

彭斌, 陈云云, 黄志强, 等. 三种鱿鱼内脏鱼油提取精炼及品质分析 [J]. 食品工业科技, 2024, 45(17): 282–293. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023090160

PENG Bin, CHEN Yunyun, HUANG Zhiqiang, et al. Extraction, Refining, and Quality Analysis of Fish Oil from Three Types of Squid Viscera[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(17): 282–293. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023090160

· 分析检测 ·

三种鱿鱼内脏鱼油提取精炼及品质分析

彭斌^{1,*}, 陈云云², 黄志强³, 余诚玮⁴, 胡明明¹, 钟比真¹, 李金林¹

(1. 江西师范大学生命科学学院国家淡水鱼加工技术研发专业中心, 江西南昌 330022;

2. 中国水产舟山海洋渔业有限公司, 浙江舟山 316000;

3. 江西省吉安市吉安第一中学, 江西吉安 343000;

4. 江西师范大学健康学院, 江西南昌 330022)

摘要: 为探究鱿鱼内脏鱼油的不同提取方法和传统精炼工艺及其品质变化, 研究以赤道、阿根廷、北太平洋深海鱿鱼内脏为原料, 首先采用不同浸提法和复合法等对阿根廷鱿鱼内脏进行鱼油提取, 选择提取工艺得油率最大、品质最优的方法提取三种鱿鱼内脏粗鱼油进行传统方法精炼, 对三种鱿鱼内脏粗油及其精炼油的感官形态、理化指标、脂肪酸组成以及挥发性风味物质进行分析。结果表明, 采用 6 号溶剂辅助冻融的工艺提油得率最高, 达 12.90%, 精炼后鱿鱼内脏油的理化指标明显改善, 过氧化值、不溶性杂质、色差值、酸价、水分及挥发物、茴香胺值显著降低 ($P < 0.05$), 酸碱度 (pH) 和脱色率显著升高 ($P < 0.05$)。除不溶性杂质、水分及挥发物外, 其余指标均达到 SC/T 3502-2016 规定的粗鱼油及精炼鱼油标准。三种鱿鱼内脏油中共检测出 16 种脂肪酸, 主要以油酸、棕榈酸、二十碳五烯酸 (Eicosapentaenoic acid, EPA) 和二十二碳六烯酸 (Docosahexenoic acid, DHA) 为主。精炼油脂脂肪酸种类不变, 多不饱和脂肪酸百分含量有所增加。鱿鱼内脏油共检测出 65 种挥发性风味物质, 12 种为鱿鱼内脏油的关键风味物质, 以 (E2,Z6)-壬二烯醛为主, 共同赋予鱿鱼内脏鱼油特征风味。研究可为深海鱿鱼副产物内脏提取鱼油高值化利用等提供技术支撑和理论依据。

关键词: 鱿鱼内脏油, 提取精炼, 品质, 脂肪酸, 挥发性风味物质

中图分类号: TS254.9

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2024)17-0282-12

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023090160

本文网刊:



Extraction, Refining, and Quality Analysis of Fish Oil from Three Types of Squid Viscera

PENG Bin^{1,*}, CHEN Yunyun², HUANG Zhiqiang³, YU Chengwei⁴, HU Mingming¹, ZHONG Bizhen¹, LI Jinlin¹

(1. National Research and Development Center of Freshwater Fish Processing, College of Life Science, Jiangxi Normal University, Nanchang 330022, China;

2. China Aquatic Products Zhoushan Marine Fisheries Corporation, Zhoushan 316000, China;

3. Ji'an No.1 Middle School, Ji'an 343000, China;

4. School of Health, Jiangxi Normal University, Nanchang 330022, China)

Abstract: To explore the different extraction methods and traditional refining process of squid visceral fish oil and its quality changes, the deep-sea squid viscera from the Equator, Argentina, and the North Pacific were used as raw materials in this study. Firstly, different organic reagent extraction methods and compound methods were used to extract fish oil from Argentine squid viscera. The method with the highest oil yield and best quality was selected for refining three types of crude squid visceral oil. The sensory morphology, physicochemical indicators, fatty acid composition and volatile flavor

收稿日期: 2023-09-18

基金项目: 江西省自然科学基金青年基金项目 (20232BAB215060); 2023 年度浙江省博士后科研项目择优资助 (319030); 国家现代农业产业技术体系建设专项 (CARS-45); 江西省自然科学基金杰出青年基金项目 (20224ACB215010)。

作者简介/通信作者*: 彭斌 (1992-) (ORCID: 0000-0002-4436-6296), 男, 博士, 助理研究员, 研究方向: 水产品精深加工和高值化综合利用, E-mail: 18507001686@163.com。

compounds of three types of crude and refined squid visceral oils were analyzed. The results showed that the oil extraction method of the No.6 solvent assisted freeze-thaw was the best, with a yield of 12.90%, and the physical and chemical indexes of squid visceral oil after refining were significantly improved. The peroxide value, insoluble impurities, color difference value, acid value, moisture and volatiles, and anisidine values were significantly reduced ($P<0.05$), and the pH and decolorization rate were significantly increased ($P<0.05$). Except for insoluble impurities and moisture and volatiles, the remaining indicators met the standards of SC/T 3502-2016 for crude fish oil and refined fish oil. A total of 16 fatty acids were detected in three squid visceral oil, mainly oleic acid, palmitic acid, EPA, and DHA. The types of fatty acids remained unchanged and the content of polyunsaturated fatty acids increased after refining. Sixty-five volatile flavor substances were detected in squid visceral oil, including 12 essential flavor substances of squid visceral oil, mainly trans-2-cis-6-nonradial, which jointly offered squid visceral fish oil the odor characteristics. This research can be applied to the deep processing technology of deep-sea squid by-products, internal organs, product extraction, and high-value utilization of fish oil, which provides technical support and theoretical basis.

Key words: squid visceral oil; extraction and refining; quality; fatty acids; volatile flavor substances

鱿鱼(*Illex argentinus*), 又称柔鱼, 软体动物门, 体型修长, 呈枪形, 故别名枪乌贼。鱿鱼全身 60%~80% 部分均可食用, 口感鲜美、富含营养, 是一类低脂肪高蛋白的海鲜产品^[1]。鱿鱼内脏油脂成分高, 富含胆固醇以及牛磺酸、EPA 和 DHA 等生物活性物质^[2], 具有抗肿瘤、预防血管栓塞、促进小脑和视觉神经发育以及维护血脂平衡等多重功效, 在医药、食品工业中应用广泛^[3]。然而, 在鱿鱼内脏油提取过程中容易残留磷脂、色素、蛋白和游离脂肪酸等成分, 不仅会降低鱿鱼内脏油的品质, 还会影响其氧化稳定性, 导致鱿鱼内脏油颜色较深、胶状沉淀和黏稠。鱿鱼内脏油中含有大量不良刺激性气味, 是导致鱼油品质下降的另一重要因素^[4]。为实现鱿鱼内脏高值化利用, 需对其提油方法进行改良处理, 再脱胶、脱酸、脱色分别除去蛋白和黏液等胶溶性物质、游离脂肪酸以及脂溶性色素^[5]。

近年来, 国内外鱿鱼捕捞规模不断扩大。我国已成为全世界最大的远洋深海鱿鱼市场国、出口国和进口国之一, 《中国渔业统计年鉴》数据显示 2022 年鱿鱼产量达 76.66 万吨。国内加工的深海鱿鱼主要有赤道鱿鱼、阿根廷鱿鱼、北太平洋鱿鱼和秘鲁鱿鱼。鱿鱼产品多以肉质可食部分为主要原料, 但鱿鱼加工时产生的下脚料内脏通常被当作废弃物丢弃, 造成资源浪费。鱿鱼内脏约占鱿鱼湿重的 15% 左右, 其中粗脂肪约占 20%~30%, 工业上一般直接高温蒸煮提取内脏脂质加工成低廉饲料, 耗能费材、提取水平低、利润低, 内脏脂质开发程度远远不够^[6]。现今国内水产品副产物内脏提油工艺主要针对草鱼、黑鱼、无须鳕鱼和沙丁鱼等^[3], 鲜有涉及多种深海鱿鱼内脏鱼油提取精炼及其风味等品质研究。

本研究以三种深海鱿鱼(赤道鱿鱼、阿根廷鱿鱼、北太平洋鱿鱼)内脏为原料, 通过不同浸提法和复合法等多种方式提取体型较小的阿根廷鱿鱼内脏粗鱼油, 寻找最佳的粗油提取方式, 并对三种鱿鱼粗鱼油进行传统三步精炼(脱胶、脱酸、脱色), 进行粗油及精炼油的感官评价、理化指标、脂肪酸以及挥发性风味成分检测。旨在分析三种鱿鱼提取精炼内脏

鱼油前后鱼油品质、感官特性及其风味变化, 为深海鱿鱼内脏油的精深加工及高值化利用等提供技术支撑和理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

赤道(500~1000 g)、阿根廷(400~600 g)、北太平洋(500~1000 g)三个品种最新捕捞的冷冻鱿鱼 中国水产舟山海洋渔业有限公司提供; 37 种脂肪酸甲酯混合标准品 北京索莱宝科技有限公司; 正己烷、氯仿、甲醇、石油醚、环己烷、正戊烷等 天津大茂化学试剂厂。

7890A/5975 气相色谱-质谱联用仪 美国 Agilent 公司; KH-500DE 型数控超声波清洗器 昆山禾创超声仪器有限公司; Eppendorf 5430/5430R 低温高速冷冻离心机 德国 Eppendorf 公司; EYEL4 旋转蒸发仪 上海爱朗仪器有限公司; DUG-914OA 型电热恒温鼓风干燥箱 上海精宏实验设备有限公司; CM-26 DG 型测色色差仪 柯盛行(杭州)仪器有限公司; CS-001F 卤素快速测定水分仪 深圳冠亚水分仪科技有限公司; JK1192 搅拌机 Biolomix; T10 型均质机 德国 IKA。

1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理 冷冻鱿鱼浸在流动的水中进行解冻, 用清水清洗干净, 剖开取鱿鱼全部内脏, 洗净沥干, 于均质机以 3000 r/min 均质 3 min(分 6 次, 30 s 一次)搅碎, 分封装袋, 置于-18 ℃ 冻藏。后续实验将密封内脏袋取出, 浸于流动的水中解冻。

1.2.2 鱿鱼内脏粗油的提取 按式(1)计算粗鱼油得率。

$$\text{粗鱼油得率}(\%) = \frac{\text{粗鱼油质量}m_2(\text{g})}{\text{内脏质量}m_1(\text{g})} \times 100 \quad \text{式(1)}$$

1.2.2.1 湿基氯仿-甲醇法 取 500 g 质量鱿鱼内脏于大烧杯中, 加入 1000 mL 的氯仿-甲醇混合液(2:1), 超声 30 min, 再加入 1 倍体积氯仿-甲醇混合液, 超声 30 min。于低温高速冷冻离心机 7800 r/min、4 ℃ 下离心 10 min 分层, 取上清。加入适量无

水硫酸钠,过滤3次后置于旋转蒸发仪中(60℃)旋蒸2h得到鲑鱼内脏粗油,称重记为 $m_2(\text{g})$ ^[7]。

1.2.2.2 干基氯仿-甲醇法 取500g均质处理后的鲑鱼内脏于电热恒温鼓风干燥箱中,40℃烘干48h。氯仿-甲醇方法同1.2.2.1所述。

1.2.2.3 正己烷辅助真空蒸煮法 取一定质量均质处理后的鲑鱼内脏 $m_1(\text{g})$ 于大烧杯中,加入等体积去离子水后用2mol/L KOH调至pH为9.0^[8]。置于单层玻璃反应釜中,设置反应釜恒温水浴锅温度为60℃,搅拌速度为90r/min,真空度为-0.1MPa,蒸煮50min^[9]。然后加入8%用量的 KNO_3 盐析10min,加入等体积的正己烷,超声30min。于低温高速冷冻离心机7800r/min、4℃下离心10min,取上层油相含有鲑鱼内脏粗油。加入适量无水硫酸钠,过滤3次后置于旋转蒸发仪中60℃旋蒸2h得到鲑鱼内脏粗油,称重记为 $m_2(\text{g})$ ^[10]。

1.2.2.4 石油醚辅助真空蒸煮法 方法同1.2.2.3,将方法中的正己烷替换为石油醚^[11]。

1.2.2.5 6号溶剂(74%正己烷+16%环己烷+10%正戊烷)浸提法 取均质处理后的鲑鱼内脏500g于大烧杯中,加入1000mL 6号抽提溶剂^[12](74%正己烷+16%环己烷+10%正戊烷),搅拌,超声30min,搅拌均匀后继续超声30min。于低温高速冷冻离心机7800r/min、4℃下离心10min分层,取上清。加入适量无水硫酸钠,过滤3次后置于旋转蒸发仪中旋蒸2h得到鲑鱼内脏粗油,称重记为 $m_2(\text{g})$ 。

1.2.2.6 6号溶剂辅助冻融法 取一定质量均质处理后的鲑鱼内脏 $m_1(\text{g})$ 于大烧杯中,加入1.5倍体积的6号抽提溶剂 $V(\text{mL})$,搅拌,超声30min,再加入等量体积混合液,继续超声30min。后在90℃高温冷凝水循环煮沸2h,冷却至室温后置于-18℃冷库中冻藏24h。取出冷冻鲑鱼内脏,60℃恒温水浴锅下解冻。于低温高速冷冻离心机7800r/min、4℃下离心10min分层,上层油相即为鲑鱼内脏粗油。

1.2.3 鲑鱼内脏粗油精炼 参照张权等^[13]的方法对粗鱼油进行脱胶、脱酸、脱色等精炼处理,按式(2)计算三种鲑鱼内脏精炼鱼油得率。

$$\text{精炼得率}(\%) = \frac{\text{精炼后鱼油质量}(\text{g})}{\text{精炼前鱼油质量}(\text{g})} \times 100 \quad \text{式(2)}$$

1.2.4 鲑鱼内脏粗油及精炼油感官评价 选取8名经过培训的专业感官评价人员对鲑鱼内脏粗油及精炼油的色泽、外观和气味进行感官描述,感官评价人员健康,感官检验方法参考GB/T 5525-2008,结合李金林等^[14]的嗅觉方法。

1.2.5 鲑鱼内脏粗油及精炼油理化指标评价 过氧化值(POV)的测定,参照GB 5009.227-2016中的滴定法;酸价(AV)的测定,参照GB 5009.229-2016中的冷溶剂指示剂滴定法;水分及挥发物(X)的测定,参照GB 5009.236-2016中的电热干燥箱法;不溶性

杂质(ω)的测定,参照GB/T 15688-2008方法;色度的测定,参考魏心如等^[15]方法;精密pH的测定,参照GB 5009.237-2016的方法;茴香胺值(p-AV)的测定,参照GB/T 24304-2009的方法。

脱色率(T)的测定,参考吴永祥等^[16]的方法,取一定量的鲑鱼内脏油样品和正己烷溶液,按体积比1:10混合均匀,以正己烷溶液作为空白测定 A_0 ,在400~650nm下进行扫描,发现其最大吸收峰并测定吸光度 A_1 ,按照式(3)计算脱色率T。

$$T(\%) = \frac{A_0 - A_1}{A_0} \times 100 \quad \text{式(3)}$$

1.2.6 鲑鱼内脏粗油及精炼油脂肪酸组成测定

1.2.6.1 样品甲酯化 称取鲑鱼内脏油样品30.0mg于试管中,加入2mL HPLC级正己烷,100μL 4%的NaOH-甲醇溶液,涡旋反应1min混匀后,置于37℃水浴锅中反应35min,取上层正己烷层1mL,过0.22μm聚四氟乙烯(PTFE)膜。

1.2.6.2 气相色谱测定 采用CP-Si188 100m×0.25mm×0.2μm的熔融石英毛细管柱,设置进样口温度250℃、压力24.52psi、总流速29.4mL/min,恒压不分流进样^[17]。进样量为1μL,柱压24.52psi,采用99.99%氢气为载气;设置程序升温为:45℃(4min)→13℃/min→175℃(27min)→4℃/min→215℃(35min)。FID检测器,设置250℃,燃气为氢气30mL/min、空气300mL/min;99.99%氮气30mL/min为助燃气^[18]。通过将样品与脂肪酸甲酯标准品的保留时间进行比较,确定样品脂肪酸组成。脂肪酸的百分含量采用面积归一化法确定(用峰面积的百分比表示)。

1.2.7 鲑鱼内脏粗油及精炼油挥发性风味成分测定

1.2.7.1 固相微萃取 称取鲑鱼内脏油3.00g于20mL样品瓶中,60℃水浴加热平衡30min后,插入老化好的萃取头,继续顶空吸附30min后取出,迅速插入气相色谱进样口中,于250℃下解吸10min^[19]。

1.2.7.2 气相质谱测定 气相条件:采用DB-wax 30m×0.25μm×0.25mm的毛细管柱色谱柱,进样口温度250℃、He 1.0mL/min为载气;选择不分流模式;设置升温程序:40℃(3min)→5℃/min→240℃(15min)。

质谱条件:电离电压70eV;EI电离源;四极杆温度150℃;离子源温度230℃。

1.2.7.3 挥发性风味成分定性与定量分析 定性分析:参考赵旭等^[20]的AMDIS-NIST 14质谱分析数据库、《化合物香味阈值汇编》(第二版)^[17]及《化合物嗅觉阈值汇编》(第二版)对未知化合物进行检索,筛选匹配度大于800的鉴定物质,对CAS号、线性保留指数(LRI)、感官阈值等进行定位确定物质成分和化合物数量。

定量分析: 鱿鱼内脏粗油及精炼油中各挥发性风味成分相对含量根据峰面积比求得。

1.2.7.4 关键挥发性风味成分分析 参考 Zhu 等^[21]的方法, 对鱿鱼内脏鱼油检测出的挥发性物质进行相对气味活度值(ROAV)分析, 按式(4)计算, 其中对风味成分贡献最大的物质 ROAV 值定义为 100。

$$ROAV = 100 \times \frac{C\%}{C\%_{stan}} \times \frac{T_{stan}}{T}$$

式 (4)

式中: T_{stan} 与 $C\%_{stan}$ 分别为对样品挥发性风味贡献最大组分的阈值(mg/kg)及相对含量(%); T 与 $C\%$ 分别为各挥发性风味物质的阈值(mg/kg)及相对含量(%)。

1.3 数据处理

所有实验均为 3 次平行, 用 SPSS19.0 数据分析软件对数据进行单因素方差同质性分析(ANOVA), $P<0.05$ 表示存在显著性差异, 结果以平均值±标准偏差表示, 实验数据采用 Origin 2017 专业绘图软件制作。

2 结果与分析

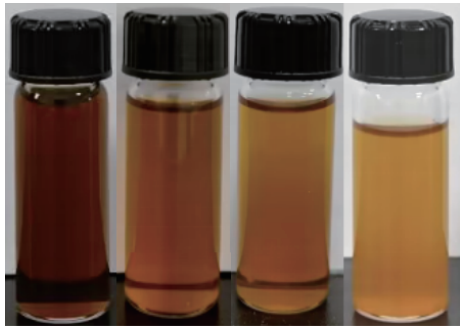
2.1 不同方法提取阿根廷鱿鱼内脏粗油的得率分析

鱿鱼内脏油提取工艺关键在于提油率及鱼油品质, 合适的提取工艺能够提高油脂的生产价值及使用价值。实验选取体型相对较小, 内脏占比较小的阿根廷鱿鱼为对象, 采取不同方法提取其内脏油脂。如表 1 所示, 在对阿根廷鱿鱼内脏粗油提取实验中, 共采用了 6 种方法, 其中采用干基氯仿-甲醇法、6 号溶剂浸提、辅助冻融等方式提油得率较高, 分别达到 6.47%、11.28% 和 12.90%, 存在显著差异($P<0.05$)。使用正己烷、正戊烷和环己烷配制的 6 号溶剂辅助冻融法粗油得率最高, 油脂纯度高、工艺简单、污染少, 得到的粗鱼油用于后续的精炼。6 号溶剂辅助冻融法较高的粗油得率可能与 6 号溶剂较高的脂质溶解性和冻融破乳性有关。

2.2 阿根廷鱿鱼内脏粗油及精炼油感官评价分析

气味感官、色泽感官是油脂的重要指标之一, 直接影响到鱿鱼内脏油的品质及消费者的眼光。阿根廷鱿鱼内脏用 6 号溶剂辅助冻融法提取粗油, 之后进行精炼, 其内脏粗油及精炼油见图 1, 其余两种鱿鱼内脏粗油精炼过程中颜色类似。内脏粗油为深红棕色, 气味带强烈鱼腥味及酸败味, 可能与鱿鱼内脏粗油制备时氧化分解以及内脏蛋白质内源酶的代谢分解有关。但精炼过后鱿鱼内脏油经脱色处理, 色泽和气味变淡, 颜色大都为亮色系, 如亮黄色、浅黄色,

并伴随少许微腥味, 同时鱿鱼内脏油浑浊减少, 较为澄清。精炼后鱿鱼内脏油气味、色泽等感官指标均符合 SC/T 3502-2016 规定的精制鱼油感官要求^[22]。



粗油 脱胶油 脱酸油 脱色油

图 1 阿根廷鱿鱼内脏粗油精炼过程图片

Fig.1 Picture of crude oil refining process of Argentina squid viscera

2.3 鱿鱼内脏粗油及精炼油得率分析

鱿鱼内脏油得率是除其品质外最为关键的一项指标, 6 号溶剂辅助冻融法提取粗油时差异较大, 其中阿根廷鱿鱼得率最高, 为 12.90%, 北太平洋鱿鱼次之, 为 6.55%, 赤道鱿鱼最低, 仅 3.31%(表 2)。粗油得率差异可能与鱿鱼产地不同有关, 后续实验可以针对不同产地鱿鱼采取不同提取方法。鱿鱼内脏精炼油的得率普遍偏高, 差异显著($P<0.05$), 按照赤道、阿根廷、北太依次递减, 其中赤道鱿鱼内脏精炼油损失最少, 精炼油得率达 84.59%。三种鱿鱼内脏精炼油得率差异可能与不同产地鱿鱼内脏提取得到的粗油中磷脂、游离脂肪酸、色素等存在差异有关。

表 2 不同种类鱿鱼内脏制备粗油及精炼油的得率
Table 2 Yield of crude oil and refined oil from different types of squid viscera

得率	赤道	阿根廷	北太平洋
粗油得率(%)	3.31±0.05 ^c	12.90±0.36 ^a	6.55±0.25 ^b
精炼油得率(%)	84.59±2.53 ^a	76.74±4.25 ^b	50.47±1.71 ^c

2.4 鱿鱼内脏粗油及精炼油理化指标分析

鱿鱼内脏粗油及精炼油的基本理化指标分析及 SC/T 3502-2016 要求如表 3 所示, 除了不溶性杂质、水分和挥发物外, 其余指标基本符合国家水产二级或以上标准, 鱼油精炼后能除去部分不溶性杂质。经过精炼, 理化指标过氧化值(POV)、不溶性杂质(ω)、色差值 L^* 、 a^* 、 b^* 、水分及挥发物、酸价、茴香胺值(p-AV)显著降低($P<0.05$), pH 和脱色率显著升高

表 1 不同方法提取阿根廷鱿鱼内脏粗油得率

Table 1 Yield of crude oil extraction of Argentina squid viscera by different methods

类型	湿基氯仿-甲醇法	干基氯仿-甲醇法	正己烷辅助真空蒸煮法	石油醚辅助真空蒸煮法	6号溶剂浸提法	6号溶剂辅助冻融法
粗油得率(%)	2.22±0.12 ^c	6.47±0.62 ^c	4.91±0.51 ^d	0.99±0.03 ^f	11.28±0.65 ^b	12.90±0.53 ^a
方法归类	浸提法	浸提法	复合法	复合法	浸提法	复合法

注: 同行不同小写字母表示差异显著, $P<0.05$; 表2、表3同。

表 3 鱿鱼内脏油精炼前后对理化指标的影响
Table 3 Effects of squid visceral oil on physicochemical indexes before and after refining

理化指标	粗鱼油			SC/T 3502-2016	精炼油			SC/T 3502-2016
	赤道	阿根廷	北太平洋		赤道	阿根廷	北太平洋	
POV(g/100 g)	16.23±1.67 ^b	18.89±0.92 ^a	13.35±0.48 ^b	≤20.0	2.50±0.01 ^e	5.29±1.02 ^c	3.97±0.86 ^d	≤10.0
ω(%)	8.13±1.10 ^a	6.35±0.75 ^b	5.74±0.69 ^{bc}	≤0.5	4.61±0.16 ^c	3.91±1.76 ^{cd}	0.72±0.15 ^d	≤0.1
色差值	<i>L</i> [*]	8.33±0.06 ^a	1.87±0.38 ^c	—	2.43±0.35 ^b	0.10±0.17 ^e	0.80±0.26 ^d	—
	<i>a</i> [*]	10.20±0.66 ^a	2.60±0.56 ^c	—	2.50±0.46 ^c	1.73±0.15 ^d	1.13±0.15 ^d	—
	<i>b</i> [*]	17.00±0.50 ^a	3.90±0.60 ^c	—	5.77±0.58 ^b	2.37±0.64 ^d	1.47±0.51 ^e	—
AV(mg KOH/g)	17.65±1.78 ^a	9.57±0.96 ^b	9.46±1.35 ^b	≤30.0	0.98±0.08 ^c	0.86±0.18 ^c	0.95±0.24 ^c	—
水分及挥发物(%)	3.33±0.01 ^a	0.63±0.03 ^d	0.90±0.05 ^c	≤0.8	1.09±0.01 ^b	0.49±0.08 ^d	0.65±0.12 ^d	≤0.2
茴香胺值(p-AV)	4.32±1.31 ^a	3.77±0.29 ^{ab}	1.16±0.03 ^d	—	2.4±0.27 ^c	1.57±0.19 ^d	0.26±0.01 ^e	≤20
pH	6.58±0.09 ^{de}	6.46±0.07 ^c	6.68±0.03 ^d	—	7.08±0.05 ^c	7.61±0.01 ^b	8.44±0.01 ^a	—
脱色率(%)	—	—	—	—	11.54±0.02 ^c	16.95±0.04 ^b	44.82±0.05 ^a	—

($P<0.05$)。

过氧化值(POV)表示油脂和脂肪酸被氧化的程度^[23]。粗鱼油 POV 值较大,其中赤道鱿鱼、阿根廷和北太平洋鱿鱼 POV 值分别达到 16.23、18.89 和 13.35 g/100 g,均符合 SC/T 3502-2016 所规定的粗鱼油二级标准。精炼脱胶时,大多数初级氧化产物被磷酸脱胶剂吸收,使得精炼后三种鱿鱼内脏油 POV 值明显降低。赤道鱿鱼内脏精炼油 POV 值降至 2.50 g/100 g,达到一级精炼鱼油标准。

ω 反映不溶性杂质含量,指不溶于正己烷或石油醚的残留物质^[24]。制样的 3 种不同鱿鱼内脏粗油均未达到 SC/T 3502-2016 鱼油标准,可能是在鱼油提取过程中未完全过滤或过滤次数不足,不溶性物质残留所致。精炼可以使鱿鱼内脏油 ω 值显著降低($P<0.05$),如北太平洋鱿鱼内脏油从粗油 ω 值 5.74% 降至精炼油 ω 值 0.72%。

色差值中脂溶性色素直接影响鱿鱼内脏鱼油的色度^[25]。 L^* 值决定鱼油的明度,其中赤道粗鱼油的 L^* 值最高,平均达 8.33,经过精炼后,各组的 L^* 值均下降,亮度逐渐下降,可能与精炼温度下部分脂肪酸氧化有关。 b^* 值决定鱼油的色调,精炼后鱼油 b^* 值降低,赤道鱼油 b^* 值降低最为显著($P<0.05$),从 17.00 降至 5.77。 a^* 值表示鱼油的红色,精炼过后也得到明显降低,其中北太平洋鱼油 a^* 值由 7.47 降至 1.13,降低 6~7 倍。鱿鱼内脏粗油精炼中使用活性白土吸附脱色,精炼鱼油色泽透明、澄清。

酸价反映鱿鱼内脏油中游离脂肪酸含量、油脂酸败程度,是油脂品质下降的指标^[7]。三种粗油中,赤道鱿鱼内脏油 AV 值偏高,为 17.65 mg KOH/g,可能与原料的新鲜度和粗油提取过程中密封不严、接触空气、光线照射、微生物与酶的作用有关,但均未超过 SC/T 3502-2016 标准。阿根廷鱿鱼粗油达到三级粗油标准,北太平洋鱿鱼粗油酸价最低,平均为 9.46 mg KOH/g,达到二级粗油标准。三种鱿鱼内脏粗鱼油精炼后,酸价显著性降低($P<0.05$)。

水分及挥发物反映鱿鱼内脏油的酸败速度及安全性,是影响鱿鱼内脏油品质的重要因素^[26]。粗油中

仅阿根廷鱼油达到 SC/T 3502-2016 标准,可能与脱酸阶段碱洗充分或者脱色阶段吸附充分有关。在粗油和精炼油中,赤道鱿鱼内脏油的水分及挥发物含量均为最高,分别达到 3.33% 和 1.09%,说明赤道鱿鱼内脏油挥发性物质和水分最为丰富。

茴香胺值(p-AV)反映过氧化物二级产物—醛、酮、醌等含量,数值越大油脂劣变程度越严重^[27]。精炼油均达到 SC/T 3502-2016 一级精制油标准,尤其是北大平洋精炼油 p-AV 值仅为 0.26,同时粗油 p-AV 值较大,经精炼的鱿鱼内脏油茴香胺值显著降低($P<0.05$)。

pH 是溶液重要的理化参数,反映氢离子浓度指数^[28]。鱿鱼内脏粗油的 pH 在 6.0~7.0 之间,精炼后 pH 明显升高,在 7.0~8.5 之间,呈碱性,可能与脱酸过程中用 NaOH 标准溶液碱洗有关。

脱色率直观反映鱿鱼内脏油吸收色素或漂白能力^[16]。脱色率最高的为北太平洋精炼鱼油,脱色率达 44.82%,可能与北太平洋鱿鱼油更澄清透明,吸附能力更强有关。精炼后鱿鱼内脏油脱色率显著上升($P<0.05$),均在 10% 以上。

2.5 鱿鱼内脏粗油及精炼油脂肪酸组成成分分析

对三种鱿鱼内脏粗油及精炼油的脂肪酸成分进行气相色谱法分析,脂肪酸组成及相对含量结果见表 4。

由表 4 可知,鱿鱼内脏油共检测出 16 种脂肪酸,分布范围为 C14~C22。以赤道鱿鱼粗油为例,包括饱和脂肪酸 5 种,占脂肪酸总量的 38.42%,其中以棕榈酸(PA)为主要成分,占脂肪酸总量 23.18%; MUFA 单不饱和脂肪酸 5 种,占脂肪酸总量 16.83%,其中以油酸(OA)为主要成分,占脂肪酸总量 9.47%; PUFA 多不饱和脂肪酸 6 种,占脂肪酸总量 45.92%,其中以二十碳五烯酸(EPA)和二十二碳六烯酸(DHA)为主要成分,分别占脂肪酸总量 10.61% 和 24.97%。研究结果与郭无瑕等^[29]结果相似,但脂肪酸百分含量上略有差异,这可能与鱿鱼的产地和品种有关。

阿根廷和北太平洋鱿鱼内脏油精炼前后 OA 和

表 4 鱿鱼内脏粗油及精炼油的脂肪酸组成及含量
Table 4 Fatty acid composition and content of squid visceral crude oil and refined oil

脂肪酸	保留时间(min)	CAS号	粗油脂肪酸相对含量(%)			精炼油脂肪酸相对含量(%)		
			赤道	阿根廷	北太平洋	赤道	阿根廷	北太平洋
C14:0	25.858	124-10-7	2.86±0.50 ^c	3.96±2.64 ^b	3.71±0.04 ^b	4.87±0.66 ^a	2.16±0.07 ^c	1.77±0.05 ^d
C15:0	28.110	7132-64-1	0.87±0.08 ^{ab}	0.68±0.58 ^{bc}	0.59±0.02 ^{bc}	1.49±0.16 ^a	0.81±0.03 ^b	0.35±0.01 ^c
C16:0	30.786	112-39-0	23.18±1.91 ^a	26.52±1.88 ^a	23.55±0.81 ^a	4.49±1.13 ^c	23.59±0.19 ^a	17.43±0.81 ^b
C18:0	37.915	112-61-8	6.84±0.96 ^c	2.94±0.48 ^d	7.37±0.62 ^c	20.18±1.36 ^a	9.9±0.16 ^b	8.36±0.43 ^{bc}
C22:0	54.124	929-77-1	3.50±2.79 ^b	1.90±2.54 ^{bc}	1.69±0.06 ^c	6.16±1.12 ^a	2.26±1.83 ^b	0.13±0.02 ^d
ΣSFA	—	—	38.42±2.18 ^a	41.23±3.90 ^a	38.3±1.36 ^a	39.15±0.04 ^a	39.89±1.85 ^a	29.37±1.26 ^b
C16:1	33.222	1120-25-8	1.16±0.71 ^b	5.24±1.73 ^a	1.38±0.52 ^b	1.96±1.12 ^b	1.18±0.07 ^b	1.34±0.03 ^b
C18:1n9t	40.034	1937-62-8	0.96±0.11 ^{ab}	0.69±0.56 ^{bc}	0.59±0.09 ^c	1.65±0.26 ^a	0.60±0.11 ^{bc}	0.32±0.01 ^d
C18:1n9c	40.938	112-62-9	9.47±0.25 ^d	18.32±1.93 ^b	12.76±0.39 ^c	2.22±0.18 ^f	7.01±0.05 ^e	22.92±0.60 ^a
C20:1	48.563	2390-09-2	3.24±0.17 ^b	1.33±1.19 ^c	3.84±1.44 ^b	5.57±0.63 ^{ab}	4.97±0.14 ^{ab}	6.97±1.35 ^a
C22:1n9	56.951	1120-34-9	2.00±0.82 ^{ab}	1.19±0.78 ^b	2.53±1.52 ^{ab}	3.37±1.25 ^a	1.24±0.52 ^b	1.65±0.08 ^{ab}
ΣMUFA	—	—	16.83±0.97 ^c	26.78±1.15 ^b	21.11±1.59 ^{bc}	14.77±0.94 ^c	14.99±0.55 ^c	33.21±1.44 ^a
C18:2n6c	44.864	112-63-0	2.94±0.06 ^a	2.73±0.70 ^a	2.57±1.19 ^a	1.40±0.09 ^b	2.28±0.19 ^a	0.70±0.32 ^c
C18:3n3	49.049	301-00-8	0.56±0.01 ^c	0.61±0.29 ^c	0.28±0.03 ^d	0.97±0.06 ^b	0.27±0.03 ^d	1.29±0.04 ^a
C20:2	52.457	61012-46-2	1.17±0.14 ^b	2.45±0.39 ^a	0.86±0.15 ^c	2.02±0.34 ^a	1.23±0.09 ^b	0.42±0.39 ^c
C20:4n6	58.171	2566-89-4	5.66±0.25 ^a	1.37±0.64 ^c	0.93±0.03 ^e	2.56±0.16 ^c	3.82±0.01 ^b	1.52±0.11 ^d
C20:5n3(EPA)	64.150	2734-47-6	10.61±0.13 ^{ab}	12.71±0.05 ^b	8.14±0.26 ^{bc}	21.72±0.08 ^a	10.59±0.05 ^b	7.43±0.28 ^c
C22:6n3(DHA)	80.295	2566-90-7	24.97±2.84 ^{ab}	17.35±10.16 ^c	29.19±0.59 ^a	23.77±0.84 ^b	28.11±1.45 ^a	25.08±0.93 ^b
ΣPUFA	—	—	45.92±3.11 ^b	37.22±13.9 ^{bc}	41.97±0.42 ^b	52.44±1.27 ^a	46.3±1.81 ^b	36.44±1.59 ^c
EPA+DHA	—	—	35.58±2.97 ^b	30.05±15.16 ^{bc}	37.33±0.83 ^b	45.50±1.53 ^a	38.7±1.82 ^b	32.51±1.2 ^c
n-3ΣPUFA	—	—	36.14±2.96 ^b	30.66±14.88 ^{bc}	37.61±0.81 ^b	46.46±1.47 ^a	38.97±1.08 ^b	33.8±1.23 ^c
n-6ΣPUFA	—	—	8.60±0.19 ^a	4.10±1.34 ^c	3.50±1.18 ^d	3.96±0.26 ^d	6.10±0.18 ^b	2.22±0.41 ^e

注:ΣSFA、ΣMUFA、ΣPUFA、n-3ΣPUFA、n-6ΣPUFA分别表示饱和脂肪酸、单不饱和脂肪酸、多不饱和脂肪酸、ω-3长链多不饱和脂肪酸、ω-6长链多不饱和脂肪酸含量;—为未检出该物质;上标不同小写字母表示同一行数据之间脂肪酸相对含量存在显著差异($P<0.05$)。

PA 均为主要 MUFA 和 SFA。阿根廷和赤道鱿鱼粗鱼油精炼后 OA 相对含量略有下降,可能与精炼脱酸阶段脱去了部分油酸有关。PA、OA 以及花生四烯酸(AA)等是鱼油的重要特征脂肪酸,同时长期食用富含 OA 的食物能降低高血压、II 型糖尿病等患病风险^[30]。

PUFA 中主要为 EPA+DHA,赤道鱿鱼内脏粗油 EPA+DHA 含量占脂肪酸总量的 35.58%,精炼后含量占 45.50%,说明鱿鱼内脏油有较高的应用和开发前景,精炼鱼油能够提高营养物质含量,提升鱼油品质。对比精炼前后脂肪酸组成成分及相对含量发现,北太平洋鱿鱼粗油在精炼过程中可能由于脱酸过度导致 PUFA 丢失,含量显著下降($P<0.05$)。

就 n-3ΣPUFA 和 n-6ΣPUFA 而言,鱿鱼内脏粗鱼油精炼后 n-3ΣPUFA 整体呈现上升趋势,n-6ΣPUFA 呈下降趋势,二者的比值在精炼后呈上升趋势,说明鱼油 PUFA 不饱和度升高。此外,从表 4 可以看出,鱿鱼内脏油中不含反式脂肪酸,这与鱼油提取精炼工艺有直接关系。反式脂肪酸与加热温度有关,过多摄入反式脂肪酸是血脂代谢异常相关疾病的一大因素,因此在鱼油提取中应当创新工艺,采用低温的方式制样^[31]。

综上所述,鱿鱼内脏鱼油精炼工艺显著影响脂肪酸含量,但对精炼油脂肪酸组成影响不显著,研究与李冲冲等^[32]和林煌华等^[5]的研究结果一致。

2.6 鱿鱼内脏粗油及精炼油挥发性风味物质组成成分分析

采用固相微萃取气相质谱法(SPME-GC-MS)对赤道、阿根廷、北太平洋鱿鱼内脏粗油及精炼油的挥发性物质组成成分进行测定,结果如图 2 所示。三种鱿鱼内脏粗油风味中,阿根廷鱿鱼内脏粗油酯类挥发性风味物质含量相比其余两种鱿鱼内脏粗油较高,烃类物质含量相对较低。阿根廷鱿鱼内脏粗油以烃类(正己烷)、酮(二乙基酮)、醇(正丁醇)、酯(正丁基异氰酸乙酸酯)挥发性风味物质为主,而北太平洋鱿鱼、赤道鱿鱼内脏粗油以烃(正己烷)、醇(正丁醇)、酮(6,6-二甲基四氢吡喃-2-酮和二乙基酮)类挥发性风味物质为主。粗油精炼后,赤道鱿鱼内脏精炼油以烃、醇类为主,阿根廷鱿鱼内脏精炼油以烃、酯、酮、醛类为主,而北太平洋鱿鱼内脏精炼油以烃、酮、醛和其他类为主。精炼能有效去除鱿鱼内脏粗油中酮、醇类挥发性风味物质。

鱿鱼内脏鱼油共检测出 65 种挥发性风味物质,包括醇类 7 种、酯类 12 种、醛类 10 种、酮类 9 种、酸类 7 种、烃类 10 种、其他 10 种(表 5)。其中赤道鱿鱼粗油、阿根廷鱿鱼粗油、北太平洋鱿鱼粗油、赤道鱿鱼精炼油、阿根廷鱿鱼精炼油和北太平洋鱿鱼精炼油分别检出了 19、18、38、25、24 和 31 种风味物质,检出化合物种类及相对含量存在差异。

醇类化合物主要来源于亚油酸降解、氨基酸代

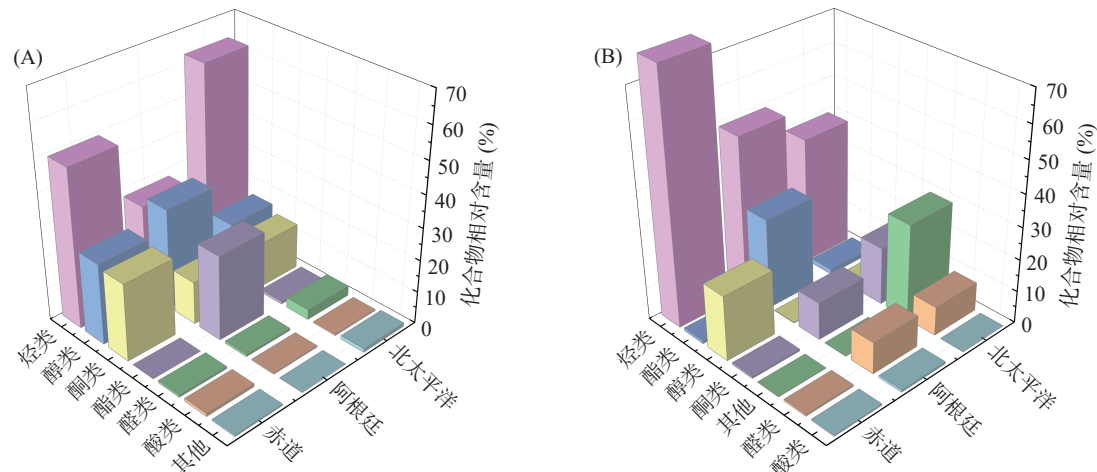


图 2 鱿鱼内脏粗油及精炼油挥发性风味物质的相对含量

Fig.2 Relative content of crude oil and refined oil volatile flavor substances in squid viscera
注: A: 鱿鱼内脏粗油挥发性化合物相对含量; B: 鱿鱼内脏精炼油挥发性化合物相对含量。

表 5 鱿鱼内脏油精炼前后对挥发性风味成分及相对含量的影响

Table 5 Effects of squid visceral oil on volatile flavor components and relative content before and after refining

化学式	化合物名称	CAS号	感官阈值 (μg/kg)	相对含量(%)					
				粗油			精炼油		
				赤道	阿根廷	北太平洋	赤道	阿根廷	北太平洋
醇类化合物									
C ₄ H ₁₀ O	正丁醇	71-36-3	400	25.21±0.38 ^b	31.5±1.10 ^a	16.58±0.53 ^d	19.64±0.17 ^c	—	—
C ₅ H ₆ O ₂	3-呋喃甲醇	4412-91-3	—	—	—	—	—	0.14±0.01	—
C ₁₀ H ₁₂ ClN ₅ O ₃	(3R, 4S, 5S)-2-(7-氨基吡唑并 [4,3-d]嘧啶-3-基)-5-氯甲基氧 戊烷-3, 4-二醇	75135-41-0	—	—	—	0.03±0.03 ^b	—	—	0.08±0.02 ^a
C ₆ H ₁₂ O	环己醇	108-93-0	1000	0.01±0.00 ^c	—	0.16±0.06 ^b	0.02±0.01 ^c	0.05±0.01 ^c	0.28±0.03 ^a
C ₅ H ₁₂ O	叔戊醇	75-85-4	33	0.02±0.00 ^a	—	—	0.01±0.00 ^b	—	—
C ₈ H ₁₈ O	2-乙基-4-甲基-1-戊醇	10137-88-9	—	—	—	—	0.03±0.01 ^a	—	—
C ₆ H ₁₄ O	正己醇	111-27-3	250	—	0.03±0.00 ^b	—	0.64±0.01 ^a	—	—
醇类化合物相对含量合计				25.24	31.53	16.77	20.34	0.19	0.36
酯类化合物									
C ₂ H ₃ NO	异氰酸甲酯	624-83-9	5	—	—	—	0.87±0.02	—	—
C ₆ H ₁₄	3-甲基苯酚甲酯	96-14-0	31	—	2.58±0.01 ^b	—	—	28.14±1.45 ^a	—
C ₇ H ₁₂ O ₂	ε-甲基-ε-己内酯	2549-59-9	—	—	—	—	—	—	0.46±0.05
C ₇ H ₁₂ O ₂	丙烯酸丁酯(BA)	141-32-2	—	—	—	0.12±0.04 ^b	—	—	0.63±0.08 ^a
C ₇ H ₁₁ NO ₃	正丁基异氰酸乙酸酯	17046-22-9	—	—	23.93±0.08	—	—	—	—
C ₄ H ₈ O ₃	4-羟基丁酸乙酰酯	591-81-1	10400	—	—	0.10±0.01 ^a	0.04±0.00 ^b	—	—
C ₉ H ₆ O ₃	3-羟基香豆素	939-19-5	—	0.02±0.00 ^a	—	—	0.01±0.01 ^a	—	—
C ₈ H ₁₄ O ₂	4-己烯-1-基乙酸酯	42125-17-7	—	—	—	0.02±0.00	—	—	—
C ₉ H ₁₆ O ₂	丙烯酸己酯	2499-95-8	—	—	—	0.59±0.02	—	—	—
C ₆ H ₁₂ O	烯丙基丙酯	1471-03-0	—	—	—	0.03±0.01	—	—	—
C ₉ H ₁₆ O ₂	丙酸叶醇酯	33467-74-2	4	0.02±0.01 ^a	0.01±0.00 ^a	—	—	0.03±0.00 ^a	—
C ₁₁ H ₂₀ O ₂	丙烯酸异辛酯(2-EHA)	103-11-7	4	—	—	—	—	—	0.44±0.24
酯类化合物相对含量合计				0.04	26.52	0.86	0.92	28.17	1.53
醛类化合物									
C ₄ H ₆ O	(E)-2-丁烯醛	4170-30-3	8	—	—	0.04±0.00 ^b	—	—	2.95±2.24 ^a
C ₄ H ₆ O	2-丁烯醛	123-73-9	5	—	—	0.25±0.01	—	—	—
C ₇ H ₈ O ₂	5-乙基-2-糠醛	23074-10-4	—	—	—	0.02±0.00 ^b	—	—	0.10±0.06 ^a
C ₅ H ₈ O	(E)-2-戊烯醛	1576-87-0	1.5	—	—	0.41±0.01 ^b	—	—	0.56±0.08 ^a
C ₆ H ₁₀ O	2-己烯醛	505-57-7	0.017	—	—	—	—	—	1.09±0.13
C ₅ H ₄ O ₂	3-糠醛	498-60-2	—	—	—	0.46±0.05 ^a	0.06±0.06 ^c	0.16±0.06 ^c	1.03±0.03 ^b
C ₅ H ₄ O ₂	糠醛	98-01-1	3	—	—	0.34±0.01 ^a	—	0.22±0.02 ^b	—

续表 5

化学式	化合物名称	CAS号	感官阈值 (μg/kg)	相对含量(%)					
				粗油			精炼油		
				赤道	阿根廷	北太平洋	赤道	阿根廷	北太平洋
C ₅ H ₁₀ O	(E,E)-2,4-庚二烯醛	4313-03-5	0.01	—	—	0.22±0.01 ^c	—	8.72±0.45 ^a	0.77±0.03 ^b
C ₇ H ₆ O	苯甲醛	100-52-7	0.35	0.02±0.00 ^e	0.11±0.01 ^d	0.93±0.15 ^b	0.04±0.02 ^c	0.35±0.11 ^c	2.12±0.18 ^a
C ₉ H ₁₄ O	(E,Z)-2,6-壬二烯醛	557-48-2	0.01	0.65±0.12 ^a	0.60±0.06 ^a	0.49±0.13 ^b	0.42±0.02 ^b	0.44±0.01 ^b	0.38±0.01 ^b
醛类化合物相对含量合计				0.67	0.71	3.16	0.52	9.89	9.00
酮类化合物									
C ₄ H ₆ O ₂	2,3-丁二酮	431-03-8	0.059	—	0.01±0.00 ^b	—	0.53±0.01 ^a	—	—
C ₂₄ H ₅₀	二乙基酮	96-22-0	860	24.20±0.36 ^a	13.37±0.04 ^b	—	—	7.85±0.41 ^d	11.04±1.33 ^c
C ₇ H ₁₂ O ₂	6, 6-二甲基四氢吡喃-2-酮	2610-95-9	—	—	—	13.93±0.45 ^a	—	3.77±0.19 ^c	5.67±0.68 ^b
C ₅ H ₆ O ₂	5-甲基呋喃-2-(5H)-酮	591-11-7	0.3	—	—	0.02±0.01 ^a	—	—	—
C ₇ H ₁₂ O	1-庚烯-3-酮	2918-13-0	0.0004	—	—	—	0.01±0.01 ^a	0.02±0.00 ^a	—
C ₆ H ₆ O ₂	2-环己烯-1, 4-二酮	4505-38-8	—	—	—	0.07±0.04 ^a	—	—	0.07±0.01 ^a
C ₈ H ₁₂ O	3, 5-辛二烯酮, 3, 5-辛二烯-2-酮	38284-27-4	—	—	—	0.18±0.01 ^b	—	—	0.64±0.55 ^a
C ₈ H ₈ O	苯乙酮	98-86-2	0.065	—	—	0.13±0.02 ^a	0.02±0.00 ^c	0.06±0.00 ^b	0.13±0.01 ^a
C ₉ H ₁₈ O	2-壬酮	821-55-6	0.005	—	—	—	—	—	0.47±0.06 ^a
酮类化合物相对含量合计				24.20	13.38	14.33	0.56	11.70	18.02
酸类化合物									
C ₈ H ₁₆ O ₂	丙戊酸	99-66-1	—	0.36±0.01 ^a	0.35±0.01 ^a	—	0.36±0.01 ^a	—	—
C ₂₀ H ₃₄ O ₃	(11Z)-15-氧代二十碳-11, 13-二烯酸	105835-44-7	—	0.40±0.01 ^a	—	0.20±0.01 ^b	—	—	—
C ₆ H ₁₁ NO ₂	L-缬氨酸	3105-95-1	3230	0.15±0.01 ^a	—	—	—	0.01±0.01 ^b	—
C ₆ H ₁₁ NO ₄	DL-α-氨基己二酸	542-32-5	—	—	0.01±0.00 ^a	—	—	0.01±0.01 ^a	—
C ₂₀ H ₃₆ O ₃	14,15-EE-5(Z)-E	519038-92-7	—	—	—	0.01±0.01 ^b	—	0.65±0.03 ^a	—
C ₇ H ₁₃ NO ₃ S	N-乙酰-L-蛋氨酸	65-82-7	—	0.02±0.01 ^a	—	—	0.02±0.01 ^a	—	0.01±0.01 ^a
C ₄ H ₇ NO ₄	D-2-氨基丁酸	56-84-8	250	0.01±0.00 ^b	0.01±0.01 ^b	0.14±0.01 ^a	—	—	—
酸类化合物相对含量合计				0.94	0.37	0.35	0.38	0.67	0.01
烃类化合物(含芳香族化合物)									
C ₅ H ₁₂	正戊烷	109-66-0	500	9.66±0.31 ^b	9.97±0.03 ^b	0.90±0.12 ^d	3.63±0.05 ^c	14.32±1.85 ^a	0.53±0.07 ^c
C ₆ H ₁₄	异己烷	107-83-5	25	—	—	0.12±0.01 ^a	—	0.19±0.08 ^a	0.16±0.03 ^a
C ₆ H ₁₄	正己烷	110-54-3	875	20.17±0.56 ^a	10.80±0.11 ^c	15.44±2.40 ^b	20.75±0.44 ^a	22.17±0.88 ^a	5.46±0.97 ^d
C ₆ H ₁₂	1-乙基环丁烷	4806-61-5	—	—	—	15.09±0.72 ^a	—	—	0.88±0.11 ^b
C ₆ H ₁₂	环己烷	110-82-7	170	18.69±1.91 ^a	5.66±0.29 ^c	9.32±4.58 ^b	23.23±1.24 ^a	8.39±0.48 ^b	10.57±1.63 ^b
C ₅ H ₁₀ O	乙基-2氧杂环丁烷	4737-47-7	—	—	—	12.1±0.39 ^b	27.5±1.47 ^a	—	—
C ₇ H ₁₆	正庚烷	142-82-5	47	—	—	0.04±0.04 ^a	—	0.10±0.10 ^a	0.07±0.07 ^a
C ₇ H ₁₄	甲基环己烷	108-87-2	0.6	—	1.35±0.01 ^a	—	—	0.08±0.01 ^b	—
C ₈ H ₁₆	5-甲基-1-庚烯	13151-04-7	—	—	—	0.04±0.02 ^a	—	—	—
C ₈ H ₈	苯乙烯	100-42-5	730	1.00±0.04 ^c	0.30±0.03 ^f	9.92±0.46 ^b	2.46±0.14 ^d	4.05±1.10 ^c	21.87±9.73 ^a
烃类化合物(含芳香族化合物)相对含量合计				49.52	28.08	62.97	77.57	49.3	39.54
其他化合物									
N ₂ O	一氧化二氮	10024-97-2	—	0.01±0.01	—	—	—	—	—
C ₁₀ H ₁₂	1-甲基茚满	767-58-8	—	—	—	—	0.01±0.01	—	—
C ₅ H ₅ N ₅ S	硫鸟嘌呤	154-42-7	—	—	0.01±0.00 ^a	0.02±0.01 ^a	—	—	—
C ₁₅ H ₂₄ O ₅	双氢青蒿素	71939-50-9	—	—	—	—	—	—	0.10±0.01
C ₅ H ₆ O	2-甲基呋喃	534-22-5	0.006	—	—	0.83±0.14 ^b	0.03±0.01 ^c	—	2.77±0.25 ^a
C ₇ H ₈ N ₂	苯甲脒	618-39-3	—	0.44±0.01 ^a	—	—	0.03±0.01 ^b	—	—
C ₅ H ₆ N ₂	2-氨基吡啶	504-29-0	470	—	—	—	0.05±0.01	—	—
C ₄ H ₅ N ₃ O ₂	5-氨基尿嘧啶	932-52-5	—	—	—	0.23±0.01 ^a	—	—	0.24±0.03 ^a
C ₁₈ H ₂₇ NO ₃	辣椒素	404-86-4	11.75	—	—	0.02±0.01	—	—	—
C ₉ H ₁₄ N ₄ O ₄	N-二氧甲基-3-吗啉基斯德亚胺	25717-80-0	—	—	—	—	—	0.02±0.01 ^b	26.85±3.24 ^a
其他化合物相对含量合计				0.45	0.01	1.1	0.12	0.02	29.96

注: —为未检出该物质; 上标不同小写字母表示同一行之间挥发性风味物质相对含量存在显著差异($P<0.05$)。

谢和蛋白质分解作用^[33],其阈值相对较高^[34]。醇类含量在鱿鱼内脏鱼油中相对较高,仅次于烃类化合物,对样品风味贡献主要来自于感官阈值偏低的不饱和醇^[34]。由表 5 可以看出,粗鱼油的醇类化合物相对含量较高,分别占化合物总量的 25.24%、31.53% 和 16.77%,但精炼后可能由于粗油脱胶过程中吸收胶状物质中氢过氧化物,醇类物质可能与氢过氧化物反应导致其含量显著减少,尤其是阿根廷鱿鱼精炼油仅含 0.19% 的醇类化合物。其中正丁醇含量最多,阈值仅为 400 μg/kg,为主要醇类化合物,具有花香,水果味,甜味等气味特征^[35],精炼后阿根廷、北太平洋鱿鱼鱼油几乎不含正丁醇。

酯类化合物主要来源于醇类化合物酯化作用以及蛋白质水解产生的有机酸^[36],对风味具有重大贡献意义。在鱿鱼内脏鱼油中,阿根廷鱿鱼酯类化合物含量最高,其粗油及精炼油占化合物总量 26.52% 和 28.17%,风味相对含量较高的酯类化合物主要有 3-甲基苯酚甲酯、正丁基异氰酸乙酸酯等。相比赤道鱿鱼和阿根廷鱿鱼粗鱼油和精炼鱼油,北太平洋鱿鱼鱼油酯类物质较为丰富。精炼后酯类化合物略有升高,表明精炼过程中其他对风味贡献较小的物质能被有效去除。

醛类化合物主要来源于脂肪酸氧化,其阈值较低,气味浓烈,多表现为花香和果香,对鱿鱼内脏油风味具有突出贡献^[37]。鱿鱼内脏粗油及精制油样品检测出苯甲醛和(E2,Z6)-壬二烯醛、3-糠醛、糠醛和

(E,E)-2,4-庚二烯醛。阿根廷和北太平洋鱿鱼内脏粗油精炼后醛类化合物相对含量有所升高,可能与脱色阶段活性白土催化氢过氧化物或一些不饱和脂肪酸降解有关,产生醛类化合物。

酮类化合物主要来源于氨基酸降解和脂质氧化,其阈值较醛类高,如苯乙酮、2-壬酮具有独特的果香味和清香,但其对风味贡献不大^[21]。

酸类化合物主要来源于脂肪分解作用,阈值高,对鱿鱼内脏鱼油风味几乎无影响,主要赋予刺激性气味和汗臭味等不愉快的气味^[38]。经检测,在所有鱿鱼内脏油中占比较低,相对含量均小于 1.00%。

烃类化合物主要来源于脂肪酸烷氧基的裂解作用,其感官阈值偏高,对风味贡献不大^[39]。由图 2 可以看出,在鱿鱼内脏鱼油的挥发性风味物质中,烃类化合物占绝大部分,以正己烷、环己烷和正戊烷为主,可能与提油过程中残余的有机试剂未有效挥发有关。样品中还含有苯乙烯等烯烃,具有辛辣味、杏仁味和山楂香的气味特征。

2.7 鱿鱼内脏粗油及精炼油关键挥发性风味物质成分分析

挥发性风味物质的整体风味特征主要由挥发性化合物的感官阈值大小和化合物的相对含量共同决定^[22]。一般认为 ROAV<0.1 的物质基本对样品整体风味特征无贡献,0.1 ≤ ROAV<1 的物质对样品整体风味具有一定的修饰作用,ROAV ≥ 1 的物质为风味关键物质,且数值越大,对整体风味特征贡献越

表 6 鱿鱼内脏油精炼前后关键风味的变化

Table 6 Changes in key flavors of squid visceral oil before and after refining

相对气味活度ROAV值 ^[23]								
序号	化合物名称	粗油			精炼油			气味特征描述
		赤道	阿根廷	北太平洋	赤道	阿根廷	北太平洋	
1	正丁醇	86.96	82.25	84.59	16.9	—	—	花香、水果味、甜味
2	异氰酸甲酯	—	—	—	0.41	—	—	强烈气味
3	3-甲基苯酚甲酯	—	0.14	—	—	2.06	—	—
4	丙烯酸异辛酯(2-EHA)	—	—	—	—	—	0.29	脂香、葵花籽味
5	(E)-2-丁烯醛	—	—	0.01	—	—	0.97	椰子香、啤酒香
6	2-丁烯醛	—	—	0.1	—	—	—	花生味
7	(E)-2-戊烯醛	—	—	0.56	—	—	0.98	青香、脂香、奶酪味
8	2-己烯醛	—	—	—	—	—	68.73	—
9	糠醛	—	—	0.23	—	0.17	—	杏仁味、面包香、烧焦味、香料
10	(E,E)-2,4-庚二烯醛	—	—	44.9	—	81.82	82.63	脂香、青草香、油脂味
11	苯甲醛	0.09	0.52	5.42	0.27	2.27	15.94	苦杏仁味、坚果香
12	(E2,Z6)-壬二烯醛	100	100	100	100	100	100	油脂味、鱼腥味、脂香
13	2,3-丁二酮	—	0.28	—	21.39	—	—	—
14	5-甲基呋喃-2-(5H)-酮	—	—	0.14	—	—	—	—
15	1-庚烯-3-酮	—	—	—	59.52	53.64	—	—
16	苯乙酮	—	—	4.08	0.73	2.1	5.26	辛辣味、杏仁味、山楂香
17	2-壬酮	—	—	—	—	—	47.37	清香、青草香、土腥味
18	环己烷	0.17	0.06	0.11	0.33	0.11	0.16	—
19	甲基环己烷	—	3.75	—	—	0.3	—	芳香味
20	2-甲基呋喃	—	—	22.31	11.9	—	24.91	豆腥味、土腥味、蔬菜香

注:—为未查找出对应的气味特征或未检出该物质。

大^[22]。计算筛选出 $ROAV \geq 0.1$ 的风味物质,通过 LRI 检索及 <http://www.perflavory.com/index.html> 查找风味物质的气味特征描述。如表 6 所示,鱿鱼内脏粗油及精炼油中共检测出 12 种关键挥发性风味物质,分别是:正丁醇、3-甲基苯酚甲酯、2-己烯醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛、苯甲醛、(E2,Z6)-壬二烯醛、2,3-丁二酮、1-庚烯-3-酮、苯乙酮、2-壬酮、甲基环己烷、2-甲基呋喃,上述关键风味物质共同赋予鱿鱼内脏鱼油花香、水果味、甜味、脂香、青草香、油脂味、坚果香、鱼腥味、脂香、山楂香、清香、青草香、土腥味、蔬菜香等的气味特征。此外,异氰酸甲酯、丙烯酸异辛酯(2-EHA)、(E)-2-丁烯醛、(E)-2-戊烯醛、糠醛、5-甲基呋喃-2-(5H)-酮、环己烷 8 种风味物质的 ROAV 值均小于 1,具有椰子香、啤酒香、花生香等气味特征,对鱿鱼内脏鱼油的整体风味特征具有一定修饰作用。

鱿鱼内脏鱼油中, $ROAV \geq 1$ 的醇类化合物仅正丁醇一种,是水产品花香、水果味的重要来源,精炼后鱼油中正丁醇含量显著降低,表明鱼油花香、水果香显著减弱,精炼有效降低鱿鱼内脏粗油中正丁醇关键挥发性风味物质。而 3-甲基苯酚甲酯作为 $ROAV \geq 1$ 的唯一酯类,仅在阿根廷鱿鱼内脏精炼及粗鱼油中检出,5-甲基呋喃-2-(5H)-酮、2-己烯醛、2-壬酮仅在北太平洋鱿鱼中检出,1-庚烯-3-酮仅在赤道和阿根廷鱿鱼中检出,可能与深海鱿鱼产地及生活习性有关。(E,E)-2,4-庚二烯醛、苯甲醛、苯乙酮、环己烷和 2-甲基呋喃 5 种物质在精炼后有明显增加,甲基环己烷在精炼后有明显减少,其风味特征随浓度变化,表明鱼油精炼能有效去除不良风味,保留重要风味。醛类物质中,ROAV 值最高的为(E2,Z6)-壬二烯醛,在所有种类鱿鱼内脏油中均为 100,具有油脂味、鱼腥味,是鱿鱼内脏鱼油主要的气味特征来源。

3 结论

研究分析了赤道、阿根廷、北太平洋鱿鱼内脏油提取精制过程理化指标、脂肪酸组成以及挥发性风味成分的变化。6 号溶剂辅助冻融法提取阿根廷内脏粗鱼油得率最高,达到 12.90%,品质最佳。阿根廷鱿鱼内脏粗油精炼后,颜色由棕红色转变为亮黄色。三种鱿鱼内脏粗油精炼后,理化指标明显改善,过氧化值、不溶性杂质、色差值、酸价、水分及挥发物、茴香胺值显著降低($P < 0.05$),pH 和脱色率显著升高($P < 0.05$)。三种鱿鱼内脏鱼油共检测出 16 种脂肪酸,主要以油酸、棕榈酸、EPA 和 DHA 为主,相对含量超过脂肪酸总量 50%。鱿鱼内脏粗油精炼后脂肪酸种类基本不变,饱和脂肪酸含量略微减少,多不饱和脂肪酸含量有所增加。鱿鱼内脏鱼油共检测出 65 种挥发性风味物质,其中 12 种关键性风味物质,分别为正丁醇、3-甲基苯酚甲酯、2-己烯醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛、苯甲醛、(E2,Z6)-壬二烯醛、2,3-丁二酮、1-庚烯-3-酮、苯乙酮、2-壬酮、甲基环己烷和 2-

甲基呋喃,以上关键风味物质共同赋予鱿鱼内脏鱼油的特征气味。精炼能有效降低鱿鱼内脏粗油中正丁醇等关键风味物质,改善粗油风味。

© The Author(s) 2024. 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] 董恩和, 张晓慧, 黄海潮, 等. 鱿鱼的营养成分、保鲜以及开发利用研究进展[J]. 江西水产科技, 2020(5): 44-49, 52. [DONG E H, ZHANG X H, HUANG H C, et al. Research progress in nutrition composition, preservation and utilization of squid[J]. Jiangxi Fishery Sciences and Technology, 2020(5): 44-49, 52.]
- [2] TUOWIECKA N, KOTLGA D, PROWANS P, et al. The role of resolvins: EPA and DHA derivatives can be useful in the prevention and treatment of ischemic stroke[J]. International Journal of Molecular Sciences, 2020, 21(20): 7628.
- [3] 叶丽姿, 李佳, 潘英杰, 等. 鱿鱼加工副产物中油脂的综合利用研究进展[J]. 食品与机械, 2021, 37(10): 215-221. [YE L Z, LI J, PAN Y J, et al. The progress in comprehensive utilization of oil in by-products of squid processing[J]. Food and Machinery, 2021, 37(10): 215-221.]
- [4] LAOS F, MAZZARINO M J, WALTER I, et al. Composting of fish offal and biosolids in northwestern Patagonia[J]. Biore-source Technology, 2002, 81(3): 179-186.
- [5] 林煌华, 谢友坪, 马瑞娟, 等. 鱿鱼内脏粗提油的精制工艺优化及其理化指标分析[J]. 食品工业科技, 2020, 41(6): 172-179. [LIN H H, XIE Y P, MA R J, et al. Optimization of refining process of squid visceral crude oil and its physicochemical indexes analysis[J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(6): 172-179.]
- [6] 于丁一, 朱敬萍, 张小军, 等. 鱿鱼加工副产物活性物综合利用新进展[J]. 浙江海洋大学学报(自然科学版), 2019, 38(1): 83-88. [YU D Y, ZHU J P, ZHANG X J, et al. New progress in comprehensive utilization of active substances in by-products of squid processing[J]. Journal of Zhejiang Ocean University(Natural Science), 2019, 38(1): 83-88.]
- [7] CREXI V T, MONTE M L, SOARES L A D S, et al. Production and refinement of oil from carp (*Cyprinus carpio*) viscera[J]. Food Chemistry, 2010, 119(3): 945-950.
- [8] 石迪, 郝剑君, 杨小克, 等. 微碱条件生物酶法提取鱿鱼油工艺研究[J]. 食品工业科技, 2012, 33(2): 277-281. [SHI D, HAO J J, YANG X K, et al. Study on the technology of enzymatic hydrolysis in extracting fish oil from squid viscera[J]. Science and Technology of Food Industry, 2012, 33(2): 277-281.]
- [9] 徐敬欣, 常靖瑶, 孔保华, 等. 蒸煮时间对肉粉肠品质特性的影响[J]. 食品工业科技, 2022, 43(10): 43-49. [XU J X, CHANG J Y, KONG B H, et al. Effect of cooking time on quality characteristics of meat powder sausage[J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(10): 43-49.]
- [10] 张权, 吴思纷, 宁舒娴, 等. 3 种淡水鱼内脏粗鱼油品质及挥发性风味成分分析比较[J]. 食品工业科技, 2023, 44(2): 342-351. [ZHANG Q, WU S F, NING S X, et al. Analysis and comparison of quality and volatile flavor components of visceral crude fish oil of

three kinds of freshwater fish[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2023, 44(2): 342–351.]

[11] 冯秋风, 高瑞昌, 赵元晖, 等. 真空低温蒸煮技术对鲟鱼鱼堡冷藏品质的影响[J]. *中国食品学报*, 2020, 20(7): 134–142.

[FENG Q F, GAO R C, ZHAO Y H, et al. Effect of vacuum cooking technology on cold storage quality of sturgeon sturgeon[J]. *Acta Food Sinica*, 2020, 20(7): 134–142.]

[12] 黄建, 武佩, 刘倩倩. 顶空气相色谱法测定玉米粕中的六号溶剂残留量[J]. *中国粮油学报*, 2020, 35(9): 134–138. [HUANG J, WU P, LIU Q Q. Determination of solvent No.6 in corn meal by head space gas chromatography[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2020, 35(9): 134–138.]

[13] 张权, 王为, 吴思纷, 等. 黑鱼油精制过程中品质及风味成分变化[J]. *食品科学*, 2023, 44(12): 208–216. [ZHANG Q, WANG W, WU S F, et al. Changes in quality and flavor components of black fish oil during refining[J]. *Food Science*, 2023, 44(12): 208–216.]

[14] 李金林, 王维亚, 李鑫, 等. 基于雷达图与紫外-可见分光光度法建立鱼汤挥发性风味评价方法及其应用[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(8): 2103–2110. [LI J L, WANG W, LI X, et al. Evaluation method of volatile flavor of fish soup based on radar map and UV-VIS spectrophotometry and its application[J]. *Journal of Food Safety and Quality Inspection*, 2019, 10(8): 2103–2110.]

[15] 魏心如, 李伟明, 闫海鹏, 等. 冷却鸡肉肉色色差计评定方法标准化[J]. *食品科学*, 2014, 35(24): 189–193. [WEI X R, LI W M, YAN H P, et al. Standardization of evaluation method of color difference meter for chilled chicken meat[J]. *Food Science*, 2014, 35(24): 189–193.]

[16] 吴永祥, 雍雅, 王茵, 等. 鳊鱼内脏副产物中鱼油的精炼及其品质分析[J]. *食品与机械*, 2022, 38(9): 204–210, 226. [WU Y X, YONG Z, WANG Y, et al. Refining and quality analysis of fish oil from visceral by-product of Mandarin fish[J]. *Food and Machinery*, 2022, 38(9): 204–210, 226.]

[17] 里奥·范海默特. 化合物香味阈值汇编[M]. 北京: 科学出版社, 2015. [LEO H. Compound flavor threshold compilation[M]. Beijing: Science Press, 2015.]

[18] 江鑫, 陈倩媛, 俞文韬, 等. LCMS-IT-TOF 测定不同脂肪酸结构食用油中的羰基化合物[J]. *食品工业科技*, 2019, 40(21): 231–238, 244. [JIANG X, CHEN Q Y, YU W T, et al. Determination of carbonyl compounds in edible oils with different fatty acid structures by LCMS-IT-TOF[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2019, 40(21): 231–238, 244.]

[19] 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.

[20] 赵旭, 马晓鹏. GC-MS-AMDIS 结合保留指数技术用于缬草挥发性成分指纹图谱的研究[J]. *中医药信息*, 2015, 32(3): 29–31. [ZHAO X, MA X P. Study on volatile component fingerprint of valerian by GC-MS-AMDIS combined with retention index technique[J]. *Information of Chinese Medicine*, 2015, 32(3): 29–31.]

[21] ZHU Y, CHEN J, CHEN X, et al. Use of relative odor activity value (ROAV) to link aroma profiles to volatile compounds: Application to fresh and dried eel (*Muraenesox cinereus*) [J]. *International Journal of Food Properties*, 2020, 23(1): 2257–2270.

[22] ZHANG X, LIN L, CHEN Z, et al. Characterization of refined fish oil from small fish in Mauritania[J]. *Aquaculture and Fisheries*, 2022, 7(6): 639–646.

[23] AIDOS I, SCHELVIS-SMIT R, VELDMAN M, et al. Chemical and sensory evaluation of crude oil extracted from herring byproducts from different processing operations[J]. *Journal of Agricultural & Food Chemistry*, 2003, 51(7): 1897–1903.

[24] 代志凯, 李祥清, 陈子杰, 等. 国产与进口鱼油品质分析比较[J]. *中国油脂*, 2018, 43(6): 5. [DAI Z K, LI X Q, CHEN Z J, et al. Quality analysis and comparison of domestic and imported fish oil[J]. *China Oils and Fats*, 2018, 43(6): 5.]

[25] HAWTHORNE L M, BEGANOVI A, SCHWARZ M, et al. Suitability of biodegradable materials in comparison with conventional packaging materials for the storage of fresh pork products over extended shelf-life periods[J]. *Foods*, 2020, 9(12): 1802.

[26] COZZOLINO D, MURRAY I, CHREE A, et al. Multivariate determination of free fatty acids and moisture in fish oils by partial least-squares regression and near-infrared spectroscopy[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2005, 38(8): 821–828.

[27] 吴雪辉, 何俊华, 翁依洵, 等. 油茶籽油精炼过程中品质指标的变化规律研究[J]. *中国粮油学报*, 2022, 37(4): 135–140. [WU X H, HE J H, WENG Y X, et al. Study on the variation of quality index of camellia seed oil during refining process[J]. *Journal of China Grain and Oil*, 2022, 37(4): 135–140.]

[28] 张若兰, 周春霞, 洪鹏志, 等. pH 值对罗非鱼肌球蛋白乳化性的影响[J]. *广东海洋大学学报*, 2023, 43(2): 95–103. [ZHANG R L, ZHOU C X, HONG P Z, et al. Effect of pH value on emulsification of tilapia myosin[J]. *Journal of Guangdong Ocean University*, 2023, 43(2): 95–103.]

[29] 郭无瑕, 胡建恩, 王秀武, 等. 鱿鱼肝脏鱼油的制备及其脂肪酸组成分析[J]. *大连水产学院学报*, 2007(1): 77–80. [GUO W Y, HU J E, WANG X W, et al. Preparation and fatty acid composition analysis of squid liver fish oil[J]. *Journal of Dalian Fisheries College*, 2007(1): 77–80.]

[30] GUO G, QIN Y. Quantitative analysis on sensitivity of shearography in NDT[J]. *Proceedings of SPIE-The International Society for Optical Engineering*, 2002, 4537: 341–344.

[31] VICTORIA S. Omega-3 polyunsaturated fatty acids, metabolic syndrome and diabetes mellitus[J]. *Current Research in Diabetes & Obesity Journal*, 2018, 5(4): 555670.

[32] 李冲冲, 李子豪, 柳余莉, 等. 鱼粉加工副产物中鱼油的精炼及其脂肪酸组成分析[J]. *食品科学*, 2015, 36(20): 190–193. [LI C C, LI Z H, LIU Y L, et al. Refining and fatty acid composition analysis of fish oil from fish meal processing by-products[J]. *Food Science*, 2015, 36(20): 190–193.]

[33] CARROLL A L, DESAI S H, ATSUMI S. Microbial production of scent and flavor compounds[J]. *Current Opinion in Biotechnology*, 2016, 37: 8–15.

[34] 李官丽, 伍淑婕, 罗秀娟, 等. 基于 SPME-GC-MS 萃取荸荠挥发性风味物质研究[J]. *食品研究与开发*, 2022, 43(14): 9. [LI G L, WU S J, LUO X J, et al. Extraction of volatile flavor compounds from water chestnut based on SPME-GC-MS[J]. *Food Research and Development*, 2022, 43(14): 9.]

[35] 宋恭帅, 戴志远, 沈清, 等. 激光辅助释压技术快速分析鲨鱼肝油精制过程的挥发性成分[J]. *中国食品学报*, 2021, 21(6):

- 243–250. [SONG G S, DAI Z Y, SHEN Q, et al. Rapid analysis of volatile components in shark liver oil refining process by laser assisted release technique[J]. Chinese Journal of Food Science, 2021, 21(6): 243–250.]
- [36] REINHARD H, SAGER F, ZOLLER O. Citrus juice classification by SPME-GC-MS and electronic nose measurements[J]. *LWT-Food Science and Technology*, 2008, 41(10): 1906–1912.
- [37] 周晓, 周劲松, 刘特元, 等. 基于 HS-SPME-GC-MS 分析循环熬制卤水对风味熟制小鱼干风味的影响[J]. 食品工业科技, 2023, 44(19): 320–328. [ZHOU X, ZHOU J S, LIU T Y, et al. Analysis of effect of cyclic boiling brine on flavor of dried fish based on HS-SPME-GC-MS[J]. Food Industry Science and Technology, 2023, 44(19): 320–328.]
- [38] 任为一, 陈海燕, 李婷, 等. 嗜热链球菌发酵乳中挥发性风味物质的 GC-MS 指纹图谱[J]. 中国食品学报, 2020, 20(9): 190–202. [REN W Y, CHEN H Y, LI T, et al. Characterization of volatile flavor compounds in fermented milk of *Streptococcus thermophilus* by GC-MS[J]. Chinese Journal of Food Science, 2020, 20(9): 190–202.]
- [39] FIDEL T, MÓNICA F, YOLANDA S. Dry-cured ham flavour: Enzymatic generation and process influence[J]. *Food Chemistry*, 1997, 59(4): 523–530.