

邱珊莲,李海明,张少平,等. 炉温和平衡时间对 HS-GC-MS 分析戴云山羊肉挥发性物质的影响[J]. 江苏农业科学,2021,49(17):166-171.  
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2021.17.030

# 炉温和平衡时间对 HS-GC-MS 分析戴云山羊肉挥发性物质的影响

邱珊莲,李海明,张少平,吴水金,林宝妹,郑开斌

(福建省农业科学院亚热带农业研究所,福建漳州 363005)

**摘要:**顶空条件是影响顶空(HS)-气相色谱-质谱联用(GC-MS)分析结果的重要因素,炉温和平衡时间是顶空条件设置中最主要的2个因素,为确定福建戴云山羊肉挥发性风味成分检测的最佳顶空条件,分析了炉温和平衡时间对GC-MS检测羊肉挥发性风味成分的影响。结果表明,羊肉挥发性物质总峰面积和种类数随炉温升高而明显增加,醛类物质含量总体上随炉温升高而降低,醇类、烃类等其余物质含量总体上随炉温升高而升高。120℃炉温条件下随着平衡时间的延长,检出的挥发性物质总峰面积和种类数明显上升,但平衡时间达到40 min时,检出的成分种类数保持稳定,且醛类、呋喃类等各大类物质成分含量相对稳定。

**关键词:**炉温;平衡时间;HS-GC-MS;羊肉;挥发性风味成分

**中图分类号:** TS251.5<sup>+</sup>3 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2021)17-0166-05

戴云山羊是福建省地方肉用山羊优良品种,具有悠久的养殖历史,其纯种羊主要在戴云山脉一带的德化、永春、大田、尤溪等地<sup>[1]</sup>。戴云山羊属中小体型肉用山羊,性情敏捷伶俐<sup>[2]</sup>,毛色全黑、个体适中、体躯结实、四肢强健、耐粗饲、适应性广、抗病力强,尤以早熟、繁殖率高、膻味较轻和肉质鲜美而深受广大消费者喜爱<sup>[3]</sup>。

目前,国内对戴云山羊的报道多集中于饲养管理、资源调查、品种保护、生产性能等方面<sup>[2-5]</sup>,而对戴云山羊肉风味成分的报道极少。顶空(HS)-气相色谱-质谱联用(GC-MS)是常用于挥发性物质测定的一种重要检测方法,将具有挥发性的样品置于顶空瓶中,保持恒定温度,使其上部(顶空)的气体与样品中的组分达到平衡,抽取上部气体进行GC-MS分析。顶空进样过程中炉温、平衡时间是影响检测结果的主要因素,本研究通过单因素试验分别研究了不同炉温和平衡时间条件下戴云山羊肉的挥发性风味成分,旨在确定最佳顶空条件下

羊肉挥发性风味物质的组成,为挖掘戴云山羊的资源优势和合理利用提供理论依据。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料、试剂与仪器

福建戴云山羊,90日龄断奶后采用“白天放牧、晚上补饲”的舍养结合放养的方式进行养殖,饲养至12月龄屠宰。

氮气、氦气、氩气(纯度 $\geq 99.999\%$ ,漳州市新兴气体有限公司)。

TriPlus 300 顶空自动进样器(美国赛默飞公司)、Trace1300-TSQ 9000 气质联用仪(美国赛默飞公司)、JYS-M01 粉碎机(济南九阳股份有限公司)。

### 1.2 试验方法

**1.2.1 样品制备** 福建黑山羊禁食24 h后屠宰,颈静脉放血致死,取背长肌,放置在4℃冰箱内排酸24 h,在沸水中煮30 min,冷却后取中心部位羊肉,用粉碎机绞碎后称取5 g,放入20 mL顶空瓶中,封口密闭。将密封的顶空瓶放入自动进样器等待进样。

**1.2.2 气相色谱-质谱分析条件** 炉温:70、90、100、120℃,平衡时间均为120 min。

平衡时间:5、20、40、60、120 min,炉温均为120℃。

收稿日期:2021-02-03

基金项目:福建省农业科学院创新团队项目(编号:STTT2017-2-11)。

作者简介:邱珊莲(1979—),女,福建武平人,博士,副研究员,主要从事农产品加工研究。E-mail:slqiu79@163.com。

通信作者:郑开斌,博士,研究员,主要从事农产品加工研究。  
E-mail:kaibin118@163.com。

气相色谱分析条件:色谱柱,TG-5SILMS,30 m × 0.25 mm × 0.25 μm 石英毛细管柱;升温程序:起始温度 40 ℃,保持 4 min,然后以 6 ℃/min 升温到 160 ℃,再以 10 ℃/min 升温到 210 ℃,保持 6 min;进样量 1 000 μL,载气为 He,体积流量 1.2 mL/min,不分流。

质谱条件:电离方式为 EI,离子源温度 280 ℃,接口温度 250 ℃。扫描质量范围为 30 ~ 550 amu。

1.2.3 挥发性风味成分分析 各组分质谱经 NIST 检索,再结合文献进行人工谱图分析以确定各化学成分,采用峰面积归一法计算各成分相对百分含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 炉温对 HS-GC-MS 分析羊肉挥发性风味成分的影响

随炉温的增高,气质联用仪检测到的山羊挥发性风味成分组成及其含量发生明显变化,由表 1、表 2、表 4 可知,总峰面积和成分种类数随炉温升高而明显增加,醛类物质相对含量总体上随炉温升高而降低,醇类等其余物质含量总体上随炉温升高而升高,且高炉温条件下检测到的成分均涵盖低炉温检出成分。70 ℃ 炉温条件下检测出包含醛类、醇类和呋喃类等 3 类在内的共 7 种化合物,主要成分为醛类物质,含 5 种成分,相对含量达 93.03%,其中,正己醛含量最高,为 70.94%,其次为庚醛(8.76%)和壬醛(6.77%);醇类和呋喃类物质各占 1.69% 和 1.11%。90 ℃ 炉温条件下检测出包含醛类、醇类、呋喃类、烃类、酯类和酮类等 6 类在内的共 17 种化合物,主要成分仍为醛类物质,含 7 种成分,总含量为 81.36%,其中,正己醛含量为 47.74%、正辛醛 10.82%、壬醛 10.70%、庚醛 9.52%;呋喃类物质含量次于醛类,为 7.85%,再次为醇类,含量 3.62%。100 ℃ 炉温条件下与 90 ℃ 炉温相似,共检测出包含醛类、醇类、呋喃类、烃类、酯类和酮类等 6 类物质,且各大类物质含量与 90 ℃ 炉温条件下差异不大,但总峰面积和总成分个数急剧增加,检出 27 种挥发性风味成分,醛类和呋喃类物质种类数均翻倍增加,分别增至 14 种和 4 种,正己醛含量为 39.18%、正辛醛 13.63%、壬醛 13.33%、庚醛 11.49%。120 ℃ 炉温条件下检测出包含醛类、醇类、呋喃类、烃类、酯类、酮类和酸类等 7 类在内的共 35 种化合物,醛类物质 16 种,含量为 59.73%,其中含量最高的为壬醛(16.87%),其次为正辛醛(12.70%),再次为

正己醛(7.88%)和十六醛(7.48%);醇类物质 8 种,含量为 7.08%,其中正戊醇含量最高,占 3.20%;呋喃类物质 4 种,含量 18.88%,以 2-正戊基呋喃(12.48%)为主;烃类、酯类、酮类和酸类物质含量均小于 5%。

### 2.2 平衡时间对 HS-GC-MS 分析羊肉挥发性风味成分的影响

平衡时间对 HS-GC-MS 分析羊肉挥发性风味成分有重要的影响,由表 1、表 3、表 4 可知,120 ℃ 炉温条件下,5 ~ 20 min 范围内,随着平衡时间的延长,挥发性物质总峰面积和种类数急剧增加,但平衡时间达到 20 min 时,总峰面积上升幅度变缓,平衡时间达到 40 min 时,检出的成分种类数保持稳定,且各大类物质成分含量相对稳定,平衡时间为 5 min 时,检测出包含醛类、醇类、呋喃类、酯类和酮类等 5 类在内的共 11 种化合物,醛类物质含 6 种成分,相对含量最高,占 59.19%,其中,正己醛含量为 26.25%、正辛醛 11.16%、壬醛 10.82%、庚醛 5.87%;呋喃类和酮类含量接近,分别为 11.44% 和 11.46%,分别由 2-正戊基呋喃和羟基丙酮单一成分组成;醇类物质含量 3.41%,由单一成分正戊醇组成。平衡时间为 20 min 时,总峰面积增加幅度开始趋缓,检测出包含醛类、醇类、呋喃类、烃类、酯类、酮类和酸类等 7 类在内的共 32 种化合物,醛类成分增加 9 种,醇类增加 5 种,呋喃类增加 3 种,酯类和酮类各增加 1 种,新增烃类和酸类物质;醛类物质含量为 61.69%,其中含量最高的为壬醛(17.80%),其次为正辛醛(13.24%),再次为正己醛(9.37%);呋喃类物质含量为 13.01%,主成分仍是 2-正戊基呋喃(8.88%),醇类物质含量为 7.08%,主要成分为正戊醇(3.28%),酸类物质含量 6.97%,由单一成分乙酸组成。平衡时间为

表 1 不同炉温和平衡时间条件下羊肉挥发性风味物质总峰面积

处理	总峰面积(×10 <sup>6</sup> )
70 ℃	2.7
90 ℃	8.0
100 ℃	21.3
120 ℃	28.7
5 min	1.6
20 min	16.7
40 min	17.2
60 min	20.7
120 min	28.7

表 2 炉温对气质联用法检测羊肉挥发性风味物质的影响

类别	保留时间 (min)	化合物名称	化学式	相对含量(%)			
				70 ℃	90 ℃	100 ℃	120 ℃
醛类	3.709	反式-2-甲基-2-丁烯醛 [2-butenal, 2-methyl-, (E)—]	C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O	—	1.70	1.52	0.46
	5.188	正己醛 (hexanal)	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	70.94	47.74	39.18	7.88
	8.266	庚醛 (heptanal)	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	8.76	9.52	11.49	5.07
	10.037	苯甲醛 (benzaldehyde)	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O	1.12	2.17	2.22	5.26
	11.315	正辛醛 (octanal)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	5.44	10.82	13.63	12.70
	12.079	5-乙基环戊-1-烯-1-乙醛 (5-ethylcyclopent-1-enecarboxaldehyde)	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O	—	—	0.26	0.24
	12.867	反式-2-辛烯醛 [2-octenal, (E)—]	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O	—	—	0.26	0.21
	13.763	反,反-2,4-癸二烯醛 [2,4-decadienal, (E,E)—]	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	—	—	0.16	1.55
	14.132	壬醛 (nonanal)	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	6.77	10.70	13.33	16.87
	14.236	13-十四碳烯醛 (13-tetradecenal)	C <sub>14</sub> H <sub>26</sub> O	—	—	—	0.42
	15.570	(E)-壬-6-烯醛 [6-nonenal, (E)—]	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> O	—	—	0.35	0.41
	16.727	癸醛 (decanal)	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	—	—	0.14	0.52
	18.076	(Z)-癸-2-烯醛 [2-decenal, (Z)—]	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	—	—	0.64	0.57
	19.142	十一醛 (undecanal)	C <sub>11</sub> H <sub>22</sub> O	—	—	—	0.22
	20.416	2-十一烯醛 (2-undecenal)	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O	—	—	0.36	0.33
	28.331	十六醛 (hexadecanal)	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O	—	0.41	0.59	7.48
醇类	4.349	正戊醇 (1-pentanol)	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O	1.69	2.08	2.17	3.20
	7.324	正己醇 (1-hexanol)	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O	—	—	0.59	1.08
	8.484	2-亚甲基环己烷-1-醇 (2-methylenecyclo-hexanol)	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O	—	0.46	0.40	0.34
	10.667	1-辛烯-3-醇 (1-octen-3-ol)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	—	1.08	0.92	1.61
	12.271	顺-5-辛烯-1-醇 [5-octen-1-ol, (Z)—]	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	—	—	—	0.20
	13.521	1-金刚烷醇 (1-adamantanol)	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	—	—	—	0.18
	25.440	(E)-2-十四碳烯-1-醇 (E-2-tetradecen-1-ol)	—	—	—	—	0.14
	26.996	(Z)6-十五碳烯-1-醇 [(Z)6-pentadecen-1-ol]	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub> O	—	—	—	0.33
呋喃类	10.942	2-正戊基呋喃 (furan, 2-pentyl—)	C <sub>9</sub> H <sub>14</sub> O	1.11	7.53	6.52	12.48
	11.194	(E)-2-(2-戊烯基)呋喃 [trans-2-(2-pentenyl)furan]	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	—	0.32	0.41	1.51
	16.379	2-正庚基呋喃 (2-n-heptylfuran)	C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> O	—	—	0.16	1.85
	18.810	2-正辛基呋喃 (2-n-octylfuran)	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O	—	—	0.25	3.04
烃类	4.272	(3E)-3-丙-2-烯亚基环丁烯 (cyclobutene, 2-propenylidene—)	C <sub>7</sub> H <sub>8</sub>	—	0.86	0.65	—
	13.236	戊基环丙烷 (cyclopropane, pentyl—)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub>	—	0.47	1.05	4.12
	14.588	(3-甲基丁基)环戊烷 [cyclopentane, (3-methylbutylidene)—]	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub>	—	—	—	0.12
酯类	4.942	焦磷酸二异辛酯 (diphosphoric acid, diisooctyl ester)	C <sub>16</sub> H <sub>36</sub> O <sub>7</sub> P <sub>2</sub>	—	0.61	0.47	—
	8.994	γ-丁内酯 (butyrolactone)	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	—	—	—	0.27
	10.382	甲酸庚酯 (formic acid, heptyl ester)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	—	0.53	1.33	3.88
酮类	4.037	羟基丙酮 (2-propanone, 1-hydroxy—)	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	—	—	—	0.17
	7.907	2-庚酮 (2-heptanone)	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	—	0.87	0.63	1.38
酸类	3.464	乙酸 (acetic acid)	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	—	—	—	2.86

40 min 以上时,均检测出包含醛类、醇类、呋喃类、烃类、酯类、酮类和酸类等 7 类在内的共 35 种化合物,成分总数不再增加,且各大类物质含量较为稳定,个别成分含量存在较明显差异,如十六醛;醛类物质含量保持在 60.19% ~65.63%,均以壬醛含量

最高;呋喃类物质含量保持在 14.79% ~18.88%,均以 2-正戊基呋喃为主;醇类物质保持在 5.60% ~7.89%,均以正戊醇为主。烃类、酯类、酮类和酸类物质含量均小于 5%。

表 3 平衡时间对气质联用法检测羊肉挥发性风味物质的影响

类别	保留时间 (min)	化合物名称	化学式	相对含量(%)				
				5 min	20 min	40 min	60 min	120 min
醛类	3.705	反式-2-甲基-2-丁烯醛 [2-butenal, 2-methyl-, (E)—]	C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O	0	0.65	0.70	0.74	0.46
	5.177	正己醛 (hexanal)	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	26.25	9.37	6.34	10.96	7.88
	8.256	庚醛 (heptanal)	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	5.87	5.74	4.34	6.78	5.07
	10.020	苯甲醛 (benzaldehyde)	C <sub>7</sub> H <sub>6</sub> O	3.30	4.92	5.76	3.99	5.26
	11.301	正辛醛 (octanal)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	11.16	13.24	10.58	14.71	12.70
	12.062	5-乙基环戊-1-烯-1-乙 (5-ethylcyclopent-1-enecarboxaldehyde)	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O	—	0.36	0.20	0.38	0.24
	12.850	反式-2-辛烯醛 [2-octenal, (E)—]	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O	—	0.25	0.22	0.29	0.21
	13.749	反,反-2,4-癸二烯醛 [2,4-decadienal, (E,E)—]	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	—	0.79	1.54	0.75	1.55
	14.118	壬醛 (nonanal)	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	10.82	17.80	15.20	18.08	16.87
	14.198	13-十四碳烯醛 (13-tetradecenal)	C <sub>14</sub> H <sub>26</sub> O	—	0.37	—	0.45	0.42
	15.560	(E)-壬-6-烯醛 [6-nonenal, (E)—]	C <sub>9</sub> H <sub>16</sub> O	—	0.50	0.24	0.50	0.41
	16.714	癸醛 (decanal)	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	—	0.47	0.53	0.46	0.52
	18.062	(Z)-癸-2-烯醛 [2-decenal, (Z)—]	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	—	1.25	0.50	1.34	0.57
	19.135	十一醛 (undecanal)	C <sub>11</sub> H <sub>22</sub> O	—	—	0.24	0.17	0.22
	20.403	2-十一烯醛 (2-undecenal)	C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O	—	0.79	0.29	0.89	0.33
	28.260	十八烷醛 (octadecanal)	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O	—	—	1.32	—	—
	28.320	十六醛 (hexadecanal)	C <sub>16</sub> H <sub>32</sub> O	1.79	5.19	12.13	4.01	7.48
	30.561	(Z)-十八碳-9-烯醛 [9-octadecenal, (Z)—]	C <sub>18</sub> H <sub>34</sub> O	—	—	0.42	1.13	—
醇类	4.342	正戊醇 (1-pentanol)	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> O	3.41	3.28	3.11	2.56	3.20
	6.025	(2R,3R)-(—)-2,3-丁二醇 (2,3-butanediol, [R*, R*])—)	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> O <sub>2</sub>	—	0.43	—	—	—
	7.313	正己醇 (1-hexanol)	C <sub>6</sub> H <sub>14</sub> O	—	1.18	1.13	0.88	1.08
	8.474	2-亚甲基环己烷-1-醇 (2-methylenecyclohexanol)	C <sub>7</sub> H <sub>12</sub> O	—	0.40	0.31	0.37	0.34
	10.654	1-辛烯-3-醇 (1-octen-3-ol)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	—	1.54	1.64	1.29	1.61
	12.260	顺-5-辛烯-1-醇 [5-octen-1-ol, (Z)—]	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	—	—	0.25	—	0.20
	13.521	1-金刚烷醇 (1-adamantanol)	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	—	—	—	—	0.18
	17.079	7-十六-1-醇 (7-hexadecyn-1-ol)	C <sub>16</sub> H <sub>30</sub> O	—	—	—	0.15	—
	25.433	(E)-2-十四碳烯-1-醇 (E-2-tetradecen-1-ol)	—	—	—	0.20	0.11	0.14
	26.986	(Z)6-十五烯-1-醇 [(Z)6-pentadecen-1-ol]	C <sub>15</sub> H <sub>30</sub> O	—	0.25	0.57	0.24	0.33
呋喃类	30.936	Z-2-十八碳烯-1-醇 (Z-2-octadecen-1-ol)	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O	—	—	0.68	—	—
	10.925	2-正戊基呋喃 (furan, 2-pentyl—)	C <sub>9</sub> H <sub>14</sub> O	11.44	8.88	10.15	10.86	12.48
	11.177	(E)-2-(2-戊烯基)呋喃 [trans-2-(2-pentenyl)furan]	C <sub>9</sub> H <sub>12</sub> O	—	1.01	1.22	1.16	1.51
	16.365	2-正庚基呋喃 (2-n-heptylfuran)	C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> O	—	1.06	2.05	0.97	1.85
	18.799	2-正辛基呋喃 (2-n-octylfuran)	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O	—	2.06	3.37	1.80	3.04
烃类	13.222	戊基环丙烷 (cyclopropane, pentyl—)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub>	—	3.59	4.65	2.96	4.12
	14.580	(3-甲基丁基)环戊烷 [cyclopentane, (3-methylbutylidene)—]	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub>	—	—	—	0.16	0.12
	23.334	2,6,10-三甲基十四烷 (tetradecane, 2,6,10-trimethyl—)	C <sub>17</sub> H <sub>36</sub>	—	—	0.16	—	—
酯类	9.037	γ-丁内酯 (butyrolactone)	C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	2.38	0.26	0.32	0.15	0.27
	10.369	甲酸庚酯 (formic acid, heptyl ester)	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	2.21	3.56	4.21	2.93	3.88
	17.786	5-甲基-2-(1-甲基乙烯基)-4-己烯-1-醇乙酸酯 [4-hexen-1-ol, 5-methyl-2-(1-methylethenyl)-, acetate, (R)—]	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	—	0.46	—	—	—
酮类	3.966	羟基丙酮 (2-propanone, 1-hydroxy—)	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>	11.46	1.51	0	0.95	0.17
	7.894	2-庚酮 (2-heptanone)	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	—	0.82	1.24	0.82	1.38
酸类	3.598	乙酸 (acetic acid)	C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> O <sub>2</sub>	—	6.97	2.81	4.40	2.86

表 4 不同炉温和平衡时间条件下羊肉挥发性风味物质的组成

处理	成分种类/含量	醛类	醇类	呋喃类	烃类	酯类	酮类	酸类	总成分个数
70 ℃	种类	5	1	1	—	—	—	—	7
	相对含量(%)	93.03	1.69	1.11	—	—	—	—	
90 ℃	种类	7	3	2	2	2	1	—	17
	相对含量(%)	81.36	3.62	7.85	1.33	1.14	0.87	—	
100 ℃	种类	14	4	4	2	2	1	—	27
	相对含量(%)	82.61	4.08	7.34	1.70	1.80	0.63	—	
120 ℃	种类	16	8	4	2	2	2	1	35
	相对含量(%)	59.73	7.08	18.88	4.24	4.07	1.55	2.86	
5 min	种类	6	1	1	—	2	1	—	11
	相对含量(%)	59.19	3.41	11.44	—	4.59	11.46	—	
20 min	种类	15	6	4	1	3	2	1	32
	相对含量(%)	61.69	7.08	13.01	3.59	4.28	2.33	6.97	
40 min	种类	17	8	4	2	2	1	1	35
	相对含量(%)	60.55	7.89	16.79	4.81	4.53	1.24	2.81	
60 min	种类	17	7	4	2	2	2	1	35
	相对含量(%)	65.63	5.60	14.79	3.12	3.08	1.77	4.40	
120 min	种类	16	8	4	2	2	2	1	35
	相对含量(%)	60.19	7.08	18.88	4.24	4.15	1.55	2.86	

3 结果与分析

顶空自动进样(HS)-气相色谱-质谱联用(GC-MS)是一种简便、快速、灵敏分析样品中挥发性物质的方法,其分析结果受顶空进样参数、色谱参数和质谱参数的影响。本研究为提高戴云山羊羊肉风味成分分析结果的准确性就顶空进样参数的影响展开研究。顶空进样参数包括炉温(顶空温度)、平衡时间、进样时间、加压时间等,但炉温和平衡时间是主要影响因素<sup>[6]</sup>。王芳研究了加热炉温度和平衡时间对顶空气相色谱法测定甲醇结果的影响,发现随加热炉温度的增高,峰面积增大,当加热炉温度达到 70 ℃时峰面积无显著变化,随平衡时间增加峰面积逐渐增大,当平衡时间达到 25 min 时峰面积无明显变化<sup>[7]</sup>。朱震海等研究了顶空温度和平衡时间对顶空气相色谱法测定水中卤代烃结果的影响,发现随着顶空温度的升高,峰面积增加,固定顶空温度条件下,随着平衡时间延长,峰面积响应值逐渐增大,到达某一时间点响应值趋于稳定<sup>[8]</sup>。上述结果与本研究结果较为一致,即顶空温度和平衡时间对峰面积影响明显,随着炉温和平衡时间增加,峰面积逐渐增大,起始时峰面积的变化明显,当温度和时间到达某一阶段,峰面积的变化趋缓。这是由于炉温升高和平衡时间延长,被测样

品中挥发物含量增加,提高了待测样品在平衡气相中的浓度,其色谱响应值(峰面积)增大<sup>[9]</sup>,当顶空瓶蒸汽压趋于平衡,响应值就趋于稳定。

炉温和平衡时间不仅对挥发物总峰面积产生重要的影响,对出峰个数(成分种类数)也会产生明显影响。冯棋琴等采用顶空取样结合 GC-MS 技术比较分析不同产地压榨山茶油的挥发性风味成分,发现随着顶空温度(60~180 ℃)升高,出峰个数和总峰面积均持续增加,10~25 min 范围内随顶空时间延长,出峰个数和总峰面积均增加,平衡时间为 25 min 时,出峰个数达到平衡,30 min 时总峰面积不再增加<sup>[10]</sup>。该研究结果与本研究一致,即随着炉温升高,出峰个数持续增加,在一定的时间范围内随平衡时间的延长,出峰个数增加,到达某一时间点,出峰个数达到平衡。

炉温和平衡时间均对 HS-GC-MS 技术分析戴云山羊羊肉挥发性物质组成会产生重要影响,随着炉温升高,挥发性物质总峰面积和种类数均持续增加,醛类物质含量总体上随炉温升高而降低,醇类、烃类等其余物质含量总体上随炉温升高而升高。120 ℃炉温条件下,5~20 min 范围内随着平衡时间的延长,挥发性物质总峰面积和种类数明显上升,但平衡时间为 20 min 时,总峰面积增加幅度趋缓,到 40 min 时,检出的成分种类数保持稳定,且醛类、

唐文文,陈 垣. 党参地上茎叶总黄酮提取工艺及其抗氧化活性[J]. 江苏农业科学,2021,49(17):171-177.  
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2021.17.031

# 党参地上茎叶总黄酮提取工艺及其抗氧化活性

唐文文<sup>1,2</sup>, 陈 垣<sup>2</sup>

(1. 铜仁职业技术学院, 贵州铜仁 554300; 2. 甘肃农业大学农学院, 甘肃兰州 730070)

**摘要:**以党参废弃物茎叶为试验材料,在单因素试验基础上,设计 Box - Behnken 响应面实验,优化双酶协同超声波提取党参茎叶总黄酮的最佳提取工艺,采用清除 DPPH 自由基、ABTS 自由基和 FRAP 法评价党参茎叶总黄酮的抗氧化活性。结果表明,利用双酶协同超声法提取党参茎叶总黄酮的最佳条件为:液料比 40 mL : 1 g,乙醇体积分数 70%,双酶(纤维素酶:果胶酶=1:1)用量 0.45 mg/mL,酶解时间 60 min,超声时间 42 min,此条件下,总黄酮提取率为 6.511%。DPPH 自由基、ABTS 自由基和 FRAP 总还原力的分析结果表明,党参茎叶总黄酮具有较高的抗氧化活性,在浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$  时,对 DPPH 自由基清除率达到 91.74%;在浓度达到 500  $\mu\text{g/mL}$  时,对 ABTS 自由基的清除率为 94.82%,非常接近维生素 C;党参茎叶总黄酮的总还原力为 28.22 mg/g。本研究确定出党参茎叶总黄酮具有抗氧化活性,可为党参资源的充分利用提供数据支撑。

**关键词:**党参茎叶;总黄酮;提取工艺;双酶协同超声法;响应面;抗氧化

**中图分类号:**      **文献标志码:** A      **文章编号:** 1002-1302(2021)17-0171-07

党参[*Codonopsis pilosula* (Franch.) Nannf.] 为桔梗科多年生草本植物,始载于《本草从新》,是传统的补中益气类中药材,也是药食两用大宗中药材<sup>[1-2]</sup>。《中国药典》规定党参的药用部位为根<sup>[3]</sup>,

在主产区为方便采挖根部,需先割掉其地上部分,在种植区调研发现,党参生长期其地上部分的生物量远大于根部,为促进根部生长,会在生长中期对其进行“打尖割蔓”,其地上部分茎叶多数被弃于田间路旁。随着人们健康意识的提高,党参需求量倍增,近年来党参年均种植面积均在 3.3 万  $\text{hm}^2$  以上,大量的党参茎叶被丢弃,浪费资源的同时又造成产地环境污染。有学者对党参地上部分的化学成分进行研究,但大多集中在多糖和皂苷上<sup>[4-6]</sup>,对其黄酮类化合物的研究较少,黄酮类化合物具有抗氧化、抗病毒、保肝、抗癌、抗炎等药理活性<sup>[7]</sup>,并且

收稿日期:2021-06-30

基金项目:国家重点研发专项(编号:2018YFC1706301);甘肃省现代农业中药材产业体系首席专家项目(编号:GARS-ZYC-1)。

作者简介:唐文文(1986—),女,河南许昌人,硕士,副教授,主要从事药用植物资源开发与利用研究。E-mail:412251544@qq.com。

通信作者:陈 垣,博士,教授,主要从事药用植物资源开发与利用研究。E-mail:chenyuan@gsau.edu.cn。

呋喃类等各大类物质成分含量相对稳定。因炉温太高会引起顶空气体压力过高,导致系统漏气,故建议检测戴云山羊肉挥发性物质的顶空设置条件为炉温 120  $^{\circ}\text{C}$ 、平衡时间 40 min。

## 参考文献:

- [1] 刘 远,林碧芬,林仕欣,等. 浅谈福建地方山羊品种高繁殖力资源的开发利用[J]. 中国草食动物,2010,30(6):57-59.
- [2] 甘善化. 戴云山羊品种特性及饲养管理技术要点[C]. 福建省科协第十一届学术年会畜牧兽医分会论文集. 惠安,2011:128-132.
- [3] 李文杨,张晓佩,高承芳,等. 福建戴云山羊的资源保护和开发利用[J]. 中国草食动物,2010(增刊1):31-34.
- [4] 张国森,蔡双英. 戴云山羊种质资源及其保种措施[J]. 福建畜

牧兽医,2002,24(6):33,34.

- [5] 刘 远,林仕欣,张晓佩,等. 戴云山羊品种特性与生产性能[J]. 家畜生态学报,2011,32(4):46-48.
- [6] 陈秀宏,肖 剑,陈 华. 顶空法测气液平衡影响因素的研究[J]. 化学工程师,2005,19(12):16-17.
- [7] 王 芳. 加热炉温度和加热平衡时间对顶空气相色谱法测定甲醇结果的影响[J]. 现代农业科技,2012(8):268-268,272.
- [8] 朱震海,蔡 嵘,宣栋樑. 顶空温度和平衡时间对顶空气相色谱法测定水中卤代烃结果的影响[J]. 中国卫生检验杂志,2015,25(6):797-800.
- [9] 马永娥,金雅薇,刘 珩,等. 顶空气相色谱法测定墨粉用苯丙树脂残余单体[J]. 热固性树脂,2016,31(4):51-53.
- [10] 冯棋琴,马玉琼,吴满梅,等. 不同产地压榨山茶油挥发性风味成分顶空取样 GC-MS 分析[J]. 中国油脂,2018,43(2):138-141,145.