



# 固相微萃取-气相色谱-质谱法分析不同口味精武鸭脖的香气成分

唐翠娥, 潘思轶, 曹 婷, 任婧楠, 王可兴, 范 刚\*  
(华中农业大学食品科学技术学院, 湖北 武汉 430070)

**摘 要:** 采用顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用的方法, 对酱香和香辣两种口味精武鸭脖的香气成分进行分析。结果表明: 从两种口味鸭脖中分别鉴定出香气成分16种和23种, 主要包括萜烯类、醇类及烷烃类物质。其中芳樟醇、茴香脑、*D*-柠檬烯、 $\beta$ -蒎烯、 $\gamma$ -萜品烯等为武汉精武鸭脖的主要香气成分。此外, 酱香口味和香辣口味精武鸭脖分别具有3种和10种独有香气成分。

**关键词:** 精武鸭脖; 口味; 香气成分; 固相微萃取

## Analysis of Aroma Components in Jingwu Duck Neck with Different Flavors Using Solid Phase Microextraction Coupled with Gas Chromatography-Mass Spectrometry

TANG Cui-e, PAN Si-yi, CAO Ting, REN Jing-nan, WANG Ke-xing, FAN Gang\*  
(College of Food Science and Technology, Huazhong Agricultural University, Wuhan 430070, China)

**Abstract:** The aroma components in sauce flavor duck neck and spicy flavor duck neck were extracted by solid phase microextraction (SPME) and analyzed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). The results indicated that 16 types and 23 types of aroma components from sauce flavor duck neck and spicy flavor duck neck were identified, respectively, mainly including alcohols, ethers and alkanes. Linalool, 1-methoxy-4-(1-propenyl)-benzene,  $\beta$ -pinene, *D*-limonene and 1-methyl-4-(1-methylethyl)-1,4-cyclohexadiene were the main aroma components in Jingwu duck neck. In addition, the number of unique aroma components in sauce flavor duck neck and spicy flavor duck neck were 3 and 10, respectively.

**Key words:** Jingwu duck neck; flavor; aroma components; solid phase microextraction

中图分类号: TS251.6

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2013)04-0186-04

武汉精武鸭脖是武汉的名优特色小吃之一, 发展近20载。近年来, 精武鸭脖以其味麻辣鲜咸, 且味香入骨的特有口味, 迅速在全国范围内流行起来<sup>[1]</sup>。风味分析是传统工艺现代化的基础, 正越来越受到传统特色肉制品研究人员和学者的重视。国内外对于肉制品风味的研究主要集中在牛肉、猪肉及其制品上, 禽肉中对鸡肉和火鸡肉的风味研究较多, 对鸭肉制品的风味研究较少, 且主要集中在鸭胸肉和鸭腿肉制品风味物质研究上<sup>[2-3]</sup>。如Lesimple等<sup>[4]</sup>采用蒸馏萃取气质联用法检测了鸭肉加工过程中不同加工工艺制作的鸭肉中的挥发性风味成分, 共检测到62种成分, 包括酚类、醇类、酯类、醛类、酮类、烃类、含硫化物、脂肪酸和醚类。沈君臣<sup>[5]</sup>采用固相微萃取-气相色谱-质谱联用法分析最佳工艺条件下酱鸭

制品风味成分, 共鉴定出78种挥发性风味化合物, 包括醛类、酯类、醇类、酸类、酮类等。目前关于鸭脖制品风味物质的研究甚少, 尚未有关于精武鸭脖风味研究的报道, 因此, 对精武鸭脖香味物质的研究有利于对这一产品的开发和改良, 对品牌的发展具有极其重要的意义。

固相微萃取(solid phase microextraction, SPME)是近年来在肉制品风味分析中广泛应用的一项技术, 它具有快速、节能、萃取效率高的特点<sup>[6]</sup>。本研究采用固相微萃取提精武鸭脖中的挥发性成分, 结合气相色谱-质谱(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)检测方法, 分析酱香口味和香辣口味精武鸭脖中的香气成分组成, 旨在揭示不同口味鸭脖相似和独有的香气, 为鸭脖的加工提供基础实验数据。

收稿日期: 2011-11-01

基金项目: 湖北省研究与开发计划项目(4006-11600802); 中央高校基本科研业务费专项(52902-0900201173)

作者简介: 唐翠娥(1983—), 女, 工程师, 硕士, 研究方向为天然产物化学。E-mail: minttytang@mail.hzau.edu.cn

\*通信作者: 范刚(1982—), 男, 副教授, 博士, 研究方向为风味化学。E-mail: fangang@mail.hzau.edu.cn

1 材料与方

1.1 材料与试剂  
酱香味精武鸭脖、香辣味精武鸭脖 武汉市汉口精武食品工业园有限公司。  
环己酮(色谱纯) 美国Fluka公司; C<sub>6</sub>~C<sub>20</sub>正构烷烃(色谱纯) 美国Sigma公司。

1.2 仪器与设备  
6890N型气相色谱仪、5975B型质谱仪 美国Agilent科技公司; 固相微萃取装置及萃取纤维头、DVB/CAR/PDMS的SPME萃取头 美国Supelco公司。

1.3 方法<sup>[7-11]</sup>

1.3.1 样品制备  
准确称取100g鸭脖于样品瓶中, 再加入100μL内标物环己酮(溶于乙醇, 质量浓度为0.946μg/mL), 平衡15min后, 通过隔垫插入已活化好的50/30μm DVB/CAR/PDMS的SPME萃取头(270℃活化1h), 推出纤维头, 于50℃顶空吸附40min后, 插入GC-MS进样口解析5min。

1.3.2 气相色谱条件  
进样口温度250℃, 不分流进样; 毛细管柱为HP-5(30m×320μm, 0.25μm); 载气为氦气, 柱流速1mL/min; 升温程序: 起始温度40℃, 保持12min, 以3℃/min升至108℃, 保持2min, 再以5℃/min升至250℃, 保持5min; 进样量1.0μL。

1.3.3 质谱条件  
电子电离源(electron ionization, EI); 离子源温度230℃; 四极杆温度150℃; 电子能量70eV; 扫描质量范围*m/z* 45~550。

1.3.4 定性定量分析  
采用GC-MS进行分析鉴定, 并利用C<sub>6</sub>~C<sub>20</sub>正构烷烃的保留时间计算各个色谱峰的保留指数。每个样品重复测定3次。分析结果运用计算机谱库NIST05/WILEY 7.0进行初步检索及资料分析, 再结合文献的保留指数进行比对并进行人工谱图解析, 确认各个挥发性物质的化学组成, 并与内标离子流强度比较定量。各组分含量计算公式:

$$\text{各挥发性成分的含量}(\mu\text{g/kg}) = \frac{\text{各组分峰面积} \times \text{内标物质量}}{\text{内标物峰面积} \times \text{样品量}}$$

2 结果与分析

2.1 不同口味精武鸭脖香气成分的GC-MS分析  
酱香口味和香辣口味精武鸭脖的香气成分总离子流图以及分析结果见图1和表1。

由表1可知, 酱香味精武鸭脖中鉴定出16种挥发性成分, 检出香味物质总含量为34.24μg/kg, 其中烃类占44.48%(烯类占41.53%、烷类占2.95%)、醇类占29.77%、醚类占27.49%、酯类占1.17%。香辣味精武鸭脖中鉴定出

表1 两种口味精武鸭脖中GC-MS香气成分及分析结果  
Table 1 Results of GC-MS analysis of aroma components in Jingwu duck neck with different flavors

序号	化合物		保留时间/min	保留指数	相似度/%	绝对含量/(μg/kg)	
	中文名	英文名				酱香味	香辣味
1	α-蒎烯	α-pinene	14.35	956	94	—	0.25±0.13
2	β-侧柏烯	β-thujene	16.50	1000	91	0.48±0.14	0.42±0.00
3	β-蒎烯	β-pinene	17.25	1016	91	1.56±0.18	1.81±0.00
4	癸烷	decane	17.67	1024	90	0.22±0.00	0.25±0.02
5	α-水芹烯	α-phellandrene	17.96	1030	93	0.25±0.00	0.16±0.07
6	3-蒎烯	3-carene	18.20	1035	93	—	0.23±0.02
7	2-蒎烯	2-carene	18.89	1050	97	0.71±0.08	—
8	(+)-4-蒎烯	(+)-4-carene	18.57	1043	95	—	0.54±0.01
9	四甲基癸烷	4-methyl-decane	18.80	1047	72	—	0.12±0.05
10	P-伞花烃	1-methyl-3-(1-methylethyl)-benzene	19.04	1052	93	0.15±0.01	0.16±0.07
11	D-柠檬烯	D-limonene	19.19	1055	94	7.63±0.52	6.04±0.83
12	罗勒烯	β-trans-ocimene	19.69	1065	94	0.56±0.14	0.89±0.12
13	2,3,7-三甲基癸烷	2,3,7-trimethyl-decane	20.54	1083	64	—	0.50±0.03
14	γ-蒎品烯	1-methyl-4-(1-methylethyl)-1,4-cyclohexadiene	20.71	1086	95	1.25±0.11	1.15±0.02
15	4,7-二乙基十一烷	4,7-dimethyl-undecane	22.75	1128	72	—	0.24±0.02
16	芳樟醇	linalool	23.00	1133	80	9.82±2.84	2.64±0.04
17	2,6-二甲基-2,4,6-辛三烯	2,6-dimethyl-2,4,6-octatriene,	21.23	1159	96	—	0.12±0.1
18	4-蒎烯醇	terpinen-4-ol	26.72	1212	95	—	0.70±0.15
19	十二烷	dodecane	27.44	1227	94,	0.36±0.12	0.36±0.17
20	环蒎烯	cyclofenchene	30.10	1286	87	—	0.28±0.10
21	乙酸芳樟酯	linalyl acetate	30.26	1288	91	0.40±0.25	—
22	茴香脑	1-methoxy-4-(1-propenyl)-benzene	32.07	1331	97	9.07±2.69	1.55±0.7
23	3-甲基-6-(1-甲基乙缩醛)环己烯	(+)-isoterpinolene	34.31	1383	87	—	0.1±0.03
24	(-)-α-萜澄茄油烯	α-cubebene	35.60	1409	97	0.68±0.26	0.24±0.03
25	α-律草烯	caryophyllene	37.30	1455	99	1.07±0.36	0.85±0.17
26	香树烯	alloaromadendrene	41.65	1525	74	0.03±0.00	—
合计						34.24	19.6

注: 保留指数为 DB-5MS 色谱柱上的保留指数; “—” 为未检出。



23种挥发性成分, 检出香味物质总含量为19.6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 其中烃类占75.05%(烯类占66.73%和烷类占8.32%)、醇类占17.04%、醚类占7.91%。

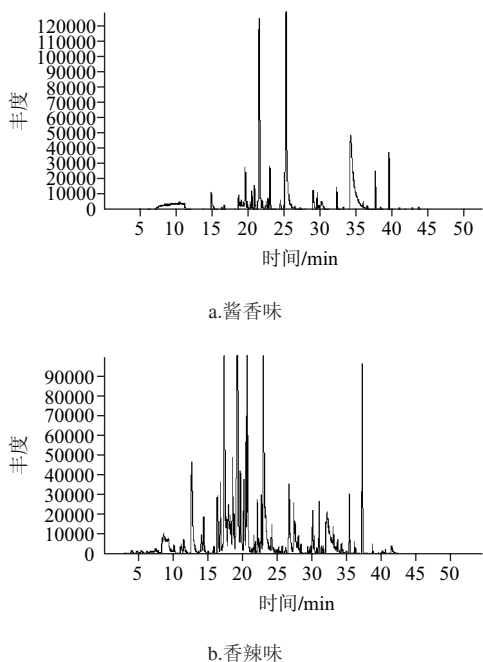


图1 两种口味精武鸭脖的GC-MS总离子流色谱图

Fig.1 Total ion chromatogram of aroma components in Jingwu duck neck with different flavors

## 2.2 精武鸭脖主要香气成分分析

由表1可知, 两种口味鸭脖子共同含有的且含量较高的香味物质有芳樟醇、茴香脑、*D*-柠檬烯、 $\beta$ -蒎烯、 $\gamma$ -蒎品烯、 $\alpha$ -律草烯、(-)- $\alpha$ -萜澄茄油烯、罗勒烯、 $\beta$ -侧柏烯、十二烷、 $\alpha$ -水芹烯、癸烷和*P*-伞花烃, 主要香气成分为醇类、醚类和烃类。通常认为, 不同种类肉的特征性风味来自脂肪。醛类是脂肪降解的主要产物, 一般阈值很低, 具有脂肪香味, 可能是构成肉品种的特征性风味, 醇类物质主要是在加热过程中脂肪氧化分解和羰基化合物还原所致, 酮类可能是由不饱和脂肪酸的热氧化或降解产生的<sup>[12]</sup>。有研究报道醛类和酮类物质构成了鸭肉的油脂气味及特征气味, 且加工工艺不同, 主要特征风味物质亦不同。王武等通过固相微萃取-气质联用法检测出樱桃谷瘦型鸭腿中烯烃类、醛类、酮类、含氮含硫含氧类及杂环化合物等挥发性风味物质27种, 其中醛类物质为其特征风味物质<sup>[13]</sup>。而刘源等<sup>[14]</sup>采用顶空固相微萃取气质联用法对不同鸭肉风味物质进行检测, 发现生鸭肉, 烃类、醇类和酸类是主要的成分, 与生鸭肉相比, 在烘烤鸭肉和水煮鸭肉的挥发性风味中含有较多种类的醛、酮、杂环化合物。精武鸭脖挥发性成分主要为醇类、醚类和烃类, 未检测出醛类和酮类物质, 可能与鸭脖子本身鸭肉含量相对较低和精武鸭脖加工过程中各种香料的大量添加有关。

烃类物质是精武鸭脖中检出的含量最高和成分种类最多的香气物质, 主要为萜烯类化合物和少量的烷烃类。酱香味鸭脖共检出13种, 其中10种为萜烯类化合物, 占总含量的41.53%。而香辣味鸭脖中检出的20种烃类物质中含14种为萜烯类化合物, 占总含量的66.73%。烷烃类香气物质主要来源于脂肪酸烷氧自由基的均裂, 如十二烷、伞花烃和癸烷等<sup>[15]</sup>, 而萜烯类化合物主要与精武鸭脖加工过程中添加的多种香辛料或辛料油类有密切关系。本研究从两种口味精武鸭脖中均检出8种萜烯类化合物, 其中6种为单萜烯化合物, 2种为倍半萜烯化合物。这些萜烯类化合物气味强烈, 呈味阈值较低, 但是可能对精武鸭脖风味有重要贡献<sup>[16-18]</sup>。*D*-柠檬烯、 $\beta$ -蒎烯、 $\gamma$ -蒎品烯、 $\alpha$ -律草烯、(-)- $\alpha$ -萜澄茄油烯、罗勒烯、 $\beta$ -侧柏烯和 $\alpha$ -水芹烯等是精武鸭脖中添加的辛香料如肉豆蔻、生姜、肉桂、花椒、辣椒、丁香和大小茴香等的挥发性成分或使用的辛香油类如花椒精油、小茴香树脂精油、辣椒精油、大茴香油、丁香油、桂皮油、姜油、肉桂精油、肉豆蔻油等的挥发性成分<sup>[19-20]</sup>。

除了烃类物质外, 醇类物质是精武鸭脖中检出含量较高的香味物质, 其中酱香味鸭脖中检出的芳樟醇, 占总量的29.77%, 而香辣味鸭脖中检出芳樟醇和4-萜烯醇两种, 占总含量的17.04%。芳樟醇属于链状萜烯醇类, 在麻辣香精里还有一些独特的原料对整体香气起到点缀作用, 令香味更加醇和协调<sup>[21]</sup>。

茴香脑是两种口味鸭脖中仅检出的醚类香味物质, 其在酱香味中含量较高, 占总含量的27.49%, 而在香辣味鸭脖中占总含量的7.91%。茴香脑是八角茴香油、大茴香油、小茴香油的主要成分, 具有茴香气, 并带甜味, 也是产生酱香的主要物质<sup>[22-23]</sup>。此外在酱香味鸭脖中还检出含量较低的乙酸芳樟酯酯类香味物质。以上这些物质都各自具有特殊香韵, 因此, 它们共同构成精武鸭脖香气的主要成分。

## 2.3 不同口味精武鸭脖的香气成分比较

由表1可知, 酱香味和香辣味鸭脖除共同含有的13种香味物质外, 两种口味鸭脖还含有各自独有的香气成分。如酱香精武鸭脖中含有2-萜烯, 乙酸芳樟酯和香树烯。香辣味精武鸭脖中含有2-蒎烯, 3-萜烯, (+)-4-萜烯, 四甲基癸烷, 2,3,7-三甲基癸烷, 4,7-二乙基十一烷, 2,6-二甲基-2,4,6-辛三烯, 4-萜烯醇, 环萜烯和3-甲基-6-(1-甲基乙缩醛) 环己烯。此外, 除这些独有的香气成分外, 两种口味精武鸭脖共同含有的香味物质的含量差异较大, 如芳樟醇和茴香脑在酱香味鸭脖中的含量分别为9.82 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和9.07 $\mu\text{g}/\text{kg}$ , 而在香辣味鸭脖中的含量分别为2.64 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和1.55 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。



### 3 结 论

采用顶空固相萃取结合气相色谱-质谱联用的方法对酱香口味和香辣口味精武鸭脖的香气成分进行分析,结果表明:酱香口味和香辣口味鸭脖中鉴定出香气成分种类分别为16和23,主要包括醇类、醚类、烃类等物质,未检测出醛类和酮类等鸭肉特征香味物质,可能与鸭脖子本身鸭肉含量相对较低和精武鸭脖加工过程中各种香料的大量添加有关。检出香味物质中芳樟醇、茴香脑、*D*-柠檬烯、 $\beta$ -蒎烯、 $\gamma$ -蒎烯、 $\alpha$ -律草烯、(-)- $\alpha$ -萜荜茄油烯、罗勒烯、 $\beta$ -侧柏烯、十二烷、 $\alpha$ -水芹烯、癸烷和*P*-伞花烃为武汉精武鸭子主要香气成分。此外,酱香精武鸭脖中检测出3种独有香气成分,而香辣味精武鸭脖中检测出10种独有香气成分。两种口味鸭脖共同含有的香气成分含量差异较大,且各自含有独有的香气成分,从而赋予酱香鸭脖和香辣鸭脖特有的香气。

### 参考文献:

- [1] 唐世海. 武汉精武鸭产品产业化运作探讨[J]. 武汉商业服务学院学报, 2008, 22(4): 44-48.
- [2] FARMER L J. Poultry meat science[M]. CAB International: Eds R.I. Richardson and GC. Mead, 1999.
- [3] 刘源. 鸭肉风味及其在加工过程中的变化研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2006.
- [4] LESIMPLES, TORRES L, MITJAVIAL S, et al. Volatile compounds in processed duck fillet[J]. Journal of Food Science, 1995, 60(3): 615-618.
- [5] 沈君臣. 鸭肉制品挥发性风味物质研究及产品开发[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2010.
- [6] 余泽红, 贺小贤, 丁勇, 等. 固相微萃取在食品挥发性组分测定方面研究进展[J]. 粮食与油脂, 2010(7): 44-46.
- [7] MACHIELS D, Van RUTH S M, POSTHUMUS M A, et al. Gas chromatography-olfactometry analysis of the volatile compounds of two commercial Irish beef meats[J]. Talanta, 2003(60): 755-764.
- [8] XIE Jianchun, SUN Baoguo, ZHENG Fuping, et al. Volatile flavor constituents in roasted pork of mini-pig[J]. Food Chemistry, 2008, 109(3): 506-514.
- [9] LEROY F, VASILOPOULOS C, VAN HEMELRYCK S, et al. Volatile analysis of spoiled, artisan-type, modified-atmosphere-packaged cooked ham stored under different temperatures[J]. Food Microbiology, 2009, 26(1): 94-102.
- [10] 李建华, 孙宝国, 黄明泉, 等. 天福号酱肘子的香味分析与仿香研究[J]. 食品科学, 2010, 31(20): 348-350.
- [11] 乔宇, 谢笔钧, 张妍, 等. 三种温州蜜柑果实香气成分的研究[J]. 中国农业科学, 2008, 41(5): 1452-1458.
- [12] MOTTRAM D S. Flavor formation in meat and meat products: a review[J]. Food Chemistry, 1998, 62(4): 415-424.
- [13] 王武, 查甫本, 张静, 等. 响应面法优化固相微萃取-气质联用法检测鸭肉中挥发性风味物质[J]. 食品科学, 2010, 31(20): 329-334.
- [14] 刘源, 周光宏, 徐幸莲, 等. 顶空固相微萃取气质联用检测鸭肉挥发性风味成分[J]. 江苏农业学报, 2005, 21(2): 131-136.
- [15] 臧明伍, 王宇, 韩凯, 等. 北京清真酱牛肉挥发性分为化合物的研究[J]. 食品工业科技, 2010, 31(8): 70-75.
- [16] 黄致喜. 蒎烯类在合成香料中的应用[J]. 化学通报, 1963, 16(7): 9-18.
- [17] FORSS D A. Odor and flavor compounds from lipids[J]. Progress in the Chemistry of Fats & Other Lipids, 1972, 13(4): 181-258.
- [18] 孙晓萍, 吉永知代, 李学成. 花椒中蒎烯类化合物的GC/MS分析[J]. 中国调味品, 2007, 5(5): 62-65.
- [19] 林进能. 天然食用香料生产与应用[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1991: 8.
- [20] 常艳华, 刘路路. 麻辣酱鸭脖风味香精的调配[J]. 现代食品科技, 2010, 26(8): 855-858.
- [21] 林翔云. 天然芳樟醇与合成芳樟醇[J]. 化学工程与装备, 2008(7): 21-27.
- [22] 何春茂. 脑的性质及生产、利用[J]. 林产化通讯, 2004, 38(1): 31-35.
- [23] 宋永青, 乔晓玲, 王宇, 等. 固相微萃取和气相色谱-质谱法测定北京酱牛肉中的挥发性成分[J]. 现代科学仪器, 2009, 10(5): 63-68.