

基于E-nose、GC-MS和GC-IMS分析不同制油工艺对海南山茶油品质及风味特征的影响

兰 韬, 陈李品, 王 涛, 谢玫珍, 张伟敏, 云永欢, 张良晓

Investigating the Impact of Different Oil Production Processes on the Quality and Flavor Characteristics of Hainan Camellia Oil Based on E-nose, GC-MS, and GC-IMS Analyses

LAN Tao, CHEN Lipin, WANG Tao, XIE Meizhen, ZHANG Weimin, YUN Yonghuan, and ZHANG Liangxiao

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024120180>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

基于HS-SPME-GC-MS和GC-IMS结合电子鼻分析真空冷却对酱牛肉风味的影响

Analysis of the Effect of Vacuum Cooling on the Flavor of Sauce Beef Based on HS-SPME-GC-MS and GC-IMS Combined with Electronic Nose

食品工业科技. 2022, 43(9): 341-348 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021080267>

基于GC-IMS技术分析五种市售不同工艺油莎豆油理化品质与风味差异

Analysis of Physicochemical Quality and Flavor Differences of Five Commercially Available Tiger Nut Oils with Different Processes Based on GC-IMS Technique

食品工业科技. 2024, 45(1): 258-267 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023030018>

大黄鱼鱼卵油对面包品质特性及挥发性风味物质的影响

Effect of Large Yellow Croaker Roe Oil on the Quality Characteristics and Volatile Flavor Compounds of Bread

食品工业科技. 2025, 46(7): 95-102 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024040339>

电子鼻、电子舌结合SPME-GC-MS对青海玉树牦牛肉挥发性化合物分析

Application of Electronic Nose, Electronic Tongue Intelligent Detection Combined with SPME-GC-MS in the Identification of Flavor Characteristics of Yushu Yak

食品工业科技. 2023, 44(16): 348-357 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022100236>

电子鼻结合HS-GC-IMS技术分析不同种类风干肉干挥发性风味特征

Analysis of Volatile Flavor Characteristics of Different Types of Air-dried Jerky Based on Electronic Nose Combined with HS-GC-IMS Technology

食品工业科技. 2025, 46(11): 281-291 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024070090>

基于GC-IMS、GC-MS和OAV法分析花椒粉颗粒度对花椒油挥发性香气成分的影响

Effects of Different Pepper Powder Particle Sizes on Volatile Aromatic Compounds in *Zanthoxylum* Oil Based on GC-IMS, GC-MS, and OAV

食品工业科技. 2023, 44(8): 301-310 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022050344>



关注微信公众号，获得更多资讯信息

兰韬, 陈李品, 王涛, 等. 基于 E-nose、GC-MS 和 GC-IMS 分析不同制油工艺对海南山茶油品质及风味特征的影响 [J]. 食品工业科技, 2025, 46(17): 63–77. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024120180

LAN Tao, CHEN Lipin, WANG Tao, et al. Investigating the Impact of Different Oil Production Processes on the Quality and Flavor Characteristics of Hainan Camellia Oil Based on E-nose, GC-MS, and GC-IMS Analyses[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(17): 63–77. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024120180

· 特邀主编专栏—地方特色食品: 加工技术、感官品质、风味特性和营养健康 (客座主编: 易俊洁、和劲松、郭超凡) ·

基于 E-nose、GC-MS 和 GC-IMS 分析不同制油工艺对海南山茶油品质及风味特征的影响

兰 韬¹, 陈李品¹, 王 涛¹, 谢玫珍¹, 张伟敏¹, 云永欢^{1,2,*}, 张良晓^{3,4,5,*}

(1. 海南大学食品科学与工程学院, 海南海口 570228;

2. 国家市场监督管理总局重点实验室 (热带果蔬质量与安全), 海南海口 570228;

3. 中国农业科学院油料作物研究所, 湖北武汉 430062;

4. 农业农村部油料及制品质量监督检验测试中心, 湖北武汉 430062;

5. 农业农村部油料产品质量安全风险评估实验室 (武汉), 湖北武汉 430062)

摘 要: 为了明确制油工艺对海南山茶油综合品质及风味的影响, 本研究比较了常温和高温下压榨法 (NT-P、HT-P)、亚临界丁烷萃取法 (NT-SBE、HT-SBE) 以及超临界 CO₂ 萃取法 (NT-SCE、HT-SCE) 提取的海南山茶油的品质和风味特征, 旨在探索最优加工工艺。本研究聚焦于 6 种不同工艺对海南山茶油出油率、油脂品质指标以及挥发性物质的影响进行了深入分析。综合运用电子鼻、顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱以及顶空-气相色谱-离子迁移谱技术对挥发性化合物进行鉴定, 并且借助多元统计分析手段, 对不同工艺处理之间的差异性进行了全面且深入的评估。结果表明, 不同工艺对山茶油的出油率和品质指标产生显著影响 ($P < 0.05$), 其中 HT-SCE 出油率最高 (32.22%)。NT-SBE、NT-SBE、HT-SCE 及 HT-P、HT-P 油样分别表现出最低的酸价 (0.66 mg/g)、碘值 (77 g/100 g)、过氧化值 (0.02 g/100 g)、水分含量 (0.03 g/100 g)。NT-SCE 油样中的不饱和脂肪酸含量最高 (86.606%)。在 6 种油样中共检测出 160 种挥发性物质, 醛类、酮类、醇类和部分萜烯类化合物对海南山茶油风味的形成贡献较大。高温处理的山茶油中含有较多的醛类、酮类和酯类。在 6 种油样中, HT-PO 挥发性物质含量最高, 其次是 HT-SCEO。最后, 通过正交偏最小二乘判别分析 (OPLS-DA) 筛选出了 29 种对海南山茶油风味贡献较大的挥发性化合物, 并发现不同工艺的油样在特征风味上存在显著差异 ($P < 0.05$)。通过比较品质指标和风味特征, 该研究发现超临界 CO₂ 工艺更适用于海南山茶油的加工, 为海南山茶油的加工工艺选择提供了理论参考。

关键词: 海南山茶油, 制油工艺, 品质指标, 挥发性化合物, 风味

中图分类号: TS224.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2025)17-0063-15

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2024120180



本文网刊:

Investigating the Impact of Different Oil Production Processes on the Quality and Flavor Characteristics of Hainan Camellia Oil Based on E-nose, GC-MS, and GC-IMS Analyses

收稿日期: 2024-12-16

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2021YFD1600101); 国家自然科学基金项目 (22164008); 现代农业产业技术体系项目 (CARS-12、CARS-13); 海南省院士团队创新中心平台资助。

作者简介: 兰韬 (2000–), 男, 硕士研究生, 研究方向: 热带特色农产品品质检测, E-mail: bluelantao@163.com。

* 通信作者: 云永欢 (1988–), 男, 博士, 副教授, 研究方向: 热带特色农产品品质检测与真实性鉴别, E-mail: yunyonghuan@hainanu.edu.cn。

张良晓 (1981–), 男, 博士, 研究员, 研究方向: 油料特异品质检测与真实性鉴别, E-mail: zhanglx@caas.cn。

LAN Tao¹, CHEN Lipin¹, WANG Tao¹, XIE Meizhen¹, ZHANG Weimin¹, YUN Yonghuan^{1,2,*},
ZHANG Liangxiao^{3,4,5,*}

(1.School of Food Science and Engineering, Hainan University, Haikou 570228, China;

2.National Key Laboratory of Market Regulation (Quality and Safety of Tropical Fruits and Vegetables),
Haikou 570228, China;

3.Oil Crops Research Institute, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Wuhan 430062, China;

4.Quality Inspection and Test Center for Oilseeds Products, Ministry of Agriculture and Rural Affairs,
Wuhan 430062, China;

5.Laboratory of Risk Assessment for Oilseeds Products (Wuhan), Ministry of Agriculture and Rural Affairs,
Wuhan 430062, China)

Abstract: To clarify the impact of oil extraction processes on the overall quality and flavor of Hainan camellia oil, the quality and flavor characteristics of oils extracted by pressing (NT-P, HT-P), subcritical butane extraction (NT-SBE, HT-SBE), and supercritical CO₂ extraction (NT-SCE, HT-SCE) under ambient and high temperatures were compared in this study, with the aim of exploring the optimal processing technology. The impact of six different processes on the oil yield, oil quality indicators, and volatile substances of Hainan camellia oil was subjected to in-depth analysis in this study. Volatile compounds were identified using a comprehensive range of techniques, including electronic nose, headspace-solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS), and headspace-gas chromatography-ion mobility spectrometry (HS-GC-IMS). Moreover, the differences between oils treated by different processes were comprehensively and thoroughly assessed using multivariate statistical analysis. The results demonstrated that the oil yield and quality indicators of camellia oil were significantly affected by different processes ($P<0.05$), with HT-SCE having the highest oil yield (32.22%). The oil samples from NT-SBE, NT-SBE, HT-SBE and HT-P, HT-P were found to have the lowest acid value (0.66 mg/g), iodine value (77 g/100 g), peroxide value (0.02 g/100 g), and water content (0.03 g/100 g), respectively. The content of unsaturated fatty acids in the oil sample from NT-SCE was determined to be the highest (86.606%). A total of 160 volatile substances were detected in the six oil samples, among which aldehydes, ketones, alcohols, and some terpenoid compounds were found to make a greater contribution to the formation of the flavor of Hainan camellia oil. Camellia oil subjected to high-temperature treatment was found to contain a higher amount of aldehydes, ketones, and esters. Among the six oil samples, HT-PO was found to have the highest content of volatile substances, followed by HT-SCEO. Finally, 29 volatile compounds that made a greater contribution to the flavor of Hainan camellia oil were screened out using orthogonal partial least squares discriminant analysis (OPLS-DA), and it was found that there was a significant difference in the characteristic flavors of the oil samples from different processes ($P<0.05$). By comparing the quality indicators and flavor characteristics, it was found that the supercritical CO₂ process is more suitable for the processing of Hainan camellia oil, providing a theoretical reference for the selection of processing technology for Hainan camellia oil.

Key words: Hainan camellia oil; oil extraction methods; quality indicators; volatile compounds; flavor

油茶在我国有广泛的分布,主产区集中于长江流域及其以南地区,如湖南、江西、广西、浙江和海南等地^[1]。山茶油理化性质与欧美国家广泛食用的橄榄油极为相似,故山茶油被誉为“东方橄榄油”^[2]。海南因其独特的地理、生态和气候环境,使得海南油茶的花、果特征和生长习性与其他产区的普通油茶明显不同,具有独特的香味和醇厚的口感,品质优良,地域特色显著。当下,海南山茶油已被当作海南特色农产品进行推广,更是被海南省《热带特色高效农业“十四五”规划》纳入“十大特色农产品”之列。因此,提升海南山茶油的品质显得尤为重要。

众多研究证实,油脂的风味特征受到多种因素综合作用的影响,涵盖了植物种类、成熟度、贮藏环境和加工工艺等。其中,加工工艺尤为关键,能够显著影响挥发性成分的组成比例及含量,进而对油脂的整体风味产生影响^[3]。加工工艺包括样品的前处理

和提取方法,前处理包括常温和高温处理,适当的热处理可以提高油脂得率和丰富风味成分。其中,超临界 CO₂ 萃取工艺产生酯类和萜烯类物质较多,而传统压榨法制取的山茶油中则会形成更多的醛类物质^[4]。已有研究证明,亚临界丁烷萃取技术可以更好地萃取油莎豆油中的醛类和烯烃类物质^[5]。目前,油脂的提取方法主要包括压榨法、溶剂浸出法、亚临界丁烷萃取法和超临界 CO₂ 萃取法。压榨法应用广泛,但出油率较低;溶剂浸出法出油率高,但存在油质较差和溶剂残留问题;亚临界丁烷萃取具有操作条件温和、出油率较高和油质与脱脂粕质量较好的优点,但使用的萃取剂丁烷易燃易爆^[6];超临界 CO₂ 萃取通过调控压力和温度改变溶质传质动力实现目标产物的分离,但设备投资大、运行成本高限制了其工业化应用。已有研究表明,亚临界丁烷萃取和超临界 CO₂ 萃取在芝麻籽、牛蒡子、牡丹籽等油脂的高效提

取中表现出较好的效果^[7-8]。因此,亚临界丁烷萃取和超临界 CO₂ 萃取在海南山茶油的制取上具有可行性。然而,现有海南山茶油的研究多集中于掺假鉴别^[9]、产地溯源^[10]以及传统制油工艺对挥发性代谢物影响分析^[11],对不同工艺制取的海南山茶油品质和风味特征的影响还鲜有涉及。

因此,本文对比了常温和高温预处理结合压榨法、亚临界丁烷萃取和超临界 CO₂ 萃取等不同加工工艺对海南山茶油的品质和风味特征的影响。通过分析 6 种制油工艺在品质指标和风味特征等方面的差异,旨在探索出既能高效提取又能保证海南山茶油优异品质的加工工艺,从而为海南山茶油的加工工艺选择提供坚实的理论基础和科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

山茶籽 购于海南省琼海市阳江镇;石油醚(30~60 ℃ 沸程)、乙醚、盐酸、碘化钾、三氯乙烷、硫代硫酸钠、氢氧化钾、无水乙醇 均为分析纯,均购于西陇化工有限公司。

DO3S 型温控榨油机 浙江乐清市韩皇电器科技有限公司;CBE-20L 型亚临界萃取科研实践装置

河南省亚临界生物技术有限公司;HA220-50-C 型超临界试验装置 南通市华安超临界萃取有限公司;L550 高速离心机 湖南湘仪实验室仪器开发有限公司;7890A 气相色谱仪 美国 Agilent 公司;cNose-18 型电子鼻 上海保圣实业发展有限公司;7890A-5975C 型气相色谱质谱联用仪 美国 Agilent 公司;DB-WAX 型毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm) 美国 J&W 公司;FlavourSpec®型气相离子迁移谱仪 德国 G.A.S 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 海南山茶籽预处理 常温(Normal Temperatures, NT): 未经任何处理的山茶籽。高温(High Temperature, HT): 将山茶籽在 140 ℃ 炒制 15 min。

1.2.2 海南山茶油萃取方法

1.2.2.1 压榨法(Press, P) 称取海南山茶籽 3 kg 放入榨油机中,在恒定温度(45 ℃)下进行压榨,收集轧片并重复该压榨过程两次以确保最大出油率,再将收集的压榨油(Pressed Oil, PO)置于离心机以 10000 r/min 离心 25 min,取上清油液移置棕色玻璃瓶中,并在 4 ℃ 条件下避光保存待用。

1.2.2.2 亚临界丁烷萃取(Subcritical Butane Extraction, SBE) 将 1.8 kg 海南山茶籽放置于萃取罐内,随后进行装盖并确保密封性良好。启动真空泵系统,将萃取罐、分离罐以及计量罐的内部压力逐步降低至 0.46 MPa 的真空度水平。待萃取罐中温度达到 45 ℃ 时,加入 3.6 L 丁烷重复萃取 5 次,每次萃取时间为 40 min;最后取得分离罐中的油(Subcritical Butane Extraction Oil, SBEO)置于离心机中以

10000 r/min 离心 25 min,取上清油液移置棕色玻璃瓶中,并在 4 ℃ 条件下避光保存待用。

1.2.2.3 超临界 CO₂ 萃取(Supercritical CO₂ Extraction, SCE) 称取 1.8 kg 海南山茶籽置于萃取筒中,萃取压力为 30 MPa,温度为 45 ℃,分离压力为 9~10 MPa,温度为 55 ℃,萃取时间为 2 h。萃取结束后,收集分离自罐底部得到的油脂,取上清油液(Supercritical CO₂ Extraction Oil, SCEO)移置棕色玻璃瓶中,并在 4 ℃ 条件下避光保存待用。

1.2.3 海南山茶油的品质指标测定

1.2.3.1 出油率计算

$$\text{出油率(g/100 g)} = \frac{w_1}{w_2} \quad \text{式(1)}$$

式中: w_1 为山茶油重量; w_2 为山茶籽重量。

1.2.3.2 理化指标 酸价参照 GB 5009.229-2016《食品安全国家标准 食品中酸价的测定》中冷溶剂指示剂滴定法测定;碘值参照 GB/T 5532-2022《动植物油脂 碘值的测定》进行;过氧化值参照 GB 5009.227-2023《食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定》进行;水分参照 GB 5009.236-2016《食品安全国家标准 动植物油脂水分及挥发物的测定》中电热干燥箱法测定,以上均一组准备三个独立的样品进行三次平行实验。

1.2.3.3 脂肪酸组成及其含量 前处理:称取油脂 0.2 g,加入 2 mL 石油醚-乙醚(1:1)和 1 mL 氢氧化钾-甲醇(0.4 mol/L),涡旋 30 s,静置 1~2 h 后混匀,加入 2 mL 水,静置 2 h 后取 200 μL 上层醚层再加入 800 μL 石油醚待测。GC 条件采用 GB 5009.168-2016《食品安全国家标准 食品中脂肪酸的测定》中的归一化法进行测定,为确保数据可靠性,每组准备三个独立的样品进行三次平行实验。

1.2.3.4 电子鼻 参照已有文献[12]所述方法,并进行适度修改。准确称取 15 g 海南山茶油置于 30 mL 的顶空瓶中,将样品在 60 ℃ 下加热 20 min,以达到顶空平衡状态后进行样品检测。在启动仪器并预热至稳定状态后,使用干燥的空气对电子鼻传感器系统进行清洗,直至所有传感器信号达到归一化状态。在样品检测过程中,参数设定为样品采集时间 60 s,传感器清洗时间 100 s,每次样品注入量固定为 200 μL。为确保数据可靠性,每组准备三个独立的样品进行三次平行实验,并选取电子鼻信号平稳状态(56~58 s)数据平均值用于后续的主成分分析。电子鼻传感器的具体参数如表 1 所示。

1.2.4 顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱 参照文献[13]所述方法,并进行适度修改。准确称取 4 g 样品置于 20 mL 的顶空瓶中,随后向瓶中加入 4 μL 内标(0.816×10⁻³ g/mL 二甲基三庚酮),并立即加盖密封以确保气密性。将 GC-MS 自动进样程序参数设定为在 40 ℃ 下进行热平衡处理,持续时间

表 1 cNose-18 型电子鼻传感器参数

Table 1 Parameters of cNose-18 electronic nose sensor

编号	传感器	敏感物质
1	S1	短链烷烃
2	S2	含碳物质等
3	S3	硫化物
4	S4	含氮类物质
5	S5	醛酮类
6	S6	含氢、氮气等
7	S7	烷烃, 一氧化碳等
8	S8	醇类, 醛类, 酮类, 苯类
9	S9	烷烃, 烯烃, 芳烃
10	S10	硫化物, 氮化物, 碳化物, 碳氢化合物

为 20 min, 用 1 cm 50/30 μm DVB/CAR/PDMS 型固相萃取头对样品中的风味成分进行萃取, 萃取时间为 30 min。萃取完成后插入气相色谱进样口, 在 250 $^{\circ}\text{C}$ 的条件下进行解析处理, 持续 5 min。为确保数据的准确性和可靠性, 针对每种油样均准备三个独立的样品进行三次平行实验。

1.2.4.1 GC 条件 色谱柱为 DB-WAX(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm); 进样口温度为 250 $^{\circ}\text{C}$; 以初始温度为 40 $^{\circ}\text{C}$ 运行 2 min 后, 以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升高至 200 $^{\circ}\text{C}$ 运行 2 min, 然后以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 230 $^{\circ}\text{C}$ 后不变。

1.2.4.2 MS 条件 传输线温度 250 $^{\circ}\text{C}$; 离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$; 四极杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$; 质量扫描范围 m/z 40~350。

1.2.4.3 挥发性物质定性定量分析 将采集的数据与 INST 的数据库进行比对, 筛选匹配度大于 80(最大值 100)的化合物, 并结合保留指数(Retention Index, RI)进行定性。挥发性物质的定量采用内标法计算, 如公式(2)所示。

$$x = \frac{I_1 \times C \times V}{I_2 \times M} \quad \text{式 (2)}$$

式中: x 表示样品中挥发性化合物的含量, 单位为 mg/kg ; C 表示所加内标浓度, 单位为 mg/mL ; V 表示加入内标的体积, 单位为 μL ; M 表示所加油样的质量, 单位为 g ; I_1 表示样品中未知挥发性化合物峰面积强度; I_2 表示内标峰面积强度。

1.2.5 顶空-气相色谱-离子迁移谱 参照文献[12]所述方法, 并进行适度修改。准确称取 5 g 的样品置于 20 mL 的磁盖顶空瓶中。仪器参数设置为: 孵化

温度、时间和转速分别为 60 $^{\circ}\text{C}$, 10 min, 500 r/min。进样针温度为 80 $^{\circ}\text{C}$, 进样体积 500 μL 。为确保数据的准确性和可靠性, 针对每种油样均需准备三个独立的样品进行三次平行实验。

1.2.5.1 GC 条件 色谱柱为 DB-WAX(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm); 初始温度设置为 40 $^{\circ}\text{C}$, 运行 4 min 后以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升高至 110 $^{\circ}\text{C}$, 然后以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 150 $^{\circ}\text{C}$, 最后以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 200 $^{\circ}\text{C}$, 保持 5 min。

1.2.5.2 IMS 条件 迁移管长度为 53 mm, 迁移管温度为 45 $^{\circ}\text{C}$, 电离源为氙源(^3H), 电场强度 500 V/cm, 漂移气(N_2 , 纯度 $\geq 99.999\%$), 流速 150.0 mL/min, 正离子模式。

1.2.5.3 GC-IMS 数据分析 通过其软件内的 NIST 数据库和 IMS 迁移时间数据库进行比对, 根据保留指数与迁移时间, 选取匹配度较高的挥发性化合物。

1.3 数据处理

采用 SIMCA14.1 软件进行正交偏最小二乘判别分析(Orthogonal Partial Least Squares Discriminant Analysis, OPLS-DA)和计算预测变量重要性投影值(Variable Importance in Projection, VIP); 采用 Origin2021 绘制雷达图、聚类热图和主成分分析(Principal Component Analysis, PCA)图; 通过 SPSS 26.0 软件进行单因素 ANOVA 分析。采用 T -test 检验, $\alpha=0.05$ 水平上对实验数据进行显著性分析, $P<0.05$ 表示数据存在显著性差异。

2 结果与分析

2.1 不同工艺制取的海南山茶油品质指标

2.1.1 出油率和理化指标 不同工艺制取的海南山茶油出油率以及基本理化指标测定结果如表 2 所示。从出油率上看, HT-SCEO 工艺出油率显著高于 NT-PO、HT-PO 和 NT-SBEO 工艺($P<0.05$), 这是由于 CO_2 能够对油脂进行溶解从而使超临界 CO_2 工艺有着较高的提取率^[14]。从酸价上看, NT-PO 和 HT-PO 的酸价显著高于另外 4 种油样($P<0.05$), 其原因可能是压榨法提取过程中油脂与空气接触, 在该过程中某些甘油酯发生了部分水解从而导致酸价的升高^[15], 而 SCE 工艺酸价均较低。由此可见, 延长油脂储藏期可以通过密闭隔氧的环境实现。NT-SCEO 和 HT-SCEO 的碘值稍高, 这与宋亚等^[16]的

表 2 不同工艺制取海南山茶油出油率和基本理化指标

Table 2 Oil yield and fundamental physicochemical indices of Hainan camellia oil extracted through different processing techniques

指标	NT-PO	HT-PO	NT-SBEO	HT-SBEO	NT-SCEO	HT-SCEO
出油率(g/100 g)	24.56 $\pm$ 0.88 ^d	26.14 $\pm$ 0.32 ^c	30.63 $\pm$ 0.43 ^b	31.46 $\pm$ 0.20 ^{ab}	31.25 $\pm$ 0.04 ^{ab}	32.22 $\pm$ 0.43 ^a
酸价(mg/g)	0.80 $\pm$ 0.07 ^a	0.80 $\pm$ 0.03 ^a	0.66 $\pm$ 0.22 ^b	0.68 $\pm$ 0.02 ^b	0.68 $\pm$ 0.02 ^b	0.69 $\pm$ 0.03 ^b
碘值(g/100 g)	79.00 $\pm$ 1.53 ^{ab}	81.00 $\pm$ 1.73 ^{ab}	77.00 $\pm$ 1.53 ^b	79.00 $\pm$ 1.53 ^{ab}	82.00 $\pm$ 2.65 ^a	84.00 $\pm$ 2.08 ^a
过氧化值(g/100 g)	0.03 $\pm$ 0.01 ^{ab}	0.02 $\pm$ 0.01 ^b	0.05 $\pm$ 0.01 ^a	0.03 $\pm$ 0.01 ^{ab}	0.04 $\pm$ 0.01 ^{ab}	0.02 $\pm$ 0.01 ^b
水分(%)	0.06 $\pm$ 0.01 ^d	0.03 $\pm$ 0.01 ^c	0.35 $\pm$ 0.01 ^b	0.31 $\pm$ 0.01 ^c	0.43 $\pm$ 0.01 ^a	0.41 $\pm$ 0.01 ^a

注: 数据形式为平均值 $\pm$ 标准偏差, 三次平行; 同行中不同肩标字母表示差异显著($P<0.05$), 表3~表4同。

研究结果一致。从过氧化值上看,前处理和不同工艺对过氧化值没有较大影响。从水分上看,SBE 和 SCE 工艺制取的油样水分含量显著高于 P 工艺($P<0.05$),这可能与其加工过程中残留少量的丁烷或 CO_2 等易挥发成分有关^[15]。从出油率和基本理化指标综合来看,SCE 工艺更适用于海南山茶油的加工。

2.1.2 脂肪酸组成及其含量 由表 3 看出,海南山茶油中脂肪酸以油酸(77.78%~78.91%)为主,其次是棕榈酸(10.30%~10.72%)、亚油酸(6.62%~7.50%)和硬脂酸(2.96%~3.21%)。该结果与 Fu 等^[10]的测定结果一致。由此可知,海南山茶油是典型的高油酸型植物油。6 种不同工艺制取的油样所含脂肪酸种类相同,NT-SCEO 中油酸最高(78.91%),除 NT-SBEO (78.77%)外均显著高于其余 4 种油样($P<0.05$),且常温处理油样的油酸含量均比高温处理高,表明常温处理和 SCE 对海南山茶油中的油酸有更好的提取效果,这与上文提到 SCE 工艺碘值较高的论述相互印证。而 HT-PO 油酸含量最低(77.78%),因脂肪酸组成与食用油氧化程度有关,推测可能是较高的预处理温度和榨取过程中长时间暴露在空气中导致部分不饱和脂肪酸氧化分解所致^[17]。油酸等不饱和脂肪酸是植物油中重要的营养成分,NT-SCEO 中不饱和脂肪酸占比最高达到了 86.606%,其次是 HT-SCEO 中达到了 86.394%。由此可见,SCE 工艺更适用于海南山茶油的加工。

2.2 海南山茶油风味分析

2.2.1 电子鼻 电子鼻测定结果如图 1 所示。可以看出高温前处理的三种油样在 S5 和 S8 传感器的响应值均高于常温前处理的三种油样,且 HT-PO 在这两个传感器响应值最高,其次是 HT-SCEO 和 HT-SBEO。SBE 和 SCE 各制取的两种油样分别在 S7 和 S9 传感器上响应值最高。结合表 1 可知,高温处

理的油样可能含有较为丰富的醛类、酮类和醇类物质,且 HT-PO 中含量最高。SBE 和 SCE 各制取的两种油样可能含有较为丰富的烷烃、烯烃和芳香烃类物质。此外,6 种油样响应值轮廓图差异主要是 S5、S7、S8 和 S9 四个传感器,其余传感器响应值形成的轮廓相似,因此,通过这 4 个传感器区分不同工艺制取的海南山茶油具有一定的可行性。

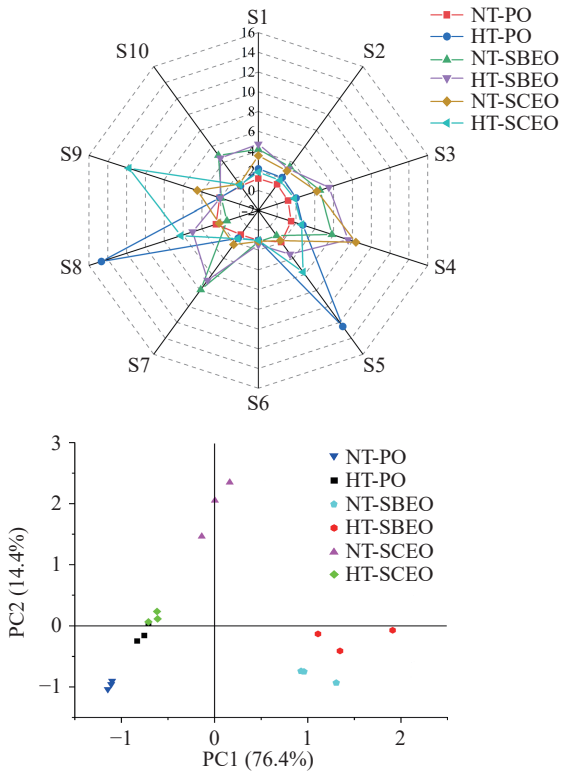


图 1 不同工艺制取的海南山茶油电子鼻雷达图和主成分分析(PCA)二维图

Fig.1 Electronic nose radar map and principal component analysis (PCA) two-dimensional plots of Hainan camellia oil prepared by different processes

表 3 不同工艺制取海南山茶油的脂肪酸含量

Table 3 Fatty acid content of Hainan camellia oil produced by different oil extraction processes

脂肪酸种类		脂肪酸含量(%)					
		NT-PO	HT-PO	NT-SBEO	HT-SBEO	NT-SCEO	HT-SCEO
C14:0	豆蔻酸	0.050±0.001 ^b	0.050±0.001 ^b	0.050±0.001 ^b	0.049±0.001 ^b	0.054±0.001 ^a	0.051±0.001 ^b
C16:0	棕榈酸	10.372±0.026 ^b	10.612±0.062 ^a	10.304±0.029 ^b	10.315±0.007 ^b	10.716±0.060 ^a	10.353±0.025 ^b
C16:1	棕榈一烯酸	0.068±0.001 ^d	0.071±0.001 ^{ab}	0.071±0.001 ^{bc}	0.069±0.001 ^{cd}	0.073±0.001 ^a	0.071±0.001 ^{bc}
C17:0	十七碳烷酸	0.068±0.001 ^a	0.063±0.002 ^b	0.066±0.004 ^{ab}	0.068±0.001 ^{ab}	0.067±0.001 ^{ab}	0.067±0.001 ^{ab}
C17:1	十七碳一烯酸	0.051±0.001 ^a	0.051±0.003 ^a	0.049±0.003 ^a	0.051±0.001 ^a	0.051±0.001 ^a	0.051±0.001 ^a
C18:0	硬脂酸	3.043±0.005 ^a	2.955±0.008 ^a	3.039±0.015 ^a	3.209±0.260 ^a	3.007±0.006 ^a	3.032±0.005 ^a
C18:1	油酸	78.640±0.092 ^b	77.780±0.049 ^d	78.774±0.114 ^{ab}	78.328±0.050 ^c	78.910±0.035 ^a	78.759±0.051 ^{ab}
C18:2	亚油酸	6.803±0.001 ^b	7.503±0.019 ^a	6.716±0.043 ^c	6.618±0.009 ^d	6.817±0.022 ^b	6.778±0.013 ^c
C18:3	亚麻酸	0.206±0.005 ^{ab}	0.214±0.002 ^a	0.207±0.007 ^{ab}	0.199±0.001 ^b	0.210±0.003 ^a	0.205±0.001 ^{ab}
C20:0	花生酸	0.047±0.005 ^a	0.053±0.003 ^a	0.066±0.014 ^a	0.053±0.008 ^a	0.048±0.003 ^a	0.056±0.004 ^a
C20:1	花生一烯酸	0.460±0.05 ^{ab}	0.466±0.002 ^a	0.464±0.021 ^{ab}	0.456±0.002 ^{ab}	0.433±0.004 ^b	0.445±0.018 ^{ab}
C22:0	山嵛酸	0.020±0.001 ^b	0.034±0.008 ^b	0.074±0.003 ^a	0.023±0.011 ^b	0.033±0.009 ^b	0.026±0.006 ^b
C22:1	芥酸	0.023±0.002 ^{cd}	0.042±0.007 ^b	0.030±0.006 ^{bcd}	0.018±0.003 ^d	0.061±0.008 ^a	0.038±0.010 ^{bc}
C24:0	二十四碳烷酸	0.027±0.006 ^b	0.058±0.010 ^a	0.044±0.007 ^{ab}	0.025±0.014 ^b	0.058±0.005 ^a	0.028±0.008 ^b
C24:1	二十四碳烯酸	0.063±0.002 ^a	0.056±0.003 ^a	0.062±0.021 ^a	0.049±0.005 ^a	0.051±0.008 ^a	0.047±0.001 ^a

2.2.2 基于电子鼻数据的主成分分析 仅通过传感器响应值的大小并不能直观区分不同工艺的海南山茶油,因此,需要对样品进行进一步区分和差异分析。采用电子鼻传感器响应值为参数变量,对六种海南山茶油进行主成分分析(图1)。海南山茶油的前两个主成分(PC1和PC2)的总贡献率超过了85%,说明前两个主成分能够反映出大部分的样品信息。六种海南山茶油能够很好地区分开,SBE的两种油样与另外四种油样有着较大的差异性。HT-SBEO和NT-SCEO的组间差异较大,主要体现在HT-SBEO具有更多的烷烃类物质。NT-SCEO样本

点处于第一、二象限,与其它样本点有着明显区别。HT-PO和HT-SCEO的样本点距离较近,说明两种油样有着相似的风味,这一结果与雷达图的结果一致。

2.2.3 基于HS-SPME-GC-MS挥发性成分分析 采用HS-SPME-GC-MS对不同工艺制取的海南山茶油的挥发性化合物进行定性定量分析。6种工艺制取的海南山茶油中共检测出105种挥发性化合物(表4),包括13种醛类、14种酮类、24种醇类、4种酸类、9种酯类、32种烃类、9种杂环类(吡嗪类、呋喃类和吡咯类)。

表4 不同工艺制取的海南山茶油 GC-MS 分析

Table 4 GC-MS analysis of Hainan camellia oil prepared by different processes

序号	挥发性化合物	气味特征	CAS号	化学式	含量(mg/kg)						P	VIP
					NT-PO	HT-PO	NT-SBEO	HT-SBEO	NT-SCEO	HT-SCEO		
1	己醛	青香、果香、木香	66-25-1	C ₆ H ₁₂ O	0.061±0.014 ^a	0.008±0.001 ^b			0.005±0.002 ^b		0.005	0.999
2	苯甲醛	苦杏仁、坚果香	100-52-7	C ₇ H ₆ O	0.006±0.002 ^b	0.136±0.059 ^a	0.019±0.005 ^b		0.011±0.004 ^b	0.153±0.032 ^a	0.007	1.027
3	糠醛	烤面包、杏仁味、甜味	98-01-1	C ₅ H ₄ O ₂		0.999±0.095 ^a			0.006±0.001 ^c	0.236±0.123 ^b	0.005	0.907
4	异戊醛	水果腐败或发酵	590-86-3	C ₅ H ₁₀ O	0.021±0.005 ^b	0.658±0.059 ^a			0.050±0.003 ^b		0.005	0.912
5	2,5-二羟基苯甲醛	甜香、杏仁味	1194-98-5	C ₇ H ₆ O ₃	0.006±0.001 ^c		0.017±0.004 ^b	0.061±0.003 ^a	0.003±0.001 ^c	0.005±0.002 ^c	0.005	0.959
6	枯茗醛	枯茗油、青草味	122-03-2	C ₁₀ H ₁₂ O					0.011±0.002 ^b	0.064±0.013 ^a	0.007	1.140
7	戊醛	木香、果香、面包香	110-62-3	C ₅ H ₁₀ O		0.003±0.002					0.005	0.743
8	2-苯基乙醛	芳香味、蜂蜜味	122-78-1	C ₈ H ₈ O		0.030±0.032 ^a			0.002±0.001 ^b		0.005	0.723
9	5-甲基-2-糠醛	辛香、甜香、焦糖香	620-02-0	C ₆ H ₆ O ₂		0.161±0.065 ^a				0.018±0.003 ^b	0.005	0.882
10	2-羟基-4-甲基苯甲醛	—	698-27-1	C ₈ H ₈ O ₂		0.003±0.001					0.005	0.846
11	壬醛	蜡香、柑橘香、花香	124-19-6	C ₉ H ₁₈ O			0.023±0.004				0.005	1.300
12	3,4-二甲基苯甲醛	杏仁味	5973-71-7	C ₉ H ₁₀ O			0.019±0.002				0.005	1.308
13	2-苯基-2-丁烯醛	青香、花香、可可香	4411-89-6	C ₁₀ H ₁₀ O			0.007±0.001 ^b	0.019±0.002 ^a			0.005	0.942
醛类合计(13种)					合计	0.093±0.02 ^c	1.997±0.28 ^a	0.086±0.01 ^c	0.081±0.00 ^c	0.088±0.01 ^c	0.476±0.17 ^b	
14	羟基丙酮	甜香、果香	116-09-6	C ₃ H ₆ O ₂		0.935±0.053					0.005	0.911
15	诺卡酮	花香、果香、木香	4674-50-4	C ₁₅ H ₂₂ O				0.011±0.001			0.005	1.025
16	2,3-丁二酮	黄油,甜味,焦糖	431-03-8	C ₄ H ₆ O ₂		0.063±0.030					0.005	0.876
17	2,3-戊二酮	刺鼻的,甜味,黄油,	600-14-6	C ₅ H ₈ O ₂		0.169±0.008					0.005	0.907
18	2(5H)-呋喃酮	黄油味	497-23-4	C ₄ H ₄ O ₂		0.077±0.033 ^a				0.013±0.003 ^b	0.005	0.877
19	3-己酮	甜香、果香、蜡香	589-38-8	C ₆ H ₁₂ O		0.069±0.006					0.005	0.902
20	乙酰氧基-2-丙酮	果味、黄油味、乳制品味	592-20-1	C ₅ H ₈ O ₃		0.109±0.050					0.005	0.876
21	2-吡咯烷酮	—	616-45-5	C ₄ H ₇ NO		0.021±0.016					0.005	0.800
22	3-甲基-1,2-环戊二酮	甜香、坚果香	765-70-8	C ₆ H ₈ O ₂		0.013±0.005					0.005	0.889
23	4-环戊烯-1,3-二酮	—	930-60-9	C ₅ H ₄ O ₂		0.134±0.015					0.005	0.903
24	2,5-咪唑二酮	—	22160-42-5	C ₄ H ₆ N ₂ O ₂		0.009±0.001					0.005	0.912
25	二氢二羟甲基吡喃酮	焦糖香	28564-83-2	C ₆ H ₈ O ₄		0.302±0.023 ^a				0.050±0.002 ^b	0.005	0.906
26	3-甲基环戊酮	果香	1757-42-2	C ₆ H ₁₀ O		0.011±0.002					0.005	0.895
27	2-甲基四氢呋喃-3-酮	甜香、坚果香、奶油香	3188-00-9	C ₅ H ₈ O ₂					0.002±0.001		0.005	1.241
酮类合计(14种)					合计	0.00±0.00 ^b	1.911±0.16 ^a	0.00±0.00 ^b	0.011±0.00 ^b	0.002±0.00 ^b	0.063±0.01 ^b	
28	苯乙醇	花香,干玫瑰花	60-12-8	C ₈ H ₁₀ O	0.004±0.002 ^{cd}	0.012±0.005 ^{bc}		0.017±0.002 ^b	0.006±0.002 ^{cd}	0.092±0.006 ^a	0.007	1.187

续表 4

序号	挥发性化合物	气味特征	CAS号	化学式	含量(mg/kg)						P	VIP
					NT-PO	HT-PO	NT-SBEO	HT-SBEO	NT-SCEO	HT-SCEO		
29	正己醇	空灵,酒精,脂肪	111-27-3	C ₆ H ₁₄ O	0.006±0.005						0.005	0.810
30	异戊醇	酒精,威士忌,果味	123-51-3	C ₅ H ₁₂ O	0.030±0.002						0.005	1.011
31	2,3-丁二醇	—	513-85-9	C ₄ H ₁₀ O ₂	0.044±0.008 ^a	0.029±0.002 ^a			0.033±0.012 ^a	0.036±0.012 ^a	0.021	0.966
32	2-庚醇	鲜柠檬、草香	543-49-7	C ₇ H ₁₆ O	0.033±0.001						0.005	1.011
33	八乙二醇	—	5117-19-1	C ₁₆ H ₃₄ O ₉	0.001±0.001						0.005	0.965
34	3,6,9,12-四氧十四烷-1-醇	—	5650-20-4	C ₁₀ H ₂₂ O ₅	0.004±0.002						0.005	0.964
35	异丁醇	清香	78-83-1	C ₄ H ₁₀ O		0.006±0.002					0.005	0.886
36	糠醇	甜味、焦糖味	98-00-0	C ₅ H ₆ O ₂		0.950±0.117 ^a			0.005±0.001 ^c	0.171±0.058 ^b	0.005	0.906
37	苯甲醇	甜味、花香味	100-51-6	C ₇ H ₈ O		0.009±0.003 ^a			0.003±0.002 ^a		0.005	0.929
38	4-乙氧基-1-丁醇	—	111-73-9	C ₆ H ₁₄ O ₂		0.003±0.002					0.005	0.846
39	3-甲氧基-1,2-丙二醇	—	623-39-2	C ₄ H ₁₀ O ₃		0.004±0.001					0.005	0.811
40	反-2-戊烯-1-醇	蘑菇味	1576-96-1	C ₅ H ₁₀ O		0.029±0.003					0.005	0.914
41	5-甲基-2-呋喃甲醇	甜味、焦糖味	3857-25-8	C ₆ H ₈ O ₂		0.034±0.005					0.005	0.910
42	环丁醇	—	2919-23-5	C ₄ H ₈ O		0.005±0.001 ^b				0.035±0.007 ^a	0.005	1.186
43	雪松醇	木香	77-53-2	C ₁₅ H ₂₆ O			0.016±0.003 ^a	0.021±0.001 ^a			0.005	0.955
44	2-乙基己醇	甜味、花香	104-76-7	C ₈ H ₁₈ O				0.055±0.006			0.005	1.035
45	5-甲基噻啉-4,6-二醇	—	18337-63-8	C ₅ H ₆ N ₂ O ₂				0.060±0.002			0.005	1.035
46	4-环己基-2-丁醇	—	10528-67-3	C ₁₀ H ₂₀ O				0.008±0.002			0.005	1.028
47	2-乙基-2-丙基-1-己醇	—	54461-00-6	C ₁₁ H ₂₄ O				0.015±0.003			0.005	1.014
48	2-苯基-2-丁醇	紫丁香、玫瑰	1565-75-9	C ₁₀ H ₁₄ O				0.012±0.003			0.005	1.024
49	2-丁基-1-辛醇	辛醇味	3913-02-8	C ₁₂ H ₂₆ O				0.017±0.002			0.005	1.029
50	2-乙氧基乙醇	—	764-48-7	C ₄ H ₈ O ₂					0.004±0.001		0.005	1.267
51	L-苏丁醇	—	2319-57-5	C ₄ H ₁₀ O ₄					0.003±0.002		0.005	1.128
醇类合计(24种)					合计	0.122±0.01 ^{cd}	1.080±0.13 ^a	0.016±0.00 ^d	0.205±0.01 ^{bc}	0.053±0.01 ^{cd}	0.334±0.07 ^b	
52	乙酸	酸味	64-19-7	C ₂ H ₄ O ₂	0.560±0.157 ^c	3.575±0.338 ^a			1.152±0.208 ^c	2.196±0.328 ^b	0.005	0.917
53	β-甲酰基丙烯酸	—	22418-77-5	C ₄ H ₄ O ₃	0.002±0.001						0.005	1.001
54	乙烯基乙酸	辛辣味	625-38-7	C ₄ H ₆ O ₂		0.009±0.002					0.005	0.901
55	壬酸	脂肪、椰子	112-05-0	C ₉ H ₁₈ O ₂			0.020±0.002				0.005	1.306
酸类合计(4种)					合计	0.562±0.16 ^{cd}	3.584±0.34 ^a	0.020±0.00 ^d	0.00±0.00 ^d	1.152±0.21 ^c	2.196±0.33 ^b	
56	γ-丁内酯	香甜味、焦糖味	96-48-0	C ₄ H ₆ O ₂	0.056±0.008 ^c	0.372±0.036 ^a			0.060±0.029 ^c	0.181±0.020 ^b	0.006	0.911
57	乙酸乙酯	果香、酒香	141-78-6	C ₄ H ₈ O ₂	0.022±0.003 ^a				0.004±0.002 ^b		0.005	1.002
58	4-羟基丁酸乙酯	果味	591-81-1	C ₄ H ₈ O ₃	0.004±0.002						0.005	0.964
59	乙酸异戊酯	果味	123-92-2	C ₇ H ₁₄ O ₂	0.003±0.001						0.005	0.969
60	乙酸瑞香[草]酯	—	528-79-0	C ₁₂ H ₁₆ O ₂			0.078±0.004 ^a	0.045±0.003 ^b			0.005	1.130
61	肉桂酸甲酯	樱桃、可可香	1754-62-7	C ₁₀ H ₁₀ O ₂			0.041±0.002 ^b	0.095±0.003 ^a			0.005	0.938
62	3-羟基-2,2,4-三甲基戊基异丁酸酯	—	77-68-9	C ₁₂ H ₂₄ O ₃				0.033±0.002			0.005	1.036
63	乙酸异辛酯	甜香、果香	103-09-3	C ₁₀ H ₂₀ O ₂				0.015±0.003			0.005	1.029
64	油酸甲酯	脂质、花香	112-62-9	C ₁₉ H ₃₆ O ₂				0.033±0.002			0.005	1.035
酯类合计(9种)					合计	0.084±0.01 ^c	0.372±0.04 ^a	0.119±0.01 ^c	0.222±0.01 ^b	0.064±0.03 ^c	0.181±0.02 ^b	
65	丁烷	—	106-97-8	C ₄ H ₁₀	0.028±0.003 ^b		0.041±0.002 ^a	0.006±0.001 ^c			0.005	1.224
66	异己烷	汽油	107-83-5	C ₆ H ₁₄	0.019±0.003 ^a	0.007±0.001 ^b					0.005	1.014
67	正己烷	—	110-54-3	C ₆ H ₁₄	0.017±0.006 ^b	0.037±0.002 ^a					0.005	0.919
68	正辛烷	汽油	111-65-9	C ₈ H ₁₈	0.068±0.008 ^a	0.040±0.016 ^{ab}			0.010±0.002 ^{bc}	0.059±0.023 ^a	0.007	1.035
69	正壬烷	—	111-84-2	C ₉ H ₂₀	0.016±0.002 ^a				0.006±0.002 ^b		0.005	1.011
70	二十烷	蜡质	112-95-8	C ₂₀ H ₄₂	0.017±0.002 ^b	0.013±0.002 ^b				0.031±0.022 ^a	0.009	1.055
71	正庚烷	汽油	142-82-5	C ₇ H ₁₆	0.115±0.012 ^a	0.021±0.003 ^b					0.005	1.016
72	正癸烷	—	124-18-5	C ₁₀ H ₂₂	0.007±0.002 ^b	0.011±0.003 ^b	0.007±0.002 ^b	0.009±0.001 ^b		0.029±0.002 ^a	0.010	1.244
73	2-甲基-庚烷	—	592-27-8	C ₈ H ₁₈	0.076±0.008 ^a	0.049±0.007 ^b					0.005	1.002
74	正十一烷	汽油	1120-21-4	C ₁₁ H ₂₄	0.017±0.002						0.005	1.013
75	2,4-二甲基庚烷	—	2213-23-2	C ₉ H ₂₀	0.028±0.004 ^c	0.190±0.015 ^a			0.017±0.002 ^c	0.138±0.015 ^b	0.005	0.969

续表 4

序号	挥发性化合物	气味特征	CAS号	化学式	含量(mg/kg)						P	VIP
					NT-PO	HT-PO	NT-SBEO	HT-SBEO	NT-SCEO	HT-SCEO		
76	2-甲基癸烷	—	6975-98-0	C ₁₁ H ₂₄	0.043±0.003 ^a	0.012±0.003 ^b					0.005	1.017
77	3,5-二甲基辛烷	—	15869-93-9	C ₁₀ H ₂₂	0.033±0.004						0.005	1.011
78	2,2,6-三甲基辛烷	—	62016-28-8	C ₁₁ H ₂₄	0.014±0.002						0.005	1.004
79	苯乙烯	甜味, 醋, 花卉, 塑胶	100-42-5	C ₈ H ₈			0.019±0.002 ^b	0.025±0.002 ^a			0.005	0.962
80	α-松油烯	柑橘、柠檬	99-86-5	C ₁₀ H ₁₆			0.005±0.001 ^b		0.280±0.038 ^a		0.005	0.928
81	邻伞花烃	—	527-84-4	C ₁₀ H ₁₄			0.019±0.002 ^b	0.040±0.002 ^a	0.005±0.003 ^c		0.005	0.925
82	间伞花烃	—	535-77-3	C ₁₀ H ₁₄					0.006±0.002 ^b	1.111±0.464 ^a	0.005	1.160
83	γ-松油烯	柑橘、柠檬	99-85-4	C ₁₀ H ₁₆			0.034±0.003 ^b	0.010±0.002 ^b		1.619±0.491 ^a	0.005	1.119
84	β-榄香烯	辛辣味、茴香	515-13-9	C ₁₅ H ₂₄			0.023±0.002 ^b	0.052±0.005 ^a			0.005	0.935
85	正十四烷	轻微蜡质	629-59-4	C ₁₄ H ₃₀			0.017±0.002 ^b	0.045±0.004 ^a			0.005	0.938
86	反式-α-香柠檬烯	柠檬、桔子、柑橘	13474-59-4	C ₁₅ H ₂₄			0.021±0.002 ^a	0.014±0.004 ^b			0.005	1.082
87	α-柏木烯	木香	469-61-4	C ₁₅ H ₂₄			0.008±0.002 ^b	0.016±0.002 ^a			0.005	0.924
88	反式石竹烯	甜香、果香、木香	87-44-5	C ₁₅ H ₂₄			0.021±0.003 ^b	0.032±0.004 ^a			0.005	0.945
89	(+)-beta-柏木烯	柏木、檀香	546-28-1	C ₁₅ H ₂₄			0.005±0.001 ^b	0.014±0.002 ^a			0.005	0.934
90	罗汉柏烯	清香	470-40-6	C ₁₅ H ₂₄			0.008±0.001 ^b	0.011±0.002 ^a			0.005	0.953
91	α-蒎烯	新鲜樟脑、木香	80-56-8	C ₁₀ H ₁₆					0.153±0.031 ^b	0.205±0.073 ^a	0.006	1.061
92	桉烯	木香, 潮湿的泥土	3387-41-5	C ₁₀ H ₁₆					0.070±0.018 ^b	0.265±0.071 ^a	0.005	1.121
93	(+)-柠檬烯	柑橘、橙子	5989-27-5	C ₁₀ H ₁₆					0.490±0.068		0.005	1.284
94	蒎烯	草香、针叶树味	7785-70-8	C ₁₀ H ₁₆					0.016±0.002 ^a	0.006±0.001 ^b	0.005	1.208
95	3-蒎烯	松木香	13466-78-9	C ₁₀ H ₁₆					0.912±0.164		0.005	1.278
96	α-水芹烯	辛辣味、薄荷味、	99-83-2	C ₁₀ H ₁₆					0.026±0.002 ^b	0.089±0.043 ^a	0.005	0.966
烃类合计(32种)				合计	0.500±0.04 ^c	0.381±0.00 ^c	0.226±0.02 ^c	0.275±0.01 ^c	1.991±0.26 ^b	3.552±1.03 ^a		
97	5-氨基-异噁唑-3-酮	—	822-63-9	C ₃ H ₄ N ₂ O ₂	0.002±0.001						0.005	0.903
98	2,6-二甲基吡嗪	可可, 坚果, 烤肉	108-50-9	C ₆ H ₈ N ₂		0.116±0.020					0.005	0.891
99	2-甲基吡嗪	烘烤味	109-08-0	C ₅ H ₆ N ₂		1.245±0.097					0.005	0.911
100	2,5-二甲基吡嗪	花生、坚果味	123-32-0	C ₆ H ₈ N ₂		1.058±0.103					0.005	0.911
101	2-乙酰吡咯	核桃、烤面包、甘草	1072-83-9	C ₆ H ₇ NO		0.038±0.003 ^a				0.013±0.004 ^b	0.005	0.917
102	2-乙酰基呋喃	咖啡香气	1192-62-7	C ₆ H ₆ O ₂		0.047±0.003 ^a				0.006±0.001 ^b	0.005	0.903
103	2-乙基-5-甲基吡嗪	坚果、花生、可可香	13360-64-0	C ₁₄ H ₂₀ N ₄		0.280±0.026					0.005	0.907
104	2-乙基苯并呋喃	焦糖、坚果香	3131-63-3	C ₁₀ H ₁₀ O				0.022±0.003			0.005	1.027
105	蜂蜜曲菌素	—	1200-93-7	C ₁₀ H ₁₀ O ₃				0.032±0.004			0.005	1.027
杂环类合计(9种)				合计	0.002±0.00 ^b	2.784±0.24 ^a	0.00±0.00 ^b	0.054±0.01 ^b	0.00±0.00 ^b	0.019±0.00 ^b		
总计(105种)				总计	1.363±0.17 ^d	12.109±0.90 ^a	0.466±0.01 ^d	0.847±0.02 ^d	3.350±0.40 ^c	6.823±0.80 ^b		

注: “—”代表该化合物无明显特征气味; 空白代表该化合物未检出; 气味描述来源于网站: <https://www.thegoodscentscompany.com/search2.html>。

醛类物质主要通过油脂种子细胞破碎过程中发生的脂质氧化和不饱和脂肪酸的降解两种途径产生^[18]。海南山茶油中的醛类挥发性物质主要为 C₅~C₁₀ 醛, 而醛类物质的挥发性较强且风味阈值较低, 从而使得海南山茶油具有果香、清香和脂香等令人愉快香气^[19]。在 NT-SBEO 和 HT-PO 中, 醛类化合物的相对含量分别为 18.16% 和 16.50%, 其显著高于其它 4 种油样中的醛类相对含量($P<0.05$)。在 NT-SBEO 中, 独有的醛类物质为壬醛(4.91%)和 3,4-二甲基苯甲醛(4.06%), 壬醛主要是由油酸降解产生的^[20], 其气味特征被描述为蜡香、玫瑰香、柑橘香; 而在 HT-PO 中, 糠醛(8.25%)、异戊醛(5.43%)和 5-甲基-2-糠醛(1.33%)含量均显著高于其它工

艺。在 NT-SCEO 和 HT-SCEO 中检测出了较多的醛类化合物, 推测 SCE 工艺可能导致更多醛类物质的产生, 其中 4 种共有的醛类分别是苯甲醛、糠醛、2,5-二羟基苯甲醛和桔萆醛, 对比两者发现, 其中 3 种醛类高温处理的含量均显著高于常温处理($P<0.05$), 已有研究证实糠醛在高温预处理制取的山茶油中相对含量较高^[21]。而在 HT-SBEO 中, 仅检测出两种醛类, 分别是 2,5-二羟基苯甲醛(7.22%)和 2-苯基-2-丁烯醛(2.25%)。在本研究中, NT-PO 的己醛含量显著高于其它工艺, 而已醛主要是亚油酸降解产生^[22], 其呈青草香、果香和木质香。醇类和酮类化合物被认为来自脂肪酸的 β-氧化^[23], 在 HT-PO 中检测出较多的酮类物质, 推测在

高温的作用下可能会引发油脂发生氧化从而导致醇类和酮类化合物的产生。此外,其醇类物质含量也较高,与电子鼻结果相互论证。在 HT-PO 中含量较高的酮类是羟基丙酮、2,3-戊二酮和 4-环戊烯-1,3-二酮等。HT-SBEO 中的醇类物质占比较高(24.26%),其中 2-乙基己醇、苯乙醇和雪松醇含量较高,这些醇类均呈现花香、甜香以及焦糖香,对 HT-SBEO 风味有着重要的修饰作用^[21]。

酯类物质可由脂质分解或酸类、醇类酯化反应或美拉德反应生成,通常具有甜香、果香或脂香特征^[24]。在不同工艺条件下,HT-PO 中的 γ -丁内酯含量显著高于其它工艺制取的油样($P<0.05$)。乙酸乙酯仅在 NT-PO 和 NT-SCEO 中检测出,且含量相对较低,而 NT-SBEO 和 HT-SBEO 的酯类主要为乙酸瑞香[草]酯和肉桂酸甲酯,二者赋予海南山茶油樱桃和可可的香气。对 6 种油样进行分析发现,经高温处理的油样中酯类物质含量较高,这可能是由于在高温作用下,海南山茶籽在制取过程中发生酸类、醇类酯化反应以及美拉德反应,从而生成了更多的酯类物质。酸类物质通常具有酸味和奶酪味^[25],在本研究的 6 种油样中,检测出的酸类物质含量较少,这表明油脂氧化程度较低,与上述品质指标的结果具有一致性^[26]。

烃类物质是在 6 种油样里出现最多的种类,含量较高的有柠檬烯、 α -松油烯和 α -蒎烯等,其中柠檬烯具有柑橘、甜橙和柠檬特征香气,可能源于海南山茶油中的甾醇或角鲨烯及其氧化产物的重排^[24]。

海南山茶油检测出来的杂环类物质分别为吡嗪类、呋喃类和吡咯类,这些物质主要存在于高温处理的海南山茶油中,HT-PO 中含有 6 种杂环类物质,均显著高于其它工艺($P<0.05$),其中含量较高的杂环类物质为 2-甲基吡嗪(1.245 mg/kg)和 2,5-二甲基吡嗪(1.058 mg/kg)。在高温处理中,海南山茶籽中的氨基和还原糖发生美拉德反应,从而产生吡嗪、吡咯和呋喃等杂环类物质^[27],并在油脂制取的过程中进入油脂。

2.2.4 基于 HS-SPME-GC-MS 多元统计分析 以 105 种挥发性化合物含量为因变量,不同制油工艺为自变量进行主成分分析(图 2A)和 OPLS-DA(图 2B)。由图可知,除了 SCE 工艺制取的 2 种油样相离较近,其余 4 种工艺制取的海南山茶油可被很好地区分开,海南山茶油的前两个主成分(PC1 和 PC2)的总贡献率超过了 85%。同时对 OPLS-DA 模型的 R^2 和 Q^2 值进行评估。模型中自变量拟合指数(R^2_x)为 0.95,因变量拟合指数(R^2_y)为 0.991, Q^2 为 0.982, R^2 接近 1 表示模型拟合优秀。模型通过置换检验做进一步验证,经过 200 次置换检验,结果如图 2C 所示,模型预测指数(Q^2)为 -0.855, $|Q^2|>0.5$,以上结果表明,该模型不存在过拟合现象,因此,该方法可以用于不同加工工艺制取的海南山茶油的风味物质差

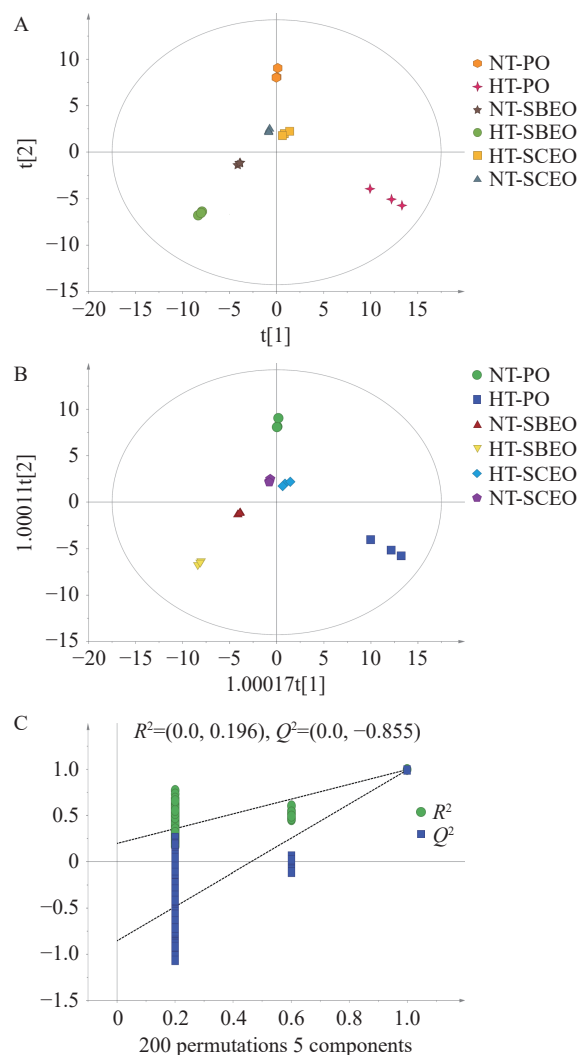


图 2 基于 GC-MS 的不同工艺制取海南山茶油的分析

Fig.2 Analysis of Hainan camellia oil obtained through different processes based on GC-MS

注: A: 主成分得分图; B: OPLS-DA 载荷散点图; C: OPLS-DA 模型的随机置换检验。

异性分析。

根据 $P<0.05$ 且 $VIP\geq 1$ ^[28], 筛选出来 46 种差异性关键化合物,将其绘制成聚类热图,利用颜色的变化来表征不同样品中挥发性物质含量的差异。如图 3 所示,不同制油工艺制取的海南山茶油差异挥发性物质的样本块分布具有显著差异。从聚类结果中可以看出不同工艺聚成了两大类,为 HT-SBEO 和其它 5 种,说明 HT-SBE 工艺制取的海南山茶油与其它工艺存在显著的不同,结合表 4 可知,HT-SBEO 中 2-乙基己醇、油酸甲酯和乙酸异辛酯等 12 种挥发性化合物含量显著高于其它工艺。NT-SBEO 受壬酸、壬醛和丁烷等 6 种挥发性化合物的影响,HT-SCEO 主要受二十烷和间伞花烃的影响,而 NT-SCEO 主要受 L-苏丁醇和蒎烯等物质的影响。对比 NT-PO 和 HT-PO, HT-PO 相对颜色偏蓝,差异性物质较少,而 NT-PO 有着 5 种显著高于其它工艺的差异挥发性化合物。综上,通过聚类热图分析可以更直观地区分不同工艺之间的差异。

续表 5

序号	挥发性物质	CAS号	分子式	气味描述	RI	Rt(s)	Dt(a.u.)
16	3-羟基-2-丁酮 M	513-86-0	C ₄ H ₈ O ₂	奶油香、脂肪	1299.5	911.495	1.071
17	3-羟基-2-丁酮 D	513-86-0	C ₄ H ₈ O ₂	奶油香、脂肪	1298.7	909.340	1.327
18	甲基异丁基甲酮	108-10-1	C ₆ H ₁₂ O	—	997.3	387.778	1.178
19	L-香芹酮	99-49-0	C ₁₀ H ₁₄ O	留兰香	1342.3	1028.802	1.322
20	二丙基甲酮	123-19-3	C ₇ H ₁₄ O	果香、乳酪香	1157.2	609.555	1.212
21	3-庚酮	106-35-4	C ₇ H ₁₄ O	果香、甜香、青香	1140.0	580.483	1.210
22	甲基庚烯酮	110-93-0	C ₈ H ₁₄ O	清香、果香	1307.9	933.548	1.162
酮类合计(10种)							
23	异丁醇	78-83-1	C ₄ H ₁₀ O	清香	1142.8	585.197	1.171
24	正戊醇	71-41-0	C ₅ H ₁₂ O	面包香、酒香、果香	1277.3	856.171	1.255
25	3-辛醇	3191-86-4	C ₈ H ₁₆ O	坚果香,蘑菇香	1448.1	1387.920	1.158
醇类合计(3种)							
26	乙酸 M	64-19-7	C ₂ H ₄ O ₂	酸味	1394.2	1191.672	1.055
27	乙酸 D	64-19-7	C ₂ H ₄ O ₂	酸味	1391.7	1183.236	1.159
28	正戊酸	109-52-4	C ₅ H ₁₀ O ₂	腐败味	906.7	300.076	1.235
29	脱氢乙酸	520-45-6	C ₈ H ₈ O ₄	—	1467.1	1464.452	1.299
酸类合计(4种)							
30	戊酸乙酯	539-82-2	C ₇ H ₁₄ O ₂	—	1123.3	553.768	1.271
31	丙酸乙酯	105-37-3	C ₅ H ₁₀ O ₂	果香、朗姆酒香气	954.6	343.619	1.143
32	乙酸乙酯 M	141-78-6	C ₄ H ₈ O ₂	果香、酒香	876.0	275.096	1.095
33	乙酸乙酯 D	141-78-6	C ₄ H ₈ O ₂	果香、酒香	869.3	269.986	1.332
34	(-)-乳酸乙酯	687-47-8	C ₅ H ₁₀ O ₃	果香、酒香	809.5	227.974	1.151
35	乙酸甲酯	79-20-9	C ₃ H ₆ O ₂	微甘香、果香	795.2	218.890	1.195
36	乙酸桂酯	103-54-8	C ₁₁ H ₁₂ O ₂	甜香、膏香、花香	1468.0	1467.907	1.080
37	己酸丁酯	626-82-4	C ₁₀ H ₂₀ O ₂	菠萝、葡萄酒香	1444.7	1374.474	1.471
38	异硫氰酸烯丙酯	57-06-7	C ₄ H ₅ NS	臭味、辣味	1369.7	1111.859	1.095
39	乙酸二氢香芹酯	20777-49-5	C ₁₂ H ₂₀ O ₂	玫瑰香、薄荷味	1309.0	936.257	1.229
40	异戊酸丁酯	109-19-3	C ₉ H ₁₈ O ₂	香蕉香、蓝干酪香	1286.7	879.163	1.385
41	甲酸乙酯	109-94-4	C ₃ H ₆ O ₂	辛辣味、朗姆酒香	799.7	221.729	1.071
42	丙酸异丁酯	540-42-1	C ₇ H ₁₄ O ₂	菠萝香、朗姆酒香	881.0	279.070	1.284
43	反-2-己烯酸乙酯	27829-72-7	C ₈ H ₁₄ O ₂	清香、果香	1062.6	466.404	1.323
44	母菊酯	39255-32-8	C ₈ H ₁₆ O ₂	—	1168.0	628.412	1.300
酯类合计(15种)							
45	丁基苯	104-51-8	C ₁₀ H ₁₄	—	1298.1	907.903	1.210
46	水芹烯	99-83-2	C ₁₀ H ₁₆	辛辣味、薄荷味	1169.3	630.769	1.221
47	正十一烷	1120-21-4	C ₁₁ H ₂₄	汽油	1097.6	514.871	1.238
48	β-蒎烯	127-91-3	C ₁₀ H ₁₆	松木香、树脂香	1139.0	578.911	1.297
49	丁基环己烷	1678-93-9	C ₁₀ H ₂₀	—	1080.1	490.099	1.255
50	γ-松油烯	99-85-4	C ₁₀ H ₁₆	柑橘、柠檬	1270.5	839.772	1.213
51	1,4-二氯苯	73513-56-1	C ₆ H ₂ Cl ₂	—	1445.1	1375.900	1.132
烃类合计(7种)							
52	四氢吡咯	123-75-1	C ₄ H ₉ N	—	1030.1	425.475	1.046
53	2-乙基呋喃	3208-16-0	C ₆ H ₈ O	焦香、甜香、咖啡香	964.5	353.443	1.042
54	2-甲氧基-3-异丁基吡嗪	24683-00-9	C ₉ H ₁₄ N ₂ O	青甜椒、胡椒香	1480.6	1521.464	1.308
55	2,4,5-三甲基噻唑	13623-11-5	C ₆ H ₉ NS	可可香、坚果香	1423.8	1295.426	1.148
56	2-甲基-3-甲硫基呋喃	63012-97-5	C ₆ H ₈ OS	辛香、葱蒜香	1351.4	1055.759	1.104
57	2-乙基吡啶	100-71-0	C ₇ H ₉ N	不愉快气味	1334.1	1005.166	1.106
58	2-甲基吡嗪	109-08-0	C ₅ H ₆ N ₂	烘烤味	1288.2	882.756	1.087
59	异喹啉	119-65-3	C ₉ H ₇ N	茴香油香	1286.4	878.445	1.196
60	2,4-二甲基噻唑	541-58-2	C ₅ H ₇ NS	可可香、肉香	1281.2	865.512	1.093
61	四氢呋喃	109-99-9	C ₄ H ₈ O	—	648.4	144.518	1.082
62	4,5-二甲基噻唑	3581-91-7	C ₅ H ₇ NS	青香、烤坚果香	1362.0	1087.850	1.480
63	左旋玫瑰醚	3033-23-6	C ₁₀ H ₁₈ O	玫瑰香	1121.8	551.491	1.365
杂环类合计(12种)							

续表 5

序号	挥发性物质	CAS号	分子式	气味描述	RI	Rt(s)	Dt(a.u.)
64	4-乙基愈创木酚	2785-89-9	C ₉ H ₁₂ O ₂	大豆香、草药香	1246.9	785.557	1.242
65	苯甲醚	100-66-3	C ₇ H ₈ O	茴香、甜香	1353.1	1060.670	1.064
66	玫瑰醚	16409-43-1	C ₁₀ H ₁₈ O	玫瑰香	1369.9	1112.508	1.364
67	二甲基二硫醚	624-92-0	C ₂ H ₆ S ₂	不愉快气味	1065.0	469.635	1.147
68	3-戊烯腈	16529-66-1	C ₅ H ₇ N	刺激性气味	708.3	171.201	1.178
69	糠基甲基硫醚	1438-91-1	C ₆ H ₈ OS	洋葱味, 咖啡香	1432.8	1328.838	1.144
其它合计(6种)							
总计(69种)							

注: M、D 分别代表物质的单体、二聚体;“-”代表无明显特征气味。RI: 保留指数; Rt: 保留时间; Dt: 离子迁移时间。气味描述来源于网站: <https://www.thegoodscentscompany.com/search2.html>。

以 69 种 VOCs 含量为因变量, 不同制油工艺为自变量进行主成分分析(图 7A)和 OPLS-DA (图 7B)。由图可知, 6 种海南山茶油可被很好地区分开, 海南山茶油的前两个主成分(PC1 和 PC2)的总贡献率超过了 85%, 说明前两个主成分可以反映出大部分的样品信息。NT-SBEO 和 HT-SBEO 样品接近说明两种油样风味相似, 这与上文 GC-MS 数据论述结果一致。同时对 OPLS-DA 模型的 R^2 和 Q^2 值进行评估。模型中自变量拟合指数(R_x^2)为 0.984, 因变量拟合指数(R_y^2)为 0.996, Q^2 为 0.978, R^2 接近 1 表示模型拟合优秀。

模型采用置换检验做进一步验证, 只有检验未

过拟合的模型才能用于数据可视化分析和 VIP 值的计算。经过 200 次置换检验, 结果如图 7C 所示, 模型预测指数(Q^2)为-0.927, $|Q^2|>0.5$, 以上结果表明, 该模型不存在过拟合现象, 因此, 该方法可以用于不同加工工艺制取的海南山茶油的风味物质差异性分析。

VIP 值越大表明该物质对风味的贡献度越大^[32], 通过对挥发性物质含量的 VIP 值大小进行分析, 按照 $VIP \geq 1$ 和 $P < 0.05$ 的原则筛选出了 29 种挥发性物质, 图 7D 中方框区域为贡献值较大的关键差异挥发性化合物。主要包括 4 种醛类、1 种醇类、1 种酸类、5 种酯类、4 种酮类、3 种烯烃类和 11 种杂环类

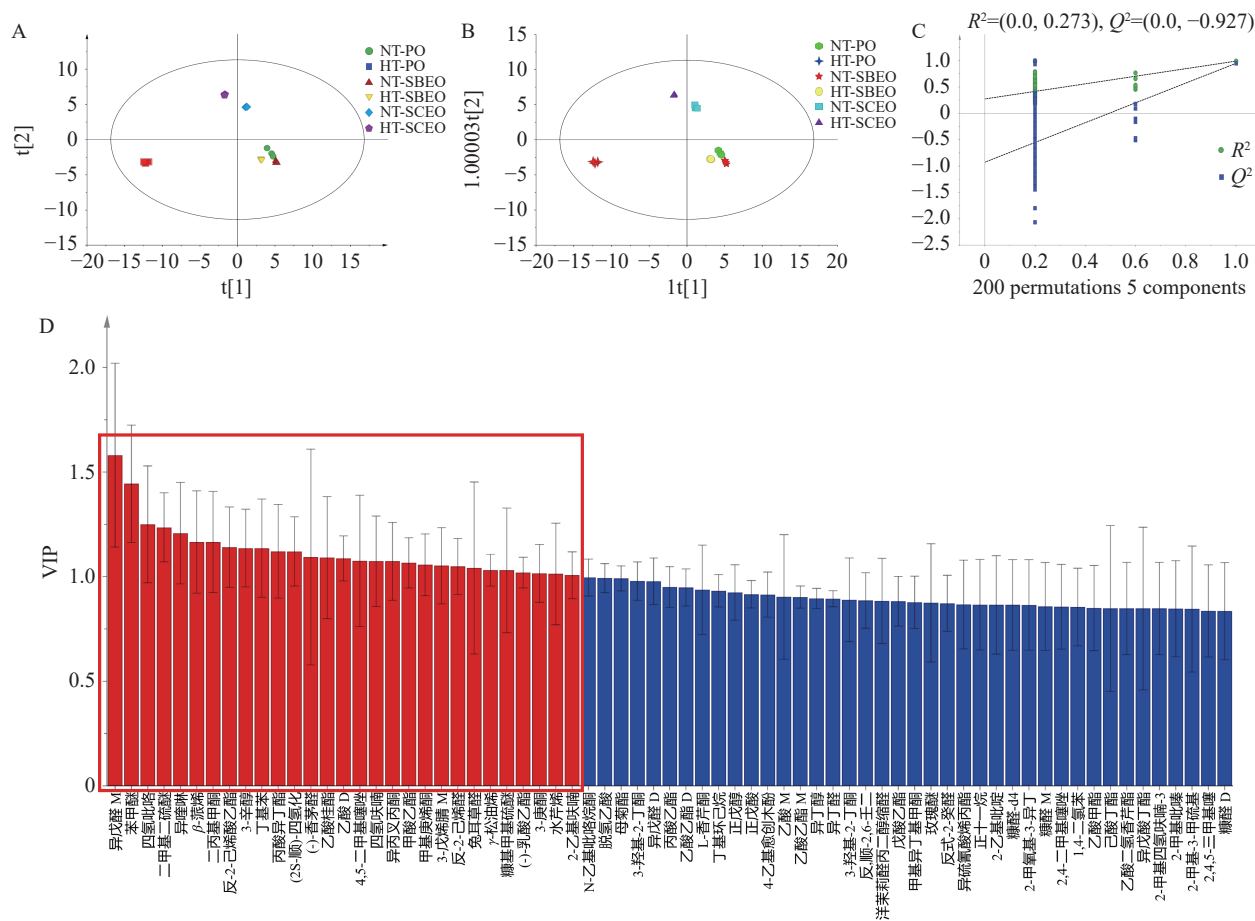


图 7 基于 GC-IMS 的不同工艺制取海南山茶油分析

Fig.7 Analysis of Hainan camellia oil obtained through different processes based on GC-IMS

注: A: 主成分得分图; B: OPLS-DA 载荷散点图; C: OPLS-DA 模型的随机置换检验; D: VIP 值。

物质,推测这些类物质可能是海南山茶油重要挥发性化合物。

3 结论

本研究集中探讨了不同工艺对海南山茶油风味品质的影响。结果表明,在出油率方面,HT-SCE工艺表现最为优异;而在酸价和碘值方面,SCE工艺所制取的油样酸价相对较低而碘值较高;就水分含量而言,NT-SCEO与HT-SCEO显著高于其它工艺制取的油样($P<0.05$);在过氧化值方面,HT-P和HT-SCE工艺油样数值最低。从脂肪酸组成来看,不同制油工艺所制取的海南山茶油在脂肪酸种类上具有一致性,其中油酸比例均超过75%,棕榈酸、亚油酸和硬脂酸次之。NT-SCE工艺制取的油样中油酸占比最高,综合基础理化指标,超临界CO₂技术制取的海南山茶油具有较高营养价值。在风味研究方面,共鉴定出160种挥发性化合物。这些化合物在6种制油工艺制取的海南山茶油中,其类别总体相似,但含量存在显著差异。除HT-P工艺外,SCE工艺制取的油样中VOCs含量显著高于其它3种油样($P<0.05$)。在相同工艺条件下,经高温烘焙处理的油样VOCs含量均高于常温处理的油样,且其醛类、酮类和酯类物质含量也相对较高。此外,醚类和酚类化合物仅在GC-IMS检测中被发现。采用OPLS-DA对GC-MS和GC-IMS数据分别筛选出46和29种差异挥发性物质,继而通过聚类热图进一步直观地呈现了6种海南山茶油的差异。综上可以看出超临界CO₂技术更适用于海南山茶油的制取。该研究为海南山茶油的加工工艺选择提供了理论依据。

本研究目前尚未解析不同工艺制取的海南山茶油关键香气贡献物质以及加工工艺对香气影响的机理,因此后续研究可着重于关键香气贡献物质的鉴定和通过代谢途径解析不同工艺产生风味变化的原因,为海南山茶油实际生产中加工工艺的应用提供进一步的理论依据。

© The Author(s) 2025. 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] 张学强.大别山区油茶产业提质增效问题研究[D].郑州:河南农业大学,2024. [ZHANG X Q. Research on the quality and efficiency of oil tea industry in Dabie mountain area[D]. Zhengzhou: Henan Agricultural University, 2024.]
- [2] 谭传波,刘想,杨友志.山茶油饮食文化开发对我国油茶产业发展的影响分析[J].粮食科技与经济,2020,45(8):138-141. [TAN C B, LIU X, YANG Y Z. Analysis of the impact of camellia oil diet culture development on the development of China's oil tea industry[J]. Food Science, Technology and Economy, 2020, 45(8): 138-141.]
- [3] WEI C Q, LIU W Y, XI W P, et al. Comparison of volatile compounds of hot-pressed, cold-pressed and solvent-extracted

flaxseed oils analyzed by SPME-GC/MS combined with electronic nose: Major volatiles can be used as markers to distinguish differently processed oils[J]. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 2015, 117(3): 320-330.

- [4] 王海艳.油茶籽油提取及分子蒸馏脱酸工艺研究[D].合肥:安徽农业大学,2023. [WANG H Y. Research on the extraction and molecular distillation deacidification process of *Camellia oleifera* seed oil[D]. Hefei: Anhui Agricultural University, 2023.]
- [5] 邓淑君.油莎豆微波稳态化和亚临界萃取工艺研究[D].武汉:武汉轻工大学,2023. [DENG S J. Research on microwave stabilization and subcritical extraction process of *olea europaea*[D]. Wuhan: Wuhan Polytechnic University, 2023.]
- [6] 郭婷婷,万楚筠,黄凤洪,等.亚临界流体萃取油脂及微量成分研究进展[J].中国油料作物学报,2020,42(1):154-160. [GUO T T, WAN C J, HUANG F H, et al. Advances in subcritical fluid extraction of oils and trace components[J]. *Chinese Journal of Oil Crops Science*, 2020, 42(1): 154-160.]
- [7] 杨倩,祁赬,王金顺,等.亚临界萃取牡丹籽油的工艺研究[J].中国油脂,2016,41(5):15-18. [YANG Q, QI K, WANG J S, et al. Research on the process of subcritical extraction of peony seed oil[J]. *China Oils and Fats*, 2016, 41(5): 15-18.]
- [8] 林泉松,谭劼,周在富,等.超临界CO₂萃取牛蒡子植物油的工艺研究[J].食品安全导刊,2022(4):122-124. [LIN Q S, TAN J, ZHOU Z F, et al. Process study of supercritical CO₂ extraction of burdock seed vegetable oil[J]. *China Food Safety Magazine*, 2022 (4): 122-124.]
- [9] ZHENG X, ZHANG S, AI B, et al. Adulteration identification of Hainan camellia (*Camellia oleifera* Abel.) oil based on comprehensive two-dimensional gas chromatography and quadrupole time-of-flight mass coupled with chemometrics spectrometry[J]. *International Journal of Food Science and Technology*, 2024, 59(4): 2305-2317.
- [10] FU J, WANG J, CHEN Z, et al. Application of stable isotope and mineral element fingerprint in identification of Hainan *Camellia* oil producing area based on convolutional neural networks[J]. *Food Control*, 2023, 150: 9.
- [11] XIA T, XIONG Z, WANG C, et al. Comprehensive analysis of the effects of the traditional stir-fry process on the dynamic changes of volatile metabolites in Hainan *Camellia* oil[J]. *Food Chemistry-X*, 2024, 23: 9.
- [12] JIA X, ZHOU Q, HUANG D, et al. Insight into the comparison of key aroma-active compounds between camellia oils from different processing technology[J]. *Food Chemistry*, 2024, 430: 13.
- [13] 袁彬宏,贾懿敏,杨旖旎,等.不同品种浓香亚麻籽油的呈香特征解析[J].食品安全质量检测学报,2023,14(8):90-100. [YUAN B H, JIA Y M, YANG Y N, et al. Analysis of aroma characteristics of different varieties of strongly flavoured linseed oil[J]. *Journal of Food Safety and Quality*, 2023, 14(8): 90-100.]
- [14] 周范琳,陈塔,张团结,等.油茶籽油提取和包埋技术研究进展[J].食品科学,2025,46(6):354-370. [ZHOU F L, CHEN G, ZHANG T J, et al. Advances in oil extraction and embedding technology of *Camellia sinensis* seed oil[J]. *Food Science*, 2025, 46(6): 354-370.]
- [15] 邓淑君,杨国燕,刘佳杰,等.不同工艺制取油莎豆油的品质与风味分析[J].中国食品学报,2024,24(9):443-456. [DENG S J, YANG G Y, LIU J J, et al. Quality and flavor analysis of *olea europaea* soybean oil produced by different processes[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*[J], 2024, 24(9): 443-456.]

- [16] 宋亚, 王元泽, 冯鑫鑫, 等. 6 种不同方法提取的八月瓜果籽油品质特征研究[J]. 中国粮油学报, 2025, 40(2): 146–153. [SONG Y, WANG Y Z, FENG X X, et al. Quality characteristics of seed oil extracted from *Akebia trifoliata* fruit by six different methods[J]. Chinese Journal of Cereals and Oils, 2025, 40(2): 146–153.]
- [17] CUI N, WANG G, MA Q, et al. Effect of cold-pressed on fatty acid profile, bioactive compounds and oil oxidation of hazelnut during oxidation process[J]. LWT-Food Science & Technology, 2021, 140: 1.
- [18] DUN Q, YAO L, DENG Z, et al. Effects of hot and cold-pressed processes on volatile compounds of peanut oil and corresponding analysis of characteristic flavor components[J]. LWT-Food Science & Technology, 2019, 112: 9.
- [19] 喻晴, 王远兴. SPME-GC-MS 结合化学计量学方法分析 4 种植物油挥发性成分[J]. 南昌大学学报(理科版), 2019, 43(3): 231–240. [YU Q, WANG Y X. Analysis of volatile components of four vegetable oils by SPME-GC-MS combined with chemometric methods[J]. Journal of Nanchang University(Nature Science), 2019, 43(3): 231–240.]
- [20] 杜文斌, 王羽桐, 徐玉霞, 等. 羊脂肪关键香气成分分析[J]. 食品科学, 2022, 43(8): 198–203. [DU W B, WANG Y T, XU Y X, et al. Analysis of key aroma components of sheep fat[J]. Food Science, 2022, 43(8): 198–203.]
- [21] HE J, WU X, ZHOU Y, et al. Effects of different preheat treatments on volatile compounds of camellia (*Camellia oleifera* Abel.) seed oil and formation mechanism of key aroma compounds[J]. Journal of Food Biochemistry, 2021, 45(3): 18.
- [22] MARIKO YASUSHI E, KENSHIRO F. Retardation of volatile aldehyde formation in the exhaust of frying oil by heating under low oxygen atmospheres[J]. Journal of the American Oil Chemists' Society, 2002, 79(9): 909–914.
- [23] DONG L, PIAO Y, ZHANG X, et al. Analysis of volatile compounds from a malting process using headspace solid-phase micro-extraction and GC-MS[J]. Food Research International, 2013, 51(2): 783–789.
- [24] CAO W, LIN L, NIU Y, et al. Characterization of aroma volatiles in *Camellia* seed oils (*Camellia oleifera* AbeL.) by HS-SPME/GC/MS and electronic nose combined with multivariate analysis[J]. Food Science and Technology Research, 2016, 22(4): 497–505.
- [25] 贾潇, 周琦, 杨旖旎. 3 种坚果油的挥发性成分提取及关键风味成分分析[J]. 中国油脂, 2020, 45(7): 35–41. [JIA X, ZHOU Q, YANG Y N. Extraction of volatile components and analysis of key flavour components of three nut oils[J]. China Oils and Fats, 2020, 45(7): 35–41.]
- [26] 王浩文, 王传明, 王红强, 等. 四川火锅底料加工过程中风味变化规律[J]. 中国调味品, 2022, 47(11): 173–177. [WANG H W, WANG C M, WANG H Q, et al. Changing law of flavour during processing of Sichuan hotpot base[J]. China Condiment, 2022, 47(11): 173–177.]
- [27] SHRESTHA K, GEMECHU F G, DE MEULENAER B. A novel insight on the high oxidative stability of roasted mustard seed oil in relation to phospholipid, Maillard type reaction products, tocopherol and canolol contents[J]. Food Research International, 2013, 54(1): 587–594.
- [28] WANG Z, CHEN X, LIU Q, et al. Untargeted metabolomics analysis based on LC-IM-QTOF-MS for discriminating geographical origin and vintage of Chinese red wine[J]. Food Research International, 2023, 165: 10.
- [29] XIAO L, LI C, CHAI D, et al. Volatile compound profiling from soybean oil in the heating process[J]. Food Science & Nutrition, 2020, 8(2): 1139–1149.
- [30] TIAN X, LI Z J, CHAO Y Z, et al. Evaluation by electronic tongue and headspace-GC-IMS analyses of the flavor compounds in dry-cured pork with different salt content[J]. Food Research International, 2020, 137: 10.
- [31] 田梅兰, 刘杨柳, 马爱进, 等. 三种市售烟熏液特性评价及其在熏泥鳅加工中的应用[J]. 食品工业科技, 2025, 46(10): 301–310. [TIAN M L, LIU Y L, MA A J, et al. Evaluation of the characteristics of three commercially available fumigant liquids and their application in the processing of smoked loach[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(10): 301–310.]
- [32] 姜锦惠, 潘国杨, 陶鑫禹, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 结合多元统计分析市售豆酱的挥发性风味物质[J/OL]. 食品工业科技: 1–19. [2025-02-20]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024090227>. [JIANG J H, PAN G Y, TAO X Y, et al. Analysis of volatile flavor substances in commercially available soybean paste based on HS-SPME-GC-MS combined with multivariate statistics[J/OL]. Science and Technology of Food Industry: 1–19. [2025-02-20]. <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024090227>.]