

# 气相色谱-质谱/嗅觉检测联用分析 九制陈皮腌制存放过程中香气成分的变化

马瑞婷<sup>1</sup>, 吴悠<sup>1</sup>, 曹庸<sup>1</sup>, 胡海娥<sup>2</sup>, 李学莉<sup>2</sup>, 贺丽苹<sup>1,3</sup>, 张金桃<sup>2</sup>, 陈喆灵<sup>1</sup>, 廖子源<sup>1</sup>

(1. 华南农业大学食品学院, 广东省功能食品活性物重点实验室, 广东广州 510642) (2. 东鹏饮料(集团)股份有限公司, 广东深圳 518055) (3. 华南农业大学测试中心, 广东广州 510642)

**摘要:** 研究九制陈皮腌制存放过程中香气成分的变化, 为九制陈皮腌制存放工艺和质量控制提供依据。本研究以未腌制干燥柑桔皮(原料)及腌制后不同存放时间点九制陈皮为样品, 采用气相色谱-质谱/嗅觉检测联用(GC-O/MS)对九制陈皮腌制存放过程中的挥发性成分进行分析鉴定, 并结合相对气味活度值进行统计分析。共检测出58种挥发性成分, 相对含量超过1%的化合物有6种。主要为烯烃类化合物, 有38种, 其中相对含量最高的为D-柠檬烯, 最高达81.84%。存放至8个月时, 挥发性化合物种类最少。随着九制陈皮风味形成, 不同化合物对风味的贡献有较大变化。有香气特性的化合物有25种, 关键性风味化合物有12种。醛类、酚类和烯烃类化合物对风味的贡献较大。存放至7个月时关键性风味物质种类最少, 仅5种。研究表明九制陈皮腌制前后主要挥发性成分为D-柠檬烯, 挥发性风味物质在腌制存放过程中物质种类和含量均有一定变化。

**关键词:** 九制陈皮; 挥发性成分; GC MS/O; 相对气味活度值

文章编号: 1673-9078(2020)11-244-254

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2020.11.0430

## Changes in Aroma Components of Jiuzhi Tangerine Peel *Pericarpium Citri Reticulatae* during Pickling and Storage Determined by Gas Chromatography-mass Spectrometry/Olfactory

MA Rui-ting<sup>1</sup>, WU You<sup>1</sup>, CAO Yong<sup>1</sup>, HU Hai-e<sup>2</sup>, LI Xue-li<sup>2</sup>, HE Li-ping<sup>1,3</sup>, ZHANG Jin-tao<sup>2</sup>, CHEN Zhe-ling<sup>1</sup>, LIAO Zi-yuan<sup>1</sup>

(1. Guangdong Provincial Key Laboratory of Nutraceuticals and Functional Foods, College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China) (2. Eastroc Beverage Group Co. Ltd., Shenzhen 518055, China) (3. Instrumental Analysis & Research Center, South China Agricultural University, Guangzhou 510642, China)

**Abstract:** The changes in aroma components of Jiuzhi tangerine peel *Pericarpium citri reticulatae* during pickling and storage were examined to provide a basis for the preservation, storage and quality control of the tangerine peel. In this research, the untreated dry peel (raw material) and the pickled peel stored for different time periods after pickling were used as test samples, and gas chromatography-mass spectrometry/olfactometry (GC-MS/O) was used to analyze and identify the volatile components of untreated and treated peels during storage. The obtained relative odor activity values were subjected to statistical analysis. A total of 58 volatile components were detected, with the relative

引文格式:

马瑞婷, 吴悠, 曹庸, 等. 气相色谱-质谱/嗅觉检测联用分析九制陈皮腌制存放过程中香气成分的变化[J]. 现代食品科技, 2020, 36(11): 244-254

MA Rui-ting, WU You, CAO Yong, et al. Changes in aroma components of Jiuzhi tangerine peel *Pericarpium citri reticulatae* during pickling and storage determined by gas chromatography-mass spectrometry/olfactory [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(11): 244-254

收稿日期: 2020-05-08

基金项目: 国家重点研发计划项目(2016YFD0600806)

作者简介: 马瑞婷(1995-), 女, 硕士研究生在读, 研究方向: 食品工程

通讯作者: 贺丽苹(1965-), 女, 博士, 副教授, 研究方向: 食品质量与安全, 环境与生物分析化学、分析检测技术

contents of 6 compounds exceeding 1%. The main components were 38 olefin compounds, with D-limonene having the highest relative content (81.84%). After 8 months of storage, the types of volatile compounds were the least. With the formation of the characteristic flavor of Jiuzhi tangerine peel *Pericarpium citri reticulatae*, the contribution of different compounds to the flavor changed greatly. There were 25 types of compounds with aroma characteristics with 12 compounds being the key flavor compounds. Aldehydes, phenols and olefin compounds were the significant contributors to the flavor. The types of the key flavor substances were the least (5 types only) after 7 months of storage. The research indicated that D-limonene was the main volatile component before and after pickling of Jiuzhi tangerine peel. The types and contents of volatile flavor substances changed to a certain extent during the pickling and storage.

**Key words:** Jiuzhi tangerine peel *Pericarpium citri reticulatae*; volatile components; GC-MS/O; relative odor activity value

九制陈皮是广东潮汕地区传统名吃之一,属蜜饯类食品,具有甜咸香辛的风味。九制陈皮以干燥柑桔皮为原料,经浸泡、去涩、盐渍、调料、晾晒、存放等工艺过程加工而成<sup>[1,2]</sup>,因工艺繁复,故称九制。九制陈皮存放过程中,由于其自身酶<sup>[3,4]</sup>、微生物<sup>[5-7]</sup>等多种因素的影响,在腌制过程中发生了一系列物理、化学和生物学变化,导致其香气成分变化,进而形成了九制陈皮的独特风味,经过约7个月存放的九制陈皮,风味更佳,不仅可提高即食时的香气感受与口感,还可作为原材料加工成饮料<sup>[8]</sup>等其他风味独特的产品。作为一种传统食品,其存放时间依传统经验确定,存放过程中挥发性香气成分尚不清晰,腌制存放后的九制陈皮风味不稳定,影响其本身的食用品质和作为其他食品(如饮料)原料的加工品质。

目前国内外对于柑桔加工食品的研究主要集中在橙汁<sup>[9]</sup>和橘皮<sup>[10]</sup>自身的研究,对于九制陈皮的研究较少,闵甜等<sup>[1]</sup>从原材料选择作为出发点,研究发现脐橙皮也可作为九制陈皮加工材料,胡海娥等<sup>[8]</sup>研究九制陈皮加工方式,得出酶法辅助浸提较直接水提法更有益于九制陈皮中有效成分的提取,对九制陈皮腌制及存放过程中的香气变化研究较少,对九制陈皮的风味研究局限于感官评价,本文采用顶空固相微萃取法对九制陈皮腌制及存放过程中挥发性成分进行提取,并结合GC-MS与GC-O对其进行分析。

“香”是食品品质的重要评价指标之一,也是影响食品市场价值和消费者满意度的重要因素之一。传统香气成分分析主要为挥发性成分的定性、定量分析,近年来,研究表明,仅有浓度大于其阈值的化合物对食品的香气有作用<sup>[11]</sup>。Andrea Buettner等人研究表明(S)-2-甲基丁酸乙酯对瓦伦西亚橙的香味贡献最大(OAV=8000),但其含量不足0.1%<sup>[12]</sup>;鉴于挥发性成分种类较多,对每个成分做绝对定量难度较大,刘登勇等<sup>[13]</sup>定义了一个新的参数“ROAV”量化评价不同挥发性物质对总体风味的贡献程度。本文通过对九制陈皮腌制存放过程中的挥发性成分进行鉴定,研究九制陈皮在腌制存放过程中挥发性风味成分的变化,结

合相对气味活度值法分析腌制存放过程中九制陈皮主要香味成分的变化,为九制陈皮腌制工艺及存放条件优化和质量控制提供依据,进而为加工风味良好、品质稳定的饮料原料奠定基础。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料

未腌制干燥柑桔皮原料及不同存放时间点九制陈皮由东鹏饮料(集团)股份有限公司提供,原料采自浙江台州,为蜜桔采收后干燥桔皮,编号CPF,腌制后及存放1~8个月九制陈皮为同一批腌制陈皮,编号分别为CPA、CP1、CP2、CP3、CP4、CP5、CP6、CP7和CP8,按照五点法取样,每个月取样一次,每次取3份。

### 1.2 主要仪器设备

气相色谱-质谱联用仪(型号6890-5973N),美国Agilent公司;恒温加热器(型号MS-H-Pro),美国SCIOLOGEX公司;分析天平,瑞士METTLER TOLEDO公司;固相微萃取纤维头(型号75 μm CAR/PDMS),SUPELCO;珠磨机(型号JXFSTPR-32),上海净信实业发展有限公司;25 mL固相微萃取专用采样瓶。

### 1.3 试验方法

#### 1.3.1 香气成分萃取

每个样品取三份,参考丘芷柔等<sup>[14]</sup>的方法,并稍作修改,将样品置于珠磨机钢罐中,加研磨珠,以55 HZ的频率研磨1 min,称取4 g粉碎后样品,加1 g NaCl,置于25 mL顶空固相萃取瓶中,插入固相微萃取针,伸出纤维头,90 °C萃取45 min,将萃取针插入GC进样口,解析15 min。

#### 1.3.2 气相色谱条件

色谱柱:GL Sciences InterCap 5MS 毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm),进样口温度:260 °C,载气:

高纯氦气，流量：1 mL/min，升温程序：初始温度 70 °C，保持 2 min，以 2 °C/min 升至 142 °C，以 4 °C/min 升至 210 °C，保持 5 min。

### 1.3.3 嗅闻及质谱条件

MS 四极杆温度为 150 °C，离子源为 EI 源，温度 230 °C，电子能量：70 eV，扫描范围： $m/z$  40~550。嗅闻口与 MS 端的分流比例为 1:1，嗅闻口温度为 260 °C，嗅闻分析由 4 名成员分别对同一样品进行嗅闻评价，记录相应气味特征及保留时间，并与文献进行对比。

### 1.3.4 数据分析方法

质谱数据采用 NIST 08 谱库与 GC-O 气味描述结果结合对照文献进行定性，采用面积归一化法进行相对定量，计算各挥发性成分在样品总挥发性成分中的相对百分含量，为提高数据准确度，本研究所分析化合物匹配度均大于 70%。每个样品做三次平行实验，计算标准偏差，记为平均值±标准偏差。

### 1.3.5 相对气味活度值评价方法

参考刘登勇<sup>[13]</sup>的方法，采用相对气味活度值 (relative odor activity value, ROAV) 评价各化合物对样品风味的贡献，相对气味活度值的计算公式如下。

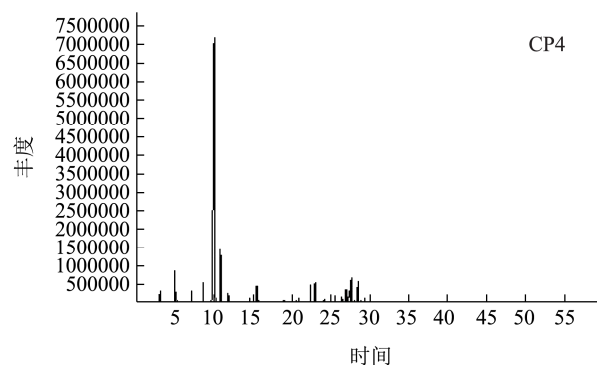
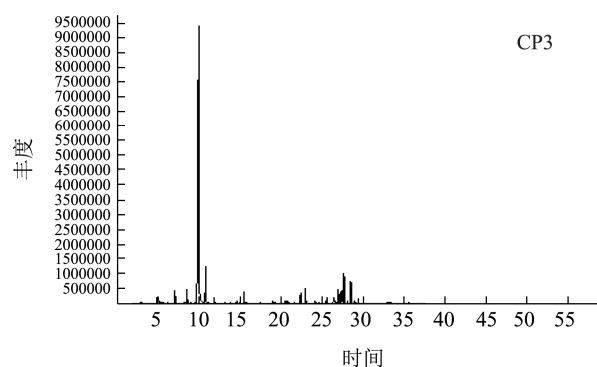
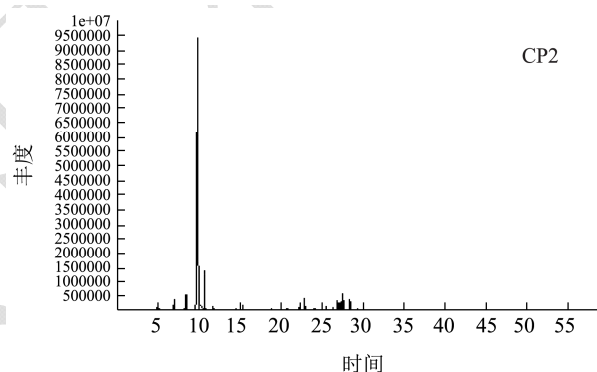
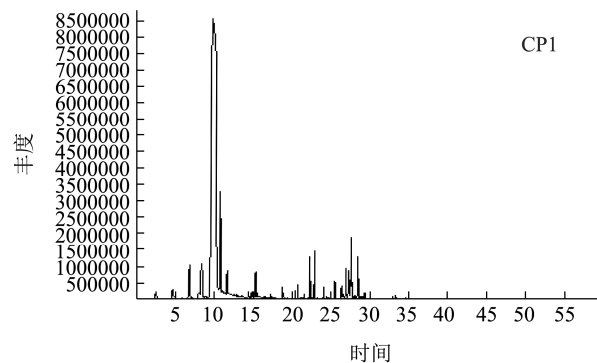
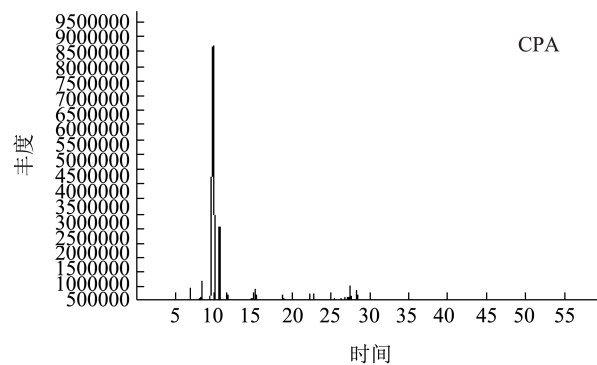
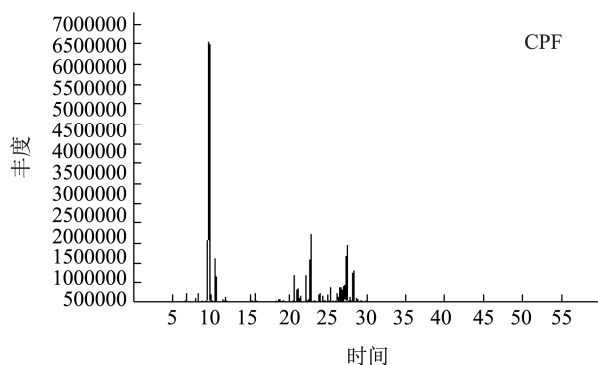
$$ROAV = \frac{C_A}{C_{s\text{tan}}} \times \frac{T_{s\text{tan}}}{T_A} \times 100$$

式中： $C_A$  和  $T_A$  分别为各挥发性化合物的相对百分含量和嗅觉阈值； $C_{s\text{tan}}$  和  $T_{s\text{tan}}$  分别为对样品总体风味贡献最大的挥发性化合物的相对百分含量和嗅觉阈值。

ROAV>1，表明该组分对样品总体风味有直接影响，定义为关键风味化合物<sup>[15]</sup>； $0.1 \leq ROAV < 1$ ，说明该物质对总体风味有修饰作用，定义为修饰性风味化合物；ROAV<0.1，说明该物质对总体风味无显著影响，定义为潜在风味化合物。在一定范围内，ROAV 越大说明该物质对总体风味贡献越大。

## 2 结果与讨论

### 2.1 腌制前后柑桔皮的挥发性成分分析



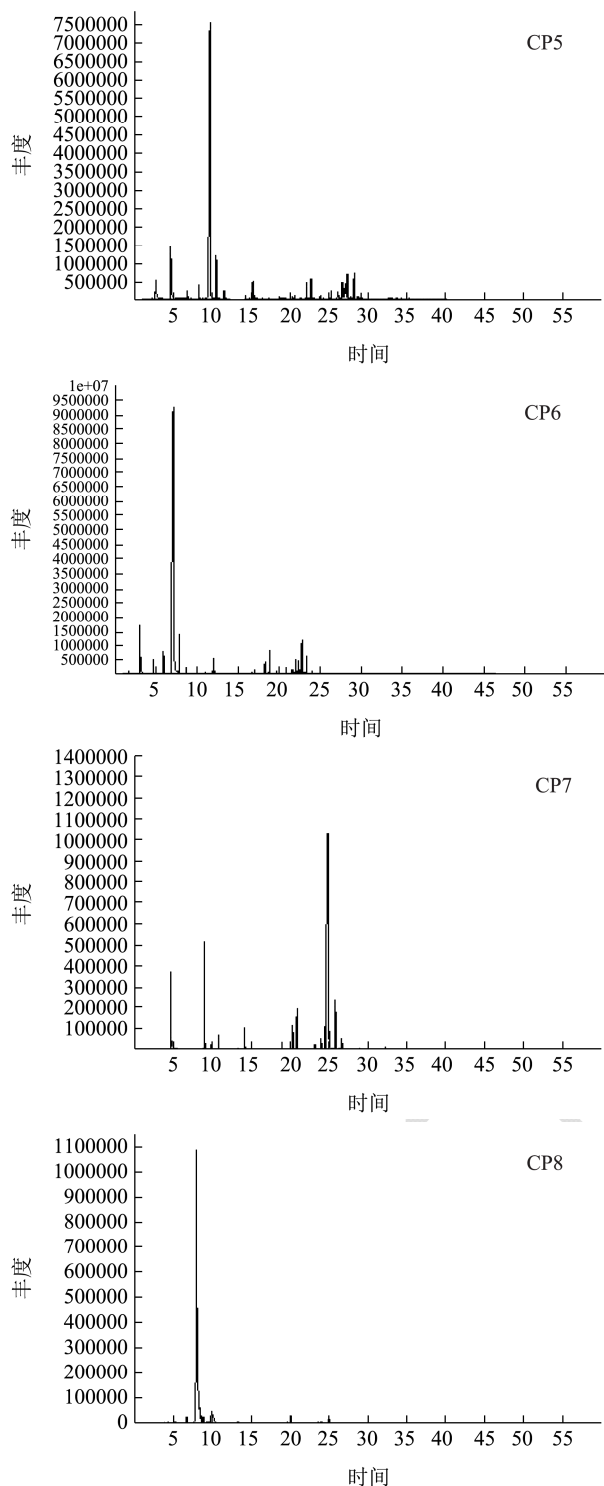


图1 九制陈皮腌制存放过程中挥发性成分总离子流图

**Fig.1 Total ion chromatogram of volatile components in the storage process of Nine-fold Processed *Pericarpium citri reticulatae***

对腌制前柑桔皮及腌制后不同存放时间点柑桔皮取样进行挥发性成分检测，实验结果具体如表 1 当中所示。

表 1 数据显示，在柑桔皮腌制存放过程中，共检出 58 种挥发性成分，主要为烯烃类化合物，共 38 种，其次为萜类 5 种，醛类 3 种，酚类 2 种和酮类 2 种，酸类 1 种，其他 7 种。其中，44 种物质在腌制过程中一直存在，乙酸、氯化蒎烯、香树烯、植酮和棕榈酸甲酯在原料中未检出，而在腌制后出现，表明此五种物质不存在于原料中或在原料中相对含量较低，而随着腌制的进行，可能由于腌制处理添加或微生物与自身酶的作用，其相对含量升高<sup>[6]</sup>，在青梅<sup>[16]</sup>、榨菜<sup>[17]</sup>等的腌制过程中也存在酸类含量升高的现象，邓静等人研究表明，在大头菜的腌制过程中，棕榈酸甲酯含量在后期也呈增加趋势<sup>[18]</sup>，与本文的结果相符，紫苏醛、香芹酚和百里香酚三种物质在原料当中检出，但是在腌制过程中未检出，这可能是由于在浸泡、盐渍和晾晒过程当中成分随水蒸汽流失，并且在腌制过程当中未因微生物的作用产生，有相关研究表明，百里香酚和香芹酚在常规存放过程当中其含量也会随时间的延长而降低<sup>[14]</sup>，是由于其同分异构体间相互转化。

2.1.1 烯烃类物质在腌制存放过程中的变化

由表 1 可以得出，九制陈皮腌制存放过程中烯烃类物质总相对含量一直在 60%以上，除第 8 个月外，种类数量均在 35 种以上，主要烯烃类物质为萜烯类，挥发性成分中相对含量较高的烯烃类化合物为  $\alpha$ -法尼烯、(-)- $\alpha$ -芹子烯、 $\delta$ -杜松烯、 $\beta$ -广藜香烯、 $\beta$ -榄香烯和 D-柠檬烯，在腌制及存放期间相对含量均在 1%以上，其次为萜品烯、 $\beta$ -蒎烯、萜品油烯、 $\alpha$ -古巴烯、D-柠檬烯、 $\alpha$ -石竹烯、 $\alpha$ -蒎烯、 $\beta$ -桉叶烯、 $\alpha$ -葑烯、 $\alpha$ -茂丁烯、1,4,7-环三烯和 1,5,9,9-四甲基-Z,Z,Z-。在九制陈皮中 D-柠檬烯的相对含量最高，原料中 D-柠檬烯相对含量为 42.14%，与高婷婷等人<sup>[19]</sup>的研究结果相符合，经过腌制处理后，由于成分损失，相对含量升高至 76.12%，随着存放时间的增长，D-柠檬烯相对含量下降，至第 7 个月时降至最低，为 16.34%，研究表明，多种微生物可以转化 D-柠檬烯产生其他的物质<sup>[7,20,21]</sup>。

表1 腌制前后柑桔皮中挥发性成分组成

Table 1 Composition of volatile compounds in citrus peel before and after picking

保留时间	中文名	相对百分含量/%									
		CPF	CPA	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8
	<b>酸</b>										
2.571	乙酸		1.23±0.39	0.40±0.85	0.36±0.06	0.54±0.39	1.31±0.44	1.93±0.85	0.45±0.26	0.73±0.07	0.35±0.13
	种类数量小计	0	1	1	1	1	1	1	1	1	1
	相对含量小计	0	1.23	0.4	0.36	0.54	1.31	1.93	0.45	0.73	0.35
	<b>烯烃类</b>										
23.999	1-石竹烯	1.08±0.24	0.44±0.93	0.33±0.32	0.84±0.48	0.50±0.84	0.42±0.45	0.56±0.23	0.55±0.57	0.98±0.07	0.70±0.05
27.506	$\alpha$ -法尼烯	8.13±0.03	1.67±0.75	2.38±0.18	6.24±0.12	6.30±0.09	4.52±0.64	4.65±0.44	4.16±0.52	3.35±0.56	
6.730	$\alpha$ -水芹烯	0.43±0.67	0.10±0.36	0.18±0.32	0.34±0.15	0.17±0.01	0.35±0.07	0.13±0.03	0.11±0.08	0.35±0.11	0.26±0.14
10.639	萜品烯	2.82±0.26	3.01±0.70	4.47±0.02	2.48±0.64	2.17±0.72	3.26±0.09	2.17±0.77	2.53±0.11	0.47±0.36	2.50±0.46
11.640	$\alpha$ -萜品烯	0.11±0.03	0.23±0.06	0.84±0.26	0.81±0.11	0.25±0.06	0.15±0.26	0.18±0.46	0.84±0.48	0.13±0.69	0.13±0.06
7.971	$\beta$ -蒎烯	1.51±0.26	1.67±0.24	2.94±0.32	0.11±0.27	1.41±0.06	1.31±0.37	1.08±0.59	0.31±0.04	0.35±0.08	0.21±0.96
21.494	双戊烯	0.53±0.21	1.09±0.57	1.49±0.00	0.08±0.01	0.18±0.07	0.44±0.11	0.35±0.35	0.14±0.05	0.04±0.79	0.31±0.07
24.413	葑烯	0.07±0.16	0.10±0.27	0.15±0.09	0.27±0.17	0.19±0.14	0.14±0.18	0.15±0.33		0.17±0.06	0.28±0.17
27.168	(-)- $\alpha$ -芹子烯	3.27±0.11	0.28±0.12	1.28±0.05	2.84±0.56	2.57±0.21	2.61±0.70	2.09±0.29	2.96±0.54	4.31±0.34	0.41±0.58
27.419	$\delta$ -杜松烯	4.42±0.25	1.19±0.26	1.35±0.18	1.76±0.27	4.40±0.94	4.56±0.80	4.04±0.18	4.96±0.53	6.21±0.29	0.89±0.38
31.438	(+)-香橙烯	0.09±0.04	0.50±0.22	0.05±0.01	0.06±0.03	0.18±0.07	0.56±0.27	0.44±0.13	0.10±0.09	0.20±0.36	
33.352	$\alpha$ -古芸烯	0.27±0.92	0.34±0.12	0.33±0.15	0.74±0.08	0.94±0.37	0.82±0.28	0.59±0.19	0.25±0.14	0.14±0.21	
32.900	$\beta$ -广藿香烯	1.06±0.21	0.29±0.13	1.19±0.19	0.63±0.22	0.61±0.11	1.61±0.97	1.15±0.65	1.26±0.15	1.79±0.37	
21.843	$\beta$ -榄香烯	7.40±0.20	0.55±0.24	1.20±0.27	1.43±0.12	2.29±0.85	2.13±0.57	2.86±0.20	3.88±0.55	4.45±0.40	1.10±0.21
24.894	$\gamma$ -芹子烯	0.56±0.12	0.12±0.03	0.13±0.06	0.17±0.04	2.85±1.36	1.07±0.12	2.17±0.53	1.02±0.23	1.12±0.85	0.36±0.14
23.542	$\gamma$ -榄香烯	0.86±0.10	0.09±0.17	0.13±0.00	0.30±0.15	0.31±0.12	0.56±0.14	0.37±0.06		0.21±0.28	
14.428	$\delta$ -2-萹烯	0.32±0.13	0.27±0.08	0.88±0.46	0.84±0.19	1.02±0.16	1.69±0.26	1.19±0.09	2.19±0.17	2.09±0.22	1.28±0.26
11.140	萜品油烯	0.33±0.08	0.85±0.90	0.81±0.57	0.51±0.21	1.43±0.72	1.41±0.78	2.03±0.25	1.60±0.59	1.19±0.43	4.35±0.99
15.331	(+)-枞油烯	0.58±0.93	0.72±0.27	0.96±0.00	1.64±0.38	1.03±0.13	1.39±0.29	1.37±0.12	1.07±0.04	0.41±0.09	0.68±0.76
23.847	愈创木烯	0.15±0.22	0.10±1.09	0.06±0.54	0.05±0.02	0.12±1.00	0.14±0.01	0.12±0.06	0.11±0.62	0.22±0.58	
22.235	$\alpha$ -古巴烯	2.24±0.19	0.77±0.19	1.03±0.28	0.94±0.00	1.94±0.29	1.46±0.25	1.79±0.17	0.76±0.05	0.72±0.40	0.35±0.56
28.932	巴伦西亚橘烯	0.39±0.26	0.15±0.07	0.08±0.02	0.13±0.03	0.11±0.04	0.34±0.13	0.74±0.23	0.44±0.69	0.80±0.06	
25.829	$\alpha$ -榄香烯	0.09±0.04	0.20±0.75	0.31±0.28	0.25±0.07	0.38±0.17	0.75±0.25	1.39±0.14	1.41±0.76	0.26±0.65	

转下页

接上页

9.822	D-柠檬烯	38.14±0.19	76.12±0.01	62.18±0.12	52.98±0.67	48.77±0.79	45.18±0.85	46.36±0.64	51.35±0.25	16.34±0.31	81.84±0.04
24.544	$\alpha$ -石竹烯	1.56±0.21	0.31±0.18	0.52±0.26	1.63±0.14	1.43±0.15	1.67±0.14	1.44±0.83	0.44±0.28	1.03±0.77	
14.841	$\alpha$ -蒎烯	0.71±0.19	0.87±0.10	1.92±0.24	0.63±0.61	1.91±0.79	0.90±0.11	1.67±0.23	0.61±0.40	0.28±0.17	0.31±0.24
10.214	3-萜烯	0.59±0.33	0.81±1.08	0.46±0.62	0.53±0.04	0.28±0.04	0.23±0.14	0.29±0.12	0.19±0.64	0.18±0.11	0.79±1.13
26.798	$\beta$ -桉叶烯	2.11±0.30	0.49±0.27	0.97±0.23	2.47±0.62	2.88±0.88	2.30±0.61	3.32±0.75	2.59±0.53	3.96±0.10	
21.157	$\alpha$ -萜荜茄油烯	1.05±0.18	0.58±0.13	0.07±0.05	0.33±0.04	2.01±0.94	1.70±0.51	0.17±0.14	2.78±0.06	2.97±0.41	1.41±0.34
25.850	吉马烯	1.66±0.39	0.15±0.24	0.09±0.05	0.62±0.07	0.07±0.21	0.49±0.84	0.11±0.43	0.15±0.21	0.33±0.77	0.75±0.18
14.526	氯化蒎烯		0.30±0.16	0.23±0.53	0.17±0.05	0.25±0.10	0.02±0.01	0.45±0.03	0.18±0.09	0.29±1.00	
26.384	$\alpha$ -茂丁烯	0.15±0.06	0.22±0.04	1.48±0.03	1.75±0.10	1.11±0.52	0.94±0.88	0.86±0.32	0.61±0.58	1.41±0.30	
23.956	香树烯		0.28±0.10	0.17±0.00	0.17±0.07	0.14±0.07	0.12±0.05	0.07±0.57	0.09±0.17	1.12±0.85	0.57±0.15
29.205	$\alpha$ -白菖考烯	0.27±0.09	0.14±0.06	0.19±0.28	0.27±0.10	0.37±0.40	0.45±0.25	0.31±0.45	0.47±1.02	1.51±0.66	
25.393	1,4,7, -环三烯, 1,5,9,9-四甲基-, Z, Z, Z-	1.50±0.12	0.27±0.08	0.60±0.22	1.03±0.68	1.12±0.82	0.93±0.53	1.03±0.45	1.15±0.52	1.91±0.28	
23.411	3-甲基-4-亚甲基双环[3.2.1]辛-2-烯	0.21±0.04	0.18±0.05	0.15±0.06	0.11±0.08	0.09±0.03	0.18±0.03	0.12±0.03	0.13±0.02	0.02±0.08	
25.741	2-异丙基-5-甲基-9-亚甲基-双环-1-癸烯 (4.4.0)	0.10±0.18	0.13±0.06	0.11±0.00	1.19±0.17	0.92±0.10	0.97±0.18	0.60±0.04	0.44±0.12	0.40±0.12	
20.612	4-乙烯基-4-甲基-1-(丙-2-基)-3-(丙-1-烯-2-基)环己烯	1.86±0.42	0.39±0.99	0.33±0.35	0.38±0.65	0.51±0.87	0.46±0.59	0.24±0.12	0.26±0.17	1.11±0.41	
	种类数量小计	36	38	38	38	38	38	38	37	38	21
	相对含量小计	86.62	90.97	92.04	87.72	93.21	87.43	88.65	92.30	62.82	95.37
	<b>醛</b>										
15.745	癸醛	1.35±0.61	0.91±0.23	0.90±0.05	0.83±0.17	0.72±0.19	0.52±0.28	0.40±0.15	0.11±0.03	0.04±0.01	
4.238	糠醛	0.94±0.67	1.49±0.17	0.71±0.29	2.84±0.80	3.13±0.05	3.38±0.56	3.23±0.87	3.59±0.36	5.68±0.32	0.97±0.78
18.413	紫苏醛	0.20±0.37									
	种类数量小计	3	2	2	2	2	2	2	2	2	1
	相对含量小计	2.49	2.40	1.61	3.67	3.85	3.90	3.63	3.70	5.72	0.97
	<b>萜</b>										
27.920	1,2,4a, 5,6,8a-六氢-4,7-二甲基-1-(1-甲基乙基)萜	0.68±0.08	0.18±0.14	0.15±0.30	0.45±0.01	0.49±0.98	0.44±0.07	0.99±0.82	0.38±0.69	0.57±0.68	
34.248	4-异丙-1, 6-二甲萜	0.18±0.08	1.34±0.14	0.04±0.42	0.50±0.17	1.23±0.08	0.62±0.27	0.38±0.89	0.40±0.10	0.74±0.64	
33.340	(1aR) -1a $\beta$ , 2,3,3a, 4,5,6,7b $\beta$ -八氢-1,1,3a $\beta$ , 7-四甲基-1H-环丙烷[a]萜	0.09±0.03	0.37±0.06		0.27±0.06	0.34±0.31	0.32±0.78	0.27±0.26	0.10±0.05	0.27±0.50	

转下页

接上页

28.726	1,6-二甲基-4-(1-甲基乙基)- (1,2,3,4,4a, 7) 六氢茶	0.44±0.35	1.05±0.16	0.12±0.30	0.63±0.11	1.06±0.91	1.27±0.45	0.33±0.81	0.59±0.53	0.38±0.99	0.48±0.08
32.726	1-异丙基-7-甲基-4-亚甲基 -1,2,3,4,4a, 5,6,8a-八氢茶	1.60±0.38	0.76±0.25	0.69±0.45	1.63±0.14	1.17±0.02	1.11±0.34	1.04±0.17	0.90±0.14	2.11±0.61	0.65±0.09
	种类数量小计	5	5	4	5	5	5	5	5	6	2
	相对含量小计	2.99	3.70	1.00	3.48	4.29	3.76	3.01	2.37	4.07	1.13
<b>酚</b>											
19.131	香芹酚	0.43±0.77									
18.663	百里香酚	0.14±0.92									
	种类数量小计	2	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	相对含量小计	0.57	0	0	0	0	0	0	0	0	0
<b>酮</b>											
42.331	植酮		1.23±0.18	0.03±0.00	1.21±0.20	0.54±0.28	0.56±0.06	0.39±0.26	0.07±0.17	0.95±0.28	
16.671	右旋香芹酮	0.02±0.05	0.21±0.11	0.25±0.56	0.15±0.39	0.17±0.36	0.05±0.09	0.35±0.62	0.36±0.11	0.15±0.09	
	种类数量小计	1	2	2	2	2	2	2	2	2	0
	相对含量小计	0.02	1.44	0.28	1.36	0.71	0.61	0.74	0.43	1.1	0
<b>其他</b>											
22.496	环癸烷	0.68±1.13	0.86±0.13	0.08±0.00	0.70±0.13	0.26±0.08	0.65±0.33	0.19±0.07	0.13±0.28	0.60±0.24	
8.701	1,4-桉叶素				0.10±0.34	0.09±0.02	0.14±0.06	0.11±0.61	0.09±0.07		
18.794	茴香脑	0.57±0.48	0.66±0.17	0.54±0.13	0.45±0.68	0.62±0.33	0.52±0.07	0.28±0.31	0.14±0.33		
9.038	间异丙基甲苯	0.12±0.05	0.41±0.27	0.14±0.13	0.86±0.22	0.72±0.92	0.27±0.08	0.11±0.16	0.57±0.16	0.25±0.25	0.40±0.11
46.291	棕榈酸甲酯		0.13±0.27		0.40±0.04	0.22±0.03	0.76±0.34	0.49±0.22	0.07±0.12	0.87±0.53	
22.725	(1S, 3aS, 3bR, 6aS, 6bR) -3a- 甲基-6-亚甲基-1-(丙-2-基)			0.06±0.33	0.10±0.19	0.04±0.01	0.10±0.07	0.14±0.18	0.25±0.13	0.72±0.03	
24.783	1,1,7-三甲基-4-亚甲基十氢-1H-环丙烷[e]萹	0.39±0.38	0.49±0.06	0.10±0.34	0.06±0.72	0.10±0.07	0.06±0.01	0.07±0.05	0.16±0.24	0.59±0.63	0.53±0.45
	种类数量小计	4	5	5	7	7	7	7	7	5	2
	相对含量小计	1.76	2.55	0.92	2.67	2.05	2.50	1.39	1.41	3.03	0.93
	种类数量总计	51	53	52	55	55	55	55	54	54	27

注：“-”为该化合物未检出。

表 2 陈皮腌制期间相对气味活度值的变化分析

Table 2 Analysis of the change in relative odor activity value during citrus peel picking

保留时间/min	中文名	阈值/ ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )	ROAV										
			CPF	CPA	CP1	CP2	CP3	CP4	CP5	CP6	CP7	CP8	
15.745	癸醛	0.1 <sup>[11]</sup>	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00	30.64	7.04	-
19.131	香芹酚	0.033 <sup>[23]</sup>	96.52	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
18.663	百里香酚	0.08	12.96	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
4.238	糠醛	1 <sup>[24]</sup>	6.96	16.37	7.89	34.22	43.47	65.00	80.75	100.00	100.00	100.00	48.50
9.822	D-柠檬烯	41 <sup>[25]</sup>	6.89	20.40	16.85	15.57	16.52	21.19	28.27	34.89	7.02	100.00	-
25.850	吉马烯	1.8 <sup>[26]</sup>	6.83	0.92	0.56	4.15	0.54	5.24	1.53	2.32	3.23	20.83	-
22.235	$\alpha$ -古巴烯	6 <sup>[24]</sup>	2.77	1.41	1.91	1.89	4.49	4.68	7.46	3.53	2.11	2.92	-
14.841	$\alpha$ -蒎烯	5 <sup>[27]</sup>	1.05	1.91	4.27	1.52	5.31	3.46	8.35	3.40	0.99	3.10	-
7.971	$\beta$ -蒎烯	16.6 <sup>[28,29]</sup>	0.67	1.11	1.97	0.08	1.18	1.52	1.63	0.52	0.37	5.09	-
21.494	双戊烯	10 <sup>[29]</sup>	0.39	1.20	1.66	0.10	0.25	0.85	0.88	0.39	0.07	1.55	-
27.506	$\alpha$ -法尼烯	160 <sup>[30]</sup>	0.38	0.11	0.17	0.47	0.55	0.54	0.73	0.72	0.37	-	-
10.214	3-葑烯	44 <sup>[31]</sup>	0.10	0.20	0.12	0.15	0.09	0.10	0.16	0.12	0.07	0.90	-
10.639	蒎品烯	260 <sup>[15]</sup>	0.08	0.13	0.19	0.11	0.12	0.24	0.21	0.27	0.03	0.48	-
6.730	$\alpha$ -水芹烯	40 <sup>[32]</sup>	0.08	0.03	0.05	0.10	0.06	0.17	0.08	0.08	0.15	0.33	-
24.544	$\alpha$ -石竹烯	150 <sup>[33]</sup>	0.08	0.02	0.04	0.13	0.13	0.21	0.24	0.08	0.12	-	-
9.038	间异丙基甲苯	13.3	0.07	0.34	0.12	0.78	0.75	0.39	0.21	1.19	0.33	1.50	-
11.14	蒎品油烯	41 <sup>[15]</sup>	0.06	0.23	0.22	0.15	0.48	0.66	1.24	1.09	0.51	5.30	-
18.794	茴香脑	73 <sup>[34]</sup>	0.06	0.10	0.08	0.07	0.12	0.14	0.10	0.05	-	-	-
23.999	1-石竹烯	160 <sup>[35]</sup>	0.05	0.03	0.02	0.06	0.04	0.05	0.09	0.10	0.11	0.22	-
18.413	紫苏醛	62 <sup>[30]</sup>	0.02	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
11.640	$\alpha$ -蒎品烯	85 <sup>[36]</sup>	0.01	0.03	0.11	0.11	0.04	0.03	0.05	0.28	0.03	0.08	-
16.671	右旋香芹酮	86	0.00	0.03	0.03	0.02	0.03	0.01	0.10	0.12	0.03	-	-
8.701	1,4-桉叶素	4.6 <sup>[37]</sup>	-	-	-	0.26	0.27	0.59	0.60	0.54	-	-	-
2.571	乙酸	1500 <sup>[38]</sup>	-	0.01	0.00	0.00	0.01	0.02	0.03	0.01	0.01	0.01	-
46.291	棕榈酸甲酯	>2000 <sup>[39]</sup>	-	<0.01	-	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	-
关键风味化合物数量			8	7	7	6	6	7	8	8	5	9	-
修饰性风味化合物数量			4	7	7	10	9	10	9	9	8	4	-

注：“-”为该化合物未检出。

### 2.1.2 醛类及酮类物质在腌制存放过程中的变化

醛类是橙类果实成熟期形成的次生代谢产物，在腌制存放过程中，癸醛随腌制存放的进行，相对百分含量不断下降，表明癸醛对九制陈皮挥发性风味的影响随着时间的延长而减小，与林耀盛等人研究发现青梅腌制过程中醛类物质含量与时间呈负相关关系的结果相一致<sup>[16]</sup>。在九制陈皮腌制及存放过程中共检出 2 种酮类化合物，植酮的相对含量在存放 0 个月~6 个月期间呈现总体下降趋势，由 1.23% 下降至 0.07%，表明存放前 6 个月，植酮在总挥发性成分中的占比下降，

右旋香芹酮的相对含量在存放前 6 个月呈现总体上升趋势，第 6 个月时达到最大值 0.36%。而未经处理的柑桔皮在存放过程中右旋香芹酮含量随存放时间含量升高<sup>[14]</sup>，这可能是由于微生物的作用使右旋香芹酮含量发生变化，且不同阶段主要微生物不同，导致物质呈现不同的变化趋势。

### 2.1.3 萜和酚类化合物

萜化合物属于碳氢化合物，部分具有陈香或木香气味，在茶叶中存在较为广泛<sup>[22]</sup>，在陈皮或橙汁中较少报道，在九制陈皮腌制存放过程中共检出 6 种萜化合物，在样品中的相对含量在 1%~4.29% 范围内。酚



类化合物广泛存在于植物中,多具有特殊的芳香气味,在干燥橘皮原料中检出香芹酚和百里香酚两种酚类化合物,相对含量分别为0.43%和0.14%,与丘芷柔等<sup>[4]</sup>研究结果一致,经过腌制后的样品中未检出两种酚类化合物,表明腌制处理导致酚类化合物的损失。

## 2.2 基于气味活度的香气成分分析

结合各物质的嗅觉阈值,对各物质在腌制存放期间的气味活度值变化进行分析,结果如表2所示。

## 3 结论

3.1 本文通过HS-SPME结合GC-MS/O检测九制陈皮腌制存放过程中各时间段样品的挥发性成分组成,共检出58种挥发性成分,得到样品中相对含量最高的挥发性成分为烯烴类化合物,以D-柠檬烯为最高,约50%。紫苏醛、百里香酚和香芹酚只在原料中检出,经腌制处理后成分损失。乙酸、氯化萜烯、香树烯、植酮和棕榈酸甲酯为腌制后出现的成分,可能是由调味料添加及微生物的作用导致,具体原因有待进一步研究。其他成分也在存放期间存在不同的变化趋势,存放至8个月时,挥发性成分种类最少,故建议存放时间不超过8个月。

3.2 通过GC-MS检测结果与嗅觉阈值相结合,分析九制陈皮在腌制存放期间相对气味活度值变化,共检出12种关键风味物质,主要为醛类、酚类物质和烯烴类物质。在腌制处理后至存放前5个月,对样品挥发性风味贡献最大的物质为呈橘皮味的癸醛,存放6~7个月时为呈焦味的糠醛,使九制陈皮同时具备香辛味和陈皮芳香,具体呈香机制有待进一步探讨。研究结果为传统凉果类食品加工过程中风味变化的研究及其加工过程控制提供物质基础。

## 参考文献

- [1] 闵甜,吴晖,赖富饶.利用脐橙皮研制九制陈皮的工艺探究[J].现代食品科技,2011,27(4):448-451  
MIN Tian, WU Hui, LAI Fu-rao. Research on the technology of developing nine-skinned peel using navel orange peel [J]. Modern Food Science and Technology, 2011, 27 (4): 448-451
- [2] 黄天友,钟燕钧.九制陈皮的加工方法[J].食品科学,1993, 11:80  
HUANG Tian-you, ZHONG Yan-jun. Processing method of nine-system Chenpi [J]. Food Science, 1993, 11: 80
- [3] Swiegers J H, Bartowsky E J, Henschke P A, et al. Yeast and bacterial modulation of wine aroma and flavor [J]. Australian Journal of Grape and Wine Research, 2005(11): 139-173
- [4] 柳岩,王杰,罗理勇,等.腌制时间对蜜制柠檬生化、感官和抗氧化特性的影响[J].食品与发酵工业,2017,43(5):173-179  
LIU Yan, WANG Jie, LUO Li-yong, et al. Effect of curing time on the biochemical, sensory and antioxidant properties of honey lemon [J]. Food and Fermentation Industries, 2017, 43 (5): 173-179
- [5] 张鑫,刘素娟,王智磊,等.橘皮表面真菌群落结构多样性分析[J].微生物学通报,2017,44(5):1089-1098  
ZHANG Xin, LIU Su-Juan, WANG Zhi-Lei, et al. Structural diversity analysis of fungal communities on the surface of orange peel [J]. Chinese Journal of Microbiology, 2017, 44 (5): 1089-1098
- [6] 余元善,张友胜,肖更生,等.广式凉果成品中的微生物种群调查[J].广东农业科学,2008,2:68-70  
YU Yuan-shan, ZHANG You-sheng, XIAO Geng-sheng, et al. Investigation of microbial population in cantonese-style cold fruit products [J]. Guangdong Agricultural Sciences, 2008, 2: 68-70
- [7] 刘素娟,张鑫,王智磊,等.陈皮表面优势真菌的分离鉴定及其对药效物质的影响[J].世界科学技术-中医药现代化,2017, 19(4):618-622  
LIU Su-juan, ZHANG Xin, WANG Zhi-lei, et al. Isolation and identification of dominant fungi on Chenpi surface and their effects on medicinal substances [J]. World Science and Technology-Modernization of Traditional Chinese Medicine, 2017, 19 (4): 618-622
- [8] 胡海娥,张金桃,肖南,等.复合酶辅助水浸提九制陈皮的工艺研究[J].农产品加工,2015,24:28-31  
HU Hai-e, ZHANG Jin-tao, XIAO Nan, et al. Study on the technology of extracting nine peels with the help of complex enzyme in water extraction [J]. Agricultural Products Processing, 2015, 24: 28-31
- [9] PENG Yao-yao, Bishop K S, ZHANG Jing-ying, et al. Characterization of phenolic compounds and aroma active compounds in feijoa juice from four New Zealand grown cultivars by LC-MS and HS-SPMEGC-O-MS [J]. Food Research International, 2019, 129: 108873
- [10] Selli S, Kelebek H. Aromatic profile and odour-activity value of blood orange juices obtained from Moro and Sanguinello (*Citrus sinensis* L. Osbeck) [J]. Industrial Crops and Products, 2011, 33(3): 727-733
- [11] Plotto A, Margaría C A, Goodner K L, et al. Odour and flavour thresholds for key aroma components in an orange juice matrix: terpenes and aldehydes [J]. Flavour and Fragrance Journal, 2004, 19(6): 491-498

- [12] Buettner A, Schieberle P. Evaluation of aroma differences between hand-squeezed juices from valencia late and navel oranges by quantitation of key odorants and flavor reconstitution experiments [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2001, 49(5): 2387-2394
- [13] 刘登勇,周光宏,徐幸莲.确定食品关键风味化合物的一种新方法:“ROAV”法[J].*食品科学*,2008,7:370-374  
LIU Deng-yong, ZHOU Guang-hong, XU Xing-lian. “ROAV”Method: A new method for determining key odor compounds of Rugao Ham [J]. *Food Science*, 2008, 7: 370-374
- [14] 丘芷柔,陈彤,贺丽苹,等.固相微萃取优化/GC-MS法分析不同年份陈皮的挥发性成分[J].*现代食品科技*,2017,33(7):238-244  
QIU Zhi-rou, CHEN Tong, HE Li-ping, et al. Analysis of volatile components of Chenpi in different years by solid phase microextraction optimization/GC-MS [J]. *Modern Food Science and Technology*, 2017, 33 (7): 238-244
- [15] XIAO Zuo-bing, WU Qu-yang, NIU Yun-wei, et al. Characterization of the key aroma compounds in five varieties of mandarins by gas chromatography-olfactometry, odor activity values, aroma recombination, and omission analysis [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2017, 65(38): 8392-8401
- [16] 林耀盛,刘学铭,李升锋,等.青梅腌制过程中的风味物质变化[J].*热带作物学报*,2015,36(8):1530-1535  
LIN Yao-sheng, LIU Xue-ming, LI Sheng-feng, et al. Changes of flavor substances in Green Plum curing [J]. *Journal of Tropical Crops*, 2015, 36 (8): 1530-1535
- [17] 刘明春.榨菜加工过程中挥发性风味物质的形成及变化研究[D].重庆:重庆大学,2009  
LIU Ming-chun. Study on the formation and change of volatile flavor substances in the process of mustard [D]. Chongqing: Chongqing University, 2009
- [18] 邓静,李萍萍.大头菜腌制过程中挥发性香味物质变化分析[J].*食品科学*,2013,34(24):225-229  
DENG Jing, LI Ping-ping, Analysis of volatile aroma substances during the pickling process of rutabaga [J]. *Food Science*, 2013, 34(24): 225-229
- [19] 高婷婷,杨绍祥,刘玉平,等.陈皮挥发性成分的提取与分析[J].*食品科学*,2014,35(16):114-119  
GAO Ting-ting, YANG Shao-xiang, LIU Yu-ping, et al. Extraction and analysis of volatile components from Chenpi [J]. *Food Science*, 2014, 35 (16): 114-119
- [20] 徐芳.凉果盐胚中特异性微生物的分离鉴定及调控[D].南昌:江西农业大学,2011  
XU Fang. Isolation, identification and regulation of specific microorganisms in cold fruit salt embryos [D]. Nanchang: Jiangxi Agricultural University, 2011
- [21] 台亚楠,董曼,任婧楠,等.柠檬烯微生物转化的研究进展[J].*食品科学*,2014,35(17):272-277  
TAI Ya-Nan, DONG Man, REN Jing-Nan, et al. Research progress on limonene microbial transformation [J]. *Food Science*, 2014, 35 (17): 272-277
- [22] 马士成,刘春梅,王梦琪,等.六堡茶挥发性成分中的关键香气成分研究[J].*食品科学*,2020,20:191-197  
MA Shi-cheng, LIU Chun-mei, WANG Meng-qi, et al. Analysis of the key aroma compounds in volatile compounds of Liupao teas [J]. *Food Science*, 2020, 20: 191-197
- [23] KONG Cai-lin, LI Ai-hua, SU Jun, et al. Flavor modification of dry red wine from Chinese spine grape by mixed fermentation with *Pichia fermentans* and *S. cerevisiae* [J]. *LWT - Food Science and Technology*, 2019, 109: 83-92
- [24] Iwasa M, Nakaya S, Maki Y, et al. Identification of aroma-active compounds in essential oil from *Uncaria hook* by gas chromatography-mass spectrometry and gas chromatography-olfactometry [J]. *Journal of Oleo Science*, 2015, 64(8): 825-833
- [25] LI Wang, HU Guang-yuan, LEI Liang-bo, et al. Identification and aroma impact of volatile terpenes in Moutai liquor [J]. *International Journal of Food Properties*, 2016, 19(6): 1335-1352
- [26] SUN Hao, NI Hui, YANG Yuan-fan, et al. Sensory evaluation and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) analysis of the volatile extracts of pummelo (*Citrus maxima*) peel [J]. *Flavour and Fragrance Journal*, 2014, 29(5): 305-312
- [27] FENG Shi, Suh J H, Gmitter F G, et al. Differentiation between flavors of sweet orange (*Citrus sinensis*) and Mandarin (*Citrus reticulata*) [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2017, 66(1): 203-211
- [28] LI Li-jun, GONG Jian-ye, WANG Song, et al. Heterologous expression and characterization of a new clone of aspergillus  $\alpha$ -L-rhamnosidase suitable for Citrus juice processing [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2019, 67(10): 2926-2935
- [29] Cuevas-Glory L, Ortiz-Vazquez E, Sauri-Duch E, et al. Characterization of aroma-active compounds in sugar apple (*Annona squamosa* L.) [J]. *Acta Alimentaria*, 2013, 42(1): 102-108
- [30] ZHANG Wen-ling, CHEN Ting-ting, TANG Jian-min, et al.

- Tracing the production area of citrus fruits using aroma - active compounds and their quality evaluation models [J]. *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 2019, 100(2): 517-526
- [31] NIU Yun-wei, WANG Pin-pin, XIAO Qing, et al. Characterization of odor-active volatiles and odor contribution based on binary interaction effects in mango and Vodka cocktail [J]. *Molecules*, 2020, 25(5): 1083
- [32] Miyazawa M, Nagata T, Nakahashi H, et al. Characteristic odor components of essential oil from *Caesalpinia decapetala* [J]. *Journal of Essential Oil Research*, 2012, 24(5): 441-446
- [33] Usami A, Kashima Y, Marumoto S, et al. Characterization of aroma-active compounds in dry flower of *Malva sylvestris* L. by GC-MS-O Analysis and OAV calculations [J]. *Journal Of Oleo Science*, 2013, 62(8): 563-570
- [34] Zeller A, Rychlik M. Impact of estragole and other odorants on the flavour of anise and tarragon [J]. *Flavour and Fragrance Journal*, 2007, 22: 105-113
- [35] Ozkara K T, Amanpour A, Guclu G, et al. GC-MS-Olfactometric differentiation of aroma-active compounds in turkish heat-treated sausages by application of aroma extract dilution analysis [J]. *Food Analytical Methods*, 2019, 12(3): 729-741
- [36] Nakamura A, Miyazawa M. Evaluation of volatiles from *Ampelopsis brevipedunculata* var. *heterophylla* using GC-olfactometry, GC-MS and GC-pulsed flame photometric detector [J]. *J Oleo Sci*, 2013, 62(9): 645-655
- [37] Zeller A, Rychlik M. Character impact odorants of fennel fruits and fennel tea [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2006, 54(10): 3686-3692
- [38] Sellami I, Mall V, Schieberle P. Changes in the key odorants and aroma profiles of Hamlin and Valencia orange juices not from concentrate (NFC) during chilled storage [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2018, 66(28): 7428-7440
- [39] ZHANG Yan-yan, Hartung N M, Fraatz M A, et al. Quantification of key odor-active compounds of a novel nonalcoholic beverage produced by fermentation of wort by shiitake (*Lentinula edodes*) and aroma genesis studies [J]. *Food Research International*, 2015, 70: 23-30.
- [40] 高世阳,孙志栋,杜新勇,等.乳酸菌对低盐腌制榨菜理化性质及风味成分的影响[J].现代食品科技,2013,29(11):2663-2668
- GAO Shi-yang, SUN Zhi-dong, DU Xin-yong, et al. Effects of lactic acid bacteria on the physicochemical properties and flavor components of low-salt pickled mustard [J]. *Modern Food Science and Technology*, 2013, 29(11): 2663-2668
- [41] Parker J K. Introduction to aroma compounds in foods [J]. *Flavour Development, Analysis and Perception in Food and Beverages*, 2015: 3-30
- [42] Dharmawan J, Kasapis S, Sriramula P, et al. Evaluation of aroma-active compounds in pontianak orange peel oil (*Citrus nobilis* Lour. var. *Microcarpa* Hassk.) by gas chromatography olfactometry, aroma reconstitution, and omission test [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2009, 57(1): 239-244
- [43] Miyazawa M, Usami A, Tanaka T, et al. Sexual differences in chemical composition and aroma-active compounds of essential oil from flower buds of *Eurya japonica* [J]. *Journal of Oleo Science*, 2016, 65(4): 357-363

---

(上接第 235 页)

- [27] Shew Y W, Kwong C K. Optimization of the plated through hole (PTH) process using experimental design and response surface methodology [J]. *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, 2002, 20(10): 758-764
- [28] 孙雪婷,蒋玉蓉,袁俊杰,等.响应面法优化提取藜麦种子黄酮及抗氧化活性[J].中国食品学报,2017, 17(3): 127-133
- SUN Xue-ting, JIANG Yu-rong, YUAN Jun-jie, et al. Optimization of extraction and antioxidant activity of flavonoids from quinoa seeds by Response Surface Methodology [J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2017, 17(3): 127-133
- [29] Muralidhar R V, Chirmamila R R, Merchant R. Response surface approach for the comparison of lipase production by *Candida* using two different carbon sources [J]. *Biochemistry Engineering Journal*, 2001, 9(1): 17-19
- [30] 高春梅,柳明珠,吕少瑜,等.海藻酸钠水凝胶的制备及其在药物释放中的应用[J].化学进展,2013,25(6):1012-1022
- GAO Chun-mei, LIU Ming-zhu, LU Shao-yu, et al. Preparation of alginate hydrogel and its application in drug delivery [J]. *Progress in Chemistry*, 2013, 25(6): 1012-1022