

HS-SPME-GC-MS/MS 联用分析莲蓉馅料的特征挥发性香气成分

梁梓健¹, 方嘉沁², 吴锦源¹, 杜方敏², 符树勇², 高向阳^{1*}

(1. 华南农业大学食品学院广东省功能食品活性物重点实验室, 广东广州 510642)

(2. 广州酒家集团利口福食品有限公司广州市广式焙烤食品加工工程技术研究开发中心, 广东广州 511442)

摘要: 采用顶空固相微萃取气相色谱串联质谱法(HS-SPME-GC-MS/MS)对5种莲蓉馅料的挥发性物质进行研究,共检测到醇类(7.07%~9.72%)2种,醛类(18.38%~36.45%)7种,酯类(9.97%~23.88%)6种,吡嗪类(19.07%~29.38%)4种,烷烃类(1.31%~5.29%)3种,呋喃类(1.53%~4.88%)2种,酮类(2.78%~3.62%)2种,萜类(0%~10.82%)1种,噻吩类(0.04%~0.31%)1种,其他类(11.11%~16.21%)1种。通过PLS-DA模型与方差分析法筛选出不同莲蓉馅料的主要差异物质为糠醛、E,E-2,4-癸二烯醛、(±)-3-萜烯-2,5-二酮、苯甲醛、正壬醛、2,6-二甲基吡嗪、3-甲基苯甲醛和十四烷。根据相对香气活度值(ROAV)评判莲蓉馅料的主要挥发性风味物质,其贡献程度大小依次为E,E-2,4-癸二烯醛、辛酸乙酯、2-乙酰基噻吩、正壬醛、己醛、乙酸苯乙酯和苯乙醇。综合不同莲蓉馅料挥发性成分的主要差异物质和风味贡献程度分析得出,E,E-2,4-癸二烯醛、正壬醛和苯甲醛的相对含量是影响莲蓉馅料呈香的主要因素。该研究结果揭示了莲蓉馅料的风味轮廓,为其品质评价与标准化生产提供理论依据。

关键词: 莲蓉馅料;挥发性物质;呈香特征;相对香气活度值(ROVA);偏小二乘判别分析(PLS-DA)

文章编号: 1673-9078(2022)07-301-308

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2022.7.1458

Characteristic Volatile Aroma Components Analysis of Lotus Seed Paste Fillings Using HS-SPME-GC-MS/MS

LIANG Zijian¹, FANG Jiaqin², WU Jinyuan¹, DU Fangmin², FU Shuyong², GAO Xiangyang^{1*}

(1. Guangdong Provincial Key Laboratory of Nutraceuticals and Functional Foods, South China Agriculture University, Guangzhou 510642, China)

(2. Guangzhou Restaurant Enterprises Group Likoufu Food Co. Ltd., Guangzhou 511442, China)

Abstract: The volatile components of five kinds of lotus seed paste fillings were studied using HS-SPME-GC-MS/MS. A total of 29 volatile components were detected, including 2 alcohols (7.07%~9.72%), 7 aldehydes (18.38%~36.45%), 6 esters (9.97%~23.88%), 4 pyrazines (19.07%~29.38%), 3 alkanes (1.31%~5.29%), 2 furans (1.53%~4.88%), 2 ketones (2.78%~3.62%), 1 terpene (0%~10.82%), 1 thiophene (0.04%~0.31%), and 1 compound belonging to another class (11.11%~16.21%). Through PLS-DA modelling and analysis of variance, the main differential substances of different lotus seed paste fillings were furfural, E,E-2,4-decadienal, (±)-3-carene-2,5-dione, benzaldehyde, n-nonaldehyde, 2,6-dimethylpyrazine, 3-methylbenzaldehyde, and tetradecane. According to the relative odor activity value, the main volatile flavor compounds were identified as E,E-2,4-decadienal, ethyl octanoate, 2-acetylthiophene, n-nonaldehyde, hexanal, phenylethyl acetate, and phenyl ethanol in order of degree of contribution. Results of the analysis of the main differential volatile components and flavor contribution degree of different lotus seed paste fillings showed that the flavor of fillings were mainly influenced by the relative levels of E,E-2,4-decadienal,

引文格式:

梁梓健,方嘉沁,吴锦源,等. HS-SPME-GC-MS/MS 联用分析莲蓉馅料的特征挥发性香气成分[J].现代食品科技,2022,38(7):301-308,+204

LIANG Zijian, FANG Jiaqin, WU Jinyuan, et al. Characteristic volatile aroma components analysis of lotus seed paste fillings using HS-SPME-GC-MS/MS [J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(7): 301-308, +204

收稿日期: 2021-12-29

基金项目: 广东省重点领域研发计划项目(2019B020212001)

作者简介: 梁梓健(1996-),男,硕士研究生,研究方向:食品工程,E-mail: 251805732@qq.com

通讯作者: 高向阳(1966-),女,博士,教授,研究方向:发酵与功能食品化学,E-mail: gaoxiangyang@scau.edu.cn

n-nonaldehyde, and benzaldehyde. The results of this study revealed the flavor profile of lotus seed paste fillings and provides a theoretical basis for its quality evaluation and standardized production.

Key words: lotus seed paste filling; volatile matter; aromaticity characteristics; relative odor activity value; partial least squares discriminant analysis

莲蓉是传统广式点心馅料,多用于制作具有莲蓉风味特征的食品,尤其是广式莲蓉馅月饼,备受人们喜爱。莲蓉馅料主要由干莲子、蔗糖和食用油为原料,经浸泡、蒸煮、磨浆、炒制、冷却等多项工序制作而成^[1]。在莲蓉馅料的炒制过程中,高温会促使莲蓉馅料发生美拉德反应、油脂逐级降解、风味化合物前体降解等化学反应,从而生成多种挥发性风味化合物,赋予莲蓉馅料独特的风味特征^[2]。莲蓉馅料的特征香味来源于其挥发性风味化合物,是评价莲蓉馅料产品品质的重要依据^[3]。但目前对于莲蓉馅料的挥发性风味化合物及其呈香特征还未见相关报道。

固相微萃取(SPME)具有操作简便、灵敏度高的优势,常与气相色谱质谱(GC-MS)联合应用于传统食品风味化合物的研究中,王藤等^[4]利用 SPME-GC-MS 技术探究了不同腌制时间对传统工艺制作的火腿中挥发性风味物质的影响,发现不同腌制时间的火腿挥发性物质呈现出显著性差异。Yao 等^[5]采用 SPME-GC-MS 技术分析了不同年份四川冬菜的挥发性物质差异。Attchelouwa 等^[6]结合 SPME-GC-MS 技术和感官评价实验研究了传统高粱啤酒中与感官指标相关的挥发性化合物。

本研究采用了 5 种不同加工工艺的莲蓉馅料,利用顶空固相微萃取气相色谱-串联质谱法(HS-SPME-GC-MS/MS)结合相对气味活度值(relative odor activity value, ROAV)分析莲蓉馅料的挥发性成分及其风味贡献程度;并利用多元化学计量方法对不同种类莲蓉馅料的挥发性化合物进行差异性分析,寻找特征性呈香物质,有助于了解莲蓉馅料在生产过程中香气形成的机制,旨在为莲蓉馅料的风味品质控制与改善提供理论基础。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

5 种莲蓉馅料:广州酒家集团利口福食品有限公司提供,编号分别为 C1、C2、C3、C4、C5,其中 C1 为纯白莲蓉, C2 为纯红莲蓉, C3 为大师手作纯白莲蓉, C4 为绿色食品级纯白莲蓉, C5 为低糖纯白莲蓉;正己烷:色谱纯,德国 Meker 公司。

1.1.2 主要仪器设备

7890B-7000D GC-MS/MS, Agilent 公司; MM400 球磨仪, Retsch 公司; MS105DU 电子天平, METTLER TOLEDO 公司。

1.2 试验方法

1.2.1 顶空固相微萃取

将样品于液氮速冻后研磨,再称取 1 g 于顶空瓶中,使用萃取头于 70 °C 下对挥发性物质进行萃取收集 20 min。

1.2.2 GC-MS/MS 条件

萃取结束后,萃取头插入色谱仪进样口,解析时间为 5 min,进样口温度为 250 °C。

气相条件:气相色谱柱为 DB-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm),载气为氦气,柱流速为 1 mL/min,柱箱升温程序为 40 °C 保持 5 min,然后以 6 °C/min 的速度上升至 280 °C,并持续 5 min。

质谱条件:传输线温度为 280 °C,离子源温度为 230 °C,四级杆温度为 150 °C,电离电压为 70 eV,溶剂延迟 5 min。

1.2.3 挥发性化合物定量定性

在 MassHunter 软件(Agilent)中获得特征峰荷质比、保留时间和峰面积等信息,对单个峰进行过滤,只保留单组空值不多于 50% 或所有组中空值不多于 50% 的峰面积数据。基于 MWGC 数据库,对检测到的挥发性化合物进行定性分析,以峰面积归一法进行相对定量分析。

1.2.4 数据处理

用 R 软件(版本)进行 PCA 分析;采用 SIMCA-P14.1 进行 PLS-DA 建模;利用 IBM SPSS 25、Excel 软件和 Origin 2019b 64Bit 进行数据处理及作图。

2 结果与讨论

2.1 5 种莲蓉馅料的挥发性物质分析

基于 HS-SPME-GC-MS/MS 的检测结果(5 种莲蓉馅料总离子流图见图 1~图 5),利用 MWGC 数据库对 5 种莲蓉馅料的挥发性物质进行定性定量分析,结果如表 1 所示,共检测到了 29 种挥发性物质,包括 2 种醇类、7 种醛类、6 种酯类、4 种吡嗪类、3 种烷烃类、2 种呋

喃类、2种酮类、1种萜类、1种噻吩类、1种其他类。总离子流图，并对各类别挥发性成分进行显著性差异分析 ($p < 0.05$), 以不同类别的挥发性成分为横坐标, 相对百分比含量为纵坐标绘制柱形图, 如图6所示。

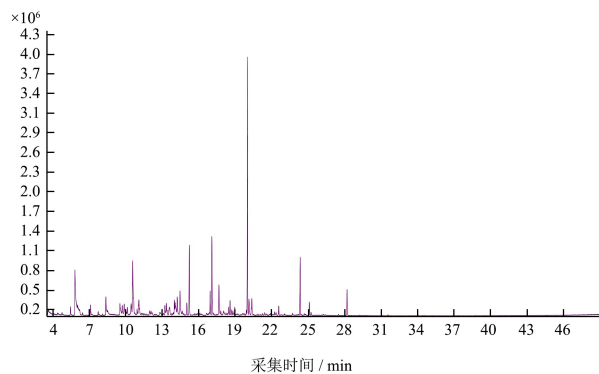


图1 C1 总离子流图

Fig.1 Total ion flow diagram of C1

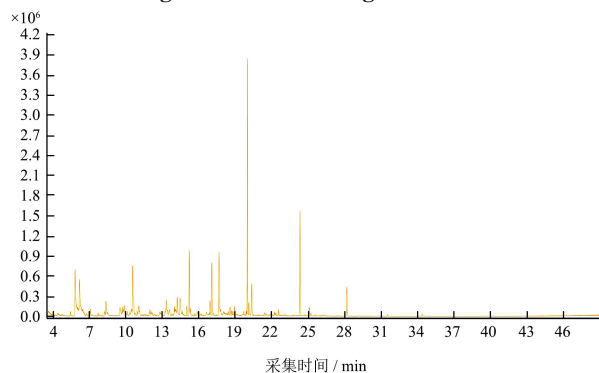


图2 C2 总离子流图

Fig.2 Total ion flow diagram of C2

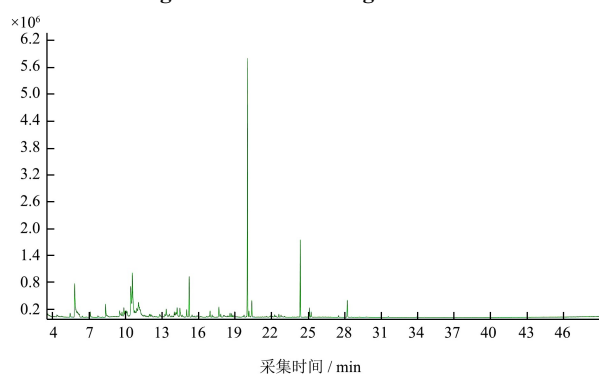


图3 C3 总离子流图

Fig.3 Total ion flow diagram of C3

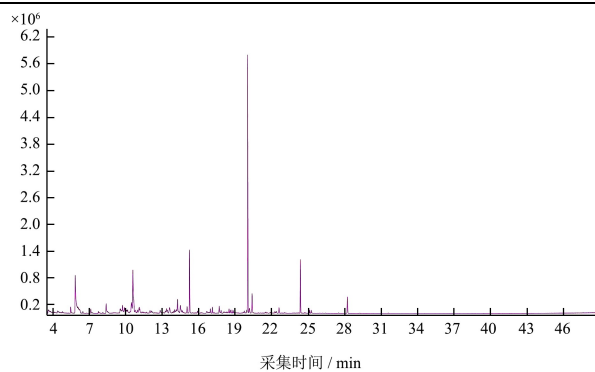


图4 C4 总离子流图

Fig.4 Total ion flow diagram of C4

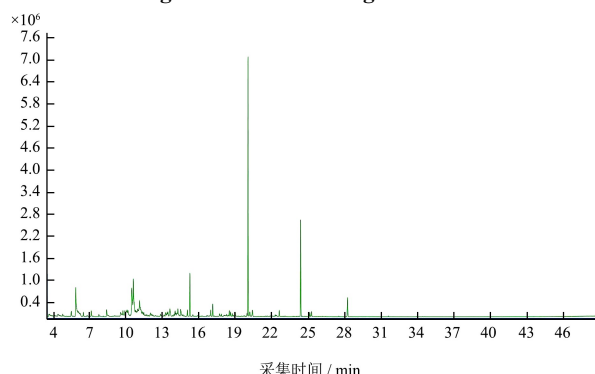


图5 C5 总离子流图

Fig.5 Total ion flow diagram of C5

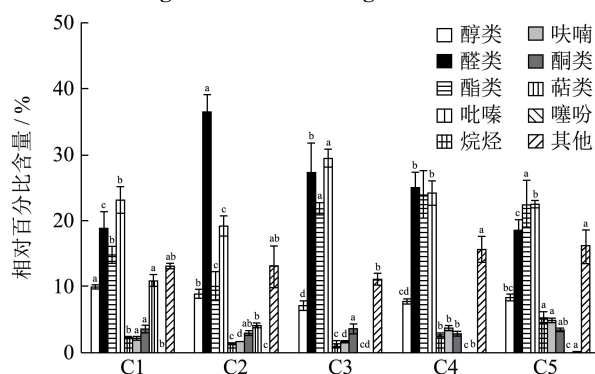


图6 基于GC-MS分析不同莲蓉馅料的不同种类挥发性物质相对百分比柱形图

Fig.6 Based on GC-MS analysis of the relative percentage of different types of volatile components in different lotus seed paste fillings

注: 同类物质的不同字母表示显著性差异 $p < 0.05$ 。

表1 5种莲蓉馅料的挥发性物质相对百分含量

Table 1 Relative percentage of volatile components in 5 kinds of lotus seed paste fillings

类型	化合物名称	RT/min	相对百分比含量/%				
			C1	C2	C3	C4	C5
醇类	1-辛醇	13.53	0.23±0.00	0.23±0.00	0.27±0.00	0.20±0.00	0.20±0.00
	苯乙醇	14.45	9.49±0.00	8.61±0.01	6.79±0.01	7.52±0.00	8.09±0.00
醛类	己醛	5.45	1.62±0.00	0.95±0.00	1.45±0.00	2.33±0.01	2.72±0.00
	糠醛	6.17	/	16.16±0.01	/	/	/

续表 1

类型	化合物名称	RT/min	相对百分比含量/%				
			C1	C2	C3	C4	C5
	(Z)-2-庚烯醛	9.7	1.55±0.00	1.08±0.00	1.13±0.00	2.18±0.00	2.06±0.00
	苯甲醛	9.86	3.51±0.00	2.87±0.00	5.05±0.00	3.78±0.00	4.90±0.00
	正壬醛	14.23	1.64±0.00	1.49±0.00	1.18±0.00	2.37±0.00	1.48±0.00
	E,E-2,4-癸二烯醛	20.36	4.18±0.01	7.93±0.01	11.28±0.03	9.92±0.02	4.22±0.01
	3-甲基苯甲醛	17.67	7.96±0.02	6.91±0.00	7.11±0.02	3.26±0.01	3.01±0.01
酯类	苯甲酸甲酯	13.92	0.26±0.00	0.07±0.00	0.15±0.00	0.36±0.00	0.66±0.00
	庚酸乙酯	14.01	2.98±0.00	1.57±0.00	1.48±0.00	1.27±0.00	2.04±0.00
	辛酸乙酯	16.93	4.49±0.01	2.57±0.00	1.95±0.01	1.40±0.00	2.52±0.01
	乙酸苯乙酯	18.58	5.51±0.01	2.90±0.00	3.58±0.02	2.13±0.01	3.61±0.01
	环丁烷羧酸 3-甲基丁酯	11.93	0.29±0.00	0.26±0.00	0.23±0.00	0.42±0.00	0.38±0.00
	乙酸(二乙氧基)甲酯	10.43	4.67±0.05	2.60±0.02	11.42±0.06	13.91±0.09	11.49±0.06
吡嗪类	2,6-二甲基吡嗪	8.36	9.89±0.01	8.61±0.01	14.29±0.01	14.65±0.01	13.08±0.01
	2-乙基-5-甲基吡嗪	11.07	5.52±0.01	4.22±0.00	6.16±0.00	3.95±0.00	3.89±0.00
	2,3,5-三甲基吡嗪	11.04	5.59±0.01	4.08±0.00	6.16±0.00	3.89±0.00	3.86±0.00
	3-乙基 2,5-二甲基吡嗪	13.33	2.08±0.00	2.16±0.00	2.77±0.00	1.68±0.00	1.65±0.00
烷烃类	1-氯-3-甲基-丁烷	4.75	0.40±0.00	0.22±0.00	0.27±0.00	0.47±0.00	0.94±0.00
	十四烷	22.58	1.57±0.00	0.98±0.00	0.93±0.00	1.82±0.00	3.71±0.01
	1-乙基-2-丙基-环己烷	20.15	0.34±0.00	0.16±0.00	0.11±0.00	0.33±0.00	0.65±0.00
呋喃类	2,2'-亚乙撑双(5-甲基呋喃)	18.47	1.69±0.00	0.63±0.00	0.42±0.00	1.78±0.00	3.43±0.00
	2-正-己基呋喃	10.75	0.47±0.00	0.96±0.00	1.11±0.00	1.84±0.00	1.46±0.00
酮类	2-羟基-5-甲基苯乙酮	20.12	2.01±0.00	1.83±0.00	2.39±0.01	1.04±0.00	0.98±0.00
	2-庚酮	7.73	1.62±0.00	1.08±0.00	1.16±0.00	1.74±0.00	2.39±0.00
萜类	(±)-3-萜烯-2,5-二酮	17.08	7.19±0.04	4.13±0.00	/	/	0.09±0.00
噻吩类	2-乙酰基噻吩	19.93	0.17±0.00	0.09±0.00	0.04±0.00	0.17±0.00	0.31±0.00
其他	2-氯-2-硝基-丙烷	3.79	13.10±0.00	14.64±0.05	11.11±0.01	15.60±0.02	16.21±0.02

结果显示, 5 种莲蓉馅料的挥发性成分组成类似, 其中醛类 (18.38%~36.45%)、酯类 (9.97%~23.88%) 和吡嗪类 (19.07%~29.38%) 的化合物含量较多, 是主要的挥发性物质。醛类化合物多来源于脂质的自动氧化、 β -氧化和氨基酸的降解^[7]。由于莲蓉馅料的制备加入了大量的花生油, 在加工过程中油脂发生氧化反应降解生成醛类物质。莲蓉馅料中检测到的醛类化合物有己醛、糠醛、(Z)-2-庚烯醛、苯甲醛、正壬醛、E,E-2,4-癸二烯醛和 3-甲基苯甲醛, 其中糠醛只有在 C2 中检测到。酯类物质是由醇类化合物和游离脂肪酸反应而成, 大多酯类化合物的呈味阈值较高, 由长链脂肪酸生成的酯类化合物主要呈现为油脂的香味, 而短链脂肪酸生成的酯类化合物则呈现花、果香味的气味特征^[8]。被检测到的酯类物质有苯甲酸甲酯、庚酸乙酯、辛酸乙酯、乙酸苯乙酯、环丁烷羧酸 3-甲基丁酯和乙酸(二乙氧基)甲酯。吡嗪类和呋喃类化合物都是杂环类化合物, 其有着较低的呈味阈值, 是食品中

常见的风味化合物, 主要来源于食品加工过程中糖和氨基酸的美拉德反应, 以及硫胺素和氨基酸的自身的降解, 多数具有典型的烘烤香味^[9,10]。被检测到的吡嗪类化合物有 2,6-二甲基吡嗪、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。由此可知, 莲蓉馅料的呈香物质主要来源于生产工艺中的脂肪氧化、美拉德反应和风味前体物质降解等化学反应, 构成了莲蓉馅料的特征风味。

2.2 挥发性成分主成分分析

PCA 能对多维度的复杂数据进行降维处理, 以少数变量的数据表达出原始数据的大部分信息^[11]。对 5 种莲蓉馅料挥发性成分的峰强进行 PCA 分析, 其二维空间分布图如图 7。

PCA 分析中提取了 2 个主成分, 其方差贡献率分别为 44.83% 和 21.12%, 累计方差贡献率达 65.95%, 说明原始数据的大部分信息能够被这两个主成分解

释,可反映出不同莲蓉馅料挥发性成分的组间与组内关系。上述样品的组内距离接近,说明同类样品的不同批次间的挥发性物质组成类似,产品品质稳定性高,试验重复性较好。总体上,5种莲蓉馅料在PCA二维图中能明显区分,C1、C2、C4和C5在第一主成分中的距离较分散,表明这4种莲蓉馅料的差异主要体现在PC1中,C3与其他样品差异主要体现在PC2中。C2和C3有局部的重叠,说明两种莲蓉馅料的挥发性成分存在一定的相似性。

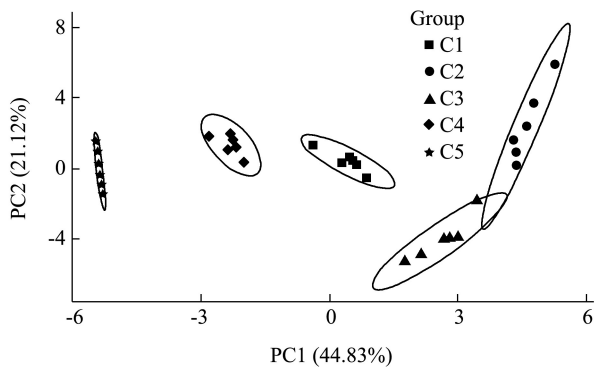


图7 不同莲蓉馅料的PCA分析

Fig.7 PCA analysis of different lotus seed paste fillings

2.3 5种莲蓉馅料挥发性成分差异分析

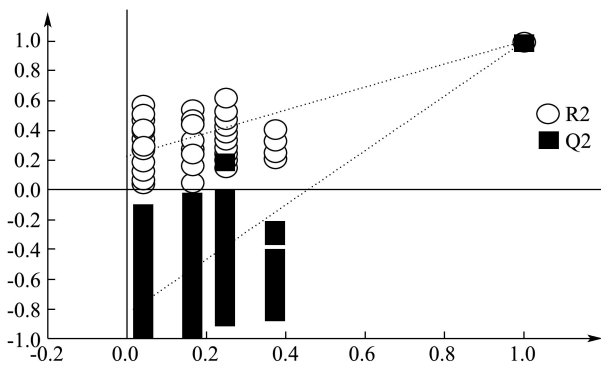


图8 不同莲蓉馅料挥发性物质的PLS-DA Permutations图

Fig.8 PLS-DA Permutations of volatile components of different lotus seed paste fillings

偏最小二乘判别分析(PLS-DA)能够将X矩阵信息分解成与Y相关和不相关的两类信息,通过去除不相关的差异来筛选差异变量,找到不同莲蓉馅料的挥发性差异代谢物^[12]。利用SIMCA软件对不同莲蓉馅料挥发性成分建立PLS-DA模型进行分析。模型中R2表示模型的拟合程度,Q2表示模型对新数据的预测能力。一般来说,R2和Q2越接近1说明模型越好。本实验所构建的PLS-DA模型里,Q2为0.97,R2X为0.97,R2Y为0.98,模型稳定且预测能力高。用置换检验法评估模型的有效性,如图3所示。所建模型的Q2始终大于随机模型的Q2,且截距<0,说明模型

没有过拟合的情况,可以作为评价不同莲蓉馅料挥发性物质差异的模型。

如图9所示,PLS-DA模型中的变量投影重要性值(VIP)可以表示为各挥发性物质对于5种莲蓉馅料的差异贡献度,物质VIP值越大,对莲蓉馅料的差异贡献程度越大。选取VIP值>1的挥发性物质作为主要差异物质(图9中红色部分),分别为糠醛、E,E-2,4-癸二烯醛、(±)-3-萜烯-2,5-二酮、乙酸(二乙氧基)甲酯、2-氯-2-硝基-丙烷、苯甲醛、正壬醛、2,6-二甲基吡嗪、3-甲基苯甲醛和十四烷,共10种挥发性物质。

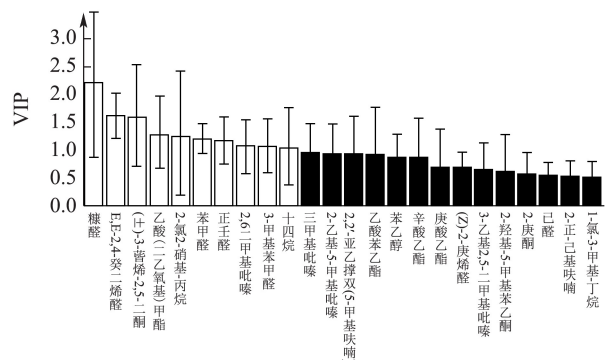


图9 不同莲蓉馅料挥发性物质的VIP图

Fig.9 VIP of volatile components of different lotus seed paste fillings

对上述VIP>1的10种物质进行单因素方差分析,保留具有显著性差异($p<0.01$)的挥发性物质,进一步在不同种莲蓉馅料样品中筛选出8种重要差异物质,分别为:糠醛、E,E-2,4-癸二烯醛、(±)-3-萜烯-2,5-二酮、苯甲醛、正壬醛、2,6-二甲基吡嗪、3-甲基苯甲醛和十四烷。如图10所示,利用聚类热图对上述重要差异物质进行可视化分析,得出C1莲蓉馅料的标志挥发性物质为(±)-3-萜烯-2,5-二酮,C2为糠醛,C3为E,E-2,4-癸二烯醛和苯甲醛、C4为正壬醛、C5为十四烷。

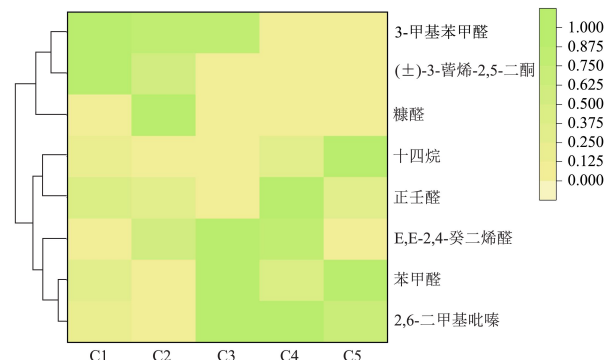


图10 不同莲蓉馅料差异挥发性物质热图

Fig.10 Heat maps of volatile components of different lotus seed paste fillings

表 2 不同莲蓉馅料主要挥发性风味成分的相对风味活度值

Table 2 Relative odor activity value of main volatile flavor components in different lotus seed paste fillings

物质	气味特性	阈值/(mg/kg)	ROAV				
			C1	C2	C3	C4	C5
1-辛醇	果香、甜香 ^[13]	0.054	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
苯乙醇	玫瑰花香、面包香 ^[14]	0.045	0.25	0.12	0.07	0.08	0.21
己醛	青草香 ^[15]	0.0075	0.26	0.08	0.09	0.16	0.43
糠醛	焦香、辛香 ^[14]	8	/	<0.01	/	/	/
(Z)-2-庚烯醛		0.15	0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.01
苯甲醛	烤坚果香 ^[14]	0.3	0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.02
正壬醛	咸味、柑橘香 ^[14]	0.0035	0.56	0.27	0.15	0.34	0.50
E,E-2,4-癸二烯醛	绿叶味、油脂香、鸡肉香、洋葱香 ^[16]	0.00005	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00
苯甲酸甲酯	浓甜香、李子香、黑加仑果香 ^[17]	0.028	0.01	<0.01	<0.01	<0.01	0.03
庚酸乙酯	菠萝香、花香 ^[18]	0.17	0.02	<0.01	<0.01	<0.01	0.01
辛酸乙酯	菠萝香、苹果香、花香、蜡质味、茴香、甜香、脂肪味、绿叶味 ^[19]	0.0001	53.71	16.20	8.64	7.06	29.86
乙酸苯乙酯	玫瑰花香、蜂蜜香 ^[20]	0.02	0.33	0.09	0.08	0.05	0.21
2,6-二甲基吡嗪	可可香、烤坚果香 ^[21]	10	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
2-乙基-5-甲基吡嗪	咖啡香、烤坚果香 ^[15]	1	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
2,3,5-三甲基吡嗪	坚果香、泥土味 ^[22]	0.071	0.09	0.04	0.04	0.08	0.06
3-乙基 2,5-二甲基吡嗪	烤坚果香 ^[20]	0.079	0.03	0.02	0.02	0.01	0.02
十四烷	玉米香、爆米花香、花香 ^[23]	300-400	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
2-正-己基吡喃	肉香味、油脂香 ^[24]	/	/	/	/	/	/
2-庚酮	果香、甜香、奶酪香 ^[20]	0.86	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01
2-乙酰基噻吩	硫磺味、核桃香 ^[25]	0.00008	2.54	0.71	0.22	1.07	4.59

2.4 5种莲蓉馅料主要挥发性化合物香气特征分析

挥发性化合物对风味的影响由物质含量与呈味阈值共同决定,相对气味活度值(ROAV)能相对反映出风味成分在产品中的风味贡献程度,一般认为ROAV>1的风味成分为关键风味物质,而ROAV>0.1的风味成分为辅助修饰风味物质^[11]。查阅文献获得莲蓉馅料中各风味化合物的呈味阈值,并计算出ROAV值^[11]。定义E,E-2,4-癸二烯醛的相对气味活度值为100,其余风味物质的ROVA值如表2所示。

莲蓉馅料中醛类化合物的累积香气值为100.24~100.96,酯类为7.11~54.07、噻吩类为0.22~4.59,其中关键性风味物质有E,E-2,4-癸二烯醛、辛酸乙酯和2-乙酰基噻吩,奠定了莲蓉的主要风味基调。而苯乙醇、己醛、正壬醛、乙酸苯乙酯则起到了辅助修饰莲蓉馅料风味的作用。据报道,E,E-2,4-癸二烯醛具有鸡肉香味和油脂香味,是亚油酸降解的主要产物^[26]。其在热反应体系中能降解生成醛类化合物,

如莲蓉馅料中的己醛和苯甲醛,这些醛类物质可以继续与莲蓉馅料中美拉德中间产物发生反应,生成愉悦的呈香物质;辛酸乙酯在C1中的ROAV值为53.71,明显高于其他4种莲蓉馅料。其具有类似菠萝、苹果和雪梨等气味的呈味特征,常被报道存在于多种水果和酒类中,是菠萝、啤酒的主要风味物质之一^[27]。也有报道称辛酸乙酯能提升玫瑰精油的整体香气^[28];2-乙酰基噻吩是一种具有核桃、硫磺气味特征的含硫化合物,由核糖和半胱氨酸发生美拉德反应产生。有报道它也是肉类食品中风味贡献物质之一^[29]。

糠醛只有在C2中被检测出,是一种由美拉德反应生成的风味物质,具有烤面包、焦香和辛香的气味特征^[30]。可能是由于C2莲蓉馅料在制备过程中添加了焦糖,从而引入了戊糖发生美拉德反应生成糠醛。据报道,莲蓉馅料中的正辛醇、苯乙醇、己醛、糠醛、苯甲醛、正壬醛、E,E-2,4-癸二烯醛、2-乙基-5-甲基吡嗪、2,3,5-三甲基吡嗪、3-乙基 2,5-二甲基吡嗪和2-庚酮在花生油中被检测出,这些化合物共同赋予了莲蓉馅料类似于花生油的香气特征^[31,32]。而正辛醇、苯乙醇、己醛、苯甲醛和十四烷则在莲子芯中检测到^[33]。

由于5种莲蓉馅料中的挥发性物质有着不一样的呈味贡献,导致每一种莲蓉都有着独特的香气特征。基于莲蓉馅料的呈香物质(ROVA>0.01)和重要差异物质,两者的共有部分可被认为是影响莲蓉馅料呈香特性的关键物质(图11),分别是E,E-2,4-癸二烯醛、正壬醛和苯甲醛。可见,影响莲蓉馅料风味的主要风味物质是醛类化合物。

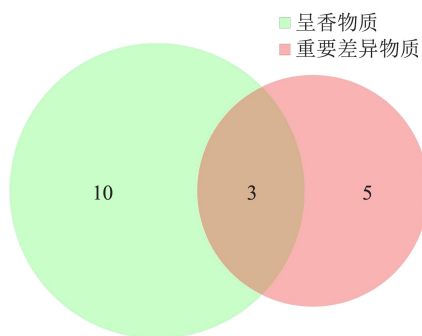


图11 影响莲蓉馅料呈香特性的物质 Venn 图

Fig.11 Venn diagram of components affecting the aroma characteristics of lotus seed paste fillings

3 结论

研究采用HS-SPME-GC-MS/MS技术比较分析了5种常见莲蓉馅料产品的挥发性成分,发现其挥发性物质的种类相似,主要差异物质是糠醛、E,E-2,4-癸二烯醛、(±)-3-萜烯-2,5-二酮、苯甲醛、正壬醛、2,6-二甲基吡嗪、3-甲基苯甲醛和十四烷。由莲蓉馅料挥发性成分的ROVA值可知,其关键性风味物质有E,E-2,4-癸二烯醛、辛酸乙酯和2-乙酰基噻吩,而苯乙醇、己醛、正壬醛、乙酸苯乙酯则起到了辅助修饰莲蓉馅料呈味的作用。通过绘制主要差异物质与呈味物质的韦恩图,发现E,E-2,4-癸二烯醛、正壬醛和苯甲醛的相对含量差异是影响莲蓉馅料呈香差异的主要原因。本研究从挥发性物质的角度,分析了不同莲蓉馅料香气差异的来源,为莲蓉馅料的风味特征研究和品质评价标准建立提供参考数据。

参考文献

- [1] 肖海辉,黄清意,李志成,等.莲蓉月饼的研究现状[J].农产品加工,2019,19:90-93
XIAO Haihui, HUANG Qingyi, LI Zhicheng, et al. The research status of lotus seed moon cake [J]. Farm Products Processing, 2019, 19: 90-93
- [2] 刁小琴,孙薇婷,徐筱君,等.肉制品风味物质分析及其在加工中变化的研究进展[J].食品安全质量检测学报,2021,12(8):2991-2999
DIAO Xiaoqin, SUN Weiting, XU Xiaojun, et al. Research progress on analysis of flavor compounds in meat products and their changes during processing [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2021, 12(8): 2991-2999
- [3] 王玉牛.馅料制备和烘烤过程对广式莲蓉月饼品质影响的研究[D].广州:华南理工大学,2011
WANG Yuniu. Study on the effects of lotus-seed-paste preparing and baking process influencing the qualities of Cantonese lotus-seed-paste moon cakes [D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2011
- [4] 王藤,施娅楠,李祥,等.SPME-GC-MS 结合 ROAV 分析腌制时间对大河乌猪火腿挥发性风味物质的影响[J].食品工业科技,2021,42(18):317-324
WANG Teng, SHI Ya'nan, LI Xiang, et al. Analysis of the effect of curing time on the volatile flavor compounds of Dahe black pig ham by SPME-GC-MS and ROAV [J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(18): 317-324
- [5] Yingzheng Yao, Siyi Pan, Gang Fan, et al. Evaluation of volatile profile of Sichuan Dongcai, a traditional salted vegetable, by SPME-GC-MS and E-nose [J]. LWT - Food Science and Technology, 2015, 64(2): 528-535
- [6] Attchelouwa Constant K, N'guessan Florent K, Marcotte Stephane, et al. Characterisation of volatile compounds associated to sensory changes during the storage of traditional sorghum beer by HS-GC/FID and SPME-GC/MS [J]. Journal of Agriculture and Food Research, 2020, 2: 100088
- [7] Yu Meijuan, Xiang Xiaole, Tan Huan, et al. Potential correlation between volatiles and microbiome of Xiangxi sausages from four different regions [J]. Food Research International (Ottawa, Ont.), 2021, 139(2): 109943
- [8] 朱文政,严顺阳,徐艳,等.顶空固相微萃取-气质联用分析不同烹制时间红烧肉挥发性风味成分[J].食品与发酵工业,2021,47(2):247-253
ZHU Wenzheng, YAN Shunyang, XU Yan, et al. Analysis of volatile flavor components of braised pork with different cooking time by SPME-GC-MS [J]. Food and Fermentation Industries, 2021, 47(2): 247-253
- [9] 周瑜,陈舜胜.利用大口黑鲈加工上海熏鱼的工艺及风味特点[J/OL].水产学报:1-15[2021-08-24].http://kns.cnki.net/kcms/detail/31.1283.S.20210702.1643.006.html
ZHOU Yu, CHEN Shunsheng. Processing technology and flavor characteristics of Shanghai smoked fish (*Micropterus salmoides*) [J/OL]. Journal of Fisheries China: 1-15[2021-08-24].http://kns.cnki.net/kcms/detail/31.1283.S.20210702.1643.006.html

- [10] 李学杰,宋焕禄,王中江,等.基于 SPME-GC-O-MS 及质构分析对烤牛肉和植物蛋白肉的感官品质探究[J].食品工业科技,2021,42(12):8-18
LI Xuejie, SONG Huanlu, WANG Zhongjiang, et al. Research on sensory quality of roasted beef and plant-based meat analogues based on SPME-GC-O-MS and texture analysis [J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(12): 8-18
- [11] 林良静,蔡惠钿,包涵,等.潮汕特色佛手香黄的特征挥发性风味成分分析[J].现代食品科技,2021,37(7):238-249
LIN Liangjing, CAI Huidian, BAO Han, et al. Analysis of the key volatile flavor components of Lao-Xiang-Huang preserved in Chaozhou area [J]. Modern Food Science and Technology, 2021, 37(7): 238-249
- [12] 王永瑞,柏霜,罗瑞明,等.基于电子鼻、GC-MS结合化学计量学方法鉴别烤羊肉掺假[J].食品科学,2022,43(4):291-298
WANG Yongrui, BAI Shuang, LUO Ruiming, et al. Identification of adulteration of roast mutton based on electronic nose, GC-MS combined with chemometric methods [J]. Food Science, 2022, 43(4): 291-298
- [13] Mércia de Sousa Galvão, Narendra Narain, Maria do Socorro Porto dos Santos, et al. Volatile compounds and descriptive odor attributes in umbu (*Spondias tuberosa*) fruits during maturation [J]. Food Research International, 2011, 44(7): 1919-1926
- [14] 林洪斌,毕小鹏,方佳兴,等.郟县豆瓣挥发性物质变化规律及特征香气物质形成机理[J].食品科学,2020,41(2):259-266
LIN Hongbin, BI Xiaopeng, FANG Jiaxing, et al. Pattern of variations in volatile substances and formation mechanism of characteristic aroma substances in pixian broad-bean paste. [J]. Food Science, 2020, 41(2): 259-266
- [15] Spychaj Radosław, Kucharska Alicja Z, Szumny Antoni, et al. Potential valorization of cornelian cherry (*Cornus mas* L.) stones: roasting and extraction of bioactive and volatile compounds [J]. Food Chemistry, 2021, 358(9): 129802
- [16] Shuang Bi, Aojidong Wang, Yanping Wang, et al. Effect of cooking on aroma profiles of Chinese foxtail millet (*Setaria italica*) and correlation with sensory quality [J]. Food Chemistry, 2019, 289: 680-692
- [17] Api A M, Belsito D, Botelho D, et al. RIFM fragrance ingredient safety assessment, methyl benzoate, CAS registry number 93-58-3 [J]. Food and Chemical Toxicology, 2018, 122: S218-S224
- [18] Kliks J, Kawa-Rygielska J, Gasiński A, et al. Changes in the volatile composition of apple and apple/pear ciders affected by the different dilution rates in the continuous fermentation system [J]. LWT, 2021, 147: 111630
- [19] Yao H, Jin X, Feng M, et al. Evolution of volatile profile and aroma potential of table grape Hutai-8 during berry ripening [J]. Food Research International, 2021, 143: 110330
- [20] Calva-Estrada S J, Utrilla-Vázquez M, Vallejo-Cardona A, et al. Thermal properties and volatile compounds profile of commercial dark-chocolates from different genotypes of cocoa beans (*Theobroma cacao* L.) from Latin America [J]. Food Research International, 2020, 136: 109594
- [21] Zhuang J, Xiao Q, Feng T, et al. Comparative flavor profile analysis of four different varieties of Boletus mushrooms by instrumental and sensory techniques [J]. Food Research International, 2020, 136: 109485
- [22] Goh, Pua, Liu, et al. Characterisation of volatile and non-volatile compounds in pomelo by gas chromatography-olfactometry, gas chromatography and liquid chromatography-quadrupole time-of-flight mass spectrometry [J]. Journal of Essential Oil Research, 2020, 32(2): 132-143
- [23] Dias L G, Hacke A, Bergara S F, et al. Identification of volatiles and odor-active compounds of aromatic rice by OSME analysis and SPME/GC-MS [J]. Food Research International, 2021, 142: 110206
- [24] Shi X, Zhang X, Song S, et al. Identification of characteristic flavour precursors from enzymatic hydrolysis-mild thermal oxidation tallow by descriptive sensory analysis and gas chromatography-olfactometry and partial least squares regression [J]. Journal of Chromatography B, 2013, 913-914: 69-76
- [25] Feng Y, Cai Y, Fu X, et al. Comparison of aroma-active compounds in broiler broth and native chicken broth by aroma extract dilution analysis (AEDA), odor activity value (OAV) and omission experiment [J]. Food Chemistry, 2018, 265: 274-280
- [26] 刘丽微,白卫东,钱敏.2,4-癸二烯醛在肉味香精中作用机制的研究进展[J].香料香精化妆品,2011,6:33-36,16
LIU Liwei, BAI Weidong, QIAN Min. The progress on study of the mechanism of 2,4-decadienal in meat flavor [J]. Flavour Fragrance Cosmetics, 2011, 6: 33-36, 16
- [27] 孙佳懿,康文怀,李慧,等.桑葚果酒发酵过程中的香气成分变化[J].现代食品科技,2020,36(8):307-316,201
SUN Jiayie, KANG Wenhui, LI Hui, et al. Changes of aroma composition during fermentation of mulberry wine [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(8): 307-316, 201

(下转第 204 页)