

电子鼻测定香精气味过程中测定参数的研究

韩燕,白雪,胡新宇*

(内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司研发中心,内蒙古呼和浩特 011500)

摘要:用电子鼻对不同种类的香精进行测定,旨在寻求一组最佳的测定参数。通过单因素试验对测定过程中不同影响因素进行考察,运用正交试验找出最佳测定参数。结果表明,浓度 0.15%、清洗时间 70 s、测样时间 60 s、进气量 350 mL/min 为最佳参数组合。

关键词:电子鼻;香精;测定参数

Study on Parameters of Electronic Nose Measuring Flavors

HAN Yan, BAI Xue, HU Xin-yu*

(Inner Mongolia MENGNIU Dairy (Group) Co. LTD R&D, Huhhot 011500, Inner Mongolia, China)

Abstract: In order to obtain the most suitable parameters, electronic nose was applied in identifying of different variety of flavors. We studied the different influencing factors during the process of measuring through single factor tests, and then the orthogonal experiments were used to find the most suitable parameters. The results indicated the optimal condition was: concentration 0.15%, flush time 70 s, measurement time 60 s and chamber flow 350 mL/min.

Key words: electronic nose; flavors; parameters

电子鼻是 20 世纪 90 年代发展起来的新颖的分析、识别和检测复杂嗅味和挥发性成分的仪器,是根据仿生学原理,由传感器阵列和自动化模式识别系统所组成。与普通的化学仪器不同,分析得到的不是被测样品中某种或某几种成分的定性与定量结果,而是给予样品中挥发成分的整体信息,也称“指纹数据”^[1]。

21 世纪以来,国外对电子鼻的研究比较活跃,尤其是在食品行业中的应用,如酒类、烟草、饮料、肉类、茶叶,主要是为其进行等级划分和新鲜度的判断^[2-7]。

本试验通过用德国 Pen3 电子鼻对不同种类香精的气味进行检测和区分,优化电子鼻测定香精的参数,为电子鼻测定香精模型建立及电子鼻辨别香精真伪奠定基础。

1 材料和方法

1.1 材料

香精样品:由芬美意香料(中国)有限公司、法国

曼氏香精香料有限公司、上海奇华顿有限公司提供。

1.2 仪器

Pen3 型电子鼻:德国 AIRSENSE 公司;100 μ L~1 000 μ L 移液枪:德国 EPPENDORFF 公司;10 μ L~100 μ L 移液枪:德国 EPPENDORFF 公司。

1.3 方法

将香精配置成不同浓度梯度的水溶液,用保鲜膜封口,之后用电子鼻进行数据录入。

1.4 数据分析

用线性判别式分析(Linear Discriminant Analysis, LDA)和主成分分析(Principal Component Analysis, PCA)方法对试验数据进行了分析。

2 结果与分析

2.1 不同测定参数对测定结果的影响

2.1.1 样品浓度对样品区分度的影响

设定清洗时间为 60 s,测定时间为 40 s,进气量为 350 mL/min,依据生产使用香精的比例及香精品评所需浓度,设定测定香精浓度为 0.01%、0.05%、0.10%、0.15%、0.20%对样品进行测定,结果见图 1。

作者简介:韩燕(1981—)女(汉)硕士,研究方向:乳品感官与工艺学。

* 通讯作者

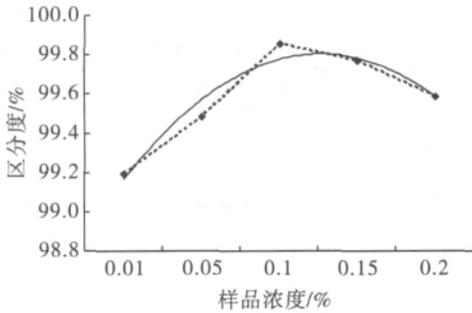


图1 样品浓度对样品区分度的影响

Fig.1 Effects of concentration on discrimination

从图1可以看出,样品区分度随着样品浓度的增大而增大,当样品浓度达到0.1%时,样品的区分度较好。而当样品浓度继续增大时,样品的区分度反而会有所下降,这是由于样品浓烈的气味会影响传感器的判断,因此样品的区分度就会下降。

2.1.2 清洗时间对样品区分度的影响

设定样品浓度0.10%,测定时间为40s,进气量为350 mL/min时,分别选择清洗时间为30、40、50、60、70s对样品进行测定,结果见图2。

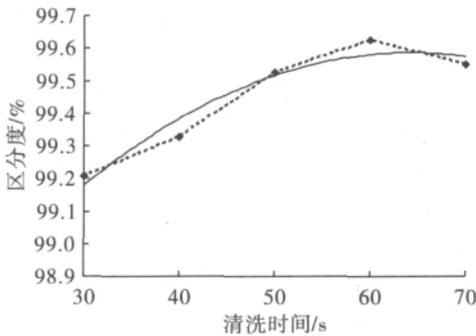


图2 清洗时间对样品区分度的影响

Fig.2 Effects of flush time on discrimination

从图2可知,样品区分度随着清洗时间的增大而增大,当清洗时间为50s~70s时,样品的区分度较好。这是因为若清洗时间较短,附着在传感器上的气味分子就无法完全被清洗掉,会影响下个测试结果,因此清洗时间较长时区分度较好。从图2还可以看出,清洗时间为50s~70s时,样品区分度都相差无几,但如果清洗时间太长,会造成时间浪费及仪器损耗,因此要选择适当的清洗时间。

2.1.3 测定时间对样品区分度的影响

设定样品浓度0.10%,清洗时间为60s,进气量为350 mL/min时,分别选择测定时间为30、40、50、60、70s对样品进行测定,结果见图3。

从图3可以看出,当测定时间在30s以上时,样品的区分度随着测定时间的延长而基本不变。因此,为节省时间和降低仪器的损耗,要选择适当的测定时间。

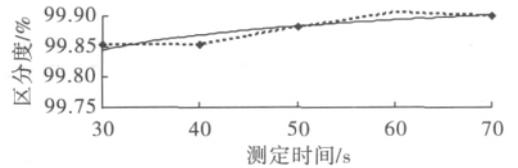


图3 测定时间对样品区分度的影响

Fig.3 Effects of measurement time on discrimination

2.1.4 进气量对样品区分度的影响

设定样品浓度0.10%、清洗时间为60s,测定时间为40s时,分别选择进气量为250、350、450、550、650 mL/min对样品进行测定,结果见图4。

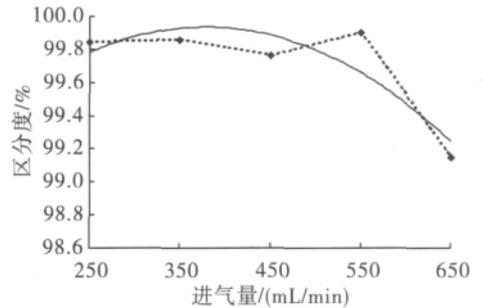


图4 进气量对样品区分度的影响

Fig.4 Effects of chamber flow on discrimination

从图4可以看出,当进气量为250 mL/min~650 mL/min范围内时,样品区分度均大于99%。当进气量为400 mL/min时,样品的区分度最好。而当进气量继续增大时,样品的区分度反而下降,这可能是由于样品浓烈的气味会影响传感器的判断,因此样品的区分度就会下降。

2.2 电子鼻测定条件的优化

根据单因素试验结果,选择样品浓度(A)、清洗时间(B)、测样时间(C)、进气量(D)4个因素,每个因素确定4个水平,进行 $L_{16}(4^4)$ 正交试验。正交试验因素水平表及电子鼻测定条件正交试验结果见表1、表2。

表1 正交试验因素水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平	因素			
	A 样品浓度/%	B 清洗时间/s	C 测样时间/s	D 进气量/(mL/min)
1	0.05	40	40	350
2	0.10	50	50	450
3	0.15	60	60	550
4	0.20	70	70	650

表2 正交试验结果及分析

Table 2 Results and analysis of orthogonal test

试验号	A 样品浓度	B 清洗时间	C 测样时间	D 进气量	综合指标
1	1	2	3	3	84.43
2	2	4	1	2	92.53
3	3	4	3	4	95.37
4	4	2	1	1	95.53

续表2 正交试验结果及分析

试验号	A 样品浓度	B 清洗时间	C 测样时间	D 进气量	综合指标
5	1	3	1	4	90.63
6	2	1	3	1	96.30
7	3	1	1	3	89.07
8	4	3	3	2	96.93
9	1	1	4	2	82.27
10	2	3	2	3	90.87
11	3	3	4	1	98.67
12	4	1	2	4	87.10
13	1	4	2	1	94.20
14	2	2	4	4	89.83
15	3	2	2	2	96.80
16	4	4	4	3	96.63
指标之和 K_1	351.53	354.73	367.77	384.70	
K_2	369.53	366.60	368.97	368.53	
K_3	379.90	377.10	373.03	361.00	
K_4	376.20	378.73	367.40	362.93	
平均值 k_1	87.88	88.68	91.94	96.18	
k_2	92.38	91.65	92.24	92.13	
k_3	94.98	94.28	93.26	90.25	
k_4	94.05	94.68	91.85	90.73	
极差 R	7.09	6.00	1.41	5.93	
较好水平	A_3	B_4	C_3	D_1	
因素主次顺序	1	2	4	3	

从表2的极差R值的大小可以看出,各因素对香精测定结果的影响由大到小依次为:样品浓度>清洗时间>进气量>测定时间。从样品区分度分析可知,按照因素的最好水平选取为 $A_3B_4C_3D_1$,即样品浓度为0.15%、清洗时间为70s、测定时间为60s、进气量为350 mL/min是测定样品的最佳组合。

2.3 验证试验

在最佳工艺条件下进行试验,结果见表3。

试验结果表明,在最佳工艺条件下测定香精,区分度高达99.0%。

表3 最佳工艺验证试验

试验号	样品浓度/%	清洗时间/s	测样时间/s	进气量(mL/min)	区分度/%	平均值/%
1	0.15	70	60	350	98.8	
2	0.15	70	60	350	99.2	99.0
3	0.15	70	60	350	99.1	

3 结论

从单因素试验和正交试验结果可知,电子鼻测定香精影响因素由大到小依次为:样品浓度>清洗时间>进气量>测定时间。其次,进一步确定了电子鼻测定香精的最佳参数组合为样品浓度0.15%、清洗时间70s、测定时间60s、进气量350 mL/min。

参考文献:

- [1] 王俊,胡桂仙.电子鼻与电子舌在食品检测中的应用研究进展[J].农业工程学报,2004,20(2):292-295
- [2] 杜锋,雷鸣.电子鼻及其在食品工业中的应用[J].食品科学,2003,24(5):161-163
- [3] Schweizer Berberich M, Vahinger S, Gopel W. Characterisation of fishness with sensor array[J]. Sensors and Actuators, 1994,18(1-3):282-290
- [4] Bourrounet B, Talou H, Gaset A. Application of a multigas sensor device in the meat industry for boar taint detection [J]. Sensors and Actuators B,1995,27(1/3):250-254
- [5] 周亦斌,王俊.电子鼻在食品感官检测中的应用进展[J].食品与发酵工业,2004,30(2):129-132
- [6] Gardner J W, Bartlett P N. A brief history of electronic noses [J]. Sensors and Actuators,1994,18(19):211-220
- [7] 于勇,王俊,胡桂仙.电子鼻技术的研究进展及其在农产品加工中的应用[J].浙江大学学报:农业与生命科学版,2003,29(5):579-584

收稿日期 2009-08-13

《食品研究与开发》编辑部常年办理订阅手续

地址:天津市静海经济开发区(天宇园)科技大道9号

邮编 301609

邮汇收款人:《食品研究与开发》编辑部

电话:022-59525671

