

分类编号:

单位代码: 10167

密 级:

学 号: 2016160039

渤海大学

硕士学位论文



论文题目: 口腔加工过程中红烧肉香气释放规律及其影响因素

Regulation and effect factors of aroma release from Stewed Pork with Brown Sauce during oral processing

作者姓名: 曹振霞

指导教师: 刘登勇 教授

专业名称: 农产品加工及贮藏工程

研究方向: 肉品加工与质量安全控制

学院年级: 食品科学与工程学院 2016 级

完成日期: 2019 年 6 月

本论文受到下述基金/项目/组织的资助：

1. 国家自然科学基金面上项目“原态脂肪在红烧肉口感形成中的作用机制”
(31571861)
2. 辽宁省重点研发计划“阳光猪肉质量安全控制及绿色加工技术应用与示范”
(2017205003)
3. 辽宁省高等学校产业技术研究院重大应用研究项目“调理休闲肉蛋制品绿色制造关键技术研发与示范”(041804)
4. 江苏省肉类生产与加工质量安全控制协同创新中心

原创性声明

本人郑重承诺：所呈交的硕士学位论文是本人在导师指导下进行的研究工作和取得的研究成果。尽我所知，除了文中已经注明引用的内容外，本论文不包含其他个人或集体已经发表或撰写过的研究成果。对本文的研究做出重要贡献的个人和集体，均已在文中以明确方式标明。本人完全意识到本声明的法律结果由本人承担。

论文作者签名：

日期： 年 月

口腔加工过程中红烧肉香气释放规律及其影响因素

摘 要

口腔加工过程是复杂的食品性质变化和口腔生理响应的动态过程。食品入口后在牙齿、舌头、唾液等共同作用下原始结构变形，颗粒减小，化学性质改变，形成可以安全吞咽的新的结构体-食团，最终触发吞咽。在此过程中，可诱导风味化合物的释放，进而影响风味感知。因此，口腔加工对进食期间香气化合物的释放具有重要作用。

红烧肉作为一种“原态脂肪依赖型”食品，是肉类食品口腔加工和口感研究最为适合的载体。本文以红烧肉为研究对象，探究口腔加工过程中受试者口腔生理参数及食团特性的变化情况，并采用固相微萃取结合气质联用仪对受试者呼气中的挥发性成分进行检测分析，以明确红烧肉在不同口腔加工阶段的香气释放动力学及其影响因素，主要研究内容及结果如下：

1. 经过招募、筛选和专业培训，最终构建由 4 人组成的受试者小组。跟踪分析口腔加工过程中单个受试者咀嚼参数、唾液分泌状况以及红烧肉食团的水分含量的动态变化规律，对受试者小组在不同口腔加工阶段红烧肉食团的部分物理化学属性进行分析，探究由口腔生理因素导致的个体差异性大小及食团特性变化情况。结果表明：（1）各受试者间的咀嚼参数、唾液分泌均存在显著性差异（ $P<0.05$ ），但变化规律存在一定的一致性：在红烧肉口腔加工过程中，随着咀嚼时间的延长，各受试者的咀嚼次数均显著增多（ $P<0.05$ ），咀嚼频率无显著变化、处于相对稳定状态（ $P>0.05$ ）；不同口腔加工阶段的红烧肉食团的湿基和干基水分含量差异显著（ $P<0.05$ ），且均呈上升趋势；各受试者的唾液分泌量显著升高（ $P<0.05$ ），唾液流速显著降低（ $P<0.05$ ）并趋于稳定。（2）红烧肉在口腔加工过程中的脂肪含量及氧化分解情况也随之改变：食团脂肪含量呈现降低趋势，但无显著差异（ $P>0.05$ ）；溶解于唾液中的脂肪含量变化显著（ $P<0.05$ ）并在中后期趋于稳定；脂肪氧化、脂肪酸组成及构成比例不断变化，对红烧肉口腔加工过程中的香气释放也具有重要作用。（3）红烧肉食团微粒的 D_{50} 对应的粒子大小在整个口腔加工过程中显著升高（ $P<0.05$ ），粒度分布曲线呈“双峰”型；微观结构观察表明：随着口腔加工的进行，所形成的油滴-唾液微粒增多且越来越细密；口腔加工前期红烧肉食团呈现层状分布，中后期食团网状结构明显，吞咽点食团的均一性较高，呈现较为紧密的固态连续相。口腔加工行为可改变食团特性，进而影响香气化合物在食团-空气相的传质转移。

2. 要求 4 名受试者自由咀嚼红烧肉样品，并在不同口腔加工阶段使用 Tedlar[®] 采样袋收集呼出的气体，之后应用固相微萃取-气相色谱/质谱技术对呼气中挥发性成分进行定性定量分析，以不连续的方式跟踪监测每名受试者在不同加工阶段呼出空气中的挥发性化合物的释放。结合受试者咀嚼参数和食团特性的变化情况，综合分析口腔内的香气释放模式以及影响香气释放的因素。结果表明：香气释放曲线显示红烧肉在口腔加工过程中的香气释放始终处于动

态变化，个体差异性不可避免，且吞咽后早期存在较大的香气释放；吞咽前阶段与吞咽后相比香气释放比比较大，但香气化合物的疏水性（ $\log P$ 值）越高，其吞咽后香气释放的水平也随之增高；相关性分析结果表明，香气释放量与咀嚼时间（ $r=0.856$ ， $P<0.01$ ）、咀嚼次数（ $r=0.855$ ， $P<0.01$ ）、食团干基水分含量（ $r=0.850$ ， $P<0.01$ ）、食团湿基水分含量（ $r=0.836$ ， $P<0.01$ ）、唾液分泌量（ $r=0.822$ ， $P<0.01$ ）均呈极显著正相关，与唾液流速（ $r=-0.668$ ， $P<0.01$ ）、唾液中溶解的脂肪量（ $r=-0.543$ ， $P<0.05$ ）、食团中的脂肪含量（ $r=-0.644$ ， $P<0.01$ ）呈显著负相关。受试者口腔生理参数决定香气释放模式，口腔加工行为改变食团特性，与红烧肉食团成分共同作用影响香气释放。而食团脂肪的存在可作为香气化合物的溶剂，保留并延缓强疏水性挥发物在口腔中的释放。

关键词：红烧肉；口腔加工；香气释放；挥发性有机化合物；吞咽

REGULATION AND EFFECT FACTORS OF AROMA RELEASE FROM STEWED PORK WITH BROWN SAUCE DURING ORAL PROCESSING

ABSTRACT

Food oral processing is a complex dynamic process of food properties and oral physiological response. While food is being eaten, structural deformation, particle reduction and chemical changes occur from the original structure through the joint action of teeth, tongue, saliva, etc. A new structure-bolus can be swallowed safely and will be triggered swallowing eventually. During oral processing, which induces the release of flavor compounds, and then in turn influence flavor perception. Oral processing plays an important role in the release of aroma compounds.

As an “primitive state fat-dependent” food, Stewed Pork with Brown Sauce is the most suitable carrier for oral processing and mouth-feel perceptions research of meat products. In this paper, Stewed Pork with Brown Sauce was used as the research object to study the changes of oral physiological parameters and the characteristics of the boluses during oral processing, followed by solid phase microextraction (SPME)-gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS) to detect volatile organic compounds in the exhaled gas of the subjects. To clarify the aroma release kinetics and effects of Stewed Pork with Brown Sauce at different oral processing stages. The main research contents and results were as follows:

1. The panel of four subjects was built by recruiting members for evaluation, selection, and professional training. The dynamic changes of chewing parameters, salivation and bolus moisture content in individual subjects during oral processing were tracked and analyzed. In addition, some physical and chemical properties of the boluses at different oral processing stages were tested. To explore the differences in individual subject and changes in the characteristics of the bolus caused by oral physiology. Results showed that: (1) There were significant differences in chewing parameters and saliva secretion among four subjects ($P<0.05$), but there was a certain consistency in the change: during oral processing of stewed pork. With the prolongation of chewing time, the chewing cycles of each subject increased significantly ($P<0.05$), whereas the chewing frequency was not changed significantly, and it was stabilized relatively ($P>0.05$). Moisture content of wet and dry basis in the boluses increased significantly at different oral processing stages ($P<0.05$); the

salivation was increased significantly for each subject ($P<0.05$), while the saliva flow rate was decreased significantly ($P<0.05$) and tend to be stabilized. (2) The fat content and oxidative decomposition of stewed pork during oral processing also changed: the fat content of the bolus showed a decreasing trend, but there was no significant difference ($P>0.05$); the fat content dissolved in saliva changed significantly ($P<0.05$) and tend to be stable at the middle and late oral processing stages; fat oxidation and the change of fatty acid composition and composition ratio, which also plays an important role in the aroma release during oral processing of Stewed Pork with Brown Sauce. (3) The average diameter of stewed pork bolus apparent particle size corresponding to D_{50} increased significantly during oral processing ($P<0.05$), the particle size distribution curve showed “double peak”; Further, microstructure observation of boluses showed that the droplets of oil-saliva was formed during oral processing, and the emulsion droplets size increased and became finer and denser; In addition, the bolus at the early stage of oral processing showed a layered distribution, and the reticular network structure was obvious at the middle and late stages. The bolus ready-to-swallow possessed a higher uniformity, illustrated a relatively tight solid continuous phase. Oral processing behavior can change the characteristics of the bolus, which in turn influences the mass transfer of aroma compounds in the bolus-air phase.

2. Four subjects chewed the samples of Stewed Pork with Brown Sauce freely and collected the exhaled gas samples used Tedlar[®] gas bags at different oral processing stages, followed by solid phase microextraction-gas chromatography/mass spectrometry to detect volatile organic compounds in the exhaled gas. Qualitative and quantitative analysis of the exhaled gas for each subject at different oral processing stages with a discontinuous manner. Combined with the change of chewing parameters and the characteristics of the bolus, the aroma release pattern in the oral cavity and effects of aroma release were comprehensively analyzed. The results showed that: the aroma release curves were found that the aroma release of stewed pork was always in dynamic during oral processing, the inter-individual difference was still unavoidable, and there was a large aroma release at the early post-swallow period; the ratio of aroma release was larger at the pre-swallow stage than the post-swallow stage. However, the higher the hydrophobicity ($\log P$ value) of the volatile, the more release of aroma at post-swallow; Correlation analysis showed that the aroma release amount was significant positive correlation between the chewing time ($r=0.856$, $P<0.01$), chewing cycles ($r=0.855$, $P<0.01$), the moisture content of the dry ($r=0.850$, $P<0.01$) and wet ($r=0.836$, $P<0.01$) bolus, and salivation ($r=0.822$, $P<0.01$); whereas which was significant negatively correlation with saliva flow rate ($r=-0.668$, $P<0.01$), dissolved fat in saliva ($r=-0.543$, $P<0.05$), and fat content in the bolus ($r=-0.644$, $P<0.01$). The oral physiological parameters of the subjects determine the pattern of

aroma release, the oral processing behavior changes the characteristics of the food bolus, and the combination of stewed pork bolus components effect the aroma release together. While the presence of the fat of the bolus can act as a solvent or “flavour sink” solubilizing lipophilic volatiles, retaining and delaying their in-mouth release.

KEY WORDS: Stewed Pork with Brown Sauce; Oral processing; Aroma release; Volatile organic compounds; Swallowing

缩略词中英文对照表

ABBREVIATION INDEX

英文缩写	英文全称	中文词义
VOCs	Volatile organic compounds	挥发性有机化合物
GC-O	Gas chromatograph-Olfactometry	气相色谱-嗅辨联用
PTR-MS	Proton transfer reaction mass spectrometry	质子转移质谱
API-MS	Atmospheric Pressure Ionization-Mass Spectrometry	大气压电离-质谱
APCI-MS	Atmospheric Pressure Chemical Ionization-Mass Spectrometry	大气压化学电离-质谱
GC-MS	Gas chromatograph-mass spectrometry	气相色谱-质谱联用
SPME	Solid phase microextraction	固相微萃取
RATD	retronasal aroma-trapping device	鼻后香气捕获装置
TDS	Temporal dominant sensation	暂时性支配分析法
IP	imposed chewing and swallowing pattern	强制性咀嚼和吞咽模式
FP	free protocol	自由模式
AUC	Area under curve	曲线下面积
CV%	the coefficient of variation	变异系数
W	Kendall's coefficient of concordance	肯德尔和谐系数
SDS	Sodium dodecyl sulfate	十二烷基硫酸钠
PBS	Phosphate buffer solution	磷酸缓冲液
C _{14:0}	Myristic acid	肉豆蔻酸
C _{16:1}	Palmitoleic acid	棕榈油酸
C _{16:0}	Palmitic acid	棕榈酸
C _{18:2}	Linoleic acid	亚油酸
C _{18:1}	Oleic acid	油酸
C _{18:0}	Octadecanoic acid	硬脂酸
C _{20:2}	Eicosadienoic acid	二十碳二烯酸
C _{20:1}	Eicosaenoic acid	二十碳一烯酸
C _{20:0}	Eicosanoic acid	花生酸
SFA	Saturated fatty acid	饱和脂肪酸
PUFA	Polyunsaturated fatty acid	多不饱和脂肪酸
MUFA	Monounsaturated fatty acid	单不饱和脂肪酸
UFA	Unsaturated fatty acid	不饱和脂肪酸

目录

摘 要.....	I
ABSTRACT.....	III
缩略词中英文对照表.....	VI
1 前言.....	1
1.1 口腔加工.....	1
1.1.1 食品的分解与破碎.....	1
1.1.2 食团形成与运输.....	2
1.1.3 食团吞咽与残留.....	2
1.2 香气释放.....	3
1.2.1 影响口腔中香气释放的因素.....	3
1.2.1.1 食品基质.....	3
1.2.1.2 挥发性化合物性质.....	4
1.2.1.3 受试者生理参数.....	4
1.2.2 口腔加工过程中香气释放的研究方法.....	6
1.2.2.1 模型口腔系统.....	6
1.2.2.2 监测香气释放的方法.....	6
1.2.2.3 研究对象.....	7
1.3 以红烧肉为载体研究口腔加工对香气释放的影响.....	8
2 材料与方法.....	9
2.1 材料.....	9
2.2 主要试剂.....	9
2.3 主要仪器与设备.....	9
2.4 受试者小组的建立.....	10
2.4.1 受试者招募.....	10
2.4.2 受试者筛选及确定.....	10
2.5 受试者培训与咀嚼实验.....	11
2.6 样品制备.....	11
2.6.1 红烧肉样品的制备.....	11
2.6.2 食团样本的制备.....	11
2.6.3 呼气样本的采集制备.....	12
2.6.3.1 Tedlar®采样袋.....	12

2.6.3.2 老化与清洗.....	12
2.6.3.3 呼气样本采集.....	13
2.7 指标测定方法.....	13
2.7.1 受试者咀嚼参数的测定.....	13
2.7.2 食团水分含量的测定.....	14
2.7.3 受试者唾液分泌情况的测定.....	14
2.7.3.1 受试者唾液分泌量的测定.....	14
2.7.3.2 受试者唾液流速的测定.....	14
2.7.4 脂肪含量的测定.....	14
2.7.4.1 食团中脂肪含量的测定.....	14
2.7.4.2 唾液中溶解的脂肪含量的测定.....	15
2.7.5 脂肪酸组分的测定.....	15
2.7.5.1 脂肪提取.....	15
2.7.5.2 脂肪酸甲酯化.....	15
2.7.5.3 脂肪酸组成分析.....	15
2.7.6 食团粒径分布的测定.....	16
2.7.7 微观结构的观察.....	16
2.7.7.1 肉汁-唾液混合物微观结构的观察.....	16
2.7.7.2 食团微观结构的观察.....	16
2.8 呼气样本的测定.....	17
2.8.1 固相微萃取.....	17
2.8.2 GC-MS 检测.....	17
2.8.3 定量分析.....	17
2.9 数据分析.....	17
3 结果与讨论.....	18
3.1 受试者咀嚼参数的变化.....	18
3.2 食团水分含量的变化.....	20
3.3 受试者唾液分泌的变化.....	21
3.3.1 受试者唾液分泌量的变化.....	21
3.3.2 受试者唾液流速的变化.....	22
3.4 脂肪含量的变化.....	23
3.5 脂肪酸.....	24
3.6 食团粒径分布情况的变化.....	26

3.7 微观结构的变化.....	27
3.7.1 肉汁-唾液混合物微观结构变化.....	27
3.7.2 食团微观结构变化.....	27
3.8 香气释放.....	28
3.8.1 实验方法的重复性和稳定性.....	28
3.8.2 背景呼吸.....	28
3.8.3 不同加工阶段红烧肉的主要挥发性成分.....	29
3.8.4 总体香气释放.....	30
3.8.5 个体香气释放.....	32
3.8.6 吞咽前和吞咽后香气释放.....	34
3.8.7 相关性分析.....	37
4 结论、创新点与展望.....	39
4.1 结论.....	39
4.2 创新点.....	39
4.3 展望.....	39
参考文献.....	40
硕士期间发表论文情况.....	52
致谢.....	53
附录.....	54

CONTENTS

ABSTRACT.....	III
ABBREVIATION INDEX.....	VI
1 Introduction.....	1
1.1 Food oral processing.....	1
1.1.1 Food breakdown and fragmentation.....	1
1.1.2 Bolus formation and transportation.....	2
1.1.3 Bolus swallowing and residue.....	2
1.2 Aroma release.....	3
1.2.1 Effect of aroma release in the mouth.....	3
1.2.1.1 Food matrix.....	3
1.2.1.2 Volatile compound properties.....	4
1.2.1.3 Physiological parameters of the subject.....	4
1.2.2 Methods for aroma release during oral processing.....	6
1.2.2.1 Model oral system.....	6
1.2.2.2 Methods for monitoring aroma release.....	6
1.2.2.3 Research objects.....	7
1.3 Stewed Pork with Brown Sauce is an appropriate carrier for the study of aroma release during oral processing.....	8
2 Materials and methods.....	9
2.1 Materials.....	9
2.2 Primary reagents.....	9
2.3 Main instruments and equipments.....	9
2.4 Establishment of the subject panel.....	10
2.4.1 Subject recruitment.....	10
2.4.2 Subject selection and determination.....	10
2.5 Training sessions.....	11
2.6 Sample preparation.....	11
2.6.1 Preparation of Stewed Pork with Brown Sauce.....	11
2.6.2 Collection of bolus.....	11
2.6.3 Preparation of breath samples.....	12
2.6.3.1 Tedlar [®] gas bag.....	12
2.6.3.2 Aging and purification.....	12

2.6.3.3 Collection of breath.....	13
2.7 Experiment methods.....	13
2.7.1 Determination of subject chewing parameters.....	13
2.7.2 Determination of bolus moisture content.....	14
2.7.3 Determination of subject Salivation.....	14
2.7.3.1 Subject saliva secretion.....	14
2.7.3.2 Subject saliva flow.....	14
2.7.4 Determination of fat content.....	14
2.7.4.1 Fat content in bolus.....	14
2.7.4.2 Fat content dissolved in saliva.....	15
2.7.5 Determination of fatty acid composition.....	15
2.7.5.1 Fat extraction.....	15
2.7.5.2 Fatty acid methyl esterification.....	15
2.7.5.3 Analysis of fatty acid composition.....	15
2.7.6 Determination of Bolus particle size distribution.....	16
2.7.7 Microstructural analysis.....	16
2.7.7.1 Microstructural analysis of meat juice-saliva.....	16
2.7.7.2 Microstructural analysis of bolus.....	16
2.8 Determination of breath samples.....	17
2.8.1 Solid phase microextraction.....	17
2.8.2 Gas chromatograph-mass spectrometry.....	17
2.8.3 Quantitative analysis.....	17
2.9 Data analysis.....	17
3 Results and discussion.....	18
3.1 Changes of Subject chewing parameters.....	18
3.2 Changes of bolus moisture content.....	20
3.3 Changes of Subject salivation.....	21
3.3.1 Changes of Subject saliva secretion.....	21
3.3.2 Changes of Subject saliva flow.....	22
3.4 Changes of fat content.....	23
3.5 Changes of fatty acid composition.....	24
3.6 Changes of bolus particle size distribution.....	26
3.7 Bolus microstructural analysis.....	27

3.7.1 Changes of meat juice-saliva microstructural.....	27
3.7.2 Changes of bolus microstructural.....	27
3.8 Aroma release.....	28
3.8.1 Repeatability and stability of experimental methods.....	28
3.8.2 Background breath.....	28
3.8.3 Main volatile components of at different oral processing stages.....	29
3.8.4 Aroma release of panel mean.....	30
3.8.5 Aroma release of individual subject.....	32
3.8.6 Aroma release of pre- and post-swallow.....	34
3.8.7 Correlation analysis.....	37
4 Conclusion, Innovation and Prospect.....	39
4.1 Conclusion.....	39
4.2 Innovation.....	39
4.3 Prospect.....	39
References.....	40
Publications.....	52
Acknowledgments.....	53
Appendix.....	54

1 前言

进食期间，食品经咀嚼破碎、分解并与唾液聚集形成食团，之后触发吞咽再进一步消化。在口腔加工过程中，从食团中释放出香气和滋味化合物，并转移至唾液：其中滋味物质递送到位于舌头上的受体以便于味觉感知；而香气化合物则进入到口腔中的空气相，并通过呼吸气流输送到鼻腔，之后被嗅觉受体感知。口腔加工^[1]作用对食品口感形成具有重要影响，在进食过程中所感受到的风味，主要由食品中的风味物质在口腔内释放的速度和程度决定。大部分食品都会在口腔中发生物理和化学变化，这些变化影响了食品中风味化合物的释放。食品咀嚼过程中释放的挥发性化合物变化是风味感知的重要决定因素，本文主要讨论口腔加工对食品香气释放的影响。

1.1 口腔加工

食品口腔加工（Food oral processing）是一个复杂的食品性质变化和口腔生理响应的动态过程^[1]，由嘴、下颚、牙齿、舌头以及口腔和面部肌肉等高度协调完成，其中主要包括有节奏的咀嚼动作及连续的唾液分泌等^[2,3]。口腔加工是食品消化的第一步，虽然食品在口腔中仅停留了几秒、多则几分钟的时间，但食品在此期间发生了大量的结构和物理化学变化^[4]。口腔加工可以看作是食品加工的逆过程，食品入口后从原始结构通过牙齿、舌头、唾液等的共同作用下发生结构变形、颗粒减小和化学性质的改变，使其形成可以安全吞咽的新的结构体-食团（Food bolus），并最终触发吞咽。食品口腔加工始于入口瞬间，止于吞咽或口腔清除之后，具体可分为以下几个阶段：

1.1.1 食品的分解与破碎

食品的分解与其自身的结构特性、食品 and 食品之间的相互作用密不可分。液体或粘性食品具有一定的流动性或者润滑性，且其本身结构接近于适于吞咽的状态，因此口腔加工处理较为简单^[5,6]；而固体或一些半固体食品的结构较为复杂，从入口到吞咽期间需要进行一系列的口腔加工处理^[7,8]。食品在口腔加工阶段处于破坏与重组的过程^[9]，其在咀嚼作用下几何结构破碎，且从大颗粒分解成小碎片（毫米级或以下），并在舌头、唾液等的作用下混合形成紧密结合的糊状团，最终触发吞咽。在这个过程中，食品的表面积不断变化，可能直接影响风味物质在口腔内的释放。

食品进入口中，牙齿（臼齿或者尖牙）咀嚼和口腔挤压等作用使食品结构破坏，并破碎、分解成小颗粒，食品颗粒可与口腔表面产生摩擦^[10,11]；食品在咀嚼过程中释放出液体成分（水

分或油滴），期间伴随唾液分泌，在口腔中产生润滑行为等^[12]；另外，口腔加工过程中，食品经一系列复杂的结构变化，完成从整体到食品颗粒进而形成食团并吞咽的过程，这一宏观变化与其微观结构变化密切相关。食品结构的破碎程度也与其质地特性变化密切相关，且已证明口腔加工对质地口感的形成具有重要作用^[13]，可能进一步影响香气释放^[14]。

1.1.2 食团形成与运输

咀嚼过程中食品颗粒逐渐被运输到口腔的后部，在唾液混合作用下聚集连接^[15]，形成食团或膏体状悬浮液。需要注意的是，不同的食品具有不同的流变学特性，且一些食品本身是非均质的，其形成的食团内部呈现固-液混合状态。唾液与舌头在食团的形成及运输过程中发挥了重要的作用，食团的流变学性质随着唾液的分泌和口腔中的剪切行为而改变^[16,17]。在食品口腔加工期间，唾液参与食品的结构破坏，唾液成分如唾液淀粉酶、脂肪酶等还可与食品中的一些成分发生酶解反应等，形成新的食品结构，从而增加食品颗粒的粘性、内聚性，促进食团的形成并使其具有一定的润滑性，以安全运输至咽喉部进行吞咽事件。另外，口腔加工过程中唾液分泌持续发生，刘登勇等^[13]已验证了食团水分含量是触发吞咽的重要标志之一，且吞咽点时食团水分含量最高。咀嚼后期唾液会稀释食品中的风味成分^[18]，促进风味分子的释放和重新组成，影响口腔加工过程中的香气释放^[19,20]。

1.1.3 食团吞咽与残留

口腔加工后期，食团逐渐趋于稳定，并达到合适的流变学特性，大脑发出指令即可触发吞咽动作^[9]。食团的延展性、粘性和食团颗粒的大小等^[16,21]是影响吞咽的关键因素，其中，剪切和拉伸粘度都是影响食团吞咽的重要因素，增加食团的最大拉伸粘度可减少吞咽后的残留物^[16,22]；另外，食团水分含量影响食团流变学、润滑度^[21,23,24]，也可影响吞咽的进行，是衡量食团是否适宜吞咽的重要标志之一^[25,26]。吞咽过程分为三个阶段：口腔阶段、咽部阶段和食管阶段^[1]，主要是舌头和口腔上颚协同作用形成一定的压力，把食团安全的运送到咽喉部^[27-29]。吞咽能力与舌压直接相关，受到年龄影响较大^[30,31]。咀嚼阶段，食团主要以剪切形变为主，但吞咽时其流变特性发生剧烈变化，长度显著增加，拉伸形变占据主导地位^[16]，对风味物质的释放也可能产生影响。

吞咽动作发生后，大部分食团已被清除，但仍旧有一部分食品颗粒残留在口腔和咽喉处^[16]，食团润滑性、粘性等均可影响吞咽后的残留，而增加食团的最大拉伸粘度可减少吞咽后的食团残留^[16,22]。吞咽后残留食团的数量、性质等，均影响口腔感知，主要涉及余味感知^[32,33]。

1.2 香气释放

香气是构成食品品质的重要因素之一^[34]。香气释放^[35]，通常是指在生产、贮存、制备以及食用过程中香味成分从食品组分中释放；狭义上仅指在进食期间挥发性成分的释放。食品口腔加工^[1]始于入口瞬间、止于吞咽或口腔清扫之后，在此过程中食品结构分解，进而诱导风味化合物释放到唾液相。味蕾细胞感知唾液中的非挥发性风味物质，而挥发性有机化合物（Volatile organic compounds, VOCs）则从唾液运输到口腔中的空气相，气流通过喉咙进入到位于鼻腔中的嗅觉受体，最终导致鼻后香气感知^[36-38]。食品中的挥发性成分在口腔中释放的速度和程度决定香气强度，而食品进入口腔会发生一系列物理和化学变化，这些变化共同作用影响口腔中的香气释放。因此，食品在口腔中的香气释放是一个复杂的过程，其影响因素也是复杂多样的。

1.2.1 影响口腔中香气释放的因素

香气释放是一个动态过程，主要取决于食品基质（结构和成分）^[8,39,40]，如食品的粘度和硬度、脂肪含量^[14,41]等均可影响食品中的挥发性成分在口腔内释放的速度和程度；香气成分也是复杂的，通常由多种挥发物混合组成，这些 VOCs 的性质不同，其与大分子（蛋白质、多糖等）相互作用或者在水和油相中溶解度的不同^[42-44]，也会影响香气释放模式；另外，受试者的生理特征^[38,45,46]（如呼吸速率、唾液成分和唾液流速、软腭开放以及咀嚼和吞咽动作等）也会导致个体间香气释放存在较大差异。

1.2.1.1 食品基质

影响香气化合物释放的因素较为复杂，取决于食品基质的性质，主要是由食品中的挥发性成分在口腔内释放的速度和程度决定的，已有证据表明食品基质可通过其结构变化对 VOCs 的释放产生影响^[8,39]，如固体食品颗粒碎化的速率和比表面积增加的速率直接决定风味分子的释放速度和释放程度^[47,48]；硬度或者粘度也可能对香气释放产生影响。一些研究表明，溶液的粘度或凝胶硬度对香气释放没有显著影响，而也有研究人员则报道当凝胶的粘度或硬度分别增加时，降低了 VOCs 在基质中的扩散，香气物质的释放减少^[18,49-52]；另外，基质的一些组分（例如溶质如糖和盐）可以通过改变唾液相中的物理化学条件来影响挥发性 VOCs 的唾液-空气分配，在物理化学水平上发生味道-香气相互作用。脂肪在食品（肉）中发挥纯粹的机械作用，使基质柔软、易于咀嚼，导致食品能够更加快速的进行口腔分解^[53,54]，有效的增加了颗粒表面积，从而导致更大的挥发性释放^[41,53]。F Damian 等^[8]综合性研究了食品基质结构和组成对口腔加工过程中香气释放的影响，不同状态（如固体、半固体和液体）和组成的食品香气释放模式存在较大差异。口腔加工过程中，食品基质的结构不断改变，食团特性也

随之变化，影响香气组分的扩散程度^[40]；但在咀嚼后期，食品的大部分结构已遭到破坏，香气释放的差异主要归因于食品基质成分的不同^[8]。

1.2.1.2 挥发性化合物性质

在食品基质中，香气化合物和大分子之间会发生不同类型的相互作用，影响口腔中香气的扩散和平衡，这依赖于 VOCs 的物理化学性质。香气中的挥发性成分和食品组分能够形成多种化学相互作用，改变香气物质的蒸气压，从而影响口腔中香气成分的挥发性释放。脂肪含量的增加可诱导疏水性较强的 VOCs 的较低释放^[8]，例如，在消费不同脂肪含量的奶酪期间，高脂奶酪释放的 2-庚酮 ($\log P=1.73$) 和己酸乙酯 ($\log P=2.83$) 的总量（曲线下面积）低于从低脂奶酪中的释放总量（曲线下面积）^[55]。F Damian 等^[41,53]观察不同脂肪含量的烤牛排在口腔加工过程中的风味释放时，发现亲脂性化合物（例如己醛、辛醛等）的浓度与牛排脂肪含量呈负相关；另外，脂肪成分的作用也会改变疏水性质不同的香气化合物在吞咽前或吞咽后的香气释放速率或数量，例如 2-壬酮 ($\log P=2.71$)，在咀嚼加工期间被更多地保留在奶酪中，且在吞咽后阶段释放更多^[56]。这是因为香气化合物性质决定其在液相和气相之间的分配系数和传质，进而物理阻碍 VOCs 的移动，并最终影响口内香气释放，例如，疏水性较强的 VOCs 几乎不溶于水，对食品中脂肪的亲合力更大，当食品组分中含有脂肪时优先进入到油颗粒相，导致口腔上空空气相中的香气浓度降低，并延缓释放直至吞咽后阶段。此外，食品中存在的碳水化合物和蛋白质均可与香气组分发生相互作用^[14,57,58]。对于含有蛋白质的模型系统中，长链酯类化合物比短链酯保留的程度更高^[59]，蛋白质含量较高的酸奶中大多数酯类的含量也往往高于奶酪或多糖凝胶^[60]；碳水化合物也能够通过形成凝胶、提高粘度或者加速形成乳液而影响 VOCs 的传质^[61-63]。

1.2.1.3 受试者生理参数

受试者的生理特征是影响口腔加工过程中香气释放的重要因素，对影响香气释放的生理参数进行了综述^[38]，主要包括：咀嚼行为、唾液成分和分泌量、呼吸速率、软腭开放和吞咽事件等，以上某些或者所有因素综合作用，导致受试者间的香气释放存在较大的个体差异。另外，口腔黏膜的吸附能力对吞咽后香气释放有较大影响^[64]。

咀嚼行为：受试者咀嚼参数（咀嚼时间、咀嚼次数、咀嚼力度）影响食团中 VOCs 的挥发，香气释放量随咀嚼活动而增加^[14,65,66]。咀嚼行为可导致不同的食品分解模式，因此香气释放还受到食品基质在口腔中的运动和状态的影响：咀嚼作用使得食品破碎、分解，导致基质的紊乱和食品颗粒与唾液的混合，在此过程中食团粒径不断变化，但粒径分布主要与食品基质的质地特性相关，不存在个体差异性^[21]；另外，食品破碎与食团聚合也导致食品-唾液混合物的表面积不断变化，从而改变 VOCs 的传递界面^[67]。

唾液分泌：唾液是复杂并具有强烈的个体差异的胶体体系，有研究调查了近 300 名受试

者的唾液成分,发现受试者在唾液淀粉酶活力、脂肪酶水解力、总蛋白含量以及一些关键唾液酶和金属离子的含量上的差异高达 1-2 个数量级^[68]。唾液的首要功能是润湿软化食品颗粒,使其粘聚在一起形成具有一定内聚性的食团^[9]。食品与唾液润湿混合后,其机械性质会有很大的不同。更重要的是唾液中含有的各种酶类活性成分(如淀粉酶、脂肪酶等)会与食品成分产生即时作用,从而改变食品的物理化学性质^[69]。唾液是风味成分释放的媒介,所有的风味成分都需经过唾液才能到达嗅觉受体,因此 VOCs 在唾液中的溶解度是决定食品香气释放的关键^[69,70]。不同受试者唾液中各异的唾液生化成分及含量,会造成相同食品在不同受试者口腔加工过程中的气味释放的差别。一些研究还比较了人生理唾液与人工唾液对香气释放的影响^[50,71,72],发现唾液的作用依赖于化合物的性质,涉及不同的现象:稀释、保留和释放。但是,人工唾液对香气释放的影响与人生理唾液不同,这可能是因为人体唾液中存在酶^[73-75]。另外,当食品中含有脂质时,咀嚼作用可使唾液与其发生乳化作用,影响香气释放,主要影响挥发性和传质因子^[76,77]。

呼吸速率和软腭开放:通常通过检测受试者鼻腔或者口腔中的呼出气体成分测量香气释放,因此呼吸速率的个体差异可能导致香气释放状况不同。例如,在相同情况下,一名受试者若以另一名受试者两倍的速度进行呼气,相同的时间内,其呼气中的挥发性物质可能是另一个人的两倍^[8]。Hanaoka 等人^[78]使用 GC-O (Gas chromatograph-Olfactometry) 测定法观察到呼吸速率越快,越有助于向口腔上空呼出更多香气物质。I C Trelea 等^[79]证明鼻腔中挥发性化合物浓度高低依赖于两次连续吞咽之间的呼吸速率、软腭开放等。F Damian 等^[44]和 M Repoux 等^[80]在口腔加工液体和软固体食品时,发现个体软腭位置存在差异,这也是挥发性释放变化的重要原因之一。软腭位于舌的后部时,口腔可以看作是不发生气体交换的封闭系统,口腔加工期间的软腭位置随着咀嚼事件而变化,使得软腭能够打开和关闭,从而影响呼吸气流中香气化合物的转移^[81,82]。

吞咽事件:口腔加工过程中,受试者的吞咽动作以及吞咽次数均会对香气释放量产生影响。一方面,吞咽发生后,从口腔中去除液体和破碎的基质,从而改变口腔内香气浓度;另一方面,它将含有 VOCs 的少量空气泵入咽喉/鼻子,降低呼气中的香气释放量。R Ruijschop 等^[66]和 K G C Weel 等^[83]均发现吞咽后第一次呼气(“吞咽呼气”)中的香气释放信号增强,且每次吞咽呼气都会产生“香气脉冲”,吞咽的连续导致总体香气释放增加^[84]。L Boisard 等^[14]在对奶酪的香气释放进行分析时发现,发生多次吞咽动作的受试者,呈现出更高的香气释放,吞咽次数与总香气释放量(所有香气化合物的曲线下面积)之间存在显著正相关($r=0.566$, $P<0.05$)。另外,一些研究表明,不同受试者在吞咽前和吞咽后的香气释放模式可能存在差异^[8,85],M Repoux 等^[56]在对固体奶酪进行口腔加工时,观察到在吞咽前阶段释放出更多的丙酸乙酯,而 2-壬酮则在吞咽后阶段释放,这可能是由于香气化合物与生理参数发生相互作用导致的。

口腔黏膜：口腔中释放的香气化合物也可与口腔粘膜相互作用。Buettner 等人^[86]的研究表明，在摄入香气化合物的溶液后，30%-40%的香气物质可以与口腔粘膜发生相互作用。另外，食品经历从口腔到咽部之后，一层薄薄的残留物（口腔涂层）可以覆盖在口腔黏膜，并作为香气化合物的溶剂或者“储存槽”，这些香气化合物可以在吞咽后释放出来，参与食品的回味^[8,20,79]。且有研究表明，吞咽后口腔表面的残留食品的数量会随着脂肪含量的增加而增加^[56]，食团的延展性和水分含量也可能导致不同的食品残留，影响吞咽后香气释放^[87]。

消费方案：测量香气释放的消费方案不同，可能会产生方法学差异^[81,88]。为了减小生理因素造成的个体差异，有研究采用严格的方案控制受试者的咀嚼和呼吸行为^[8,41,44]，而另外一些研究则采用自由咀嚼模式，对食品口腔加工中的香气释放进行测量^[14]，观察并分析单个受试者的典型行为模式对香气释放的影响。S Leclercq 等^[89]应用强制性咀嚼和吞咽模式（Imposed chewing and swallowing pattern, IP）和自由模式（Free protocol, FP）分别对受试者小组进行香气释放测量，但结果表明，实施严格的咀嚼和吞咽模式并没有显著改善个体差异性。而 Aprea 等人^[90]在研究蛋挞在咀嚼过程中的香气释放时，比较了自由和强制性的消费方案，结果表明使用强制方案可以减少个体间的差异（采用强制和自由方案后的变异系数分别为 52%和 32%），并影响鼻内香气释放。因此，应根据研究目的选择自由或强制性的消费方案。

1.2.2 口腔加工过程中香气释放的研究方法

1.2.2.1 模型口腔系统

模型口腔系统允许控制咀嚼参数，可成为研究口腔参数的影响，而没有个体差异的有力工具。S. M van Ruth 和 J. P Roozen^[91]研究出了一种口腔模型系统，用于甜椒和四季豆的风味释放；Gaëlle Arvisenet 等^[92]设计模型口腔系统用于苹果的香气释放，发现破碎颗粒较小的模型系统释放出更多的挥发性化合物；Brauss 等^[93]利用模型口腔系统探究了影响饼干香气释放的因素；Kathryn D 等^[94]设计了一种的鼻后香气模拟器（Retronasal aroma simulator, RAS）来研究唾液、温度、气体流速等对风味释放的影响，并且成功将 RAS 数据与实际食品的鼻空间检测数据进行比较、对应，但其通常不可能重现真实口腔的复杂性。侧面说明，直接测量进食期间从口腔/鼻子呼出的气体中 VOCs 浓度似乎是研究人体生理学对香气释放的影响的唯一方法。

1.2.2.2 监测香气释放的方法

食品入口到吞咽仅需要很短的时间，且此过程中影响香气释放因素较为复杂，这就使得人们难以预测口腔中 VOCs 的释放量和动力学。在此背景下，有学者使用大气压化学电离质谱（Atmospheric pressure chemical ionization-mass spectrometry, APCI-MS）^[95]或质子转移反应质谱（Proton transfer reaction mass spectrometry, PTR-MS）^[96]等呼吸空间分析方法，实时

监测释放到呼出空气中的 VOCs 变化。这两项技术首先由 Soeting 和 Heridema^[97]引入，以跟踪口腔中从水相和油相释放的丁酮的变化。近年来，它们被广泛的应用于不同类型食品香气释放的研究^[87]。A Tarrega 等^[19]使用肌电图（Electromyography, EMG）与 APCI-MS 结合的方法，同时研究咀嚼活动与香气释放的关系；F Damian 等^[41,98]使用 PTR-MS 测量不同脂肪含量的牛排在烤制过程中释放挥发物的速率以及受试者在食用这些烤牛排时呼出气体中的挥发物含量；N Blee 等^[99]采用 APCI-MS 研究了不同类型糖果的口腔内挥发物释放的变化；A Tarrega 等^[19]也使用了 APCI-MS 用于测定不同类型奶酪的香气释放状况。这两种仪器使用方法简单，为呼出气体的在线快速检测提供了一个很便捷的途径，但是 APCI-MS 系统对呼气中浓度太低或检测阈值较高的香气物质灵敏度较低^[45]；PTR-MS 只有物质的特征质荷比信息而没有分离步骤，通常很难识别出含有复杂挥发性成分的食品所产生的碎片，对于不明确的物质还需借助其他分析技术进行定性^[39,100,101]。

许多研究人员将两种或多种检测方法相结合，以克服局限性。B Adeline 等^[102]通过鼻后香气捕获装置（Retronasal aroma-trapping device, RATD）收集芒果在消费过程中释放的 VOCs，并通过固相微萃取-气相色谱/质谱（Solid phase microextraction-gas chromatography/mass spectrometry, SPME-GC/MS）检测分析。与 PTR-MS 或 APCI-MS 技术相比，GC-MS 检测技术在消费期间不提供香气释放的时间分布，能够在较低水平上识别 VOCs；E Pionnier 等^[45]研究开发了一种方法，将大气压电离质谱（Atmospheric pressure ionization-mass spectrometry, API-MS）与 SPME-GC/MS 同时检测，并对结果进行比较和互相补充，以不连续的方式跟踪咀嚼过程中呼出的空气中释放的 VOCs 浓度的变化，同时证实了在 SPME 纤维上物质间不存在竞争吸收；近年来，有研究人员使用 Tedlar[®]采样袋收集不同人群的呼出气体，结合 SPME-GC/MS 法对呼气中痕量挥发性有机物进行定性定量分析，主要用来反映机体内的生理病理情况^[103-106]或者分析环境被污染状况^[107-109]，且已证明该种结合方法具有良好的线性和重现性；Schwoebel 等^[110]利用 PTR-MS 对受试者运动期间的呼气进行分析，并与离线检测方法相比较，主要包括 Tedlar 袋中的呼吸采样、SPME 预浓缩、通过 GC-MS 分离和鉴定。结果表明，在具有稳定的生理参数期间，PTR-MS 和 SPME-GC-MS 测量结果之间具有良好的相关性。另外，固相微萃取集采样、萃取、浓缩、进样为一体，对呼气样品中非极性、弱极性和强极性的 VOCs 都有很强的富集作用，且不受空气中水蒸气的影响，结合气相色谱/质谱可对呼气中挥发性成分进行定性定量分析^[111,112]。

1.2.2.3 研究对象

许多体内和体外实验研究都是在加入挥发性物质的模型食品系统上进行的，从而深入了解食品质地、口腔生理学和口腔加工因素对香气释放的影响^[91,113-115]。目前用于分析口腔加工过程中香气释放的样品多为面包^[39,43,116]、奶酪^[6,14,20,56,117]、凝胶^[5,18,53]等，很少有研究使用真实食品基质来研究口腔加工过程中的香气释放^[8,118,119]，对于肉及肉制品口腔内香气释放的涉及

更加的少^[41,42]，类似研究包含的食品种类较少，不能全面解读食品在口腔加工过程中的香气释放模式。

1.3 以红烧肉为载体研究口腔加工对香气释放的影响

红烧肉是中国传统肉食文化传承与发展的典型代表。时至今日，红烧肉已经不再只是一道简单而普通的家常菜肴，而是一个不断传承和发展的独特文化体系，是中国人精神和物质的双重大餐^[120]；每一名炎黄子孙都有一个无法言明的“红烧肉情节”，它更是一种精神寄托。红烧肉亦是雅俗共赏的，无论是位于君王国宴庙堂之高，抑或百姓居家江湖之远，都抵抗不了红烧肉的诱惑^[121]。“一块红烧肉入口，唇齿轻合，瘦肉酥韧有致，干而不柴；肉皮滑嫩而粘糯，咬劲在似有似无之间；最后舌头再有一嘬，中间那一层夹一层早已走了油的肥肉一下子溶解在口中”^[122]，唇齿留香，久久不散，美妙至极，难怪常有“此菜本非人间有，天上佳肴落街头”的说法。

红烧肉种类繁多、地域风味各异，各地区具有其独特的制作配方，但大体的烹饪程序类似，一首打油诗对红烧肉制作工艺进行了总结-“洗净毛污切四方，熬糖和水拌成浆。味精盐蒜加黄酒，八角姜葱并辣王。肉块精烹十足味，火候恰当久飘香。蓬门偶有诗常驻，酒肆搜来喜若狂。”最终呈现出色泽红亮、风味绵厚肥而不腻、入口即化且软而细腻的口感^[123]。红烧肉组成较为简单，可以从红烧肉样品中得到比较纯粹的瘦肉层、脂肪层，其肌肉组织中的游离氨基酸、肽类、核苷酸等物质，是肉制品风味的重要组成部分；而作为一种“原态脂肪依赖型”食品，红烧肉含有丰富的脂肪层，可在加热后融化破裂，溶出脂肪和脂肪酸^[124]，为肉制品的风味形成提供大量前体物质；另外，制作过程中添加的各种调味料、香辛料等也可以赋予红烧肉特殊的风味^[125,126]。实验室前期已对红烧肉口腔加工过程的质地、滋味口感进行了研究，并确定红烧肉是目前最适合用于肉类食品口腔加工口感研究的模型载体^[13,26,127,128]。

因此，本文以红烧肉为样品，受试者以自由模式进行咀嚼运动，使用 Tedlar[®]采样袋收集不同口腔加工阶段呼出的气体成分，结合 SPME-GC/MS 分析 VOCs 的释放情况（Breath-SPME-GC/MS），以便更好地理解口腔加工对挥发性释放的作用，并分析在该过程中可能影响每个阶段香气释放的因素，明确红烧肉口腔加工过程中的香气释放规律。另外，本文选取真实食物基质-红烧肉为研究对象，填补了体外香气释放研究中食物种类较少的空白，为全面解读不同食品在口腔加工过程中的香气释放动力学奠定方法学基础，且为红烧肉的标准化和工业化加工提供新的参考。

2 材料与方法

2.1 材料

带皮猪五花肉（猪种为三元猪，出栏周期为 5-6 个月，取样部位均为猪腹部腩肉）、香葱、生姜、大料、桂皮、香叶、腐乳（王致和红方）、绵白糖、酱油（东古一品鲜）、大豆油，皆购于锦州大润发超市；白酒（56°牛栏山二锅头），北京顺鑫农业股份有限公司。

2.2 主要试剂

99.999%氮气，锦州市鞍锦气体厂；乙醇（色谱纯），山东西亚化学工业有限公司；C7~C30 正构烷烃标样，美国 Supelco 公司；环己酮标准品 Sigma-Aldrich 公司；石油醚、苯、三氯甲烷、甲醇、海砂、十二烷基硫酸钠、无水硫酸钠、无水乙醇、戊二醛、磷酸二氢钠、磷酸氢二钠、氯化钠、叔丁醇等，均为国产分析纯试剂。

2.3 主要仪器与设备

表 2-1 主要仪器与设备

Table 2-1 Main instruments and equipment

仪器设备名称	厂家
AL104 电子天平	瑞士 Mettler Toledo 公司
电子分析天平 PL203 型	梅特勒-托利仪器（上海）有限公司
美的 C21-WT2118 型电磁炉	美的生活电器制造有限公司
Testo 925 单通道热电偶测温仪	德国德图集团
TD-4501 型 2 L-Tedlar®采样袋	大连德霖气体包装有限公司
一次性呼吸装置	大连德霖气体包装有限公司
肺功能测试鼻夹	康乐医疗器械有限公司
生化培养箱	上海一恒科技有限公司
电热鼓风干燥箱	上海一恒科技有限公司
Agilent7890A/5975C 型气质联用仪	美国 Agilent 公司
手动进样 57330U 型 SPME 手柄	上海安谱科学仪器有限公司
57318 型 75 μm CAR/PDMS SPME 萃取头	上海安谱科学仪器有限公司
HP-5MS 毛细管柱（30.0 m $\times$ 0.25 μm $\times$ 0.25 mm）	美国 Supelco 公司
20 mL 顶空钳口样品瓶	美国 Supelco 公司
BT-9300ST 激光粒度分布仪	丹东市百特仪器有限公司
SER148/6 脂肪测定仪	意大利 VELP 公司

UV2550 紫外-可见光分光光度计	日本 Shimadzu 公司
Allegra 64R 冷冻离心机	美国 Beckman 公司
FE20 型 pH 计	梅特勒-托利多仪器（上海）有限公司
RE-52AA 真空旋转蒸发器	上海亚荣生化仪器厂
FW-200 高速万能粉碎机	北京中兴伟业仪器有限公司
S-4800 场发射扫描电镜	日本日立公司
E-1045 真空离子溅射仪	日本日立公司
Free Zone 2.5 真空冷冻干燥机	美国 Labconco 公司
BCD-215KALM 海尔立式冷藏柜	青岛海尔股份有限公司
Nikon 80-I 正置显微镜	日本尼康公司

2.4 受试者小组的建立

2.4.1 受试者招募

考虑到实验进行的长久性及方便性，受试者的招募主要面向参与过感官分析实验的评价员，且均为食品专业在校硕士生或本科生。

2.4.2 受试者筛选及确定

考虑到红烧肉自身结构的特殊性以及消费人群和食用习惯，结合本文研究内容，参考《食品感官分析与实验》^[129]中所述方法，制定出受试者筛选调查问卷（详见附录一），初步筛选出健康参与者。调查表涉及个人健康状况（尤其口腔、鼻腔健康）、饮食习惯、带有香味化妆品使用情况以及对参与本次实验是否有兴趣等。健康状况是第一要素，该实验需参与人员口腔和鼻腔健康、无过敏史，这是因为假牙会影响参与人员食用样品时的唾液分泌等，鼻腔疾病则影响香气的释放感知等。且参与人员的体重指数要在正常范围内。调查饮食习惯旨在剔除对红烧肉有偏见的参与者，避免对红烧肉样品偏爱或厌恶造成实验偏差，以尽量保证实验结果可信度，如有些参与人员对猪肉制品有忌口，或者不喜欢食用红烧肉，则不适合参与本次实验。另外，要调查参与者的生活习惯，如有些参与人员日常生活中喜欢喷涂带有浓烈气味的化妆品，如香水等，可能影响实验结果。

参照 GB/T 1629.1-2012^[130]及相关文献^[101,131]所述方法，最终从筛选出的 10 名参与者中确定由 4 名受试者（男：女=1:1）参与到本研究中。受试者年龄在 20~26 周岁，且体重指数（BMI）在 19-24 kg/m²。要求受试者口腔健康、不偏食、不嗜烟，且近期无药物服用史，不影响咀嚼能力、吞咽能力及唾液分泌。受试者在参与本实验过程中未受到任何经济奖励，但是在每次实验结束时均会收到小零食以示感谢。

2.5 受试者培训与咀嚼实验

所选出的受试者此前均参与过感官分析实验，具备食品感官品质评价的基本知识和能力。但是，不同受试者个体之间存在咀嚼能力和唾液分泌等生理差异，所以仍需对受试者进行定向的再培训实验，一方面是让每名受试者自然咀嚼并吞咽红烧肉样品，以此确定每名受试者的咀嚼参数；另一方面则是使受试者小组接受食团和呼气样品收集培训，并熟悉整个实验流程，旨在提高结果准确性和可重复性^[132]以及小组成员之间的共识^[133]，尽量减小操作误差。

参照刘登勇等^[26]所述方法，对所选受试者进行培训及咀嚼参数测定：为防止饥饿或食品消化影响受试者的咀嚼和吞咽能力，要求受试者在感官实验前 90 min 内不进食。培训实验过程中，受试者以自由消费模式即按照其自身习惯咀嚼并吞咽定量的红烧肉样品，注意在咀嚼过程中尽量避免食品的口腔流失，使用秒表记录每名受试者的咀嚼/吞咽时间（从入口到最大吞咽的时间，Tc）以及此期间的咀嚼次数。在此之前受试者均已查看并签署书面知情同意书（详见附录二），且为了防止反应偏差，受试者在实验过程中均未被告知实验假设和预测性质的信息，仅熟知实验过程及目的。

2.6 样品制备

2.6.1 红烧肉样品的制备

实验室前期通过综合各地区制作工艺，优化出一种代表性红烧肉配方及加工工艺，本文参照刘登勇等^[134]所述的方法制作红烧肉样品。具体过程如下：将猪五花肉（1 kg）洗净沥干后切块（ $3.5 \times 3.5 \times 4 \text{ cm}^3$ ），150-160℃油炸 2.5 min，将油（10 g）、辅料（生姜 20 g、香葱 20 g、香叶 0.5 g、大料 5 g、桂皮 5 g）及肉块入锅翻炒 1 min，倒入白酒（50 g）并翻炒 1 min，加入调味料（酱油 80 g、腐乳 40 g、绵白糖 50 g）翻炒 2 min，加入清水，大火烧开后换文火炖煮 120 min，炖煮完毕后大火收汁 5 min。

样品处理^[127]：取出红烧肉样品，用吸水纸去除肉块表面汤汁等杂物，切去皮层，将样品切成 $20 \times 20 \times 10 \text{ mm}^3$ 的肉块（ $5.0 \pm 0.2 \text{ g}$ ，肥瘦比约为 4:6）。实验前用 300 W 电磁炉隔水加热 5-10 min，以保证咀嚼过程中肉温保持在 65-75℃之间。

2.6.2 食团样本的制备

实验进行之前受试者均已查看并签署书面知情同意书（详见附录二）。为了了解在口腔加工过程中红烧肉食团特性的变化情况，分析实验要求受试者咀嚼但不进行吞咽动作，并在不同口腔加工阶段吐出主要食团，口腔残渣不收集；此期间不清洗口腔，以防饮用水和口腔

内残留肉糜颗粒（可能导致唾液分泌量的增加）改变主要食团的质地结构，进而对食团特性产生较大影响；食团收集后立即对其进行测定分析，以防止水分蒸发及唾液酶作用进而影响后续实验结果。所有食团收集完毕后，受试者即可清洗口腔残渣^[127]。在不同口腔加工阶段，每名受试者在每个时间点至少平行取样 3 次，每个样品的咀嚼时间不超过 2 min，每次实验不超过 90 min。

2.6.3 呼气样本的采集制备

2.6.3.1 Tedlar®采样袋

呼气研究中，可靠的气体样品收集方法是保证呼气检测结果准确性与真实性的关键，这就要求气体采集袋具有良好的密封性，以保证袋内气体样品与外界空气隔绝；且能保证收集到的气体样品的稳定，而防止呼气样本中的挥发性成分失真。本研究根据前期预实验结果（未显示）最终选取 2 L Tedlar®采样袋对呼气样本进行收集，Tedlar®采样袋具有以下特点：

（1）由聚氟乙烯（PVF）薄膜制成，其中的碳氟共价键远比其它聚合物中的化学键要强，所以 Tedlar®采样袋具有优异的化学惰性、抗酸碱腐蚀性、抗污染性和抗溶解性，在常温下不受常规溶剂影响；

（2）表面斥力大，可以防止灰尘沾污，容易清洗维护且不易磨损，能够多次重复使用；

（3）使用温度为-20℃-110℃，瞬间温度峰值最高到 200℃亦不会对其造成破坏；

（4）吸附性和气体渗透率均较低，具有良好的气密性和稳定性，相关文献报道其储存挥发性有机化合物的稳定时间长达 10 h^[135]；

（5）具有特定进样和取样阀门，可分别用于呼气收集及针头取样，且取样阀门处的隔垫易于更换，可有效防止气体样本污染；

（6）与其相连的呼气装置可单独拆卸，易于清洗和更换，在不同受试者采样时不会造成交叉污染。

2.6.3.2 老化与清洗

Tedlar®采样袋在使用前需进行一系列处理，以降低背景值，防止其中的基底物质污染呼气样本影响实验结果，也可使得采样袋能够重复使用。具体方法如下：

老化：全新的采样袋在第一次使用前需用去离子水反复清洗，之后充入高纯氮气并在阀门打开的情况下置于鼓风干燥箱老化。设定温度为 60℃，时间 180 min，干燥箱内每次放入量最好不超过 10 只，以确保采样袋内杂质成分减少至最低；

清洗：每次实验完成后将袋内气体排净抽干，在空的采样袋中用去离子水（必要时使用色谱级丙酮/无水乙醇）反复清洗，之后充入高纯氮气，采样袋口阀门打开的情况下置于 60℃鼓风干燥箱中烘烤 60 min，使袋内液体成分挥发。重复上述过程 2-3 次，将 Tedlar®采样袋中

的气体样本完全洗净。之后再次充入氮气，打开阀门，在 60℃下放置 180 min。最后将气袋内充入高纯氮气，静置 20 min 后抽干备用，保证采样袋里的污染基线降至最低^[136]。

2.6.3.3 呼气样本采集

采样之前，受试者均已完全了解气体采集过程，并签署书面知情同意书（详见附录三）。实验过程中，每名受试者正常咀嚼并吞咽食团的时间记作 100%咀嚼/吞咽时间（ T_c ）。为了研究红烧肉口腔加工过程中的香气释放情况，参照刘登勇等^[26]的方法选取 20%、40%、60%、80%、100%咀嚼/吞咽时间点使用气体采样袋收集呼出气体用于气味测定；另外，为了分析吞咽之后口腔中气体的释放状况，将采样时间延长一个咀嚼周期，又考虑到口腔残留量、气体释放量等因素，仅选取 120%、160%、200%咀嚼/吞咽时间点的呼出气体进行采集。在此过程中咀嚼动作仍旧继续，以减弱咀嚼运动产生的差异；同时采集受试者空白口腔气体作为对照。实际上，在口腔加工过程中吞咽动作是持续发生的，往往发生多次吞咽事件。为了方便收集呼出气体和后续研究，该实验设计进行简化，要求受试者仅进行一次吞咽动作，且已有研究表明非多次吞咽仅导致呼出气体中的香气浓度稍有降低，对实验结果不会产生较大影响^[137]。

具体采集过程如下：所有的呼吸气体均在同一环境下采集，以减少环境因素对实验的影响，目的是防止受试者的消化道或者口腔内存在较多干扰气体，避免对呼吸样本造成污染；为防止样本采集时间不同所导致的结果偏差^[138]，呼气采样固定在 8:00-9:30am。每次采集气体之前实验室通风一整夜，且在采气当天使用排风扇再次置换室内空气，使得室内外空气充分对流，有利于室内残留污染物质的扩散，减少有机挥发物的聚集，尽量排除背景空气的干扰。采气前 30 min 受试者进入已预先使用排风扇净化空气的感官实验室，并用温水漱口清洁口腔。平静呼吸 30 min 后，受试者将红烧肉样品放入口中按阶段咀嚼，整个咀嚼过程始终保持嘴巴闭合，同时佩戴鼻夹避免气体流失；咀嚼完成后，打开 Tedlar®采样袋阀门，通过与橡胶管和阀门相连的一次性呼吸装置向内缓慢吹气，呼气完成后立即拧紧采样袋阀门防止泄漏；受试者温水漱口、休息 10-15 min 后，继续重复上述步骤直到采样袋中的气体达到 80%以及以上。此次实验需要收集 8 个口腔加工阶段的气体样本，在此之前，收集受试者的空腔气体。

需注意的是，吞咽后的气体采集阶段受试者仍旧进行咀嚼“假动作”；不同受试者的实验顺序是随机的，每名受试者在每个口腔加工阶段重复 3 次，且重复样本不在同一天收集；采样及分析实验室温度尽量保持在 $24\pm1^\circ\text{C}$ ，以防止气体样本水蒸气冷凝影响挥发性成分的浓度；气体样本在 10 h 内完成检测分析^[135]，避免气体流失或被采样袋吸附影响实验结果；每个阶段样品的咀嚼时间不超过 1 min，每次采样实验的时间不超过 90 min。

2.7 指标测定方法

2.7.1 受试者咀嚼参数的测定

受试者咀嚼时间 (T_c)、咀嚼次数 (N_c) 在前期咀嚼实验中自行记录。咀嚼频率 (F_c) 按公式 (2-1) 计算^[127,139]:

$$F_c = N_c / T_c \quad (2-1)$$

2.7.2 食团水分含量的测定

要求受试者按照 2.6.2 步骤制备红烧肉食团样品, 且收集后立即称重。湿基水分含量 (MC_{wet}) 的测定参照^[140]直接干燥法。干基水分含量 (MC_{db}) 按公式 (2-2) 计算^[139]:

$$MC_{db} = MC_{wet} / (1 - MC_{wet}) \quad (2-2)$$

2.7.3 受试者唾液分泌情况的测定

2.7.3.1 受试者唾液分泌量的测定

受试者在不同口腔加工阶段吐出的食团并不完整 (除去口腔残留物), 但是一般认为收集到的食团即可代表样品进行分析^[39]。除去食品干基质量的食团干基质量, 即为食团的回收率, 本文中红烧肉食团的回收率在 70.49%-101.01%。唾液中 99% 的成分是水, 因此计算唾液量时可忽略其固体成分。唾液分泌量 (SA) 按公式 (2-3) 计算^[139]:

$$SA = MC_{db \text{ bolus}} - MC_{db \text{ food}} \quad (2-3)$$

式中:

$MC_{db \text{ bolus}}$: 食团干基水分含量;

$MC_{db \text{ food}}$: 食品干基水分含量。

2.7.3.2 受试者唾液流速的测定

唾液流速 (S_f) 按公式 (2-4) 计算:

$$S_f = SA / N_c \quad (2-4)$$

式中:

SA : 唾液分泌量;

N_c : 咀嚼次数。

2.7.4 脂肪含量的测定

2.7.4.1 食团中脂肪含量的测定

参照 GB 5009.6-2016《食品中脂肪的测定》^[141], 用脂肪测定仪对不同口腔加工阶段的红烧肉食团进行粗脂肪含量测定。

2.7.4.2 唾液中溶解的脂肪含量的测定

参考 F Damian 等^[41]的方法测量口腔加工过程中唾液中溶解的脂肪量：将整块温的红烧肉样品放入口腔，使用臼齿进行咀嚼。口腔加工过程中，红烧肉中的水分流出、脂肪熔化，形成肉汁并与分泌的唾液进行混合。此实验要求受试者将红烧肉颗粒始终保持在口腔中，并将来自第一阶段（20%口腔加工阶段）咀嚼物的肉汁-唾液混合物吐入塑料杯中，并称量总液体重量（mg）；在经历第二阶段（40%口腔加工阶段）的咀嚼后，将混合的液体和唾液再次转移到杯子中并称量；在 60%、80%和 100%口腔加工后继续相同的过程。将 200 μL 体积的甲醇加入到来自每个口腔加工阶段吐出的肉汁-唾液混合物中，并转移到 2 mL 离心管中。将混合液体 10000 g 离心 10 min 并在 -20℃ 下储存 1 h，直到在顶层上一条带状固体脂肪。小心地取出脂肪层并称量（mg），以确定每个口腔阶段从红烧肉中释放的脂肪量。样品收集后立即对其进行测定分析，以防止水分蒸发、唾液酶作用及溶出物凝固等对实验结果造成影响。在不同口腔加工阶段，每名受试者在每个时间点至少平行取样 3 次，每个样品的咀嚼时间不超过 2 min，每次实验不超过 90 min。

2.7.5 脂肪酸组分的测定

2.7.5.1 脂肪提取

参考按照 Folch 等^[142]的方法提取样品中的脂肪。按照 2.6.3 制备红烧肉食团样品，并称取 5 g，加入 100 mL 氯仿-甲醇溶液（2:1, V/V ），低速匀浆，静置 1 h 后过滤，滤液中加入 20 mL 生理盐水振荡混匀，静置分层后取下层清液，用无水硫酸钠去除水分，在 44℃ 水浴下用真空旋转蒸发仪蒸干，即得到脂质样品。

2.7.5.2 脂肪酸甲酯化

参考 AOAC^[143]和 D Indrasti 等^[144]的方法，称取 50 mg 提取的脂肪于试管中，加入 2 mL 苯-石油醚混合溶液（1:1, V/V ），混匀后加入 2 mL 的 0.4 mol/mL 氢氧化钾-甲醇溶液并混匀，静置分层后沿试管壁加入饱和氯化钠溶液使有机相层上升，澄清后，取上清液过 0.22 μm 滤膜，滤液分装于样品瓶中待检。

2.7.5.3 脂肪酸组成分析

参考王毅等^[145]的方法，并作适当调整。

检测条件：气相色谱条件参数：INNOWax 毛细管柱（30 m $\times$ 0.32 mm，0.25 μm ），进样口温度 250℃；检测器温度 280℃；载气为氦气，柱流量 1.0 mL/min；进样量 1 μL ，分流比 20:1；柱箱升温程序：起始温度 140℃，保持 2 min，以 6℃/min 升到 200℃，保持 2 min，再以 2℃/min 升到 230℃，保持 2 min，最后以 4℃/min 升到 250℃，保持 2 min。质谱条件参数：接口温度 250℃；离子源温度 230℃；溶剂延迟 4 min；质量扫描范围 m/z ：全扫描。

脂肪酸采用质谱库匹配度检索定性，采用峰面积归一化法定量。

2.7.6 食团粒径分布的测定

参照刘登勇等^[13]的方法测定红烧肉食团颗粒的粒径分布。具体步骤如下：收集不同口腔加工阶段的食团，迅速称取约 1 g 食团并转移至 100 mL 透明离心管中，加入 80 mL 0.1 g/mL 十二烷基硫酸钠（SDS）溶液稀释，分散食品颗粒并防止稀释后食团乳状液中脂肪微粒发生凝聚。测定前用玻璃棒轻微搅拌悬浮液，以保持食团颗粒处于稳定的分散状态。采用激光粒度分析仪测定稀释后食团乳状液中食团的微粒大小与粒度分布，可得到食团微粒粒度分布图谱。

参数设置：以去离子水作为分散剂，物质折射率实部、虚部分别为 1.52、0.10，介质折射率为 1.33，遮光率范围为 5-20，样品比重为 2.7，形状系数为 1，背景次数为 100，单次、连续次数为 10，粒径范围为 0.1-1000 μm 。食团微粒的平均直径用 D_{50} 表示，是微粒累积体积占颗粒群总体积 50% 时的粒径大小，它的物理意义是粒径大于它的颗粒占 50%，小于它的颗粒也占 50%，因此也被称为中位径或中值粒径。

2.7.7 微观结构的观察

2.7.7.1 肉汁-唾液混合物微观结构的观察

参照 2.7.4.2 制备肉汁-唾液混合物，观察其微观结构变化，并使用 Nikon 80-I 正置显微镜以 10x 放大率设置拍摄照片^[76]。

2.7.7.2 食团微观结构的观察

按照 2.6.2 收集红烧肉食团，参照刘登勇等^[13]的方法制备样品并于扫描电镜下观察食团微观结构。具体步骤如下：将食团于 -20℃ 冰箱放置 24 h，以稳定其形态。为降低食团的组织损伤，使用锋利的手术刀将食团切成 $2 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$ 的小块以用于显微结构观察。所有切片放入 2.5% 的戊二醛溶液中于 4℃ 固定 24 h；倒掉固定液，用 0.1 M 磷酸盐缓冲液（PBS，pH=6.8）漂洗样品 3 次，每次 10 min；用体积分数为 50%、70%、80% 和 90% 的乙醇溶液对样品进行脱水处理，每个体积分数处理 10 min；再用无水乙醇处理三次，每次 10 min；再用三氯甲烷固定 60 min；再用无水乙醇与叔丁醇混合物（体积比为 1:1）和纯叔丁醇进一步脱水，分别 15 min。最后，将样品置于真空冷冻干燥机中冻干，经真空离子溅射镀金膜（20 nm 左右）处理好的样品用于扫描电镜观察。

2.8 呼气样本的测定

2.8.1 固相微萃取

参考王瑞花等^[126]的方法并有所改动，取 5.0 g 红烧肉样品，切碎后迅速转移至样品瓶，将老化后的 SPME 头插入封口顶空采样，平衡 10 min，40℃ 吸附 35 min。

采样袋采用直接静态萃取法^[146]：萃取温度 40℃，萃取时间 60 min。具体过程如下：将针管穿透阀门隔垫，伸入 Tedlar® 采样袋中；推手柄活塞使纤维头伸出针管，使纤维头置于采样袋中，并放入 40℃ 恒温箱，萃取时间为 60 min；缩回萃取头，然后将针管抽出采样袋阀门，迅速转移至 GC-MS 上进行分析。

2.8.2 GC-MS 检测

参考王瑞花等^[126]的方法并有所改动。从样品瓶/采样袋中拔出已抽回纤维头的萃取针，将萃取针头插入气相色谱仪进样口，250℃ 下解析 5 min。

毛细管柱为 HP-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm)，以高纯氦气为载气，恒定流速 1.5 mL/min。柱箱采用程序升温，起始温度 40℃，保持 2 min，以速度 5℃/min 升到 160℃，保持 1 min，再以 8℃/min 升到 250℃，保持 4 min。进样口温度 250℃，不分流进样模式。

质谱条件：用全扫描模式 (scan mode) 采集信号，电离方式 EI，电子轰击能量 70 eV；接口温度 280℃，离子源温度 230℃，四级杆温度 150℃，扫描质量范围 m/z 30~550。

2.8.3 定量分析

对检测结果的分析以 NIST11 谱库检索、保留指数定性为主，结合相关文献进行人工谱图解析，确定红烧肉样品及口腔加工过程中呼出气体的主要挥发性成分，利用峰面积归一化法定量分析。

2.9 数据分析

每个样品测定至少 3 次重复，数据统计采用 SPSS 19.0，结果以平均值±标准差 ($\bar{X} \pm SD$) 的形式表示。方差分析采用 ANOVA 分析，数据进行正态分布检验，符合正态分布的多重比较采用 Duncan 法，不符合正态分布的用 Kruskal-Wallis 检验，差异显著性为 $P < 0.05$ 。非参数统计选用 Kendall's W 检验，差异显著性为 $P < 0.05$ 。采用 Origin 9.0 软件对数据进行图形处理。

3 结果与讨论

3.1 受试者咀嚼参数的变化

食品咀嚼过程中,受试者的口腔生理特征是影响食团特性的重要因素之一^[38,45,46]。各受试者的咀嚼参数差异较大,主要包括咀嚼时间、咀嚼次数以及咀嚼频率等。实验分别记录4名受试者自然咀嚼红烧肉样品(5.0 ± 0.2 g,肥瘦比为2:3)的咀嚼参数,见表3-1。四名受试者对于相同红烧肉样品需要的口腔加工时间不同,且个体之间的差异显著($P < 0.05$);在红烧肉口腔加工过程中,随着受试者咀嚼时间的延长($P < 0.05$),咀嚼次数均显著增多($P < 0.05$);各受试者在不同口腔加工阶段的咀嚼频率均无显著差异($P > 0.05$),这表明对于相同的红烧肉样品,受试者的咀嚼时间越短,咀嚼次数越少,且各受试者的咀嚼行为保持相对稳定(每次咀嚼实验均固定在相同的时间段)。受试者小组的平均咀嚼频率为1.65 Hz(1.35-1.87 Hz),而实验室前期研究测定了红烧肉脂肪层、瘦肉层的平均咀嚼频率,分别在1.59-1.96 Hz、1.43-1.54 Hz^[26],这与本实验范围相对一致。

图3-1表明,在红烧肉口腔加工过程中,除受试者4外,其余三名受试者咀嚼频率均表现为逐渐降低并趋于稳定的趋势,且初期的咀嚼频率均高于中后期,但差异不显著($P > 0.05$)。这与刘登勇等^[26]的研究结果相符合,他们认为此种现象的产生与红烧肉质地和脂肪量有关;而Lidia等^[139]的对饼干和蛋糕进行口腔加工时发现,咀嚼初期的频率低于中后期,本实验中仅受试者4的咀嚼频率变化与其相一致。J. M. C. Po等^[147]在调查人类咀嚼特征时发现,个体咀嚼频率相对恒定,个体间差异较大。综上,造成这种差异的原因可能与食品样品类型及受试者咀嚼习惯有关。

表 3-1 四名受试者在红烧肉不同口腔加工阶段的咀嚼参数变化

Table 3-1 Chewing parameters of four subjects at different oral processing stages of Stewed Pork

口腔加工阶段 (%)	时间 (s)				次数				频率 (Hz)			
	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄
20	3.90±0.08 ^e	4.75±0.08 ^e	3.68±0.06 ^e	4.60±0.04 ^e	6.78±0.44 ^e	8.67±0.50 ^e	6.89±0.33 ^e	6.22±0.44 ^e	1.74±0.09 ^a	1.83±0.08 ^a	1.87±0.07 ^a	1.35±0.08 ^a
40	7.81±0.12 ^d	9.42±0.08 ^d	7.30±0.08 ^d	9.22±0.07 ^d	13.56±0.53 ^d	16.78±0.67 ^d	13.33±0.50 ^d	12.44±0.73 ^d	1.73±0.09 ^a	1.73±0.07 ^a	1.78±0.11 ^a	1.35±0.09 ^a
60	11.65±0.14 ^c	14.09±0.09 ^c	10.94±0.12 ^c	13.84±0.07 ^c	19.89±0.78 ^c	24.89±0.60 ^c	19.67±0.87 ^c	18.67±0.71 ^c	1.65±0.11 ^a	1.74±0.06 ^a	1.74±0.12 ^a	1.35±0.09 ^a
80	15.44±0.17 ^b	18.72±0.12 ^b	14.59±0.10 ^b	18.48±0.05 ^b	26.11±0.93 ^b	32.89±0.60 ^b	26.00±0.71 ^b	25.44±0.53 ^b	1.64±0.09 ^a	1.73±0.04 ^a	1.73±0.12 ^a	1.46±0.09 ^a
100	19.23±0.17 ^a	23.38±0.23 ^a	18.23±0.16 ^a	23.10±0.07 ^a	32.33±1.22 ^a	41.11±0.60 ^a	32.33±0.71 ^a	32.00±0.71 ^a	1.64±0.09 ^a	1.76±0.08 ^a	1.74±0.10 ^a	1.42±0.11 ^a

注：100%代表吞咽点；同一列不同字母表示差异显著（ $P<0.05$ ）；S₁、S₂、S₃、S₄分别表示受试者 1、2、3、4，下同。

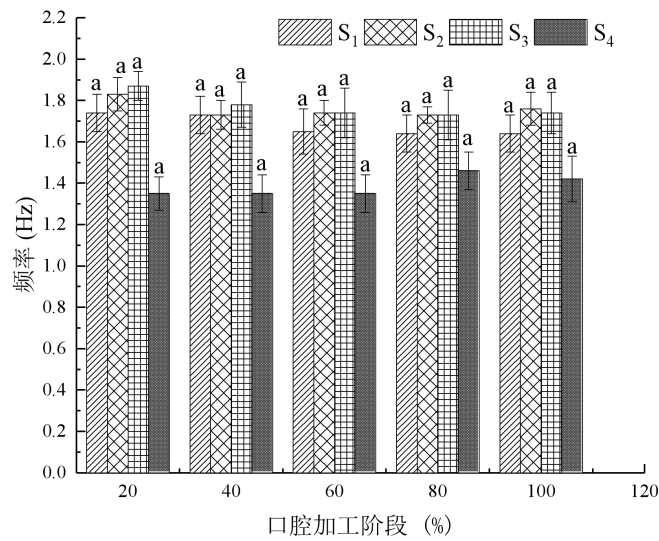


图 3-1 四名受试者在口腔加工过程中咀嚼频率的变化

Figure 3-1 Chewing frequency of four subjects during oral processing

注：S₁、S₂、S₃、S₄ 分别表示受试者 1、2、3、4；上标小写字母为不同口腔加工阶段之间的比较，字母不同表示差异显著（ $P<0.05$ ）；受试者个体差异造成较大的标准偏差，在图中以误差线表示，但这在感官科学领域属于合理现象，下同。

3.2 食团水分含量的变化

食品进入口腔刺激腺体产生并分泌唾液，经牙齿咀嚼加工逐渐破碎成颗粒。随着咀嚼运动的进行，唾液包裹并润滑食品颗粒，使混合物聚集并最终形成粘结性食团^[9]。如图 3-2 所示，在红烧肉口腔加工过程中，食团的湿基和干基水分含量均显著上升（ $P<0.05$ ），且在吞咽点时达到最高；口腔加工初期和后期食团水分含量变化最明显，而这一期间正是受试者唾液分泌的主要阶段，因而推断红烧肉食团的水分含量与受试者唾液分泌量密切相关。

未经咀嚼作用的红烧肉样品初始水分含量较低，样品入口即刺激口腔分泌唾液，因此口腔加工初期红烧肉破碎颗粒对唾液的吸收速率较快，食团水分含量迅速升高；80%-100%口腔加工阶段，红烧肉颗粒进一步破碎并与唾液粘合聚集形成质地均匀的食团^[13]，在此期间红烧肉食团的湿基和干基水分含量均无显著差异（ $P>0.05$ ），表示此时的食团吸收唾液的速率趋于稳定并达到动态平衡。口腔加工的最终目的是形成可吞咽的食团，刘登勇等^[26]已证明食团水分含量是触发吞咽的关键因素之一。

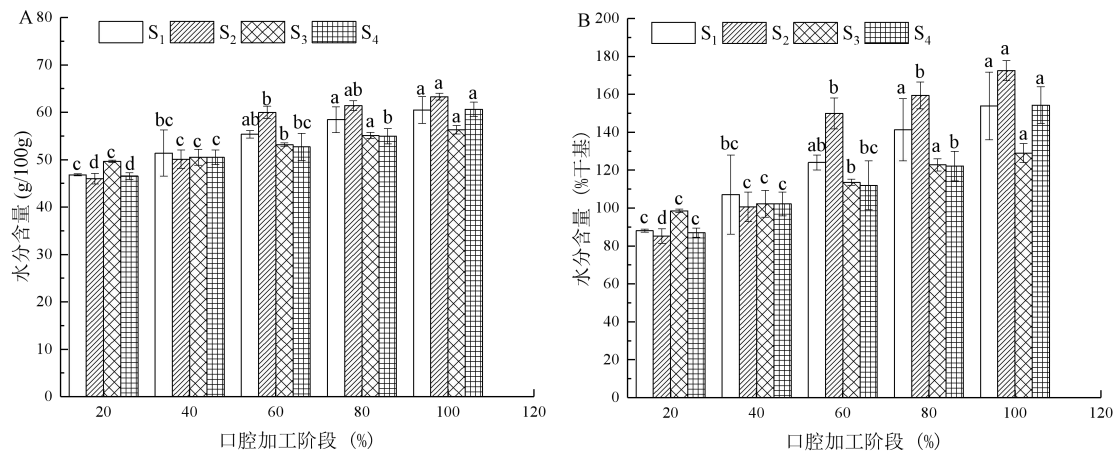


图 3-2 四名受试者口腔加工过程中食团湿基 (A) 和干基 (B) 水分含量变化

Figure 3-2 Bolus moisture content of wet weight basis (A) and dry weight basis (B) of four subjects during oral processing

3.3 受试者唾液分泌的变化

3.3.1 受试者唾液分泌量的变化

不同受试者个体间的口腔生理参数以及咀嚼行为存在较大差异，导致红烧肉口腔加工过程中唾液分泌量的差异显著 ($P<0.05$)。如图 3-3 所示，在红烧肉口腔加工过程中，四名受试者的唾液分泌量均显著升高 ($P<0.05$)，咀嚼后期趋于稳定，吞咽点时的唾液分泌量均达到最高值。在 20%-60%口腔加工阶段，红烧肉结构被破坏，经牙齿破碎形成大小不均一的食品块，刺激腺体迅速分泌唾液，导致受试者的唾液分泌量迅速升高。60%口腔加工阶段时，红烧肉颗粒与大量唾液逐步混合，食团初步形成^[13]；各受试者在 80%口腔加工阶段时的唾液分泌量均显著高于 20%口腔加工阶段 ($P<0.05$)，此时红烧肉颗粒经进一步破碎并聚集（唾液的粘合作用）成质地较为均匀的食团^[13]；80%阶段至吞咽点时无显著差异 ($P>0.05$)，食团颗粒与唾液间的传质基本达到平衡；吞咽点时的唾液分泌量最多，食团水分含量进一步增大（同 3.2 结果）并触发吞咽动作。影响受试者在不同口腔加工阶段的唾液分泌量的因素较为复杂，红烧肉经咀嚼作用其质地结构不断变化，进而对口腔产生不同的刺激可影响唾液分泌^[13,148]；不同口腔加工阶段，食品成分或风味物质在口腔中的扩散程度不同，也可能影响唾液分泌^[149]；另外，红烧肉中脂肪的存在也可能对唾液分泌有抑制作用^[113]。

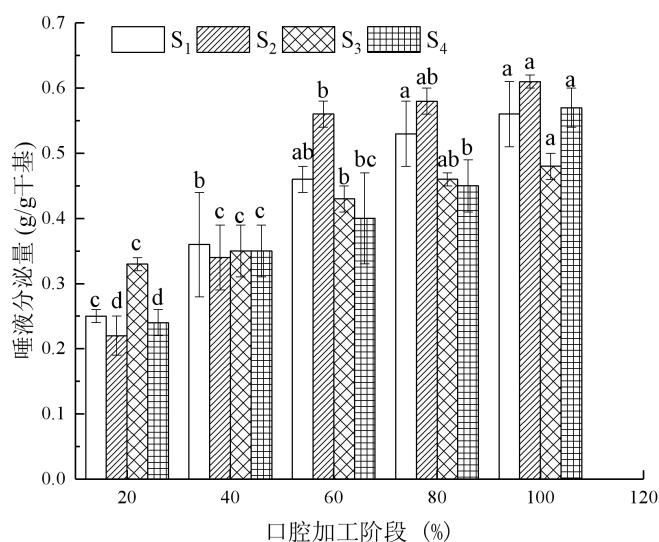


图 3-3 四名受试者在红烧肉口腔加工过程中唾液分泌量的变化

Figure 3-3 Saliva added of four subjects of Stewed Pork with Brown Sauce during oral processing

3.3.2 受试者唾液流速的变化

食团水分含量是触发吞咽的关键因素之一^[26]，而受试者咀嚼行为尤其是唾液流速可影响食团的水分含量^[25]。分别测定了四名受试者的唾液分泌状况，其平均唾液流速存在显著性差异 ($P<0.05$)，分别为 24.82 mg/cycle (17.44-36.22 mg/cycle)、20.08 mg/cycle (14.87-25.32 mg/cycle)、25.58 mg/cycle (14.99-47.36 mg/cycle)、24.63 mg/cycle (17.76-37.98 mg/cycle)。刘登勇等^[26]分别测定了红烧肉脂肪层和瘦肉层的平均唾液流速，分别为 12.92 mg/cycle-21.52 mg/cycle 和 23.06 mg/cycle-47.31 mg/cycle，与本文结果范围相吻合。

图 3-4 为四名受试者在对红烧肉进行口腔加工时，其各个咀嚼阶段的唾液流速变化状况。四名受试者在整个口腔加工过程中的唾液流速均呈现显著降低趋势 ($P<0.05$)。口腔加工初期，受试者的唾液流速最快，这是因为红烧肉样品甫一进入口腔，就刺激各个唾液腺分泌唾液，且此阶段的唾液多在破碎样品的表面，而没有完全进入食团，导致食团的流动性较高^[13]；各受试者在 80%口腔加工阶段时的唾液流速均显著低于 20%口腔加工阶段，这可能是因为此阶段食团含水量较高且较为稳定，食团吸收唾液的能力较低，从而导致受试者唾液流速缓慢；到达吞咽点时，唾液流速最低，且 80%-100%口腔加工期间，唾液流速无显著变化 ($P>0.05$)，受到唾液分泌的影响较大。已知口腔加工后期食团中含有较高的水分和脂肪含量，且其流动性较好，有可能导致部分食团的流失（受试者因咀嚼习惯发生吞咽动作），进而影响唾液流速。刘登勇等^[26]认为这种现象也可能与食团的润滑程度有关，且已有研究表明脂肪含量影响食团的润滑程度，并降低受试者的唾液流速^[150,151]。H Labouré等^[20]在对奶酪进行口腔加工时

也发现受试者的吞咽阈值与食团含水量直接相关，而不受唾液流速的影响。

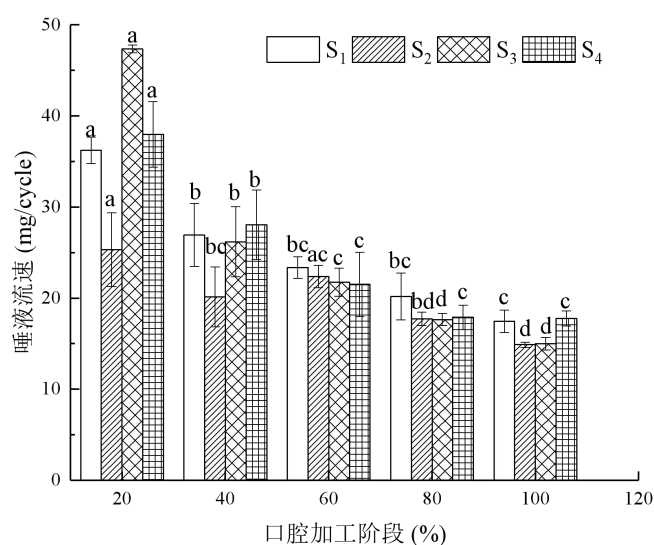


图 3-4 四名受试者在口腔加工过程中唾液流速的变化

Figure 3-4 Saliva flow during oral processing of four subjects

3.4 脂肪含量的变化

红烧肉作为一种“原态脂肪依赖型”食品，含有丰富的脂肪层，已知脂肪含量及其存在状态对红烧肉食团的质地与风味特性影响显著^[6,41,98,139,152]。口腔加工过程的咀嚼行为和唾液分泌能显著改变食团质地特性，同时也可能改变食团中脂肪的状态，进而影响风味成分在脂肪-唾液之间复杂的传质过程^[153-155]。由图 3-5 (A) 可知，口腔加工过程中，红烧肉食团中的粗脂肪含量逐渐降低，但其变化无显著差异 ($P>0.05$)。这可能是由于食团脂肪组织中的结缔组织经过咀嚼被严重破坏，被包裹的脂肪细胞受到压力破碎，且人体口腔温度恒定也可能熔化破碎的脂肪，使其流出到唾液中，导致食团中脂肪含量逐渐降低^[156]；另外，脂肪的口腔流失及其在唾液酶作用下分解产生脂肪酸和风味物质等，也会引起脂肪含量降低。图 3-5 (B) 显示了在口腔加工过程中溶解在口腔中的脂肪含量，其变化存在显著性差异 ($P<0.05$)。20%-60%口腔加工阶段，口腔中溶解的脂肪含量逐渐升高，初始咀嚼时主要是红烧肉样品的断裂破碎，形成的食品块较大不易被溶解，20%阶段唾液中脂肪量较少。而经进一步口腔加工红烧肉块开始逐渐分解成小颗粒，且口腔加工前期的唾液流速较高，熔化的肉汁和脂肪颗粒被快速转移至唾液中。口腔中溶解的脂肪含量在 60%口腔加工阶段达到最大值，此时食团初步形成，红烧肉脂肪颗粒粒径较小且分布相对均匀，极易与唾液混合并溶解；口腔加工后期，唾液中溶解的脂肪含量稍有降低但无显著差异 ($P>0.05$)，在这一时期唾液分泌趋于稳

定, 红烧肉颗粒-唾液之间的传质转移达到动态平衡, 但是临近吞咽点, 易造成口腔流失导致脂肪含量有所减少。

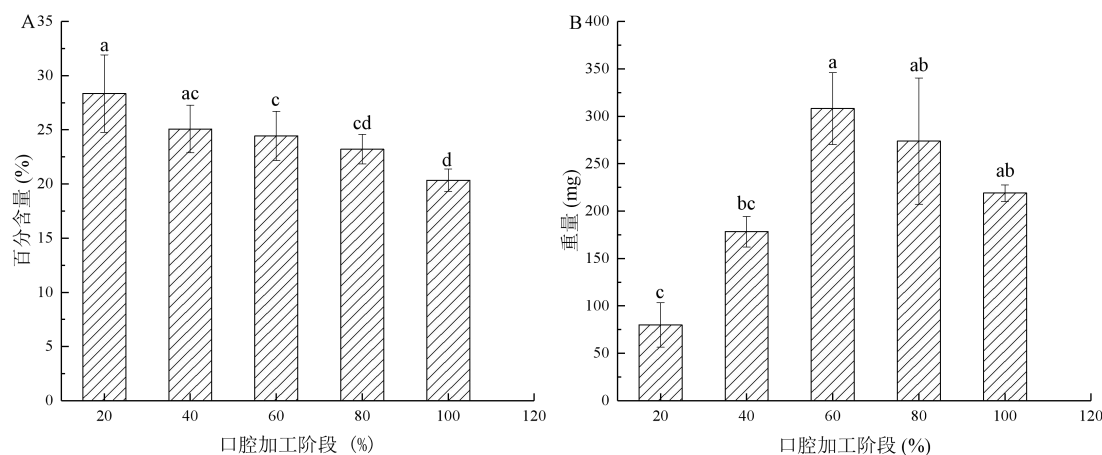


图 3-5 红烧肉口腔加工过程中食团脂肪 (A) 和口腔溶解脂肪 (B) 含量的变化

Figure 3-5 Changes of bolus fat content (A) and oral breakdown characteristics (B) of Stewed Pork with Brown Sauce during oral processing

3.5 脂肪酸组成

红烧肉风味是加工过程中各种前体物质通过复杂的化学变化而形成的, 脂肪和脂肪酸的氧化、分解等变化对风味形成起着重要的作用^[121,157]。在口腔加工过程中红烧肉脂肪层经牙齿破碎、口腔溶解后进入到唾液, 而唾液含有丰富的酶类^[158], 可水解脂肪 (脂肪酶) 产生游离脂肪酸等, 使其脂肪含量、脂肪酸组成等也发生改变, 进而影响口腔中的香气释放。食品中的主体风味化合物的前体物质大部分与脂肪氧化代谢有关^[159], 例如: 醛类是红烧肉中的主要挥发性成分, 其中含量相对较高的醛为己醛和壬醛, 己醛具有青草香味, 主要是来自花生四烯酸、亚油酸的氧化分解, 壬醛具有清香味, 主要产生于油酸的氧化分解, 油酸和亚油酸是猪肉中的两种最丰富的不饱和脂肪酸^[125,126]; 亚麻酸或其他多不饱和脂肪酸经氧化产生醇类物质等^[160]。本实验通过 GC-MS 检测不同口腔加工阶段红烧肉食团的脂肪酸组成 (表 3-2)。

由表 3-2 可知, 不同口腔加工阶段的红烧肉食团中的脂肪酸组成、含量等均发生改变, 其中单不饱和脂肪酸 (MUFA) 含量最高, 多不饱和脂肪酸 (PUFA) 含量最少, 分别为 49.04%、16.13%。油酸 ($C_{18:1}$)、棕榈酸 ($C_{16:0}$)、亚油酸 ($C_{18:2}$) 以及硬脂酸 ($C_{18:0}$) 是红烧肉食团中的主要脂肪酸, 占总脂肪酸的 95% 以上。刘登勇等^[134]检测了猪五花肉在红烧过程中脂肪酸的变化, 与本文结果基本一致, 而各脂肪酸占比差异可能是口腔加工过程中唾液分泌、脂肪溶解等的差异造成的。油酸是红烧肉口腔加工过程中含量最高的脂肪酸, 在整个加工过程中

油酸的含量变化存在显著差异 ($P<0.05$)，20%-40%阶段有所上升但差异不显著 ($P>0.05$)，在 40%-60%加工阶段显著下降 ($P<0.05$)，随着咀嚼的进行直到吞咽点时，油酸含量不发生显著变化 ($P>0.05$)。红烧肉食团中的棕榈酸含量变化显著 ($P<0.05$)，20%-80%口腔加工阶段呈上升趋势，吞咽点时显著降低 ($P<0.05$)。亚油酸在整个口腔加工过程中的含量明显升高 ($P<0.05$)，吞咽点时达到最高。硬脂酸含量在整个口腔加工过程中未出现明显波动 ($P>0.05$)。红烧肉在口腔加工过程中，其组织结构不断破坏，脂肪从细胞中流出，并与分泌的唾液融合，产生并释放香气物质。脂肪酸相对百分含量表示各脂肪酸在同一取样点的构成比例，由于红烧肉食团中以及溶解于唾液中的脂肪量的不断变化（同 3.4），各脂肪酸在食团中的实际含量也随之改变。

分析脂肪酸种类变化，由表 3-2 可知，在红烧肉口腔加工的不同阶段，脂肪酸的构成比例也在不断改变。SFA 含量变化波动较大 ($P<0.05$)，PUFA 含量升高 ($P<0.05$)，而 MUFA 含量下降 ($P<0.05$)。棕榈酸和硬脂酸含量的改变影响 SFA 的含量；与口腔加工初期相比 PUFA 含量在吞咽点时显著升高 ($P<0.05$)，其含量变化主要是依赖于亚油酸 ($C_{18:2}$) 以及二十碳二烯酸 ($C_{20:2}$) 含量的变化；与口腔加工初期相比 MUFA 含量在吞咽点时显著降低 ($P<0.05$)，与油酸含量变化密切相关。另外，红烧肉脂肪层与瘦肉层的脂肪含量、脂肪酸组成等各方面都是存在差异的^[161,162]，也会对食团中脂肪酸结果产生影响。

表 3-2 红烧肉口腔加工过程中脂肪酸组分的变化

Table 3-2 Change in fatty acid composition during oral processing of stewed pork with brown sauce

脂肪酸	口腔加工阶段 (%)				
	20	40	60	80	100
C _{14:0}	0.88±0.13 ^b	0.95±0.01 ^b	0.98±0.05 ^{ab}	1.07±0.01 ^a	1.05±0.01 ^a
C _{16:1}	1.52±0.22 ^{abc}	1.54±0.02 ^{bc}	1.52±0.01 ^c	1.68±0.01 ^a	1.62±0.01 ^b
C _{16:0}	22.23±0.48 ^b	21.37±0.27 ^c	22.43±0.16 ^{ab}	22.77±0.04 ^a	22.30±0.02 ^{ab}
C _{18:2}	15.61±0.35 ^b	15.92±0.05 ^b	17.74±1.60 ^{ab}	18.25±1.87 ^{ab}	18.31±0.39 ^a
C _{18:1}	46.72±0.73 ^a	47.09±0.31 ^a	43.83±2.18 ^b	42.70±1.79 ^b	43.47±0.65 ^b
C _{18:0}	11.51±0.08 ^{bc}	11.54±0.08 ^{bc}	11.83±0.30 ^{ab}	11.97±0.13 ^{ab}	11.45±0.27 ^c
C _{20:2}	0.52±0.02 ^c	0.52±0.01 ^c	0.59±0.07 ^b	0.60±0.01 ^b	0.66±0.01 ^a
C _{20:1}	0.80±0.08 ^{bc}	0.81±0.07 ^b	0.86±0.02 ^{ab}	0.72±0.00 ^c	0.91±0.00 ^a
C _{20:0}	0.20±0.01 ^c	0.27±0.04 ^a	0.22±0.01 ^{bc}	0.24±0.01 ^{ab}	0.23±0.00 ^{ac}
SFA	34.83±0.68 ^{bc}	34.13±0.34 ^c	35.47±0.51 ^{ab}	36.05±0.10 ^a	35.04±0.26 ^b
PUFA	16.13±0.34 ^c	16.44±0.05 ^{bc}	18.33±1.67 ^{ab}	18.85±1.86 ^a	18.97±0.39 ^a
MUFA	49.04±0.56 ^a	49.44±0.36 ^a	46.20±2.17 ^b	45.10±1.77 ^b	46.00±0.65 ^b
UFA/SFA	187.17±5.63 ^{ab}	193.06±2.89 ^a	181.99±4.13 ^{bc}	177.41±0.75 ^c	185.44±2.12 ^b

注：同行小写字母不同表示差异显著 ($P<0.05$)。SFA：饱和脂肪酸 (saturated fatty acid)；PUFA：多不饱和脂肪酸 (polyunsaturated fatty acid)；MUFA：单不饱和脂肪酸 (monounsaturated fatty acid)；UFA：不饱和脂肪酸 (unsaturated fatty acid)。

3.6 食团粒径分布情况的变化

在口腔加工过程中,食团中红烧肉食品-唾液微粒的 D_{50} 对应粒子的平均直径如图 3-6(A) 所示。对于红烧肉食团而言,其中食品-唾液微粒的 D_{50} 对应粒子的平均粒径在整个口腔加工过程中先降低而后略有升高,且具有显著的统计学差异 ($P<0.05$)。刘登勇等^[13]分别观察了红烧肉脂肪层和瘦肉层食团-唾液微粒的平均粒径分布,其在整个口腔加工过程中均呈升高趋势,但在同一阶段的脂肪层食团微粒平均粒径低于瘦肉层,且没有显著的统计学差异 ($P>0.05$)。分析造成这一现象的原因可能是,红烧肉颗粒及唾液在食团中的分布不均,或者脂肪含量影响了口腔加工过程中唾液的分泌以及唾液与食品颗粒的融合速率^[163]。到达吞咽点时, D_{50} 对应粒子的平均粒径为 $186.90 \pm 2.40 \mu\text{m}$,这与刘登勇等^[13]研究结果 ($110 \pm 34 \mu\text{m}$ - $231 \pm 43 \mu\text{m}$) 基本一致。另外,图 3-6 (A) 中较短的误差线也从侧面表明个体间差异性较小,食团在吞咽前的粒径大小主要与食品本身性质相关^[21]。

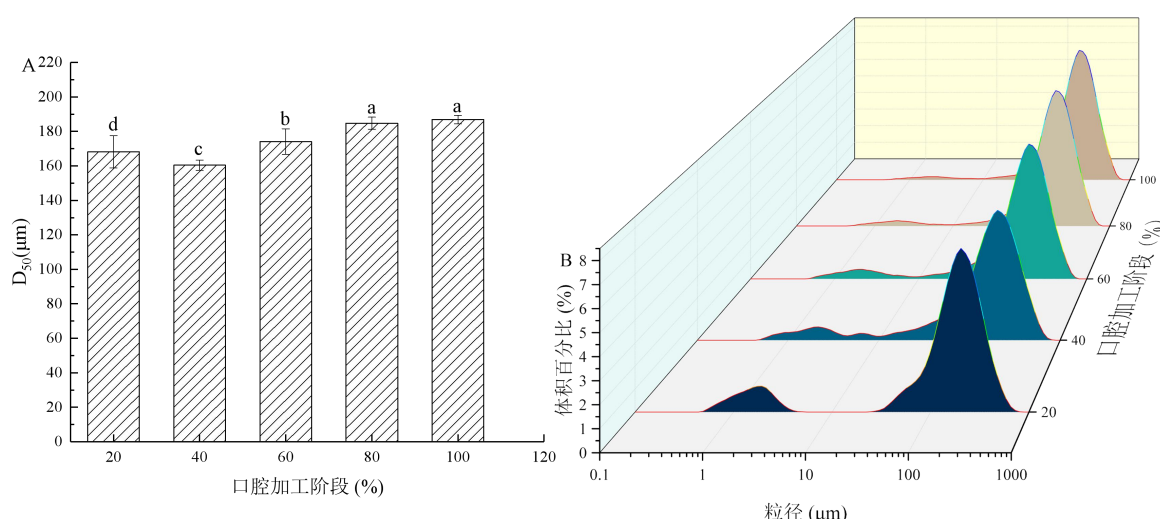


图 3-6 红烧肉口腔加工过程中食团平均粒径 (A)、食团微粒粒径分布情况 (B) 的变化

Figure 3-6 The apparent bolus particle size during oral processing (A); the particle size distribution of the bolus (B)

图 3-6 (B) 为口腔加工过程中食团的食物-唾液微粒粒径分布图,其中 X 轴为食团微粒的 D_{50} 对应的粒径大小 (μm), Y 轴为某一粒径的微粒占颗粒群总体积的百分比 (%), Z 轴为口腔加工阶段 (%)。整体食物-唾液微粒的粒度分布曲线呈“双峰”型,峰值分别发生在 $1.938 \mu\text{m}$ 和 $204.3 \mu\text{m}$ 处;在口腔加工过程中,两个主峰的位置均无明显改变,但高度略有变化。口腔加工初始阶段,食团微粒平均粒径分布在第一个峰值处占比较多。已知牙齿研磨破碎在初始阶段占主导地位,红烧肉脂肪层类似于半固体食品,一经入口后即可产生大量的食团微粒^[152,164];而与脂肪层相比,红烧肉瘦肉层则含有大量的肌原纤维^[165],经牙齿咀嚼也不易破碎,因此在口腔加工前期生成的食团颗粒较大且数量较少,使得食团微粒呈现分散但

分布不均的状态，造成差别较大的微粒粒径分布，“双峰”明显。因此，对同一样品来说，受试者咀嚼行为对食品的不同破碎程度以及唾液分泌状况，可导致微粒粒径的特异性分布。在口腔加工的中后阶段，食团微粒的粒径分布略有改变但基本一致，可能是由于已破碎的红烧肉颗粒经进一步分解、口腔挤压、舌头搅拌等运动与唾液结合，并随着口腔加工的进行逐渐形成质地相对均一的粘性食团，粒径分布相对一致^[13,39]。但是，口腔加工的动态过程较为复杂，食品颗粒或者唾液在食团局部分布不均等都会改变粒径占比情况^[156]。

3.7 微观结构的变化

3.7.1 肉汁-唾液混合物微观结构变化

按照 2.7.4.2 步骤收集每个口腔加工阶段吐出的肉汁-唾液混合物，观察其微观结构，并使用 Nikon 80-I 正置显微镜以 10x 放大率设置拍摄照片，见图 3-7（彩图详见附录四）。口腔加工过程中，咀嚼作用（牙齿、舌头运动）所产生的剪切力将脂肪不断碎化，并逐渐形成微米级别的细小油滴颗粒^[14]（同 3.6 粒径结果）；同时，唾液中的蛋白等活性成分会吸附于油脂颗粒的表面，而形成稳定的乳状液^[76]。从图 3-7（彩图详见附录四）可以观察到不同口腔加工阶段均可形成乳化液滴，咀嚼初期形成的液滴较少且较为分散；随着口腔加工的进行，所形成的乳化液滴越来越细密，吞咽点时的密度最高。如 3.6 所述，红烧肉-唾液微粒即食团的平均粒径随着咀嚼时间的延长而增大，与形成的液滴的变化趋势一致，这可能是因为咀嚼过程中的高剪切条件使得红烧肉块已被彻底分解并与唾液溶合。

3.7.2 食团微观结构变化

口腔加工是一个破坏性行为，涉及食品的变形、破碎、分解及流动。在这一过程中，红烧肉被分解为微小颗粒并以不同程度与唾液混合，食团逐渐形成并趋于稳定，食团特性受到受试者咀嚼运动、唾液分泌等的影响，尤其是食团的微观结构可发生较大改变。由图 3-8（彩图详见附录四）可知，红烧肉样品进入口腔，经受一系列加工作用后，食团中的脂肪-蛋白质微粒相互缠绕，微观上表现出由脂肪和肌肉纤维交替的层状分布^[166]；在口腔加工中后期阶段，食团逐步形成并趋于稳定，微观结构呈现玻璃化基质，且这种基质四周环绕大量的网状结构^[13,39,167]；食团具有一定的流动性，在层流混合过程中，反复拉伸和折叠使得食团异质性降低、稳定性相对较高^[163]，流体中的颗粒聚集结构具有连续性，最终食团呈现一种相对均一的连续相基质。

从图 3-8（彩图详见附录四）可以观察到，红烧肉经口腔加工，逐渐破碎、聚集（脂肪和唾液的粘合作用）、成团及稀释。口腔加工初期，咀嚼次数、时间均较少，红烧肉经牙齿破碎成小肉块，且此阶段的唾液分泌较少，其微观结构与未咀嚼样品差异不大；40%口腔加工

阶段，红烧肉食团呈现层状分布，此时大块颗粒进一步破碎，肉汁、小块脂肪和唾液混合，形成固-液体系；口腔加工中期，唾液分泌量较多，大量脂肪微粒溶于唾液并被分散到肉汁-唾液混合基质中，此时食团基本形成，但仍旧存在较多的单独脂肪微粒；口腔加工后期，红烧肉微粒与唾液混合逐渐形成相对均一、具有一定粘连性的糊状团^[163]。在 80%口腔加工阶段，红烧肉脂肪层分解并与唾液混合形成大量的小圆形脂肪滴（见 3.7.1），而脂肪组织周围的蛋白质骨架随着口腔加工的进行不断变性、分解形成聚集体，导致食团的网状结构较为明显，冷冻干燥后微观下观察到大量孔隙存在；吞咽点时红烧肉微粒-唾液间传质转移基本达到动态平衡，食团结构相对均一，此时其微观结构呈现固态连续相。刘登勇等^[13]分别观察了不同口腔加工阶段红烧肉脂肪层和瘦肉层的微观结构变化，两者之间的差异较为显著，但可以与本实验结果部分对应。这是因为将红烧肉肉块（包括脂肪层和瘦肉层）整体咀嚼时，脂肪与瘦肉层中的纤维可能发生作用，导致食团中形成的脂质-蛋白质网络结构不断变化，主要是食团的质地特征的改变^[13]，因此还可能对口腔加工过程中红烧肉的香气释放产生影响。

3.8 香气释放

3.8.1 实验方法的重复性和稳定性

同一受试者在连续 3 天、相同地点、相同时间段采集呼出气体样品，以尽量保证受试者处于相同的状态，且每阶段呼气样本重复检测 3 次，并同时收集空白口腔气体，利用上述 SPME-GC/MS 联用法检测分析。通过对比 3 例气体样品中 VOCs 表达的质谱图，显示 3 份 VOCs 各主要峰的出峰时间基本一致、出峰面积大致相同，说明 3 份呼气样本的挥发性成分基本相同，实验的重复性也能达到要求。提示本实验用于检测红烧肉口腔加工过程呼出气体中的 VOCs 结果较为稳定，重复性良好。

3.8.2 背景呼吸

通过检测分析，发现每名受试者空腔中的挥发性物质与口腔加工阶段的部分重叠，且其中大部分挥发物的含量均小于其他口腔加工阶段，体内释放的香气物质在背景呼吸中没有显著的存在。此外，也检测出一些特异性物质，如在受试者 2 中检测到 1-石竹烯，在受试者 1、2、3 号中均检测到 L-薄荷醇等，经调查发现这些可能是受试者牙膏中的香精物质；另外，在 4 名受试者的空腔和所有口腔加工阶段均检出苯酚、N,N-二甲基乙酰胺，且其浓度范围基本一致。已知苯酚和 N,N-二甲基乙酰胺多用于医药化工，尚未有研究表明人体内代谢过程或者食品中可产生这两种物质，查阅文献发现 Steeghs 等^[168]曾报道，苯酚、N,N-二甲基乙酰胺为采样袋生产过程中的残留物，但是不会对采样袋中其他化合物的分析产生干扰。因此，在这里我们将这两种物质当作污染物处理。综上，背景呼吸几乎不会对检测结果造成影响，而为

了后续分析，可直接减去空腔中相同物质的释放量^[102]。

3.8.3 不同加工阶段红烧肉的主要挥发性成分

通过 GC-MS 检测分析红烧肉样品以及呼气样本，可得到每名受试者在不同阶段的呼气中每种 VOC 色谱峰的峰面积。在一些统计学比较中，经常选取归一化后的数据进行分析，即计算每种 VOC 的峰面积百分比来反应其含量高低^[8,41,88]。各受试者在红烧肉不同口腔加工阶段的挥发性成分及其含量详见附录四。本文通过比较受试者呼气中挥发物的峰面积及百分含量的变异系数（The coefficient of variation, CV%）（见图 3-9），得出受试者小组在各阶段的峰面积及百分含量的变异系数范围分别为 31.98-50.89%、13.34%-30.09%，平均变异系数分别为 41.36%、23.97%。K E Ingham 等^[169]对食用薄荷糖后的呼气进行分析，关于二者的变异系数范围分别为 10.0%-54.8%、22.0%-48.9%；N Blee 等^[99]研究了不同类型的糖果的香气释放，具有不同空气/水分配系数（the air/water partition coefficients, K_{aw} ）的糖果之间的变异系数在 10%-45%，均与本文结果类似。归一化之后的数据变异系数降低，可有效地消除绝对浓度的差异，允许在不同口腔加工阶段中比较其释放模式^[8,88]。

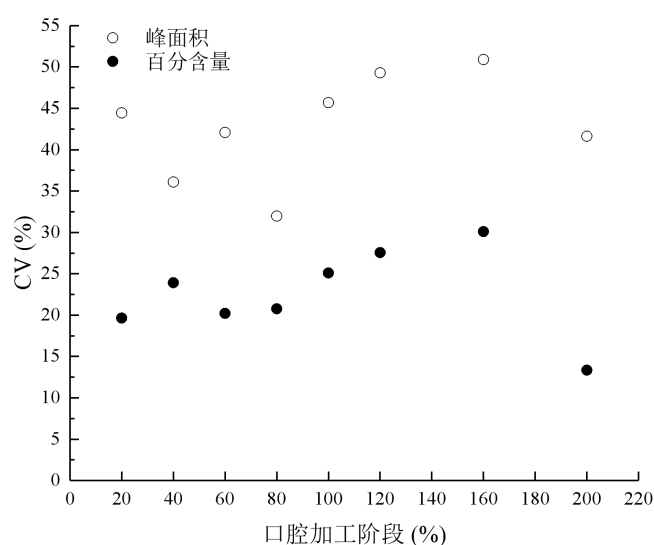


图 3-9 受试者小组在不同口腔加工阶段的香气释放量的平均变异系数

Table 3-9 Relationship between variability (the coefficient of variation, CV%) of aroma release for panel mean at different oral processing stages

注：CV%为变异系数， $CV\% = \text{标准偏差} \times 100 / \text{平均值}$ 。

初步实验表明，受试者的背景呼吸几乎不会对实验结果造成干扰。整个口腔加工过程可分为两大阶段：吞咽前和吞咽后阶段^[41]，虽然受试者个体内及个体间检出的 VOCs 存在一定

的差异,但吞咽前和吞咽后阶段呼气中的主要挥发性成分基本一致,列于表 3-3 中。在整个口腔加工过程之中,始终可检测出己醛、桉叶油醇和单萜烯,且均为红烧肉中的关键香气化合物。

表 3-3 不同加工阶段红烧肉的主要挥发物

Table 3-3 Details of headspace volatiles monitored for Stewed Pork at different stages

阶段	中文名称	英文名称	分子式	相对分子质量	log P^2
红烧肉	己醛	Hexanal	C ₆ H ₁₂ O	100.159	1.80 (57.41%) ³
	苯甲醛	Benzaldehyde	C ₇ H ₆ O	106.122	1.71 (9.02%)
	戊醛	Pentanal	C ₅ H ₁₀ O	86.132	1.31 (5.93%)
	壬醛	Nonanal	C ₉ H ₁₈ O	142.239	3.27 (0.88%)
	单萜烯 ¹	Monoterpenes	C ₁₀ H ₁₆	136.234	4.48 (3.65%)
	桉叶油醇	Eucalyptol	C ₁₀ H ₁₈ O	154.249	3.13 (6.48%)
	乙酸乙酯	Ethyl Acetate	C ₄ H ₈ O ₂	88.105	0.86 (1.23%)
	茴香脑	Anethole	C ₁₀ H ₁₂ O	148.202	3.39 (1.67%)
	2-戊基呋喃	Furan, 2-pentyl-	C ₉ H ₁₄ O	138.207	3.87 (1.85%)
吞咽前	己醛	Hexanal	C ₆ H ₁₂ O	100.159	1.80
	壬醛	Pentanal	C ₉ H ₁₈ O	142.239	3.27
	苯甲醛	Benzaldehyde	C ₇ H ₆ O	106.122	1.71
	单萜烯	Monoterpenes	C ₁₀ H ₁₆	136.234	4.48
	桉叶油醇	Eucalyptol	C ₁₀ H ₁₈ O	154.249	3.13
	2-戊基呋喃	Furan, 2-pentyl-	C ₉ H ₁₄ O	138.207	3.87
吞咽后	己醛	Hexanal	C ₆ H ₁₂ O	100.159	1.80
	单萜烯	Monoterpenes	C ₁₀ H ₁₆	136.234	4.48
	桉叶油醇	Eucalyptol	C ₁₀ H ₁₈ O	154.249	3.13

注: 1.单萜烯这里包括 α -蒎烯、 β -蒎烯、柠檬烯,所对应的 log P 值为几种物质的平均值; 2.log P 值指某物质在正辛醇(油)和水中的分配系数比值的对数值,获取路径 <http://www.chemspider.com>; 3.括号内数字代表物质在红烧肉样品中检测到的百分含量。

3.8.4 总体香气释放

表 3-4 口腔加工过程中受试者香气释放的一致性

Table 3-4 Consistency of aroma release across subjects during oral processing

受试者	W	P
S ₁	0.503**	0.0040
S ₂	0.729**	0.0000
S ₃	0.725**	0.0000
S ₄	0.810**	0.0000

注: S₁、S₂、S₃、S₄分别表示受试者 1、2、3、4; W 范围为 0-1, 其中 0 代表无一致性, 1 代表完全一致; $P < 0.01$, 极显著, **表示。

通过计算非参数统计量-肯德尔和谐系数 (Kendall's coefficient of concordance, W)^[170], 发现四名受试者 (男: 女=1:1) 在每个口腔加工阶段的相对释放量排序与小组平均排序一致性较高, 见表 3-4。这就表明, 尽管口腔加工过程中的香气释放存在个体差异, 但个体受试者的呼吸方案是可行的, 且允许进行一定的小组归纳^[8,41,44]。

香气释放过程较为复杂, 且口腔中不存在食团-气相之间的挥发性平衡^[171], 常用香气释放曲线来表示食品在口腔加工过程中随时间释放的香气浓度变化^[113,172], 这里所说的“香气”指口腔中呼出的 VOCs 的总和。通过将小组数据进行归纳, 可直接分析四名受试者的平均相对峰面积变化趋势, 代表总体香气释放曲线 (图 3-10)。选择平滑曲线, 且本文中所有曲线的平滑水平相同, 减少由于受试者的呼吸模式引起的波动, 以获得香气释放变化的代表性分布, 而没有信息损失^[14,20]。通过分析在非平衡条件下, VOCs 在红烧肉食团、唾液相和空气相之间的运输 (分配和传质), 以便于更好的了解香气释放动力学。

从图 3-10 可以看出, 在 0-40%口腔加工阶段, 香气释放呈现上升趋势。已知口腔加工初期的释放速率与唾液产生和气体流动速率无关^[38], 主要是食品经牙齿的咀嚼作用在口腔中破碎成松散且大小不一的食品块, 使食品块的表面积有所增加, 改变了 VOCs 的传递界面^[53], 从而导致香气释放增多; 40%-60%口腔加工阶段, 挥发性释放量稍有下降。这是因为咀嚼作用导致红烧肉中的脂肪部分破碎, 众多单独脂肪微粒不均匀地溶解并分布在唾液-食品基质中 (同粒径、微观结构结果), 脂肪充当亲脂性 VOCs 的溶剂, 可能对风味物质有包裹作用从而阻碍其在口腔中的释放^[8,41,44]; 在到达 80%口腔加工阶段时, 香气释放增多。此时, 红烧肉颗粒进一步破碎并与唾液粘合聚集形成质地较为均匀的食品^[13], 食团体系的混合和分散程度均较高, 可导致更大的交换区域, 更有利于香气释放到口腔中空气相^[56]。且前期研究^[127]发现, 咸味和鲜味是红烧肉食团的主要有效味感, 在咀嚼过程中的释放规律相似均在咀嚼中后阶段达到最大值, 这些滋味物质有可能与香气物质产生交互作用^[14,42], 进一步增加了 VOCs 的释放量; VOCs 在 80%-100%阶段释放量逐渐降低。在吞咽期间, 由于舌的运动与上腭挤压可推动食团从口腔中逐渐向咽喉处移动, 食品的吞咽是一个过程。在此过程中香气释放仍在继续^[41], 但是口腔中的气体也随着吞咽动作移向咽喉部, 食团的部分流失或者气体通过食管进入体内, 都有可能导致香气浓度降低。随着咀嚼的进行, 唾液分泌不断增加 (至吞咽点), 更多的唾液被加入到脂肪含量较高的食团中形成乳状液^[26,76], 也可能造成 VOCs 的稀释和较低的香气释放速率^[14,173]; 在吞咽后阶段 (100%-200%口腔加工阶段) VOCs 仍旧释放^[8,41], 且在相同的咀嚼周期内, 吞咽后香气释放趋势与吞咽前基本一致。另外, 观察到吞咽后早期的释放量高于吞咽瞬间, R Ruijschop 等^[66]在研究样品大小和咀嚼时间对鼻后香气释放特征的影响、K G C Weel 等^[83]测定饮用饮料时的香气释放状况时, 均在吞咽后的第一次呼气中发现较高的香气释放信号, 并称之为“吞咽呼吸”, 与本实验的现象类似。分析可能的原因是: 红烧肉样品中含有较高的脂肪, 可保留 VOCs 并延迟释放直至吞咽结束后; 在吞咽之后, 部分

食团可能残留到口腔、咽喉等部位^[56]，此时口腔空间骤然增大，增加了物质在食团-气相的传质转移，也有可能导致吞咽后前期的香气释放量增多，这与 F Damian 等^[8]的结果较为一致。S Camacho 等^[174]也发现凝胶中较高的脂肪含量以及未与凝胶基质结合的液滴都会导致更多的脂肪沉积在舌头及咽喉表面，吞咽后的脂肪涂层作为 VOCs 的溶剂（“储存槽”），影响吞咽后香气释放。

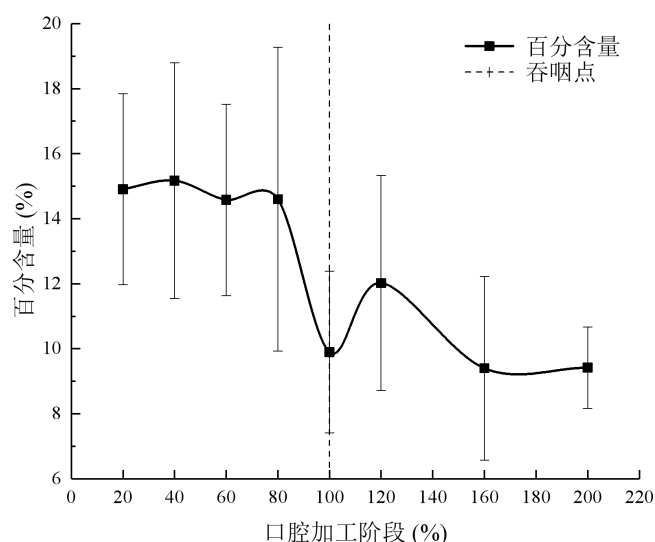


图 3-10 总体香气释放曲线

Figure 3-10 Panel average aroma release curve

注：100%处虚线代表吞咽点；竖直实线代表标准差，下同。

3.8.5 个体香气释放

个体差异主要表现在受试者特异性的咀嚼模式和生理参数上，使得单个受试者具有不同的香气释放总量及其特征香气释放曲线（图 3-11）。标准偏差的较宽范围（误差线）表示小组成员之间的差异较大，与总体香气释放（图 3-10）的偏差表现一致，但这在感官科学领域属于合理现象^[8,37]。

图 3-11 分别给出了在口腔加工期间 4 名受试者的特征香气释放曲线，仍旧存在相对较高的标准差，但这与受试者和不同重复之间的绝对浓度差异有关，而与释放曲线形状的差异无关^[88]，且各受试者的重复数据表现出与其相似的特征释放曲线。结合图 3-10 发现，受试者 2 和 3 表现出与总释放曲线相同的释放模式，而其余两名受试者显示出不同的特征，再一次验证了个体差异性的作用；有 3 名受试者在吞咽点均表现出相同的释放模式，且与总香气释放曲线一致，即在吞咽后早期香气释放有所升高。而受试者 4 在吞咽点时香气释放出现峰值，且在吞咽后早期释放量达到最低，这一现象有可能是其吞咽动作延迟造成的。

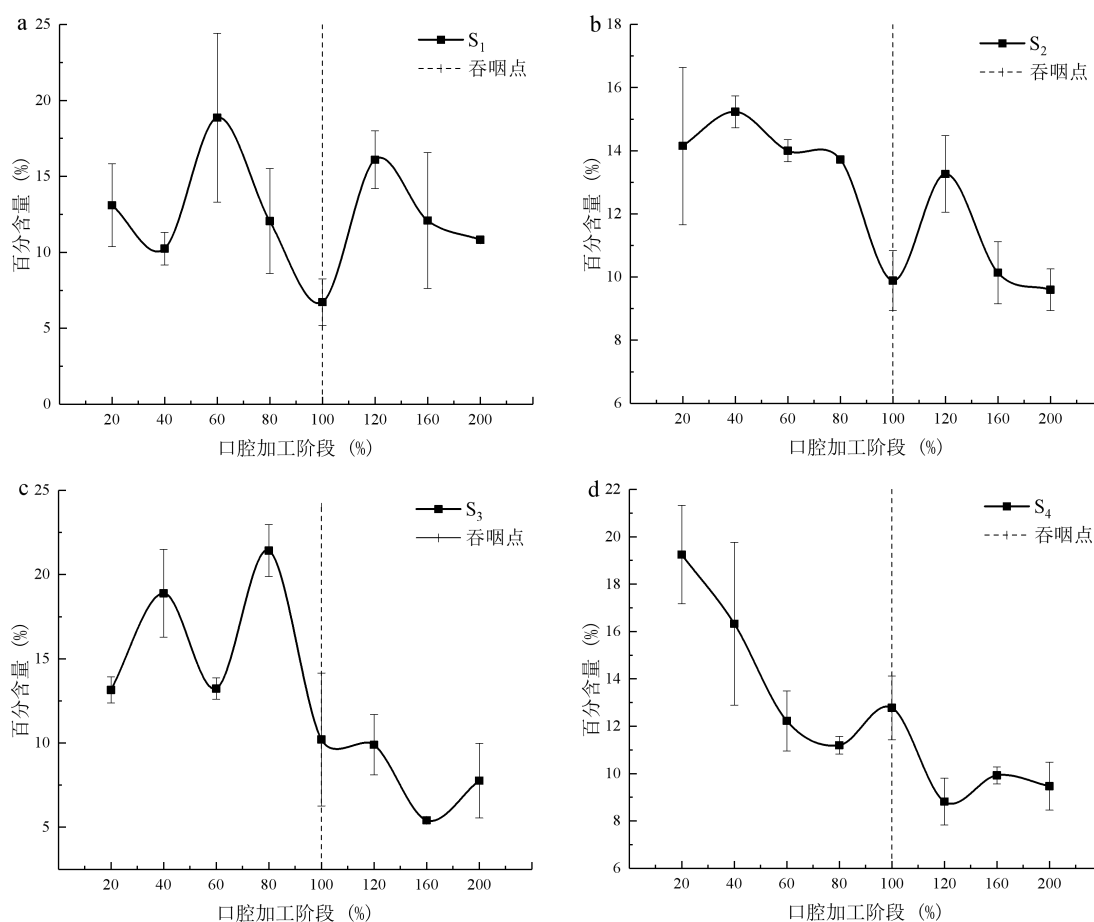


图 3-11 单个受试者的平均香气释放曲线

Figure 3-11 Average aroma release curve for an individual subject

通过分析个体受试者的咀嚼参数与其香气释放总量的相关性，发现受试者的香气释放与咀嚼时间 ($r=0.910$, $P<0.01$) 和咀嚼次数 ($r=0.851$, $P<0.01$) 存在极显著的正相关性，与咀嚼频率 ($r=-0.381$, $P>0.05$) 无相关性。L Boisard 等^[14]对不同盐和脂肪含量的奶酪进行口腔加工时也发现相同的规律性。从图 3-12 可以看出，受试者 2 在红烧肉口腔加工过程中释放的 VOCs 最多，受试者 3 的释放量最少。受试者 2 和 4 的咀嚼时间较长、咀嚼次数较多，食品在口腔中反应的时间也随之较长，有利于 VOCs 在食团-气相的传质转移，进而使得香气释放总量较高；受试者 3 的咀嚼次数与受试者 1 和 4 的相差较小，其咀嚼时间与受试者 1 基本相似，但是每名受试者都有其独特的咀嚼模式，经调查发现该受试者进行咀嚼运动时红烧肉放置在口腔后内侧部，极易导致食团流失，有可能在口腔加工过程中香气还未完全释放，部分食团即被吞咽，最终导致释放总量与其余 3 名受试者相比较少。

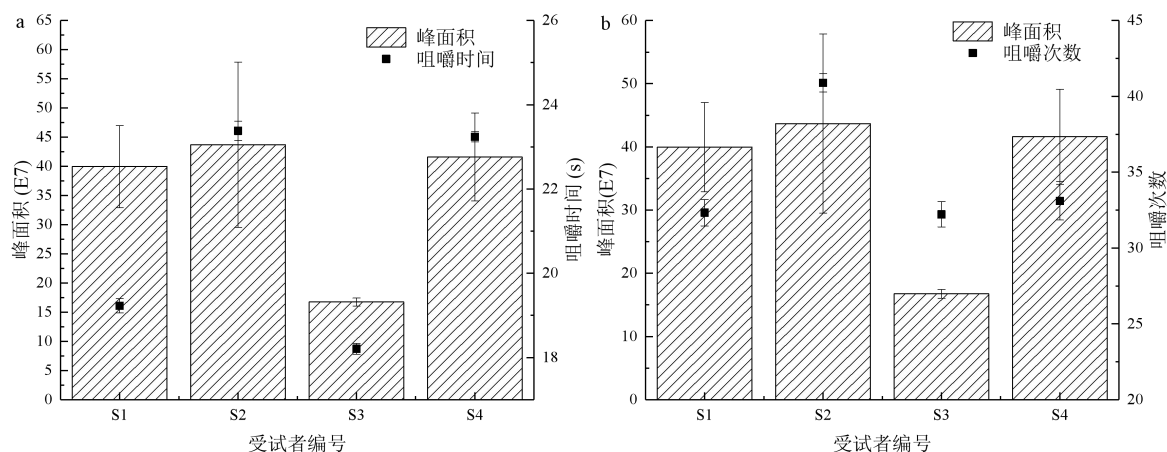


图 3-12 个体受试者的咀嚼时间 (a) 和咀嚼次数 (b) 对平均香气释放量的影响

Figure 3-12 Effect of chewing time (a) and cycles (b) on average aroma release from individual subject

3.8.6 吞咽前和吞咽后香气释放

口腔加工对吞咽前阶段香气释放的影响较大, 且通常都认为是由食品结构造成的, 固体食品往往在吞咽前阶段释放出更多的 VOCs^[8,44]; 而在吞咽后阶段, 食品中的大部分结构已遭到破坏, 释放差异主要归因于成分的不同, 且与口腔残留颗粒最直接相关^[8,41]。在个体水平和受试者组内进行统计学比较, 以了解食品基质变化或者 VOCs 的性质对吞咽前后挥发性释放的影响。从原始数据中提取吞咽前、后数据并用于统计分析, 发现总体组间吞咽前、后挥发性释放量存在一定差异, 但是吞咽前 ($W=0.91, P<0.05$) 和吞咽后释放一致性 ($W=0.84, P<0.05$) 均较高, 表明该小组吞咽前、后的平均数据具有一定的代表性, 可直接比较受试者小组平均相对释放量的差异以探究吞咽事件对香气释放动力学的影响。

由图 3-13 (a) 可知, 受试者小组吞咽前和吞咽后 VOCs 的相对释放量有所差异, 且吞咽前的释放量要高于吞咽后。图 3-13 (b) 为各小组成员在吞咽前、后的释放量对比, 各个受试者在吞咽前、后的平均相对释放量变化较大。总体来看, 除受试者 1 外, 均为吞咽前释放量高于吞咽后, 与小组总释放情况相一致。分析产生该现象的原因: 红烧肉具有较高的脂肪含量, 在口腔加工过程中, 随着咀嚼动作的进行和温度的升高, 固体脂肪熔化且与唾液混合, 呈现粘稠的乳状液, 影响 VOCs 在空气、水相以及油相的分配^[14,76]; 另外, 脂肪的存在影响吞咽后食团颗粒的残留^[56], 造成吞咽前和吞咽后香气释放的差异。

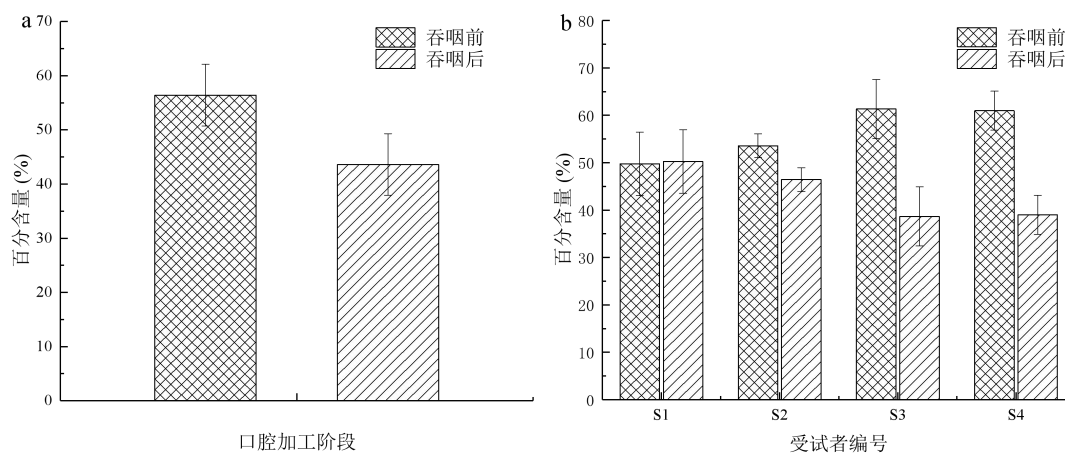


图 3-13 吞咽前和吞咽后受试者小组 (a) 及个体 (b) 平均香气释放量对比

Figure 3-13 Mean pre- and post-swallow aroma release for panel mean (a) and individual subject (b)

香气释放也与挥发性化合物的性质密切相关。VOCs 通常都具有一定的疏水性，即为辛醇和水之间的分配系数，结果以对数标度 ($\log P$) 表示。为了进一步研究疏水性不同的挥发物在口腔加工期间的释放行为，尤其是对于吞咽前-后释放差异的影响，分别分析了在口腔加工过程中采集的呼气中的主要挥发物 ($\log P$ 值见表 3-3)：己醛、单萜烯及桉叶油醇在吞咽前、后的释放状况 (图 3-14)。在此之前比较这三类挥发物在吞咽前-后释放量的个体和小组等级排序，并于表 3-5 中列出和谐系数，发现这三类物质的个体释放与总释放之间均存在较高的一致性。

表 3-5 每名受试者在吞咽前后关于三类物质挥发性释放的一致性

Table 3-5 Consistency of pre- and post-swallow release for each subject for the three volatiles

物质	吞咽前		吞咽后	
	<i>W</i>	<i>P</i>	<i>W</i>	<i>P</i>
己醛	0.963**	0.004	0.963*	0.022
单萜烯	0.825*	0.010	0.825*	0.010
桉叶油醇	0.819*	0.011	0.911**	0.006

注： W 范围为 0-1，其中 0 代表无一致性，1 代表完全一致； $P < 0.01$ ，极显著，**表示； $P < 0.05$ ，显著，*表示。

通过比较己醛、桉叶油醇及单萜烯在吞咽前、后的总体释放趋势 (图 3-14)，发现这三类物质在吞咽前和吞咽后的分布存在较大差异：己醛在在吞咽前阶段的释放量明显高于吞咽

后；桉叶油醇、单萜烯在吞咽前和吞咽后的释放量分布与己醛相比差异较小，桉叶油醇的吞咽前释放量也高于吞咽后，而单萜烯则与以上两种物质相反，其在吞咽后阶段有较大的香气释放量。醛类作为红烧肉中的关键风味化合物，主要来源于脂肪氧化，且有研究提出己醛主要由亚油酸氧化分解产生^[160]，因此将己醛在口腔加工过程中的释放状况与亚油酸变化进行相关性分析，发现二者存在极显著的正相关性（ $r=0.722$ ， $P<0.01$ ），证明了己醛的释放的确与食团中的亚油酸含量有关。桉叶油醇和单萜烯类主要来源于红烧肉制作过程中加入的香辛料，且从表 3-3 可知，这三类物质均表现为一定的疏水性，己醛、桉叶油醇及单萜烯的疏水性呈递增趋势，由此可得出结论：挥发物的疏水性越强，吞咽后释放量也随之增多。这是因为 VOCs 疏水性越强对脂肪的亲和力也越强，传质系数会降低^[175]，其在红烧肉食团中的滞留时间更长、释放速度也随之减慢。脂肪充当了香气释放抑制剂，保留了疏水性较强的 VOCs 并延迟释放直至吞咽结束后，造成了吞咽前、后释放量的分布差异^[14,44]。前人在研究奶酪的香气释放时，也发现了脂肪含量的增加可诱导疏水性较强的 VOCs 在吞咽前的较低分布^[8,56]。

通过观察单个小组成员关于这三类物质在吞咽前、后的相对释放量（分别见图 3-15a、b、c），显示出相当大的差异性，但是总体来看，个体受试者的释放趋势与小组释放趋势大致相同。特别地，受试者 4 关于单萜烯类的吞咽前后释放与其他受试者相反，其吞咽前释放量明显较高，我们推测该受试者延迟了吞咽动作（与 3.8.5 结果一致）。此时需要说明的是，受试者 1 在吞咽后期几乎未检测到桉叶油醇，因此将其排除，仅有三名受试者的释放数据用于统计分析^[44]。

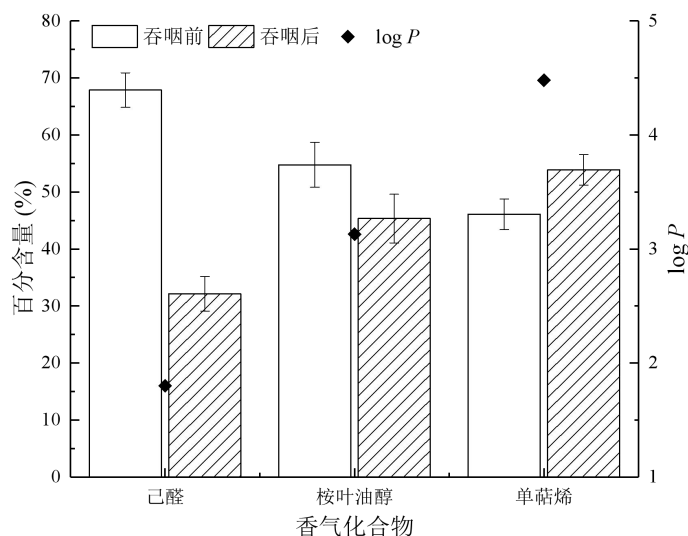


图 3-14 $\log P$ 对己醛、桉叶油醇及单萜烯在吞咽前后的释放量的影响

Figure 3-14 Effect of $\log P$ on pre- and post-swallow aroma release of hexanal, eucalyptol and monoterpenes

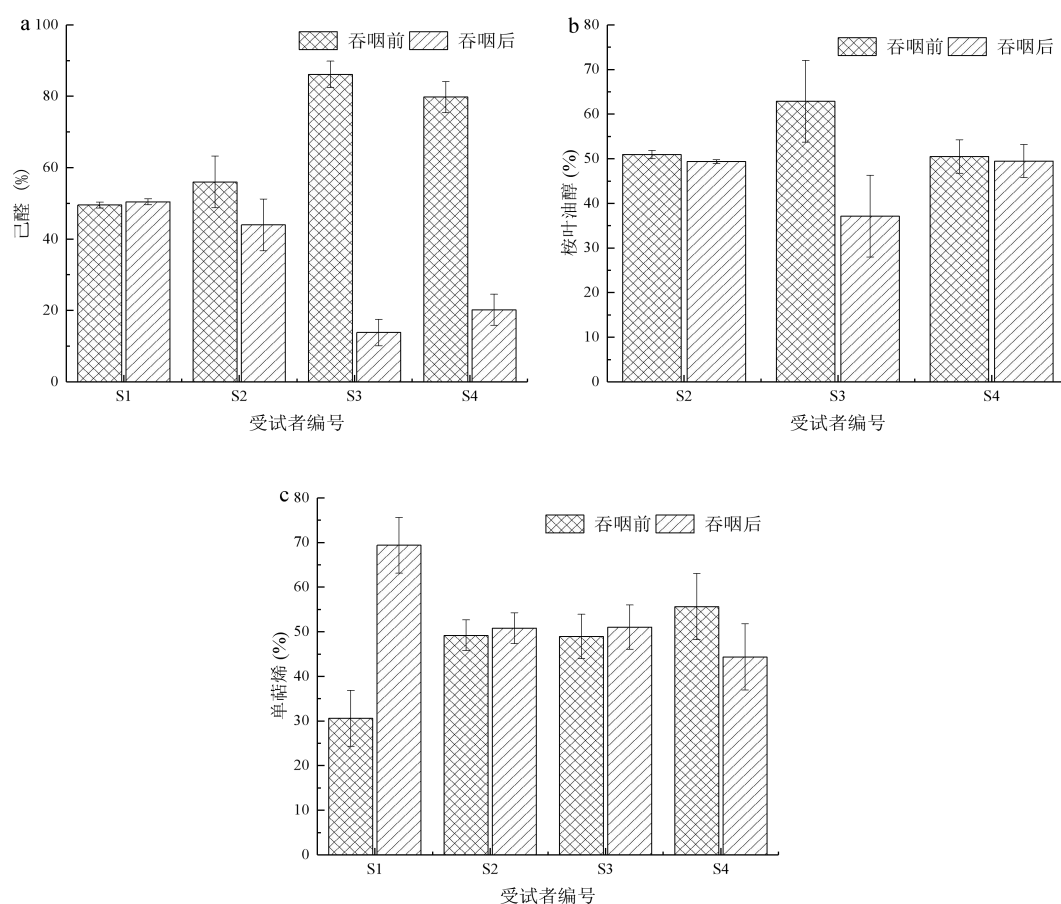


图 3-15 己醛 (a)、桉叶油醇 (b) 及单萜烯 (c) 在吞咽前和吞咽后的释放量对比

Figure 3-15 Ratio of mean pre- and post-swallow aroma release of hexanal, eucalyptol and monoterpenes

3.8.7 相关性分析

对口腔加工过程中的香气释放量、口腔生理参数、脂肪含量及粒径变化做相关性分析，结果如表 3-6 所示：

(1) 红烧肉口腔加工过程的香气释放量与咀嚼时间、咀嚼次数、食团干基水分含量、食团湿基水分含量、唾液分泌量均呈极显著正相关 ($P < 0.01$)，说明受试者的口腔生理参数对香气释放量影响较大，个体差异性决定受试者的香气释放模式；

(2) 红烧肉口腔加工过程的香气释放量与唾液流速 ($r = -0.668$, $P < 0.01$)、唾液中溶解的脂肪量 ($r = -0.664$, $P < 0.05$) 呈极显著负相关，与食团中的脂肪含量 ($r = -0.543$, $P < 0.05$) 呈显著负相关。随着口腔加工的进行，食团中水分含量逐渐升高、脂肪含量无显著变化，但唾液中溶解的脂肪含量不断变化，导致食团微粒吸收唾液的速率也发生改变，而溶解于唾液中的香气物质可被其中的脂肪滴包裹，降低其在食团-唾液-空气相的转移速率，影响香气释放，尤其是吞咽前-后的香气释放比率；

(3) 另外, 口腔加工过程中的香气释放量与粒径大小之间未存在较强的相关性, 但结合微观结构的变化, 可以总体说明红烧肉样品在整个口腔加工过程中的破碎程度, 这与不同阶段食团的质构特性相关联^[13]。随着口腔加工的进行, 食团微粒平均粒径增大、各组织结构破坏程度增加, 宏观上表现为硬度、流动性、回复性和粘附性等相关质构特性参数的变化, 吞咽点时的食团具体表现为质地较软、易流动且具有一定粘性。食团基质结构的改变可能对挥发性成分在食团-空气相的传质转移以及吞咽后残留产生较大影响^[39,116,176]。

表 3-6 红烧肉口腔加工过程中香气释放量与各因素相关性分析结果

Table 3-6 Correlation among aroma release and various factors during oral processing of stewed pork with brown

	咀嚼次数	咀嚼频率	食团湿基水分含量	食团干基水分含量	唾液分泌量	唾液流速	脂肪含量	唾液中溶解脂肪量	粒径	香气释放量
咀嚼时间	1.000**	-.581*	.979**	.982**	.974**	-.931**	-.705**	-.707**	.579*	.856**
咀嚼次数		-.578*	.978**	.982**	.973**	-.931**	-.708**	-.708**	.578*	.855**
咀嚼频率			-.682**	-.639*	-.709**	.684**	.168	.415	-.715**	-.338
食团湿基水分含量				.997**	.998**	-.907**	-.644**	-.663**	.596*	.836**
食团干基水分含量					.990**	-.891**	-.678**	-.655**	.550*	.850**
唾液分泌量						-.921**	-.616*	-.672**	.635*	.822**
唾液流速							.549*	.669**	-.722**	-.668**
脂肪含量								.519*	-.189	-.644**
唾液中溶解脂肪量									-.456	-.543*
粒径										.470

注: *表示显著相关, $P<0.05$; **表示极显著相关, $P<0.01$ 。

4 结论、创新点与展望

4.1 结论

本文主要对红烧肉口腔加工过程中香气物质的动态释放进行跟踪监测，并分析口腔加工行为对红烧肉食团组成和物理化学属性的改变，探究红烧肉口腔加工过程中的香气释放规律及其影响因素，以期为红烧肉的标准化和工业化加工提供新的参考。主要结论如下：

(1) 随着咀嚼时间的延长，各受试者的咀嚼次数均显著增多 ($P<0.05$)，咀嚼频率无显著变化 ($P>0.05$)；口腔加工过程中，红烧肉食团的湿基和干基水分含量、各受试者的唾液分泌量均显著升高 ($P<0.05$)，唾液流速显著降低 ($P<0.05$) 并趋于稳定；食团脂肪含量无显著变化 ($P>0.05$)，溶解于唾液中的脂肪含量变化显著 ($P<0.05$) 并在中后期趋于稳定；脂肪酸构成比例不断变化，脂肪、脂肪酸氧化分解为香气释放提供大量前提物质，尤其亚油酸变化与己醛的形成释放相关；红烧肉食团微粒的 D_{50} 对应粒子的平均直径在整个口腔加工过程中显著升高 ($P<0.05$)，粒度分布曲线呈“双峰”型，微观组织结构的也发生较大改变，均影响挥发性化合物在食团-空气相的传质转移。

(2) 红烧肉口腔加工过程中的香气释放始终处于动态变化，受试者个体差异性决定香气释放模式；吞咽前阶段通常具有较大的香气释放量，但吞咽动作造成吞咽后早期香气释放增多，且吞咽前后的香气释放分布随着挥发性化合物的疏水性 ($\log P$) 高低而有所改变，与红烧肉食团中脂肪的存在有关，脂肪可充当强疏水性挥发物的溶剂，保留并延缓香气释放；总香气释放量随着咀嚼时间、咀嚼次数、食团水分含量、唾液分泌量的升高而逐渐增多，唾液流速、脂肪含量可阻碍香气释放，食团微观结构及粒径变化与食团质地特性相关，进而影响香气释放。

4.2 创新点

本文研究了红烧肉口腔加工过程中的香气释放规律，为真实食物的香气释放提供一种新的评定方法。

4.3 展望

本文以真实食物-红烧肉为研究对象，将 Tedlar[®]采样袋与固相微萃取-气相色谱/质谱技术相结合，系统性分析了红烧肉口腔加工过程中的香气释放规律及其影响因素。但该研究仍旧存在一定的局限性，特别是红烧肉口腔加工过程中呼出的主要挥发物的范围有限，可能不足以代表食品系统中所有风味物质的释放行为。在以后的研究中可根据所关注的产品，解析其他挥发性有机化合物的释放规律以反映目标产品的实际香气释放动力学。

参考文献

- [1] Chen, J. Food oral processing-A review[J] Food Hydrocolloids, 2009, 23(1):1-25.
- [2] Chen, J. Food oral processing: Some important underpinning principles of eating and sensory perception[J] Food Structure, 2014, 1(2):91-105.
- [3] Prinz J F, Wijk R A D, Huntjens L. Load dependency of the coefficient of friction of oral mucosa[J]. Food Hydrocolloids, 2007, 21(3):402-408.
- [4] Chen, J. Food oral processing: Mechanisms and implications of food oral destruction[J]. Trends in Food Science & Technology, 2015, 45(2):222-228.
- [5] Devezeaux d L M, Van Delft M, Van d V F, et al. Dynamic texture perception and oral processing of semi-solid food gels: Part 1: Comparison between QDA, progressive profiling and TDS[J]. Food Hydrocolloids, 2015, 43:207-217.
- [6] Saint-Eve A, Panouillé M, Capitaine C, et al. Dynamic aspects of texture perception during cheese consumption and relationship with bolus properties[J]. Food Hydrocolloids, 2015, 46(1):144-152.
- [7] Woda A, Foster K, Mishellany A, et al. Adaptation of healthy mastication to factors pertaining to the individual or to the food[J]. Physiology & Behavior, 2006, 89(1):28-35.
- [8] Frank D C, Eyres G T, Piyasiri U, et al. Effect of food matrix structure and composition on aroma release during oral processing using in vivo monitoring[J]. Flavour & Fragrance Journal, 2012, 27(6):433-444.
- [9] Lucas P W, Prinz J F, Agrawal K R, et al. Food physics and oral physiology[J]. Food Quality & Preference, 2002, 13(4):203-213.
- [10] Aktar T, Chen J, Ettelaie R, et al. Tactile Sensitivity and Capability of Soft-Solid Texture Discrimination[J]. Journal of Texture Studies, 2016, 46(6):429-439.
- [11] Cai H, Li Y, Chen J. Rheology and Tribology Study of the Sensory Perception of Oral Care Products[J]. Biotribology, 2017, 10:17-25.
- [12] Chen J, Liu Z, Prakash S. Lubrication studies of fluid food using a simple experimental set up[J]. Food Hydrocolloids, 2014, 42:100-105.
- [13] Dengyong L, Yajun D, Ana G, et al. Impact of the Breakdown Behavior on Chinese Traditional Stewed Pork with Brown Sauce: Physical Properties Using Microstructural Analysis[J]. Journal of Food Quality, 2017, 2017:1-10.
- [14] Boisard L, Tournier C, Sémon, Etienne, et al. Salt and fat contents influence the microstructure of model cheeses, chewing/swallowing and *in vivo* aroma release[J]. Flavour and Fragrance Journal, 2014, 29(2):95-106.
- [15] Prinz J F, Lucas P W. An optimization model for mastication and swallowing in mammals[J]. Proc Biol Sci, 1997, 264(1389):1715-1721.

- [16] Chen J, Lolivret L. The determining role of bolus rheology in triggering a swallowing[J]. Food Hydrocolloids, 2011, 25(3):325-332.
- [17] Chen J, Stokes J R. Rheology and tribology: Two distinctive regimes of food texture sensation[J]. Trends in Food Science & Technology, 2012, 25(1):4-12.
- [18] Weel K G C, Boelrijk A E M, Alting A C, et al. Flavor Release and Perception of Flavored Whey Protein Gels: Perception Is Determined by Texture Rather than by Release[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2002, 50(18):5149-5155.
- [19] Tarrega A, Yven C, E. Sémon, et al. Aroma release and chewing activity during eating different model cheeses[J]. International Dairy Journal, 2008, 18(8):849-857.
- [20] Labouré H, Repoux M, Courcoux P, et al. Inter-individual retronasal aroma release variability during cheese consumption: Role of food oral processing[J]. Food Research International, 2014, 64:692-700.
- [21] Le Bleis F, Chaunier L, Della Valle G, et al. Physical assessment of bread destructuration during chewing[J]. Food Research International, 2013, 50(1):308-317.
- [22] Waqas M Q, Wiklund J, Altskär A, et al. Shear and extensional rheology of commercial thickeners used for dysphagia management[J]. Journal of Texture Studies, 2017, 48(6):507-517.
- [23] Engelen L, Wijk R A D. Oral processing and texture perception[M]// Food Oral Processing: Fundamentals of Eating and Sensory Perception. Wiley-Blackwell, 2012:157-176.
- [24] René A. de Wijk, Janssen A M, Prinz J F. Oral movements and the perception of semi-solid foods[J]. Physiology & Behavior, 2011, 104(3):423-428.
- [25] Loret C, Walter M, Pineau N, et al. Physical and related sensory properties of a swallowable bolus[J]. Physiology & Behavior, 2011, 104(5):855-864.
- [26] 刘登勇, 邓亚军, 韩耀辉, 等. 红烧肉咀嚼过程中唾液分泌对食团特性和吞咽动作的影响[J]. 食品工业科技, 2017(13):48-53+58.
- [27] Hiiemae, K. Mechanism of food reduction, transport and deglutition: How the texture of food affects feeding behavior[J]. Journal of Texture Studies, 2010, 35(2):171-200.
- [28] Clark H M, Solomon N P. Age and Sex Differences in Orofacial Strength[J]. Dysphagia, 2012, 27(1):2-9.
- [29] Kieser J, Bolter C, Raniga N, et al. Tongue-palate interactions during swallowing[J]. Journal of Texture Studies, 2011. 42(2):95-102.
- [30] Alsanei W A, Chen J. Studies of the Oral Capabilities in Relation to Bolus Manipulations and the Ease of Initiating Bolus Flow[J]. Journal of Texture Studies, 2014, 45(1):1-12.
- [31] Youmans S R, Youmans G L, Stierwalt J A G. Differences in Tongue Strength Across Age and Gender: Is There a Diminished Strength Reserve?[J]. Dysphagia, 2009, 24(1):57-65.
- [32] Davies G A, Wantling E, Stokes J R. The influence of beverages on the stimulation and viscoelasticity of

- saliva: Relationship to mouthfeel?[J]. *Food Hydrocolloids*, 2009, 23(8):2261-2269.
- [33] Stokes J R, Davies G A. Viscoelasticity of human whole saliva collected after acid and mechanical stimulation[J]. *Biorheology*, 2007, 44(3):141-160.
- [34] 宋焕禄. 食品风味化学[M]. 北京: 化学工业出版社, 2008:1-5.
- [35] 刘俊辉, 张建勋, 宗永立. 食品香味释放[J]. *化学通报*, 2010, 73(12):1099-1105.
- [36] Adelaida Esteban-Fernández, Rocha-Alcubilla N, Carolina Muñoz-González, et al. Intra-oral adsorption and release of aroma compounds following in-mouth wine exposure[J]. *Food Chemistry*, 2016, 205:280-288.
- [37] Linforth R, Martin F, Carey M, et al. Retronasal Transport of Aroma Compounds[J]. *Journal of Agricultural & Food Chemistry*, 2003, 50(5):1111-1117.
- [38] Salles C, Chagnon M C, Feron G, et al. In-mouth mechanisms leading to flavor release and perception[J]. *Critical Reviews in Food Science & Nutrition*, 2011, 51(1):67-90.
- [39] Jourden S, Sainteve A, Pollet B, et al. Gaining deeper insight into aroma perception: An integrative study of the oral processing of breads with different structures[J]. *Food Research International*, 2017, 92:119-127.
- [40] Gierczynski I, Guichard E, Laboure H. Aroma perception in dairy products: the roles of texture, aroma release and consumer physiology. A review[J]. *Flavour & Fragrance Journal*, 2011, 26(3):141-152.
- [41] Frank D, Kaczmarek K, Paterson J, et al. Effect of marbling on volatile generation, oral breakdown and in mouth flavor release of grilled beef[J]. *Meat Science*, 2017, 133:61-68.
- [42] Nishimura T, Goto S, Miura K, et al. Umami compounds enhance the intensity of retronasal sensation of aromas from model chicken soups[J]. *Food Chemistry*, 2016, 196:577-583.
- [43] Pico J, José Bernal, Manuel Gómez. Wheat bread aroma compounds in crumb and crust: A review[J]. *Food Research International*, 2015, 75:200-215.
- [44] Frank D, Appelqvist I, Piyasiri U, et al. Proton Transfer Reaction Mass Spectrometry and Time Intensity Perceptual Measurement of Flavor Release from Lipid Emulsions Using Trained Human Subjects[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2011, 59(9):4891-4903.
- [45] Pionnier E, Chabanet C, Mioche L, et al. 1. In vivo aroma release during eating of a model cheese: relationships with oral parameters[J]. *J Agric Food Chem*, 2004, 52(3):557-564.
- [46] Ruijschop R M A J, Burgering M J M, Jacobs M A, et al. Retro-nasal aroma release depends on both subject and product differences: a link to food intake regulation?[J]. *Chemical Senses*, 2014, 34(5):395-403.
- [47] 陈建设, 王鑫淼. 食品口腔加工研究的发展与展望[J]. *中国食品学报*, 2018, 18(09):7-13.
- [48] Raithore S, Peterson D G. Effects of polyol type and particle size on flavor release in chewing gum[J]. *Food Chemistry*, 2018, 253:293-299.
- [49] Hollowood T A, Linforth R S, Taylor A J. The Effect of Viscosity on the Perception of Flavour[J]. *Chemical Senses*, 2002, 27(7):583-591.

- [50] Hansson A, Giannouli P, Van Ruth S. The Influence of Gel Strength on Aroma Release from Pectin Gels in a Model Mouth and in Vivo, Monitored with Proton-Transfer-Reaction Mass Spectrometry[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2003, 51(16):4732-4740.
- [51] Cook D J, Hollowood T A, Linfoth R S, et al. Oral Shear Stress Predicts Flavour Perception in Viscous Solutions[J]. Chemical Senses, 2003, 28(1):11-23.
- [52] Seuvre A M, Philippe E, Rochard S, et al. Retention of aroma compounds in food matrices of similar rheological behaviour and different compositions[J]. Food Chemistry, 2006, 96(1):104-114.
- [53] Frank D, Eyres G T, Piyasiri U, et al. Effects of Agar Gel Strength and Fat on Oral Breakdown, Volatile Release, and Sensory Perception Using in Vivo and in Vitro Systems[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2015, 63(41):9093-9102.
- [54] Frank D, Joo S T, Warner R. Consumer Acceptability of Intramuscular Fat[J]. Korean Journal for Food Science of Animal Resources, 2016, 36(6):699-708.
- [55] Clémentine Lauverjat, Isabelle Déléris, Ioan Cristian Trélea, et al. Salt and Aroma Compound Release in Model Cheeses in Relation to Their Mobility[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2009, 57(21):9878-9887.
- [56] Repoux M, Labouré H, Courcoux P, et al. Combined effect of cheese characteristics and food oral processing on in vivo aroma release[J]. Flavour & Fragrance Journal, 2012, 27(6):414-423.
- [57] Guichard E. Interactions between flavor compounds and food ingredients and their influence on flavor perception[J]. Food Reviews International, 2002, 18(1):49-70.
- [58] Nahon D F, Roozen J P, De Graaf C. Sensory Evaluation of Mixtures of Sodium Cyclamate, Sucrose, and an Orange Aroma[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1998, 46(9):3426-3430.
- [59] Jouenne E, Crouzet J. Determination of Apparent Binding Constants for Aroma Compounds with β -Lactoglobulin by Dynamic Coupled Column Liquid Chromatography[J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2000, 48(11):5396-5400.
- [60] Kopjar M, PiližOta V, Tiban N N, et al. Strawberry jams: influence of different pectins on colour and textural properties[J]. Czech Journal of Food Sciences, 2009, 27(27):20-28.
- [61] Voilley A, Etiévant P, Voilley A, et al. Flavour in food[J]. Flavour in Food, 2006:208.
- [62] Denise F N, Marcus H, Jacques P R. Modeling Flavor Release from Aqueous Sucrose Solutions, Using Mass Transfer and Partition Coefficients[J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2000, 48(4):1278-1284.
- [63] Carelli A A, Crapiste G H, Lozano J E. Activity coefficients of aroma compounds in model solutions simulating apple juice[J]. J.agric.food Chem, 1991, 39(9):1636-1640.
- [64] Buettner A, Beer A, Hannig C, et al. Quantitation of the In-Mouth Release of Heteroatomic Odorants[J]. Acs Symposium, 2002, 826:296-311.

- [65] Agarwal K R, Lucas P W. A review: neural control of mastication in humans as influenced by food texture[J]. Indian Journal of Dental Research Official Publication of Indian Society for Dental Research, 2002, 13(3-4):125.
- [66] Ruijschop R M A J, Nicolien Z, Boelrijk A E M, et al. Effects of bite size and duration of oral processing on retro-nasal aroma release - features contributing to meal termination[J]. British Journal of Nutrition, 2011, 105(2):307-315.
- [67] Harrison M. Mathematical Models of Release and Transport of Flavors from Foods in the Mouth to the Olfactory Epithelium[C]// Flavour Release: Linking experiments, theory and reality. 2000, 763:179-191.
- [68] Méjean Caroline, Martine M, Eric N, et al. Salivary Composition Is Associated with Liking and Usual Nutrient Intake[J]. PLOS ONE, 2015, 10(9):e0137473.
- [69] Mosca A C, Chen J. Food-saliva interactions: Mechanisms and implications[J]. Trends in Food Science & Technology, 2017, (66):125-134.
- [70] CHEN J S, ENGELEN L. Food oral processing-fundamentals of eating and sensory perception[M]. Oxford: Wiley-Blackwell, Oxford, 2012:1-390.
- [71] Boland A B, Bhur K, Giannouli P, et al. Influence of gelatin, starch, pectin and artificial saliva on the release of 11 flavour compounds from model gel systems[J]. Food Chemistry, 2004, 86(3):401-411.
- [72] Smvan R, Roozen J P. Aroma compounds of oxidised sunflower oil and its oil-in-water emulsion: volatility and release under mouth conditions[J]. European Food Research & Technology, 2000, 210(4):258-262.
- [73] Hilal Y. Çelebioğlu, Lee S, Chronakis I S. Interactions of salivary mucins and saliva with food proteins: a review[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2019, (2):1-20.
- [74] Buettner A. Influence of human saliva on odorant concentrations. 2. aldehydes, alcohols, 3-alkyl-2-methoxypyrazines, methoxyphenols, and 3-hydroxy-4,5-dimethyl-2(5H)-furanone[J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2002, 50(24):7105-7110.
- [75] Buettner, Andrea. Influence of human salivary enzymes on odorant concentration changes occurring in vivo. 1. Esters and thiols[J]. Journal of Agricultural & Food Chemistry, 2002, 50(11):3283-3289.
- [76] Glumac M, Qin L, Chen J, et al. Saliva could act as an emulsifier during oral processing of oil/fat[J]. Journal of Texture Studies, 2018.
- [77] Ruth S M V, And J P R. Release of Volatile Oxidation Products from Sunflower Oil and Its Oil-in-Water Emulsion in a Model Mouth System[J]. Flavor Release, 2000, 763(3):233-244.
- [78] Hanaoka K, Vallet N, Giampaoli P, et al. Possible influence of breathing on detection frequency and intensity rating in gas chromatography-olfactometry[J]. Food Chemistry, 2001, 72(1):97-103.
- [79] Trelea I C, Atlan S, Délérís I, et al. Mechanistic mathematical model for in vivo aroma release during eating of semiliquid foods[J]. Chemical Senses, 2008, 33(2):181-192.

- [80] Repoux M, Etienne Sémon, Feron G, et al. Inter-individual variability in aroma release during sweet mint consumption[J]. *Flavour & Fragrance Journal*, 2011, 27(1):40-46.
- [81] Mestres M, Kieffer R, Buettner A. Release and Perception of Ethyl Butanoate during and after Consumption of Whey Protein Gels: Relation between Textural and Physiological Parameters[J]. *Journal of Agricultural & Food Chemistry*, 2006, 54(5):1814-1821.
- [82] Gierczynski I, Laboure H, Guichard E. In Vivo Aroma Release of Milk Gels of Different Hardnesses: Inter-individual Differences and Their Consequences on Aroma Perception[J]. *Journal of Agricultural & Food Chemistry*, 2008, 56(5):1697-1703.
- [83] Weel K G C, Boelrijk A E M, Burger J J, et al. A Protocol for Measurement of In Vivo Aroma Release from Beverages[J]. *Journal of Food Science*, 2003, 68(3):1123-1128.
- [84] Hodgson M, Linforth R S T, Taylor A J. Simultaneous real-time measurements of mastication, swallowing, nasal airflow, and aroma release[J]. *J Agric Food Chem*, 2003, 51(17):5052-5057.
- [85] Buettner A, Schieberle P. Influence of mastication on the concentrations of aroma volatiles - some aspects of flavour release and flavour perception[J]. *Food Chemistry*, 2000, 71(3):347-354.
- [86] Buettner A, Beer A, Hannig C, et al. Physiological and analytical studies on flavor perception dynamics as induced by the eating and swallowing process[J]. *Food Quality & Preference*, 2002, 13(7):497-504.
- [87] Guichard E, Salles C. 1-Retention and release of taste and aroma compounds from the food matrix during mastication and ingestion[J]. *Flavor*, 2016:3-22.
- [88] Mestres M, Moran N, Jordan A, et al. Aroma Release and Retronasal Perception during and after Consumption of Flavored Whey Protein Gels with Different Textures. 1. in Vivo Release Analysis[J]. *J Agric Food Chem*, 2005, 53(2):403-409.
- [89] Leclercq S, Blancher G. Multimodal Sensory Integration during Sequential Eating-Linking Chewing Activity, Aroma Release, and Aroma Perception over Time[J]. *Chemical Senses*, 2012, 37(8):689-700.
- [90] Aprea E, Biasioli F, Gasperi F, et al. In vivo monitoring of strawberry flavour release from model custards: effect of texture and oral processing[J]. *Flavour & Fragrance Journal*, 2010, 21(1):53-58.
- [91] Ruth S M V, Roozen J P. Influence of mastication and saliva on aroma release in a model mouth system[J]. *Food Chemistry*, 2000, 71(3):339-345.
- [92] Gaëlle Arvisenet, Billy L, Gaëlle Royer, et al. Role of mastication on the release of apple volatile compounds in a model mouth system[J]. *Developments in Food Science*, 2006, 43(06):465-468.
- [93] Brauss M S, Björn Balders, Linforth R S T, et al. Fat content, baking time, hydration and temperature affect flavour release from biscuits in model-mouth and real systems[J]. *Flavour & Fragrance Journal*, 2015, 14(6):351-357.
- [94] Deibler K D, Lavin E H, Linforth R S T, et al. Verification of a Mouth Simulator by in Vivo

- Measurements[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2001, 49(3):1388-1393.
- [95] Taylor A J, Linforth R S T, B. A. Harvey, et al. Atmospheric pressure chemical ionisation mass spectrometry for in vivo analysis of volatile flavour release[J]. *Food Chemistry*, 2000, 71(3):327-338.
- [96] Lindinger W, Hansel A, Jordan A. On-line monitoring of volatile organic compounds at pptv levels by means of proton-transfer-reaction mass spectrometry (PTR-MS) medical applications, food control and environmental research[J]. *Int.j.mass Spectrom.ion Process*, 1998, 173(3):191-241.
- [97] Soeting W J, Heidema J. A mass spectrometric method for measuring flavour concentration/time profiles in human[J]. *Chemical Senses*, 1988, 13(4):607-617.
- [98] Frank D C, Ball A J, Hughes J M, et al. Sensory and Flavor Chemistry Characteristics of Australian Beef; the Influence of Intramuscular Fat, Feed and Breed[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2016, 64(21):4299-4311.
- [99] Blee N, Linforth R, Yang N, et al. Variation in aroma release between panellists consuming different types of confectionary[J]. *Flavour & Fragrance Journal*, 2011, 26(3):186-191.
- [100] Biasioli F, Gasperi F, Aprea E, et al. Correlation of PTR-MS spectral fingerprints with sensory characterisation of flavour and odour profile of “Trentingrana” cheese[J]. *Food Quality and Preference*, 2006, 17:63-75.
- [101] Lasekan O, Otto S. In vivo analysis of palm wine (*Elaeis guineensis*) volatile organic compounds (VOCs) by proton transfer reaction-mass spectrometry[J]. *International Journal of Mass Spectrometry*, 2009, 282(1):45-49.
- [102] Bonneau A, Boulanger R, Lebrun M, et al. Impact of fruit texture on the release and perception of aroma compounds during, in vivo, consumption using fresh and processed mango fruits[J]. *Food Chemistry*, 2018, 239:806-815.
- [103] Song G, Qin T, Liu H, et al. Quantitative breath analysis of volatile organic compounds of lung cancer patients[J]. *Lung Cancer*, 2010, 67(2):227-231.
- [104] Rudnicka J, Kowalkowski T, Ligor T, et al. Determination of volatile organic compounds as biomarkers of lung cancer by SPME-GC-TOF/MS and chemometrics[J]. *Journal of Chromatography B Analytical Technologies in the Biomedical & Life Sciences*, 2011, 879(30):3360-3366.
- [105] Ligor M, Ligor T, Bajtarevic A, et al. Determination of volatile organic compounds in exhaled breath of patients with lung cancer using solid phase microextraction and gas chromatography mass spectrometry[J]. *Clinical Chemistry & Laboratory Medicine Cclm*, 2009, 47(5):550-560.
- [106] Gaspar E M, Lucena A F, Duro d C J, et al. Organic metabolites in exhaled human breath-a multivariate approach for identification of biomarkers in lung disorders[J]. *Journal of Chromatography A*, 2009, 1216(14):2749-2756.

- [107] Ezquerro S, Pons B, Tena M T. Direct quantitation of volatile organic compounds in packaging materials by headspace solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Journal of Chromatography A*, 2003, 985(1):247-257.
- [108] Zivel M, Kalinowski T, Krajmalnikbrown R, et al. Simultaneous Determination of Chlorinated Ethenes and Ethene in Groundwater Using Headspace Solid-Phase Microextraction with Gas Chromatography[J]. *Journal of Chromatographic Science*, 2014, 52(2):137-42.
- [109] Kim K H, Kim D. A combination of Tedlar bag sampling and solid-phase microextraction for the analysis of trimethylamine in air: Relationship between concentration level and sample size[J]. *Microchemical Journal*, 2009, 91(1):16-20.
- [110] Schwoebel H, Schubert R, Sklorz M, et al. Phase-resolved real-time breath analysis during exercise by means of smart processing of PTR-MS data[J]. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, 2011, 401(7):2079-2091.
- [111] Arthur C L, Pawliszyn J. Solid phase microextraction with thermal desorption using fused silica optical fibers[J]. *Analytical Chemistry*, 1990, 62(19):2145-2148.
- [112] 王绪卿, 吴永宁. 色谱在食品安全分析中的应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005:68-255.
- [113] Feron G, Ayed C, Qannari E M, et al. Understanding aroma release from model cheeses by a statistical multiblock approach on oral processing[J]. *Plos One*, 2014, 9(4):e93113.
- [114] Lubbers S, Guichard E. The effects of sugars and pectin on flavour release from a fruit pastille model system[J]. *Food Chemistry*, 2003, 81(2):269-273.
- [115] Poinot P, Arvisenet G, Ledauphin, Jérôme, et al. How can aroma-related cross-modal interactions be analysed? A review of current methodologies[J]. *Food Quality and Preference*, 2013, 28(1):304-316.
- [116] Jourden S, Masson M, Saint-Eve A, et al. Effect of Bread Crumb and Crust Structure on the in Vivo Release of Volatiles and the Dynamics of Aroma Perception[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2017, 65(16):3330-3340.
- [117] Guichard E, Repoux M, Qannari E M, et al. Model cheese aroma perception is explained not only by in vivo aroma release but also by salivary composition and oral processing parameters[J]. *Food & Function*, 2017, 8(2):615-628.
- [118] Ting V J L, Romano A, Silcock P, et al. Apple Flavor: Linking Sensory Perception to Volatile Release and Textural Properties[J]. *Journal of Sensory Studies*, 2015, 30(3):195-210.
- [119] Ting V J L, Romano A, Soukoulis C, et al. Investigating the in-vitro and in-vivo flavour release from 21 fresh-cut apples[J]. *Food Chemistry*, 2016, 212:543-551.
- [120] 梅红. 舍不下的红烧肉[J]. *食品与健康*, 2009, (5):18-19.
- [121] 纪有华, 王荣兰. 红烧肉风味形成途径探讨[J]. *美食研究*, 2006, 23(2):19-23.

- [122] 陈忠明. 华人基因中的红烧肉情结[J]. 中国食品, 2008, 517(21):26-27.
- [123] 刘登勇, 董丽, 谭阳, 等. 红烧肉感官描述词汇的建立[J]. 食品与发酵工业, 2015, 41(11):157-164.
- [124] 史笑娜, 黄峰, 张良, 等. 红烧肉加工过程中脂肪降解、氧化和挥发性风味物质的变化研究[J]. 现代食品科技, 2017, (03):263-271.
- [125] 曾画艳, 黄业传, 罗兰. 清炖与红烧猪肉挥发性风味成分的 GC-MS 比较[J]. 肉类工业, 2011, (10):36-40.
- [126] 王瑞花, 姜万舟, 汪倩, 等. 红烧猪肉工艺优化及其挥发性风味成分的分离与鉴定[J]. 中国食品学报, 2017, 17(5):208-216.
- [127] 邓亚军, 刘登勇, 郭晨, 等. 红烧肉咀嚼过程中咸味和鲜味的释放规律[J]. 食品科学, 2017, (18):87-93.
- [128] 邓亚军. 口腔加工对红烧肉口感品质的影响[D]. 渤海大学, 2017.
- [129] 张水华, 徐树来, 王永华. 食品感官分析与试验[M]. 化学工业出版社, 2006:35-38.
- [130] 全国食品工业标准化技术委员会. GB/T16291.1-2012 感官分析选拔、培训与管理评价员一般导则[S]. 北京: 中国标准出版社, 2012.
- [131] Muñoz-González C, Rodríguez-Bencomo J J, Moreno-Arribas M V, et al. Feasibility and application of a retronasal aroma-trapping device to study in vivo aroma release during the consumption of model wine-derived beverages[J]. Food Science & Nutrition, 2014, 2(4):361-370.
- [132] Chambers D H, Allison A A, Chambers E. Training effects on performance of descriptive panelists[J]. Journal of Sensory Studies, 2010, 19(6):486-499.
- [133] Labbe D, Rytz A, Hugi A. Training is a critical step to obtain reliable product profiles in a real food industry context[J]. Food Quality & Preference, 2004, 15(4):341-348.
- [134] 刘登勇, 谭阳, 盖圣美, 等. 猪五花肉红烧过程中脂肪和脂肪酸的变化规律[J]. 食品科学, 2015, 36(23):28-32.
- [135] Beauchamp J, Herbig J, Gutmann R, et al. On the use of Tedlar® bags for breath-gas sampling and analysis[J]. Journal of Breath Research, 2008, 2(4):046001.
- [136] 赵聪. 便携式电子鼻优化设计及其在呼吸和食品检测中的应用[D]. 浙江大学, 2013.
- [137] Haahr A M, Bardow A, Thomsen C E, et al. Release of peppermint flavour compounds from chewing gum: effect of oral functions[J]. Physiology & Behavior, 2004, 82(2):531-540.
- [138] Denker M, Parat-Wilhelms M, Drichelt G, et al. Investigation of the retronasal flavour release during the consumption of coffee with additions of milk constituents by ‘Oral Breath Sampling’[J]. Food Chemistry, 2006, 98(2):201-208.
- [139] Motoi L, Morgenstern M P, Hedderley D I, et al. Bolus Moisture Content of Solid Foods during Mastication[J]. Journal of Texture Studies, 2013, 44(6):468-479.
- [140] 全国食品工业标准化技术委员会. GB/T 5009.3-2016 食品中水分的测定[S]. 北京: 中国标准出版社,

2016.

- [141] 全国食品工业标准化技术委员会. GB/T 5009.6-2016 食品中粗脂肪的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [142] Floch J M L, Lees M P, Sloane-Stanley G R A. A simple method for the isolation and purification of total lipids from animal tissues[J]. *Journal of Biological Chemistry*, 1957, 226(1):497-509.
- [143] Association of Official Analytical Chemists. AOAC Official method 996.06 fat (total, saturated, and unsaturated) in foods[S]. Gaithersburg: AOAC International, 2001.
- [144] Indrasyi D, Man Y B C, Mustafa S, et al. Lard detection based on fatty acids profile using comprehensive gas chromatography hyphenated with time-of-flight mass spectrometry[J]. *Food Chemistry*, 2010, 122(4):1273-1277.
- [145] 王毅, 贺稚非, 陈红霞, 等. 不同部位伊拉兔肉脂肪酸组成的对比分析[J]. *食品科学*, 2014, 35(4):137-141.
- [146] Zambon C F, Basso D, Navaglia F, et al. Non-invasive diagnosis of *Helicobacter pylori* infection: simplified ¹³C-urea breath test, stool antigen testing, or DNA PCR in human feces in a clinical laboratory setting?[J]. *Clinical Biochemistry*, 2004, 37(4):261-267.
- [147] Po J M C, Kieser J A, Gallo L M, et al. Time-Frequency Analysis of Chewing Activity in the Natural Environment[J]. *Journal of dental research*, 2011, 90(10):1206-1210.
- [148] Gambareli F R, Serra M D, Pereira L J, et al. Influence of measurement technique, test food, teeth and muscle force interactions in masticatory performance[J]. *Journal of Texture Studies*, 2007, 38(1):2-20.
- [149] Lillford P J. The Importance of Food Microstructure in Fracture Physics and Texture Perception[J]. *Journal of Texture Studies*, 2011, 42(2):130-136.
- [150] Sazonov E, Schuckers S, Lopezmeyer P, et al. Non-invasive monitoring of chewing and swallowing for objective quantification of ingestive behavior[J]. *Physiological Measurement*, 2008, 29(5):525-541.
- [151] Arancibia C, Jublot L, Costell E, et al. Flavor release and sensory characteristics of o/w emulsions. Influence of composition, microstructure and rheological behavior[J]. *Food Research International*, 2011, 44(6):1632-1641.
- [152] Lavergne M D D, Derks J A M, Ketel E C, et al. Eating behaviour explains differences between individuals in dynamic texture perception of sausages[J]. *Food Quality & Preference*, 2015, 41(41):189-200.
- [153] Goto T, Nakamich A, Watanabe M, et al. Influence of food volume per mouthful on chewing and bolus properties[J]. *Physiology & Behavior*, 2015, 141:58-62.
- [154] Chabanet C, Tarrega A, Septier C, et al. Fat and salt contents affect the in-mouth temporal sodium release and saltiness perception of chicken sausages[J]. *Meat Science*, 2013, 94(2):253-261.
- [155] Panouillé M, Saint-Eve A, Loubens C D, et al. Understanding of the influence of composition, structure and

- p>texture on salty perception in model dairy products[J]. Food Hydrocolloids, 2011, 25(4):716-723.
- [156] Mandalari G, Grundy M M, Grassby T, et al. The effects of processing and mastication on almond lipid bioaccessibility using novel methods of in vitro digestion modelling and micro-structural analysis[J]. British Journal of Nutrition, 2014, 112(9):1521-1529.
- [157] Xie Jian-chun, Sun Bao-guo, Zheng Fu-ping, et al. Volatile flavor constituents in roasted pork of Mini-pig[J]. Food Chemistry, 2008, 109(3):506-514.
- [158] Chiappin S, Antonelli G, Gatti R, et al. Saliva specimen: a new laboratory tool for diagnostic and basic investigation[J]. Clinica Chimica Acta, 2007, 383(1):30-40.
- [159] 高先楚, 王锡昌, 顾赛麒, 等. 中华绒螯蟹性腺加热熟制前后挥发性成分和脂肪酸组成分析[J]. 现代食品科技, 2014, 30(9):265-274.
- [160] Yang Z, Rui L, Song H, et al. Effect of Different Cooking Methods on the Formation of Aroma Components and Heterocyclic Amines in Pork Loin[J]. Journal of Food Processing & Preservation, 2016, 41(3):1-8.
- [161] Trusell K A, Apple J K, Yancey J W S, et al. Compositional and instrumental firmness variations within fresh pork bellies[J]. Meat Science, 2011, 88(3):472-480.
- [162] Saladoye P O, Shand P J, Aalhus J L, et al. Review: pork belly quality, bacon properties and recent consumer trends[J]. Canadian Journal of Animal Science, 2015, 95(3):325-340.
- [163] Rodrigues S A, Young A K, James B J, et al. Structural changes within a biscuit bolus during mastication[J]. Journal of Texture Studies, 2013, 45(2):89-96.
- [164] Lavergne M D D, Tournier C, Bertrand D, et al. Dynamic texture perception, oral processing behaviour and bolus properties of emulsion-filled gels with and without contrasting mechanical properties[J]. Food Hydrocolloids, 2016, 52:648-660.
- [165] Alsanei W A, Chen J, Ding R, et al. Food oral breaking and the determining role of tongue muscle strength[J]. Food Research International, 2015, 67:331-337.
- [166] Szalai E S, Alvarez M M, Muzzio F J. Laminar Mixing: A Dynamical Systems Approach[M]// Handbook of Industrial Mixing: Science and Practice. 2004:89-143.
- [167] Devezeaux d L M, Van d V F, Stieger M. Bolus matters: the influence of food oral breakdown on dynamic texture perception[J]. Food & Function, 2016, 8(2):464-480.
- [168] Steeghs M M L, Cristescu S M, Harren F J M. The suitability of Tedlar bags for breath sampling in medical diagnostic research[J]. Physiological Measurement, 2007, 28(1):73-84.
- [169] Ingham K E, Linforth R S T, Taylor A J. The effect of eating on the rate of aroma release from mint-flavoured sweets[J]. LWT-Food Science and Technology, 1995, 28(1):105-110.
- [170] Kendall M G, Smith B B. The Problem of m Rankings[J]. The Annals of Mathematical Statistics, 1939,

10(3):275-287.

- [171] Frank D, Appelqvist I, Piyasiri U, et al. In Vitro Measurement of Volatile Release in Model Lipid Emulsions Using Proton Transfer Reaction Mass Spectrometry[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2012, 60(9):2264-2273.
- [172] 邹婷婷, 何天鹏, 宋焕禄, 等. 香气对饱腹感和味觉影响的研究进展[J]. 食品科学, 2017, (17):313-318.
- [173] Carpenter G. Role of Saliva in the Oral Processing of Food[M]// Food Oral Processing: Fundamentals of Eating and Sensory Perception, 2012:45-60.
- [174] Camacho S, Liu K, Linden A V D, et al. Formation, Clearance and Mouthfeel Perception of Oral Coatings Formed by Emulsion-Filled Gels[J]. Journal of Texture Studies, 2016, 46(6):399-410.
- [175] Voilley A, Souchon I, Voilley A, et al. Flavour retention and release from the food matrix: an overview [J]. Flavour in Food, 2006:117-132.
- [176] Ruth D S M V, Vries G D, Geary M, et al. Influence of composition and structure of oil-in-water emulsions on retention of aroma compounds[J]. Journal of the Science of Food & Agriculture, 2002, 82(9):1028-1035.

硕士期间发表论文情况

- [1] 刘登勇*, 曹振霞. 红烧肉口腔加工过程中的香气释放规律[J/OL]. 食品科学. 网络预出版.
<http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.TS.20190529.1710.032.html>
- [2] 王博, 曹振霞, 刘登勇*, 沙磊. 基于网络大数据研究不同区域消费者对红烧肉感官属性及其描述的差异性[J/OL]. 食品科学. 网络预出版.
<http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.TS.20181218.1211.010.html>

致谢

时光如白驹过隙，不知不觉间，为期三年的研究生生涯已经接近尾声。回首往昔，感慨良多。三年前，前路迷茫不知所向，懵懵懂懂踏进科研的门槛；三年后，经历蜕变，迅速成长，沉淀经历、沉淀心情、沉淀自己。值此学业即将完成之际，谨向在此期间对我的科研、学习和生活方面给予关心和帮助的老师 and 同学们致以最衷心的感谢和最美好的祝福！

衷心感谢我的恩师-刘登勇教授，感谢刘老师在这三年里的教导与栽培。刘老师渊博的学识、敏捷的思维、丰富的阅历、严谨的态度等都深深的感染着我，把我从对科研无知、迷茫的状态中引导出来，逐步学习以严谨但又开阔的思维去面对科研。感谢刘老师多次给予我参加大型学术交流会议以及有关自己专业知识培训课程的宝贵机会，令我开拓视野、受益良多。本论文从选题到最终完成，几易其稿，每一步都是在导师的细心指导和不懈支持下完成的，倾注了导师大量的心血，在此请允许我再次向我的导师刘登勇教授表示深切的谢意和崇高的敬意！

特别感谢励建荣教授为整个食品团队发展所付出的心血，以及渤海大学重大食品科技平台所提供的先进的实验设施和优秀的科研环境；还要特别感谢刘登勇老师为肉品团队进步所做出的努力，以及肉品科学研究所给予的实习机会及各种帮助。

感谢宋立老师、贾娜老师、李儒仁老师、郑多多老师、沙磊老师等肉品研究团队所有老师在实验方面的指点以及生活上的帮助，感谢马勇老师、王博老师、邹玉峰老师、戚军老师在科研方面的指导与建议，感谢盖圣美老师在生活上给予的支持与帮助，再次感谢所有老师的热忱指导和无私付出。在此，还要感谢同窗屈文娜、王道、张风雪、赵志南、孙迪、许帅强、张中会、肖雄，感谢你们的鼓励和陪伴，非常感恩一路与你们同行；感谢邓亚军、刘欢、吴金城等师兄师姐在科研上的指导与帮助；感谢王冠、游佳伟、陆逢贵、陈雨、崔晓莹、顾明月、张雪娇、孙嘉等师弟师妹在实验及生活中的帮助与关心，特别感谢王冠师弟在实验中给予的支持。谨在此献上我诚挚的祝福，愿你们平安健康，诸事顺遂。

父母之爱子，则为之计深远，我又重新定义了父母之爱的深重。感谢最亲爱的老爸老妈，感谢你们对愚钝的女儿的包容，仅愿你们能够健康平安。感谢我的弟弟，谢谢你在迷茫时给予的开解与鼓励，你们是我坚实的后盾。最后，感谢曾经哭过、笑过、挣扎过、努力过、失望过、遗憾过，但到如今更多的则是心怀感激的自己。人生有几步那就是需要跑的，特别是当你在年轻的时候。谨记。

曹振霞

2019年5月于锦州

附录

附录一 红烧肉口腔加工受试者筛选调查表

姓名：_____性别：_____出生年月：_____民族：_____

年级：_____学号：_____籍贯：_____

BMI：身高：_____m 体重：_____kg 常用手机号：_____

- 1) 是否对品尝红烧肉有兴趣? 是 () 否 ()
- 2) 是否有口腔、牙龈疾病 (如假牙、龋齿、口腔溃疡等)? 是 () 否 ()
- 3) 近 3 个月内是否有拔牙、补牙等行为? 是 () 否 ()
- 4) 是否有鼻腔疾病? 是 () 否 () 备注：_____
- 5) 是否抽烟? 是 () 否 ()
- 6) 是否经常感冒? 是 () 否 ()
- 7) 近期是否在服用药物? (包括抗氧化剂等) 是 () 否 ()
备注：_____
- 8) 平时是否喜欢用香水? 是 () 否 ()
- 9) 平时是否喜欢化妆, 最常用的化妆品有哪些? _____
- 10) 一般每天什么时候刷牙? _____习惯用什么口味的牙膏? _____
- 11) 对哪些食物/药物过敏? _____

本次实验所得数据均用于课题研究, 受试者个人信息不以任何形式出现在任何期刊杂志论文中, 在所有工作结束、数据录入完毕之后, 所有个人纸质信息皆会销毁。

受试者签名: _____

感谢您的参与!

附录二 受试者咀嚼实验知情同意书

您好，非常感谢参与此次实验！本实验的主要目的是红烧肉在口腔加工过程中的咀嚼参数的测定以及食团的收集。为了实验的进行，将需要记录受试者在红烧肉从入口到吞咽的咀嚼事件以及次数，后期还需要收集口腔加工过程中产生的食团。所以，此次实验需要您自由咀嚼红烧肉样品，自愿为我们提供红烧肉口腔加工的咀嚼参数以及食团样本。

1.咀嚼参数测定

为防止饥饿或食物消化影响受试者的咀嚼和吞咽能力，要求您在感官实验前 90 min内不进食。培训实验过程中，请自由咀嚼并吞咽红烧肉样品（ 5.0 ± 0.2 g，肥瘦比约为 4:6），并且自我记录咀嚼/吞咽时间（从入口到吞咽的时间， T_c ）和咀嚼次数，重复三次。

2.食团样本收集

分析实验要求您咀嚼但不吞咽食团，并在不同咀嚼阶段吐出主要食团，口腔残渣不收集；其间不清洗口腔，以防饮水和口腔内残留肉糜颗粒（可能导致唾液分泌量的增加）改变主要食团的质地结构进而影响后续实验结果。直至所有食团收集完毕后，才可以清洗口腔残渣。

每个样品的咀嚼时间不超过 2 min，每次实验不超过 90 min。

本次实验所得数据皆以平均值的形式出现，受试者个人信息不以任何形式出现在任何期刊杂志论文中。在所有工作结束、数据录入完毕之后，所有个人纸质信息皆会销毁。

若已浏览上述所有信息，并自愿参与本次实验，请填写个人真实信息，方便实验通知，再次感谢！

姓名：_____ 性别：_____ 年龄：_____

学号：_____ BMI：_____ kg/m^2

联系方式：_____

受试者签名：_____

附录三 呼气样本采集知情同意书

您好，很感谢参与此次实验！本实验的主要目标是针对红烧肉在口腔加工过程中的气味释放规律的应用研究。为了实验的进行，将需要采集受试者在红烧肉不同口腔加工阶段的呼出气体。所以，此次实验需要您成为呼气采集对象，自愿为我们提供红烧肉口腔加工过程中呼出的气体样本。

一、为排除饮食对呼出气体中挥发性成分的干扰，受试者须知：

- 1.受试者前一晚清淡饮食，且晚 8:00 之后至次日采样前禁止食用任何带有强烈性气味或辛辣的食物（例如大蒜、韭菜、洋葱、辣椒、酒、咖啡、浓茶等）；
- 2.受试者收集前 8 小时禁止使用香水或带香味的护肤、沐浴产品；
- 3.受试者采样前 30 min需静坐于采样室，并温水漱口三次，每次 100 mL，且统一采样时间于 8:00-9:30am，每次采样时间不超过 90 min。

二、呼气样本采集步骤如下：

- 1、所有受试者的呼吸气体均在同一环境下（通风室内）采集，以减少环境因素对实验的影响，采样前嘱受试者半小时清水漱口清洁口腔，并静坐于采样实验室 30 min以上；
- 2、深呼吸 3 次后，将红烧肉样品放入口中按阶段咀嚼，同时采用鼻夹夹鼻防止气体泄漏，打开Tedlar®采样袋阀门，通过与橡胶管和阀门相连的一次性呼吸装置向内吹气，收集呼出气体样本；
- 3、呼气完成后立即拧紧采样袋阀门防止泄漏；
- 4、如果采样袋在一次实验过程中未收集到足够的量，受试者清水漱口，休息 5-10 min后，继续重复 3、4 步骤直至采样袋中的气体量达到 80%及以上。
- 5、在此之前，收集受试者空腔气体作为对照；
- 6、采样时间通常在 8:00-9:30am，整个呼气采集过程不超过 90 min。

本次实验所得数据皆以平均值的形式出现，受试者个人信息不以任何形式出现在任何期刊杂志论文中，在所有工作结束、数据录入完毕之后，所有个人纸质信息皆会销毁。

若已看完上述所有信息，并愿意参与本次实验，请填写个人真实信息，方便实验通知，再次感谢！

姓名：_____ 性别：_____ 年龄：_____

学号：_____ BMI：_____ kg/m^2

联系方式：_____

受试者签名：_____

附录四

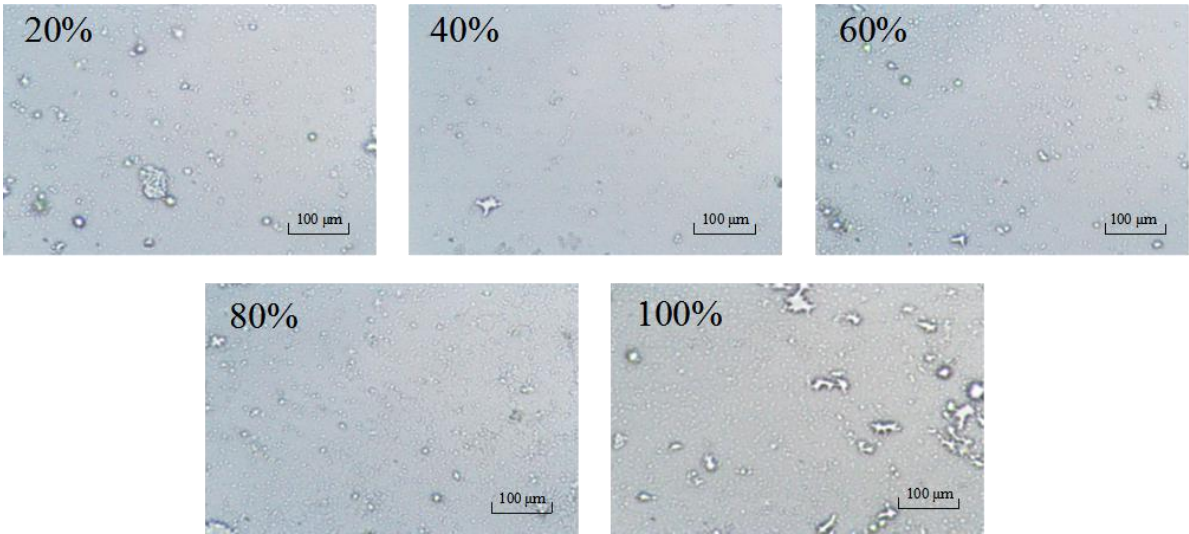


图 3-7 红烧肉口腔加工过程中肉汁-唾液混合物微观结构的变化

Figure 3-7 Microscope observation images of meat juice-saliva during oral processing

注：100%为吞咽点，下同。

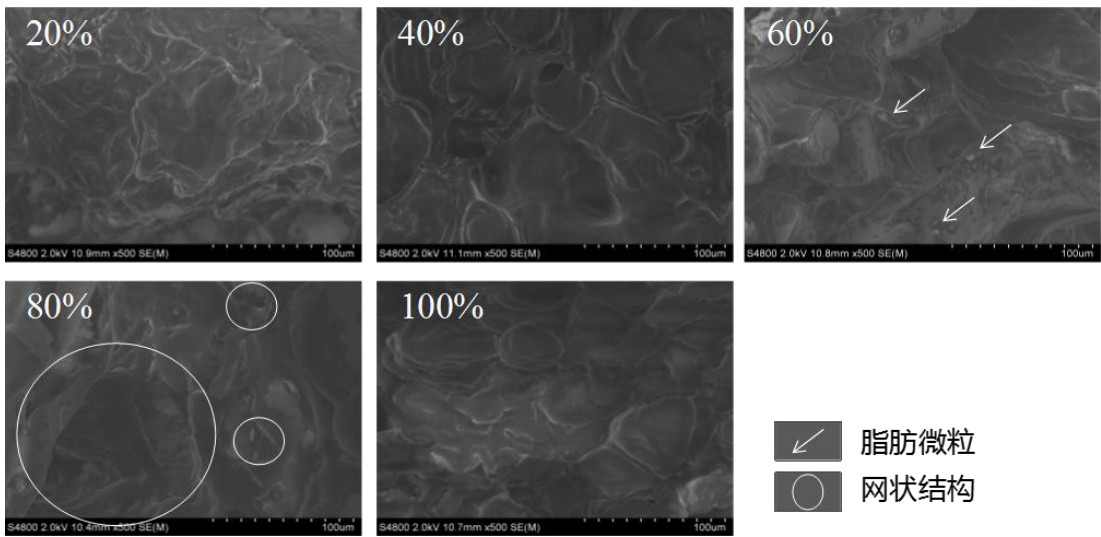


图 3-8 红烧肉口腔加工过程中食团微观结构的变化

Figure 3-8 FE-SEM images of food boluses during oral processing

附录五

附表 A 受试者 1 在红烧肉口腔加工过程中释放的挥发性化合物

Schedule A Volatile compounds released by Subject 1 during oral processing of Stewed Pork with Brown Sauce

RT/min	RI	鉴定方式	物质名称		相对含量 (%)							
			英文名称	中文名称	20%	40%	60%	80%	100%	120%	160%	200%
3.553	657	RI, MS	Benzene	苯	8.83±3.42	7.21±1.86	6.15±1.80	4.98±0.80	13.92±2.15	7.25±0.14	7.8±1.86	1.40±0.14
5.420	757	RI, MS	Toluene	甲苯	8.41±3.48	4.57±1.31	6.40±1.94	5.42±2.28	15.71±3.45	6.57±0.68	6.83±2.06	1.92±0.74
6.186	800	RI, MS	Hexanal	己醛	4.22±1.04	4.77±0.94	6.39±0.96	8.44±1.02	8.02±3.10	5.17±0.82	5.56±2.33	5.52±2.18
7.253	838	RI, MS	2,4-Dimethyl-1-heptene	2,4-二甲基-1-庚烯	3.34±0.19	2.28±0.81	1.19±0.32	1.44±0.63	3.18±1.32	0.76±0.13	—	—
7.442	844	RI, MS	Heptane, 3,3-dimethyl-	3,3-二甲基庚烷	—	1.07±0.30	1.09±0.38	—	—	—	0.94±0.45	—
7.842	862	RI, MS	Octane, 4-methyl-	4-甲基辛烷	1.15±0.41	1.15±0.20	—	—	—	—	—	—
10.008	940	RI, MS	α -Pinene	α -蒎烯	7.84±0.69	7.04±1.11	8.05±1.44	2.36±1.07	4.53±1.50	6.81±3.35	6.98±2.00	8.84±1.92
10.452	941	RI, MS	Camphene	莰烯	2.72±0.87	—	1.59±0.41	—	0.80±0.22	2.15±0.47	—	—
11.230	966	RI, MS	Sabinene	桉烯	2.12±0.69	2.27±0.63	—	—	—	3.43±1.28	—	—
11.341	964	RI, MS	β -Pinene	β -蒎烯	2.91±0.65	2.48±0.17	2.42±0.71	2.17±0.69	2.37±0.84	46.74±6.50	2.92±0.47	2.97±0.09
11.719	966	RI, MS	Heptane, 2,2,4,6,6-pentamethyl-	2,2,4,6,6-五甲基庚烷	—	0.87±0.30	1.12±0.25	—	—	1.71±0.83	0.60±0.26	—
11.819	996	RI, MS	Furan, 2-pentyl-	2-戊基呋喃	1.56±0.63	1.10±0.31	1.35±0.49	—	—	0.69±0.13	0.67±0.30	0.70±0.26
12.963	1025	RI, MS	Limonene	双戊烯, 柠檬烯	37.01±13.62	15.39±1.26	17.00±6.25	27.46±7.75	13.19±4.46	—	53.58±10.02	58.17±5.98
13.119	1015	RI, MS	Eucalyptol	桉叶油醇, 桉树脑	—	27.59±4.14	26.38±7.38	33.61±2.08	31.51±8.29	—	1.79±0.77	—
13.796	1037	RI, MS	Octane, 5-ethyl-2-methyl-	5-乙基-2-甲基辛烷	3.29±0.84	5.07±2.18	6.35±1.93	4.33±0.72	—	3.33±1.65	2.49±1.02	4.17±1.06
13.941	1068	RI, MS	Acetic acid, phenyl ester	乙酸苯酯	—	—	—	—	—	—	—	5.58±2.22
14.463	1072	RI, MS	5-Ethyl-1-nonene	5-乙基-1-壬烯	2.20±0.70	1.7±0.76	2.67±0.90	1.56±0.46	—	—	—	—
14.585	1092	RI, MS	1-Undecene	1-十一烯	1.40±0.20	—	1.51±0.18	—	—	—	—	—

口腔加工过程中红烧肉香气释放规律及其影响因素

15.152	1096	MS	Undecane	十一烷	2.36±1.14	1.32±0.41	1.32±0.47	—	—	2.40±0.58	—	—
15.285	1089	RI, MS	Nonanal	壬醛	2.51±1.09	2.17±0.71	1.84±0.42	1.58±0.38	—	1.75±0.31	2.07±0.84	1.62±0.24
17.818	1181	RI, MS	3-Pentanol, 3-(1,1-dimethylethyl)-2,2, 4,4-tetramethyl-	三-叔丁基甲醇	—	1.17±0.43	0.71±0.20	—	—	1.14±0.13	—	1.57±0.52
17.929	1191	MS	Dodecane	十二烷	—	—	—	—	—	0.95±0.28	—	0.62±0.28
18.374	1211	RI, MS	Acetic acid, octyl ester	醋酸辛酯	2.59±1.29	2.88±1.08	2.53±0.71	1.78±0.82	—	4.03±1.76	2.63±1.14	3.02±0.20
19.973	1275	RI, MS	Dodecane, 2,6,11-trimethyl-	2,6,11-三甲基十二烷	0.68±0.27	0.90±0.16	0.64±0.19	0.64±0.10	—	0.73±0.08	0.81±0.33	0.46±0.09
22.340	1364	RI, MS	2,5-Dimethylhexane-2,5-d ihydroperoxide	2,5-二甲基正己烷-2,5- 二甲羟基过氧化物	—	0.93±0.36	—	—	—	—	—	0.70±0.25
23.384	1394	MS	Tetradecane	十四烷	0.81±0.26	—	—	—	—	—	—	—
33.749	1896	MS	Nonadecane	十九烷	1.68±0.57	2.38±0.26	1.15±0.37	1.40±0.57	2.34±0.70	1.37±0.46	1.63±0.66	0.97±0.03
35.116	1996	MS	Eicosane	二十烷	2.36±0.66	3.69±0.37	2.17±0.08	2.82±1.30	4.42±1.75	3.00±0.59	2.69±0.71	1.76±0.65

注：100%代表吞咽点；MS 表示质谱鉴定；RI 为 HP-5MS 色谱柱上的保留指数，下同。

附表 B 受试者 2 在红烧肉口腔加工过程中释放的挥发性化合物

Schedule B Volatile compounds released by Subject 2 during oral processing of Stewed Pork with Brown Sauce

RT/min	RI	鉴定方式	物质名称		相对含量 (%)							
			英文名称	中文名称	20%	40%	60%	80%	100%	120%	160%	200%
3.553	657	RI, MS	Benzene	苯	6.27±1.35	2.39±0.78	3.88±1.13	—	3.46±1.58	1.75±0.41	2.98±0.51	1.27±0.38
3.942	698	RI, MS	Sulfide, allyl methyl	烯丙基甲基硫醚	—	—	—	—	—	—	6.37±2.20	3.33±1.52
5.253	767	RI, MS	Heptane, 4-methyl-	4-甲基庚烷	0.61±0.24	0.44±0.12	0.24±0.06	—	—	—	—	—
5.420	757	RI, MS	Toluene	甲苯	12.46±3.56	7.10±2.06	7.65±2.20	6.02±2.54	7.31±2.00	6.10±2.58	8.69±2.81	7.23±2.21
6.186	800	RI, MS	Hexanal	己醛	10.90±4.82	7.84±3.34	8.36±2.85	7.64±2.49	7.41±2.85	7.29±0.46	9.26±2.28	7.54±3.06
7.253	838	RI, MS	2,4-Dimethyl-1-heptene	2,4-二甲基-1-庚烯	8.22±3.03	6.91±1.78	5.41±1.86	5.23±1.70	4.83±2.27	2.42±0.61	1.27±0.48	0.69±0.25
7.842	862	RI, MS	Octane, 4-methyl-	4-甲基辛烷	0.69±0.27	1.06±0.16	0.80±0.25	0.85±0.14	0.70±0.14	—	0.62±0.28	—
8.053	870	RI, MS	p-Xylene	对二甲苯	—	1.16±0.45	0.91±0.14	1.01±0.46	—	1.38±0.27	—	—
10.008	940	RI, MS	α -Pinene	α -蒎烯	3.93±1.47	1.94±0.28	2.60±0.31	2.05±0.29	3.53±0.83	2.31±0.43	3.63±0.44	3.08±0.82
10.452	941	RI, MS	Camphene	茨烯	1.10±0.29	0.70±0.30	0.99±0.44	0.72±0.34	1.26±0.57	0.60±0.26	0.91±0.32	0.45±0.12
10.897	961	RI, MS	Benzaldehyde	苯甲醛	3.59±0.94	5.87±1.78	5.67±0.87	6.29±1.53	3.73±1.78	4.80±1.42	4.08±1.60	4.58±0.80
11.341	964	RI, MS	β -Pinene	β -蒎烯	2.14±0.21	1.83±0.08	2.03±0.13	2.04±0.32	3.10±0.30	2.06±0.32	2.51±0.32	2.04±0.22
11.719	966	RI, MS	Heptane, 2,2,4,6,6-pentamethyl-	2,2,4,6,6-五甲基庚烷	0.98±0.31	1.48±0.37	1.39±0.43	1.30±0.38	—	—	1.65±0.27	1.68±0.52
11.819	996	RI, MS	Furan, 2-pentyl-	2-戊基呋喃	—	1.49±0.40	1.32±0.39	1.17±0.23	—	1.73±0.37	—	—
12.963	1025	RI, MS	Limonene	双戊烯, 柠檬烯	3.52±0.33	5.23±1.58	5.21±1.29	3.84±0.81	2.44±0.70	4.82±0.54	7.28±1.33	7.57±2.40
13.119	1015	RI, MS	Eucalyptol	桉叶油醇, 桉树脑	20.94±5.27	24.62±4.52	20.75±2.06	25.05±7.02	25.17±4.54	25.7±5.93	26.04±2.64	19.87±0.95
13.796	1037	RI, MS	Octane, 5-ethyl-2-methyl-	5-乙基-2-甲基辛烷	3.18±0.55	3.38±0.98	2.70±0.80	3.80±0.26	3.77±0.88	1.54±0.44	4.54±0.38	3.39±1.41
13.819	1065	RI, MS	Decane, 2-methyl-	2-甲基癸烷	2.18±0.72	2.29±0.42	2.41±0.43	2.07±0.13	—	3.75±0.27	—	—
14.463	1072	RI, MS	5-Ethyl-1-nonene	5-乙基-1-壬烯	1.71±0.28	1.64±0.52	1.52±0.24	1.54±0.06	1.45±0.41	1.54±0.62	1.34±0.57	—
14.585	1092	RI, MS	1-Undecene	1-十一烯	2.01±0.63	1.48±0.37	1.71±0.75	2.37±0.60	2.45±0.37	2.39±0.79	1.80±0.56	—

口腔加工过程中红烧肉香气释放规律及其影响因素

15.152	1096	MS	Undecane	十一烷	0.97±0.11	1.36±0.31	0.87±0.26	1.40±0.47	1.14±0.09	1.10±0.22	0.89±0.27	0.68±0.20
15.263	1121	RI, MS	Decane, 2,4,6-trimethyl-	2,4,6-三甲基癸烷	0.93±0.36	0.78±0.29	—	0.67±0.18	—	—	—	—
16.485	1145	RI, MS	Camphor	2-萜酮, 樟脑	0.53±0.16	0.55±0.10	0.44±0.15	0.37±0.06	—	0.46±0.08	0.65±0.14	0.72±0.28
17.818	1181	RI, MS	3-Pentanol, 3-(1,1-dimethylethyl)-2,2, 4,4-tetramethyl-	三-叔丁基甲醇	2.42±1.02	3.25±1.21	5.19±2.23	5.71±2.63	6.04±2.19	4.51±1.25	3.08±1.46	8.93±3.87
17.929	1191	MS	Dodecane	十二烷	—	—	—	—	—	0.85±0.07	—	—
18.34	1181	RI, MS	3-Decanol	3-癸醇	1.27±0.57	0.83±0.20	0.98±0.46	0.84±0.36	1.10±0.30	1.47±0.73	0.83±0.15	1.77±0.71
20.184	1277	RI, MS	1-Octanol, 2-butyl-	2-丁基-1-辛醇	0.69±0.29	0.55±0.05	0.42±0.10	0.49±0.08	0.44±0.09	0.64±0.14	0.66±0.11	0.50±0.13
22.340	1364	RI, MS	2,5-Dimethylhexane-2,5-di- hydroperoxide	2,5-二甲基正己烷-2,5- 二甲羟基过氧化物	7.96±2.98	12.92±4.04	15.72±6.73	16.63±6.71	19.39±5.29	19.76±3.55	9.70±2.15	23.51±5.61
35.116	1996	MS	Eicosane	二十烷	0.81±0.37	0.91±0.36	0.82±0.13	0.89±0.15	1.29±0.31	1.03±0.24	1.23±0.14	1.16±0.35

附表 C 受试者 3 在红烧肉口腔加工过程中释放的挥发性化合物

Schedule C Volatile compounds released by Subject 3 during oral processing of Stewed Pork with Brown Sauce

RT/min	RI	鉴定方式	物质名称		相对含量 (%)							
			英文名称	中文名称	20%	40%	60%	80%	100%	120%	160%	200%
3.553	657	RI, MS	Benzene	苯	—	—	—	2.94±0.30	—	—	—	—
5.253	767	RI, MS	Heptane, 4-methyl-	4-甲基庚烷	—	—	—	0.41±0.03	—	—	—	—
5.420	757	RI, MS	Toluene	甲苯	2.01±0.89	2.72±0.34	6.29±2.93	2.88±0.62	4.70±0.72	3.61±1.01	6.44±3.09	3.89±1.46
6.186	800	RI, MS	Hexanal	己醛	7.03±0.63	6.99±3.66	8.68±3.51	8.22±2.68	14.26±0.92	2.37±1.12	2.97±0.65	2.28±0.75
7.253	838	RI, MS	2,4-Dimethyl-1-heptene	2,4-二甲基-1-庚烯	3.23±0.70	4.17±1.57	3.90±1.27	4.76±1.97	6.46±0.51	—	—	—
7.842	862	RI, MS	Octane, 4-methyl-	4-甲基辛烷	—	0.82±0.20	—	0.89±0.28	—	—	—	—
10.008	940	RI, MS	α -Pinene	α -蒎烯	4.95±1.10	3.66±1.76	6.40±2.64	3.41±0.59	7.60±2.60	8.17±3.68	12.16±4.06	7.96±2.83
10.452	941	RI, MS	Camphene	莰烯	—	1.01±0.47	1.67±0.14	1.00±0.23	2.45±0.52	—	—	—
10.897	961	RI, MS	Benzaldehyde	苯甲醛	—	1.61±0.19	2.68±1.02	2.16±0.24	5.40±2.11	—	—	—
11.341	964	RI, MS	β -Pinene	β -蒎烯	3.96±1.91	3.08±0.87	3.06±0.75	2.75±0.92	4.91±1.34	5.62±0.35	9.33±2.63	7.26±2.00
11.719	966	RI, MS	Heptane, 2,2,4,6,6-pentamethyl-	2,2,4,6,6-五甲基庚烷	—	1.60±0.39	—	—	—	—	—	—
11.819	996	RI, MS	Furan, 2-pentyl-	2-戊基呋喃	—	—	—	1.51±0.60	—	—	—	—
12.963	1025	RI, MS	Limonene	双戊烯, 柠檬烯	10.88±2.58	11.11±4.07	13.58±0.96	12.82±0.71	6.23±2.62	21.16±4.01	18.27±3.92	23.17±6.82
13.119	1015	RI, MS	Eucalyptol	桉叶油醇, 桉树脑	50.79±2.31	42.24±4.85	42.90±9.04	36.38±3.68	38.44±8.53	45.42±8.15	38.47±8.45	41.99±9.52
13.796	1037	RI, MS	Octane, 5-ethyl-2-methyl-	5-乙基-2-甲基辛烷	6.09±0.99	4.97±2.22	4.12±0.37	4.75±1.95	2.60±1.18	—	—	—
13.941	1068	RI, MS	Acetic acid, phenyl ester	乙酸苯酯, 醋酸苯酯	1.85±0.42	—	—	—	1.22±0.50	—	—	—

口腔加工过程中红烧肉香气释放规律及其影响因素

14.441	1017	RI, MS	1-Decene, 8-methyl-	8-甲基-1-癸烯	—	2.45±0.16	—	2.75±1.21	—	—	—	—
14.463	1072	RI, MS	5-Ethyl-1-nonene	5-乙基-1-壬烯	—	2.74±0.41	0.85±0.18	2.49±0.70	—	—	—	—
15.085	1119	RI, MS	2,6-Dimethyldecane	2,6-二甲基癸烷	—	—	—	1.31±0.23	—	—	—	—
15.152	1096	MS	Undecane	十一烷	—	1.31±0.12	—	—	—	—	—	—
15.285	1089	RI, MS	Nonanal	壬醛	—	—	—	0.99±0.30	—	—	—	—
17.818	1181	RI, MS	3-Pentanol, 3-(1,1-dimethylethyl)- -2,2,4,4-tetramethyl-	三-叔丁基甲醇	—	1.15±0.34	—	0.50±0.01	—	1.61±0.63	—	2.06±0.14
19.973	1275	RI, MS	Dodecane, 2,6,11-trimethyl-	2,6,11-三甲基十二烷	—	0.78±0.17	—	0.69±0.16	—	—	—	—
22.340	1364	RI, MS	2,5-Dimethylhexane- 2,5-dihydroperoxide	2,5-二甲基正己烷 -2,5-二甲羟基过氧化物	3.41±0.30	5.11±2.03	1.79±0.18	3.09±0.84	2.53±0.89	7.67±3.05	4.21±1.89	6.38±2.28
33.749	1896	MS	Nonadecane	十九烷	1.51±0.42	—	—	0.93±0.03	—	—	—	—
35.116	1996	MS	Eicosane	二十烷	4.29±0.81	2.45±0.13	4.06±1.08	2.32±0.15	3.21±1.34	4.38±1.20	8.14±2.37	5.01±0.61

附表 D 受试者 4 在红烧肉口腔加工过程中释放的挥发性化合物

Schedule D Volatile compounds released by Subject 4 during oral processing of Stewed Pork with Brown Sauce

RT/min	RI	鉴定方式	物质名称		相对含量 (%)							
			英文名称	中文名称	20%	40%	60%	80%	100%	120%	160%	200%
3.553	657	RI, MS	Benzene	苯	2.65±0.20	1.45±0.43	1.74±0.26	2.17±0.65	3.64±1.33	2.34±0.63	3.92±1.78	1.29±0.30
3.942	698	RI, MS	Sulfide, allyl methyl	烯丙基甲基硫醚	—	2.06±0.60	1.98±0.93	2.34±1.00	2.44±0.43	—	3.78±1.75	2.51±0.38
4.431	690	RI, MS	Propanoic acid	丙酸	11.45±1.31	11.36±2.90	12.50±0.63	—	—	—	—	—
5.253	767	RI, MS	Heptane, 4-methyl-	4-甲基庚烷	0.49±0.18	0.45±0.19	—	—	—	—	—	—
5.420	757	RI, MS	Toluene	甲苯	7.83±2.43	2.23±0.60	4.36±1.14	3.53±0.47	5.83±0.77	2.61±1.08	3.63±0.61	4.33±0.96
6.186	800	RI, MS	Hexanal	己醛	14.79±0.44	4.56±1.51	11.41±5.57	6.20±0.71	7.39±2.48	3.06±0.35	5.45±1.84	4.99±1.23
7.253	838	RI, MS	2,4-Dimethyl-1-heptene	2,4-二甲基-1-庚烯	5.23±1.27	3.52±1.07	2.61±1.01	3.92±1.17	1.31±0.16	—	—	—
7.842	862	RI, MS	Octane, 4-methyl-	4-甲基辛烷	0.76±0.11	0.62±0.21	0.40±0.12	0.59±0.17	—	—	—	—
8.053	870	RI, MS	p-Xylene	对二甲苯	0.61±0.03	—	0.79±0.27	1.24±0.17	—	—	1.59±0.34	1.40±0.42
10.008	940	RI, MS	α -Pinene	α -蒎烯	5.76±1.94	5.87±1.40	8.75±3.09	9.88±1.27	8.61±3.43	7.56±3.70	9.95±4.33	7.59±3.35
10.452	941	RI, MS	Camphene	蒎烯	0.42±0.11	0.50±0.19	—	0.60±0.07	0.75±0.23	—	—	—
10.897	961	RI, MS	Benzaldehyde	苯甲醛	1.70±0.82	3.06±1.49	2.23±0.10	2.24±0.66	1.66±0.35	1.20±0.20	—	1.63±0.45
11.341	964	RI, MS	β -Pinene	β -蒎烯	1.57±0.44	1.88±0.60	1.79±0.34	2.59±0.36	2.29±0.25	1.73±0.50	2.04±0.33	2.10±0.97
11.819	996	RI, MS	Furan, 2-pentyl-	2-戊基呋喃	1.04±0.23	1.76±0.80	—	1.74±0.39	—	—	—	1.56±0.49
12.641	1022	RI, MS	Nonane, 2,6-dimethyl-	2,6-二甲基壬烷	—	—	—	—	5.46±0.45	—	—	—
12.963	1025	RI, MS	Limonene	双戊烯, 柠檬烯	3.88±1.91	10.52±4.03	—	—	9.27±0.66	7.29±2.47	7.03±2.55	6.62±2.80
13.119	1015	RI, MS	Eucalyptol	桉叶油醇, 桉树脑	10.87±1.26	19.86±1.19	17.83±1.62	24.10±3.87	21.39±9.20	22.06±6.57	22.01±5.75	28.31±5.44
13.796	1037	RI, MS	Octane, 5-ethyl-2-methyl-	5-乙基-2-甲基辛烷	2.92±0.78	3.24±0.27	3.38±0.37	4.49±0.51	2.86±0.77	4.64±1.59	5.10±0.29	4.66±1.50
13.819	1065	RI, MS	Decane, 2-methyl-	2-甲基癸烷	2.25±0.18	—	1.71±0.33	—	—	—	—	—

口腔加工过程中红烧肉香气释放规律及其影响因素

14.463	1072	RI, MS	5-Ethyl-1-nonene	5-乙基-1-壬烯	1.94±0.68	1.87±0.75	1.74±0.71	2.56±0.64	1.24±0.54	2.88±1.34	—	—
14.585	1092	RI, MS	1-Undecene	1-十一烯	1.99±0.76	1.92±0.53	2.16±0.97	1.42±0.56	1.20±0.41	—	—	—
14.852	1071	RI, MS	Decane, 3-methyl-	3-甲基癸烷	0.72±0.31	1.07±0.48	—	—	—	—	—	—
15.085	1119	RI, MS	2,6-Dimethyldecane	2,6-二甲基癸烷	1.76±0.58	1.04±0.16	1.12±0.26	2.38±0.64	1.40±0.44	1.26±0.38	2.18±0.22	1.09±0.24
15.152	1096	MS	Undecane	十一烷	1.78±0.47	—	0.99±0.14	2.22±0.83	—	—	—	—
15.263	1121	RI, MS	Decane, 2,4,6-trimethyl-	2,4,6-三甲基癸烷	1.02±0.08	—	—	—	1.52±0.63	1.33±0.63	2.67±0.19	1.29±0.59
15.285	1089	RI, MS	Nonanal	壬醛	—	0.79±0.10	—	—	—	—	—	—
17.818	1181	RI, MS	3-Pentanol, 3-(1,1-dimethylethyl)- 2,2,4,4-tetramethyl-	三-叔丁基甲醇	1.91±0.10	3.35±1.51	3.23±0.66	3.10±0.54	3.10±0.83	5.31±1.57	4.05±1.22	4.77±0.48
17.929	1191	MS	Dodecane	十二烷	0.67±0.05	0.55±0.21	—	—	—	—	—	—
18.34	1181	RI, MS	3-Decanol	3-癸醇	0.68±0.10	0.62±0.26	1.02±0.12	0.84±0.24	0.94±0.30	1.38±0.35	1.42±0.33	1.28±0.35
19.973	1275	RI, MS	Dodecane, 2,6,11-trimethyl-	2,6,11-三甲基十二烷	0.65±0.24	0.76±0.15	0.75±0.10	1.20±0.39	0.62±0.19	1.23±0.47	1.31±0.25	0.73±0.12
20.184	1277	RI, MS	1-Octanol, 2-butyl-	2-丁基-1-辛醇	0.40±0.04	—	—	—	—	—	—	—
21.107	1293	RI, MS	1-Tridecene	1-十三烯	0.27±0.03	—	—	—	—	—	—	—
22.340	1364	RI, MS	2,5-Dimethylhexane- 2,5-dihydroperoxide	2,5-二甲基正己烷 2,5-二甲羟基过氧化 化物	11.23±0.40	14.55±2.69	16.16±5.70	19.4±7.13	16.00±5.99	32.41±6.84	22.08±5.99	22.53±4.10
35.116	1996	MS	Eicosane	二十烷	0.77±0.10	0.58±0.10	1.35±0.41	1.23±0.52	1.08±0.26	1.71±0.18	1.80±0.53	1.34±0.33

关于学位论文使用授权的说明

学位论文作者完全了解渤海大学有关保留、使用学位论文的规定，即：研究生在校攻读学位期间进行论文工作的知识产权单位属于渤海大学。渤海大学有权保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和磁盘，允许学位论文被查阅和借阅。本文作者授权渤海大学可以公布学位论文的全部或部分内容，可以将学位论文的全部或部分内容编入有关数据库并进行检索，可以采用影印、缩印、扫描或其它复制手段保存、汇编学位论文(保密的学位论文在解密后遵守此规定)。

本论文属 保密 ☐，在_____年解密后适用本授权书。

于 不保密 ☒，适用本授权书。

(请在 ☐ 内打“√”)

论文作者签名: 曹振霞

指导教师签名: 刘刚

日期: 2019年06月22日

日期: 2019年6月22日