

## SPME-GC/MS 测定大白菜风味成分

何洪巨,唐晓伟,宋曙辉,王文琪

(国家蔬菜工程技术研究中心,北京 100089)

### Analysis of Volatile Components of *Brassica rapa pekinensis* L. by SPME-GC/MS

HE Hong-ju, TANG Xiao-wei, SONG Shu-hui, WANG Wen-qi

(National Engineering Research Center for Vegetables, Beijing 100097, China)

**Abstract:** The solid phase micro-extraction (SPME) method was used for extracting the volatile substances in *Brassica rapa pekinensis* L. 30 kinds of chemical components were identified by gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS). The main compounds extracted are sec-butyl cyclopentyl sulfide, butanenitrile, benzene isothiocyanate, cyclopentyl isothiocyanate and other glucosinolates breakdown compounds were also found in Chinese cabbage.

**Key words:** SPME; GC/MS; Chinese cabbage; volatile components

中图分类号:O657.63 文献标识码:A 文章编号:1004-2997(2006)增刊-94-03

大白菜(*Brassica rapa pekinensis* L.)是中国原产的传统蔬菜,在膳食结构中占有重要地位。白菜中主要的生物活性物质为硫代葡萄糖甙(Glucosinolates),在内源芥子酶的作用下可水解产生异硫氰酸脂(Isothiocyanates),硫氰酸脂(Thiocyanates)和腈类(Nitriles)等化合物<sup>[1]</sup>。某些化合物如吲哚-3-甲醇,吲哚-3-乙酰腈和萝卜硫素可增加机体 II 相酶的活性,具有防癌作用<sup>[2]</sup>。硫甙的降解产物是构成十字花科蔬菜特殊辛香风味的主要来源<sup>[3]</sup>。本研究采用固相微萃取技术(SPME)结合 GC/MS 对大白菜样品中的风味成分进行了研究。

## 1 实验部分

### 1.1 主要仪器

岛津 GC/MS-GC2010 GC/MS 气质联用仪。毛细管柱(DB-5MS):30 m×0.25 mm;膜厚度 0.25 μm;载气为 He;流速 1 mL/min;进样量 0.5 μL;程序升温:60 °C 保持 2 min,以 8 °C/min 升温到 220 °C,保持 20 min。进样口温度 250 °C;EI 离子源电子能量 70 eV,质量范围 30~550 u。

### 1.2 试验材料

大白菜取自国家蔬菜工程技术研究中心西郊农场,可食部分切成 1 cm 长片,充分混合,取样约 200 g,聚乙烯膜真空包装,-30 °C 冷冻。

### 1.3 风味成分提取

取样前先将固相微萃取头在气相色谱进样口老化 2 h,老化温度 250 ℃。选取速冻样品 50 g 打浆,迅速将其装入样品瓶内,上部留有约 2 cm 左右的空间,加盖封口。将老化好的萃取头插入样品瓶顶空部分,萃取 40 min,萃取温度为室温,然后将萃取头抽出插入气质联用仪,于 250 ℃解吸 1 min,进行 GC/MS 检测分析。

## 2 结果与讨论

对大白菜样品萃取液进行 GC/MS 测定,得到总离子流图(图 1)。通过岛津工作站对总离子流图进行处理,峰面积归一化法测量了各组分的百分含量,各组分的谱图在 NIST27 和 NIST147 谱库中自动检索后选用高相关的检索结果,初步分离确定出 29 个化合物。鉴定的各成分、相对含量见表 1。

表 1 大白菜风味成分鉴定结果

Table 1 Results of volatile components of *Brassica rapapekinensis* L.

峰号	$t_R$ /min	中文名称	化学式	分子量	相对含量
1	3.656	33-己烯 1-醇	$C_6H_{12}O$	100	3.23
2	3.795	E-1,5-庚二酸	$C_7H_{12}$	96	4.95
3	4.853	3-甲硫基丙醛	$C_4H_8OS$	104	3.73
4	6.351	硫酸二甲酯	$C_2H_6S_3$	126	4.29
5	6.533	4-异硫氰酸根-1-丁烯	$C_5H_7NS$	113	1.63
6	7.997	苯乙醛	$C_8H_8O$	120	0.48
7	8.188	6-乙基 2-甲基辛烷	$C_{11}H_{24}$	156	0.35
8	8.512	1-辛醇	$C_8H_{18}O$	130	0.50
9	8.777	异硫氰酸环戊酯	$C_6H_9NS$	127	11.83
10	9.162	5-乙基 2-甲基辛烷	$C_{11}H_{24}$	156	0.69
11	9.282	5-乙基 2-甲基辛烷	$C_{11}H_{24}$	156	0.35
12	9.699	1-甲硫基己烷	$C_7H_{16}S$	132	1.08
13	9.807	N-乙基苯胺	$C_8H_{11}N$	121	1.00
14	11.255	5-甲硫基戊腈	$C_6H_{11}NS$	129	0.32
15	11.724	二甲基四硫化物	$C_2H_6S_4$	158	0.47
16	12.035	苯丙腈	$C_9H_9N$	131	6.81
17	12.151	1,2-环硫基辛烷	$C_8H_{16}S$	114	4.60
18	13.093	吡啶	$C_5H_7N$	117	0.77
19	13.469	4-甲硫基丁腈	$C_5H_9NS$	115	13.72
20	13.564	5-甲基-5-丙基壬烷	$C_{13}H_{28}$	184	0.46
21	15.364	壬二酸单酰腈	$C_9H_{14}N_2$	150	0.68
22	15.614	乙烯氧基二甲基硅烷	$C_6H_{14}OSi$	130	0.65
23	16.214	苯乙基异硫氰酸酯	$C_9H_9NS$	163	12.90
24	16.711	十六烷	$C_{16}H_{34}$	226	0.50
25	16.814	丁羟甲苯	$C_{15}H_{24}O$	220	0.57
26	17.549	硫酸亚丁基环戊酯	$C_9H_{18}S$	158	18.74
27	19.240	己醛	$C_6H_{12}O$	100	0.76
28	21.625	肉豆蔻酸异丙酯	$C_{17}H_{34}O_2$	270	1.23
29	22.449	1-二十烷醇	$C_{20}H_{42}O$	298	1.61

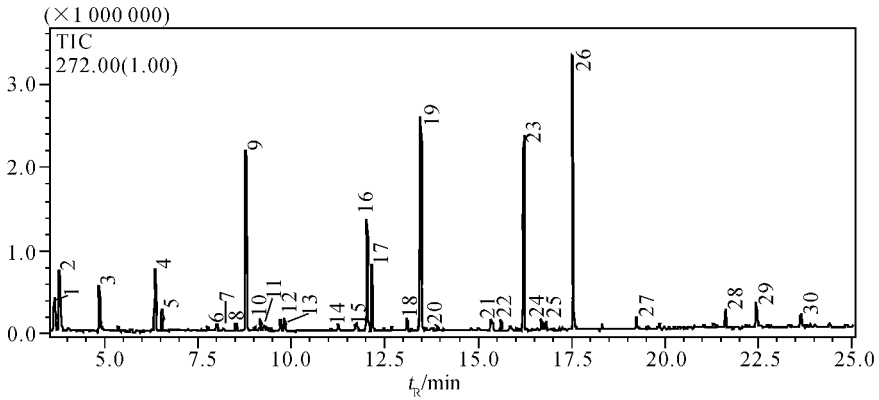


图 1 大白菜风味成分的总离子流图

Fig. 1 TIC of volatile components of *Brassica rapa pekinensis* L.

从鉴定结果来看,大白菜 30 种挥发性成分中主要为硫酸亚丁基环戊酯(18.74%)、4-甲硫基丁腈(13.72%)、苯乙基异硫氰酸酯(12.90%)、异硫氰酸环戊酯(11.83%)。另外还含有醇、醛、酸、酯等化合物。大白菜的特有风味成分主要由于硫甙的降解产物形成的,与前期研究一致<sup>[3]</sup>。但是由于提取方法的不同(SDE,吹扫捕集),测定大白菜中风味成分有一定差异。

#### 参考文献:

- [1] Schreiner M. Vegetable Crop Management Strategies to Increase the Quantity of Phytochemicals [J]. *European Journal of Nutrition*, 2004: 1-10.
- [2] He Hong-ju, Liu Ling, Song Shu-hui, et al. Evaluation of Glucosinolate Composition and Contents in Chinese Brassica Vegetables [J]. *Acta Horticulturae* 2003; 206: 85-92.
- [3] 何洪巨,唐晓伟,宋曙辉,等. 用吹扫捕集法测定十字花科蔬菜中挥发性物质 [J]. *中国蔬菜* 2005: 39-42.