

蒸馏萃取 - 气相色谱 - 质谱联用对不同腌制工艺大头菜挥发性风味物质的分析

曾凡坤, 王金美

(西南大学食品科学学院, 重庆 400715)

摘要:采用同时蒸馏萃取-气相色谱-质谱联用(SDE-GC-MS)对不同加工工艺大头菜和原料的挥发性风味物质进行分析。从大头菜原料、新工艺大头菜、传统腌制大头菜、脱盐大头菜4个样品中共检验出90种挥发性香气物质,其中从新工艺大头菜、传统腌制大头菜和脱盐大头菜中分别检测出68、56和28种挥发性香气物质;大头菜腌制可产生大量挥发性风味成分,且新工艺大头菜挥发性香气成分种类高于传统大头菜和脱盐大头菜,脱盐导致大头菜香气成分大量损失。

关键词:大头菜;腌制;挥发性风味物质;气相色谱-质谱联用

Effect of Pickling Process on Volatile Flavor Compounds in Pickled Mustard Root as Analyzed by SDE/GC-MS

ZENG Fan-kun, WANG Jin-mei

(College of Food Science, Southwest University, Chongqing 400715, China)

Abstract : Simultaneous distillation extraction (SDE) followed by GC-MS was used to investigate the volatile flavor composition of pickled mustard root samples from different processing methods. A total of 90 volatile compounds were identified in 4 samples, including raw mustard root, traditional pickled mustard root and its desalted counterpart and mustard root pickled by a novel process, of which 68, 56 and 28 were present in novel pickled mustard root as well as traditional pickled mustard root and its desalted counterpart, respectively. Overall, pickling process results in the formation of many new volatiles. However, more are formed by the new process compared with the other two. Meanwhile, desalting process may result in a substantial loss of volatile compounds.

Key words : mustard root ; pickling ; volatiles ; gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS)

中图分类号: TS207.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)08-0197-05

大头菜是我国传统腌制品,风味独特,深受人们喜爱。传统大头菜需要经过晾晒,多道加盐腌制而成,具有含盐量高、腌制成熟时间长等缺点,且需要进一步脱盐、脱水拌料包装而成方便大头菜,而不利于现代化生产。因此,缩短生产周期,减少含盐量和工序步骤及辅料用量等生产成本是大头菜工艺改革和科研方向。大头菜的研究主要是集中在传统腌制的大头菜脱盐工艺上,关于风味物质的研究较少。

蔬菜的香味由其本身含有的各种不同的芳香物质所形成,由于具有挥发性故又称挥发油。其含量极微,但却是蔬菜特殊气味的主要来源。腌菜的香气和滋味,有蔬菜原料和辅料本身具有的,也有腌制过程中发生一系列变化形成的,蔬菜在腌制后,原来具有的苦涩等

不愉快气味减少或者消失(如大头菜、甘蓝),并同时产生一些特殊芳香性物质。

同时蒸馏萃取法(simultaneous distillation extraction method, SDE)对多种化合物都具有较高的回收率,在常压及减压条件下均可使用,用于分析样品中挥发性、半挥发性成分的分离方法;该法将水蒸气蒸馏与溶剂萃取合二为一,减少了实验步骤、缩短了分析时间、成本低、设备简单,是应用较早、目前仍然广泛使用的分离提取方法之一。

邓勇^[1]发现榨菜的香气成分有100多种。王中凤等^[2]认为人工脱水与自然脱水的榨菜在风味上存在差异,但就其是否由于风味物质的形成与温度有关,是否是因为酶解速度有关未说明。赵大云等^[3-4]借助离子色谱和色谱

收稿日期: 2010-06-23

基金项目: 国家星火计划项目(2007EA811032)

作者简介: 曾凡坤(1963—),男,教授,硕士,研究方向为果蔬加工。E-mail: zengfankun@swu.edu.cn

质谱联用仪对传统方法最新工艺腌制的咸雪菜卤汁中有有机酸组分及挥发性风味物质进行检测。林丽钦等^[5]研究十字花科植物的辛辣风味物质即芥子油,是由烯丙基异硫氰酸酯及其类似化合物组成,它产生于风味前体——硫葡萄糖苷的酶水解。熊小辉等^[6]利用固相微萃取-气相色谱法来分析泡菜汁中的丁二酮,并且直接测定出泡菜样品中风味物质丁二酮的量。严平梅等^[7]认为腌菜中,异型乳酸发酵能产生许多挥发性物质。Zhao等^[8]研究发现叶用莖菜种的风味物质有糖苷配基,腌制的芥菜中的风味物质有烯丙基、丁烯基、异丁烯基、苯乙基作为取代基的一系列化合物。陈永等^[9]用GC法测定酱腌菜中环己基氨基磺酸钠。刘璞等^[10]认为榨菜腌制品尤其自身的特征香气,主要是异硫氰酸酯酯类、腈类和二甲基三硫这一组特殊香气成分所形成的。张奇志等^[11]就佛手榨菜风味的形成机理认为主要是酯化反应的乳酸乙酯是榨菜香气的主要来源。其次,氨基酸在酸的作用下变成醇,醇与酸化合成酯,产生香气。

目前,大头菜加工主要是对产品工艺进行^[12-13],而对大头菜的挥发性风味物质的研究还处于空白状态,通过对原料、传统腌制大头菜、新工艺以及脱盐传统菜块后的大头菜挥发性风味物质的研究,不但可以推测其风味的组成,防止不良气味的生成,还对工艺的优化和风味的调配提供理论参考依据。

1 材料与方 法

1.1 材料及腌制工艺

大头菜 重庆市北碚区天生桥菜市场。

传统腌制工艺:大头菜原料经自然风脱水至含水量75%~80%,按照100g脱水后质量添加食盐12~13g,不添加任何辅料腌制90d;脱盐工艺:传统腌制工艺产品经切分后采用纯净水浸泡脱盐,至每100g菜丝中含盐6~8g;新工艺:大头菜原料经清洗、直接切分、热风脱水至含水量75%~78%、按照100g脱水后质量添加6~8g食盐,腌制30d而成。

1.2 仪器与设备

QP2010GC-MS 气质联用 日本岛津公司;DHG-9240A 电热恒温鼓风干燥箱 上海齐欣科学仪器有限公司;RE-52AA 旋转蒸发仪 上海亚荣生化仪器厂。

1.3 方 法

1.3.1 样品制备方法

采取同时蒸馏萃取法,准确称取100个样品与2L圆底烧瓶中,加入1L蒸馏水,萃取瓶加入40mL无水乙醚,圆底烧瓶内保持微沸,萃取瓶在40℃水浴锅中加热,回流2h,无水乙醚提取液在0℃经过无水硫酸钠干燥静置12h后过滤,滤液用旋转蒸发仪在冰浴条件下浓

缩至1mL,待气质联用上柱分析。

1.3.2 测定方法

气相色谱条件:石英毛细管柱 Rtx-wax(30m × 0.32mm, 0.25μm),程序升温,柱温40℃,保持1min,以5℃/min升至120℃,再以20℃/min升至160℃,最后以5℃/min升至220℃,保持3min,载气为高纯He,柱流量1.02mL/min,进样口温度250℃,分流比20:1,接口温度250℃。质谱条件:EI电子源,扫描范围m/z 35~450。

1.3.3 谱图分析方法

样品经过GC-MS分析后,对各香气成分的质谱图经过标准图库NIST05谱库检索,结合有关文献进行人工谱图解析及气相色谱图集保留指数数据,对所测样品大头菜各香气成分定性,确认其化学成分。按面积归一法进行定量分析,分别求得各化学成分在挥发油中的相对含量。

2 结果与分析

2.1 原料和不同工艺大头菜中挥发性成分变化

分别对大头菜原料、新工艺大头菜、传统腌制大头菜、脱盐大头菜进行SDE-GC-MS分析,得到4个样品的总离子流,见图1~4。

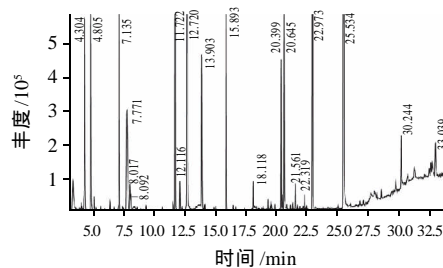


图1 大头菜原料的总离子流图

Fig.1 GC-MS total ion chromatogram of volatile compounds in raw mustard root

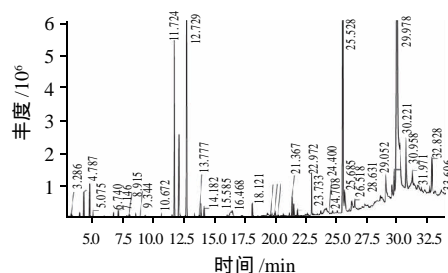


图2 传统腌制大头菜的总离子流图

Fig.2 GC-MS total ion chromatogram of volatile compounds in traditional pickled mustard root

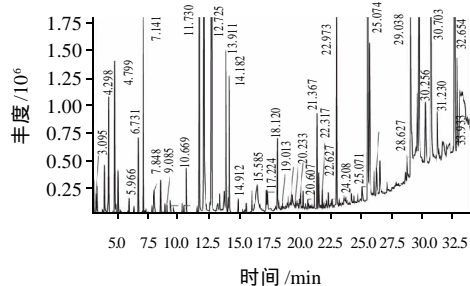


图3 新工艺大头菜的总离子流图

Fig.3 GC-MS total ion chromatogram of volatile compounds in mustard root pickled by a new process

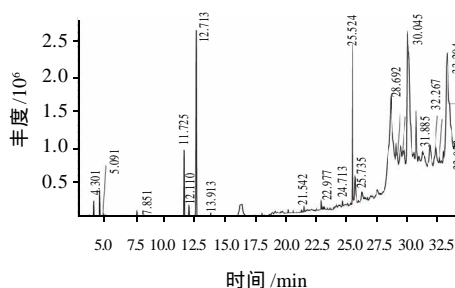


图4 脱盐大头菜的总离子流图

Fig.4 GC-MS total ion chromatogram of volatile compounds in desalted traditional pickled mustard root

2.2 大头菜挥发性成分的GC-MS鉴定

总离子流图中各峰经质谱扫描后所得的质谱图,采用计算机进行质谱数据库检索,人工谱图解析,按各峰的质谱裂片与文献核对,查对有关质谱资料,对基峰、质核比和相对丰度等方面进行比较,分别对各峰进行确认,经综合分析鉴定,3种工艺大头菜产品和大头菜原料中的挥发性风味成分及相对含量见表1。

表1 不同工艺的大头菜及其原料挥发性香气成分分析

Table 1 Volatile compounds and their relative contents in raw and pickled mustard roots

保留时间/min	化合物名称	相对含量/%			
		新工艺	传统	原料	脱盐
3.095	2-乙基-呋喃(2-ethyl-furan)	0.27	0.09		
3.266	2,2,4,6,6-五甲基-庚烷(2,2,4,6,6-pentamethyl-heptane)	0.21	0.21		
3.368	2,3-丁二酮(2,3-butanedione)	0.26	0.14		
3.967	1-戊烯-3-酮(1-penten-3-one)	0.37	0.16		
4.298	甲苯(toluene)	1.06	0.87	1.18	0.36
4.799	1,2-二氯-乙烷(1,2-dichloro-ethane)	1.40	1.11	2.36	0.74
4.885	二甲基二硫(dimethyl disulfide)	0.08	0.08	0.23	
5.079	正己醛(hexanal)	0.41	0.25		0.16
5.233	2-甲基-1-丙醇(2-methyl-1-propanol)				0.07
5.966	E-2-戊烯醛(E-2-pentenal)	0.14	0.06		
6.731	1-戊烯-3-醇(1-penten-3-ol)	0.67	0.15		

续表1

保留时间/min	化合物名称	相对含量/%			
		新工艺	传统	原料	脱盐
7.141	巴豆腈(crotonitrile)	2.89	0.25	1.47	
7.775	D-柠檬烯(D-limonene)		1.61		
7.849	3-甲基-1-丁醇(3-methyl-1-butanol)	0.06	0.09		0.17
8.029	2-甲基-2-十一硫醇(2-methyl-2-undecanethiol)	0.40			
8.033	E-2-己烯醛(E-2-hexenal)		0.28		
8.100	乙氧基乙醇(2-ethoxy-ethanol)		0.10	0.09	
8.568	2-正戊基-呋喃(2-pentyl-furan)	0.33	0.15		
8.911	正戊醇(1-pentanol)	0.08	0.06		
9.085	2-甲基硫-乙醇(2-methylthio-ethanol)	0.08			
9.341	硫氰酸甲酯(thiocyanic acid, methyl ester)	0.15	0.10		
9.392	3-甲基-3-丁腈(methylallyl cyanide)	0.05			
10.322	反-2-(2-戊烯基)-呋喃(trans-2-(2-pentenyl)-furan)	0.10			
10.472	环戊醇(cyclopentanol)	0.07			
10.669	Z-2-戊烯-1-醇(Z-2-penten-1-ol)	0.49	0.16		
11.557	1-己醇(1-hexanol)	0.05	0.11		
11.730	异硫氰酸烯丙酯(allyl isothiocyanate)	16.0	7.04	12.03	1.92
12.110	二甲基三硫(dimethyltrisulfide)	4.64	3.46	0.21	0.36
12.725	环己醇(cyclohexanol)	12.93	14.16	22.58	5.75
13.395	E-2-辛烯醛(E-2-octenal)	0.16	0.13		
13.775	甲基磷酸乙酯(methylthiophosphonic acid, ethylester)	0.31			
13.900	硫氰酸烯丙酯(allyl thiocyanate)			1.10	0.12
14.095	异硫氰酸3-丁烯酯(isothiocyanate acid, 3-butenylester)	0.15			
14.182	糠醛(3-furaldehyde)	1.47	0.35		
14.912	(E,E)-2,4-庚二烯醛(E,E-2,4-heptadienal)	0.12	0.05		
15.585	苯甲醛(benzaldehyde)	0.09	0.05		
15.892	2-乙氧基丙烷(2-ethoxy-propane)			1.43	
16.040	E-2-壬烯醛(E-2-nonenal)	0.25	0.08		
16.468	芳樟醇(linalol)		0.08		
17.224	(E,Z)-2,6-壬二烯醛(E,Z-2,6-nonadienal)	0.20			
17.303	烯丙基甲基硫醚(sulfide, allyl methyl)	0.21			
18.120	苯乙醛(benzeneacetaldehyde)	0.70	0.42	0.16	
18.250	(E)-2-癸烯醛(E-2-tridecenal)	0.06			
18.536	反-1-乙基-2-甲基-环己烷(trans-1-ethyl-2-methyl-cyclohexane)	0.04			
19.013	3-乙基-苯乙醛(3-ethyl-benzaldehyde)	0.06			
19.231	5-甲基-2-噻吩甲醛(5-methyl-2-thiophenecarboxaldehyde)	0.04			
19.350	三聚硫代甲(s-trithiane)	0.16	0.07		
19.610	草酸己基2-异丙基苯基酯(oxalic acid, hexyl 2-isopropyl phenylester)	0.05			
19.949	丁基甲基二硫(disulfide, butyl methyl)	0.07	0.11		
20.017	二丙烯基三硫(allyl trisulfide)	0.11	0.11		
20.233	(E,E)-2,4-癸二烯醛(E,E-2,4-decadienal)	0.13	0.05		
20.607	3E-4-乙基-3-壬烯-5-炔(3E-4-ethyl-3-nonen-5-yne)	0.05			
20.642	5-甲基噻唑(5-methyl-Thiazole)				1.14
21.158	松油精[p-mentha-2,8-diene, (1R,4R)-(+)]	0.12	0.07		
21.367	苯乙醇(phenylethyl alcohol)	0.78	0.55		
21.522	2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚[phenol, 2,6-bis(1,1-dimethylethyl)-4-methyl-]	0.35	0.39	0.16	0.08
21.816	1-甲氧基-1H-吲哚(1H-indole, 1-methoxy-)	0.15	0.17		
22.317	3-甲基硫代丙基异硫氰酸酯(3-methylthiopropylisothiocyanate)	0.12		0.08	
22.627	2-羟基苯丙酮(2-hydroxypropiophenone)	0.06	0.05		
22.973	苯乙腈(benzenepropanenitrile)	1.89	1.32	9.29	0.19
23.733	9-氧代壬酸乙酯(9-oxo-nonoic acid, ethylester)	0.09			

续表 1

保留时间/min	化合物名称	相对含量/%			
		新工艺	传统	原料	脱盐
24.400	1,2-二萘(acenaphthene)	0.11			
24.708	丁香酚油(eugenol)	0.06	0.07	0.13	
25.532	异硫氰酸苯乙酯(isothiocyanic acid, phenylester)	18.9	15.59	44.1	4.94
25.674	棕榈酸甲酯(hexadecanoic acid, methyl ester)	2.49	1.47	1.76	
26.043	11E-棕榈酸甲酯(11-hexadecenoic acid, methyl ester)	0.31			
26.293	棕榈酸乙酯(hexadecanoic acid, ethyl ester)	0.49			
26.518	癸酸环己酯(decanoic acid, cyclohexyl ester)	0.83			
27.118	芴(flourene)	0.09			
28.627	吲哚(indole)	0.10	0.12		
28.692	亚油酸(<i>cis,cis</i> -linoleic acid)				16.38
28.752	硬脂酸甲酯(octadecanoic acid, methyl ester)	0.28			
29.038	反油酸甲酯(Z-9-octadecenoic acid, methyl ester)	3.51	1.83	3.01	
29.142	油酸甲酯(oleic acid, methyl ester)	0.38			
29.475	顺-9-十六烯醛(Z-9-hexadecenal)				3.71
29.578	月桂酸(dodecanoic acid)	0.80	0.63		
29.642	油酸乙酯(oleic acid, ethyl ester)				1.96
29.726	亚油酸甲酯(linoleic acid, methyl ester)	3.78	1.36	5.98	
29.975	十五酸(pentadecanoic acid)				33.65
30.256	亚油酸乙酯(linoleic acid, ethyl ester)	1.10			
30.575	葵子麝香(ambretolid)				0.87
30.704	亚麻酸乙酯(linolenic acid, ethyl ester)	5.71	3.86	2.95	
30.958	十三烷酸(tridecanoic acid)	0.11			
31.883	硬脂酸(stearic acid)				1.52
32.383	亚油酸甘油酯(1-mono-linolein)	1.25			
32.654	邻苯二甲酸二丁酯(phthalic acid, dibutyl ester)	8.57	3.32	0.39	0.37
32.840	豆蔻酸(tetradecanoic acid)	1.47	2.08	0.34	0.45
33.292	(E)-9-硬脂酸(E-9-octadecenoic acid)				14.18
33.492	油酸(oleic acid)				
33.606	2-羟基麝香酮(2-hydroxy-cyclopentadecanone)	0.06			5.02

大头菜原料中检测出 19 种挥发性化合物, 其中酯类化合物 5 个、醇类化合物 3 个、醛类化合物 1 个、酸类化合物 1 个、甲基硫化物 2 个、腈类化合物 2 个、烃类化合物 4 个、其他化合物 1 个。主要香气成分为异硫氰酸苯乙酯(44.1%)、环己醇(22.58%)、异硫氰酸烯丙酯(12.3%)、苯乙腈(9.29%)等。

新工艺大头菜中检测出 68 种挥发性化合物, 其中酯类化合物 17 个、醇类化合物 12 个、醛类化合物 13 个、酸类化合物 2 个、酮类化合物 3 个、甲基硫化物 6 个、腈类化合物 3 个、烃类化合物 6 个、其他化合物 6 个。主要香气成分为异硫氰酸苯乙酯(18.9%)、异硫氰酸烯丙酯(16%)、环己醇(12.93%)、邻苯二甲酸二丁酯(8.57%)、亚麻酸乙酯(5.71%)、二甲基三硫(4.64%)、亚油酸乙酯(3.78%)等。

传统腌制工艺大头菜中检测出 56 种挥发性化合物, 其中酯类化合物 11 个、醇类化合物 12 个、醛类化合物 9 个、酸类化合物 4 个、酮类化合物 4 个、甲基硫化物 5 个、腈类化合物 2 个、烃类化合物 5 个、其他化合物 4 个。主要香气成分为十五酸(33.65%)、环己醇

(14.16%)、异硫氰酸苯乙酯(15.59%)、异硫氰酸烯丙酯(7.04%)等。

脱盐的大头菜中检测出 28 种挥发性化合物, 其中酯类化合物 10 个、醇类化合物 5 个、醛类化合物 2 个、酸类化合物 5 个、酮类化合物 2 个、甲基硫化物 1 个、腈类化合物 1 个、烃类化合物 2 个。主要香气成分为十五酸(23.19%)、亚油酸(16.38%)、(E)-9-硬脂酸(14.18%)、环己醇(5.75%)、亚油酸甲酯(5.98%)等。

2.3 原料及不同工艺大头菜中挥发性风味主要成分分析

2.3.1 酯类化合物

从图 1~4 及表 1 可以看出, 原料中检测出的异硫氰酸苯乙酯、环己醇是原料香气的主要成分, 具有刺激性的气体, 在腌制过程中异硫氰酸苯乙酯的含量减少, 可能是在酶或微生物的作用下分解, 为其他香味物质的生成提供原料。新工艺大头菜中有 17 种酯类物质, 在后熟期中, 大头菜中的脂肪酸与醇生成大量脂肪酸酯类, 含量达到 18.05%, 另外占 8.57% 的邻苯二甲酸二丁酯也是具有芳香性的气体。传统腌制大头菜的酯类化合物主要是原料带入的酯类, 由于脂肪酸生成的酯类只有 9.29%。传统腌制的大头菜在脱盐后, 酯类香气发生变化, 主要是脂肪酸及其酯类发生变化。

2.3.2 醇类化合物

环己醇是种具有樟脑和杂醇油香气的化合物, 在大头菜的后熟过程中损失较多。大头菜中醇类含量不是很高, 但是苯乙醇、丁香酚油等都是具有玫瑰丁香花香气的物质。

2.3.3 酸类化合物

新工艺大头菜中的酸类化合物较低, 原料中几乎不含有酸类香气物质。传统腌制大头菜以十五酸(33.65%)为主要香气成分, 而脱盐后的大头菜酸类化合物达到 54.08%, 主要为十五酸(23.19%)、亚油酸(16.38%)、硬脂酸(14.18%)风味发生变化。可能是由于脱盐的关系, 大头菜中的化学物质发生反应, 产生不同于传统大头菜的气味, 呈现坚果和脂肪气味。

2.3.4 腈类及甲基硫化物类化合物

苯乙腈是大头菜原料的主要香气成分之一, 在后熟中被分解, 在成品中含量很低。巴豆腈具有葱香气味。由于芥子苷酶的作用, 一些芥子苷被分解成二甲基二硫、二甲基三硫等硫化物, 这些硫化物具有蒜香味道, 形成大头菜独特的香气。

2.3.5 烃类及其他化合物

碳氢化合物在大头菜中种类不是很多, 对风味的贡献不明显。检测出来的烃类化合物主要是些小分子烷烃、烯烃及其支链衍生物。D-柠檬烯具有甜香、柑橘香、柠

檬香气。松油精具有本质类香味, 气味新鲜, 清新。

3 结 论

3.1 通过 SDE-GC-MS, 共从大头菜原料、新工艺大头菜、传统腌制大头菜、脱盐大头菜 4 个样品中共检出 90 种挥发性香气物质, 其中新工艺大头菜、传统腌制大头菜和脱盐大头菜中分别检测出 68、56 和 28 种挥发性香气物质。从检测出的种类来说, 新工艺大头菜品质高于传统大头菜和脱盐大头菜, 腌制过程中产生大量挥发性风味物质, 而脱盐导致大头菜香气成分大量损失。

3.2 大头菜原料主体风味物质有异硫氰酸苯乙酯、环己醇、异硫氰酸烯丙酯、苯乙腈。新工艺大头菜中的主要风味物质有异硫氰酸苯乙酯、异硫氰酸烯丙酯、环己醇、邻苯二甲酸二丁酯、亚麻酸乙酯、二甲基三硫、亚油酸乙酯、亚油酸甲酯、巴豆腈、棕榈酸甲酯。传统大头菜主体香气成分为十五酸、环己醇、异硫氰酸苯乙酯、异硫氰酸烯丙酯、二甲基三硫。脱盐处理后的大头菜主要香气为十五酸、(E)-9-硬脂酸、亚油酸、亚油酸甲酯、麝香酮等。

参 考 文 献 :

- [1] 邓勇. 四川榨菜后熟转化作用机制的研究[J]. 食品科学, 1992, 13(10): 8-11.
- [2] 王中凤, 吴永娴, 曾凡坤. 榨菜风味形成机理及其影响因素[J]. 中国酿造, 1995(1): 10-11.
- [3] 赵大云, 杨方琪. 雪里蕻腌菜风味的研究[J]. 食品与发酵工业, 1998(1): 34-41.
- [4] 赵大云, 汤坚, 丁霄霖. 雪里蕻腌菜特征风味物质的分离和鉴定[J]. 无锡轻工业大学学报, 2001, 20(3): 291-298
- [5] 林丽钦. 十字花科植物的风味物质及其降解化学[J]. 福建轻纺, 1999(4): 1-5.
- [6] 熊小辉, 吴昊, 熊强, 等. SPME-GC 法快速检测泡菜风味物质丁二酮的研究[J]. 中国调味品, 2003(11): 37-40.
- [7] 严平梅, 薛文通. 乳酸菌与发酵蔬菜风味[J]. 中国调味品, 2005(2): 11-14.
- [8] ZHAO Dayun, TANG Jian. Analysis of volatile components during potherb mustard pickle fermentation using SPME-GC-MS[J]. Swiss Society of Food Science and Technology, 2005(12): 1-9.
- [9] 陈永, 徐宁. GC法测定酱腌菜中环己基氨基磺酸钠[J]. 中国高新技术企业, 2007(5): 114.
- [10] 刘璞, 吴祖芳, 翁佩芳, 等. 榨菜腌制品风味研究进展[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(1): 158-161.
- [11] 张奇志, 林丹琼. 佛手瓜榨菜的研制及风味形成机理[J]. 广东农业科学, 2007(5): 76-77.
- [12] 汪兴平, 莫开菊, 李丽. 低盐低酸大头菜加工技术研究[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(1): 66-69.
- [13] 董全. 方便大头菜加工工艺研究[J]. 中国调味品, 1994(6): 25-26.