

液液萃取与顶空固相微萃取结合气相色谱-质谱法分析金种子馥合香白酒香气成分的比较

郭云霞^{1*}, 李娜², 程伟², 薛锡佳², 陈雪玲¹

(1. 宜宾职业技术学院五粮液技术与食品工程学院, 宜宾 644000; 2. 安徽金种子酒业股份有限公司, 阜阳 236023)

摘要: **目的** 明确不同前处理方法对金种子馥合香白酒香气成分的提取效果, 确定较适宜的萃取方法。 **方法** 分别采用液液萃取法(liquid-liquid extraction, LLE)和顶空固相微萃取法(headspace solid phase microextraction, HS-SPME)作为酒样的前处理方法提取金种子馥合香白酒中的香气成分, 再结合气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)进行定性与相对定量分析。 **结果** 2 种不同前处理方法检出的共有组分有 28 种, 特有组分分别有 35 种和 18 种。LLE 对酯类、醇类、酸类以及其他非挥发性物质具有很好的萃取效果, 但是对于易挥发性物质的萃取效果较差; HS-SPME 对痕量、易挥发性的物质具有较好的萃取效果, 但对难挥发性物质的萃取效果较差。LLE 能富集到较多种类的香气成分, HS-SPME 能富集到更高含量的香气成分。 **结论** 酒样的 2 种不同前处理方法各有特点, 可为白酒香气成分的分析提供更加全面完整的数据支持。

关键词: 馥合香白酒; 挥发性成分; 液液萃取; 顶空固相微萃取; 气相色谱-质谱法

Comparison of volatile aroma components of Jinzhongzi Fuhe-xiang Baijiu by liquid-liquid extraction and headspace solid phase microextraction combined with gas chromatography-mass spectrometry

GUO Yun-Xia^{1*}, LI Na², CHENG Wei², XUE Xi-Jia², CHEN Xue-Ling¹

(1. School of Wuliangye Technology and Food Engineering, Yibin Vocational & Technical College, Yibin 644000, China;
2. Jinzhongzi Distillery Co., Ltd., Fuyang 236023, China)

ABSTRACT: Objective To clarify the effect of different pre-treatment methods on the extraction of aroma components in Jinzhongzi Fuhe-xiang Baijiu, and determine the suitable extraction method. **Methods** Liquid-liquid extraction (LLE) and headspace solid-phase microextraction (HS-SPME) were used as a pre-treatment method to extract the aroma components in Jinzhongzi Fuhe-xiang Baijiu, combined with gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), the qualitative and relative quantitative analysis were carried out. **Results** There were 28 common species in total, 35 species and 18 species in endemic by the 2 kinds of different pretreatment methods. LLE had a good extraction effect for esters, alcohols, acids and other non-volatile aroma compounds, but not suitable for

基金项目: 2018 年度金种子酒业与江南大学校企合作研究项目(JKY2018-J01)、2019 年度阜阳市第四批高层次创新创业领军人才科研补助支持项目(阜组办[2019]-17-JKY2020-W04)、2020 年度阜阳市自筹经费科技计划项目(FK2020-81136)

Fund: Supported by the 2018 Jinzhongzi and Jiangnan University School-enterprise Cooperation Research Project (JKY2018-J01), the Fourth Batch of High-level Innovation and Entrepreneurship Leading Talents Research Subsidy Support Project in Fuyang City in 2019 (Fu Organization[2019]-17-JKY2020-W04), and the 2020 Fuyang City Self-funded Science and Technology Plan Project (FK2020-81136)

***通信作者:** 郭云霞, 硕士, 讲师, 主要研究方向为食品资源研究与开发。E-mail: 327634107@qq.com

***Corresponding author:** GUO Yun-Xia, Master, Lecture, School of Wuliangye Technology and Food Engineering, Yibin Vocational & Technical College, Yibin 644000, China. E-mail: 327634107@qq.com

volatile aroma components; HS-SPME had a good extraction effect for trace and volatile aroma components, and the effect of the extraction of non-volatile aroma compounds was poor. LLE could concentrate more kinds of non-volatile aroma substances, and HS-SPME could concentrate more volatile aroma components. **Conclusion** Two kinds of different pre-treatment methods of Baijiu samples have their own characteristics, which can provide more comprehensive and complete data support for the determination of aroma components in Baijiu.

KEY WORDS: Fuhe-xiang Baijiu; volatile aroma components; liquid-liquid extraction; headspace solid phase microextraction; gas chromatography-mass spectrometry

0 引言

中国白酒以酒曲为糖化发酵剂, 利用谷物原料, 采用固态、半固态或液态发酵等形式, 再经过蒸馏、陈酿和勾兑等工序制成。金种子馥合香白酒属于复合香型白酒, 其具有浓香型白酒的“绵甜爽净”, 兼有芝麻香型白酒的“芝麻焦香”, 又有酱香型白酒的“香气幽雅”^[1]。目前, 对于白酒成分的研究多专注于挥发性成分的检测与分析, 其前处理方法多采用液液萃取法(liquid-liquid extraction, LLE)^[2]、顶空固相微萃取法(head space-solid phase microextraction, HS-SPME)^[3]、蒸馏萃取法(distillation and extraction, SDE)^[4]和搅拌棒吸附萃取法(stir bar sorptive extraction, SBSE)等^[5-6], 结合气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)可实现酒体中的香气成分分析。其中, LLE 在萃取液体难挥发性成分中具有较广泛的应用, HS-SPME 在萃取固体或液体挥发性成分方面具有较好的效果, 以上 2 种前处理方法在白酒香气成分研究方面均有较多的应用, 而 SDE 和 SBSE 由于受到操作较为烦琐等因素的制约, 在白酒香气分析方面的应用较少。根据相似相溶原理, LLE 采用溶剂分离或提取液体混合物中的香气组分, 可以较全面地提取香气成分, 对酒体中的香气成分起到浓缩、富集的作用, 但存在样品用量大、耗时长、浓缩过程香气成分易损失等缺点^[7-8]。HS-SPME 将萃取头置于待测样品上方的气相中, 吸附挥发性成分, 该方法的提取过程无需溶剂, 集样品的吸附浓缩、解析、进样等于一体, 提取过程快速、简单, 缺点是成本高、受萃取条件的影响、难挥发性物质不易富集^[9-10]。

鉴于此, 本研究分别采用 LLE 和 HS-SPME, 再结合 GC-MS 对金种子馥合香白酒的香气成分进行检测, 通过对比检测物质的种类、相对含量等比较 2 种不同前处理方法的特点, 以期对白酒香气成分检测前处理方法的选择提供支持, 进而为白酒香气成分研究提供更加全面完整的数据基础。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

取自酒库的馥合香特级原酒(酒精度 63% vol, 安徽金种子酒业股份有限公司); 氯化钠(分析纯, 淮南市化学试剂厂); 乙醚(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 仪器与设备

5975C+7890A 安捷伦气相色谱-质谱联用仪[电子轰击(electron impact, EI)离子源, 安捷伦科技有限公司]; 57330-U 手动 SPME 进样器、50/30 μm DVB/CAR/PDMS 固相微萃取头(美国 Supelco 公司); 85-2 恒温磁力搅拌器(常州普天仪器制造有限公司); RE-52AA 旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂); DC-12 氮吹仪(上海安谱科学仪器有限公司); 磁力搅拌子(常州普天仪器制造有限公司); 0-100 包检三支组酒度计(河间市振岩仪器仪表厂)。

1.3 实验方法

1.3.1 酒样的前处理

待测酒样的前处理: 用去离子水分别将馥合香特级原酒的酒精度稀释到 10% vol, 再置于普通冰箱 4 $^{\circ}\text{C}$ 低温、密封、避光保存。

1.3.2 液液萃取法

取待测酒样 100 mL, 采用溶液萃取法, 用 100、80、60 mL 乙醚分别萃取 3 次, 合并有机相, 旋转蒸发至 10 mL, 最后氮吹浓缩至 1 mL, 供 GC-MS 分析。

1.3.3 顶空固相微萃取法

取预处理后的待测酒样 5 mL 于 20 mL 的顶空瓶中, 加入 3 g NaCl, 放入磁力搅拌转子, 旋紧瓶盖; 将萃取瓶置于固相微萃取搅拌加热平台, 设置转子转速为 250 r/min, 温度为 60 $^{\circ}\text{C}$; 萃取头在使用前插入 240 $^{\circ}\text{C}$ GC 进样口解吸 10 min, 随后将萃取头插入萃取瓶中, 萃取 40 min; 取出萃取头后立即插入 GC-MS 进样口, 解析温度 240 $^{\circ}\text{C}$ 、解吸时间 6 min。

1.3.4 GC-MS 条件

GC 条件: 安捷伦 HP-INNOWAX 石英毛细管柱(30 m \times 0.25 mm, 0.25 μm), He(纯度 \geq 99.999%)作为载气, 流速为 1 mL/min。程序升温: 起始温度 40 $^{\circ}\text{C}$, 维持 2 min, 以 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速度升至 100 $^{\circ}\text{C}$, 再以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 230 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$, 维持 3 min。汽化室温度为 240 $^{\circ}\text{C}$, 分流: 5:1。

MS 条件: EI 离子源, 电子倍增器电压为 350 V, 电子能为 70 eV, 发射电流为 200 μA , 接口温度 240 $^{\circ}\text{C}$, 离子源温度为 200 $^{\circ}\text{C}$, 质量范围控制在 m/z 33~450 u。

定性方法: 通过对 GC-MS 总离子流色谱图与美国国家标准技术研究所(National Institute of Standards and Technology, NIST) 11 质谱库中的化合物进行比对(匹配度 \geq 80%)。

定量分析:利用面积归一法计算已定性出的香气物质的相对含量(%)。

1.3.5 数据分析

采用 WPS Office Excel 进行原始数据处理, Origin 2017 进行分析及作图。

2 结果与分析

2.1 不同前处理方法酒样香气成分的 GC-MS 鉴定结果对比

2种不同前处理方法结合 GC-MS 检测酒样中香气成分鉴定结果见表1。由表1可知,采用 LLE 共检测出63种化合物,其中醛类2种、醇类8种、酯类32种、酸类7种、

杂环类4种、含硫化合物1种、酚类3种、烷烃类3种、含氮化合物1种、酮类1种。采用 HS-SPME 共检测出46种,其中,醛类1种、醇类5种、酯类28种、酸类4种、杂环类2种、含硫化合物1种、烷烃类1种、含氮化合物2种、酮类2种。

LLE 和 HS-SPME 检测到的共有成分有28种, LLE 检测到的特有成分有35种, HS-SPME 检测到的特有成分有18种。由表1可知, LLE 前处理检测到的除含氮化合物和酮类的数量少于 HS-SPME 外,其他种类化合物种类数均等于或多于 HS-SPME。综上,由不同前处理方法检测到各类物质的数量及相对含量的对比表明作为酒样香气成分的提取方法, LLE 优于 HS-SPME。

表1 2种不同前处理方法结合 GC-MS 检测酒样中香气成分的鉴定结果

Table 1 Identification results of aroma components in wine samples detected by 2 kinds of different pretreatment methods combined with GC-MS

化合物种类	序号	化合物名称	CAS号	保留时间/min		匹配度		相对含量/%	
				LLE	HS-SPME	LLE	HS-SPME	LLE	HS-SPME
醛类	1	异丁醛*	000078-84-2	1.9129		90		0.0247	
	2	异戊醛*	000590-86-3	2.7652		95		0.1393	
	3	苯甲醛#	000100-52-7		19.2860		95		0.0529
	4	正丙醇*	000071-23-8	5.4329		82		0.0152	
	5	异丁醇*	000078-83-1	7.6576		90		1.0382	
醇类	6	(R)-(-)-3-甲基-2-丁醇*	001572-93-6	8.7843		95		0.0611	
	7	正丁醇*	000071-36-3	9.9786		91		3.2627	
	8	异戊醇	000123-51-3	11.7698	9.2461	90	82	2.6600	2.4523
	9	正戊醇*	000071-41-0	12.8629		80		0.1399	
	10	正己醇#	000111-27-3		14.9426		83		0.4551
	11	2-庚醇	000543-49-7	14.6350	13.9506	82	88	0.0103	0.0097
	12	正辛醇	000111-87-5	20.4518	20.3646	82	91	0.0122	0.0722
	13	苯乙醇#	000060-12-8		29.3692		91		0.0510
	14	乙酸乙酯	000141-78-6	2.4619	1.9700	90	86	18.2045	26.7289
	15	丁酸乙酯	000105-54-4	5.2547	3.6794	94	94	3.9360	2.0465
	16	2-甲基丁酸乙酯#	007452-79-1		4.8434		95		0.1046
	17	异戊酸乙酯*	000108-64-5	6.1600		91		0.0515	
	18	戊酸乙酯	000539-82-2	8.2306	5.5863	95	95	1.3907	3.7183
	19	己酸甲酯#	000106-70-7		7.9411		82		0.0066
	20	4-甲基戊酸乙酯#	025415-67-2		8.2060		90		0.1705
酯类	21	丁酸异丁酯*	000539-90-2	8.9144		90		0.0114	
	22	丁酸丁酯*	000109-21-7	10.8694		88		0.0834	
	23	己酸乙酯	000123-66-0	11.6543	11.1000	96	96	32.8070	32.6244
	24	丁酸异戊酯*	000106-27-4	12.4151		83		0.0449	
	25	乙酸己酯*	000142-92-7	12.7522		90		0.0393	
	26	戊酸丁酯*	000591-68-4	13.9319		88		0.0103	
	27	己酸丙酯	000626-77-7	14.0475	13.7388	91	91	0.1034	0.0524
	28	庚酸乙酯	000106-30-9	14.4953	14.2444	98	98	0.2760	0.3963
	29	癸酸乙酯#	000110-38-3		22.8926		93		0.0348
	30	苯甲酸乙酯#	000093-89-0		23.6438		95		

表 1(续)

化合物种类	序号	化合物名称	CAS 号	保留时间/min		匹配度		相对含量/%	
				LLE	HS-SPME	LLE	HS-SPME	LLE	HS-SPME
	31	己酸异丁酯*	000105-79-3	14.9817		83		0.0314	
	32	戊酸异戊酯*	002050-09-1	15.2176		80		0.0071	
	33	乳酸乙酯	000097-64-3	15.5113	14.6248	88	88	25.1990	24.1519
	34	乳酸异戊酯#	019329-89-6		20.7450		82		0.1142
	35	己酸丁酯*	000626-82-4	16.5851		83		0.1576	
	36	丁酸己酯*	002639-63-6	16.6574		83		0.0213	
	37	2-羟基丁酸乙酯*	052089-54-0	16.7826		83		0.0128	
	38	辛酸乙酯	000106-32-1	17.1485	17.1046	86	96	0.3190	0.0356
	39	2-羟基-3-甲基丁酸乙酯	002441-06-7	17.2352		83		0.0267	
	40	己酸异戊酯*	002198-61-0	17.6927		86		0.0883	
	41	丙酸-2-羟基-2-甲基丙酯*	000585-24-0	18.0490		88		0.0389	
	42	己酸戊酯*	000540-07-8	18.9591		87		0.0137	
	43	乳酸丁酯*	000138-22-7	19.5177		88		0.0432	
酯类	44	dl-2-羟基己酸乙酯	006946-90-3	20.1051	19.9649	82	82	0.7811	0.1966
	45	己酸己酯	006378-65-0	21.9253	22.0018	86	84	0.1117	0.0500
	46	丁二酸二乙酯#	000123-25-1		24.1061		91		0.0652
	47	苯乙酸乙酯	000101-97-3	26.7069	26.7304	91	91	0.0979	0.7379
	48	月桂酸乙酯	000106-33-2	27.9011	27.9631	82	97	0.0056	0.2252
	49	苯丙酸乙酯	002021-28-5	28.7823	28.8155	98	98	0.1008	0.0121
	50	十三酸乙酯#	028267-29-0		29.9904		93		0.0068
	51	肉豆蔻酸乙酯#	000124-06-1		31.8491		95		0.2959
	52	13-甲基十四酸乙酯#	1000336-61-5		33.0048		95		0.0263
	53	十五酸乙酯#	041114-00-5		32.7688		94		0.0495
	54	硬脂酸乙酯*	000111-61-5	31.8160		88		0.0094	
	55	棕榈酸乙酯	000628-97-7	35.1722	35.2150	98	99	0.2517	1.5847
	56	9-十六碳烯酸乙酯#	054546-22-4		35.4750		82		0.0763
	57	油酸乙酯	000111-62-6	38.4611	38.4653	98	94	0.1021	0.1021
	58	亚油酸乙酯	007619-08-1	39.2171	39.2213	99	99	0.1854	0.1663
	59	乙酸*	000064-19-7	17.8516		91		1.1986	
	60	丁酸	000107-92-6	22.7247	22.8684	90	91	3.0482	1.7978
	61	戊酸	000109-52-4	25.6812	25.0673	90	90	0.3488	0.2834
酸类	62	己酸*	000142-62-1	28.0889		90		1.2867	
	63	庚酸	000111-14-8	30.1691	30.5647	91	90	0.0685	0.0924
	64	辛酸	000124-07-2	32.0808	32.0414	90	91	0.1656	0.5743
	65	4-甲基戊酸*	000646-07-1	27.1692		92		0.0190	
	66	糠醛	000098-01-1	18.1694	17.9425	94	94	0.4240	0.2427
	67	2-糠醛缩乙二醇#	013529-27-6		17.8318		97		0.0137
杂环类	68	乙酸糠酯*	000623-17-6	19.9366		96		0.0091	
	69	2-呋喃乙醇*	000098-00-0	23.8033		97		0.1057	
	70	2-噻吩甲酸-2-苯乙酯*	1000278-88-6	27.3570		88		0.0349	
含硫化合物	71	3-(甲硫基)丙酸乙酯	013327-56-5	20.6926	20.6198	82	90	0.0146	0.0117
	72	苯酚*	000108-95-2	31.2092		90		0.0083	
酚类	73	4-乙基愈创木酚*	002785-89-9	31.5848		86		0.0062	
	74	对甲酚*	000106-44-5	32.5286		97		0.0193	
烷烃类	75	1,1-二乙氧基-3-甲基丁烷	003842-03-3	6.4393	1.5705	90	86	0.2123	0.2271
	76	1,1-二乙氧基-2-甲基丁烷*	003658-94-4	6.7872		84		0.0920	
	77	1,1-二乙氧基-2-甲基丙烷*	001741-41-9	3.9065		89		0.0639	

表 1(续)

化合物种类	序号	化合物名称	CAS 号	保留时间/min		匹配度		相对含量/%	
				LLE	HS-SPME	LLE	HS-SPME	LLE	HS-SPME
含氮化合物	78	甲氧基苯基脲	1000222-86-6	26.5191	26.5523	81	90	0.0045	0.0089
	79	(4-苯基偶氮)苯基-2-苯基环丙酰胺#	303097-62-3		21.8622		89		0.0061
酮类	80	2-壬酮	000821-55-6	15.9231	15.8189	83	93	0.0192	0.0203
	81	6,10,14-三甲基-2-十五酮#	000502-69-2		33.1396		96		0.0085

注: *LLE 检测到的特有组分; #HS-SPME 检测到的特有组分; 其余为共有组分。

2.2 LLE 结合 GC-MS 法检测到的特有香气成分分析

由表 1 可知, LLE 检测到的特有成分主要有烷烃类和酚类, HS-SPME 检测到的特有成分主要有含氮化合物和酮类; 同时, LLE 检测到的特有成分数量多于 HS-SPME。LLE 对白酒中的多数成分都具有较好的萃取效果, 如酯类、醇类、酸类、杂环类、醛酮类等。LLE 作为前处理方法检测到的异戊酸乙酯具有水果香气, 己酸丁酯闻着有馥郁的浆果香气, 丁酸丁酯有明显的果香; 醇类中丙醇、丁醇在白酒中的含量较高, 是白酒醇香的主要来源; 酸类中乙酸、己酸等是酒体中常见的酸类, 对酒体的呈香呈味起到协调作用^[11-12]; 此外, 检测到的醛酮类、杂环类、酚类及含硫化合物等, 在酒体中含量不高, 但阈值较低, 能够衬托酒体的香气, 对白酒的整体香气具有重要贡献^[13]。综上所述, LLE 能够萃取得到酒体中主要的重要香气成分, 且萃取到的物质种类数多于 HS-SPME, 是白酒香气成分萃取方法中较优的选择。

LLE 检测到的烷烃类物质多于 HS-SPME, 而 HS-SPME 未检测到酚类物质。酚类作为白酒中重要的微量成分, 对白酒的香气、口感和风格均具有重要作用, 有研究表明酚类物质具有一定的生理活性^[14]。由此可见, 针对白酒中烷烃类或者酚类物质的检测分析, 可选用 LLE 作为萃取方法, 对目标物具有较好的萃取效果; 但是, LLE 容易受到萃取溶剂的影响, 不同极性的溶剂对白酒中不同物质的萃取效果不同, 较难选用一种溶剂能够同时萃取白酒中的多种香气成分^[15]。

2.3 HS-SPME 结合 GC-MS 检测到的特有香气成分分析

由表 1 的分类对比可知, HS-SPME 和 LLE 对白酒中的酯类、醇类、酸类等均具有较好的萃取效果。高级醇作为酵母菌酒精发酵的副产物, 如苯乙醇, 其具有玫瑰香、紫罗兰香、茉莉香等香气, 对白酒的香气特征具有重要作用; 酯类中丁二酸二乙酯的挥发性较强, 但其在酒体中的含量较低^[16], 丁二酸二乙酯是 HS-SPME 检测到的特有成分。含氮化合物的分析易受到低沸点化合物的影响, 在 LLE 过程中需要调节酒样的 pH, 其操作步骤过于烦琐, 而 HS-SPME 能够较快且有效地对含氮化合物进行萃取。此外, LLE 与 HS-SPME 共同萃取的物质中, LLE 萃取的物质相对含量为 90.8921%, HS-SPME 萃取的物质相对含量为

98.6366%。综上所述, HS-SPME 对酒体中易挥发、痕量类的物质具有较好的萃取效果, 能够富集到更高含量的物质。但是, HS-SPME 在操作过程中容易受萃取温度、萃取时间、装液量、氯化钠浓度以及萃取头的极性等因素的影响^[17]。综上所述, 若侧重于酒体中酯类、醇类、酸类物质的检测, 2 种方法均可使用; 若侧重于酒体中醛酮类、杂环类等的检测, 可以优先使用 LLE 的前处理方法; 若分别使用 2 种方法对酒样进行前处理, 再结合 GC-MS 检测, 则能够较为全面的对酒体中的香气成分进行分析^[18]。

3 结论与讨论

本研究分别采用 LLE 和 HS-SPME 前处理方法, 结合 GC-MS 对金种子馥合香白酒中的香气成分进行分析比较, 得到的结论有: (1) 2 种不同前处理方法萃取的香气成分种类及相对含量差异明显, 其中, LLE 萃取到的香气成分有 63 种, HS-SPME 到的香气成分有 46 种; (2) 2 种不同前处理方法共同检出的组分有 28 种, LLE 和 HS-SPME 分别检出的特有组分分别有 35 种和 18 种; 其中, LLE 检测到的特有组分具有不易挥发的特点, 可能对酒体的“口感、滋味和后香”具有重要作用, HS-SPME 检测到的特有组分具有较好的挥发性, 可能对酒体的“闻香、浮香”具有重要作用。

综合分析表明, LLE 是金种子馥合香白酒香气成分萃取的较优选择, 但是 LLE 的操作步骤较多, 萃取过程中所使用的有机溶剂, 如二氯甲烷、乙醚等具有毒性, 浓缩过程中易挥发性物质会发生少量丢失, 对强挥发性物质萃取效果较差; 同时, LLE 具有较好的重复性, 能够富集到较多的香气成分。HS-SPME 对难挥发性物质的萃取效果较差, 但该方法集采集、萃取、浓缩等为一体, 克服了 LLE 的步骤繁多、易污染等问题, 能够富集到更高含量的挥发性香气成分^[19]。因此, 在白酒香气分析过程中, 分别采用 LLE 和 HS-SPME 进行前处理, 再结合 GC-MS 检测, 可为白酒香气成分的分析提供更加全面完整的数据支持。目前, 白酒香气分析方面现有的前处理方法仍存在众多局限性, 前处理新技术的开发主要集中在现有前处理方法的改进上, 前处理新技术如磁性固相微萃取^[20]、新型固定相^[21]等还处于探索阶段, 寻找快速、准确、成本低的萃取方法具有重要价值, 转

变思考方向, 设计并开发新的前处理方法或引入其他领域前处理方法也是重要的发展方向。

参考文献

- [1] 宁中伟, 彭兵, 程伟, 等. 一种复合香型白酒的酿造生产工艺: 中国, ZL201510486607. X[P]. 2015-08-11.
NING ZW, PENG B, CHENG W, *et al.* Brewing technology of a compound flavor Baijiu liquor: China, ZL201510486607. X [P]. 2015-08-11.
- [2] 林文轩, 敖灵, 董蔚, 等. 白酒风味物质前处理方法的研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2021, 47(15): 307-314.
LIN WX, AO L, DONG W, *et al.* Research progress in pretreatment methods of flavor compounds in Baijiu [J]. Food Ferment Ind, 2021, 47(15): 307-314.
- [3] 付铭, 曹续, 孙宝阳, 等. 顶空固相萃取-气相色谱-质谱法测定香茅苏香气成分[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(4): 1508-1512.
FU M, CAO X, SUN BY, *et al.* Determination of aroma ingredients of *Salvia sclarea* by headspace solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(4): 1508-1512.
- [4] 江斌宇, 李梁, 张文会, 等. 不同萃取方法提取青稞老酵馒头挥发性成分的比较[J]. 中国酿造, 2019, 38(8): 85-89.
JIANG HY, LI L, ZHANG WH, *et al.* Comparison of volatile compounds extracted from highland barley flour naturally fermented steamed bread by different extraction methods [J]. China Brew, 2019, 38(8): 85-89.
- [5] 刘育坚, 刘智敏, 徐志刚, 等. 搅拌棒吸附萃取技术[J]. 化学进展, 2020, 32(9): 1334-1343.
LIU YJ, LIU ZM, XU ZG, *et al.* Stir bar sorptive extraction technology [J]. Chem Prog, 2020, 32(9): 1334-1343.
- [6] 王梦琪, 朱茵, 张悦, 等. 搅拌棒吸附萃取结合气相色谱-质谱联用技术分析西湖龙井茶的挥发性成分[J]. 食品科学, 2020, 41(4): 140-148.
WANG MQ, ZHU Y, ZHANG Y, *et al.* Analysis of volatile compounds in "Xihu Longjing" tea by Stir bar sorptive extraction combine with gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2020, 41(4): 140-148.
- [7] 董文静, 钱承敬, 穆蕾, 等. 顶空固相萃取-气相色谱-质谱法分析馥郁香型白酒风味物质[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(10): 2362-2368.
DONG WJ, QIAN CJ, MU L, *et al.* Analysis of flavor compounds of Fuyu flavor liquor by head space-solid phase microextraction with gas chromatography-mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(10): 2362-2368.
- [8] 胡飞翔. 液液萃取-气相色谱/质谱联用法测定地表水中的四乙基铅[J]. 干旱环境监测, 2018, 32(2): 84-87.
HU YX. Determination of tetraethyl lead in surface water by liquid-liquid extraction with gas chromatography/mass spectrometry [J]. Drought Environ Monit, 2018, 32(2): 84-87.
- [9] REALE S, CECCO VD, DONATO FD, *et al.* Characterization of the volatile profile of cultivated and wild-type italian celery (*Apium graveolens* L.) varieties by HS-SPME/GC-MS [J]. Appl Sci, 2021, 11(13): 5855-5855.
- [10] 李静, 张述伟, 周龙华, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 法分析大麦幼苗中的挥发性成分[J]. 食品研究与开发, 2021, 42(10): 148-153.
LI J, ZHANG SW, ZHOU LH, *et al.* Analysis on volatile components in barley grass by HS-SPME-GC-MS [J]. Food Res Dev, 2021, 42(10): 148-153.
- [11] 杨亮, 陈双, 徐岩. LLE 和 HS-SPME 与 GC-MS 联用分析酱香型盐菜味缺陷酒中挥发性物质[J]. 食品与发酵工业, 2019, 45(17): 221-226.
YANG L, CHEN S, XU Y. Analysis of volatile compounds in Maotai flavor salt vegetable flavor defective wine by LLE, HS-SPME and GC-MS [J]. Food Ferment Ind, 2019, 45(17): 221-226.
- [12] 陈志宏, 张余, 徐有山. 白酒中风味物质分析研究进展[J]. 中国酿造, 2020, 39(6): 13-16.
CHEN ZH, ZHANG C, XU YS. Research progress on the flavor substances in Baijiu [J]. China Brew, 2020, 39(6): 13-16.
- [13] 王丽花, 郑福平, 高晓娟, 等. 白酒风味成分与感官评价的研究进展[J]. 中国酿造, 2020, 39(8): 7-12.
WANG LH, ZHENG FP, GAO XJ, *et al.* Research progress on flavor components and sensory evaluation of Baijiu [J]. China Brew, 2020, 39(8): 7-12.
- [14] 史冬梅, 王松, 赵东瑞, 等. GC-MS/SIM 法检测 103 种白酒中 6 种酚类化合物[J]. 中国食品学报, 2019, 19(4): 235-248.
SHI DM, WANG S, ZHAO DR, *et al.* Determination of 6 phenolic compounds in 103 kinds of Baijiu by GC-MS/SIM [J]. J Chin Inst Food Sci Technol, 2019, 19(4): 235-248.
- [15] 吴继红, 黄明泉, 孙宝国, 等. 液液萃取结合气-质联机分析景芝白干酒中的挥发性成分[J]. 食品科学, 2014, 35(8): 72-75.
WU JH, HUANG MQ, SUN BG, *et al.* Analysis of volatile compounds in Jingzhi Baigan liquor by liquid-liquid extraction (LLE) and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) [J]. Food Sci, 2014, 35(8): 72-75.
- [16] 陈臣, 牟德华, 张哲琦, 等. 溶剂萃取与顶空固相萃取检测刘果酒中香气成分的研究[J]. 酿酒科技, 2013, (12): 89-93.
CHEN C, MOU DH, ZHANG ZQ, *et al.* Comparison of the detection of flavoring compounds in *Prunus humilis* fermenting wine by solvent extraction and by headspace solid-phase microextraction coupled with GC-FID [J]. Brew Technol, 2013, (12): 89-93.
- [17] 吴赫川, 周健, 张宿义, 等. 川法小曲白酒香气成分测定条件优化[J]. 食品与机械, 2016, 32(3): 88-92, 187.
WU HC, ZHOU J, ZHANG SY, *et al.* Optimization on determination conditions for aromatic components of Sichuan Xiaoku Chinese spirit [J]. Food Mach, 2016, 32(3): 88-92, 187.
- [18] 颜振敏, 刘江伟, 鲁倩倩, 等. 固相萃取法与液液萃取法对陈年老酒呈香物质的分析及比较[J]. 湖北农业科学, 2015, 54(21): 5401-5404.
YAN ZM, LIU JW, LU QQ, *et al.* Analysis and comparison of fragrant substances in Shedian liquor by solid phase microextraction and liquid-liquid extraction [J]. Hubei Agric Sci, 2015, 54(21): 5401-5404.
- [19] 夏亚男, 王颀. 红枣白兰地香气成分萃取方法分析[J]. 酿酒科技, 2013, (12): 25-31.
XIA YN, WANG J. Comparisons of LLE, SDE and HS-SPME for the extraction of flavoring compounds in jujube brandy [J]. Brew Technol, 2013, (12): 25-31.
- [20] YU SH, LIU ZG, WANG WX, *et al.* Disperse magnetic solid phase microextraction and surface enhanced Raman scattering (Dis-MSPME-SERS) for the rapid detection of trace illegally chemicals [J]. Talanta, 2018, 178: 498-506.
- [21] HAKOVA M, HAVLIKOVA LC, SVEC F, *et al.* Novel nanofibrous sorbents for the extraction and determination of resveratrol in wine [J]. Talanta, 2020, 206: 120181.

(责任编辑: 郑丽 张晓寒)

作者简介



郭云霞, 硕士, 讲师, 主要研究方向为食品资源研究与开发。
Email: 327634107@qq.com