

## 使用 Smart Aroma Database 和顶空进样技术分析啤酒品质控制中的香气组分

东 祐衣、真保 惠美子、武守 佑典、河村 和广

### 特点描述

- ◆ Smart Aroma 数据库内收录约有 500 多种香气组分的信息，可高效分析香气组分。
- ◆ 搭配 HS-20 NX 顶空进样器，样品制备及参数设置简单，便于大量样品中多种香气组分同时分析。
- ◆ FASST 采集模式，使用 SIM 模式测定目标组分，同时使用 SCAN 模式监测其他组分。

### 简介

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，不同麦芽种类和发酵方法产生的啤酒香气和味道会有所不同。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中确认哪些组分会影响香气，则需要消耗大量时间。因此，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 数据库创建 Scan/SIM 同时采集（FASST 模式）的分析方法，通过 SIM 高灵敏度分析目标组分，同时根据 Scan 的结果定性其他香气组分。

### Smart Aroma Database 的特点

Smart Aroma Database 收录有超过 500 种香气组分的分析条件和感官信息。参照图 2 的流程，可使用数据库轻松创建方法，无需开发分析条件。Scan 模式测定时可根据保留时间、离子信息、质谱信息自动判断有无收录化合物。此外，可使用 SIM 或 MRM 模式创建高灵敏度的目标物分析方法，在品质管理阶段中实现高精度分析。

化合物名称 (J)	保留时间	注释 (J) 气味性质
2-甲基呋喃	4.946	巧克力, 可可
甲酸乙酯	5.145	刺鼻气味
丁醛	5.801	刺鼻气味, 绿色
乙酸乙酯	5.972	菠萝
缩醛	6.172	水果, 奶油
2-丁酮	6.172	醚

化合物                      保留时间                      气味特征

图 1 Smart Aroma Database 收录信息

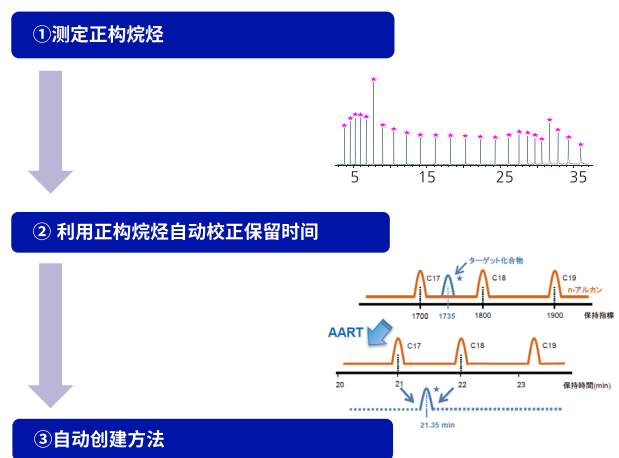


图 2 使用 Smart Aroma Database 的分析流程

### FASST 模式和高速扫描技术

FASST 采集模式可在 Scan 模式与 SIM 模式之间高速切换，使用该方法，目标化合物可使用 SIM 模式获得高灵敏度数据，非目标化合物可使用 Scan 模式同时监测。此外，利用高速扫描控制技术 (Advanced Scanning Speed Protocol: ASSP™)，可在 FASST 分析时获得良好的 Scan 数据灵敏度和质谱采集点数。

### 顶空进样法 (HS)

顶空 (HS) 法是一种将气化的挥发性组分导入 GC 的预处理方法。HS 是一种样品制备简单、重复性好的分析方法，常用于日常质控分析。此次使用 HS-20 NX 顶空进样器 Trap 模式 (图 3)，以顶空进样对样品进行预处理。利用电子制冷对捕集阱进行冷却，实现香气组分的高灵敏度分析。



图 3 HS-20 NX + GCMS-QP2020 NX

## HS 法分析啤酒结果

使用 HS-20 NX + GCMS 以 FASST 模式 (Scan/SIM 同时测定) 进行测定, 以啤酒的 7 种主要香气组分 (Ethyl acetate、Isobutanol、Isoamyl acetate、Isoamyl alcohol、Ethylhexanoate、Ethyl octanoate、2-Phenylethanol) 为目标化合物, 通过 SIM 模式进行测定, 其他组分以 Scan 模式进行测定。将 8 g 啤酒和 3g NaCl 装入样品瓶, 添加内标物 3-Octanol 至最终浓度为 1 ppm 进行测定。表 1 为分析条件。

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 2 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<sup>®</sup>17 (Infocom 公司) 软件, 针对检出化合物进行主成分分析, 结果如图 4 所示, 并据此对各啤酒进行分类, 与应用报告 01-00316 描述一致。

表 1 分析条件

型号	: GCMS-QP2020 NX	上样	: 0.1 min
自动进样器	: HS-20 NX	加压时间	: 10 min
[HS条件]		干燥吹扫时间	: 10 min
模式	: Trap (Tenax <sup>®</sup> TA 60/80 目)	进样时间	: 3 min
多次进样次数	: 5	洗针时间	: 5 min
柱温箱温度	: 60 °C	[GC条件]	
样品管路温度	: 100 °C	进样模式	: 分流
传输线温度	: 100 °C	分流比	: 5
捕集冷却温度	: -10 °C	载气	: He
捕集加热温度	: 280 °C	载气控制	: 压力 (83.5 kPa)
捕集等待温度	: 25 °C	色谱柱	: InertCap Pure-wax (30 m × 0.25 mm 内径 0.25 μm)
样品瓶压力	: 80 kPa	柱温	: 50°C (5 min) -10 °C/min -250 °C(10 min)
干燥吹扫压力	: 60 kPa	[MS条件]	
样品瓶保温时间	: 30 min	离子源温度	: 200 °C
样品瓶加压时间	: 1 min	接口温度	: 250 °C
样品瓶加压	: 0.1 min	采样模式	: Scan/SIM
平衡时间		事件时间	: 0.3 sec(Scan), 0.2 sec(SIM)
上样时间	: 1 min	m/z 范围	: m/z=35-400 (Scan) 参考表2 (SIM)

表 2 啤酒重要组分的 SIM 测定结果

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

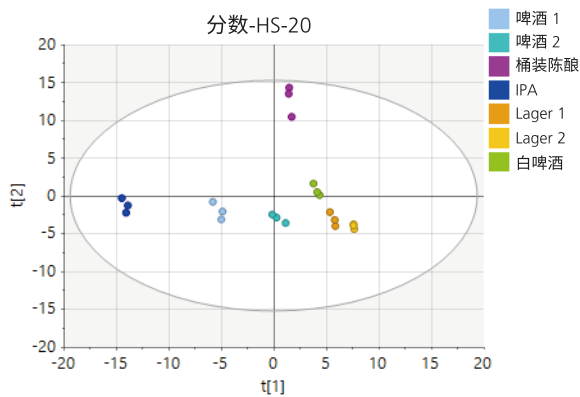


图 4 使用 HS-20 测定的结果得分图

## 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 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。

应用报告 01-00316 和本文分别对产品研发和生产阶段的香气组分进行分析, Smart Aroma Database 数据库可广泛应用于从研发到质量管理多个环节。

<致谢>

感谢二軒茶屋饼角屋有限公司本店 (伊势角屋麦酒) 铃木成宗社长、山宫拓马先生、Far Yeast Brewing 株式会社山田司朗社长、细贝洋一郎董事对本测定的协助。

GCMS-QP、ASSP 及 Smart Aroma Database 是岛津制作所株式会社在日本和其他国家的商标。SIMCA 是 Sartorius Stedim Data Analytics AB 的注册商标。

岛津应用云



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>

用户服务热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明:

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;  
\* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。  
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2022 年 2 月