

羊奶中挥发性成分顶空固相微萃取条件的优化

艾 对, 张富新*, 于玲玲, 苏伟丽, 林乐英

(陕西师范大学 食品工程与营养科学学院, 陕西 西安 710062)

摘要: 采用顶空固相微萃取结合气相色谱检测羊奶中挥发性成分, 以出峰数和峰面积为指标, 对影响固相微萃取法提取羊奶中挥发性成分的萃取头、萃取温度、加盐量、萃取时间和解析时间 5 个因素进行优化。结果表明, 选用 CAR/PDMS 为萃取头、NaCl 添加量为 0.3 g/mL、萃取温度为 70 ℃、萃取时间为 90 min、解析时间为 5 min 时, 可最大限度地提取羊奶中挥发性成分。再以最优条件萃取羊奶中挥发性成分, 经 GC/MS 分析检测, 共检测出 42 种挥发性成分, 其中酸性成分最多, 有 14 种, 其次是酯类、烷烃、芳香族、杂环、醇和醛酮, 分别有 6、5、5、5、4 和 3 种。

关键词: 羊奶; 顶空固相微萃取; 挥发性成分; 气质联用

中图分类号: TS 252.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673—1689(2015)01—0040—07

Optimization of Head Space Solid Phase Micro-Extraction Conditions for Volatile Components in Goat Milk

AI Dui, ZHANG Fuxin*, YU Lingling, SU Weili, LIN Leying

(College of Food Engineering and Nutritional Science, Shanxi Normal University, Xi'an 710062, China)

Abstract: Head Space Solid phase micro-extraction (HS/SPME) coupled with gas chromatography (GC) were used for the determination of volatile compounds in goat milk. HS/SPME experimental parameters, such as SPME fibre, extraction temperature, NaCl concentration, extraction time and desorption time were optimized using the number and area of peaks as index. The optimal extraction efficiency for goat milk was achieved when sample was headed at 70 ℃ for 90 min after the addition of 0.3 g/mL NaCl, extracted by a carboxen/polydimethylsiloxane (CAR/PDMS) fibre, and then the fibre was transferred to a GC injection port for thermal desorption at 250 ℃ for 5 min. As a result, 42 kinds of volatile components were detected that including acids (14 kinds), esters (6 kinds), hydrocarbons (5 kinds), alcohols (4 kinds), aldehydes (3 kind), aromatic (5 kinds) and heterocyclic (5 kinds).

Keywords: goat milk, HS/SPME, volatile components, GC-MS

羊奶富含蛋白质、脂肪、矿物质、维生素以及多种生物活性物质, 被称为“奶中之王”^[1-2]。但羊奶具

有膻味, 限制了羊奶及其产品的利用^[3]。羊奶的膻味与其化学组成, 尤其是羊奶中的挥发性成分有关

收稿日期: 2014-05-04

基金项目: 国家“十二五”科技支撑计划项目(2013BAD18B00); 农业部公益性行业(农业)科研专项(201103038)。

* 通信作者: 张富新(1962—), 男, 陕西咸阳人, 教授, 主要从事乳品科学研究。E-mail: fuxinzh@snnu.edu.cn

^[4], 因此分析检测羊奶中挥发性成分, 对于揭示羊奶膻味形成机理有重要意义。目前国内外对食品中挥发性成分检测报道较多, 常用的有气相色谱(Gas Chromatograph, GC)法^[5-6]、气相色谱-质谱联用(Gas Chromatograph-Mass Spectrometer, GC/MS)法^[7-8]、液相色谱(Liquid Chromatograph, HPLC)法^[9-10]、液相色谱-质谱联用(Liquid Chromatograph-Mass Spectrometer, LC/MS)法^[7, 11]等, 但这些方法通常都要对样品进行前处理, 其中顶空固相微萃取(Head Space Solid Phase Micro-Extraction, HS/SPME)是应用最为广泛且有效的方法。该方法集采样、萃取、富集、进样于一体, 具有敏感、操作简便、样品用量少、无溶剂等优点^[12-14], 已成功用于食品^[15]、环境^[16]、体液^[17]和植物^[18]等领域挥发性成分的分析。HS/SPME技术在羊奶及乳制品挥发性成分的研究已有报道^[19-24], 但由于HS/SPME条件的不同, 其结果差异较大。大量研究表明, HS/SPME技术萃取挥发性成分的效果与萃取头、盐离子浓度、萃取温度、萃取时间和解析时间等因素相关^[12-14]。因此, 作者以羊奶为材料, 采用HS/SPME技术对其挥发性物质进行萃取和富集, 再经GC和GC/MS的分离和检测, 以GC总峰面积和出峰数为优化指标, 对萃取头、盐离子浓度、萃取温度、萃取时间和解析时间5个因素进行了系统的优化, 再用GC/MS对其挥发性成分进行定性和定量分析, 旨在建立HS/SPME-GC/MS分析方法, 为进一步检测羊奶膻味物质提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 羊奶

采用陕西红星乳业有限公司的混合奶样。样品取回后, 放于-40℃冰箱中储存。实验时, 在25℃水浴中解冻。

1.2 HS/SPME方法

在20 mL的顶空瓶中加入12 mL奶样和一定量NaCl, 用密封垫迅速密封顶空瓶, 在磁力搅拌(900 r/min)下, 在30℃下平衡30 min后, 将已老化的萃取头(250℃下老化1 h)插入顶空瓶, 推出萃取纤维头, 距液面1 cm, 进行顶空萃取。在不同温度下萃取一定时间后, 缩回萃取纤维, 拔出萃取头, 快速插入GC进样口, 在250℃下解析一定时间, 以出峰数和峰面积为检测指标优化萃取条件。每个样品重复3次。

1.3 GC分析条件

气相色谱仪(TRACE 2000, Thermo Fisher Scientific, USA)配备火焰离子化检测器(Flame Ionization Detector, FID)和HP-INNOWAX石英毛细管色谱柱(60 m×0.32 mm×0.25 μm, Agilent, USA); 采用程序升温模式, 起始温度为60℃, 保持2 min, 以1℃/min升至70℃, 保持2 min, 再以4℃/min升至180℃, 保持27 min; 进样口温度为250℃; 以氮气为载气, 流量是1.0 mL/min; 不分流进样; 检测器温度为260℃, 氢气为燃烧气体, 流量是35 mL/min, 氧气为助燃气体, 流量是350 mL/min, 氮气为补偿气体, 流速是35 mL/min。

1.4 GC/MS分析条件

气相色谱-质谱联用仪(TRACE 1300-ISQ, Thermo Fisher Scientific, USA)和HP-INNOWAX石英毛细管色谱柱(规格同上); 采用程序升温模式, 起始温度为40℃, 保持10 min, 以4℃/min升至80℃, 保持10 min, 再以4℃/min升至180℃, 保持30 min; 进样口温度为250℃; 以氦气(纯度99.99%)为载气, 流量是1 mL/min; 不分流进样。传输线接口温度为250℃; 离子源温度为250℃; 电离方式为EI; 电离能量为70 eV; 灯丝发射电流为20 μA; 质量扫描范围为45~500, 溶剂延迟时间为0.5 min。

1.5 数据处理

根据气相色谱工作站软件Chrom-card得到色谱峰的参数信息, 采用Excel2003和Word2003对数据进行统计分析。利用GC/MS工作站软件Xcalibur自带NIST标准库对色谱峰进行自动检索, 只对能予以定性的挥发性成分做定量处理, 采用峰面积归一化法计算各挥发性成分的相对百分含量。

2 结果与分析

2.1 固相微萃取条件的优化

2.1.1 萃取头的选择 分别用PDMS(polydimethylsiloxane, 7 μm)、PDMS/DVB(polydimethylsiloxane-divinylbenzene, 65 μm)、PA(polyacrylate, 85 μm)、CAR/PDMS(carboxen-polydimethylsiloxane, 75 μm)萃取头对羊奶中挥发性物质在70℃下, 萃取90 min后, 用GC检测挥发性成分, 结果见图1。

由图1可以看出, 不同萃取头对羊奶挥发性成分的萃取效果有较大差别。用CAR/PDMS萃取头萃取后, 经GC检测的色谱图不仅出峰数最多, 且基线

平稳,峰形对称均匀,而用 PDMS、PDMS/DVB、PA 萃取时,出峰数和峰面积都较少,这表明用 CAR/PDMS 萃取头可最大限度的萃取羊奶中挥发性成分。在用 SPME 技术萃取食品中挥发性成分时,其萃取效果不仅要尽可能多的提高萃取到挥发性成分的种类,同时使提取物质的量尽可能多,用出峰数可代表萃取物质的种类,出峰面积可以反映萃取物质的量。同时由图 5 可以看出,用 CAR/PDMS 萃取头萃取后,羊奶中挥发性物质的出峰数最多,且峰面积最大。萃取头的萃取效果与萃取头构成高分子材质有关,极性材质对样品中极性物质萃取效果较好,而非极性材质对样品中非极性物质萃取效果较好^[12]。由于羊奶中挥发性成分组成复杂,既有极性化合物,又有非极性化合物。本研究中采用的 CAR/PDMS 萃取头属于复合型材质,对极性和非极性化合物均有较强的吸附作用,因此,对羊奶中挥发性成分萃取效果较好。

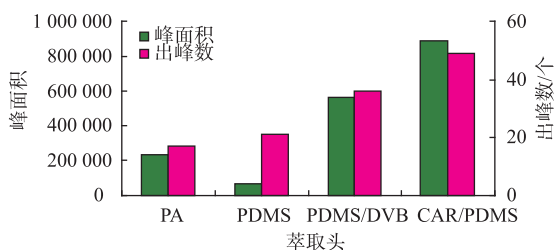


图 1 萃取头对羊奶中挥发性成分萃取效果的影响

Fig. 1 Effect of SPME fibre on the extraction of volatile compounds from goat milk

2.1.2 NaCl 添加量的选择 在 12 mL 奶样中加入 NaCl,使其质量浓度分别达到 0.0、0.1、0.2、0.3、0.4 g/mL,再用 CAR/PDMS 萃取头萃取 30 min,用 GC 检测挥发性成分,结果见图 2。

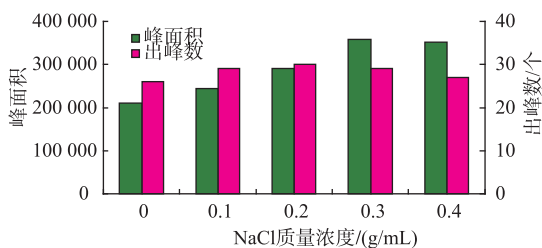


图 2 NaCl 添加量对羊奶中挥发性成分萃取效果的影响

Fig. 2 Effect of NaCl concentration on the extraction of volatile compounds from goat milk

由图 2 可以看出,随着 NaCl 添加量的增加,峰面积和出峰数有逐步增大的趋势。当 NaCl 添加量

达 0.3 g/mL 时,出峰数和峰面积达到最大;当 NaCl 添加量达到 0.4 g/mL 时,出峰数和峰面积有降低趋势。羊奶中挥发性物质的逸出与奶样中离子强度有关,添加 NaCl 能加强溶液离子强度,降低挥发性组分在液相中的溶解度,有利于挥发性成分逸出,从而增加其在气相中的含量。但当 NaCl 添加量过大时,易出现饱和现象,使其在增加挥发性成分气-液分配比的同时也将影响基质粘度,降低挥发性成分的扩散速度,产生盐析负效应^[2]。因此,在萃取羊奶中挥发性成分时,应添加适量的 NaCl。

2.1.3 萃取温度的选择 将奶样分别在 30、45、60、70、80 °C 下,用 CAR/PDMS 萃取头萃取 30 min,用 GC 检测挥发性成分,结果见图 3。

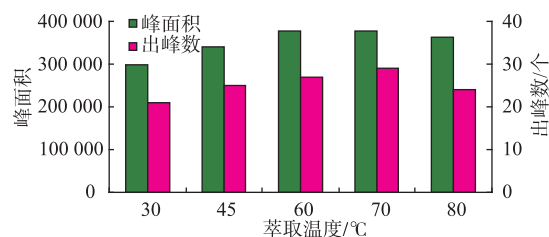


图 3 萃取温度对羊奶中挥发性成分萃取效果的影响

Fig. 3 Effect of extraction temperature on the extraction of volatile compounds from goat milk

由图 3 可以看出:随着萃取温度的升高,羊奶中挥发性成分的峰面积和出峰数呈增加趋势。当萃取温度大于 70 °C 时,出峰数达到 32 个,且峰面积较大;当萃取温度达到 80 °C 时,其峰面积与 70 °C 萃取时无明显差异,但出峰数明显降低。在用 SPME 技术萃取食品中挥发性成分时,萃取温度对其萃取效果影响较大,提高萃取温度,可加快分子热运动,加速分子间热传导,使挥发性成分在基质间扩散加快,进而使气相中的组分含量增加,从而有利于萃取头的萃取。但当萃取温度过高时,又会使挥发性成分在萃取头涂层与基质间的分配系数降低,从而降低萃取头的萃取效果。

2.1.4 萃取时间的选择 将奶样在 70 °C 下,用 CAR/PDMS 萃取头分别萃取 30、45、60、75、90、105 min,用 GC 检测挥发性成分,结果见图 4。

由图 4 可以看出,随着萃取时间的延长,峰面积和出峰数呈增加趋势。当萃取时间达到 90 min 时,峰面积和出峰数达到最大;但在萃取 90 min 后,随着萃取时间的延长,峰面积和出峰数有降低的趋

势。萃取时间的长短将直接影响挥发性成分在萃取头上的吸附状况,萃取时间较短时,挥发性成分在萃取头上吸附不充分;而萃取时间较长时,一些已吸附的挥发性成分可能会出现解析现象^[26]。实际上,挥发性成分在萃取头上的吸附是处于一个动态平衡,只有在一定萃取时间,才能取得最大的萃取效果。

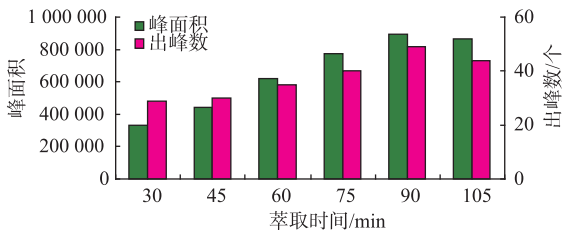


图 4 萃取时间对羊奶中挥发性成分萃取效果的影响

Fig. 4 Effect of extraction time on the extraction of volatile compounds from goat milk

2.1.5 解析时间的选择 将奶样用 CAR/PDMS 萃取头在 70 ℃下,萃取 30 min 后,在 GC 进样口温度为 250 ℃下分别解析 1、3、5、7、9 min,检测挥发性成分,结果见图 5。

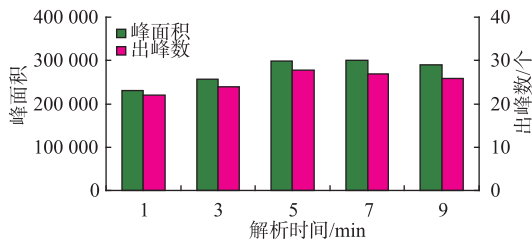


图 5 解析时间对羊奶挥发性成分萃取效果的影响

Fig. 5 Effect of desorption time on the extraction of volatile compounds from goat milk

由图 5 可以看出,随着解析时间的延长,GC 检

测出的峰面积和出峰数呈先增大后降低趋势。当解析时间小于 5 min 时,随着解析时间延长,峰面积和出峰数逐渐增大;在解析时间从 5 min 增加到 7 min 时,峰面积和出峰数无明显差异;而当解析时间大于 7 min 时,其峰面积和出峰数又降低。解析时间直接影响到挥发性成分从萃取头涂层的解析程度。解析时间较短时,不利于挥发性成分从萃取头涂层解析,而解析时间过长时,一些挥发性成分在高温下可能发生氧化、异构化等化学反应^[27],从而影响检测效果。

2.2 羊奶中挥发性成分的分析

应用优化的 HS-SPME 条件萃取羊奶中挥发性成分,再经 GC/MS 分析检测,共检测出 42 种成分(见表 1),其中酸类最多,有 14 种;其次是酯类、烷烃、芳香族、杂环、醇和醛酮,分别有 6、5、5、5、4 和 3 种。挥发性酸类成分主要由短链和中链脂肪酸组成,其中短链脂肪酸有 10 种,分别为 2,2-二甲基丙酸、乙酸、丁酸、戊酸、己酸、庚酸、辛酸、4-甲基辛酸、壬酸和癸酸,相对含量较高的是己酸(15.67%)、辛酸(23.59%)和癸酸(29.09%),占总挥发性成分的 68.35%,可见挥发性酸类成分是羊奶中的主要成分。大量研究报道,膻味与挥发性酸的种类和含量有关,何胜华等人^[20]指出羊奶中膻味可能与庚酸、辛酸、壬酸和癸酸有关;Chilliard 等人^[28]和 Carunchia 等人^[29]报道,膻味与 4-甲基辛酸有关。可见挥发性酸类成分是羊奶的主要风味物质。同时,羊奶中也检测出 6 种挥发性酯类化合物,可赋予羊奶特殊的香气。此外,烷烃、芳香族、醇、醛酮和杂环类均是羊奶粉特殊风味的重要组成部分,这些挥发性成分中,相对含量较高的有丙酮、苯甲醛、2-甲基异丙醇和甘菊环。

表 1 羊奶中挥发性成分 GC/MS 分析结果

Table 1 GC/MS analytical results of volatile compounds from goat milk

分类	中英文名称	SI	RSI	面积	相对质量分数/%
酸类	Propanoic acid, 2,2-dimethyl-;2,2-二甲基丙酸	812	846	296 989 243	0.47
	Acetic acid;乙酸	830	854	61 765 245	0.10
	Butanoic acid;丁酸	930	930	2 329 412 771	3.66
	Pentanoic acid;戊酸	807	862	128 311 961	0.20
	Hexanoic acid;己酸	904	907	9 963 745 640	15.67
	Heptanoic acid;庚酸	874	876	757 165 235	1.19
	Octanoic Acid;辛酸	907	907	14 995 407 756	23.59
	4-Methyloctanoic acid;4-甲基辛酸	848	875	132 482 101	0.21

分类	中英文名称	SI	RSI	面积	相对质量分数/%
	Nonanoic acid;壬酸	861	867	779 114 800	1.23
	n-Decanoic acid;癸酸	889	889	18 495 251 490	29.09
	Undecylenic Acid;十一碳烯酸	812	865	624 296 781	0.98
	Undecanoic acid;十一烷酸	830	843	170 839 913	0.27
	Benzoic acid;苯甲酸	868	919	336 799 744	0.53
	Dodecanoic acid;月桂酸	901	907	2 011 654 479	3.16
酯类	Formic acid, 1,1-dimethylethyl ester;甲酸叔丁酯	804	829	380 728 901	0.60
	Octanoic acid, ethyl ester;辛酸乙酯	809	833	339 229 416	0.53
	1,2,3-Propanetriol, diacetate;二乙酸甘油酯	901	920	291 947 975	0.46
	Dimethyl phthalate;邻苯二甲酸二甲酯	897	906	450 453 662	0.71
	? Dodecalactone;十二内酯	844	861	197 803 931	0.31
	Dibutyl phthalate;邻苯二甲酸二丁酯	814	889	61 242 372	0.10
烷烃类	Trichloromethane;三氯甲烷	896	913	326 299 093	0.51
	Undecane;十一烷	852	890	180 957 712	0.28
	Tetradecane;十四烷	832	865	258 600 024	0.41
	Pentadecane;十五烷	858	888	244 464 840	0.38
	Styrene;苯乙烯	810	864	202 618 932	0.32
醛酮类	Acetone;丙酮	863	984	3 781 576 722	5.95
	2-Nonanone;2-壬酮	877	924	71 589 277	0.11
	Benzaldehyde;苯甲醛	908	911	1 334 582 905	2.1
醇类	2-Propanol, 2-methyl-;2-甲基异丙醇	844	899	1 309 937 518	2.06
	n-Tridecan-1-ol;十三醇	849	885	178 466 600	0.28
	Benzyl Alcohol;苄醇	859	932	371 688 953	0.58
	Phenylethyl Alcohol;苯乙醇	846	787	193 631 581	0.30
芳香族类	Ethylbenzene;乙苯	807	894	90 191 983	0.14
	p-Xylene;对二甲苯	850	879	347 966 284	0.55
	1,3,5-Benzenetriol;1,3,5-苯三酚	814	846	221 608 937	0.35
	Biphenyl;联苯	863	904	56 634 140	0.09
	Phenol;苯酚	802	915	137 566 260	0.22
杂环类	Benzonitrile;苯甲腈	802	837	48 375 854	0.08
	Azulene;甘菊环	937	947	716 584 833	1.13
	Naphthalene, 1-methyl-;1-甲基萘	832	876	171 703 533	0.27
	Dimethyl sulfone;二甲基砜	933	939	372 595 514	0.59
	Caprolactam;己内酰胺	839	866	147 645 577	0.23

3 结 语

采用 HS-SPME 方法对羊奶挥发性成分进行萃取,获得的最优条件为:在 12 mL 奶样中,添加 0.3 g/mL 的 NaCl,用 CAR/PDMS 萃取头在 70 ℃下萃取 90 min,然后在 250 ℃下解析 5 min,可获得最大的

出峰面积和出峰数,最大限度地提取出羊奶中挥发性成分。应用最优条件萃取羊奶中挥发性成分,再经 GC/MS 分析,共检测出 42 种成分。其中酸类成分最多,有 14 种,其次是酯类、烷烃、芳香族、杂环、醇和醛酮,分别有 6、5、5、5、4 和 3 种。

参考文献:

- [1] 顾浩峰,张富新,梁蕾,等. 山羊奶与牛奶和人奶营养成分的比较[J]. 食品工业科技,2012,33(8):369-373.
GU Haofeng,ZHANG Fuxin,LIANG Lei,et al. Comparison of nutritional components for goat milk,cow milk and human milk[J]. **Science and Technology of Food Industry**,2012,22(8):369-373.(in Chinese)
- [2] 张怡,张富新,贾润芳,等. 水分活度对全脂羊奶粉贮藏期间脂肪稳定性的影响[J]. 食品工业科技,2013,34(1):327-333.
ZHANG Yi,ZHANG Fuxin,JIA Runfang,et al. Effect of water activity on the stability of fat in whole goat milk powder during storage[J]. **Science and Technology of Food Industry**,2013,34(1):327-333.(in Chinese)
- [3] 焦凌梅,袁唯. 改善山羊乳风味的方法研究[J]. 乳品加工,2006,6:56-58.
- [4] Chilliard Y,Ferlay A,Rouel J,Lamberet G. A review of nutritional and physiological factors affecting goat milk lipid synthesis and lipolysis[J]. **Journal of Dairy Science**,2003,86(5):1751-1770.
- [5] Curioni P M G,Bosset J O. Key odorants in various cheese types as determined by gas chromatography-olfactometry [J]. **International Dairy Journal**,2002,12:959-984.
- [6] Cullere L,Escudero A,Ferreira V. Gas Chromatography-olfactometry and chemical quantitative study of the aroma of six premium quality spanish aged red wines[J]. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**,2004,52:1563-1660.
- [7] Sagratini G,Maggi F,Caprioli G,et al. Comparative study of aroma profile and phenolic content of montepulciano monovarietal red wines from the Marche and Abruzzo regions of Italy using HS-SPME-GC-MS and HPLC-MS [J]. **Food Chemistry**,2012,132:1592-1599.
- [8] 宋江峰,李大婧,刘春泉,等. 甜糯玉米软罐头主要挥发性物质主成分分析和聚类分析 [J]. 中国农业科学,2010,43(10):2122-2131.
SONG Jiangfeng,LI Dajing,JIU Chunquan,et al. Principal components analysis and cluster analysis of flavor compositions in waxy corn soft can[J]. **Scientia Agricultura Sinica**,2010,43(10):2122-2131.(in Chinese)
- [9] Hu Y L,Fan Y F,Li G K. Preparation and evaluation of a porous monolithic capillary column for microextraction of estrogens from urine and milk samples online coupled to high-performance liquid chromatography [J]. **Journal of Chromatography A**,2012,1228:205-212.
- [10] Melo A,Aguar A,Mansilha C,et al. Optimisation of a solid-phase microextraction/HPLC/Diode Array method for multiple pesticide screening in lettuce[J]. 2012,130:1090-1097.
- [11] Cao X Q,Wu A C,Yue Y,et al. A high-throughput method for the simultaneous determination of multiple mycotoxins in human and laboratory animal biological fluids and tissues by PLE and HPLC-MS/MS [J]. **Journal of Chromatography B**,2013,942:113-114.
- [12] Kataoka H,Lord H L,Pawliszyn J. Application of solid-phase microextraction in food analysis [J]. **Journal of Chromatography A**,2000,880:35-62.
- [13] Wardencki W,Michulec M,Curylo J. A review of theoretical and practical aspects of solid-phase microextraction in food analysis [J]. **International Journal of Food Science and Technology**,2004,39:703-717.
- [14] Zhang Z Y,Yang M J,Pawliszyn J. solid-phase microextraction[J]. **Analytical Chemistry**,1994,66(7):844-853.
- [15] Costa R,Tedone L,Grazia S D,et al. Multiple headspace-solid-phase microextraction:An application to quantification of mushroom volatiles[J]. **Analytica Chimica Acta**,2013,770:1-6.
- [16] Haftka J H,Scherpennisse P,Jonker M T O,Hermens J L M. Using Polyacrylate-Coated SPME Fibers To Quantify Sorption of Polar and Ionic Organic Contaminants to Dissolved Organic Carbon[J]. **Environmental Science & Technology**,2013,47:4455-4462.
- [17] Westland J L,Dorman F L. Comparison of SPME and static headspace analysis of blood alcohol concentration utilizing two novel chromatographic stationary phases[J]. **Forensic Science International**,2013,231:e50-e56.
- [18] Kusano M,Iizuka Y,Kobayashi M,et al. Development of a Direct Headspace Collection Method from Arabidopsis Seedlings Using HS-SPME-GC-TOF-MS Analysis[J]. **Metabolites**,2013,3:223-242.
- [19] Aardt M V,Duncan S E,Bourne D,et al. Flavor Threshold for Acetaldehyde in Milk,Chocolate Milk,and Spring Water Using Solid Phase Microextraction Gas Chromatography for Quantification [J]. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**,2001,49:1377-1381.

- [20] 何胜华, 杨鑫, 李海梅, 等. 固相微萃取技术 (SPME) 分析羊奶中挥发性化合物[J]. 食品工业科技, 2009, 30(12): 133-135.
HE Shenghua, YANG Xin, LI Haimei, et al. Analysis of volatile compounds from goat milk by solid-phase microextraction[J]. 2009, 30(12): 133-135. (in Chinese)
- [21] Lecanu L, Ducruet V, Jouquand C, et al. Optimization of headspace solid-phase microextraction (SPME) for the odor analysis of surface-ripened cheese[J]. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2002, 50: 3810-3817.
- [22] Aardt M V, Duncan S E, Bourne D, et al. Flavor threshold for acetaldehyde in milk, chocolate milk, and spring water using solid phase microextraction gas chromatography for quantification[J]. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2001, 49: 1377-1381.
- [23] 李林强, 咎林森. 西农萨能奶山羊乳和荷斯坦牛乳挥发性游离脂肪酸组成比较及分子机理分析 [J]. 食品与生物技术学报, 2011, 30(6): 822-826.
LI Lingqiang, ZAN Linsen. A comparison of milk volatile free fatty acids from xinong saanen goat and Holstein cattle and molecular mechanism analysis[J]. **Journal of Food Science and Biotechnology**, 2011, 30(6): 822-826. (in Chinese)
- [24] Marsili R T. Shelf-life prediction of processed milk by solid-phase microextraction, mass spectrometry, and multivariate analysis [J]. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2000, 48: 3470-3475.
- [25] 傅彦斌. 固相微萃取分析条件的优化[J]. 干旱环境检测, 2006, 20(6): 49-51.
FU Yanbin. Optimizing analytical condition of SPME[J]. **Arid Cnuironmentdal Monitoring**, 2006, 20(6): 49-51. (in Chinese)
- [26] 何宇洁. 液熏灌肠加工工艺研究及其挥发性风味物质的检测[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2012.
- [27] 刘晓慧, 张丽霞, 王日为, 等. 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用法分析黄茶香气成分[J]. 食品科学, 2010, 31(16): 239-243.
LIU Xiaohui, ZHANG LiXia, WANG Riwei, et al. Analysis of volatile components of yellow tea by HS-SPME/GC-MS [J]. **Food science**, 2010, 31(16): 239-243. (in Chinese)
- [28] Chilliard Y, Ferlay A, Rouel J, et al. A review of nutritional and physiological factors affecting goat milk lipid synthesis and lipolysis[J]. **Journal of Dairy Science**, 1984, 67(10): 2216-2223.
- [29] Carunchia M E, Karagul-Yuceer Y, Avsr Y K, et al. Identification and quantification of character aroma components in fresh chevre-style goat cheese[J]. 2003, 68(8): 2441-2447.

科技信息

欧盟实施食品包装地址标签新规定

欧盟于 2014 年 12 月 13 日实行新的食品安全规定, 要求所有包装食品必须注明一个欧盟地址, 这将导致许多瑞士食品企业不得不前往欧盟设立机构。欧盟方面表示, 瑞士地址只有在食品领域全面协议的框架下才能获得同等效力。由于达成协议遥遥无期, 瑞士联邦经济总局正在与欧委会寻找过渡方案, 以减少该规定对瑞士食品出口的影响。

[信息来源] 商务部. 欧盟将实施食品包装地址标签新规定 [EB/OL]. (2014-12-8). <http://www.mofcom.gov.cn/article/i/jyj/m/201412/20141200824937.shtml>