

基于固相微萃取-气相色谱-质谱和电子鼻法的烤羊腿中可挥发性香气成分分析

高爽, 丁丹, 罗瑞明*
(宁夏大学农学院, 宁夏 银川 750021)

摘要: 为研究不同烤制时间烤羊腿中可挥发性香气成分, 以9月龄的新疆哈萨克公羊后腿制作烤羊腿, 运用固相微萃取-气相色谱-质谱技术结合电子鼻法分析3种不同烤制时间烤羊腿中挥发性香气成分。结果表明: 3种不同烤制时间烤羊腿中共检测到8类香气成分, 主要为杂环类、酸类、酯类、醛类、醇类、酮类、烷烃类和其他类; 通过对检出的烤羊腿特征挥发性风味物质气味活度值进行分析得出, 1-辛烯-3-醇、辛醛、壬醛、(E,E)-2,4-癸二烯醛、己醛对烤羊腿的香气贡献程度较高, 主要表现为肉香、油脂香、烤香和烟熏香等; 运用电子鼻技术分析发现, 在烤制80 min时, 烤羊腿中无机硫化物含量丰富, 并含有大量的氮氧化合物、有机硫化物、醇类、醛类和酮类化合物, 在烤制100 min和120 min时, 烤羊腿中无机硫化物和有机硫化物含量丰富, 其次是氮氧化合物、甲基类化合物、醇类、醛类和酮类。

关键词: 烤羊腿; 挥发性化合物; 固相微萃取-气相色谱-质谱; 电子鼻

Analysis of Volatile Aroma Components of Roasted Lamb Leg by Solid-Phase Microextraction-Gas Chromatography-Mass Spectrometry and Electronic Nose

GAO Shuang, DING Dan, LUO Ruiming*
(School of Agriculture, Ningxia University, Yinchuan 750021, China)

Abstract: The volatile aroma components in roasted hind legs of 9-month-old Kazak ram lambs with three different roasting durations were analyzed by solid-phase microextraction gas chromatography mass spectrometry (SPME-GC-MS) combined with electronic nose. The results showed that a total of eight kinds of aroma components were detected in all samples, including aldehydes, alcohols, ketones, heterocycles, acids, esters, alkanes and other compounds. According to the odor activity values (OAV) calculated for the characteristic volatile flavor compounds identified, 1-octene-3-ol, nonanal, (E,E)-2,4-decadienal, octanal and hexanal greatly contributed to the aroma of roasted lamb leg, mainly responsible for meaty, oily, roasted and smoked aroma characteristics. Electronic nose analysis showed that the 80-min roasted lamb leg was rich in inorganic sulfides and also contained large amounts of nitrogen oxides, organic sulfides, alcohols and aldehydes and ketones. In the 100-min and 120-min roasted samples, inorganic and organic sulfides were the most abundant aroma compounds, followed by nitrogen oxides, methyl compounds, alcohols and aldehydes and ketones.

Keywords: roasted lamb leg; volatile compounds; solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry; electronic nose

DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20200812-198

中图分类号: TS251.1

文献标志码: A

文章编号: 1001-8123 (2020) 10-0040-07

引文格式:

高爽, 丁丹, 罗瑞明. 基于固相微萃取-气相色谱-质谱和电子鼻法的烤羊腿中可挥发性香气成分分析[J]. 肉类研究, 2020, 34(10): 40-46. DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20200812-198. <http://www.rlyj.net.cn>

收稿日期: 2020-08-12

基金项目: “十三五”国家重点研发计划重点专项(2018YFD0400101)

第一作者简介: 高爽(1997—)(ORCID: 0000-0002-8574-8864), 女, 硕士研究生, 研究方向为畜产品加工与贮藏。

E-mail: gaobrights@163.com

*通信作者简介: 罗瑞明(1964—)(ORCID: 0000-0003-3704-0519), 男, 教授, 博士, 研究方向为畜产品加工与贮藏。

E-mail: ruimingluo.nx@163.com



GAO Shuang, DING Dan, LUO Ruiming. Analysis of volatile aroma components of roasted lamb leg by solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry and electronic nose[J]. Meat Research, 2020, 34(10): 40-46.
DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20200812-198. <http://www.rlyj.net.cn>

新疆烤羊腿是我国传统烤肉制品的典型代表,其外表焦脆适口,内部肉质酥香、不膻不腻,是具有民族风味的礼待上宾的佳肴,也是人们喜爱的肉制品^[1]。肉制品的重要指标之一是挥发性物质,也就是香气物质^[2]。因此研究烤羊腿中的挥发性化合物非常重要。目前在羊肉制品中发现300余种挥发性风味物质,包括醛类、酮类、醇类及酯类等构成羊肉香味的物质。Xiao Xiong等^[3]通过气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)对不同屠宰时间烤羊肉的挥发性风味物质进行分析发现,主要风味化合物包括壬醛、辛酸、1-辛烯-3-醇和己醛。王海超^[4]通过电子鼻检测并对比我国不同地区烤羊腿的风味,发现北京地区烤羊腿的醇类物质和硫化物含量相比于内蒙古地区较高。谢建春等^[1]运用同时蒸馏萃取-GC-MS从烤羊腿中共鉴定出糠醛、5-甲基糠醛、丁香酚和己醛等33种挥发性香气物质。

本研究运用固相微萃取(solid-phase microextraction, SPME)-GC-MS结合电子鼻法对烤制不同时间烤羊腿中的挥发性风味物质进行测定,以确定关键挥发性风味物质和烤羊腿特征挥发性风味物质,为稳定生产工业化高品质烤羊腿提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

羊腿来自新疆哈萨克公羊(9月龄, (30±1) kg)后腿,新疆阿尔曼食品有限公司。

1,2-二氯苯标品 美国Sigma-Aldrich公司; 甲醇 美国Thermo Fisher Scientific公司。

1.2 仪器与设备

Qp2010ultra气相色谱-质谱联用仪 日本Shimadzu公司; PK157330-U手动SPME进样器 美国Supelco公司; DB-WAX毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm) 美国Agilent公司; WNB22精密数显恒温水浴槽 上海树立仪器仪表有限公司; ST658红外测温仪 广州市俊凯电子科技有限公司; PEN3便携式电子鼻传感器 德国Airsense公司。

1.3 方法

1.3.1 羊腿烤制方式

取在电烤箱内(烤制温度设置为上火180℃, 下火200℃)分别烤制80、100、120 min的烤羊腿, 每组做3个平行。分别用组织捣碎机搅碎备用。

1.3.2 挥发性风味物质测定

1.3.2.1 挥发性风味物质萃取

准确量取2 μL 95.1 μg/μL 1,2-二氯苯, 置于装有(2.00±0.01) g样品的15 mL顶空瓶中作为内标^[5]。用聚四氟乙烯隔膜将顶空瓶口密封, 并置于恒温水浴锅中60℃水浴20 min, 将老化后的萃取头缓慢插入样品瓶的顶空部分, 于60℃吸附30 min。吸附完成后, 将萃取头从样品瓶取出, 插入GC进样口, 于250℃解吸3 min, 同时, 启动仪器采集数据^[6]。

1.3.2.2 GC-MS条件

GC条件: DB-WAX毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 起始温度40℃, 保持3 min, 然后以5℃/min升温到90℃, 以8℃/min升温到230℃, 达到设定温度后保持10 min。He作为载气, 恒定流速1.8 mL/min, 进样口温度250℃^[7]。

MS条件: 电子轰击离子源; 设置电子能量70 eV; 离子源温度230℃; 四极杆温度150℃; 质量扫描范围m/z 20~350; 扫描方式: 全扫描; 溶剂延迟3 min; 调谐文件为标准调谐。

1.3.2.3 挥发性风味物质定性定量分析

经色谱柱分离后, 对比NIST质谱数据库、标准化化合物保留指数(retention index, RI)及香气特征, 鉴定挥发性化合物。通过标品的峰面积计算得到烤羊腿样品中挥发性物质含量^[8], 按式(1)计算。

$$\rho_i = \frac{A_i}{A_s} \times \rho_s \quad (1)$$

式中: ρ_i 为样品中各挥发性风味化合物质量浓度/(μg/L); ρ_s 为1,2-二氯苯质量浓度/(μg/L); A_i 为样品中待测物质对应的色谱峰面积; A_s 为内标1,2-二氯苯色谱峰面积。

1.3.2.4 电子鼻传感器检测

使用由10种金属氧化物半导体型化学传感元件组成的PEN3型电子鼻传感器进行测定, 每种传感元件所对应的敏感物质类型不同, 如表1所示。在不同的反应温度, 美拉德反应产生的产物种类及其相对含量不同, 表现为在传感器上呈现出不同的气味感应信号^[9-11]。分别称取1 g 3种不同烤制时间的烤羊腿肉于样品瓶中, 在25℃恒温环境中平衡2 h, 使用电子鼻传感器分别进行测定。待传感器信号稳定1 min, 采集70 s时的数据。每种样品分别做5次平行。

表1 电子鼻传感器对不同物质的响应

Table 1 Electronic nose sensor responses to different substances

传感器名称	性能描述
W1C	对芳香成分苯类灵敏
W5S	灵敏度高, 对氮氧化合物灵敏
W3C	对氨类、芳香成分灵敏
W6S	主要对氢化物有选择性
W5C	对短链烷烃和芳香成分灵敏
W1S	对甲基类灵敏
W1W	对无机硫化物灵敏
W2S	对醇类、醛类、酮类灵敏
W2W	对芳香成分、有机硫化物灵敏
W3S	对长链烷烃灵敏

1.3.3 风味物质的评价

用气味活度值(odor activity value, OAV)评价各香气组分对新疆烤羊腿香味的贡献, OAV为各香气组分的含量与感觉阈值的比值, 按式(2)计算。

$$OAV = \frac{C_i}{T_i} \quad (2)$$

式中: C_i 为各风味物质的含量/($\mu\text{g}/\text{kg}$); T_i 为该物质的感觉阈值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)。

当 $0.1 < OAV < 1$ 时, 该物质对总体香味无明显影响; 当 $1 \leq OAV < 10$ 时, 该物质对总体香味有重要贡献; 在一定范围内, OAV越大表明该物质对总体风味贡献程度越大。

1.4 数据处理

采用Excel 2016软件对数据进行处理和分析。

2 结果与分析

2.1 不同烤制时间烤羊腿中挥发性风味物质种类及相对含量

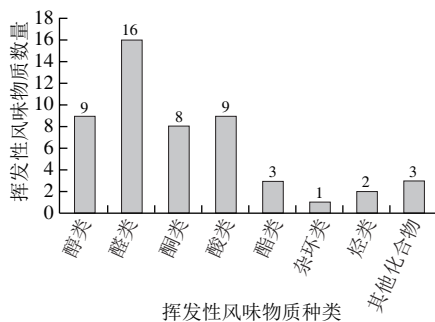


图1 烤羊腿中挥发性风味物质种类及数量

Fig. 1 Number of volatile aroma compounds belonging to various classes in roasted lamb legs

由图1可知, 3种烤制时间烤羊腿中共鉴定出57种挥发性化合物, 其中包括醇类9种、醛类16种、酮类8种、酸类9种、酯类3种、杂环类1种、烃类2种及其他化合物

3种。其中醛类和醇类化合物相对含量较高, 种类丰富, 是烤羊腿整个烤制过程中的主要挥发性风味物质。这与马建荣^[12]、潘晓倩^[13]、崔晓莹^[14]等的研究结果相符。

2.1.1 醛类和酮类化合物

醛类化合物由脂质的烷氧自由基氧化分解形成^[15], 具有阈值低、含量较高的特点, 在肉制品中是一类重要的风味贡献物^[16]。Raes等^[17]研究发现, 烤羊腿中的脂质氧化与醛类化合物形成有关。醛类化合物为烤羊腿带来油脂和水果香气。

表2 不同烤制时间烤羊腿中醛类和酮类化合物种类及含量 ($n=3$)

Table 2 Contents of aldehyde and ketone compounds in roasted lamb legs with different roasting durations ($n=3$)

挥发性化合物	$\mu\text{g}/\text{kg}$ 烤制时间/min		
	80	100	120
己醛	945.260 $\pm$ 16.755	2 707.838 $\pm$ 55.893	1 952.400 $\pm$ 41.495
庚醛	132.656 $\pm$ 4.167	433.732 $\pm$ 4.947	239.320 $\pm$ 4.352
辛醛	238.726 $\pm$ 0.914	673.698 $\pm$ 12.190	270.232 $\pm$ 5.216
壬醛	667.926 $\pm$ 13.405	1 275.383 $\pm$ 46.766	1 021.249 $\pm$ 21.856
苯甲醛	147.244 $\pm$ 3.420	132.374 $\pm$ 2.689	196.475 $\pm$ 9.405
糠醛	—	31.251 $\pm$ 2.941	—
(E)-2-辛烯醛	31.109 $\pm$ 0.562	71.766 $\pm$ 0.983	67.385 $\pm$ 0.839
(E)-2-壬烯醛	43.057 $\pm$ 1.183	61.590 $\pm$ 2.293	71.302 $\pm$ 2.495
戊醛	—	306.010 $\pm$ 43.256	206.406 $\pm$ 35.642
(E)-2-十一碳烯醛	41.510 $\pm$ 1.583	62.343 $\pm$ 2.628	61.948 $\pm$ 2.354
癸醛	45.433 $\pm$ 3.245	88.320 $\pm$ 5.489	73.715 $\pm$ 7.502
十一醛	22.668 $\pm$ 0.546	—	37.046 $\pm$ 0.983
十六醛	18.486 $\pm$ 0.754	24.493 $\pm$ 0.946	19.519 $\pm$ 0.899
(E)-肉桂醛	3.072 $\pm$ 0.032	3.734 $\pm$ 0.056	2.426 $\pm$ 0.012
(Z)-2-癸烯醛	60.197 $\pm$ 6.213	87.845 $\pm$ 6.955	91.987 $\pm$ 7.399
2-羟基苯甲醛	2.177 $\pm$ 0.013	2.699 $\pm$ 0.052	—
总含量	2 399.521	5 963.076	4 311.410
相对含量/%	59.26	73.37	44.06
1-辛烯-3-酮	—	—	—
5-丁二氢-2(3H)-呋喃酮	97.765 $\pm$ 18.784	—	120.330 $\pm$ 20.564
5-乙基二氢-2(3H)-呋喃酮	31.962 $\pm$ 5.998	93.189 $\pm$ 10.652	53.834 $\pm$ 6.320
5-庚二氢-2(3H)-呋喃酮	—	97.113	—
二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮	17.263 $\pm$ 6.588	21.323 $\pm$ 7.823	18.258 $\pm$ 7.546
二氢-5-丙基-2(3H)-呋喃酮	65.819 $\pm$ 13.023	—	98.946 $\pm$ 16.450
2,3-辛烯二酮	471.450 $\pm$ 23.302	537.281 $\pm$ 24.385	299.118 $\pm$ 22.097
2-癸酮	25.397 $\pm$ 6.903	79.119 $\pm$ 12.394	63.816 $\pm$ 10.946
总含量	709.656	828.025	654.302
相对含量/%	17.53	10.19	6.69

注: —, 未检出。下同。

由表2可知, 3种不同烤制时间烤羊腿中检出的醛类化合物中, 己醛含量最高。己醛具有青草香味, 一般由亚油酸氧化而来。烤制100 min的烤羊腿中己醛、壬醛、庚醛及辛醛含量相较于烤制80 min和120 min高; 苯甲醛含量在烤制100 min时较低, 烤制120 min含量最高, 其他醛类含量在3种不同烤制时间下变化不大。羊腿烤制过程中多不饱和脂肪酸迅速氧化产生自由基, 自由基作用于油酸等饱和脂肪酸, 氧化生成己醛、壬醛、庚醛、辛醛

等醛类物质^[18]。说明羊腿烤制时间为100 min时脂肪氧化程度最高, 脂肪氧化产物较多。

烤羊腿中共鉴定出8种酮类化合物, 其中2,3-辛烯二酮、5-乙基二氢-2(3H)-呋喃酮、2-癸酮含量较高。5-乙基二氢-2(3H)-呋喃酮和2-癸酮的含量烤制100 min时最高, 2,3-辛烯二酮在烤制时间为80、100 min时相差不大, 烤制120 min时含量最低。在烤制过程中脂质降解和美拉德反应均可产生酮类化合物^[19]。烤制100 min时烤羊腿的脂质氧化程度最高, 所以酮类物质的相对含量在烤制100 min时最高。

2.1.2 醇类和杂环类化合物

表3 不同烤制时间烤羊腿中醇类和杂环类化合物种类及含量 (n=3)
Table 3 Contents of alcohol and heterocyclic compounds in roasted lamb legs with different roasting durations (n = 3)

		μg/kg		
挥发性化合物		烤制时间/min		
		80	100	120
醇类（9种）	1-环己烯-1-甲醇	1.890±0.029	—	2.910±0.550
	庚醇	—	128.000±0.094	93.506±0.382
	正己醇	33.080±0.840	150.592±0.989	64.829±0.838
	1-壬醇	12.615±0.035	22.583±0.015	27.814±0.021
	1-壬烯-3-醇	19.724±0.025	22.550±1.753	11.235±0.003
	1-辛醇	101.001±12.623	186.709±23.215	152.305±18.554
	1-辛烯-3-醇	223.245±15.192	716.297±33.215	454.695±39.492
	1-戊醇	49.719±3.512	213.718±11.370	86.958±6.469
	(E)-2-辛烯-1-醇	14.675±0.074	—	10.179±0.568
	总含量	455.949	1 440.449	904.422
	相对含量/%	11.17	17.72	9.24
杂环类（1种）	2,5-二甲基吡嗪	—	28.561±1.315	—
	总含量	0.000	28.561	0.000
	相对含量/%	0.00	0.35	0.00

醇类化合物对肉制品风味的影响不如醛类化合物显著, 但对整体气味有协同作用。由表3可知, 3种烤制时间烤羊腿中鉴定出醇类化合物9种, 其中1-辛烯-3-醇和1-辛醇含量最高, 烤制100 min的烤羊腿中1-辛烯-3-醇含量约为烤制80 min的3倍。1-辛烯-3-醇是不饱和醇, 为亚油酸自动氧化产物。醇类物质相对含量在烤制100 min时达到最大值, 随后下降。在整个烤制过程中鉴定出1种杂环类化合物, 该物质仅在烤制100 min时被检出, 来自于氨基酸、硫胺素的热降解和美拉德反应^[20]。这可能是由于烤制80 min不利于烤羊腿中杂环类物质的产生, 而烤制120 min时杂环类物质随着烤制时间的增加作为其他物质的中间物质被消耗, 或从羊腿中散失在空气中。

2.1.3 酯类和酸类化合物

食物果味和甜味由低级饱和单羧酸与低级饱和醇和不饱和醇形成的酯赋予^[21], 其总含量的变化趋势与酸类和醇类物质的总含量变化趋势类似^[22]。脂肪氧化、蛋白质水解、糖酵解及内源酶作用是酯类化合物形成的主要途径^[23]。因此, 3种烤制时间烤羊腿中的酯类物质含量均随着其醇类和酸类物质含量的变化而变化。

表4 不同烤制时间烤羊腿中酯类和酸类化合物种类及含量 (n=3)
Table 4 Contents of ester and organic acid compounds in roasted lamb legs with different roasting durations (n = 3)

		μg/kg		
挥发性化合物		烤制时间/min		
		80	100	120
酯类（3种）	δ-壬内酯	—	4.412±2.103	3.920±1.989
	2-氧代壬酸甲酯	9.851±0.072	14.637±0.165	22.440±0.293
	戊二酸二甲酯	34.161±0.621	58.486±0.815	60.719±0.921
	总含量	44.012	77.535	87.079
	相对含量/%	1.09	0.95	0.89
酸类（9种）	乙酸	242.397±3.465	562.573±10.240	332.057±5.385
	苯甲酸	—	4.814±0.214	5.329±0.004
	丁酸	—	92.669±12.649	—
	庚酸	22.193±2.241	42.648±2.657	26.567±2.385
	己酸	59.234±0.765	81.953±1.394	80.149±1.235
	正癸酸	3.898±0.002	7.092±0.031	—
	壬酸	15.108±0.299	24.186±0.087	16.564±0.341
	辛酸	23.178±5.139	40.032±10.364	27.065±7.466
	戊酸	—	50.329±16.054	23.032±7.299
	总含量	366.008	906.296	510.763
	相对含量/%	9.04	11.15	5.22

由表4可知, 3种烤制时间烤羊腿中共鉴定出3种酯类化合物, 分别为δ-壬内酯、2-氧代壬酸甲酯和戊二酸二甲酯。其中2-氧代壬酸甲酯和戊二酸二甲酯含量随着烤制时间的延长而增加, δ-壬内酯含量在烤制100 min时达到最大。

长链脂肪酸能够使食物整体风味更协调醇厚, 脂肪氧化或水解均能产生酸类化合物, C₆~C₁₂的羧酸和酯类挥发性较高, 对风味有一定影响^[24-25]。烤羊腿中共鉴定出9种酸类化合物, 其中乙酸含量最高, 己酸、庚酸和辛酸含量在烤制100 min时最高。整体来看, 烤制100 min时烤羊腿中酸类化合物含量最多, 其次分别为烤制80、120 min。这可能是由于随着烤制的进行, 酸类物质被作为醛类、醇类及酯类前体物质的反应速率逐渐高于酸类物质的生成速率。

2.1.4 烷烃类化合物

表5 不同烤制时间烤羊腿中烷烃类化合物种类及含量 (n=3)
Table 5 Contents of alkanes in roasted lamb legs with different roasting durations (n = 3)

			μg/kg	
挥发性化合物		烤制时间/min		
		80	100	120
烷烃类 (2种)	十六烷	—	18.638±0.774	2 346.650±32.516
	十一烷	—	22.084±2.715	—
	总含量	0.000	40.722	2 346.650
	相对含量/%	0.00	5.01	23.98

烷烃类化合物主要由脂肪降解产生, 一般阈值较高, 对烤羊腿整体风味贡献较小, 但对肉品整体风味具有一定的修饰作用^[26-27]。大多数烷烃类化合物香气较弱或

无味,对食品风味没有直接贡献作用。由表5可知,烤羊腿中鉴定出2种烷烃类化合物,主要为十六烷,在烤制100 min时被检出,含量在烤制120 min达到最大值。

2.1.5 其他化合物

表6 不同烤制时间烤羊腿中其他化合物种类及含量 ($n=3$)
Table 6 Contents of other aroma compounds in roasted lamb legs with different roasting durations ($n=3$)

挥发性化合物	烤制时间/min		
	80	100	120
2-戊基呋喃	65.868±11.302	136.869±22.334	108.556±19.564
甲氧基苯基胍	—	1 400.503±32.568	753.285±17.025
其他化合物 (3种)			
苯酚	7.790±0.789	13.539±2.193	9.746±0.998
总含量	73.658	1 550.911	871.587
相对含量/%	1.82	19.08	8.91

由表6可知,烤羊腿中鉴定出的其他化合物共计3种,随着烤制时间的延长,烤羊腿中的其他化合物相对含量呈先增后减的趋势。2-戊基呋喃含量较高,2-戊基呋喃在肉制品中较为常见,具有很强的肉香味和烘烤香气^[28-29]。除了2-戊基呋喃,烤羊腿中还检测到甲氧基苯基胍,甲氧基苯基胍含量在烤制100 min时约为烤制120 min时的2倍。苯酚含量在烤制100 min时最高,在烤制80 min和120 min时含量差别不大。

2.2 不同烤制时间烤羊腿中挥发性风味物质OAV分析

表7 不同烤制时间烤羊腿中挥发性风味物质OAV
Table 7 OAVs of volatile flavor compounds in roasted lamb legs with different roasting durations

挥发性化合物	阈值/ ($\mu\text{g/kg}$)	烤制时间/min		
		80	100	120
己醛	4.7	201.119	576.136	415.404
庚醛	3	44.219	144.577	79.773
辛醛	0.7	341.037	962.426	386.046
壬醛	1	667.926	1 275.383	1 021.249
苯甲醛	350	0.421	0.378	0.561
(E)-2-辛烯醛	3	10.370	23.922	22.462
(E)-2-壬烯醛	1	43.057	61.590	71.302
(Z)-2-癸烯醛	0.3	200.657	292.817	306.623
庚醇	3	—	42.667	31.169
正己醇	1 400	0.024	0.108	0.046
1-辛烯-3-醇	1	223.245	716.297	454.695
1-戊醇	4 000	0.012	0.053	0.022
(E)-2-辛烯-1-醇	40	0.367	—	0.254
乙酸	22 000	0.011	0.026	0.015
苯甲酸	240	—	0.020	0.022
丁酸	240	—	0.386	—
庚酸	640	0.035	0.067	0.042
己酸	3 000	0.020	0.027	0.027
辛酸	3 000	0.008	0.013	0.009
2-癸酮	1.433	17.723	55.212	44.533
2-戊基呋喃	6	10.978	22.812	18.093

为分析各挥发性风味物质对烤羊腿的香气贡献程度,本实验选择含量变化较为显著的化合物,计算OAV。醛类化合物大多数来源于脂肪氧化和氨基酸分解^[30],由表7可知,3种烤制时间烤羊腿中OAV ≥ 100 的醛类物质有4种,分别为己醛、辛醛、壬醛和(Z)-2-癸烯醛,10 $\leq$ OAV <100 的有3种,分别为庚醛、(E)-2-壬烯醛和(E)-2-辛烯醛。醛类物质具有较强的挥发性和较低的阈值,在肉类特征风味中起重要作用。从OAV和物质含量分析得出,壬醛是烤羊腿中挥发性香气成分的主要来源,在烤制100 min时烤羊腿中壬醛含量约为烤制80 min时的2倍,壬醛对烤羊腿的风味有较大贡献。

3种烤制时间烤羊腿中1 $\leq$ OAV <100 的酮类物质有2-癸酮,烤制100 min含量最高,为79.119 $\mu\text{g/kg}$ 。与醛类物质相比,酮类物质OAV偏低,对烤羊腿风味贡献远不如醛类物质,对烤羊腿的风味贡献较小,但使烤羊腿的风味更加丰满、富有层次。

烤羊腿中含量最高的醇类物质是1-辛烯-3-醇,烤制100 min时含量最高,为716.297 $\mu\text{g/kg}$ 。和醛、酮类物质相比,醇类物质的阈值较高、含量较低,对烤羊腿的整体风味没有起到关键性作用。

酸类化合物主要来源于脂肪水解和脂肪氧化过程中分解的小分子脂肪酸,烤羊腿中酸类物质虽然种类较多,但是OAV均小于1,其含量较低且阈值较高,因此在烤羊腿中并不是风味的主要来源。

3种烤制时间烤羊腿中检测到的其他类化合物具有强烈的肉香味和较低的阈值,2-戊基呋喃在3个烤制时间的OAV均 ≥ 10 ,表明2-戊基呋喃对烤羊腿的风味有一定贡献,但贡献较小。

2.3 不同烤制时间烤羊腿电子鼻测定结果

表8 不同烤制时间烤羊腿电子鼻传感器响应值
Table 8 Electronic nose sensor responses to roasted lamb legs with different roasting durations

传感器	烤制时间/min		
	80	100	120
W1C	1.202	1.307	1.303
W5S	3.417	1.961	2.695
W3C	1.022	1.03	1.026
W6S	1.049	1.056	1.076
W5C	1.013	1.016	1.015
W1S	1.713	1.832	1.865
W1W	4.436	3.145	5.182
W2S	1.513	1.701	1.680
W2W	2.788	2.282	3.236
W3S	1.087	1.085	1.078

为保证实验结果的准确与稳定,使用电子鼻传感器捕获不同烤制时间烤羊腿中挥发性化合物的细微变化,能较好反映烤羊腿中整体挥发性化合物^[31]。由表8可知,W5S、W1S、W1W、W2S和W2W传感器的响应值均在

1.5以上,因此这5个传感器的响应值可以作为评判气味特征的主要指标。

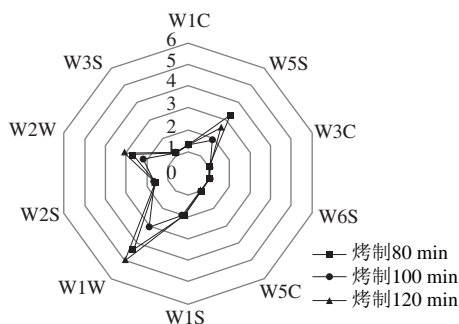


图2 不同烤制时间烤羊腿中挥发性成分电子鼻传感器响应值雷达图
Fig. 2 Radar map of electronic nose sensor responses to volatile components in roasted lamb legs with different roasting durations

W2S传感器对醇类、醛酮类灵敏,由图2可知,W2S传感器的响应值在3种烤制时间烤羊腿中变化不大,但在烤制100 min达到峰值,这与GC-MS的检测结果相同,醇类和醛类物质在3种烤制时间烤羊腿中均存在,并且大部分物质,如己醛、壬醛、庚醛、正己醇、1-戊醇、1-辛烯-3-醇含量在烤制100 min最高。W1W和W2W传感器均在烤制120 min时响应值较高。W1W传感器对无机硫化物灵敏,W2W对有机硫化物灵敏,在烤制80 min时,敏感程度较高的传感器依次为W1W、W5S、W2W,即在此烤制条件下,烤羊腿中无机硫化物含量丰富,并含有大量的氮氧化合物和有机硫化物。在烤制100 min和120 min时,敏感程度较高的传感器依次为W1W、W2W、W5S,即在此烤制条件下烤羊腿中无机硫化物和有机硫化物含量丰富,其次是氮氧化合物。

3 结论

采用SPME-GC-MS分析新疆烤羊腿的挥发性化合物差异,结果表明:烤羊腿中共鉴定出8类化合物,其中包括醇类9种、醛类16种、酮类8种、酸类9种、酯类3种、杂环类1种、烃类2种及其他化合物3种。醛类物质中含量最高的为己醛,醇类物质中含量最高的为1-辛烯-3-醇,酮类物质中含量最高的为2,3-辛烯二酮,同时这些物质OAV较高,阈值较低,对烤羊腿风味有关键性作用;其他化合物含量较低,对烤羊腿风味贡献作用不大,只有基础调和作用。

以OAV为依据,醛类作为脂肪降解后的主要产物之一,具有挥发性强和阈值较低的特点,在肉类特征风味中起重要作用。从OAV和物质含量分析得出,壬醛是烤羊腿中挥发性香气成分的主要来源,对烤羊腿的风味有较大贡献。与醛类物质相比,酮类物质的OAV偏低,对烤羊腿风

味贡献远不如醛类物质,贡献较小,但对烤羊腿的风味有一定修饰作用。醇类、酸类和其他类化合物具有较低的阈值,对烤羊腿风味有一定贡献,但贡献较小。

运用电子鼻技术分析发现,不同烤制温度条件下烤羊腿挥发性成分存在明显差异,风味有所不同。烤制80 min时,敏感程度较高的传感器依次为W1W、W5S、W2W,即此时烤羊腿中无机硫化物丰富,并含有大量的氮氧化合物、有机硫化物、醇类和醛酮类化合物。烤制100 min和120 min时,敏感程度较高的传感器依次为W1W、W2W、W5S,即在此烤制条件下烤羊腿中无机硫化物、有机硫化物丰富,其次是氮氧化合物、甲基类化合物、醇类和醛酮类。

参考文献:

- [1] 谢建春,孙宝国,郑福平.烤羊腿挥发性香成分分析[J].食品科学,2006,27(10):511-514.
- [2] MÓNICA F. Lawrie's meat science[M]. 8th ed. Cambridge: Woodhead Publishing, 2017: 383-417. DOI:10.1016/B978-0-08-100694-8.00013-3.
- [3] XIAO Xiong, HOU Chengli, ZHANG Dequan, et al. Effect of pre- and post-rigor on texture, flavor, heterocyclic aromatic amines and sensory evaluation of roasted lamb[J]. Meat Science, 2020, 169: 108220. DOI:10.1016/j.meatsci.2020.108220.
- [4] 王海超.烤羊腿风味、色泽与质构特性的区域化差异研究[D].杨凌:西北农林科技大学,2018:14-16.
- [5] 魏长庆,王永瑞,刘文玉.新疆库勒香梨果醋香气萃取条件优化研究[J].中国调味品,2017,42(9):26-31. DOI:10.3969/j.issn.1000-9973.2017.09.006.
- [6] 席嘉佩,詹萍,田洪磊,等.基于SPME-GC-MS和PCA的不同萃取头对新疆烤羊肉香气成分萃取效果比较[J].食品科学,2018,39(10):234-241. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201810036.
- [7] 王军喜,叶俊杰,赵文红,等.HS-SPME-GC-MS结合OAV分析酱油鸡特征风味活性物质的研究[J].中国调味品,2020,45(9):160-164;177. DOI:10.3969/j.issn.1000-9973.2020.9.03.
- [8] 李婷,田佳乐,刘洋,等.基于固相微萃取-气相色谱-质谱与电子鼻技术分析发酵乳中的挥发性风味物质[J].食品与发酵工业,2020,46(10):233-241. DOI:10.13995/j.cnki.11-1802/ts.023457.
- [9] 段丽丽,杨晓仪,戴得蓉,等.基于电子鼻与GC-MS技术研究萨兹酒花葡萄酒挥发性风味成分[J].中国酿造,2020,39(8):138-142. DOI:10.11882/j.issn.0254-5071.2020.08.027.
- [10] RAJAMAKI T, ALAKOMI H L, RITCANEN T, et al. Application of an electronic nose for quality assessment of modified atmosphere packaged poultry meat[J]. Food Control, 2006, 17: 5-13. DOI:10.1016/j.foodcont.2004.08.002.
- [11] 李迎楠,刘文营,成晓瑜.GC-MS结合电子鼻分析温度对肉味香精风味品质的影响[J].食品科学,2016,37(14):104-109. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201614018.
- [12] 马建荣.传统烤羊腿特征风味物质解析与新型烤制技术研究[D].杨凌:西北农林科技大学,2019:50-57.
- [13] 潘晓倩,成晓瑜,张顺亮,等.不同发酵剂对北方风干香肠色泽和风味品质的改良作用[J].食品科学,2015,36(14):81-86. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201514016.
- [14] 崔晓莹,张庆永,刘登勇,等.德州扒鸡关键挥发性风味物质分析[J].肉类研究,2019,33(11):50-54. DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20190819-185.

- [15] 窦露, 罗玉龙, 孙雪峰, 等. 苏尼特羊、巴美肉羊和乌拉特山羊的肉品质和挥发性风味物质比较[J]. 食品工业科技, 2020, 41(15): 8-14. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2020.15.002.
- [16] 马建荣, 潘腾, 王振宇, 等. 传统炭烤羊腿特征挥发性风味物质分析[J]. 肉类研究, 2019, 33(1): 50-54. DOI:10.7506/rlyj1001-8123-20181211-228.
- [17] RAES K, BALCAEN A, DIRINCK P, et al. Meat quality, fatty acid composition and flavour analysis in Belgian retail beef[J]. Meat Science, 2003, 65(4): 1237-1246. DOI:10.1016/s0309-1740(03)00031-7.
- [18] 郑晓吉, 刘飞, 任全路, 等. 基于SPME-GC-MS法比较新疆哈萨克族不同居住区奶酪风味差异[J]. 食品科学, 2018, 39(8): 83-89. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201808014.
- [19] RUIZ J, VENTANAS J, CAVA R. New device for direct extraction of volatiles in solid samples using SPME[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2001, 49(11): 5115-5121. DOI:10.1021/jf0101298.
- [20] 康乐. 牛肉中Maillard反应风味前体肽的鉴定及其产物形成机理的研究[D]. 北京: 北京工商大学, 2017: 23-26.
- [21] PETERS H, GASSMANN B. Recent advances in the chemistry of meat: the chemistry of meat flavor[M]. London: The Royal Society of Chemistry, 1984: 119; 164. DOI:10.1016/0308-8146(84)90115-8.
- [22] KANOKRUANGRONG S, BIRCH J, BEKHIT A E D A. Processing effects on meat flavor[J]. Encyclopedia of Food Chemistry, 2019, 14(6): 302-308. DOI:10.1016/B978-0-08-100596-5.21861-1.
- [23] GRABEŽ V, BJELANOVIĆ M, ROHLOFF J, et al. The relationship between volatile compounds, metabolites and sensory attributes: a case study using lamb and sheep meat[J]. Small Ruminant Research, 2019, 181: 12-20. DOI:10.1016/j.smallrumres.2019.09.022.
- [24] MATEO J, ZUMALACÁRREGUI J M. Volatile compounds in chorizo and their changes during ripening[J]. Meat Science, 1996, 44(4): 255-273. DOI:10.1016/S0309-1740(96)00098-8.
- [25] FLORES M, SOLER C, ARISTOY M C, et al. Effect of brine thawing/salting for time reduction in Spanish dry-cured ham manufacturing on proteolysis and lipolysis during salting and post-salting periods[J]. European Food Research and Technology, 2006, 222(5/6): 509-515. DOI:10.1007/s00217-005-0036-8.
- [26] 吕慧超. 基于定向美拉德反应和热力场干燥技术的烤猪肉挥发性风味物质研究[D]. 南京: 南京农业大学, 2015: 16-21.
- [27] XIE Jianchun, SUN Baoguo, ZHENG Fuping, et al. Volatile flavor constituents in roasted pork of Mini-pig[J]. Food Chemistry, 2008, 109(3): 506-514. DOI:10.1016/j.foodchem.2007.12.074.
- [28] BENET I, GUÀRDIA M D, IBAÑEZ C, et al. Analysis of SPME or SBSE extracted volatile compounds from cooked cured pork ham differing in intramuscular fat profiles[J]. LWT-Food Science and Technology, 2015, 60(1): 393-399. DOI:10.1016/j.lwt.2014.08.016.
- [29] SHI Xiaoxia, ZHANG Xiaoming, SONG Shiqing, 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. DOI:10.1016/j.jchromb.2012.11.032.
- [30] RASINSKA E, RUTKOWSKA J, CZARNIECKA-SKUBINA E, et al. Effects of cooking methods on changes in fatty acids contents, lipid oxidation and volatile compounds of rabbit meat[J]. LWT-Food Science and Technology, 2019, 110: 64-70. DOI:10.1016/j.lwt.2019.04.067.
- [31] PATEL H K. The electronic nose: artificial olfaction technology[M]. New York: Springer, 2016: 207-241.