

Arrow-SPME-GC-MS 结合化学计量法比较焙烤和微波核桃油中气味化合物的差异

许晓雪

(濮阳医学高等专科学校, 河南 濮阳 457000)

摘要: [目的] 比较焙烤和微波条件对核桃油中气味化合物的影响。[方法] 采用气相色谱—质谱分析(GC-MS)对焙烤核桃油(140℃焙烤 15, 30 min; 160℃焙烤 15, 30 min)和微波核桃油(700 W 处理 1, 3, 5, 7 min)中气味化合物进行鉴定。[结果] 共鉴定出 74 种气味化合物, 且随着焙烤温度的增高以及微波时间的延长, 气味化合物的质量分数逐渐增加。醛类和杂环类是核桃油中最主要的气味化合物。焙烤核桃油(160℃烘焙 30 min)和微波核桃油(700 W 处理 7 min)中的关键气味化合物为 3-甲基丁醛、戊醛、苯乙醛、2, 3-丁二酮、2, 3-戊二酮、2-戊基呋喃和 2-乙基-6-甲基吡嗪。焙烤核桃油(160℃烘焙 15~30 min)和微波核桃油(720 W 处理 7 min)的焙烤气味最强; 其次是焙烤核桃油(140℃烘焙 30 min)和微波核桃油(720 W 处理 3~5 min); 而焙烤核桃油(140℃烘焙 15 min)和微波核桃油(720 W 处理 1 min)的焙烤气味最弱。[结论] 焙烤通过高温长时间加热(160℃焙烤 30 min)更有利于杂环类化合物的生成, 而微波处理在较短时间内(7 min)即可达到与高温焙烤相当的风味强度, 均可有效提升核桃油的风味强度。

关键词: 核桃油; 焙烤温度; 焙烤时间; 微波时间; 气味化合物; 固相微萃取

Differences in odor compounds between roasted and microwaved walnut oils compared by Arrow-SPME-GC-MS combined with stoichiometry method

XU Xiaoxue

(Puyang Medical College, Puyang, Henan 457000, China)

Abstract: [Objective] To compare the effects of roasting and microwave conditions on odor compounds in walnut oil. [Methods] Identification of odor compounds in roasted walnut oil (140℃ roasting for 15 and 30 min; 160℃ roasting for 15 and 30 min) and microwaved walnut oil (700 W for 1, 3, 5, and 7 min) is performed by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). [Results] A total of 74 odor compounds are identified, and the mass fraction of odor compounds gradually rises with increasing roasting temperature and microwave time. Aldehydes and heterocycles are the most dominant odor compounds in walnut oil. The 3-methyl butanal, pentanal, phenylacetaldehyde, 2, 3-butanedione, 2, 3-pentanedione, 2-pentylfuran, and 2-ethyl-6-methylpyrazine are determined to be the key odor compounds in roasted walnut oil (160℃ roasting for 30 min) and microwaved walnut oil (700 W for 7 min). The roasted walnut oil (160℃ roasting for 15~30 min) and microwave walnut oil (720 W for 7 min) have the strongest odor, followed by roasted walnut oil (140℃ roasting for 30 min) and microwave walnut oil (720 W for 3~5 min); While roasted walnut oil (140℃ roasting for 15 min) and microwave walnut oil (720 W for 1 min) have the weakest odor. [Conclusion] Roasting at high temperature for a long time (160℃ roasting for 30 min) promotes the formation of heterocyclic compounds more effectively, while microwave treatment can achieve a comparable flavor intensity

基金项目: 河南省高等学校重点科研项目(编号: 23B350006)

通信作者: 许晓雪(1991—), 女, 濮阳医学高等专科学校讲师, 硕士。E-mail: xuxiaoxue2233@163.com

收稿日期: 2024-09-05 改回日期: 2025-03-11

引用格式: 许晓雪. Arrow-SPME-GC-MS 结合化学计量法比较焙烤和微波核桃油中气味化合物的差异[J]. 食品与机械, 2025, 41(4): 27-36.

Citation: XU Xiaoxue. Differences in odor compounds between roasted and microwaved walnut oils compared by Arrow-SPME-GC-MS combined with stoichiometry method[J]. Food & Machinery, 2025, 41(4): 27-36.

in a shorter time (7 min). Both methods are effective in enhancing the odor intensity of walnut oil.

Keywords: walnut oil; roasting temperature; roasting time; microwave time; odor compounds; solid phase microextraction

核桃(*Juglans regia* L.)为胡桃科胡桃属植物,是世界四大干果之一^[1]。2024 年,以油茶、核桃、油橄榄等为主的木本油料林的种植面积达到 $1.2 \times 10^7 \text{ hm}^2$,油料产量达到 968 万 t。核桃仁作为核桃的主要食用部分,富含多不饱和脂肪酸、维生素 E、植物甾醇、角鲨烯、褪黑素等多种营养成分^[2-4],具有抗炎、抗氧化、抗肿瘤、降血糖、降血脂和免疫调节等作用^[1]。营养和风味为判断核桃油品质的重要指标^[2-3,5]。研究^[1,6-10]发现,核桃油中风味物质主要由醛类、醇类、酸类、酮类、杂环类、酯类等组成。此外,不同榨油条件下制备的核桃油中气味化合物的组成以及气味属性也会有所不同,比如“焙烤—压榨”核桃油具有明显的“油脂”和“烤香”气味特征、“微波—压榨”核桃油也具有“烤香”气味特征^[1]。

目前,国内外有关核桃油中气味化合物的富集方法主要有固相微萃取(SPME)法^[11-13]、溶剂辅助风味蒸发(SAFE)法^[14]和整体材料吸附萃取(MMSE)^[15]。Hao 等^[16]采用 SPME 联合气相色谱—质谱(GC-MS)分析冷榨、热风干燥(100 °C/8 h)、焙烤核桃油(180 °C/10 min)中气味化合物,共检出 14 种醛类、7 种醇类、1 种酸类、5 种吡嗪类、5 种酯类、3 种呋喃、4 种烯类、5 种酮类和 6 种其他化合物。贾潇等^[14]采用 SAFE-GC-MS 分析核桃油中气味化合物,发现核桃油的关键风味成分包括(*E,E*)-2,4-庚二烯醛、苯甲醛、癸酸、辛酸、壬酸、2-乙基-5-甲基吡嗪和 2-戊基呋喃。Xu 等^[15]采用 MMSE-GC-MS 分析从核桃油中提取出 77 种挥发性化合物,包括 26 种醛类、19 种醇类、5 种酸类、10 种酮类、3 种酯类、8 种杂环类化合物、2 种芳香族类和 4 种其他类。通常情况下,SPME 是常用来富集植物油中气味化合物的方法,具有操作简便,无需使用有机试剂,集采样、萃取、浓缩和进样于一体等优点。目前,一种新的提取方法 Arrow-SPME 较传统 SPME 具有更大的吸附面积、更高的灵敏度以及更长的寿命。Zhang 等^[17]采用 Arrow-SPME 分析热榨菜籽油中气味化合物的组成,发现 Arrow-SPME 比 SPME 能萃取到更多的气味化合物,且 Arrow-SPME 在线性、回收率和重现性方面表现最佳。

研究拟采用 Arrow-SPME 结合 GC-MS 分析焙烤条件(140 °C 焙烤 15, 30 min; 160 °C 焙烤 15, 30 min)和微波条件(700 W 微波 1, 3, 5, 7 min)对核桃油中气味化合物的影响,并进一步基于气味活度值筛选核桃油中的关键气味化合物,为核桃油中气味标志物的筛选和进一步开发浓香核桃油产品提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

核桃仁:市售;

乙醇:色谱纯,德国默克公司;

正构烷烃($\text{C}_7 \sim \text{C}_{30}$)、2-甲基-3-庚酮(99%):美国 Sigma 公司;

己醛(98%)、2-甲基-1-丁醇(98%)、丁酸(99%)、庚酸(99%)、2,5-二甲基吡嗪(98%):阿拉丁试剂(上海)有限公司;

3-甲基-1-丁醇(99.5%)、苯甲醛(99.5%)、糠醛(99.9%)、1-戊烯-3-醇(97%)、(*E*)-2-己烯醛(98%)、己酸(99.5%)、2-甲基丁酸(99%)、辛酸(99.5%):上海麦克林生化科技股份有限公司;

苯乙烯(97%)、1-己醇(99.5%)、壬醛(95%)、*D*-柠檬烯(99%)、1-辛烯-3-醇(98%)、2-戊基呋喃(98%)、2-甲基吡嗪(98%)、2-乙基吡嗪(99.5%)、3-甲基丁酸(99%)、戊酸(98%)、2,3,5-三甲基吡嗪(98%):梯希爱(上海)化成工业发展有限公司;

DB-WAX 毛细管柱(30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μm)、HP-5 毛细管柱(30 m $\times$ 0.25 mm, 0.25 μm):美国安捷伦公司;

Arrow-SPME: DVB/Carbon WR/PDMS, 120 $\mu\text{m} \times 20 \text{ mm}$, 美国安捷伦公司。

1.2 仪器与设备

炒籽机:AY-336 型,宁波柏腾工贸有限公司;

微波炉:MARS-X 型,美国 CEM 公司;

榨油机:CA59G 型,德国 Komet 公司;

气相色谱质谱联用仪:8890-5977C 型,美国安捷伦公司。

1.3 试验方法

1.3.1 核桃油的制备 准确称取 24 份 400 g 核桃仁,其中 12 份分别于炒籽机中进行烘焙处理(140 °C 烘焙 15 min, 140 °C 烘焙 30 min, 160 °C 烘焙 15 min, 160 °C 烘焙 30 min),其余 12 份于微波炉中进行微波处理(720 W 处理 1, 3, 5, 7 min)。采用小型榨油机榨油,3 000 r/min 离心 30 min,取上层油样备用,分别获得焙烤核桃油和微波核桃油。

1.3.2 Arrow-SPME 萃取核桃油中气味化合物 参照 Zhang 等^[17]的方法并修改,准确称取 5 g 核桃油样品至 20 mL 气相样品瓶中,加入 10 μL 2-甲基-3-庚酮(0.816 $\mu\text{g}/\mu\text{L}$),用聚四氟乙烯隔垫密封,通过自动进样器将样品转移到密闭的容器中,在 50 °C 加热平衡 20 min,顶空插入 Arrow-

SPME 吸附 30 min, 进行 GC-MS 分析。气相色谱进样口温度为 250 °C、解析时间为 5 min、不分流。每个样品重复 3 次。

1.3.3 GC-MS 分析核桃油中气味化合物

(1) 气相色谱条件: 采用双柱对气味化合物进行分析。极性色谱 DB-WAX 毛细管柱升温程序: 40 °C 保持 2 min, 以 5 °C/min 升温到 250 °C, 保持 2 min。非极性色谱 HP-5 毛细管柱升温程序: 40 °C 保持 2 min, 以 5 °C/min 升温到 250 °C, 保持 2 min。柱箱采用载气为氦气(纯度 99.999%), 流速 1.5 mL/min。

(2) 质谱条件: 电子轰击源(EI), 电离能 70 eV; 离子源温度 260 °C, MS 传输线温度 250 °C, 四极杆温度 150 °C, 采集质量范围 40~500 m/z , 溶剂延迟 3.5 min。

1.3.4 气味化合物的定性 将气味化合物对应的标准品和正构烷烃分别进行测试。在配备 NIST 20 数据库的 MassHunter10.0 软件中分析每个化合物的质谱图进行检索、结合保留指数(RI)、标准品(S)等。

1.3.5 气味化合物质量分数计算 以 2-甲基-3-庚酮为参考^[15], 采用半定量按式(1)计算气味化合物质量分数。

$$m = \frac{A_i}{A_{is}} \times m_{is}, \quad (1)$$

式中:

A_i, A_{is} ——样品中气味化合物和内标的峰面积;

m, m_{is} ——样品中气味化合物和添加内标的质量分数, mg/kg。

1.3.6 气味化合物的气味活度值(OAV)计算 根据气味化合物含量与阈值的比值获得 OAV, 其中, 气味化合物在植物油中的阈值参照文献[15, 18—19]。

1.3.7 数据统计与分析 采用 SPSS22.0 软件进行方差分析, 采用 Origin2021、Simca14.1 和 TBtools 软件绘图。

2 结果与分析

2.1 对核桃油中气味化合物种类和含量的影响

由表 1 可知, 焙烤和微波核桃油中共检出 74 种气味化合物, 包括 17 种醛类、9 种酮类、12 种醇类、7 种酸类、7 种酯类、18 种杂环类和 4 种其他类。由图 1 可知, 不同焙烤和微波核桃油中气味化合物的组成及含量存在明显差异, 醛类和杂环类化合物是核桃油中最主要的气味化合物; 其次是醇类、酮类、酸类、酯类和其他类。烘烤核桃油(160 °C 烘焙 30 min)和微波核桃油(720 W 处理 7 min)中, 醛类和杂环类化合物含量显著增加, 这是由于核桃仁经过高温烘焙或者微波加热后, 更容易发生 Maillard 反应、Strecker 降解和多不饱和脂肪酸氧化降解^[1]。说明通过长时间的焙烤和微波处理能够加速醛类和杂环类的形成, 使核桃油更具“坚果”和“烤香”气味。此外, 短时间

(140 °C 烘焙 15 min 或 720 W 处理 1 min)处理的核桃油中 α -萜烯、3-萜烯、D-柠檬烯含量明显高于其他核桃油, 说明适当加工的核桃油保留了“果香”气味。

焙烤核桃油中, 160 °C 烘焙 30 min 的核桃油中(E)-2-丁烯醛、糠醛、5-甲基-2-糠醛、苯甲醛和苯乙醛含量明显高于 140 °C 烘焙 30 min 的。Zhang 等^[20]研究表明, 当焙烤温度升高到 160 °C 时, 氨基酸会发生氧化降解生成醛类、醇类和酸类, 从而增强核桃油的整体风味强度; 与焦糖和甜香气味相关的苯甲醛和苯乙醛通常是由苯丙氨酸通过 Strecker 降解反应形成的。与烤面包和烤杏仁气味相关的糠醛和 5-甲基-2-糠醛是由 Maillard 反应产生的^[8, 21]。

微波核桃油中, 随着微波时间(1~7 min)的延长, 3-甲基丁醛、(E)-2-丁烯醛、戊醛、己醛、(E)-2-庚烯醛、糠醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛、苯甲醛、苯乙醛和 5-甲基-2-糠醛含量逐渐增加, 与 Jia 等^[22]的研究结果相似。Xi 等^[23]发现己醛和苯甲醛为核桃油中主要的醛类化合物。

烘焙和微波预处理轻微增加了核桃油中酮类和醇类物质含量, 具有奶油和黄油气味的 2,3-丁二酮、2,3-戊二酮、2(5H)-呋喃酮是焙烤核桃油和微波核桃油中主要的酮类化合物。酮类通常是由脂质的热氧化降解和 Maillard 反应产生的, 为核桃油整体香气提供了坚果和黄油的气味^[15]。而 3-戊烯-2-醇、1-戊烯-3-醇、1-戊醇、1-己醇、1-辛烯-3-醇和 2-呋喃甲醇是焙烤核桃油和微波核桃油中主要的醇类化合物。Xu 等^[15]研究发现, 1-戊烯-3-醇、1-戊醇和 1-辛烯-3-醇主要来自脂氧合酶途径, 赋予核桃油黄油、香脂和蘑菇气味。酯类为核桃油带来了果香和甜香, 微波核桃油中富含 γ -丁内酯和乙酸乙酯。孟新涛等^[24]发现酯类是冷榨核桃油的主要香气物质, 尤其是乙酸乙酯的含量最高。

通常情况下, 100 °C 以上的烘焙温度就会发生 Maillard 反应并产生杂环类化合物, 因此, 焙烤核桃油(140~160 °C 烘焙 15~30 min)和微波核桃油(720 W 处理 3~7 min)中含有丰富的杂环类化合物。尤其是在 160 °C 焙烤核桃油中, 随着焙烤时间从 15 min 延长到 30 min, 2-戊基呋喃、2-甲基吡嗪、2,5-二甲基吡嗪、2,6-二甲基吡嗪、2-乙基吡嗪、2-乙基-6-甲基吡嗪、2-乙基-5-甲基吡嗪和 2,3,5-三甲基吡嗪含量增加。同样地, 在相同的焙烤时间下, 160 °C 烘焙的核桃油中气味化合物的含量高于 140 °C 的。为了获得浓香核桃油, 焙烤条件优先选择 160 °C 处理 30 min。此外, 在微波核桃油中, 随着微波时间延长到 3~7 min, 2-甲基吡嗪、2-乙基-5-甲基吡嗪、2,3,5-三甲基吡嗪和 3-乙基-2,5-二甲基吡嗪含量显著增加, 但在微波处理时间较短时(1 min)却未检出, 与 Jia 等^[22]和 He 等^[25]的研究结果相似。

表 1 焙烤核桃油和微波核桃油中气味化合物的种类及含量

Table 1 Types and contents of odor compounds in roasted and microwaved walnut oils

种类	气味化合物	保留指数		鉴定方法	焙烤核桃油/(mg·kg ⁻¹)						微波核桃油/(mg·kg ⁻¹)					
		WAX	HP-5		140 °C烘焙		160 °C烘焙		160 °C烘焙		720 W处理		720 W处理		720 W处理	
					15 min	30 min	15 min	30 min	15 min	30 min	1 min	3 min	5 min	7 min		
醛类	3-甲基丁醛	900	/	麦芽	MS, RI	0.06±0.00 ^a	0.10±0.00 ^b	0.28±0.00 ^e	0.41±0.01 ^d	0.10±0.00 ^b	1.11±0.02 ^e	1.20±0.02 ^f	1.56±0.02 ^g			
	(<i>E</i>)-2-丁烯醛	1 032	/	花香	MS, RI	0.28±0.01 ^b	0.75±0.02 ^c	1.65±0.03 ^f	2.27±0.05 ^g	0.06±0.00 ^a	1.37±0.03 ^e	1.09±0.02 ^d	2.48±0.09 ^h			
	戊醛	976	770	杏仁、麦芽、辛辣	MS, RI	0.74±0.01 ^c	1.29±0.02 ^e	1.29±0.03 ^e	1.47±0.12 ^g	0.09±0.00 ^a	0.58±0.09 ^b	1.04±0.09 ^d	1.41±0.12 ^f			
	己醛	1 068	877	青草、牛油、脂肪	MS, RI, S	1.06±0.02 ^b	1.68±0.03 ^d	1.58±0.03 ^e	2.10±0.03 ^e	0.60±0.01 ^a	2.08±0.03 ^e	3.32±0.05 ^g	2.70±0.04 ^f			
	(<i>E</i>)-2-己烯醛	1 218	1 016	苹果、绿色	MS, RI, S	0.22±0.03 ^b	0.30±0.03 ^c	0.53±0.04 ^f	0.58±0.07 ^e	0.06±0.00 ^a	0.28±0.03 ^c	0.49±0.05 ^d	0.86±0.08 ^f			
	3-甲基-2-丁烯醛	1 221	790	甜果香	MS, RI	0.11±0.00 ^b	0.24±0.00 ^c	0.36±0.03 ^d	0.94±0.07 ^g	0.04±0.00 ^a	0.37±0.06 ^d	0.59±0.05 ^e	0.68±0.04 ^f			
	(<i>E</i>)-2-庚烯醛	1 310	1 088	肥皂、脂肪、杏仁	MS, RI	0.15±0.00 ^a	0.53±0.05 ^e	0.81±0.07 ^e	1.32±0.12 ^g	0.39±0.04 ^b	0.60±0.05 ^d	1.02±0.12 ^f	1.34±0.13 ^g			
	壬醛	1 378	1 200	脂肪、柑橘、绿色	MS, RI, S	0.05±0.00 ^a	0.09±0.00 ^b	0.12±0.00 ^c	0.13±0.00 ^c	0.05±0.00 ^a	0.17±0.01 ^d	0.31±0.01 ^e	0.36±0.01 ^e			
	(<i>E</i>)-2-辛烯醛	1 422	1 056	绿色、坚果、脂肪	MS, RI	0.50±0.01 ^c	0.66±0.02 ^c	0.39±0.01 ^b	0.59±0.02 ^d	0.14±0.00 ^a	0.34±0.04 ^b	0.67±0.02 ^c	0.49±0.01 ^c			
	糠醛	1 466	1 264	杏仁、烤面包	MS, RI, S	0.66±0.05 ^b	1.81±0.09 ^e	2.11±0.11 ^f	4.01±0.33 ^h	ND	0.83±0.01 ^c	1.51±0.14 ^d	3.51±0.22 ^g			
酮类	(<i>E</i> , <i>E</i>)-2,4-庚二烯醛	1 497	1 007	坚果、脂肪	MS, RI	0.23±0.01 ^a	0.73±0.02 ^b	1.30±0.04 ^d	1.76±0.09 ^e	0.25±0.01 ^a	0.83±0.07 ^e	1.36±0.04 ^d	1.91±0.05 ^f			
	苯甲醛	1 516	966	焦糖	MS, RI, S	0.38±0.01 ^b	0.69±0.01 ^c	1.29±0.03 ^f	1.82±0.04 ^g	0.25±0.00 ^a	0.79±0.02 ^d	1.16±0.02 ^c	1.75±0.13 ^g			
	(<i>E</i>)-2-壬烯醛	1 542	1 161	黄瓜、青草	MS, RI	0.02±0.00 ^a	0.05±0.00 ^a	0.08±0.00 ^b	0.13±0.01 ^c	0.05±0.00 ^a	0.19±0.02 ^d	0.31±0.03 ^e	0.27±0.02 ^e			
	苯乙醛	1 562	1 049	山楂、蜂蜜、甜香	MS, RI	0.20±0.01 ^a	0.40±0.03 ^b	1.18±0.06 ^e	2.26±0.15 ^f	0.43±0.03 ^b	1.73±0.08 ^d	1.94±0.09 ^e	2.32±0.11 ^f			
	5-甲基-2-糠醛	1 601	1 373	杏仁、焦糖	MS, RI	0.23±0.01 ^b	0.28±0.02 ^b	0.52±0.03 ^e	1.65±0.09 ^e	ND	0.58±0.06 ^c	0.71±0.09 ^d	1.60±0.11 ^e			
	(<i>E</i> , <i>E</i>)-2,4-辛二烯醛	1 615	1 113	绿色、海藻、黄瓜	MS, RI	0.08±0.00 ^a	0.18±0.01 ^b	0.30±0.00 ^c	0.42±0.01 ^d	0.16±0.02 ^b	0.43±0.01 ^d	0.75±0.06 ^c	0.41±0.03 ^d			
	(<i>E</i> , <i>E</i>)-2,4-壬二烯醛	1 682	1 212	脂肪、蜡、绿色	MS, RI	0.17±0.00 ^b	0.26±0.01 ^c	0.62±0.06 ^e	0.78±0.08 ^f	0.05±0.00 ^a	0.45±0.06 ^d	0.82±0.07 ^g	1.03±0.12 ^h			
	2,3-丁二酮	977	/	奶油	MS, RI	0.05±0.00 ^a	0.25±0.00 ^b	0.78±0.01 ^e	0.67±0.01 ^d	0.50±0.01 ^c	1.14±0.02 ^g	1.34±0.02 ^f	0.76±0.01 ^e			
	2,3-戊二酮	1 062	/	奶油、黄油	MS, RI	0.03±0.00 ^a	0.04±0.00 ^a	0.19±0.01 ^b	0.23±0.01 ^c	0.02±0.00 ^a	0.45±0.03 ^e	0.52±0.06 ^f	0.33±0.03 ^d			
	2-庚酮	1 184	894	肥皂	MS, RI	0.12±0.01 ^b	0.21±0.01 ^c	0.19±0.00 ^c	0.24±0.03 ^e	0.08±0.01 ^a	0.53±0.09 ^d	0.70±0.08 ^c	0.73±0.09 ^e			
酯类	1-羟基-2-丙酮	1 275	/	焦糖香甜、咖啡	MS, RI	ND	0.33±0.02 ^c	1.13±0.12 ^e	1.41±0.09 ^f	ND	0.13±0.00 ^b	0.91±0.11 ^d	1.36±0.08 ^f			
	1-羟基-2-丁酮	1 395	/	甜香、咖啡	MS, RI	ND	0.11±0.01 ^b	0.39±0.04 ^e	0.51±0.03 ^d	ND	ND	0.50±0.07 ^d	0.60±0.08 ^e			
	(<i>E</i>)-3-辛基-2-酮	1 414	1 037	草本、辛辣	MS, RI	0.07±0.01 ^b	0.08±0.01 ^b	0.06±0.01 ^b	0.07±0.00 ^b	0.03±0.00 ^a	0.10±0.01 ^c	0.15±0.01 ^d	0.13±0.02 ^{cd}			
	3,5-辛二烯-2-酮	1 570	1 100	水果、脂肪、蘑菇	MS, RI	0.36±0.04 ^c	0.38±0.07 ^c	0.30±0.02 ^b	0.36±0.08 ^e	0.15±0.00 ^a	0.42±0.01 ^d	0.44±0.08 ^d	0.41±0.05 ^d			
其他	苯乙酮	1 652	1 065	芥末、花、杏仁	MS, RI	0.06±0.00 ^a	0.07±0.01 ^a	0.08±0.02 ^{ab}	0.09±0.01 ^b	0.06±0.00 ^a	0.14±0.01 ^c	0.16±0.02 ^c	0.25±0.04 ^d			
	2(5H)-呋喃酮	1 745	915	黄油	MS, RI	0.08±0.00 ^a	0.15±0.01 ^b	0.41±0.04 ^e	1.64±0.12 ^e	0.08±0.00 ^a	0.65±0.08 ^d	0.43±0.05 ^e	1.77±0.15 ^f			

续表 1

种类	气味化合物	保留指数		鉴定方法	焙烤核桃油/(mg·kg ⁻¹)				微波核桃油/(mg·kg ⁻¹)				
		WAX	HP-5		140 °C烘焙		160 °C烘焙		720 W处理		720 W处理		
					15 min	30 min	15 min	30 min	1 min	3 min	5 min	7 min	
醇类	1-戊烯-3-醇	1 157	673	黄油、辛辣	MS, RI, S	0.17±0.00 ^b	0.35±0.03 ^c	0.41±0.04 ^d	0.47±0.07 ^e	0.08±0.00 ^a	0.41±0.02 ^d	0.57±0.03 ^f	0.67±0.11 ^g
	3-戊烯-2-醇	1 177	774	绿色	MS, RI	0.14±0.00 ^a	0.59±0.04 ^b	1.21±0.13 ^{cd}	1.25±0.11 ^{cd}	0.12±0.03 ^a	1.13±0.07 ^c	1.27±0.09 ^e	1.32±0.07 ^d
	2-甲基-1-丁醇	1 213	736	葡萄酒、洋葱	MS, RI, S	0.21±0.01 ^a	0.33±0.07 ^c	0.27±0.04 ^b	0.36±0.06 ^c	1.18±0.13 ^f	1.08±0.12 ^e	0.98±0.11 ^e	0.49±0.06 ^d
	3-甲基-1-丁醇	1 217	740	威士忌、麦芽、焦味	MS, RI, S	0.39±0.03 ^b	0.43±0.09 ^c	0.37±0.06 ^b	0.38±0.07 ^b	0.32±0.02 ^{ab}	0.35±0.04 ^b	0.30±0.02 ^a	0.27±0.01 ^a
	1-戊醇	1 255	768	香醋	MS, RI	0.52±0.06 ^b	0.92±0.17 ^d	0.79±0.13 ^c	1.04±0.15 ^d	0.26±0.03 ^a	0.96±0.08 ^d	1.51±0.18 ^f	1.21±0.16 ^e
	(E)-2-戊烯-1-醇	1 318	/	蘑菇	MS, RI	0.04±0.00 ^a	0.08±0.00 ^b	0.13±0.02 ^c	0.12±0.01 ^c	0.05±0.00 ^a	0.25±0.01 ^d	0.30±0.02 ^c	0.37±0.03 ^c
	2-庚醇	1 327	890	蘑菇	MS, RI	0.42±0.03 ^b	0.53±0.05 ^c	0.44±0.06 ^b	0.42±0.08 ^b	0.10±0.00 ^a	0.49±0.05 ^b	0.60±0.02 ^d	0.68±0.02 ^c
	1-己醇	1 359	867	树脂、花、绿色	MS, RI, S	2.37±0.09 ^d	2.85±0.06 ^f	2.18±0.05 ^c	2.36±0.05 ^d	0.75±0.03 ^a	2.65±0.10 ^e	2.85±0.11 ^f	1.91±0.01 ^b
	1-辛烯-3-醇	1 456	975	蘑菇	MS, RI, S	0.24±0.03 ^a	0.42±0.01 ^b	0.63±0.02 ^c	0.93±0.07 ^d	0.21±0.02 ^a	0.67±0.07 ^c	1.01±0.02 ^d	1.20±0.12 ^e
	(E)-2-庚烯-1-醇	1 504	/	脂肪	MS, RI	0.38±0.01 ^c	0.41±0.04 ^c	0.34±0.02 ^b	0.40±0.01 ^c	0.12±0.00 ^a	0.52±0.07 ^c	0.47±0.04 ^d	0.52±0.06 ^c
酸类	2-呋喃甲醇	1 666	864	焦	MS, RI	0.13±0.00 ^b	0.21±0.01 ^c	0.50±0.05 ^d	1.47±0.13 ^e	0.04±0.00 ^a	0.55±0.05 ^d	0.76±0.08 ^e	1.19±0.12 ^f
	苯乙醇	1 912	1 116	蜂蜜、花	MS, RI, S	0.46±0.06 ^b	0.62±0.06 ^c	0.60±0.01 ^c	0.73±0.02 ^d	0.17±0.00 ^a	0.47±0.01 ^b	0.81±0.02 ^c	0.96±0.07 ^f
	丁酸	1 628	790	奶酪、汗酸	MS, RI, S	0.10±0.00 ^a	0.14±0.00 ^b	0.29±0.01 ^c	0.78±0.02 ^e	0.09±0.00 ^a	0.32±0.01 ^c	0.66±0.09 ^d	0.87±0.07 ^f
	2-甲基丁酸	1 632	886	奶酪、汗酸	MS, RI, S	0.22±0.00 ^a	0.51±0.07 ^c	0.35±0.05 ^b	0.66±0.03 ^c	0.19±0.02 ^a	0.46±0.07 ^c	0.58±0.04 ^d	0.74±0.03 ^f
	3-甲基丁酸	1 635	888	汗酸	MS, RI, S	0.40±0.01 ^{cd}	0.61±0.06 ^c	0.56±0.07 ^c	0.36±0.03 ^c	0.07±0.00 ^a	0.29±0.05 ^b	0.30±0.03 ^b	0.43±0.08 ^d
	戊酸	1 744	893	汗酸	MS, RI, S	0.30±0.01 ^b	0.59±0.01 ^d	0.35±0.07 ^b	0.56±0.04 ^d	0.19±0.00 ^a	0.46±0.03 ^c	0.58±0.06 ^d	0.44±0.07 ^c
	己酸	1 849	977	汗酸	MS, RI, S	0.63±0.09 ^b	1.10±0.31 ^d	0.65±0.08 ^b	1.24±0.12 ^e	0.29±0.03 ^a	0.67±0.08 ^b	0.95±0.08 ^c	1.46±0.14 ^f
	庚酸	1 965	1 080	汗酸	MS, RI, S	0.05±0.00 ^a	0.07±0.00 ^a	0.06±0.00 ^a	0.05±0.00 ^a	0.05±0.00 ^a	0.10±0.00 ^b	0.15±0.00 ^c	0.10±0.00 ^b
	辛酸	2 070	1 191	汗液、奶酪	MS, RI, S	0.05±0.00 ^a	0.06±0.00 ^a	0.11±0.00 ^c	0.08±0.02 ^c	0.06±0.00 ^a	0.10±0.00 ^c	0.11±0.00 ^c	0.08±0.00 ^b
	酯类	乙酸乙酯	884	612	菠萝	MS, RI	0.46±0.01 ^c	0.44±0.03 ^c	0.73±0.06 ^f	0.38±0.01 ^d	0.18±0.00 ^a	0.32±0.01 ^c	0.27±0.01 ^b
	乳酸乙酯	1 340	/	水果	MS, RI	0.51±0.04 ^e	0.51±0.07 ^c	0.42±0.08 ^d	0.43±0.06 ^d	0.35±0.04 ^c	0.30±0.01 ^c	0.12±0.00 ^b	0.09±0.00 ^a
	γ-丁内酯	1 643	915	焦糖	MS, RI	0.27±0.02 ^b	0.32±0.06 ^c	0.53±0.04 ^d	0.84±0.07 ^e	0.07±0.00 ^a	0.58±0.09 ^d	0.55±0.03 ^d	1.06±0.16 ^f
	γ-己内酯	1 689	1 056	香豆素	MS, RI	0.01±0.00 ^a	0.02±0.00 ^a	0.07±0.01 ^b	0.08±0.00 ^b	0.01±0.00 ^a	0.06±0.00 ^b	0.08±0.01 ^b	0.11±0.00 ^c
	γ-辛内酯	1 910	1 260	椰子	MS, RI	0.03±0.00 ^a	0.05±0.00 ^a	0.04±0.00 ^a	0.03±0.00 ^a	0.04±0.00 ^a	0.11±0.02 ^b	0.26±0.03 ^c	0.11±0.00 ^b
	γ-壬内酯	2 011	1 362	椰子、桃子	MS, RI	0.18±0.01 ^b	0.33±0.01 ^c	0.20±0.01 ^b	0.16±0.02 ^b	0.08±0.00 ^a	0.29±0.03 ^c	0.36±0.03 ^d	0.57±0.02 ^e
	4-羧基-5-甲基-3-(2H)-呋喃酮	2 114	/	焦糖	MS, RI	0.01±0.00 ^a	0.02±0.00 ^a	0.07±0.00 ^b	0.08±0.00 ^b	0.01±0.00 ^a	0.06±0.00 ^b	0.08±0.00 ^b	0.11±0.00 ^c

续表 1

种类	气味化合物	保留指数		气味描述	鉴定方法	焙烤核桃油/(mg·kg ⁻¹)					微波核桃油/(mg·kg ⁻¹)				
		WAX	HP-5			140 °C烘焙		160 °C烘焙		160 °C烘焙	720 W处理		720 W处理		720 W处理
						15 min	30 min	140 °C烘焙	15 min		30 min	1 min	3 min	5 min	
杂环类	2-甲基呋喃	832	/	巧克力味	MS, RI	0.46±0.03 ^b	0.46±0.04 ^b	0.52±0.08 ^c	0.66±0.09 ^d	ND	0.55±0.08 ^c	0.66±0.06 ^d	0.77±0.09 ^e		
	2-丁基呋喃	1 123	885	辛辣	MS, RI	0.08±0.00 ^b	0.10±0.00 ^c	0.06±0.00 ^b	0.08±0.02 ^b	ND	0.06±0.00 ^b	0.08±0.01 ^b	0.11±0.00 ^c		
	吡嗪	1 219	672	坚果	MS, RI	0.26±0.08 ^b	0.32±0.01 ^c	0.53±0.03 ^d	1.26±0.13 ^f	ND	0.36±0.03 ^c	0.57±0.06 ^d	0.91±0.09 ^e		
	2-戊基呋喃	1 235	987	绿豆、黄油	MS, RI, S	0.86±0.03 ^c	0.93±0.03 ^d	0.82±0.03 ^c	1.19±0.14 ^e	0.18±0.01 ^a	0.69±0.02 ^b	1.00±0.14 ^d	1.05±0.14 ^d		
	2-甲基吡嗪	1 264	826	爆米花	MS, RI, S	0.28±0.01 ^b	0.58±0.03 ^c	2.37±0.11 ^f	2.42±0.21 ^f	ND	0.59±0.03 ^c	1.67±0.08 ^d	2.01±0.19 ^e		
	2,5-二甲基吡嗪	1 316	913	烤坚果、烤牛肉	MS, RI, S	0.38±0.02 ^b	1.20±0.08 ^d	2.73±0.12 ^e	3.76±0.13 ^g	0.06±0.00 ^a	1.12±0.01 ^c	1.20±0.11 ^d	3.30±0.23 ^f		
	2,6-二甲基吡嗪	1 331	912	烤坚果、烤牛肉	MS, RI	0.57±0.01 ^c	0.75±0.01 ^c	1.52±0.08 ^f	2.04±0.16 ^b	0.27±0.00 ^a	0.44±0.01 ^b	0.62±0.01 ^d	1.66±0.12 ^g		
	2-乙基吡嗪	1 333	917	花生酱、木香	MS, RI, S	0.10±0.00 ^a	0.23±0.02 ^b	0.96±0.01 ^d	1.92±0.13 ^f	0.11±0.00 ^a	0.64±0.01 ^c	0.62±0.01 ^c	1.54±0.22 ^e		
	2,3-二甲基吡嗪	1 346	920	坚果、花生酱、可可	MS, RI	0.07±0.01 ^b	0.06±0.01 ^b	0.13±0.01 ^c	0.14±0.01 ^c	0.04±0.00 ^a	0.49±0.02 ^d	0.55±0.02 ^e	0.89±0.18 ^f		
	2-乙基-6-甲基吡嗪	1 363	1 001	榛子	MS, RI	0.98±0.04 ^e	1.11±0.15 ^d	1.70±0.07 ^f	2.62±0.11 ^g	0.03±0.00 ^a	0.40±0.02 ^b	0.38±0.02 ^b	1.29±0.06 ^e		
其他	2-乙基-5-甲基吡嗪	1 393	1 004	咖啡、坚果	MS, RI	0.33±0.01 ^b	1.04±0.04 ^e	0.92±0.09 ^d	1.71±0.06 ^f	ND	0.90±0.03 ^d	0.82±0.03 ^c	1.85±0.16 ^g		
	2,3,5-三甲基吡嗪	1 410	1 005	烤肉、马铃薯、芥末	MS, RI, S	0.18±0.01 ^b	0.23±0.01 ^c	1.67±0.13 ^f	2.51±0.05 ^h	ND	0.50±0.02 ^d	0.57±0.02 ^e	1.96±0.17 ^g		
	2-乙基-3-甲基吡嗪	1 422	999	烘焙	MS, RI	0.17±0.00 ^c	0.22±0.01 ^d	0.30±0.01 ^e	0.48±0.03 ^f	0.08±0.00 ^a	0.12±0.00 ^b	0.12±0.00 ^b	0.55±0.07 ^g		
	3-乙基-2,5-二甲基吡嗪	1 456	1 078	可可、烘焙、坚果	MS, RI	0.08±0.01 ^b	0.10±0.01 ^b	0.63±0.03 ^d	1.19±0.05 ^f	ND	0.35±0.01 ^c	0.35±0.01 ^c	1.10±0.14 ^e		
	2-乙基-6-甲基吡嗪	1 488	1 016	泥土、咖啡	MS, RI	0.01±0.00 ^b	0.05±0.00 ^c	0.13±0.00 ^d	0.20±0.02 ^e	ND	0.12±0.00 ^d	0.24±0.03 ^e	0.35±0.01 ^f		
	3,5-二乙基-2-甲基吡嗪	1 503	1 162	烘焙	MS, RI	0.01±0.00 ^a	0.02±0.00 ^a	0.02±0.00 ^a	0.06±0.00 ^b	0.11±0.00 ^c	0.28±0.03 ^e	0.23±0.01 ^d	0.64±0.02 ^f		
	2-乙酰基呋喃	1 512	915	甜、坚果、焦糖	MS, RI	0.06±0.00 ^b	0.07±0.01 ^b	0.05±0.00 ^b	0.05±0.00 ^b	ND	0.05±0.00 ^b	0.06±0.00 ^b	0.06±0.00 ^b		
	2-吡咯甲醛	2 028	1 018	烤米、牛肉	MS, RI	0.25±0.04 ^c	0.71±0.03 ^d	1.40±0.12 ^f	2.47±0.18 ^h	0.04±0.00 ^a	0.16±0.01 ^b	1.11±0.11 ^e	1.69±0.12 ^g		
	α -蒎烯	1 015	939	草药	MS, RI	0.66±0.04 ^g	0.44±0.03 ^e	0.52±0.03 ^f	0.12±0.01 ^c	0.74±0.07 ^h	0.30±0.02 ^d	0.08±0.01 ^b	ND		
	3-萜烯	1 142	1 016	柑橘	MS, RI	ND	ND	ND	ND	0.45±0.01 ^b	ND	ND	ND		
D-柠檬烯	D-柠檬烯	1 206	1 030	柑橘、薄荷	MS, RI, S	0.87±0.03 ^f	0.72±0.03 ^e	0.79±0.10 ^e	0.38±0.02 ^e	1.01±0.01 ^g	0.57±0.01 ^d	0.27±0.08 ^b	ND		
	苯乙烯	1 240	890	香醋、汽油	MS, RI, S	0.12±0.02 ^{bc}	0.23±0.03 ^c	0.15±0.01 ^c	0.18±0.02 ^d	0.08±0.00 ^a	0.14±0.03 ^c	0.15±0.03 ^c	0.16±0.01 ^c		

† MS 为根据质谱数据库定性, RI 为根据保留指数定性, S 为根据气味化合物对应的商业标准品定性; ND 表示未检出; 字母不同表示差异显著 ($P<0.05$)。

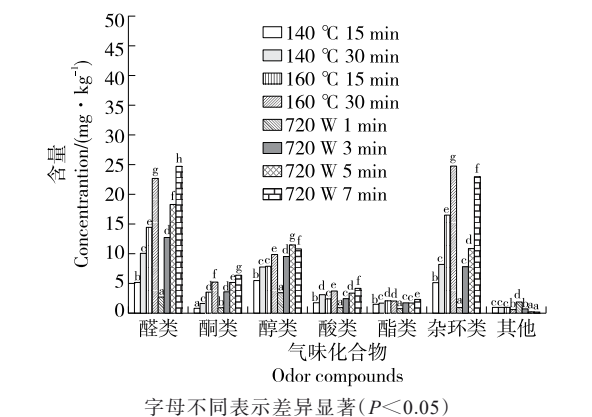


图1 焙烤和微波核桃油中不同类型气味化合物的总含量
Figure 1 Total concentration of different types of odor compounds in roasted and microwaved walnut oils

2.2 对核桃油中关键气味化合物的影响

通常认为 OAV≥1 的气味化合物对香气整体贡献较大。由表 2 可知,焙烤核桃油中,140 °C 烘焙 15 min、140 °C 烘焙 30 min、160 °C 烘焙 15 min、160 °C 烘焙 30 min 分别有 32, 40, 44, 46 种 OAV≥1 的气味化合物。微波核桃油中, 700 W 处理 1, 3, 5, 7 min 分别有 26, 45, 5, 47 种 OAV≥1 的气味化合物。具有高的 OAV 的醛类包括 3-甲基丁醛、戊醛、(E)-2-庚烯醛、(E,E)-2,4-庚二烯醛、苯乙醛和己醛, 这些醛类与“青草、脂肪、坚果”气味属性有关^[15,18]。随着烘焙温度和微波时间的增加,核桃油中醛类的 OAV 明显增加,表明 160 °C 烘焙 30 min 制备的焙烤核桃油以及

720 W 处理 7 min 制备的微波核桃油中青草、脂肪、坚果气味特征强度明显增加。在核桃油的高温(约 160 °C)加工过程中,多不饱和脂肪酸中过氧化氢的β-裂解作用会产生各种脂肪醛,比如己醛和(E,E)-2,4-庚二烯醛^[8]。Ma 等^[26]比较了冷榨核桃油、热风干燥核桃油(130 °C 干燥 15 min)、焙烤核桃油(170 °C 烘焙 15 min)和微波核桃油(800 W 处理 7 min)中气味化合物的 OAV 值,发现己醛在焙烤核桃油和微波核桃油中的 OAV 值最高。2,3-丁二酮在焙烤(160 °C 烘焙 15 min)核桃油和微波(720 W 处理 5 min)核桃油中具有高的 OAV 值,2,3-戊二酮在焙烤(160 °C 烘焙 30 min)核桃油和微波(720 W 处理 5 min)核桃油中具有高的 OAV 值。综上,具有明显的奶油气味的 2,3-丁二酮和 2,3-戊二酮是焙烤核桃油和微波核桃油中重要的气味化合物。

OA_V≥1 的丁酸、2-甲基丁酸、3-甲基丁酸、己酸会给核桃油带来不愉快的气味。OA_V≥1 的杂环类主要包括 2-戊基呋喃、2-甲基吡嗪、2-乙基吡嗪、2-乙基-6-甲基吡嗪、2-乙基-5-甲基吡嗪、3-乙基-2,5-二甲基吡嗪、2-乙烯基-6-甲基吡嗪和 2-吡咯甲醛。贾潇等^[14]研究认为,核桃油中杂环类化合物包括 2-乙基-5-甲基吡嗪和 2-戊基呋喃。Xu 等^[15]采用 MMSE-GC-MS 分析发现,核桃油中 OA_Vs>1 的气味化合物有 8 种,主要包括 1-辛烯-3-醇、2-戊基呋喃、(E)-2-壬烯醛和戊醛,这些化合物贡献了核桃油的气味属性。因此,通过 SPME-Arrow-GC-MS 能够在焙烤核桃油和微波核桃油中鉴定出更多的关键气味化合物。

表 2 焙烤核桃油和微波核桃油中 OAV≥1 的气味化合物
Table 2 Odor compounds with OAV≥1 in roasted and microwaved walnut oils

气味化合物	阈值 ^[15,18-19] / (mg·kg ⁻¹)	焙烤核桃油				微波核桃油			
		140 °C 烘 焙 15 min	140 °C 烘 焙 30 min	160 °C 烘 焙 15 min	160 °C 烘 焙 30 min	720 W 处 理 1 min	720 W 处 理 3 min	720 W 处 理 5 min	720 W 处 理 7 min
3-甲基丁醛	0.01	5.8	10.2	28.1	41.4	10.4	111.2	119.8	156.0
戊醛	0.013	57.1	99.6	99.5	113.3	6.7	44.3	79.8	108.3
己醛	0.3	3.5	5.6	5.3	7.0	2.0	6.9	11.1	9.0
(E)-2-己烯醛	0.26	<1.0	1.2	2.1	2.2	<1.0	1.1	1.9	3.3
(E)-2-庚烯醛	0.05	3.0	10.5	16.2	26.4	7.7	12.0	20.4	26.8
(E)-2-辛烯醛	0.12	4.1	5.5	3.2	4.9	1.2	2.8	5.6	4.1
糠醛	0.7	<1.0	2.6	3.0	5.7	ND	1.2	2.2	5.0
(E,E)-2,4-庚二烯醛	0.05	4.7	14.5	25.9	35.3	5.0	16.5	27.1	38.3
苯甲醛	0.69	<1.0	1.0	1.9	2.6	<1.0	1.1	1.7	2.5
(E)-2-壬烯醛	0.14	<1.0	<1.0	<1.0	<1.0	<1.0	1.4	2.2	1.9
苯乙醛	0.022	9.1	18.1	53.8	102.5	19.4	78.6	88.3	105.6
5-甲基-2-糠醛	0.32	<1.0	<1.0	1.6	5.1	ND	1.8	2.2	5.0
(E,E)-2,4-壬二烯醛	0.03	5.6	8.5	20.7	25.9	1.8	15.1	27.3	34.4
2,3-丁二酮	0.003	16.7	82.4	259.6	223.0	165.7	381.5	445.4	253.9
2,3-戊二酮	0.000 3	9.8	14.9	64.2	78.0	5.9	150.8	171.8	111.7

续表 2

气味化合物	阈值 ^[15,18-19] / (mg·kg ⁻¹)	焙烤核桃油				微波核桃油			
		140 °C烘	140 °C烘	160 °C烘	160 °C烘	720 W处	720 W处	720 W处	720 W处
		焙 15 min	焙 30 min	焙 15 min	焙 30 min	理 1 min	理 3 min	理 5 min	理 7 min
3,5-辛二烯-2-酮	0.15	2.4	2.5	2.0	2.4	1.0	2.8	2.9	2.7
2(5H)-呋喃酮	0.02	4.2	7.6	20.4	82.2	4.2	32.6	21.5	88.6
1-戊烯-3-醇	0.4	<1.0	<1.0	1.0	1.0	<1.0	1.0	1.4	1.7
3-戊烯-2-醇	0.4	<1.0	1.5	3.0	3.1	<1.0	2.8	3.2	3.3
2-甲基-1-丁醇	0.162	1.3	2.1	1.7	2.2	7.3	6.6	6.1	3.0
3-甲基-1-丁醇	0.112	3.5	3.9	3.3	3.4	2.9	3.1	2.7	2.4
1-戊醇	0.47	1.1	2.0	1.7	2.2	<1.0	2.0	3.2	2.6
2-庚醇	0.01	41.6	52.5	44.0	42.5	10.4	49.4	59.5	68.5
1-己醇	0.425	5.6	6.7	5.1	5.6	1.8	6.2	6.7	4.5
1-辛烯-3-醇	0.9	<1.0	<1.0	<1.0	1.0	<1.0	<1.0	1.1	1.3
苯乙醇	0.132	3.5	4.7	4.5	5.5	1.3	3.5	6.2	7.2
丁酸	0.034	2.8	4.2	8.6	23.1	2.6	9.5	19.3	25.7
2-甲基丁酸	0.11	2.0	4.7	3.2	6.0	1.8	4.2	5.3	6.8
3-甲基丁酸	0.011	36.1	55.4	51.1	33.1	6.0	25.9	27.0	39.3
戊酸	0.4	<1.0	1.5	<1.0	1.4	<1.0	1.1	1.5	1.1
己酸	0.46	1.4	2.4	1.4	2.7	<1.0	1.5	2.1	3.2
庚酸	0.1	<1.0	<1.0	<1.0	<1.0	<1.0	1.0	1.5	1.0
辛酸	0.072 4	<1.0	<1.0	1.5	<1.0	<1.0	1.4	1.5	1.2
γ-丁内酯	0.06	4.6	5.3	8.8	14.0	1.1	9.7	9.1	17.6
γ-己内酯	0.018	<1.0	1.2	3.7	4.4	<1.0	3.3	4.2	5.9
γ-辛内酯	0.256	<1.0	<1.0	<1.0	<1.0	<1.0	<1.0	1.0	<1.0
γ-壬内酯	0.15	1.2	2.2	1.3	1.1	<1.0	1.9	2.4	3.8
2-戊基呋喃	0.116	7.4	8.1	7.1	10.2	1.5	5.9	8.6	9.0
2-甲基吡嗪	0.178	1.5	3.3	13.3	13.6	ND	3.3	9.4	11.3
2,5-二甲基吡嗪	2	<1.0	<1.0	1.4	1.9	<1.0	<1.0	<1.0	1.7
2,6-二甲基吡嗪	1.021	<1.0	<1.0	1.5	2.0	<1.0	<1.0	<1.0	1.6
2-乙基吡嗪	0.095	1.1	2.4	10.1	20.3	1.2	6.7	6.5	16.2
2-乙基-6-甲基吡嗪	0.051	19.1	21.8	33.4	51.4	<1.0	7.8	7.4	25.2
2-乙基-5-甲基吡嗪	1	<1.0	1.0	<1.0	1.7.0	ND	<1.0	<1.0	1.8
2,3,5-三甲基吡嗪	0.29	<1.0	<1.0	5.8	8.7	ND	1.7	2.0	6.8
3-乙基-2,5-二甲基吡嗪	0.079	1.0	1.2	8.0	15.0	ND	4.4	4.4	13.9
2-乙烯基-6-甲基吡嗪	0.026	<1.0	2.0	4.9	7.5	ND	4.4	9.3	13.6
2-吡咯甲醛	0.02	12.4	35.6	69.9	123.6	1.9	8.1	55.3	84.4
α-蒎烯	0.274	2.2	1.6	1.9	<1.0	2.7	1.1	<1.0	ND
D-柠檬烯	0.18	4.8	4.0	4.4	2.1	5.6	3.2	<1.0	ND

† ND表示未检出。

2.3 化学计量学分析

由图2(a)可知,杂环类的OAV随着焙烤温度的增高和微波时间的延长而增大,而3-甲基-1-丁醇、α-蒎烯、D-柠檬烯为低温焙烤核桃油(140 °C)和短时微波核桃油(1~3 min)中的关键香气化合物。(E)-2-壬烯醛、庚酸和γ-辛内酯为微波核桃油中主要的气味化合物。

由图2(b)和图2(c)可知,低温焙烤核桃油(140 °C烘焙 15 min)和短时微波核桃油(720 W处理 1 min)中的气味比较接近;焙烤核桃油(140 °C烘焙 30 min)和微波核桃

油(720 W处理 3~5 min)中的气味比较接近;而焙烤核桃油(160 °C烘焙 15~30 min)和微波核桃油(720 W处理 7 min)中的气味比较接近。总之,相比较焙烤处理(30 min),微波处理(7 min)的核桃油可以达到与焙烤核桃油相似的气味强度。

3 结论

基于 Arrow-SPME 结合 GC-MS 技术全面分析了不同焙烤温度和时间以及微波时间对核桃油风味的影响。结果表明,两种核桃油中共鉴定出 74 种气味化合物,包括

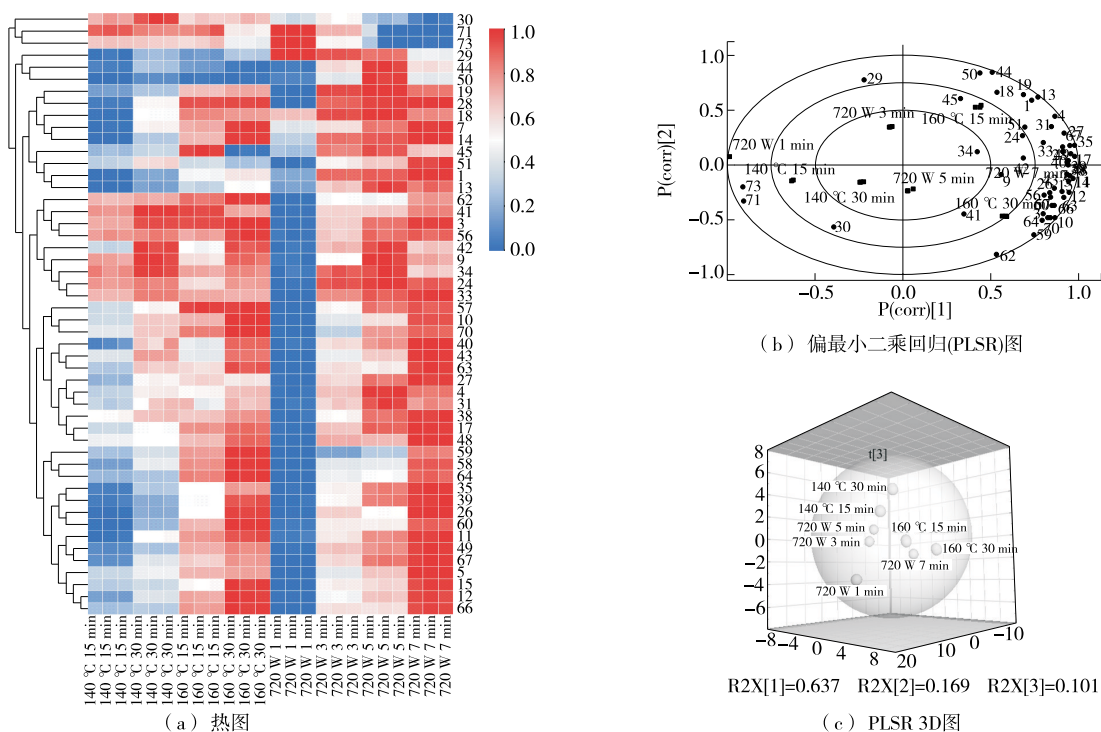


图2 焙烤核桃油和微波核桃油中关键气味化合物(OAV>1)的热图、偏最小二乘回归和PLSR 3D图

Figure 2 Heat maps, partial least squares regression (PLSR), and PLSR 3D maps of key odor compounds (OAV>1) in roasted and microwaved walnut oils

17种醛类、9种酮类、12种醇类、7种酸类、7种酯类、18种杂环类和4种其他类。醛类和杂环类是焙烤核桃油和微波核桃油中最主要的气味化合物,其含量随着焙烤温度的升高和微波时间的延长而增加。焙烤核桃油和微波核桃油中关键气味化合物主要包括3-甲基丁醛、戊醛、苯乙醛、2,3-丁二酮、2,3-戊二酮、2-戊基呋喃和2-乙基-6-甲基吡嗪,他们赋予了焙烤核桃油(160℃烘焙30 min)和微波核桃油(700 W处理7 min)的青草、黄油和焙烤气味。根据气味化合物组成的差异,可以将不同预处理的核桃油进行区分,焙烤核桃油(140℃烘焙15 min)和微波核桃油(720 W处理1 min)中气味化合物含量较低,气味强度较弱;而焙烤核桃油(160℃烘焙15~30 min)和微波核桃油(720 W处理7 min)由于富含杂环类化合物,因此气味更加浓郁。综上,为了获得浓香核桃油,焙烤温度优先选择160℃烘焙30 min或微波720 W处理7 min。后续需结合气相色谱-一嗅闻-质谱法(GC-O-MS)等技术进行深入的研究,如焙烤和微波处理是如何影响美拉德反应、脂质氧化等反应过程,从而产生不同风味化合物的作用机制。

参考文献

[1] 李述刚, 霍嘉颖, 欧阳辉, 等. 基于营养与风味双向的核桃油研究进展[J/OL]. 食品科学技术学报. (2023-11-24) [2024-08-22]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/10.1151.ts.20231123.1014.002.html>.

LI S G, HUO J Y, OUYANG H, et al. Research progress on walnut oil based on dual orientation of nutrition and flavor [J/OL]. Journal of Food Science and Technology. (2023-11-24) [2024-08-22]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/10.1151.ts.20231123.1014.002.html>.

[2] 成钰莹, 邓新宇, 蔡海晴, 等. 高温加热对牛油果油、亚麻籽油及核桃油品质的影响[J]. 中国油脂, 2022, 47(9): 44-64.

CHENG Y Y, DENG X Y, CAI H Q, et al. Effects of high temperature heating on the qualities of avocado oil, flaxseed oil and walnut oil[J]. China Oils and Fats, 2022, 47(9): 44-64.

[3] 丁之恩, 丁昱, 张继刚, 等. 加工工艺对山核桃油活性物质及油脂品质的影响[J]. 经济林研究, 2023, 41(4): 12-21.

DING Z E, DING Y, ZHANG J G, et al. Effects of processing technology condition on active component and quality in *Carya cathayensis* Sarg oil[J]. Non-wood Forest Research, 2023, 41(4): 12-21.

[4] MA X, HUANG C B, ZHENG C, et al. Effect of oil extraction methods on walnut oil quality characteristics and the functional properties of walnut protein isolate[J]. Food Chemistry, 2024, 438: 138052.

[5] 徐月华, 蒋将, 孟宗, 等. 烘烤条件对核桃油品质的影响[J]. 中国油脂, 2014, 39(7): 9-12.

XU Y H, JIANG J, MENG Z, et al. Effect of roasting conditions on the quality of walnut oil[J]. China Oils and Fats, 2014, 39(7): 9-12.

[6] 卢红伶, 俞昱雷, 蒋起宏, 等. 响应面法优化压榨核桃油及其脂肪酸组分分析[J/OL]. 中国油脂. (2024-02-06) [2024-10-16]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.230547>.

- LU H L, YU G L, JIANG Q H, et al. Response surface methodology for optimization of cold-pressed extracted walnut oil and its fatty acid composition analysis[J/OL]. *China Oils and Fats*. (2024-02-06) [2024-10-16]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.230547>.
- [7] 刘野, 苏开, 徐莹, 等. 核桃油风味品质提升技术研究进展[J]. *食品科学技术学报*, 2024, 42(4): 22-30.
- LIU Y, SU K, XU Y, et al. Research progress on improving technologies of walnut oil flavor quality[J]. *Journal of Food Science and Technology*, 2024, 42(4): 22-30.
- [8] 卢薪竹. 烘烤对核桃油品质和风味的影响[D]. 北京: 北京林业大学, 2022: 19-20.
- LU X Z. Effects of roasting on the quality and flavor of walnut oil[D]. Beijing: Beijing Forestry University, 2022: 19-20.
- [9] 杨芙蓉, 王进英, 雷风, 等. 烘烤和微波预处理对植物油品质特性影响的研究[J]. *中国粮油学报*, 2023, 38(10): 121-129.
- YANG F R, WANG J Y, LEI F, et al. Effects of oil-bearing materials roasting and microwave pretreatment on quality characteristics of oils prepared by screw mechanical pressing[J]. *Journal of the Chinese Cereals and Oils Association*, 2023, 38(10): 121-129.
- [10] CAI Z Z, LI K Y, LEE W J, et al. Recent progress in the thermal treatment of oilseeds and oil oxidative stability: a review[J]. *Fundamental Research*, 2021, 1(6): 767-784.
- [11] 陈鹏, 庄永亮, 耿树香, 等. 两种压榨条件下深纹核桃油挥发性物质成分研究[J/OL]. *中国油脂*. (2023-12-19) [2024-10-08]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.230387>.
- CHEN P, ZHUANG Y L, GENG S X, et al. Study on volatile matters of walnut oil from *Juglans sigillata* under two pressing conditions[J/OL]. *China Oils and Fat*. (2023-12-19) [2024-10-08]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.230387>.
- [12] 王勇. HS-SPME-GC-MS 结合 ROAV 法对市售核桃油香气成分的研究[J]. *粮食与油脂*, 2020, 33(6): 63-66.
- WANG Y. Analysis of aroma component in commercial walnut oil by HS-SPME-GC-MS combined ROAV method[J]. *Cereals & Oils*, 2020, 33(6): 63-66.
- [13] 张玉壮, 雷舒雯, 刘志晨, 等. 不同贮藏温度对冷榨核桃油关键香气成分的影响研究[J/OL]. *中国油脂*. (2024-07-31) [2024-10-16]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.240324>.
- ZHANG Y Z, LEI S W, LIU Z C, et al. Effects of different storage temperatures on the key aromacomponents of cold-pressed walnut oil[J/OL]. *China Oils and Fats*. (2024-07-31) [2024-10-16]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.240324>.
- [14] 贾潇, 周琦, 杨旖旎. 3 种坚果油的挥发性成分提取及关键风味成分分析[J]. *中国油脂*, 2020, 45(7): 35-41.
- JIA X, ZHOU Q, YANG Y N. Extraction of volatile flavors of three kinds of nut oils and their key flavor compounds[J]. *China Oils and Fats*, 2020, 45(7): 35-41.
- [15] XU Y, BI S, XIONG C H, et al. Identification of aroma active compounds in walnut oil by monolithic material adsorption extraction of RSC18 combined with gas chromatography-olfactory-mass spectrometry[J]. *Food Chemistry*, 2023, 402: 134303.
- [16] HAO J, XU X L, JIN F, et al. HS-SPME GC-MS characterization of volatiles in processed walnuts and their oxidative stability[J]. *Journal of Food Science and Technology*, 2020, 57(7): 2 693-2 704.
- [17] ZHANG Y F, STÖPPELMANN F, ZHU L, et al. A comparative study on flavor trapping techniques from the viewpoint of odorants of hot-pressed rapeseed oil[J]. *Food Chemistry*, 2023, 426: 136617.
- [18] JIA X, ZHOU Q, HUANG D, et al. Insight into the comparison of key aroma-active compounds between camellia oils from different processing technology[J]. *Food Chemistry*, 2024, 430: 137090.
- [19] JIA X, WANG L F, ZHENG C, et al. Key odorant differences in fragrant *Brassica napus* and *Brassica juncea* oils revealed by gas chromatography-olfactometry, odor activity values, and aroma recombination[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2020, 68(50): 14 950-14 960.
- [20] ZHANG J J, XU X, ZENG Q, et al. Lipidomics and metabolomics reveal the molecular mechanisms underlying the effect of thermal treatment on composition and oxidative stability of walnut oil[J]. *Food Research International*, 2024, 191: 114695.
- [21] 周晔, 樊玮, 张俊佩, 等. 压榨和精炼核桃油挥发性成分的比较及其电子鼻判别[J]. *中国油脂*, 2017, 42(2): 130-134, 140.
- ZHOU Y, FAN W, ZHANG J P, et al. Comparison of volatile profiles in pressed and refined walnut oils and their discrimination by electronic nose[J]. *China Oils and Fats*, 2017, 42(2): 130-134, 140.
- [22] JIA X, ZHOU Q, WANG J Q, et al. Identification of key aroma-active compounds in sesame oil from microwaved seeds using E-nose and HS-SPME-GC×GC-TOF/MS[J]. *Journal of Food Biochemistry*, 2019, 43(10): e12786.
- [23] XI B N, ZHANG J J, LI C, et al. Effects of natural and synthetic antioxidants addition on the characteristic flavor and metabolites of walnut oil during oxidation[J]. *Food Bioscience*, 2024, 61: 104788.
- [24] 孟新涛, 许铭强, 张婷, 等. 基于 GC-IMS 技术分析新疆不同品种核桃油挥发性成分的差异[J]. *中国油脂*, 2025, 50(3): 102-109.
- MENG X T, XU M Q, ZHANG T, et al. Differences of volatile components of different varieties of walnut oil in Xinjiang using gas chromatography-ion mobility spectrometry[J]. *China Oils and Fats*, 2025, 50(3): 102-109.
- [25] HE J H, WU X H, ZHOU Y, et al. Effects of different preheat treatments on volatile compounds of camellia (*Camellia oleifera* Abel.) seed oil and formation mechanism of key aroma compounds[J]. *Journal of Food Biochemistry*, 2021, 45(3): e13649.
- [26] MA X, ZHENG C, ZHOU Q, et al. Comparison evaluation pretreatments on the quality characteristics, oxidative stability, and volatile flavor of walnut oil[J]. *Food Chemistry*, 2024, 448: 139124.