

# 冷榨亚麻籽油特征风味成分分析

衡新蕊, 王天亮, 姚云平\*, 李昌模\*

(天津科技大学食品科学与工程学院, 食品营养与安全教育部重点实验室, 天津 300457)

**摘要:** 本研究采用定量描述分析法、顶空固相微萃取和同时蒸馏萃取法及气相色谱-质谱-嗅闻仪 (gas chromatography-mass spectrometry-olfactometry, GC-MS-O) 结合化学计量分析方法分析冷榨亚麻籽油的整体风味特征及挥发性风味物质。结果表明: 冷榨亚麻籽油的风味独特, 主要呈新鲜清新的青草味及鱼腥味。GC-MS共检测出34种挥发性物质, 包括醛类12种、醇类7种、酸类5种、萜烯类3种、烷烃类3种、酮类2种及芳香族类化合物2种。综合GC-O、检测频率值 $\geq 6$ 以及气味活度值 $\geq 1$ 分析, 明确了2-乙基己醇、己醇、(E)-2-己烯醛、己醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛是冷榨亚麻籽油青草味的主要来源物质, 而(Z)-4-庚烯醛是鱼腥味的主要来源物质。通过主成分分析进一步验证了不同地区冷榨亚麻籽油的特征风味强度与感官风味属性间的相关性。本研究结果可为冷榨亚麻籽油的风味改善、工艺优化及品质提升提供理论参考依据。

**关键词:** 冷榨亚麻籽油; 气相色谱-质谱-嗅闻仪; 气味活度值; 检测频率

## Analysis of Characteristic Flavor Components in Cold-Pressed Flaxseed Oil

HENG Xinrui, WANG Tianliang, YAO Yunping\*, LI Changmo\*

(State Key Laboratory of Food Nutrition and Safety, College of Food Science and Engineering,  
Tianjin University of Science & Technology, Tianjin 300457, China)

**Abstract:** In this study, the flavor characteristics and volatile compounds of cold-pressed flaxseed oil were analyzed using quantitative descriptive analysis, headspace solid phase microextraction and simultaneous distillation extraction coupled with gas chromatography-mass spectrometry-olfactometry (GC-MS-O) and chemometrics. The results showed that cold-pressed flaxseed oil had a unique flavor, mainly presenting fresh grassy and fishy flavors. Totally 34 characteristic volatile components were detected, including 12 aldehydes, 7 alcohols, 5 acids, 3 terpenes, 3 alkanes, 2 ketones and 2 aromatic compounds. Based on GC-O analysis, detection frequency ( $DF \geq 6$ ) and odor activity value ( $OAV \geq 1$ ), 2-ethyl hexanol, hexanol, (E)-2-hexenal, hexanal, and (E,E)-2,4-heptadienal were found to be the major contributors to the grassy flavor, and (Z)-4-heptenal the major contributor to fishy flavor. Principal component analysis (PCA) validated the correlation between the characteristic flavor intensity and the sensory flavor attributes of cold-pressed flaxseed oil from different regions. The results of this study can provide a theoretical basis for improving the aroma, processing and quality of cold-pressed flaxseed oil.

**Keywords:** cold-pressed flaxseed oils; gas chromatography-mass spectrometry-olfactometry; odor activity value; detection frequency  
DOI:10.7506/spkx1002-6630-20230425-242

中图分类号: TS227

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630 (2024) 02-0211-07

引文格式:

衡新蕊, 王天亮, 姚云平, 等. 冷榨亚麻籽油特征风味成分分析[J]. 食品科学, 2024, 45(2): 211-217. DOI:10.7506/spkx1002-6630-20230425-242. <http://www.spkx.net.cn>

HENG Xinrui, WANG Tianliang, YAO Yunping, et al. Analysis of characteristic flavor components in cold-pressed flaxseed oil[J]. Food Science, 2024, 45(2): 211-217. (in Chinese with English abstract) DOI:10.7506/spkx1002-6630-20230425-242. <http://www.spkx.net.cn>

收稿日期: 2023-04-25

基金项目: 国家自然科学基金青年科学基金项目 (31901650)

第一作者简介: 衡新蕊 (1996—) (ORCID: 0009-0008-9422-0499), 女, 硕士, 研究方向为油脂加工。E-mail: 569579653@qq.com

\*通信作者简介: 姚云平 (1985—) (ORCID: 0000-0002-3147-1492), 女, 副教授, 博士, 研究方向为油脂营养与安全。

E-mail: yaoyunping@tust.edu.cn

李昌模 (1971—) (ORCID: 0000-0002-4109-0773), 男, 教授, 博士, 研究方向为油脂营养与安全。

E-mail: licm@tust.edu.cn

亚麻 (*Linum usitatissimum* L.) 又称胡麻, 属于亚麻科、亚麻属的一年生草本植物<sup>[1]</sup>。亚麻籽富含具有特定生理功能的营养物质, 包括亚麻酸、蛋白质、木脂素和膳食纤维<sup>[2]</sup>, 对人体有重要的保健作用, 如促进脑神经发育、增强记忆、提高免疫力、促进体内饱和脂肪酸代谢、预防脑梗塞及心肌梗塞<sup>[3]</sup>。除营养价值外, 风味也是产品品质的重要评价指标, 是消费者考虑的重要因素之一。

目前对亚麻籽油风味方面的研究主要集中于原料、温度、工艺条件等因素对亚麻籽油风味的影响<sup>[4-7]</sup>。其中工艺条件和压榨温度是影响亚麻籽油风味的主要因素。韩玉泽等<sup>[8]</sup>对青海40种亚麻籽油挥发性成分进行鉴定, 共发现58种挥发性物质, 其中醛类物质占比最高。Wei Changqing等<sup>[9]</sup>发现己醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛、(E,E)-2,4-戊二烯醛、1-己醇等物质是区分冷榨、热榨及溶剂萃取亚麻籽油的关键挥发性化合物。由于冷榨亚麻籽油的低温工艺可以很大程度上保留其营养成分, 因此受到更多消费者的青睐。于文龙等<sup>[10]</sup>利用顶空固相微萃取结合气相色谱-质谱-嗅闻技术鉴定出己醛、1-辛烯-3-醇、壬醛、乙酸、己酸等醛醇类化合物是冷榨亚麻籽油的主要呈香物质。但是目前对冷榨亚麻籽油特有的鱼腥味物质来源尚不清晰。

提取亚麻籽油中的挥发性化合物多采用顶空固相微萃取, 但该方法对于低挥发性、高沸点的物质具有一定局限性。同时蒸馏萃取作为一种成功且可靠的挥发性提取技术, 具有萃取效率高、可萃取高沸点物质的优势<sup>[11]</sup>, 已经应用于橄榄油、花生油等食用油的风味研究中<sup>[12]</sup>。因此, 本研究利用顶空固相微萃取和同时蒸馏萃取相结合的方式对我国4个主要地区(内蒙古、山西、甘肃、新疆)的冷榨亚麻籽油风味成分进行提取, 采用定量描述分析法、气相色谱-质谱-嗅闻技术鉴定, 结合检测频率(detection frequency, DF)值和气味活度值(odor activity value, OAV)筛选冷榨亚麻籽油中的特征风味物质, 旨在为改善冷榨亚麻籽油风味品质及工艺技术改进提供理论依据。

## 1 材料与amp;方法

### 1.1 材料与试剂

亚麻籽(原产地: 新疆、内蒙古、甘肃、山西)购于当地种子批发市场; 正构烷烃(C<sub>7</sub>~C<sub>40</sub>)、2-甲基-3-庚酮(≥99.0%) 美国Sigma-Aldrich公司; 二氯甲烷(色谱纯) 国药集团化学试剂有限公司; 2-乙基己醇(>98.0%)、己醇(>98.0%)、1-辛烯-3-醇(>98.0%)、己醛(≥99.0%)、癸醛(98.0%)、2-十一烯醛(>97.0%)、(E,E)-2,4-庚二烯醛(>98.0%)、柠檬烯(>98.0%) 上海阿拉丁生化科技股份有限公司。

### 1.2 仪器与设备

7890A-5975C气相色谱-质谱联用仪 美国Agilent公司; ODP3嗅闻仪 德国Gerstel公司; 50/30 μm DVB/CAR/PDMS萃取头 美国Supelco公司; 小型冷榨榨油机 郑州宇收重工有限公司; 同时蒸馏萃取装置 郑州鑫尔瑞化验用品有限公司; KD浓缩器 上海书培实验设备有限公司; 分子蒸馏仪 德国UIC公司。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 冷榨亚麻籽油制备

将亚麻籽(500 g)用小型冷榨榨油机进行压榨, 压榨后得出的亚麻籽油进行离心、过滤后置于100 mL棕色玻璃瓶中, 4 °C保存。

#### 1.3.2 感官评定

采用定量描述性分析对冷榨亚麻籽油进行感官评价, 评价小组由10名成员组成, 包括4名男性和6名女性, 平均年龄为24岁<sup>[13]</sup>。感官评价在标准感官实验室进行, 实验前评价人员均依据GB/T 5525—2008《植物油脂透明度、气味、滋味鉴定法》进行了专业的感官培训。取5.0 g冷榨亚麻籽油于棕色不透明玻璃瓶中, 结合先前的研究基础以及感官评价人员的感官描述, 经讨论筛选后确定冷榨亚麻籽油的6个感官描述词: 青草味、蘑菇味、油脂味、杏仁味、鱼腥味、异味。评价结果采用10分制打分(0分表示未嗅闻到, 10分表示气味极强), 每个样品重复评价3次, 记录各评价人员的评分结果, 最后取平均值即为感官评价结果。

#### 1.3.3 气相色谱-质谱-嗅闻仪分析

顶空固相微萃取条件: 取5.0 g冷榨亚麻籽油及1 μL内标(2-甲基-3-庚酮816 μg/mL)置于20 mL顶空瓶中, 用聚四氟乙烯硅胶垫密封, 于60 °C水浴平衡10 min后, 将老化的50/30 μm DVB/CAR/PDMS萃取头旋入瓶中距离液面约1 cm处, 萃取40 min, 解吸7 min。

同时蒸馏条件: 取5.0 g冷榨亚麻籽油及1 μL内标(2-甲基-3-庚酮816 μg/mL)置于250 mL圆底烧瓶中, 加入50 mL蒸馏水及少许沸石, 接至同时蒸馏萃取装置的一端, 温度在100~105 °C使之保持沸腾, 用电热套进行控制加热。装置另一端接盛有25 mL二氯甲烷的圆底烧瓶, 以65 °C恒温水浴加热, 连续萃取3 h。萃取结束后用无水硫酸钠脱水, 然后用KD浓缩管浓缩至5 mL, 氮气吹至3 mL, 将萃取液过膜后取1 μL进样<sup>[14]</sup>。

气相色谱条件: 采用HP-5 MS色谱柱(60 m×0.25 mm, 0.25 μm); 载气为氦气, 流速1 mL/min; 升温程序: 初始温度40 °C并保持3 min, 以4 °C/min速率升至150 °C, 保持1 min, 以8 °C/min升到250 °C保持6 min; 进样方式为不分流进样, 进样口温度为250 °C。

质谱条件: 电子电离源, 电离能量为70 eV; 离子源温度230 °C, 接口温度250 °C, 四极杆温度150 °C; 扫描模式为全扫描, 质量扫描范围m/z 30~450。

嗅闻仪条件：ODP3嗅闻仪接口温度为220 °C，流出成分在毛细管末端以1:1的分流比流入闻香器，为防止评价人员鼻腔干燥，持续通入湿润的空气，空气流速为50 mL/min<sup>[15]</sup>。

### 1.3.4 定性分析

气相色谱-质谱中检测到的挥发性化合物与NIST谱库进行比较，同时根据相同色谱条件下正构烷烃(C<sub>7</sub>~C<sub>40</sub>)的保留时间计算检测到挥发性化合物的保留指数(Kováts index, KI)<sup>[16]</sup>, KI按式(1)计算:

$$KI = 100 \times n + \frac{t_x - t_n}{t_{(n+1)} - t_n} \times 100 \quad (1)$$

式中:  $t_x$ 为待测化合物x的保留时间;  $t_n$ 为碳原子数为n的正构烷烃的保留时间;  $t_{(n+1)}$ 为碳原子数为n+1的正构烷烃保留时间; n为碳原子数。

### 1.3.5 定量分析

内标法定量: 采用内标法进行定量, 根据已知质量浓度内标物质2-甲基-3-庚酮(816 μg/mL)的峰面积按式(2)计算:

$$\text{挥发性物质质量浓度}(\mu\text{g/L}) = \frac{\text{组分峰面积} \times \text{标准品质量浓度}}{\text{标准品峰面积}} \quad (2)$$

外标法定量: 将所需定量的风味化合物按照不同浓度梯度添加至冷榨亚麻籽油空白基质中, 纵坐标表示峰面积比(风味物质峰面积/标准品峰面积), 横坐标表示质量浓度比(风味物质质量浓度/标准品质量浓度), 构建标准曲线<sup>[17]</sup>。

空白基质: 冷榨亚麻籽油采用分子蒸馏法, 将风味物质去除获取空白基质, 通过气相色谱-质谱进样检测, 未发现风味物质即所得冷榨亚麻籽油空白基质<sup>[18]</sup>。

### 1.3.6 DF分析

由10名具有嗅闻经验的评价人员进行嗅闻, 采用DF法对样品进行分析。要求评价员对样品中每一保留时间上的风味物质气味呈现与否进行感官评定及描述。评价人员需要在开始和结束时准确记录气味活性化合物, 记录DF值不小于6(检测总人数为10)的风味物质, 判断为有效香气贡献物, 每组样品嗅闻3次<sup>[19]</sup>。

### 1.3.7 OAV分析

挥发性化合物的OAV通过式(3)得出<sup>[20]</sup>:

$$OAV = \frac{C}{OT} \quad (3)$$

式中: C为根据外标法计算出的该化合物浓度; OT为该化合物在油中的嗅觉阈值, 一般来说, 挥发性化合物的OAV越大, 对风味的贡献越高。

## 1.4 数据处理

本研究所有实验重复3次, 并取平均值用于分析统计, 使用SPSS 23.0软件对数据进行单因素方差分析( $P < 0.05$ , 差异显著), 使用Origin 2020软件进行主成分分析(principal component analysis, PCA)。

## 2 结果与分析

### 2.1 冷榨亚麻籽油的整体风味特征

感官评价是评价植物油脂质及香气轮廓的常用方法, 为了全面分析植物油脂的风味品质, 常将感官评价与仪器分析结合使用<sup>[21]</sup>。本研究根据感官评价中的描述性分析, 对冷榨亚麻籽油的风味特点进行感官评定, 感官评价人员以1~10分的标准按照气味由弱至强进行打分(表1)。

表1 冷榨亚麻籽油感官评价标准

感官属性	描述	参照物	评分(由弱至强)
青草味	新鲜的青草味	青草	1~10
鱼腥味	鱼油的腥味	鱼油	1~10
杏仁味	杏仁的风味	杏仁	1~10
蘑菇味	蘑菇的风味	蘑菇	1~10
油脂味	精炼后的食用油脂	色拉油	1~10
异味	哈喇味	变质的油	1~10

低温压榨过程中很大程度上保留亚麻籽植物的味道, 由图1可知, 冷榨亚麻籽油主要呈青草及鱼腥味, 4个地区的冷榨亚麻籽油均无异味产生, 此结果符合冷榨亚麻籽油的风味属性。其中, 新疆产地的亚麻籽油的鱼腥味(9.0分)、蘑菇味(3.0分)及青草味(7.2分)最为明显。山西产地的亚麻籽油杏仁味(2.9分)更加突出, 青草味及鱼腥味均低于其他产地的亚麻籽油, 而内蒙古产地亚麻籽油整体风味最为清淡柔和。总体来说, 冷榨亚麻籽油主要呈新鲜清新的青草、鱼腥及油脂味, 此特征气味区别于其他食用植物油脂, 具有风味独特性。

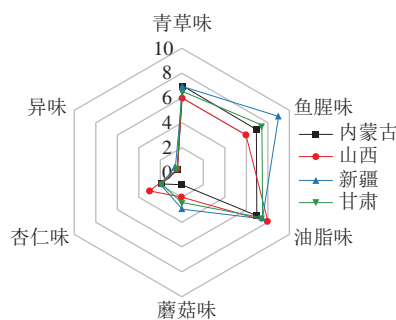


图1 冷榨亚麻籽油感官评价雷达图

Fig. 1 Radar chart of sensory evaluation of cold-pressed flaxseed oil

### 2.2 冷榨亚麻籽油的挥发性成分

采用气相色谱-质谱分析鉴定冷榨亚麻籽油的挥发性成分组成, 共鉴定出34种挥发性物质, 包括醛类12种、醇类7种、酸类5种、萜烯类3种、烷烃类3种、酮类2种及芳香族类化合物2种(表2)。与单一顶空固相微萃取法相比<sup>[10]</sup>, 利用顶空固相微萃取结合同时蒸馏萃取的方法能多筛选出7种挥发性物质。

表2 冷榨亚麻籽油挥发性化合物气相色谱-质谱分析  
Table 2 GC-MS analysis of volatile components of cold-pressed flaxseed oil

编号	挥发性化合物	保留指数	质量浓度/( $\mu\text{g/L}$ )			
			新疆	内蒙古	山西	甘肃
<b>酸类</b>						
1	乙酸	610	0.42±0.10 <sup>a</sup>	0.37±0.03 <sup>b</sup>	0.31±0.09 <sup>c</sup>	ND
2	丙酸	794	ND	0.21±0.04 <sup>b</sup>	ND	1.12±0.05 <sup>a</sup>
3	丁酸	805	0.11±0.01 <sup>b</sup>	0.12±0.01 <sup>b</sup>	ND	0.16±0.02 <sup>a</sup>
4	戊酸	904	0.10±0.03 <sup>b</sup>	ND	0.14±0.02 <sup>a</sup>	ND
5	辛酸	1210	ND	ND	0.07±0.03 <sup>b</sup>	0.11±0.01 <sup>a</sup>
<b>醇类</b>						
6	1-戊醇	765	0.13±0.02 <sup>b</sup>	ND	0.27±0.01 <sup>a</sup>	ND
7	2-乙基-己醇	856	ND	0.37±0.07 <sup>b</sup>	0.45±0.11 <sup>a</sup>	ND
8	己醇	868	0.53±0.08 <sup>b</sup>	ND	0.86±0.05 <sup>a</sup>	0.46±0.02 <sup>c</sup>
9	1-辛烯-3-醇	980	0.26±0.04 <sup>a</sup>	ND	ND	ND
10	(Z)-3-己烯-1-醇	897	ND	0.19±0.05 <sup>a</sup>	ND	0.16±0.01 <sup>b</sup>
11	苯甲醇	1029	ND	ND	0.09±0.01 <sup>a</sup>	ND
12	2-十六醇	1072	0.03±0.01 <sup>a</sup>	ND	ND	0.02±0.00 <sup>b</sup>
<b>醛类</b>						
13	(E)-2-戊烯醛	745	ND	0.09±0.02 <sup>b</sup>	ND	0.58±0.03 <sup>a</sup>
14	(Z)-2-丁烯醛	647	ND	0.47±0.04 <sup>a</sup>	ND	ND
15	己醛	800	0.19±0.02 <sup>c</sup>	0.18±0.00 <sup>c</sup>	0.73±0.04 <sup>a</sup>	0.56±0.00 <sup>b</sup>
16	2-甲基-己醛	831	ND	ND	ND	0.04±0.01 <sup>a</sup>
17	(E)-2-己烯醛	854	0.09±0.03 <sup>a</sup>	ND	0.06±0.01 <sup>b</sup>	ND
18	(Z)-4-庚烯醛	964	0.11±0.00 <sup>a</sup>	ND	0.09±0.00 <sup>b</sup>	ND
19	(E,E)-2,4-庚二烯醛	1012	0.65±0.03 <sup>d</sup>	1.21±0.02 <sup>a</sup>	0.91±0.02 <sup>c</sup>	1.04±0.09 <sup>b</sup>
20	辛醛	1060	ND	ND	0.06±0.02 <sup>b</sup>	0.07±0.00 <sup>a</sup>
21	(E)-2-壬烯醛	1162	ND	0.93±0.13 <sup>a</sup>	ND	ND
22	壬醛	1104	0.15±0.01 <sup>b</sup>	ND	ND	0.23±0.02 <sup>a</sup>
23	(E)-2-癸烯醛	1232	0.05±0.00 <sup>c</sup>	0.16±0.02 <sup>a</sup>	0.08±0.01 <sup>b</sup>	0.05±0.00 <sup>c</sup>
24	2-十一烯醛	1367	ND	0.19±0.07 <sup>a</sup>	0.15±0.02 <sup>b</sup>	ND
<b>酮类</b>						
25	2,3-戊二酮	1171	ND	0.09±0.01 <sup>b</sup>	ND	0.16±0.01 <sup>a</sup>
26	(E,E)-3,5-辛二烯-2-酮	1073	0.08±0.00 <sup>c</sup>	0.09±0.00 <sup>b</sup>	0.13±0.01 <sup>a</sup>	ND
<b>萜烯类</b>						
27	柠檬烯	1004	0.06±0.01 <sup>a</sup>	ND	ND	ND
28	$\alpha$ -蒎烯	1092	ND	0.14±0.01 <sup>b</sup>	ND	0.57±0.03 <sup>a</sup>
29	$\gamma$ -松油烯	1060	ND	ND	0.22±0.00 <sup>a</sup>	ND
<b>芳香烃类</b>						
30	苯	654	0.40±0.03 <sup>a</sup>	ND	0.32±0.03 <sup>b</sup>	ND
31	乙苯	855	0.16±0.02 <sup>a</sup>	ND	ND	ND
<b>烷烃类</b>						
32	十三烷	1253	0.54±0.02 <sup>b</sup>	0.41±0.02 <sup>c</sup>	ND	0.69±0.02 <sup>a</sup>
33	十五烷	1335	—	0.21±0.02 <sup>b</sup>	0.27±0.02 <sup>c</sup>	ND
34	十六烷	1494	0.38±0.02 <sup>a</sup>	0.24±0.02 <sup>b</sup>	0.12±0.02 <sup>d</sup>	0.19±0.02 <sup>c</sup>

注: ND.未检测到; 同行肩标小写字母不同表示差异显著 ( $P<0.05$ )。

通过对每类化合物定量分析发现,冷榨亚麻籽油中含量最高的物质是醛类化合物,总质量浓度为1.24~3.23  $\mu\text{g/L}$ 。由于冷榨亚麻籽油富含不饱和脂肪酸,它们极易被氧化生成过氧化物或氢过氧化物,这些物质进一步分解而形成醛类化合物<sup>[18]</sup>。在检测到的12种醛类化合物中,(E,E)-2,4-庚二烯醛及己醛在4组样品中均被检测到,质量浓度分别为0.65~1.21、0.18~0.73  $\mu\text{g/L}$ 。醇类物质总质量浓度为0.56~1.67  $\mu\text{g/L}$ ,共检测出7种,

分别是1-戊醇、2-乙基己醇、己醇、1-辛烯-3-醇、(Z)-3-己烯-1-醇、苯甲醇、2-十六醇。醇类物质主要是由脂肪酸氧化以及一些醛类物质经乙醇脱氢酶作用转化形成。同样,醇类物质也是橄榄油中的主要风味物质<sup>[22-23]</sup>。其中,2-乙基己醇及己醇质量浓度最高为0.37~0.44  $\mu\text{g/L}$ 和0.86  $\mu\text{g/L}$ ,主要呈青草味,是冷榨亚麻籽油的代表风味。酸类物质总质量浓度为0.52~1.39  $\mu\text{g/L}$ ,共检测出5种,分别是乙酸、丁酸、丙酸、戊酸、辛酸。酸类物质主要来源于羧基裂解途径<sup>[16]</sup>。此前研究发现,乙酸、己酸、戊酸大量存在于冷榨亚麻籽油中,而在加热亚麻籽油中酸类物质减少<sup>[10]</sup>,因此酸类物质可能在亚麻籽油加热过程中转化为其他化合物。在本研究中,酮类物质主要为2,3-戊二酮(0.09~0.16  $\mu\text{g/L}$ )和(E,E)-3,5-辛二烯-2-酮(0.08~0.13  $\mu\text{g/L}$ )。由于酮类物质的阈值较高,因此对冷榨亚麻籽油的风味不具有显著贡献。另外,冷榨亚麻籽油中共检测出3种萜烯类香气物质,分别是 $\alpha$ -蒎烯(0.14~0.57  $\mu\text{g/L}$ )、 $\gamma$ -松油烯(0.24  $\mu\text{g/L}$ )、柠檬烯(0.06  $\mu\text{g/L}$ )。其中 $\gamma$ -松油烯在本研究中被首次检出,具有柑橘风味。研究表明在土耳其地区的橄榄油中能够检测到柠檬烯(柑橘味)、 $\alpha$ -蒎烯(花朵味)<sup>[24]</sup>。本研究中,山西和新疆地区的亚麻籽油检测出苯(0.32~0.40  $\mu\text{g/L}$ ),具有杏仁及香甜的风味,但气味阈值较高,对植物油脂整体气味贡献较小。综上分析,冷榨亚麻籽油的主要特征风味物质为醛类及醇类。

### 2.3 DF值结果分析

DF法是用来感知风味化合物快捷有效的方法<sup>[19]</sup>,DF值越高,其风味更加明显(表3)。采用气相色谱-嗅闻仪分析冷榨亚麻籽油的风味成分组成,共鉴定出13种风味物质的DF值 $\geq 6$ ,包括醛类10种和醇类3种。

醛类物质气味强烈,多数醛类物质的风味阈值相对较低,因此醛类物质对冷榨亚麻籽油整体香气的贡献相对较大<sup>[10]</sup>。本研究中具有风味活性的醛类化合物分别是己醛、(E)-2-己烯醛、壬醛、(E)-2-癸烯醛、2-十一烯醛、辛醛、癸醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛、(Z)-2-丁烯醛、(Z)-4-庚烯醛,这些醛类化合物也广泛存在于其他植物油中<sup>[25]</sup>。亚麻籽油富含约50%亚麻酸,植物体中亚麻酸的13-过氧化氢酶分解产生(E)-2-己烯醛,而醛裂解酶的作用产生己醛<sup>[22]</sup>,这些物质主要呈青草味,均对冷榨亚麻籽油的青草味产生贡献。其中己醛和(E)-2-己烯醛在山西地区冷榨亚麻籽油中DF值最高,分别为9和8。(E,E)-2,4-庚二烯醛同样具有较高的DF值,内蒙古地区冷榨亚麻籽油中DF值为8,(E,E)-2,4-庚二烯醛是亚麻酸的氧化产物,由12-氢过氧化物生成,呈青草味、油脂味。另外,本研究

发现(Z)-4-庚烯醛主要呈鱼腥味，它在所有冷榨亚麻籽油中的DF值均为9，为冷榨亚麻籽油鱼腥味的主要来源。Lilia等<sup>[26]</sup>的研究表明，(Z)-4-庚烯醛也是菜籽油中腥味物质的来源之一。因此冷榨亚麻籽油中最具代表的青草味及鱼腥味主要来源于醛类物质，对冷榨亚麻籽油的整体风味具有重要的影响。

醇类化合物DF≥6的风味物质主要为2-乙基己醇、己醇、1-辛烯-3-醇。其中1-辛烯-3-醇的DF值最高为9。1-辛烯-3-醇具有典型的蘑菇气味，只在新疆地区的冷榨亚麻籽油中检出，这与感官评价结果相符。由此可见，1-辛烯-3-醇是冷榨亚麻籽油中蘑菇风味的特征风味物质。己醇的DF值为7，2-乙基己醇的DF值为6，这些C<sub>6</sub>挥发性醇类物质是具有青草味特征的化合物，通常源自于脂氧合酶途径。研究发现，己醇在亚麻籽粉中也存在，是亚麻籽油中的一种关键风味物质<sup>[27]</sup>。综上所述，冷榨亚麻籽油中主要的风味物质为醛类及醇类化合物。

表3 冷榨亚麻籽油风味活性物质气相色谱-嗅闻仪分析 (DF≥6)

Table 3 Flavor components of cold-pressed flaxseed oil identified by GC-O analysis (DF ≥ 6)

香气化合物	风味描述	DF值			
		山西	新疆	内蒙古	甘肃
2-乙基己醇	玫瑰, 青草	6	ND	6	ND
己醇	青草, 树脂	7	ND	7	7
1-辛烯-3-醇	蘑菇	ND	9	ND	ND
己醛	动物油脂, 青草	9	8	7	8
(E)-2-己烯醛	杏仁, 青草, 苹果	8	7	6	ND
壬醛	油脂, 玫瑰	7	6	ND	6
(E)-2-癸烯醛	脂肪, 蘑菇	7	7	ND	6
2-十一烯醛	肥皂, 脂肪	ND	6	6	ND
辛醛	蔬菜, 金属	6	ND	ND	ND
癸醛	橘子皮, 动物油脂	6	ND	7	7
(E,E)-2,4-庚二烯醛	油脂, 青草	7	7	8	7
(Z)-2-丁烯醛	花朵	6	ND	ND	ND
(Z)-4-庚烯醛	牛奶, 奶油, 腥味	9	9	9	9

注: ND.未有评价人员感知到风味特征, 表4同。

### 2.4 OAV结果分析

挥发性化合物是否对整体风味有显著贡献取决于两个因素，即挥发性化合物含量和其气味阈值。气味阈值是呈香物质的一个重要指标，单纯依靠物质浓度来寻找香气贡献物具有一定的局限性，需考虑挥发性物质在油脂中的阈值大小<sup>[20]</sup>。因此，本研究在气相色谱-嗅闻仪筛选出冷榨亚麻籽油风味活性物质的基础上，结合OAV全面揭示亚麻籽油的关键香气物质。一般情况下，OAV≥1的物质视作对样品风味具有贡献作用，OAV越大表明贡献性越大。

由表4可知，OAV最大的化合物为1-辛烯-3-醇（OAV为260），来源于脂肪的自氧化，主要呈现蘑菇香、青草、蔬菜香以及油腻的气息，最早在亚麻籽粉中被发现<sup>[27]</sup>。由于其阈值较低，为0.001 9 mg/kg，因此对冷榨亚麻籽油中的蘑菇风味具有重要贡献。(E,E)-2,4-庚二烯

醛是亚麻酸的主要氧化产物，呈脂香、果香，主要对青草味及油脂味产生贡献。袁彬宏等<sup>[28]</sup>在浓香亚麻籽油中也发现(E,E)-2,4-庚二烯醛具有较高OAV。己醛是一种典型的氧化挥发物，通常用于测量植物油中的脂质氧化，并与青草和脂味有关，在4组样品中OAV均大于1，因此，己醛代表的青草味也是冷榨亚麻籽油的关键风味物质，这与Sun Xuelian等<sup>[29]</sup>研究一致。除醛醇类化合物OAV≥1外，柠檬烯的OAV为6，主要具有木质、芳香等令人愉悦的气味，其阈值与羰基化合物相比更小，丰富了冷榨亚麻籽油的风味。

表4 冷榨亚麻籽油风味化合物OAV结果

Table 4 OAVs of flavor compounds in cold-pressed flaxseed oil

化合物	阈值/(mg/kg)	OAV			
		山西	新疆	内蒙古	甘肃
1-辛烯-3-醇	0.001 9 <sup>[30]</sup>	ND	260	ND	ND
己醇	0.4 <sup>[31]</sup>	2	ND	1	ND
丁酸	0.007 9 <sup>[31]</sup>	ND	ND	15	20
己醛	0.08 <sup>[32]</sup>	9	3	2	7
癸醛	0.000 1 <sup>[32]</sup>	ND	ND	160	600
2-十一烯醛	0.003 16 <sup>[32]</sup>	47	ND	60	ND
壬醛	0.15 <sup>[32]</sup>	2	1	ND	2
柠檬烯	0.01 <sup>[11]</sup>	ND	6	ND	ND
(E,E)-2,4-庚二烯醛	0.05 <sup>[31]</sup>	18	13	24	21

由图2可知，产地为新疆、山西、内蒙古、甘肃的冷榨亚麻籽油DF值≥6的物质分别有8、11、8、7种，OAV≥1的物质分别有5、5、6、5种（表4）。其中，4种地区冷榨亚麻籽油共有的物质为(E,E)-2,4-庚二烯醛、己醛及(Z)-4-庚烯醛。于文龙等<sup>[10]</sup>的研究也表明己醛是冷榨亚麻籽油青草味的重要来源。而(Z)-4-庚烯醛是冷榨亚麻籽油的腥味来源，这两种物质具有较高的OAV及DF值，成为亚麻籽油最主要的气味来源。气相色谱-嗅闻仪筛选的风味成分包含大多数OAV≥1的物质，本研究鉴定出的风味物质与感官评定结果相对应。因此，通过筛选OAV≥1及DF值≥6的化合物可以全面评估冷榨亚麻籽油的关键风味成分。

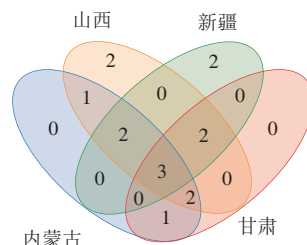


图2 冷榨亚麻籽油关键风味成分的Venn图

Fig. 2 Venn diagram of key flavor components in cold-pressed flaxseed oil

### 2.5 不同地区冷榨亚麻籽油香气物质的PCA

PCA是一种聚类方法，它可以将复杂数据通过降维处理后得到可视化识别<sup>[33]</sup>。在PCA中，共分析了4组地

区筛选出的34种挥发性化合物,以确定风味的差异性。由图3可知,通过检测变量挥发性化合物,不同地区冷榨亚麻籽油的PC1与PC2对于总方差的贡献率分别为47.8%与38.5%,累计贡献率为86.3%,这表明PC1和PC2可以反映原始数据的信息。4组不同地区具有明显的分离趋势,清晰地区分在4个特征组,表明地区差异对于冷榨亚麻籽油的挥发性成分有一定影响。

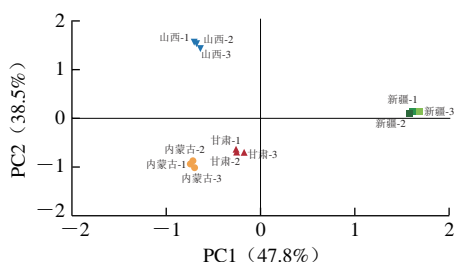


图3 不同地区冷榨亚麻籽油风味成分PCA

Fig. 3 PCA plot of flavor components in cold pressed flaxseed oil from different regions

### 3 结论

冷榨亚麻油主要呈青草、鱼腥味,但是其风味物质来源尚不清晰。本研究采用顶空固相微萃取结合同时蒸馏萃取提取冷榨亚麻籽油的风味成分,通过气相色谱-质谱共筛选出34种挥发性成分,由气相色谱-嗅闻仪及OAV进一步分析,鉴定出2-乙基己醇、己醇、1-辛烯3-醇、丁酸、己醛、*E*-2-己烯醛、壬醛、癸醛、*E*-2-癸烯醛、2-十一烯醛、2-丁烯醛、(*Z*)-4-庚烯醛、(*E,E*)-2,4-庚二烯醛、辛醛、柠檬烯为冷榨亚麻籽油的关键风味物质,其中,2-乙基己醇、己醇、(*E*)-2-己烯醛、己醛、(*E,E*)-2,4-庚二烯醛是冷榨亚麻籽油青草味来源, (*Z*)-4-庚烯醛是鱼腥味来源。本研究采用气相色谱-质谱-嗅闻仪结合DF值和OAV分析筛选出冷榨亚麻籽油的特征风味成分,后续将针对关键风味成分进行香气重组、香气遗漏实验进一步验证,为亚麻籽油的风味品质改善提供科学指导。

### 参考文献:

- [1] 任我行, 刘玉兰, 徐建国. 不同工艺制取亚麻籽油的品质差异分析[J]. 粮食与食品工业, 2017, 24(1): 3-7. DOI:10.3969/j.issn.1672-5026.2017.01.002.
- [2] MANNUCCI A, CASTAGNA A, SANTIN M, et al. Quality of flaxseed oil cake under different storage conditions[J]. LWT-Food Science and Technology, 2019, 104: 84-90. DOI:10.1016/j.lwt.2019.01.035.
- [3] YANG J, WEN C T, DUAN Y Q, et al. The composition, extraction, analysis, bioactivities, bioavailability and applications in food system of flaxseed (*Linum usitatissimum* L.) oil: a review[J]. Trends in Food Science & Technology, 2021, 118: 252-260. DOI:10.1016/j.tifs.2021.09.025.
- [4] 王振, 高忠东, 许光映, 等. 亚麻籽油挥发性成分研究进展与展望[J]. 粮食与油脂, 2022, 35(7): 17-19; 24. DOI:10.3969/j.issn.1008-9578.2022.07.005.
- [5] 张菁菁, 刘笑笑, 李运, 等. 亚麻籽油脂肪酸指纹图谱的建立及其掺混风险监测[J]. 食品工业, 2021, 42(9): 342-346.
- [6] 王笑园, 宋章弈, 张延琦, 等. 精炼过程对亚麻籽油风味物质的影响[J]. 食品工业科技, 2016, 37(18): 55-59. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2016.18.002.
- [7] 糟帆, 丁彩云, 马玉婷, 等. 不同制油工艺对亚麻籽油品质及抗氧化活性的影响[J]. 中国油脂, 2022, 47(9): 13-18; 25. DOI:10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.210479.
- [8] 韩玉泽, 王兴瑞, 李应霞, 等. 基于SPME-GC-MS的青海亚麻籽油挥发性组分指纹图谱构建及掺伪识别[J]. 现代食品科技, 2021, 37(11): 364-371. DOI:10.13982/j.mfst.1673-9078.2021.11.0283.
- [9] WEI C Q, ZHOU Q, HAN B, et al. Changes occurring in the volatile constituents of flaxseed oils (FSOs) prepared with diverse roasting conditions[J]. European Journal of Lipid Science and Technology, 2018, 121(1): 1800068. DOI:10.1002/ejlt.201800068.
- [10] 于文龙, 郝楠, 吴凯晋, 等. HS-SPME-GC-MS-O联用分析不同加工工艺亚麻籽油特征香气成分[J]. 食品科学, 2019, 40(18): 266-272. DOI:10.7506/spkx1002-6630-20181009-073.
- [11] 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]. Food Research International, 2021, 150: 110794. DOI:10.1016/j.foodres.2021.110794.
- [12] 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. DOI:10.3969/j.issn.1003-0174.2021.08.019.
- [13] AMELIO M. The official method for olive oil sensory evaluation: an expository revision of certain sections of the method and a viable means for confirming the attribute intensities[J]. Trends in Food Science & Technology, 2016, 47: 64-68. DOI:10.1016/j.tifs.2015.11.001.
- [14] 廖鹏飞, 王松, 王哲, 等. 同时蒸馏萃取结合GC-MS分析酿酒五粮液原料蒸煮香气成分[J]. 食品科学, 2023, 44(6): 235-243. DOI:10.7506/spkx1002-6630-20220609-091.
- [15] 党昕, 刘军, 姚凌云, 等. GC-MS结合GC-O、电子鼻评价不同预处理方式对沙枣风味的影响[J]. 食品科学, 2023, 44(6): 327-335. DOI:10.7506/spkx1002-6630-20220514-188.
- [16] 魏长庆. 新疆胡麻油特征香气成分鉴别及其产生机制研究[D]. 无锡: 江南大学, 2015.
- [17] WANG M Q, MA W J, SHI J, et al. Characterization of the key aroma compounds in Longjing tea using stir bar sorptive extraction (SBSE) combined with gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), gas chromatography-olfactometry (GC-O), odor activity value (OAV), and aroma recombination[J]. Food Research International, 2019, 130: 108908. DOI:10.1016/j.foodres.2019.108908.
- [18] JIA X, WANG L F, ZHENG C, et al. Key odorant differences in fragrant *Brassica napus* and *Brassica juncea* oils revealed by gas chromatography-olfactometry, odor activity values, and aroma recombination[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2020, 68(50): 14950-14960. DOI:10.1021/acs.jafc.0c05944.
- [19] NI R J, WANG P, ZHAN P, et al. Effects of different frying temperatures on the aroma profiles of fried mountain pepper (*Litsea cubeba* (Lour.) Pers.) oils and characterization of their key odorants[J]. Food Chemistry, 2021, 357: 129786. DOI:10.1016/j.foodchem.2021.129786.
- [20] 赵玉, 张玉环, 李建科, 等. GC-O结合OAV鉴定陇南初榨橄榄油关键香气成分[J]. 食品科学, 2022, 43(8): 184-189. DOI:10.7506/spkx1002-6630-20210615-163.

- [21] BRÜHL L, MATTHUS B. Sensory assessment of virgin rapeseed oils[J]. *European Journal of Lipid Science and Technology*, 2008, 110(7): 608-610. DOI:10.1002/ejlt.200700293.
- [22] KALUA C M, ALLEN M S, BEDGOOD D R, et al. Olive oil volatile compounds, flavour development and quality: a critical review[J]. *Food Chemistry*, 2007, 100(1): 273-286. DOI:10.1016/j.foodchem.2005.09.059.
- [23] TOMÉ-RODRÍGUEZ S, LEDESMA-ESCOBAR C A, PENCO-VALENZUELA J M, et al. Metabolic patterns in the lipoxygenase pathway associated to fruitiness attributes of extra virgin olive oil[J]. *Journal of Food Composition and Analysis*, 2022, 109: 104478. DOI:10.1016/j.jfca.2022.104478.
- [24] KESEN S, KELEBEK H, SELLI S, et al. Characterization of the key aroma compounds in Turkish olive oils from different geographic origins by application of aroma extract dilution analysis (AEDA)[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2014, 62(2): 391-401. DOI:10.1021/jf4045167.
- [25] 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*, 2014, 117(3): 320-330. DOI:10.1002/ejlt.201400244.
- [26] LILIA S, MICKAËL W, SYLVIE B, et al. Comprehensive two-dimensional gas chromatography for analysis of the volatile compounds and fishy odor off-flavors from heated rapeseed oil[J]. *Chromatographia*, 2015, 78: 11-12. DOI:10.1007/s10337-015-2897-8.
- [27] YANG Y N, DENG Q C, JIA X, et al. Characterization of key odorants in peeled and unpeeled flaxseed powders using solvent-assisted flavor evaporation and odor activity value calculation[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2021, 138: 110724. DOI:10.1016/j.lwt.2020.110724.
- [28] 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. DOI:10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.2023.08.051.
- [29] SUN X L, WANG Y, LI H, et al. Changes in the volatile profile, fatty acid composition and oxidative stability of flaxseed oil during heating at different temperatures[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2021(10): 112137. DOI:10.1016/j.lwt.2021.112137.
- [30] FANG Z Y, LI G Z, GU Y, et al. Flavour analysis of different varieties of camellia seed oil and the effect of the refining process on flavour substances[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2022, 170: 114040. DOI:10.1016/j.lwt.2022.114040.
- [31] JIA X, DENG Q C, YANG Y N, et al. Unraveling of the aroma-active compounds in virgin camellia oil (*Camellia oleifera* Abel) using gas chromatography-mass spectrometry-olfactometry, aroma recombination, and omission studies[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2021, 69(32): 9043-9055. DOI:10.1021/acs.jafc.0c07321.
- [32] REBOREDO-RODRÍGUEZ P, GONZÁLEZ-BARREIRO C, CANCHO-GRANDE B, et al. Concentrations of aroma compounds and odor activity values of odorant series in different olive cultivars and their oils[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2013, 61(22): 5252-5259. DOI:10.1021/jf400804m.
- [33] GRANATO D, SANTOS J S, ESCHER G B, et al. Use of principal component analysis (PCA) and hierarchical cluster analysis (HCA) for multivariate association between bioactive compounds and functional properties in foods: a critical perspective[J]. *Trends in Food Science & Technology*, 2018, 72: 83-90. DOI:10.1016/j.tifs.2017.12.006.