: (010)8525-2310/2312 传真: (010)8525-2531

沈阳

沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层
邮政编码: 110016
电话: 024-23255577 传真: (024)2325-5577

西安

西安市锦业一路56号研祥城市广场A座501
邮政编码: 710065
电话: 029-62737878 传真: (029) 6273-7879

乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14H座
邮政编码: 830002
电话: (0991)230-6271/6272 传真: (0991)230-6273

郑州

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室
邮政编码: 450007
电话: (0371)8663-2981/2983 传真: (0371)8663-2982

上海

上海市徐汇区宜州路180号华鑫慧享城B2栋
邮政编码: 200233
电话: (021)3419-3888 传真: (021)3419-3666

成都

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼
B座12层
邮政编码: 610063
电话: (028)8619-8421/8422 传真: (028)8619-8420

南京

南京市鼓楼区汉中中路2号亚太商务楼27层B座
邮政编码: 210005
电话: (025)8689-0258 传真: (025)8689-0237

重庆

重庆市渝中区青年路38号重庆国贸中心1702座
邮政编码: 400010
电话: (023)6380-6068/6058 传真: (023)6380-6551

武汉

武汉市武昌区临江大道96号武汉万达中心31层3112室
邮政编码: 430060
电话: (027) 5908-0488 传真: (027) 5908-0470

广州

广州市天河区高唐路230号广电智慧大厦
邮政编码: 510656
电话: (020) 3718-3888 传真: (020) 3718-3804

昆明

昆明市青年路432号天恒大酒店 908室
邮政编码: 650021
电话: (0871)6315-2986/2987 传真: (0871)6315-2991

深圳

深圳市福田区天安数码城天展大厦1楼 F2.6-1C
邮政编码: 518040
电话: (0755)8340-2852 传真: (0755)8389-3100

长沙

湖南省长沙市芙蓉区解放西路188号国金中心T1大楼3115室
邮政编码: 410005

香港

香港九龙尖沙咀海洋中心1028室
SUITE 1028, OCEAN CENTRE, HARBOUR CITY,
TSIM SHA TSUI, KOW LOON, HONG KONG
电话: (00852)2375-4979 传真: (00852)2199-7438

用户服务热线电话: 800-8100439
400-6500439

本产品样本所宣传的内容, 以本版本为准
样本中的试验数据除注明外为本公司的试验数据

日本总公司工厂已通过ISO质量·环境管理体系的认证

注: 此样本所有信息仅供参考, 如有变动恕不另行通知