

DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2019.01.009

基于 SPME-GC-MS 与 PCA 的不同萃取头萃取刺梨汁香气成分效果比较

Evaluation of aroma components in *Rosa roxburghii* Tratt juice by SPME-GC-MS and PCA

顾苑婷 彭邦远 丁筑红

GU Yuan-ting PENG Bang-yuan DING Zhu-hong

(贵州大学酿酒与食品工程学院, 贵州 贵阳 550025)

(School of Liquor and Food Engineering, Guizhou University, Guiyang, Guizhou 550025, China)

摘要:为提高刺梨汁香气成分气相色谱分析的准确可靠性,比较不同纤维涂层萃取头萃取刺梨汁香气成分的效果及灵敏度。采用 50/30 μm DVB/CAR/PDMS、75 μm CAR/PDMS、65 μm PDMS/DVB、100 μm PDMS 4 种萃取头进行刺梨汁香气成分的富集和浓缩处理,气质联用仪检测其香气成分,通过主成分分析法,对其香气成分的数量、含量进行比较,建立香气品质评价模型。结果表明,刺梨汁香气成分以酯类、醇类、萜烯类为主,不同萃取头萃取的化合物存在明显差异,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取化合物 59 种,相对含量最多为 93.96%,其中酯类、醇类呈香物质含量最高;65 μm PDMS/DVB 萃取出 38 种化合物,相对含量为 91.19%;100 μm PDMS 萃取出 29 种化合物,相对含量 92.79%;75 μm CAR/PDMS 萃取出 26 种化合物,相对含量 92.08%。在 4 种纤维涂层萃取头中,以 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 为富集刺梨汁香气成分的最佳萃取纤维。

关键词:刺梨汁;顶空固相微萃取;萃取纤维;香气成分;主成分分析

Abstract: We used 50/30 μm DVB/CAR/PDMS, 75 μm CAR/PDMS, 65 μm PDMS/DVB, 100 μm PDMS to enrich and concentrate aroma components of *Rosa roxburghii* Tratt juice for improving the accuracy and reliability of analyzing the aroma components by gas chromatography and comparing the consequence and sensitivity of extracting the aroma components by dif-

ferent fiber coating extractors. The aroma components of *Rosa roxburghii* Tratt juice were detected by GC-MS. We compared the quantity and content of aroma components by principal component analysis (PCA) and established the evaluation model of aroma quality. The results showed that: esters, alcohols, and terpenes were the main aroma components of *Rosa roxburghii* Tratt juice. There were significant differences in the compounds extracted by different extraction heads. Fifty-nine compounds were extracted by 50/30 μm DVB/CAR/PDMS with a relative content up to 93.96%. The contents of esters and alcohols were highest in aromatic materials. Thirty-eight compounds were extracted by 65 μm PDMS/DVB with a relative content of 91.19%; twenty-two compounds were extracted by 100 μm PDMS with a relative content of 92.79%; twenty-six compounds were extracted by 75 μm CAR/PDMS with a relative content of 92.08%. Among the four fiber coating extraction heads, 50/30 μm DVB/CAR/PDMS was the best extraction fiber for the aroma components of the *Rosa roxburghii* Tratt juice.

Keywords: *Rosa roxburghii* Tratt juice; headspace solid phase microextraction; extraction head; Aroma components; principal component analysis

刺梨(*Rosa roxburghii* Tratt)蔷薇科蔷薇属落叶灌木,富含多种功能性成分,如 V_C、超氧化物歧化酶、刺梨黄酮、刺梨多糖等,具有较高营养价值的药食两用植物^[1]。刺梨具有令人愉快的清香优雅香气,其果汁风味物质组成复杂,同时包含滋味物质和气味物质,挥发性香气物质不稳定、易挥发、含量低,在萃取过程中容易发生各种物理化学反应,因此,在固定的萃取技术方法上选择合适的萃取条件十分重要。据文献^[2-5]报道,提取挥发性物质的方法有水蒸气蒸馏法、溶剂萃取法、同时蒸馏法、静态顶空萃取法等,但这些方法都存在一些不足,如

基金项目:贵州省教育厅自然科学研究项目(编号:黔教合 KY 字 [2015366]号);贵州省科技重大专项(编号:黔科合重大专项字[2013]6006)

作者简介:顾苑婷,女,贵州大学在读硕士研究生。

通信作者:丁筑红(1966—),女,贵州大学教授,硕士。

E-mail: gzdxdzh@163.com

收稿日期:2018-09-06

萃取所需有机溶剂有毒且污染环境;静态顶空萃取样品蒸气体积过大,影响色谱柱的分离效能。固相微萃取技术(Solid Phase Micro-extraction, SPME)是一种样品预处理技术,集取样、萃取、浓缩和进样为一体,因操作简单,样品用量少,无需使用溶剂等特点被广泛应用于食品风味研究^[6-8]。SPME 的核心部件是吸附挥发物质的纤维头,不同种类涂层纤维头性能不同,对不同香气挥发物质的萃取效果影响很大,为萃取头选择合适的涂层纤维是进行样品挥发性关键物质分析的首要条件^[9]。近年,研究者^[10-13]利用顶空固相微萃取法对香气成分进行研究,刺梨汁因风味物质组成复杂,不同萃取头对化合物选择性不同,结果有较大差异。因此,在固定的萃取技术方法上选择合适的萃取条件对客观准确检测刺梨汁香气物质十分重要。目前报道^[14]多以挥发性物质的灵敏度及关键共有香气物质含量作为评选最优萃取头的依据。本研究拟采用常用的 4 种固相萃取纤维对刺梨汁香气成分进行富集比较,以检出的化合物种类含量及灵敏度作为选择萃取头的依据,结合主成分分析,建立刺梨汁香气品质评级模型,探讨刺梨汁固相微萃取的萃取条件,为后续刺梨汁香气物质的分析提供科学准确的方法。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

刺梨:贵农 5 号品种,贵州龙里,成熟新鲜无霉烂变质;

氯化钠:分析纯,江川化工有限公司。

1.2 仪器与设备

手动固相微萃取装置:Z118877 型,美国 Supelco 公司;

萃取头:100 μm PDMS(聚二甲基硅氧烷)、75 μm CAR/PDMS(碳分子筛-聚二甲基硅氧烷)、50/30 μm DVB/CAR/PDMS(二乙烯基苯-碳分子筛-聚二甲基硅氧烷)、65 μm PDMS/DVB(聚二甲基硅氧烷-二乙烯基苯),美国 Supelco 公司;

榨汁机:ZZ102 型,顺科电器有限公司;

GC/MS 联用仪:HP6890/5975C 型,美国 Agilent 公司;

色谱柱:HP6890/5975CHP-5MS(5% Phenyl-95% DiMethylpolysiloxane=30 m×0.25 mm×0.25 μm)弹性石英毛细管柱,美国 Agilent 公司;

电子天平:CP114 型,奥豪斯仪器有限公司;

恒温磁力搅拌器:HJ-3 型,釜坛市中大仪器厂;

水浴锅:SB-2000 EYELA 型,爱朗仪器有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 样品的制备 经挑选的刺梨去蒂、清洗、破碎、榨汁,所得果汁经 4 层纱布过滤,备用。

1.3.2 萃取头的老化 将首次使用的萃取头(100 μm PDMS、75 μm CAR/PDMS、50/30 μm DVB/CAR/PDMS、65 μm PDMS/DVB)在气相色谱进样口老化至无杂峰,老化温度及老化时间参考表 1。

表 1 萃取纤维操作参数^[15]

Table 1 Instruction for SPME fibers

萃取纤维头类型	萃取物质类型	膜厚/μm	老化温度/℃	老化时间/h
PDMS(聚二甲基硅氧烷)	挥发性物质	100	250	0.5
PDMS/DVB	挥发性物质,胺类、硝基酚类物质	65	270	0.5
CAR/PDMS	用于气体和小分子量化合物	75	270	1.0
DVB/CAR/PDMS	用于香味物质(挥发性和半挥发性 C ₃ ~C ₂₀ 大范围分析)	50/30	270	1.0

1.3.3 萃取头的选择 取 5 mL 刺梨汁,1.8 g NaCl 于装有磁力搅拌转子的 10 mL 顶空瓶内,立即用 PTFE/硅胶隔垫密封,于 40 °C 磁力搅拌器上搅拌 30 min,将经老化的 4 种萃取头在固定的萃取条件下分别穿过顶空瓶密封垫,插入深度 1 cm,50 °C 吸附 20 min 后,将萃取头立即插入 GC 中解吸 5 min,解析温度 250 °C,同时启动气质联用仪进行分析,重复 2 次。

1.3.4 不同萃取头萃取化合物灵敏度的比较 使用累积峰面积标准化值^[16](Cumulative area normalization value, CANV)对刺梨汁挥发性化合物的萃取灵敏度进行评价,具体计算公式:

$$Av_k =$$

$$\frac{A_{k(DVB/CAR/PDMS)} + A_{k(PDMS/DVB)} + A_{k(CAR/PDMS)} + A_{k(PDMS)}}{4}, \quad (1)$$

$$NA_{k(x)} = \frac{A_{k(x)}}{Av_k}, \quad (2)$$

$$CANV_{k(x)} = \sum_{n=1}^{n=k} NA_{n(x)}, \quad (3)$$

式中:

Av_k ——4 种不同的萃取纤维头萃取化合物 k 时的峰面积的平均值;

$A_{k(x)}$ —— x 萃取纤维头萃取化合物 k 时所得峰面积的绝对值, x 为文中所探讨的 4 种萃取头(100 μm PDMS、75 μm CAR/PDMS、50/30 μm DVB/CAR/PDMS、65 μm PDMS/DVB)中的任意一种:

$NA_{k(x)}$ —— x 萃取纤维萃取化合物 k 的峰面积标准化值;

$CANV_{k(x)}$ —— x 萃取头萃取 n 个化合物累积峰面积标准化值。

相同的保留时间内不同萃取纤维头对同一化合物的萃取也不相同,同一保留时间下,若相同化合物的累积标准化值越大,则认为该萃取纤维头对此化合物的萃取效果越好,灵敏度越高^[17]。

1.3.5 GC-MS 检测条件及定性定量分析

(1) GC 条件:色谱柱 HP6890/5975CHP-5MS 弹性石英毛细管柱,柱温 45 °C(保留 2 min),以 4 °C/min 升温至 220 °C,保持 2 min;汽化室温度 250 °C;载气为高纯 He (99.999%);柱前压 52.54 kPa,载气流量 1.0 mL/min;不分流进样;溶剂延迟时间 1.5 min^[11]。

(2) MS 条件:离子源为 EI 源;离子源温度 230 °C;四极杆温度 150 °C;电子能量 70 eV;发射电流 34.6 μ A;倍增器电压 1 615 V;接口温度 280 °C;质量范围 20 ~ 450 amu^[11]。

将检测到的质谱信息与 NIST 和 Wiley 质谱数据库中已知化合物数据进行匹配,根据匹配度 >70% 原则对鉴定化合物进行选取,并且配合手动检索校对进行定性,结合相关文献资料,初步确认不同萃取头萃取刺梨汁的香气物质;采用峰面积归一法对挥发性成分的含量进行计算。

1.3.6 数据分析 采用 SPSS 17.0 进行主成分分析与相关统计分析,采用 Excel 2010 进行绘图制表。

2 结果与分析

2.1 不同萃取纤维萃取挥发性物质离子流图分析

4 种固相微萃取纤维萃取头对刺梨汁萃取效果离子流图见 1~4。

由图 1~4 可以看出,50/30 μ m DVB/CAR/PDMS 萃取纤维对刺梨汁香气的萃取效果明显优于其他 3 种,

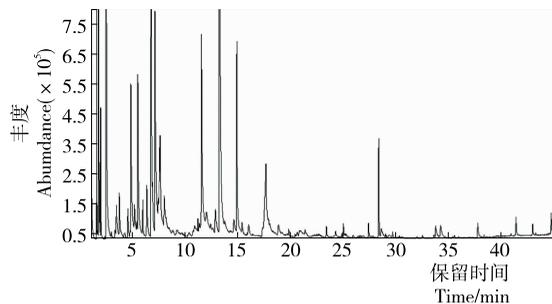


图 1 50/30 μ m DVB/CAR/PDMS 萃取刺梨汁香气总离子流图

Figure 1 50/30 μ m DVB/CAR/PDMS extraction of Total Ion flow Diagram of *Rosa roxburghii* tratt Juice

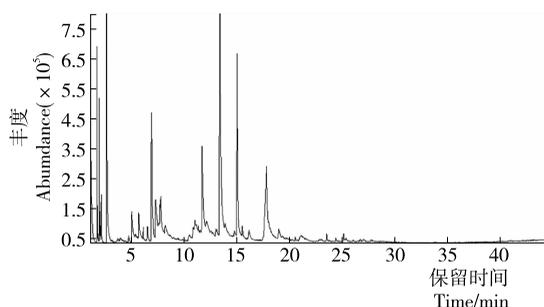


图 2 65 μ m PDMS/DVB 萃取刺梨汁香气总离子流图
Figure 2 65 μ m PDMS/DVB extraction of Total Ion flow Diagram for aroma of *Rosa roxburghii* tratt Juice

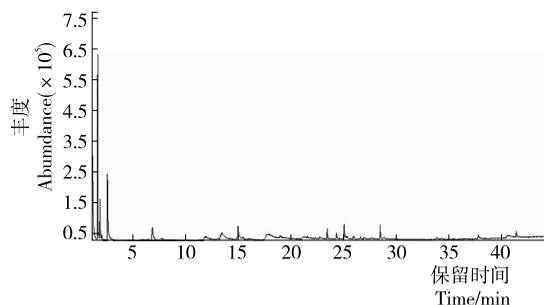


图 3 100 μ m PDMS 萃取刺梨汁香气总离子流图
Figure 3 100 μ m PDMS extraction of Total Ion flow Diagram for aroma of *Rosa roxburghii* tratt Juice

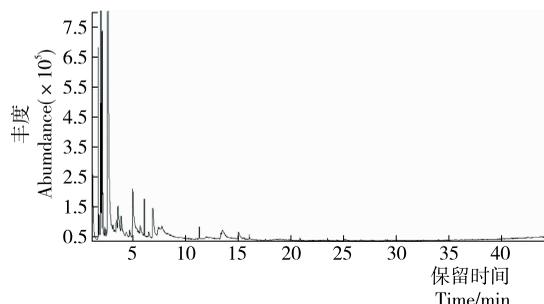


图 4 75 μ m CAR/PDMS 萃取刺梨汁香气总离子流图
Figure 4 75 μ m CAR/PDMS extraction of Total Ion flow Diagram for aroma of *Rosa roxburghii* tratt Juice

对同一样品最大吸附量的数量最多,其原因为 50/30 μ m DVB/CAR/PDMS 兼具 DVB 涂层、CAR 涂层和 PDMS 涂层的优点,其对低沸点物质的萃取灵敏度优于高沸点物质^[18],可吸附挥发性及半挥发性物质^[19]。65 μ m PDMS/DVB 涂层在保留时间 20 min 之前萃取的物质峰均匀尖锐,具有较好的萃取效果,20 min 之后萃取出少量物质且峰面积极少,其主要吸附极性挥发物质^[20],选择性吸附的范围较 50/30 μ m DVB/CAR/PDMS 涂层萃取头窄,因此吸附量相对较少。100 μ m PDMS 涂层萃取头主要吸附非极性挥发物^[21],检测到的物质含量低,种类少,

峰形小,保留时间靠前和靠后的一些物质未能检测出。75 μm CAR/PDMS 涂层萃取头检测到的物质保留时间靠前,峰形较小且连带峰严重,此萃取头对刺梨汁挥发性物质的分离效果较差。可见,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 纤维涂层萃取头对刺梨汁挥发性物质的萃取效果总体上优于其他 3 种萃取头,对选择性不高的化合物具有较低的检测限,可以较为全面反映刺梨汁中的挥发性成分。

2.2 不同萃取头萃取挥发性物质数量与含量比较

分析 4 种萃取头萃取的刺梨汁挥发性成分 SPME-GC-MS 数据见图 5、6。结果说明不同萃取头对刺梨汁的挥发性物质吸附能力有很大差异,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取头检测挥发性物质总峰面积为 6.9413×10^8 ,总相对含量为 93.96%,75 μm CAR/PDMS 的总峰面积为 5.3525×10^8 ,总相对含量为 92.08%,65 μm PDMS/DVB 的总峰面积为 3.1299×10^8 ,总相对含量为 91.19%,100 μm PDMS 的总峰面积为 4.5770×10^7 ,总相对含量为 92.79%。

通过对 4 种萃取纤维所萃取物质的数量、相对含量进行比较分析,可以看出,刺梨香气中含量较高的香气种

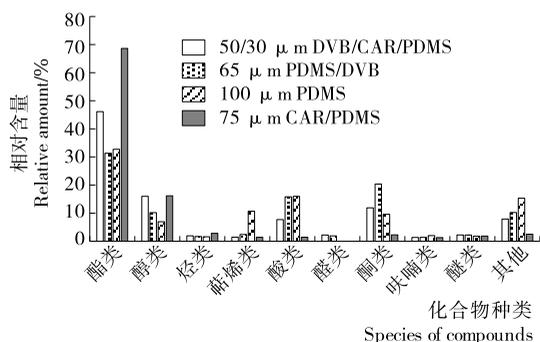


图 5 4 种萃取头萃取刺梨汁香气成分相对含量比较

Figure 5 Comparison of relative contents of aroma components in *Rosa roxburghii* Juice by four kinds of extraction head

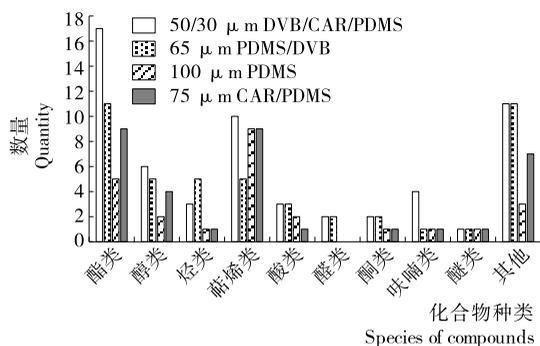


图 6 4 种萃取头萃取刺梨汁香气成分数量比较

Figure 6 Comparison of aroma components in *Rosa roxburghii* Juice by four kinds of extraction head

类依次为酯类、醇类和酮类物质,其中酯类物质数量明显高于其他物质。由图 5、6 可知,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取出的酯类种类最多(17 种),其次是 65 μm PDMS/DVB(11 种)、75 μm CAR/PDMS(9 种),100 μm PDMS(5 种)最少,而从萃取量比较,75 μm CAR/PDMS (68.62%) > 50/30 μm DVB/CAR/PDMS(46.37%) > 100 μm PDMS (32.71%) > 65 μm PDMS/DVB (31.35%)。酯赋予果实花香^[22],呈现出令人愉悦的果香^[23];乙酸乙酯具有果香^[24]、醚香、菠萝香、葡萄香和樱桃香^[25];乙酸丙酯含量虽低,但能起到协调香味的作用,赋予刺梨特殊的感官特性,构成刺梨的重要香气特征。50/30 μm DVB/CAR/PDMS 检测出 4 种独有物质,为异戊酸乙酯、2-羟基异戊酸乙酯、乙酸庚酯、己二酸二异辛酯,且异戊酸乙酯含量较高,带有飘逸的果香。75 μm CAR/PDMS 检测出乙酸乙酯含量(65.17%)远高于 50/30 μm DVB/CAR/PDMS(25.62%),表现出对乙酸乙酯较高敏感性。综合萃取种类考虑,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取酯类成分能力优于其他 3 种。

50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取的醇种类最多,含量仅次于 75 μm CAR/PDMS,且以高级醇为主。醇类通常具有花香味和果味,可平衡刺梨的味道。其中叶醇含量最高,具青草香与茶香^[26],1-辛烯-3-醇带有青草香、水果香、尘土风味^[27]。50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取的酮类物质种类较多,含量较高,2-庚酮含有类似梨的香气^[28]。萜烯类 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取出的数量最多,萜烯类表征果实香气,罗勒烯具有花香与青草香,石竹烯具有温和的丁香味。张丹等^[12]研究认为烯炔类化合物是刺梨重要的呈香物质。综上可以看出,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取效果最好。

2.3 不同萃取头灵敏度的比较

图 7~12 显示了不同萃取头对刺梨各类挥发性化合物的灵敏度。

Tat 等^[29]认为不同萃取头对样品的挥发性物质进行萃取时,累积挥发性物质峰面积越大则表明萃取头的灵敏度越高,灵敏度的高低可能与峰的分离效果有关。

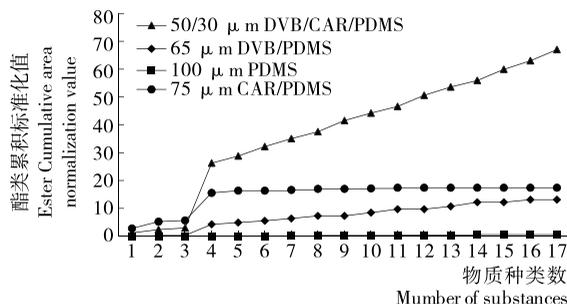


图 7 不同萃取头酯类累积标准化值

Figure 7 CANV of esters by different fibers

50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取酯类、醇类、烃类、萜烯类、醛酮醚类、呋喃及其他类具有最大的 CANV 值,萃取灵敏度高。65 μm PDMS/DVB 萃取酯类、醇类、烃类、萜

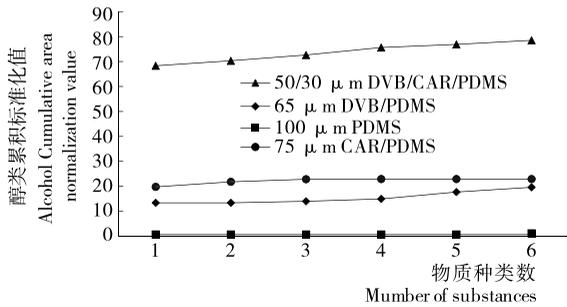


图 8 不同萃取头醇类累积标准化值

Figure 8 CANV of alcohols by different fibers

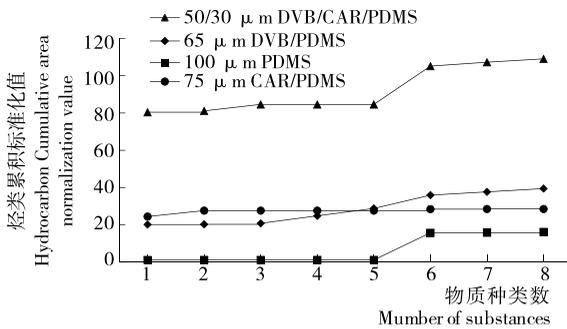


图 9 不同萃取头烃类累积标准化值

Figure 9 CANV of alkanes by different fibers

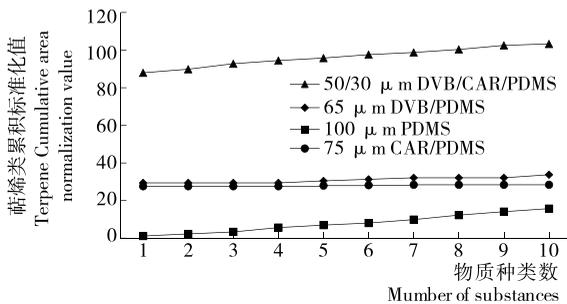


图 10 不同萃取头萜烯类累积标准化值

Figure 10 CANV of terpenes by different fibers

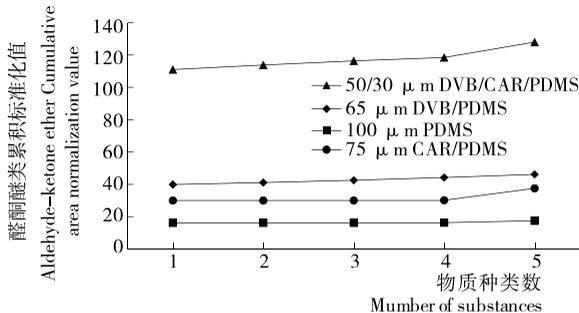


图 11 不同萃取头醛酮醚类累积标准化值

Figure 11 CANV of aldehydes, ketones and aethers by different fibers

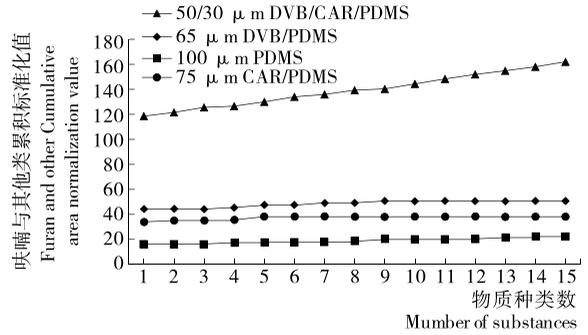


图 12 不同萃取头呋喃类与其他累积标准化值

Figure 12 CANV of furanes and others by different fibers

烯类的 CANV 值呈先增大后平稳再减少趋势,增减波动幅度较小,萃取其他物质的 CANV 值比较稳定;75 μm CAR/PDMS 萃取刺梨汁挥发性成分的 CANV 值平稳而居中,萃取效果不明显;100 μm PDMS 萃取头萃取刺梨汁挥发性成分的 CANV 值最小,说明 100 μm PDMS 萃取头萃取刺梨汁挥发性成分的萃取灵敏度不高,萃取效果总体较差,不适合刺梨汁香气成分的富集与萃取。结合图 5、6 分析,刺梨汁挥发性风味化合物的主要成分为酯类、醇类、酮类、酸类和少量萜烯类物质,其中酯类物质的相对含量占比最高,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取主要香气成分的总峰面积最大,检出物总相对含量最高,对酯类、醇类、酮类等物质的萃取灵敏度最高。因此,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 纤维最适用于刺梨汁香气成分的萃取分析。

2.4 不同萃取头检出物 PCA 分析及风味品质评价模型

利用 SPSS 17.0 软件对 4 种萃取头所萃取刺梨汁挥发性香气成分含量进行主成分分析,选取特征值 >1 的成分为主成分。由表 2 可知,有 2 个主成分,且累计贡献率 96.010%,这 2 个主成分能够充分解释刺梨汁挥发性香气大部分信息。

从表 2、3 可以看出:第 1 主成分的方差贡献率为 70.816%,反映的主要是酯类、醇类、酸类和醚类 4 种风味成分的变异信息,第 1 主成分与酯类、醇类和醚类风味物质呈正相关关系,与酸类呈负相关关系;第 2 主成分的方差贡献率为 25.195%,反映的主要是醛类、酮类和呋喃类化合物 3 种风味成分的变异信息,第 2 主成分与呋喃类化合物呈正相关,与酮类和醚类呈负相关关系。

表 2 2 个主成分的特征值及其贡献率

Table 2 Eigenvalues and contribution rate of the two principal components

主成分	特征值	贡献率/%	累计贡献率/%
1	7.082	70.816	70.816
2	2.519	25.195	96.010

表 3 主成分载荷矩阵

Table 3 Principal component eigenvectors and loading matrix

香气编号	香气成分	第 1 主成分	第 2 主成分
X ₁	酯类	0.932	0.354
X ₂	醇类	0.929	-0.213
X ₃	烃类	0.876	0.433
X ₄	萜烯类	-0.809	0.552
X ₅	酸类	-0.954	-0.251
X ₆	醛类	0.573	-0.783
X ₇	酮类	-0.584	-0.784
X ₈	呋喃类	-0.675	0.735
X ₉	醚类	0.953	0.154
X ₁₀	其他	-0.992	-0.036

以 F_1 (第 1 主成分的得分值) 和 F_2 (第 2 主成分的得分值) 2 个成分来代表原来的 10 类风味成分所表达的信息, 建立刺梨汁挥发性风味成分的评价模型, 得出线性关系式:

$$F_1 = 0.189X_1 + 0.058X_2 + 0.200X_3 + 0.033X_4 - 0.167X_5 - 0.113X_6 - 0.247X_7 + 0.091X_8 + 0.145X_9 - 0.123X_{10}, \quad (4)$$

$$F_2 = -0.039X_1 + 0.145X_2 - 0.069X_3 - 0.245X_4 + 0.003X_5 + 0.301X_6 + 0.206X_7 - 0.293X_8 + 0.028X_9 - 0.069X_{10}. \quad (5)$$

F_1 和 F_2 的得分值越大, 表明萃取头萃取效果越好。利用 SPSS 软件, 得到综合风味品质的评价函数 F 的表达式为: $F = 0.708 2F_1 + 0.252 0F_2$ 。根据所得风味评价综合得分值排序得表 4。

风味评价模型的得分愈高, 刺梨汁香气愈佳, 萃取纤维萃取效果愈好^[2]。由表 4 可知, 综合得分 (F) 最高分为 75 μm CAR/PDMS 萃取头萃取的刺梨汁风味物质, 其次是 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取头所萃取的, 由于 75 μm CAR/PDMS 萃取头单一萃取乙酸乙酯含量最高, 且乙酸乙酯对刺梨风味贡献较大, 占比较高, 导致综合得分值偏高。根据风味品质的综合评价模型, 以第 1 主成分

表 4 标准化后主要成分综合得分

Table 4 The composite scores table of principal components after standardization

萃取头	香气成分质量评价模型评审			
	F_1	F_2	F	排序
75 μm CAR/PDMS	14.35	-0.25	10.10	1
50/30 μm DVB/CAR/PDMS	4.72	2.31	3.93	2
100 μm PDMS	0.23	-2.14	-0.38	3
65 μm DVB/PDMS	-2.21	3.66	-0.64	4

值为横坐标, 第 2 主成分值为纵坐标作分散点图, 由图 13 可知, 4 个萃取头主成分值距离较远, 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取头分布在第 1 主成分与第 2 主成分的正半轴, 75 μm CAR/PDMS 萃取头分布在第 1 主成分的正半轴, 第 2 组成分的负半轴。综合评价, 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取头是萃取刺梨汁最佳选择。

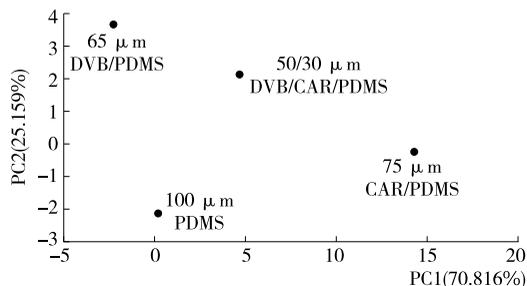


图 13 4 种萃取头第 1 主成分和第 2 主成分得分散点图
Figure 13 Scores of the first principal component and the second group of four extractors

3 结论

(1) 通过 GC-MS 分析, 比较 4 种萃取头 (50/30 μm DVB/CAR/PDMS、75 μm CAR/PDMS、65 μm PDMS/DVB、100 μm PDMS) 萃取刺梨汁香气成分化合物的数量、总峰面积及总相对含量, 得出 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取头检出物的种类及相对含量较优。通过萃取头灵敏度检验发现, 50/30 μm DVB/CAR/PDMS CANV 值最大, 萃取灵敏度高。

(2) 采用主成分分析对刺梨香气成分综合评价可知, 酯类、醇类、酸类和醚类物是影响刺梨汁风味香气成分的主要因素。根据建立的风味评价模型, 计算出不同萃取纤维萃取刺梨汁风味得分综合分析评价, 得出 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取头为刺梨汁挥发性物质分析的最佳萃取头。

本试验对刺梨果汁香气物质萃取条件进行了探索, 有关不同贮藏与水解条件对刺梨汁香气释放与释放机理有待进一步深入研究。

参考文献

[1] CHEN Guang-jing, KAN Jian-quan. Characterization of a novel polysaccharide isolated from *Rosa roxburghii* Tratt fruit and assessment of its antioxidant in vitro and in vivo[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2017, DOI:10.1016/j.ijbiomac.2017.08.160.

[2] 吴彩霞, 刘红丽, 卢素格, 等. 固相微萃取法与水蒸气蒸馏法提取蜘蛛香挥发油成分的比较[J]. 中国药房, 2008(12): 918-920.

[3] 乔宇, 程薇, 王少华, 等. 溶剂萃取法和固相微萃取法分析比较锦橙汁的香气成分[J]. 农产品加工: 创新版, 2010(2):

- 17-21.
- [4] 赵说明, 曹永, 蔡宇, 等. SDE 和 HS-SPME 法与 GC-MS/O 联用分析阳江豆豉的香气活性化合物[J]. 现代食品科技, 2016(5): 264-275.
- [5] SHI Jiang, WANG Li, MA Cheng-ying, et al. Changes of aroma components in black tea made from fresh leaves induced by methyl jasmonate[J]. Journal of Zhejiang University-Science B: Biomedicine & Biotechnology, 2014(4): 313-321.
- [6] 高琦, 张建超, 陈佳男, 等. 基于主成分分析法综合评价四种干燥方式对山药脆片香气品质的影响[J]. 食品科学, 2018, 39(20): 175-181.
- [7] 席嘉佩, 詹萍, 田洪磊, 等. 基于 SPME-GC-MS 和 PCA 的不同萃取头对新疆烤羊肉香气成分萃取效果比较[J]. 食品科学, 2018, 39(10): 234-241.
- [8] 李宝丽, 邓建玲, 蔡欣, 等. 顶空固相微萃取-气质联用结合主成分分析研究纯葡萄汁的香气成分[J]. 中国食品学报, 2016, 16(4): 258-270.
- [9] XU Chang-hua, CHEN Guo-sheng, XIONG Zhen-hai, et al. Applications of solid-phase microextraction in food analysis[J]. TrAC Trends in Analytical Chemistry, 2016, 80(6): 12-29.
- [10] 周志, 徐永霞, 胡昊, 等. 顶空固相微萃取和同时蒸馏萃取应用于 GC-MS 分析野生刺梨汁挥发性成分的比较研究[J]. 食品科学, 2011, 32(16): 279-282.
- [11] 彭邦远, 张洪礼, 孙小静, 等. 热处理刺梨汁香气物质的 SPME-GC-MS 检测与主成分分析[J]. 食品科学, 2018, 39(6): 230-236.
- [12] 张丹, 韦广鑫, 王文, 等. 安顺普定刺梨与无籽刺梨营养成分及香气物质比较研究[J]. 食品工业科技, 2016, 37(12): 149-154, 177.
- [13] 付慧晓, 王道平, 黄丽荣, 等. 刺梨和无籽刺梨挥发性香气成分分析[J]. 精细化工, 2012, 29(9): 875-878.
- [14] DEUSSING Guido. 顶空技术探究——不断提高分析灵敏度的顶空技术[J]. 实验与分析, 2013(2): 48-50.
- [15] ANGELIKA Z, ERWIN W, HENRYK H, et al. Differentiation of wines according to grape variety and geographical origin based on volatiles profiling using SPME-MS and SPME-GC/MS methods[J]. Food Chemistry, 2016, DOI: 10.1016/j.foodchem.2016.06.120.
- [16] TARA T, PIERGIORGIO C, IVA S, et al. Optimization of wine head-space analysis by solid-phase microextraction capillary gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection[J]. Food Chemistry, 2005, 93: 361-369.
- [17] 刘非, 杜丽平, 肖冬光. 酱油挥发性成分固相微萃取条件的优化[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(7): 70-75.
- [18] KORTESSERRANO De la Hoz, MARIA Rosario Salinas, ALESSANDRA Ferrandinob. Different coatings for the HS-SBSE grape volatile analysis in model solution: Preliminary results[J]. Food Chemistry, 2016, 212(12): 814-820.
- [19] 卢静茹, 林向阳, 张如, 等. HS-SPME-GC-MS 联用分析美国巴旦木香气成分[J]. 食品科学, 2015, 36(2): 120-125.
- [20] 钟海雁, 黄永辉, 龙奇志, 等. SPME 萃取头对茶油挥发物萃取效果的影响[J]. 中国粮油学报, 2008(4): 143-148.
- [21] 刘敬科, 张爱霞, 李少辉, 等. 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法测定小米黄酒风味成分[J]. 色谱, 2017, 35(11): 184-191.
- [22] WANG Yi-ju, YANG Chun-xiang, LI Shao-hua, et al. Volatile characteristics of 50 peaches and nectarines evaluated by HP-SPME with GC-MS[J]. Food Chemistry, 2009, DOI:10.1016/j.foodchem.2009.02.004.
- [23] SUMITANI H, SUEKANE S, NAKATANI A, et al. Changes in composition of volatile compounds in high pressure treated peach[R]. Toyo Junior College of Food Technology and Toyo Institute of Food Technology, 1996, 42(3): 77-89.
- [24] KANG Wen-huai, LI Yan, XU Yan, et al. Characterization of aroma compounds in Chinese bayberry (Myricarubra sieb. et Zuce.) by gas chromatography Mass spectrometry (GC-MS) and olfactometry (GC-O)[J]. J Food Sci, 2012, 77(10): 1030-1035.
- [25] 周立华, 牟德华, 李艳. 7 种小浆果香气物质的 GC-MS 检测与主成分分析[J]. 食品科学, 2017, 38(2): 184-190.
- [26] 周志, 马琼, 朱玉昌, 等. GC-O-MS 法分析野生刺梨汁游离态和 O-糖苷键合态香气活性物质[J]. 食品科学, 2015, 36(22): 80-84.
- [27] 范文来, 徐岩. 白酒 79 个风味化合物嗅觉阈值测定[J]. 酿酒, 2011(6): 80-84.
- [28] PANG Xue-li, GUO Xing-feng, QIN Zi-han, et al. Identification of aroma-active compounds in jiashi muskmelon juice by GC-O-MS and OAV calculation[J]. J Agr Food Chem, 2012, 60(17): 4179-4185.
- [29] TAT L, COMUZZO P, STOLFO I, et al. Optimization of wine headspace analysis by solid-phase microextraction capillary gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection[J]. Food Chemistry, 2005, 93(2): 361-369.