

T/HNSPGYX

河南省食品工业协会团体标准

T/HNSPGYXH 002-2022

信阳毛尖茶中风味挥发物质测定 气相色谱质谱法

2022-09-13 发布

2022-09-16 实施

河南省食品工业协会 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由河南省食品工业协会提出并归口。

本文件起草单位：河南省产品质量监督检验院、河南农业大学、河南海瑞正检测技术有限公司、华测检测认证集团股份有限公司。

本文件主要起草人：冯波、郝莉花、王振旭、赵芳、罗莉、马燕、黄现青、周楠、陈蕾、谢文佳、李存良、易善平、赵瑞瑞、王琨、张明奇、潘鹏云、冯琳琳、秦学磊、张晓红。

信阳毛尖茶中风味挥发物质测定 气相色谱质谱法

1 范围

本文件规定了采用气相色谱质谱法测定信阳毛尖茶中主要(典型)风味挥发物质组成及含量的方法。

本文件适用于信阳毛尖茶中主要(典型)风味挥发物质含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件,凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。

GB/T 22737 地理标志产品 信阳毛尖茶。

3 术语和定义

信阳毛尖茶: GB/T 22737 规定的绿茶。

4 原理

信阳毛尖茶经粉碎过筛后,采用顶空进样,在色谱柱中对风味化合物组分分离,用质谱检测器检测,归一化法对风味挥发物质相对含量进行测定。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪: 气相色谱-质谱,配有 EI 源。

5.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

5.3 顶空瓶: 20 mL。

5.4 粉末筛: 60 目。

6 样品处理

6.1 试样制备

信阳毛尖茶取 200 g，经粉碎机粉碎，过粉末筛，制成茶叶粉末，-18℃密封避光保存，待用。

6.2 样品处理

称取茶叶粉末 2 g 于 20 mL 顶空瓶中，密封，待测。

6.3 仪器参考条件

6.3.1 顶空进样条件：顶空瓶温度：120 ℃；定量环温度：130 ℃；传输线温度：140 ℃；顶空瓶平衡时间 50 min；

6.3.2 参考色谱条件：色谱柱：DB-624UI（30 m×0.25 mm×1.4 μm）毛细管色谱柱或等效色谱柱；载气条件：流速 1.2 mL/min，分流进样，分流比为 20:1；进样口温度：260 ℃。进样量 1.0 μL；柱温箱升温程序：40 ℃保持 3 min，以 5 ℃/min 升至 260 ℃；传输线温度：260 ℃。

6.3.3 质谱条件：检测方式：质量全扫描模式，扫描质量范围 20 m/z~600 m/z；电离方式：电子轰击离子源（EI 源，电子能量 70 eV）；离子源温度：230 ℃。

6.4 试样的测定

将试样注入气相色谱-质谱联用仪，采集总离子流图，设定自动识别信噪比大于 100 的色谱峰，同时扣除背景，使用 NIST 数据库定性后；质谱图的相似度≥80%的色谱峰，按照面积归一化法，得到各风味挥发物质的相对含量。信阳毛尖茶典型挥发性化合物参见附录 A、总离子流图参见附录 B。

7 分析结果的表述

试样中某种风味挥发物质的百分比 Y_i ，按式（1）计算，通过测定相应峰面积对所有成分峰面积总和的百分数来计算给定组分 i 的含量：

$$Y_i = \frac{As_i}{\sum As_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Y_i —试样中某种风味挥发物质占总的风味挥发物质的百分比，单位为百分率（%）；

As_i —测定试样中组分 i 的峰面积；

$\sum As_i$ —测定试样中各风味挥发物质的峰面积之和；

结果保留 3 位有效数字。

8 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

附 录 A 信阳毛尖茶典型挥发性化合物列表

峰号	保留时间	中文名称	英文名称	CAS 号	NIST 匹配度 (%)
1	4.94	3-甲基呋喃	3-methyl-Furan	930-27-8	90
2	5.78	乙酸乙酯	Ethyl Acetate	141-78-6	96
3	7.49	异戊醛	3-methyl-Butanal	590-86-3	96
4	7.78	2-甲基丁醛	2-methyl-Butanal	96-17-3	97
5	8.47	2-乙基呋喃	2-ethyl-Furan	3208-16-0	96
6	8.57	乙酸	Acetic acid	64-19-7	97
7	11.25	甲苯	Toluene	108-88-3	89
8	13.22	2-甲氧基呋喃	2-methoxy-Furan	25414-22-6	88
9	13.36	乙酸丁酯	Acetic acid, butyl ester	123-86-4	90
10	15.9	反-3-己烯醇	(E)-3-Hexen-1-ol	928-97-2	95
11	19.17	3,5-二甲基辛烷	3,5-dimethyl-Octane	15869-93-9	91
12	19.47	2-正戊基呋喃	2-pentyl-Furan	3777-69-3	96
13	20.71	(+)-柠檬烯	D-Limonene	5989-27-5	93
14	21.28	3-萜烯	3-Carene	13466-78-9	90
15	21.69	γ -松油烯	γ -Terpinene	99-85-4	90
16	23.97	芳樟醇	Linalool	78-70-6	96
17	24.26	2-乙酰基吡咯	1-(1H-pyrrol-2-yl)-Ethanone	1072-83-9	95
18	25.71	十二烷	Dodecane	112-40-3	96

附录 B 信阳毛尖茶总离子流图

