



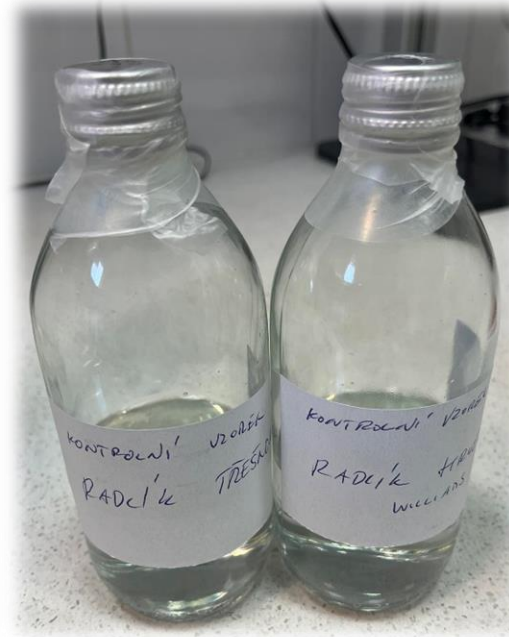
**VYSOKÁ ŠKOLA CHEMICKO-TECHNOLOGICKÁ V PRAZE**  
Fakulta potravinářské a biochemické technologie  
Ústav analýzy potravin a výživy

# SPME–GC–HRMS analýza ovocných destilátů

Maria Filatova, Michal Stupák, Jana Hajšlová

# Analyzované vzorky

- Vzorky třešňovice a hruškovice:
  - Od prof. Melzocha – kontrolní vzorky:
    - RADLÍK, Třešňovice
    - RADLÍK, Hruškovice
  - Vzorky podezřelé z falšování – „Flora“:
    - Vzorek 296, Třešňovice
    - Vzorek 307, Hruškovice
- SPME–GC–HRMS analýza profilů těkavých látek, identifikace látek pomocí porovnání naměřených spektrů s knihovnou NIST, výpočet Kovačových retenčních indexů



# SPME–GC–HRMS analýza ovocných destilátů

## Instrumentální analýza

### Příprava vzorků

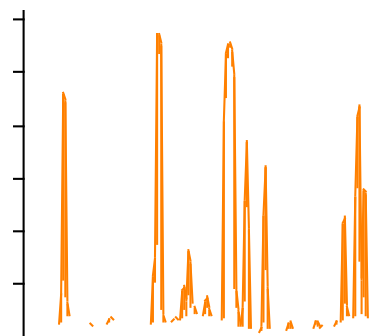
100  $\mu$ l  
vzorku  
(protřepání  
vzorku před  
odběrem)

Přidání 2 ml  
nasyceného  
roztoku NaCl  
ve vodě  
(chlazený 4°C)



### Zpracování naměřených dat

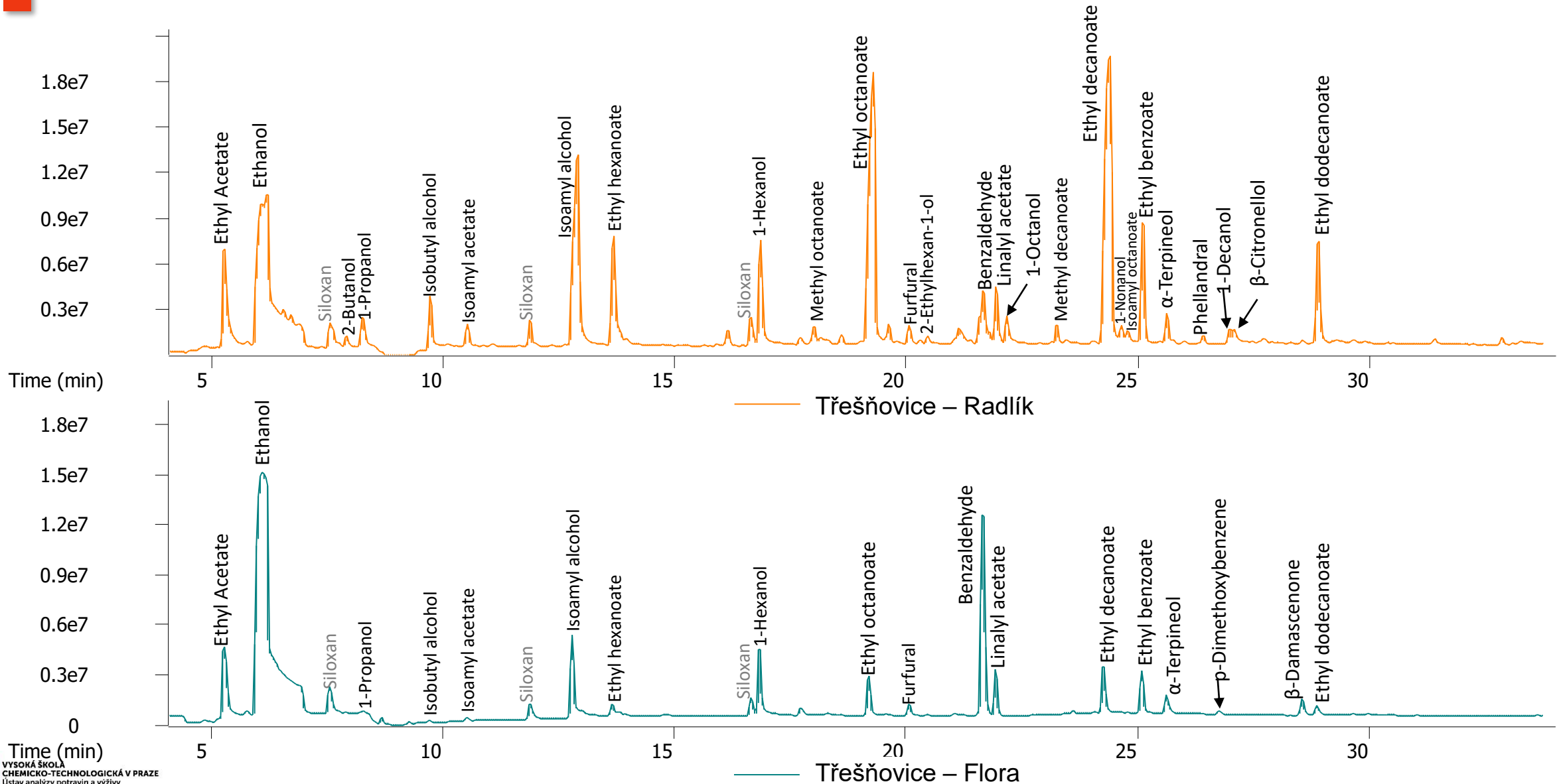
Identifikace  
Knihovna NIST  
Kovatsovy  
Retenční  
Indexy



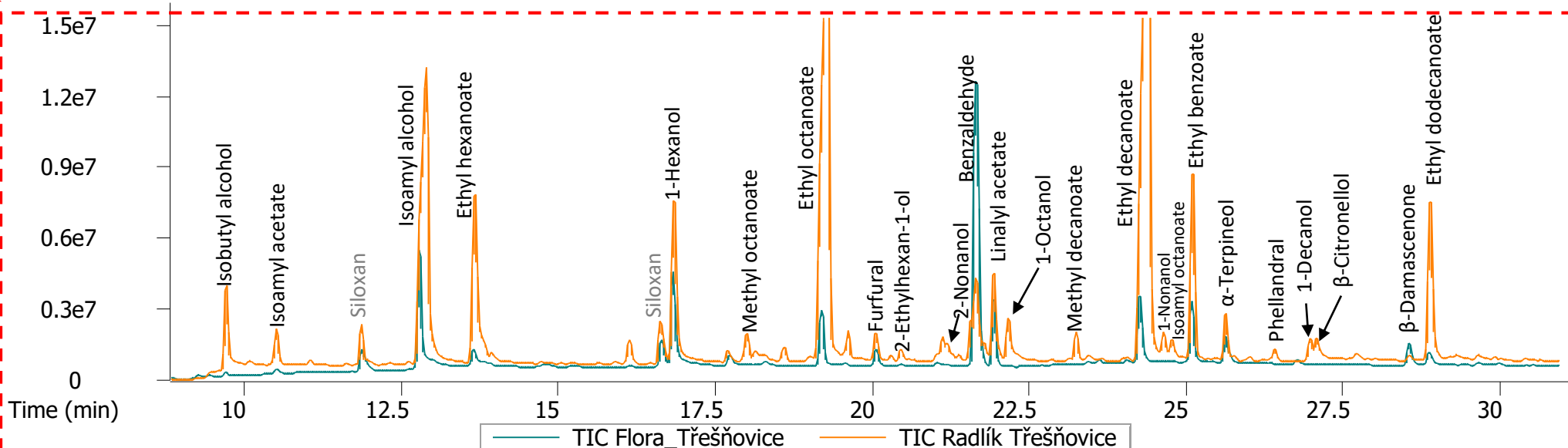
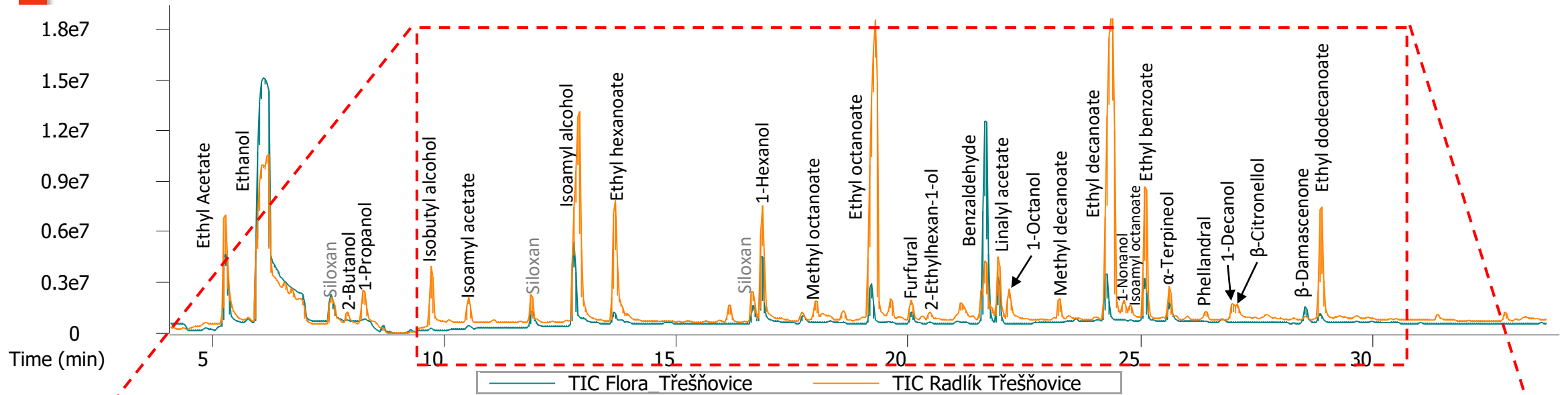
Raw data

SPME podmínky	
SPME vlákno	DVB/PDMS/CAR
Teplota inkubace a extrakce	40 °C
Doba inkubace:	10 min
Doba extrakce	10 min
Doba desorpce:	4 min
Plynový chromatograf	
Nástřik	Split (5:1)
Teplota nástřiku	250 °C
Průtok nosného plynu	1 ml/min, helium
Kolona	HP – Innowax (50 m × 0,2 mm × 0,2 $\mu$ m; Agilent Technologies, USA)
Teplotní program (třešňovice)	40 °C (2 min), 5 °C/min do 220 °C (2min)
Hmotnostní spektrometr (TOF)	
Iontový zdroj	EI (70 eV)
Teplota zdroje	230 °C
Akviziční mód	Full scan
Hmot. rozsah	30–510 $m/z$
Hmot. rozlišení	12500 FWHM
Akviziční rychlost	5 spekter/s

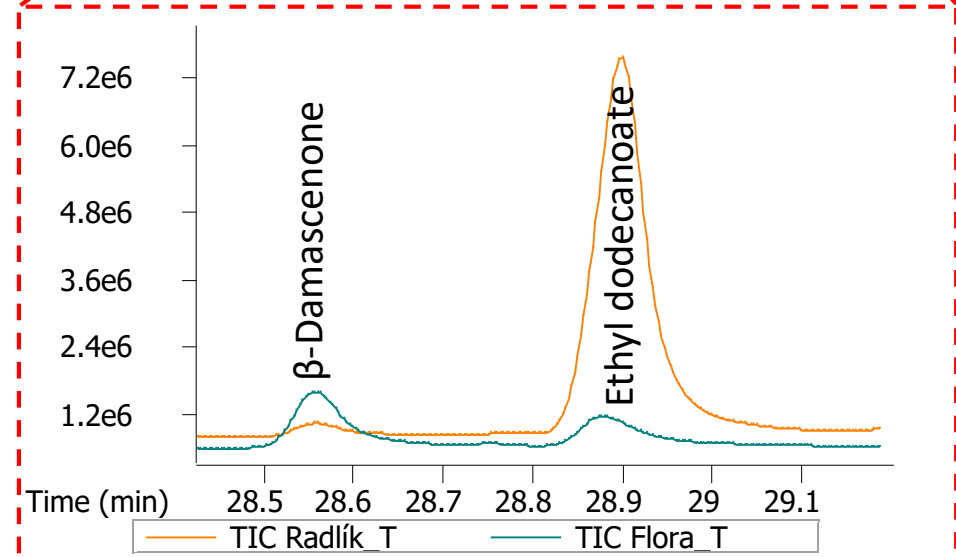
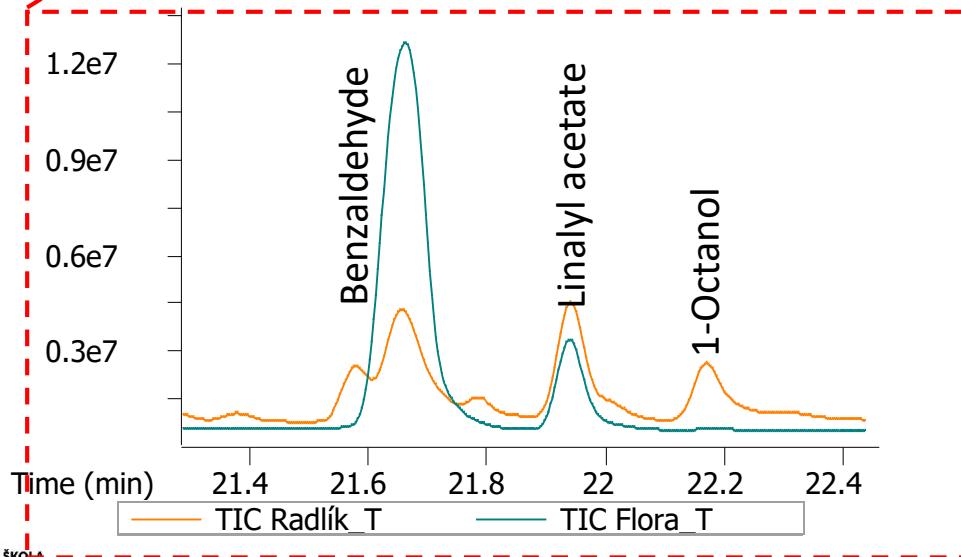
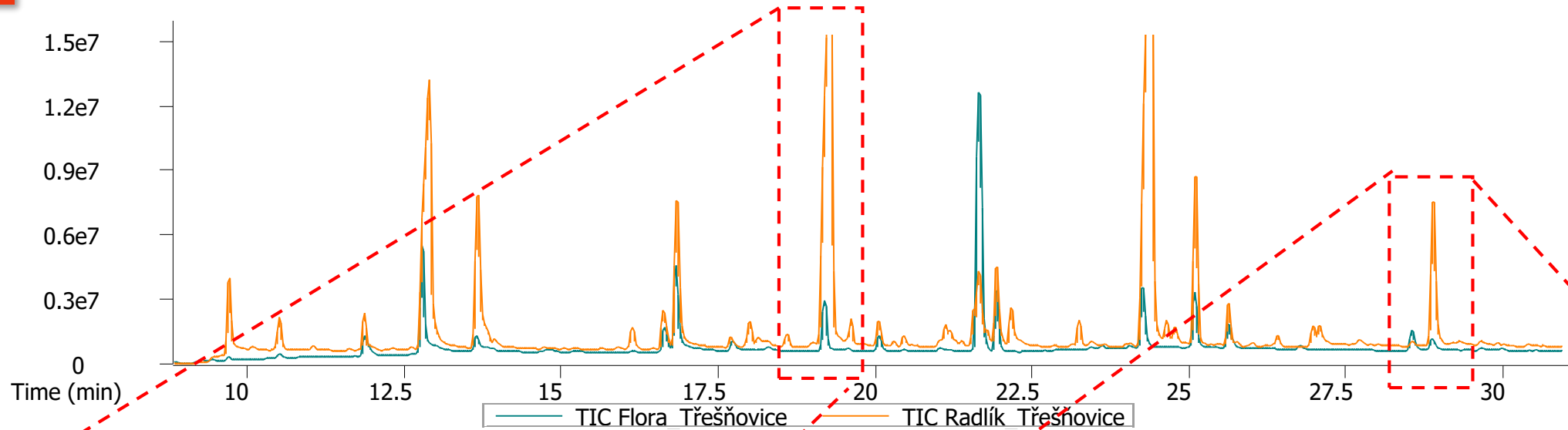
# SPME-GC-HRMS analýza třešňovice (TIC)



# SPME-GC-HRMS analýza třešňovice (TIC)



# SPME-GC-HRMS analýza třešňovice (TIC)

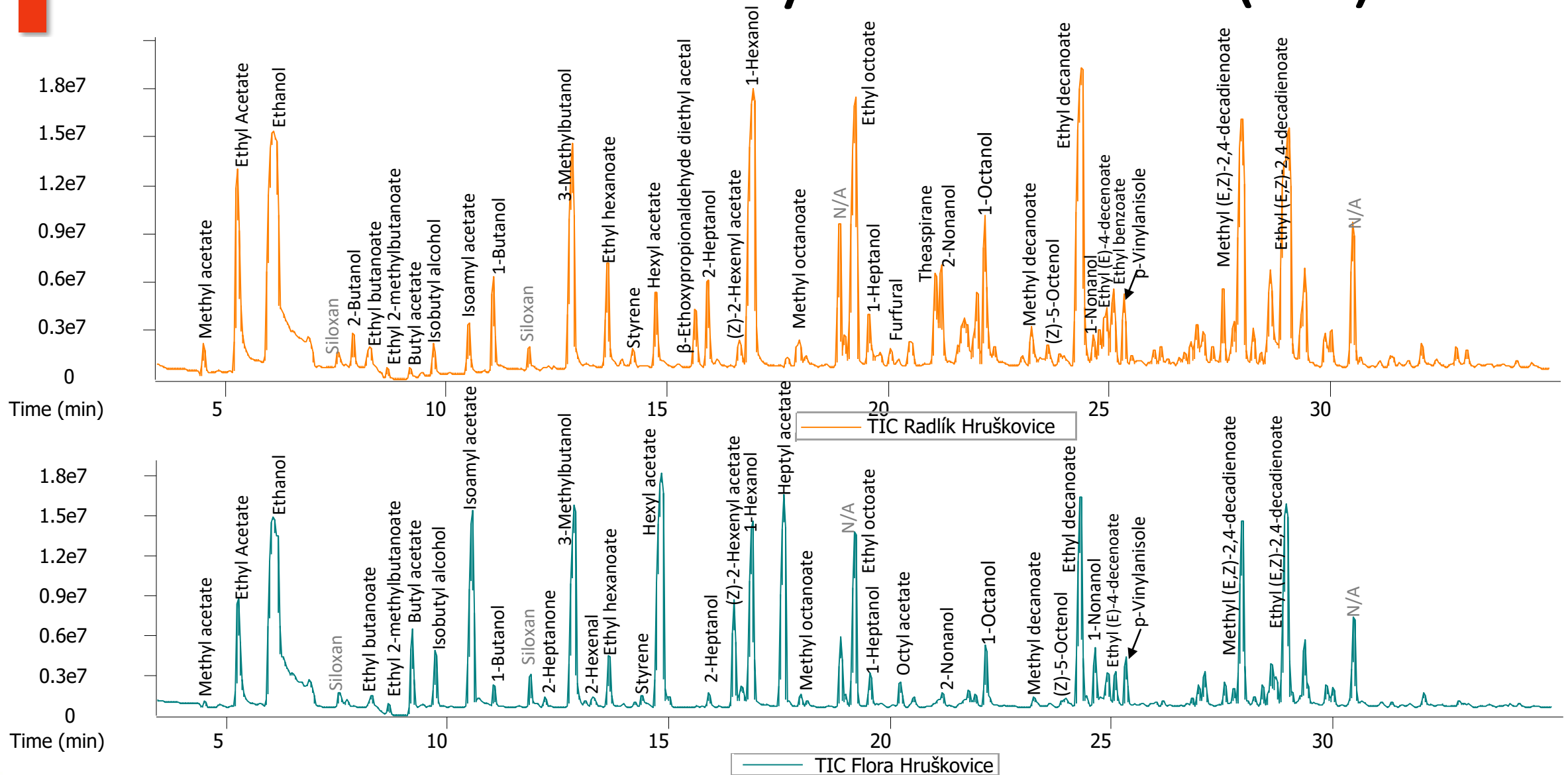


# Identifikace těkavých látek: vzorky třešňovice

RT (min)	Name	CAS	Formula	Match	RI exp	RI NIST
5.26	Ethyl Acetate	141-78-6	C4H8O2	917	887	888
7.91	2-Butanol	78-92-2	C4H10O	900	1014	1025
8.25	1-Propanol	71-23-8	C3H8O	916	1029	1036
9.70	Isobutyl alcohol	78-83-1	C4H10O	943	1087	1092
10.52	Isoamyl acetate	123-92-2	C7H14O2	908	1118	1122
12.80	Isoamyl alcohol	123-51-3	C5H12O	951	1197	1209
13.65	Ethyl hexanoate	123-66-0	C8H16O2	956	1230	1232
16.83	1-Hexanol	111-27-3	C6H14O	954	1348	1355
19.20	Octanoic acid, ethyl ester	106-32-1	C10H20O2	944	1436	1434
20.06	Furfural	98-01-1	C5H4O2	964	1470	1465
20.46	2-Ethylhexan-1-ol	104-76-7	C8H18O	935	1485	1491
21.20	2-Nonanol	628-99-9	C9H20O	906	1513	1521
<b>21.66</b>	<b>Benzaldehyde</b>	<b>100-52-7</b>	<b>C7H6O</b>	<b>964</b>	<b>1533</b>	<b>1528</b>
21.94	Linalyl acetate	115-95-7	C12H20O2	862	1544	1555
22.17	1-Octanol	111-87-5	C8H18O	889	1553	1557
23.25	Methyl decanoate	110-42-9	C11H22O2	952	1596	1593
24.27	Decanoic acid, ethyl ester	110-38-3	C12H24O2	938	1640	1638
24.65	1-Nonanol	143-08-8	C9H20O	906	1656	1660
24.78	Isoamyl octanoate	2035-99-6	C13H26O2	772	1662	1655
25.10	Benzoic acid, ethyl ester	93-89-0	C9H10O2	955	1675	1670
25.63	$\alpha$ -Terpineol	98-55-5	C10H18O	892	1697	1695
26.41	Phellandral	21391-98-0	C10H16O	820	1733	1744
<b>26.77</b>	<b>p-Dimethoxybenzene</b>	<b>150-78-7</b>	<b>C8H10O2</b>	<b>964</b>	<b>1748</b>	<b>1749</b>
26.99	1-Decanol	112-30-1	C10H22O	913	1758	1760
27.08	$\beta$ -Citronellol	106-22-9	C10H20O	865	1762	1765
<b>28.55</b>	<b><math>\beta</math>-Damascenone</b>	<b>23726-93-4</b>	<b>C13H18O</b>	<b>865</b>	<b>1829</b>	<b>1835</b>
28.90	Ethyl dodecanoate	106-33-2	C14H28O2	876	1845	1841

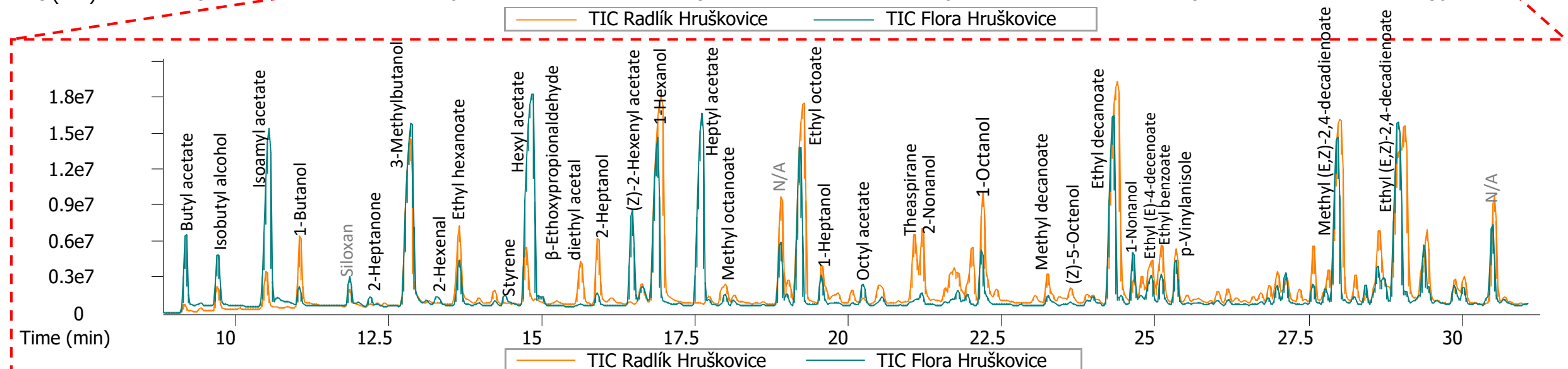
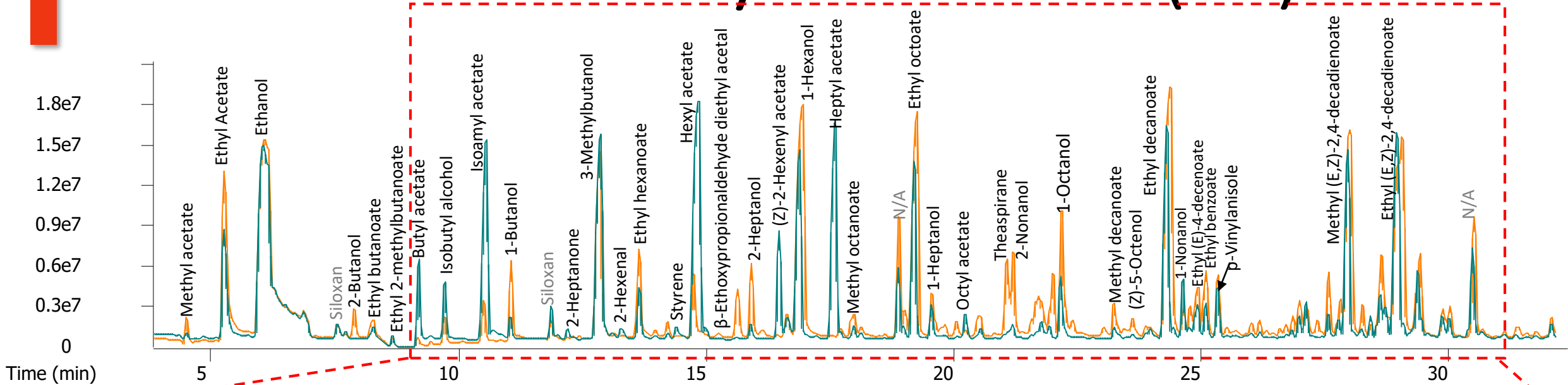
**Benzaldehyd, p-Dimethoxybenzen a  $\beta$ -Damascenone** ve vzorku **Flora třešňovice** mají větší intenzitu v porovnání s kontrolním vzorkem **Radlák třešňovice**. Ostatní uvedené sloučeniny měly ve vzorku **Flora třešňovice** menší nebo podobnou intenzitu v porovnání s kontrolním vzorkem **Radlák třešňovice**.

# SPME-GC-HRMS analýza hruškovice (TIC)

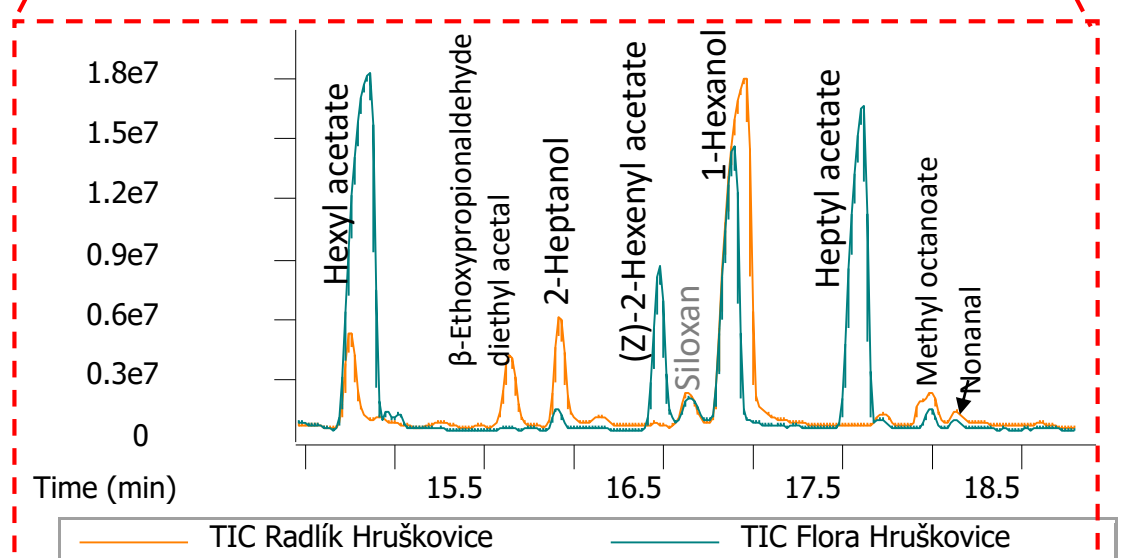
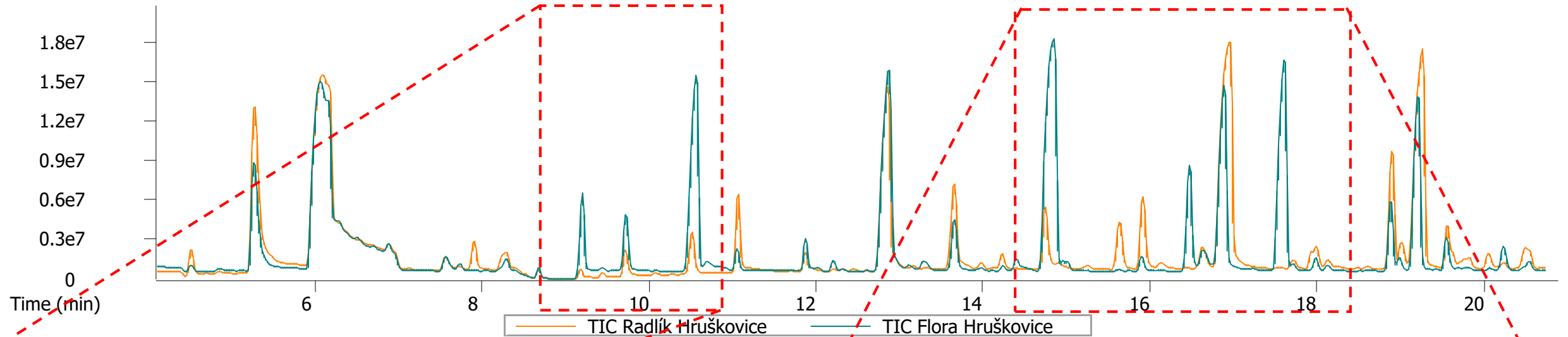




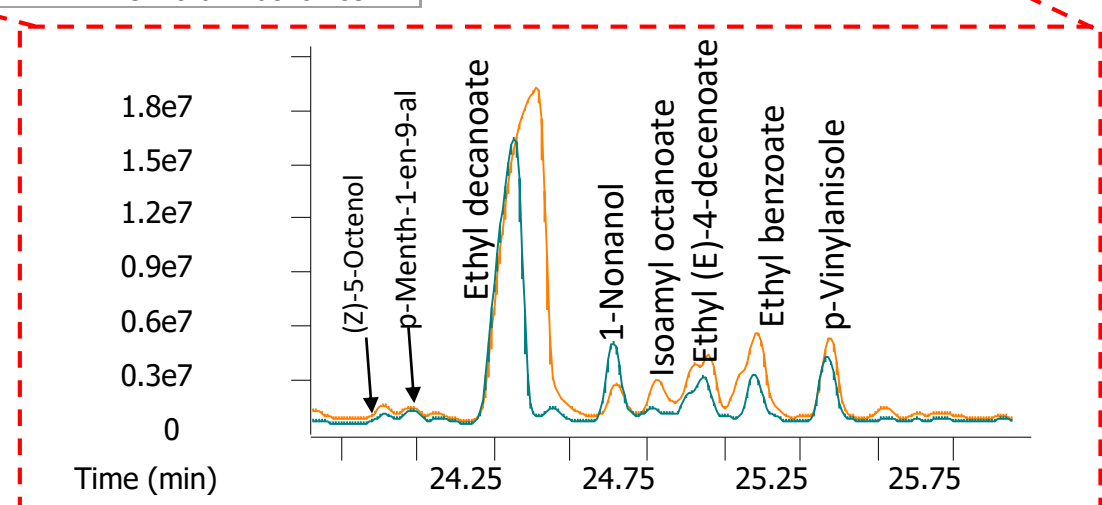
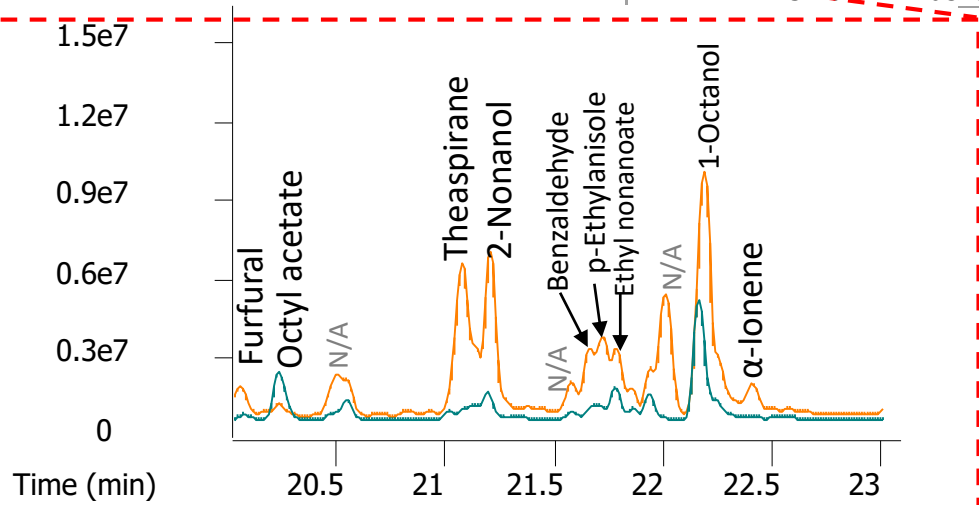
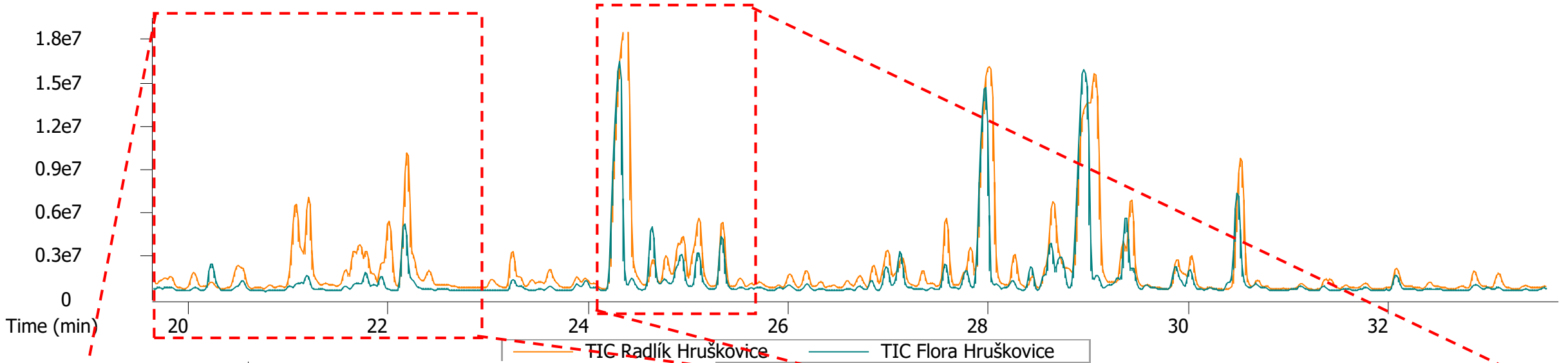
# SPME-GC-HRMS analýza hruškovice (TIC)



# SPME-GC-HRMS analýza hruškovice (TIC)



# SPME-GC-HRMS analýza hruškovice (TIC)



# Identifikace těkavých látek: vzorky hruškovice

RT (min)	Name	CAS	Formula	Match	RI exp	RI NIST
4.51	Methyl acetate	79-20-9	C3H6O2	989	815	828
5.26	Ethyl Acetate	141-78-6	C4H8O2	960	887	888
6.06	Ethanol	64-17-5	C2H6O	678	933	951
7.73	Isobutyl acetate	110-19-0	C6H12O2	965	1005	1012
7.90	2-Butanol	78-92-2	C4H10O	957	1014	1025
8.29	Ethyl butanoate	105-54-4	C6H12O2	909	1031	1035
8.68	Ethyl 2-methylbutanoate	7452-79-1	C7H14O2	947	1048	1051
9.20	Butyl acetate	123-86-4	C6H12O2	963	1069	1074
9.44	Hexanal	66-25-1	C6H12O	961	1078	1083
9.72	Isobutyl alcohol	78-83-1	C4H10O	935	1089	1092
10.51	Isoamyl acetate	123-92-2	C7H14O2	957	1120	1122
11.05	1-Butanol	71-36-3	C4H10O	924	1141	1142
12.21	2-Heptanone	110-43-0	C7H14O	943	1182	1182
12.86	3-Methylbutanol	123-51-3	C5H12O	907	1205	1209
13.29	2-Hexenal	505-57-7	C6H10O	917	1221	1213
13.66	Ethyl hexanoate	123-66-0	C8H16O2	965	1234	1233
14.40	Styrene	100-42-5	C8H8	978	1258	1261
14.75	Hexyl acetate	142-92-7	C8H16O2	954	1271	1272
15.64	$\beta$ -Ethoxypropionaldehyde diethyl acetal	7789-92-6	C9H20O3	821	1302	1297
15.92	2-Heptanol	543-49-7	C7H16O	948	1313	1320
16.48	(Z)-2-Hexenyl acetate	56922-75-9	C8H14O2	922	1334	1319
16.89	1-Hexanol	111-27-3	C6H14O	959	1350	1355
17.61	Heptyl acetate	112-06-1	C9H18O2	966	1376	1376
17.99	Methyl octanoate	111-11-5	C9H18O2	826	1389	1385

Isobutyl alcohol, isoamylacetate, hexyl acetate a (Z)-2-hexenyl acetate ve vzorku Flora hruškovice mají větší intenzitu v porovnání s kontrolním vzorkem Radlík hruškovice. 2-hexenal a heptyl acetate byly nalezeny pouze ve vzorku Flora hruškovice. Ostatní uvedené sloučeniny měly ve vzorku Flora hruškovice menší nebo podobnou intenzitu v porovnání s kontrolním vzorkem Radlík hruškovice.

# Identifikace těkavých látek: vzorky hruškovice - pokračování

RT (min)	Name	CAS	Formula	Match	RI exp	RI NIST
18.13	Nonanal	124-19-6	C9H18O	890	1394	1391
19.22	Octanoic acid, ethyl ester	106-32-1	C10H20O2	952	1437	1435
19.56	1-Heptanol	111-70-6	C7H16O	956	1450	1453
20.06	Furfural	98-01-1	C5H4O2	967	1470	1465
20.24	Octyl acetate	112-14-1	C10H20O2	940	1476	1478
21.08	Theaspirane	36431-72-8	C13H22O	914	1508	1526
21.21	2-Nonanol	628-99-9	C9H20O	956	1514	1521
21.68	Benzaldehyde	100-52-7	C7H6O	977	1533	1528
21.72	p-Ethylanisole	1515-95-3	C9H12O	827	1535	1551
21.78	Ethyl nonanoate	123-29-5	C11H22O2	894	1538	1531
22.17	1-Octanol	111-87-5	C8H18O	960	1553	1557
22.41	$\alpha$ -Ionene	475-03-6	C13H18	898	1563	1556
23.25	Methyl decanoate	110-42-9	C11H22O2	952	1596	1593
23.62	(Z)-5-Octenol	64275-73-6	C8H16O	820	1612	1615
23.89	p-Menth-1-en-9-al	29548-14-9	C10H16O	901	1624	1620
24.32	Ethyl decanoate	110-38-3	C12H24O2	953	1642	1638
24.64	1-Nonanol	143-08-8	C9H20O	958	1656	1660
24.79	Isoamyl octanoate	2035-99-6	C13H26O2	739	1662	1658
24.91	Ethyl (E)-4-decenoate	76649-16-6	C12H22O2	754	1667	1676
25.10	Ethyl benzoate	93-89-0	C9H10O2	954	1675	1668
25.34	p-Vinylanisole	637-69-4	C9H10O	975	1685	1684
27.97	Methyl (E,Z)-2,4-decadienoate	4493-42-9	C11H18O2	852	1801	1805
28.98	Ethyl (E,Z)-2,4-decadienoate	3025-30-7	C12H20O2	917	1849	1832

**Isobutyl alcohol, isoamylacetate, hexyl acetate a (Z)-2-hexenyl acetate** ve vzorku **Flora hruškovice** mají větší intenzitu v porovnání s kontrolním vzorkem **Radlík hruškovice**. **2-hexenal a heptyl acetate** byly nalezeny pouze ve vzorku **Flora hruškovice**. Ostatní uvedené sloučeniny měly ve vzorku **Flora hruškovice** menší nebo podobnou intenzitu v porovnání s kontrolním vzorkem **Radlík hruškovice**.