

棘托竹荪挥发性成分分析

郑 杨^{1,2}, 黄明泉^{1,2,*}, 孙宝国^{1,2}, 田红玉^{1,2}, 孙金沅^{1,2}

(1.北京工商大学 北京市食品风味化学重点实验室, 北京 100048;

2.北京工商大学 食品添加剂与配料北京高校工程研究中心, 北京 100048)

摘 要: 采用同时蒸馏萃取法提取, 通过气质联用技术和气相色谱-闻香法分析棘托竹荪中的香气成分。结果表明: 气质联用采用极性柱和弱极性柱双柱定性分析, 共鉴定出74种化合物, 包括醇类18种、醛类8种、烃类16种、酸类6种、酮类6种、杂环类8种、芳香类5种、其他类7种, 其中含量较高的化合物有十四碳内酯(5.99%)、香叶基丙酮(3.06%)、4-(2,6,6-三甲基-2-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-醇(2.61%)、苯乙醛(2.48%)等; 通过嗅闻仪鉴定出10种风味成分, 包括1-辛烯-3-酮、6-甲基-5-庚烯-2-酮、2-辛烯醛、2-乙酰基呋喃、5-甲基糠醛、2-壬烯醛、己酸、香叶基丙酮、苯乙醇、2-乙酰基吡咯。

关键词: 棘托竹荪; 同时蒸馏萃取法; 气相色谱-质谱法; 气相色谱-闻香法; 挥发性成分

Analysis of Volatile Compounds of *Dictyophora echinvolvata* Zang, Zheng et Hu

ZHENG Yang^{1,2}, HUANG Ming-quan^{1,2,*}, SUN Bao-guo^{1,2}, TIAN Hong-yu^{1,2}, SUN Jin-yuan^{1,2}

(1. Beijing Key Laboratory of Flavor Chemistry, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China;

2. Beijing Higher Institution Engineering Research Center of Food Additives and Ingredients, Beijing Technology and Business University, Beijing 100048, China)

Abstract: Volatile compounds from *Dictyophora echinvolvata* Zang, Zheng et Hu fruit bodies were extracted by simultaneous distillation extraction (SDE) and analyzed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) and gas chromatography-olfactometry (GC-O) with a DB-Wax strong-polar column and a RXT-5 weak-polar column. Totally 74 volatile compounds were identified, including 18 alcohols, 8 aldehydes, 7 acids, 6 ketones, 8 heterocyclic compounds, 5 aromatic compounds and 6 other compounds. Among them the prominent compounds were oxacyclopentadecan-2-one (5.99%), 6,10-dimethyl-5,9-undecadien-2-one (3.06%), 4-(2,6,6-trimethyl-2-cyclohexen-1-yl)-3-buten-2-ol (2.61%) and benzene acetaldehyde (2.48%). In addition, 10 volatile compounds were identified by gas chromatography-olfactometry, which comprised 1-octen-3-one, 6-methyl-5-hepten-2-one, 2-octenal, 1-(2-furanyl)-ethanone, 5-methyl-2-furancarboxaldehyde, 2-nonenal, caproic acid, cis-geranylacetone, phenylethyl alcohol and 2-acetylpyrrole.

Key words: *Dictyophora echinvolvata* Zang, Zheng et Hu; simultaneous distillation extraction(SDE); gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS); gas chromatography-olfactometry (GC-O); volatile compounds

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2012)20-0221-06

棘托竹荪(*Dictyophora echinvolvata* Zang, Zheng et Hu), 属于鬼笔目、笔鬼科、竹荪属。在中国, 野生的棘托竹荪主要分布在云南、四川、贵州、湖南、广东、福建、河南、河北、上海、黑龙江、吉林等省市。云南昭通地区的竹荪产量最高, 四川绵阳、宜宾产的竹荪形体大、品质好^[1]。

我国竹荪食用历史悠久, 早在唐朝的《西阳杂俎》和清代的《素食说略》等古籍中, 就对竹荪的烹调、宜忌、味道等有详尽记载。棘托竹荪是一种极为名贵的食

药两用菌, 被称为“庖厨之珍”、“药房之宝”, 其食味鲜美、香气浓郁、营养丰富, 历代宫廷用作御膳^[1]。

目前, 对棘托竹荪的研究主要集中在营养价值评价^[1-4], 保健功效^[5-8]及抗癌作用^[9-13]等方面, 而对于竹荪挥发性香成分, 檀东飞等^[14]采用水蒸气蒸馏法和溶剂萃取法对棘托竹荪子实体、菌托和菌盖的挥发性成分进行研究, 分别鉴定出36、48种和50种成分。

本实验采用同时蒸馏萃取法(simultaneous distillation

收稿日期: 2012-05-27

基金项目: 国家自然科学基金青年科学基金项目(31101350); “十二五”国家科技支撑计划项目(2011BAD23B01); 北京市属高等学校人才强教计划资助项目(PHR20090504)

作者简介: 郑杨(1988—), 男, 硕士研究生, 研究方向为香精香料的分析与应用。E-mail: an2zhengyang@126.com

*通信作者: 黄明泉(1977—), 男, 讲师, 博士, 研究方向为香料化学及其应用。E-mail: hmqsir@163.com

extraction, SDE)提取棘托竹荪的挥发性成分,并结合气相色谱-质谱(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)进行分析,同时通过闻香法(gas chromatography-olfactometry, GC-O)进行棘托竹荪特征香成分进行鉴定,为进一步研究竹荪的功能性及安全性提供依据。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与试剂

棘托竹荪子实体干品,购于四川珙县聚源特产经营部,经中科院云南昆明植物研究所鉴定。

乙醚、二氯甲烷、无水硫酸钠(均为分析纯) 国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

RE-52AA 旋转蒸发器 上海亚荣生化仪器厂; SL-N Electronic Balance电子天平 上海民桥精密科学仪器有限公司;同时蒸馏萃取装置 北京肯堡博美实验器皿有限公司;10 μ L微量进样器 上海高鸽工贸有限公司;6890N-5973i 气相色谱-质谱联用仪 美国安捷伦公司;Thermo Trace GC Ultra-DSQII 气相色谱-质谱联用仪 美国赛默飞世尔科技公司;Sniffer 9000嗅闻器 瑞士Brechtbuehler公司。

1.3 方法

1.3.1 萃取方法

采用同时蒸馏萃取法,其装置图参见文献[15]。将竹荪样品35g和去离子水1L装入2L三口烧瓶中,安装在装置的轻相侧,二氯甲烷120mL装入250mL 烧瓶中,置于重相侧;水相用油浴加热,控制温度135 $^{\circ}$ C,有机相用水浴加热,控制温度45 $^{\circ}$ C。加热回流萃取3h,然后收集萃取液,加适量无水硫酸钠干燥,密封,-20 $^{\circ}$ C静置过夜后过滤,滤液用旋转蒸发器空转浓缩至1.0mL,然后使用氮气吹扫浓缩至0.5mL,装入样品瓶密封冷藏,待分析。

1.3.2 GC-MS条件

1.3.2.1 6890N-5973i GC-MS条件

气相色谱条件:DB-Wax毛细管柱(30m $\times$ 0.25mm,0.25 μ m);载气He(99.999%);恒流,柱流速1.0mL/min;分流比20:1,进样量1 μ L,进样口温度240 $^{\circ}$ C;升温程序,初始35 $^{\circ}$ C,保持3min,以5 $^{\circ}$ C/min的速度升至130 $^{\circ}$ C,保持5min,再以4 $^{\circ}$ C/min升至180 $^{\circ}$ C,保持5min,再以8 $^{\circ}$ C/min升至250 $^{\circ}$ C,保持5min;传输管线温度250 $^{\circ}$ C。

质谱条件:电子电离(electron ionization, EI)源、电子能量70eV、离子源230 $^{\circ}$ C、四极杆温度150 $^{\circ}$ C、溶剂延迟时间3.0min、全扫描模式、扫描质量范围 m/z 29~450。

1.3.2.2 Trace Ultra-DSQ II GC-MS条件

气相色谱条件: RTX-5毛细管柱(30m $\times$ 0.25mm,0.25 μ m);载气He(99.999%);恒流,柱流速1.0mL/min;

分流比20:1,进样量1 μ L,进样口温度260 $^{\circ}$ C;升温程序,初始35 $^{\circ}$ C,保持3min,以4 $^{\circ}$ C/min的速度升至110 $^{\circ}$ C,保持10min,再以3 $^{\circ}$ C/min升至140 $^{\circ}$ C,再以4 $^{\circ}$ C/min升至280 $^{\circ}$ C,保持5min;传输管线温度280 $^{\circ}$ C。

质谱条件: EI源、电子能量70eV、离子源250 $^{\circ}$ C、延迟时间 3.0min、全扫描模式、扫描质量范围 m/z 29~450。

1.3.3 GC-O分析

GC-O气相色谱所用条件同1.3.2.1节。由3位嗅闻人员(每人重复1次)轮流在嗅闻器末端进行嗅闻,并记录保留时间及闻到的香气特征。

1.3.4 定性分析

用气质联用仪和计算机谱库检索(NIST08),并结合保留指数等^[16]共同进行定性。保留指数计算公式:

$$RI=100n+100\times\frac{t-t_n}{t_{n+1}-t_n}$$

式中: RI为保留指数; n 和 $n+1$ 分别为未知物流出前后正构烷烃碳原子数, t_n 和 t_{n+1} 分别为相应正构烷烃的保留时间; t 为未知物在气相色谱中的保留时间($t_n < t < t_{n+1}$)。

2 结果与分析

以二氯甲烷为溶剂,采用同时蒸馏萃取法,所得萃取液经浓缩后用GC-MS进行双柱(RXT-5弱极性柱与DB-Wax强极性柱)定性分析,相应的质谱总离子流图如图1、2所示。根据谱库检索结果和人工质谱解析等手段,鉴定出的棘托竹荪挥发性香气成分见表1。GC-O分析香气成分及特点见表2。

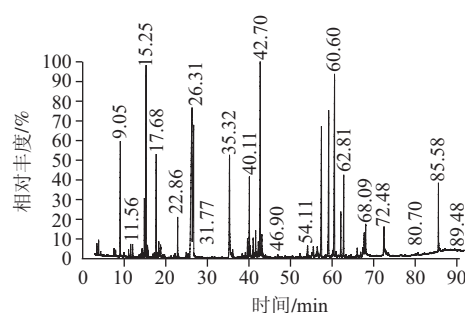


图1 RXT-5柱挥发性成分GC-MS总离子流图

Fig.1 Total ion current chromatogram of volatile compounds separated on RXT-5 column

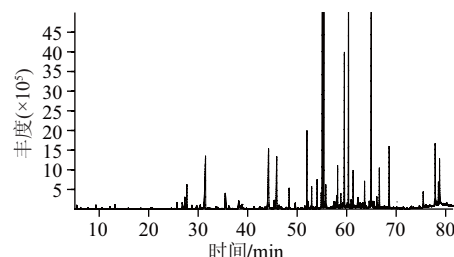


图2 DB-Wax柱挥发性成分GC-MS总离子流图

Fig.2 Total ion current chromatogram of volatile compounds separated on DB-Wax column

表 1 同时蒸馏萃取法结合气质联用分析棘托竹荪挥发性成分的结果

Table 1 Volatile components in *Dictyophora echinovolvata* Zang, Zheng et Hu extracted by SDE and identified GC-MS

序号	保留指数(计算值/文献值)		化合物名称	相对分子量	相对含量/%		匹配度		
	Rtx-5	DB-Wax			Rtx-5	DB-Wax	Rtx-5	DB-Wax	
醇类	1	986/987	1426	1-辛烯-3-醇	128	1.3	1	911	954
	2	1564/1568 ^[17]		蓝桉醇	222	0.04		765	
	3	1583		1,7,7-三甲基[2.2.1]庚烷-2,5-二醇	170	0.08		733	
	4	1588		3-(2,2-二甲基-6-亚甲基-1-环己基)-1-丙醇	182	0.06		774	
	5	1611		斯巴醇	220	0.05		787	
	6	1615		雪松烯醇	220	0.04		831	
	7	1653/1646 ^[18]		库倍醇	222	0.02		777	
	8	1655/1655 ^[19]		摩勒醇	222	0.08		806	
	9	1655/1656 ^[20]		杜松醇	222	0.07		783	
	10	1658/1657		8-雪松烯-13-醇	220	0.07		845	
	11	1817		4-(2,6,6-三甲基-2-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-醇	194	2.61		809	
	12		1821	2,6-二甲基-1-壬烯-3-炔-5-醇	166		0.15	736	
	13		1824	苯甲醇	108		0.22	916	
	14		1862	苯乙醇	122		0.06	789	
	15		1929	2,5-二甲基-1,5-二己烯-3,4-二醇	142		13.52	727	
	16		2084	雪松醇	222		0.11	903	
	17		2140	桉叶醇	222		0.11	820	
	18	2098/2104 ^[21]		(E,E)-12-甲基-2,13-十八碳烯-1-醇	278	0.02		787	
醛类	1	807	1056	己醛	100	0.11	0.05	831	777
	2	907/904 ^[22]	1158	庚醛	114	0.21	0.09	892	844
	3	973		苯甲醛	106	0.16		846	
	4	1038/1040 ^[23]		5-乙基-1-环戊烯基甲醛	124	0.08		816	
	5	1057/1054 ^[24]	1470	苯乙醛	120	2.48	0.19	925	950
	6	1065/1064 ^[25]	1425	2-辛烯醛	126	0.1	0.08	824	703
	7	1108/1110 ^[26]		壬醛	142	0.07		827	
	8	1164/1165 ^[27]	1536	2-壬烯醛	140	0.05	0.01	810	700
烃类	1		969	2-甲基-3-乙基-1,3己二烯	124		0.10		750
	2	1047/1046 ^[28]		反式罗勒烯	136	0.09		825	
	3		1057	3,7-二甲基-1,3,7-辛三烯	136		0.08		950
	4		1125	顺式-3-甲基-2-己烯	98		0.05		791
	5		1398	9,10-脱二氢-异长叶烯	202		0.04		840
	6		1435	杜松烯	204		0.10		703
	7		1440	7,11-二甲基-3-甲烯基-1,6,10-十二三烯	204		0.04		824
	8	1474/1471 ^[20]	1650	菖蒲二烯	204	0.10	0.14	862	876
	9	1480		花柏烯	204	0.15		907	
	10	1488/1483 ^[29]	1673	芹子烯	204	0.49	3.97	919	930
	11	1498/1503 ^[30]		顺红没药烯	204	0.08		807	
	12		1544	绿叶烯	204		1.39		925
	13	1682		氧化石竹烯	220	0.53		856	
	14		1708	古芸烯	204		0.05		843
	15	1715		氧化香橙烯(II)	220	0.13		823	
	16	1783		氧化香橙烯(I)	220	0.1		759	

续表1

序号	保留指数(计算值/文献值)		化合物名称	相对分子质量	相对含量/%		匹配度	
	Rtx-5	DB-Wax			Rtx-5	DB-Wax	Rtx-5	DB-Wax
酸类	1	1411	乙酸	60		0.36		936
	2	1799	己酸	116		0.11		871
	3	1976	顺式-11-十六碳烯酸	254	1.04		879	
	4	1985/1983 ^[21]	棕榈酸	256	1.44			
	5	2157/2157 ^[31]	亚麻油酸	280	1.5		872	
	6	2193	油酸	282	0.14		825	
酮类	1	895/896 ^[32]	2-环戊烯-1,4-二酮	96	0.18		815	
	2	982	1-辛烯-3-酮	126	0.08	0.04	813	700
	3	1294/1292 ^[33]	2-十一烷酮	170	0.04		722	
	4		6-甲基-5-庚烯-2-酮	126		0.06		867
	5	1452/1453 ^[34]	香叶基丙酮	194	3.06	2.54	909	921
	6	1772	抗生素albaflavenone ^[40]	218	0.16		847	
杂环类	1	817/812 ^[35]	2-甲基-四氢呋喃-3(2H)-酮	100	0.1		785	
	2	867/865 ^[36]	2-糠醇	98	0.1		804	
	3	919	2-乙酰基呋喃	110	0.25	0.16	908	879
	4	961	5-甲基糠醛	110	0.03	0.11	806	788
	5	964/966 ^[37]	5-甲基糠醇	112	0.09	0.25	782	710
	6	1074	2,2 - 二甲基-5-[(1E)-1-甲基-1-丙基]四氢呋喃	156	0.47	0.16	783	792
芳香族	7	1782	葱	178		0.25		850
	8	1084/1084 ^[31]	2-乙酰基吡咯	109	0.66	0.43	866	913
	1	863/864 ^[38]	乙苯	106	0.02	0.14	789	950
	2	956/952 ^[39]	丙苯	120	0.04	0.15	833	936
	3		苯酚	94		0.69		885
	4	1521	联苯	182	0.03	0.41	721	736
其他	5	2046	1,2,4-三甲氧基苯	168		0.18		799
	1	948	2-羟基丙酸乙酯	118		0.05		702
	2	1097	N,N-二甲基苯胺	121	0.05		753	
	3	1148	2-甲基-2-3-甲基-1-乙烯基-2-丁烯基)环氧乙烷	152	0.04		733	
	4	1556	3,7,11-三甲基-2,6,10-十二碳三烯-3-醇甲酸酯	250	0.02		805	
	5	1638	异香橙烯环氧化物	220	0.04		774	
	6	1732	十四碳内酯 ^[41]	226	5.99	6.31	897	879
	7	1934	顺式-7-甲基十四碳烯醇甲酸酯	268		0.08		703

从表1可以看出,弱极性柱RXT-5进行GC-MS检测棘托竹荪中挥发性成分,共鉴定出52种挥发性成分,包括醇类12种、醛类8种、酸类4种、酮类5种、杂环类7种、烃类8种、芳香族3种、其他类5种。强极性柱DB-Wax进行GC-MS检测挥发性成分,共鉴定出41种化合物,醇类7种、醛类5种、酸类2种、酮类3种、杂环类6种、烃类10种、芳香族5种、其他类3种。与檀东飞等^[9]对棘托竹荪子实体的分析结果比较可见,他们共计分析出35种成分,其主要成分为13-甲基-环氧十四烷-2-酮(23.53%)、亚油酸(17.56%)、芹子烯(12.37%)、棕榈酸(8.20%)、9-十六碳烯酸(7.84%)、(-)-lepidozenal(7.82%)等。

本实验鉴定出74种成分。含量较高的有十四碳内酯(5.99%)、香叶基丙酮(3.06%)、4-(2,6,6-三甲基-2-环己烯-1-基)-3-丁烯-2-醇(2.61%)、苯乙醛(2.48%)等;3种化合物与檀东飞等^[11]分析结果相同,包括芹子烯、氧化石竹烯、棕榈酸,有71种不同化合物如1-辛烯-3-醇、杜松醇、苯甲醇、芹子烯、绿叶烯、乙酸、己酸、十四碳内酯、1-辛烯-3-酮、2-十一烷酮、2-糠醇、苯乙醇等,结果差别较大,其原因可能由分析方法不同、萃取溶剂有区别等所造成的。

由表2可以看出,通过气相色谱-嗅闻器,可知对竹荪香味有贡献的有16种成分,得到鉴定的有10个,分别

是1-辛烯-3-酮、6-甲基-5-庚烯-2-酮、2-辛烯醛、2-乙酰基呋喃、5-甲基糠醛、2-壬烯醛、己酸、香叶基丙酮、苯乙醇、2-乙酰基吡咯,其中以5-甲基糠醛、1-辛烯-3-酮、2-壬烯醛、己酸对棘托竹荪的风味贡献较大。

表2 棘托竹荪挥发性成分的GC-O结果

Table 2 Results obtained for GC-O analysis of volatile components in *Dictyophora echinvolvata* Zang, Zheng et Hu

序号	保留指数	可能的化合物	气味描述
1	930	未知物	水果香
2	1275	1-辛烯-3-酮	蘑菇香(很突出)
3	1306	6-甲基-5-庚烯-2-酮	柑橘香
4	1364	未知物	松油香
5	1385	未知物	烤土豆香
6	1425	2-辛烯醛	清香(较突出)
7	1443	未知物	油腻味
8	1458	2-乙酰基呋喃	烤土豆香
9	1483	未知物	花香
10	1518	5-甲基糠醛	甜香、焦糖香
11	1536	2-壬烯醛	蔬菜味
12	1632~1648	未知物	酸臭味
13	1799	己酸	腐臭味(突出)
14	1814	香叶基丙酮	蜡香
15	1862	苯乙醇	玫瑰香
16	1920	2-乙酰基吡咯	烤面包香

3 结 论

本实验采用同时蒸馏萃取法提取棘托竹荪的挥发成分,进而用GC-MS定性分析其组分,最后用GC-O确定其主体风味物质。结果表明:双柱定性共鉴定出74种化合物,包括醇类18种、醛类8种、烃类16种、酸类6种、酮类6种、杂环类8种、芳香类5种、其他类7种;通过嗅闻仪GC-O鉴定出10种风味成分,包括1-辛烯-3-酮、6-甲基-5-庚烯-2-酮、2-辛烯醛、2-乙酰基呋喃、5-甲基糠醛、2-壬烯醛、己酸、香叶基丙酮、苯乙醇、2-乙酰基吡咯,其中以5-甲基糠醛、1-辛烯-3-酮、2-壬烯醛、己酸对棘托竹荪的风味贡献较大。

在分析过程中,色谱柱分离出的峰有很多未得到鉴定,未知峰中峰面积相对含量在5%以上的峰有6个。本课题组拟计划在后期研究中采取更多的定性方法对棘托竹荪中未知成分进行鉴定,以期对棘托竹荪的开发提供科学数据。

参考文献:

- 国良. 菌中之冠: 竹荪[J]. 中国食品, 2000(21): 17.
- 颜振兰. 红托竹荪栽培技术[J]. 食药菌, 2002(2): 32-33.
- 王书忠. 竹荪大田畦栽高产新技术[J]. 食用菌, 2009(1): 47-48.
- 马艳弘, 张福元. 竹荪子实体与菌丝体营养成分的测定分析[J]. 山西农业大学学报, 2004, 24(4): 389-391.
- 车宗伶, G·维达里. P·薇达菲因茨. 竹荪中弱极性 & 非极性有机物的提取、分离和鉴定[J]. 天然产物研究与开发, 1996, 8(4): 51-56.
- 车宗伶, 李青. 竹荪干品中的香气成分的测定[J]. 中国食用菌, 1997, 16(4): 37.
- 郑宝东, 陈楚鉴. 竹荪酶法提取营养成分的研究[J]. 福建农业大学学报, 1995, 24(4): 491-494.
- 郭渝南, 刘晓玲, 范娟. 竹荪的营养与药用功效[J]. 食用菌, 2004(4): 44-45.
- 檀东飞, 吴若菁, 梁鸣, 等. 棘托竹荪挥发油化学成分及抑菌作用的研究[J]. 菌物系统, 2002, 21(2): 228-233.
- 梁鸣, 檀东飞, 李惠珍, 等. 棘托竹荪丙酮提取物的化学成分及丙酮、乙醇、水提取物的抑菌活性研究[J]. 菌物学报, 2005, 24(增刊1): 197-201.
- 檀东飞, 黄儒珠, 卢真, 等. 棘托竹荪菌丝的化学成分及抑菌活性研究(I)[J]. 菌物学报, 2006, 25(4): 603-610.
- 檀东飞, 黄儒珠, 卢真, 等. 棘托竹荪菌盖的化学成分及抑菌作用研究(II)[J]. 微生物学杂志, 2007, 27(6): 8-12.
- 卢惠妮, 潘迎捷, 孙晓红, 等. 棘托竹荪子实体抑菌活性的研究[J]. 食品科学, 2009, 30(15): 120-123.
- 檀东飞, 吴若菁, 梁鸣, 等. 棘托竹荪挥发油化学成分及抑菌作用的研究[J]. 菌物系统, 2002, 21(2): 228-233.
- 田红玉, 孙宝国, 张慧丽. 香成分分析中的样品制备技术[J]. 北京工商大学学报: 自然科学版, 2006, 24(5): 45-49.
- The LRI and Odour[DB/OL]. <http://www.odour.org.uk/information.html>
- ARAÚJO E C C, SILVEIRA E R, LIMA M A S, et al. Insecticidal activity and chemical composition of volatile oils from *Hyptis martiusii* Benth[J]. Agri Food Chem, 2003, 51(13): 3760-3762.
- Ad SILVA J D, LUZ A, SILVA M H L, et al. Essential oils of the leaves and stems of four *Psidium* spp.[J]. Flavour Fragr, 2003, 18(3): 240-243.
- SENATORE F, BRUNO M. Composition of the essential oil of *Pollenis spinosa* (L.) Cass. (Asteraceae)[J]. Flavour Fragr, 2003, 18(3): 195-197.
- ABREU I N, REIS M G, MARSAIOLI A J. Essential oil composition of *Hypericum brasiliense* Choisy[J]. Flavour Fragr, 2004, 19(1): 80-82.
- ANSORENA D, ASTIASARÁN I, BELLO J. Influence of the simultaneous addition of the protease flavourzyme and the lipase novozyme 677BG on dry fermented sausage compounds extracted by SDE and analyzed by GC-MS[J]. Agri Food Chem, 2000, 48(6): 2395-2400.
- MATEO J, AGUIRREZÁBAL M, DOMÍNGUEZ C, et al. Volatile compounds in Spanish paprika[J]. Food Comp Anal, 1997, 10(3): 225-232.
- MOIO L, PIOMBINO P, ADDEO F. Odour-impact compounds of Gorgonzola cheese[J]. Dairy Res, 2000, 67(2): 273-285.
- HILL V M, ISAACS N S, LEDWARD D A, et al. Effect of high hydrostatic pressure on the volatile components of a glucose-lysine model system[J]. Agri Food Chem, 1999, 47(9): 3675-3681.
- SUN D, PETRACEK P D. Grapefruit gland oil composition is affected by wax application, storage temperature, and storage time[J]. Agri Food Chem, 1999, 47(5): 2067-2069.
- ELMORE J S, MOTTRAM D S, HIERRO E. Two-fibre solid-phase microextraction combined with gas chromatography-mass spectrometry for the analysis of volatile aroma compounds in cooked pork[J]. Chromatogr A, 2000, 905(1/2): 233-240.
- ISIDOROV V A, ZENKEVICH I G, DUBIS E N, et al. Group identification of essential oils components using partition coefficients in a hexane-acetonitrile system[J]. Chromatogr A, 1998, 814(1/2): 253-260.

- [28] CAMPEOL E, FLAMINI G, CHERICONI S, et al. Volatile compounds from three cultivars of *Olea europaea* from Italy[J]. Agri Food Chem, 2001, 49(11): 5409-5411.
- [29] HAMM S, LESELLIER E, BLETON J, et al. Optimization of headspace solid phase microextraction for gas chromatography/mass spectrometry analysis of widely different volatility and polarity terpenoids in olibanum[J]. Chromatogr A, 2003, 1018(1): 73-83.
- [30] da SILVA U F, BORBAC E L, SEMIRC J, et al. A simple solid injection device for the analyses of Bulbophyllum (*Orchidaceae*) volatiles[J]. Phytochemistry, 1999, 50(1): 31-34.
- [31] ANSORENA D, GIMENO O, ASTIASARÁN I, et al. Analysis of volatile compounds by GC-MS of a dry fermented sausage: chorizo de Pamplona[J]. Food Res Int, 2001, 34(1): 67-75.
- [32] LAI Weichuan, SONG Chunshan. Temperature-programmed retention indices for g.c. and g.c.-m.s analysis of coal- and petroleum-derived liquid fuels[J]. Fuel, 1995, 74(10): 1436-1451.
- [33] da SILVA M H L, ANDRADE E H A, ZOGHBI M G B, et al. The essential oils of *Lantana camara* L. occurring in North Brazil[J]. Flavour Fragr, 1999, 14(4): 208-210.
- [34] BADER A, CAPONI C, CIONI P L, et al. Composition of the essential oil of *Ballota undulata*, *B. nigra* ssp. *foetida* and *B. saxatilis*[J]. Flavour Fragr, 2003, 18(6): 502-504.
- [35] ELMORE J S, MOTTRAM D S, HIERRO E. Two-fibre solid-phase micro-extraction combined with gas chromatography-mass spectrometry for the analysis of volatile aroma compounds in cooked pork[J]. Chromatogr A, 2000, 905(1/2): 233-240.
- [36] MANDIN O, DUCKHAM S C, AMES J M. Volatile compounds from potato-like model systems[J]. Agri Food Chem, 1999, 47(6): 2355-2359.
- [37] FLAMINI G, CIONI P L, MORELLI I. Analysis of the essential oil of the aerial parts of *Viola etrusca* from Monte Labbro (South Tuscany, Italy) and *in vivo* analysis of flower volatiles using SPME[J]. Flavour Fragr, 2002, 17(2): 147-149.
- [38] MASANETZ C, GUTH H, GROSCH W. Fishy and hay-like off-flavours of dry spinach[J]. Chemistry and Material Science, 1998, 206(2): 108-113.
- [39] PITAROKILI D, COULADIS M, PETSIKOS-PANAYOTAROU N, et al. Composition and antifungal activity on soil-borne pathogens of the essential oil of *Salvia sclarea* from Greece[J]. Agri Food Chem, 2002, 50(23): 6688-6691.
- [40] HUANG Mingquan, TIAN Hongyu, SUN Baoguo, et al. Isolation and identification of antibiotic albaflavenone from *Dictyophora indusiata* (Vent:Pers.) Fischer[J]. Chemical Research, 2011, 35(11): 659-660.
- [41] HUANG Mingquan, TIAN Hongyu, SUN Baoguo, et al. Isolation and identification of oxacyclopentadecan-2-one from the dried fruiting body of *Dictyophora echinovolvata* Zang, Zheng et Hu[J]. Flavour Fragr, 2012, 27(1): 75-76.