



食品与发酵工业

Food and Fermentation Industries

ISSN 0253-990X, CN 11-1802/TS

《食品与发酵工业》网络首发论文

题目：基于 GC-IMS 结合多元统计方法分析辣椒品种对辣椒油理化性质和风味物质的影响

作者：杨芳, 袁海彬, 贾洪锋, 邓凤琳, 王珍妮

DOI: 10.13995/j.cnki.11-1802/ts.033362

收稿日期: 2022-08-18

网络首发日期: 2022-11-10

引用格式: 杨芳, 袁海彬, 贾洪锋, 邓凤琳, 王珍妮. 基于 GC-IMS 结合多元统计方法分析辣椒品种对辣椒油理化性质和风味物质的影响[J/OL]. 食品与发酵工业. <https://doi.org/10.13995/j.cnki.11-1802/ts.033362>



网络首发: 在编辑部工作流程中, 稿件从录用到出版要经历录用定稿、排版定稿、整期汇编定稿等阶段。录用定稿指内容已经确定, 且通过同行评议、主编终审同意刊用的稿件。排版定稿指录用定稿按照期刊特定版式(包括网络呈现版式)排版后的稿件, 可暂不确定出版年、卷、期和页码。整期汇编定稿指出版年、卷、期、页码均已确定的印刷或数字出版的整期汇编稿件。录用定稿网络首发稿件内容必须符合《出版管理条例》和《期刊出版管理规定》的有关规定; 学术研究成果具有创新性、科学性和先进性, 符合编辑部对刊文的录用要求, 不存在学术不端行为及其他侵权行为; 稿件内容应基本符合国家有关书刊编辑、出版的技术标准, 正确使用和统一规范语言文字、符号、数字、外文字母、法定计量单位及地图标注等。为确保录用定稿网络首发的严肃性, 录用定稿一经发布, 不得修改论文题目、作者、机构名称和学术内容, 只可基于编辑规范进行少量文字的修改。

出版确认: 纸质期刊编辑部通过与《中国学术期刊(光盘版)》电子杂志社有限公司签约, 在《中国学术期刊(网络版)》出版传播平台上创办与纸质期刊内容一致的网络版, 以单篇或整期出版形式, 在印刷出版之前刊发论文的录用定稿、排版定稿、整期汇编定稿。因为《中国学术期刊(网络版)》是国家新闻出版广电总局批准的网络连续型出版物(ISSN 2096-4188, CN 11-6037/Z), 所以签约期刊的网络版上网络首发论文视为正式出版。

基于 GC-IMS 结合多元统计方法分析辣椒品种对辣椒油理化性质和风味物质的影响

杨芳, 袁海彬, 贾洪锋, 邓凤琳, 王珍妮

(四川旅游学院 食品学院, 四川 成都, 610100)

*通信作者 贾洪锋, 教授, 为通信作者, E-mail: jiahongfeng_cq@163.com

摘要 该研究以辣椒油为研究对象, 研究 5 种不同品种辣椒(子弹头、龙脊椒、涮涮辣、七星椒、干线椒)对制成的辣椒油的辣椒素类物质含量、色差、过氧化值、挥发性有机化合物(volatile organic compounds, VOCs)的影响, 并结合多元统计方法分析 5 种辣椒油之间的关键差异标志物。结果表明, PZ3 的辣椒素含量、辣度、红度、黄度均最高, 过氧化值最低且与其余样品间有显著性差异($P<0.05$); 经气相色谱-离子迁移谱(gas chromatography-ion mobility spectrometry, GC-IMS)共分离鉴定出 73 种 VOCs, 包括醛类、酯类、酮类、醇类、杂环类、羧酸类、硫醚类, 分别有 19、18、12、12、6、4、2 种; GC-IMS 二维差异图、指纹图谱及主成分分析结果一致, PZ3 风味最为独特, PZ5 和 PZ4 次之, PZ1 和 PZ2 风味接近; 通过偏最小二乘-判别分析发现, PZ3 的特征香气物质主要为酯类, 包括异戊酸己酯-*D*、异丁酸己酯、己酸异戊酯、丁酸己酯-*D* 等; 通过变量投影重要性分析, 筛选出 5 种辣椒油的 26 种差异标志物, 包括乙酸乙酯、异戊酸己酯、二乙醇缩乙醛、乙酸-*D*、己醛-*D*、二甲基硫醚、3-甲基丁醛、二氢-2(3H)-呋喃酮、1-羟基-2-丙酮-*D*、丙酮、丁酸-*M* 等, 其中异戊酸己酯、丁酸己酯-*M*、糠醇-*M*、己酸异戊酯-*M*、乙酸-*D*、3-甲基丁醛、戊醛-*D* 等物质在第 1 主成分的载荷值较大; 丙酸乙酯、3-甲基-1-丁醇、乙酸乙酯、丁醛、二乙醇缩乙醛等在第 2 主成分上的载荷较大。

关键词 辣椒油; 气相色谱-离子迁移谱; 辣椒素; 挥发性风味物质; 偏最小二乘-判别分析; 变量投影重要性

DOI: 10.13995/j.cnki.11-1802/ts.033362

Analysis of the effects of chili varieties on the physicochemical properties and flavor compounds of chili oil based on GC-IMS combined with multivariate statistical methods

YANG Fang, YUAN Haibin, JIA Hongfeng✉, DENG Fenglin, WANG Zhenni

(College of Food Science and Technology, Sichuan Tourism University, Chengdu 610100, China)

Abstract In this research, chili oil was used as the research object and the content of capsaicinoids, chromatic aberration value, peroxide value, and volatile organic compounds (VOCs) in chili oil prepared from 5 different varieties of chili (*Capsicum frutescens* var, Longji chili, Shuan Shuanla, Qixing chili, and Trunk pepper) were investigated. Combined with multivariate statistical analysis, the markers of chili oil samples were explored. Results showed that the capsaicin content, hotness, redness, and yellowness of PZ3 were the highest, and the peroxide value was the lowest, which was a significant difference from the rest of the samples ($P<0.05$). A total of 73 VOCs were separated and identified by gas chromatography-ion mobility spectrometry (GC-IMS), including aldehydes, esters, ketones, alcohols, heterocycles, carboxylic acids, and thioethers, corresponding to 19, 18, 12, 12, 6, 4, and 2 respectively. The results of the principal component analysis were consistent with GC-IMS two-dimensional qualitative topographic difference plots and fingerprint spectra, that, PZ3 had the most unique flavor, followed by PZ5 and PZ4, and the flavors of PZ1 and PZ2 were very close. The results of the partial least squares-discriminant analysis showed that the characteristic aroma substances of PZ3 were mainly esters, including hexyl 2-

收稿日期: 2022-08-18

基金项目: 四川省自然科学基金项目(2022NSFSC1750); 川菜工业化四川省高等学校工程研究中心项目(GCZX22-23); 四川旅游学院餐饮食品感官品质智能评价科研创新团队项目(19SCTUTY04); 四川旅游学院大学生创新创业训练计划项目(202111552051)

作者简介: 杨芳, 硕士, 副教授

网络首发时间: 2022-11-10 12:46:10 网络首发地址: <https://kns.cnki.net/kcms/detail/11.1802.TS.20221109.1503.009.html>

methylbutyrate-*D*, hexyl isobutyrate, isoamyl hexanoate, hexyl butyrate-*D*, etc. Through variable importance in projection analysis, 26 marker differences of 5 kinds of chili oil were screened out, including ethyl acetate, hexyl 2-methylbutyrate, diethyl acetal, acetic acid-*D*, hexanal-*D*, dimethyl sulfide, 3-methylbutanal, dihydro-2(3H)-furanone, 1-hydroxy-2-acetone-*D*, acetone, butanoic acid-*M*, et al. Among the above-mentioned compounds, hexyl 2-methylbutyrate, hexyl butyrate-*M*, furfuryl alcohol-*M*, isoamyl hexanoate-*M*, acetic acid-*D*, 3-methylbutanal, and pentanal-*D* had larger load values in the first main component, while ethyl propanoate, 3-methyl-1-butanol, ethyl acetate, butanal, and diethyl acetal had larger loads values in the second main component.

Key words chili oil; gas chromatography-ion mobility spectrometry; capsaicin; volatile flavor components; partial least squares-discriminant analysis; variable importance in projection

气相色谱-离子迁移谱 (gas chromatography-ion mobility spectrometry, GC-IMS) 是一种近年来出现的新型气相分离和检测技术, 具有分辨率高、灵敏度高等特点, 特别适合于挥发性有机化合物 (volatile organic compounds, VOCs) 的痕量检测, 在果蔬^[1]、香辛料^[2-3]、调味油^[4]和菌类^[5]等 VOCs 的检测分析方面得到了广泛的应用^[6]。

辣椒 (*capsicum annuum* L.) 属茄科一年或多年生植物。辣椒中含有丰富的辣椒素、辣椒红素、维生素 C、多酚、类黄酮等物质^[7-9], 因而具有清除自由基、抗氧化、抗肿瘤等生物活性^[8-12]。不同品种的辣椒在辣椒素含量、VOCs 的种类及含量上有明显差异^[13-14]。辣椒油是用于辣椒和植物油制成的有独特风味的调味油, 具有香味浓郁、辣度适口的特点, 在川菜的加工中具有举足轻重的地位, 深受人们的喜爱^[15]。目前, 张洪新等^[16]采用气相色谱-质谱联用技术 (gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS), 对 14 种不同品种辣椒制成的辣椒油和油辣椒的挥发性香气成分、辣椒素含量等进行了对比, 结果表明样品的香气成分和辣椒素含量均存在差异。何小龙^[17]等对 4 种辣椒和大豆油制备的辣椒油进行研究发现, 辣椒品种对辣椒油中辣椒素和二氢辣椒素的含量影响显著。石自彬^[18]等对 10 种辣椒和花生油制备的辣椒油进行研究发现, 辣椒油的挥发性风味成分中, 酯类化合物含量最高; 辣椒油的抗氧化效果随贮藏时间延长而减弱, 反复熬煮会使辣椒油的抗氧化效果减弱。然而, 上述研究主要采用常规的 GC-MS 技术, 对一些含量少但对风味至关重要的物质却无法分析鉴定^[4,19]。目前, 关于采用 GC-IMS 技术对辣椒油挥发性风味物质受辣椒品种影响的研究鲜有报道。

本研究通过高效液相色谱 (high performance liquid chromatography, HPLC) 和 GC-IMS 等检测技术和方法, 对 5 种辣椒 (子弹头、龙脊椒、涮涮辣、七星椒、干线椒) 制备的辣椒油的辣椒素类物质含量、色差、过氧化值、挥发性风味物质进行检测和分析, 结合主成分分析 (principal component analysis, PCA)、偏最小二乘-判别分析 (partial least squares-discrimination analysis, PLS-DA) 及热图聚类分析 (heat map clustering analysis, HMCA) 等多元统计方法, 分析辣椒品种对辣椒油的理化性质和挥发性风味物质的影响, 以对辣椒油的理化性质和风味品质进行更为科学、系统的评价, 这将为不同品种辣椒制备辣椒油的品质评定和合理加工提供一定的理论支撑。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

辣椒品种: 子弹头、龙脊椒、涮涮辣、七星椒、干线椒; 金龙鱼玉米油, 益海嘉里 (重庆) 粮油有限公司; 精制食用盐, 四川省盐业总公司。

冰乙酸、二氯甲烷、碘化钾、硫代硫酸钠、可溶性淀粉、碘酸钾, 分析纯。

1.2 仪器与设备

Flavor Spec®食品风味分析仪: 含 CTC 自动顶空进样器、Laboratory Analytical Viewer (LAV) 分析软件、GC × IMS Library Search 软件及软件内置的 NIST 数据库和 IMS 数据库对物质进行定性分析, 德国 G.A.S 公司; 高效液相色谱仪: 戴安 Ultimate 3000, 赛默飞世尔科技有限公司; 万分之一分析天平: IS128 型, 上海西塘生物科技有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 样品制备

辣椒油的制备参考文献^[17]并做修改。不同品种干红辣椒→微波（功率 1 000 W）加热 1 min→凉至室温→粉碎→过筛（18 目）→称重（24 g）→加入食盐（1 g）→混匀辣椒面，备用。玉米油（100 g）→熬制（180 ℃）→加入至辣椒面中→搅拌（约 35 s）→自然降温浸提（24 h）→编号（样品编号 PZ1、PZ2、PZ3、PZ4、PZ5，分别对应子弹头、龙脊椒、涮涮辣、七星椒、干线椒 5 种辣椒制备的辣椒油样品）→待测。自然浸提完成后，每个样品取上层清油液，分别用于辣椒素类物质含量、色差值、过氧化值、挥发性有机化合物的检测，各平行测定 3 次。

1.3.2 辣椒素类物质含量的测定

参照 GB/T 21266—2007《辣椒及辣椒制品中辣椒素类物质测定及辣度表示方法》^[20]，采用高效液相色谱法对辣椒油中辣椒素含量、二氢辣椒素含量、辣椒素类物质总量、斯科维尔指数和辣度进行测定，平行测定 3 次。

色谱柱：Zorbax SB-C18（4.6 mm×250 mm×5 μm）石英毛细管柱；流动相：甲醇+水（65%+35%）；紫外光波长：280 nm；流速：1 mL/min；柱温：30 ℃。

1.3.3 色差的测定

色差的测定：利用色差仪测定不同样品的红度（ L^* ）、亮度（ a^* ）、黄度（ b^* ）值，平行测定 3 次。

1.3.4 过氧化值的测定

参照 GB 5009.227—2016《食品中过氧化值的测定》—滴定法^[21]，对辣椒油的过氧化值进行测定，平行测定 3 次。

1.3.5 挥发性有机化合物（VOCs）的检测

取 1.5 g 辣椒油样品于 20 mL 顶空瓶中，80 ℃下孵化 20 min 后，顶空进样，用气相色谱-离子迁移谱仪 FlavorSpec®进行测定；分析时间：40 min；平行测定 3 次，盲测 1 次。

自动进样条件：孵化温度：80 ℃；孵化时间：20 min；进样方式：顶空进样；进样体积：500 μL；进样针温度：85 ℃；加热方式：振荡加热；孵化转速：500 r/min；不分流；清洗时间：5 min。

GC 条件：色谱柱：WAX（30 m×0.53 mm×1 μm）石英毛细管柱；色谱柱温度：60 ℃；载气：N₂（纯度≥99.999%）；IMS 温度 45 ℃；载气流速：0~2 min，2 mL/min；2~10 min，10 mL/min；10~40 min，100 mL/min。

IMS 条件：漂移管长度 9.8 cm，漂移管温度 45 ℃，漂移气为 N₂（纯度≥99.999%），漂移气流速 150 mL/min。

1.3.6 数据处理

利用 Flavor Spec®配备的 Laboratory Analytical Viewer（LAV）分析软件及 GC×IMS Library Search 定性软件对辣椒油样品的 VOCs 进行采集和分析；利用软件内置的 NIST 数据库和 IMS 数据库对物质进行定性分析。

采用 Excel 和 Origin 进行数据的统计和绘图；采用 SPSS 26.0 对样品间差异采用 ANOVA 检验分析，利用 Duncan 方法进行显著性差异分析， $P<0.05$ ，差异显著；采用 SIMCA 14.1 进行偏最小二乘-判别分析；R 语言进行热图聚类分析；结果用平均值±标准差的形式表示。

2 结果与分析

2.1 辣椒品种对辣椒油中辣椒素类物质含量的影响

辣椒素类物质（capsaicinoids）是辣椒碱类化合物的总称，是辣椒油中的辛辣成分，属于酰胺类化合物^[22]。辣椒素具有调味、清除自由基、抗氧化、抗癌等活性^[8-12]，但大量摄入辣椒素会产生毒性，局部刺激导致呼吸道感染，并可能会增加某些癌症的发生^[12]。5 种辣椒油的辣椒素类化合物含量如表 1 所示。

表1 辣椒油样品的辣椒素类物质含量 ($n=3$)
Table 1 Content of capsaicinoids in chili oil samples($n=3$)

编号	辣椒素含量/(g kg^{-1})	二氢辣椒素含量/(g kg^{-1})	辣椒素类物质总量/(g kg^{-1})	斯科维尔指数/SHU	辣度
PZ1	0.15 ± 0.00^e	0.08 ± 0.00^e	0.25 ± 0.00^e	$3\,835.67 \pm 66.15^e$	25.33 ± 0.58^e
PZ2	0.28 ± 0.00^c	0.13 ± 0.00^c	0.46 ± 0.01^c	$7\,098.67 \pm 92.93^c$	47.33 ± 0.58^c
PZ3	6.66 ± 0.01^a	2.70 ± 0.00^a	10.41 ± 0.02^a	$160\,471 \pm 286.7^a$	$1\,070.00 \pm 2.00^a$
PZ4	0.51 ± 0.01^b	0.34 ± 0.00^b	0.95 ± 0.01^b	$14\,597.33 \pm 79.05^b$	97.33 ± 0.58^b
PZ5	0.22 ± 0.00^d	0.10 ± 0.00^d	0.36 ± 0.00^d	$5\,571.67 \pm 23.35^d$	37.00 ± 0.00^d

注：同列小写字母不同，表示差异显著 ($P < 0.05$)，下同

由表 1 可知，5 种辣椒油的辣椒素含量、二氢辣椒素含量、辣椒素类物质总量、斯科维尔指数、辣度顺序均为 $PZ3 > PZ4 > PZ2 > PZ5 > PZ1$ ；均为涮涮辣制备的辣椒油样品 (PZ3) 显著高于其余 4 种样品且有显著性差异 ($P < 0.05$)。PZ3 辣椒素类物质总量高达 (10.41 ± 0.02) g/kg 、辣度高达 $1\,070.00 \pm 2.00$ 度。这与辣椒素等辣味物质的含量多少直接影响辣度^[23]的结论一致。产生这些差异的原因，可能主要是辣椒品种的不同。因此，在选择制作辣椒油的辣椒品种时，应根据产品对辣椒素类物质总量和辣度的不同需求来选择。

2.2 辣椒品种对辣椒油色差的影响

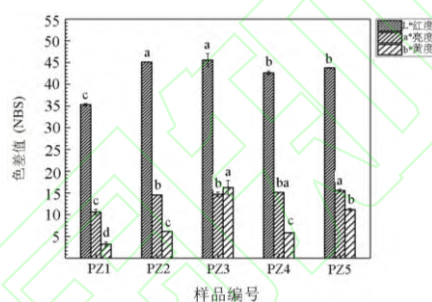


图1 辣椒油样品的色差值 ($n=3$)

Fig.1 Chromatic aberration value of chili oil samples ($n=3$)

注：小写字母不同表示组间差异显著 ($P < 0.05$) (下同)

由图 1 可知，5 种辣椒油的红色 (L^*) 依次为 $PZ3 > PZ2 > PZ5 > PZ4 > PZ1$ ，PZ3 最大，为 45.57 ± 1.49 ；PZ2 次之，为 45.11 ± 0.01 。PZ5 亮度 (a^*) 最高，PZ3 黄度 (b^*) 最高且与其余样品间存在显著性差异 ($P < 0.05$)。产生这些差异的原因，可能与不同品种辣椒自身所富集的辣椒红素、 β -胡萝卜素等含量不同有关^[7]。

2.3 辣椒品种对辣椒油过氧化值的影响

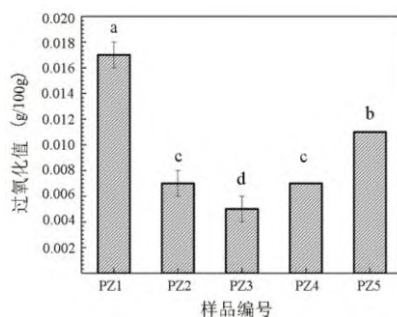


图2 辣椒油样品的过氧化值 ($n=3$)

Fig.2 Peroxide value of chili oil samples($n=3$)

油脂的过氧化值是评价油脂氧化程度的关键指标^[24]。由图 2 可知，5 种辣椒油的过氧化值依次

为：PZ3<PZ4<PZ2<PZ5<PZ1，PZ3 过氧化值最低（<0.006 g/100g）且与其余样品间存在显著性差异（ $P<0.05$ ）。结合表 1 和图 2 可知，辣椒油中辣椒素类物质总量越高，其过氧化值越低，这与辣椒素类物质具有良好的抗氧化活性的构效特征相吻合^[25]。由此可见，提高辣椒油中辣椒素类物质总量，能有效提高辣椒油的抗氧化能力，提高辣椒油的稳定性。

2.4 辣椒品种对辣椒油挥发性有机化合物（VOCs）的影响

2.4.1 辣椒油挥发性有机化合物（VOCs）的定性分析

对照 GC×IMS Library Search 内置的 NIST 数据库和 IMS 数据库，根据辣椒油 VOCs 的保留指数、保留时间和迁移时间进行定性分析，结果如表 2 所示。部分 VOCs 出现了二聚体，它们具有相近的保留时间和不同的迁移时间，这是 GC-MS 所检测不出的^[26]。5 种样品中共检测出 73 种 VOCs，94 个信号峰，分别为醇类 12 种（二聚体 3 种）、醛类 19 种（二聚体 5 种）、酮类 12 种（二聚体 3 种）、羧酸类 4 种（二聚体 3 种）、酯类 18 种（二聚体 5 种）、杂环类 6 种（二聚体 2 种）、硫醚类 2 种。其中醛类（二乙醇缩乙醛、己醛、3-甲基丁醛、丙烯醛等）种类最多且含量高，阈值低^[27]，对辣椒油风味贡献大；其中，己醛主要来源于植物油的氧化^[28]，可为辣椒油提供青香和脂肪香；来源于异亮氨酸的 Strecker 降解^[29]的 3-甲基丁醛可为辣椒油提供果香。酯类物质主要来源于醇类和酸类化合物所发生的酯化反应^[30]，如乙酸乙酯、异戊酸己酯等酯类物质，可为辣椒油提供果香、青香。脂肪氧化的另一产物酮类^[31]在辣椒油中含量也较高。此外，乙酸、丙酸等具有酸味的物质是辣椒油中的“异味”物质，降低“异味”物质的含量可使辣椒油风味得到提升^[15]。

表2 辣椒油样品已定性挥发性有机化合物列表
Table 2 List of identified VOCs in chili oil samples

编号	化合物名称	CAS 号	保留指数	保留时间/s	迁移时间/ms	风味描述
醇类						
A1	(Z)-3-己烯醇	C928961	1 359.8	937.679	1.232 22	辛辣味、青香
A2	戊醇-M	C71410	1 268.3	770.829	1.512 37	辛辣味、杂醇香
A3	戊醇-D	C71410	1 269	771.844	1.254 21	辛辣味、杂醇香
A4	3-甲基-1-丁醇	C123513	1 225.8	705.874	1.241 04	辛辣味、果香
A5	1-戊烯-3-醇	C616251	1 182.6	637.874	0.940 73	辛辣味
A6	1-丁醇-M	C71363	1 166.3	604.382	1.378 02	果香
A7	1-丁醇-D	C71363	1 166.8	605.397	1.183 09	果香
A8	2-甲基-1-丙醇	C78831	1 114.6	508.979	1.172 55	酒香
A9	1-丙醇-M	C71238	1 060.1	430.406	1.249 54	酒精味、发酵味
A10	1-丙醇-D	C71238	1 061.1	431.666	1.111 03	酒精味、发酵味
A11	乙醇	C64175	956	325.218	1.130 97	酒香
A12	叔丁醇	C75650	930.3	306.952	1.319 85	酒香
A13	2-丁醇	C78922	1 043.4	409.62	1.147 76	果香
A14	1-己醇	C111273	1 373	964.936	1.326 26	辛辣味、果香
A15	4-甲基-1-戊醇	C626891	1 316.8	854.008	1.658 2	坚果味
醛类						
B1	苯乙醛	C122781	1 762.9	2 248.677	1.256 98	玫瑰香、甜香
B2	壬醛	C124196	1 404.7	1 033.538	1.476 48	柑橘香、脂肪香
B3	(E)-2-辛烯醛	C2548870	1 440.6	1 117.416	1.334 25	辛辣味、脂肪香
B4	(E)-2-庚醛-M	C18829555	1 333.6	885.755	1.668 18	脂肪香
B5	(E)-2-庚醛-D	C18829555	1 334.3	887.086	1.260 05	脂肪香
B6	辛醛	C124130	1 291.9	809.396	1.378 02	脂肪香
B7	2-己烯醛	C505577	1 261.9	760.68	1.192 31	青香、脂肪香

B8	(<i>E</i>)-2-己烯醛	C6728263	1 234.8	719.068	1.181 77	青香、脂肪香
B9	庚醛- <i>M</i>	C111717	1 201.6	671.367	1.699 41	脂肪香、柑橘香
B10	庚醛- <i>D</i>	C111717	1 203.1	673.397	1.329 29	脂肪香、柑橘香
B11	(<i>E</i>)-2-戊烯醛- <i>M</i>	C1576870	1 155	582.054	1.359 58	果香、辛辣味
B12	(<i>E</i>)-2-戊烯醛- <i>D</i>	C1576870	1 155	582.054	1.105 37	果香、辛辣味
B13	己醛- <i>M</i>	C66251	1 109.1	499.845	1.562 43	青香、脂肪香
B14	己醛- <i>D</i>	C66251	1 107.3	496.8	1.260 8	青香、脂肪香
B15	戊醛- <i>M</i>	C110623	1 009	369.938	1.424 78	发酵香、果香
B16	戊醛- <i>D</i>	C110623	1 008.5	369.309	1.173 99	发酵香、果香
B17	3-甲基丁醛	C590863	938.4	312.62	1.398 55	果香、奶酪味
B18	二乙醇缩乙醛	C105577	919.2	299.393	1.035 48	甜香、脂肪香
B19	丁醛	C123728	901.1	287.426	1.281 02	巧克力味
B20	丙烯醛	C107028	877.2	272.309	1.061 72	果香
B21	丙醛	C123386	827.2	243.335	1.139 37	辛辣味
B22	2-甲基丙醛	C78842	839.7	250.263	1.279 97	花香、辛辣
B23	苯甲醛	C100527	1 523.7	1 338.092	1.458 36	苦杏仁味、果香
B24	甲硫基丙醛	C3268493	1 476.9	1 208.825	1.093 56	土豆味
酮类						
C1	1-羟基-2-丙酮- <i>M</i>	C116096	1 316.8	854.053	1.230 5	辛辣的甜味
C2	1-羟基-2-丙酮- <i>D</i>	C116096	1 316.7	853.801	1.048 25	辛辣的甜味
C3	乙偶姻- <i>M</i>	C513860	1 302.3	827.665	1.330 61	苹果香、梨香
C4	乙偶姻- <i>D</i>	C513860	1 301.8	826.65	1.059 27	苹果香、梨香
C5	1-辛烯-3-酮	C4312996	1 314.6	849.993	1.284 51	蘑菇味
C6	环己酮	C108941	1 316.2	853.038	1.151 47	薄荷味
C7	2-庚酮	C110430	1 191.1	656.143	1.264 75	果香、辛辣味
C8	4-甲基-3-戊烯-2-酮	C141797	1 133.2	541.457	1.111 96	土豆味
C9	2,3-戊二酮	C600146	1 085.3	463.789	1.226 46	黄油味
C10	1-戊烯-3-酮- <i>M</i>	C1629589	1 046.5	413.399	1.311 45	辛辣味
C11	1-戊烯-3-酮- <i>D</i>	C1629589	1 048	415.289	1.076 41	辛辣味
C12	2-戊酮	C107879	1 004.4	364.9	1.347 13	果香
C13	2-丁酮	C78933	926.6	304.432	1.247 44	果香
C14	丙酮	C67641	852.9	257.822	1.114 18	苹果香、梨香
C15	丁二酮	C431038	976.1	340.335	1.183 44	奶油味
羧酸类						
D1	丁酸- <i>D</i>	C107926	1 715.7	2 029.733	1.160 14	乳酪味
D2	丁酸- <i>M</i>	C107926	1 715.7	2 029.733	1.363 14	乳酪味
D3	丙酸	C79094	1 640.6	1 724.476	1.109 86	酸味
D4	异丁酸- <i>M</i>	C79312	1 631.5	1 690.792	1.368 72	酸味
D5	异丁酸- <i>D</i>	C79312	1 631.5	1 690.792	1.147 1	酸味
D6	乙酸- <i>M</i>	C64197	1 504.9	1 284.484	1.154 55	酸味
D7	乙酸- <i>D</i>	C64197	1 504.9	1 284.484	1.052 12	酸味
酯类						
E1	乙酸丁酯	C123864	1 096.6	479.536	1.235 9	果香
E2	丁酸乙酯	C105544	1 069.8	443.003	1.199 18	果香
E3	乙酸异丁酯	C110190	1 035.5	400.172	1.232 75	果香
E4	乙酸乙酯	C141786	907.9	291.835	1.338 74	果香

E5	乙酸甲酯	C79209	844.1	252.783	1.200 23	果香
E6	乙酸丙酯	C109604	1 010.2	371.198	1.504 53	果香
E7	己酸异戊酯- <i>M</i>	C2198610	1 460.5	1 166.712	2.156 88	果香
E8	己酸异戊酯- <i>D</i>	C2198610	1 461.8	1 169.891	1.523 46	果香
E9	异戊酸己酯- <i>M</i>	C10032152	1 411.6	1 049.119	2.164 28	青香、果香
E10	异戊酸己酯- <i>D</i>	C10032152	1 411.6	1 049.119	1.525 92	青香、果香
E11	丁酸己酯- <i>M</i>	C2639636	1 389.4	999.856	2.142 09	青香、果香
E12	丁酸己酯- <i>D</i>	C2639636	1 388	996.678	1.501 27	青香、果香
E13	异丁酸己酯	C2349077	1 355.1	928.168	1.455 78	青香、果香
E14	乙酸叶醇酯	C3681718	1 331.6	881.912	1.322 21	青香、果香
E15	异戊酸异戊酯- <i>M</i>	C659701	1 305.5	833.368	2.042 3	果香
E16	异戊酸异戊酯- <i>D</i>	C659701	1 306.5	835.245	1.453 22	果香
E17	2-甲基丁酸丁酯- <i>M</i>	C15706737	1 202.1	672.001	1.898 26	果香
E18	2-甲基丁酸丁酯- <i>D</i>	C15706737	1 202.7	672.939	1.379 35	果香
E19	丙酸异戊酯	C105680	1 187.1	647.608	1.353 5	果香
E20	异戊酸甲酯	C556241	1 039	404.277	1.528 84	果香
E21	丙酸乙酯	C105373	997.6	357.629	1.477 92	果香
E22	γ -丁内酯	C96480	1 670	1 838.158	1.094 96	奶油香
E23	二氢-2(3H)-呋喃酮	C96480	1 715.2	2 027.628	1.087 51	奶油香
杂环类						
F1	糠醇- <i>M</i>	C98000	1 695.9	1 944.199	1.371 38	面包味
F2	糠醇- <i>D</i>	C98000	1 694.9	1 940.132	1.148 88	面包味
F3	2-糠基硫醇	C98022	1 430.2	1 092.268	1.104 74	烘焙香
F4	糠醛- <i>M</i>	C98011	1 496.3	1 260.827	1.335 67	木香、甜香
F5	糠醛- <i>D</i>	C98011	1 493.7	1 253.654	1.091 7	木香、甜香
F6	2,5-二甲基吡嗪	C123320	1 338.2	894.65	1.097 47	坚果香、烘烤香
F7	甲基吡嗪	C109080	1 280.9	791.128	1.082 98	坚果香
F8	噻吩	C110021	1 037.6	402.692	1.035 48	大蒜味
硫醚类						
G1	二乙基二硫醚	C110816	1 201.6	671.367	1.135 67	大蒜、洋葱香
G2	二甲基硫醚	C75-18-3	808.4	233.257	0.957 83	洋葱香

注：“-*M*”表示单体，“-*D*”表示二聚体；已定性的物质编号与表 2 一致（下同）

2.4.2 辣椒油 VOCs 的 GC-IMS 二维差异图

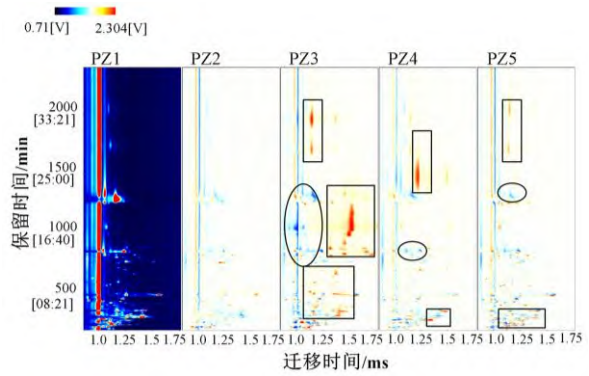
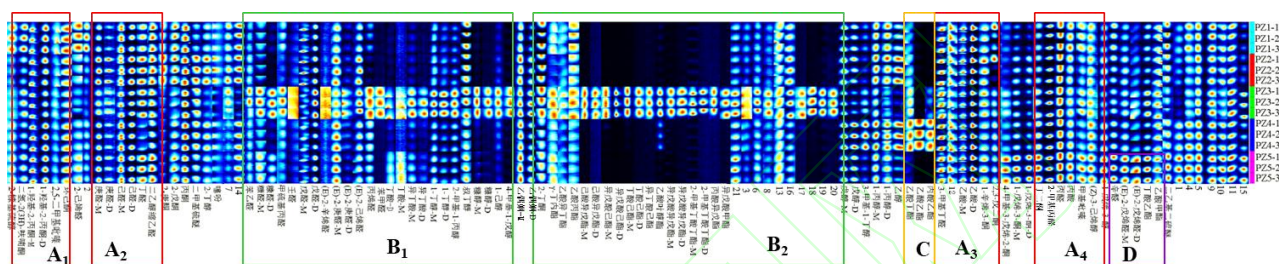


图 3 辣椒油样品的 GC-IMS 二维差异图
Fig.3 GC-IMS two-dimensional qualitative topographic difference plots

图 3 是以 PZ1 为参照, 其余谱图扣除 PZ1 中的信号峰, 得到的 GC-IMS 二维平面差异谱图。整个图背景为蓝色, 横坐标 1.0 处为反应离子 (reactive ion peak, RIP) 峰, RIP 峰两侧的每一个点均代表一种 VOC, 白色表示 VOC 浓度较低, 红色表示浓度较高, 颜色越深表示浓度越大。由图 3 可知, 矩形区域 VOCs 的含量相对于 PZ1 高, 椭圆形区域 VOCs 的含量相对于 PZ1 低; PZ3、PZ4 和 PZ5 的 VOCs 种类及含量与 PZ1 差异较大, PZ1 和 PZ2 的 VOCs 种类和含量相近。

2.4.3 辣椒油 VOCs 的 GC-IMS 指纹图谱

指纹图谱 (图 4) 可以直观地呈现 5 种辣椒油 VOCs 之间的差异, 整个图背景为蓝色, Y 轴为样品编号 (每 1 行为 1 个样品的指纹图谱), X 轴为 VOCs 的名称或编号, 图中点的颜色深浅和点的面积表示 VOCs 含量的高低, 颜色越深面积越大则含量越高, 即白色点表示 VOCs 含量低, 红色点表示含量高^[32]。



注: 21 种未定性的 VOCs 以阿拉伯数字进行编号, 下同

图 4 辣椒油样品的指纹谱图 (n=3)
Fig.4 Fingerprint spectra of chili oil samples(n=3)

结合表 2 和图 4 可知, 5 种样品共有且含量较高的 VOCs 集中在 A (A₁~A₄) 区域, 包括 3-甲基丁醛、2-甲基丙醛、庚醛、2,3-戊二酮、环己酮、1-辛烯-3-酮、2,5-二甲基吡嗪、甲基吡嗪、(Z)-3-己烯醇、二氢-2(3H)-呋喃酮、乙酸甲酯、二乙基二硫醚等, 为辣椒油贡献辛辣味、脂肪香、青香、果香、花香等总体风味特征。B (B₁~B₂) 区域, 包括异戊酸己酯、异丁酸己酯、己酸异戊酯、丁酸己酯、异戊酸异戊酯、2-甲基丁酸丁酯、异戊酸甲酯、乙酸丙酯、乙酸叶醇酯、丁酸异戊酯、丙酸异戊酯、苯甲醛、丙烯醛、糠醛、壬醛、糠醇、1-己醇等, 多数为酯类, 在 PZ3 中含量高且与其余 4 种样品间存在显著性差异 ($P<0.05$), 所以 PZ3 果香味浓, 风味最为特别。C 区域的乙酸丁酯、丙酸乙酯、乙酸乙酯在 PZ4 中含量高且与其余样品间存在显著性差异 ($P<0.05$), 可能为 PZ4 与其余样品香气的差异所在。D 区域的(E)-2-戊烯醛、乙酸甲酯、丁酸乙酯、辛醛在 PZ5 中含量高, 可能为 PZ5 的主要差异 VOCs。PZ1 和 PZ2 的 VOCs 接近。

2.4.4 辣椒油样品 VOCs 的主成分分析 (PCA)

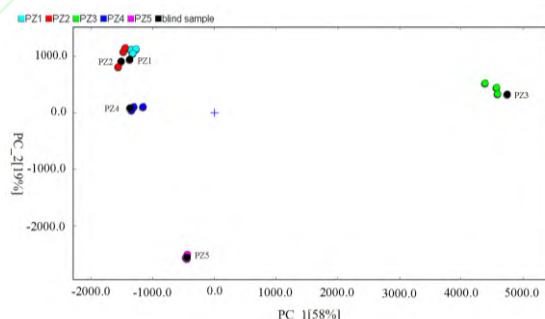


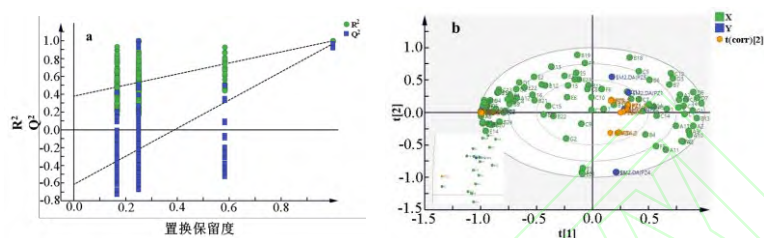
图 5 辣椒油样品的主成分分析
Fig. 5 Principal component analysis of chili oil samples

利用 Flavor Spec@配备的 LAV 软件对 5 种辣椒油样品所有的 VOCs 进行 PCA, 结果如图 5 所示。由图 5 可知, PCA₁ (58%) 和 PCA₂ (19%) 占方差的 77%, 能反映样品的总体特征^[33]。PZ3

与其余样品的距离非常远,可以根据 PCA_1 进行区分;其次,PZ5、PZ4 分别与 PZ1 和 PZ2 的距离较远,可以根据 PCA_2 将 PZ5、PZ4 与 PZ1 和 PZ2 进行区分;PZ1 和 PZ2 的 PCA_1 和 PCA_2 均接近,但各自成组;盲样(图中 5 个黑点)均准确地落在相应的组别中。因此,使用 GC-IMS 结合 PCA,可将 5 种辣椒油样品的挥发性风味物质进行较好地判别和区分。

2.4.5 辣椒油样品 VOCs 的偏最小二乘-判别分析 (PLS-DA)

PLS-DA 是一种基于偏最小二乘回归算法的有监督的分析方法,可实现复杂数据的可视化、判别分析和预测^[34]。在 PLS-DA 中使用 7 倍交叉验证和 200 次随机重分类对辣椒油 VOCs 进行建模、因子载荷分析和变量投影重要性(variable importance projection, VIP)计算,结果如图 6 和图 7 所示。



a-PLS-DA 置换图; b-因子载荷图

图 6 辣椒油样品 VOCs 的 PLS-DA 置换图和因子载荷图

Fig. 6 Permutation test plots and scores plot of PLS-DA based on the VOCs of chilli oil samples

利用 SIMCA 14.1 软件对 5 种辣椒油所有 VOCs 进行 PLS-DA, 结果如图 6 所示。由图 6-a 可知, $R_X^2=0.977$, $R_Y^2=0.992$, $Q^2=0.972$, 说明该模型较可靠, 能对 5 种辣椒油样品的风味进行较好的预测。根据 PLS-DA 因子载荷图对 5 种辣椒油重要的香气成分进行分析, 如图 6-b 所示, PZ3 的香气物质主要为酯类, 包括 E10 (异戊酸己酯-D)、E13 (异丁酸己酯)、E7 (己酸异戊酯)、E12 (丁酸己酯-D) 等, 因此 PZ3 果香味浓郁。PZ4 的主要香气成分有 E1 (乙酸丁酯)、A4 (3-甲基-1-丁醇)、E21 (丙酸乙酯) 等; PZ5 的主要香气成分有 B11 ((E)-2-戊烯醛-M)、F6 (2,5-二甲基吡嗪)、E5 (乙酸甲酯) 等; C11 (1-戊烯-3-酮-D)、C7 (2-庚酮) 等是 PZ1 的主要香气成分, PZ1 和 PZ2 风味相似。

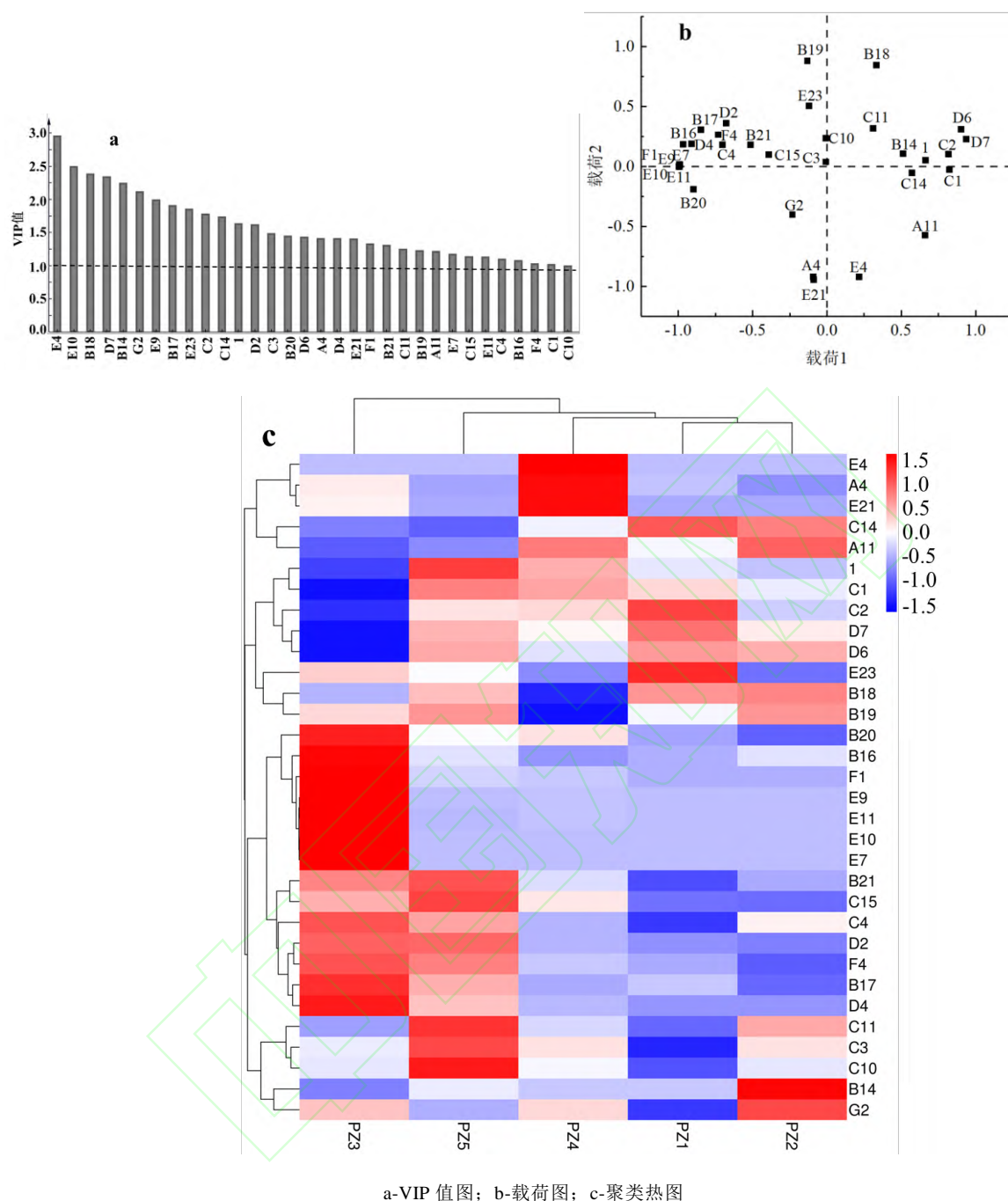


图7 辣椒油重要风味物质 (VIP>1.0) 的 PLS-DA VIP 值图、载荷图和聚类热图
Fig. 7 VIP scores, scores plot, heat map and cluster analysis of PLS-DA based on the VOCs of chilli oil samples

变量投影重要性可用于筛选对 5 种辣椒油香气轮廓有重要影响的关键差异标志物^[34]。如图 7-a 所示, 26 种 VOCs 的 VIP>1.0 (共 32 个峰), 分别为 E4 (乙酸乙酯)、E10 (异戊酸己酯)、B18 (二乙醇缩乙醛)、D7 (乙酸-D)、B14 (己醛-D)、G2 (二甲基硫醚)、B17 (3-甲基丁醛)、E23 (二氢-2(3H)-呋喃酮)、C2 (1-羟基-2-丙酮)、C14 (丙酮)、1、D2 (丁酸-M)、B20 (丙烯醛)、A4 (3-甲基-1-丁醇)、D4 (异丁酸-M)、E21 (丙酸乙酯)、F1 (糠醇-M)、B21 (丙醛)、C11 (1-戊烯-3-酮)、B19 (丁醛)、A11 (乙醇)、E7 (己酸异戊酯-M)、C15 (丁二酮)、E11 (丁酸己酯-M)、B16 (戊醛-D)、F4 (糠醛-M), VIP 值越大, 则差异越显著。由图 7-b 可知, E9 (异戊酸己酯-M)、E10 (异戊酸己酯-D)、E11 (丁酸己酯-M)、F1 (糠醇-M)、E7 (己酸异戊酯-M)、

D7 (乙酸-*D*)、B17 (3-甲基丁醛)、B16 (戊醛-*D*) 等物质对第 1 主成分贡献较大; E21 (丙酸乙酯)、A4 (3-甲基-1-丁醇)、E4 (乙酸乙酯)、B19 (丁醛)、B18 (二乙醇缩乙醛) 对第 2 主成分贡献较大。

为了直观区分特征差异标志物 (VIP>1.0) 在 5 种辣椒油中的变化, 根据筛选出的 26 种特征差异标志物的峰强度绘制聚类热图 (图 7-c)。由图 7-c 可知, PZ3 最先分组, 风味最为特别, E10 (异戊酸己酯)、E11 (丁酸己酯-*M*)、E7 (己酸异戊酯-*M*)、B20 (丙烯醛)、B16 (戊醛-*D*) 等物质在 PZ3 中含量高; PZ5 中 C11 (1-戊烯-3-酮)、B21 (丙醛)、C15 (丁二酮) 含量高而再分组; PZ4 中 E4 (乙酸乙酯)、A4 (3-甲基-1-丁醇)、E21 (丙酸乙酯) 含量高; PZ1 和 PZ2 聚类而风味相似。该结果与 GC-IMS 二维差异图、指纹图谱和 PCA 结果一致。

3 结论

本研究采用 HPLC 和 GC-IMS 等检测技术, 对 5 种辣椒 (子弹头、龙脊椒、涮涮辣、七星椒、干线椒) 制备的辣椒油进行了辣椒素类物质含量、色差、过氧化值、挥发性风味物质的检测和分析, 辣椒的品种对制成的辣椒油的辣椒素类物质含量、色差、过氧化值、挥发性风味物质均有影响。结果表明, 5 种辣椒油辣度有显著性差异 ($P<0.05$), 其中 PZ3 的辣椒素类物质总量、辣度显著高于其他样品, PZ4 其次, PZ1 最低; PZ3 红度 L^* 和黄度 b^* 最高; 5 种辣椒油的过氧化值呈现出随着辣椒油中辣椒素类物质总量的增加而降低的趋势, PZ3 过氧化值最低, 辣椒素类物质总量最高; 经 GC-IMS 分离鉴定出 73 种 VOCs, 包括醛类 19 种、酯类 18 种、酮类 12 种、醇类 12 种、杂环类 6 种、羧酸类 4 种和硫醚类 2 种; 其中, GC-IMS 二维差异图和指纹图谱显示, PZ3 样品 VOCs 种类多含量高, 风味最为独特, PZ1 和 PZ2 风味接近; 通过 PLS-DA 进一步分析发现, PZ3 与其余样品的特征差异香气物质主要为酯类, 包括异戊酸己酯-*D*、异丁酸己酯、己酸异戊酯、丁酸己酯-*D* 等; 经变量投影重要性分析筛选出 5 种辣椒油的 26 种关键差异标志物 (VIP>1.0), 包括 E4 (乙酸乙酯)、E10 (异戊酸己酯)、B18 (二乙醇缩乙醛)、D7 (乙酸-*D*)、B14 (己醛-*D*)、G2 (二甲基硫醚)、B17 (3-甲基丁醛) 等, 其中 E9 (异戊酸己酯-*M*)、E10 (异戊酸己酯-*D*)、E11 (丁酸己酯-*M*)、F1 (糠醇-*M*)、E7 (己酸异戊酯-*M*)、D7 (乙酸-*D*)、B17 (3-甲基丁醛)、B16 (戊醛-*D*) 等物质, 对第 1 主成分贡献较大; E21 (丙酸乙酯)、A4 (3-甲基-1-丁醇)、E4 (乙酸乙酯)、B19 (丁醛)、B18 (二乙醇缩乙醛) 对第 2 主成分贡献较大。主成分分析结果、聚类热图分析结果与 GC-IMS 二维差异图和指纹图谱结果一致。

参考文献

- [1] YANG L, LIU J, WANG X, et al. Characterization of volatile component changes in jujube fruits during cold storage by using headspace-gas chromatography-ion mobility spectrometry[J]. *Molecules*, 2019, 24(21): 3 904.
- [2] GE X, LIANG Q, LONG Y, et al. Assessment of fresh *Alpinia galanga* (A. *galanga*) drying techniques for the chemical composition of essential oil and its antioxidant and biological activity[J]. *Food Chemistry*, 2022, 392: 133314.
- [3] LI W, LI J, QIN Z, et al. Insights into the composition and antibacterial activity of *Amomum tsao-ko* essential oils from different regions based on GC-MS and GC-IMS[J]. *Foods*, 2022, 11(10): 1 402.
- [4] 倪瑞洁, 詹萍, 田洪磊. 基于 GC-IMS 结合多元统计方法分析炸制时间对花椒调味油挥发性物质的影响[J]. *食品科学*, 2022, 43(6): 279-286.
NI R J, ZHAN P, TIAN H L. Effects of frying time on volatile flavor compounds in fried pepper (*Zanthoxylum bungeanum*) oil as analyzed by gas chromatography-ion mobility spectrometry and multivariate statistical analysis[J]. *Food Science*, 2022, 43(6): 279-286.
- [5] 杨芳, 范成梦, 贾洪峰, 等. 基于气相色谱-离子迁移谱对不同产地羊肚菌风味化合物的分析[J]. *食品与发酵工业*, 2021, 47(10): 207-213.
YANG F, FAN C M, JIA H F, et al. Analysis of flavor compounds of *Morchella* spp. from different habitats based on gas chromatography-ion mobility spectrum[J]. *Food and Fermentation Industries*, 2021, 47(10): 207-213.
- [6] WANG S, CHEN H, SUN B. Recent progress in food flavor analysis using gas chromatography-ion mobility spectrometry (GC-IMS)[J]. *Food Chemistry*, 2020, 315: 126158.
- [7] DE SA MENDES N, BRANCO DE ANDRADE GONCALVES E. The role of bioactive components found in peppers[J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2020, 99: 229-243.
- [8] SINISGALLI C, VEZZA T, DIEZ-ECHAVE P, et al. The beneficial effects of red sun-dried *Capsicum annum* L.cv senise extract with antioxidant properties in experimental obesity are associated with modulation of the intestinal microbiota[J]. *Molecular Nutrition & Food Research*, 2021, 65(3): 2000812.
- [9] IC E. Quantitative viscosity determination in irradiated major spices (black pepper, cardamom, cinnamon, ginger, and turmeric) by using a vibro viscometer for long-term storage[J]. *Food Control*, 2022, 133:108679.

- [10] 杜坚, 暴天超, 李垠青, 等. 大蒜油和辣椒油对童鸽生长性能、免疫器官指数、血清生化与抗氧化指标的影响[J]. 中国家禽, 2021, 43(4): 54-59.
DU J, BAO T C, LI Y Q, et al. Effects of garlic oil and chili oil on growth performance, immune organ index, serum biochemical and antioxidant indexes of squeaker[J]. China Poultry, 2021, 43(4): 54-59.
- [11] 萨仁高娃, 胡文忠, 姜爱丽. 辣椒营养保健功能及辣椒食品的研究进展[J]. 食品工业科技, 2012, 33(15): 371-375.
SA R G W, HU W Z, JIANG A L. Research process in pharmacological function and products of chilli[J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(15): 371-375.
- [12] MENDES N D, SANTOS M C P, SANTOS M C B, et al. Characterization of pepper (*Capsicum baccatum*)-A potential functional ingredient[J]. LWT, 2019, 112: 108209.
- [13] 王兴波, 饶雷, 王永涛, 等. 9个品种干辣椒的品质分析及评价[J]. 食品工业科技, 2022, 43(18): 300-310.
WANG X B, RAO L, WANG Y T, et al. Quality analysis and evaluation of nine varieties of dried peppers[J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(18): 300-310.
- [14] 杜勃峰, 李达, 肖仕芸, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 及主成分分析综合评价贵州典型辣椒品种香气品质[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(7): 149-155.
DU B F, LI D, XIAO S Y, et al. Comprehensive evaluation of aroma quality of different pepper based on HS-SPME-GC-MS and principal component analysis[J]. Food Research and Development, 2019, 40(7): 149-155.
- [15] 杨慧, 黄绿红, 张帆, 等. 基于感官和气相色谱-离子迁移谱分析油温对辣椒油风味的影响[J]. 中国食品学报, 2021, 21(9): 328-335.
YANG H, HUANG L H, ZHANG F, et al. Effect of oil temperature on the flavor of chilli oil by GC-IMS and sensory evaluation[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2021, 21(9): 328-335.
- [16] 张洪新, 刘辉, 陈光静, 等. 不同品种辣椒油制品的品质研究[J]. 食品与发酵工业, 2019, 45(5): 190-198.
ZHANG H X, LIU H, CHEN G J, et al. Study on the quality of chili oil products from different chili varieties [J]. Food and Fermentation Industries, 2019, 45(5): 190-198.
- [17] 何小龙, 周晓燕, 李辉, 等. 辣椒油制作过程中的品质变化研究[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(11): 91-93.
HE X L, ZHOU X Y, LI H, et al. Study on different varieties pepper effect on quality of chili oil[J]. Food Research and Development, 2014, 35(11): 91-93.
- [18] 石自彬, 周世中. 辣椒品种对辣椒油品质影响研究[J]. 粮食与油脂, 2022, 35(2): 69-73.
SHI Z B, ZHOU S Z. Study on the effect of chili varieties on the quality of chili oil[J]. Cereals & Oils, 2022, 35(2): 69-73.
- [19] 郭家刚, 杨松, 丁思年, 等. 基于气相离子迁移谱的不同产地生姜挥发性有机物指纹图谱分析[J]. 食品科学, 2021, 42(24): 236-241.
GUO J G, YANG S, DING S N, et al. Fingerprint analysis of volatile organic compounds in ginger rhizomes from different geographical origins by gas chromatography-ion mobility spectrometry[J]. Food Science, 2021, 42(24): 236-241.
- [20] GB/T 21266-2007. 辣椒及辣椒制品中辣椒素类物质测定及辣度表示方法[S]. 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局中国国家标准化管理委员会, 2007.
GB/T 21266-2007. Determination of total capsaicinoid content and representation of pungency degree in capsicum and its products[S]. General administration of quality supervision, inspection and quarantine of the People's Republic of China, standardization administration of the People's Republic of China, 2007.
- [21] GB 5009. 227-2016. 食品安全国家标准食品中过氧化值的测定[S]. 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 2016.
GB 5009.227-2016. National food safety standard determination of peroxide value in foods[S]. National health and family planning commission of the People's Republic of China, 2016.
- [22] 王鑫, 王兴国, 金青哲, 等. HPLC 法测定红辣椒油树脂中辣椒素的含量[J]. 食品科学, 2005, 26(11): 207-209.
WANG X, WANG X G, JIN Q Z, et al. Determination of capsaicinoids in paprika oleoresin by HPLC[J]. Food Science, 2005, 26(11): 207-209.
- [23] 杨莉, 张淼, 贾洪峰, 等. 基于高效液相色谱法的麻辣火锅底料辣度分级模型建立及其在熬煮过程中的变化[J]. 食品科学, 2021, 42(4): 233-239.
YANG L, ZHANG M, JIA H F, et al. Modelling for pungency grading of spicy hot pot seasonings based on capsaicinoid content determined by HPLC and analysis of its changes during boiling [J]. Food Science, 2021, 42(4): 233-239.
- [24] 易志, 吴雪辉, 沈冰, 等. 温度及光照对亚麻籽油贮藏稳定性影响研究[J]. 粮食与油脂, 2016, 29(6): 17-21.
YI Z, WU X H, SHEN B, et al. Effects of temperature and light on the storage stability of flaxseed oil[J]. Cereals & Oils, 2016, 29(6): 17-21.
- [25] 王梦, 赵佩霞, 张鹏, 等. 辣椒碱单体、二氢辣椒碱单体和降二氢辣椒碱单体抗氧化效果研究[J]. 化学与生物工程, 2019, 36(2): 8-11.
WANG M, ZHAO P X, ZHANG P, et al. Antioxidant effect of capsaicin monomer, dihydrocapsaicin monomer, and nordihydrocapsaicin monomer[J]. Chemistry & Bioengineering, 2019, 36(2): 8-11.
- [26] LI M, YANG R, ZHANG H, et al. Development of a flavor fingerprint by HS-GC-IMS with PCA for volatile compounds of *Tricholoma matsutake* Singer[J]. Food Chemistry, 2019, 290: 32-39.
- [27] ADEBOWALE K O, LAWAL O S. Microstructure, physicochemical properties and retrogradation behavior of mucunabean (*Mucuna pruriens*) starch on heat moisture treatments[J]. Food Hydrocolloids, 2003, 17(3): 265-272.
- [28] XU L, MEI X, CHANG J, et al. Comparative characterization of key odorants of french fries and oils at the break-in, optimum, and degrading frying stages[J]. Food Chemistry, 2022, 368: 130581.
- [29] COUNET C, CALLEMIEN D, OUWERX C, et al. Use of gas chromatography-olfactometry to identify key odorant compounds in dark chocolate. Comparison of samples before and after conching[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2002, 50(8): 2385-2391.
- [30] MATEO J, ZUMALACÁRREGUI J M. Volatile compounds in chorizo and their changes during ripening[J]. Meat Science, 1996, 44(4): 255-273.
- [31] 陈海涛, 张宁, 徐晓兰, 等. SPME 和 SDE-GC-MS 分析贾永信腊羊肉挥发性风味成分[J]. 食品科学, 2013, 34(14): 187-191.
CHEN H T, ZHANG N, XU X L, et al. Comparison of simultaneous distillation extraction (SDE) and solid-phase microextraction (SPME) for the analysis of volatile flavor compounds in Jiayongxin preserved mutton by GC-MS[J]. Food Science, 2013, 34(14): 187-191.

- [32] YANG L, LIU J, WANG X, et al. Characterization of volatile component changes in jujube fruits during cold storage by using headspace-gas chromatography-ion mobility spectrometry[J]. *Molecules*, 2019, 24(21): 3904.
- [33] WU Z, CHEN L, WU L, et al. Classification of Chinese honeys according to their floral origins using elemental and stable isotopic compositions[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2015, 63(22): 5 388-5 394.
- [34] AZIZAN K A, BAHARUM S N, RESSOM H W, et al. GC-MS analysis and PLS-DA validation of the trimethyl silyl-derivatization techniques[J]. *American Journal of Applied Sciences*, 2012, 9(7): 1 124-1 136.

