

吴中军,夏晶晖,吴夏.微波干制蜡梅花的应用[J].江苏农业科学,2016,44(7):330-333.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2016.07.097

微波干制蜡梅花的应用

吴中军¹,夏晶晖¹,吴夏²

(1.重庆文理学院林学与生命科学学院,重庆永川 402160; 2.湖南大学工商管理学院,湖南长沙 410000)

摘要:以失水率、复水率等指标筛选微波干制蜡梅的火力强度、处理时间、材料质量,研究表明三者适宜范围分别为80%~100%、80~120 s、15~20 g。通过3因素(微波火力强度、微波处理时间、材料质量)3水平 $L_3(3^3)$ 正交试验设计研究各因素对蜡梅干花品质的影响,对蜡梅干燥工艺中的失水率、复水率、感官分值等指标进行了测定。结果表明:微波处理I(100%火力强度+100 s处理时间+20 g材料质量)在失水率、复水率上分别比A处理(50%火力强度+80 s处理时间+10 g材料质量)高26.5、11.5个百分点,在感官分值上比A处理高6分。综合比较认为,处理I(100%火力强度+100 s处理时间+20 g材料质量)是微波干燥蜡梅花最佳处理组合。

关键词:蜡梅花;微波干制方法;失水率;复水率

中图分类号:TS272.5⁺3 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2016)07-0330-03

蜡梅[*Chimonanthus praecox* (Linn.) Link]在我国栽培历史悠久、应用价值高,《中国药典》记载蜡梅茶可用于预防流行性感;《贵阳民间药草》记载蜡梅花作茶饮可治久咳。徐文跃等报道蜡梅具有止咳化痰、抗炎解热作用^[1-2];刘丽等报道蜡梅花具有增强免疫功能^[3];江婷等报道蜡梅花蕾炼制的花油治疗烫伤效果十分显著^[4-5]。蜡梅花茶以其幽雅芬芳香气和醇厚鲜美滋味,颇受广大消费者青睐。一直以来,如何提高蜡梅花茶香气和保鲜色泽是其干制工艺研究的主要目标。

1 材料与方 法

1.1 试验材料及仪器

1.1.1 试验材料 馨口蜡梅,取自重庆文理学院红河校区,中午或午后选择盛开蜡梅花朵,大小及成熟度一致,备用^[6]。

1.1.2 试验仪器 微波炉为佛山市顺德区格兰仕微波炉电器有限公司生产的G80D23CN2P-T7(BO)格兰仕(Galanz)微波炉,功率800 W,频率2 450 MHz;压花板为美国生产(Microwave Flower Press),规格为22 cm×22 cm,使用时将各处理蜡梅花均匀地铺放。

1.2 指标测定及数据处理

1.2.1 蜡梅失水率 称取蜡梅花烘前质量记为 m_1 ,蜡梅花干燥处理后质量记为 m_2 ,计算失水率 X ^[7-8]。相关公式为:

$$X = (m_1 - m_2) / m_1 \times 100\%$$

1.2.2 蜡梅复水率 蜡梅花复水后总质量记为 m_r ,蜡梅花复水前干品质量记为 m_d ;取蜡梅花干品1.0 g,置于100 mL烧杯中,加50 mL、100 ℃沸水,浸泡8 min后,用滤纸吸干样品表面至基本无水,称质量,记录数据,测定复水率 Y ^[7-8]。相关公式为:

$$Y = (m_r - m_d) / m_r \times 100\%$$

1.2.3 感官分值 将每种样品混合均匀,各取5.0 g,置于白色A4纸面上轻微晃动,由评审者观察花茶外形和颜色。随机请10位不同性别、不同年龄段的人,分别对干花茶外形、色泽、嫩度、整碎度以及冲泡后的香气、滋味、汤色、茶底进行评分^[7-8]。标准如下(满分为10分):I级花瓣由亮黄色变为淡黄色,无褐变和黑边,粘连少(10~8分);II级花瓣由亮黄色变为暗黄色,有少量褐变,粘连多(7~5分);III级花瓣由亮黄色变为褐色,有少量黑边,粘连多,有碎花瓣(4~2分);IV级花瓣由亮黄色变为褐色或黑色,粘连多,有碎花瓣(1~0分)。

1.2.4 数据处理 试验数据用SPSS 16.0进行方差分析和Duncan's新复极差法进行多重比较,用Origin 9.0作图。

1.3 试验方法

1.3.1 预处理方法 选择新鲜盛开或半开、无病虫害、无霉烂蜡梅,除去杂质,去花梗,去叶;用流水漂洗1~2次,切忌用力揉搓,避免损伤表皮组织导致花瓣褐变而影响品质;在自然条件下晾晒24~48 h,然后按表1进行处理。

表1 蜡梅预处理(漂洗)单因素试验

因素	火力强度+时间+材料质量	失水率(%)	复水率(%)	感官分值(满分10)	干花品质
漂洗	100%+120 s+20 g	63.3a	66.6a	4	花瓣黑褐色不变,粘连多
CK	100%+120 s+20 g	66.0a	71.7a	8	花瓣亮黄色不变,无粘连

注:微波干燥火力强度为100%,时间为120 s,材料质量为20 g。同列数据后不同小写字母表示处理间差异显著($P < 0.05$)。表3、表4同。

漂洗处理是经流水漂洗2次,自然条件下晾晒24 h后进

行微波干燥处理;CK为对照即未漂洗,采下后在自然条件下晾晒24 h后进行微波干燥处理。由表1可知,二者在失水率和复水率上无显著差异,但在干花品质和感官分值上有很大差异,漂洗处理花瓣为黑褐色且花瓣多粘连,而CK处理花瓣为亮黄色,无粘连;由于未漂洗处理蜡梅品质更好,因此试验中采用不漂洗的方法。

收稿日期:2015-05-19

基金项目:重庆市科技攻关项目(编号:2012ggA8002)。

作者简介:吴中军(1965—),男,四川夹江人,教授,主要从事园艺植物生理与遗传育种研究。E-mail:wuzj1965@163.com。

1.3.2 微波干燥法的参数筛选 微波火力强度、干燥时间、材料质量均采用单因素试验设计,皆以失水率、复水率2个指标进行方差分析和多重比较;以感官分值和干花品质作参考来筛选处理的参数。

1.3.3 微波干燥法的正交试验设计 为了进一步筛选微波干制蜡梅花的最佳组合,对微波火力强度、处理时间、材料质量设计了3因素3水平的 $L_9(3^3)$ 正交试验,如表2所示。

表2 蜡梅干燥时间、火力及材料质量的 $L_9(3^3)$ 正交试验设计

试验号	处理组合	因素		
		A:材料质量(g)	B:微波火力(%)	C:时间(s)
J	A ₁ B ₁ C ₁	10	50	80
B	A ₁ B ₂ C ₂	10	80	100
C	A ₁ B ₃ C ₃	10	100	120
D	A ₂ B ₁ C ₂	15	50	100
E	A ₂ B ₂ C ₃	15	80	120
F	A ₂ B ₃ C ₁	15	100	80
G	A ₃ B ₁ C ₃	20	50	120
H	A ₃ B ₂ C ₁	20	80	80
I	A ₃ B ₃ C ₂	20	100	100

注:测定各处理的失水率、复水率及感官分值,记录干花品质。

2 结果与分析

2.1 微波干燥法的参数筛选

2.1.1 微波干燥法火力强度的筛选 由表3和图1可知,从不同微波火力强度来看,J、K、L三者间的失水率差异显著($P < 0.05$),在复水率上J、K间差异不显著,但J、K与L间差异显著($P < 0.05$);J处理失水率高,复水率也高,说明该处理失水快,复水效果好;从感官分值来看J、K、L三者分别为9、7、4分,J处理分值最高;而从干花品质来看,只有J处理的干花瓣不会变黑色。因此,从微波火力强度来看,100%强度是最好的。

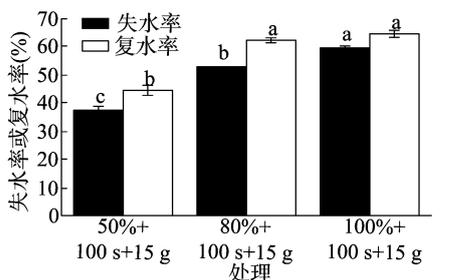
2.1.2 微波干燥法处理时间的筛选 由表3和图2可知,从微波处理不同时间来看,M、N、O三者间的失水率和复水率均差异显著($P < 0.05$),M处理失水快,复水效果好;从感官分值来看,M、N、O三者分别为2、9、7分;而从干花品质来看,只有N处理的干花瓣不会变黑,M处理由于时间过长导致花瓣变黑粘连,复水后碎片多,而O处理花瓣5d后变黑褐色。因此,从微波处理时间来看,还要与微波强度组合进行下一步的筛选。

2.1.3 微波干燥法材料质量的筛选 由表3和图3可知,从

表3 微波干制蜡梅花的参数筛选

试验号	火力强度+时间+材料质量	微波处理参数筛选指标			
		失水率(%)	复水率(%)	感官分值(满分10)	干花品质
J	100%+100 s+15 g	59.3a	64.3a	9	花瓣亮黄色,水分少,颜色保持不变
K	80%+100 s+15 g	52.7b	62.0a	7	花瓣亮黄色,水分适中,5 d后变黑褐色
L	50%+100 s+15 g	37.3c	44.3b	4	花瓣亮黄色,水分多,2 d后变黑
M	100%+120 s+15 g	66.0a	71.7a	2	火力大,时间长,花瓣褐黑色,粘连多,有碎片,颜色保持不变
N	100%+100 s+15 g	56.3b	63.4b	9	花瓣亮黄色,水分少,颜色保持不变
O	100%+80 s+15 g	51.0c	58.8c	7	花瓣亮黄色,水分适中,5 d后变黑褐色
P	100%+100 s+10 g	62.0a	67.4a	7	花瓣亮黄色微粘连,水分少,颜色保持不变
Q	100%+100 s+20 g	51.0b	62.7b	9	花瓣亮黄色,水分少,颜色保持不变
R	100%+100 s+30 g	49.0c	56.4c	4	花瓣亮黄色,水分适中,3 d后变黑褐色

注:J、K、L处理为微波火力强度筛选;M、N、O处理为微波时间筛选;P、Q、R处理为材料质量筛选。



处理为火力强度(%) + 处理时间(s) + 材料质量(g); 图中同颜色柱上具有不同小写字母者表示差异显著($P < 0.05$)。下同

图1 微波火力强度的筛选

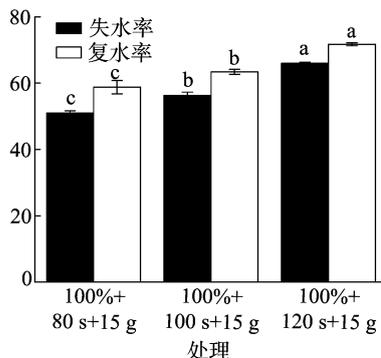


图2 微波处理时间的筛选

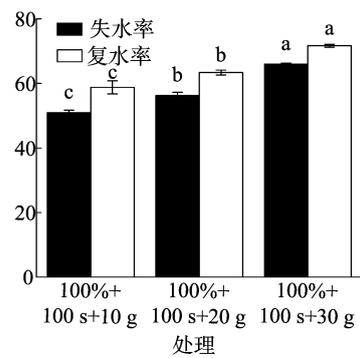


图3 微波处理材料质量的筛选

不同的材料质量来看P、Q、R三者间的失水率和复水率均差异显著($P < 0.05$),P处理失水快,复水效果好;从感官分值来看,P、Q、R三者分别为7、9、4分。从干花品质来看,P处理花瓣亮黄色,颜色保持不变,但花瓣微粘连;Q处理花瓣亮黄色,水分少,颜色保持不变;R处理花瓣保存3d后变黑褐色。

综合失水率、复水率、感官分值和干花品质来看,微波火力强度、处理时间、材料质量三者要进行组合筛选,三者间会互相影响和制约。

2.2 微波干燥法正交试验结果的分析

2.2.1 蜡梅花失水率及复水率的分析 由表4和图4可知,

C处理失水率最高,与其余处理差异显著($P < 0.05$);其次是处理I,与其余处理差异显著($P < 0.05$);A处理失水率最低,它与C、I处理分别相差32.1、26.5百分点;B、D、E、F、G、H 6个处理居中。从复水率来看,B、C、I三者间无显著差异

($P < 0.05$),但与其余处理均差异显著($P < 0.05$),复水率高;其次是E、F、H三者间无显著差异($P < 0.05$);最差的是A处理,分析原因是A处理微波强度太低,处理时间偏短,导致蜡梅花瓣未完全烘干。

表4 微波干燥蜡梅花 $L_9(3^3)$ 正交试验的方差分析

试验号	火力强度 + 时间 + 材料质量	筛选蜡梅干制作工艺的最佳组合			
		失水率(%)	复水率(%)	感官分值(满分10)	干花品质
A	50% + 80 s + 10 g	32.3g	60.4f	3	花瓣亮黄色,水分多,2 d后变黑
B	80% + 100 s + 10 g	48.3e	70.2a	7	花瓣亮黄色,水分适中,7 d后变黑褐色
C	100% + 120 s + 10 g	64.4a	72.2a	4	花瓣褐黑色粘连及碎片多,颜色不变
D	50% + 100 s + 15 g	38.7f	61.9df	3	花瓣亮黄色,水分适中,2 d后变黑
E	80% + 120 s + 15 g	55.1c	67.0b	7	花瓣褐黑色不变,水分少,花瓣微粘连
F	100% + 80 s + 15 g	50.5d	65.5bc	8	花瓣亮黄色,水分少,7 d后变黑褐色
G	50% + 120 s + 20 g	37.3f	63.9cd	3	花瓣亮黄色,水分适中,3 d后变黑褐色
H	80% + 80 s + 20 g	39.2f	64.7bc	4	花瓣亮黄色,水分多,4 d后变黑褐色
I	100% + 100 s + 20 g	58.8b	71.9a	9	花瓣亮黄色,水分少,颜色保持不变

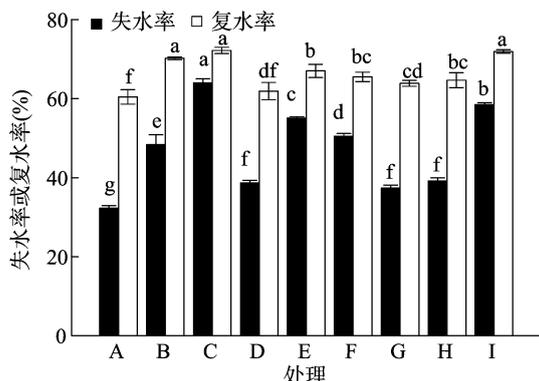


图4 不同处理组合对蜡梅花失水率和复水率的影响

2.2.2 蜡梅感官分值及干花品质的分析 从表4可知,I处理的感官分值最高为9分,其次为F、E、B处理,感官分值分别为8、7、7分,I处理感官分值比最差A处理高6分;在干花品质中有3个处理C、E、I均表现为干制后花瓣不变色,但C处理表现为花瓣褐黑色粘连及碎片多,而E处理表现为花瓣褐黑色不变,微粘连,只有I处理表现为花瓣亮黄色,颜色保持不变。

3 结论与讨论

3.1 结论

3.1.1 材料质量 由于本试验用的微波压花板规格为22 cm × 22 cm,干燥时失水率会受辅料厚度、面积的影响,因此材料质量过大会导致花瓣在干燥时水分散失不均,花瓣亮黄色保存2~5 d后变黑。因此,如果用规格为22 cm × 22 cm微波压花板,建议材料质量选择在15~20 g为宜。

3.1.2 微波火力强度 微波火力强度受微波炉固定火力的制约,市场上一般的微波炉都是100%、80%、50% 3个强度梯度,建议使用100%和80%的强度,使用50%强度会导致处理时间过长浪费能源,同时花瓣失水不完全,会在保存2~3 d后变黑。

3.1.3 微波处理时间 微波处理时间过长,会导致花瓣粘连、碎片多,复水后有碎片和焦糊味,影响蜡梅干花品质和茶的口感,建议处理时间要与处理强度组合使用;若火力强度为100%,时间可设置范围为80~120 s;若火力强度为80%,时

间可设置范围为100~120 s。

3.1.4 蜡梅干花的综合评价 从失水率、复水率、感官分值和干花品质4个因素来看,I处理(100%火力强度+100 s处理时间+20 g材料质量)是蜡梅花干燥工艺的最佳处理组合。I处理失水率和复水率分别比A处理高26.5、11.5百分点,感官分值比A处理高6分;在干花品质上,花瓣亮黄色,水分少,颜色保持不变,复水后碎片少,汤茶蜡梅香味浓,口感好。

3.2 讨论

由于是初次探索将美国生产的微波压花板用于蜡梅花的干制工艺(在已有的文献中主要是应用于制作贴花材料,笔者认为蜡梅干花既可用作贴花材料,也可制作蜡梅花茶),目前国内还没有干制蜡梅花茶可借鉴的经验,因此在本试验中还存在不足之处:第一,微波火力强度受制于微波炉固定火力(本试验微波炉的火力强度只能固定地设为100%、80%、50% 3个梯度),因此对于梯度火力强度范围为90%、70%还无法进行试验,在今后试验中可购买具有更多火力强度梯度的进行试验;第二,在干花的干燥过程中处理时间不好掌握,通常都是在几十到100 s的时间,时间过短花瓣失水量过少,会导致干花瓣贮藏过程变为黑褐色或出现发霉的现象,若处理时间过长会导致花瓣褐黑色(烤焦)粘连,在复水时蜡梅花茶中碎片多,影响花茶感官品质、口感等,这些都还需要进一步的探索研究;第三,对于蜡梅花的预处理只采用了流水漂洗的方法,还可参照制作菊花干花茶时蒸汽灭菌的方法,是否对制作蜡梅花茶会有更好的效果也不得而知,这还需要进一步的摸索^[9-10]。

参考文献:

- [1] 徐文跃,翁伟俭,于钱珍,等. 蜡梅止咳露止咳祛痰作用的药理实验[J]. 江苏药学与临床研究,1999(2):10-11.
- [2] 李晓宇,何明,李萍,等. 山蜡梅叶镇痛、镇咳、祛痰作用的实验研究[J]. 中国中医药科技,1997(6):366.
- [3] 刘丽,蒋志宏,褚婕. 中药蜡梅花对正常小鼠免疫系统作用的研究[J]. 天津药学,2000,12(2):29.
- [4] 江婷,苑金鹏,程传格,等. 蜡梅花挥发油化学成分分析[J]. 光谱实验室,2005,22(6):211-214.

吴蓓琦,刘畅,李萍,等. 水产品中孔雀石绿残留检测方法的优化[J]. 江苏农业科学,2016,44(7):333-335.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2016.07.098

水产品中孔雀石绿残留检测方法的优化

吴蓓琦,刘畅,李萍,朱晓华,杨洪生

(江苏省水产质量检测中心,江苏南京 210017)

摘要:通过优化提取方式、提取溶液、浓缩条件、检测条件等,建立高效液相色谱荧光法测定水产品中孔雀石绿及其代谢物残留量的方法。样品经硼氢化钾溶液、乙腈提取,二氯甲烷萃取,用45℃氮气吹干,丙基磺酸阳离子(PRS)固相萃取柱净化,采用Agilent XDB C₁₈色谱柱(1.8 μm),以乙腈-乙酸铵缓冲液(0.125 mol/L, pH值4.5, 体积比80:20)为流动相,用超高效液相色谱荧光检测器进行检测。方法的检测限为0.2 μg/kg,定量限为0.5 μg/kg,4个加标水平(1.0、2.5、5.0、10.0 μg/kg)的回收率为86.4%~95.3%(n=6),相对标准偏差为2.8%~5.6%。该方法简便快捷、准确度高,易于推广应用,能满足水产品中孔雀石绿及其代谢物残留的检测要求。

关键词:高效液相色谱法;水产品;孔雀石绿;残留检测;优化

中图分类号: TS207.3;O652.63 **文献标志码:** A **文章编号:** 1002-1302(2016)07-0333-03

孔雀石绿(malachite green, MG)是一种三苯甲烷类染料,它在生物体内快速代谢为无色孔雀石绿(leuco-malachite green, LMG),具有致癌、致畸、致突变等毒性^[1-2],因此美国、欧盟等禁止将孔雀石绿用于食品用水产动物的养殖,我国也在2002年将其列入《食品动物禁用的兽药及其化合物清单》。但是,由于孔雀石绿对鱼类水霉病等疾病具有特效,且价格低廉,目前在鱼苗繁育、长途运输等过程中非法使用的问题屡有发生^[3]。

目前,水产品中孔雀石绿及其代谢物残留量的检测方法主要有高效液相色谱法、液质联用法、酶联免疫法等^[4-7]。目前农业部开展全国水产品产地监督抽检、城市例行监测等任务时,以GB/T 20361—2006《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定 高效液相色谱荧光检测法》^[8]作为水产品中孔雀石绿的定量检测方法,但该方法前处理过程繁琐、操作步骤多。本试验通过对GB/T 20361—2006《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定 高效液相色谱荧光检测法》前处理过程进行优化与改进,主要包括提取方式、提取溶液、浓缩条件等因素,以期建立1种前处理简单快捷、结果准确度高并且稳定的孔雀石绿及其代谢物残留的测定方法。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

收稿日期:2015-05-21

基金项目:江苏省自然科学基金(编号:BK20141500)。

作者简介:吴蓓琦(1971—),女,江苏南京人,高级工程师,主要从事水产品质量安全研究。E-mail:1142096165@qq.com。

Agilent 1200 超高效液相色谱仪,配荧光检测器;TurboVap LV 浓缩工作站。

孔雀石绿、无色孔雀石绿,购自德国 Dr. Ehrenstorfer 公司,纯度>99%;乙腈、二氯甲烷,色谱纯,购自美国 TEDIA 公司;其余试剂均为分析纯。丙基磺酸阳离子固相萃取柱(PRS, 500 mg/3 mL),购自美国 Agilent 公司。

提取液:称取0.54 g 硼氢化钾,加入25 mL 水溶解,再加入75 mL 乙腈混匀。

洗脱液:称取1.54 g 无水乙酸铵,溶解于200 mL 水中,用浓氨水(25%~28%)将pH值调至10.0,再与乙腈按体积比1:1进行混合。

1.2 试验方法

1.2.1 样品前处理 称取5.00 g 样品,加入15 mL 提取液,涡旋2 min, 4 000 r/min 离心10 min,将上清液转移至125 mL 分液漏斗中;在离心管中加入10 mL 乙腈,涡旋2 min, 8 000 r/min 离心10 min,合并上清液于分液漏斗中。在分液漏斗中加入30 mL 二氯甲烷,剧烈振荡2 min,静置分层1 h,将下层溶液转移至50 mL 浓缩管中。用45℃氮气吹至0.5~1.0 mL,加入5 mL 乙腈溶解残渣。PRS柱用5 mL 乙腈活化,转移提取液到柱上,再分别用3 mL 乙腈润洗浓缩管2次,依次过柱。最后将PRS柱吹至近干,加入3 mL 洗脱液,收集洗脱液并定容至3 mL,供液相色谱测定。

1.2.2 色谱条件 色谱柱为Agilent XDB-C₁₈柱,4.6 mm×50 mm(内径),粒度1.8 μm;柱温为35℃,进样体积为5 μL;流动相为乙腈-乙酸铵缓冲液(0.125 mol/L, pH值4.5, 体积比80:20),流速为0.15 mL/min;检测器为荧光检测器,激发

[5]李正国,刘明春,邓伟,等. 素心蜡梅和红心蜡梅鲜花挥发油成分分析[J]. 精细化工,2008,25(10):985-988,992.

[6]夏晶晖. 微波及保鲜剂延缓狗蝇蜡梅切枝衰老的研究[J]. 西南大学学报:自然科学版,2012,34(6):36-40.

[7]黄风格,俞嫣茹,卫世乾. 菊花干制工艺研究[J]. 南阳师范学院学报,2012,11(6):41-46.

[8]夏晶晖. 栀子花脱水干制工艺研究[J]. 西南大学学报:自然科学版,2014,36(12):8-11.

[9]王向阳,包嘉波,袁海娜. 玫瑰干花护形研究[J]. 浙江农业学报,2002,14(6):351-353.

[10]王玲,朱振亚. 红色康乃馨干燥保色方法研究[J]. 中国林副特产,2011,111(2):10-13.