

# SPME - GC - MS 测定‘凤丹’牡丹籽油挥发物组成时固相微萃取条件的响应面优化

帅佳琪<sup>1</sup>, 吕长平<sup>2,3</sup>, 秧拯民<sup>1</sup>, 石杨<sup>1</sup>, 毛咪<sup>1</sup>, 江莉娜<sup>1</sup>, 康敏<sup>1</sup>

(1. 湖南农业大学园艺学院, 长沙 410128; 2. 湖南农业大学风景园林与艺术设计学院, 长沙 410128;  
3. 湖南农业大学湖南省中亚热带优质花木繁育与利用工程技术研究中心, 长沙 410128)

**摘要:**为‘凤丹’牡丹籽油风味研究提供参考, 采用固相微萃取技术结合气相色谱-质谱法(SPME - GC - MS)测定‘凤丹’牡丹籽油挥发物组成。在单因素试验基础上, 根据 Box - Behnken 试验设计原理, 以‘凤丹’牡丹籽油挥发物总峰面积为响应值, 以样品量、平衡时间、萃取时间、萃取温度为因素进行响应面试验, 对‘凤丹’牡丹籽油挥发物的固相微萃取条件进行优化, 然后采用 SPME - GC - MS 测定‘凤丹’牡丹籽油的挥发物组成及相对含量。结果表明: 固相微萃取‘凤丹’牡丹籽油挥发物的最佳条件为样品量 4.0 g (15 mL 样品瓶), 平衡时间 40 min, 萃取时间 20 min, 萃取温度 80 °C; 在最佳条件下结合 GC - MS 分析测得‘凤丹’牡丹籽油中共有 22 种挥发物, 其中烯烃类、酯类、醛类、醇类、杂环类、芳烃类和酚类的相对含量分别为 33.34%、21.12%、20.76%、19.05%、3.48%、1.67%、0.61%。综上, 该响应面法优化的固相微萃取条件适合快速测定‘凤丹’牡丹籽油挥发物, 烯烃类、酯类、醛类和醇类是‘凤丹’牡丹籽油中的重要挥发物。

**关键词:**‘凤丹’牡丹籽油; 挥发物; 固相微萃取; 响应面优化; 气相色谱-质谱法

中图分类号: TQ645.1; TS225.1 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2023)04-0057-06

## Response surface optimization of solid phase microextraction condition for the determination of volatiles in Fengdan seed oil by SPME - GC - MS

SHUAI Jiaqi<sup>1</sup>, LYU Changping<sup>2,3</sup>, YANG Zhengmin<sup>1</sup>, SHI Yang<sup>1</sup>,  
MAO Mi<sup>1</sup>, JIANG Lina<sup>1</sup>, KANG Min<sup>1</sup>

(1. College of Horticulture, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China; 2. School of Landscape Architecture and Art Design, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China; 3. Engineering Technology Research Center for High Quality Flowers and Trees Breeding and Utilization in Central Subtropical Zone of Hunan Province, Hunan Agricultural University, Changsha 410128, China)

**Abstract:** In order to provide reference for the study of flavor of Fengdan seed oil, the volatile composition of Fengdan seed oil was determined by solid - phase microextraction combined with gas chromatography - mass spectrometry (SPME - GC - MS). On the basis of the single factor experiment, according to the Box - Behnken experimental design principle, with the total peak area of volatile in Fengdan seed oil as the response value, the response surface methodology was conducted to optimize the conditions for the

solid - phase microextraction of volatiles in Fengdan seed oil, with the sample amount, equilibrium time, extraction time, and extraction temperature as the factors. Then the volatile composition and relative content of Fengdan seed oil were determined by SPME - GC - MS. The results showed that the optimal conditions for solid phase microextraction of the volatiles in Fengdan seed oil

收稿日期: 2022-02-24; 修回日期: 2022-12-10

基金项目: 湖南省教育厅重点研究项目(16A094); 湖南农业大学优势特色重点学科开放基金项目(2016YYX003); 湖南省中亚热带花木繁育与利用工程技术中心建设项目(201809)

作者简介: 帅佳琪(1998), 女, 硕士研究生, 研究方向为观赏植物的高值化利用(E-mail) 1069119194@qq.com。

通信作者: 吕长平, 副教授, 博士(E-mail) 496897056@qq.com。

were obtained as follows: sample amount 4.0 g (15 mL sample flask), equilibrium time 40 min, extraction time 20 min, and extraction temperature 80 °C. Under the optimal conditions and combined with GC-MS analysis, 22 kinds of volatiles in Fengdan seed oil were detected. Among them, the relative contents of alkenes, esters, aldehydes, alcohols, heterocyclics, aromatic hydrocarbon and phenols were 33.34%, 21.12%, 20.76%, 19.05%, 3.48%, 1.67% and 0.61%, respectively. In conclusion, the solid phase microextraction conditions optimized by the response surface methodology are suitable for rapid determination of volatile in Fengdan seed oil, and alkenes, esters, aldehydes and alcohols are important volatile compounds in Fengdan seed oil.

**Key words:** Fengdan seed oil; volatile; solid phase microextraction; response surface optimization; gas chromatography - mass spectrometry

‘凤丹’牡丹(*Paeonia ostii* ‘Feng Dan’)属毛茛科芍药属落叶灌木,是我国重要的传统观赏植物、药用植物及新兴木本油料作物<sup>[1]</sup>。2011年国家卫生部发布了正式批准牡丹籽油为新资源食品的公告后,‘凤丹’牡丹以其结实性好、出油率高等特点成为当前油用牡丹的主要发展种类<sup>[2-3]</sup>。‘凤丹’牡丹籽油中含有丰富的不饱和脂肪酸,其中的亚油酸和亚麻酸具有多种生理活性,是人体所必需但不能自身合成的营养物质<sup>[4]</sup>。除常见的理化指标外,挥发物也是评价油脂品质的重要指标,其对油脂的感官评价起着重要作用<sup>[5]</sup>。挥发物是植物油中存在的次生特异性标志物,每一种植物油因挥发物的差异而具有其独特的风味<sup>[6]</sup>。‘凤丹’牡丹籽油作为一种食用油,其感官品质对于消费者来说至关重要。

固相微萃取技术(SPME)是目前应用最为广泛的挥发物测定前处理技术,具有操作简单、被分析物质消耗少、检测速度快等优点,同时消除了由于萃取溶剂溶解效力不同而导致的萃取结果差异<sup>[7]</sup>。固相微萃取有独特便捷的微型装置设计,可以与多种分析仪器进行联用,固相微萃取技术结合气相色谱-质谱法(SPME-GC-MS)是常用的挥发物分离与鉴定方法<sup>[8]</sup>。目前有研究采用SPME-GC-MS分析油茶籽油<sup>[9]</sup>、酱油<sup>[10]</sup>、鸭肉<sup>[11]</sup>、葡萄酒<sup>[12]</sup>等的挥发物组成,而通过优化SPME-GC-MS萃取条件探究‘凤丹’牡丹籽油挥发物组成的研究未见报道。

本研究以‘凤丹’牡丹籽油为试验对象,采用单因素试验及响应面法优化SPME-GC-MS对‘凤丹’牡丹籽油挥发物的萃取条件,并在此基础上进一步分析其挥发物的组成,为‘凤丹’牡丹籽油风味研究提供理论基础和参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

‘凤丹’牡丹籽,2020年7月上旬于湖南农业大学

花卉实践教学基地及耘园基地,在油用牡丹‘凤丹’牡丹果荚蟹黄色时采收其籽粒,置于通风干燥处晒干,使其含水率至8%~10%。石油醚,沸点30~60 °C。

Agilent 7000C-7697A型气相色谱-质谱联用仪,美国Agilent公司;57330-U型SPME手动进样手柄;50/30 μm DVB/CAR/PDMS萃取头,美国Supelco公司;SPME进样瓶(15 mL),德国CNW Technologies GmbH公司。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 ‘凤丹’牡丹籽油的提取

参照文献[13]采用的超声波辅助法提取‘凤丹’牡丹籽油。

#### 1.2.2 SPME-GC-MS测定‘凤丹’牡丹籽油挥发物组成

##### 1.2.2.1 ‘凤丹’牡丹籽油挥发物的固相微萃取

取适量‘凤丹’牡丹籽油于15 mL隔垫密封样品瓶中,置于一定温度水浴锅中加热平衡一定时间,然后将已老化的萃取头插入样品瓶的顶空部分,萃取头距离样品1 cm,萃取一定时间后将已吸附挥发物的萃取头插入气相色谱仪的进样口中,230 °C下解吸5 min,进行GC-MS分析。

##### 1.2.2.2 GC-MS分析条件

GC条件:DB-WAX石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm,0.25 μm);载气为氦气,流速1.0 mL/min;隔垫吹扫流量3.0 mL/min;进样口温度230 °C;分流进样,分流比1:1;升温程序为初始温度40 °C保持3 min,然后以6 °C/min升至150 °C,保持1 min,最后以10 °C/min升至220 °C,保持3 min。

MS条件:接口温度230 °C;离子源温度230 °C;四级杆温度150 °C;离子化方式为电子轰击(EI),电子能量70 eV;质量扫描范围(*m/z*)35~500。

##### 1.2.2.3 定性定量分析

采集的数据通过计算机标准图库美国国家标准

技术研究所(National Institute of Standards and Technology, NIST2014)检索分析相似度80%以上的化合物,并对检索结果参考有关标准图谱进行核对和补充检索,对挥发物进行定性。采用总离子流色谱峰面积归一化法对挥发物进行定量。

### 1.2.3 数据处理

试验重复3次,采用Microsoft Office Excel 2019进行数据处理,结果以“平均值 $\pm$ 标准偏差”表示。

## 2 结果与分析

### 2.1 固相微萃取单因素试验

#### 2.1.1 样品量

样品量对萃取效果影响较大,萃取头的吸附量随着样品量的增加而增加,但是当样品量过多时,会导致其在水浴加热时受热不均,不利于挥发物萃取;而当样品量过少时,挥发物顶空到萃取头涂层的质量浓度小,萃取效果也相应降低<sup>[14-15]</sup>。在平衡时间40 min、萃取时间20 min、萃取温度80℃条件下,研究样品量对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响,结果如图1所示。

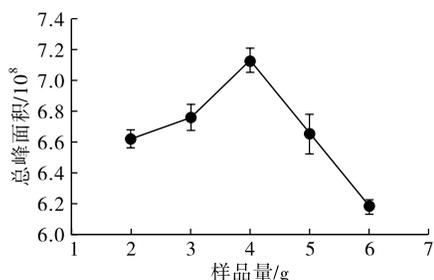


图1 样品量对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响

由图1可知,在样品量为2~6 g范围内,挥发物总峰面积随样品量的增加呈先增大后减小的趋势。样品量为4 g时,挥发物总峰面积达到最大。因此,选择4 g为最佳样品量,同时选择样品量为3、4、5 g进行响应面优化试验。

#### 2.1.2 平衡时间

平衡时间影响挥发物和样品体系之间的动态平衡,进而影响萃取纤维头的吸附量和达到吸附饱和的时间<sup>[16]</sup>。在样品量4 g、萃取时间20 min、萃取温度80℃条件下,研究平衡时间对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响,结果如图2所示。

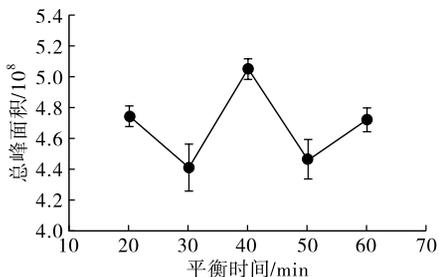


图2 平衡时间对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响

由图2可知,在平衡时间为20~60 min范围内,挥发物总峰面积随平衡时间的延长呈波动变化的趋势。平衡时间为40 min时,挥发物总峰面积达到最大。在平衡时间40 min后,挥发物总峰面积降低,可能是由于预热时间过长导致热稳定性低的物质发生分解。因此,选择40 min为最佳平衡时间,同时选择平衡时间为30、40、50 min进行响应面优化试验。

#### 2.1.3 萃取时间

在样品量4 g、平衡时间40 min、萃取温度80℃条件下,研究萃取时间对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响,结果如图3所示。

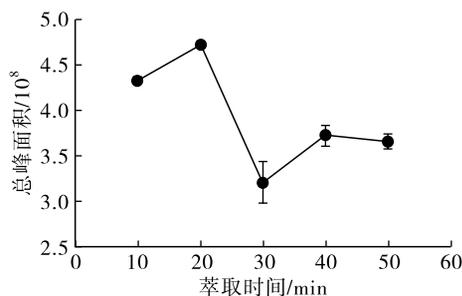


图3 萃取时间对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响

由图3可知,在萃取时间为10~50 min范围内,挥发物总峰面积随萃取时间的延长总体呈先增大后减小的趋势。萃取头吸附量随萃取时间的延长逐渐增加,当挥发物在气相和涂层两相之间实现平衡后,萃取时间达到最佳,而萃取时间过长会导致热不稳定的物质发生分解,使得总峰面积减小<sup>[17]</sup>。萃取时间为20 min时,挥发物总峰面积达到最大。因此,选择20 min为最佳萃取时间,同时选择萃取时间为10、20、30 min进行响应面优化试验。

#### 2.1.4 萃取温度

在样品量4 g、平衡时间40 min、萃取时间20 min条件下,研究萃取温度对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响,结果如图4所示。

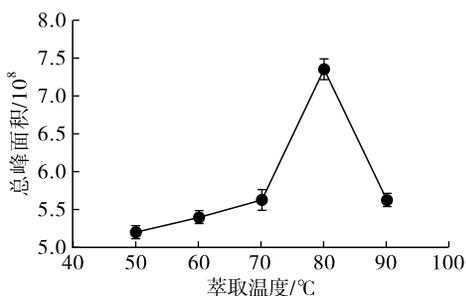


图4 萃取温度对‘凤丹’牡丹籽油挥发物萃取效果的影响

由图4可知,在萃取温度为50~90℃范围内,挥发物总峰面积随萃取温度的升高呈先增大后减小的趋势。随着萃取温度升高,分子热运动加快,扩散系数增大,有利于挥发物到达萃取纤维表面,但萃取

温度过高时会降低萃取纤维的吸附能力,使分析物在涂层和基质中的分配系数减小,从而使总峰面积减小<sup>[9]</sup>。萃取温度为 80 °C 时,挥发物总峰面积达到最大。因此,选择 80 °C 为最佳萃取温度,同时选择萃取温度为 70、80、90 °C 进行响应面优化试验。

## 2.2 固相微萃取响应面优化试验

在单因素试验基础上,根据 Box - Behnken 中心组合试验设计原理,以挥发物总峰面积 ( $Y$ ) 为响应值,以样品量 ( $A$ )、平衡时间 ( $B$ )、萃取时间 ( $C$ )、萃取温度 ( $D$ ) 为因素,利用 Design expert 12 软件进行四因素三水平的响应面试验,响应面试验因素水平见表 1,响应面试验设计方案和结果见表 2。

表 1 响应面试验因素水平

水平	样品量/g	平衡时间/ min	萃取时间/ min	萃取温度/°C
-1	3	30	10	70
0	4	40	20	80
1	5	50	30	90

表 2 响应面试验设计方案和结果

试验号	$A$	$B$	$C$	$D$	$Y/10^8$
1	1	0	0	-1	3.586 74
2	0	1	1	0	3.812 77
3	-1	0	-1	0	3.444 36
4	-1	1	0	0	3.964 99
5	0	-1	-1	0	3.064 01
6	1	0	1	0	3.705 35
7	0	-1	1	0	3.222 99
8	0	0	-1	1	3.049 21

续表 2

试验号	$A$	$B$	$C$	$D$	$Y/10^8$
9	0	0	0	0	5.257 94
10	0	0	0	0	5.914 04
11	1	0	-1	0	3.527 13
12	0	1	0	-1	3.800 30
13	1	1	0	0	3.848 97
14	0	-1	0	-1	3.852 27
15	0	0	0	0	5.207 98
16	0	-1	0	1	3.838 76
17	0	1	-1	0	4.084 38
18	0	0	0	0	6.103 30
19	-1	-1	0	0	2.577 59
20	1	-1	0	0	4.354 82
21	0	0	0	0	4.938 36
22	0	1	0	1	4.107 01
23	-1	0	0	1	3.429 24
24	-1	0	1	0	3.175 89
25	0	0	-1	-1	3.481 33
26	0	0	1	1	3.791 50
27	0	0	1	-1	3.773 75
28	-1	0	0	-1	3.376 85
29	1	0	0	1	3.292 60

利用 Design expert 12 软件对表 2 中的结果进行二次多项回归统计分析,得到回归模型: $Y = 5.484 \times 10^8 + 1.956 \times 10^7 A + 2.257 \times 10^7 B + 6.932 \times 10^6 C - 3.024 \times 10^6 D - 4.733 \times 10^7 AB + 1.117 \times 10^7 AC - 8.663 \times 10^6 AD - 1.076 \times 10^7 BC + 8.005 \times 10^6 BD + 1.125 \times 10^7 CD - 1.047 \times 10^8 A^2 - 7.662 \times 10^7 B^2 - 1.066 \times 10^8 C^2 - 9.098 \times 10^7 D^2$ 。

对模型进行方差分析,结果见表 3。

表 3 响应面试验回归方程方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	$F$	$p$
模型	1.755E+17	14	1.254E+16	8.75	0.000 1**
$A$	4.589E+15	1	4.589E+15	3.20	0.095 1
$B$	6.111E+15	1	6.111E+15	4.27	0.057 9
$C$	5.766E+14	1	5.766E+14	0.40	0.536 0
$D$	1.098E+14	1	1.098E+14	0.08	0.785 9
$AB$	8.961E+15	1	8.961E+15	6.26	0.025 4*
$AC$	4.988E+14	1	4.988E+14	0.35	0.564 5
$AD$	3.002E+14	1	3.002E+14	0.21	0.654 1
$BC$	4.635E+14	1	4.635E+14	0.32	0.578 4
$BD$	2.564E+14	1	2.564E+14	0.18	0.678 7
$CD$	5.060E+14	1	5.060E+14	0.35	0.561 7
$A^2$	7.107E+16	1	7.107E+16	49.63	<0.000 1**
$B^2$	3.808E+16	1	3.808E+16	26.59	0.000 1**
$C^2$	7.367E+16	1	7.367E+16	51.44	<0.000 1**
$D^2$	5.370E+16	1	5.370E+16	37.50	<0.000 1**
残差	2.005E+16	14	1.432E+15		
失拟项	1.011E+16	10	1.011E+15	0.41	0.886 4
纯误差	9.935E+15	4	2.484E+15		
总和	1.955E+17	28			

注:\*\*表示差异极显著( $p < 0.01$ ); \*表示差异显著( $p < 0.05$ )

由表3可知:该模型 $p$ 值为0.000 1( $p < 0.01$ ),说明模型极显著;失拟项 $p$ 值为0.886 4( $p > 0.05$ ),说明模型失拟项不显著;响应值( $Y$ )的变异系数为9.66%,说明试验误差较小;方程决定系数( $R^2$ )为0.897 5,校正决定系数( $R_{Adj}^2$ )为0.794 9,说明该模型与试验拟合良好。综合方差分析结果,说明响应面优化模型具有可行性。由表3还可知,模型中 $AB$ 对总峰面积的影响显著( $p < 0.05$ ), $A^2$ 、 $B^2$ 、 $C^2$ 、 $D^2$ 对总峰面积的影响极显著( $p < 0.01$ )。4个因素对总峰面积的影响大小依次为平衡时间 > 样品量 > 萃取时间 > 萃取温度。通过对回归模型进行分析,得到固相微萃取的最佳条件为样品量4.068 g、平衡时间41.233 min、萃取时间20.289 min、萃取温度79.873 °C,在此条件下预测总峰面积为 $5.506 \times 10^8$ 。考虑到试验的可行性和局限性,将上述条件调整为样品量4.0 g、平衡时间40 min、萃取时间20 min、萃取温度80 °C,在此条件下总峰面积为 $5.623 \times 10^8$ ,实际总峰面积与理论预测总峰面积的相对误差为2.12%,说明响应面法优化‘凤丹’牡丹籽油挥发物的固相微萃取条件具有可行性。

### 2.3 ‘凤丹’牡丹籽油挥发物分析

在优化后的固相微萃取条件下结合GC-MS分析测定‘凤丹’牡丹籽油挥发物的组成及相对含量,结果见表4。

由表4可知,SPME-GC-MS从‘凤丹’牡丹籽油中检测出22种挥发物,包括酯类、醇类、醛类、烯烃类、芳烃类、杂环类和酚类。其中烯烃类、酯类、醛类和醇类的相对含量较高,分别为33.34%、21.12%、20.76%、19.05%,杂环类、芳烃类和酚类的相对含量较低,分别为3.48%、1.67%、0.61%。

酯类是由醇和油脂氧化分解产生的小分子脂肪酸发生酯化反应所产生<sup>[18]</sup>,其中苯甲酸乙酯具有令人愉悦的水果香气,其相对含量较高,对‘凤丹’牡丹籽油风味有重要的贡献。醛类在含量低时具有花果味,阈值低且香味明显,为‘凤丹’牡丹籽油提供特征风味,其中正十三醛和棕榈醛具有花果和蜡的香气,相对含量分别为6.59%和4.69%。醇类化合物是形成酯类的基础物质,具有植物香,可与醛类物质、脂肪酸等发生反应,进而影响油脂整体风味<sup>[19]</sup>,‘凤丹’牡丹籽油中含量较高的为植物醇和1,16-十六烷二醇。苯乙醇属于高级醇类物质,具有玫瑰的甜香气。烯烃类在‘凤丹’牡丹籽油中相对含量较高,但由于烯烃类化合物的阈值均较高<sup>[20-21]</sup>,因而对‘凤丹’牡丹籽油整体的风味贡献较小,但一些支链烯烃如新植二烯可能对‘凤丹’牡丹籽油香气

特征有贡献。另外,在‘凤丹’牡丹籽油挥发物中还检测出少量酚类和杂环类化合物,酚类化合物具有特殊的芳香味,易与其他挥发物产生协同作用。杂环类化合物阈值较低,其中4,7-二甲基苯并呋喃具有芳香味,可能是‘凤丹’牡丹籽油风味的另一重要来源。

表4 ‘凤丹’牡丹籽油挥发物组成及相对含量

化合物	CAS号	相对含量/%
酯类		
1-乙炔基环己醇氨基甲酸酯	126-52-3	1.49 ± 0.05
苯甲酸乙酯	93-89-0	19.63 ± 0.64
醇类		
2-己基-1-癸醇	2425-77-6	1.97 ± 0.71
2-己基-1-辛醇	19780-79-1	3.97 ± 0.91
1,16-十六烷二醇	7735-42-4	4.30 ± 0.28
植物醇	150-86-7	6.31 ± 0.03
油醇	143-28-2	2.15 ± 0.23
苯乙醇	60-12-8	0.35 ± 0.16
醛类		
正十三醛	10486-19-8	6.59 ± 0.75
棕榈醛	629-80-1	4.69 ± 0.58
十四醛	124-25-4	8.26 ± 0.77
2,5-二甲基苯甲醛	5779-94-2	0.71 ± 0.35
十五醛	2765-11-9	0.51 ± 0.02
烯烃类		
1,19-二十碳二烯	14811-95-1	19.33 ± 0.41
1-十九碳烯	18435-45-5	9.71 ± 0.07
新植二烯	504-96-1	4.30 ± 0.43
芳烃类		
1,2,3,5-四甲基苯	527-53-7	0.53 ± 0.00
1,2,3,4-四氢萘	119-64-2	0.96 ± 0.17
萘	91-20-3	0.18 ± 0.00
杂环类		
4,7-二甲基苯并呋喃	28715-26-6	2.39 ± 0.27
十二烯基丁二酸酐	19780-11-1	1.09 ± 0.06
酚类		
2,4-二叔丁基苯酚	96-76-4	0.61 ± 0.34

### 3 结论

本研究在单因素试验基础上,通过响应面试验优化固相微萃取‘凤丹’牡丹籽油挥发物的条件,并结合GC-MS测定‘凤丹’牡丹籽油中的挥发物组成和相对含量。结果表明,固相微萃取‘凤丹’牡丹籽油挥发物的最佳条件为样品量4.0 g、平衡时间40 min、萃取时间20 min、萃取温度80 °C,在此萃取条件下结合GC-MS分析测得‘凤丹’牡丹籽油共有22种挥发物,其中醇类物质的种类最多,相对含量较高,烯烃类、酯类和醛类物质的相对含量也较高。

#### 参考文献:

- [1] 朱献标,翟文婷,董秀勋,等.牡丹籽油化学成分及功能研究进展[J].中国油脂,2014,39(1):88-91.

- [2] 张姗姗, 赵凡, 魏小豹, 等. ‘凤丹’和紫斑牡丹6个产地种子脂肪酸组分的比较[J]. 中国粮油学报, 2021, 36(3): 84-90.
- [3] CAO G X, LIN H Q, CHENG Y H, et al. Factors affecting fruit and seed production of *Paeonia ostii* "Feng Dan", an economically important oil tree[J]. Plant Spec Biol, 2021, 36(2): 258-268.
- [4] LI C Q, HU L Z, QUE B B, et al. Expression profiles of genes involved in fatty acid and lipid biosynthesis in developing seeds of *Paeonia ostii*[J]. Genes Genom, 2021, 43(8): 885-896.
- [5] SONG H L, LIU J B. GC-O-MS technique and its applications in food flavor analysis[J]. Food Res Int, 2018, 114:187-198.
- [6] 杨湄, 刘昌盛, 周琦, 等. 加工工艺对菜籽油主要挥发性风味成分的影响[J]. 中国油料作物学报, 2010, 32(4): 551-557.
- [7] XU Y Q, WANG C, LI C W, et al. Characterization of aroma-active compounds of pu-erh tea by headspace solid-phase microextraction (HS-SPME) and simultaneous distillation-extraction (SDE) coupled with GC-olfactometry and GC-MS[J]. Food Anal Method, 2016, 9(5): 1188-1198.
- [8] 王子宜, 韩海燕, 王静. 固相微萃取在样品分析中的最新研究进展和应用前景[J]. 广州化工, 2020, 48(12): 18-20.
- [9] 龙奇志, 黄永辉, 钟海雁, 等. 茶油挥发物质的固相微萃取条件的优化[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(1): 70-74.
- [10] 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.
- [11] 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.
- [12] 李媛媛, 李德美, 张亚东, 等. 顶空固相微萃取葡萄酒挥发性物质的条件优化[J]. 中国酿造, 2020, 39(6): 138-142.
- [13] 吕长平, 秧拯民, 孙田娇, 等. 储藏条件对‘凤丹’籽粒酶活性及籽油品质的影响[J]. 经济林研究, 2021, 39(2): 196-205.
- [14] 石嘉怿, 张檬达, 鞠兴荣. 响应面法优化柚稻挥发性成分 SPME 萃取条件的研究[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(12): 120-125,130.
- [15] 冯涛, 桑敏, 庄海宁, 等. 银杏葡萄酒香气成分的萃取条件优化及其香气物质的测定[J]. 食品与生物技术学报, 2019, 38(5): 124-131.
- [16] 张军安, 陈波. 顶空固相微萃取-气质联用分析酸枣仁挥发性成分[J]. 中药材, 2012, 35(2): 235-240.
- [17] 张静, 罗敏蓉, 王西芳, 等. 固相微萃取气质联用测定番茄香气成分条件优化[J]. 北方园艺, 2017(13): 7-13.
- [18] 刘红. 热反应型风味基料的研制及与市售相关产品的风味比较[D]. 杭州: 浙江工商大学, 2010.
- [19] 刘韬, 乔宁, 饶敏, 等. 基于顶空固相微萃取与气相色谱-质谱联用技术分析“赣南早”脐橙酒香气成分[J]. 中国食品添加剂, 2017(9): 205-209.
- [20] 王勇勤, 郭新, 黄笠原, 等. 基于电子鼻和气相色谱-质谱联用技术分析不同贮藏时间羊肉火腿香气成分[J]. 食品科学, 2019, 40(2): 215-221.
- [21] 丛莎. 生咖啡豆贮藏过程中脂质氧化对其风味品质劣变的影响研究[D]. 黑龙江 大庆: 黑龙江八一农垦大学, 2020.

(上接第 56 页)

- [12] BAYARD M, LEAL - CALDERON F, CANCELL M. Free fatty acids and their esters modulate isothermal crystallization of anhydrous milk fat [J]. Food Chem, 2017, 218: 22-29.
- [13] PUSCAS A, MURESAN V, MUSTE S. Application of analytical methods for the comprehensive analysis of oleogels; a review [J/OL]. Polymers, 2021, 13(12): 1934 [2022-02-24]. <https://doi.org/10.3390/polym13121934>.
- [14] DOAN C D, TAVERNIER I, BIN SINTANG M D, et al. Crystallization and gelation behavior of low- and high melting waxes in rice bran oil: a case-study on berry wax and sunflower wax [J]. Food Biophys, 2017, 12(1): 97-108.
- [15] BLAKE A I, CO E D, MARANGONI A G. Structure and physical properties of plant wax crystal networks and their relationship to oil binding capacity [J]. J Am Oil Chem Soc, 2014, 91(6): 885-903.
- [16] PANDOLSOOK S, KUPONGSAK S. Influence of bleached rice bran wax on the physicochemical properties of organogels and water-in-oil emulsions[J]. J Food Eng, 2017, 214: 182-192.
- [17] 周航. 米糠蜡凝胶油的结晶特性及应用研究[D]. 天津: 天津科技大学, 2020.
- [18] SCHAINK H M, VAN MALSSSEN K F, MORGADO - ALVES S, et al. Crystal network for edible oil organogels: possibilities and limitations of the fatty acid and fatty alcohol systems [J]. Food Res Int, 2007, 40(9): 1185-1193.
- [19] VALOPPI F, CALLIGARIS S, MARANGONI A G. Structure and physical properties of oleogels containing peanut oil and saturated fatty alcohols [J/OL]. Eur J Lipid Sci Technol, 2017, 119(5): 1600252 [2022-02-24]. <https://doi.org/10.1002/ejlt.201600252>.