

微波焙烤温度对芝麻油特征风味物质的影响

从 珊^{1,2}, 黄纪念^{1,*}, 张丽霞¹, 张国治²

(1.河南省农科院农副产品加工研究所, 河南 郑州 450002; 2.河南工业大学粮油食品学院, 河南 郑州 450000)

摘 要: 以白芝麻为原料, 研究微波焙烤温度对水代芝麻油特征风味物质含量变化的影响。采用顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱联用技术对芝麻油的风味物质进行富集与检测。结果表明, 随着微波焙烤温度的升高, 吡嗪类、吡咯类、呋喃类、酚类特征风味物质的含量逐渐增多, 醛类物质的含量逐渐减少。

关键词: 微波; 焙烤; 芝麻油; 特征风味物质

Effect of Microwave Roasting Temperature on Characteristic Flavor Compounds of Sesame Oil

CONG Shan^{1,2}, HUANG Ji-nian^{1,*}, ZHANG Li-xia¹, ZHANG Guo-zhi²

(1. Institute of Agricultural Products Processing, Henan Academy of Agricultural Science, Zhengzhou 450002, China;

2. College of Cereals, Oils and Foodstuffs, Henan University of Technology, Zhengzhou 450000, China)

Abstract: The effect of microwave roasting temperature on the characteristic flavor compounds in sesame oil extracted with water from white sesame was explored. Headspace solid phase microextraction combined with gas chromatography-mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS) was used to analyze the characteristic flavor compounds in sesame oil. The results showed that the contents of pyrazines, pyrroles, furans and phenols were increased with the increase of microwave roasting temperature while the content of aldehydes was decreased.

Key words: microwave; roasting; sesame oil; characteristic flavor compounds

中图分类号: TS225.1

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2013)22-0265-04

doi:10.7506/spkx1002-6630-201322053

芝麻是我国四大油料作物之一^[1], 含油量在50%左右。芝麻油中含有亚油酸、亚麻酸等不饱和脂肪酸, 具有调节血脂、降低胆固醇等作用, 芝麻素、芝麻酚等木脂素类活性物质的抗氧化特性能够延缓人体衰老^[2-3]。芝麻油一直深受我国人民喜爱的原因除了其营养丰富, 重要的是具有独特浓郁的风味。

在芝麻油的加工过程中, 芝麻焙烤工序是芝麻油风味形成的关键步骤, 传统的焙烤时间长、不易控温。微波辐射加热是通过电场和磁场的交替周期变化, 使物料中的偶极分子(水、蛋白质、脂肪等)随着磁场南北极的对调不断进行前后往返转动, 由分子间的摩擦碰撞而产生热能, 从而加热食品^[4-5]。作为新型焙烤方式, 微波辐射加热具有加热均匀、速度快、时间短、操作温度低等优点。目前已经利用微波焙烤油菜籽、大豆等^[6]油料作物, 制取的油脂品质和风味均良好。同时, 水代法^[7]得到的芝麻油不仅品质优良, 而且色泽好、风味纯正。

风味作为评价食品品质的重要指标之一, 其研究已成为热点^[8-10]。张春红等^[11]研究了烘烤花生仁、花生粕和花生壳中的风味物质; Manley等^[12]对焙烤芝麻的风味

物质进行分析检测, 得出的主要风味物质是吡嗪类。国内关于芝麻油风味的研究大多集中在风味物质的数量及含量检测方面, 如刘平年^[13]采用蒸馏萃取法富集芝麻油的风味物质, 经GC-MS检测得到57种化合物, 占总检出物的81.66%; 陈俊卿等^[14]采用顶空萃取-气相色谱-质谱法(headspace-gas chromatography-mass spectrometry, HS-GC-MS)技术确定芝麻油中有47种风味成分。然而加工工艺对芝麻油风味产生的影响方面的研究很少见文献报道, 因此本研究对水代芝麻油(微波焙烤芝麻)的风味物质进行检测分析, 探讨微波焙烤工艺对芝麻油特征风味物质的影响。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

白芝麻(驻芝14号, 水分含量5.4%、粗脂肪含量50.5%、粗蛋白含量19.5%), 购于河南驻马店。

1.2 仪器与设备

7890A-5975C气相色谱-质谱联用仪 美国Agilent

收稿日期: 2013-03-11

作者简介: 从珊(1989—), 女, 硕士研究生, 研究方向为芝麻油的风味及品质。E-mail: doublefish118@163.com

*通信作者: 黄纪念(1971—), 男, 研究员, 博士, 研究方向为农产品加工。E-mail: hjinian@sina.com

公司;固相微萃取手柄及65 μ m PDMS/DVB、85 μ m CAR/PDMS、100 μ m PDMS萃取头 美国Supelco公司;MAS-II型常压微波合成/萃取反应工作站 上海新仪微波化学科技有限公司;JM-L80型胶体磨 温州市龙湾华威机械厂;DF-101S集热式恒温加热磁力搅拌器 巩义市予华仪器有限公司。

1.3 方法

1.3.1 芝麻油的制取

采用微波合成/萃取反应工作站对芝麻进行焙烤,并伴有机械搅拌,使芝麻均匀快速的加热。芝麻经微波焙烤后,采用改进的水代法制取芝麻油,工艺流程:芝麻→清理→微波焙炒→磨酱→兑浆搅油→离心分油→撇油→芝麻油。

微波功率800W;工作频率2450kHz;焙烤温度:145、150、155、160、165、170℃;时间35min;焙烤过的芝麻采用胶体磨进行磨酱,然后加入酱质量83%的沸水进行兑浆搅油(90℃恒温水浴,机械搅拌30min),5000r/min离心30min分油,撇油,即得水代芝麻油。

1.3.2 HS-SPME条件的优化

将3g芝麻油置于15mL的顶空瓶中,用聚四氟乙烯衬里的硅胶垫密封,恒温水浴并带有磁力搅拌,插入活化的萃取头,对芝麻油中挥发性风味物质进行顶空富集,然后将固相微萃取头插入气相色谱仪的前进样口,热解吸后进行检测。选择对富集效果影响较大的富集温度(40、50、60、70℃)、富集时间(20、30、40、50min)、热解吸时间(3、5、7、9min)及萃取头(100 μ m PDMS、65 μ m DVB/PDMS、75 μ m CAR/PDMS)4个参数进行实验,每个条件的富集实验重复3次。

1.3.3 色谱条件

色谱柱:HP-5MS Phenyl Methyl Silox (30m \times 250 μ m, 0.25 μ m);进样口温度240℃;升温程序:起始温度35℃,保持2min,然后以5℃/min到230℃,保持8min;载气:高纯氦气;流速1mL/min;不分流进样。

1.3.4 质谱条件

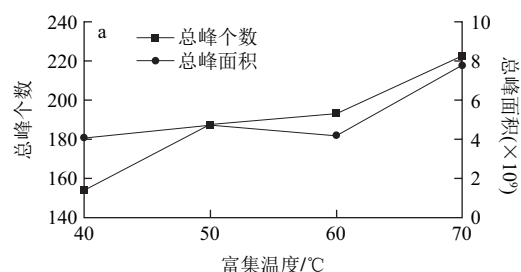
电离方式为电子电离(electron ionization, EI);电子能量70eV;离子源温度230℃;质谱接口温度250℃;质量扫描范围 m/z 30~550。

1.3.5 数据处理

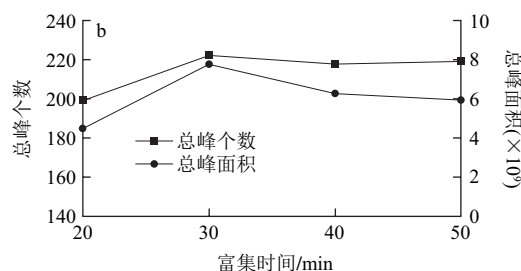
采用NIST 08 LIB质谱谱图库对检测到的风味物质进行定性,根据各风味成分积分峰面积占总挥发性风味物质峰面积的百分比进行定量^[15]。采用SPSS 17.0 统计分析软件进行各类特征风味物质数据的方差分析(ANOVA)处理,以及采用Student-Newman-Keuls(SNK-q)法进行微波焙烤温度对芝麻油特征风味物质含量影响的两两比较。

2 结果与分析

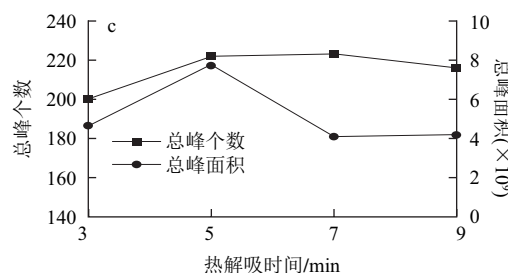
2.1 HS-SPME条件



a.富集温度对富集效果的影响(富集时间30min、热解吸时间5min)



b.富集时间对富集效果的影响(富集温度70℃、热解吸时间5min)



c.热解吸时间对富集效果的影响(富集温度70℃、富集时间30min)

图1 HS-SPME条件的优化

Fig.1 Optimization of HS-SPME conditions

采用单因素试验对HS-SPME的条件进行优化,以总离子流图中的总峰面积和总峰数量作为评价指标。在研究发现PDMS萃取头对芝麻油风味物质的种类及含量的富集效果是3种萃取头中最差的;采用CAR/PDMS萃取头富集的风味物质峰面积最大,但风味物质种类最少,因此本实验选择富集风味物质种类最多且风味物质峰面积适中的65 μ m PDMS/DVB萃取头,并对富集温度、富集时间和热解吸时间进行优化,所得结果如图1所示。优化所得最佳富集条件为富集温度70℃、富集时间30min、热解吸时间5min。

2.2 芝麻油中挥发性风味物质的检测

采用优化的HS-SPME条件,对芝麻油的挥发性风味物质进行GC-MS检测,得到的总离子流图如图2所示。

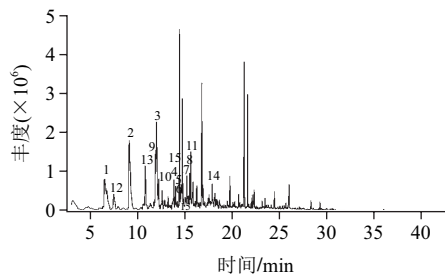


图2 芝麻油中风味物质的总离子流图

Fig.2 TIC of flavor compounds in sesame oil

表1 芝麻油中特征风味物质的相对含量

Table 1 Relative contents of characteristic flavor compounds in sesame oil

序号	特征性风味物质	相对含量/%					
		145℃	150℃	155℃	160℃	165℃	170℃
1	甲基吡嗪	—	—	—	1.65	1.40	4.89
2	2,5-二甲基吡嗪	0.86	2.32	4.85	5.17	5.08	10.17
3	2-乙基-6-甲基吡嗪	0.85	0.77	1.01	1.30	1.36	2.59
4	3-乙基-2,5-二甲基吡嗪	6.59	6.23	6.21	6.02	5.61	8.26
5	2-乙基-3,5-二甲基吡嗪	0.70	0.71	0.71	0.76	0.75	1.07
6	2,3-二甲基-5-乙基吡嗪	0.76	0.71	0.72	0.82	0.77	—
7	2-乙酰-3-甲基吡嗪	—	1.07	1.35	1.64	—	—
8	5H-5-甲基-6,7-二氢环戊并吡嗪	0.29	0.38	0.77	0.94	1.11	1.57
	吡嗪类物质的相对含量	10.05	12.19	15.62	18.30	16.08	28.55
9	2-吡咯甲醛	0.88	1.04	1.20	1.32	1.31	2.04
10	2-乙酰吡咯	0.70	0.68	0.70	0.82	0.95	1.85
11	1-甲基-2-吡咯甲醛	0.84	1.26	1.33	1.73	1.77	2.21
	吡咯类物质的相对含量	2.42	2.98	3.23	3.87	4.03	6.10
12	2-糠醇	0.08	0.06	0.30	0.79	1.08	2.17
13	5-甲基糠醛	1.14	1.36	1.65	1.90	2.08	3.47
	呋喃类物质的相对含量	1.22	1.42	1.95	2.69	3.16	5.64
14	壬醛	2.10	2.30	1.82	1.62	1.58	1.39
	醛类物质的相对含量	2.10	2.30	1.82	1.62	1.58	1.39
15	2-甲氧基苯酚	0.73	1.02	1.36	1.74	2.23	4.45
	酚类物质的相对含量	0.73	1.02	1.36	1.74	2.23	4.45
	总含量	16.52	19.91	23.98	28.22	27.08	46.13

注：—，未检出。

由图2可知，芝麻油中风味物质的出峰时间大都在5~30min。本实验参照国内外有关芝麻油风味的研究^[16-19]，确定了15种对芝麻油整体风味影响显著的特征风味物质，它们的含量决定了芝麻油的风味^[20]。水代芝麻油(微波焙烤芝麻)中特征风味物质的相对含量如表1所示。

由表1可知，随着微波焙烤温度的升高，芝麻油中特征风味物质的总含量整体呈增加的趋势，其中吡嗪类、吡咯类、呋喃类、酚类物质的相对含量逐渐增多。160℃焙烤得到的芝麻油中含有全部特征风味物质，145℃焙烤得到的芝麻油中特征风味物质的含量最少，170℃焙烤得到的芝麻油中特征物质的含量最多。

各种风味物质之间的协同作用使芝麻油呈现与众不同的浓郁风味^[21]。从表1可看出，微波焙烤得到的芝麻油的特征性风味物质中，吡嗪类化合物的相对含量较多，符合文献[22]中的报道，吡嗪类化合物的香气阈值低，风味透散性好，具有烤香、坚果、咖啡、肉香等风味特征，主要是由还原糖与胺(包括氨基酸)发生美拉德反应得到，随着焙烤温度的升高，美拉德反应越加彻底，吡嗪类特征风味物质的含量也逐渐增多；吡咯类化合物是芝麻油中重要的风味物质，1分子糖至少需要和5分子甚至更多的碳发生美拉德反应才能形成吡咯^[23]，该物质具有烧烤风味，其中2-乙酰吡咯具有烤面包风味；呋喃类物质具有果香、焦甜味及烤肉风味^[24]，其中2-糠醇最能体现芝麻油的香甜特征，大部分呋喃类物质来自焦糖化反应；醛类化合物中的壬醛具有玫瑰香气，壬醛含量随着微波焙烤温度的升高而减少是因为发生裂解反应生成了呋喃类风味成分^[25]；酚类化合物中的2-甲氧基苯酚呈现木香、烟熏香和焦香^[26]。微波焙烤温度对芝麻油特征风味物质含量变化的影响结果如表2所示。

表2 芝麻油特征风味物质含量变化SNK-q法分析

Table 2 Changes in characteristic flavor compounds in sesame oil analyzed by SNK-q method

风味物质	温度/℃	Subset for $\alpha=0.05$						风味物质	温度/℃	Subset for $\alpha=0.05$						风味物质	温度/℃	Subset for $\alpha=0.05$					
		1	2	3	4	5	6			1	2	3	4	5	6			1	2	3	4	5	6
吡嗪类	145	10.05						吡咯类	145	2.42						呋喃类	145	1.22					
	150		12.19						150		2.98						150		1.42				
	155			15.62					155			3.23					155			1.95			
	165				16.08				160				3.87				160				2.69		
	160					18.30			165					4.03			165					3.16	
	170						28.55		170						6.10		170						5.64
显著性		1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	显著性		1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	显著性		1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000
醛类	170	1.39						酚类	145	0.73						总特征风味物质	145	16.52					
	165		1.58						150		1.02						150		19.91				
	160			1.62					155			1.36					155			23.98			
	155				1.82				160				1.74				165				27.08		
	145					2.10			165					2.23			160					28.22	
	150						2.30		170						4.45		170						46.13
显著性		1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	显著性		1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	显著性		1.000	1.000	1.000	1.000	1.000	1.000

由表2多重比较可知,芝麻油中的吡嗪类、吡咯类、呋喃类、醛类、酚类特征风味物质及总特征风味物质的含量在各焙烤温度下的变化都是显著的。

3 结 论

本研究对水代法(微波焙烤)制取的芝麻油的风味物质采用HS-SPME-GC-MS进行富集检测。结果表明,微波焙烤温度对芝麻油中各类特征风味成分及特征风味物质的总含量的影响是显著的;在145~170℃范围内随着微波焙烤温度的升高,吡嗪类、吡咯类、呋喃类及酚类物质的含量逐渐增多,醛类物质的含量逐渐减少,特征风味物质的总含量逐渐增多。

参考文献:

- [1] 梁少华, 毕艳兰, 汪学德, 等. 国内芝麻加工应用研究现状[J]. 中国油脂, 2010, 35(12): 4-8.
- [2] 雷红, 蔡亮亮, 王毅, 等. 大孔树脂对芝麻粕中芝麻素的分离纯化[J]. 食品科学, 2013, 34(2): 88-92.
- [3] 回瑞华, 侯冬岩, 李铁纯, 等. 黑芝麻和白芝麻中脂肪酸组成的比较[J]. 食品科学, 2009, 30(18): 333-334.
- [4] 刘相东, 于才渊, 周德仁. 常用工业干燥设备及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 178.
- [5] 刘小丹, 张淑娟, 贺虎兰, 等. 红枣微波-热风联合干燥特性及其品质的影响[J]. 农业工程学报, 2012(24): 280-286.
- [6] 胡小泓, 梅亚莉, 李丹. 微波处理油菜籽对油脂品质的影响[J]. 食品科学, 2006, 27(11): 372-374.
- [7] HWANG L S. Bailey's industrial oil and fat products[M]. 6th ed. New York: John Wiley & Sons, 2005: 537-576.
- [8] TAMURA H, FUJITA A, STEINHAUS M, et al. Assessment of the aroma impact of major odor-active thiols in pan-roasted white sesame seeds by calculation of odor activity values[J]. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 2011, 59(18): 10211-10218.
- [9] LEE E, CHOE E. Changes in oxidation-derived off-flavor compounds of roasted sesame oil during accelerated storage in the dark[J]. Biocatalysis and Agricultural Biotechnology, 2012, 1(1): 89-93.
- [10] 牛婕, 甘伯中, 乔海军, 等. 同时蒸馏萃取法分析美国蓝多湖硬干酪风味物质[J]. 甘肃农业大学学报, 2010, 45(4): 130-134;138.
- [11] 张春红, 王丽, 李淑荣, 等. 烘烤花生仁、花生粕和花生壳中挥发性物质的研究[J]. 食品科技, 2009, 34(1): 32-36.
- [12] MANLEY C H, VALLON P P, ERICKSON R E. Some aroma components of roasted sesame seed[J]. Journal of Food Science, 1974, 39(1): 73-76.
- [13] 刘平年. 芝麻油挥发性风味成分的研究[J]. 中国粮油学报, 2005, 20(6): 88-90.
- [14] 陈俊卿, 王锡昌. 顶空萃取-气相色谱-质谱法分析芝麻油中的挥发性成分[J]. 质谱学报, 2005, 26(1): 13; 40-50.
- [15] 何珊, 丁超, 杨国峰, 等. 微波干燥对油菜籽品质及气味成分的影响[J]. 中国粮油学报, 2013, 28(1): 48-54.
- [16] 陈晓明, 朱鼎程. 固相微萃取-气质联用分析芝麻油的挥发性成分的研究[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(2): 570-574.
- [17] IKEDA G, TOMIZAWA A, IMAYOSHI Y, et al. Flavor design of sesame-flavored dressing using gas chromatography/olfactometry and food kansei model[J]. Food Science and Technology Research, 2006, 12(4): 261-269.
- [18] TAMURA H, FUJITA A, STEINHAUS M, et al. Identification of novel aroma-active thiols in pan-roasted white sesame seeds[J]. Journal Agricultural and Food Chemistry, 2010, 58(12): 7368-7375.
- [19] HIROYUKI K, KOUICHI K, SHIGEO N. Relationship between the volatile components and the aromatic quality of roasted sesame seed oils[J]. Journal of Oleo Science, 2002, 51(11): 691-698.
- [20] 李萍萍. 芝麻油香气成分检测及其在香气形成机制与质量评价中的应用[D]. 北京: 中国农业科学院研究生院, 2010: 1-45.
- [21] 秦早. 芝麻油风味物质分析研究[D]. 郑州: 郑州大学, 2012: 1-87.
- [22] 王晓华, 赵保翠, 杨兴章, 等. 美拉德反应与食品风味[J]. 肉类工业, 2006(6): 16-18.
- [23] 张晓鸣. 食品风味化学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2009: 3-5.
- [24] 邓文辉, 赵燕, 涂勇刚, 等. 同时蒸馏萃取-气相色谱-质谱联用测定皮蛋蛋黄中挥发性风味物质[J]. 食品科学, 2012, 33(20): 212-220.
- [25] 王明峰, 许细徽, 李柏松, 等. $\text{Fe}_2\text{O}_3/\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 催化裂解生物质制氢研究[J]. 可再生能源, 2010, 28(4): 49-53.
- [26] 金燕, 杨荣华, 周凌霄, 等. 蟹肉挥发性成分的研究[J]. 中国食品学报, 2011, 11(1): 233-238.