

# SPME 结合 GC×GC-qMS 定性分析榴莲果实中的风味物质

GCMS-186

**摘要：**采用顶空固相微萃取富集，全二维气相色谱质谱联用法（GC×GC-qMS）测定榴莲果实中的风味物质，从中鉴定出 147 种组分。结果表明，酯类、醇类、醛类化合物和含硫化合物为榴莲香气的主要成分。

**关键词：**全二维气相色谱质谱联用法 顶空固相微萃取 榴莲 定性分析

榴莲，属木棉科热带落叶乔木。榴莲果肉呈淡黄色，粘性多汁，酸软味甜，似有雪糕味道，其气味浓烈。人们对其味道存在争议：爱吃榴莲的人赞美它滑似奶膏，齿颊留香。不爱吃榴莲的人，闻其令人不愉快的烂洋葱味，远远避之。

全二维气相色谱（GC×GC）是 20 世纪 90 年代发展起来的一种分离复杂混合物的全新手段，它把分离机理不同而又相互独立的两根色谱柱通过调制器以串联方

式连接成二维气相色谱柱系统。全二维气相色谱比普通一维气相色谱具有分辨率更高、峰容量大、灵敏度好、分析速度快等优点。

本文利用顶空固相微萃取富集，岛津全二维气相色谱质谱联用仪进行分析榴莲中的香味成分，从中鉴定出 147 种物质。定性结果表明，短链脂肪酸酯类具有较浓郁的水果味，为香味的主要成分；而榴莲中的含硫化合物则会产生特殊气味。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津全二维气相色谱质谱联用仪

GCMS-QP2010 Ultra（GC×GC-qMS），配 AOC-5000 Plus 自动进样器

### 1.2 分析条件

SPME 条件

萃取头：75 $\mu$ m Carboxen<sup>TM</sup>-PDMS

萃取温度：40 $^{\circ}$ C

萃取时间：30 min

解析时间：2 min

GC 条件

色谱柱一：InertCap Pure Wax(30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu$ m)

色谱柱二：BPX-1 (2.5 m  $\times$  0.1 mm  $\times$  0.1  $\mu$ m)

柱温程序：50 $^{\circ}$ C (2 min)\_2 $^{\circ}$ C /min\_180 $^{\circ}$ C (10 min)

\_20 $^{\circ}$ C /min\_240 $^{\circ}$ C (20 min)

载气：He

载气控制方式：恒压 270 kPa

进样口温度：240 $^{\circ}$ C

调制周期：4 sec

进样方式：分流进样，分流比 30:1

MS 条件

离子化方式：EI

离子源温度：200 $^{\circ}$ C

色谱 - 质谱接口温度：230 $^{\circ}$ C

溶剂延迟时间：2 min

采集方式：全扫描 Scan

质量范围：33~325 amu

采样频率：50 Hz

## 结果讨论

### 2.1 色谱图

本实验色谱柱一采用 InertCap Pure wax(30 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.25  $\mu$ m)，色谱柱二采用了 BPX-1 (2.5 m  $\times$  0.1 mm  $\times$  0.1  $\mu$ m)，因此，分析物能够在该系统上按照极性和沸点正交分离。

采用 GC-Image 软件绘制样品的 GC×GC 二维轮廓图如图 1 所示。其中，横坐标为色谱柱一的保留时间，单位为分钟；纵坐标为色谱柱二的保留时间，单位为秒。每一个组分对应一 Blob，Blob 的颜色越深，该组分的浓度越高。

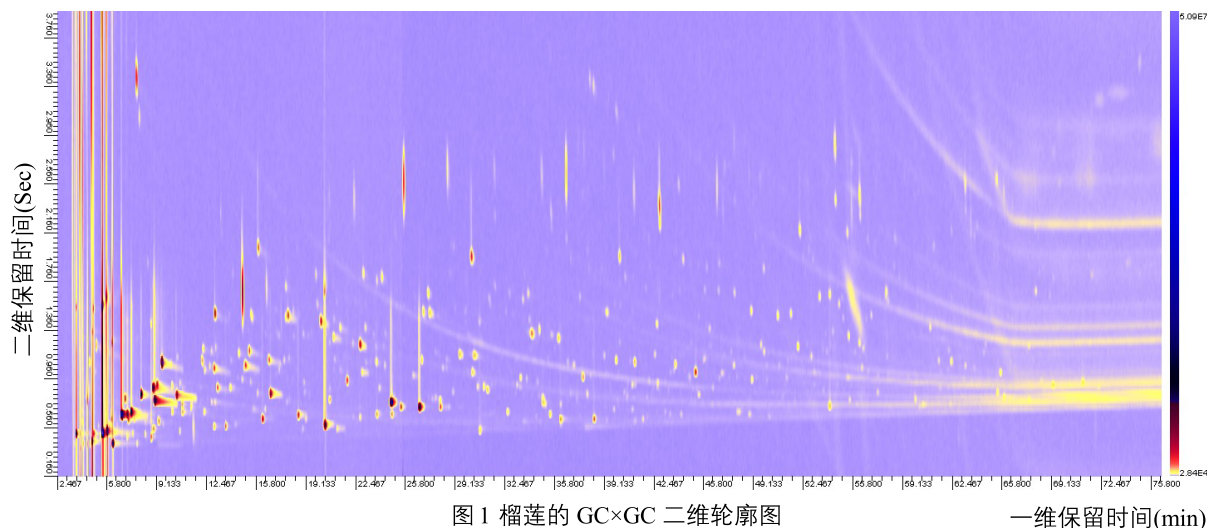


图1 榴莲的 GC×GC 二维轮廓图

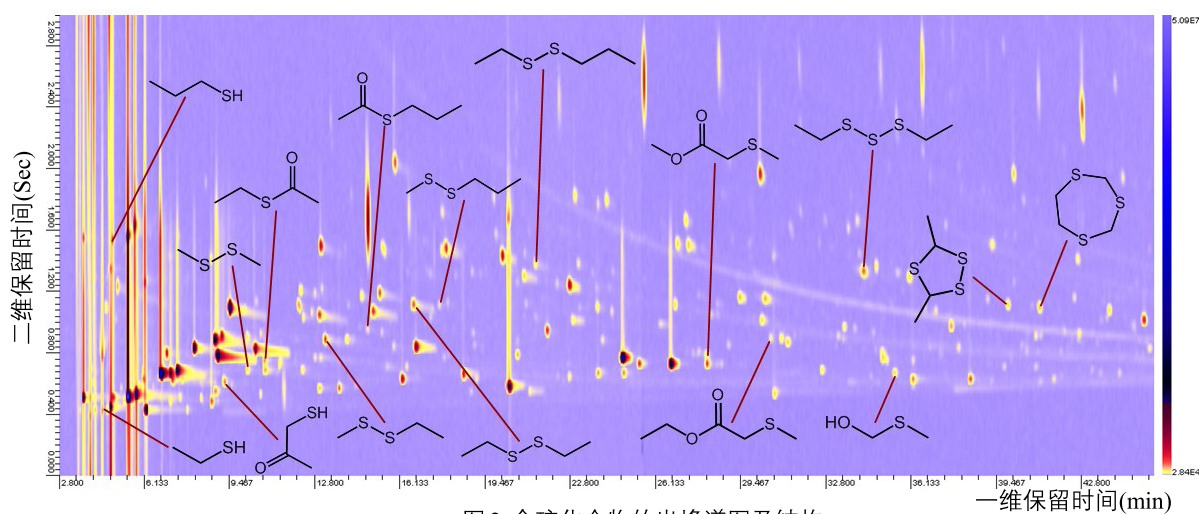


图2 含硫化合物的出峰谱图及结构

## 2.2 定性检索结果

通过计算，共有 858 个组分的信噪比大于 100，结合 NIST 11 标准质谱库，对每个峰进行谱库检索，共有 147 个峰被定性识别（正相检索相似度大于 800，反相检索相似度大于 850）。其主要成分为酯类、醇类、醛类和含硫化合物，具体结果如表 1 所示。

表 1 某榴莲果实的定性检索结果

No.	化合物分类	定性组分数 (个)
1	醇类化合物	27
2	醚类化合物	3
3	醛类化合物	18
4	缩醛类化合物	2
5	酮类化合物	5
6	酯类化合物	53
7	羧酸类化合物	7
8	含硫化合物	16
9	其他化合物	16
	合计	147

## ■ 结论

本文建立了顶空固相微萃取富集，全二维气相色谱质谱联用法测定榴莲中风味物质的分析方法。通过对照 Nist11 标准谱库，共有 147 种组分被定性出。结果表明，短链脂肪酸酯类化合物为榴莲果实的主要香味成分，而大量含硫化合物则是引起榴莲散发特殊气味的主要原因。