

不同萃取头分析大高良姜挥发性成分效果比较

黄百祺¹, 沈丹妮¹, 王如意^{2*}, 李双林¹, 林焕怡¹, 李咏梅¹

(1. 广东科贸职业学院食品与生物工程学院, 广东 广州 510430; 2. 广东食品药品职业学院实验实训中心, 广东 广州 510520)

摘要: **目的** 比较不同萃取头分析大高良姜挥发性成分效果。**方法** 采用顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用 (HS-SPME-GC-MS) 对大高良姜挥发性成分进行定性和定量, 并比较不同萃取头在检出成分数量、总相对含量和灵敏度上的差异, 结合主成分分析筛选最优萃取头。**结果** 共检测出 81 个化合物, 以萜烯类、醇类、酯类为主, 分别有 34、21、10 个, 含量最高的为 1, 8-桉叶素。65 μm PDMS/DVB 检出化合物 64 个, 总相对含量 68.04%, 萜烯类、醇类、酯类最多, 对醇类、酯类、醛酮醚类化合物的萃取灵敏度最高; 85 μm CAR/PDMS 对萜烯类、烃类化合物的灵敏度最高。**结论** 复合涂层萃取头在检出物数量、总相对含量和萃取灵敏度方面总体上优于单一涂层的萃取头, 65 μm PDMS/DVB 为研究大高良姜挥发性成分的最佳萃取头。

关键词: 大高良姜; 挥发性成分; 萃取头; 主成分分析; HS-SPME; GC-MS

中图分类号: R284.1 **文献标志码:** B **文章编号:** 1001-1528(2021)06-1656-07

doi: 10.3969/j.issn.1001-1528.2021.06.052

大高良姜为姜科山姜属植物红豆蔻 *Alpinia galanga* (L.) Wild. 的根茎, 具有散寒、暖胃、行气止痛等功效^[1]。研究表明, 大高良姜含有挥发油类、二苯庚烷类、黄酮类、糖苷类等成分, 具有菌、抗溃疡、抗肿瘤、抗氧化和降血糖等药理作用^[2]。在我国粤东和东南亚地区, 大高良姜亦常被用作调味料、香辛料、凉果保鲜剂等^[3], 具有较高的药用和食用价值。

顶空固相微萃取 (HS-SPME) 是一种分析挥发性物质的前处理技术, 集取样、萃取、浓缩和进样于一体^[4], 广泛应用于食品、药物、纺织品和环境污染的挥发性物质分析^[4-6]。近年来, 已有学者采用 HS-SPME 技术对山姜^[7]、艳山姜^[8]、高良姜^[9]等山姜属植物的挥发性成分进行分析, 但研究者往往采用单一类型涂层的萃取头进行检测, 缺乏不同萃取头萃取效果的综合对比和分析。HS-SPME 技术的核心在于萃取头的涂层, 不同类型涂层的萃取头对同一挥发性成分的选择性和灵敏度有较大差异^[10], 故选择合适的萃取头是有效分析样品挥发性关键物质的前提。本实验利用 HS-SPME-GC-MS 法, 比较 7 μm PMDS、30 μm PMDS、100 μm PMDS、85 μm PA、65 μm PDMS/DVB、85 μm CAR/PDMS、50/30 μm DVB/CAR/PDMS 这 7 种不同萃取头对大高良姜挥发性成分分析结果的差异, 通过主成分分析进行综合评价, 从中选择出最佳的萃取头, 以期为进一步研究大高良姜乃至其他姜科植物的挥发性成分提供参考。

1 材料

QP2010 型气相色谱-质谱仪 (日本 Shimadzu 公司); DK3001N 型顶空进样器 (北京中兴汇利公司); ME204E 型电子天平 (瑞士梅特勒-托利多公司); 固相微萃取手柄、SPME 萃取头 (美国 Supelco 公司)。C₈~C₂₀ 正构烷烃混合标准品 (质量浓度均为 40 mg/L, 美国 Sigma 公司)。大高良姜采自广东省惠来县, 经广东科贸职业学院吴巨贤副研究员鉴定为山姜属植物红豆蔻 *Alpinia galanga* (L.) Wild. 的根茎。

2 方法与结果

2.1 材料预处理 大高良姜采集后自然阴干, 粉碎至粗粉, 过 2 号药筛, 备用。

2.2 HS-SPME-GC-MS 分析

2.2.1 HS-SPME 法 参考文献 [11-13] 方法并略作调整。称取大高良姜粉末 0.5 g, 置于 10 mL 顶空瓶中, 80 $^{\circ}\text{C}$ 平衡 30 min, 将固相微萃取手柄插入样品瓶中, 推出萃取头 (各型号萃取头使用前按产品说明书进行老化), 顶空萃取 60 min, 取出后立即插入 GC-MS 仪进样口, 解吸 5 min。

2.2.2 GC-MS 条件

2.2.2.1 GC Restek Rxi-5 Sil MS 石英毛细管柱 (30 m \times 0.25 mm, 0.25 μm); 进样口温度 250 $^{\circ}\text{C}$; 柱温采用程序升温, 50 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min, 以 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 120 $^{\circ}\text{C}$, 以 3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 150 $^{\circ}\text{C}$, 保持 3 min, 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升到 250 $^{\circ}\text{C}$, 保持 2 min, 总时间 63 min; 载气高纯度氦气 (纯度 \geq 99.999%); 体积流量 1.0 mL/min, 不分流进样; 溶剂

收稿日期: 2020-03-23

基金项目: 广东省科技创新战略专项资金 (pdjh2020b1002); 广东省中医药局中医药科研项目 (20212166)

作者简介: 黄百祺 (1983—), 男, 博士生, 讲师, 从事天然产物化学研究。Tel: (020)22014362, E-mail: h bq23@foxmail.com

* 通信作者: 王如意 (1983—), 男, 硕士, 高级实验师, 从事药物分析研究。Tel: (020)28854900, E-mail: rouewong@126.com

延迟时间 3 min。

2.2.2.2 MS 离子源电子轰击源 (EI)，电子能量 70 eV；离子源温度 230 ℃；接口温度 250 ℃；质量扫描范围 m/z 45~450；扫描方式全扫描。

2.3 不同萃取头总离子流图分析 由图 1A~1C 可以看出，

对于同一类型涂层的萃取头，涂层厚度对萃取效果有较大的影响，30、100 μm PDMS 萃取头的离子流丰度明显大于 7 μm PDMS 萃取头，这可能是由于涂层厚度增加，提高了萃取量。萃取量的增加使检测信号增大，有利于挥发性成分的分析鉴定，故在选取萃取头时，适宜的涂层厚度有助

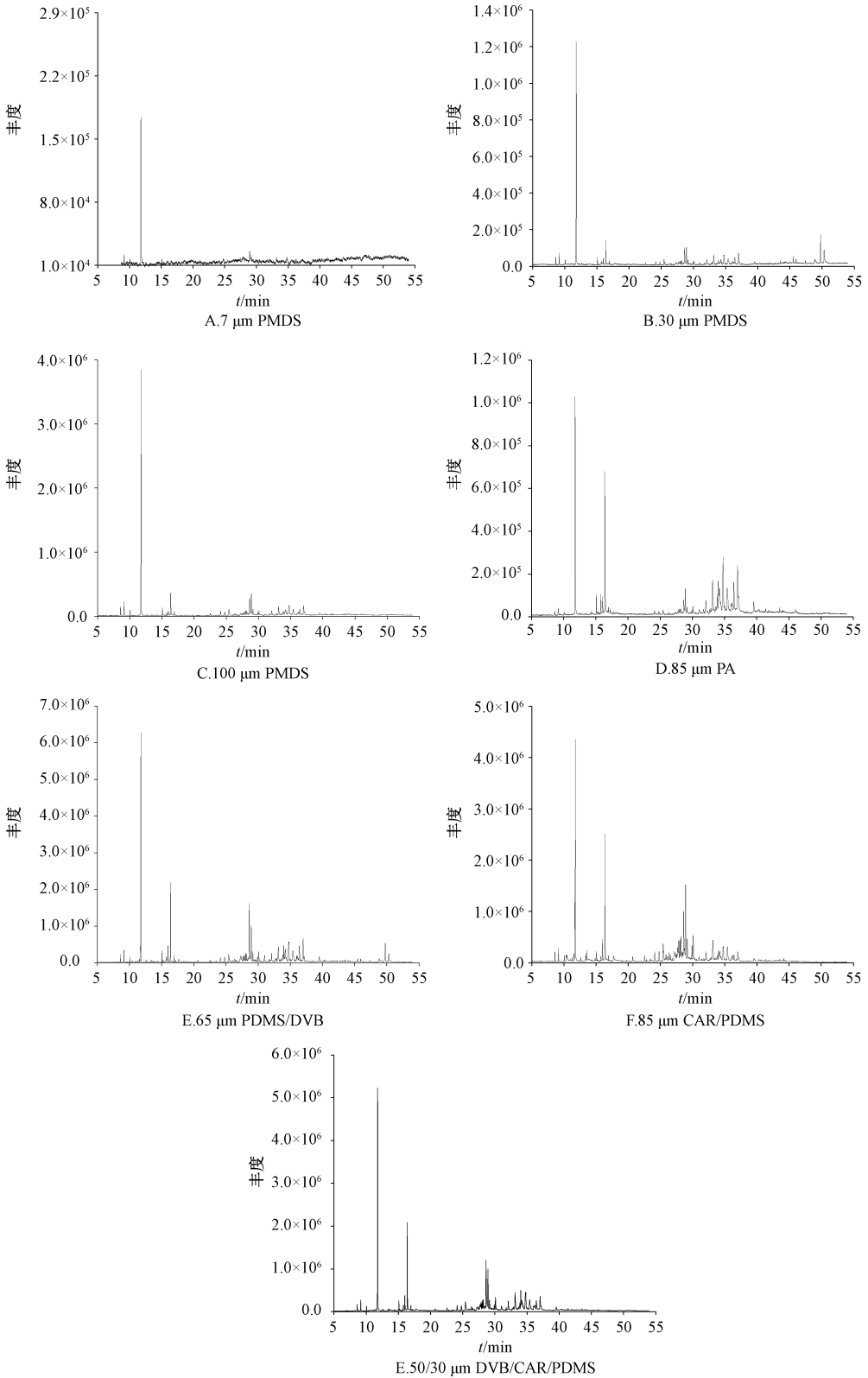


图 1 不同萃取头萃取大高良姜挥发性成分的总离子流图

于提升检测效果。采用极性涂层的 85 μm PA 萃取头离子流丰度(图 1D)总体上较小,推测可能是由于大高良姜含有较多的萜烯类化合物等非极性挥发性成分^[2],极性涂层对其萃取效果较差。图 1E~1G 显示,3 种采用复合涂层的萃取头在离子流丰度和峰形上均比单一类型涂层萃取头更好,这可能是由于复合涂层萃取头兼具了不同类型涂层的优点,对挥发性和半挥发性成分均有吸附。综上所述,选取 100 μm PDMS、85 μm PA、65 μm PDMS/DVB、85 μm CAR/PDMS、50/30 μm DVB/CAR/PDMS 这 5 种萃取头进行

后续成分分析。

2.4 不同萃取头挥发性成分组分分析 所得 GC-MS 谱图数据利用 NIST 17 质谱库进行检索、定性分析,同时将实测保留指数(retention index, RI)与 NIST Chemistry WebBook 数据库及文献[14]进行对比,以质谱相似度≥90%和 RI 接近度最高的化合物为综合判定结果,对于查阅不到 RI 的化合物以 MS 相似度进行判定,并采用峰面积归一化法计算各化合物在挥发性成分中的相对含量,结果见表 1。

表 1 不同萃取头萃取大高良姜挥发性成分分析结果

编号	<i>t</i> _R /min	RI	成分名	相对含量/%				
				100 μm	85 μm	65 μm	85 μm	50/30 μm
				PDMS	PA	PDMS/DVB	CAR/PDMS	DVB/CAR/PDMS
1	8.025	915	异丁酸异丁酯	—	—	0.03	—	—
2	8.230	921	三环萜	—	—	0.02	—	—
3	8.606	933	α-蒎烯	1.39	0.26	0.54	0.49	0.56
4	9.140	949	茨烯	2.21	0.56	0.90	0.74	0.91
5	10.057	976	β-蒎烯	0.91	0.23	0.38	0.33	0.34
6	10.492	990	β-月桂烯	—	—	0.06	0.67	—
7	10.901	1 002	2-甲基丁酸-2-二甲基丙酯	—	—	0.04	—	—
8	10.997	1 005	α-水芹烯	—	—	0.08	0.11	0.04
9	11.325	1 016	α-松油烯	—	—	0.13	0.27	0.10
10	11.567	1 024	邻伞花烃	—	—	0.23	0.52	0.20
11	11.702	1 029	<i>D</i> -柠檬烯	—	—	1.10	2.83	1.04
12	11.771	1 031	桉叶油醇	35.94	9.65	15.68	11.19	17.14
13	12.427	1 053	西瓜醛	—	—	0.03	—	—
14	12.590	1 059	γ-松油烯	0.06	—	0.16	0.23	0.15
15	13.387	1 085	萜品油烯	0.09	—	0.20	0.38	0.19
16	13.526	1 090	1-异丙烯基-3-甲基苯	—	—	0.10	1.12	0.28
17	13.775	1 098	芳樟醇	—	—	0.11	—	—
18	14.329	1 119	葑醇	0.12	0.22	0.11	0.04	0.09
19	15.072	1 147	樟脑	1.13	0.91	0.79	0.45	0.78
20	15.310	1 155	水合茨烯	—	0.14	0.07	0.04	0.07
21	15.546	1 164	异龙脑	—	0.06	—	0.01	0.03
22	15.642	1 168	氯化冰片	0.11	—	0.09	0.05	0.05
23	15.704	1 170	δ-松油醇	—	—	0.17	—	—
24	15.762	1 172	龙脑	0.51	1.00	0.38	0.44	0.59
25	15.996	1 181	4-萜品醇	1.01	1.13	1.13	1.60	1.47
26	16.369	1 195	α-松油醇	3.96	7.62	5.47	7.19	7.31
27	16.955	1 214	[1,5,5-三甲基-6-双环[2.2.1]庚烷基]乙酸酯	0.50	0.23	0.48	0.27	0.38
28	17.217	1 223	1,3,3-三甲基-2-氧杂双环[2.2.2]辛烷-6-醇	0.06	0.25	0.12	0.03	0.09
29	17.660	1 238	苜基丙酮	—	—	—	0.79	—
30	17.701	1 239	1,3,3-三甲基-2-氧杂双环[2.2.2]辛烷-5-醇	—	0.18	—	—	—
31	18.983	1 281	龙脑乙酯	—	—	0.10	0.03	0.05
32	20.654	1 324	苯甲酸异丁酯	—	—	0.25	0.54	0.24
33	22.528	1 367	α-衣兰烯	0.40	—	0.27	0.52	0.34
34	22.820	1 373	α-可巴烯	—	—	0.07	0.15	0.10
35	23.443	1 387	β-榄香烯	—	—	0.11	0.18	0.10
36	23.541	1 389	丁酸苯乙酯	—	—	0.07	—	—
37	24.125	1 402	石竹烯	1.01	0.32	0.51	0.79	0.69
38	24.780	1 417	α-檀香烯	0.97	0.33	0.58	0.83	0.68
39	25.423	1 431	α-香柠檬烯	1.51	0.35	1.00	1.52	1.23
40	25.785	1 439	6,9-愈创二木烯	—	—	—	0.26	—
41	25.885	1 441	α-檀香醇	—	—	—	0.71	—
42	26.098	1 446	γ-古芸烯	—	—	—	0.71	0.24

续表 1

编号	t_{R}/min	RI	化合物	相对含量/%				
				100 μm	85 μm	65 μm	85 μm	50/30 μm
				PDMS	PA	PDMS/DVB	CAR/PDMS	DVB/CAR/PMDS
43	26.363	1 452	α -律草烯	0.46	0.16	0.51	1.15	0.58
44	27.250	1 472	γ -衣兰油烯	0.81	—	—	—	—
45	27.437	1 476	α -紫穗槐烯	0.32	—	0.43	0.83	0.62
46	27.560	1 479	α -姜黄烯	—	—	—	0.56	—
47	27.682	1 481	马兜铃烯	0.59	—	—	1.84	1.00
48	27.842	1 485	β -芹子烯	1.00	0.52	0.88	2.15	1.42
49	28.079	1 490	佛术烯	1.08	0.53	1.08	2.12	1.53
50	28.169	1 492	α -芹子烯	1.30	0.55	1.22	2.68	1.94
51	28.309	1 495	α -衣兰油烯	—	—	0.23	0.72	0.49
52	28.438	1 498	δ -愈创木烯	0.71	—	0.86	1.03	0.70
53	28.525	1 500	十五烷	—	—	—	0.34	—
54	28.619	1 502	α -金合欢烯	5.22	1.35	6.99	4.60	8.13
55	28.735	1 505	β -红没药烯	—	—	0.64	—	—
56	28.914	1 509	γ -杜松烯	5.53	2.13	4.83	7.13	6.23
57	29.171	1 515	δ -杜松烯	1.48	0.57	1.50	—	1.97
58	29.395	1 521	β -倍半水芹烯	—	—	—	—	0.44
59	29.765	1 529	β -雪松烯	—	—	0.16	—	—
60	29.905	1 533	芹子二烯	0.59	0.41	0.71	1.54	0.97
61	31.022	1 559	反式-橙花叔醇	—	—	0.81	0.39	0.74
62	31.738	1 576	石竹素	0.32	0.44	0.33	0.19	0.35
63	32.087	1 584	表蓝桉醇	1.07	1.26	0.98	—	1.41
64	32.871	1 603	环氧化蛇麻烯Ⅱ	0.37	0.45	—	—	0.51
65	33.641	1 621	萆澄茄油烯醇	3.97	6.57	4.45	4.04	4.70
66	34.016	1 631	乙酰氧基胡椒酚乙酸酯	0.60	3.35	2.41	1.23	3.10
67	34.207	1 636	τ -杜松醇	—	—	1.33	—	—
68	35.014	1 655	十氢二甲基甲乙烯基萘酚	—	8.86	0.35	—	0.24
69	35.355	1 664	β -红没药醇	—	—	1.14	—	—
70	36.015	1 680	α -红没药醇	0.42	0.94	0.82	—	0.57
71	36.852	1 700	十七烷	—	—	—	0.18	—
72	37.015	1 704	α -香柠檬醇	2.66	4.85	3.33	1.11	2.56
73	38.370	1 740	α -檀香醇	—	—	0.19	—	—
74	39.637	1 774	愈创兰油烃	—	—	—	0.14	—
75	40.607	1 800	十八烷	—	—	0.03	0.06	—
76	41.361	1 836	β -(<i>Z</i>)-姜黄烯-12-醇	0.23	—	0.13	0.10	0.19
77	41.847	1 859	邻苯二甲酸二异丁酯	—	0.14	0.10	0.05	0.07
78	42.724	1 900	十九烷	—	—	—	0.06	—
79	43.552	1 951	邻苯二甲酸二丁酯	—	0.25	0.11	0.08	0.12
80	44.179	1 991	棕榈酸乙酯	—	—	—	0.13	—
81	44.301	2 000	二十烷	—	—	0.02	0.04	—

注:—表示未检出。

5 种萃取头共检测出大高良姜挥发性成分 81 种，其中萜烯类 34 种，醇类 21 种，酯类 10 种，烃类 9 种，醚类 3 种，醛酮类 3 种，其他类 1 种；共有检出成分只有 24 种，表明不同萃取头对大高良姜挥发性成分的萃取能力有较大差异；相对含量最高的成分均为 1，8-桉叶素，这与同属植物山姜、高良姜一致^[7]，推测它在部分山姜属植物中的含量分布规律可能具有一定相似性，可作为该属植物鉴定和品质评价的一个指标。

5 种萃取头检出的大高良姜挥发性成分的数量和相对含量见图 2~3，可知其数量依次为 65 μm PDMS/DVB>85 μm CAR/PDMS>50/30 μm DVB/CAR/PDMS>100 μm PDMS>85 μm PA，分别有 64、60、54、37、35 种，由此可见，复合涂层萃取头萃取大高良姜挥发性成分的数量明显高于单

一类型涂层萃取头，推测由于复合涂层萃取头兼具了不同极性的固定相，对不同种类的化合物均有亲和力。100 μm PDMS 萃取头检出成分总数较少，但其总相对含量占比最高（80.51%），表明该萃取头萃取的物质较少、萃取效果较差，其次为 50/30 μm DVB/CAR/PDMS（76.01%），85 μm PA 最低（56.77%）。

由图 2 可知，大高良姜挥发性成分中萜烯类和醇类的数量明显高于其他类，前者不仅是香料、调味品和化妆品的重要原料，并且具有多种药理活性^[14]。65 μm PMDS/DVB 萃取头检出的萜烯类化合物数量最多（29 个），其次为 85 μm CAR/PDMS 和 50/30 μm DVB/CAR/PDMS（均为 28 个）；相对含量最高为 85 μm CAR/PDMS（36.8%），其次为 50/30 μm DVB/CAR/PDMS（32.73%）。5 种萃取头中

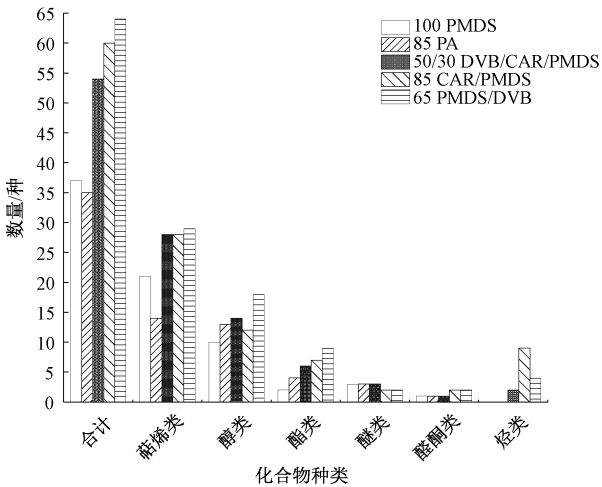


图 2 不同萃取头萃取大高良姜挥发性成分数量

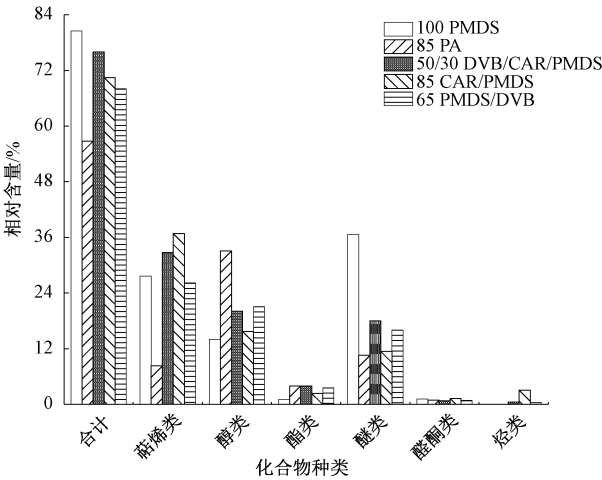


图 3 不同萃取头萃取大高良姜挥发性成分相对含量

检出含量最高的前 2 个萜烯类化合物均为 α -金合欢烯和 γ -杜松烯，其中 γ -杜松烯带有木香、壤香，有祛痰功效^[15]， α -金合欢烯有花香、青草香和香脂香味^[16]。除此以外， α -蒎烯、 β -蒎烯、 β -蒎烯、石竹烯、 α -檀香烯、 α -香柠檬烯、 α -律草烯、 β -芹子烯、 α -芹子烯、芹子二烯在 5 种萃取头中均有检出，这些都是大高良姜中重要的萜烯类成分^[7]。

醇类化合物通常具有花香、果香、木香等味道，是大高良姜挥发油香气的重要来源。65 μm PMDS/DVB 萃取头检出的醇类化合物数量最多（18 个），相对含量为 21.09%，仅次于 85 μm PA（33.08%）；100 μm PDMS 萃取头检出的醇类化合物数量（10 个）和总相对含量（14.01%）均为最低。5 种萃取头中检出含量最高的醇类化合物中均为 α -松油醇，其次为萆澄茄油烯醇，其中 α -松油醇是一种重要的医药和香精原料^[14]，萆澄茄油烯醇是大高良姜重要的特殊风味物质^[16]。在 5 种萃取头中均检出的醇类化合物还有 α -香柠檬醇、4-萆品醇、表蓝桉醇、龙脑。

5 种萃取头中检出酯类物质数量最多的是 65 μm PMDS/DVB（9 种），乙酰氧基胡椒酚乙酸酯为 5 种萃取头中检出含量最高的酯类物质，与文献 [17] 报道一致。它

是大高良姜主要的辛辣成分，呈现独特的辛辣感觉，具有抗肿瘤、抑菌、抗溃疡、抗氧化等生物活性，但其在高良姜、生姜、艳山姜、益智等其他山姜属植物中未被检出^[8,10]，可能是大高良姜特征成分。

5 种萃取头检出的醚类和醛酮类化合物数量均较少，且不同萃取头间差别不大。由于醚类化合物中的 1, 8-桉叶素是大高良姜挥发性成分中含量最高的化合物，故 5 种萃取头检出的醚类化合物数量虽然较少，但相对含量高于酯类、烃类化合物。对于烃类化合物，85 μm CAR/PMDS 表现出较高的敏感性，检出数量（9 种）明显高于其他萃取头，并且有 5 种为独有物质，分别为 α -姜黄烯、愈创兰油烃、十五烷、十七烷和十九烷。

2.5 不同萃取头对各种类化合物灵敏度分析 相同操作条件下，不同萃取头对同一化合物的萃取峰面积不尽相同，因此须将不同萃取头对相同化合物的峰面积进行标准化处理后才能准确比较。刘非等^[18]采用累积峰面积标准化值（cumulative area normalization value, CANV）评价不同萃取头对各类化合物的灵敏度，相同保留时间下对某类化合物 CANV 值越大的萃取头，则对该类化合物的灵敏度越高。

由图 4 可知，85 μm CAR/PMDS 萃取头对萜烯类、烃类化合物具有最大的 CANV 值，其次为 65 μm PMDS/DVB；65 μm PMDS/DVB 萃取头对醇类、酯类、醛酮醚类化合物有最大的 CANV 值，萃取灵敏度较高。总体上，85 μm PA、100 μm PDMS 萃取头对各类化合物的 CANV 值较小，表明单一涂层萃取头对大高良姜各类挥发性成分萃取灵敏度不高，萃取效果较差。

2.6 基于主成分分析的不同萃取头萃取效果评价 以特征值大于 0.8，累计方差贡献率 $\geq 85.0\%$ 为依据，利用 SPSS 25.0 软件对 5 种萃取头所萃取的大高良姜各类挥发性成分的相对含量进行主成分分析^[19]。见表 2~3。

表 2 主成分因子特征值及贡献率

主成分	特征值	方差贡献率/%	累积方差贡献率/%
1	3.532	58.86	58.86
2	1.496	24.94	83.80
3	0.909	15.16	98.95

表 3 主成分因子载荷矩阵

编号	种类	PC1	PC2	PC3
X1	萜烯类	0.469	-0.176	0.432
X2	醇类	0.386	0.488	-0.322
X3	酯类	0.487	0.296	-0.165
X4	烃类	0.339	-0.585	0.255
X5	醛酮类	0.526	-0.064	-0.111
X6	醚类	-0.034	0.545	0.778

结果显示，共提取到主成分 3 个，累积方差贡献率为 98.95%，基本上能反映原变量的信息^[20]。其中，第一主成分（PC1）方差贡献率为 58.86%，主要反映萜烯类、酯类、烃类、醛酮类化合物的变异信息；第二主成分（PC2）方差贡献率为 24.94%，主要反映醇类化合物的变异信息；

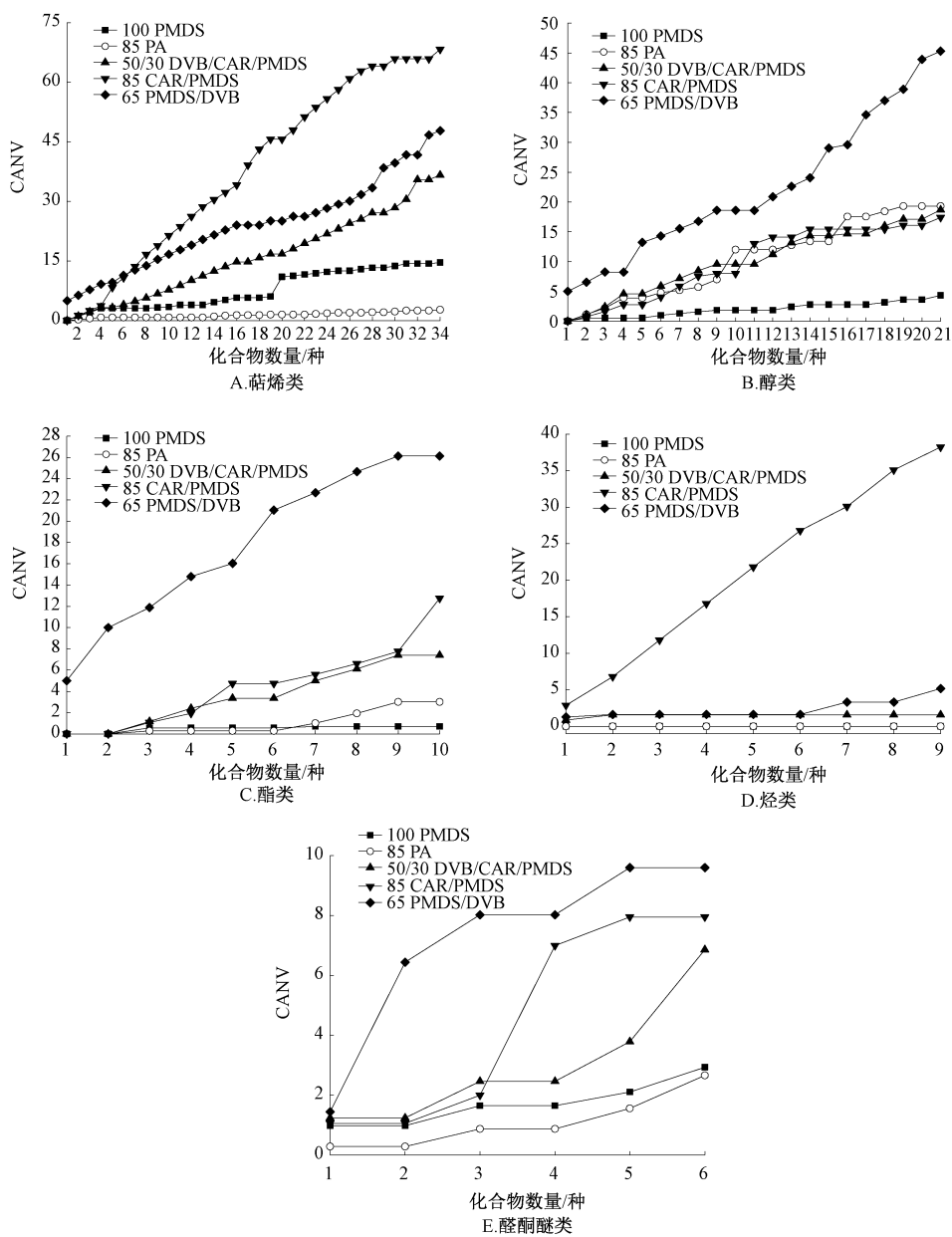


图 4 不同萃取头萃取各类化合物的峰面积累积标准化值

第三主成分（PC3）方差贡献率为 15.16%，主要反映醚类化合物的变异信息。各主成分得分（ F ）方程为 $F_1 = 0.469 X_1 + 0.386 X_2 + 0.487 X_3 + 0.339 X_4 + 0.526 X_5 - 0.034 X_6$ 、 $F_2 = -0.176 X_1 + 0.488 X_2 + 0.296 X_3 - 0.585 X_4 - 0.064 X_5 + 0.545 X_6$ 、 $F_3 = 0.432 X_1 - 0.322 X_2 - 0.165 X_3 + 0.255 X_4 - 0.111 X_5 + 0.778 X_6$ 。

以各主成分方差贡献率为权重，构建萃取头对大高良姜挥发性成分萃取效果的综合评价模型，表达式为 $F = 0.5886 F_1 + 0.2494 F_2 + 0.1516 F_3$ ，模型得分越高，表明该萃取头的萃取效果越好。由表 4 可知，65 μm PDMS/DVB 萃取头得分最高，为萃取大高良姜挥发性成分的最优选择。

表 4 萃取头综合评价得分

萃取头	F_1	F_2	F_3	F	排序
100 μm PDMS	-1.806 58	-0.582 45	-0.239 35	-1.244 900	5
85 μm PA	-1.531 26	-0.008 73	-0.888 22	-0.901 300	4
65 μm PDMS/DVB	2.204 00	1.239 06	-0.742 92	1.297 274	1
85 μm CAR/PMDS	1.793 88	-1.720 19	0.440 05	1.055 878	2
50/30 μm DVB/CAR/PMDS	-0.660 04	1.072 32	1.430 44	-0.388 500	3

3 讨论

本实验采用 7 种萃取头, 通过 HS-SPME 结合 GC-MS 对大高良姜挥发性成分进行萃取和检测。通过总离子流图分析, 选取 100 μm PMDS、85 μm PA、65 μm PDMS/DVB 85 μm CAR/PDMS、50/30 μm DVB/CAR/PDMS 这 5 种萃取头萃取的成分进行分析鉴定。结果表明, 5 种萃取头共检测出 81 种成分, 包括萜烯类 34 种, 醇类 21 种, 酯类 10 种, 烃类 9 种, 醚类 3 种, 醛酮类 3 种, 其他类 1 种, 检出成分数量高于前期报道^[7,17]。总体上, 具有复合涂层的萃取头在检出物数量、总相对含量和萃取灵敏度方面优于单一涂层的萃取头。

采用主成分分析评价不同萃取头对大高良姜挥发性成分的萃取效果, 提取到 3 个主成分, 累积方差贡献率为 98.95%, 能充分解释不同萃取头萃取大高良姜挥发性成分的信息。根据所建立的评价模型, 确定 65 μm PDMS/DVB 为大高良姜挥发性成分分析的最佳萃取头, 可为进一步研究该药材乃至其他山姜属植物的挥发性成分及建立相关质量标准提供参考。

参考文献:

[1] 丘海冰, 苏善美, 李明芳, 等. 大高良姜、红豆蔻乙酸乙酯部位对胃溃疡寒证大鼠的作用机制研究[J]. 中药材, 2018, 41(2): 464-467.

[2] Fauziah A, Partiban S, Halijah I, *et al.* Chemical composition, antifeedant, repellent, and toxicity activities of the rhizomes of Galangal, *Alpinia galanga* against asian subterranean termites, *Coptotermes gestroi* and *Coptotermes curvignathus* (Isoptera: Rhinotermitidae) [J]. *J Insect Sci*, 2015, 15(7): 1-7.

[3] 黄俊生. 二氧化碳超临界萃取大高良姜风味物质制备特色蘸粘调味品的研究[J]. 中国调味品, 2017, 42(6): 47-50.

[4] 张默雷, 王晓闻. 顶空固相微萃取与液液萃取竹叶青露酒中挥发性物质成分的比较[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(7): 156-162.

[5] 熊茂富, 任 敏, 杜 伊, 等. 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用法同时测定湖库水中 12 种氯苯甲醚的条件优化[J]. 岩矿测试, 2019, 38(6): 724-733.

[6] 朱奕轩, 胡剑灿, 廖 芸, 等. 固相微萃取技术分析纺织品

中全氟化合物[J]. 分析试验室, 2019, 38(2): 167-171.

[7] 刘 磊, 秦华珍, 王晓倩, 等. 10 味山姜属药物挥发油成分的气相-质谱联用分析[J]. 广西植物, 2012, 32(4): 561-566; 493.

[8] 沈 鑫, 陈艳敏, 李永红, 等. 基于固相微萃取技术探究花叶艳山姜的挥发性成分及变化规律[J]. 江西农业大学学报, 2018, 40(4): 769-779.

[9] 陈凌霄, 张苑鑫, 李绍平, 等. 顶空固相微萃取-气相色谱质谱联用分析比较鲜/干高良姜挥发性成分[J]. 药物分析杂志, 2017, 37(9): 1615-1620.

[10] 曹英夕, 张 东, 杨立新, 等. 不同萃取纤维在半枝莲挥发性成分分析中的应用[J]. 中国实验方剂学杂志, 2015, 21(8): 51-55.

[11] 张文杰, 刘 聪, 郑婷婷, 等. 不同萃取头对分析普洱熟茶挥发性成分的影响[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(20): 145-151.

[12] 寇晓琳, 李婷婷, 吴彩娥, 等. 基于 GC-TOF-MS 技术优化青钱柳茶挥发性物质的萃取条件[J]. 现代食品科技, 2019, 35(8): 261-270.

[13] 卢静茹, 林向阳, 张 如, 等. HS-SPME-GC-MS 联用分析美国巴旦木香气成分[J]. 食品科学, 2015, 36(2): 120-125.

[14] 袁 源, 周 伟, 付云飞, 等. 气相色谱-质谱联用法结合保留指数对高良姜挥发油成分的分析[J]. 分析测试学报, 2016, 35(6): 692-697.

[15] 王维恩. 青海杜鹃花和叶中挥发性成分的 GC-MS 分析[J]. 中成药, 2018, 40(1): 147-151.

[16] 孙洁雯, 高婷婷, 杨克玉, 等. 固相微萃取结合气-质联用分析麻椒挥发性成分[J]. 化学研究与应用, 2015, 27(3): 284-291.

[17] 司民真, 李 伦, 张川云, 等. 大高良姜与节鞭山姜油细胞原位拉曼光谱研究[J]. 光散射学报, 2017, 29(3): 239-242.

[18] 刘 非, 杜丽平, 肖冬光. 酱油挥发性成分固相微萃取条件的优化[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(7): 70-75.

[19] 顾苑婷, 彭邦远, 丁筑红. 基于 SPME-GC-MS 与 PCA 的不同萃取头萃取刺梨汁香气成分效果比较[J]. 食品与机械, 2019, 35(1): 47-53.

[20] 顾丽亚, 胡 玮, 陆兔林, 等. 基于多元统计分析的不同产地莪术饮片质量评价[J]. 中成药, 2019, 41(3): 590-595.