

HS-SPME 结合 GC-MS 分析 真空冷冻干燥香椿中挥发性成分

孙晓健^{1,2}, 于鹏飞^{1,2}, 李晨晨², 刘常金^{1,2,*}

(1.天津科技大学新农村发展研究院,天津 300457;

2.天津科技大学食品工程与生物技术学院,天津 300457)

摘要:采用顶空固相微萃取(HS-SPME)结合气质联用(GC-MS)分析真空冷冻干燥处理后香椿中的挥发性成分,运用单因素实验确定萃取参数,并重点分析与香椿风味相关的含硫化合物变化。结果表明:在萃取温度 60 ℃ 的条件下,采用 65 μm PDMS/DVB 型号的萃取头萃取 40 min,萃取效果最佳。GC-MS 分析显示,冻干处理前后的香椿的挥发性成分主要为含硫类、萜烯类、醇类、酯类等,对与香椿特征性风味有关的挥发性有机硫化物进行分析比较,发现冻干后的香椿中与香椿风味有关的物质如硫化丙烯、2-巯基-3,4-二甲基-2,3-二氢噻吩、2,5-二甲基噻吩、3,4-二甲基噻吩的含量无明显变化。本研究为真空冷冻干燥技术在香椿贮藏等方面的应用提供一定理论基础。

关键词:香椿,真空冷冻干燥,HS-SPME,GC-MS,挥发性有机硫成分

Analysis of Volatile Components in Vacuum Freeze-dried *Toona sinensis* by HS-SPME Combined with GC-MS

SUN Xiao-jian^{1,2}, YU Peng-fei^{1,2}, LI Chen-chen², LIU Chang-jin^{1,2,*}

(1.Institute of New Rural Development, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China;

2.College of Food Engineering and Biotechnology, Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China)

Abstract: The volatile components in *Toona sinensis* treated by vacuum freeze-drying were analyzed by headspace solid phase microextraction (HS-SPME) combined with gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). Single factor experiment was used to determine extraction parameters and the sulfur compounds related to the flavor of *Toona sinensis* were analyzed mainly. The results showed that the best extraction was under 60 ℃ for 40 min by 65 μm PDMS/DVB fiber. It was found that the volatile components of *Toona sinensis* before and after vacuum freeze-drying treatment were mainly sulfur, terpenes, alcohols and esters analyzed by GC-MS. Vacuum freeze-drying had little effect on the main volatile components in *Toona sinensis*, the main components of *Toona sinensis* were sulfur, terpene, alcohol, ester and others. The volatile components related to characteristic flavor of *Toona sinensis* was analyzed and compared. There was no significant changes in the contents related to the flavor between freeze-dried and fresh *Toona sinensis*, such as Thiirane methyl-, 2,5-dimethyl-Thiophene, 3,4-dimethyl-Thiophene, 2-Mercapto-3,4-dimethyl-2,3-dihydrothiophene. This study provides theoretical basis for the application of vacuum freeze drying technology in storing of *Toona sinensis*.

Key words: *Toona sinensis*; vacuum freeze-drying; HS-SPME; GC-MS; volatile sulfur components

中图分类号: TS255.7

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2019)16-0196-05

doi:10.13386/j.issn1002-0306.2019.16.033

引文格式: 孙晓健, 于鹏飞, 李晨晨, 等. HS-SPME 结合 GC-MS 分析真空冷冻干燥香椿中挥发性成分[J]. 食品工业科技, 2019, 40(16): 196-200.

香椿, 又称香椿芽, 是我国独有的树上佳蔬, 不仅具有较高的营养价值, 还具有极大的药用价值^[1-2]。香椿因其独特的香气而广受消费者的喜爱, 但是目前香椿的香气成分还无法确定。经相关研究^[3-6]最终确定香椿呈味物质为 2-巯基-2,3-二

氢-3,4-二甲基噻吩。李楠等^[7]、姬晓悦等^[8]进一步证实了呈味物质成分并发现有机硫化物与香椿特征性风味密切相关。

香椿的保鲜贮藏方法很多, 但贮藏期短且无法保证香椿质量。随着真空冷冻干燥技术(简称冻干

收稿日期: 2018-10-24

作者简介: 孙晓健(1994-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 农产品加工与贮藏工程, E-mail: m18831972515@163.com。

* 通讯作者: 刘常金(1969-), 男, 博士, 副教授, 研究方向: 天然产物及抗氧化食品, E-mail: cjliu@tust.edu.cn。

基金项目: 天津科技大学新农村研究发展研究院开放课题(xnc201705)。

技术)在果蔬加工中的应用^[9-11],很多学者致力于香椿冻干技术研究。吕开斌^[12]采用冻干技术得到的干制香椿明显优于腌渍及普通冷藏后的香椿制品,并且延长了保质期,冷水浸泡一段时间后,可与新鲜香椿一样直接进行加工食用。Sang等^[13]、赵美香等^[14]在吕开斌^[12]之后比较了不同干燥方式对香椿品质的影响,发现冻干能够最大程度保持香椿的主要营养成分。

香椿的独特风味与其中的含硫物质成分密切相关^[6,15-17],目前冻干技术对与香椿特征性风味有关的物质成分的影响还未有报道。本研究首先对冻干香椿的萃取条件进行确定,确定最佳萃取条件,在最佳萃取条件基础上采用HS-SPME结合GC-MS对比分析冻干处理前后香椿中有机硫化物的变化,为真空冷冻干燥技术在香椿贮藏应用中提供一定的理论参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

香椿嫩芽 采自天津科技大学生物技术实习基地,香椿自然生长,且香气浓厚。

FA1104A 电子天平 上海精天电子仪器有限公司;JR-2 集热式磁力加热搅拌器 天津市欧诺仪器仪表有限公司;HT200H SPME 手动进样器、30/50 μm PDMS/DVB 萃取头、65 μm PDMS/DVB 萃取头、75 μm CAR/PDMS 萃取头、100 μm PDMS 萃取头 美国 Supelco 公司;40 mL 透明萃取瓶 上海安谱公司;TF-SFD-50 真空冷冻干燥 北京德天佑科技发展有限公司;Agilent 7890 气相色谱-质谱联用仪 美国安捷伦公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品制备 准确称取香椿完整叶片原料 10.0 g, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下预冻 24 h,移至真空冷冻干燥设备中($-45\text{ }^{\circ}\text{C}$)进行冻干处理 24 h。将冻干后的香椿在研钵中碾碎并转移至 40 mL 顶空瓶中,置于 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷藏柜待用。

准确称取新鲜香椿 10.0 g 于研钵中,快速碾碎至有香气散发,并转移至 40 mL 顶空瓶中,并用封口膜封住顶空瓶口,置于 $4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷藏柜^[17],用于与优化萃取条件之后制得的冻干香椿挥发性成分分析。

1.2.2 萃取条件的选择

1.2.2.1 萃取头筛选 按照 1.2.1 制备冻干样品,分别采用 30/50 μm PDMS/DVB、65 μm PDMS/DVB、75 μm CAR/PDMS、100 μm PDMS/DVB 萃取头在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下吸附 30 min 后,在气相色谱-质谱联用仪中手动进样进行解析^[4,18]。

1.2.2.2 萃取温度的选择 采用最佳萃取头,保持其他因素不变,探究不同萃取温度(40、50、60、70、80 $^{\circ}\text{C}$)对冻干香椿挥发性物质成分的吸附效果的影响。比较不同萃取温度下挥发性物质成分的总峰面积。

1.2.2.3 萃取时间考察 在最佳萃取温度下,选用最佳萃取头在不同萃取时间(20、30、40、50、60 min)下对冻干香椿挥发性成分进行吸附,比较不同萃取时

间下挥发性物质成分的总峰面积。

1.2.2.4 萃取条件有效性验证 在最佳萃取条件下,称取相同样品采用相同的色谱条件进行 3 次重复试验,统计检测到的物质中具有代表性的五种化合物的保留时间以及峰面积,并分别计算保留时间以及峰面积的相对标准偏差(RSD)。

1.2.3 二点检验法 以随机的方式同时提供给感官评价员两个样品,要求评价员对两个样品进行比较,判定并描述样品之间香气强弱。

1.2.4 气相色谱-质谱条件 HP-225 石英弹性毛细管柱(30.0 m $\times$ 250 μm $\times$ 0.25 μm),载气为氦气(99.999%),流速为 1.0 mL/min,柱温采用程序升温:初温 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持 3 min 后以 $4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持 4 min,再以 $8\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 $250\text{ }^{\circ}\text{C}$,保持 3 min;进样口温度 $230\text{ }^{\circ}\text{C}$;分流比 5:1,电离方式为 EI,离子源温度为 $230\text{ }^{\circ}\text{C}$,扫描方式为全扫描。采用计算机检索与质谱检索库 NIST14.L 进行初步定性分析,结合人工谱图分析确定化合物。采用峰面积归一法确定各化合物所对应的含量。参考李楠等人的方法^[7,19]。

1.3 数据处理

采用计算机检索与质谱检索库 NIST14.L 进行初步定性分析,结合人工谱图分析确定化合物。采用峰面积归一法确定各化合物所对应的含量。采用 Origin 9.0 进行绘图。

2 结果与分析

2.1 萃取条件的确定

2.1.1 萃取头选择 本实验对四种萃取头进行考察,比较色谱峰的总面积(图 1)可以看出,采用 65 μm PDMS/DVB 的萃取头进行萃取时,总色谱峰面积最大,说明采用该萃取头萃取化合物时效果最好。

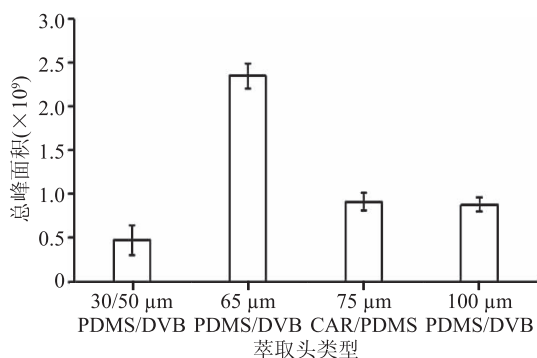


图1 不同萃取头对挥发性物质成分的萃取效果的影响

Fig.1 Effects of extraction fibers

on extraction efficiency of volatile compounds

2.1.2 萃取温度的选择 图 2 为萃取温度对总峰面积的影响。由图 2 可知,随着温度升高,挥发性物质成分的总峰面积逐渐增加,在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时达到最大值。这是因为随着温度升高,香椿中挥发性成分的扩散速度也逐渐增大,因此提高了挥发性成分的萃取效率;但是当温度增加到一定程度时,过高的温度会使已经吸附的物质不断解析^[4]。综合以上结果,萃取温度在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时萃取效果最好。

2.1.3 萃取时间的选择 萃取时间结果见图 3。由

表1 5种具有代表性的香椿挥发性成分峰面积和保留时间的相对标准偏差

Table 1 Relative standard deviation of peak areas and retention time of five representative volatile components in *Toona sinensis*

编号	中文名称	英文名称	分子式	CAS 号	峰面积标准 偏差(%)	保留时间标准 偏差(%)
1	3,4-二甲基噻吩	Thiophene,3,4-dimethyl-	C ₆ H ₈ S	632-15-5	6.25	0.03
2	2,6-二甲苯甲醛 缩氨基硫脲	2,6-Dimethylbenzaldehyde, thiosemicarbazone	C ₁₀ H ₁₃ N ₃ S	1000197-03-5	3.28	0.02
3	3-甲基噻吩	Thiophene,3-methyl-	C ₅ H ₆ S	616-44-4	6.54	0.20
4	硫化丙烯	Thiirane,methyl-	C ₃ H ₆ S	1072-43-1	4.05	0.20
5	L-半胱氨酸	L-Cysteine sulfinic acid	C ₃ H ₇ NO ₄ S	1115-65-7	6.49	2.00

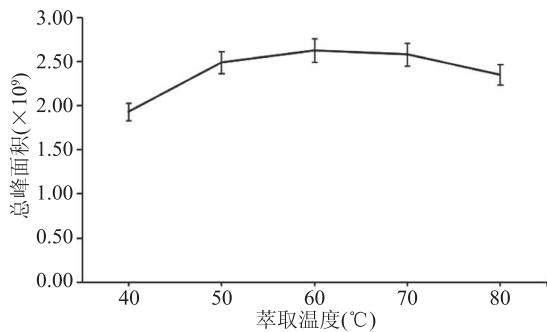


图2 萃取温度对总峰面积的影响

Fig.2 Effects of extraction temperature on total peak area

图3可知,随着萃取时间的延长,得到的色谱峰面积逐渐增加,在萃取40 min后,峰面积达到最大,萃取50 min时,峰面积略有下降。这是因为在达到吸附平衡前,萃取针吸附量随萃取时间的增加而增加,达到平衡之后,吸附量不再随时间延长而有所改变^[4]。因此在萃取40 min时,吸附效果最好。

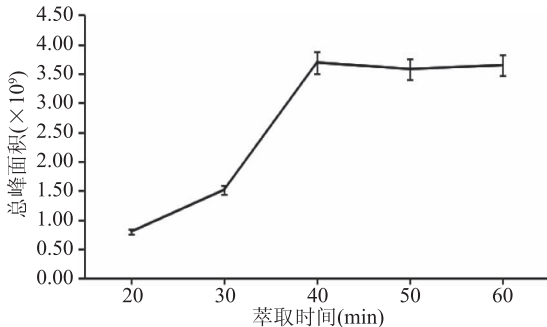


图3 萃取时间对总峰面积的影响

Fig.3 Effects of extraction time on total peak area

2.1.4 萃取条件有效性验证 取相同样品在60℃的条件下,采用65 μm PDMS/DVB型号的萃取头萃取40 min在1.2.4的条件下重复试验3次,统计具有代表性的五种含硫化合物的保留时间以及峰面积,并分别计算保留时间以及峰面积的相对标准偏差(RSD)^[5]。计算结果(表1)显示,3次重复试验峰面积中,选取的代表性化合物峰面积的RSD均小于6.6%,其色谱峰保留时间的RSD均小于2.5%,表明该萃取条件具有良好的重复性,方法有效可行。

2.2 新鲜香椿与冻干香椿挥发性成分分析

在已优化的HS-SPME萃取条件的基础上,结合GC-MS对冻干香椿挥发性成分进行分析,并与新鲜香椿中挥发性成分进行了比较。GC-MS分析得到

的总离子流图如图4、图5。

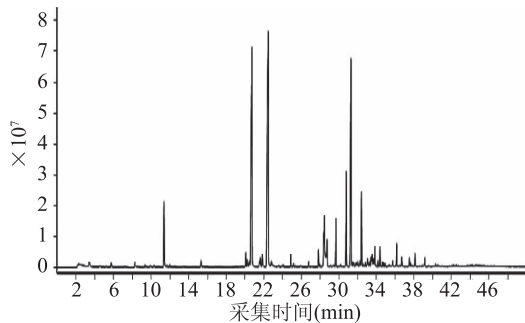


图4 新鲜香椿挥发性成分GC-O-MS总离子色谱图

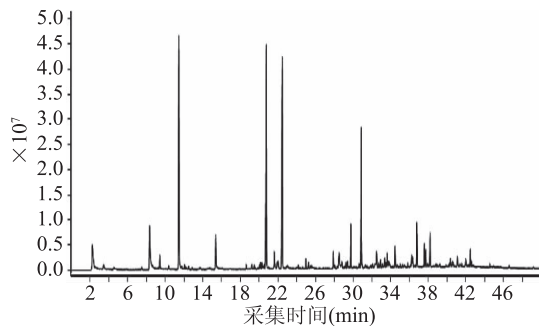
Fig.4 Total ion current chromatogram of volatile components from fresh *Toona sinensis*

图5 冻干香椿挥发性成分GC-O-MS总离子色谱图

Fig.5 Total ion current chromatogram of volatile components from freeze-dried *Toona sinensis*

由图4、图5可知,在新鲜香椿和冻干香椿中分别检测出72种、66种挥发性物质成分,大致可以分为含硫类化合物、萜烯类化合物、酯类、醇类、酮类、醛类、烯烃类以及含氮类等。由表2中可知,新鲜香椿经冻干处理后,萜烯类物质含量有所降低,酯类、醇类等物质含量有所增高,但与香椿风味有关的有机硫化物的相对含量无明显变化。采用二点检验法对比冻干前后的香椿香气强弱,在50位感官评价者的描述中发现:92%的感官评价者认为冻干前后的香椿无明显的味道变化。在香椿风味研究中,含硫类物质被认为是香椿主要呈味物质^[5,20-23]。因此对新鲜香椿及冻干香椿中含硫物质成分进行进一步分析,分析结果见表3。

在对香椿有机硫化物尤其是与香椿特征性风味有关的硫化物的进一步分析中发现:香椿经冻干后,其挥发性硫化物的总含量无明显变化;其中具有新

表3 新鲜香椿与冻干香椿挥发性硫化物成分
Table 3 Volatile sulfur compounds in fresh and freeze-dried *Toona sinensis*

保留时间(RT)		分子式	中文名称	英文名称	相对含量(%)	
新鲜香椿	冻干香椿				新鲜香椿	冻干香椿
3.406	3.437	C ₃ H ₆ S	硫化丙烯	Thiirane, methyl-	0.55	0.58
5.192		C ₄ H ₈ S	(Z)-1-甲基-1-丙烯	1-Propene, 1-(methylthio)-, (Z)-	0.08	-
	6.855	C ₅ H ₆ S	3-甲基噻吩	Thiophene, 3-methyl-	-	0.04
7.195		C ₅ H ₈ S	5-甲基-2,3-二氢噻吩	Thiophene, 2,3-dihydro-5-methyl-	0.2	-
9.908		C ₃ H ₆ S ₂	-	1,2-Dithiolane	0.04	-
10.31		C ₆ H ₈ S	2,4-二甲基噻吩	Thiophene, 2,4-dimethyl-	0.1	0.13
	10.372	C ₆ H ₈ S	2,5-二甲基噻吩	Thiophene, 2,5-dimethyl-	0.14	0.14
11.361	11.447	C ₆ H ₈ S	3,4-二甲基噻吩	Thiophene, 3,4-dimethyl-	4.19	4.21
11.682	12.047	C ₆ H ₁₀ S	1,1'-硫代二-1-丙烯	1-Propene, 1,1'-thiobis-	0.63	0.64
12.412	12.486	C ₄ H ₈ S ₂	甲基丙烯基二硫化物	(E)-1-Methyl-2-(prop-1-en-1-yl) disulfane	0.06	0.17
	12.863	C ₄ H ₈ S ₂	(Z)1-甲基-1-丙烯基二硫化物	(Z)-1-Methyl-2-(prop-1-en-1-yl) disulfane	-	0.12
13.419		C ₆ H ₁₂ S	1-(乙硫基)-2-甲基-1-丙烯	1-Propene, 1-(ethylthio)-2-methyl-	0.07	-
	18.611	C ₆ H ₁₀ S ₂	二烯丙基二硫	Diallyl disulphide	-	0.27
19.705		C ₆ H ₁₂ S ₂	(1E)-1-丙烯基丙基二硫化物	(E)-1-(Prop-1-en-1-yl)-2-propyl disulfane	0.13	-
20.082	20.151	C ₆ H ₁₀ S ₂	-	1,2-Di((Z)-prop-1-en-1-yl) disulfane	0.7	0.25
20.237	20.299	C ₆ H ₁₀ S ₂	-	1-((E)-Prop-1-en-1-yl)-2-((Z)-prop-1-en-1-yl) disulfane	0.71	0.66
20.738	20.756	C ₆ H ₁₀ S ₂	2-巯基-3,4-二甲基-2,3-二氢噻吩	2-Mercapto-3,4-dimethyl-2,3-dihydrothiophene	48.35	48.08
21.634		C ₆ H ₁₀ S ₂	-	(Z)-Prop-1-en-1-yl propanedithioate	1.19	-
22.815	21.999	C ₆ H ₈ S ₂	2-巯基-3,4-二甲基噻唑	3,4-Dimethylthiophene-2-thiol	0.58	0.45
25.374	25.448	C ₆ H ₁₀ OS ₂	5,5-二甲基-1,3-二噻烷-2-酮	1,3-Dithian-2-one, 5,5-dimethyl-	0.05	0.03
25.924		C ₈ H ₁₆ S	1-丁基四氢噻吩	Thiophene, 1-butyltetrahydro-	0.07	-
28.236		C ₆ H ₁₂ S ₃	(E)1-丙烯基-1-三硫烷基丙烷	(E)-1-(Prop-1-en-1-yl)-3-propyltrisulfane	0.15	-
28.384	28.501	C ₆ H ₁₀ S ₃	-	1,3-Di((E)-prop-1-en-1-yl) trisulfane	4.38	4.57
35.746		C ₆ H ₁₀ S ₂	2-亚乙基-1,3-二噻烷	2-Ethylidene[1,3] dithiane	0.32	-
36.173	36.234	C ₉ H ₁₈ S ₃	1-(1-丙烯基硫代)丙基二硫化物	Disulfide, 1-(1-propenylthio) propyl propyl	1.03	1.11
37.662	37.588	C ₉ H ₁₂ S ₃	(E)-3,4-二甲基-2-(-1-丙烯基-1-二硫烷基)噻吩	(E)-3,4-Dimethyl-2-(prop-1-en-1-yl disulfanyl) thiophene	0.09	2.12
总计					63.81	63.57

注：“-”表示未检出；加粗的为与香椿风味有关的物质。

表2 新鲜香椿与冻干香椿挥发性硫化物成分含量比较
Table 2 Comparison of volatile components in freeze-dried and fresh *Toona sinensis*

化合物种类	相对含量(%)	
	新鲜香椿	冻干香椿
含硫类	65.08	65.14
萜烯类	31.52	29.12
酯类	0.08	1.04
醇类	0.87	1.31
醛类	0.52	0.6
酮类	0.73	1.25
醚类	0.49	0.14
含氮类	0.1	0.86
烯烃类	0.06	0.18
其他类	0.55	0.36

鲜大蒜味的硫化丙烯^[7]在新鲜香椿与冻干香椿中的含量分别为0.55%、0.58%；张杰^[4]、刘常金等^[5]的研究中已经证实2-巯基-3,4-二甲基-2,3-二氢噻吩为香椿特征性风味物质，具有蒸煮香椿味，经冻干处理前后的香椿中2-巯基-3,4-二甲基-2,3-二氢噻吩的含量为48.35%、48.08%；具有洋葱、硫磺味的2，

5-二甲基噻吩的含量均为0.14%；同样具有洋葱、硫磺味道的3,4-二甲基噻吩在冻干前后的香椿中的含量分别为4.19%、4.21%。香椿经冻干处理前后，其中与香椿特殊性风味有关的挥发性物质成分无明显变化，经感官嗅闻测定，冻干前后的香椿味道无明显区别，因此冻干技术在一定程度上能够较好的保持香椿独特风味。

3 结论

本研究优化顶空固相微萃取(HS-SPME)对冻干香椿挥发性成分进行萃取富集，运用单因素实验萃取条件进行确定，通过单因素实验并结合分析得到冻干香椿最佳萃取条件为采用65 μm PDMS/DVB萃取头60℃萃取40 min，在此条件下，验证实验结果表明该萃取条件稳定可行，具有较好的重复性；利用GC-MS对新鲜香椿及冻干香椿进行挥发性成分分析，发现冻干处理前后的香椿的挥发性成分主要为含硫类、萜烯类、醇类、酯类等，且两种香椿味道无明显差异；对与香椿特征性风味有关的挥发性有机硫化物进行着重分析比较，发现冻干后的香椿中与香椿风味有关的物质如硫化丙烯、2-巯基-3,4-二甲基-2,3-二氢噻吩、2,5-二甲基噻吩、3,4-二甲基噻

吩的含量无明显变化,即冻干技术能较好的保持香椿的风味。因此真空冷冻干燥技术在香椿贮藏及香椿风味保持等方面具有较大的应用前景。

参考文献

- [1] Chen H M, Wu Y C, Chia Y C, et al. Gallic acid, a major component of *Toona sinensis* leaf extracts, contains a ROS-mediated anti-cancer activity in human prostate cancer cells[J]. Cancer Letters, 2009, 286(2): 161-171.
- [2] 张伟. 香椿叶有效成分的提取分离及其生物活性[D]. 广州: 华南理工大学, 2014.
- [3] Liu C, Zhang J, Zhou Z, et al. Analysis of volatile compounds and identification of characteristic aroma components of *Toona sinensis* using GC-MS and GC-O[J]. Food & Nutrition Sciences, 2013, 4(3): 305-314.
- [4] 张杰. 香椿挥发性成分的分析及其呈香机理的探究[D]. 天津: 天津科技大学, 2013.
- [5] 刘常金, 张杰, 周争艳, 等. GC-MS 分析比较 3 个特产香椿品种的挥发性成分[J]. 食品科学, 2013, 34(20): 261-267.
- [6] 王浩宇. 香椿特征性香气成分前体物含硫寡肽的纯化与结构鉴定[D]. 天津: 天津科技大学, 2016.
- [7] 李楠, 王浩宇, 赵芳, 等. 香椿芽苗中含硫化合物对其风味物质的影响[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(13): 35-39.
- [8] 姬晓悦, 严珺, 王静. 香椿叶与臭椿叶挥发性成分分析[J]. 安徽农业科学, 2018, 44(16): 179-181.
- [9] Pan Z, Shih C, Mchugh T H, et al. Study of banana dehydration using sequential infrared radiation heating and freeze-drying[J]. LWT-Food Science and Technology, 2008, 41(10): 1944-1951.
- [10] 胡长利, 李梦雨. 浅谈真空冷冻干燥在果蔬贮藏加工中的应用[J]. 农业工程技术(农产品加工), 2007(4): 33-37.
- [11] 王白鸥, 崔春红. 真空冷冻干燥技术在果蔬加工中的应用[J]. 中国果菜, 2009(3): 52-53.
- [12] 吕开斌. 香椿芽真空冷冻干燥工艺条件的研究[J]. 食品与发酵科技, 2010, 46(6): 60-62.
- [13] Sang E B, Cho S Y, Yong D W, et al. A comparative study of the different analytical methods for analysis of S-allyl cysteine in

black garlic by HPLC[J]. LWT-Food Science and Technology, 2012, 46(2): 532-535.

[14] 赵美香, 侯华铭, 崔清亮. 不同干燥方法对香椿苗芽菜品质的影响[J]. 山西农业大学学报: 自然科学版, 2014, 34(1): 84-87.

[15] Molina-Calle M, Priego-Capote F, Castro M D L D. HS-GC/MS volatile profile of different varieties of garlic and their behavior under heating[J]. Analytical & Bioanalytical Chemistry, 2016, 408(14): 3843-3852.

[16] Verzera A, Tripodi G, Ziino M, et al. Fast quantitative determination of aroma volatile constituents in melon fruits by headspace-solid-phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry[J]. Food Analytical Methods, 2011, 4(2): 141-149.

[17] 李楠. 红香椿中特征性风味物质的鉴定及其在加工过程中的变化[D]. 天津: 天津科技大学, 2017.

[18] Kremr D, Bajerová P, Bajer T, et al. Using headspace solid-phase microextraction for comparison of volatile sulphur compounds of fresh plants belonging to families *Alliaceae* and *Brassicaceae*[J]. Journal of food science and technology, 2015, 52(9): 5727-5735.

[19] 王晓敏, 史冠莹, 杨慧, 等. 河南不同产地香椿基本成分及风味物质分析[J]. 食品科学, 2017, 38(18): 144-149.

[20] 刘倩倩, 宋楠, 宋玉飞, 等. 香椿挥发性成分提取及分析研究进展[J]. 农产品加工, 2018(4): 71-74.

[21] Serrano E, Beltrán J, Hernández F. Application of multiple headspace-solid-phase microextraction followed by gas chromatography-mass spectrometry to quantitative analysis of tomato aroma components[J]. Journal of Chromatography A, 2009, 1216(1): 127-133.

[22] Shan C S, Wang C, Liu J, et al. The analysis of volatile flavor components of Jin Xiang garlic and Tai'an garlic[J]. Agricultural Sciences, 2012, 4(12): 744-748.

[23] Soto V C, Maldonado I B, Jofré V P, et al. Direct analysis of nectar and floral volatile organic compounds in hybrid onions by HS-SPME/GC-MS: Relationship with pollination and seed production[J]. Microchemical Journal, 2015, 122: 110-118.

(上接第 195 页)

色质谱串联质谱法测定[J]. 中国乳品工业. 2014, 12(42): 34-36.

[9] 曾静, 时逸吟, 张孝刚, 等. 固相萃取-气相色谱法测定婴幼儿配方奶粉中肌醇含量[J]. 检验检疫学刊, 2014, 24(2): 40-43.

[10] 周玮婧, 何平, 王澎, 等. 婴幼儿配方奶粉中肌醇的测定及稳定性研究[J]. 中国乳品工业, 2018, 46(1): 48-51.

[11] 招启文, 张可冬, 陈晓, 等. 气相色谱-质谱联用测定固体运动饮料中肌醇的含量[J]. 食品工业, 2017, 7(38): 286-288.

[12] Guo J, Shi Y F, Xu C B, et al. Data on the optimization of a GC-MS procedure for the determination of total plasma myo-inositol[J]. Data in Brief, 2016(8): 1040-1043.

[13] 王波, 刘阿静, 王彦淳, 等. 在线渗析-双柱串联离子色谱

法直接检测婴幼儿乳粉中的肌醇[J]. 分析试验室, 2015, 34(2): 212-215.

[14] 周敏, 陈亚波, 杨彤. 微生物法测定维生素功能饮料中的肌醇含量[J]. 安徽农业科学, 2014, 42(7): 2123-2125.

[15] 范迪, 张梦悦, 杨燕, 等. 微生物法测定食品中的肌醇含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(13): 3474-3478.

[16] 刘冬虹, 吴环, 聂炎炎, 等. 优化微生物法快速测定婴幼儿配方乳粉中 4 种水溶性维生素[J]. 华南预防医学, 2014, 40(6): 594-597.

[17] 唐伟, 池振明, 孟召雷, 等. 利用粟酒裂殖酵母生长法定量测定肌醇浓度[J]. 食品与发酵工业, 2003, 29(3): 54-58.

[18] GB5009.270-2016 食品安全国家标准食品中肌醇的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.