

白酒风味物质研究方法的回顾与展望

范文来*, 徐 岩

(教育部工业生物技术重点实验室, 江南大学生物工程学院酿酒微生物与应用酶学研究室, 无锡 214122)

摘 要: 本文主要回顾了我国白酒中风味化合物检测的气相色谱-闻香法(gas chromatography-olfactometry, GC-O)、定量方法、香气活力(OAV)检测以及风味物质鉴定方法(即风味物质重构与缺失试验)。GC-O技术已经全面应用于我国浓香型、清香型、酱香型、兼香型、老白干香型和药香型白酒中。用于我国白酒风味物质定量的技术主要有直接进样的气相色谱-氢火焰离子化检测器(GC-FID)、液液微萃取(LLME)、固相微萃取(SPME)、搅拌子吸附萃取(SBSE)结合气相色谱-质谱(GC-MS)技术等。通过测定我国白酒中香气化合物阈值, 计算各香气化合物的OAVs。目前风味重构与缺失试验仅仅用于浓香型与清香型白酒。己酸乙酯、 β -大马酮以及土味素是我国白酒中重要的气味化合物。

关键词: 蒸馏酒; 白酒; 气相色谱-闻香法; 己酸乙酯; β -大马酮; 土味素

Current practice and future trends of aroma and flavor of Chinese liquor (baijiu)

FAN Wen-Lai*, XU Yan

(Key Laboratory of Industrial Biotechnology, Lab of Brewing Microbiology and Applied Enzymology, Ministry of Education, School of Biotechnology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

ABSTRACT: Gas chromatography-olfactometry (GC-O), quantitation, calculation of odor activity values (OAVs), aroma recombination, and omission experiments of flavor compounds of Chinese liquor (baijiu) were reviewed in this paper. GC-O technology has been applied to the strong aroma (nongxiang), light aroma (qingxiang), soy-sauce aroma (jiangxiang), complex aroma (jianxing), laobaiganxiang, and herb-like aroma type liquors. Quantitation technology included gas chromatography-flame ionization detector (GC-FID) of direct injection, liquid-liquid microextraction (LLME), solid-phase microextraction (SPME), and stir bar sorptive extraction (SBSE) coupled with gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). After determination of odor thresholds of aroma compounds from Chinese liquors, OAVs of odor compounds were obtained. Aroma recombination and omission experiments of aroma compounds from strong and light aroma type liquors were researched. Ethyl hexanoate, β -damascenone, and geosmin were important odorants of Chinese liquor.

KEY WORDS: distilled liquor; Chinese liquor (baijiu); gas chromatography-olfactometry; ethyl hexanoate; β -damascenone; geosmin

基金项目: 国家 863 计划项目(2013AA10210)、"十二五" 国家科技支撑计划项目(2012BAK17B11)

Fund: Supported by National High Technology Research and Development Program of China (2013AA102108) and Key Projects in the National Science & Technology Pillar Program during the Twelfth Five-year Plan Period (2012BAK17B11)

*通讯作者: 范文来, 研究员, 主要研究方向为酿酒工程、食品风味与食品安全。E-mail: Wenlai.Fan@163.com

*Corresponding author: FAN Wen-Lai, Professor, Central for Brewing Science and Enzymatic Technology, School of Biotechnology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China. E-mail: Wenlai.Fan@163.com

1 引言

白酒是一种具有悠久历史的传统饮料酒, 2013年产量已经达 1226.20 万千升, 在我国所有酒种中白酒产量排名第二^[1]。

与所有嗜好品一样, 产品的风味成分以及相关的微量成分决定着产品的风味与品质。根据白酒产品感官特征的不同, 可将中国白酒分为浓香、清香、酱香、米香、凤香、兼香等 13 个香型。不同香型间差异的本质正是在于其微量成分的差异。

白酒微量成分众多, 性质各异, 其研究始于二十世纪五十年代, 到目前为止, 已经在我国白酒中检测到近千种成分^[2], 这些成分包括了从极性的醇、脂肪酸到非极性的酯^[3], 从易挥发的乙醛到不易挥发的二元酸二乙酯^[4,5]; 从含量 g/L 级的己酸乙酯、乙酸乙酯和乳酸乙酯^[6], 到含量仅几个 $\mu\text{g/L}$ 级的土味素(geosmin)^[7]。

理论与实践已经证明, 并不是每个微量成分都对白酒的风味有贡献。研究人员不可能对近千种已经发现的化合物进行逐一的风味描述与特性研究, 因此白酒风味研究迫切需要解决方法学的问题。始于 1964 年的气相色谱-闻香(gas chromatography-olfactometry, GC-O)^[8]技术在本世纪初在白酒风味研究中得到应用^[9-13], 并已经取得初步成效。

白酒微量成分的多样性与复杂性需要研究过程的样品处理十分谨慎。历史上使用最多的是直接进样检测^[12,14], 但这种方法获得的微量成分较少。液液萃取技术^[10,11,15]、动态顶空技术^[16]、固相微萃取(solid-phase microextraction, SPME)^[9]等已经广泛应用于白酒样品处理。

到目前为止, 对浓香型和清香型白酒香气的研究已经取得成效, 对其他九个香型白酒的研究正在进行中。为进一步推动我国白酒香气成分的研究, 不断提高白酒品质, 对近 10 年来我国白酒风味研究的方法学以及白酒中的重要风味进行回顾。

2 白酒的 GC-O 研究

GC-O 技术是一种发现样品中可能存在的香气化合物的技术, 它将传统的人工闻香与 GC 技术结合, 在 GC 检测器前、色谱柱末端增加一个三通, 将原来直接进入检测器的气流分一路出来, 进行人工闻香。这一技术 Grosch 等已经作了全面的回顾^[17]。GC-O 常用的方法有香气萃取稀释分析法(aroma extract dilution analysis, AEDA)、Osme 技术(香气强度分析)、Charm 分析等^[8,17]。通常 GC-O 技术与气相色谱-质谱(GC-mass spectrometry, GC-MS)联用, 进行化合物的鉴定^[18]。GC-O 与 GC-MS 图谱如图 1 所示。

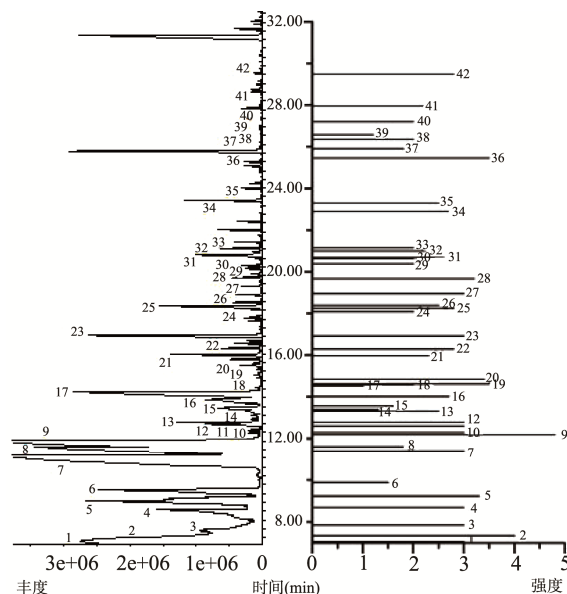


图1 酱香型白酒中性组分 GC-O(右)与 GC-MS(左)图谱^[19]

Fig. 1 Results of GC-O (right side) and aroma intensity chromatogram (left side) obtained by application of OSME technology on the neutral fraction of the soy-sauce aroma and flavor Chinese liquor 图中: 1:2-丁醇; 2: 丁酸乙酯; 3:1-丙醇; 4:2-甲基丙醇; 5: 戊酸乙酯; 6:1-丁醇; 7:3-甲基-1-丁醇; 8:1-戊醇; 9:己酸乙酯; 10:丁酸-3-甲基丁酯; 11:乙酸己酯; 12:2-戊基咪喃; 13:庚酸乙酯; 14:2-庚醇; 15:己酸丙酯; 16:1-己醇; 17:乳酸乙酯; 18: 3-辛醇; 19:二甲基三硫; 20:2-壬酮; 21:辛酸乙酯; 22:1-庚醇; 23: 糠醛; 24: 苯甲醛; 25:2-羟基己酸乙酯; 26:1-辛醇; 27:5-甲基-2-糠醛; 28:癸酸乙酯; 29:1-壬醇; 30: 苯乙酮; 31:2-糠醇; 32:苯甲酸乙酯; 33:丁二酸二乙酯; 34:2-苯乙酸乙酯; 35:乙酸-2-苯乙酯; 36:2-苯乙醇; 37:4-甲基愈创木酚; 38:丁酸-2-苯乙酯; 39:苯酚; 40:*E*-橙花叔醇; 41:4-甲基苯酚; 42:己酸-2-苯乙酯。

AEDA 已经用于白酒的风味分析。2005 年, Fan 和 Qian 使用 AEDA 技术研究了洋河大曲的新酒和老酒^[9], 发现酯类是浓香型白酒的主要香气, 其中己酸乙酯、丁酸乙酯和戊酸乙酯无论是在新酒还是在老酒中均有着最高的香气稀释因子(flavor dilution, FD)($\text{FD} > 8192$)。其他重要的化合物还有己酸甲酯、庚酸乙酯、苯甲酸乙酯、己酸丁酯, 以及 1,1-二乙氧基乙烷(乙缩醛)、1,1-二乙氧基-3-甲基丁烷等。2006 年, Fan 和 Qian 使用 AEDA 技术研究了五粮液和剑南春酒^[10], 总共检测到 132 种香气化合物, 鉴定出 126 种香气化合物。发现酯类是最重要的香气化合物, 但一些醇、醛、缩醛、烷基吡嗪、咪喃类衍生物、内酯、含硫化合物以及酚类化合物对香气也有贡献。根据 FD 值, 己酸乙酯、丁酸乙酯、戊酸乙酯、辛酸乙酯、己酸丁酯、3-甲基丁酸乙酯、己酸以及 1,1-二乙氧基-3-甲基丁烷是最重要的香气化合物。首次应用 GC-O 技术检测到的白酒中的吡嗪类香气化合物, 包括 2,5-二甲基-3-乙基吡嗪、2-乙基-6-甲基吡嗪、2,6-二甲基吡嗪、2,3,5-三甲基吡嗪和 3,5-二甲基-2-戊

基吡嗪等。吡嗪类化合物释放出坚果香(nutty)、烘烤香(baked)和焙烤香(roasted)。

Osme 技术也已经应用于白酒的风味分析。2005 年, Fan 和 Qian 使用 Osme 技术研究了洋河大曲的香气成分^[11], 同样发现己酸乙酯和丁酸乙酯是浓香型白酒的最重要的香气成分。这一技术应用于酱香型白酒的研究^[20], 发现了酱香型白酒中 186 种香气成分, 重要的香气成分包括己酸乙酯、己酸、3-甲基丁酸、3-甲基丁醇、2,3,5,6-四甲基吡嗪、2-苯乙酸乙酯、乙酸-2-苯乙酯、3-苯丙酸乙酯、4-甲基愈创木酚(4-甲基-2-甲氧基苯酚)、 γ -癸内酯等。发现吡嗪类(2,3-二甲基-5-乙基吡嗪、2,3,5-三甲基-6-乙基吡嗪、2,3,5-三甲基吡嗪)、香兰素(vanillin)、 γ -庚内酯、 γ -壬内酯、Z-威士忌内酯(Z-whiskey lactone)、呋喃扭尔(furaneol)、索陀酮(sotolon)、土味素(geosmin)等对香气有贡献。

目前 GC-O 技术已经广泛应用于浓香型和绵柔浓香型白酒^[6,21,22]、酱香型白酒^[20,23]、清香型原酒^[18,24]、青稞酒^[18,25]、牛栏山二锅头白酒^[26]、老白干香型白酒^[27]、药香型白酒^[28]、兼香型^[29]等香型白酒的检测。但尚未见豉香型、米香型、特型、凤香型、芝麻香型白酒的 GC-O 研究报道。

3 白酒风味成分的定量技术

我国白酒的风味成分十分复杂, 通常有 100 种左右香气成分, 涉及的化合物种类包括酯类、醇类、醛类、酮类、酸类、芳香族化合物(aromatic compounds)、酚类(phenols)、呋喃类化合物(furans)、含氮化合物(nitrogen-containing compounds)(主要是吡嗪类化合物, pyrazines)、含硫化合物(sulfur-containing compounds)、内酯(lactones)、萜烯类(terpenes)等; 这些化合物浓度分布广, 从浓香型白酒中己酸乙酯等的 g/L 级化合物^[6]到几个 $\mu\text{g/L}$ 级的呈异嗅的土味素^[7]。因此, 不可能应用一种定量技术对白酒中化合物进行全面的定量分析, 必须开发一系列的检测技术。白酒中常用的定量方法如下。

3.1 直接进样的 GC-FID 技术

GC-FID 是白酒常用定量技术, 主要用于定量白酒中 g/L 级或几百个 mg/L 级的化合物^[6,18], 这些化合物通常包括乙酸乙酯、丁酸乙酯、戊酸乙酯、己酸乙酯、乳酸乙酯、1-丙醇、2-甲基丙醇、1-丁醇、3-甲基丁醇等。

3.2 液液微萃取技术

白酒中一些浓度相对较高(mg/L 级)但极性较强的化合物, 比如有机酸类化合物, 这些化合物采用液液微萃取(liquid-liquid microextraction, LLME)的方法进行定量^[6,18,30-32]。

3.3 固相微萃取技术

SPME 技术最早应用于白酒研究是 2005 年^[9], 后来这一技术已经广泛应用于白酒^[6,18]、酒醅^[33]、大曲^[34]、窖泥

^[35]等的检测, 或用于检测一些特定的目标化合物, 如异嗅化合物^[7,36,37]、萜烯类化合物^[38]、吡嗪类化合物^[39]、含硫化合物^[40]等。

3.4 搅拌子吸附萃取技术

搅拌子吸附萃取(stir bar sorptive extraction, SBSE)于 1999 年开发^[41], 该技术比 SPME 技术吸附容量大, 因此, 与 SPME 技术相比, 其检测灵敏度更高、检测限更低、回收率和重现性更好^[8,42]。目前, 该技术已经用于白酒的检测^[43]。

4 白酒风味物质阈值测定与 OAV

在完成白酒风味化合物定量测定后, 国际上通行的做法是计算这个化合物的香气活力值(odor activity value, OAV), 即某一化合物的浓度与该化合物在特定基质或介质中的阈值的比^[17]。

早期, 一般沿用国外葡萄酒或啤酒中的阈值进行计算, 但这些这些阈值的测定均是在低酒精浓度且由白种人组织的测定, 即使引用威士忌或白兰地中的香气物质阈值, 但由于基质不同, 往往计算的 OAV 不能反映白酒中香气化合物的本质。2007 年始, 在“中国白酒 169 计划”中, 列入了中国白酒香气物质阈值的测定, 组织了一些国家级评酒委员以及一些行业专家, 对我国白酒中 79 个风味化合物进行了 46%vol 酒精-水溶液中的香气阈值测定, 并给出了描述词汇^[44]。后来, 一些研究人员又进行了一些补充测定, 目前, 已经测定了阈值且公开报道的化合物约 100 个^[6,18]。

通过 OAV 的计算, 对白酒中一些香气化合物进行了计算, 确认了一些重要的风味化合物。如浓香型白酒香气强度 3.0 的化合物有丁酸乙酯、戊酸乙酯、己酸乙酯、丁酸-3-甲基丁酯、乙酸己酯和癸酸乙酯, 香气强度最高的是己酸乙酯(intensity=5.0), 通过 OAV 计算, 发现己酸乙酯的 OAV 也是最高的, 达 59594^[6]。再如清香型白酒的 GC-O 研究共检测到 66 种香气化合物, 香气强度最强的是 β -大马酮(β -damascenone)和 2-苯乙醇(2-phenylethanol); 通过 OAV 计算发现 β -大马酮的 OAV 在 96~238, 列第三位(见表 1), 而 2-苯乙醇的 OAV<1^[18]。

5 关键风味物的确认

关键风味物(key aroma compound)的确认需要进行香气重组(aroma recombination)与缺失试验(omission experiment)^[17]。

香气重组就是将研究发现的 OAV 高的风味物按所研究酒的酒度以及这些风味物的浓度进行组合、勾兑。在勾兑后, 进行人工闻香判别, 看该酒与研究酒样的相似程度。相似度高, 说明在整个研究过程中香气没有损失, 可以进行缺失试验, 否则, 须重新进行香气的提取、闻香、定量以及 OAV 的计算。

表1 三种清香型白酒中 OAV 大于等于 10 的气味物^[18]
Table 1 OAVs greater than or equal 10 odorants in three light aroma type Chinese liquors

序号	香气化合物 aroma compounds	气味阈值 odor threshold ^a	OAV ^b		
			FJ	BFJ	QKJ
27	辛酸乙酯 ethyl octanoate	12.9	391	495	1500
2	乙缩醛 1,1-diethoxyethane	2090	200	102	267
56	β -大马酮 β -damascenone	0.12	159	238	96
1	己酸乙酯 ethyl acetate	32600	65	85	99
13	乙酸异戊酯 3-methylbutyl acetate	93.9	63	146	150
17	己酸乙酯 ethyl hexanoate	55.3	56	97	139
23	乳酸乙酯 ethyl lactate	128000	38	8	8
9	丁酸乙酯 ethyl butanoate	81.5	22	47	525
11	己醛 hexanal	25.5	19	8	32
10	3-甲基丁酸乙酯 ethyl 3-methylbutanoate	6.89	17	7	417
31	癸醛 decanal	70.8	11	4	8
5	异丁酸乙酯 ethyl 2-methylpropanoate	57.5	11	37	149
55	土味素 geosmin	0.11 ^c	10	11	11
14	戊酸乙酯 ethyl pentanoate	26.8	10	19	322
12	异丁醇 2-methylpropanol	28300	7	14	10

^a: 46%酒精水溶液中的气味阈值, $\mu\text{g/L}$ 。 ^b: FJ, 汾酒(Fenjiu liquor); BFJ, 宝丰酒(Baofeng liquor); QKJ, 青稞酒(Qingke liquor)。 ^c: 气味阈值来自于参考文献^[45]。

通过香气重组与缺失试验发现, 浓香型白酒的关键香气是己酸乙酯^[46]。使用 42 种香气化合物组合成浓香型白酒, 缺失试验发现, 缺少四大酯(己酸乙酯、乙酸乙酯、丁酸乙酯和乳酸乙酯)时, 相似度仅 1.89(最相似的定义为 6^[18]), 而仅仅缺少己酸乙酯时, 相似度为 2.08。清香型白酒的关键香气是 β -大马酮^[18]。使用清香型白酒中 OAV 1 的 27 个气味物进行香气重组, 发现缺少 β -大马酮和所有酯类化合物时, 组合酒具有极显著的差异($\alpha = 0.001$)。清香型白酒中的糠味化合物是土味素^[7]。目前, 虽然没有发现酱香型白酒的关键香气成分, 但传统认为的三甲基吡嗪、糠醛、4-乙基愈创木酚和呋喃扭尔(furaneol)已经被缺失与添加试验证实与酱香无关^[30]。试验也已经证明, 3-甲硫基-1-丙醇和 3-甲硫基-1-丙醛与芝麻香香气无关(未公开发表)。

6 结束语

白酒 GC-O 技术的风味研究已经有十年的时间, 取得了一些成果, 但还没有达到十一种香型的全覆盖, 也仅仅在浓香型与清香型白酒中发现并确认了关键香气成分。在异嗅(off-flavors)的研究方面, 公开报道的也仅仅是确认了土味素一个化合物。因此, 充分认识白酒中的风味物、关键香气以及异嗅化合物任重道远。

随着更多的、更低浓度风味化合物的发现, 应加强 ng/L 类化合物的检测技术研究。

同时, 应该加快白酒中呈味或化学觉(chemesthesis, 主要指麻刺感、凉爽感、热感和收敛感类化合物)^[8]化合物的研究, 如甜味、苦味、暴辣、绵柔的研究。在风与味研究的基础上, 研究其发酵、蒸馏过程的产生机理和途径, 贮存期和货架期的变化规律, 最后达到白酒风味物的自由调控。

参考文献

- [1] 中国酒业协会 2013 年中国酒业研究报告[C]. 北京, 2014.
China alcoholic drinks association 2013 research report of china alcoholic beverages[C]. Beijing, 2014.
- [2] 季克良, 郭坤亮, 朱书奎, 等. 全二维气相色谱/飞行时间质谱用于白酒微量成分的分析[J]. 酿酒科技 2007, 153: 100-102.
Ji KL, Guo KL, Zhu SK, et al. Analysis of microconstituents in liquor by full two-dimensional gas chromatography/time of flight mass spectrum [J]. Liquor Mak Sci Technol, 2007, 153: 100-102.
- [3] Zhu S, Lu X, Qiu Y, et al. Determination of retention indices in constant inlet pressure mode and conversion among different column temperature conditions in comprehensive two-dimensional gas chromatography[J]. J Chromatogr A, 2007, 1150: 28-36.
- [4] 范文来, 徐岩. 应用液液萃取结合正相色谱技术鉴定汾酒与郎酒挥发性成分(上)[J]. 酿酒科技, 2013, 224, 17-26.

- Fan WL, Xu Y. Identification of volatile compounds of fenjiu and langjiu by liquid-liquid extraction coupled with normal phase liquid chromatography (Part one)[J]. *Liquor Mak Sci Technol*, 2013, 224: 17–26.
- [5] 范文来, 徐岩. 应用液液萃取结合正相色谱技术鉴定汾酒与郎酒挥发性成分(下)[J]. *酿酒科技*, 2013, 225: 17–27.
- Fan WL, Xu Y. Identification of volatile compounds of fenjiu and langjiu by liquid-liquid extraction coupled with normal phase liquid chromatography (Part two) [J]. *Liquor Mak Sci Technol*, 2013, 225: 17–27.
- [6] Wang X, Fan W, Xu Y. Comparison on aroma compounds in Chinese soy sauce and strong aroma type liquors by gas chromatography-olfactometry, chemical quantitative and odor activity values analysis [J]. *Eur Food Res Technol*, 2014, (accepted).
- [7] Du H, Fan W, Xu Y. Characterization of geosmin as source of earthy odor in different aroma type Chinese liquors [J]. *J Agric Food Chem*, 2011, 59: 8331–8337.
- [8] 范文来, 徐岩. 酒类风味化学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2014.
- Fan WL, Xu Y. Flavor chemistry of alcoholic beverages[M]. Beijing: China Light Industry Press, 2014.
- [9] Fan W, Qian MC. Headspace solid phase microextraction (HS-SPME) and gas chromatography-olfactometry dilution analysis of young and aged Chinese “Yanghe Daqu” liquors [J]. *J Agric Food Chem*, 2005, 53: 7931–7938.
- [10] Fan W, Qian MC. Characterization of aroma compounds of Chinese “Wuliangye” and “Jiannanchun” liquors by aroma extraction dilution analysis [J]. *J Agric Food Chem*, 2006, 54: 2695–2704.
- [11] Fan W, Qian MC. Identification of aroma compounds in Chinese ‘Yanghe Daqu’ liquor by normal phase chromatography fractionation followed by gas chromatography/olfactometry [J]. *Flavour Frag J*, 2006, 21: 333–342.
- [12] 范文来, 徐岩. 中国白酒风味物质研究的现状与展望[J]. *酿酒*, 2007, 34: 31–37.
- Fan WL, Xu Y. The review of the research of aroma compounds in Chinese liquors [J]. *Liquor Mak*, 2007, 34: 31–37.
- [13] 范文来, 徐岩. Progresses of aroma compounds in Chinese liquors (*baijius*)[C]. 第七届国际酒文化学术研讨会论文集, 2010: 79–85.
- Fan W, Xu Y. Progresses of aroma compounds in Chinese liquors (*baijius*) [M]. The 7th International Alcoholic Beverages Culture & Technology Symposium, 2010: 79–85.
- [14] 蔡心尧, 尹建军, 胡国栋. 采用 FFAP 键合柱直接进样测定白酒香味组分的研究[J]. *酿酒科技*, 1994, 61: 18–22.
- Cai XR, Yin JJ, Hu GD. Research on volatile compounds of Chinese liquor using FFAP bounded column by direct injection [J]. *Liquor Mak Sci Technol*, 1994, 61: 18–22.
- [15] 余晓, 尹建军, 胡国栋. 白酒中含氮化合物的分析研究[J]. *酿酒*, 1992, 19: 71–76.
- Yu X, Yin J, Hu G. Determination of nitrogen-containing compounds from Chinese liquor [J]. *Liquor Mak*, 1992, 19: 71–76.
- [16] 胡国栋, 陆久瑞, 蔡心尧. 采用动态顶空进样技术分析白酒的微量挥发性组份[J]. *酿酒* 1992, 19: 67–71.
- Hu G, Lu J., Determination of volatile compounds from Chinese liquor with dynamic headspace method[J]. *Liquor Mak*, 1992, 19: 67–71.
- [17] Grosch W. Evaluation of the key odorants of foods by dilution experiments, aroma models and omission[J]. *Chem Senses*, 2001, 26: 533–545.
- [18] Gao W, Fan W, Xu Y. Characterization of the key odorants in light aroma type Chinese liquor by gas chromatography-olfactometry, quantitative measurements, aroma recombination, and omission studies[J]. *J Agric Food Chem*, 2014, 62: 5796–5804.
- [19] 王晓欣. 酱香型和浓香型白酒中香气物质及其差异研究[D]. 无锡: 江南大学, 2014.
- Wang XX. Comparison on aroma compounds of soy sauce and strong aroma type liquors[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2014.
- [20] Fan W, Xu Y, Qian MC. Identification of aroma compounds in Chinese “Moutai” and “Langjiu” liquors by normal phase liquid chromatography fractionation followed by gas chromatography/olfactometry [C]. *Flavor Chemistry of Wine and Other Alcoholic Beverages*, 2012: 303–338.
- [21] 聂庆庆, 范文来, 徐岩, 等. 洋河系列绵柔型白酒香气成分研究[J]. *食品工业科技*, 2012, 33: 68–74.
- Nie QQ, Fan WL, Xu Y, et al. Identification of aroma compounds of supple and mellow aroma style liquors of Yanghe series[J]. *Sci Technol Food Ind*, 2012, 33: 68–74.
- [22] 王然, 李蕊, 宋焕禄. GC-O-MS 对比两种浓香型白酒中的挥发性成分 [J]. *北京工商大学学报(自然科学版)* 2012, 30: 41–45.
- Wang R, Li R, Song HL. Comparison of volatile compounds from two kinds of Luzhou-flavor liquor by GC-O-MS[J]. *J Beijing Technol Bus Univ (Nat Sci Ed)*, 2012, 30: 41–45.
- [23] 王晓欣, 范文来, 徐岩. 应用 GC-O 和 GC-MS 分析酱香型习酒中挥发性香气成分[J]. *食品与发酵工业* 2013, 39: 154–160.
- Wang XX, Fan WL, Xu Y. Characterization of volatile aroma component-sin Chinese soy sauce aroma type Xijiu liquor by GC-O and GC-MS[J]. *Food Ferment Ind*, 2013, 39: 154–160.
- [24] 郭俊花, 徐岩, 范文来. 清香型不同次原酒香气成分分析[J]. *食品工业科技*, 2012, 33: 52–59.
- Guo JH, Xu Y, Fan WL. Aroma compounds of fresh distillates from different runs of fermented grains in Chinese light aroma type liquor[J]. *Sci Technol Food Ind*, 2012, 33: 52–59.
- [25] 高文俊, 范文来, 徐岩. 西北高原青稞酒重要挥发性香气成分[J]. *食品工业科技*, 2013, 34: 49–53.
- Gao WJ, Fan WL, Xu Y. Important volatile aroma compounds in the liquor made from highland barley in northwest China[J]. *Sci Technol Food Ind*, 2013, 34: 49–53.
- [26] 王勇, 徐岩, 范文来, 等. 应用 GC-O 技术分析牛栏山二锅头白酒中的香气化合物[J]. *酿酒科技*, 2010, 200: 74–75.
- Wang Y, Xu Y, Fan WL, et al. Determination of aroma compounds in nilanshan erguotou liquor by GC-O[J]. *Liquor Mak Sci Technol*, 2010, 200: 74–75.
- [27] 丁云连, 范文来, 徐岩, 等. 老白干香型白酒香气成分分析[J]. *酿酒*, 2008, 35: 109–113.
- Ding YL, Fan WL, Xu Y. Analysis of aroma components in Laobai-gan-flavor liquor[J]. *Liquor Mak*, 2008, 35: 109–113.
- [28] 范文来, 胡光源, 徐岩, 等. 药香型董酒的香气成分分析[J]. *食品与生物技术学报*, 2012, 31: 810–819.
- Fan W, Hu G, Xu Y, et al. Analysis of aroma components in Chinese herbaceous aroma type liquor[J]. *J Food Sci Biotechnol*, 2012, 31: 810–819.
- [29] 柳军, 范文来, 徐岩, 等. 应用 GC-O 分析比较兼香型和浓香型白酒中的香气化合物[J]. *酿酒*, 2008, 35: 103–107.
- Liu J, Fan WL, Xu Y, et al. Comparison of aroma compounds of Chinese

- 'miscellaneous style' and 'strong aroma style' liquors by GC-olfactometry[J]. *Liquor Mak*, 2008, 35: 103-107.
- [30] 汪玲玲, 范文来, 徐岩. 酱香型白酒液液微萃取-毛细管色谱骨架成分与香气重组[J]. *食品工业科技*, 2012, 33: 304-308.
Wang LL, Fan WL, Xu Y. Analysis of capillary chromatographic skeleton compounds in Chinese soy sauce aroma type liquor by liquid-liquid microextraction and aroma recombination [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2012, 33: 304-308.
- [31] 范海燕, 范文来, 徐岩. 液液微萃取结合气相色谱-质谱分析豉香型白酒微量成分[C]. 2013 国际酒化学学术研讨会论文集, 2013: 97-106.
Fan HY, Fan WL, Xu Y. Liquid-liquid micro-extraction combine gas chromatography-mass spectrometry analyse trace flavor compounds of chixiang aroma style liquor[C]. 2013 International Alcoholic Beverage Culture & Technology Symposium, 2013: 97-106.
- [32] 周庆云, 范文来. 芝麻香型白酒骨架成分研究[C]. 2013 国际酒化学学术研讨会论文集, 2013: 88-96.
Zhou QY, Fan WL. Research on sesame flavor liquor skeleton compounds[C]. 2013 International Alcoholic Beverage Culture & Technology Symposium, 2013: 88-96.
- [33] 范文来, 徐岩. 应用HS-SPME技术测定固态发酵浓香型酒醅微量成分[J]. *酿酒*, 2008, 35: 94-98.
Fan WL, Xu Y. Determination of volatile compounds of fermented-grains in the solid phase fermentation by HS-SPME coupled with GC-MS[J]. *Liquor Mak*, 2008, 35: 94-98.
- [34] 范文来, 张艳红, 徐岩. 应用HS-SPME和GC-MS分析白酒大曲中微量挥发性成分[J]. *酿酒科技*, 2007, 162: 74-78.
Fan WL, Zhang YH, Xu Y. Analysis of volatile microconstituents in daqu by HS-SPME and GC-MS[J]. *Liquor Mak Sci Technol*, 2007, 162: 74-78.
- [35] 范文来, 徐岩. 白酒窖泥挥发性成分研究[J]. *酿酒*, 2010, 37: 24-31.
Fan WL, Xu Y. Volatile compounds of fermented-mud in Baijiu (Chinese liquor)[J]. *Liquor Mak*, 2010, 37: 24-31.
- [36] 张灿, 徐岩, 范文来. 不同吸附剂对白酒异嗅物质的去除的研究[J]. *食品工业科技*, 2012, 33: 60-65.
Zhang C, Xu Y, Fan WL. Removal of off-odors from baijiu (Chinese liquor) with different adsorbents[J]. *Sci Technol Food Ind*, 2012, 33: 60-65.
- [37] 杜海, 范文来, 徐岩. 顶空固相微萃取(HS-SPME)和气相色谱-质谱(GC-MS)联用定量白酒中两种异味物质[J]. *食品工业科技*, 2010, 31: 373-375.
Du H, Fan WL, Xu Y. Quantification of two off-flavor compounds in Chinese liquor using headspace solid phase microextraction and gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Sci Technol Food Ind*, 2010, 31: 373-375.
- [38] 范文来, 胡光源, 徐岩. 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法测定药香型白酒中萜烯类化合物[J]. *食品科学* 2012, 33, 110-116.
Fan WL, Hu GY, Xu Y. Quantification of volatile terpenoids in Chinese medicinal liquor using headspace-solid phase microextraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Food Sci*, 2012, 33: 110-116.
- [39] Fan W, Xu Y, Zhang Y. Characterization of pyrazines in some Chinese liquors and their approximate concentrations[J]. *J Agric Food Chem*, 2007, 55: 9956-9962.
- [40] 范文来, 徐岩. 一种测定白酒中硫化物的方法: 中国, ZL 200710019763.0 [P]. 2007.
Fan WL, Xu Y. A method of determination of sulfide-containing compounds in Chinese liquor: Chinese, ZL 200710019763.0 [P]. 2007.
- [41] Baltussen E, Sandra P, David F, *et al*. Stir bar sorptive extraction (SBSE), a novel extraction technique for aqueous samples: Theory and principles[J]. *J Microcol Sep*, 1999, 11: 737-747.
- [42] León V M, Llorca-Pórcel J, Álvarez B, *et al*. Analysis of 35 priority semi-volatile compounds in water by stir bar sorptive extraction-thermal desorption-gas chromatography-mass spectrometry. Part II: Method validation[J]. *Anal Chim Acta*, 2006, 558: 261-266.
- [43] Fan W, Shen H, Xu Y. Quantification of volatile compounds in Chinese soy sauce aroma type liquor by stir bar sorptive extraction (SBSE) and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)[J]. *J Sci Food Agric*, 2011, 91: 1187-1198.
- [44] 范文来, 徐岩. 白酒 79 个风味化合物嗅觉阈值测定[J]. *酿酒*, 2011, 38: 80-84.
Fan WL, Xu Y. Determination of odor thresholds of volatile aroma compounds in baijiu by a forced-choice ascending concentration series method of limits[J]. *Liquor Mak*, 2011, 38: 80-84.
- [45] Du H, Fan W, Xu Y. Characterization of geosmin as source of earthy odor in different aroma type Chinese liquors[J]. *J Agric Food Chem*, 2011, 59: 8331-8337.
- [46] 吴南柯. 浓香型白酒模型酒的建立和重要风味化合物相互作用的初步研究[D]. 无锡: 江南大学, 2010.
Wu NK. Establishment of the model liquor of strong aroma type liquor and a preliminary study on the interaction of important flavor compounds[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2010.

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



范文来, 研究员, 主要研究方向为酿酒工程、食品风味与食品安全。

E-mail: Wenlai.Fan@163.com