

响应面法优化顶空固相微萃取条件结合气相色谱-质谱法测定四川红茶挥发性成分

罗学平^{1,2*}, 李丽霞¹, 练学燕^{2,3}, 钟晓雪¹, 李 丹¹

[1. 宜宾职业技术学院现代农业学院, 宜宾 644003; 2. 川红工夫宜宾市重点实验室(筹), 宜宾 644000;
3. 宜宾川红茶业集团有限公司, 宜宾 644000]

摘 要: **目的** 优化顶空固相微萃取技术(headspace solid phase microextraction, HS-SPME)对四川红茶挥发性成分的萃取条件。**方法** 通过单因素实验, 考查萃取时间、萃取温度和样品质量对萃取效果的影响, 并通过 Box-Behnken 中心组合实验及响应面分析法对萃取条件进行优化。**结果** 最佳萃取条件为萃取时间 60 min、萃取温度 65 °C、样品质量 1.00 g, 验证实验结果与预测值的相对误差为 2.10%。在此条件下, 在四川红茶中共检出醇类、醛类、酮类等 9 类共计 56 种挥发性成分, β -紫罗酮、芳樟醇、橙花醇、苯乙醛、苯乙醇等 9 种高相对香气活度值(relative odor activity value, ROAV)的成分可能是四川红茶的特征挥发性成分。**结论** 优化所得四川红茶挥发性成分的 HS-SPME 最佳萃取条件, 结合气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)进行分析, 方法可靠, 具有较好应用价值。

关键词: 响应面法; 顶空固相微萃取; 气相色谱-质谱法; 四川红茶; 挥发性成分

Determination of volatile components in Sichuan black tea by response surface optimized headspace solid phase microextraction combined with gas chromatography-mass spectrometry

LUO Xue-Ping^{1,2*}, LI Li-Xia¹, LIAN Xue-Yan^{2,3}, ZHONG Xiao-Xue¹, LI Dan¹

[1. Modern Agricultural College, Yibin Vocational and Technical College, Yibin 644003, China; 2. Yibin Key Laboratory of Sichuan Black Tea (Establishing), Yibin 644000, China; 3. Yibin Chuanhong Tea Group Co., Ltd., Yibin 644000, China]

ABSTRACT: Objective To optimize the extraction conditions of volatile components in Sichuan black tea by headspace solid-phase micro extraction (HS-SPME). **Methods** The influences of extraction time, temperature and sample quality on extraction effect were studied by single factor experiment, and the extraction conditions were optimized by Box-Behnken central composite experiment and response surface analysis. **Results** The optimum extraction conditions were as follows: Extraction time 60 min, extraction temperature 65 °C, sample mass 1.00 g, and the relative error between the verification test results and the predicted values was 2.10%. Under this conditions, a total of 56 kinds of volatile components were detected in Sichuan black tea, including 9 kinds of alcohols, aldehydes,

基金项目: 四川省科技厅重点研发项目(2021YFN0091)、宜宾职院科研项目(ybzysc19-48)、宜宾职院科创团队项目(ybzy20extd06)

Fund: Supported by the Key Research and Development Project of Sichuan Science and Technology Department (2021YFN0091), the Scientific Research Project of Yibin Vocational and Technical College (ybzysc19-48), and the Science and Technology Team Project of Yibin Vocational and Technical College (ybzy20extd06)

***通信作者:** 罗学平, 硕士, 副教授, 主要研究方向为茶叶加工与品质管理。E-mail: luo-xp@foxmail.com

***Corresponding author:** LUO Xue-Ping, Master, Associate Professor, Modern Agricultural College, Yibin Vocational and Technical College, Yibin 644003, China. E-mail: luo-xp@foxmail.com

ketones, etc, and 9 kinds of highly relative odor activity value (ROAV) components such as β -ionone, linalool, nerol, phenylacetaldehyde and phenylethanol, etc, may be the characteristic volatile components of Sichuan black tea.

Conclusion The method for the determination of volatile components in Sichuan black tea by optimized HS-SPME extraction conditions combined with GC-MS is reliable and valuable.

KEY WORDS: response surface methodology; headspace solid phase micro extraction; gas chromatography-mass spectrometry; Sichuan black tea; volatile components

0 引 言

四川是我国红茶主产区之一, 宜宾等地生产川红工夫历史悠久^[1]。川红工夫条索细紧显金毫、香气馥郁、滋味鲜醇, 具有独特的类似橘糖香、甜香及花香的馥郁香气, 深受广大消费者的喜爱^[2]。四川红茶香气类型与其挥发性成分的关系也成为了研究热点, 周雪芳等^[3]从四川工夫红茶样品分离鉴定出 34 种芳香物质, 其中的 7-二甲基-1,5,7-辛三烯-3-醇可能是川红橘糖香特征的关键组分, 而张翔等^[4]认为芳樟醇、苯乙醛、正己醛等 12 种成分可能是四川红茶香气的物质基础。上述研究中, 挥发性成分的提取方法不同, 测定结果差异较大。目前, 茶叶中挥发性成分的提取方法有顶空固相微萃取(headspace solid-phase micro extraction, HS-SPME)、同时蒸馏萃取(simultaneous distillation and extraction, SDE)、过柱吸附(targeted locus amplification, TLA)、热裂解(pyrolysis, PY)、超临界萃取(supercritical fluid extraction, SFE)、减压蒸馏萃取(vacuum distillation extraction, VDE)等方法, 挥发性成分的测定多采用气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)^[5-8]。其中, SFE 和 TLA 操作烦琐, SDE、VDE 需大量有溶剂并反复蒸馏, PY 需要高温裂解, 易导致挥发组分分解、损失, 不能反映样品真实状态, 而 SPME 无需有机溶剂, 不破坏样品挥发性组分, 具有前处理简单、安全、省时等优点^[9-10], 将其与 GC-MS 结合, 形成快速、高效的 HS-SPME-GC-MS 技术, 在大气环境检测、食品风味成分分析、农产品贮藏加工等方面得到广泛应用^[11-13], 在红茶挥发性成分的分析中也开展了相关应用^[5], 但对其萃取条件的研究鲜有报道。采用 HS-SPME 法分析挥发性成分及含量, 检测效果主要受萃取温度、萃取时间、样品用量等因素的影响^[14-16]。因此, HS-SPME-GC-MS 法分析四川红茶中的挥发性成分, 有必要采用对其萃取条件进行探索及优化。

本研究以四川红茶为研究对象, 采用响应面法探究 HS-SPME 对四川红茶挥发性成分的最佳萃取条件, 并在此基础上进一步采用 GC-MS 法分析四川红茶挥发性成分的组成, 以期提升四川红茶品质提供分析技术和数据支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

四川红茶: 茶鲜叶采摘自四川省高县落润镇公益村

茶园, 海拔约为 700 m, 采摘时间为 2020 年 4 月底, 采摘标准为单芽。鲜叶采摘后, 送到宜宾川红茶业集团有限公司, 按照“室内自然萎凋—揉捻—发酵—干燥”的工艺制得红茶成品。

SPME 萃取装置(美国 SUPELCO 公司): 57330-U 手动固相微萃取(SPME)进样器、100 μ m 非结合型二甲硅氧烷(polydimethylsiloxane, PDMS)萃取头、20 mL SPME 专用样品瓶; GC-MS 3200 型气相色谱质谱联用仪(北京东西分析仪器公司); DB-5MS 石英毛细管色谱柱(30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μ m, 美国 Agilent Technologies 公司); UPT-I-10T 超纯水机(四川优普超纯科技公司); DZKW-4 电子恒温水浴锅(北京中兴伟业仪器公司); BSA224S 电子天平(德国 Sartorius 公司); VM-500Pro 漩涡混匀仪(宁波鄞州群安实验仪器公司)。

1.2 方 法

1.2.1 萃取头老化

萃取头初次使用时在气相色谱进样口 270 $^{\circ}$ C 老化 1 h。以后每次使用时, 于 230 $^{\circ}$ C 条件下活化 30 min, 备用。

1.2.2 顶空固相微萃取

称取一定量红茶样品(精确到 0.01 g)于 20 mL SPME 样品瓶中, 加入 5.0 mL 沸水, 用带有聚四氟乙烯隔垫的盖子密封, 于漩涡混匀仪上旋涡 30 s, 速度为 100 r/min, 随之将样品置于一定温度的水浴锅中平衡 10 min。将活化好的萃取头插入样品瓶顶空部分萃取吸附一定时间后取出, 于气相色谱-质谱联用仪进样口解析 5 min 后, 进行 GC-MS 分析。

1.2.3 GC-MS 条件

GC 条件: 进样口温度 230 $^{\circ}$ C, 载气为高纯度 He, 流速 1.0 mL/min, 不分流进样。升温程序参照文献^[17]。

MS 条件: 电子轰击离子源, 温度 230 $^{\circ}$ C, 接口温度 230 $^{\circ}$ C, 电子能量 70 eV, 电子倍增器电压 800 V, 扫描方式为全扫描, 扫描范围(m/z) 35~400, 延迟 2.5 min。

1.2.4 单因素实验设计

以四川红茶挥发性成分的总峰面积作为考察指标, 分析样品质量(0.25、0.50、0.75、1.00、1.25、1.50 g)、萃取时间(20、30、40、50、60、70 min)和萃取温度(40、50、60、70、80 $^{\circ}$ C) 3 个因素对四川红茶挥发性成分检测结果的影响。实验重复 3 次。

1.2.5 响应面实验设计

以单因素实验各因素最佳值为中心点,以四川红茶挥发性成分的总峰面积为响应值,进行 Box-Behnken 响应面实验设计,如表 1 所示。

表 1 响应面实验因素及水平

Table 1 Factors and levels of response surface methodology

水平	因素		
	萃取时间 X_1/min	萃取温度 $X_2/^\circ\text{C}$	样品质量 X_3/g
-1	40	50	0.75
0	50	60	1.00
1	60	70	1.25

1.2.6 定性与定量分析

GC-MS 分析得到挥发性成分的总离子色谱图,采用计算机检索,参考标准谱图(NIST17),结合文献资料^[18-19]进行定性,并用峰面积归一化法分析各组分相对含量。

1.3 数据处理

采用响应面软件 Design Expert 8.0.5 进行分析。

2 结果与分析

2.1 单因素实验结果

萃取时间对四川红茶挥发性成分萃取效果的影响:在萃取温度 60 $^\circ\text{C}$ 、样品质量 1.00 g 情况下,当萃取时间在 20~50 min 时,四川红茶挥发性成分总峰面积随萃取时间的延长而升高,总峰面积在 50 min 时最大。随着萃取时间的延长,萃取头吸附的组分逐渐饱和,萃取 70 min 后总峰面积显著减少。因此,最佳萃取时间为 50 min。同时,分别以 40、50、60 min 进行响应面优化。

萃取温度对四川红茶挥发性成分萃取效果的影响:在样品质量为 1.00 g、萃取时间 50 min 情况下,当萃取温度低于 60 $^\circ\text{C}$ 时,挥发性成分的总峰面积随萃取温度的升高而逐渐增加;萃取温度达到 60 $^\circ\text{C}$ 以后,挥发性成分的总峰面积开始下降,并趋于平缓,该规律与邹英子^[20]研究结果相似。因此,选择最佳萃取温度为 60 $^\circ\text{C}$ 。同时,分别以 50、60、70 $^\circ\text{C}$ 进行响应面优化。

样品质量对四川红茶挥发性成分萃取效果的影响:在顶空瓶容器空间和加水量一致的情况下,茶叶样品质量将影响顶空瓶上部挥发性成分的浓度,从而影响萃取效果。在萃取温度为 60 $^\circ\text{C}$ 、萃取时间 50 min 情况下,四川红茶挥发性成分总峰面积随红茶样品质量的增加而增加;当样品质量达到 1.00 g 以后,峰面积基本稳定。萃取达到平衡与待测物在顶空瓶上空的浓度有关,当样品质量太少时,挥发性成分通过顶空基质到萃取涂层的质量浓度较小,萃取涂层对挥发性成分的吸附量较小;当样品质量逐渐增加时,萃取涂层的吸附量也随之增加,到一定量时达到平

衡状态,因此选择最佳的样品质量为 1.00 g。同时,选择样品质量为 0.75、1.00、1.25 g 进行响应面优化。

2.2 响应面实验设计及结果验证

2.2.1 响应面实验优化

根据表 1 中响应面优化设计进行实验,实验结果如表 2 所示。

表 2 响应面实验设计与结果

Table 2 Design and results of response surface methodology

序号	萃取时间 X_1/min	萃取温度 $X_2/^\circ\text{C}$	样品质量 X_3/g	峰面积 $Y (\times 10^7)$
1	-1	-1	0	97.54
2	1	-1	0	130.43
3	-1	1	0	144.58
4	1	1	0	158.18
5	-1	0	-1	113.54
6	1	0	-1	150.58
7	-1	0	1	136.44
8	1	0	1	157.68
9	0	-1	-1	100.14
10	0	1	-1	145.11
11	0	-1	1	112.15
12	0	1	1	155.98
13	0	0	0	152.12
14	0	0	0	153.38
15	0	0	0	156.87
16	0	0	0	153.25
17	0	0	0	150.68

利用 Design Expert 8.0.5 响应面软件进行多元回归分析,得到峰面积(Y)对萃取时间(X_1)、萃取温度(X_2)、样品质量(X_3)的二次多项回归模型:

$$Y = 10.464X_1 + 23.646X_2 + 400.880X_3 - 0.048X_1X_2 - 1.580X_1X_3 - 0.114X_2X_3 - 0.047X_1^2 - 0.159X_2^2 - 144.300X_3^2 - 1125.465$$

由表 3 可知,该回归模型极显著($P < 0.01$),回归方程拟合度良好(失拟项不显著, $P=0.1539$),且回归方程效果好($r^2=0.9900$),可以用此模型来对四川红茶挥发性成分进行分析和预测。从表 3 中可以看出,一次项 X_1 、 X_2 、 X_3 的 P 值均小于 0.01,说明萃取时间、萃取温度、样品质量这 3 者对四川红茶挥发性成分萃取影响较大。方程一次项 F 值大小能反映自变量本身的效应值大小,由此可得各因素对四川红茶挥发性成分萃取影响的主次排序,依次为萃取温度 > 萃取时间 > 样品质量。二次项 X_2^2 、 X_3^2 的 P 值小于 0.01、 X_1^2 的 P 值小于 0.05,说明萃取时间、萃取温度、样品质量对四川红茶挥发性成分萃取影响非线性变化。 X_1X_2 、 X_1X_3 的 P 值小于 0.05,说明萃取时间与萃取温度、萃取时间与样品质量对四川红茶挥发性成分萃取存在显著的交互作用。响应曲面坡度越陡峭,

表明响应值对于因素的改变越敏感; 反之曲面越平缓, 表明交互作用对响应值的影响, 萃取温度与萃取时间交互作用曲面陡峭, 对四川红茶挥发性成分萃取交互作用明显。

表 3 响应面实验回归方程方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F	P	显著性
模型	6852.48	9	761.39	76.96	<0.0001	**
X_1	1372.09	1	1372.09	138.70	<0.0001	**
X_2	3345.21	1	3345.21	338.14	<0.0001	**
X_3	349.54	1	349.54	35.33	0.0006	**
X_1X_2	93.03	1	93.03	9.40	0.0182	*
X_1X_3	62.41	1	62.41	6.31	0.0403	*
X_2X_3	0.32	1	0.32	0.033	0.8613	
X_1^2	92.27	1	92.27	9.33	0.0185	*
X_2^2	1063.96	1	1063.96	107.55	<0.0001	**
X_3^2	342.48	1	342.48	34.62	0.0006	**
残差	69.25	7	9.89			
失拟项	48.25	3	16.08	3.06	0.1539	
纯误差	21.00	4	5.25			
总和	6921.73	16				

$r^2=0.9900$ $r_{adj}^2=0.9771$ CV=2.26%

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

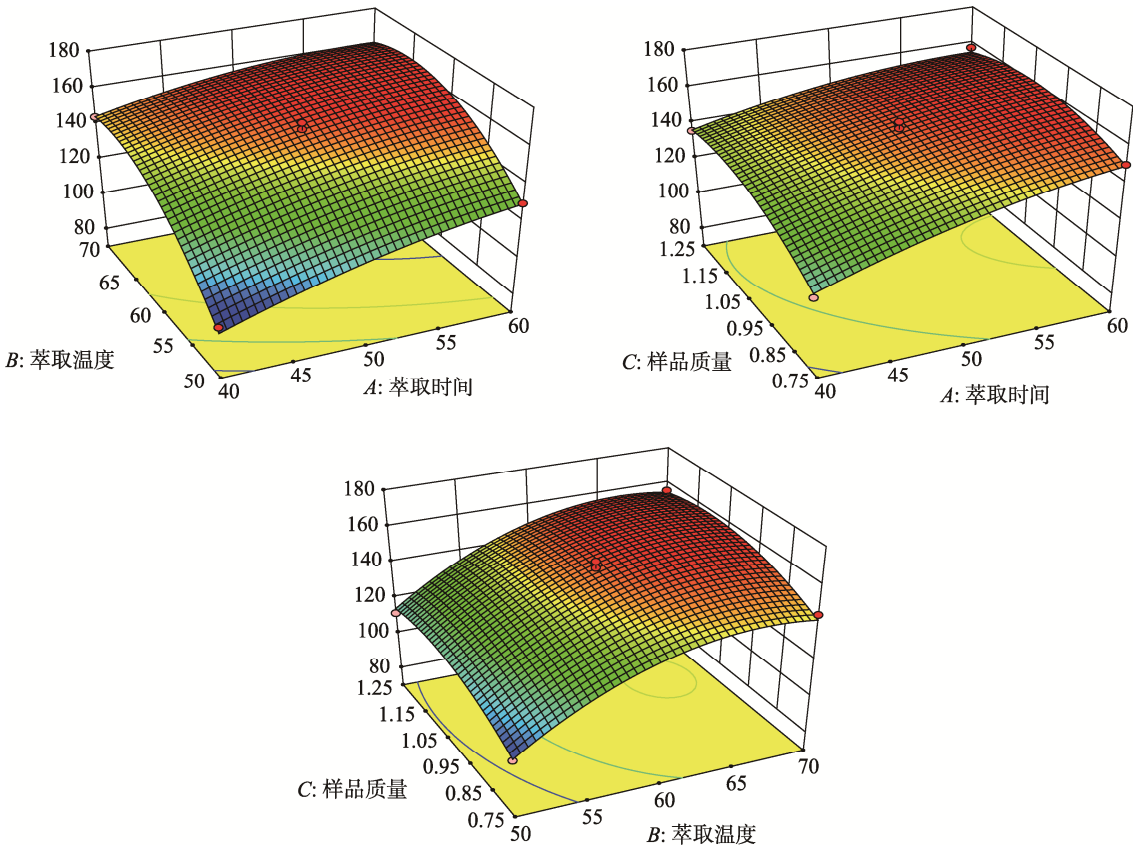


图 1 因素交互作用对四川红茶挥发性成分萃取效果的影响

Fig.1 Effects of factor interaction on extraction effect of volatile flavor compounds in Sichuan black tea

对回归模型进行预测,得到 HS-SPME 法分析四川红茶挥发性成分的最佳条件为萃取时间 61.06 min、萃取温度 64.75 °C、样品质量 1.03 g,预测挥发性成分峰面积为 165.734×10^7 。

2.3 模型验证

调整最佳条件为萃取时间 60 min、萃取温度 65 °C、样品质量 1.00 g 进行模型验证。此条件下,四川红茶挥发性成分峰面积为 162.26×10^7 ,与预测值的相对误差 2.10%,说明该数学模型具有良好的预测性和准确性。

2.4 四川红茶挥发性成分分析

在 HS-SPME 萃取条件优化的基础上,采用 GC-MS 对四川红茶挥发性成分进行定性分析与定量分析,其总离子流色谱图见图 2。通过质谱解析及与 NIST 库谱比对,鉴定得到各个组分,结果见表 4。

在四川红茶中,共分离鉴定出挥发性成分 56 种,包括醇类、醛类、酮类等 9 类,其中醇类含量最高,与徐元骏等^[22]和王秋霜等^[23]对不同地区红茶挥发性成分的研究结果一致,醇类占挥发性成分总量的 61.74%,其次为酯类(8.19%)、醛类(7.81%)。其中,相对含量超过 1%的主体成分有橙花醇、芳樟醇及其氧化物、苯乙醇、水杨酸甲酯、3,7-二甲基-1,5,7-辛三醇、橙花叔醇、苯乙醛、 β -紫罗酮等 23 种,占挥发性成分总量的 86.00%。

人们常用相对香气活度值(relative odor activity value, ROAV)评价该香气成分对整体香气的贡献率。相对香气活度值指某一香气物质相对含量与该物质的呈香阈值的比值,ROAV 越大,则该香气物质对整体香型的贡献率越高^[24]。

四川红茶中主要挥发性成分的 ROAV 见表 4。

从表 4 数据可知, β -紫罗酮、芳樟醇、橙花醇、苯乙醇、反-3-己烯醇、橙花叔醇、苯乙醛、水杨酸甲酯、 α -法尼烯 9 种成分的 ROAV 均大于 10,其中 β -紫罗酮具有覆盆子、紫罗兰的花香,芳樟醇具有百合花或玉兰花香,橙花醇、苯乙醇等具有温和优雅的玫瑰香气,苯乙醛具有类似风信子的香气,而苯甲醛具有苹果香,苯甲醛具有令人愉快的坚果香气,以及橙花叔醇具有花香、木香、柑橘等水果香气,综合形成了甜香、花香、果香、木香等香韵,与四川红茶馥郁的橘糖香、甜香以及花香表现一致。因此, β -紫罗酮、芳樟醇、橙花醇、苯乙醛、苯乙醇等 9 种高 ROAV 的成分,可能是四川红茶的特征挥发性成分。

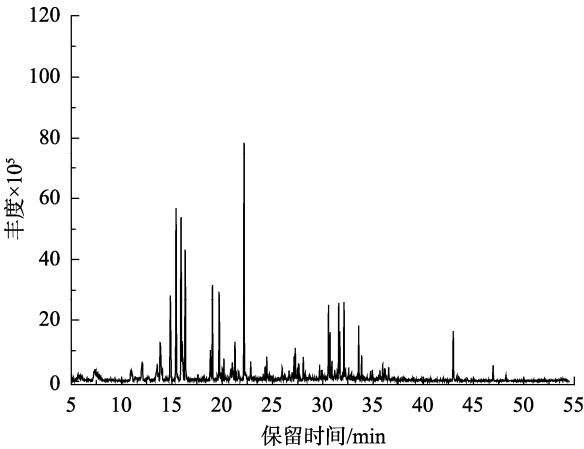


图 2 四川红茶挥发性成分 GC-MS 色谱图
Fig.2 GC-MS chromatogram of volatile components in Sichuan black tea

表 4 四川红茶主要挥发性成分组成
Table 4 Main volatile components in Sichuan black tea

化合物名称	相对含量/%	香气描述 ^[25-26]	香气识别阈值 ^[27-29] /(mg/kg)	ROAV
醇类				
反-3-己烯醇	3.77	强烈新鲜叶草香气	0.07	53.8
苯甲醇	1.23	微弱苹果香	0.62	2.0
芳樟醇氧化物I	5.02	微弱木香	6	0.8
芳樟醇氧化物II	9.85	微弱木香	6	1.6
芳樟醇	9.35	具百合花或玉兰花香	0.1	93.5
3,7-二甲基-1,5,7-辛三醇	2.81	具甜花香	—	—
苯乙醇	7.73	具面包、玫瑰花香	0.39	19.8
芳樟醇氧化物III	1.31	具樟脑等弱木香	5	0.3
1-壬醇	0.40			
芳樟醇氧化物IV	4.63	具樟脑等弱木香	3	1.5
α -松油醇	0.18			
橙花醇	12.89	温和优雅的玫瑰香气	0.29	44.5

表 4(续)

化合物名称	相对含量/%	香气描述 ^[25-26]	香气识别阈值 ^[27-29] /(mg/kg)	ROAV
橙花叔醇	2.14	清香、花香、木香、柑橘、水果香气	0.12	17.9
T-杜松醇	0.43			
醛类				
正己醛	1.69	青草气	0.4	4.2
苯甲醛	1.33	令人愉快的坚果香气	0.35	3.8
苯乙醛	2.51	类似风信子香气	0.03	83.6
β -环柠檬醛	0.60			
2-苯基巴豆醛	0.66			
4-甲基-2-苯基-2-戊烯醛	0.36			
5-甲基-2-苯基-2-己烯醛	0.66			
酮类				
5-乙基-6-甲基-3-庚烯-2-酮	0.18			
大马酮	0.94			
β -紫罗酮	1.69	具强烈覆盆子、紫罗兰香气, 并有水果和木香香韵	0.0084	200.8
4-[2,2,6-三甲基-7-氧杂二环[4.1.0]	0.18			
庚-1-基]-3-丁烯-2-酮				
酯类				
反-3-己烯基丁酸酯	0.14			
水杨酸甲酯	4.07	强烈的冬青油香气	0.06	67.9
顺-3-己烯基异戊酸酯	0.08			
己酸叶醇酯	1.09			
己酸己酯	0.36	带玫瑰香的薄荷油香味	0.195	5.6
反-2-己烯基己酸酯	0.84			
顺-3-己烯醇苯甲酸酯	0.84			
顺-6-壬烯基乙酸酯	0.11			
棕榈酸甲酯	0.66			
烯烃				
月桂烯	1.36	具有令人愉快的、清淡的香脂气味	0.915	1.5
罗勒烯	0.28			
2-蒎烯	1.62			
2,6,10,10-四甲基-1-氧杂螺[4.5]癸	0.17	具有樟脑味的香气	1.86	0.9
-6-烯				
α -葑澄茄油烯	0.35			
1-甲基-4-(1,5-二甲基-1-羟基-4(5)-	0.53			
己烯基)-1-环己烯				
α -蒎烯	0.14			

表 4(续)

化合物名称	相对含量/%	香气描述 ^[25-26]	香气识别阈值 ^[27-29] /(mg/kg)	ROAV
α -法尼烯	1.62	有青香、花香并伴有香脂香气	0.087	18.7
法尼烯环氧化物	0.21			
芳香烃				
1,1,6-三甲基-2H-萘	0.11			
1,2,3,5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-(1-甲基乙基)萘	2.82			
1,2,3,4-四氢-4-异丙基-1,6-二甲基萘	0.41			
1,2,3,4,6,8 α -六氢-1-异丙基-4,7-二甲基萘	0.41			
α -二去氢菖蒲烯	0.21			
1,2,3,5,6,7,8,8a-八氢-1-甲基-6-亚甲基-4-(1-甲基乙基)萘	0.61			
烷烃				
十二碳烷	0.79			
2,3,5-三甲基癸烷	0.43			
十四烷	0.79			
酸类				
棕榈酸	0.23			
其他				
苯并噻唑	0.70	1	2.8	
2,6-二叔丁基对甲苯酚	2.76			
咖啡碱	2.72			

注: ROAV 表示相对香气活度值;—表示未给出香气识别阈值和 ROAV。

3 结 论

本研究在单因素实验基础上,通过响应面法优化得到四川红茶挥发性成分的顶空固相微萃取(HS-SPME)最佳条件为萃取时间 60 min、萃取温度 65 ℃、样品质量 1.00 g。此条件下,实验结果与预测值相对误差为 2.10%,模型具有良好的预测性和准确性,同时结合 GC-MS 法进行分析,在茶叶挥发性成分及组成研究中具有很好的应用价值。

本研究从四川红茶中共检出挥发性成分共 56 种,包括醇类、醛类、酮类等 9 类,其中含量最高的为醇类(61.74%),其次为酯类(8.19%)、醛类(7.81%)。相对含量超过 1%的主体成分有橙花醇、芳樟醇及其氧化物等 23 种,占挥发性成分总量的 86.00%,其中, β -紫罗酮、芳樟醇、橙花醇、苯乙醛、苯乙醇等 9 种高 ROAV 的成分,可能是四川红茶的特征挥发性成分。

参考文献

[1] 唐烈彬,陈开寿.“川红”工夫红茶制造工艺[J].中国茶叶,1982,12(3): 35-36.
TANG LB, CHEN KS. Manufacture technology of Sichuan black tea [J].

China Tea, 1982, 12(3): 35-36.
[2] 刘燕苹.名优茶自动化生产线制茶技术与品质管控研究[D].成都:四川农业大学,2018.
LIU YP. Research on tea processing and quality control of famous tea automatic production line [D]. Chengdu: Sichuan Agricultural University, 2018.
[3] 周雪芳,唐洪,雷茜,等.四川工夫红茶香气成分分析[J].西南师范大学学报(自然科学版),2011,36(3): 178-182.
ZHOU XF, TANG H, LEI Q, *et al.* Analysis of aroma components of Sichuan black tea [J]. J Southwest China Norm Univ (Nat Sci Ed), 2011, 36(3): 178-182.
[4] 张翔,王聪明,聂枫宁,等.川红和祁红香气特征分析及成分比较[J].热带作物学报,2020,41(7): 1440-1449.
ZHANG X, WANG CM, NIE CN, *et al.* Comparison of volatile components and aroma characterization in Sichuan black tea and Qimen black tea [J]. Chin J Trop Crops, 2020, 41(7): 1440-1449.
[5] 张正竹.茶叶生物化学实验教程[M].北京:中国农业出版社,2008.
ZHANG ZZ. Experimental course of tea biochemistry [M]. Beijing: China Agricultural Press, 2008.
[6] 朱晓凤,刘政权,宛晓春,等.SDE和HS-SPME结合GC-MS分析霍山黄大茶香气成分的比较[J].食品科学,2020,41(4): 214-221.
ZHU XF, LIU ZQ, WAN XC, *et al.* Comparison of simultaneous distillation and extraction and headspace-solid phase microextraction for

- analysis of aroma components of Huoshan large-leaf yellow tea by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2020, 41(4): 214–221.
- [7] 钟秋生, 朱茵, 林郑和, 等. 全二维气相色谱-飞行时间质谱鉴定春间乌龙茶香气成分[J]. 茶叶学报, 2020, 61(2): 45–65.
- ZHONG QS, ZHU Y, LIN ZH, *et al.* Aromatics in Chungui oolong tea analyzed by comprehensive 2D gas chromatography coupled with time-of-flight mass spectrometry [J]. Acta Tea Sin, 2020, 61(2): 45–65.
- [8] 张曦, 罗宏泉, 张敏, 等. PY-GC-MS 法分析 6 种茶叶挥发性成分的研究[J]. 食品科技, 2020, 45(12): 286–290.
- ZHANG X, LUO HQ, ZHANG M, *et al.* Study on volatile components in six kinds of tea by PY-GC-MS [J]. Food Sci Technol, 2020, 45(12): 286–290.
- [9] 邓静, 王远兴, 毛雪金, 等. 固相微萃取(SPME)在茶叶香气分析中的应用[J]. 食品工业科技, 2014, 35(2): 346–349, 353.
- DENG J, WANG YX, MAO XJ, *et al.* Research progress in solid phase microextraction (SPME) in tea aroma analysis [J]. Sci Technol Food Ind, 2014, 35(2): 346–349, 353.
- [10] YANG Z, BALDERMANN S, WATANABE N. Recent studies of the volatile compounds in tea [J]. Food Res Int, 2013, 53(2): 585–599.
- [11] 马媛媛, 陈婧, 毛启培, 等. SPME-GC/MS 测定食品挥发性香气成分的研究进展[J]. 现代预防医学, 2020, 47(22): 4164–4167.
- MA YY, CHEN J, MAO QP, *et al.* Progresses on the determination of volatile flavor components in food by SPME-GC/MS [J]. Mod Prev Med, 2020, 47(22): 4164–4167.
- [12] HELIOFABIA VVF, DEBORAH SGC, TADEU SD, *et al.* Influence of different banana cultivars on volatile compounds during ripening in cold storage [J]. Food Res Int, 2012, 49(2): 626–633.
- [13] IRANMANESH M, EZZATPANAH H, AKBARI-ADERGANI B, *et al.* SPME/GC-MS characterization of volatile compounds of Iranian traditional dried Kashk [J]. Int J Food Prop, 2018, 21(1): 1067–1079.
- [14] 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(1): 70–75.
- LIU F, DU LP, XIAO DG. Optimization of extraction conditions for volatile compounds in soy sauce by solid-phase microextraction [J]. Food Ferment Ind, 2017, 43(1): 70–75.
- [15] 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.
- LI YY, LI DM, ZHANG YD, *et al.* Optimization of extraction conditions for volatile substances in wine by HS-SPME [J]. China Brew, 2020, 39(6): 138–142.
- [16] 李莉, 张赛, 何强, 等. 响应面法在实验设计与优化中的应用[J]. 实验室研究与探索, 2015, 34(8): 41–45.
- LI L, ZHANG S, HE Q, *et al.* Application of response surface methodology in experiment design and optimization [J]. Res Exp Lab, 2015, 34(8): 41–45.
- [17] 孔维婷, 刘建军, 司辉清. 固相微萃取与气相色谱-质谱联用分析信阳毛尖香气成分[J]. 食品科学, 2012, 33(12): 185–189.
- KONG WT, LIU JJ, SI HQ. Analysis of aroma components of Xinyang Maojian tea by SPME-GC-MS [J]. Food Sci, 2012, 33(12): 185–189.
- [18] 谭超, 刘华戎, 戴波, 等. 三种工夫红茶挥发性成分同异性分析[J]. 蚕桑茶叶通讯, 2016, (5): 18–26.
- TAN C, LIU HR, DAI B, *et al.* Heterogeneity analysis of volatile components in three gongfu black tea [J]. Newsl Sericult Tea, 2016, (5): 18–26.
- [19] 付静. 不同采摘季节工夫红茶品质的研究[J]. 食品科技, 2017, 42(11): 90–95.
- FU J. The effects of different plucking seasons of fresh tea leaves on congou black tea quality [J]. Food Sci Technol, 2017, 42(11): 90–95.
- [20] 邹英子. 传统良种猪肉与瘦肉型猪肉挥发性风味成分的差异分析[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2012.
- ZOU YZ. Analysis on the difference of volatile flavor components between traditional improved pork and lean pork [D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2012.
- [21] 徐连巧, 曹剑锋, 谢之英, 等. 响应面法优化小春花根黄酮提取工艺及其抗油脂氧化活性研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(5): 985–992.
- XU LQ, CAO JF, XIE ZY, *et al.* Optimization of extraction process of flavonoids from *Sceptridium ternatum* (Thumb.) Lyon root using response surface methodology and evaluation of its antioxidant activity [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(5): 985–992.
- [22] 徐元骏, 何靓, 贾玲燕, 等. 不同地区及特殊品种红茶香气的差异性[J]. 浙江大学学报(农业与生命科学版), 2015, 41(3): 323–330.
- XU YJ, HE L, JIA LY, *et al.* Differentiation of aroma compositions in different regions and special varieties of black tea [J]. J Zhejiang Univ (Agric Life Sci), 2015, 41(3): 323–330.
- [23] 王秋霜, 陈栋, 许勇泉, 等. 中国名优红茶香气成分的比较研究[J]. 中国食品学报, 2013, 13(1): 195–200.
- WANG QS, CHEN D, XU YQ, *et al.* Study on the aroma components in Chinese famous black tea [J]. J Chin Inst Food Sci Technol, 2013, 13(1): 195–200.
- [24] QI D, MIAO A, CAO J, *et al.* Study on the effects of rapid aging technology on the aroma quality of white tea using GC-MS combined with chemometrics: In comparison with natural aged and fresh white tea [J]. Food Chem, 2018, 265: 189–199.
- [25] 孙保国. 食用调香术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2010.
- SUN BG. Edible flavoring technique [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2010.
- [26] 宛晓春. 茶叶生物化学(第三版)[M]. 北京: 中国农业出版社, 2003.
- WAN XC. Tea biochemistry (3rd edition) [M]. Beijing: China Agricultural Press, 2003.
- [27] 里奥·范海默特. 化合物香味阈值汇编(第二版)[M]. 北京: 科学出版社, 2018.
- HAMMETT LV. Compilation of Flavor Threshold of Compounds (2nd Edition) [M]. Beijing: Science Press, 2018.
- [28] SCHUH C, SCHIEBERLE P. Characterization of the key aroma compounds in the beverage prepared from Darjeeling black tea: Quantitative differences between tea leaves and infusion [J]. J Agric Food Chem, 2006, 54(3): 916–924.
- [29] JOSHI R, GULATI A. Fractionation and identification of minor and aroma-active constituents in Kangra orthodox black tea [J]. Food Chem, 2015, 167: 290–298.

(责任编辑: 郑丽于梦娇)

作者简介



罗学平, 硕士, 副教授, 主要研究方向为茶叶加工与品质管理。

E-mail: luo-xp@foxmail.com