

山核桃仁最佳烘烤条件的研究

李 丽, 赵 鑫, 高彦祥, 袁 芳*

(中国农业大学食品科学与营养工程学院, 北京 100083)

摘要:利用顶空固相微萃取(HS-SPME)、气相色谱-质谱(GC-MS)方法对不同烘烤条件下山核桃仁挥发性成分的种类及含量的变化进行了测定,通过对各条件下各吡嗪类化合物等关键致香成分(2-甲基吡嗪、2-乙基-6-甲基吡嗪、2-乙基-5-甲基吡嗪、乙基吡嗪)含量的对比分析,并结合感官评价,探讨了烘焙工艺对烤山核桃仁挥发性风味的影响。实验结果表明,山核桃仁的最佳烘烤条件为:温度 140℃,烘烤时间 20min。

关键词:山核桃仁,烘烤条件,香气成分,GC-MS,感官评价

Study on the optimum roasting conditions of *Carya Cathayensis* Sarg

LI Li, ZHAO Xin, GAO Yan-xiang, YUAN Fang*

(College of Food Science & Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China)

Abstract: The aroma components of *Carya Cathayensis* Sarg at different roasted conditions were analyzed by SPME separated and identified by GC-MS. The best roasting conditions were obtained as roasting at 140℃ for 20 minutes by comparing the content of key aroma components (such as 2-methyl-pyrazine, 2-ethyl, 6-methyl-pyrazine, 2-ethyl, 5-methyl-pyrazine, ethyl-pyrazine and so on) at different roasted conditions, and combining sensory evaluation.

Key words: *Carya Cathayensis* Sarg; roasted conditions; aroma components; GC-MS; sensory evaluation

中图分类号: TS255.6

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2012)02-0243-04

山核桃(*Carya Cathayensis* Sarg), 坚果的一种, 属胡桃科山核桃属, 它的果实山核桃核仁松脆味甘, 富含蛋白质及人体所需的微量元素, 是一种健康的食品。坚果的食用方法中, 较为常见的为烘烤, 即运用焙烤工艺把生的坚果制成可食用的干果。在此高温处理过程中, 坚果中的化学物质发生反应, 以美拉德反应及各种分解反应为主, 生成一系列香气物质; 如果烘烤条件剧烈, 还易发生焦糖化反应, 产生糊味。而这些香气物质与焙烤后坚果的口感与香味有关, 所以将焙烤工艺与坚果所产生的香气物质联系起来, 有助于坚果焙烤工艺的研究^[1]。对于山核桃的焙烤工艺, 国内外还未见文献报道。本研究将山核桃核仁进行不同温度、时间组合条件的烘烤, 并采用气质联用分析方法和感官评价方法对烘烤后的山核桃仁的香气进行综合分析, 找出最佳的烘烤工艺, 为进一步开发山核桃烘烤食品及工业化生产提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

山核桃仁 购自浙江临安; 正己烷、苯乙酮 均为色谱纯试剂。

DVB/CAR/PDMS (50/30μm 的二乙烯基苯 Carboxen™ 的涂层于聚二甲基硅氧烷上) 萃取头(纤

维长 1cm), 手动 SPME 手柄 美国 Supelco; GC 6890-MS 5973N 型气相色谱-质谱联用仪 美国 Agilent; DHG 9140A 型电热恒温鼓风干燥箱; Galanz KWS1319LQ-F2(XS) 型电烤箱; AR1140 型精密电子天平(精确至 0.0001g) 等。

1.2 实验方法

1.2.1 山核桃仁的烘烤 本实验使用电烤箱烘烤山核桃仁, 在 120、130、140、150、160℃ 的温度下, 分别焙烤 5、10、15、20、25min, 每次烘烤 30g。所有样品在进行香气成分分析、感官评价和水分测定前立即装入棕色玻璃瓶内, 于-18℃ 保存 2h 以上, 使用粉碎机进行粉碎并马上装入棕色玻璃瓶中, 于 4℃ 保存备用。

1.2.2 样品的感官评价 调整冷藏的样品, 使每份的物料顶端与瓶口距离均相等。选 10 位有感官评价经验的评价员, 以表 1 为标准, 对处理好的山核桃仁粉末的香气进行评分。

1.2.3 香气成分分析 将萃取头在气相色谱进样口老化, 载气体积流量设定为 1.5mL/min。将焙烤后的山核桃粉分装于 15mL 的聚四氟乙烯/硅胶隔垫、开孔盖的棕色样品瓶中, 于 70℃ 水浴中预先恒温平衡 10min, 然后将老化的萃取纤维裸露于样品上方萃取 60min 后, 热解析进样分析挥发性物质。

固相微萃取纤维在 270℃ 的气相进样口不分流模式解吸 10min。挥发性物质的分离采用 DB-5ms 毛细管色谱柱 (60m × 0.32mm × 0.5μm)。载气 He, 流速 1.5mL/min, 恒流模式; 起始柱温 30℃, 以 7℃/min 升至 130℃, 再以 3℃/min 升至 180℃, 保留

收稿日期: 2011-03-01 * 通讯联系人

作者简介: 李丽(1985-), 女, 在读硕士研究生, 主要从事天然产物提取与食品添加剂研究。

1min,最后以 10℃/min 升至 240℃,保留 5min。质谱条件:接口温度 280℃,离子源温度 230℃,四极杆温度 150℃,电离方式 EI,电离电压 70eV,灯丝电流 36mA,m/z 扫描范围 20~380amu。根据相同条件下 C6,C7,C8~C20 正构烷烃的分析结果计算挥发性产物的线性保留指数(linear retention index,LRI)。挥发性产物经计算机检索后初步与 NIST 98 和 Wiley 7N 数据库匹配定性,并尽可能根据标准品或文献报道的线性保留指数进行验证。

表 1 感官评价标准

Table 1 Standard of sensory evaluation

分值(分)	评价标准
8~10	香气浓厚,明显炒香味,直冲感强,无糊味
6~7	香气较浓,无糊味
4~5	香气较淡,或者略有糊味
1~3	香气很淡,或者糊味较重

2 结果与分析

2.1 感官评价结果

表 2 为山核桃在不同烘烤温度和烘烤时间组合下的感官评定得分。以 140℃ 为界,温度低于 140℃ 时,随着烘烤时间的延长,美拉德反应不断增强,烘烤山核桃香气逐渐变浓郁,得分越高;温度高于 140℃ 时,得分随着烘烤时间的延长而降低,因为随着烘烤时间的不断增加,焦糖化反应加剧,到一定程度时产生焦糊味,如 140℃ 烘烤 25min 时、150℃ 和 160℃ 烘烤各 20min 时,都产生了令人不愉快的糊味。

表 2 不同烘烤温度、烘烤时间组合下的感官评定得分

Table 2 Sensory evaluation score of different baking temperature and time

烘烤温度 (℃)	烘烤时间(min)				
	5	10	15	20	25
160	72.5	78	61	51	39.5
150	62	71.5	70.5	55	55
140	74.5	78	78	84	65.5
130	62.5	64	70	74	82
120	55	60.5	63.5	72	80

为了进一步确定各温度下最佳焙烤风味之间的差别,再次请感官评价员对 160℃ 10min、150℃ 10min、140℃ 20min、130℃ 25min 及 120℃ 25min 的山核桃重新进行了风味评定,最终评定结果如表 3。

表 3 最终感官评定得分及排序

Table 3 Final sensory evaluation score and ranking

项目	温度(℃)				
	140	130	150	160	120
时间(min)	20	25	10	10	25
得分	86	83	79	75	70
风味排序	1	2	3	4	5

经最终感官评定,得到在 140℃、20min 条件下烘烤的样品具有最佳的风味,主要特征为:烤山核桃香浓郁,直冲感强,无焦糊味。

2.2 香气物质分析与对比

单一的某种成分不能完全代表烘烤山核桃仁的整体香气,各类成分相辅相成,在最适当的比例下衬托最佳的烘烤山核桃味,但因所含的吡嗪类化合物

是坚果烘烤过程中产生的具有烤食香气的关键致香成分^[4],则可对不同烘烤条件下,其所含吡嗪类化合物的种类及含量进行对比和分析,从而找出最佳的烘烤条件,对比结果如图 1~图 5 所示。

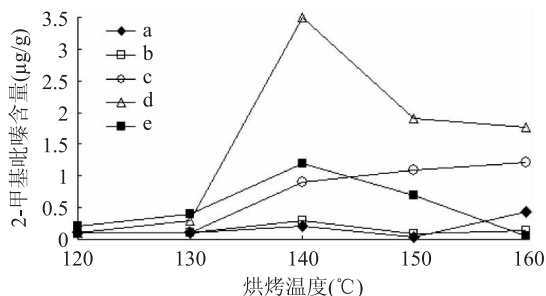


图 1 烘烤条件对 2-甲基吡嗪含量的影响

Fig.1 The effect of roasting conditions to the content of 2-methyl-pyrazine

注:a;5min;b;10min;c;15min;d;20min;e;25min;图 2~图 5 同。

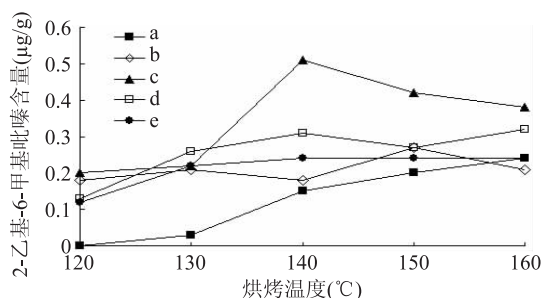


图 2 烘烤条件对 2-乙基-6-甲基吡嗪含量的影响

Fig.2 The effect of roasting conditions to the content of 2-ethyl,6-methyl-pyrazine

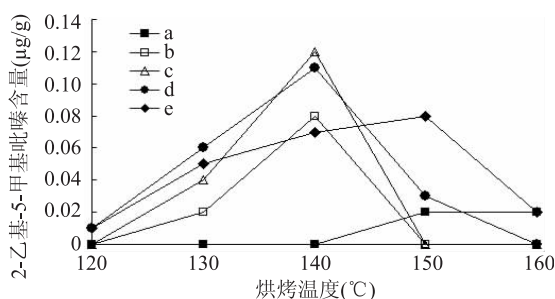


图 3 烘烤条件对 2-乙基-5-甲基吡嗪含量的影响

Fig.3 The effect of roasting conditions to the content of 2-ethyl,5-methyl-pyrazine

由图 1~图 5 可知,在各温度下,烘烤 20、25min 时各种吡嗪类化合物含量呈先增加后下降的趋势,而烘烤 5、10、15min 时,各种吡嗪类化合物含量(除 2-乙基-5 甲基吡嗪)随温度升高先增加,但到 140℃ 后含量变化不明显或略有下降。140℃ 烘烤 20min 时山核桃仁中所含吡嗪类化合物含量最高,最具烘烤食品的香气。此外,由图可知,该条件下山核桃仁中不饱和醛类的含量也远高于其他条件,如正己醛、苯甲醛及苯乙醛等化合物都具有烘烤坚果的香气特征^[5]。再结合感官评定结果,则可得烘烤山核桃仁的最佳条件为:温度 140℃,烘烤时间 20min。

表4 山核桃仁在140℃烘烤20min时香气物质的部分分析结果

Table 4 The aroma components analysis results of *Carya Cathayensis* Sarg in 140℃ baking 20min

保留时间 (min)	化合物	分子量	RI	相似度 (%)	气味特征
4.98	3-甲基正丁醛 Butanal, 3-methyl-	86	642	87	杏仁香、巧克力香
5.10	2-甲基正丁醛 Butanal, 2-methyl-	86	652	72	果香、坚果香、巧克力香
5.43	2,3-戊二酮 2,3-Pentanedione	100	670	78	白脱、芝士、油脂香气
7.33	正己醛 Hexanal	100	800	90	油脂、坚果香
7.98	2-甲基吡嗪 Pyrazine, 2-methyl-	94	833	91	浓郁的烤坚果香
8.11	糠醛 Furfural 821 850	96	830	91	焦糖香, 有烘烤食品的气味
10.24	2,5-二甲基吡嗪 Pyrazine, 2,5-dimethyl-	108	925	90	土豆片似的特有香气
10.35	乙基吡嗪 Pyrazine, ethyl-	108	924	86	黄油味、朗姆酒香气
10.42	2,3-二甲基吡嗪 Pyrazine, 2,3-dimethyl-	108	930	59	坚果香、烤香、巧克力香
11.54	5-甲基糠醛 Furfural, 5-methyl-	110	942	91	微麻油香味
11.74	苯甲醛 Benzaldehyde	106	957	90	杏仁香, 坚果香, 水果香
11.93	1-辛烯-3-醇 1-Octen-3-ol 979 974	128	980	95	甜香、蘑菇香、油腻气息
12.56	2-乙基-5-甲基吡嗪 Pyrazine, 2-ethyl, 5-methyl-	122	997	60	坚果香气
12.61	辛醛 Octanal	128	1005	76	脂肪味、果香
12.70	2-乙基-6-甲基吡嗪 Pyrazine, 2-ethyl, 6-methyl-	122	1008	84	热加工食品香味
12.90	2,4-庚二烯醛 2,4-Heptadienal 968	110	996	60	脂肪味、坚果香气
13.92	苯乙醛 Phenylacetaldehyde 1058 1048	120	1045	76	玫瑰杏仁底蕴、甜味
15.47	壬醛 Nonanal 1159 1110	142	1107	90	蜡香、脂肪香、花香

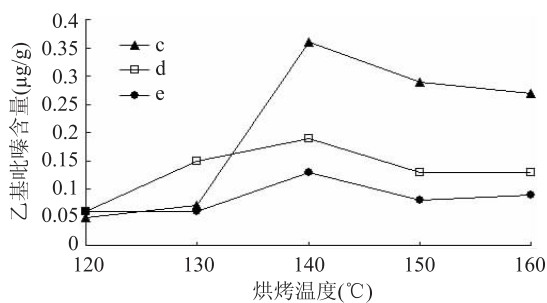


图4 烘烤条件对乙基吡嗪含量的影响

Fig.4 The effect of roasting conditions to the content of ethyl-pyrazine

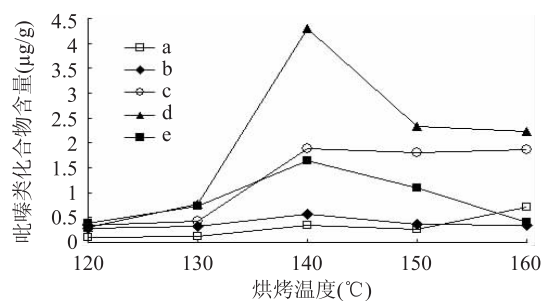


图5 烘烤条件对吡嗪类化合物总含量的影响

Fig.5 The effect of roasting conditions to the total content of pyrazine compounds

未烘烤山核桃的主要呈香物质是醇类和一些醛、烃类化合物,烘烤山核桃相比未烘烤山核桃,增加了很多具有烘烤食品特性的呈香物质。140℃烘烤20min时山核桃仁经GC-MS分析后所得的总离子流色谱图如图6所示,表4为鉴定出的烘烤山核桃仁的部分香气物质。吡嗪类化合物是许多烘烤制品,如烤花生、面包中的主要香味成分,许多糖氨模拟反应系统已证明其主要由美拉德反应产生,且吡

嗪环上的碳主要来自于糖类,而氮则来自于氨基酸^[2]。几种醛类都具有烘烤坚果的香气特征,如糠醛和5-甲基-糠醛是烘烤食品中特有的重要风味成分,能赋予烘烤大米以杏仁和焦烤气味。

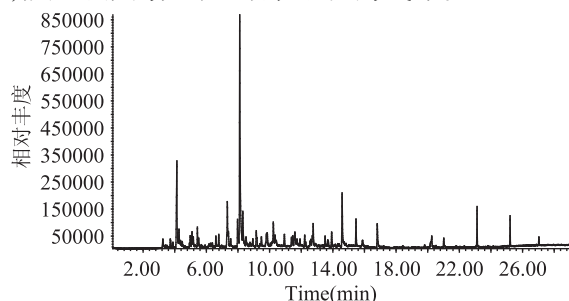


图6 山核桃仁在140℃烘烤20min时的总离子流色谱图

Fig.6 Total ion flow chromatogram of *Carya Cathayensis* Sarg in 140℃ baking 20min

2.3 水分含量

表5表明,在同一烘烤温度下,山核桃仁的水分含量随烘烤时间的增长而降低;而在同样的烘烤时间下,山核桃仁的水分含量随烘烤温度的升高而降低。在140℃和160℃下烘烤25min后,水分含量的数值均比其20min的值要高,分析其原因可能为,样品在105℃的烘箱中测水分含量时,残留的水分在短时间内已经蒸发完全,甚至还发生了不饱和脂肪酸的大量氧化,造成了重量略有增加,这也说明了在140、160℃下烘烤25min的山核桃仁,不饱和脂肪酸有了一定程度的损失^[1]。

3 结论

首次对烘烤山核桃仁中的香气成分进行分析,找出了烘烤过程中产生的关键致香成分:2-甲基吡嗪、2-乙基-6-甲基吡嗪、2-乙基-5-甲基吡嗪、乙基

(下转第249页)

表7 方差分析表
Table 7 Analysis of Variance

差异源	SS	df	MS	F	P 值	F 临界
组间	1396.341	8	174.5427	76.02523	2.72E-12	2.510158
组内	41.32533	18	2.295852			
总计	1437.667	26				

保健饮料调配工艺的四个因素对综合得分的影响主次顺序为: A > C > B = D, 即豆腐柴浸提液用量影响较大, 加糖量次之, 柠檬酸和蜂蜜用量的影响最小。从计算的 R 值可知, 饮料配方最佳因素水平为 A₃B₁C₂D₂, 即豆腐柴浸提液 40%、白砂糖 6%、柠檬酸 0.15%、蜂蜜 2%。利用优化后的条件进行验证实验发现在此最佳配方条件下的综合评分大于所有实验组, 其结果是 84.5。

2.4 产品质量指标

2.4.1 感官指标 色泽: 豆腐柴叶保健饮料呈金黄色, 透明; 香气: 具有豆腐柴叶特有的气味和蜂蜜的清甜, 无异常气味; 口感: 酸甜适中, 无生涩味、无苦味, 口味协调; 组织状态: 澄清汁饮料透明无沉淀, 且无肉眼可见杂质。

2.4.2 理化指标 净含量每瓶 250mL, 允许偏差 3%; 可溶性固形物含量(以折光仪计)7.7%; pH 4.5~5.1; 蛋白质含量 6.41mg/100mL; 黄酮含量 37.45mg/100mL。

3 讨论

以豆腐柴叶为原料生产保健饮料, 原料易得, 成本低廉。实验结果表明, 100mL 豆腐柴保健饮料中含有黄酮 37.45mg、蛋白质 6.41mg, 饮料中还可能含有维生素、氨基酸等可溶性有效成分, 由此可见, 本款保健饮料具有一定的食疗作用。且浸提母液与其他辅料配合良好, 具有较强烈的芳香气味, 色泽金黄, 透明, 易被消费者接受。豆腐柴保健饮料充分利用了我国丰富的野生植物资源, 可以丰富保健饮料

市场, 促进野生植物产业化发展。

参考文献

[1] 宁海凤, 童群义. 混合酸提取豆腐柴叶中果胶的研究[J]. 食品工业科技, 2011, 32(1): 222-225.
 [2] 廖雯娟, 蒋立科, 魏练平. 豆腐柴叶提取低酯果胶的研究[J]. 中国野生植物资源, 2010, 29(5): 39-43.
 [3] 李梅青, 王媛莉, 董明, 等. 豆腐柴的研究与应用综述[J]. 食品工业科技, 2011, 32(3): 462-464.
 [4] 罗曼, 蒋立科. 豆腐柴叶蛋白质营养及安全性研究[J]. 应用与环境生物学报, 1999, 5(3): 283-287.
 [5] 张弛, 吴永尧, 彭振坤, 等. 豆腐柴中有效成分复合分离提取研究[J]. 食品科学, 2005, 26(8): 234-238.
 [6] 高贵珍, 曹稳根, 蔡红, 等. 野生豆腐柴叶营养成分分析及评价[J]. 植物资源与环境学报, 2003, 12(1): 60-61.
 [7] 方雪梅, 曹稳根. 豆腐柴鲜叶β胡萝卜素及维生素C的含量测定[J]. 淮北煤炭师范学院学报: 自然科学版, 2004, 25(4): 66-68.
 [8] 罗文谦, 王琳, 鲁绪会, 等. 野生豆腐柴总黄酮及微量元素的测定[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(14): 6429-6430.
 [9] 何竟曼, 方红美, 陈从贵. 覆盆子复合保健饮料的研究[J]. 粮油食品科技, 2010, 18(1): 51-57.
 [10] 张弛, 刘信平, 周大寨. 豆腐柴蛋白质及氨基酸含量测定[J]. 湖北民族学院学报: 自然科学版, 2003, 21(1): 68-70.
 [11] 唐巧玉, 周毅峰, 朱玉昌, 等. 金橘皮中黄酮类物质的提取及其体外抗氧化活性研究[J]. 农业工程学报, 2008, 24(6): 258-261.

(上接第 245 页)

表5 不同烘烤温度下烘烤不同时间后的山核桃仁的水分含量

Table 5 Moisture content of Carya Cathayensis Sarg in different temperature baking different time

烘烤时间 (min)	120℃		130℃		140℃		150℃		160℃	
	含量(%)	SD	含量(%)	SD	含量(%)	SD	含量(%)	SD	含量(%)	SD
5	1.69	0.14	1.82	0.10	1.47	0.08	1.44	0.09	1.32	0.05
10	1.51	0.07	1.26	0.07	1.27	0.21	0.76	0.07	0.42	0.06
15	1.35	0.09	0.70	0.02	0.76	0.07	0.70	0.05	0.35	0.05
20	1.09	0.02	0.42	0.04	0.38	0.03	0.36	0.06	0.20	0.02
25	0.83	0.13	0.38	0.03	0.54	0.03	0.22	0.05	0.24	0.03

注: SD-标准偏差。

吡嗪等。并对不同烘烤条件下, 山核桃仁中所含吡嗪类化合物的种类和含量进行了对比分析, 结合感官评定结果, 可以得出山核桃仁的最佳烘焙条件为: 温度 140℃, 烘烤时间 20min。

参考文献

[1] 刘晓毅, 薛文通. 焙烤对核桃仁风味及其油脂氧化的影响[J]. 中国油脂, 2004, 29(4): 50-52.
 [2] 刘乾坤. 芝麻香油挥发性风味成分研究[J]. 郑州粮食学院学报, 1993(1): 45-46.

[3] 贾春晓, 毛多斌, 孙晓丽. 烘烤葵花籽的香气成分分析及最佳烘烤条件研究[J]. 食品工业科技, 2006, 27(8): 60-65.
 [4] Barbara Siegmund, Michael Murkovic. Changes in chemical composition of pumpkin seeds during the roasting process for production of pumpkin seed oil (Part2: volatile compounds) [J]. Food Chemistry, 2004, 84: 367-374.
 [5] Mary Leunissen, Valerie J Davidson, Yukio Kakuda. Analysis of Volatile Flavor Components in Roasted Peanuts Using Supercritical Fluid Extraction and Gas Chromatography - Mass [J]. J Agric Food Chem, 1996, 44: 2694-2699.