

广东花都臭屁醋挥发性气味物质的定性研究

——顶空—气相色谱 / 质谱联用分析

黄惜微¹ 曾昭灿² 曾斌强³

1. 广州市花都区秀全街学府路小学, 广州;

2. 广州市花都区花城街石岗小学, 广州

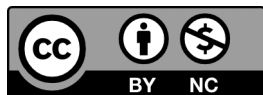
3. 深圳市高迪科技有限公司, 深圳

摘要 | 本文利用顶空—气相色谱 / 质谱联用分析方法对广东花都臭屁醋挥发性气味的成分进行定性研究, 分析臭屁醋在不同酿造时间的挥发性气味的成分的差异, 为花都臭屁醋产业的发展提供一定的理论支持。

关键词 | 臭屁醋; 挥发性气体; 酿造时间; 气相色谱; 质谱

Copyright © 2021 by author (s) and SciScan Publishing Limited

This article is licensed under a [Creative Commons Attribution-NonCommercial 4.0 International License](https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/). <https://creativecommons.org/licenses/by-nc/4.0/>



1 本课题研究的意义

臭屁醋, 又名“长寿醋”, 素有“液体榴莲”的美称, 是广东珠三角一带的特色美食, 距今已有约 2000 年的历史。臭屁醋具有一股特别的气味, 是一种

基金项目: 广州市花都区花城街石岗小学 STEM 教育实验项目 (编号: KP 市 202122)。

通讯作者: 黄惜微, 就职于广州市花都区秀全街学府路小学, 研究方向: STEM 课程教育。

文章引用: 黄惜微, 曾昭灿, 曾斌强. 广东花都臭屁醋挥发性气味物质的定性研究—顶空—气相色谱 / 质谱联用分析 [J]. 环境与资源, 2021, 3 (4): 110–116.

<https://doi.org/10.35534/er.0304013>

闻着臭喝起来香的液体。对于臭屁醋的制作已经具备比较成熟的酿制步骤，但是关于对臭屁醋成分的各项理化研究的文件记载却寥寥无几，这也是臭屁醋的生产规模难以扩大，臭屁醋的手艺难以推广的原因之一。本文通过利用顶空—气相色谱 / 质谱联用分析方法对广东花都臭屁醋挥发性气味的成分进行定性研究，分析臭屁醋在不同酿造时间的挥发性气味的成分的差异，为花都区臭屁醋产业的发展提供一定的理论支持。

2 实验部分

2.1 实验原理

在密封的容器内，易挥发的香气成份分子从液相逸入液面空间的气相中^[1]，进入质谱扫描 NIST 标准谱库检索定性。

2.2 实验材料

2.2.1 仪器

Agilent 6890-5973N 气相色谱仪-MS 检测器、Agilent 7694E/G1883A 的顶空进样器、配有色谱工作站及 NIST 标准谱库。

2.2.2 材料和试剂

Agilent 公司 20mL 顶空瓶及聚四氟乙烯瓶垫，压盖器等。试剂为广东省花都区本地臭屁醋。

2.3 检测条件

2.3.1 G1883A 的顶空进样器

进样环容积：1mL；顶空瓶压力：10ps；顶空温度：70℃；进样环温度：80℃；传输线温度：90℃；平衡时间：30min；GC 循环时间：20min；加压时间：0.15min；放空时间：0.20min，进样时间：0.5mi^[2]。

2.3.2 6890NGC

进样口：挥发性物质分析接口；进样口温度 200℃；分流比：20；载气：氦

气；载气流速：1mL/min。

程序升温设置：

初始温度：50，初始温度保持：2min。

升温速率：10℃ /min，终温：150℃，终温保持时间 2min。

色谱柱：FFAP 30 × 0.25mm × 0.25μm。

2.3.3 5973iMSD

离子源温度：230℃；四极杆温度 150℃；电离方式：EI；EM 电压：1500；扫描方式：SCAN。

3 结果与讨论

3.1 检测结果

酿造 30 天的广东花都臭屁醋经静态顶空进样所获得的 GC-MS 总离子流色谱图如图 1 所示，经 NIST 谱库检索共鉴定出 7 种挥发性气体成份，如表 1 所示。

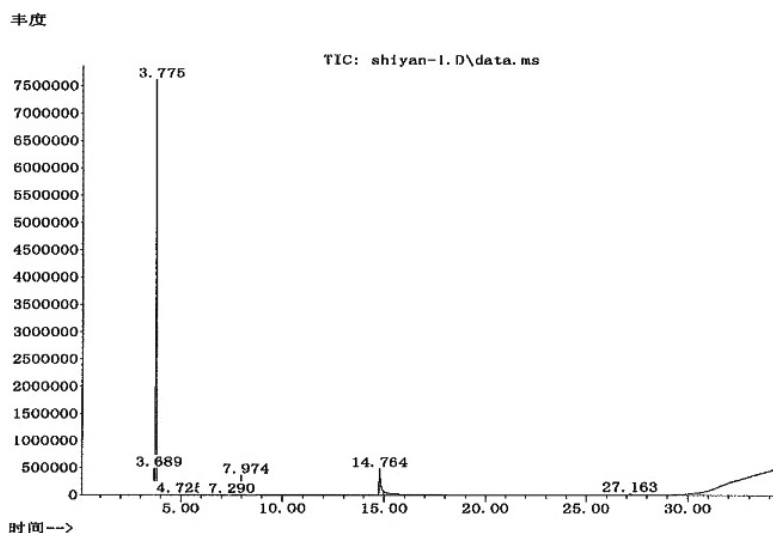


图 1 酿造 30 天的广东花都臭屁醋经静态顶空进样所获得的 GC-MS 总离子流色谱图

Figure 1 GC-MS total ion chromatogram obtained by static headspace sampling of Guangdong Huadu choupi vinegar brewed for 30 days

表 1 酿造 30 天的广东花都臭屁醋挥发性气体成份 GC-MS 鉴定结果及其相对含量

Table 1 GC-MS identification results and relative contents of volatile gas components of Guangdong Huadu stinky fart vinegar brewed for 30 days

化合物编号 (#)	保留时间 (分)	化合物	面积 (Ab*s)	百分比含量 %
1	3.689	2- 氯乙醇	1658554	5.38
2	3.775	二氧化碳	24159982	78.33
3	4.725	乙醛	13019	0.04
4	7.29	乙醇	11248	0.04
5	7.974	丙酮	1811052	5.87
6	14.764	1- 丁酮	3049593	9.89
7	27.163	丁酸丁酯	139783	0.45

酿造 60 天的广东花都臭屁醋经静态顶空进样所获得的 GC-MS 总离子流色谱图如图 2 所示，经 NIST 谱库检索共鉴定出 2 种挥发性气体成份，如表 2 所示。

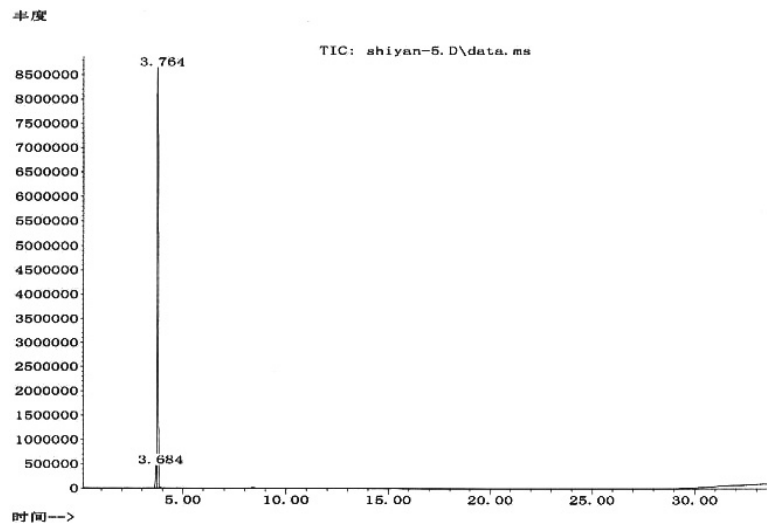


图 2 酿造 60 天的广东花都臭屁醋经静态顶空进样所获得的 GC-MS 总离子流色谱图
Figure 2 GC-MS total ion chromatogram obtained by static headspace sampling of Guangdong Huadu choupi vinegar brewed for 60 days

表 2 酿造 60 天的广东花都臭屁醋挥发性气体成份 GC-MS 鉴定结果及其相对含量

Table 2 GC-MS identification results and relative contents of volatile gas components of Guangdong Huadu choupi vinegar brewed for 60 days

化合物编号 (#)	保留时间 (分)	化合物	面积 (Ab*s)	百分比含量 %
1	3.684	2- 氯乙醇	1766578	5.24
2	3.764	二氧化碳	31950032	94.76

酿造 90 天的广东花都臭屁醋经静态顶空进样所获得的 GC-MS 总离子流色谱图如图 3 所示，经 NIST 谱库检索共鉴定出 4 种挥发性气体成份，如表 3 所示。

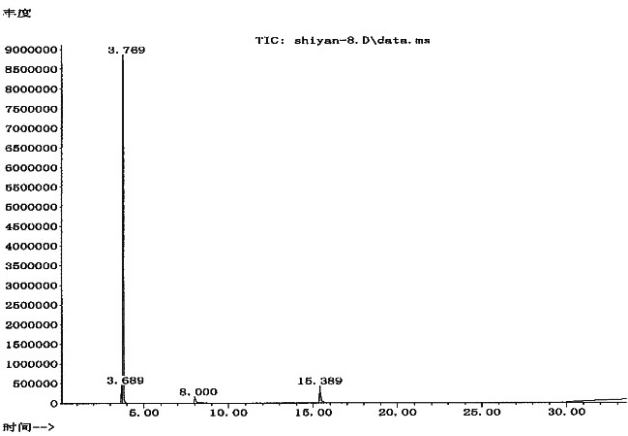


图 3 酿造 90 天的广东花都臭屁醋经静态顶空进样所获得的 GC-MS 总离子流色谱图
Figure 3 GC-MS total ion chromatogram obtained by static headspace sampling of Guangdong Huadu choupi vinegar brewed for 90 days

表 3 酿造 90 天的广东花都臭屁醋挥发性气体成份 GC-MS 鉴定结果及其相对含量

Table 3 GC-MS identification results and relative contents of volatile gas components of Guangdong Huadu choupi vinegar brewed for 90 days

化合物编号 (#)	保留时间 (分)	化合物	面积 (Ab*s)	百分比含量 %
1	3.689	2- 氯乙醇	1606648	4.53
2	3.769	二氧化碳	30857120	86.92
3	8.000	丙酮	844037	2.38
4	15.389	2- 戊酮	2193143	6.18

3.2.1 平衡温度的选择

顶空分析中,升温有利于挥发性物质的挥发,提高灵敏度,但是同样会使样品中的副反应增加。特别是高温带入的水气对柱子的影响比较大,考虑到要尽量减少水蒸汽的挥发,因此选择 70℃作为平衡温度。

3.2.2 不同酿造时间的臭屁醋挥发性气体的异同

通过比较不同酿造时间的臭屁醋的挥发性气体成份,我们发现在臭屁醋不同的酿造时间,产生的挥发性气体成份差别比较大。这跟发酵的温度、不同微生物量(醋酸杆菌、乳酸菌)、不同的配料比(糯米与粘米的比例)有关。

4 总结

通过利用顶空—气相色谱 / 质谱联用分析方法对广东花都臭屁醋挥发性气味的成分进行定性研究,我们发现在酿造的不同时间阶段的挥发性气体中均有 2-氯乙醇与二氧化碳这两种气体存在,其中 2-氯乙醇在常温下是一种具有刺激性气味的液体,而二氧化碳的水溶液具有弱酸味,可以推测,这两种物质会在一定程度上影响臭屁醋的气味。

参考文献

- [1] 葛少林. 水中微量及痕量三氯甲烷、四氯化碳的顶空气相色谱测定法[J]. 环境与健康杂志, 20(4): 238-240.
- [2] Roger L Firor, Albert E Gudat. 用 Agilent G1888 顶空进样器 /6890N 气相色谱 /5975inert MSD 检测系统测定药品中的残留溶剂[J]. 卫生研究, 2005, 34(5): 5.
- [3] 任红波. 白酒中香味物质的顶空——气相色谱 / 质谱联用分析[J]. 酿酒, 2008, 35(5): 2.

Qualitative Study on Volatile Odor of Huadu Choupi Vinegar in Guangdong

Xiwei Huang¹ Zhaocan Zeng² Binqiang Zeng³

1. Xuefu Road Primary School, Xiuquan Street, Huadu District, Guangzhou;

2. Shigang Primary School, Huacheng Street, Huadu District, Guangzhou;

3. Shenzhen Gd Testing Co LTD, Shenzhen

Abstract: This article uses the headspace-gas chromatography/mass spectrometry method to qualitatively study the volatile odor components of Guangdong Huadu choupi vinegar, and analyze the differences in the volatile odor components of choupi vinegar at different brewing times. The development of choupi vinegar industry in Huadu District provides certain theoretical support.

Key words: Stinky fart vinegar; Volatile gas; Brewing time; Gas chromatography; Mass spectrometry