

doi:10.11937/bfyy.20200566

超声波-微波协同法提取分蘖葱头有机硫化化合物的工艺优化及其组分分析

张雁凌¹, 秦宇婷², 赵文婷^{2,3}, 刘鸿铖^{2,4}, 刘婷婷^{2,5}

(1. 吉林工程技术师范学院, 吉林 长春 130052; 2. 吉林农业大学 食品科学与工程学院, 吉林 长春 130118;
3. 吉林省粮食精深加工与副产物高效利用技术创新重点实验室, 吉林 长春 130118;
4. 吉林省粮食精深加工与高效利用工程研究中心, 吉林 长春 130118;
5. 农业农村部食用菌加工技术集成科研基地, 吉林 长春 130118)

摘要:以分蘖葱头为试材,采用超声波-微波协同法提取有机硫化化合物,进行分蘖葱头有机硫化化合物工艺优化试验,并利用气相色谱-质谱联用仪对提取物组分进行分离鉴定,以期为进一步研究和开发分蘖葱头功能组分提供参考依据。结果表明:最佳提取工艺为微波温度 55 ℃、料液比 1:8 g·mL⁻¹、协同时间 6 min、搅拌转速 300 r·min⁻¹、超声波功率 500 W,该条件下有机硫化化合物得率为 0.277 1%±0.002 3%。该条件得到 15 种有机硫化化合物,含量较高的是噻吩类 39.067 8%±0.004 3%,其次是三硫化物 14.157 0%±0.007 1%和硫醚类 7.387 2%±0.005 2%,其中含量相对较高的有机硫化化合物为 2,4-二甲基噻吩、3,5-二乙基-1,2,4-三硫杂环戊烷、二烯丙基二硫醚。

关键词:超声波-微波协同法;分蘖葱头;有机硫化化合物;气相色谱-质谱联用

中图分类号:TS 255.1 文献标识码:A 文章编号:1001-0009(2021)04-0093-08

分蘖葱头属百合科(Liliaceae)葱属(*Allium*)草本植物,盛产于中国和印度^[1],是非常重要的农业经济作物。分蘖葱头含有水分 83.6%、蛋白质 1.5%、碳水化合物 0.5%,还含有微量营养素、槲皮素、山柰素、木犀草素和有机硫化化合物等成分^[2-3]。目前,葱属植物大部分被用作蔬菜、草药和食物的调味料^[4]。因分蘖葱头中含有多种有效成分,越来越受到专家的关注及消费者的青睐。有机硫化化合物是分蘖葱头的主要功效成分和风味

成分。

在葱属类的挥发性成分中,有机硫化化合物是其主要挥发物质,该类化合物是葱属经切割或破碎后,自身的一种内在的酶与风味前体物质发生酶促反应所产生的^[5]。分蘖葱头的辛辣味和催泪作用主要来源于有机硫化化合物,其存在于分蘖葱头的挥发油中,主要成分为二硫化物和三硫化物^[6]。现代医学证实,有机硫化化合物对人体的健康起重要作用。MAIDMENT 等^[7]从大蒜和其它葱属植物中发现有机硫化化合物具有抑菌功能;MARTA 等^[8]研究发现有机硫化化合物具有降血糖、抑制血小板凝聚作用;YANAGITA 等^[9]通过动物试验验证有机硫化化合物的前体物质能改变肝脏的脂类合成与分泌,从而达到降低胆固醇的作用;除此之外有机硫化化合物还具有降血脂^[10]、防癌^[11]功效。由于有机硫化化合物在葱蒜类蔬菜中的含量极少,仅在日常摄入难以发挥其生理功

第一作者简介:张雁凌(1974-),女,硕士,讲师,现主要从事农产品贮藏与加工等研究工作。E-mail:617546087@qq.com.

责任作者:刘婷婷(1984-),女,博士,副教授,现主要从事谷物食品科学与副产物高值化利用等研究工作。E-mail:ltt1984@163.com.

基金项目:吉林农业大学人才计划资助项目(20160509)。

收稿日期:2020-02-18

效,因此采用安全可靠的手段对有机硫化化合物进行提取、富集具有重要意义。

迄今为止,传统的提取有机硫化化合物方法主要有水蒸气蒸馏法和有机溶剂法,水蒸气提取法温度高,破坏有机硫化化合物组成,孙淑爱等^[12]利用水蒸气蒸馏法提取大蒜油,在优化了萃取工艺后,产率仅有 0.149%。有机溶剂法得到的提取物中存在溶剂残留,MARTIN-LAGOS 等^[13]以乙醚为溶剂提取洋葱中的风味成分,并应用气相色谱联用仪器对其成分进行研究,鉴定出 2,4-二甲基噻吩、3,4-二甲基噻吩等 12 种组分。为提高有机硫化化合物的提取率,该研究以水为溶剂,采用超声波-微波协同法提取分蘖葱头中的有机硫化化合物,有效提高有机硫化物得率,并应用气相色谱-质谱(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)联用技术对其组分进行分析,以期为进一步开发分蘖葱头有机硫化化合物的产品提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试材料:新鲜分蘖葱头,由吉林省吉林市乌拉街镇供应社提供。

供试试剂:硫氰酸钾、硝酸汞、硫酸铁铵均为分析纯,购自北京化工厂有限责任公司。

供试仪器:HR2168 型搅拌器(飞利浦(中国)投资有限公司)、DIKW-4 型双列四位电热恒温水浴锅(北京中兴伟业仪器有限公司)、RE-2000A 型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂)、SHB-

B95A 型循环水式多用真空泵(郑州长城科技有限公司)、UWave-1000 型微波/紫外/超声波三位一体合成萃取反应仪(上海新仪微波化学科技有限公司)、5975B-6890N 型气相色谱-质谱联用仪(美国 Agilent 公司)、二甲基苯/碳分子筛/聚二甲基硅氧烷(divinylbenzene/carboxen/polydimethylsiloxane, DVB/CAR/PDMS) 萃取头(美国 Supelco 公司)。

1.2 试验方法

1.2.1 超声波-微波协同法提取分蘖葱头有机硫化化合物

1) 单因素试验。采用超声波-微波协同法提取分蘖葱头有机硫化化合物,选择微波温度($^{\circ}\text{C}$)、料液比($\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)、协同时间(min)、搅拌转速($\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$)、超声波功率(W)作为考察因素,分蘖葱头有机硫化化合物的得率作为判定指标。微波温度设定为 35、40、45、50、55、60 $^{\circ}\text{C}$;料液比设定为 1:2、1:4、1:6、1:8、1:10、1:12 $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$;协同时间设定为 2、3、4、5、6、7 min;搅拌转速设定为 100、150、200、250、300、350 $\text{r} \cdot \text{min}^{-1}$;超声波功率设定为 200、400、600、800、1 000 W。每个水平重复 3 次取平均值。

2) 正交实验。根据单因素试验结果,选取微波温度、料液比、协同时间、搅拌转速、超声波功率为考察因素,以有机硫化化合物得率为考核指标,选用 5 因素 4 水平 $L_{16}(4^5)$ 正交实验对分蘖葱头中有机硫化化合物的提取工艺进行优化。因素与水平见表 1,每组试验重复 3 次取平均值。

表 1 正交实验因素与水平

Table 1 Factor and level of orthogonal experiment

水平 Level	因素 Factor				
	A 微波温度/ $^{\circ}\text{C}$	B 料液比/ $(\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	C 协同时间/min	D 搅拌转速/ $(\text{r} \cdot \text{min}^{-1})$	E 超声波功率/W
1	40	1:4	3	150	300
2	45	1:6	4	200	400
3	50	1:8	5	250	500
4	55	1:10	6	300	600

1.2.2 常规水提法提取分蘖葱头有机硫化化合物

采用预试验确定的最佳提取条件,精准称量 500 g 破碎匀浆后的分蘖葱头,在 35 $^{\circ}\text{C}$ 水浴锅中避光酶解 60 min^[14]后加入同体积的蒸馏水,放置

于 55 $^{\circ}\text{C}$ 的水浴锅中提取 120 min,过滤得上清液,采用硝酸汞沉淀的方法计算分蘖葱头中有机硫化化合物的得率。

1.2.3 分蘖葱头有机硫化化合物含量的测定

参照彭光华等^[15]的方法,加入一定量的滤液于装有10 mL 硝酸汞($0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)的三角瓶中,再加入10 mL 乙醇,震荡后静置。加入20 mL 硝酸(体积比为1:1),加水至100 mL,加入硫酸高铁铵指示液(质量浓度0.5%),用硫氰酸钾标准溶液($0.1 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)滴定至微橙色,30 s不褪色,即为终点。分蘖葱头有机硫化化合物含量的计算公式为:

$$\text{有机硫化化合物含量}(\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}) = (2C_1V_1 - C_2V_2) \times 0.02704 \times V_0 / (w \times V) \quad (1)$$

式(1)中: C_1 为硝酸汞标准溶液的浓度($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$); V_1 为硝酸汞标准溶液的用量(mL); C_2 为硫氰酸钾标准溶液的浓度($\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$); V_2 为硫氰酸钾标准溶液的用量(mL); V_0 为提取液的总体积(mL); V 为测定时所取提取液的体积(mL); w 为样品用量(mL);0.02704为硝酸汞标准溶液($0.05 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$)相当的有机硫化化合物的质量(g)。

1.2.4 分蘖葱头有机硫化化合物得率的计算方法

$$\text{有机硫化化合物得率}(\%) = m_1 / W_1 \times 100 \quad (2)$$

式(2)中: m_1 为提取所得分蘖葱头有机硫化化合物的质量(g); W_1 为分蘖葱头的干物质质量(g)。

1.3 项目测定

1.3.1 分蘖葱头有机硫化化合物成分萃取

准确称取1 g 分蘖葱头有机硫化化合物,置于20 mL 顶空瓶中,封盖,将针管插入顶空瓶的密封垫,调整穿透长度,45 °C下平衡20 min,推动手柄使纤维头伸出,45 °C下萃取40 min,将针头插入气相色谱进样口,250 °C解吸3 min,进行GC-MS分析^[16-17]。

1.3.2 分蘖葱头有机硫化化合物 GC-MS 分析

参照刘婷婷等^[18]的方法,设定GC条件进样口温度280 °C;载气(He)流速 $1.0 \text{ mL} \cdot \text{min}^{-1}$;分流进样,分流比为50:1;HP-35毛细管色谱柱;初始温度60 °C保持3 min,以 $10 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ 的速率升温至280 °C,保持15 min;气化室温度280 °C。MS条件为电子电离源,电子能量70 eV,

离子源温度280 °C,接口温度280 °C,扫描范围20~800 m/z。

1.3.3 分蘖葱头有机硫化化合物组分分析

利用质谱数据系统检索(质谱数据库,NIST107),人工解析谱图,并核对有关质谱,从而鉴定出分蘖葱头中有机硫化化合物的组分。

1.4 数据分析

试验数据采用SPSS 20 软件进行方差分析统计,试验进行3次平行试验,结果均以平均值±标准差(Mean±SD)表示。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果

2.1.1 微波温度对分蘖葱头有机硫化化合物得率的影响

由图1可知,当微波温度在35~50 °C时,分蘖葱头有机硫化化合物得率随着微波温度的增加逐渐升高,温度在50 °C时,提取效果最佳,此时有机硫化化合物得率为 $0.2207\% \pm 0.0019\%$,而后随着温度的继续增加得率逐渐下降,原因可能是分蘖葱头有机硫化化合物具有一定的挥发性,温度过高会导致得率减少。因此,该条件下的最适微波温度为50 °C。

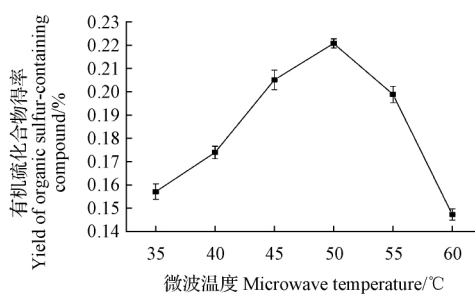


图1 微波温度对分蘖葱头有机硫化化合物得率的影响

Fig. 1 Effects of microwave temperature on yield of organic sulfur-containing compound in tillering onion

2.1.2 料液比对分蘖葱头有机硫化化合物得率的影响

从图2可以看出,随着料液比的增加,分蘖葱头有机硫化化合物的得率越大,当料液比达到1:6 g·mL⁻¹时,得率最大,此时有机硫化化合物得率为 $0.2465\% \pm 0.0048\%$,原因可能是料液

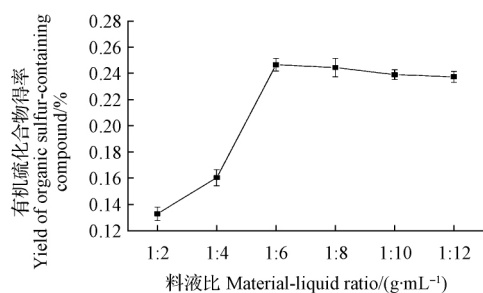


图2 料液比对分蘖葱头有机硫化物得率的影响

Fig. 2 Effects of material-liquid ratio on yield of organic sulfur-containing compound in tillering onion

比低时,不利于目的物溶出。之后随着料液比的继续增加,得率逐渐降低,可能过高的料液比会影响分蘖葱头有机硫化化合物的质量,同时过高的料液比增加成本、浪费资源^[19]。因此,该条件下的最适料液比为 1:6 g·mL⁻¹。

2.1.3 协同时间对分蘖葱头有机硫化物得率的影响

由图3可知,协同时间对分蘖葱头有机硫化化合物得率的影响较大。随着协同时间的逐渐延长,有机硫化化合物得率呈现先升高后缓慢下降趋势,当协同时间为5 min时,有机硫化化合物的溶出量基本达到饱和状态,此时有机硫化化合物得率为 0.2012%±0.0028%。由于在短时间内超声波热量聚集,使之瞬间受热,有助于分蘖葱头有机硫化化合物的提取,但协同时间过长时,会使分蘖葱头中的有机硫化化合物受到一定的破坏,导致得率下降。因此,该条件下的最适协同时间为5 min。

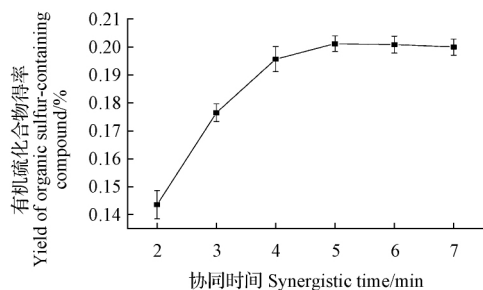


图3 协同时间对分蘖葱头有机硫化物得率的影响

Fig. 3 Effects of synergistic time on yield of organic sulfur-containing compound in tillering onion

2.1.4 搅拌转速对分蘖葱头有机硫化物得率的影响

由图4可知,搅拌转速在 100~200 r·min⁻¹时,分蘖葱头有机硫化化合物得率呈明显的上升趋势,当搅拌转速为 250 r·min⁻¹时,有机硫化化合物得率较高,为 0.2210%±0.0033%,而后随着搅拌转速的继续增大,得率变化不明显。适当的搅拌可使料液分散均匀,有利于有机硫化化合物的渗出,当搅拌转速高于 250 r·min⁻¹时,有机硫化化合物已充分渗出,继续加大搅拌转速得率变化不显著。因此,该条件下的最适搅拌转速为 250 r·min⁻¹。

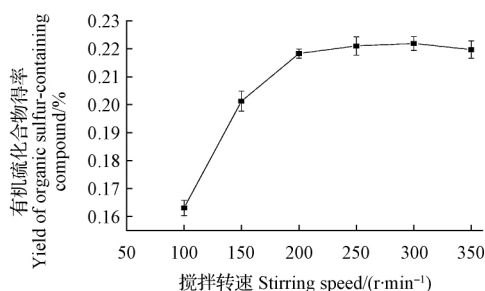


图4 搅拌转速对分蘖葱头有机硫化物得率的影响

Fig. 4 Effects of stirring speed on yield of organic sulfur-containing compound in tillering onion

2.1.5 超声波功率对分蘖葱头有机硫化物得率的影响

从图5可以看出,超声波功率对分蘖葱头有机硫化化合物得率有一定的影响。随着超声波功率增加,得率呈现先升高后降低趋势,当超声波的功率为 400 W 时,有机硫化化合物得率最高,为 0.1911%±0.0048%。超声波的空化作用使目的物快速分散于溶液中,但是超声波功率过高,会

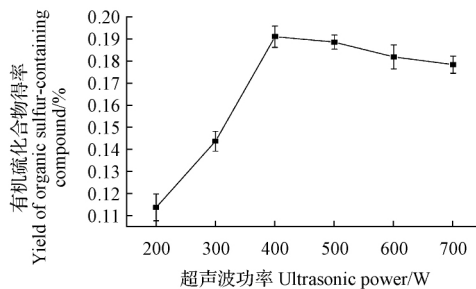


图5 超声波功率对分蘖葱头有机硫化物得率的影响

Fig. 5 Effects of ultrasonic power on yield of organic sulfur-containing compound in tillering onion

造成有机硫化化合物的挥发,使得率下降。因此,该条件下的最适超声波功率为 400 W。

2.2 正交实验结果

由表 2 可知,分蘖葱头有机硫化化合物得率主要因素的主次顺序为 $A>E>C>B>D$,即微波温度>超声波功率>协同时间>料液比>搅拌转速,故最优组为 $A_4B_1C_4D_2E_3$,而实际分蘖葱头有机硫化化合物提取的最优条件为 $A_4B_3C_4D_4E_3$,优化结果不在正交表中,故对其进行验证,即在微波

温度为 55 ℃、料液比为 1:8 g·mL⁻¹、协同时间为 6 min、搅拌转速为 300 r·min⁻¹、超声波功率 500 W 的条件下得到的有机硫化化合物得率为 0.277 1%±0.002 3%。超声波-微波协同法提取分蘖葱头有机硫化化合物的得率较高,与常规水提法 0.216 3%±0.002 9%相比得率提高 28.11%,同时提取时间仅为 6 min,较常规水提法大大缩短了提取时间。

表 2 正交实验结果
Table 2 The results of orthogonal design

水平 Level	因素 Factor					有机硫化化合物得率 Yield of organic sulfur-containing compound/%
	A 微波温度 /℃	B 料液比 /(g·mL ⁻¹)	C 协同时间 /min	D 搅拌转速 /(r·min ⁻¹)	E 超声波功率 /W	
1	1	1	1	1	1	0.086 7±0.002 3
2	1	2	2	2	2	0.123 1±0.001 5
3	1	3	3	3	3	0.180 1±0.003 3
4	1	4	4	4	4	0.173 2±0.002 1
5	2	1	2	3	4	0.174 1±0.002 6
6	2	2	1	4	3	0.163 0±0.001 9
7	2	3	4	1	2	0.157 5±0.001 8
8	2	4	3	2	1	0.106 9±0.002 6
9	3	1	3	4	2	0.110 9±0.003 4
10	3	2	1	3	1	0.099 8±0.001 0
11	3	3	4	2	4	0.183 7±0.002 2
12	3	4	2	1	3	0.196 1±0.003 0
13	4	1	4	2	3	0.252 8±0.002 4
14	4	2	3	1	4	0.198 9±0.003 5
15	4	3	2	4	1	0.237 1±0.001 9
16	4	4	1	3	2	0.157 1±0.002 8
K_1	0.563 1	0.624 5	0.506 6	0.639 2	0.530 5	
K_2	0.601 5	0.584 8	0.730 4	0.666 5	0.548 6	
K_3	0.590 5	0.758 4	0.596 8	0.611 1	0.792 0	
K_4	0.845 9	0.633 3	0.767 2	0.684 2	0.729 9	
k_1	0.140 8	0.156 1	0.126 7	0.159 8	0.132 6	
k_2	0.150 4	0.146 2	0.182 6	0.166 6	0.137 2	
k_3	0.147 6	0.189 6	0.149 2	0.152 8	0.198 0	
k_4	0.211 5	0.158 3	0.191 8	0.171 1	0.182 5	
R	0.070 7	0.043 4	0.065 2	0.018 3	0.065 4	

由表 3 可知,微波温度、料液比、协同时间、搅拌转速和超声波功率对分蘖葱头中有机硫化化合物得率均有显著性影响。根据 F 值可知,对分蘖葱

头中有机硫化化合物得率的影响因素为 $A>E>C>B>D$,该结果与正交实验结果一致,表明正交优化结果可信度较高。

表3 正交实验方差分析结果

Table 3 Orthogonal experiment results of variance analysis

变异来源 Sources of variation	平方和 Sum of squares	自由度 Degrees of freedom	均方差 Mean square error	F 值 F value	显著性 Significance
A	0.039	3	0.013	2 093.162	**
B	0.003	3	0.001	140.718	**
C	0.010	3	0.003	563.882	**
D	0.006	3	0.006	75.912	**
E	0.026	3	0.009	1 375.730	**
误差 Error	0.007	32	0.000		
总变异 Total variation	2.699	48			

注: * 表示差异显著 ($P < 0.05$); ** 表示差异极显著 ($P < 0.01$)。

Note: * indicates significant difference ($P < 0.05$); ** indicates extremely significant difference ($P < 0.01$).

2.3 分蘖葱头有机硫化物 GC-MS 分析

从表4可以看出,分蘖葱头有机硫化物共分离出15种组分,且含量按面积归一法进行计算。总离子流色谱图见图6,主要分为噻吩类、硫醚类和三硫化物,其中含量较高的是噻吩类 $39.0678\% \pm 0.0043\%$, 其次是三硫化物 $14.1570\% \pm 0.0071\%$ 和硫醚类 $7.3872\% \pm 0.0052\%$ 。其中含量相对较高的有机硫化物主要为2,4-二甲基噻吩、3,5-二乙基-1,2,4-三硫杂环戊烷、二烯丙基二硫醚,含量分别为 $20.5791\% \pm 0.0059\%$ 、 $14.1570\% \pm 0.0071\%$ 、 $3.7599\% \pm$

0.0021% 。王希丽等^[20]采用蒸馏-萃取方法(SDE)提取大蒜中的挥发性成分,经GC-MS分析,得出大蒜中的硫醚类的含量较高。CHENG等^[21]通过GC-MS分析,洋葱中含有二甲基三硫醚、二甲基四硫醚、二丙基三硫化物、八环硫等有机硫化物。MIETHING^[22]利用水蒸气减压蒸馏法提取大蒜中的有效物质,利用高效液相检测提取物中仅检测出一种有机硫化物为硫代亚磺酸酯。相比较该试验提取得到的有机硫化物组分更多,为后续研究分蘖葱头有机硫化物提供参考依据。

表4 分蘖葱头有机硫化物成分分析

Table 4 Composition analysis of organic sulfur-containing compounds in tillering onion

序号 Number	化合物名称 Compound name	分子式 Molecular formula	保留时间 Retention time/min	相对含量 Relative content/%
1	硫杂环丙烷氧化物 Thietane, 1-oxide	C ₃ H ₆ OS	3.855	2.9137 ± 0.0017
2	2,4-二甲基噻吩 2,4-dimethyl-thiophene	C ₆ H ₈ S	5.335	20.5791 ± 0.0059
3	甲基丙烯基二硫醚 Methyl 1-propenyl disulfide	C ₄ H ₈ S ₂	6.276	1.9669 ± 0.0041
4	顺-2-乙基-3-甲基噻吩烷 Cis-2-ethyl-3-methylthiophane	C ₇ H ₁₄ S	8.749	8.3341 ± 0.0019
5	(丙硫基)乙酸甲酯 Acetic acid, (propylthio)-, methyl ester	C ₆ H ₁₂ O ₂ S	8.993	3.2293 ± 0.0085
6	2,2-二甲基-1,3-二噻烷 2,2-dimethyl-1,3-dithiane	C ₆ H ₁₂ S ₂	9.167	4.3454 ± 0.0063
7	二烯丙基二硫醚 Diallyl disulphide	C ₆ H ₁₀ S ₂	9.428	3.7599 ± 0.0021
8	甲基烯丙基硫代乙酸酯 Methyl allylthioacetate	C ₆ H ₁₀ O ₂ S	9.620	4.4872 ± 0.0062
9	丙酸 3-硫基-2-(硫基甲基) Propanoic acid, 3-mercapto-2-(mercaptomethyl)	C ₄ H ₈ O ₂ S ₂	10.482	8.3249 ± 0.0063
10	2-硫基-3,4-二甲基-2,3-二氢噻吩 2-mercapto-3,4-dimethyl-2,3-dihydrothiophene	C ₆ H ₁₀ S ₂	10.935	18.4887 ± 0.0085
11	二丙基三硫醚 Trisulfide, dipropyl	C ₆ H ₁₄ S ₃	12.589	1.6604 ± 0.0042
12	3,5-二乙基-1,2,4-三硫杂环戊烷 3,5-diethyl-1,2,4-trithiolane	C ₆ H ₁₂ S ₃	13.077	14.1570 ± 0.0071
13	1-甲基-2-(3,5-二甲基噻吩-4-基)二硫化物 1-methyl-2-(3,5-dimethylthien-4-yl)disulfide	C ₇ H ₁₀ S ₃	15.594	4.1076 ± 0.0042
14	1-丙基-2-(4-硫庚-2-烯-5-基)二硫化物 1-propyl-2-(4-thiohept-2-en-5-yl)disulfide	C ₉ H ₁₈ S ₃	16.247	1.5872 ± 0.0064
15	4-(2,4,6-三甲基苯基)噻唑-2-胺 4-mesityl-2-thiazolamine	C ₁₂ H ₁₄ N ₂ S	17.336	2.0584 ± 0.0062

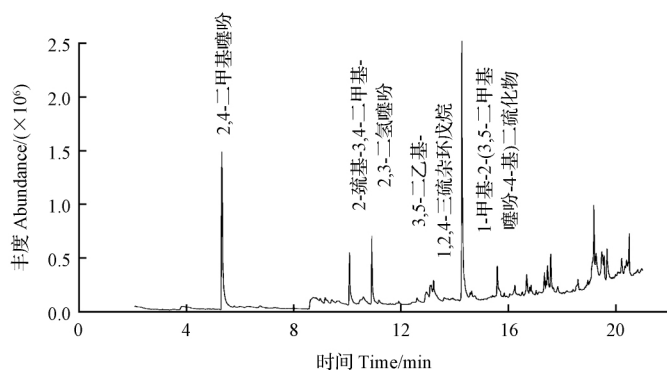


图6 分蘖葱头有机硫化物 GC-MS 总离子流

Fig 6 GC-MS total ion current of organic sulfur-containing compounds in tillering onion

3 结论

该研究采用超声波-微波协同法提取分蘖葱头中有机硫化物,通过单因素和正交实验优化提取工艺,确定最佳工艺条件为微波温度为 55℃、料液比为 1:8 g·mL⁻¹、协同时间为 6 min、搅拌转速为 300 r·min⁻¹、超声波功率为 500 W,分蘖葱头中有机硫化物得率为 0.277 1%±0.002 3%,较常规水提法得到的有机硫化物的得率提高了 28.11%,提取时间也大大缩短。该方法经 GC-MS 检测分析共提取得到 15 种有机硫化物。该方法操作简便、无污染,试验剩余的分蘖葱头渣滓还可以进一步进行其它功能成分的提取,如膳食纤维、多糖等,从而可以提高分蘖葱头的综合利用率。

参考文献

[1] 刘蒙佳,周强,张宝善,等.分蘖葱头油脂微胶囊的研制[J].食品工业,2017,38(1):81-84.
[2] 刘超,高炯杰.超声波辅助法提取毛葱黄酮的工艺研究[J].食品研究与开发,2015,36(18):50-54.
[3] GUNTHER W H H. Garlic and other alliums-the lore and the science[J]. Sulfur Reports,2010,34(1-2):208-208.
[4] NICASTRO H L,ROSS S A,MILNER J A. Garlic and onions:Their cancer prevention properties[J]. Cancer Prevention Research,2015,8(3):181-189.
[5] 黄晴,吴忠坤,吴中琴,等.葱属类植物中有机硫化物的抗氧化性研究进展[J].食品研究与开发,2018,39(1):214-220.
[6] 付学军,金海珠,黎乃维,等.系列洋葱深加工研究及其产业化前景探析[J].农产品加工(学刊),2006(6):4-7.

[7] MAIDMENT D C J,DEMBNY Z,WATTS D I. The anti-bacterial activity of 12 *Alliums* against *Escherichia coli*[J]. Nutrition & Food Science,2001,31(5):238-241.
[8] MARTA C,CORZO N,VILLAMIEL M. Biological properties of onions and garlic[J]. Trends in Food Science & Technology,2007,18(12):609-625.
[9] YANAGITA T,HAN S Y,WANG Y M,et al. Cycloalliin, a cyclic sulfur imino acid, reduces serum triacylglycerol in rats[J]. Nutrition,2003,19(2):140-143.
[10] 刘超.分蘖葱头槲皮素对高血脂小鼠血脂影响[J].食品研究与开发,2015,36(17):19-23.
[11] RAMIREZ D A,LOCATELLI D A,TORRES-PALAZZO-LO C A,et al. Development of garlic bioactive compounds analytical methodology based on liquid phase microextraction using response surface design. Implications for dual analysis: Cooked and biological fluids samples[J]. Food Chemistry,2017,215(15):493-500.
[12] 孙淑爱,曹晶,王永明,等.大蒜油蒸馏法提取条件的探讨[J].实用医药杂志,2004,21(4):347-348.
[13] MARTIN-LAGOS R,SERRANO M,RUIZ-LOPEZ M. Comparative study by gas chromatography-mass spectrometry of methods for the extraction of sulfur compounds in *Allium cepa* [J]. Food Chemistry,1992,44(4):305-308.
[14] KREST I,GLODEK J,KEUSGEN M. Cysteine sulfoxides and alliinase activity of some allium species[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry,2000,48(8):3753-3760.
[15] 彭光华,韩月峰,马荣池,等.大蒜有机有机硫化物提取条件的优化及其成分的分析[J].食品科学,2008,29(7):226-230.
[16] 孙颖,陈怡颖,丁琦,等.小根蒜挥发性风味成分分析[J].食品科学,2015,36(16):117-121.
[17] 帕尔哈提·克依木,周晓龙,刘河疆.气质联用法测定甜瓜中代森锌[J].食品研究与开发,2017,38(17):134-138.
[18] 刘婷婷,秦宇婷,吴玉莹,等.溶剂法提取分蘖葱头有机硫化物及其 GC-MS 分析[J].食品科学,2017,38(12):151-156.

- [19] 徐艳阳,胡晓欢,王乃茹,等.大葱中葱辣素的微波辅助提取工艺优化[J].食品研究与开发,2014,35(13):27-29.
- [20] 王希丽,张建丽,何洪巨. GC-MS 法测定大蒜中的挥发性物质[J]. 分析测试学报,2004(S1):107-109.
- [21] CHENG L, LUO J, LI P, et al. Microbial diversity and flavor formation in onion fermentation. [J]. Food & Function, 2014, 5(9):2338-2347.
- [22] MIETHING H. Allicin and oil in garlic bulbs-HPLC quantitative determination[J]. Dtsch Apoth Ztg, 1985, 125:2049-2150.

Optimization and Component Analysis of Ultrasonic-microwave Synergistic Extraction of Organic Sulfur-containing Compounds From *Allium cepa* L. var. *agrogatum* Don

ZHANG Yanling¹, QIN Yuting², ZHAO Wenting^{2,3}, LIU Hongcheng^{2,4}, LIU Tingting^{2,5}

(1. Jilin Engineering Normal University, Changchun, Jilin 130052; 2. College of Food Science and Engineering, Jilin Agricultural University, Changchun, Jilin 130118; 3. Key Laboratory of Technological Innovations for Grain Deep-processing and High-efficiency Utilization of By-products of Jilin Province, Changchun, Jilin 130118; 4. Engineering Research Center of Grain Deep-processing and High-efficiency Utilization of Jilin Province, Changchun, Jilin 130118; 5. Scientific Research Base of Edible Mushroom Processing Technology Integration of Ministry of Agriculture and Rural Affairs, Changchun, Jilin 130118)

Abstract: Taking *Allium cepa* L. var. *agrogatum* Don as test material, organic sulfur-containing compounds were extracted by ultrasonic-microwave synergistic extraction. The process optimization test of organic sulfur compounds were carried out, and the components of extraction were separated and identified by gas chromatography-mass spectrometry in order to provide a reference for further research and development of functional components of *Allium cepa* L. var. *agrogatum* Don. The results showed that the optimal extraction process was the microwave temperature of 55 °C, the ratio of material-liquid of 1 : 8 g · mL⁻¹, the synergistic time of 6 minutes, the stirring speed of 300 r · min⁻¹, and the ultrasonic power of 500 W. The yield of the organic sulfur-containing compounds obtained under the above conditions was 0.277 1% ± 0.002 3%. Under this condition, fifteen kinds of organic sulfur-containing compounds were obtained. The higher content was thiophenes 39.067 8% ± 0.004 3%, followed by trisulfide compounds 14.157 0% ± 0.007 1% and thioethers 7.387 2% ± 0.005 2%. Among them, the relatively high content of organic sulfur-containing compounds was 2,4-dimethyl-thiophene, 3,5-diethyl-1,2,4-trithiolane, diallyl disulphide.

Keywords: ultrasonic-microwave synergistic extraction; *Allium cepa* L. var. *agrogatum* Don; organic sulfur-containing compounds; gas chromatography-mass spectrometry