

HS-GC-O-MS分析细叶韭花易挥发性风味成分

许曼筠, 张 婕, 李美萍*, 尉立刚, 郭彩霞, 张生万
(山西大学生命科学学院, 山西 太原 030006)

摘 要: 采用顶空-气相色谱-质谱联用技术对细叶韭花中易挥发性成分的萃取条件及气相色谱-质谱分离检测条件进行系统研究, 并结合嗅闻仪确定挥发性风味成分。在选定HP-5MS色谱柱的分离条件下, 最优顶空条件为样品用量1.0 g/20.0 mL顶空瓶, 平衡温度100 ℃, 平衡时间40 min。结果表明: 经气相色谱-嗅闻-质谱联用分析, 共分离得到52种化合物, 确定结构46种, 占总易挥发性成分的99.15%。其中, 含硫类17种、醛类10种、烃类4种、酮类4种、呋喃类3种、醇类4种、酸类2种、芳香族类1种、萜类1种。根据嗅闻结果结合相对气味活度值可得, 细叶韭花挥发性风味成分主要是二甲基硫醚、二甲基二硫醚、二甲基三硫醚、3-甲基丁醛、2-甲基丁醛、1,3-二噻烷。

关键词: 顶空; 气相色谱-嗅闻-质谱法; 细叶韭花; 挥发性风味成分

Analysis of the Volatile Compounds in the Flowers of *Allium tenuissimum* by Headspace-Gas Chromatography-Olfactometry-Mass Spectrometry

XU Manjun, ZHANG Jie, LI Meiping*, YU Ligang, GUO Caixia, ZHANG Shengwan
(College of Life Science, Shanxi University, Taiyuan 030006, China)

Abstract: The extraction and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) conditions for analysis of volatile flavor compounds in *Allium tenuissimum* flowers were systematically studied. An HP-5MS chromatographic column was chosen and the optimal conditions were determined. In this investigation, 1.0 g of sample was extracted at 100 ℃ for 40 min in a 20-mL headspace vial. Under these conditions, a total of 52 compounds were isolated by headspace-gas chromatography-olfactometry-mass spectrometry (HS-GC-O-MS), of which 46 accounting for 99.15% of the total volatile substances, were structurally identified. These compounds included 17 sulfurs, 10 aldehydes, 4 hydrocarbons, 4 ketones, 3 furans, 4 alcohols, 2 acids, 1 aromatic compound, and 1 terpenoid compound. According to the result of olfactometry and relative odor activity value (ROAV), the main flavor volatile components were identified as dimethyl sulfide, 2-methyl-,disulfide, dimethyl trisulfide, 3-methyl-,butanal, 2-methyl-,butanal, and 1,3-dithiane.

Key words: headspace; gas chromatography-olfactometry-mass spectrometry; *Allium tenuissimum* flowers; volatile flavor components
DOI:10.7506/spkx1002-6630-201710033

中图分类号: TS201.2

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2017)10-0199-05

引文格式:

许曼筠, 张婕, 李美萍, 等. HS-GC-O-MS分析细叶韭花易挥发性风味成分[J]. 食品科学, 2017, 38(10): 199-203.
DOI:10.7506/spkx1002-6630-201710033. <http://www.spkx.net.cn>

XU Manjun, ZHANG Jie, LI Meiping, et al. Analysis of the volatile compounds in the flowers of *Allium tenuissimum* by headspace-gas chromatography-olfactometry-mass spectrometry[J]. Food Science, 2017, 38(10): 199-203. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201710033. <http://www.spkx.net.cn>

细叶韭 (*Allium tenuissimum*) 又名摘麻花、麻麻花、扎蒙、野韭花、天香花, 是一种百合科葱属多年生草本植物^[1], 多生长于瘠薄土地、草地及周围没有大型植被的地方^[2], 主要分布在中国北部的黑龙江、吉林、辽宁、山东、河北、山西、内蒙古等地区^[3], 其顶端花序可食用。细叶韭

花具有独特的风味, 常作为一种蔬菜、腌制品^[1]或干制、酱制作调味品供人们食用, 有的还进行了香精油提取以作面食佐料^[4], 其调味效果优于葱蒜, 且花中含有丰富的营养物质, 是医食同源的新型调味品资源, 具有补肾、解毒、降血糖、降血脂、软化血管和防治肿瘤等功效^[5-6]。

收稿日期: 2016-08-19

基金项目: 山西省基础研究计划(青年基金)项目(2015021139)

作者简介: 许曼筠(1993—), 女, 硕士研究生, 研究方向为食品化学。E-mail: xumjanjun831@163.com

*通信作者: 李美萍(1977—), 女, 讲师, 博士, 研究方向为食品化学和化学计量学。E-mail: lmpmg@sxu.edu.cn

目前国内外对细叶韭花挥发性风味成分的研究较少,穆启运^[7]采用乙醇浸提,乙醚萃取后直接进行气相色谱-质谱分析,张小利等^[8]用超临界CO₂对细叶韭花精油的提取工艺进行了研究,其余大多集中于生物学特性^[1-3]、物候观测^[4]等方面。而细叶韭作为新型调味品资源,其风味是反映品质的重要指标,且香气成分的种类及其之间的相互作用赋予了细叶韭独特的风味。近年来,气相色谱-嗅闻-质谱联用技术是鉴别样品中挥发性风味成分贡献大小的主要方法^[9],且直接顶空分析法所用样品无需溶剂处理,是一种方便快捷的挥发性成分分析方法^[10]。实验建立顶空直接进样和气相色谱-嗅闻-质谱联用的方法对细叶韭花中易挥发性成分进行检测,并采用相对气味活度值(relative odor activity value, ROAV)结合香气强度值对其风味起主要贡献作用的物质进行鉴定,旨在为细叶韭花的品质评价及综合利用提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

细叶韭花,2015年8月采自山西省右玉县;C₅~C₄₀正构烷烃(色谱纯) 上海安谱科学仪器有限公司。

7694E顶空仪、7890A-5975C气相色谱-质谱联用仪 美国Agilent公司;ODP3嗅闻仪 德国Gerstel公司;BS 124S分析天平 北京赛多利斯仪器系统有限公司。

1.2 方法

1.2.1 顶空进样的最佳条件考察

考察顶空平衡时间(20、30、40、50、60 min),样品用量(0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 g),平衡温度(70、80、90、100、110、120、130℃),在考察每个因素时,固定其余因素,以细叶韭花挥发性成分峰个数与总峰面积为考察指标,确定平衡温度这一因素时还要结合细叶韭花在不同温度条件下色泽与气味的变化情况。

1.2.2 顶空进样操作参数及气相色谱-嗅闻-质谱联用分析条件

准确称取1.0 g细叶韭花,用研钵磨碎,到肉眼看到它们颗粒大小均匀后压实置于20.0 mL顶空瓶中,用带有橡胶隔垫的瓶盖密封,放入顶空仪自动进样分析。

顶空仪的参数:Zone Temps中设定加热区域平衡温度100℃,定量环温度110℃,传输管路温度120℃。顶空平衡加热时间40 min,顶空瓶加压时间1 min,定量圈定量时间0.1 min,定量圈平衡时间0.1 min,进样时间0.1 min。

气相色谱条件:HP-5MS色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm);程序升温:初温35℃,保持4 min,以2℃/min的速率升温至80℃,以3.5℃/min的速率升温至130℃;进样口温度250℃;载气He,流速1.0 mL/min;分流比5:1。

质谱条件:电子电离源;电子能量70 eV;离子源温度230℃;四极杆温度150℃;质量扫描范围 m/z 30~500;质谱库为NIST 05;扫描模式为全扫描。

嗅闻方法:ODP3嗅闻仪的传输线温度300℃,补充气N₂,接口温度200℃。

1.2.3 定性及定量分析

在1.2.2节条件下进行样品测定,质谱图通过人工解析并使用计算机标准质谱库NIST 05进行对照确定,相同条件下通过对C₅~C₄₀正构烷烃的色谱扫描,按文献[11]方法计算得到各化合物的保留指数(retention index, RI),并结合嗅闻,通过3位评价员的嗅闻结果描述的化合物香味特征与文献[12-13]报道对比结果对物质进行定性分析。

采用峰面积归一化法对化合物的相对含量进行定量分析。

1.2.4 风味物质的评价

1.2.4.1 ROAV的计算

用化合物的相对含量进行分析,按下式计算ROAV^[14]。

$$\text{ROAV} = 100 \times \frac{C_{ri}}{C_{\max}} \times \frac{T_{\max}}{T_i}$$

式中: C_{ri} 为第*i*种物质的相对含量/%; $C_{\max}$ 为OAV最高物质的相对含量/%; T_i 为第*i*种物质的感觉阈值/(μg/kg); $T_{\max}$ 为OAV最高物质的感觉阈值/(μg/kg)。

1.2.4.2 香气强度

由3位评价员在嗅闻仪的检测口进行香气成分的评价,并记录香味成分的保留时间、香味特征与香味强度,强度分为0、1、2、3、4五种等级,根据0表示无气味,1表示气味微弱,2表示气味中等,3表示气味明显,4表示气味强烈来打分,评价员要尽量对闻到的香味成分进行描述,整理结果与文献[12-13]报道化合物香味描述进行对比。

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择

韭菜、大蒜这类葱属植物的挥发性成分大部分为弱极性物质^[6,15-16],根据相似相溶的原则,分离时宜选用极性弱、耐高温的固定相,故实验选择了HP-5MS色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm),然后分别对程序升温条件和分流比进行选择。

程序升温条件开始选用初温40℃,以3.5℃/min的速率升温至200℃,得到的总离子流色谱图分离效果不理想,通过降低初始温度和改变程序升温的升温速率,得到分离效果好的色谱图。选定程序升温条件为初温35℃,保持4 min,以2℃/min的速率升温至80℃,再以3.5℃/min的速率升温至130℃。

考察分流比分别为5:1、10:1、15:1时进行实验,在分流比选用10:1和15:1时,检测出的物质较用分流比5:1

时少,一些含量低的物质无法检出,为了尽可能多的检出物质,故最后选用分流比5:1进行实验。

2.2 顶空直接进样条件的选择

2.2.1 平衡时间的选择

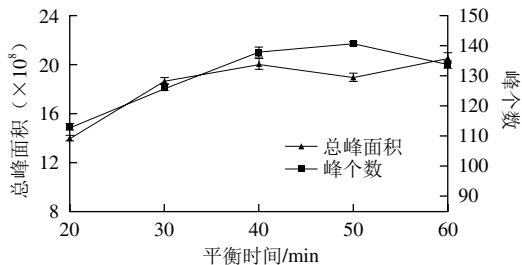


图1 平衡时间对挥发性物质的影响
Fig. 1 Effect of equilibration time on the identification of volatile compounds

由图1可知,平衡时间从20 min延长至40 min前,峰个数和总峰面积呈上升趋势,说明此段时间内样品的挥发性物质未达到饱和。平衡时间达到40 min时,样品的挥发性物质种类和总峰面积相对较大。随着平衡时间继续延长到50 min时,总峰面积减小,峰个数变化不大。当平衡时间延长到60 min,峰个数呈减少趋势。为保证峰个数与总峰面积相对较大,且实验用时最短,故平衡时间选为40 min。

2.2.2 样品用量的选择

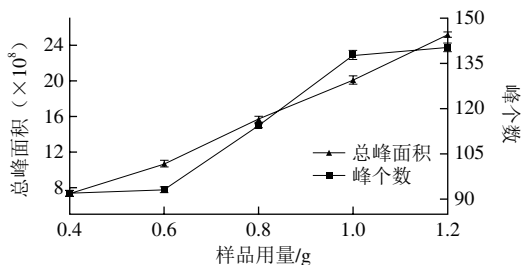


图2 样品用量对挥发性物质的影响
Fig. 2 Effect of injected sample amount on the identification of volatile compounds

如图2所示,随着样品用量从0.4 g增加到1.0 g,检测出细叶韭花中易挥发性物质的峰个数与总峰面积持续增加,在样品用量为1.2 g时,总峰面积增加,但峰个数变化不大,故样品用量选为1.0 g。

2.2.3 平衡温度的选择

如图3所示,当平衡温度从70 ℃上升到130 ℃时,细叶韭花挥发性成分峰个数和峰面积持续增加,在100 ℃时峰个数增加有明显变化,这是因为选用的细叶韭花未经处理,样品中水分含量较高,当平衡温度为70~90 ℃,没有达到水的沸点,不利于水溶性物质挥发,故温度小于100 ℃时,检测到挥发性物质较少;当温度升高到100 ℃时,水蒸气蒸发,易挥发性成分溢出较多,有利于

挥发性物质的检测;当平衡温度继续升高到110~130 ℃,虽然检测出的物质种类和数量都有大幅提高,但是根据表1可知,平衡温度为70~100 ℃时,细叶韭花色泽和气味与原细叶韭花能保持一致,平衡温度高于100 ℃后,与原样品相比,细叶韭花颜色褐变程度加深,烧焦味逐渐明显,所以,本实验平衡温度选为100 ℃。

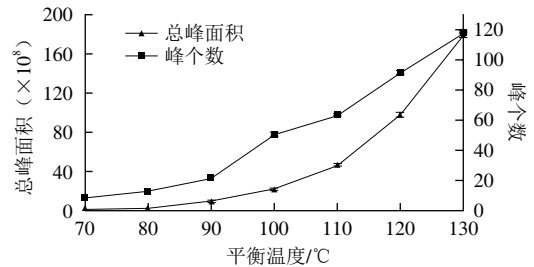


图3 平衡温度对挥发性物质的影响
Fig. 3 Effect of equilibration temperature on the identification of volatile compounds

表1 不同平衡温度条件下细叶韭花的色泽与气味比较
Table 1 Compared of color and odor of *Allium tenuissimum* flowers at different equilibration temperatures

指标	平衡温度/℃						
	70	80	90	100	110	120	130
气味(与原细叶韭比较)	不变	不变	不变	不变	略带烧焦味	烧焦味中等	烧焦味明显
色泽(与原细叶韭比较)	不变	不变	不变	不变	颜色稍加深	颜色有变褐现象	褐色,略变黑

2.3 细叶韭花易挥发性成分分析

对待测细叶韭花样品,按照1.2.2节方法进行测定,如图4所示,为了更清晰地反映细叶韭花挥发性物质出峰情况,对前5 min的色谱图进行了放大,如图4A所示,解析结果见表2。

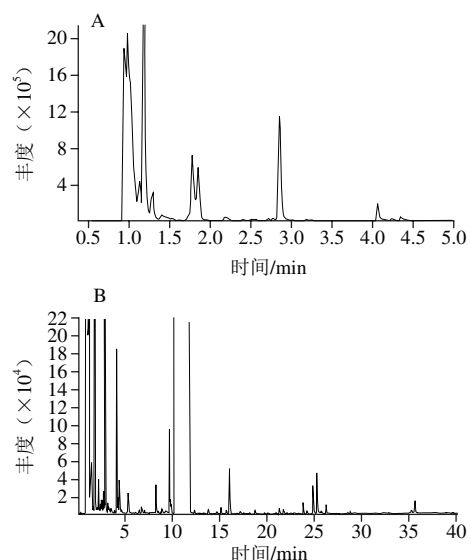


图4 细叶韭花挥发性成分前5 min放大图(A)及总离子流色谱图(B)
Fig. 4 Total ion current chromatogram of volatile components of *Allium tenuissimum* flowers separated during the first five minutes (A) and during the whole process (B)

表2 顶空-气相色谱-质谱联用分析细叶韭花挥发性成分结果
Table 2 HS-GC-O-MS analytical results of the volatile composition of the flowers of *Allium tenuissimum*

序号	保留时间/min	化合物	相对含量/%	匹配度	RI		结构鉴定方法
					计算值	文献值 ^[16-26]	
1	1.128	丙醛	4.07	76	546	601	MS、RI
2	1.183	二甲基硫醚	28.44	95	563		MS、Odor
3	1.290	2-甲基丙醛	3.77	87	598	637	MS、RI
4	1.401	2,3-丁二酮	0.98	64	614	624	MS、RI
5	1.470	3-甲基呋喃	0.20	90	623		MS
6	1.481	丙硫醇	0.34	94	624		MS、Odor
7	1.534	—	0.28				
8	1.623	—	0.15				
9	1.775	乙酸	7.73	90	663	702	MS、Odor、RI
10	1.847	3-甲基丁醛	8.68	81	673	651	MS、Odor、RI
11	1.851	2-甲基丁醛	6.36	86	673	662	MS、Odor、RI
12	2.191	2-乙基呋喃	0.72	90	707	702	MS、RI
13	2.414	硫氰酸甲酯	0.19	80	718		MS
14	2.517	烯丙基甲硫醚	0.20	93	723		MS
15	2.569	丙酸	0.21	87	726		MS
16	2.720	丙烯基甲硫醚	0.26	97	734		MS、Odor
17	2.777	3-甲基-1-丁醇	0.21	78	736		MS
18	2.858	二甲基二硫醚	12.36	96	741	740	MS、Odor、RI
19	3.194	丙基甲硫醚	0.15	78	757		MS
20	3.256	—	0.22				
21	4.072	2,3-丁二醇*	1.76	90	801		MS
22	4.248	己醛	0.28	78	805	801	MS、Odor、RI
23	4.359	2,3-丁二醇*	0.61	90	807		MS
24	4.664	2-甲硫醚丁烷	0.03	76	815		MS
25	5.327	2-甲基-2-戊烯醛	0.34	95	830	826	MS、RI
26	6.767	糠醇	0.18	72	865	858	MS、Odor、RI
27	7.071	3,4-二甲基噻吩	0.06	90	872	884	MS、RI
28	8.306	2,4-二甲基噻吩	0.56	91	901		MS
29	8.957	甲基烯丙基二硫醚	0.09	89	911	911	MS、RI
30	9.704	1,3-二噻烷*	1.62	62	924		MS
31	9.810	甲基丙基二硫醚	0.28	91	925	920	MS、Odor、RI
32	9.886	1R- α -蒎烯	0.20	93	927	929	MS、RI
33	10.239	1,3-二噻烷	5.74	58	932		MS、Odor
34	10.656	蒎烯	0.21	97	939	953	MS、RI
35	11.612	苯甲醛, 安息香醛	0.05	80	955	957	MS、RI
36	11.796	二甲基三硫醚	8.15	97	958	956	MS、Odor、RI
37	12.374	β -蒎烯	0.07	91	967	972	MS、RI
38	13.836	2-戊基呋喃	0.10	72	991	992	MS、RI
39	14.732	辛醛	0.04	72	1 005	1 026	MS、RI
40	15.745	1-甲基-3-(1-异丙基) 苯	0.11	91	1 019		MS
41	16.068	桉油精	1.19	98	1 024	1 028	MS、Odor、RI
42	17.211	苯乙醛	0.08	86	1 040	1 040	MS、Odor、RI
43	18.782	1-甲基-4-(1-异丙基)-1,4-环己二烯	0.08	76	1 062	1 056	MS、RI
44	21.353	4-甲基-1-(1-异丙基) 双环[3.1.0]-3-己酮	0.17	94	1 099		MS
45	21.789	壬醛	0.12	72	1 105	1 107	MS、RI
46	23.865	1,7,7-三甲基双环[2.2.1]-2-庚酮	0.31	98	1 134	1 140	MS、RI
47	24.268	—	0.09				
48	24.920	甲基烯丙基三硫醚*	0.76	78	1 149	1 140	MS、RI
49	25.347	甲基烯丙基三硫醚*	1.05	79	1 155	1 140	MS、RI
50	25.781	—	0.05				
51	28.839	癸酮	0.04	80	1 206		MS
52	35.344	—	0.06				

注：—,结构未确定；*,质谱难以区分的异构体之一。

由图4和表2结果可知, 确定结构的化合物共有46种, 占细叶韭花总易挥发性成分的99.15%, 其中含硫化合物和醛类化合物所占比重较大, 分别为60.28%和23.79%。相对含量大于1%的物质有二甲基硫醚、二甲基二硫醚、二甲基三硫醚、3-甲基丁醛、乙酸、2-甲基丁醛、1,3-二噻烷、丙醛、2-甲基丙醛、2,3-丁二醇、桉油精、甲基烯丙基三硫醚, 尤其是二甲基硫醚(相对含量28.44%)、二甲基二硫醚(相对含量12.36%)和二甲基三硫醚(相对含量8.15%)这3类硫醚物质占总体相对含量的48.95%, 是细叶韭花主要的挥发性成分。

2.4 细叶韭花风味成分评价

根据嗅闻结果所得的细叶韭花风味成分实测香气与文献[12-13]中的描述进行对比, 并结合各物质的香气特征及其强度打分结果汇总绘制主要香气成分雷达图见图5, 同时结合细叶韭花香气成分闻香强度和ROAV确定其主要挥发性风味成分, 结果见表3。

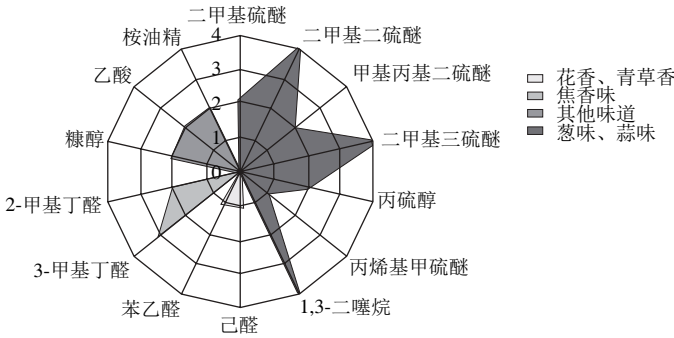


图5 细叶韭花主要香气分布雷达图
Fig. 5 Radar diagram of main aroma substances in the flowers of *Allium tenuissimum*

由图5各物质的闻香强度可知, 对细叶韭花风味起主要贡献作用的是二甲基二硫醚、二甲基三硫醚、1,3-二噻烷所呈的葱蒜香味和3-甲基丁醛的焦香味; 具有面包香气的糠醇, 刺激酸味的乙酸, 似樟脑味的桉油精和花香草香味的苯乙醛, 己醛对细叶韭花的风味起补充作用。

表3 细叶韭花香气成分闻香特点
Table 3 Aroma characteristics of *Allium tenuissimum* flowers

香气成分	香味	香味强度	感觉阈值/($\mu\text{g/kg}$)	ROAV
二甲基硫醚	葱味	2	2.24 ^[27]	0.78
二甲基二硫醚	淡淡的葱味	4	0.06 ^[14]	12.64
甲基丙基二硫醚	葱味、蒜味	2	/	/
二甲基三硫醚	强烈的葱香味、蒜香味	4	0.005 ^[14]	100
丙硫醇	葱的香味	2	/	/
烯丙基甲硫醚	淡的葱味、蒜味	1	/	/
1,3-二噻烷	浓郁的葱味	4	/	/
己醛	青草的味道	1	4.5 ^[14]	<0.01
苯乙醛	淡淡的花香味	1	4 ^[14]	<0.01
3-甲基丁醛	焦香味、坚果香	3	0.4 ^[28]	1.33
2-甲基丁醛	焦香味、烘焙香味	2	1 ^[28]	0.39
糠醇	面包的香味、略带咖啡香	2	/	/
乙酸	刺鼻的酸味	2	22 000 ^[28]	<0.01
桉油精	似樟脑的气味	2	/	/

注：/,无法查到该化合物的感觉阈值而未作分析。

从图5和表3结果可知,通过嗅闻结果得到的挥发性风味成分,其香气强度值和ROAV结论基本相符,相互补充。得到的物质中ROAV不小于1的组分有3种,分别为二甲基二硫醚、二甲基三硫醚和3-甲基丁醛,为细叶韭花的主要挥发性风味物质,它们所呈的葱香蒜香味和焦香中略带苦味为细叶韭花的主要风味特点。 $0.1 \leq \text{ROAV} < 1$ 的物质有2种,分别为二甲基硫醚和2-甲基丁醛,它们所呈的葱香蒜香味和坚果香味对细叶韭花的风味起到一定的补充作用。1,3-二噻烷闻香强度很大,判断其对细叶韭花的风味有很大影响,为主要风味成分。ROAV小于0.01的物质有己醛、苯乙醛和乙酸,它们所呈的花香草香味和酸味对细叶韭花的风味贡献小,虽然乙酸的相对含量很高,为7.73%,但由于其阈值很高,所以对总体风味的贡献不大。

二甲基硫醚、二甲基二硫醚和二甲基三硫醚已被认可为安全的食用香料,仅将其微量添加入食品香精中,对食品香精的香气仍有显著影响。这3类物质存在于香叶油、薄荷油、咖啡等物质中^[29-30],用途广泛,是肉制品、葱类物质中最重要的风味物质^[31]。研究表明民间广泛用于治疗寄生虫、真菌、细菌和病毒性感染的大蒜和洋葱中最主要的抗菌活性物质是有机硫化物^[32-33],鉴于细叶韭花中含有上述大量的有机硫化物,其有可能同葱蒜一样具有抗菌活性,有待进一步研究。

3 结 论

建立了顶空直接进样和气相色谱-嗅闻-质谱联用的方法对细叶韭花易挥发性成分进行分析,共检测出46种结构确定的化合物,其中含硫类17种、醛类10种、烃类4种、酮类4种、呋喃类3种、醇类4种、酸类2种、芳香族类1种、萜类1种,占总易挥发性成分的99.15%。

揭示了对细叶韭花风味起主要贡献作用的挥发性成分二甲基硫醚、二甲基二硫醚、二甲基三硫醚、3-甲基丁醛、2-甲基丁醛、1,3-二噻烷,这些物质的存在为下一步研究细叶韭花的生理活性成分及其开发利用提供了一定的理论依据。

参考文献:

- [1] 贺学林. 细叶韭的生物学特性及开发利用研究[J]. 安徽农业科学, 2008, 36(5): 1814-1823. DOI:10.3969/j.issn.0517-6611.2008.5048.
- [2] 栗利元, 张未芳, 张素珍, 等. 细叶韭一年实生苗发育节律生物学特性研究[J]. 黑龙江农业科学, 2011(5): 68-70. DOI:10.3969/j.issn.1002-2767.2011.05.025.
- [3] 栗利元, 张未芳, 郑联寿. 细叶韭生活习性的研究[J]. 黑龙江农业科学, 2011(2): 63-65. DOI:10.3969/j.issn.1002-2767.2011.02.022.
- [4] 刘建文. 葱属四种植物物候期观测及不同生育期营养成分的研究[D]. 呼和浩特: 内蒙古农业大学, 2009.
- [5] 栗利元, 张未芳. 细叶韭调味品的产业化初探[J]. 黑龙江农业科学, 2011(9): 104-105. DOI:10.3969/j.issn.1002-2767.2011.09.034.
- [6] 邹总梅, 于得泉, 丛浦珠, 等. 葱属植物化学及药理研究进展[J]. 药学报, 1999, 34(5): 395-400. DOI:10.3321/j.issn.0513-4870.1999.05.019.
- [7] 穆启运. 细叶韭花化学成分的研究[J]. 西北植物学报, 2001, 21(6): 1204-1208. DOI:10.3321/j.issn.1000-4025.2001.06.023.
- [8] 张小利, 刘烈森. 超临界CO₂提取细叶韭花精油的工艺研究[J]. 中国调味品, 2012, 37(8): 74-78. DOI:10.3969/j.issn.1000-9973.2012.08.020.
- [9] 夏玲君, 宋焕禄. 香味检测技术GC/O的应用[J]. 食品与发酵工业, 2006, 32(1): 83-87. DOI:10.3321/j.issn.0253-990X.2006.01.020.
- [10] 廖远熹, 王皓阳, 郭寅龙, 等. 中药柴胡挥发性成分的静态顶空-气相色谱-质谱分析[J]. 质谱学报, 2005, 26(3): 187-192. DOI:10.3969/j.issn.1004-2997.2005.03.013.
- [11] ZHANG Fang, WANG Haoyang, ZHANG Li, et al. Suspected-target pesticide screening using gas chromatography-quadrupole time-of-flight mass spectrometry with high resolution deconvolution and retention index/mass spectrum library[J]. Talanta, 2014, 128: 156-163. DOI:10.1016/j.talanta.2014.04.068.
- [12] 孙宝国. 食用调香术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010: 63-350.
- [13] 许刚, 丁浩宸, 张燕平, 等. 南极磷虾头部和腹部挥发性风味成分对比[J]. 食品科学, 2014, 35(22): 146-189. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201422027.
- [14] 刘登勇, 周光宏, 徐幸莲. 确定食品关键风味化合物的一种新方法“ROAV”法[J]. 食品科学, 2008, 29(7): 370-374.
- [15] YUJI Y, YOSHITAKA M, YOSHINORI S, et al. Characterisation of volatile sulphur-containing compounds generated in crushed leaves of Chinese chive (*Allium tuberosum* Rottler)[J]. Food Chemistry, 2010, 120(2): 343-348. DOI:10.1016/j.foodchem.2009.11.028.
- [16] HUANG Yonghong, MAO Zhenchuan, XIE Bingyan. Chinese leek (*Allium tuberosum* Rottler ex Sprengel) reduced disease symptom caused by root-knot nematode[J]. Integrative Agriculture, 2016, 15(2): 364-372. DOI:10.1016/S2095-3119(15)61032-2.
- [17] 郑福平, 孙宝国, 刘玉平, 等. 同时蒸馏萃取气质联机分析腌渍野韭菜花香成分[J]. 食品科学, 2009, 30(22): 247-249. DOI:10.3321/j.issn.1002-6630.2009.22.056.
- [18] 王呈仲, 苏越, 郭寅龙. 顶空-气相色谱-质谱联用分析桂花和叶中挥发性成分[J]. 有机化学, 2009, 29(6): 948-955.
- [19] 杨帅, 杨文文, 胡金芳, 等. GC-MS结合保留指数分析白花蛇舌草挥发性成分[J]. 中国实验方剂学杂志, 2012, 18(9): 93-95. DOI:10.3969/j.issn.1005-9903.2012.09.028.
- [20] 刘朋, 徐琳琳, 吕青涛, 等. 顶空进样GC-MS结合保留指数分析补骨脂挥发性成分[J]. 中国实验方剂学杂志, 2011, 17(10): 74-76. DOI:10.3969/j.issn.1005-9903.2011.10.023.
- [21] 孙洁雯, 杨克玉, 李燕敏. 东北特产许氏大酱中挥发性成分的提取与分析[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(14): 115-120. DOI:10.3969/j.issn.1005-6521.2015.14.029.
- [22] 孙洁雯, 杨克玉, 李燕敏. SDE结合GC-MS分析王致和臭豆腐中的特征香气成分[J]. 食品科学, 2015, 36(16): 127-131. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201516023.
- [23] CLARA C C, DIANA G P, VEGA, et al. Novel approach for the determination of volatile compounds in processed onion by headspace gas chromatography-mass spectrometry (HS GC-MS)[J]. Talanta, 2013, 103: 137-144. DOI:10.1016/j.talanta.2012.10.022.
- [24] 孙培培, 黄明泉, 孙宝国. 同时蒸馏萃取-气质联机分析燕麦片挥发性成分的研究[J]. 食品工业科技, 2011, 32(12): 479-483.
- [25] LRI & odour database[EB/OL]. <http://www.odour.org.uk/>.
- [26] 孙颖, 陈怡颖, 丁奇, 等. 小根蒜挥发性风味成分分析[J]. 食品科学, 2015, 36(16): 117-121. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201516021.
- [27] 傅润泽, 沈建, 王锡昌. 底播虾夷扇贝活品流通前后挥发性成分的对比如分析[J]. 食品科学, 2015, 36(2): 110-113. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201502021.
- [28] 王武, 吴巧, 董琪. 加工条件对烤制鹌鹑蛋挥发性风味物质的影响[J]. 食品科学, 2013, 34(22): 234-238. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201322046.
- [29] 李梁. 硫醚的合成分析及工艺提纯[J]. 广州化工, 2013, 41(15): 103-105. DOI:10.3969/j.issn.1001-9677.2013.15.040.
- [30] 王春燕. 甲硫醇合成二甲基二硫醚反应动力学研究与反应器设计[D]. 重庆: 重庆大学, 2014.
- [31] 陈海涛, 蔡艳梅, 徐晓兰, 等. 月盛斋清牛肉挥发性成分的分析[J]. 食品科学, 2013, 34(18): 158-164. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201318032.
- [32] 冯少龙. 大蒜提取物中有机硫化物对阪崎克罗诺杆菌的抑菌活性与抑菌机理的研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2014.
- [33] RAJASEKARAN R, KUAN H L, LEE Y S. Recent research progress on garlic (dà suàn) as a potential anticarcinogenic agent against major digestive cancers[J]. Journal of Traditional and Complementary Medicine, 2011, 2(3): 192-201.