王文治, 米艳华, 陈璐, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 技术比较分析 3 个品种花椒叶挥发性成分 [J]. 食品工业科技, 2026, 47(10): 301−310. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025040169
WANG Wenzhi, MI Yanhua, CHEN Lu, et al. Comparative Analysis of Volatile Components in Three Varieties of *Zanthoxylum* Leaves Based on HS-SPME-GC-MS[J]. Science and Technology of Food Industry, 2026, 47(10): 301−310. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2025040169

· 分析检测 ·

基于 HS-SPME-GC-MS 技术比较分析 3 个品种花椒叶挥发性成分

王文治[1], 米艳华[1], 陈　璐[1,*], 刘振环[1], 李茂萱[1], 杨旭昆[1], 张　鹏[1],
刘兴勇[1], 丁　燕[1], 惠芬雪[2], 严光敏[2], 黄　瑞[3]
（1.云南省农业科学院质量标准与检测技术研究所, 云南昆明 650205;
2.云南坤太味业食品有限公司, 云南宣威 655499;
3.宣威市西宁街道办事处农业农业村发展服务中心, 云南宣威 655499）

摘　要: 为探究不同品种花椒叶香气物质组成特征，本研究采用顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用技术（headspace solid-phase microextraction gas chromatography-mass spectrometry，HS-SPME-GC-MS）对刺花椒、竹叶花椒及无刺花椒叶片的挥发性化合物进行了系统性解析，共鉴定出 85 种挥发性化合物，其中萜烯类（55.29%）、酯类（17.65%）和醇类（16.47%）为主要成分，其中刺花椒叶、竹叶花椒叶及无刺花椒叶分别检测到 47、32 和 62 种挥发性化合物。多元统计分析（PCA 和 PLS-DA）揭示了三种花椒叶挥发性化合物组成种类与丰度的显著差异性，其中无刺花椒叶的化合物多样性最为丰富。通过变量重要性投影（variable importance in projection，VIP）和香气活度值（odor activity value，OAV）分析，筛选出 30 种关键香气物质，其中 3-蒈烯、*β*-水芹烯等萜烯类物质对香气物质差异的贡献最为显著。刺花椒叶中 *β*-水芹烯的 OAV 较高，是刺花椒叶呈现胡椒香气的特征香气物质；竹叶花椒叶中芳樟醇的 OAV 较为突出，是竹叶花椒叶柑橘香气的特征香气物质；无刺花椒叶中 (E)-*β*-罗勒烯的 OAV 较为突出，是无刺花椒叶草本香气的特征香气物质。乙酸芳樟酯作为果香味的主要来源，在三种不同花椒叶中均表现出较高的 OAV 值。基于香气类型分类和香气轮廓结果，本研究明确了三种不同花椒叶的香气特征：刺花椒以胡椒香为主导，竹叶花椒以樟脑香和柑橘香为主，无刺花椒则以草本香、柑橘香和木质香为核心。综上，本研究系统解析了三种花椒叶的挥发性化合物及其香气特征，为花椒叶在食品加工和香料生产提供了科学依据。

关键词: 花椒叶, 香气特征, 香气活度值, 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用技术
中图分类号: TS255.1　　**文献标识码:** A　　**文章编号:** 1002−0306(2026)10−0301−10
DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2025040169
本文网刊:

Comparative Analysis of Volatile Components in Three Varieties of *Zanthoxylum* Leaves Based on HS-SPME-GC-MS

WANG Wenzhi[1], MI Yanhua[1], CHEN Lu[1,*], LIU Zhenhuan[1], LI Maoxuan[1], YANG Xukun[1], ZHANG Peng[1], LIU Xingyong[1], DING Yan[1], HUI Fenxue[2], YAN Guangmin[2], HUANG Rui[3]
（1.Quality Standard and Testing Technology Institute, Yunnan Academy of Agricultural Sciences, Kunming 650205, China;
2.Yunnan Kuntai Condiment Food Co., Ltd., Xuanwei 655499, China;
3.Xuanwei Agricultural and Rural Development Service Center of Xining Sub-district Office, Xuanwei 655499, China）

Abstract: To investigate the characteristic aroma composition in the leaves of different *Zanthoxylum* species, headspace

收稿日期: 2025−04−15
基金项目: 云南省重大科技专项计划项目（202402AE090014）; 中央引导地方科技发展资金（202407AD110001）。
作者简介: 王文治（1992−）, 男, 硕士, 助理研究员, 研究方向: 农产品营养物质代谢机理, E-mail: 70598902@qq.com。
*** 通信作者:** 陈璐（1984−）, 女, 硕士, 副研究员, 研究方向: 农产品质量与安全, E-mail: chenlu@yaas.org.cn。

solid-phase microextraction gas chromatography-mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS) was used to analyze the volatile components in leaves of *Zanthoxylum acanthopodium* (thorny variety), *Zanthoxylum armatum* (bamboo-leaf variety), and *Zanthoxylum armatum* 'Kuntai2' (spineless variety). A total of 85 volatile compounds were identified, among which terpenes (55.29%), esters (17.65%), and alcohols (16.47%) were the predominant constituents. 47 volatile compounds were detected in thorny variety leaves, 32 in bamboo-leaf variety, and 62 in non-thorny variety. Multivariate statistical analyses (PCA and PLS-DA) showed that the composition and abundance of volatile compounds in three varieties had significant difference, with the spineless variety exhibited the greatest diversity. Through variable importance in projection (VIP) and odor activity value (OAV) analyses, 30 key aroma compounds were identified, among which terpenes such as 3-carene and *β*-phellandrene contributed the most to aroma differences. OAV analysis demonstrated that *β*-phellandrene was the dominant aroma-active compound that imparted peppery characteristics to the thorny variety. Similarly, linalool emerged as the major contributor to the citrus notes in the bamboo-leaf variety, while (E)-*β*-ocimene was identified as the primary odorant responsible for the herbal aroma of the spineless variety. All three varieties showed high OAV readings of linalyl acetate, a major contributor to fruity aroma. Based on aroma type classification and profile radar charts, the characteristics of three varieties has been identified: The thorny variety was dominated by peppery notes, the bamboo-leaf variety by camphor and citrus aromas, and the spineless variety by herbal, citrus and woody notes. In conclusion, this research systematically studied the volatile components and aroma profiles of three *Zanthoxylum* varieties' leaf. The findings establish a theoretical foundation for further use of this ingredient in food processing and spice manufacturing.

Key words: *Zanthoxylum*; aroma characteristics; odor activity value; headspace solid-phase micro extraction and gas chromatography mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS)

花椒(*Zanthoxylum* L.)是芸香科花椒属中重要的香料植物,在全球食品调味领域尤其是东亚地区占据不可或缺的地位,作为药食同源植物,其茎、叶和果实具有多种生物学活性,包括抗氧化作用[1]、抗菌活性[2]以及肠道菌群平衡调节功能[3]。花椒主要分布于热带至亚热带地区,尤其在中国西南部如四川、云南和贵州等地广泛种植[4]。花椒叶与花椒果实类似,包含挥发油、生物碱、脂肪酸、香豆素、山椒素、木质素等多种成分[5−7]。研究表明,花椒叶片因富含新橙皮苷等黄酮类化合物,其化学成分与枝条和果实存在显著差异[8]。花椒叶在中国西南地区作为传统调味品,长期应用于烹饪及食品加工领域,近年来其应用范围已逐步扩展至全国乃至东南亚市场。分析花椒叶的香气成分可提高花椒调味品资源的开发利用水平。

花椒叶特有的香气是其品质的重要指标之一,这种香气是由多种呈香物质共同作用形成的,表明花椒叶的香气成分具有高度复杂性和可变性[9]。近年来,气相色谱-质谱由于其通用性和较强的定性和定量评价能力被应用于食品风味物质的研究。Zhang 等[10]采用气相色谱-质谱技术(GC-MS)评估并量化了中国西北地区 19 个不同品种辣椒的香气活性成分,鉴定出 29 种挥发性物质为关键香气活性化合物。Feng 等[11]通过气相色谱-质谱技术结合偏最小二乘判别分析了来自不同地区的八种红花椒和青花椒,通过变量重要性投影(VIP)筛选法分别鉴定出 4 种和 8 种特征香气。值得注意的是,仅有部分挥发性化合物对整体香气轮廓有贡献,虽然 GC-MS 可分析香气物质组分,但仍然难以识别关键香气物质。Wang 等[12]采用超声雾化萃取结合顶空单滴微萃取(HS-SDME)与气相色谱-质谱联用技术(GC-MS)鉴定了花椒果皮中的 34 种挥发性化合物。结果发现,顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用技术能够对样品香气物质进行。Zhao 等[13]通过固相微萃取(SPME)和溶剂辅助风味蒸发(SAFE)结合 GC-MS,发现两种方法在烃类、酯类和醚类化合物的提取上存在差异。Xu 等[14]通过顶空固相微萃取-气相色谱-质谱技术结合多元数据分析和风味组学技术揭示了花椒萜类化合物的积累动态。目前针对花椒叶关键香气成分的研究仍较为缺乏。顶空-气相色谱-离子迁移谱和顶空固相微萃取-气相色谱-质谱技术具有高分辨率和高灵敏度,能检测因强异味可能未被解析的香气活性化合物,特别适用于不同品种花椒叶等具有强烈气味和复杂风味特征的样品鉴定。

本研究选取刺花椒(*Zanthoxylum acanthopodium*, CHJ)、竹叶花椒(*Zanthoxylum armatum*, ZYHJ)及无刺花椒(*Zanthoxylum armatum* 'Kuntai2', WCHJ)共 3个云南本地花椒栽培品种,刺花椒和竹叶花椒是云南省大面积推广的主要栽培品种,无刺花椒是宣威推广种植的优良无性系品种。采用 HS-SPME-GC-MS 技术分析了花椒叶中挥发性化合物的组成及含量,计算其气味活性值(OAV)。利用主成分分析和偏最小二乘判别分析探究不同花椒叶品种关键香气成分,明确其香气特征,不仅为花椒叶的品质鉴定提供了理论依据,还为其进一步开发利用提供了科学指导。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

三种不同花椒叶样品　2024 年 8 月 14 日采集自云南省宣威市当地花椒种植基地,采集时选择完整无病虫害、可直接食用的鲜叶,每个种类花椒叶样品分别取 3 份作为生物学重复样本,置于干净的超低温

冰箱中密封保存直至后续实验分析。

SPME 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 固相微萃取头　美国 Supelco 公司；20 mL 顶空螺纹瓶加磁吸式顶空瓶盖　安捷伦科技（中国）有限公司；HP-5MS 气相色谱柱 30 m×0.25 mm×0.25 μm、TSQ8000Evo 气相色谱-三重四极杆质谱联用仪、TriPlus RSH 三合一自动进样器　美国 Thermo Fisher 公司；FP3010 粉碎机　德国 Braun 公司。

1.2　实验方法

1.2.1　样品处理　所有样品干燥后去除杂质和残余枝条，然后用粉碎机将其磨成粉末，通过 40 目筛，最后转移到密封袋中，并存放在阴凉干燥处备用。通常在实验当天进行粉碎。

1.2.2　固相微萃取条件　参考 Zhao 等[13] 和王文治等[15] 的检测方法。精确称取 1.0000 g 花椒叶粉末样品置入顶空瓶中，顶空瓶密封后于 60 ℃ 水浴中平衡 10 min，平衡完成后，插入已老化的纤维萃取头，在 60 ℃ 条件下顶空吸附 30 min，后将萃取头在 250 ℃ 下进样解析 5 min。

1.2.3　GC-MS 检测条件　参考 Zhao 等[12] 和王文治等[15] 的检测方法。载气为高纯氦气（纯度不小于 99.999%），载气控制设置为恒压模式，83.5 kPa，恒流流速 1.0 mL/min，进样口温度 250 ℃，进样方式设置为分流进样，分流比为 10∶1；质谱条件：离子源（EI）温度 230 ℃，质谱接口温度为 300 ℃。SCAN 质谱扫描范围：m/z 30~500 amu。程序升温条件：40 ℃（保持 5 min），3 ℃/min，125 ℃（保持 3 min），2 ℃/min，180 ℃（保持 3 min），15 ℃/min，300 ℃（保持 19 min）。

1.2.4　定性、定量分析　HS-SPME-GC-MS 检测的化合物基于 NIST20 的谱库进行比对，结合文献和谱库进行辅助定性，仅保留匹配度大于 80% 的物质。以相同的 GC-MS 条件测定不同目标化合物的保留时间与正构烷烃的保留时间，利用公式计算得出保留指数（RI）[12]，选取匹配度大于 80% 的挥发性化合物，并查阅相关资料以鉴定检出组分，按照峰面积归一法计算各组分的相对含量。

1.3　数据处理

表中数据均为平均值±标准差。原始的 GC-MS 数据使用 R v3.5.3 软件进行预处理。处理后的 data.frame 数据矩阵导入 R studio v2024.12.0 软件的 ropls 包和 psych 包进行多元统计分析，包括主成分分析和偏最小二乘判别分析，采用单因素方差分析（ANOVA），不同小写字母表示在 $P<0.05$ 差异显著。以 heatmap 包、ggplot2 包和 ggradar 包绘制散点图、热图、相关性热图和雷达图。

2　结果与分析

2.1　挥发性化合物的定性定量分析

本研究采用气相色谱-质谱联用技术对刺花椒、竹叶花椒及无刺花椒叶片样品的挥发性化合物进行系统性解析。如表 1 所示，从 3 个品种的花椒叶样品中共鉴定出 85 种挥发性化合物，其中萜烯类化合物（47 种，55.29%）占据主导地位，其次为酯类（15 种，17.65%）和醇类（14 种，16.47%），酮类（4 种，4.71%），

表 1　不同花椒叶样品中香气成分及含量

Table 1　Volatile components and concentrations in different *Zanthoxylum* leaf

序号	挥发性化合物	CAS号	分子式	RT（min）	相对含量（μg/kg）		
					CHJ	ZYHJ	WCHJ
	萜烯类				3686.54	524.24	3343.51
1	*α*-侧柏烯	2867-05-2	$C_{10}H_{16}$	11.0508	58.92±3.64^{a}	6.39±4.12^{b}	8.50±3.85^{b}
2	蒎烯	7785-70-8	$C_{10}H_{16}$	11.3144	–	–	245.34±25.66^{a}
3	莰烯	79-92-5	$C_{10}H_{16}$	12.0142	26.72±12.73^{a}	–	12.10±1.54^{b}
4	*β*-水芹烯	555-10-2	$C_{10}H_{16}$	13.4162	638.05±54.44^{a}	–	–
5	桧烯	3387-41-5	$C_{10}H_{16}$	13.5009	135.48±10.94^{a}	60.61±11.28^{b}	182.81±19.81^{a}
6	左旋-*β*-蒎烯	18172-67-3	$C_{10}H_{16}$	14.3203	334.45±80.96^{b}	125.90±8.48^{c}	1295.47±200.93^{a}
7	松油烯	99-86-5	$C_{10}H_{16}$	15.4694	64.71±6.18^{a}	20.40±7.86^{b}	28.12±4.51^{ab}
8	*α*-水芹烯	99-83-2	$C_{10}H_{16}$	16.1436	281.72±23.61^{a}	35.63±7.2^{b}	31.01±3.16^{b}
9	（E）-*β*-罗勒烯	3779-61-1	$C_{10}H_{16}$	16.6359	–	4.56±0.51^{b}	45.68±3.02^{a}
10	（Z）-*β*-罗勒烯	3338-55-4	$C_{10}H_{16}$	17.1556	–	–	46.25±5.21^{a}
11	3-蒈烯	13466-78-9	$C_{10}H_{16}$	17.3333	704.21±28.02^{a}	–	360.38±34.98^{b}
12	*γ*-松油烯	99-85-4	$C_{10}H_{16}$	17.6943	118.58±23.5^{a}	10.57±1.23^{c}	64.14±6.82^{b}
13	萜品油烯	586-62-9	$C_{10}H_{16}$	19.1129	43.08±4.18^{a}	–	–
14	4-乙烯基-1,2-二甲基苯	27831-13-6	$C_{10}H_{12}$	19.1814	–	6.90±3.78^{a}	1.86±0.10^{b}
15	4,8-二甲基-1,3（E）,7-壬三烯	19945-61-0	$C_{11}H_{18}$	20.6306	–	–	1.37±0.37^{a}
16	别罗勒烯	7216-56-0	$C_{10}H_{16}$	21.1767	39.49±23.83^{a}	–	–
17	（3E,5E）-2,6-二甲基-1,3,5,7-辛四烯	460-01-5	$C_{10}H_{14}$	21.1983	–	5.81±0.74^{b}	63.65±26.78^{a}
18	1,5,8-对薄荷烯	21195-59-5	$C_{10}H_{14}$	21.4274	–	5.37±1.54^{a}	1.20±0.10^{b}
19	1,3,5,5-四甲基-1,3-环己二烯	4724-89-4	$C_{10}H_{16}$	21.7913	–	–	1.48±0.13^{a}

续表 1

序号	挥发性化合物	CAS号	分子式	RT(min)	相对含量（μg/kg）		
					CHJ	ZYHJ	WCHJ
20	δ-榄香烯	20307-84-0	$C_{15}H_{24}$	31.0052	–	1.86±0.52^{b}	36.53±3.17^{a}
21	β-亚兰烯	20479-06-5	$C_{15}H_{24}$	32.7404	–	–	9.54±3.03^{a}
22	α-漆烯	3856-25-5	$C_{15}H_{24}$	32.9873	6.96±2.73^{b}	–	33.73±11.53^{a}
23	(+)-表-双环倍半水芹烯	54324-03-7	$C_{15}H_{24}$	33.8194	5.84±2.74^{b}	–	16.22±4.47^{a}
24	β-榄香烯	515-13-9	$C_{15}H_{24}$	33.9237	22.30±9.95^{b}	–	192.51±2.69^{a}
25	2-亚甲基-4,8,8-三甲基-4-乙烯基双环[5.2.0]壬烷	242794-76-9	$C_{15}H_{24}$	35.6231	524.93±35.16^{a}	110.91±14.21^{b}	–
26	香树烯	25246-27-9	$C_{15}H_{24}$	36.5545	–	–	12.67±4.10^{a}
27	瑟林-5,11-二烯	52026-55-8	$C_{15}H_{24}$	36.8162	–	–	4.49±1.11^{a}
28	卡达-3,5-二烯	267665-20-3	$C_{15}H_{24}$	36.9957	7.90±4.77^{b}	–	12.21±2.46^{a}
29	1,5,9,9-四甲基-1,4,7, -环十一碳三烯	1000062-61-9	$C_{15}H_{24}$	37.4043	117.82±27.57^{a}	11.31±3.43^{b}	118.97±10.11^{a}
30	(E)-β-金合欢烯	18794-84-8	$C_{15}H_{24}$	37.6709	–	–	6.86±0.82^{a}
31	(R)-1-异丙基-4-甲基-7-亚甲基-1,2,3,4,4a,5,6,7-八氢萘	54274-73-6	$C_{15}H_{24}$	37.9141	–	2.24±0.31^{a}	–
32	顺式-缪罗拉-4(14),5-二烯	157477-72-0	$C_{15}H_{24}$	37.9302	–	–	37.17±5.24^{a}
33	顺式-β-古巴烯	18252-44-3	$C_{15}H_{24}$	38.9979	133.03±23.66^{a}	33.76±7.23^{ab}	19.77±1.57^{b}
34	β-瑟林烯	17066-67-0	$C_{15}H_{24}$	39.2979	–	–	37.18±7.28^{a}
35	γ-榄香烯	29873-99-2	$C_{15}H_{24}$	39.8408	–	–	34.55±4.41^{a}
36	(+)-双环大根香叶烯	24703-35-3	$C_{15}H_{24}$	39.8904	–	–	161.11±34.50^{a}
37	α-衣兰油烯	10208-80-7	$C_{15}H_{24}$	40.0626	18.58±9.62^{ab}	2.47±1.47^{b}	27.69±6.50^{a}
38	α-法呢烯	502-61-4	$C_{15}H_{24}$	40.6869	263.72±21.15^{a}	42.79±2.79^{b}	48.54±3.29^{b}
39	γ-杜松烯	39029-41-9	$C_{15}H_{24}$	40.8518	33.35±9.11^{ab}	4.95±0.68^{b}	60.04±3.78^{a}
40	7-表-α-瑟林烯	123123-37-5	$C_{15}H_{24}$	41.0233	–	–	7.97±2.63^{a}
41	δ-杜松烯	483-76-1	$C_{15}H_{24}$	41.4106	56.60±25.93^{a}	–	31.61±5.67^{b}
42	卡地那-1,4-二烯	29837-12-5	$C_{15}H_{24}$	41.8534	2.65±1.55^{b}	–	12.06±3.27^{a}
43	α-杜松烯	24406-05-1	$C_{15}H_{24}$	42.1573	16.36±0.53^{b}	29.60±3.92^{a}	–
44	A-二去氢菖蒲烯	21391-99-1	$C_{15}H_{20}$	42.4487	–	–	4.75±3.54^{a}
45	1,2,3,4-四氢-6-甲基-1-亚甲基-4-异丙基萘	50277-34-4	$C_{15}H_{20}$	42.4532	3.37±0.42^{a}	–	–
46	大根香叶烯B	15423-57-1	$C_{15}H_{24}$	43.1972	21.01±7.91^{a}	2.21±0.41^{b}	27.97±2.77^{a}
47	石竹素	1139-30-6	$C_{15}H_{24}O$	44.6406	6.72±3.38^{a}	–	–
	酯类				59.14	–	420.70
1	(Z)-2-甲基丙酸-3-己烯酯	41519-23-7	$C_{10}H_{18}O_2$	21.9362	1.25±0.25^{a}	–	–
2	水杨酸甲酯	119-36-8	$C_8H_8O_3$	24.3385	–	–	0.21±0.10^{a}
3	顺式-3-己烯醇 2-甲基丁酸酯	53398-85-9	$C_{11}H_{22}O_2$	26.1862	3.34±0.45^{b}	–	6.29±3.86^{a}
4	异戊酸己酯	10032-15-2	$C_{11}H_{22}O_2$	26.3967	4.48±2.82^{b}	–	8.55±0.78^{a}
5	反-2-己烯基异戊酸酯	68698-59-9	$C_{11}H_{22}O_2$	26.4801	–	–	3.44±0.95^{a}
6	乙酸芳樟酯	115-95-7	$C_{12}H_{20}O_2$	27.3798	–	–	376.17±49.93^{a}
7	3,7-二甲基-6-辛烯酸甲酯	2270-60-2	$C_{11}H_{20}O_2$	27.5278	–	–	1.96±0.65^{a}
8	水杨酸乙酯	118-61-6	$C_9H_{10}O_3$	27.9448	–	–	0.92±0.35^{a}
9	左旋乙酸冰片酯	5655-61-8	$C_{12}H_{20}O_2$	28.6385	4.55±0.21^{a}	–	–
10	δ-乙酸松油酯	93836-50-1	$C_{12}H_{20}O_2$	30.0553	3.18±0.58^{a}	–	–
11	(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯酸甲酯	1189-09-9	$C_{11}H_{18}O_2$	30.3731	–	–	3.92±0.09^{a}
12	顺式-3-己烯醇 2-甲基-2-丁烯酸酯	67883-79-8	$C_{11}H_{18}O_2$	30.3926	1.35±0.47^{a}	–	–
13	α-乙酸松油酯	80-26-2	$C_{12}H_{20}O_2$	31.5958	40.99±20.60^{a}	–	–
14	乙酸橙花酯	141-12-8	$C_{12}H_{20}O_2$	32.3935	–	–	14.86±5.14^{a}
15	棕榈酸乙酯	628-97-7	$C_{18}H_{36}O_2$	65.6327	–	–	4.39±0.92^{a}
	醇类				468.36	327.27	95.53
1	甲醇	67-56-1	CH_4O	1.955	–	0.20±0.09^{b}	0.39±0.06^{a}
2	正己醇	111-27-3	$C_6H_{14}O$	8.3714	–	–	14.26±1.67^{a}
3	桉叶油醇	470-82-6	$C_{10}H_{18}O$	16.2834	324.90±35.88^{a}	273.45±15.29^{a}	–
4	顺式-桧烯醇	17699-16-0	$C_{10}H_{18}O$	18.0727	–	–	2.60±1.05^{a}
5	(Z)-氧化芳樟醇	5989-33-3	$C_{10}H_{18}O_2$	18.3578	–	–	6.64±3.48^{a}
6	芳樟醇	78-70-6	$C_{10}H_{18}O$	19.7124	–	1.56±0.31^{a}	–
7	顺式-对薄荷-2-烯-1-醇	29803-82-5	$C_{10}H_{18}O$	20.7356	–	19.00±2.57^{a}	–

续表 1

序号	挥发性化合物	CAS号	分子式	RT(min)	相对含量（μg/kg）		
					CHJ	ZYHJ	WCHJ
8	(-)-4-萜品醇	20126-76-5	$C_{10}H_{18}O$	23.5094	71.17±11.11^{a}	11.69±0.93^{b}	42.35±5.48^{ab}
9	α-松油醇	98-55-5	$C_{10}H_{18}O$	24.1423	17.42±11.05^{a}	–	16.51±2.76^{a}
10	(E)-乙酸胡椒酯	16721-39-4	$C_{10}H_{18}O$	24.3609	–	9.38±4.28^{a}	–
11	2-十一醇	1653-30-1	$C_{11}H_{24}O$	29.334	39.23±23.68^{a}	8.99±2.65^{b}	12.77±3.13^{ab}
12	2-十三醇	1653-31-2	$C_{13}H_{28}O$	40.2375	4.19±2.62^{a}	–	–
13	(E)-橙花叔醇	40716-66-3	$C_{15}H_{26}O$	43.6504	–	3.01±0.44^{a}	–
14	A-毕橙茄醇	481-34-5	$C_{15}H_{26}O$	48.5731	11.45±2.19^{a}	–	–
	酮类				126.25	79.83	139.20
1	胡椒酮	89-81-6	$C_{10}H_{16}O$	27.1428	14.93±6.95^{a}	6.36±2.42^{b}	13.30±1.71^{a}
2	(S)-异胡椒薄荷酮	16750-82-6	$C_{10}H_{14}O$	28.0128	–	–	5.61±2.55^{a}
3	甲基壬基甲酮	112-12-9	$C_{11}H_{22}O$	29.0395	111.32±40.29^{a}	73.48±7.55^{b}	103.69±27.52^{a}
4	2-十三烷酮	593-08-8	$C_{13}H_{26}O$	39.8594	–	–	16.59±8.78^{a}
	酸类				7.04	0.10	2.66
1	醋酸	64-19-7	$C_{2}H_{4}O_{2}$	2.7954	0.46±0.12^{b}	0.10±0.01^{c}	2.66±0.86^{a}
2	乙烯基癸酸	4704-31-8	$C_{12}H_{22}O_{2}$	38.3576	6.58±0.52^{a}	–	–
	其他类				7.26	5.18	20.85
1	二甲醚	115-10-6	$C_{2}H_{6}O$	2.0265	3.60±0.74^{b}	5.18±3.65^{ab}	18.61±1.03^{a}
2	2-甲基萘	91-57-6	$C_{11}H_{10}$	28.856	3.66±0.41^{a}		
3	E-吡喃环氧化芳樟醇	39028-58-5	$C_{10}H_{18}O_{2}$	23.3954	–	–	2.24±0.69^{a}

注：“–”表示未检出；同行不同小写字母表示数据差异显著，P<0.05。

酸类（2 种，2.35%）及其它类化合物（3 种，5.88%）占比相对较低，萜烯类、酯类和醇类在花椒叶整体挥发性化合物中发挥了重要作用。不同品种间挥发性化合物的组成种类与丰度呈现显著异质性：刺花椒叶、竹叶花椒叶及无刺花椒叶分别检测到 47、32 和 62 种挥发性化合物，其中无刺花椒叶的化合物多样性最为丰富。

萜烯类物质普遍存在于花椒属植物中，与花椒叶特有的辛香和清凉感密切相关。萜烯类物质是花椒叶香气的主要贡献者，其生成途径主要为植物次生代谢中的甲羟戊酸（MVA）和甲基赤藓糖醇磷酸（MEP）途径，其中，左旋-β-蒎烯为所有品种花椒叶的共有组分（125.90~1295.47 μg/kg）；β-水芹烯为刺花椒叶特有组分（638.05 μg/kg）；蒎烯和（+）-双环大根香叶烯为无刺花椒叶特有组分（245.34、161.11 μg/kg）。3 种花椒叶片的醇类物质主要由萜类物质经过氧化还原酶羟基化或其他修饰产生，如 2-十一醇和(-)-4-萜品醇，而桉叶油醇未在无刺花椒叶样品中检出，可能与该品种的基因表达差异有关。酯类化合物对于花椒叶风味的形成有重要影响，乙酸芳樟酯（376.17 μg/kg）仅存在于无刺花椒叶片中，而刺花椒叶片则特异性积累 α-乙酸松油酯（40.99 μg/kg）。值得注意的是，竹叶花椒叶样品中未检出酯类挥发性化合物。可能与酰基转移酶基因表达的特异性调控，导致不同花椒品种在利用乙酰辅酶 A 进行酯化反应时产生底物选择性，从而形成独特的香气特征谱有关。酮类化合物（如胡椒酮）与花椒叶的清凉感相关，无刺花椒叶样品中酮类总量最高（139.20 μg/kg）。这与其特有的萜类次生代谢途径相关，Mckemy 等[16] 研究证实胡椒酮等单萜酮类物质可通过激活 TRPM8 冷觉受体产生清凉感知。酸类化合物在花椒叶挥发性化合物中占比低于 1%（总量 0.78%），醋酸（0.10~2.66 μg/kg）为主要酸性成分。有实验表明，当土壤 pH 从 5.8 降至 4.2 时，酯类物质生成量会增加，证实酸性环境有利于酯化反应进行[17]。鉴于不同挥发性化合物在含量和比例上存在差异，有必要采用更多化学计量学方法对花椒叶香气品质进行进一步鉴定。

2.2　多元统计分析

主成分分析（PCA）作为一种多变量无监督统计方法，可以有效地识别数据中占主导地位的元素和结构，通过正交变换将高维数据降维至主成分空间，在保留原始变量核心信息的同时消除数据冗余和干扰，可直观反映样本间的整体差异性和聚类特征[18−19]。如图 1A 所示，基于挥发性化合物相对含量构建的 PCA 模型可以直观地显示刺花椒叶（CHJ）、竹叶花椒叶（ZYHJ）和无刺花椒叶（WCHJ）在二维得分图的空间分离。PCA1 的方差贡献率为 50.96%，PCA2 的方差贡献率为 26.88%，累计方差贡献率为 77.84%，表明模型具有充分解释效力。根据 PCA 得分图上样品各点的离散度和聚集分布，可以看出 CHJ 与 ZYHJ 分别聚集于 PCA1 负向-PCA2 正向区域和 PCA1/PCA2 负向区域，而 WCHJ 则分布于 PCA1 正向区域，三个样品有较好的区分度，在各自象限内也与其他样品存在明显区分。主成分分析证实 3 种花椒叶挥发性化合物的整体差异较大。

为深入解析不同花椒叶品种的特异性差异，进一步采用偏最小二乘判别分析（PLS-DA）进行监督

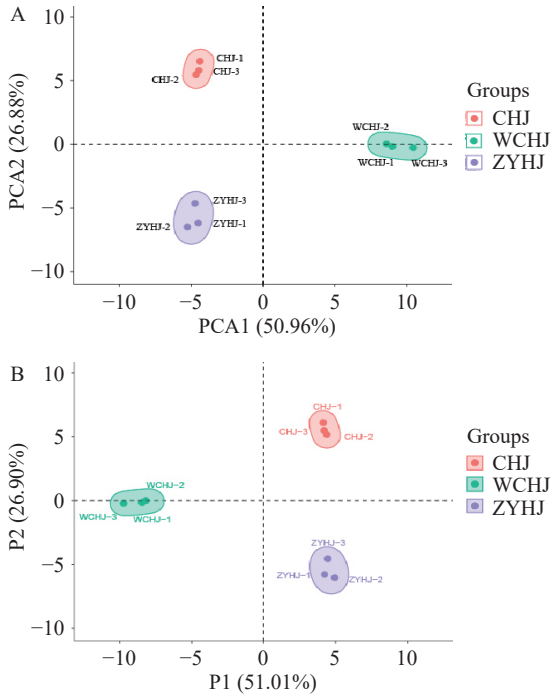


图 1 不同品种花椒叶挥发性化合物主成分和正交偏最小二乘判别分析

Fig.1 Principal component analysis (PCA) and orthogonal partial least squares-discriminant analysis (OPLS-DA) of volatile compounds in leaves from different *Zanthoxylum* varieties

注: A.主成分得分图; B.正交偏最小二乘判别分析得分图。

建模。该算法通过最大化类间差异与响应变量的协方差, 可识别驱动分类的关键标志物[20−21]。得到模型的自变量拟合指数 R^2X(cum)值为 0.821, 因变量拟合指数 R^2Y(cum)值为 0.997, 模型预测指标 Q^2(cum)为 0.976, 该结果证实模型可靠性, 可用于花椒叶挥发性化合物的鉴别分析。如图 1B 所示, 不同品种的花椒叶样品被成功地区分开, P1 和 P2 的方差贡献率分别为 51.01% 和 26.90%, 该模型结果与 PCA 分析基本一致, 竹叶花椒 3 次平行样品之间分散程度较其它两种花椒平行样品明显。其中, 刺花椒位于 P1 和 P2 正向区域, 竹叶花椒位于 P1 的正向区域和 P2 负向区域, 无刺花椒位于 P1 负向和 P2 正向区域。

2.3 关键香气物质分析

为准确识别对香气品质具有显著影响的挥发性化合物(VOCs), 基于有效判别模型, 采用变量重要性投影(VIP)评估特定 VOCs 对模型中各组样本分类判别的影响, 通常以 VIP>1.0 且 P<0.05 为条件筛选具有显著差异的挥发性化合物[22]。本研究共鉴定出 30 种挥发性有机物, 这些物质很可能是造成不同种类花椒叶样香气差异的关键成分, 分析层级并绘制热图(图 2): 三种花椒叶关键风味成分主要鉴别层级由萜烯类物质构成, 其中 3-蒈烯(VIP=1.38)与 β-水芹烯(VIP=1.30)表现出最强的鉴别效力, 该结果与以往研究报道的花椒果皮干制品香气主要特征成分的结论高度吻合[23]。醇类、酯类、酮类和酸类物质构成次

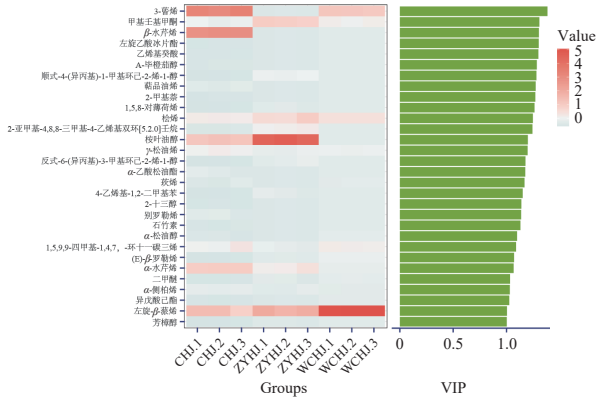


图 2 不同种类花椒叶主要挥发性化合物的热图

Fig.2 Heatmap of major volatile compounds in different varieties of *Zanthoxylum* leaves

要鉴别层级, 其中甲基壬基甲酮(VIP=1.30)及左旋乙酸冰片酯(VIP=1.30)、乙烯基癸酸(VIP=1.30)、A-毕橙茄醇(VIP=1.28)的鉴别贡献显著, 这与该类化合物在植物香气中赋予具有辛辣特质的木香味相一致[24]。

为深入探究不同种类花椒叶样品的香气质量, 对主要贡献挥发性化合物(VIP>1)进行了斯皮尔曼相关性分析, 如图 3 所示, 发现高贡献化合物之间存在一个或多个显著相关性: 例如 γ-松油烯与 β-水芹烯、α-侧柏烯、石竹素、3-蒈烯、2-十三醇、乙烯基癸酸、A-毕橙茄醇、左旋乙酸冰片酯、萜品油烯、别罗勒烯、α-乙酸松油酯、2-甲基萘呈强正相关(相关系数>0.75, P<0.01), 其中 γ-松油烯和 α-侧柏烯、3-蒈烯、A-毕橙茄醇均贡献具有刺激性的木质香气, 表明酯类和醇类能在一定程度上调和花椒松木香气的馥郁度[25]。此外, 芳樟醇与甲基壬基甲酮、二甲醚、反式-6-(异丙基)-3-甲基环己-2-烯-1-醇、1,5,8-对薄荷烯、4-乙烯基-1,2-二甲基苯、桉叶油醇均存在正相关性(相关系数>0.60, P<0.05)。芳樟醇与甲基壬基甲

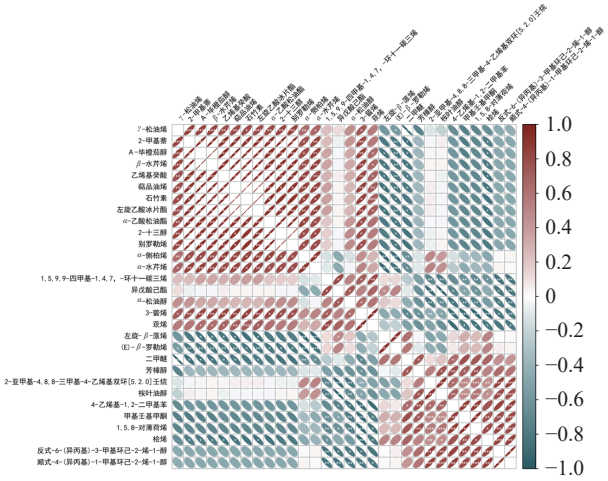


图 3 不同种类花椒叶主要挥发性化合物的相关性热图

Fig.3 Correlation heatmap of major volatile compounds in different varieties of *Zanthoxylum* leaves

注: *表示存在显著性差异(P<0.05); **表示高度显著性差异(P<0.01); ***表示存在极显著性差异(P<0.001)。

酮都具有标志性柑橘香，在花椒香气中起关键作用[26]，两者与二甲醚、1,5,8-对薄荷烯、4-乙烯基-1,2-二甲基苯、桉叶油醇的显著关联凸显了它们对花椒叶整体香气特征的协同贡献[27]。此外，(E)-*β*-罗勒烯与大多数其他挥发性化合物呈负相关，可能是由于该化合物独特的清新草本气味特征对花椒叶香气形成具有主导影响，从而影响花椒叶特征香气的修饰[28]。

2.4　三种花椒叶挥发性化合物的 OAV 分析

挥发性化合物的香气贡献度可通过 OAV 进行量化表征，OAV>1 的挥发性化合物通常被认为在特征香气中起重要作用[29]。 如表 2 所示，刺花椒叶、竹叶花椒叶和无刺花椒叶中分别鉴定出 21、19 和 33 种 OAV>1 的特征香气物质。其中有 12 种挥发性化合物是 3 种花椒叶样品共有组分，即甲基壬基甲

表 2　不同花椒叶样品中香气成分 OAV 分析

Table 2　OAV analysis in different *Zanthoxylum* leaf

序号	挥发性化合物	阈值(μg/kg)[30−31]	OAVs		
			CHJ	ZYHJ	WCHJ
1	异戊酸己酯	0.1	44.77	0.00	85.48
2	*α*-衣兰油烯	0.182	102.07	13.55	152.16
3	正己醇	0.38	0.00	0.00	37.53
4	甲基壬基甲酮	0.182	611.63	403.72	569.75
5	二甲醚	100	0.04	0.05	0.19
6	乙酸芳樟酯	6	0.00	0.00	62.69
7	水杨酸乙酯	0.005	0.00	0.00	183.29
8	(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯酸甲酯	0.01	0.00	0.00	392.39
9	水杨酸甲酯	0.016	0.00	0.00	13.11
10	(2S,4aR,8aR)-1,2,3,4,4a,5,6,8a-八氢-4a,8-二甲基-2-(1-甲基乙烯基)-萘	4	0.00	0.00	1.99
11	*δ*-3-蒈烯	9.3	75.72	0.00	38.75
12	(Z)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯-1-醇乙酸酯	20	0.00	0.00	0.74
13	大根香叶烯B	0.01	2100.66	221.28	2797.44
14	2-十一醇	0.1	392.34	89.86	127.69
15	(2R,5R)-2-甲基-5-丙烷-2-基双环[3.1.0]己烷-2-醇	10	0.00	0.00	0.26
16	左旋-*β*-蒎烯	2	167.22	62.95	647.74
17	(-)-4-萜品醇	3	23.72	3.90	14.12
18	1,5,8-对薄荷烯	0.05	0.00	107.37	23.98
19	4-乙烯基-1,2-二甲基苯	1	0.00	6.90	1.86
20	*α*-侧柏烯	0.5	117.84	12.79	16.99
21	(Z)-*β*-罗勒烯	0.5	0.00	0.00	92.51
22	桧烯	3	45.16	20.20	60.94
23	(E)-*β*-罗勒烯	0.0187	0.00	243.62	2442.65
24	*α*-蒎烯	0.1	69.61	0.00	337.28
25	(E)-橙花叔醇	0.1	0.00	30.10	0.00
26	(3E,5E)-2,6-二甲基-1,3,5,7-辛四烯	0.4	0.00	9.68	159.13
27	桉叶油醇	0.15	2166.00	1822.99	0.00
28	*δ*-杜松烯	0.1	566.04	0.00	316.10
29	(1S,4R,4a,5,6,7-八氢-4-甲基-7-亚甲基-1-异丙基)-萘	0.05	0.00	29.90	0.00
30	*β*-水芹烯	0.1	6380.49	0.00	0.00
31	2-十三烷酮	0.5	0.00	0.00	33.18
32	(Z)-氧化芳樟醇	0.6	0.00	0.00	11.07
33	棕榈酸乙酯	0.01	0.00	0.00	439.01
34	醋酸	0.25	1.83	0.39	10.64
35	甲醇	69	0.00	0.00	0.01
36	蒎烯	2.1	0.00	0.00	116.83
37	芳樟醇	0.0024	0.00	649.27	0.00
38	茨烯	0.1	267.23	0.00	121.05
39	2-甲基萘	0.25	16.65	0.00	0.00
40	*α*-松油醇	0.23	75.76	0.00	71.78
41	*α*-水芹烯	3.9	72.24	9.14	7.95
42	*γ*-松油烯	2.5	47.43	4.23	25.65
43	*α*-松油烯	2.45	26.41	8.33	11.48

酮、大根香叶烯 B、2-十一醇、左旋-β-蒎烯、(-)-4-萜品醇、α-侧柏烯、桧烯、醋酸、α-水芹烯、γ-松油烯、α-松油烯和 α-衣兰油烯。甲基壬基甲酮具有柑橘类的气味，并且所有花椒叶样品的 OAV 都大于 403.72，其含量在刺花椒叶中最高，在竹叶花椒叶中含量最低。大根香叶烯 B 在已有研究中确定为花椒果实中的关键香气化合物[32]，在本研究中，它还在三种花椒叶中显示出更高的 OAV（221.28~2797.44）。GC-MS 分析表明，δ-杜松烯是刺花椒油中贡献突出的香气物质，且呈现较强的香气强度[33]，本研究在刺花椒叶和无刺花椒叶样品中发现 δ-杜松烯（OAV=316.10~566.04）对花椒叶香气轮廓贡献显著。(E)-β-罗勒烯（OAV=2442.65）是无刺花椒叶草本香气的关键特征物质，而棕榈酸乙酯、(E)-3,7-二甲基-2,6-辛二烯酸甲酯、(Z)-β-罗勒烯和水杨酸乙酯是其特有的香气物质，这些挥发性化合物的协同作用形成了无刺花椒叶独特的脂质香、果香和草本香特征。芳樟醇（OAV=649.27）作为竹叶花椒叶中特有的香气成分，虽然其相对含量较低，但由于其极低的气味阈值（0.0024 μg/kg），对其柑橘香气的形成具有显著贡献（$P<0.05$），是竹叶花椒叶的柑橘香气区别于其他花椒叶的重要特征。

基于 Ozkara 等[34] 的方法，本研究对筛选出的 43 种 OAV>1 的关键香气化合物进行了系统分类，将其香气类型划分为八大类，分别为胡椒香、樟脑香、柑橘香、木质香、脂质香、花香、果香、草本香、甜香和酸味，如图 4 所示，依据各化合物的 OAV 值构建了三种花椒叶的香气轮廓雷达图。研究结果表明，三种花椒叶的香气轮廓呈现出显著差异，刺花椒的香气特征以胡椒香为主导，并伴有樟脑香、柑橘香、木质香和脂质香等多重修饰；竹叶花椒则主要表现为樟脑香和柑橘香的协同作用；而另一种刺花椒则以草本香、柑橘香和木质香构成其核心香气轮廓，并辅以花香和甜香等次要特征。值得注意的是，在三种花椒叶中，木质香这一香气类型包含的气味最为丰富，包括辛辣木质香和松木香等亚类，这一特征与萜烯类化合物香气的多样性密切相关。进一步分析发现，三种花椒叶中的果香味主要来源于乙酸芳樟酯，与花椒同科的柑橘花研究结果一致[35]，在柑橘花中 OAV 值较高的香气化合物同样为乙酸芳樟酯。乙酸芳樟酯具有独特的果香味和甜味特征[36]，这一特性使其在食品加工和香料制造行业中具有广泛的应用价值。本研究结果不仅为花椒叶的香气特征提供了系统的科学依据，同时也为其在食品和香料领域的进一步开发利用奠定了理论基础。

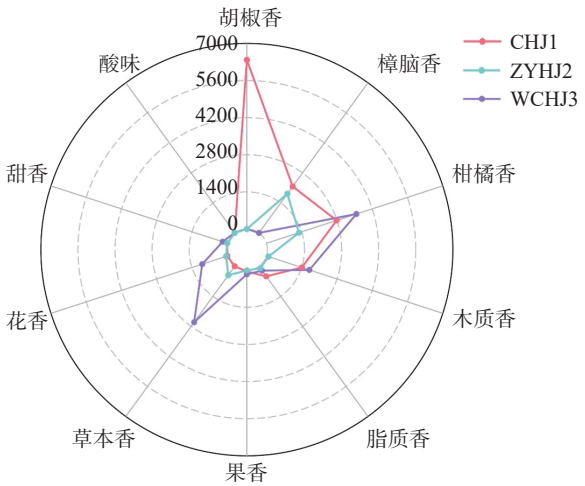


图 4 不同种类花椒叶香气轮廓雷达图

Fig.4 Radar map of aroma profile in different varieties of *Zanthoxylum* leaves

3 结论

本研究结合 HS-SPME-GC-MS 和 OAV 气味活度值分析技术，对三个不同品种花椒叶的关键香气成分进行了系统解析，揭示了不同品种花椒叶具有显著的香气品质差异。在 3 个品种花椒叶中共鉴定出 85 个挥发性成分，其中有 17 个成分为共有成分，各个品种花椒叶都含有各自的标志性差异成分，基于 VIP 值筛选出 30 种关键香气物质，其中萜烯类物质（如 3-蒈烯、β-水芹烯）对香气差异的贡献最为显著（$P<0.05$）。通过 OAV 分析，进一步筛选出了 15 个标志差异性呈香成分，这些成分大多为主要香气成分，其种类组成与含量的差异可能是形成 3 个品种花椒叶特征香气品质的关键因素，其中 β-水芹烯是刺花椒形成胡椒香的重要挥发性化合物，(E)-β-罗勒烯是无刺花椒草本香气形成的重要挥发性化合物。本研究分析了三个品种花椒叶的特征香气成分及其贡献度，为花椒叶香气品质评价与品种鉴别提供了依据。鉴于香气形成机制可能受到多种因素的协同调控，还需要结合智能传感技术与多组学方法，进一步探究花椒叶中关键呈香物质间的互作关系，以解析花椒叶风味形成机制。

© The Author(s) 2026. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/).

参考文献

[1] 周孟焦, 何鑫柱, 李朝俊, 等. 竹叶花椒黄酮抗氧化性及协同效应研究[J]. 食品与机械, 2023, 39(5): 139−143. [ZHOU Mengjiao, HE Xinzhu, LI Zhaojun, et al. Study on antioxidant activity and synergistic effect of flavonoids from *Zanthoxylum armatum* DC[J]. Food & Machinery, 2023, 39(5): 139−143.]

[2] 程志敏, 陈彦荣, 王建辉, 等. 青花椒精油对致龋菌的体外抑菌活性[J]. 食品科学, 2022, 43(21): 70−77. [CHENG Zhimin, CHEN Yanrong, WANG Jianhui, et al. Antibacterial activity of essential oils from *Zanthoxylum schinifolium* siebold & zucc. against cariogenic bacteria[J]. Food Science, 2022, 43(21): 70−77.]

[3] LIAO Shenglan, YANG Gang, OU Yuheng, et al. Inhibitory impacts of essential oil (*Zanthoxylum schinifolium* Sieb. et Zucc) on the growth of *Staphylococcus epidermidis*[J]. Food Bioscience, 2022, 49: 101906.

［4］ NOOREEN Z, TANDON S, YADAV N P, et al. *Zanthoxylum*: A review of its traditional uses, naturally occurring constituents and pharmacological properties[J]. Current Organic Chemistry, 2019, 23(12): 1307−1341.

［5］ WANG Jia, YANG Fan, GUO Jiayi, et al. Characterization of key aroma-active compounds in *Zanthoxylum schinifolium* by sensory evaluation and multiple instrumental analyses[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2024, 136: 106848.

［6］ 杨秀芳, 龙园园, 吴妍, 等. 花椒属植物活性成分的研究进展[J]. 食品科学, 2018, 39(19): 303−312. ［YANG Xiufang, LONG Yuanyuan, WU Yan, et al. Recent progress in research on active components of *Zanthoxylum* L[J]. Food Science, 2018, 39(19): 303−312.］

［7］ NI Ruijie, YAN Haiyan, TIAN Honglei, et al. Characterization of key odorants in fried red and green Huajiao (*Zanthoxylum bungeanum* maxim. and *Zanthoxylum schinifolium* sieb. et Zucc.) oils[J]. Food Chemistry, 2022, 377: 131984.

［8］ ZHANG Liangqian, TIAN Yuan, DAI Liping, et al. Comparative analysis of chemical composition in *Zanthoxylum avicennae* leaves and branches based on UPLC-Q-Orbitrap HRMS, and evaluation of their antioxidant activities[J]. Natural Product Research, 2024, 19: 1−8.

［9］ MA Jie, NING Liping, WANG Jingyan, et al. GC-MS analysis and bioactivity screening of leaves and fruits of *Zanthoxylum armatum* DC[J]. Separations, 2023, 10(8): 420.

［10］ ZHANG Jing, WANG Cheng, WANG Junwen, et al. Comprehensive fruit quality assessment and identification of aroma-active compounds in green pepper (*Capsicum annuum* L.)[J]. Frontiers in Nutrition, 2023, 9: 1027605.

［11］ FENG Xiya, WANG Hongwei, WANG Zhirong, et al. Discrimination and characterization of the volatile organic compounds in eight kinds of Huajiao with geographical indication of China using electronic nose, HS-GC-IMS and HS-SPME-GC–MS[J]. Food Chemistry, 2022, 375: 131671.

［12］ WANG Lu, WANG Ziming, LI Xueyuan, et al. Analysis of volatile compounds in the pericarp of *Zanthoxylum bungeanum* maxim. by ultrasonic nebulization extraction coupled with headspace single-drop microextraction and GC–MS[J]. Chromatographia, 2010, 71(5): 455−459.

［13］ ZHAO Mu, LI Ting, YANG Fan, et al. Characterization of key aroma-active compounds in Hanyuan *Zanthoxylum bungeanum* by GC-O-MS and switchable GC×GC-O-MS[J]. Food Chemistry, 2022, 385: 132659.

［14］ XU Shengnan, YU Li, HOU Yuping, et al. Chemical composition, chemotypic characterization, and histochemical localization of volatile components in different cultivars of *Zanthoxylum bungeanum* Maxim. leaves[J]. Journal of Food Science, 2023, 88(4): 1336−1348.

［15］ 王文治, 陈璐, 米艳华, 等. 基于顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法鉴别 3 种葡萄香气特征成分[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(24): 8075−8082. ［WANG Wenzhi, CHEN Lu, MI Yanhua, et al. Characterization on aroma components of 3 kinds of table grapes based on headspace solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(24): 8075−8082.］

［16］ McKEMY D D. The molecular and cellular basis of cold sensation[J]. ACS Chemical Neuroscience, 2013, 4(2): 238−247.

［17］ WEN Shuai, JIANG Ronggang, AN Ran, et al. Effects of pile-fermentation on the aroma quality of dark tea from a single large-leaf tea variety by GC×GC-QTOFMS and electronic nose[J]. Food Research International, 2023, 174: 113643.

［18］ GU Wei, WEI Yinghuan, FU Xianjie, et al. HS-SPME/GC×GC-TOFMS-based flavoromics and antimicrobial properties of the aroma components of *Zanthoxylum motuoense*[J]. Foods, 2023, 12(11): 2225.

［19］ AHMAD A S, SHARMA R. Comparative analysis of herbal and allopathic treatment systems[J]. European Journal of Molecular & Clinical Medicine, 2020, 7(7): 2869−2876.

［20］ 赵志强, 陈罗君, 饶雨, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 对不同等级双井绿茶香气物质的研究[J]. 食品工业科技, 2024, 45(10): 273−281. ［ZHAO Zhiqiang, CHEN Luojun, RAO Yu, et al. Aroma compounds of different grades shuangjing green tea based on HS-SPME-GC-MS[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(10): 273−281.］

［21］ 金磊, 练学燕, 杨植溢, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 分析不同茶树品种川红工夫红茶香气差异[J]. 食品工业科技, 2024, 45(19): 268−277. ［JIN Lei, LIAN Xueyan, YANG Zhiyi, et al. Differences in aroma of Chuanhong congou black tea of different tea plant varieties based on HS-SPME-GC-MS analysis[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(19): 268−277.］

［22］ YANG Yanqin, ZHU Hongkai, CHEN Jiayu, et al. Characterization of the key aroma compounds in black teas with different aroma types by using gas chromatography electronic nose, gas chromatography-ion mobility spectrometry, and odor activity value analysis[J]. LWT, 2022, 163: 113492.

［23］ ZHANG Qian, WANG Yadong, MENG Fanyu, et al. Comparative analysis of the volatile flavor compounds of *Monascus*-fermented cheese with different ripening periods by SPME-GC-MS, SPME-GC×GC-MS, and HS-GC-IMS[J]. Food Bioscience, 2024, 62: 105045.

［24］ YANG Ping, SONG Huanlu, LIN Yanping, et al. Differences of characteristic aroma compounds in Rougui tea leaves with different roasting temperatures analyzed by switchable GC-O-MS and GC×GC-O-MS and sensory evaluation[J]. Food & Function, 2021, 12(11): 4797−4807.

［25］ WEI Shigang, ZHANG Huihui, WANG Yeqiang, et al. Ultrasonic nebulization extraction-heating gas flow transfer-headspace single drop microextraction of essential oil from pericarp of *Zanthoxylum bungeanum* Maxim[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218(29): 4599−4605.

［26］ DEVI M L, SINGH N B, SHARMA K C, et al. Volatile compound profile analysis of seasonal flower, fruit, leaf, and stem of *Zanthoxylum armatum* DC. from Manipur using HS-SPME-GC-MS[J]. Chemosensors, 2023, 11(5): 273.

［27］ ZHANG Mengmeng, WEI Daneng, HE Lin, et al. Application of response surface methodology (RSM) for optimization of the supercritical CO_2 extract of oil from *Zanthoxylum bungeanum* pericarp: Yield, composition and gastric protective effect[J]. Food Chemistry, 2022, 15: 100391.

［28］ LI Yannan, ZHANG Shuaibing, LÜ Yangyong, et al. Linalool, the main volatile constituent from *Zanthoxylum schinifolium* pericarp, prevents growth of *Aspergillus flavus* in post-harvest

grains[J]. Food Control, 2022, 137: 108967.
[29] GUO Jie, YU Zhihao, LIU Meiyan, et al. Analysis of volatile profile and aromatic characteristics of raw Pu-erh tea during storage based on GC-MS and odor activity value[J]. Foods, 2023, 12(19): 3568.
[30] VAN GEMERT L J. Odour thresholds: compilations of odour threshold values in air, water and other media[M]. Oliemans Punter, 2011.
[31] VAN GEMERT L J. Complications of flavour threshold values in water and other media[M]. 2nd ed. Beijing: Science Publishing Company, 2015.
[32] DONG Tianyu, TIAN Zilong, WANG Shuwei, et al. Identification of key off-flavor compounds during storage of fried pepper (*Zanthoxylum bungeanum* Maxim.) oils by sensory-directed flavor analysis and partial least squares regression (PLSR)[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2024, 131: 106268.
[33] NIU Wenjing, TIAN Honglei, ZHAN Ping. The effects of pepper (*Zanthoxylum bungeanum*) from different production areas on the volatile flavor compounds of fried pepper oils based on HS-SPME–GC–MS and multivariate statistical method[J]. Molecules, 2022, 27(22): 7760.
[34] 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.
[35] ALQAHTANI A, ABDELHAMEED M F, ABDOU R, et al. Mechanistic action of linalyl acetate: Acyclic monoterpene isolated from bitter orange leaf as anti-inflammatory, analgesic, antipyretic agent: Role of TNF-α, IL1β, PGE2, and COX-2[J]. Industrial Crops and Products, 2023, 203: 117131.
[36] ZHANG Jinglin, LI Juan, WANG Juan, et al. Characterization of aroma-active compounds in *Jasminum sambac* concrete by aroma extract dilution analysis and odour activity value[J]. Flavour and Fragrance Journal, 2021, 36(2): 197−206.