

基于HS-GC-IMS、HS-SPME-GC-MS和电子鼻探讨烘烤条件对烤核桃仁挥发性有机化合物的影响

马 骥, 朱凯阳, 崔 媛, 张 婷, 赵文革, 姬世春, 袁 亮, 雷宏杰, 徐怀德, 李 梅

Effects of Roasting Conditions on Volatile Organic Compounds in Roasted Walnut Kernels Based on HS-GC-IMS, HS-SPME-GC-MS and Electronic Nose

MA Ji, ZHU Kaiyang, CUI Yuan, ZHANG Ting, ZHAO Wenge, JI Shichun, YUAN Liang, LEI Hongjie, XU Huaide, and LI Mei

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024070327>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

基于HS-SPME-GC-MS和电子鼻技术分析烘焙温度对菊苣根提取物挥发性成分的影响

Effect of Roasting Temperature on Volatile Components of Chicory Root Extract Analyzed by HS-SPME-GC-MS and Electronic Nose

食品工业科技. 2025, 46(8): 311-321 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2024060155>

基于电子鼻、HS-GC-IMS和HS-SPME-GC-MS分析五种水产原料的风味特征

Analysis of Flavor Characteristics of Five Aquatic Raw Materials Based on Electronic Nose, HS-GC-IMS and HS-SPME-GC-MS

食品工业科技. 2021, 42(19): 106-117 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021030193>

基于电子鼻和顶空气相色谱-离子迁移谱分析不同干燥方式对羊肚菌挥发性化合物的影响

Analysis the Effects of Different Drying Methods on the Volatile Compounds in *Morchella esculenta* Based on Electronic Nose and Headspace Gas Chromatography-Ion Mobility Spectrometry

食品工业科技. 2024, 45(7): 261-269 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2023050088>

基于HS-SPME-GC-MS和GC-IMS结合电子鼻分析真空冷却对酱牛肉风味的影响

Analysis of the Effect of Vacuum Cooling on the Flavor of Sauce Beef Based on HS-SPME-GC-MS and GC-IMS Combined with Electronic Nose

食品工业科技. 2022, 43(9): 341-348 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021080267>

顶空固相微萃取结合气相色谱-质谱联用法对3种洋葱挥发性风味成分的分析

Analysis of Volatile Flavor Components in Three Onion by Headspace Solid Phase Microextraction Combined with Gas Chromatography-Mass Spectrometry

食品工业科技. 2022, 43(2): 319-327 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2021070239>

基于电子鼻和HS-SPME-GC-MS技术分析9种新疆石榴果实挥发性成分

Analysis of Volatile Components of Nine *Punica granatum* L. Cultivars Grown in Xinjiang Based on Electronic Nose and HS-SPME-GC-MS

食品工业科技. 2023, 44(6): 325-334 <https://doi.org/10.13386/j.issn1002-0306.2022060146>



关注微信公众号，获得更多资讯信息

马骥, 朱凯阳, 崔媛, 等. 基于 HS-GC-IMS、HS-SPME-GC-MS 和电子鼻探讨烘烤条件对烤核桃仁挥发性有机化合物的影响 [J]. 食品工业科技, 2025, 46(12): 313–323. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024070327

MA Ji, ZHU Kaiyang, CUI Yuan, et al. Effects of Roasting Conditions on Volatile Organic Compounds in Roasted Walnut Kernels Based on HS-GC-IMS, HS-SPME-GC-MS and Electronic Nose[J]. Science and Technology of Food Industry, 2025, 46(12): 313–323. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2024070327

· 分析检测 ·

基于 HS-GC-IMS、HS-SPME-GC-MS 和 电子鼻探讨烘烤条件对烤核桃仁挥发性 有机化合物的影响

马 骥¹, 朱凯阳¹, 崔 媛¹, 张 婷², 赵文革³, 姬世春⁴, 袁 亮⁴, 雷宏杰¹, 徐怀德¹, 李 梅^{1,*}

(1.西北农林科技大学食品科学与工程学院, 陕西咸阳 712100;

2.新疆农业科学院农产品贮藏加工研究所, 新疆乌鲁木齐 830091;

3.阿克苏浙疆果业有限公司, 新疆阿克苏 843000;

4.泽普县金凤泽普农业发展投资有限公司, 新疆喀什 844899)

摘 要:为探究不同烘烤条件(烘烤温度: 100、110、120、130、140、150 ℃; 烘烤时间: 15、30、60、90、120 min)对烤核桃仁挥发性有机化合物(volatile organic compounds, VOCs)的影响, 联合感官评价、顶空-气相色谱-离子迁移谱法(headspace-gas chromatography-ion mobility spectroscopy, HS-GC-IMS)、顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱法(headspace-solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry, HS-SPME-GC-MS)和电子鼻等技术研究了温 185 核桃仁随着烘烤时间和烘烤温度的增加 VOCs 的变化规律, 并通过偏最小二乘法判别分析、聚类热图、气味活性值分析和主成分分析等方法对数据进行分析。结果表明, 通过 HS-GC-IMS 和 HS-SPME-GC-MS 分别鉴定出 33 种和 58 种 VOCs; 核桃仁在烘烤过程中醛类、酮类、醇类和酯类占比之和均超过 80%。随着烘烤时间由 15 min 增加到 120 min 和烘烤温度由 100 ℃ 升高到 150 ℃, 醛类占比呈上升趋势, 酮类和酯类占比呈下降趋势, 醇类占比相对稳定, 烘烤过程中温度因素比时间因素对烤核桃仁中 VOCs 数量的影响更大; 烤核桃仁特征香气物质为 2-甲基丁醛(烘烤味); 当烘烤条件为 120 ℃-60 min 时核桃仁香气浓郁, 优于其他烘烤条件下的核桃仁香气, 是烤核桃仁较好的烘烤条件。

关键词:核桃仁, 烘烤温度, 烘烤时间, 挥发性有机化合物, 顶空-气相色谱-离子迁移谱法, 顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱法, 电子鼻

中图分类号: TS255.6

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2025)12-0313-11

本文网刊:

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2024070327



Effects of Roasting Conditions on Volatile Organic Compounds in Roasted Walnut Kernels Based on HS-GC-IMS, HS-SPME-GC-MS and Electronic Nose

MA Ji¹, ZHU Kaiyang¹, CUI Yuan¹, ZHANG Ting², ZHAO Wenge³, JI Shichun⁴, YUAN Liang⁴,
LEI Hongjie¹, XU Huaide¹, LI Mei^{1,*}

(1. College of Food Science and Engineering, Northwest A & F University, Xianyang 712100, China;

2. Institute of Agricultural Products Storage and Processing, Xinjiang Academy of Agricultural Sciences,
Urumqi 830091, China;

收稿日期: 2024-07-24

基金项目: “十三五”国家重点研发计划子课题(2022YFD1000103)。

作者简介: 马骥(1999-), 男, 硕士研究生, 研究方向: 果蔬高值化加工与贮藏, E-mail: maji1999@126.com。

* 通信作者: 李梅(1987-), 女, 博士, 副教授, 研究方向: 果蔬贮藏与加工中品质控制及综合利用, E-mail: limei1101@nwfau.edu.cn。

3.Aksu Zhejian Fruit Industry Co., Ltd., Aksu 843000, China;

4.Zephyr Jinfeng Zephyr Agricultural Development and Investment Co., Ltd., Kashi 844899, China)

Abstract: To explore the effects of different roasting conditions (roasting temperature: 100, 110, 120, 130, 140, 150 °C and roasting time: 15, 30, 60, 90, 120 min) on volatile organic compounds (VOCs) in roasted walnut kernels, the changing patterns of VOCs in Wen185 cultivar walnut kernel along with increasing roasting time and temperature were investigated via the combination of sensory evaluation, headspace-gas chromatography-ion mobility spectroscopy (HS-GC-IMS), headspace-solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS), and electronic nose. Furthermore, these data were analyzed by partial least squares discriminant analysis, clustered heat maps, odor activity value analysis, and principal component analysis. The results showed that 33 and 58 VOCs were identified by HS-GC-IMS and HS-SPME-GC-MS, respectively. Moreover, the proportion of aldehydes, ketones, alcohols, and esters in walnut kernels exceeded 80% during the roasting process. With the increase of roasting time from 15 min to 120 min and roasting temperature from 100 °C to 150 °C, the proportion of aldehydes exhibited an increasing trend, while the proportion of ketones and esters decreased consistently. Alcohols proportion was relatively unchanged. Notably, roasting temperature had a greater effect on the amount of roasted walnut kernel VOCs than roasting time. In addition, the characteristic aroma substance of roasted walnut kernels was 2-methylbutyraldehyde (roasted flavor). When the walnut kernel was roasted under 120 °C for 60 min, the aroma of walnut kernel was stronger, which was better than those of roasted walnut kernels under other roasting conditions, indicating that this roasting condition was good for roasting walnut kernels.

Key words: walnut kernel; roasting temperature; roasting time; volatile organic compounds; headspace-gas chromatography-ion mobility spectroscopy; headspace-solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry; electronic nose

核桃(*Juglans regia* L.)又称胡桃,为胡桃科植物,是一种兼具经济价值、丰富营养以及药食两用特性的珍贵干果^[1]。近年来我国核桃产业发展迅速,已成为世界上核桃种植面积和产量最大的国家^[2]。新疆是我国核桃种植大省,截至2021年底,新疆核桃种植面积达630.88万亩,产量113.22万吨^[3]。随着核桃产量的加大,核桃深加工是核桃产业发展的方向^[4]。核桃仁含油率高达60%以上,核桃油料化是核桃精深加工的重要方向之一^[5]。常温压榨是当前核桃油生产的主要方式,但由于核桃仁香气有限,该方法制得的核桃油比较清淡,难以满足消费者对浓香型食用油的需求。因此,浓香型核桃油的制备成为行业亟待解决的问题。

烘烤是油料作物加工的重要技术之一,近年来花生、杏仁、芝麻等油料作物通过烘烤改善油脂风味已有报道^[6-8],现有研究表明烘烤能够改善核桃风味。Hao等^[9]基于顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用(headspace-solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry, HS-SPME-GC-MS)技术对生核桃、热风干核桃和烤核桃的挥发性有机化合物(volatile organic compounds, VOCs)进行了研究,结果表明,核桃烘烤后的VOCs含量高于生核桃和热风干核桃,这是高温美拉德反应和加热过程中油脂氧化的结果。王鲁明等^[10]发现了100~140 °C烘烤可以用于生产浓香型的去衣核桃仁、核桃粕以及核桃油。陈璐等^[11]发现烘烤能够提高莎豆油的风味。国外学者通过感官分析评估了核桃烘烤前后20种风味属性强度,发现烘烤可以极大地影响核桃的风味特征,赋予核桃坚果味和甜味^[12]。然而关于烘

烤核桃仁用于生产浓香型核桃油和以风味为主筛选烤核桃仁最佳烘烤条件的研究少有报道。

温185核桃是新疆核桃主栽品种,具有易机械化脱壳的优势,是核桃油生产的主要原料之一。本研究以温185核桃仁为原料,首先对不同烘烤条件下烤核桃仁风味进行感官评定,进一步利用GC-IMS与GC-MS联用技术对核桃仁VOCs进行定性定量分析,探究核桃仁VOCs随着烘烤时间和烘烤温度增加时的变化规律,筛选烤核桃仁特征性气味物质以及最佳烘烤条件,最后通过电子鼻进一步验证核桃仁的最适烘烤条件。本研究将为浓香核桃油生产所需的原料预处理提供数据支撑和理论参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

温185核桃 新疆阿克苏浙疆果业有限公司;氯化钠 分析纯,广东广华科技股份有限公司;1,2,3-三氯丙烷 色谱纯, Sigma 化学有限公司。

S5-300E 纯蒸汽烤箱 美的集团股份有限公司;MXT-5 色谱柱、FlavourSpec® GC-IMS 联用仪 德国 GAS 公司;DB-17MS 色谱柱、GCMS-QP2010 UltraGC-MS 联用仪 日本岛津制作所;PEN3 型电子鼻 德国 Airsense 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 烘烤核桃仁制备 选择颜色和大小一致的核桃去壳,得到半仁大小的核桃仁。基于预实验结果,选取了烤核桃仁气味有变化的温度和时间区间作为正式实验的烘烤条件,即分别在100、110、120、130、140、150 °C等六个烘烤温度下烘烤15、30、60、90、120 min。待核桃仁冷却至室温后装袋密封

保存备用。

1.2.2 感官分析 感官分析试验由西北农林科技大学食品科学与工程学院 10 名训练有素的学生(5 男 5 女, 18~25 岁)对不同烘烤条件下的烤核桃仁进行描述性感官评价。核桃仁风味描述参考 Liu 等^[13]的方法略作修改。选择青草味、奶香味、坚果味、烘烤味、焦糊味五种风味进行描述。具体操作为: 将烤核桃仁装入 20 mL 顶空瓶中静置 1 h, 感官分析人员通过闻样品气味对每一种风味进行评分, 所有样品评分完成后, 评分员选择 2 个个人认为风味最佳的样品。之后根据各气味强烈程度以 0~5 分对样品进行评分(0 分表示不易察觉, 5 分表示感知非常强烈)。取各样品所有评分的平均值进行雷达图分析。

1.2.3 HS-GC-IMS 检测 参考 Xi 等^[14]的方法略作修改。将烤核桃仁研磨成粉末, 取 3.5 g 样品放入 20 mL 顶空瓶中, 放入自动采样盘中。所有样品均进行 3 次重复试验。

自动进样条件: 孵育温度 45 ℃, 孵育速度 500 r/min, 孵育时间 10 min, 顶空自动进样, 进样量 1 mL, 进样器温度 85 ℃。

GC-IMS 条件: FlavourSpec® GC-IMS 联用仪配有 MXT-5 毛细管柱(15 m, 0.53 mmID, 1 μm/df), 载气(N₂)梯度运行时间 30 min, 其中 0~2 min 流量为 2 mL/min, 2~10 min 流量增至 10 mL/min, 10~20 min 流量增至 100 mL/min, 20~30 min 流量增至 150 mL/min。IMS 检测温度为 45 ℃, 电离源为氙, 漂移气体为 N₂(>99.999%), 流量 150 mL/min 送入漂移管。

1.2.4 HS-SPME-GC-MS 检测 参考吴思雨等^[15]的方法略作修改。将烤核桃仁研磨成粉末状, 称取 2.0 g 样品于 20 mL 顶空瓶中, 加入 4 mL 饱和氯化钠溶液, 再加入 10 μL 1,2,3-三氯丙烷(0.1387 mg/mL 甲醇溶液)作为内标物, 压盖, 置于 45 ℃ 环境下平衡 30 min。将萃取头插入进样瓶中顶空吸附 30 min 进行解析。所有样品均进行 3 次重复试验。

GCMS-QP2010 UltraGC-MS 联用仪配有 DB-17MS 毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm), 自动进样不分流模式, 进样口温度 250 ℃, 载气为 He, 流速 1.93 mL/min, 梯度升温程序如下: 初始温度 40 ℃, 保持 3 min 后以 4 ℃/min 的速率升至 120 ℃, 后以 6 ℃/min 的速率升至 240 ℃, 保持 9 min。MS 条件: 电子能量 70 eV, 离子源温度 230 ℃, 四极杆温度 150 ℃, 扫描模式为全扫描模式, 质量扫描范围为 35~550 m/z。

根据峰面积计算挥发性化合物浓度, 计算方法如公式(1)所示:

$$C_x = \frac{C_0 \times V_0 \times S_x}{S_0 \times M} \quad \text{式 (1)}$$

式中: C_x表示挥发性化合物含量, μg/g; C₀表示内标物质量浓度, μg/mL; V₀表示内标物体积, mL;

S_x表示挥发性化合物峰面积; S₀表示内标物峰面积; M表示样品质量, g。

根据挥发性有机化合物浓度和阈值计算气味活性值(odour activity value, OAV), 计算方法如公式(2)所示:

$$OAV = \frac{C_x}{T_v} \quad \text{式 (2)}$$

式中: C_x为挥发性化合物含量, μg/g; T_v为气味阈值, μg/g。

1.2.5 电子鼻检测 参考 Feng 等^[16]的方法略作修改。将烤核桃仁研磨成粉末状, 取 2.5 g 样品放于 20 mL 顶空瓶中, 加盖密封后富集 1 h 用 PEN3 型电子鼻分析。

测量条件如下: 清洁时间 300 s, 复位时间 5 s, 预进样时间 5 s, 进样流速 400 mL/min, 样品测量时间 60 s。所有样品均进行 6 次重复试验。电子鼻配备的十个传感器对应的敏感物质如表 1 所示。

表 1 电子鼻各个传感器的响应类型
Table 1 Response types of the various sensors by electronic nose

阵列序号	传感器名称	性能描述
1	W1C	芳香成分, 苯类灵敏
2	W5S	氮氧化合物灵敏
3	W3C	氨水, 芳香成分灵敏
4	W6S	对氢气有选择性
5	W5C	短链烷烃、芳香成分灵敏
6	W1S	甲基类灵敏
7	W1W	无机硫化物、萜烯类灵敏
8	W2S	醇类、醛酮类灵敏
9	W2W	芳香成分、有机硫化物灵敏
10	W3S	长链烷烃灵敏

1.3 数据处理

利用 Excel 2019 进行数据处理, 使用 Origin 2021 绘制感官分析雷达图、GC-IMS 百分比图、GC-MS 二值图、气泡图、电子鼻雷达图; 利用 SIMCA-P 进行 PLS-DA 和 PCA 分析, TBtools 用于聚类热图分析。

2 结果与分析

2.1 不同烘烤条件烤核桃仁感官分析

感官分析能够反映样品的真实风味情况。不同烘烤条件下的烤核桃仁感官评定得分情况如图 1 所示。从图中可以看出烘烤能够显著改变核桃仁的气味^[17]。当烘烤时间为 15 min 和 30 min 与烘烤温度为 100 ℃ 和 110 ℃ 时, 烤核桃仁主要表现为强烈的青草味以及淡淡的奶香味, 青草味主要来源于醛酮类化合物^[18], 如己醛和 2-丁酮。随着烘烤时间延长至 60 min 和 90 min 以及烘烤温度升高至 120 ℃ 和 130 ℃ 时, 烤核桃仁的坚果味和烘烤味得分最高, 且青草味减弱, 焦糊味表现也不强烈, 结合表 2 表明该

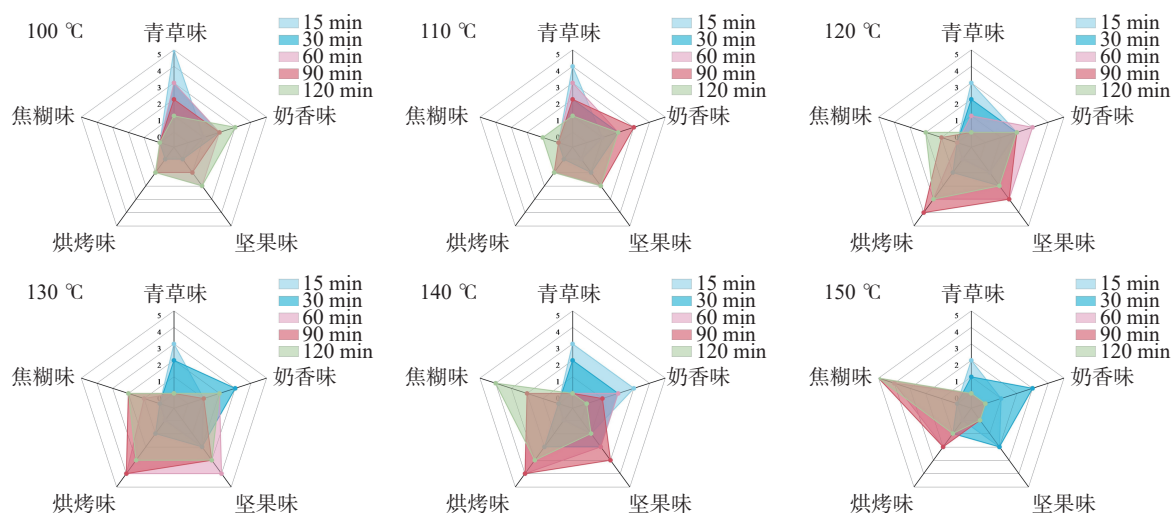


图1 不同烘烤条件下核桃仁感官分析雷达图

Fig.1 Radar chart for sensory analysis of walnut kernels under different roasting conditions

表2 最佳风味样品喜好度计票

Table 2 Vote for the best flavor sample

烘烤条件	120 °C-60 min	120 °C-90 min	100 °C-60 min	130 °C-60 min	130 °C-30 min	150 °C-30 min	110 °C-90 min	140 °C-30 min
票数	6	4	3	2	2	1	1	1

烘烤条件能够使核桃仁释放令人愉悦的香气。当烘烤时间增加到 120 min 且烘烤温度达到 140 °C 和 150 °C 时,烤核桃仁出现强烈的焦糊味,此时表现为过度烘烤。由此可知在 120 °C 下烘烤 60 min 得到的烤核桃仁感官评定得分更高。因此,在后续试验中探究当烘烤温度为 120 °C 时烘烤不同时间(15、30、60、90、120 min)核桃仁中 VOCs 的变化规律。同时,探讨当烘烤时间为 60 min 时,不同烘烤温度(100、110、120、130、140、150 °C)对烤核桃仁 VOCs 生成的影响。

2.2 烘烤过程中烤核桃仁 VOCs 的 HS-GC-IMS 分析

图 2 显示了通过 GC-IMS 检测到的不同烘烤温度和烘烤时间下核桃仁中 VOCs 的动态变化。图 2A 为经 RIP 归一化处理后的 GC-IMS 二维谱图,左侧迁移时间为 1.0 ms 处的红色垂直线为反应离子峰(reactive ion peak, RIP),RIP 两侧的点代表 VOCs,颜色值表示 VOCs 浓度大小(红色表示浓度高,蓝色表示浓度低)^[19]。由图可知,大部分 VOCs 在迁移时间为 1.0~1.75 ms 和保留时间 100~400 s 的范围内。随着烘烤时间和烘烤温度的增加,二维谱图中区域点的数量增加且红色加深,说明烘烤能增加核桃仁 VOCs 的种类和数量,这可能是由于烘烤加速了核桃仁脂质氧化并发生了美拉德反应^[20]。

2.2.1 烘烤温度对烤核桃仁 VOCs 的影响 为更直观分析烘烤时间和烘烤温度对核桃仁 VOCs 变化的影响,选取 120 °C 不同烘烤时间下和 60 min 不同烘烤温度下烤核桃仁的特征峰,利用 GC-IMS 系统内置的 Gallery Plot 插件绘制指纹图谱。如图 2B 所示,烤核桃仁共检测到 33 种 VOCs,包括醛类 12 种

(图 2B-(a))、酮类 7 种(图 2B-(b))、醇类 4 种(图 2B-(c))、酯类 4 种(图 2B-(d))、吡嗪类 2 种(图 2B-(e))、呋喃类 2 种(图 2B-(f))、其他物质 2 种(图 2B-(g))。当烘烤温度由 100 °C 升高至 110 °C 时,烤核桃仁 VOCs 的数量仅增加 2 种且两个条件下共有的 VOCs 浓度差异不明显,VOCs 主要以醛类、酮类和醇类物质为主,包括丁醛(青草味)、庚醛(青草味)、2-丁酮(薄荷味)、2,3-戊二酮(辛辣味)和 1-戊醇(青草味)等。当烘烤温度升至 120 °C 时,烤核桃仁 VOCs 数量增加 6 种且吡嗪和呋喃类化合物占比达到最大值(14%),这可能是由于烘烤温度升高加快了美拉德反应^[21]。指纹图谱中烘烤温度为 130 °C 的烤核桃仁 VOCs 种类数量仅比烘烤温度为 120 °C 的样品多 1 种且浓度差异不明显,当烘烤温度升至 140 °C 和 150 °C 时,烤核桃仁 VOCs 数量增加 5 种,分别为反式-2-庚烯醛(脂肪味)、糠醛(烘烤味)、反式-2,4-庚二烯醛(脂肪味)、2-己烯醇(果味)和 2,6-二甲基吡啶(木质味),这可能是由于烘烤温度过高加快核桃仁脂质氧化产生脂肪醛^[22]。同时异丁醛(刺激性气味)、2-甲基丁醛(烘烤味)、正己醛(青草味)、2,3-戊二酮(辛辣味)和 3-甲基-3-丁烯-1-醇(果味)浓度呈下降趋势。丁醛(青草味)、1-戊醇(青草味)和 2-乙基-5-甲基吡嗪(咖啡味)浓度呈现先增加后减少的趋势,且在烘烤温度为 120~130 °C 时达到最大。

2.2.2 烘烤时间对烤核桃仁 VOCs 的影响 不同烘烤时间下烤核桃仁指纹图谱如图 2B 所示。结果表明,当烘烤时间为 15 min 时,核桃仁 VOCs 主要为醛类、酮类、醇类和酯类,包括丁醛(青草味)、庚醛(青草味)、2-丁酮(薄荷味)、1-戊醇(青草味)、乙酸

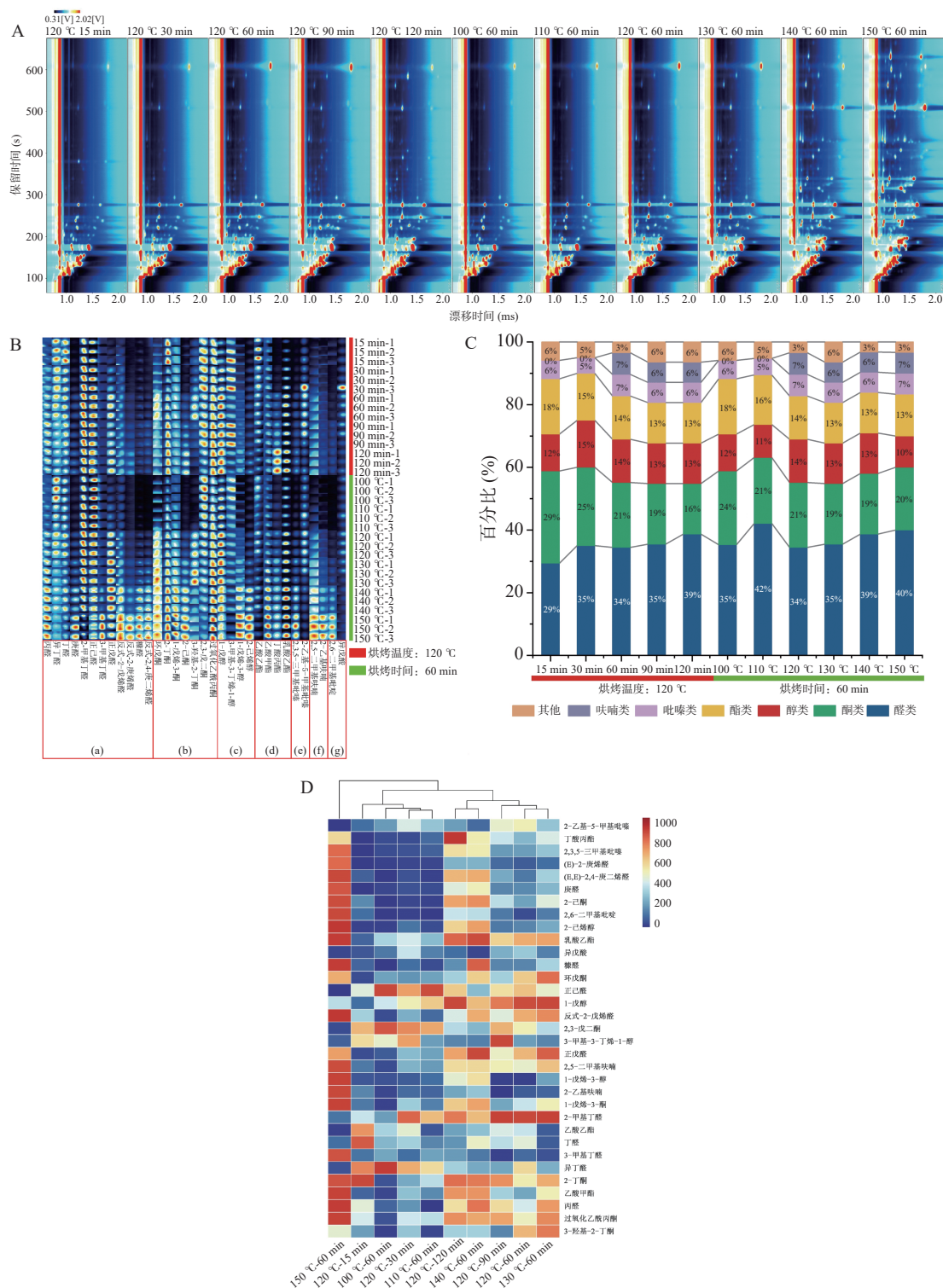


图2 核桃仁烘烤过程中 GC-IMS 二维谱图(A)和指纹图谱(B)、百分比图(C)、聚类分析图(D)

Fig.2 GC-IMS 2D spectra (A), fingerprints (B), percentage plots (C) and cluster analysis chart (D) during roasting of walnut kernels

甲酯(甘香)、乙酸乙酯(果味)等,表明核桃自身的青草气味可能来自于醛类和醇类物质,这与 Liu 等^[13]的研究结果一致。当烘烤时间为 30 min 时,烤核桃仁 VOCs 的数量相较于 15 min 增加 3 种,其余 VOCs 浓度变化不大。但当烘烤时间为 60 min 时,核桃仁 VOCs 的数量增加 9 种,其中吡嗪类和呋喃类化合物数量增加了 3 种且占比达到 14%,同时大多数 VOCs 的浓度增加,如 2,3,5-三甲基吡嗪(烘烤味)增

加了 2.7 倍、2-乙基-5-甲基吡嗪(咖啡味)增加了 1.9 倍。吡嗪类、呋喃类化合物可能源于美拉德反应,烘烤时间的延长加快了该反应的速度和相应产物的生成^[21]。当烘烤 90 min 时,核桃仁 VOCs 的数量与烘烤 60 min 相比增加了 2 种,但异丁醛(刺激性气味)、丁醛(青草味)、环戊酮(薄荷味)、乙酸乙酯(愉悦的果味)等 VOCs 浓度呈现下降趋势。当烘烤时间为 120 min 时,烤核桃仁 VOCs 的数量保持不变,

各类 VOCs 的浓度变化趋势保持不变。总之,在 120 ℃ 下烘烤 60 min 时烤核桃仁 VOCs 数量增加 9 种,显著高于其他烘烤时间节点。

图 2C 为不同烘烤条件下核桃仁中各类 VOCs 的百分比图,其中醛类、酮类、醇类和酯类物质含量占比之和均超过 80%。随着烘烤时间和烘烤温度的增加,烤核桃仁醛类化合物占比呈上升趋势,酮类和酯类占比呈下降趋势,醇类占比稳定。当烘烤时间为 60 min 以及烘烤温度为 120 ℃ 时生成呋喃类化合物,占比达 7%,同时吡嗪类化合物占比也为 7%。烤核桃仁基于 GC-IMS 检测到的 VOCs 信息如表 3 所示。对 GC-IMS 结果进行聚类分析,如图 2D 所示,120 ℃-60 min、120 ℃-90 min 和 130 ℃-60 min 三个条件组间相似。

2.2.3 PLS-DA 分析 基于上述感官分析和 GC-IMS 指纹图谱分析得到烘烤条件为 120 ℃-60 min、120 ℃-90 min 和 130 ℃-60 min 的烤核桃仁香气浓

郁且差异较小,为进一步筛选烤核桃仁最佳的烘烤条件,对这三种条件下烤核桃仁的 GC-IMS 数据进行 PLS-DA 分析,结果如表 4 所示。GC-IMS 的 PLS-DA 模型中准确度、拟合优度和预测优度均大于 0.9,说明该模型准确且稳定。

由图 3A 可以看出三个烘烤条件下的烤核桃仁分离明显,说明样品组间存在差异。通过计算变量投影重要性(variable importance projection, VIP)能够找出引起样品组间差异的重要变量,VIP 值越高的变量,对组间差异的贡献越大^[23]。如图 3B 所示,烤核桃仁 VIP 值大于 1 的 VOCs 共有 11 个,分别为 2-甲基丁醛(烘烤味)、丁醛(青草味)、2-丁酮(薄荷味)、过氧化乙酰丙酮(果味)、丙醛(泥土味)、2-己酮(果味)、2,6-二甲基吡啶(木质味)、2-乙基-5-甲基吡嗪(烘烤味)、2-乙基呋喃(坚果味)、反式-2,4-庚二烯醛(脂肪醛味)、正己醛(青草味)。其中 2-甲基丁醛和 2-乙基-5-甲基吡嗪随着烘烤时间和温度的增加数

表 3 基于 GC-IMS 烤核桃仁中 VOCs 信息

Table 3 Information of VOCs in roasted walnut kernels based on GC-IMS

序号	化合物名称	CAS号	保留指数	迁移时间(ms)	化学式	相对分子质量	种类
1	丁酸丙酯	105-66-8	874	1.26383	C ₇ H ₁₄ O ₂	874	酯类
2	乳酸乙酯	97-64-3	829	1.15078	C ₅ H ₁₀ O ₃	829	酯类
3	乙酸乙酯	141-78-6	609.6	1.33844	C ₄ H ₈ O ₂	586.8	酯类
4	乙酸甲酯	79-20-9	541.1	1.18994	C ₃ H ₆ O ₂	501.2	酯类
5	环戊酮	120-92-3	804.1	1.10778	C ₅ H ₈ O	740.2	酮类
6	2,3-戊二酮	600-14-6	730.3	1.24619	C ₅ H ₈ O ₂	670.7	酮类
7	1-戊烯-3-酮	1629-58-9	652.1	1.30838	C ₅ H ₈ O	700.8	酮类
8	2-丁酮	78-93-3	588.5	1.24269	C ₄ H ₈ O	568.4	酮类
9	过氧化乙酰丙酮	592-20-1	855.6	1.1002	C ₅ H ₈ O ₃	855.6	酮类
10	2-己酮	591-78-6	783.5	1.19086	C ₆ H ₁₂ O	785.8	酮类
11	3-羟基-2-丁酮	513-86-0	708.1	1.06791	C ₄ H ₈ O ₂	696.8	酮类
12	(E)-2-庚烯醛	18829-55-5	997.1	1.25115	C ₇ H ₁₂ O	956.4	醛类
13	(E,E)-2,4-庚二烯醛	4313-03-5	915.1	1.11681	C ₇ H ₁₀ O	1012.5	醛类
14	庚醛	111-71-7	859.3	1.32743	C ₇ H ₁₄ O	859.3	醛类
15	糠醛	98-01-1	832.3	1.08538	C ₅ H ₄ O ₂	821.6	醛类
16	正己醛	66-25-1	795.3	1.26226	C ₆ H ₁₂ O	787.4	醛类
17	反式-2-戊烯醛	1576-87-0	749.7	1.10315	C ₅ H ₈ O	740	醛类
18	正戊醛	110-62-3	693.7	1.42136	C ₅ H ₁₀ O	687.3	醛类
19	2-甲基丁醛	96-17-3	655.2	1.4027	C ₅ H ₁₀ O	649.7	醛类
20	丁醛	123-72-8	597.2	1.29076	C ₄ H ₈ O	585.9	醛类
21	3-甲基丁醛	590-86-3	644.3	1.19747	C ₅ H ₁₀ O	638.8	醛类
22	异丁醛	78-84-2	560.7	1.28039	C ₄ H ₈ O	541.6	醛类
23	丙醛	123-38-6	523.1	1.15496	C ₃ H ₆ O	465.4	醛类
24	2,6-二甲基吡啶	108-48-5	909.6	1.085	C ₇ H ₉ N	909.6	其他
25	异戊酸	503-74-2	827.5	1.48345	C ₅ H ₁₀ O ₂	827.5	其他
26	2,5-二甲基呋喃	625-86-5	695.8	1.38301	C ₆ H ₈ O	741.6	呋喃类
27	2-乙基呋喃	3208-16-0	681.9	1.30631	C ₆ H ₈ O	740.4	呋喃类
28	2-己烯醇	2305-21-7	852	1.17927	C ₆ H ₁₂ O	842.4	醇类
29	1-戊醇	71-41-0	762.3	1.51404	C ₅ H ₁₂ O	755.8	醇类
30	3-甲基-3-丁烯-1-醇	763-32-6	751.1	1.43777	C ₅ H ₁₀ O	751.1	醇类
31	1-戊烯-3-醇	616-25-1	681.2	1.34051	C ₅ H ₁₀ O	674	醇类
32	2-乙基-5-甲基吡嗪	13360-64-0	1005	1.67046	C ₇ H ₁₀ N ₂	1014.6	吡嗪类
33	2,3,5-三甲基吡嗪	14667-55-1	986.7	1.15596	C ₇ H ₁₀ N ₂	986.7	吡嗪类

表 4 PLS-DA 交叉验证信息
Table 4 PLS-DA cross-validation details

烘烤条件	120 ℃-60 min	120 ℃-90 min	130 ℃-60 min
准确度	0.667	1	1
拟合优度	0.8490	0.9846	0.9973
预测优度	0.6769	0.9575	0.9746

值降低,说明在 120 ℃-60 min 烤核桃仁有着更浓郁的烘烤味,过氧化乙酰丙酮、丙醛、2-己酮和 2,6-二甲基吡啶随着烘烤时间和温度的增加数值增加,说明 120 ℃-60 min 烤核桃仁果味、泥土味和木质味较弱。烘烤条件为 120 ℃-60 min 的烤核桃仁与烘烤

条件为 120 ℃-90 min 和 130 ℃-60 min 的样品相比呈现出更强的烘烤味以及更弱的泥土味和果味,表明 120 ℃-60 min 是三个烘烤条件中烤核桃仁最好的烘烤条件。

2.3 烘烤过程中烤核桃仁 VOCs 的 HS-SPME-GC-MS 分析

2.3.1 不同烘烤条件下对烤核桃仁 VOCs 的影响

图 4A 为基于 HS-SPME-GC-MS 分析的不同烘烤条件下烤核桃仁 VOCs 二值图。由图可知,使用 GC-MS 共检测到 58 种 VOCs,包括 19 种醛类、10 种酮类、10 种醇类、4 种酯类、5 种吡嗪类、3 种呋喃类、

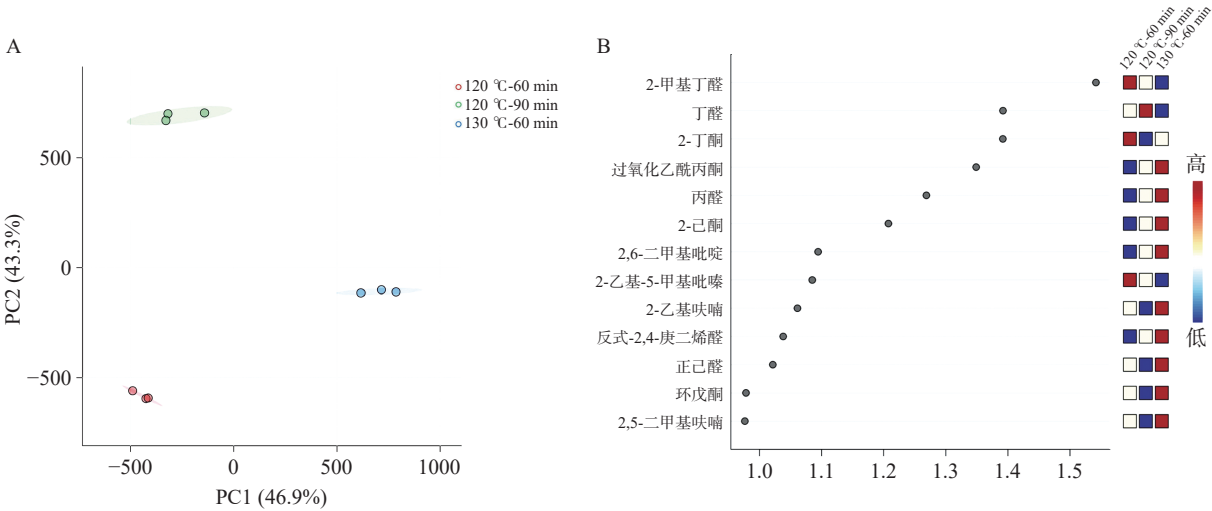


图 3 核桃仁烘烤过程中 PLS-DA 得分图(A)、VIP 分值图(B)
Fig.3 PLS-DA score plot (A) and VIP score plot (B) during roasting of walnut kernels

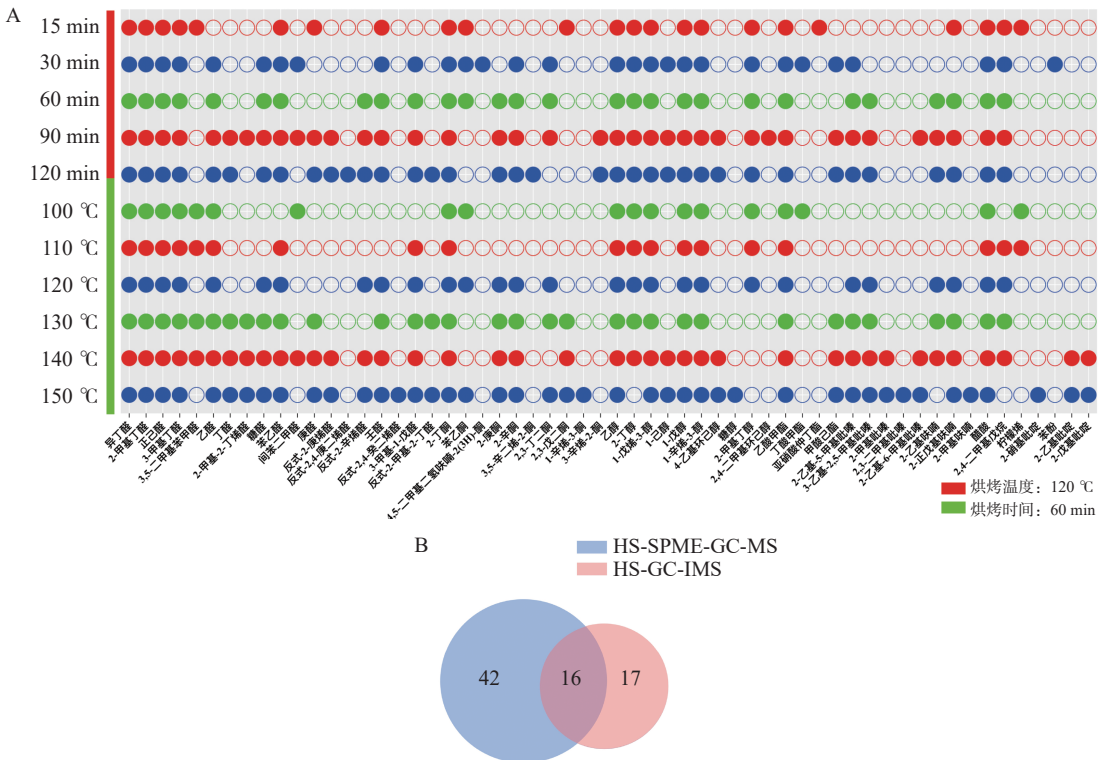


图 4 基于 GC-MS 不同烘烤条件下烤核桃仁二值图(A)与韦恩图(B)
Fig.4 Binary plots (A) and Wayne plots (B) of roasted walnut kernels under different roasting conditions based on GC-MS

7种其他类物质。随着烘烤时间由15 min增加到120 min,核桃仁VOCs数量由23种增加到38种,在烘烤温度由100 ℃升高至150 ℃的过程中,核桃仁VOCs由19种增加到43种,表明核桃仁在烘烤过程中,不同温度对VOCs数量的影响要大于不同烘烤时间的影响,这可能由于温度是影响美拉德反应的重要因素,而时间影响较小^[24]。同时,醛类和酮类是烤核桃仁烘烤过程中主要的VOCs。随着烘烤时间的增加,醛酮类化合物由11种增加到19种;烘烤温度在升高过程中醛酮类化合物由9种增加到23种,这可能是由于烘烤过程中细胞破碎发生的脂质氧化^[25]。在不同烘烤时间过程中,由60 min增加到90 min时核桃仁VOCs数量增加了9种相较于其他烘烤时间节点VOCs增加数量最多,说明该时间节点是核桃仁气味变化最大的烘烤时间节点。相较于其他烘烤温度节点,当烘烤温度由110 ℃升高至120 ℃核桃仁VOCs数量增加了9种是烘烤过程中VOCs数量增加最大的烘烤节点,说明该温度节点是核桃仁在不同烘烤温度下气味变化最大的温度节点。

HS-GC-IMS与HS-SPME-GC-MS联用一共鉴定出75种VOCs(图4B),其中16种VOCs为两种方法同时鉴定所得,17种VOCs仅由HS-GC-IMS鉴定得到,其余42种VOCs仅通过HS-SPME-GC-MS鉴定得到。对比两种检测方法,GC-MS比GC-IMS多检测到7种醛类、6种醇类和3种吡嗪类物质,且检测范围大于GC-IMS,说明GC-MS能够检

测到更多烤核桃仁中的VOCs^[14]。但部分酯类物质仅能由GC-IMS检测到,如乙酸乙酯(果味)和丁酸丙酯(果味)。酯类物质气味阈值较低且气味浓郁,是核桃仁果味主要来源^[13,26],说明GC-IMS对核桃仁烘烤过程中的酯类物质更灵敏。一般来讲GC-IMS响应灵敏度:短链醛、酮、酯、醇>短链脂肪酸>环状化合物。因此,两种方法联用能够全面了解核桃仁烘烤过程中VOCs的变化规律。

2.3.2 热图分析 为方便比较核桃仁在不同烘烤条件下各类VOCs的浓度变化,以不同烘烤条件下各类VOCs的绝对含量绘制热图并进行聚类分析。结果如图5A所示,行代表VOCs,列代表各烘烤条件下的样品,由蓝色到红色表明VOCs浓度由低到高。通过聚类分析发现烘烤过程中烤核桃仁VOCs被分为了两大类。第一类化合物为烘烤过程中一直存在的化合物,包括正己醛(青草味)、异丁醛(青草味)、2-甲基丁醛(烘烤味)、3-甲基丁醛(巧克力味)、2-丁酮(薄荷味)、1-戊醇(青草味)、1-戊烯-3-醇(果味)和1-辛烯-3-醇(蘑菇味,泥土味)等。这些VOCs均随着烘烤时间和温度的增加浓度也随之增加。同时,烘烤时间对烤核桃仁第一类化合物的数量影响不显著,而烘烤温度对第一类化合物数量的影响呈现先增加后减少的趋势,当烘烤温度为120 ℃时第一类化合物数量最多(17种),进一步表明120 ℃是核桃仁风味变化较大的烘烤温度节点。第二类化合物为核桃仁在烘烤过程中新生成的VOCs。由图5A可知,第二类化合物数量比第一类化合物多

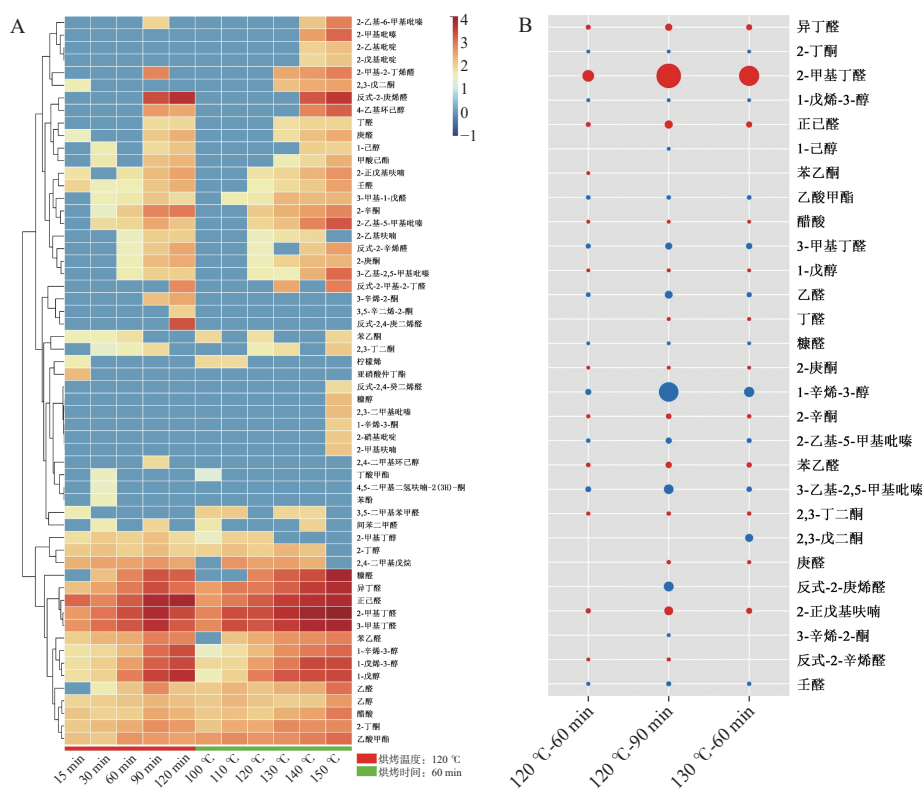


图5 基于GC-MS不同烘烤条件烤核桃仁聚类热图(A)、OAV气泡图(B)

Fig.5 Clustered heat map (A) and OAV bubble map (B) of roasted walnut kernels based on GC-MS with different roasting conditions

24 种,主要为醛类物质,包括反式-2-庚烯醛(脂肪味)、丁醛(青草味)、庚醛(青草味)和壬醛(脂肪味)等。同时吡嗪呋喃类物质均为第二类化合物,包括 2-乙基-5-甲基吡嗪(烘烤味)、3-乙基-2,5-甲基吡嗪(烘烤味)和 2-乙基呋喃(黄油和焦糖味)等。说明通过烘烤能够显著改变核桃仁气味^[27]。这些化合物的浓度随着烘烤时间和温度的增加而增加,当烘烤时间由 60 min 增加到 90 min 时,其数量增加 10 种,当烘烤温度由 110 ℃ 升高至 120 ℃ 时以及 130 ℃ 升高至 140 ℃ 时第二类化合物数量分别增加 8 种和 7 种,烤核桃仁新生成糠醛(烘烤味)、2-乙基-5-甲基吡嗪(烘烤味)、乙醛(果味)、3-乙基-2,5-甲基吡嗪(烘烤味)和 2-乙基呋喃(黄油和焦糖味)等第二类化合物,这类化合物主要表现为令人愉悦的烘烤味、果味,说明该烘烤条件下烤核桃仁香气浓郁。当烘烤时间增加到 120 min 时以及烘烤温度增加到 140 ℃ 和 150 ℃ 时,新生成:反式-2,4-庚二烯醛(脂肪醛味)、1-辛烯-3-酮(泥土和蘑菇味)、2-戊基吡啶(油脂味)和 2-吡咯甲醛(霉味)等第二类化合物,说明烘烤时间 120 min 以及烘烤温度 140 ℃ 和 150 ℃ 已过度烘烤。

2.3.3 基于 OAV 挖掘核桃仁烘烤过程中的关键风味物质 VOCs 气味贡献大小不仅取决于其含量,还与 VOCs 气味阈值有关,通过计算 OAV 能够反映 VOCs 在样品气味中的贡献程度^[28]。基于聚类热图分析发现烘烤时间为 60、90 min 以及烘烤温度 120、130 ℃ 时烤核桃仁香气优于其他烘烤条件,为进一步比较该条件下烤核桃仁的关键香气物质,试验选择烘烤条件为 120 ℃-60 min、120 ℃-90 min 和 130 ℃-60 min 的烤核桃仁,基于 GC-MS 定量的浓度计算 OAV 并选择数值大于 1 的化合物。如图 5B 所示,气泡越大数值越大反之越小。从图中可以看到三个烘烤条件下烤核桃仁 OAV 最大的物质均为 2-甲基丁醛(烘烤味)。Erten 等^[28]通过气相色谱-嗅味计分析干杏仁 VOCs,同样发现 2-甲基丁醛是干杏仁的主要香气化合物。此外,120 ℃-90 min 和 130 ℃-60 min 烤核桃仁 OAV 排序第二的化合物为 1-辛烯-3-醇(蘑菇味、泥土味),且数值远大于其他 VOCs 的 OAV,120 ℃-60 min 烤核桃仁 1-辛烯-3-醇 OAV 与其他化合物大小接近,说明 120 ℃-90 min 和 130 ℃-60 min 相较于 120 ℃-60 min 的烤核桃仁非烘烤气味更浓郁。120 ℃-60 min 的烤核桃仁与 120 ℃-90 min 的样品相比缺少庚醛(青草味)、反式-2-庚烯醛(脂肪味)和 3-辛烯-2 酮(青草味)。120 ℃-60 min 与 130 ℃-60 min 的烤核桃仁相比多生成苯乙酮(杏仁味)和反-2-辛烯醛(脂肪味),同时缺少丁醛(青草味)、庚醛(青草味)和 2,3-戊二酮(辛辣味),综上所述 120 ℃-60 min 下的烤核桃仁烘烤味更浓郁且不愉悦的气味物质更少,是三个烘烤条件中烘烤

核桃仁效果最好的。虽然 GC-IMS 与 GC-MS 检测 VOCs 的数量和种类不同,但基于 PLS-DA 分析发现烤核桃仁主要呈香物质为 2-甲基丁醛(烘烤味),优选的最佳烘烤条件(120 ℃-60 min)与 OAV 值分析结果一致。

2.4 电子鼻分析

电子鼻可以快速表征样品整体 VOCs 信息,每一个传感器对一类化合物敏感,传感器的电阻比代表 VOCs 的响应值^[29]。选择上述较优烘烤条件 120 ℃-60 min、120 ℃-90 min 和 130 ℃-60 min 的烤核桃仁进行电子鼻验证分析,如图 6A 所示。三组样品 VOCs 响应的传感器一致,尤其是 W5S 和 W1W 传感器响应最强烈,其中 W5S 传感器对含氮化合物灵敏,这与 HS-GC-IMS 和 HS-SPME-GC-MS 分析得到吡嗪类化合物是烤核桃仁香气来源的结论一致。W1W 对硫化物和萜烯类化合物灵敏,这与 HS-SPME-GC-MS 检测到 1-辛烯-3-醇的结论一致,但三组样品传感器的响应值仍有差异表明不同烘烤条件下的烤核桃仁气味存在差异。

通过主成分分析将电子鼻多个传感器响应值经过降维计算重新转换成一组指标,进而表征三个烘烤条件下烤核桃仁的差异性^[30]。图 6B 为不同烘烤条件烤核桃仁电子鼻结果在 PCA 空间分布图,其中烤

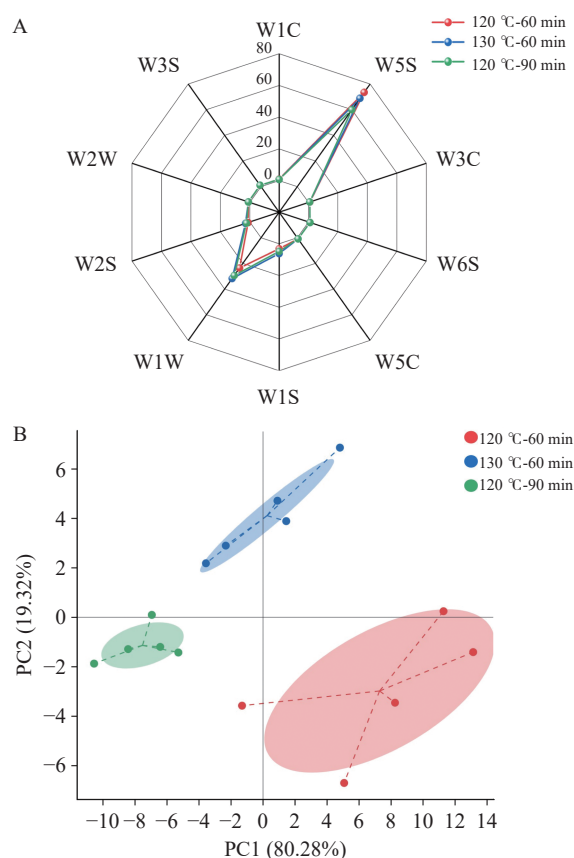


图 6 不同烘烤条件下烤核桃仁电子鼻分析雷达图(A)、PCA 图(B)

Fig.6 Radar plots (A) and PCA plots (B) of electronic nose analysis of roasted walnuts kernels under different roasting conditions

核桃仁的 PC1 和 PC2 合计贡献率为 99.60%, 说明变换后的数据能够绝大部分反映不同样品之间的整体信息。置信椭圆也说明了不同烘烤条件下样品组间的气味存在差异, 与雷达图结论一致。由于 W2S 传感器对烤核桃仁的 VOCs 中有大量醛酮类和醇类物质并不灵敏, 说明电子鼻只能表征烤核桃仁部分香气物质。

3 结论

本文对温 185 核桃仁在不同烘烤条件下进行烘烤, 分析核桃仁中 VOCs 的变化规律。研究发现 HS-GC-IMS 和 HS-SPME-GC-MS 在烤核桃仁中分别检测到 33 种和 58 种 VOCs。随着烘烤时间和温度的增加, 醛类占比呈上升趋势, 酮类和酯类占比呈下降趋势, 醇类占比相对稳定。当烘烤温度为 120 °C、烘烤时间为 60 min 时烤核桃仁出现呋喃类化合物, 该条件下 VOCs 数量增加最明显, 且温度因素比时间因素更容易增加烤核桃仁 VOCs 的数量。烤核桃仁香气主要来自 2-甲基丁醛(烘烤味)、2-乙基-5-甲基吡嗪(烘烤味)、2-乙基呋喃(坚果味), 其中 2-甲基丁醛(烘烤味)是烤核桃仁香气贡献最大的化合物。120 °C 烘烤 60 min 后烤核桃仁香气优于其他条件, 是温 185 核桃仁增香的最佳烘烤条件。本研究为浓香型核桃油优质原料加工提供了理论参考, 对核桃绿色节能产业发展具有参考意义。

© The Author(s) 2025. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

参考文献

- [1] 吴萍, 周际松, 邓乾春, 等. 核桃蛋白的结构、营养价值、制备、功能特性及在食品中的应用[J]. *食品科学*, 2024, 45: 329. [WU P, ZHOU J S, DENG Q C, et al. Structure, nutritional value, preparation, functional properties and application of walnut protein in food[J]. *Food Science*, 2024, 45: 329.]
- [2] 怀婷婷, 卫伟, 刘春晓, 等. 核桃产业和贸易现状及发展建议[J]. *安徽农业科学*, 2023, 51(18): 203–208. [HUAI T T, WEI W, LIU C X, et al. Current situation of walnut industry and trade and development suggestions[J]. *Anhui Agricultural Science*, 2023, 51(18): 203–208.]
- [3] 赵向豪, 杨景淳. 新疆核桃产业集群发展策略研究[J]. *中国油脂*: 1–11[2024-07-02]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.240162>. [ZHAO X H, YANG J C. Research on the development strategy of walnut industry cluster in Xinjiang[J]. *China Grease*: 1–11[2024-07-02]. <https://doi.org/10.19902/j.cnki.zgyz.1003-7969.240162>.]
- [4] 孟佳, 方晓璞, 史宣明, 等. 我国核桃产业发展现状、问题与建议[J]. *中国油脂*, 2023, 48(1): 84–86, 103. [MENG J, FANG X P, SHI X M, et al. Development status, problems and suggestions of walnut industry in China[J]. *China Oil & Fats*, 2023, 48(1): 84–86, 103.]
- [5] 曹娜, 夏飞. 我国核桃油产业创新发展机遇、挑战与实现路径[J]. *中国油脂*, 2023, 48(10): 6–10. [CAO N, XIA F. Opportunities, challenges and realization paths of innovative development of walnut oil industry in China[J]. *China Oil & Fats*, 2023, 48(10): 6–10.]
- [6] ZHANG D, LI X J, CAO Y P, et al. Effect of roasting on the chemical components of peanut oil[J]. *LWT*, 2020, 125: 109249.
- [7] 芦鑫, 黄纪念, 杜静芳, 等. 烘烤条件对芝麻香油显色反应呈色特征的影响[J]. *食品与机械*, 2014, 30(3): 59–63. [LU X, HUANG J N, DU J F, et al. Influence of baking conditions on the coloring characteristics of sesame flavor oil color development reaction[J]. *Food and Machinery*, 2014, 30(3): 59–63.]
- [8] 王吉. 山杏仁烘烤对山杏仁油风味和品质的影响[D]. 北京: 北京林业大学, 2017. [WANG J. Effects of mountain almond roasting on flavor and quality of mountain almond oil[D]. Beijing: Beijing Forestry University, 2017.]
- [9] 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): 2693–2704.
- [10] 王鲁明, 黄闽敏, 陈业明. 不同品种核桃仁成分及烘烤对其油脂品质和内源性蛋白酶活性的影响[J]. *中国油脂*, 2024, 49(5): 42–47. [WANG L M, HUANG M M, CHEN Y M. Effect of roasting on oil quality and endogenous protease activity in walnut kernels[J]. *Chinese Fats and Oils*, 2024, 49(5): 42–47.]
- [11] 陈璐, 刘玉兰, 朱文学, 等. 烘烤温度对浓香油莎豆油风味及综合品质的影响[J]. *中国油脂*, 2022, 47(10): 1–7. [CHEN L, LIU Y L, ZHU W X, et al. Effect of baking temperature on the flavor and comprehensive quality of fragrant *Cyperus esculentus* oil[J]. *Chinese Fats and Oils*, 2022, 47(10): 1–7.]
- [12] MAGNUSON S M, KELLY B, KOPPEL K, et al. A comparison of flavor differences between pecan cultivars in raw and roasted forms[J]. *Journal of Food Science*, 2016, 81(5): S1243–S1253.
- [13] LIU B, CHANG Y, SUI X P, et al. Characterization of predominant aroma components in raw and roasted walnut (*Juglans regia* L.)[J]. *Food Analytical Methods*, 2022, 15(3): 717–727.
- [14] XI B N, ZHANG J J, XU X, et al. Characterization and metabolism pathway of volatile compounds in walnut oil obtained from various ripening stages via HS-GC-IMS and HS-SPME-GC-MS[J]. *Food Chemistry*, 2024, 435: 137547.
- [15] 吴思雨, 谢莹, 刘雨雯, 等. 基于电子鼻、HS-SPME-GC-MS 和 HS-GC-IMS 评价不同制油工艺对大豆油品质及风味的影响[J]. *食品科学*, 2024, 45(4): 183–196. [WU S Y, XIE X, LIU Y W, et al. Evaluation of the effects of different oil production processes on soybean oil quality and flavor based on electronic nose, HS-SPME-GC-MS and HS-GC-IMS[J]. *Food Science*, 2024, 45(4): 183–196.]
- [16] FENG X Y, WANG H W, WANG Z R, et al. Discrimination and characterization of the volatile organic compounds in eight kinds of huajiao with geographical indication of China using electronic nose, HS-GC-IMS and HS-SPME-GC-MS[J]. *Food Chemistry*, 2022, 375: 131671.
- [17] BI S, NIU X Y, YANG F, et al. Roasting pretreatment of walnut (*Juglans regia* L.) kernels: Improvement of the oil flavor profile and correlation with the chemical composition[J]. *Food & Function*, 2022, 13(21): 10956–10969.
- [18] GUO X Y, SONG C K, HO C T, et al. Contribution of l-theanine to the formation of 2,5-dimethylpyrazine, a key roasted peanuty flavor in Oolong tea during manufacturing processes[J]. *Food Chemistry*, 2018, 263: 18–28.
- [19] MA N, GUAN R, ZHAO R T, et al. GC-IMS-Based preliminary

inary analysis of volatile flavor compounds in ejiao at different processing stages[J]. *Journal of Food Quality*, 2022, 2022: 3961593.

[20] HO C T, ZHENG X, LI S M. Tea aroma formation[J]. *Food Science and Human Wellness*, 2015, 4(1): 9–27.

[21] TAKAHASHI Y K, NAGAYAMA S, MORI K. Detection and masking of spoiled food smells by odor maps in the olfactory bulb[J]. *Journal of Neuroscience*, 2004, 24(40): 8690–8694.

[22] 侯振山, 许贺然, 夏榕嵘, 等. 优化 HS-SPME-GC-MS 方法表征香菇不同成熟阶段的关键挥发性化合物[J]. *食品科学*, 2025, 46(1): 74–82. [HOU Z S, XU H R, XIA R R, et al. Optimization of HS-SPME-GC-MS method for the characterization of key volatile compounds in shiitake mushrooms at different stages of maturation[J]. *Food Science*, 2025, 46(1): 74–82.]

[23] 刘晓丹, 肖瀛, 吴金鸿, 等. 加热对美拉德反应产物主要成分及其抗氧化活性的影响[J]. *粮食与油脂*, 2024, 37(3): 139–143.

[LIU X D, XIAO Y, WU J H, et al. Effects of heating on the main components and antioxidant activities of the products of the Merad reaction[J]. *Grain and Fats*, 2024, 37(3): 139–143.]

[24] DUN Q, YAO L, DENG Z Y, et al. Effects of hot and cold-pressed processes on volatile compounds of peanut oil and corresponding analysis of characteristic flavor components[J]. *LWT*, 2019, 112: 107648.

[25] SOLOMANDO J C, ANTEQUERA T, MARTÍN A, et al. Fish oil microcapsules as omega-3 enrichment strategy: Changes in volatile compounds of meat products during storage and cooking[J].

Foods, 2021, 10(4): 745.

[26] PENG W, OUYANG H, XU F, et al. Exploring the effects of heat processing methods on the characteristic volatile flavour of walnut kernels based on multi-sensory analysis[J]. *International Journal of Food Science & Technology*, 2023, 58(2): 543–556.

[27] FAN S S, TANG K, XU Y, et al. Characterization of the potent odorants in Tibetan Qingke Jiu by sensory analysis, aroma extract dilution analysis, quantitative analysis and odor activity values[J]. *Food Research International*, 2020, 137: 109349.

[28] ERTEN E S, CADWALLADER K R. Identification of predominant aroma components of raw, dry roasted and oil roasted almonds[J]. *Food Chemistry*, 2017, 217: 244–253.

[29] 丁俭, 沈舒晗, 李淑英, 等. 基于不同用途大豆的特征品质指标筛选及优势产区品种确定[J]. *食品科学*, 2023, 44(17): 11–19.

[DING J, SHEN S H, LI S Y, et al. Screening of characteristic quality indexes based on soybean for different applications and identification of varieties in dominant production areas[J]. *Food Science*, 2023, 44(17): 11–19.]

[30] 白洁, 蒋华彬, 陶国琴, 等. 基于 SPME-GC-MS 和 PCA 分析气流膨化处理对马铃薯方便粥香气成分的影响[J]. *食品科学*, 2020, 41(14): 217–224. [BAI Jie, JIANG Huabin, TAO Guoqin, et al. Effect of air puffing treatment on the aroma composition of potato instant porridge based on SPME-GC-MS and PCA[J]. *Food Science*, 2020, 41(14): 217–224.]