

现代气相色谱-质谱联用技术 在分析不同果品香气成分中的应用

王伟

(陕西师范大学食品工程系 710062)

摘要: 本文概述了现代气相色谱-质谱(GC-MS)联用技术在测定不同果品香气成分中的应用, 以期为果品的鲜食与加工提供参考依据。

关键词: 气相色谱-质谱; 果品; 香气成分

Application of Modern Gas Chromatography and Mass Spectrometry in the analysis of Aromatic Composition in Different Kinds of Fruits

WANG Wei, ZHANG You-Lin

(Department of Food Engineering, Shaanxi Normal University, Xi'an 710062, Shaanxi, China)

ABSTRACT: This paper introduces the application of Modern Gas Chromatography and Mass Spectrometry in the analysis of aromatic composition in different kinds of fruits in order to offer references for fresh-edibility and process of fruit.

Key words: Gas Chromatography and Mass Spectrometry (GC-MS); Fruit; Aromatic composition

香气成分是构成和影响果品鲜食、加工质量的主要因素^[1]。随着国际市场对果品品质的要求越来越高以及食品工业对天然风味物质需求的增加, 果品香气备受关注。特别是近年来, 随着气相色谱-质谱(GC-MS)联用分析技术的发展, 香气已成为果品品质的重要研究领域之一。本文总结了前人研究成果, 概述了气相色谱-质谱联用技术在分析杏、“三棱榄”橄榄、华冠苹果等果实香气成分中的应用, 以期为这一领域的深入研究和全面提高我国果品品质提供参考和依据^[2]。

1 杏^[3]

1.1 仪器与试剂

Agilent 6890N-5973N 型气相色谱-质谱-计算机联用仪, KD 浓缩器, 二氯甲烷(AR), 无水硫酸钠(AR)。

1.2 样品制备

取杏果肉 500g, 加水 200mL, 匀浆后置于 2000mL 圆底烧瓶中, 加入 800mL 蒸馏水, 置于套式恒温加热器中加热。用水蒸气连续蒸馏 3h, 用 60mL 二氯甲烷收集馏出液, 分别用 60 和 40mL 二氯甲烷萃取 2 次。用无水硫酸钠干燥, 以 KD 浓缩器在 51℃ 下浓缩至 0.6mL, 冷藏备用。

1.3 分析条件

色谱条件: 色谱柱为 HP-5 弹性石英毛细管柱(25m × 0.25mm i.d. × 0.1μm); 柱温采用程序升温, 初温 40℃, 然后以 2℃/min 升至 250℃, 保持 40min; 进样口温度 270℃; 进样量 0.2μL; 载气 He 流量 1mL/min; 分流比 100:1。

质谱条件: 电子轰击电离(EI)离子源; 离子源温度 230℃; 电子能量 70eV; 质量范围 9~600u。

2 “三棱榄”橄榄^[4]

2.1 仪器与试剂

美国 Finnigan TRACE GC-MS 气相色谱-质谱联用仪, 4mL 聚四氟乙烯硅橡胶垫密封螺口玻璃瓶, 100μm 聚二甲基硅氧烷纤维头。

2.2 样品制备

选取广东优良鲜食橄榄品种“三棱榄”, 2001 年 12 月 6 日采样, 采用固相微萃取法(SPME)富集香气成分(鲜橄榄果肉于 15℃ 下捣碎后取样 1.0g 放入 4mL 聚四氟乙烯硅橡胶垫密封螺口玻璃瓶中, 插入 100μm 聚二甲基硅氧烷纤维头于室温 25~30℃ 顶空取样 2h), 用美国 Finnigan TRACE GC-MS 气相色谱-质谱联用仪进行分析。

2.3 分析条件

色谱条件: 气相色谱柱为 DB-1 弹性毛细管柱 30m × 0.25mm, 载气为 He(99.99%), 流速 1.0mL/min。程序升温从 40℃ 开始先保持 10min, 后以 2℃/min 的升温速率升至 150℃ 保持 10min。

质谱条件: 电子能量 70eV, 离子源温度 250℃, 质量范围 35~450amu, 不分流进样。

3 华冠苹果^[5]

3.1 仪器与试剂

TCT-GC-MS 联用仪。其中热脱附型号: CPG-4010PTI/TCT(Chrompack 公司); GC 型号: TraceTM2000GC(CE Instrument 公司); MS 型号: Voyager MS(Finnigan, Thermo-Quest)。Tenax-GR 吸物剂。高纯 N₂ 气。

3.2 样品制备

每品种随机取苹果 3 个, 带果皮取阳面和阴面各数小薄片果肉, 约 22g, 置于和吸物管联结的密闭容器内, 以 20mL/min 高纯 N₂ 气吹 20min, 用 Tenax-GR 吸物剂吸附, 密封保存备用。

作者简介: 王伟, 硕士研究生,

E-mail: Wangwei_1998@stu.snnu.edu.cn

(收稿日期: 2006-06-19 接受日期: 2006-04-10)

3.3 分析条件

TCT: 系统压力 20kPa; 进样口温度 250℃; 冷阱温度为 -120℃ (3min), 脱附温度 250℃ (10min), 冷阱进样时温度 260℃。

GC: JW DB- 5/MS 毛细管柱 (60m × 0.32mm × 0.5μm); 程序升温从 40℃ 开始先保持 3min, 后以 6℃/min 的速率升至 270℃, 保持 5min。

MS: EI 源, 70eV; 质量范围 19~ 430U; I/F 接口温度 250℃, 源温 200℃; 灯丝发射电流 150μA。

4 中华猕猴桃^[6]

4.1 仪器与试剂

美国 HP GC6890/MS5972MSD 气相色谱- 质谱联用仪; HP - INNOWAX30m × 0.25mm × 0.17μm 色谱柱。二氯甲烷, 硫酸钠。

4.2 样品制备

选用中华猕猴桃品种“早鲜”果实。取果汁 350mL, 用 100、60、60mL 的二氯甲烷分别萃取 3 次, 合并有机相, 浓缩至 5mL, 硫酸钠脱水, 浓缩至 1mL, 供 GC- MS 分析。

4.3 分析条件

色谱条件: 进样口温度 250℃; 起始温度 60℃, 保留 3min, 以 6℃/min 升至 240℃, 保留 30min; 载气 He; 检测器温度 280℃。

质谱条件: 电离方式 EI, 电离能量 70eV; 恒压 68.9kPa; 连接杆温度 280℃。

5 悬钩子^[7]

5.1 仪器与试剂

JMC- D300 型 GC/MC 联用仪。

5.2 样品制备

悬钩子果实捣碎后经水蒸汽蒸馏法处理, 收集挥发性成分, 供 GC/MC 分析。

5.3 分析条件

色谱条件: 石英毛细管柱 FFAP(30m × 0.25mm), 载气: 氮气, 入口温度 230℃, 柱温 40℃ 恒温 4min, 以 6℃/min 升至 190℃, 柱流量 1mL/min, 分流比 1:1, 走纸速度 30cm/h。

质谱条件: EI 源, 电子能量 70eV, 加速电压 3kv, 电离电流 300μA, 扫描速度 2S, 扫描质量范围 35~ 350m/Z, GC/MC 接口温度 195℃。

6 玫瑰香葡萄^[8]

6.1 仪器与试剂

美国 Agilent 公司 GC- MC 联用仪, KD 浓缩器, 二氯甲烷。

6.2 样品制备

将 1000g 新鲜玫瑰香葡萄破碎, 置于 1200ml 蒸馏水中, 常压水蒸气蒸馏约 5 小时, 得馏出液 500ml, 馏出液用 150ml 二氯甲烷分 3 次萃取, 合并二氯甲烷萃取液, 用无水硫酸钠干燥脱水, KD 浓缩器浓缩萃取液, 回收二氯甲烷得约 1ml 淡黄色浓缩液, 密封置于冰箱中待测定。

6.3 分析条件

色谱条件: HP- SMS 柱 (30m × 0.25mm × 0.25μm); 程序升

温从 40℃ 开始保持 2min, 后以 5℃/min 升到 150℃, 保持 1min, 再以 5℃/min 升至 250℃, 保持 10min; 载气为 He, 流速 1ml/min, 气化室温度 300℃, 进样量 1μl, 分流比 100:1。

质谱条件: EI 源, 电离电压 70eV, 离子源温度 230℃, 扫描范围 29~ 40amu。

7 桃^[9]

7.1 仪器与试剂

热脱附- 气相色谱- 质谱 (TCT- GC- MS) 联用仪。其中, 热脱附型号: CP4010 PFI/TCT (Chrompack 公司); GC 型号: TraceTM2000GC (CE Instrument); MS 型号: VoyagerMS (Finnigan, Thermo- Quest)。

7.2 样品制备

样品采集装置的采集瓶上装有 Tenax- GR 吸附剂的吸附管, 与流量计连接, 用高纯氮气吹扫待测的桃样品, 流速为 15~ 20mL/min, 吸附 30min 后, 取下吸附管用热脱附- 气相色谱- 质谱 (TCT- GC- MS) 联用仪测定。

7.3 分析条件

TCT: 系统压力 20 kPa; 进样口温度 260℃; 冷阱温度 -120℃, 预冷 3min, 脱附温度 250℃ (10min), 冷阱进样时温度 260℃。

GC: 色谱柱 DB- 5 (60m × 0.32mm × 0.5μm); 程序升温从 40℃ 开始保持 3min, 后以 6℃/min 的速率升至 270℃, 保持 3min, 柱后升温至 280℃, 保持 5min。

MS: EI 源为 70eV; 其质量范围为 19~ 420amu, 接口温度为 250℃, 源温为 200℃; 灯丝发射电流 150μA。

8 结束语

气相色谱- 质谱 (GC- MS) 联用技术是现在分析不同果品香气成分的常用手段, 它在此领域具有广泛的适应性, 但对于不同的果品在样品制备和分析条件上略有差异, 在实际应用中应加以考虑。

参考文献

- [1] 李华. 葡萄与葡萄酒研究进展- 葡萄酒学院年报 [M]. 西安: 陕西人民出版社, 2001: 92~ 95
- [2] 乜兰春, 孙建设, 黄瑞虹. 果实香气形成及其影响因素 [J]. 植物学通报, 2004, 21(5): 631~ 637
- [3] 陈美霞, 陈学森, 程传格. 杏果实香气成分的气相色谱- 质谱分析 [J]. 色谱, 2004, 22(6): 665
- [4] 钟明, 陈玉芬, 甘廉生, 等. “三棱欖” 橄榄果实香气成分分析 [J]. 园艺学报, 2003, (6): 757
- [5] 阎振立, 张顺妮, 张全军, 等. 华冠果实芳香物质成分的 GC/MS 分析 [J]. 果树学报, 2005, 22(3): 198~ 201
- [6] 李华, 涂正顺, 王华, 等. 中华猕猴桃果实香气成分的 GC- MS 分析 [J]. 分析测试学报, 2002, 21(2): 58~ 60
- [7] 李维, 林顾姻, 宋长铤, 等. 悬钩子果实的挥发性成分 [J]. 植物资源与环境, 1997, 6(2): 56~ 57
- [8] 刘波, 孙玉霞, 赵新节, 等. GC- MS 法研究玫瑰香葡萄果实中的香气成分 [J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2005, (2): 4~ 6, 10
- [9] 陈华君, 马焕普, 刘志民, 等. 两种温度条件下早熟桃果实中挥发性物质成分分析 [J]. 植物生理学通讯, 2005, 41(4): 525~ 527