

使用 TD-GC/MS-O 分析螺蛳粉挥发性风味成分

朱建设

(哲斯泰(上海)贸易有限公司, 上海 201206)

摘要: 螺蛳粉具有其非常独特气味和香味, 是由于其特有配料的各种挥发性风味化合物带来的。本文采用热脱附 TDU--吸附搅拌磁子 (SBSE) 提取螺蛳粉汤的挥发性风味香气香味成分, 气相色谱质谱法分析鉴定螺蛳粉汤的挥发性风味香气香味成分; 采用 TF-SPME 薄膜固相微萃取测定酸笋的挥发性化合物; 采用 GC-MS-O 对气味进行考察。利用气质数据解卷积软件拆分共流出色谱峰和保留指数校正以及化合物的气味风味信息, 来揭示螺蛳粉其独特风味化合物的构成。

关键词: 螺蛳粉, 酸笋, ODP, 嗅闻, GCMS, 保留指数, AromaOffice2D

螺蛳粉是广西柳州的特色小吃之一, 是广西当地居民主要的快餐食品。产品都以广西地方特色的食材——酸笋以及螺蛳(石螺)为主要原料, 具有辣、爽、鲜、酸、烫的独特风味, 是柳州最具地方特色的名小吃。近年来, 柳州螺蛳粉因其独特的风味及营销模式迅速红遍全国。螺蛳粉的味美还因为它有着独特的汤料。汤料由螺蛳、山奈、八角、肉桂、丁香、多种辣椒、等天然香料和味素配制而成。2018年8月20日, “柳州螺蛳粉”获得国家地理标志商标 [1]。2008年, 柳州螺蛳粉手工制作技艺入选广西壮族自治区第二批非物质文化遗产名录。2020年被列入国家级非物质文化遗产名单。 [2]

螺蛳粉由于其独特的汤料而呈现特有的气味和香味。这种特有的美味是由螺蛳粉里面的特有配料的各种挥发性风味化合物带来的。有少数文献对于酸笋(非方便速食螺蛳粉所用酸笋)的成分分析有报道[3], 但对于螺蛳粉全汤的风味成分未见报道。本文采用吸附搅拌磁子 (SBSE) 提取螺蛳粉汤的挥发性风味香气香味成分, 大体积冷却进样口 CIS, 热脱附 TDU 和气相色谱质谱法分析鉴定螺蛳粉汤的挥发性风味香气香味成分; 采用 TF-SPME 薄膜固相微萃取测定酸笋的挥发性化合物; 采用 GC-MS-O 对气味进行考察。利用 AromaOffice2D 风味物质数据库软件查询和处理 GCMS 数据。此软件包含解卷积拆分共流出色谱峰和保留指数校正以及化合物的气味风味信息。

1 试验部分

1.1 仪器与装置

美国安捷伦 7890A/5975C 气相色谱-质谱联用仪

德国 Gerstel 的 MPS Robotic Pro 多功能自动样品前处理平台, 可以实现全自动液体, 顶空, 固相微萃取 SPME, 热脱附, 磁力搅拌吸附萃取 SBSE, 动态顶空 DHS 等功能。

德国 Gerstel 的 CIS4 大体积冷阱进样口和 TDU2 热脱附单元。

德国 Gerstel 的 ODP4 嗅闻仪。

磁力吸附搅拌子 (PDMS, 10mmX1mm, Gerstel)

薄膜固相微萃取 TF-SPME(PDMS/DVB, 20 x 4.8 mm, Gerstel)。

1.2 样品, 标样, 试剂

样品: 方便袋装螺蛳粉 (京东电商平台)。

香气香味化合物标准品均来自 Sigma-Aldrich 等主要试剂公司, 少数为实验室内部精制标样。C6-C30 正构烷混合标准物, 来自安谱公司。

1.3 GC/MS 条件

1.3.1 色谱条件:

色谱柱: 安捷伦 HP-Innowax (60m×0.25 mm (i.d.)×0.25μm) 惰性毛细管柱;

升温程序: 40°C 保持 2 min, 以 5 °C/min 升至 250°C, 保持 20 min;

载气 (He, 纯度 99.999% 以上) 流速 1.8mL/min;

进样口: CIS-PTV 大体积冷阱进样口, 温度-30°C-250°C, 15°C/S; 分流比 11:1。

热脱附 TDU: 25-230°C, 100°C/min, 不分流, 传输线温度: 260°C

MSD 和 ODP 分流比为 1:1

1.3.2 质谱条件:

电子轰击 (EI) 离子源; 电子能量 70eV; 传输线温度 250°C; 离子源温度 230°C; 四级杆温度 150°C。SCAN 扫描范围: 29-400。EMV: 1328V。

1.4 数据处理软件:

安捷伦 MS 化学工作站 F 版

Amdis 自动化质谱图解卷积和鉴定软件

GERSTEL Olfactory Data Interpreter (ODI) Software

AromaOffice2D V7 风味物质数据库软件 (Gerstel, K.K)

1.5 样品的提取处理及分析方法

按方便螺蛳粉说明的步骤煮螺蛳粉: 将干粉及 500ml 冷水放入锅中, 煮沸约 8-10 分钟, 粉用筷子能夹断即可, 捞起放入碗中备用。加入 500ml 水进锅中烧开, 倒入煮好的米粉和汤包煮开, 把配料(腐竹、木耳、酸笋、花生等)放入, 煮开后倒入碗中搅拌均匀。

螺蛳粉汤: 准确取 15g 样品于 20ml 顶空瓶, 准确加入 1ppm 的内标物, 放入磁力吸附搅拌子, 一小时后, 用去离子水冲洗干净, 放入 TDU2 热脱附的小管, 运行序列, 进行热脱附。

酸笋: 取 3.6g 样品于 20ml 顶空瓶, 悬挂 TF-SPME 薄片, 60°C 提取 1 小时后, 放入 TDU2 热脱附的小管, 运行序列, 进行热脱附, TDU 温度 30-250°C, CIS 温度-30-250°C。



图 1 TF-SPME 薄膜固相微萃取示意图

在分析样品前, 和样品分析完全相同的条件下, 用 0.05% 的 C6-C30 的正构烷标样注射到 GCMS, 获得正构烷的保留时间, 用于软件计算保留指数。

2 结果与讨论