

葡萄酒香气成分萃取中固相微萃取纤维的选择

陶永胜, 李 华

(西北农林科技大学 葡萄酒学院, 陕西 杨凌 712100)

【摘 要】 【目的】针对葡萄酒香气成分气相色谱分析的要求, 比较了 3 种固相微萃取纤维萃取葡萄酒香气成分的效果。【方法】选用常用的 PA、PDMS/DVB、PDMS 3 种固相微萃取纤维进行葡萄酒香气成分的富集、浓缩处理, 然后用 GC-MS 检测香气成分。通过对不同固相微萃取纤维萃取香气成分的数量、化学种类以及各类化合物累积峰面积标准化值的比较, 评价供试固相微萃取纤维萃取葡萄酒香气成分的效果。【结果】3 种固相微萃取纤维萃取出的葡萄酒香气成分中, 高级醇、化学酯和有机酸是主要成分, 萜烯醇、 β -大马酮、挥发性酚和呋喃酮等是微量成分。不同固相微萃取纤维萃取的化合物存在明显差异, PA 萃取出化合物 49 种, PDMS 萃取出 53 种, PDMS/DVB 仅萃取出 38 种。累积峰面积标准化值分析表明, PA 萃取高级醇、有机酸、3-甲硫基-1-丙醇、2(3H)-二氢呋喃酮、2,4-二季丁基苯酚的灵敏度高; PDMS 萃取化学酯类、萜烯醇和 β -大马酮的灵敏度高; PDMS/DVB 几乎萃取各类化合物的灵敏度都低。【结论】在供试的 3 种固相微萃取纤维中, PDMS 是萃取富集绝大多数葡萄酒挥发性成分的最佳纤维。

【关键词】 葡萄酒; 香气成分; 固相微萃取纤维; 气相色谱-质谱联用仪

【中图分类号】 TS262.6

【文献标识码】 A

【文章编号】 1671-9387(2009)08-0211-06

Choosing the best solid phase micro-extraction fiber to extract wine aroma compounds

TAO Yong-sheng, LI Hua

(College of Enology, Northwest A & F University, Yangling, Shaanxi 712100, China)

Abstracts: 【Objective】 In order to choose an optimal solid phase micro-extraction fiber to extract wine aroma compounds for GC analysis, three solid fibers often used in wine aroma compounds extraction were tested. 【Method】 Solid fibers of PA, PDMS/DVB and PDMS were selected. After extracting, the fiber was immediately inserted into GC injector and volatile compounds were analyzed by GC-MS. The Number of extracted compounds, chemical types of them and the cumulative area normalization value were used to compare extracting effects of these three fibers. 【Result】 Results showed that PA, PDMS and PDMS/DVB extracted 49, 53 and 38 aroma compounds in the sample wine respectively. Esters, alcohols and organic acids were the majority of the extracted volatile compounds, while terpinols, β -damascenone, volatile phenols and sulphur compounds were the few. The analysis of cumulative area normalization value indicated that PA was more sensitive to absorbing alcohols and organic acids, PDMS more sensitive to esters, PDMS/DVB least sensitive to alcohols, organic acids and esters. 【Conclusion】 All factors above considred, PDMS was the optimal one to extract more aroma compounds in wine for GC analysis among these three fibers.

Key words: wine; aroma; solid phase micro-extraction; GC-MS

* [收稿日期] 2008-10-28

[基金项目] 国家自然科学基金项目(30571281)

[作者简介] 陶永胜(1977—), 男, 江苏句容人, 讲师, 博士, 主要从事葡萄酒风味化学研究。E-mail: taoyongsheng@nwsuaf.edu.cn

[通信作者] 李 华(1959—), 男, 重庆梁平人, 教授, 博士生导师, 主要从事葡萄与葡萄酒学研究。

E-mail: lihuawine@nwsuaf.edu.cn

葡萄酒中的化合物门类众多,主要包括酚类、黄酮类、花色苷、有机酸、芳香物质等,它们是葡萄酒感官质量的物质基础。葡萄酒与其他酒精产品化学物质组成存在很大差异,故而一些通用方法必须经过优化调整才能适用于葡萄酒中化学物质的检测分析^[1-4]。葡萄酒香气是葡萄酒感官质量的重要方面,是消费者购买葡萄酒时的第一影响因素,香气成分的种类及其含量直接决定了葡萄酒香气的特点与典型性。目前,葡萄酒中香气成分的测定通常采用气相色谱法,但该方法在色谱进样前必须进行香气成分的富集浓缩处理,才能得到良好的色谱分离鉴定效果。传统浓缩富集葡萄酒香气成分多采用有机溶剂液-液萃取法,即通过有机溶剂连续萃取葡萄酒中的挥发性成分,然后低温减压蒸馏,除去大部分溶剂,达到富集浓缩香气成分的目的。所用有机溶剂必须不与香气成分发生化学反应,且沸点低,易于蒸发去除。目前报道的葡萄酒香气成分萃取研究常用的萃取溶剂是二氯甲烷、氟利昂、环己醇等,其中以二氯甲烷萃取富集效果最好^[1,4]。但是,液-液萃取法步骤较多,较长的操作过程常会引起少量香气成分的丢失,或发生意外化学反应产生其他成分,且需要大量高纯度的有机溶剂,费用较高。此外,在色谱分析中,由于溶剂峰出峰早、面积大,导致分子量较小、出峰早的香气成分的分离鉴定受到影响^[5-7]。

近年来,一种全新的样品前处理技术,固相微萃取技术(Solid Phase Micro-extraction, SPME)被广泛用于饮料、烟草、食品、环境、化妆品等部门或行业中样品挥发性成分的分析检测。该方法集采样、萃取、浓缩于一体,萃取纤维可以直接插入 GC 进样口解析成分,克服了液-液萃取法步骤多、易污染的缺点^[1,8-9]。SPME 用于葡萄酒中某些或某类化合物的 GC 分析前处理,如含硫化合物、甲氧基吡嗪等的研究已有报道^[11-13],开发快速检测多种葡萄酒香气成分的 SPME-GC 方法也已经引起很多研究者的关注^[14-16]。然而,固相微萃取技术是根据相似相溶的原理开发设计的,不同化学极性的萃取纤维萃取富集的挥发性成分是否存在差异的,目前很多研究报道没有强调固相微萃取纤维的不同,很多研究结果没有可比性^[17-18]。为此,本研究选择文献报道中常用的 3 种固相微萃取纤维进行葡萄酒香气成分萃取富集的比较研究,通过萃取香气成分的数量、化学种类以及各类化合物累积峰面积的比较,展示不同固相微萃取纤维的萃取效果,以期在选择固相微萃取纤维进行葡萄酒香气成分的研究提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 葡萄酒样品

葡萄酒样品为河北沙城产区容辰葡萄酒庄园 2004 年产梅尔诺葡萄酒。

1.2 固相微萃取纤维及萃取条件

固相微萃取纤维:85 μm Polyacrylate (PA), 65 μm Polydimethylsiloxane/Divinylbenzene (PDMS/DVB), 100 μm Polydimethylsiloxane (PDMS); 固相微萃取装置: Supelco 公司生产。

萃取方法:在 15 mL 装有磁力搅拌子的样品瓶中加入 2.0 g/L NaCl 和 10 mL 葡萄酒,于 40 $^{\circ}\text{C}$ 平衡 10 min,插入固相微萃取纤维,40 $^{\circ}\text{C}$ 吸附 30 min,然后立即将萃取纤维在 GC 进样口解析 2 min 用于 GC-MS 分析,重复 2 次。

1.3 GC-MS 分析条件

仪器:四极杆 TRACE DSQ 气相色谱-质谱联用仪(Thermo-Finnigan, USA)。

GC 条件:DB-Wax (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm) 色谱柱,不分流进样;柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 3 min,以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度升至 160 $^{\circ}\text{C}$,再以 7 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度升至 230 $^{\circ}\text{C}$,保持 8 min。载气为 He,流量为 1 mL/min,进样口温度为 230 $^{\circ}\text{C}$,检测器温度为 230 $^{\circ}\text{C}$ 。质谱条件:EI⁺ 电离源,电子能量为 70 eV,灯丝流量为 0.20 mA。检测器电压为 350 V。扫描范围为 33~450 amu,离子源温度为 230 $^{\circ}\text{C}$ 。

GC-MS 定性:MS 检测峰采用 NIST 谱库和 Willey 谱库检索法定性。

1.4 化合物萃取灵敏度的比较

各类化合物的萃取灵敏度用累积峰面积标准化值(Cumulative area normalization value, CANV)进行评价^[17],累积峰面积标准化值计算分 3 步进行,其计算方法如下。

$$AV_k = [A_{k(\text{PA})} + A_{k(\text{PDMS/DVB})} + A_{k(\text{PDMS})}] / 3;$$

$$NA_{k(X)} = A_{k(X)} / AV_k;$$

$$CA_{k(X)} = \sum_{n=1}^k NA_{n(X)}.$$

式中: AV_k 为 3 种固相微萃取纤维萃取化合物 k 测量时的峰面积平均值; $A_{k(X)}$ 为 X 固相微萃取纤维萃取化合物 k 测量所得的峰面积绝对值,其中 X 为 PA、PDMS/DVB、PDMS 3 种固相微萃取纤维中的任一种; $NA_{k(X)}$ 为 X 固相微萃取纤维萃取化合物 k 的峰面积标准化值; $CA_{k(X)}$ 为 X 固相微萃取纤维萃取 1~ k 个化合物累积峰面积标准化值。在同一保

留时间下,若某类化合物的累积峰面积标准化值越大,则认为该萃取纤维对某类化合物的萃取灵敏度越高。

2 结果与分析

2.1 固相微萃取纤维萃取化合物的数量与种类

由表 1 可见,3 种固相微萃取纤维萃取供试酒样中的香气成分中,高含量化合物为乙酸酯、乙醇酯、高级醇和有机酸,低含量化合物为萜烯醇、 β -大马酮、呋喃酮和挥发性酚。3 种固相微萃取纤维萃

取化合物的数量和种类差异较大,PA 纤维从供试酒样中萃取出 49 种挥发性化合物,PDMS/DVB 萃取出 38 种,PDMS 萃取出 53 种。PA 纤维萃取的高级醇数量最多,为 24 种,萃取的乙酸酯、乙醇酯及其他酯类、萜烯醇的数量均较少,未萃取出大马酮,其余化合物与另外 2 种纤维的萃取结果无差别。PDMS/DVB 纤维萃取的酯类、高级醇最少,也未萃取出大马酮。PDMS 纤维萃取的乙酸酯、乙醇酯及其他酯类、萜烯醇的数量最多,为 21 种,萃取的高级醇数量略少于 PA 纤维,但萃取出 β -大马酮。

表 1 3 种固相微萃取纤维萃取梅尔诺葡萄酒香气成分的比较
Table 1 Comparison of three fibers in extracted aroma compounds

序号 No.	化合物 Compound	PA		PDMS/DVB		PDMS	
		保留时间/ min RT	峰面积 Peak area	保留时间/ min RT	峰面积 Peak area	保留时间/ min RT	峰面积 Peak area
	乙酸酯 Acetates						
1	乙酸乙酯 Ethyl acetate	3.27	205 420 809.3	3.26	148 622 251.7	3.29	220 112 132.1
2	乙酸异戊酯 Isopentyl acetate			8.38	8 575 598.712	8.42	11 733 475.83
3	乙酸苯乙酯 Phenethyl acetate	29.71	2 963 940.375	29.72	1 051 158.655	29.70	677 830.07
	乙醇酯 Ethanol esters						
1	丁酸乙酯 Ethyl butyrate			6.18	3 574 748.55	6.26	9 710 915.749
2	己酸乙酯 Ethyl caproate	12.01	42 310 712.4	12.02	28 016 017.91	11.98	83 787 490.7
3	反式-己烯酸乙酯 Ethyl trans-hexenoate					15.71	1 613 137.737
4	乳酸乙酯 Ethyl lactate	15.85	88 796 227.91	15.83	55 940 572.53	15.86	63 465 217.15
5	2-羟基-3-甲基丁酸乙酯 Ethyl 2-hydroxy-3-methyl buty- rate	18.44	2 057 743.395			18.43	1 036 680.93
6	辛酸乙酯 Ethyl caprylate	18.69	74 946 948.69	18.70	96 215 121.99	18.68	134 920 732.5
7	2-羟基-4-甲基戊酸乙酯 Ethyl 2-hydroxy-4- methyl pentanoate					22.12	8 200 414.574
8	DL-3-羟基丁酸乙酯 Ethyl DL-3-hydroxybutyrate	20.39	3 313 577.914				
9	癸酸乙酯 Ethyl decanoate	24.93	66 808 257.56	24.92	71 457 510.01	24.92	99 439 076.97
10	琥珀酸二乙酯 Diethyl succinate	25.99	303 409 827.3	26.01	129 924 870	25.99	117 093 706.2
11	9-癸烯酸乙酯 Ethyl 9-decenoate	26.39	1 365 716.644	26.40	1 018 149.132	26.38	1 014 970.005
12	月桂酸乙酯 Ethyl laurate	30.61	9 490 491.663	30.61	5 230 725.118	30.59	8 483 927.355
13	十四酸乙酯 Ethyl tetradecanoate (=ethyl myristate)					34.90	744 225.129
14	棕榈酸乙酯 Ethyl palmitate	38.15	3 879 485.876			38.14	1 869 722.555
	其他酯 Other esters						
1	甲酸辛酯 n-Octyl formate	21.69	11 670 490.28	22.67	3 838 780.218	22.67	3 772 109.858
2	乳酸异戊酯 Isoamyl lactate	21.91	17 296 299.18	22.89	5 965 602.641	22.89	5 774 251.962
3	辛酸异戊酯 Isoamyl octanoate					25.48	4 584 808.61
4	癸酸异戊酯 Isoamyl decanoate					31.07	968 264.312
5	水杨酸甲酯 Methyl salicylate	27.51	16 903 433.28	28.51	5 308 632.368	28.49	1 999 869.677
	高级醇 High alcohol						
1	丙醇 1-propanol	6.29	32 369 076.64	6.60	15 281 969.48	6.68	20 220 362.32
2	异丁醇 Isobutyl alcohol	7.79	283 954 086.6	8.26	174 397 365.3	8.34	218 300 214.5
3	丁醇 1-butanol	9.20	13 730 742.07	9.76	5 980 025.824	9.90	7 917 927.512
4	异戊醇 Isopentyl alcohol	11.18	1 294 209 571	11.79	798 031 423.8	11.90	935 787 647.4
5	3-甲基-3-丁烯-1-醇 3-methyl 3-buten-1-ol	12.08	964 989.869				
6	戊醇 1-pentanol	12.17	1 925 870.335			13.00	1 192 368.456
7	异己醇 Isohexyl alcohol	14.14	3 638 867.238	15.01	1 463 071.643	15.04	1 662 580.354

续表 1 Continued of table 1

序号 No.	化合物 Compound	PA		PDMS/DVB		PDMS	
		保留时间/ min RT	峰面积 Peak area	保留时间/ min RT	峰面积 Peak area	保留时间/ min RT	峰面积 Peak area
8	2-庚醇 2-Heptanol	14.33	1 159 703.055	15.21	448 469.96	15.23	611 151.998
9	3-甲基-1-戊醇 3-methyl-1-pentanol	14.53	5 345 731.751	15.42	2 198 591.766	15.43	2 533 541.148
10	己醇 1-hexanol	15.39	129 361 563.1	16.29	65 764 693.6	16.30	74 759 866.23
11	E-3-己烯-1-醇 E-3-hexen-1-ol	15.67	5 922 728.874	16.57	2 580 878.217	16.58	2 514 530.962
12	Z-3-己烯-1-醇 Z-3-hexen-1-ol	16.29	2 382 063.439				
13	E-2-己烯-1-醇 E-2-hexen-1-ol	17.00	1 809 974.463			17.94	576 088.187
14	Z-2-己烯-1-醇 Z-2-hexen-1-ol	17.29	1 478 607.668			18.23	489 557.116
15	1-庚醇 1-Heptanol	18.57	9 428 437.871			19.53	3 029 746.572
16	2-乙基-1-己醇 2-ethyl-1-hexanol	19.62	3 500 236.547	20.59	1 905 201.593	20.58	1 792 577.778
17	2-壬醇 2-nonanol	20.55	1 553 997.784				
18	2,3-丁二醇 2,3-Butanediol	21.15	45 782 570.09	22.13	15 972 097.6	23.26	1 877 222.535
19	壬醇 1-Nonanol	24.70	6 457 248.606	25.68	3 195 018.712	25.67	3 144 923.021
20	苯甲醇 Benzyl alcohol	30.39	27 351 926.86	31.36	6 119 578.14	31.34	2 875 916.589
21	苯乙醇 Phenylethyl alcohol	31.32	199 130 341.3	32.15	75 063 712.47	32.15	48 897 786.21
22	十二醇 Dodecanol					33.45	800 684.181
23	1,4-丁二醇 1,4-Butanediol	31.76	3 877 996.611				
24	十三醇 1-Tridecanol					36.97	1 722 877.752
25	十六醇 1-Hexadecanol	42.34	748 975.492				
26	4-异丙氧基丁醇 4-Isopropoxylbutanol	44.66	25 766 028.8				
	有机酸 Organic acids						
1	乙酸 Acetic acid	18.26	82 128 382.9	19.27	33 261 520.22	19.26	41 589 675.43
2	异丁酸 Isobutyric acid	22.04	9 122 972.405	23.10	1 937 340.289	2.95	2 743 996.174
3	己酸 Hexanoic acid	29.77	58 845 899.39	30.86	17 217 899.57	30.74	10 702 689.14
4	辛酸 Octanoic acid	35.17	150 192 182.9	35.20	80 555 165.48	35.15	59 255 504.27
5	癸酸 Decanoic acid	40.25	34 610 237.28	38.62	17 401 109.13	38.49	16 434 825.84
	萜烯醇 Terpinols						
1	里哪醇 Linalool	21.33	3 458 629.488	22.31	1 422 442.126	22.30	1 419 075.806
2	香茅醇 Citronellol	27.62	2 301 322.594	28.62	769 918.785	28.61	899 637.237
3	反式-橙花叔醇 Trans-Nerolidol					34.76	923 316.81
1	3-甲硫基-1-丙醇 3-Methylthio-1-propanol	27.13	7 641 538.489	27.14	4 252 523.079	27.14	1 001 729.634
1	β -大马酮 β -Damascenone					29.85	1 086 950.395
1	2(3H)-二氢呋喃酮 Butyrolactone (= dihydro-2(3H)-furanone)	24.3	3 183 038.169	24.30	2 021 309.753	24.30	1 071 015.697
1	2,4-二季丁基苯酚 2,4-Di-tert-butyl-phenol	38.95	12 962 990.46	38.95	11 877 514.51	38.93	8 889 679.95

注:峰面积是指化合物对应的色谱信号响应值。
Note:Peak area is the signal value of compounds in apparatus.

2.2 固相微萃取纤维萃取的灵敏度

由图 1 可见,PDMS 萃取 3 类酯和萜烯醇的 CANV 最大,即萃取它们的灵敏度高;PA 萃取高级醇、有机酸的 CANV 最大;PDMS/DVB 几乎萃取各类化合物的 CANV 都最小,说明其不适宜葡萄酒香

气成分的萃取分析。因为 3-甲硫基-1-丙醇、2(3H)-二氢呋喃酮、2,4-二季丁基苯酚、 β -大马酮各代表一类化合物,所以纤维萃取的灵敏度可由表 2 所示的绝对峰面积进行比较,PA 萃取前三者的灵敏度高,而 PDMS 萃取 β -大马酮效果较好。

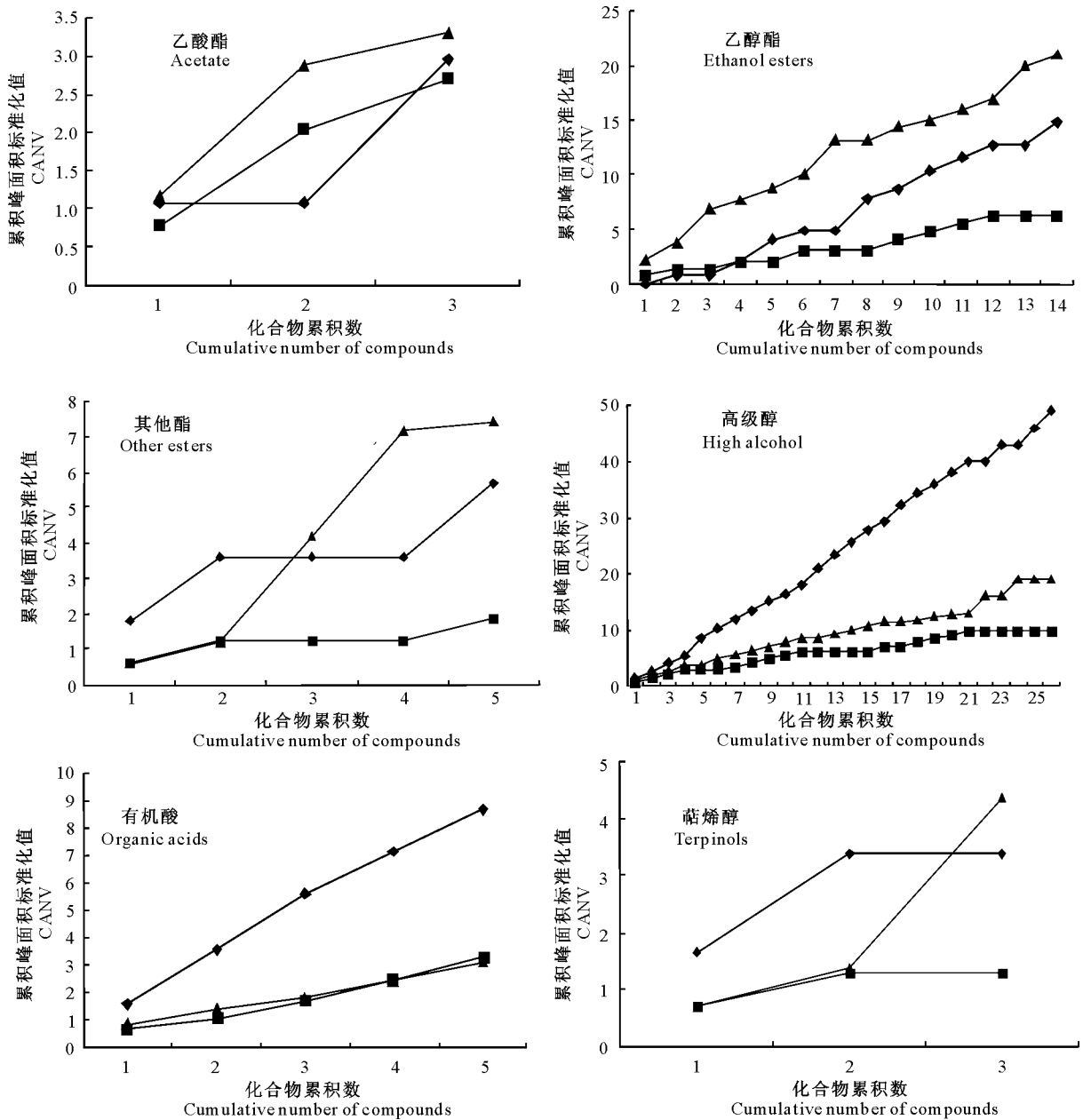


图 1 固相微萃取纤维萃取葡萄酒香气成分的累积峰面积标准化值

—◆— PA; —■— PDMS/DVB; —▲— PDMS

Fig. 1 CANV of organic acids extracted by three fibers

3 讨论

香气物质经气相色谱洗脱之后,质谱检测所得的峰面积是仪器对某定量化合物的响应值,对同一化合物而言,注入气相色谱的含量越高,响应值越大,对应的峰面积越大。对给定的样品而言,某化合物的含量是一定的,固相微萃取纤维吸附其的能力越大,吸附量越多,GC-MS 检测所得的峰面积越大^[8-9]。固相微萃取纤维萃取同类化合物的能力具有相似性,因此,本研究用各类化合物的累积峰面积标准化值 (Cumulative area normalization value,

CANV)来比较 3 种萃取纤维吸附各类香气化合物的能力大小,即各类化合物萃取的灵敏度。

类似研究报道中,Tara 等^[17]用累积峰面积标准化值(CANV)比较了 5 个萃取纤维对萃取葡萄酒香气成分的灵敏度,但比较的是所有萃取化合物的 CANV,对某类化合物的萃取灵敏度未进行分析。王立平等^[18]研究了 PA 和 PDMS 萃取纤维萃取苹果酒中的香气成分,结果表明 PA 纤维萃取的化合物较多,但也未对各类化合物萃取效果进行分析。本研究采用葡萄酒香气成分分析中常用的 3 种固相微萃取纤维进行对比研究,萃取化合物包括了供试

葡萄酒样品中香气成分的所有门类,结果显示高含量化合物为乙酸酯、乙醇酯、高级醇和有机酸,低含量化合物为萜烯醇、大马酮、呋喃酮和挥发性酚。在萃取数量上 PA 和 PDMS 明显优于 PDMS/DVB, PA 纤维萃取高级醇、有机酸、3-甲硫基-1-丙醇、2(3H)-二氢呋喃酮、2,4-二季丁基苯酚的灵敏度高; PDMS 萃取酯类、萜烯醇及 β -大马酮的灵敏度高; PDMS/DVB 几乎萃取各类化合物的灵敏度都低。综合考虑萃取化合物的数量、种类以及灵敏度,3 种供试纤维中,PDMS 纤维是进行葡萄酒香气成分分析的最佳固相微萃取纤维。

[参考文献]

- [1] 李 华,陶永胜,康文怀,等.葡萄酒香气成分的 GC 分析研究进展 [J]. 食品与生物技术学报,2006,25(1):99-104.
Li H,Tao Y S,Kang W H,et al. Wine aroma analytical investigation progress on GC [J]. Journal of Food Science and Biotechnology,2006,25(1):99-104. (in Chinese)
- [2] 段雪荣,陶永胜,杨雪峰. HPLC 法快速检测李子酒中多种有机酸 [J]. 西北农业学报,2007,16(5):208-210.
Duan X R,Tao Y S,Yang X F. The research on a fast method to detect organic acids in plum wine by HPLC [J]. Acta Agriculturae Boreali-occidentalis Sinica,2007,16(5):208-210. (in Chinese)
- [3] 陶永胜,李 华,王 华.葡萄酒中主要的黄酮类化合物及其分析方法 [J]. 中外葡萄与葡萄酒,2001(4):14-17.
Tao Y S,Li H,Wang H. Primary flavonoids in wine and their analytical methods [J]. Sino-Overseas Grapevine and Wine,2001(4):14-17. (in Chinese)
- [4] 张 莉,王 华,梁艳英,等.桑椹挥发性成分的气相色谱-质谱分析 [J]. 蚕业科学,2007,33(2):276-279.
Zhang L,Wang H,Liang Y Y,et al. Analysis of volatile components in mulberry by Gas Chromatograph-Mass Spectrometer [J]. Acta Sericologica Sinica,2007,33(2):276-279. (in Chinese)
- [5] 陶永胜,李 华,王 华.葡萄酒香气成分固相微萃取条件的优化 [J]. 西北农林科技大学学报:自然科学版,2007,35(12):181-185.
Tao Y S,Li H,Wang H. Optimization of wine aroma analysis by solid-phase micro-extraction [J]. Journal of Northwest A&F University: Natural Science Edition,2007,35(12):181-185. (in Chinese)
- [6] Tao Y S,Li H,Yang X F,et al. Aroma compounds of merlot wine from Changli district (China) [C]//The Fifth International Viticulture & Enology Symposium. Yanling, Shaanxi: College of Enology,2007:210-218.
- [7] 陶永胜,李 华.葡萄果实香气成分的厌氧萃取研究 [J]. 西北植物学报,2008,28(3):624-629.
Tao Y S,Li H. Study on extracting grape aroma components in nitrogen at low temperature [J]. Acta Botanica Boreali-Occidentalia Sinica,2008,28(3):624-629. (in Chinese)
- [8] 盛龙生,何丽一,徐连连,等.药物分析 [M]. 北京:化学工业出版社,2003:34-42,688.
Sheng L S,He L Y,Xu L L,et al. Pharmaceutical analysis [M]. Beijing:China Chemical Industry Press,2003:34-42,688. (in Chinese)
- [9] 许国旺.现代实用气相色谱法 [M]. 北京:化学工业出版社,2004:47,290-301.
Xu G W. Modern practical gas chromatography [M]. Beijing: China Chemical Industry Press,2004:47,290-301. (in Chinese)
- [10] 李 华.葡萄酒品尝学 [M]. 北京:科学出版社,2006:86-96.
Li H. Wine tasting [M]. Beijing:Science Press,2006:86-96. (in Chinese)
- [11] Mestres M,Busto O,Guasch J. Application of headspace solid-phase microextraction to the determination of sulphur compounds with low volatility in wines [J]. Journal of Chromatography A,2002,945(1/2):211-219.
- [12] Lopez R,Lapena A C,Cacho J,et al. Quantitative determination of wine highly volatile sulfur compounds by using automated headspace solid-phase microextraction and gas chromatography-pulsed flame photometric detection: Critical study and optimization of a new procedure [J]. Journal of Chromatography A,2007,1143(1/2):8-15.
- [13] Sala C,Mestres M,Marti M P,et al. Headspace solid-phase microextraction analysis of 3-alkyl-2-methoxypyrazines in wines [J]. Journal of Chromatography A,2002,953(1/2):1-6.
- [14] Bonino M,Schellino R,Rizzi C,et al. Aroma compounds of an Italian wine (Ruche) by HS-SPME analysis coupled with GC-ITMS [J]. Food Chemistry,2003,80(1):125-133.
- [15] Sanchez-Palomo E,Diaz-Maroto M C,Perez-Coello M S. Rapid determination of volatile compounds in grapes by HS-SPME coupled with GC-MS [J]. Talanta,2005,66(5):1152-1157.
- [16] Demyttenaere J C R,Dagher C,Sandra P,et al. Flavour analysis of Greek white wine by solid-phase microextraction-capillary gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A,2003,985(1/2):233-246.
- [17] Tara T,Piergiorgio C,Iva S,et al. Optimization of wine headspace analysis by solid-phase microextraction capillary gas chromatography with mass spectrometric and flame ionization detection [J]. Food Chemistry,2005,93:361-369.
- [18] 王立平,徐 岩,赵光鳌,等.顶空固相微萃取法快速测定苹果酒中的香味物质 [J]. 食品与生物技术学报,2003,22(1):1-6.
Wang L P,Xu Y,Zhao G A,et al. Rapid determination of aroma components in apple wine by head space solid-Phase Microextraction(HS-SPME) [J]. Journal of Food Science and Biotechnology,2003,22(1):1-6. (in Chinese)