

川法小曲白酒香气成分测定条件优化

Optimization on determination conditions for aromatic components of Sichuan Xiaoqu Chinese spirit

吴赫川¹ 周 健¹ 张宿义² 马莹莹¹ 杨建刚¹

WU He-chuan¹ ZHOU Jian¹ ZHANG Su-yi² MA Ying-ying¹ YANG Jian-gang¹

(1. 四川理工学院生物工程学院, 四川 自贡 643000; 2. 泸州老窖股份有限公司, 四川 泸州 646000)

(1. Bioengineering Institute, Sichuan University of Science & Engineering, Zigong, Sichuan 643000, China;

2. Luzhou Laojiao Co., Ltd., Luzhou, Sichuan 646000, China)

摘要:利用顶空固相微萃取(HS—SPME)技术和气相色谱质谱联用仪(GC—MS)相结合的方法,定性分析川法小曲白酒香气成分组成,并对影响顶空固相微萃取效果的因素进行优化。试验结果表明:20% vol、45%装液量、0.1 g/mL 氯化钠、45℃平衡温度、平衡 30 min、萃取 50 min 下萃取效果最佳。该条件下,测得川法小曲白酒中 45 种香气成分,其中酯类 29 种,醇类 5 种,醛类 1 种,其它成分 10 种。

关键词:小曲酒;香气成分;顶空固相微萃取;气相色谱质谱联用仪

Abstract: Headspace solid-phase microextraction (HS—SPME) and gas chromatography coupled with mass spectrometry (GC—MS) were used for the qualitative determination of aromatic components in Sichuan Xiaoqu Chinese spirit samples. The effect factors of HS—SPME were optimized, such as alcohol content in sample, sample volume in headspace glass vial, concentrations of sodium chloride, equilibrium temperature and time, desorption time. The best extraction performance was achieved under the following conditions: 20% vol alcohol content in sample, 45% sample volume in headspace glass vial with addition of 0.1 g/mL sodium chloride, 30min equilibrium time at 45℃, 30 min headspace adsorption time. In this condition, there were 45 aromatic components were extracted, including 29 esters, 5 higher alcohols, 1 aldehydes, 10 others.

Keywords: Sichuan Xiaoqu Chinese spirit; aromatic components;

headspace solid-phase microextraction; gas chromatography-mass spectrometer

四川固态法小曲清香型白酒源远流长、香型独特、口感典型,与固态法大曲清香型白酒、固态法麸曲清香型白酒共同组成了清香型白酒的三大类型^[1]。小曲白酒是中国白酒的主要酒种之一,每年生产量达白酒总生产量的 30% 左右。广泛分布在云、贵、川、重庆等地,以四川产量最大,常称“川法小曲白酒”^[2]。川法小曲白酒经历多次技术改良,产品最终被确定为固态法小曲清香型白酒。其生产特点是:原料不需粉碎处理,纯种根霉和酵母制曲,用曲量小,生产周期短(发酵 7 d),原料出酒率高,酒质醇香柔和,符合乡镇企业发展的需要,逐步形成稳定发展的形势^[3]。

从 20 世纪 60 年代起,食品中香气成分的研究鉴定工作开始系统化,由于感官评价的正确使用,更多重要化合物被鉴定出来。目前为止,已经鉴定出来的风味化合物超过 7 000 种^[4]。在白酒中,酒精与水约占总量的 98%~99%,但决定白酒质量和风格的却是许多微量的(占总量 1%~2%)呈香呈味有机化合物及其量比关系^[5]。据粗略统计^[6],白酒中已检测出 342 种风味成分,其中定量检出 180 种以上。由于白酒中一些能够感官的挥发性风味物质,其阈值及所占比例不尽相同,探究酒体的特征香气成分及香气成分构成规律具有一定的难度,但是意义重大。

目前,研究者们主要是对川法小曲白酒酿酒原料、小曲、工艺技术、陈化等方面进行研究,对其香气成分研究方面鲜见报道^[1]。顶空固相微萃取(HS—SPME)技术具有操作时间短、样品用量少、无需溶剂处理、重现性好^[7-10]等优点,在样品的香气成分研究中经常用于样品的预处理^[11-12]。张明霞等^[13-14]在优化 HS—SPME 条件时考虑的因素有装液量、氯化钠浓度、平衡温度、萃取温度、萃取时间,然而在白酒中

基金项目:四川省(科技厅)科技创新苗子工程(编号:2015022);四川理工学院人才引进项目(编号:2015RC14);自贡市重点科技计划项目(编号:2015NY24);泸州老窖科研奖学金项目(编号:13jzk07);四川省大学生创新创业计划(编号:201510622055)

作者简介:吴赫川,男,四川理工学院在读硕士研究生。

通讯作者:杨建刚(1961—),男,四川理工学院教授,博士。

E-mail: jgyang29@163.com

收稿日期:2015—08—25

乙醇的浓度高低会影响其他香气成分的挥发效果,因此白酒样品的酒精浓度也应该优化。此外,样品的挥发性成分种类数量应该和挥发性成分的峰面积共同作为评价萃取效果的参考指标。Tat L 等^[15]利用 HS—SPME—GC—MS 技术分析蒸馏酒风味物质组成(如威士忌、伏特加等)的研究表明,样品预处理条件的优化已成为酒样研究的关键所在。

本试验拟选用的白酒样品为重庆永川区市售高粱酒(川法小曲白酒),该酒在 20 世纪 80 年代非常出名,生产工艺成熟、产品酒度高、质量好,具有一定的代表性^[2]。通过对样品酒精浓度、装液量、氯化钠浓度、平衡温度、平衡时间及萃取时间 6 个因素的萃取条件优化,确定 HS—SPME 萃取白酒香气成分的最佳条件,使得 GC—MS 分析检测到更多的信息。旨为分析市售川法小曲白酒挥发性风味物质的构成规律、构建川法小曲白酒指纹图谱提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

高粱酒(63% vol):清香型川法小曲白酒,重庆永川区市售;

气相色谱质谱联用仪:Agilent 6890 GC 和 5975 MS,美国安捷伦科技有限公司;

色谱柱:DB-WAX 60 m×250 μm×0.25 μm,美国安捷伦科技有限公司;

SPME 手动进样手柄:上海安谱科学仪器有限公司;

萃取头:50/30UM DVB/CAR on PDMS,美国 Supelco 公司。

1.2 试验方法

1.2.1 气相色谱及质谱条件 色谱柱为 DB-WAX 60 m×250 μm×0.25 μm,250℃解析 3 min;GC 程序升温:35℃保持 5 min,以 5℃/min 升温至 100℃,保持 2 min,以 15℃/min 升温至 230℃,保持 10 min。载气:99.999% 氦气,载气流速:1 mL/min。质谱条件:EI 离子源,离子源温度 230℃,电离方式采用 70 eV 电子离子化模式,接口温度 250℃。扫描质量范围为 30~500 amu。香气成分的定性:用 NIST05a.L 谱库进行初步鉴定,结合相关文献资料,去掉匹配度小于 85%的成分。

1.2.2 顶空固相微萃取条件 首先对萃取头进行老化(未使用过的萃取头 230℃老化 30 min,使用过的 230℃老化 5 min),20 mL 顶空瓶中加入一定量的样品和氯化钠,然后置于一定温度的恒温水浴锅中平衡一段时间,最后插入萃取头进行样品的香气成分收集。萃取头距离样品液面 1 cm,香气成分收集完之后手动进样于 GC—MS,色谱分析。采用爬山法(逐步提高法)对样品酒精度、样品装液量、氯化钠添加量、平衡温度、平衡时间、萃取时间进行优化,设计方案见表 1。

2 结果与分析

根据 GC—MS 数据结果,分析不同条件下的香气成分峰面积(不含乙醇)和香气成分总数,综合两个指标确定 HS—SPME 预处理川法小曲白酒的最优萃取条件。

表 1 顶空固相微萃取优化方案					
Table 1 Optimization scheme of the headspace solid phase microextraction					
样品酒精度/% vol	样品装液量/%	氯化钠/(g·mL ⁻¹)	平衡温度/℃	平衡时间/min	萃取时间/min
5	20	0.00	30	0	20
10	30	0.10	40	20	30
20	40	0.15	45	30	40
30	45	0.20	50	40	50
35	50	0.25	60	50	60
40	60	0.30	70	60	—
50	70	—	—	—	—
63	—	—	—	—	—

2.1 样品酒度

20 mL 顶空瓶中装入 10 mL 经超纯水稀释的白酒样品(5%,10%,20%,30%,35%,40%,50%,63% vol)、2 g 氯化钠,于 50℃恒温水浴锅中平衡 30 min 后,萃取 30 min。手动进样,解析 3 min 后,GC—MS 运行分析香气成分,结果见图 1、2。

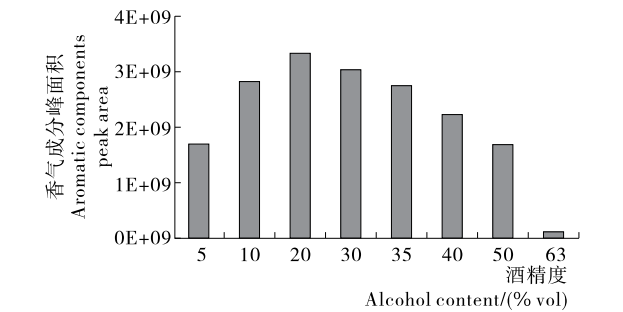


图 1 酒精度对香气成分峰面积的影响
Figure 1 Effect of alcohol content on aromatic components peak area

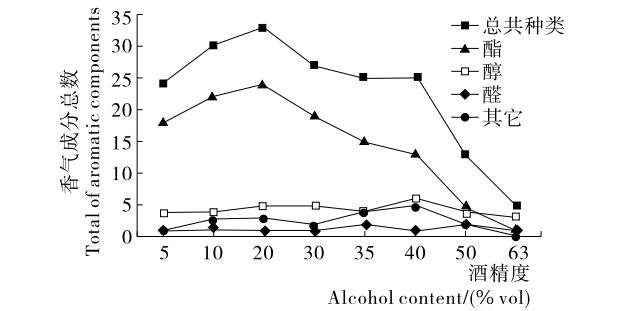


图 2 酒精度对香气成分总数的影响
Figure 2 Effect of alcohol content on total of aromatic components

顶空瓶中酒样的酒精度数,直接决定酒精挥发程度的大小,酒度浓度越大酒精挥发程度越高,除酒精以外的香气成分吸附在萃取头上的效果就越低。由图 1 可知,酒度对香气成分峰面积结果影响明显,香气成分峰面积先随着酒度的增加而增加,随后减少,在 20% vol 时取得最大的香气成分峰面积。由图 2 可知,固相微萃取装置萃取酯类香气物质成分随着酒度的增加而增加,当酒度超过 20% vol 后,酯类香气

成分种类逐渐减少。醇类、醛类以及其它物质随着酒度的增加,变化不是很明显。从检测到的香气成分种类和香气成分峰面积来看,在酒度 20% vol 时,有最大的峰面积和最大的香气种类 33 种。所以选择 20% vol 的酒样进行以下试验。

2.2 样品装液量

20 mL 顶空瓶中装入经超纯水稀释后的 20% vol 的白酒样品(4,6,8,9,10,12,14 mL),加入 0.2 g/mL 的氯化钠,于 50℃ 恒温水浴锅中平衡 30 min 后,萃取 30 min。手动进样,解析 3 min 后,GC—MS 运行分析香气成分,结果见图 3、4。

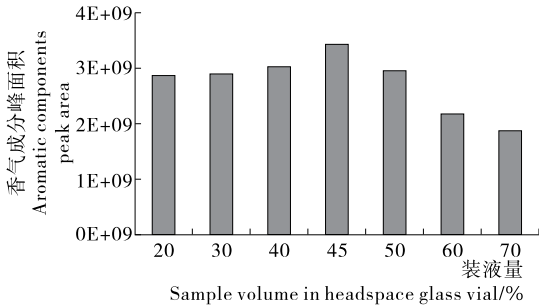


图 3 装液量对香气成分峰面积的影响

Figure 3 Effect of sample volume in headspace glass vial on aromatic components peak area

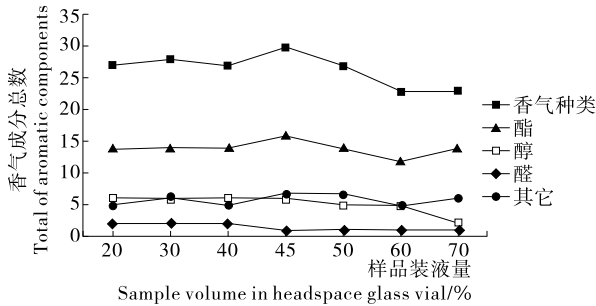


图 4 装液量对香气成分总数的影响

Figure 4 Effect of sample volume in headspace glass vial on total of aromatic components

顶空瓶中装液量的比例直接影响到顶空瓶中气相与液相的体积比,从而影响两相间香气成分挥发的分配平衡系数,香气成分的挥发程度。由图 3 可知,随着装液量的增大,香气成分峰面积有一个缓慢增大再减小的变化。装液量从 20% 到 40% 时,香气成分的峰面积相差不大,在 45% 时,有一定的增大,相比 20% 的峰面积增加了 16.6%。装液量大于 45% 以后,香气成分峰面积逐渐减小。从图 4 中香气成分种类可以看出,酯类、醇类、醛类的变化幅度不大,装液量在 45% 时取得最大值。所以选取装液量为 45%,即 20 mL 的顶空瓶中装入 9 mL 的酒样。

2.3 氯化钠浓度

20 mL 顶空瓶中装入经超纯水稀释后的 20% vol 的白酒样品 9 mL,加入氯化钠(0.00,0.90,1.35,1.80,2.25,2.70 g),于 50℃ 恒温水浴锅中,平衡 30 min 后,萃取 30 min。手动进样,解析 3 min 后,GC—MS 运行分析香气成分,结果见图 5、6。

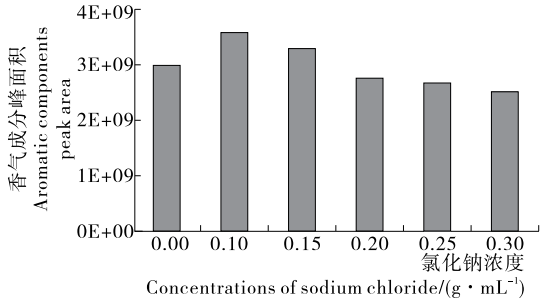


图 5 氯化钠浓度对香气成分峰面积的影响

Figure 5 Effect of concentrations of sodium chloride on aromatic components peak area

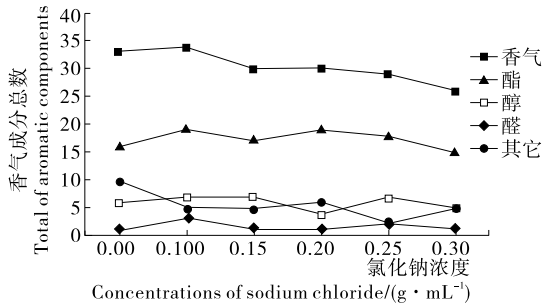


图 6 氯化钠浓度对香气成分总数的影响

Figure 6 Effect of concentrations of sodium chloride on total of aromatic components

离子强度会降低香气成分在溶液中的溶解度,从而影响其气液两相间的分配平衡系数^[13]。由图 5 可知,添加 0.10 g/mL 氯化钠的香气成分峰面积比不添加的大 16.99%,可见添加氯化钠对香气成分的挥发有明显的促进作用。添加 0.10 g/mL 氯化钠比添加 0.15 g/mL 时峰面积大 7.21%。但当添加浓度大于 0.15 g/mL 时,香气成分峰面积小于不添加氯化钠的,可能是液体量比较少,加入的氯化钠影响了顶空瓶中的体积,影响了分配平衡系数,从装液量的试验结果可知,超过一定量体积不利于香气成分的挥发。但当加入的氯化钠量比较少时(0.10 g/mL),明显影响了香气成分在两相的分配,比不添加和添加 0.15 g/mL 的大,再结合图 6 中香气成分的种类,在 0.10 g/mL 添加量时有最大的香气成分种类。综合考虑,0.10 g/mL 氯化钠添加量效果较好。

2.4 平衡温度

20 mL 顶空瓶中装入经超纯水稀释后的 20% vol 的白酒样品 9 mL,加入氯化钠 0.9 g,于恒温水浴锅中,不同温度(30,40,45,50,55,60℃)平衡 30 min 后,萃取 30 min。然后 GC—MS 进样分析,结果见图 7、8。

挥发性物质从液相挥发到气相,温度是一个很重要的影响因素,直接影响两相间的分配平衡系数。温度越高,挥发越快,挥发成分相对较多,不稳定的物质也容易分解或者合成。由图 7 可知,随着温度的升高,香气成分的峰面积先逐渐增大再略微下降。在 45℃ 有最大的峰面积。超过 45℃ 后,峰面积有较小的下降但变化幅度不大。图 8 中的香气成分种类总数也是先增大再略微下降。45℃ 时香气成分种类最多(39 种),其中酯类占 66.7%;醇类、醛类的香气成分数量变化不大。综合考虑,45℃ 的平衡温度效果较好。

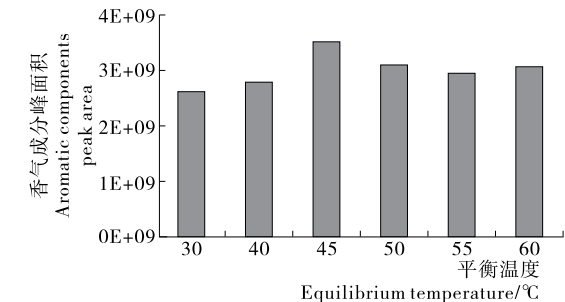


图 7 平衡温度对香气成分峰面积的影响
Figure 7 Effect of equilibrium temperature on aromatic components peak area

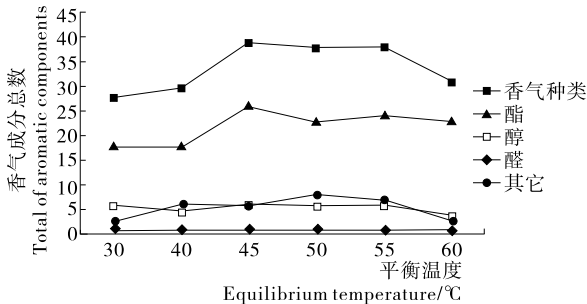


图 8 平衡温度对香气成分总数的影响
Figure 8 Effect of equilibrium temperature on total of aromatic components

2.5 平衡时间

20 mL 顶空瓶中装入经超纯水稀释后的 20% vol 的白酒样品 9 mL, 加入氯化钠 0.9 g, 于 45 °C 恒温水浴锅中, 平衡不同时间(0, 20, 30, 40, 50, 60 min), 萃取 30 min。手动进样于 GC—MS 分析香气成分, 结果见图 9、10。

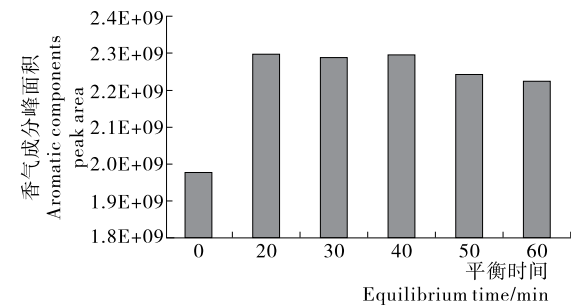


图 9 平衡时间对香气成分峰面积的影响
Figure 9 Effect of equilibrium time on aromatic components peak area

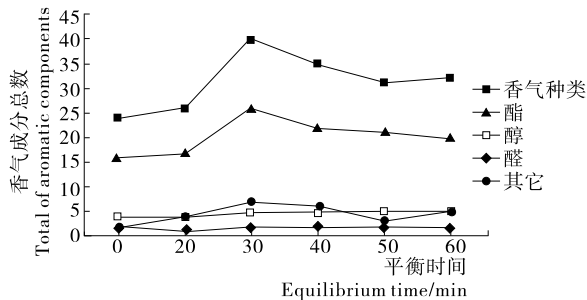


图 10 平衡时间对香气成分总数的影响
Figure 10 Effect of equilibrium time on total of aromatic components

由图 9 可知, 未经平衡直接萃取进样时, 得到的香气成分峰面积远低于经平衡处理的。平衡 20 min 时较不平衡的大 16.1%, 20 min 后, 香气成分峰面积变化不大。由图 10 可知, 平衡 30 min 的香气成分种类最多, 且酯类香气成分的数量也大于其它平衡时间的。故以 30 min 为最优平衡时间。

2.6 萃取时间

20 mL 顶空瓶中装入经超纯水稀释后的 20% vol 的白酒样品 9 mL, 加入氯化钠 0.9 g, 于 45 °C 恒温水浴锅中, 平衡 30 min, 萃取不同时间(20, 30, 40, 50, 60 min)。GC—MS 手动进样分析, 结果见图 11、12。

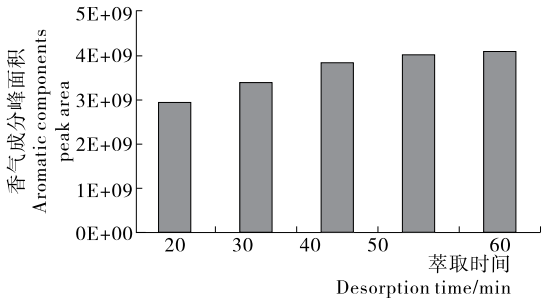


图 11 萃取时间对香气成分峰面积的影响
Figure 11 Effect of desorption time on aromatic components peak area

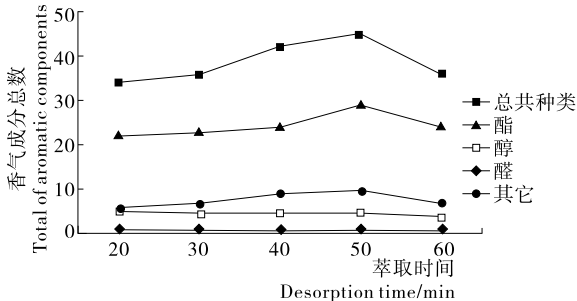


图 12 萃取时间对香气成分种类的影响
Figure 12 Effect of desorption time on total of aromatic components

由图 11 可知, 随着萃取时间的增加, 香气成分峰面积增大, 40 min 后趋于稳定。由图 12 可知, 50 min 时香气成分种类最多(45 种), 且酯类最多(29 种)。故萃取时间取 50 min 效果最佳。

2.7 固相微萃取 GC—MS 分析样品香气成分

利用优化出的方案: 酒精度 20% vol, 装液量 45%, 氯化钠 0.1 g/mL, 平衡温度 45 °C, 平衡时间 30 min, 萃取时间 50 min, 进行验证实验。结果(图 13 和表 2)表明, 峰分离效果良好、重现性良好, 共检出 45 种香气成分, 其中酯类 29 种, 醇类 5 种, 醛类 1 种, 其它 10 种; 酯类在总香气成分中占 77.510%, 主要有癸酸乙酯、十二酸乙酯、辛酸乙酯、十二烷基异戊酯、乙酸苯乙酯、正己酸乙酯、乙酸乙酯、乙酸异戊酯; 醇类占 22.281%, 主要有异戊醇、异丁醇、1-辛醇、苯乙醇、正己醇; 醛类含量相对较少, 为糠醛。己酸乙酯为浓香型白酒的特征香气成分, 浓度高达 273 mg/100 mL^[16], 本试验也检测到己酸乙酯, 不过含量相对较低(2.33%), 表明川法小曲白酒中存在己酸乙酯, 但不是主要的挥发性香气成分。

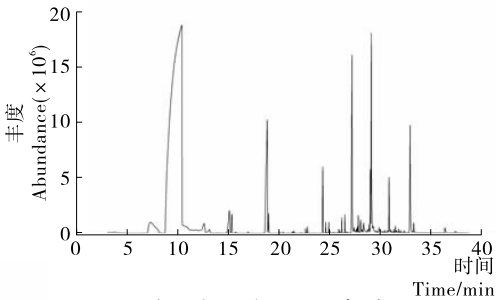


图 13 香气成分总离子流色谱图

Figure 13 Total ion current chromatogram of aromatic components

表 2 固相微萃取香气成分的结果

Table 2 The results of the aromatic components based on the headspace solid phase microextraction

序号	保留时间/ min	匹配项名称	峰面积百分比 含量/%
1	7.195	乙酸乙酯	10.33
2	12.361	丁酸乙酯	0.69
3	14.881	异丁醇	1.72
4	15.219	乙酸异戊酯	2.07
5	17.442	右旋萜二烯	0.29
6	18.657	异戊醇	19.52
7	18.929	正己酸乙酯	2.33
8	19.823	苯乙烯	0.17
9	20.367	乙酸己酯	0.16
10	22.131	庚酸乙酯	0.17
11	22.584	乳酸乙酯	0.22
12	22.765	正己醇	0.15
13	24.342	辛酸乙酯	16.00
14	24.693	己酸异戊酯	0.14
15	24.868	糠醛	0.48
16	24.959	乙酸辛酯	0.59
17	25.859	壬酸乙酯	0.65
18	26.07	正辛酸异丁酯	0.08
19	26.143	1-辛醇	0.45
20	26.856	1-石竹烯	0.18
21	27.218	癸酸乙酯	17.09
22	27.382	辛酸 3-甲基丁酯	0.75
23	27.436	反式-4-癸烯酸乙酯	0.17
24	27.557	环癸烷	0.15
25	27.593	乙酸癸酯	0.34
26	27.672	9-癸烯酸乙酯	0.74
27	28.155	十一酸乙酯	0.33
28	28.288	癸酸异丁酯	0.25
29	28.457	萘	0.23
30	28.493	D-杜松烯	0.22
31	28.965	乙酸苯乙酯	2.39
32	29.073	月桂酸乙酯, 十二酸乙酯	16.04
33	29.249	癸酸正戊酯	0.86
34	29.841	苯乙醇	0.44

续表 2

序号	保留时间/ min	匹配项名称	峰面积百分比 含量/%
35	30.378	十四酸乙酯/肉豆蔻酸乙酯	0.14
36	30.674	N-(2-三氟甲基苯)-3-吡啶甲酰胺肼	0.21
37	30.813	十二烷基异戊酯	2.94
38	31.279	十五酸乙酯	0.20
39	31.557	6,10,14-三甲基-2-十五烷酮	0.18
40	31.756	十五酸乙酯	0.23
41	31.937	全氢苊	0.23
42	32.892	十六酸乙酯	0.13
43	33.152	9-十六碳烯酸乙酯	0.09
44	36.293	油酸乙酯	1.15
45	37.309	亚油酸乙酯	0.97

3 结论

本试验采用顶空固相微萃取技术与气相色谱质谱联用仪相结合的方法,分析川法小曲白酒香气成分组成,对影响固相微萃取试验效果的条件进行优化,最终得出,酒度 20% vol,装液量 45%,氯化钠浓度 0.1 g/mL,平衡温度 45 ℃,平衡时间 30 min,萃取时间 50 min 为最佳方案,定性分析出 45 种香气成分,其中酯类 29 种,醇类 5 种,醛类 1 种,其它 10 种。

本试验方法操作简单,重现率高,适合白酒样品的分析检测,可为进一步定量分析川法小曲白酒,全面掌握川法小曲白酒香气成分的呈香规律和构建清香型川法小曲白酒的指纹图谱提供参考。后续可以结合直接进样技术和静态顶空技术,对川法小曲白酒进行定性定量分析,以进一步揭示川法小曲白酒香气成分的构成规律。

参考文献

[1] 吴赫川, 马莹莹, 杨建刚, 等. 川法小曲白酒发展现状及其瓶颈问题分析[J]. 安徽农业科学, 2014 (33): 11 850-11 853, 11 856.

[2] 李大和, 李国红. 川法小曲白酒生产技术(一)[J]. 酿酒科技, 2006(1): 117-121.

[3] 王和才, 李金生, 钱菊根. 中国酿酒小曲生产现状的调查与分析[J]. 中国酿造, 2011(5): 13-17.

[4] 范文来, 徐岩. 酒类风味化学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2014: 1-5.

[5] 陈育新, 韩珍, 郭庆东. 中国白酒中呈香呈味物质研究进展[J]. 食品研究与开发, 2015, 36(2): 140-142.

[6] 沈怡方. 白酒生产技术全书[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2014: 762-770.

[7] Fan Wen-lai, Michael C Qian. Headspace solid phase microextraction (HS-SPME) and gas chromatography-olfactometry dilution analysis of young and aged Chinese “Yanghe Daqu” liquors [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2005, 53 (20): 7 931-7 938.

(下转第 187 页)

3 结论

随着全麦粉取代率从 0 增加到 100%,峰值黏度、最低黏度、最终黏度和峰值时间均呈显著的下降趋势,分别下降了 54.5%,64.6%,50.0%,12.0%。与空白相比,全麦粉取代率为 20%时,糊化温度上升了 22.9%,但全麦粉取代率超过 20%后,糊化温度的变化幅度不大,衰减值和回生值也均随着全麦粉取代率的增加呈显著的下降趋势;与空白相比,100%全麦粉取代率的石梅盘香饼面团的吸水率、面团形成时间和稳定时间分别增加了 5.80%和 5.25,8.10 min,粉质质量指数增大了 4.5 倍;面团醒发 135 min 时,面团的拉伸曲线面积、拉伸阻力和延伸度分别降低了 48.8%,33.6%,24.5%。全麦粉对石梅盘香饼色泽、口感、风味及起酥效果均产生影响。最终确定全麦石梅盘香饼中全麦粉的最佳取代量为 80 g(100 g 混粉)。

参考文献

[1] Borneo R, León A E. Whole grain cereals; functional components and health benefits [J]. Food and Function, 2012, 3(2): 110-119.

[2] 刘宏,汪丽萍,刘明,等. 稳定化全麦粉的品质评价[J]. 食品与机械, 2012, 28(2): 6-8.

[3] 赵二劳,王璐. 膳食纤维的保健功能及其制备研究进展[J]. 食品与机械, 2011, 27(3): 165-168.

[4] Ahmed A, Anjum F M, Ur Rehman S, et al. Bioavailability of calcium, iron and zinc fortified whole wheat flour chapatti [J]. Plant Foods for Human Nutrition, 2008, 63(1): 7-13.

[5] Needham A S, Beck E J, Johnson S K. Sorghum; an underutilized cereal whole grain with the potential to assist in the prevention of chronic disease [J]. Food Reviews International, 2015, 31(4): 401-437.

[6] 谭斌,刘明,吴娜娜,等. 发展糙米全谷物食品 改善国民健康状况[J]. 食品与机械, 2012, 28(5): 2-5.

[7] 杜振亚,陈复生,布冠好. 小麦麸皮及其保健功能研究进展[J]. 食品与机械, 2015, 31(1): 253-256.

[8] Pietinen P, Rimm E B, Korhonen P, et al. Intake of dietary fiber and risk of coronary heart disease in a cohort of Finnish men. The alpha-tocopherol, beta-carotene cancer prevention study [J]. Circulation, 1996, 94(11): 2 720-2 727.

[9] Huang Tao, Xu Min, Lee A, et al. Consumption of whole grains and cereal fiber and total and cause-specific mortality: prospective analysis of 367, 442 individuals [J]. BMC Medicine, 2015, 10: 1-9.

[10] Andersson U, Rosén L, Östman E, et al. Metabolic effects of whole grain wheat and whole grain rye in the C57BL/6J mouse [J]. Nutrition, 2010, 26: 230-239.

[11] Wang Su-nan, Opassathavorn A, Zhu Fan. Influence of quinoa flour on quality characteristics of cookie, bread and Chinese steamed bread [J]. Journal of Texture Studies, 2015, 46(4): 281-292.

[12] 魏益民. 谷物品质与食品加工: 小麦籽粒品质与食品加工 [M]. 北京: 中国农业科学技术出版社, 2005: 87-88.

[13] 刘强,田建珍,李佳佳. 小麦粉粒度对其糊化特性影响的研究 [J]. 现代面粉工业, 2012(6): 16-20.

[14] 任洪涛,程丽英,华慧颖,等. 杂粮配粉对面粉及饼干品质的影响[J]. 食品科学, 2010, 31(17): 77-80.

[15] Fustier P, Castaigne F, Turgeon S L, et al. Flour constituent interactions and their influence on dough rheology and quality of semisweet biscuits: A mixture design approach with reconstitu-

ted blends of gluten, water-solubles and starch fractions [J]. Journal of Cereal Science, 2008, 48(1): 144-158.

[16] Chen Jian-sheng, Fei Mei-juan, Shi Cui-lan, et al. Effect of particle size and addition level of wheat bran on quality of dry white Chinese noodles [J]. Journal of Cereal Science, 2011, 53(2): 217-224.

[17] 温纪平,李利民,郑学玲. 面粉的吸水量及面粉组分对吸水量的影响[J]. 四川粮油科技, 2000(4): 30-32.

[18] Schmiele M, Jaekel L Z, Patricio S M C, et al. Rheological properties of wheat flour and quality characteristics of pan bread as modified by partial additions of wheat bran or whole grain wheat flour [J]. International Journal of Food Science and Technology, 2012, 47(10): 2 141-2 150.

[19] Barros F, Alviola J N, Rooney L W. Comparison of quality of refined and whole wheat tortillas [J]. Journal of Cereal Science, 2010, 51(1): 50-56.

[20] 谢洁,周剑新,李梅,等. 小麦麸皮对面团流变学特性及馒头品质的影响[J]. 粮油加工, 2010(9): 58-61.

[21] 赵文华,魏彩娇,白瑞平,等. 麦麸膳食纤维对面团流变学特性及馒头品质的影响[J]. 粮食加工, 2009, 34(3): 16-19.

[22] 豆康宁,张臻,李素萍. 小麦膳食纤维对面粉流变学特性的影响[J]. 粮食加工, 2014, 39(5):16-17.

[23] 王苏闽,闾怀申. 添加豆皮与麦麸膳食纤维的面团流变学特性研究[J]. 现代面粉工业, 2010(2): 41-44.

[24] Li Juan, Hou G G, Chen Zheng-xing, et al. Studying the effects of whole-wheat flour on the rheological properties and the quality attributes of whole-wheat saltine cracker using SRC, alveograph, rheometer, and NMR technique [J]. LWT-Food Science and Technology, 2014, 55(1): 43-50.

(上接第 92 页)

[8] Watts V A, Butzke C E, Boulton R B. Study of aged Cognac using solid-phase microextraction and partial least -squares regression[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2003, 51(8): 7 738-7 742.

[9] Pino J A. Characterization of rum using solid-phase microextraction with gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Chemistry, 2007, 104(1): 421-428.

[10] Pena R M, Barciela J, Herrero C, et al. Headspace solid-phase microextraction gas chromatography-mass spectrometry analysis of volatiles in orujo spirits from a defined geographical origin [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2008, 56 (8): 2 788-2 794.

[11] 孙夏冰,王松涛,陆震鸣,等. 浓香型大曲酒窖泥中挥发性化合物的测定与分析[J]. 食品与机械, 2013, 29(6): 54-58.

[12] 卫春会,边名鸿,黄治国,等. 桑椹酒香气成分的 HS—SPME—GC—MS 分析[J]. 食品与机械, 2013, 29(3): 27-30.

[13] 张明霞,赵旭娜,杨天佑,等. 顶空固相微萃取分析白酒香气物质的条件优化[J]. 食品科学, 2011, 32(12): 49-53.

[14] 李国栋,孙宗保. 利用响应面法优化 HS—SPME 镇江香醋香气成分的条件[J]. 中国酿造, 2009(8): 45-48.

[15] Tat L, Comuzzo P, Stolfo I. Optimization of wine headspace analysis by solid-phase microextraction capillary gas [J]. Food Chemistry, 2005, 93(2): 361-369.

[16] Zheng Jia, Liang Ru, Wu Chong-de, et al. Discrimination of different kinds of Luzhou-flavor raw liquors based on their volatile features[J]. Food Research International, 2014, 56: 77-84.