

浓香葵花籽油气味活性物质的 HS-SPME 萃取条件优化及 GC-O-MS 分析

尹文婷, 师 瑞, 马宇翔, 王岸娜, 汪学德

(河南工业大学 粮油食品学院, 郑州 450052)

摘要: 为了提高浓香葵花籽油风味物质的萃取效果及其气味活性物质进行鉴定, 对顶空固相微萃取(HS-SPME)的萃取条件进行优化, 并结合气相色谱-嗅闻-质谱技术(GC-O-MS)对浓香葵花籽油的气味活性物质进行分离和鉴定。结果表明, HS-SPME 萃取浓香葵花籽油的最佳条件为样品 3 g, DVB/CAR/PDMS 萃取头长度 2 cm, 萃取温度 70 °C, 萃取时间 50 min。通过 GC-O-MS 分析, 在浓香葵花籽油(160 °C 烘烤葵花籽仁 25 min)中共鉴定出 63 种挥发性物质, 其中 12 种具有气味活性, 包括 4 种吡嗪类(烤香味和坚果味)、2 种呋喃类(焦糖味和甜香味)、4 种醛类(生青味、果香和油脂味)、1-辛烯-3-醇(蘑菇味)和 α -蒎烯(木质味)。利用 HS-SPME 结合 GC-O-MS 可鉴定浓香葵花籽油的气味活性成分。

关键词: 浓香葵花籽油; HS-SPME; GC-O-MS; 挥发性物质; 气味活性物质

中图分类号: TS225.1; TS227 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2023)02-0091-07

Optimization of HS-SPME and identification of aroma-active substances in fragrant sunflower seed oil by GC-O-MS

YIN Wenting, SHI Rui, MA Yuxiang, WANG Anna, WANG Xuede

(College of Food Science and Technology, Henan University of Technology, Zhengzhou 450052, China)

Abstract: In order to improve the extraction effect of flavor substances and identify the aroma-active substances in fragrant sunflower seed oil, the extraction conditions of headspace solid-phase microextraction (HS-SPME) were optimized, then the aroma-active substances of fragrant sunflower seed oil were separated and identified by GC-O-MS. The results showed that the optimal HS-SPME extraction conditions for fragrant sunflower seed oil were obtained as follows: 3 g sample, DVB/CAR/PDMS extraction fiber length 2 cm, extraction temperature 70 °C, and extraction time 50 min. A total of 63 volatile substances were identified by GC-O-MS in the fragrant sunflower seed oil (roasting sunflower seed kernel at 160 °C for 25 min), of which 12 were aroma-active substances, including 4 pyrazines (roasted and nutty aromas), 2 furans (caramel-like and sweet aromas), 4 aldehydes (green, fruit and fatty aromas), 1-octen-3-ol (mushroom-like aroma) and α -pinene (woody aroma). The aroma-active substances in fragrant sunflower seed oil can be identified by HS-SPME-GC-O-MS.

Key words: fragrant sunflower seed oil; HS-SPME; GC-O-MS; volatile substance; aroma-active substance

收稿日期: 2021-12-17; 修回日期: 2022-09-24

基金项目: 国家特色油料产业技术体系(CARS-14-1-29); 河南工业大学高层次人才科研启动基金(2018BS060)

作者简介: 尹文婷(1986), 女, 讲师, 博士后, 研究方向为食品风味研究与感官评价(E-mail) yin.wenting@hotmail.com。

通信作者: 汪学德, 副教授(E-mail) wangxuede1962@126.com。

浓香葵花籽油因具有浓郁的特征香气深受消费者的喜爱^[1-2]。葵花籽油中已发现的挥发性风味物质有 150 多种, 主要包括吡嗪类、呋喃类、吡啶类、吡咯类、萜烯类、醛酮类、酸类、酯类等^[3-10]。在众多的挥发性风味物质中, 只有一小部分气味活性物质, 其在葵花籽油中的浓度大于气味阈值, 对葵花籽油

的整体气味具有主要贡献作用^[11]。然而,目前对浓香葵花籽油的风味分析多局限在挥发性物质的鉴定,对其气味活性物质的了解甚少。顶空固相微萃取(HS-SPME)是目前应用最广泛的油脂挥发性物质的萃取方法,被应用于芝麻油^[12]、花生油^[13]、大豆油^[14]、橄榄油^[15]和葵花籽油^[16]的挥发性成分的萃取。该方法利用纤维涂层吸附油脂样品顶空的挥发性物质,经过一定时间达到吸附-解吸平衡,完成对挥发性物质的萃取和富集^[17]。现有文献对葵花籽油风味物质进行HS-SPME时,常常缺少必要的条件优化,所采用的萃取条件差别较大,结果缺乏可比性。为达到最佳的萃取效果,有必要对HS-SPME的关键萃取条件进行优化。因此,本文首先对HS-SPME的萃取头长度、萃取时间和萃取温度进行单因素条件优化,然后利用气相色谱-嗅闻-质谱(GC-O-MS)鉴定浓香葵花籽油的气味活性物质,以期为浓香葵花籽油的香气品质鉴定和工艺控制提供理论参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

葵花籽仁,产自保加利亚(2021年收获);4-壬醇,上海麦克林生化科技有限公司;正构烷烃混合物($C_7 \sim C_{30}$),北京安捷伦科技有限公司。

Agilent MSD 7890A-5975C型气相色谱-质谱联用仪(NIST17质谱库),美国安捷伦科技公司;ODP-3嗅辨仪,德国哲斯泰公司;DVB/CAR/PDMS萃取头(长度1 cm和2 cm,50/30 μm),美国Supelo Technology公司;6YZ-180型自动液压榨油机,中国八方机械有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 浓香葵花籽油的制备

取200 g葵花籽仁,在160 $^{\circ}\text{C}$ 烤箱中烘烤25 min(预实验表明160 $^{\circ}\text{C}$ 烘烤25 min制得的浓香葵花籽油风味浓郁,且基本不含苦味等异味,与市场上的浓香葵花籽油相比风味强度适中)。用脱脂纱布包裹烤好的葵花籽仁放入液压榨油机压榨,制得的葵花籽原油经4 000 r/min离心10 min,过滤得浓香葵花籽油,于-24 $^{\circ}\text{C}$ 储藏备用。

1.2.2 HS-SPME萃取挥发性物质

称取3 g浓香葵花籽油于15 mL顶空瓶中,添加10 μL 0.8 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$ 的4-壬醇作为内标物,同时加入磁力搅拌转子(转速100 r/min),在设定的萃取温度下平衡20 min,使得挥发性物质在顶空达到吸附-解吸平衡。然后插入DVB/CAR/PDMS萃取头萃取一定时间后,迅速插入GC进样口,250 $^{\circ}\text{C}$ 解吸

5 min。每次萃取前萃取头在250 $^{\circ}\text{C}$ 老化60 min。每个样品平行萃取3次。

1.2.3 GC-O-MS分析挥发性风味物质

GC条件:HP-5MS弹性石英毛细管柱(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm);载气为高纯氮气(99.999%),流速1.8 mL/min;升温程序为起始温度40 $^{\circ}\text{C}$,保持5 min,以3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到130 $^{\circ}\text{C}$,保持5 min,然后以10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至250 $^{\circ}\text{C}$,保持5 min。样品经GC分离后进入嗅辨仪检测器和质谱检测器^[18]进行分析,分流比为1:1。

MS条件:电子轰击离子源(EI),电子能量70 eV,扫描速度2.0 scan/s,扫描范围(m/z)为33~400;进样口、离子源和四级杆温度分别为250、230 $^{\circ}\text{C}$ 和150 $^{\circ}\text{C}$ 。

嗅辨仪条件:由3名经过培训的评价员在嗅辨口嗅闻经GC分离的挥发性物质。当有2名以上的评价员可以嗅闻到某物质时,记录下该物质的气味特征。嗅辨仪端有独立的毛细管柱输送湿润的气体(蒸馏水和99.999%氮气),以改善评价员的舒适度。

采用Agilent MSD化学工作站,将葵花籽油挥发性成分的GC-MS谱图与Agilent NIST17质谱库进行比对,筛选出匹配度不小于80%的挥发性风味物质。将正构烷烃混合物($C_7 \sim C_{30}$)在相同GC-MS条件下进样,计算挥发性风味物质的保留指数(RI),并利用RI进一步定性分析。利用内标法(内标物为4-壬醇)对挥发性物质进行半定量^[18]。

2 结果与讨论

2.1 HS-SPME萃取条件的单因素优化

2.1.1 萃取温度的优化

在DVB/CAR/PDMS萃取头长度1 cm、萃取时间50 min时,考察萃取温度对葵花籽油挥发性物质总基峰面积和总数及吡嗪类物质基峰面积的影响,结果分别见图1和图2。

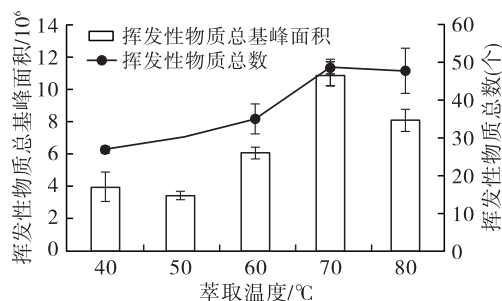


图1 萃取温度对葵花籽油挥发性物质总基峰面积和总数的影响

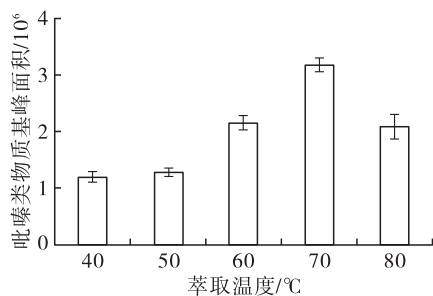


图2 萃取温度对葵花籽油吡嗪类物质基峰面积的影响

由图1、图2可知:随着萃取温度的升高(40~80℃),葵花籽油的挥发性物质总基峰面积和总数呈现先增加后降低的趋势;占比较大的吡嗪类物质基峰面积同样先增加后减少。当萃取温度为70℃时,对葵花籽油挥发性物质的萃取效果最佳。随着萃取温度的升高,挥发性物质的运动速率加快,更多地挥发到样品顶空瓶中,提高了萃取率;然而,随着萃取温度的持续升高,萃取头上的吸附物可能发生了解吸附,反而降低了萃取率,同时,过高的萃取温度也可能引入原本不属于葵花籽油的热衍生挥发性物质^[19]。因此,选择最佳萃取温度为70℃。

2.1.2 萃取时间的优化

HS-SPME萃取挥发性物质时,挥发性成分在萃取头上经过一定时间的吸附-解吸-再吸附达到平衡,因此萃取时间可影响萃取效率^[20]。在DVB/CAR/PDMS萃取头长度1cm、萃取温度70℃条件下,考察萃取时间对葵花籽油挥发性物质总基峰面积和总数及吡嗪类物质基峰面积的影响,结果分别见图3和图4。

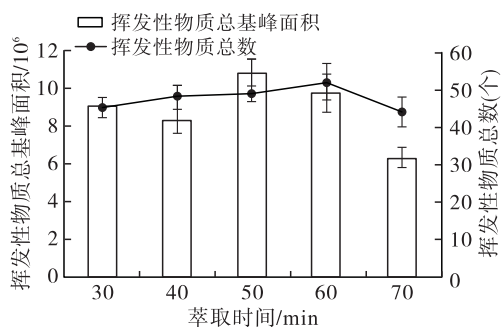


图3 萃取时间对葵花籽油挥发性物质总基峰面积和总数的影响

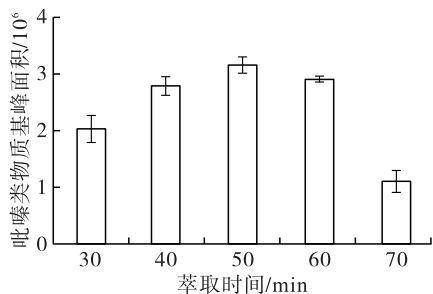


图4 萃取时间对葵花籽油吡嗪类物质基峰面积的影响

由图3、图4可知,随着萃取时间的延长(30~70min),葵花籽油中挥发性物质总基峰面积、总数和吡嗪类物质基峰面积均呈现先增加后降低的趋势,萃取时间为50min时萃取效率最佳。这可能是由于随着萃取时间的延长,萃取头对挥发性物质的吸附量先增加,在50min时达到饱和,随着萃取时间的进一步延长,挥发性物质从萃取头上重新解吸下来,从而降低了萃取效率。因此,选择最佳萃取时间为50min。

2.1.3 萃取头长度的优化

研究发现,与PDMS和PDMS/DVB等萃取头相比,DVB/CAR/PDMS萃取头对油脂挥发性物质的萃取效果最好^[21],因此本研究选用DVB/CAR/PDMS萃取头对葵花籽油挥发性物质进行萃取,在萃取温度70℃、萃取时间50min条件下,考察萃取头长度对葵花籽油挥发性物质总基峰面积、总数及吡嗪类物质基峰面积的影响,结果分别见图5和图6。

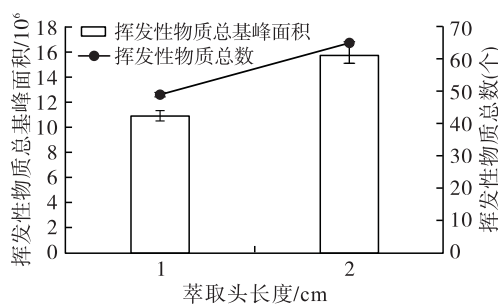


图5 萃取头长度对葵花籽油挥发性物质总基峰面积和总数的影响

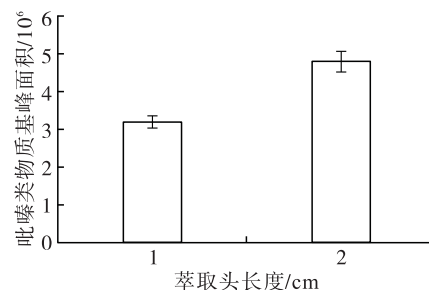


图6 萃取头长度对葵花籽油吡嗪类物质基峰面积的影响

由图5、图6可知,采用2cm萃取头时,浓香葵花籽油挥发性物质的总基峰面积、总数和吡嗪类物质基峰面积均明显高于1cm萃取头的。这可能是因为随着萃取头长度的增加,总的吸附量增加,因而可以富集更多的挥发性物质。因此,选择最佳萃取头长度为2cm。

综上,浓香葵花籽油HS-SPME最优萃取条件为3g浓香葵花籽油,70℃平衡20min后,采用长度

2 cm 的 DVB/CAR/PDMS 萃取头, 萃取 50 min。

2.2 浓香葵花籽油的挥发性物质和气味活性物质分析

采用 HS-SPME 最佳萃取条件萃取浓香葵花籽油挥发性物质, 结合 GC-MS 鉴定挥发性物质, 结果见图 7 和表 1。由表 1、图 7 可知, 浓香葵花籽油中共鉴定出 63 种挥发性物质, 主要包括吡嗪类 (11 种, 30.56%)、呋喃类 (5 种, 34.27%)、醛类 (11 种, 11.72%)、萜烯类 (4 种, 9.45%)、醇类 (7 种, 6.26%)、酯类 (5 种, 3.58%)、吡啶类 (2 种, 1.85%) 和其他 (18 种, 2.31%)。此前, 我们利用同时蒸馏萃取法 (SDE) 结合 GC-MS 从浓香葵花籽油 (与本研究同品种葵花籽, 160 °C 烘烤葵花籽仁 20 min) 中检测出 96 种挥发性风味物质, 包括吡嗪类 (7 种, 22.62%)、呋喃类 (6 种, 4.98%)、醛类 (22 种, 29.29%)、萜烯类 (5 种, 26.79%)、醇类 (6 种, 3.08%)、酯类 (1 种, 0.43%)、吡啶类 (2 种, 0.91%), 酮类 (4 种, 1.47%), 酸类 (4 种, 0.25%) 等^[22]。可见, HS-SPME 萃取物中吡嗪和呋喃等杂环类物质和酯类物质的占比明显高于 SDE 萃取物, 而 SDE 显著提高了浓香葵花籽油中萜烯类和醛类物质的萃取率。然而, 较高的醛类物质含量可能来自于 SDE 高温萃取 (140 °C) 时油脂的热氧化, 而不完全反映油脂中天然存在的挥发性物质组成。HS-SPME 和 SDE 萃取橄榄油挥发性物质时也表现出相似的差异^[23]。

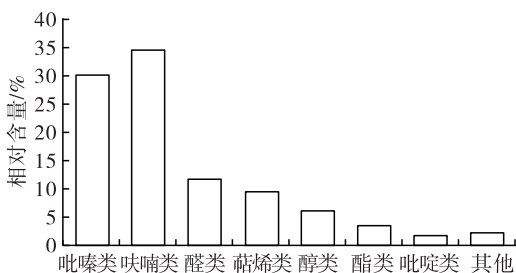


图 7 浓香葵花籽油中不同类别挥发性物质的含量

HS-SPME 结合 GC-O-MS 在浓香葵花籽油 (160 °C 烘烤葵花籽仁 25 min) 中共鉴定出 12 种气味活性物质 (见表 1)。此前, 我们利用 SDE 结合 GC-O-MS 在相似的浓香葵花籽油 (160 °C 烘烤葵花籽仁 20 min) 中共鉴定出 24 种气味活性物质^[22]。其中, 2-甲基吡嗪、2,5-二甲基吡嗪、3-乙基-2,5-二甲基吡嗪、正己醛、(E,E)-2,4-癸二烯醛、 α -蒎烯、2-正戊基呋喃和 1-辛烯-3-醇是 HS-SPME 和 SDE 萃取时均检测到的浓香葵花籽油的气味活性物质。1-(6-甲基-2-吡嗪基)乙酮、壬醛、2-十一烯醛和糠醛是仅利用 HS-SPME 结合 GC-O-MS 检测到的葵花籽油的气味活性物质, 而 4-氧代壬醛、庚醛、苯乙醛、(E)-2-庚烯醛、反式-2-壬醛、(E)-2-辛烯醛、2-乙基-6-甲基吡嗪、2,3,5-三甲基吡嗪、2-戊酰呋喃、5-甲基呋喃醛、1-糠基吡咯、1-异丙烯基-3-甲基苯、(Z)-2,2,5,5-四甲基-3-己烯、(-)-马鞭草烯酮、匹诺酮和 2-甲基戊酸酐是仅利用 SDE 结合 GC-O-MS 检测到的浓香葵花籽油的气味活性物质^[22]。

呋喃类物质是浓香葵花籽油中气味含量最丰富的活性物质, 来源于焦糖化反应或脂质氧化^[24], 表现为焦糖味和甜香味, 曾在热榨芝麻油^[25]和菜籽油^[26]中被鉴定出来。吡嗪类物质是浓香葵花籽油中的重要气味活性物质, 也是热榨芝麻油^[25]和花生油^[27]的主要挥发性物质, 主要气味特征表现为焙烤味、坚果味、爆米花味和花生味。吡嗪类物质来源于油料炒籽过程中氨基酸、蛋白质和还原糖的美拉德反应^[11]。萜烯类物质是自然存在于许多植物中的次生代谢产物^[28], 也是葵花籽中的天然挥发性物质^[5], 赋予了浓香葵花籽油特有的木质味。醛类、醇类主要表现为生青味、果香和油脂味, 主要来源于油料中脂肪酸的氧化降解^[29-30]。

表 1 浓香葵花籽油中挥发性物质组成及含量

挥发性物质	保留指数	气味描述	含量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
吡嗪类			
2-甲基吡嗪	796	焙烤味, 坚果味	23.68 \pm 3.02
2,5-二甲基吡嗪	851	烤坚果味, 土豆味	26.61 \pm 2.34
2,6-二乙基吡嗪	1 072	-	15.96 \pm 0.59
3-乙基-2,5-二甲基吡嗪	1 064	爆米花味, 花生味	18.18 \pm 1.47
2-乙基-6-甲基吡嗪	973	-	12.72 \pm 0.92
2,3,5-三甲基吡嗪	975	-	15.96 \pm 0.64
2,3-二乙基-5-甲基吡嗪	1 146	-	0.40 \pm 0.02
2-甲基-3,5-二乙基吡嗪	1148	-	2.30 \pm 0.06
1-(6-甲基-2-吡嗪基)乙酮	1 109	焙烤味	13.96 \pm 2.22
5-甲基-6,7-二氢-5H-环戊并吡嗪	1 127	-	1.63 \pm 0.00
2,3-二甲基吡嗪	863	-	15.45 \pm 0.00

续表 1

挥发性物质	保留指数	气味描述	含量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
醛类			
丙烯醛	792	-	0.53 ± 0.00
壬醛	1 096	柑橘味, 生青味	4.03 ± 1.34
(<i>E</i>)-2-庚烯醛	921	-	1.94 ± 0.14
2-十一烯醛	1 358	果香, 生青味	2.09 ± 0.50
(2 <i>Z</i>)-2-癸醛	1 257	-	3.28 ± 0.83
(<i>E,E</i>)-2,4-癸二烯醛	1 311	油脂味, 油炸味	28.00 ± 3.65
(<i>E</i>)-2-辛烯醛	1 042	-	1.47 ± 0.17
(<i>E</i>)-2-癸烯醛	1 257	-	4.65 ± 0.53
2,2-二甲基-3-羟基丙醛	<700	-	0.74 ± 0.00
正己醛	780	生青味, 果香	6.41 ± 3.27
2,2-二甲基己醛	952	-	3.19 ± 0.00
酯类			
4-乙氧基-2-氧代丁酸乙酯	1 045	-	0.47 ± 0.00
1,3-苯二酚单苯甲酸酯	924	-	0.71 ± 0.00
丁酸烯丙酯	1 027	-	1.76 ± 0.00
<i>D</i> -(-)-泛酰内酯	1 016	-	3.57 ± 0.49
当归酸异丁酯	1 088	-	10.68 ± 0.00
呋喃类			
糠醛	756	焦糖味, 甜香味	126.00 ± 15.65
5-(4-硝基苯氧基甲基)-呋喃-2-甲醛	949	-	24.42 ± 0.00
2-乙酰基-2-四氢呋喃	1 252	-	0.68 ± 0.00
2-正戊基呋喃	965	焦糖味, 黄油味	4.99 ± 0.27
5-甲基呋喃醛	930	-	8.58 ± 1.23
醇类			
2,2'-氧代乙二醇	964	-	9.93 ± 0.00
1-癸醇	933	-	0.59 ± 0.00
1-苯基-1-癸醇	1 188	-	1.23 ± 0.79
2-甲基辛-3-醇	1 088	-	10.68 ± 0.00
1-辛烯-3-醇	953	土腥味, 蘑菇味	2.84 ± 0.35
1,5-庚二烯-3,4-二醇	1 015	-	4.05 ± 0.00
3-丁烯-2-醇	<700	-	0.74 ± 0.00
帖烯类			
(+)-白菖油萜	1 422	-	2.74 ± 0.85
贝壳杉-16-烯	2 055	-	0.21 ± 0.06
蒎烯	883	-	22.43 ± 0.00
α -蒎烯	884	松针味, 木质味	20.04 ± 1.85
吡啶类			
2-丁基吡啶	1 188	-	4.35 ± 0.11
2-丙基吡啶	1 188	-	4.46 ± 0.00
其他			
1,5-二甲基-2-吡咯甲腈	1 091	-	0.76 ± 0.00
3-(羟基亚氨基)-6-甲基吡啶-2-酮	1 207	-	0.67 ± 0.00
(3 <i>E</i>)-4-(2,6,6-三甲基-1,3-环己二烯-1-基)-3-丁烯-2-酮	841	-	0.43 ± 0.00
5-甲氧基-1 <i>H</i> -苯并[d]咪唑-2(3 <i>H</i>)-酮	1 206	-	0.07 ± 0.00
1,4-二氧杂六环-2,6-二酮	741	-	0.22 ± 0.00
4-亚甲基-1-(1-甲基乙基)-双环[3.1.0]-2-己烯	914	-	0.74 ± 0.07

续表 1

挥发性物质	保留指数	气味描述	含量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)
(S)-1-甲基-4-(5-甲基-1-亚甲基-4-己烯基)环己烯	1 502	-	0.52 \pm 0.12
戊二烯	1 451	-	0.52 \pm 0.02
1-乙基-1-甲基环戊烷	1 052	-	0.51 \pm 0.00
2,3-二甲基己烷	841	-	0.25 \pm 0.00
6-乙基-2-甲基-癸烷	1 405	-	0.35 \pm 0.00
十四烷	1 394	-	0.64 \pm 0.00
3,5-二氨基-1,2,4-三氮唑	1 242	-	0.85 \pm 0.00
四氮唑	1 151	-	0.94 \pm 0.00
4-氰基咪唑	1 110	-	0.63 \pm 0.00
4-氨基-1,2,4-三唑	<700	-	1.63 \pm 0.00
1-异丙烯基-3-甲基苯	1 074	-	1.19 \pm 0.47
乙二酸二酰肼	1 099	-	0.21 \pm 0.00

3 结 论

HS-SPME 萃取浓香葵花籽油挥发性物质的最佳条件 DVB/CAR/PDMS 萃取头长度 2 cm, 萃取温度 70 $^{\circ}\text{C}$, 萃取时间 50 min。最佳萃取条件下利用 GC-O-MS 在浓香葵花籽油中鉴定出 63 种挥发性物质, 其中有 12 种气味活性物质, 主要为吡嗪类(焙烤味、坚果味、爆米花味和花生味)、呋喃类(焦糖味和甜香味)、醛类(生青味、果香和油脂味)、萜烯类(松针味、木质味)和醇类(土腥味、蘑菇味)。后续的工作可利用本研究优化的 HS-SPME 萃取条件进一步分析不同葵花籽品种、产地、工艺差异对浓香葵花籽油气味组成和品质的影响。

参考文献:

- [1] 王瑞元. 2020 年我国粮油产销情况 [J]. 中国油脂, 2020, 45(8): 1-2.
- [2] 张亚丽, 黄庆德, 马建国, 等. 浓香葵花籽油生产技术研究 [J]. 中国油脂, 2016, 41(12): 9-12.
- [3] 孙国昊, 刘玉兰, 李锦, 等. 脱壳炒籽压榨对浓香葵花籽油风味的影响 [J]. 中国油脂, 2020, 45(4): 32-40.
- [4] 宋志华, 周萍萍, 黄健花, 等. 氨基酸对浓香葵花籽油美拉德反应风味的贡献 [J]. 中国油脂, 2015, 40(10): 25-30.
- [5] 洪振童, 陈洁, 范璐, 等. HS-SPME-GC-MS 分析冷榨和热榨葵花籽油的挥发性物质 [J]. 中国油脂, 2015, 40(2): 90-94.
- [6] 陈洁, 洪振童, 刘国琴, 等. 微波焙炒对葵花籽油品质和挥发性物质的影响 [J]. 现代食品科技, 2015, 31(8): 211-218.
- [7] ROMANIĆ R. Cold pressed sunflower (*Helianthus annuus* L.) oil [M]//RAMADAN M F. Cold pressed oils. [S. L.]: Academic Press, 2020: 197-218.
- [8] IVANOVA-PETROPULOS V, MITREV S, STAFILOV T, et al. Characterisation of traditional Macedonian edible oils

by their fatty acid composition and their volatile compounds [J]. Food Res Int, 2015, 77(3): 506-514.

- [9] BENDINI A, BARBIERI S, VALLI E, et al. Quality evaluation of cold pressed sunflower oils by sensory and chemical analysis [J]. Lipid Sci Technol, 2011, 113(11): 1375-1384.
- [10] 尹文婷, 师瑞, 马雪婷, 等. 葵花籽油挥发性风味物质研究进展 [J]. 中国油脂, 2021, 46(1): 42-47.
- [11] ZHANG W, CAO X, LIU S Q. Aroma modulation of vegetable oils: a review [J]. Crit Rev Food Sci Nutr, 2020, 60(9): 1538-1551.
- [12] YIN W T, WASHINGTON M, MA X T, et al. Consumer acceptability and sensory profiling of sesame oils obtained from different processes [J]. Grain Oil Sci Technol, 2020, 3(2): 39-48.
- [13] YANG K M, CHAO L K, WU C S, et al. Headspace solid-phase microextraction analysis of volatile components in peanut oil [J/OL]. Molecules, 2021, 26(11): 3306 [2021-12-01]. <https://doi.org/10.3390/molecules26113306>.
- [14] XIAO L, LI C, CHAI D, et al. Volatile compound profiling from soybean oil in the heating process [J]. Food Sci Nutr, 2020, 8(2): 1139-1149.
- [15] ZHOU Q, LIU S M, LIU Y, et al. Comparative analysis of volatiles of 15 brands of extra-virgin olive oils using solid-phase micro-extraction and solvent-assisted flavor evaporation [J/OL]. Molecules, 2019, 24(8): 1512 [2021-12-01]. <https://doi.org/10.3390/molecules24081512>.
- [16] YIN W T, SHI R, LI S J, et al. Changes in key aroma-active compounds and sensory characteristics of sunflower oils induced by seed roasting [J]. J Food Sci, 2022, 87(2): 699-713.
- [17] MA L H, GAO W J, CHEN F, et al. HS-SPME and

- SDE combined with GC - MS and GC - O for characterization of flavor compounds in Zhizhonghe Wujiapi medicinal liquor [J/OL]. *Food Res Int*, 2020, 137: 109590 [2021 - 12 - 01]. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2020.109590>.
- [18] WILLIAMS J. Influence of variety and processing conditions on acrylamide levels in fried potato crisps[J]. *Food Chem*, 2005, 90(4): 875 - 881.
- [19] 黄永辉, 钟海雁, 李忠海. 固相微萃取及其在食用植物油香气研究中的应用 [J]. *食品研究与开发*, 2006, 27(8): 192 - 196.
- [20] 丁艳芳, 谢海燕, 王晓曦, 等. 食品风味检测技术发展概况 [J]. *现代面粉工业*, 2013, 27(1): 22 - 26.
- [21] 魏长庆, 周琦, 刘文玉. HS - SPME - GC - MS 分析新疆胡麻油挥发性成分的技术优化 [J]. *食品科学*, 2017, 38(14): 151 - 157.
- [22] 师瑞, 尹文婷, 马雪婷, 等. SDE - GC - O - MS 鉴定浓香葵花籽油香气活性物质 [J]. *中国粮油学报*, 2021, 36(8): 113 - 117.
- [23] VICHI S, GUADAYOL J, CAIXACH J, et al. Comparative study of different extraction techniques for the analysis of virgin olive oil aroma [J]. *Food Chem*, 2007, 105(3): 1171 - 1178.
- [24] LIU X, WANG S, TAMOGAMI S, et al. Volatile profile and flavor characteristics of ten edible oils [J]. *Anal Lett*, 2021, 54(9): 1423 - 1438.
- [25] 马雪婷, 尹文婷, 李诗佳, 等. 炒籽温度对芝麻油香气活性组分和感官品质的影响 [J]. *中国油脂*, 2021, 46(8): 6 - 11.
- [26] REN X, WANG L, XU B, et al. Influence of microwave pretreatment on the flavor attributes and oxidative stability of cold - pressed rapeseed oil [J]. *Dry Technol*, 2018, 37(3): 397 - 408.
- [27] LIU X, JIN Q, LIU Y, et al. Changes in volatile compounds of peanut oil during the roasting process for production of aromatic roasted peanut oil [J]. *J Food Sci*, 2011, 76(3): 404 - 412.
- [28] LIU Y P, LI Q R, YANG W X, et al. Characterization of the potent odorants in *Zanthoxylum armatum* DC Prodr. pericarp oil by application of gas chromatography - mass spectrometry - olfactometry and odor activity value [J/OL]. *Food Chem*, 2020, 319: 126564 [2021 - 12 - 01]. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126564>.
- [29] WANG Y, ZHAO J, XU F, et al. GC - MS, GC - O and OAV analyses of key aroma compounds in Jiaozi Steamed Bread [J]. *Grain Oil Sci Technol*, 2020, 3(1): 9 - 17.
- [30] YIN W T, MA X T, LI S J, et al. Comparison of key aroma - active compounds between roasted and cold - pressed sesame oils [J/OL]. *Food Res Int*, 2021, 150: 110794 [2021 - 12 - 01]. <https://doi.org/10.1016/j.foodres.2021.110794>.

(上接第 57 页)

3 结 论

通过在核桃油中分别添加复配抗氧化剂、TBHQ、茶多酚、维生素 E 等抗氧化剂后进行 Schaal 烘箱法加速氧化试验,并对不同储存期核桃油样品的过氧化值、酸值、甾醇含量、维生素 E 含量的变化趋势进行分析研究,明确了不同抗氧化剂对核桃油氧化稳定性和预测货架期的影响。以食用植物油过氧化值小于或等于 0.25 g/100 g 为限,添加复配抗氧化剂、TBHQ、茶多酚、维生素 E 和未添加抗氧化剂的核桃油的货架期分别为 656、336、320、304 d 和 160 d。在预测的货架期内,5 种油样的酸值均在国标要求范围内,甾醇的平均损失率不超过 5.0%,维生素 E 的平均损失率不超过 28%。几种抗氧化剂在核桃油中的抗氧化效果强弱顺序为复配抗氧化剂 > TBHQ > 茶多酚 > 维生素 E。

参考文献:

- [1] 王丁丁, 赵见军, 张润光, 等. 核桃油研究进展 [J]. *食品工业科技*, 2013(16): 383 - 387.
- [2] 黄黎慧, 张晓燕, 倪小英. 水酶法提取核桃油工艺研究 [J]. *粮食科技与经济*, 2010, 35(4): 30 - 32.
- [3] 王丁丁, 张润光, 王小纪, 等. 冷榨核桃油精炼工艺及其有效成分分析 [J]. *陕西师范大学学报(自然科学版)*, 2015, 43(4): 103 - 108.
- [4] 朱振宝, 刘梦颖, 易建华, 等. 不同产地核桃油理化性质、脂肪酸组成及氧化稳定性比较研究 [J]. *中国油脂*, 2015, 40(3): 87 - 90.
- [5] 张佰帅, 王宝维. 天然抗氧化剂在油脂中的应用研究进展 [J]. *肉类工业*, 2010(10): 54 - 56.
- [6] 黄克, 崔春, 赵谋明, 等. Rancimat 法与 Schaal 烘箱法测定花生油和花生酱氧化稳定性的对比 [J]. *食品与发酵工业*, 2011, 37(10): 145 - 148.
- [7] 马攀, 赵明焯, 陈敏, 等. 汉麻籽油的氧化稳定性及货架期预测 [J]. *中国粮油学报*, 2010, 25(2): 88 - 91.
- [8] 李招娣, 邓红, 范雪层, 等. 冷榨文冠果籽油的氧化稳定性研究 [J]. *中国油脂*, 2008, 33(9): 33 - 35.
- [9] GUILLAUME C, RAVETTI L. Shelf - life prediction of extra virgin olive oils using an empirical model based on standard quality tests [J]. *J Chem*, 2016, 2016: 1 - 7.
- [10] 周婵玉, 涂静, 陈伟, 等. 牡丹籽油氧化稳定性研究及货架期预测 [J]. *农产品加工*, 2016(14): 23 - 26.