吴海虹,蔡盼盼,卞 欢,等. 不同干燥方式对蚕蛹挥发性风味成分的影响[J]. 江苏农业科学,2017,45(21):208-213 . doi:10.15889/j. issn. 1002-1302.2017.21.059

## 不同干燥方式对蚕蛹挥发性风味成分的影响

吴海虹,蔡盼盼,卞 欢,诸永志,王道营,徐为民 (江苏省农业科学院农产品加工研究所,江苏南京 210014)

摘要:为研究不同干燥方式对蚕蛹挥发性风味化合物的影响,采用固相微萃取和气相色谱-质谱联用技术,分别对缫丝蚕蛹鲜样,经过热风、真空微波、热风联合真空微波、真空冷冻干燥蚕蛹中挥发性成分进行分析与比较,探讨不同干燥方式对蚕蛹干制品挥发性成分的影响。结果表明,缫丝蚕蛹及蚕蛹干样中共检测出118种风味化合物。干燥方式对蚕蛹中的醇类、醛类、烃类及芳香类等挥发性风味成分影响较明显,其中热风干燥和真空微波干燥蚕蛹主要挥发性成分为烃类,真空冷冻干燥主要挥发性成分为芳香类物质,热风联合真空微波干燥蚕蛹挥发性物质醛类、酮类含量均高于其他干燥方式,可促使蚕蛹风味物质的有效形成。

关键词:蚕蛹;干燥方式;挥发性风味;萃取;气相色谱-质谱联用

中图分类号: TS205.1 文献标志码: A 文章编号:1002-1302(2017)21-0208-05

蚕蛹(silkworm pupa)为蚕蛾科昆虫家蚕蛾(Bombyx moil L.)的蛹,是缫丝业的主要副产物,含有丰富的蛋白质、脂肪和人体所有必需氨基酸<sup>[1]</sup>。蚕蛹油中的不饱和脂肪酸在蚕蛹油中的含量可达 66.8%,主要由α-亚麻酸、亚油酸类物质组成,是治疗高血压、动脉硬化、糖尿病等疾病的良药<sup>[2]</sup>。然而,由于蚕蛹具有特殊体味,限制了它在食品和药品领域的应用,因此大多被干燥加工成动物饲料,资源利用的经济价值极低。分析蚕蛹挥发性风味成分,有利于蚕蛹资源加工利用过程中改善蚕蛹风味,促进高附加值蚕蛹食品和药品的开发。干燥作为食品加工的一种重要方式,将食品中水分降低到一定程度,延长保质期,获得食品干制产品。干燥包括多种方式,目前主要有热风、微波、真空微波、冷冻干燥及联合干燥方式。不同干燥方式各有所长,应根据物料特性采取适合的干燥方式,降低能量损耗,提升产品品质。

因此,本研究通过固相微萃取(solid - phase microextraction,简称SPME)方法分析蚕蛹挥发性风味成分,用气相色谱-质谱联用仪对挥发性风味成分进行分离鉴定,探讨热风、真空微波、热风联合真空微波、冷冻等4种干燥方式对蚕蛹主体挥发性风味成分的影响,为蚕蛹产品风味的提升奠定一定理论基础。

### 1 材料与方法

#### 1.1 材料与仪器

缫丝家蚕蛹由海安鑫缘茧丝绸公司提供。

主要仪器有 Finnigan Trace MS 气相色谱 - 质谱联用仪 (美国 Thermo Finnigan 公司)、手动 SPME 进样器、75 μm CAR/PDMS 萃取头(美国 Supelco 公司)、DW - 86L286 超低温冰箱(海尔集团);电热恒温鼓风干燥箱 DHG - 914385 - Ⅲ

(上海新苗医疗器械制造有限公司);FDU-1200 真空冷冻干燥机(东京理化器械株式会社)。

#### 1.2 蚕蛹干燥处理方法

- 1.2.1 蚕蛹热风干燥处理 挑选外表光鲜、无机械伤的蚕蛹,沸水烫漂8 min(物料放入后开始计时),烫漂结束后,流动水冲洗降温;沥干后置于热风鼓风干燥箱中进行干燥,热风温度为70℃,干燥至含水量低于5%,密封后于4℃冰箱中保藏备用。
- 1.2.2 蚕蛹真空微波干燥处理 挑选外表光鲜、无机械伤的蚕蛹,置于真空微波干燥设备中进行干燥,微波强度为7.5~W/g, 干燥至含水量低于5%,密封后于4~C冰箱中保藏备用。
- 1.2.3 蚕蛹热风联合真空微波干燥处理 挑选外表光鲜、无机械伤的蚕蛹,置于热风干燥箱中进行干燥,热风温度为70  $^{\circ}$ 0,干燥70  $^{\circ}$ 75 min 至水分含量为40%;将预干燥后的蚕蛹片均湿2 h 后放入微波干燥设备中进行干燥,微波强度为7.5  $^{\circ}$ 8 $^{\circ}$ 9,干燥至含水量低于5%,密封后于4  $^{\circ}$ 8 $^{\circ}$ 3 备用。
- 1.2.4 蚕蛹冷冻干燥处理 挑选外表光鲜、无机械伤的蚕蛹,置于冷冻干燥机中进行干燥,干燥至含水量低于5%,密封后于4℃冰箱中保藏备用。
- 1.3 挥发性风味化合物检测
- 1.3.1 蚕蛹挥发性成分 SPME 萃取 蚕蛹样品用搅拌机打碎后,取打碎后的粉末 2 g,置于 60 mL 顶空进样瓶中,在磁力搅拌速度为 600 r/min、温度为 60 ℃条件下加热平衡 15 min,将已老化的萃取头插入样品瓶中使之与样品表面保持 1.5 cm 的距离,萃取 30 min 后进入气相色谱 质谱联用(gas chromatography mass spectrometer, 简称 GC MS) 技术分离鉴定,解析 8 min。
- 1.3.2 GC MS 色谱条件 柱型采用 Agilent HP 5 ms 毛细管柱(60 m × 250 m × 0.25 m);程序升温:初温 40 ℃以 2.5 ℃/min 的速率升温到 130 ℃,保持 1 min 再以 8 ℃/min 的速率升温到 250 ℃保持 1 min;进样口温度为 270 ℃,不分流;载气为氦气;体积流量为 1.0 mL/min。

收稿日期:2016-06-12

基金项目:江苏省科技支撑计划(编号:BE2014332)。

作者简介:吴海虹(1976—),女,江苏扬州人,硕士,助理研究员,研究方向为食品工程。E – mail:wuhaihong169@163.com。

采用 SPME 萃取与气质联用法对蚕蛹鲜样和经热风、直

空微波、热风联合直空微波干燥及直空冷冻干燥后制得的蚕

蛹挥发性风味物质进行分离、鉴定。由表1可知,蚕蛹鲜样和 热风、真空微波、热风联合真空微波、真空冷冻干燥蚕蛹分别

检测出 41、41、36、22、40 种挥发性风味成分。鲜样中检出醛

类风味物质种类和含量最高,共10种,相对含量达到

35.08%;热风干燥后蚕蛹烃类风味物质种类共13种,相对含量最高,达35.10%;直空微波干燥方式中也是烃类风味物质

种类最多,共18种,相对含量最高,为43.29%;热风联合真 空微波干燥方式醛类风味物质种类最多,共7种,相对含量最

高,为44.20%;真空冷冻干燥芳香类风味物质品种最多,共

1.3.3 质谱条件 电离方式为电子轰击(electron impact,简称 EI);电子能量为 70 eV;电压为 350 V;连接口温度为 280  $^{\circ}$ ;离子源温度为 230  $^{\circ}$ ;四极杆温度为 150  $^{\circ}$ ;质量扫描范围为 35  $^{\circ}$  395 amu。

1.3.4 数据处理 采用气相色谱-质谱联用仪计算机的 NIST 质谱和 Willey 谱库,自动检索分析组分的质谱数据,并对全部检索结果参考有关标准图谱进行核对和补充检索,对 匹配度大于 85% 的给予报道,经色谱峰面积归一法求各化学成分在挥发性风味成分中的相对含量。

## 2 结果与分析

#### 2.1 GC - MS 检测结果

14 种,相对含量最高,为40.51%。 表1 不同于燥方式及鲜蚕蛹挥发性成分分类比较

类别	热风干燥		真空微波干燥		热风联合真空微波干燥		真空冷冻干燥		鲜样	
	种类	相对含量(%)	种类	相对含量(%)	种类	相对含量(%)	种类	相对含量(%)	种类	相对含量(%)
醇类	2	1.52	2	1.92	1	3.46	4	3.49	6	3.88
醛类	5	13.78	6	14.63	7	44.20	7	16.02	10	35.08
酮类	4	6.30	2	15.51	2	24.38	4	20.72	6	7.22
烃类	13	35.10	18	43.29	2	4.42	4	4.58	2	21.79
酯类	2	8.01	2	8.33	2	7.83	1	0.62	3	0.83
酸类	5	17.84	3	8.92	2	7.21	4	8.15	1	0.88
芳香类	7	3.52	2	1.30	5	4.13	14	40.51	8	21.20
其他	3	13.17	1	2.08	1	2.71	2	1.59	5	9.48

#### 2.2 醇类物质的分析

醇类物质是一类挥发性化合物,通常具有刺激性气味。有研究报道,醇类化合物可能是导致鲜蚕蛹不良气味的主要成分<sup>[4]</sup>。蚕蛹鲜样中检测出6种醇类挥发性风味物质,相对含量为3.88%。热风、真空微波、热风联合真空微波、真空冷冻干燥蚕蛹分别检测出2、2、1、4种醇类挥发性风味物质,相对含量分别为1.52%、1.92%、3.46%、3.49%(表1)。从而可以看出,热风、真空微波、热风联合真空微波干燥都会使蚕蛹中的醇类挥发性风味物质较鲜蛹数量和质量上明显减少,可能是因为醇类物质在加热条件下氧化生成醛类或酮类化合物。而真空冷冻干燥由于温度较低,醇类物质的相对质量变化较小。热风联合微波干燥蚕蛹只产生1-戊烯-3-醇1种醇类物质,且其阈值较高<sup>[5]</sup>,对蚕蛹风味影响不大,由此推测此干燥方式相对其他干燥方式更利于改善蚕蛹的风味。

## 2.3 醛类物质的分析

醛类物质主要是由脂肪受热氧化降解的主要产物。由表 1 可看出,蚕蛹鲜样、热风、真空微波、热风联合真空微波、真空冷冻干燥蚕蛹中分别检测出 10、5、6、7、7 种醛类挥发性风味化合物,相对含量分别为 35.08%、13.78%、14.63%、44.20%、16.02%(表1)。醛类物质的阈值一般都很低,对蚕蛹的风味具有一定贡献。同时,热风联合真空微波干燥方式使蚕蛹醛类挥发性风味成分在相对含量上有所增加,这可能是在干燥前期采用热风干燥使蚕蛹表面充分发生美拉德反应,表面形成风味化合物,并脱除一部分水分,后期采用真空微波干燥使蚕蛹内部充分发生美拉德反应,在内部形成风味化合物,产生大量的风味化合物。热风联合真空微波产生大量已醛风味成分,已醛香气阈值为 4.5 μg/kg,可产生类似青草清香的气味,能产生 1 种自然鲜香的特征香味,在多种鱼体

内均有发现[6],能赋予蚕蛹鲜香的感觉。

#### 2.4 酮类物质的分析

酮类物质具有香味持久等特点,是脂质氧化的终极产物。由表 1、表 2 可看出,鲜蚕蛹、热风干燥、真空微波干燥、热风联合真空微波及真空冷冻干燥分别检出 6、4、2、2、4 种酮类挥发性风味物质,相对含量分别为 7.22%、6.30%、15.51%、24.38%、20.72%。由此可以看出,除热风干燥外的干燥加工会使蚕蛹酮类风味物质增加。其中,热风联合真空微波产生酮类风味物质相对含量最高。蚕蛹鲜样及 4 种干燥方式都含有 3,5 - 辛二烯 - 2 - 酮具有草香味<sup>[7]</sup>。热风干燥与真空冷冻干燥还提高了 2,3 - 戊二酮风味物质的含量,分别为 2.94%、8.61%,2,3 - 戊二酮阈值较低,具有奶油、焦糖香气<sup>[8]</sup>,对干燥蚕蛹的风味影响较大。

#### 2.5 烃类物质的分析

干燥后的蚕蛹烃类物质中主要检出烯烃类和烷烃类化合物,鲜样中检测出2种烃类化合物,相对含量为21.79%(表1),主要为苯乙稀,相对含量为21.22%(表2)。干燥后的蚕蛹烃类物质中主要检出烯烃类和烷烃类化合物,种类和相对含量都较鲜蚕蛹有所增加。烃类化合物主要来源于脂肪酸烷氧自由基的裂解,而且烃类化合物的风味阈值较高,对蚕蛹整体气味作用不大[9]。

#### 2.6 酯类物质的分析

酯类是由醇与酸发生酯化反应形成的物质,通常而言短链的酯类在常温下挥发性较强且阈值较低,对风味具有较大的贡献潜力<sup>[10]</sup>。鲜蚕蛹中酯类物质含量非常低,相对含量只有0.83%(表1)。除真空冷冻干燥以外,其他3种干燥方式加工后蚕蛹酯类物质含量有所增加(表1),均产生了2-三甲基戊基乙酸酯风味物质(表2)。2-三甲基戊基乙酸酯散发出水果香气<sup>[11]</sup>,赋予蚕蛹良好的香味。

表 2 SPME - GC - MS 测得的不同干燥方式及鲜蚕蛹的挥发性物质

	/II 611 a L 2-1		相对含量(%)						
类别	保留时间 (min)	化合物	分子式	热风干燥	真空微波干燥	热风联合 真空微波干燥	真空冷冻 干燥	鲜样	
醇类	13.91	2 - 丁基辛醇	C <sub>12</sub> H <sub>26</sub> O		1.23				
	9.33	1 - 戊烯 - 3 - 醇	$C_5H_{10}O$			3.46	1.42		
	17.32	1-辛烯-3-醇;	$C_8H_{16}O$					0.27	
	7.84	2-(基)-葵醇	$C_{16} H_{34} O$	0.73					
	13.90	2-己基-1-辛醇	$C_8H_{18}O$	0.79	0.69				
	16.60	3.7 - 二甲基 - 1 - 辛醇	$C_{10}H_{22}O$					0.54	
	19.94	α – 松油醇	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O				0.56		
	22.45	苯乙醇	$C_8H_{10}O$				1.18		
	17.88	芳樟醇	$C_{10}H_{18}O$				0.33		
	12.04	异戊醇	$C_5H_{12}O$				0.55	1.65	
	17.16		$C_7 H_{16} O$						
		正庚醇						0.42	
	15.34	正己醇	$C_6H_{14}O$					0.36	
11. 11.	18.70	正辛醇	C <sub>8</sub> H <sub>18</sub> O					0.64	
荃类	11.64	(E) -2 - 己烯醛	$C_6H_{10}O$					0.6	
	20.35	辛二烯醛	$C_8H_{12}O$				1.25		
	11.48	(Z)-4-庚烯醛	$C_7H_{12}O$			4.13	1.76		
	18.34	(Z)-6-壬烯醛	$C_9H_{16}O$					0.87	
	17.02	2,4 - 庚二烯醛	$C_7H_{10}O$		0.56	2.83	0.89		
	10.76	2 - 己烯醛	$C_6H_{10}O$			2.25	1.01		
	4.15	3 - 甲基丁醛	$C_5H_{10}O$					1.18	
	18.19	苯甲醛	$C_7H_6O$					0.71	
	9.81	庚醛	$C_8H_{16}O$	1.40		10.01		2.32	
	13.68	庚烯醛	$C_7 H_{12} O$	3.74		10.01		2.02	
	17.13	癸醛	$C_{10}H_{20}O$	3.74	0.30			0.97	
	7. 15			7.50	8.08	12.72	6.40		
		己醛	$C_6H_{12}O$	7.59		12.72		1.79	
	15.24	壬醛	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	0.69	1.86	5.74	2.36	18.1	
	3.66	戊醛	C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> O		2.93				
	11.27	异戊烯醛	$C_5 H_8 O$					6.91	
	12.92	正辛醛	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	0.36	0.90	6.56	2.35	1.63	
桐类	14.79	1 – 羟基 – 2 – 丁酮	$C_4 H_8 O_2$	0.15					
	5.35	2,3-丁二酮	$C_4 H_6 O_2$					3.66	
	6.56	2,3 - 戊二酮	$C_5H_8O_2$	2.94		8.56	8.61	0.33	
	12.71	2 - 己酮	$C_6H_{12}O$				0.53		
	17.45	3,5-辛二烯-2-酮	$C_8 H_{12} O$	2.94	15.14	15.82	5.55	1.41	
	9.58	3 - 甲基 - 4 - 庚酮	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O					0.33	
	12.63	3 - 羟基 -2 - 丁酮	$C_4H_8O_2$	0.27				0.42	
	14.78	6-甲基-5-庚烯-2-酮	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O	0.27				1.07	
	19.33	苯乙酮	$C_8H_{14}O$		0.37			1.07	
		,			0.37		6.02		
7.24	14.04	甲基庚烯酮	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O		0.21		6.03		
<b>烃类</b>	10.24	(-)-柠檬烯	$C_{10}H_{16}$		0.31				
	6.55	2,5 - 二甲基己烷	$C_8 H_{20}$		5.97				
	7.45	2,6 - 二甲基癸烷	$C_{12}H_{28}$	0.80	0.21				
	10.54	2,6 - 二甲基 - 十一烷	$C_{13}H_{30}$	4.20	3.97				
	20.00	2,7 - 二甲基 - 辛烷	$C_{10}H_{22}$		0.15				
	5.49	2 - 甲基癸烷	$C_{11}H_{24}$	7.00					
	14.65	2-甲基十三烷	$C_{14}H_{30}$	0.25	0.35				
	14.85	3 - 甲基十三烷	$C_{14}H_{30}$		0.19		0.31		
	4.66	3,5 - 二甲基癸烷	$C_{12}H_{28}$		1.83				
	5.49	3,5 - 二甲基辛烷	$C_{10}H_{22}$		10.80				
	11.45	4,6 - 二甲基 - 十六烷	$C_{10}H_{22}$ $C_{18}H_{40}$	1.24	10.00				
	10.85	4,8 - 二甲基 - 十八烷 4,8 - 二甲基 - 十一烷	$C_{18}H_{40}$ $C_{13}H_{30}$	1.66	2.05				
		,			2.05				
	6.53	4 - 甲基癸烷	C <sub>11</sub> H <sub>24</sub>	1.69	1.00				
	11.64	二十二烷	$C_{22}H_{46}$		1.09				
	15.01	二十一烷	$C_{21}H_{44}$						
	10.35	癸烷	$C_{10}H_{22}$					0.57	

续表 2

	/□ \$# +-1.>→			相对含量(%)						
类别	保留时间 (min)	化合物	分子式	热风干燥	真空微波干燥	热风联合 真空微波干燥	真空冷冻 干燥	鲜样		
烃类	7.93	氯代十六烷	C <sub>16</sub> H <sub>33</sub> Cl		2.7					
	9.69	三十二烷	$C_{32}H_{66}$		0.19					
	6.16	十二烷	$C_{12}H_{26}$	7.19	11.02					
	15.40	十九烷	$C_{19} H_{40}$		0.28					
	11.64	十六烷	$C_{16}H_{34}$	0.92	0.69	0.81				
	11.25	十七烷	$C_{17}H_{36}$	1.14						
	7.43	十四烷	$C_{14}H_{30}$	1.38	0.89					
	11.80	十五烷	$C_{15}H_{32}$	6.52						
	7.51	十一烷	$C_{11}H_{24}$		0.60		0.33			
	4.64	正己烷	$C_6H_{14}$	1.11		3.61	1.74			
	11.85	苏合香烯	$C_8H_8$				2.20			
	12.49	苯乙烯	$C_8H_8$				_,_,	21.22		
 指类	9.33	2-三甲基戊基乙酸酯	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O <sub>2</sub>	6.88	8.21	7.12		21.22		
1170	19.71	2,6-辛二烯酸乙酯	$C_{11}H_{18}O_2$	0.00	0.21	7.12		0.39		
	14. 19	2-羟基丙酸乙酯	$C_5 H_{10} O_3$				0.62	0.37		
	19.99	万位己内酯 丙位己内酯	$C_6 H_{10} O_2$			0.71	0.02			
				1.13		0.71				
	3.61	烯丙基丙酯 	$C_6H_{12}O$	1.13	0.12					
	14.79	亚硫酸二丁酯	$C_8H_{18}O_4S$		0.12			0.22		
	9.38	丙酸丁酯 二點 45mk	$C_7 H_{14} O_2$					0.23		
\/.	9.50	丁酸戊酯	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>					0.21		
香类		1 - 甲基苯	$C_{11}H_{10}$					0.63		
	16.00	1,2,3,4 - 四甲基苯	$C_{10}H_{14}$				2.52			
	15.52	1,2,3,5 - 四甲基苯	$C_{10}H_{14}$			0.81				
	12.52	1,2,3-三甲苯	$C_9 H_{12}$	0.29			1.02			
	16.00	1,2,4,5 - 四甲苯	$C_{10}H_{14}$			1.21	1.65			
	12.50	1,2,4 - 三甲基苯	$C_9 H_{12}$				0.34			
	14.36	1,3-二甲基-2-乙基苯	$C_{10}H_{14}$			0.68	0.99			
	14.67	1,3-二甲基-4-乙基苯	$C_{10}H_{14}$				2.11			
	16.15	1,3 - 二氯苯	$C_6 H_4 Cl_2$	0.43						
	17.97	2,4 - 二氯甲苯	$C_7H_6Cl_2$					0.27		
	18.29	2,3 - 二氯甲苯	$C_7 H_6 Cl_2$					0.37		
	13.71	2-乙基对二甲苯	$C_{10}H_{14}$				1.47			
	13.15	3 - 丙基甲苯	$C_{10}H_{14}$				1.12			
	8.59	对二甲苯	$C_8H_{10}$				1.18	7.56		
	9.06	邻二甲苯	$C_8 H_{10}$					4.48		
	10.55	对异丙基甲苯	$C_{10}H_{14}$			1.15				
	14.50	邻 – 异丙基苯	$C_{10}H_{14}$				1.46			
	8. 25	乙基苯	$C_8 H_{10}$	1.02			1	3.16		
	6.09	甲苯	$C_7H_8$	1.02				4.1		
	24.95	2-甲氧基-4-烯丙基酚	$C_{10}H_{12}O_2$				0.84	7.1		
			$C_{10}H_{12}O_{2}$ $C_{7}H_{8}O$	0.00			0.64			
	24.09	4 - 甲基苯酚		0.08	1 02					
	12.14	2-甲基吡嗪	$C_5H_6N_2$	1.33	1.03					
	15.11	2 - 乙基 - 6 - 甲基吡嗪	$C_7 H_{10} N_2$	0.13			24.05			
	9.80	吡啶	C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> N		0.46		24.85			
	20.49	甘菊蓝	$C_{10}H_8$		0.26					
	21.46	<b>茴香脑</b>	$C_{10}H_{12}O$				0.27			
	20.48	萘	$C_{10}H_{8}$	0.23		0.28	0.68			
	22.51	1 - 甲基萘	$C_{11}H_{10}$					0.63		
後类	18.15	2-甲基丙酸	$C_4 H_8 O_2$	0.18						
	17.70	丙酸	$C_3H_6O_2$	0.48			0.32			
	18.97	丁酸	$\mathrm{C_4H_8O_2}$	2.93	0.64	2.38	0.72			
	21.61	己酸	$C_6 H_{12} O_2$			4.83	0.28			
	16.26	乙酸	$\mathrm{C_2H_4O_2}$	13.30	8.09		6.83			
	19.53	异戊酸	$C_5 H_{10} O_2$	0.95	0.19					
	23.99	4 - 羟基苯磺酸	$C_6H_6O_4S$					0.88		

短表2

	/ELST eller	化合物	分子式	相对含量(%)					
类别	保留时间 (min)			热风干燥	真空微波干燥	热风联合 真空微波干燥	真空冷冻 干燥	鲜样	
其他类	1.87	N,N-二甲基甲胺	$C_{11} H_{21} N$	2.06	2.08	2.71	0.63	2.16	
	2.42	二甲基硫	$C_2H_6S$					0.71	
	7.62	二甲基二硫	$C_2H_6S_2$					3.01	
	14.90	二甲基三硫	$C_2H_6S_3$	0.49					
	2.09	二硫化碳	$\mathrm{CS}_2$	10.61					
	20.05	合成右旋龙脑	$C_{10}H_{18}O$				0.96		
	28.33	吲哚	$C_8 H_7 N$					0.35	
	5.15	正丁醚	$C_8H_{18}O$					3.25	

#### 2.7 芳香类物质的分析

蚕蛹鲜样中芳香类物质的含量为 21.20%, 共 8 种。经过真空冷冻干燥后, 蚕蛹中芳香类物质含量明显升高, 其他 3 种干燥方式加工后的蚕蛹芳香类物质明显下降(表 1)。由表 2 可知, 热风干燥和真空微波干燥后的样品都产生 2 - 甲基吡嗪风味物质, 相对含量为别为 1.33%、1.03%, 2 - 甲基吡嗪具有焙烤香<sup>[12]</sup>。而热风联合微波干燥后的样品主要含有 1, 2, 4, 5 - 四甲苯(1.12%)、对异丙基甲苯(1.15%)和 1, 2, 3, 5 - 四甲基苯(0.81%)。其中, 对异丙基甲苯具有芳香味<sup>[13]</sup>。而真空冻干后的蚕蛹产生大量的吡啶物质, 含量为 24.85%,具有一定的刺激性<sup>[14]</sup>,会对蚕蛹风味造成不利的影响。

#### 2.8 干燥方式对酸类及其他类物质的影响

由表 1、表 2 可见,鲜样中含有极低的酸类物质,仅含有 0.88%的 4 - 羟基苯磺酸。热风干燥后样品所含酸类物质最高,为 17.84%,主要成分为乙酸(13.30%)、丁酸(2.93%)、异戊酸(0.95%)、丙酸(0.48%)、2 - 甲基丙酸(0.18%)。真空微波干燥、真空冷冻干燥后样品所含酸类物质分别为 8.92%、8.15%,其中主要成分均为乙酸。而热风联合微波干燥最低,为 7.21%,主要成分为己酸(4.83%)和丁酸(2.38%)。乙酸具有刺激性气味和酸味<sup>[15]</sup>,丁酸具有腐败的奶油味<sup>[16]</sup>,而己酸具有羊油味<sup>[17]</sup>,从而使蚕蛹产生不愉快的气味。

由表 1、表 2 可见,蚕蛹鲜样中主要含有二甲基二硫 (3.01%)、正丁醚(3.25%)、N,N-二甲基甲胺(2.16%)及少量的二甲基硫(0.71%)和吲哚(0.35%)。经热风干燥后,样品中含有二硫化碳(10.61%)、N,N-二甲基甲胺 (2.06%)和二甲基三硫(0.49%),其中二甲基三硫具有薄荷气味和浓烈辛香香气<sup>[18]</sup>。真空微波、热风联合真空微波干燥的样品中均仅含有 N,N-二甲基甲胺 1 种物质,分别为 2.08%、2.71%。真空冷冻干燥后,样品中含有合成右旋龙脑 (0.96%) 和 N,N-二甲基甲胺(0.63%),其中合成右旋龙脑 具有类似樟脑的气味<sup>[19]</sup>。N,N-二甲基甲胺具有鱼腥味<sup>[20]</sup>,含有少量的三甲胺会使蚕蛹带有淡淡的腥味。

## 3 结论

通过对缫丝蚕蛹鲜样和经热风、真空微波、热风联合真空微波、真空冷冻干燥蚕蛹进行顶空固相微萃取后,用气质联用法分析其挥发性风味物质,共检出118种挥发性物质。在缫丝蚕蛹鲜样有41种、热风干燥蚕蛹有41种、真空微波干燥蚕蛹有36种、热风联合真空微波干燥蚕蛹有22种、冷冻干燥蚕蛹有40种。缫丝蚕蛹鲜样主要风味物质为壬醛、异戊烯醛、

苯乙烯、对二甲苯邻、二甲苯、二甲基二硫。其中,苯乙烯相对含量最高,为21.22%。干燥加工改变了蚕蛹风味物质的构成,热风干燥蚕蛹主要风味物质为己醛、2-甲基癸烷、十二烷、乙酸、二硫化碳。真空微波干燥蚕蛹主要风味物质为己醛、3,5-辛二烯-2-酮、3,5-二甲基辛烷、十二烷、2-三甲基戊基乙酸酯、乙酸。热风联合真空微波干燥蚕蛹主要风味物质为庚醛、己醛、2,3-戊二酮、3,5-辛二烯-2-酮。冷冻干燥蚕蛹主要风味物质为2,3-戊二酮、7.酸、吡啶。

缫丝鲜蚕在不同干燥方式下产生不同的风味,其风味并不是由1种或1类物质单独形成,各风味物质的阈值不同,影响作用也不同,因此干燥后蚕蛹挥发性风味是由各种化合物之间共同作用的结果。成分的相对含量也并不能完全反映出某种化合物对风味的贡献,但从不同干燥方式下挥发性成分变化看,还是能探究一些干燥对风味的影响及变化规律,为深入研究干燥方式对蚕蛹风味变化有一定借鉴意义。

#### 参考文献:

- [1] Longvah T, Mangthya K, Ramulu P. Nutrient composition and protein quality evaluation of eri silkworm(*Samia ricinii*) prepupae and pupae [J]. Food Chemistry, 2011, 128(2):400 403.
- [2]徐 彭,刘建华,张桂英. 酸水解蚕蛹制备复合氨基酸的研究 [J]. 氨基酸和牛物资源,1995,17(4):9-11.
- [3]鲁周民,郑 皓,赵文红,等. 发酵方法对柿果醋中香气成分的影响[J]. 农业机械学报,2009,40(9):148-154.
- [4] 贾俊强, 桂仲争, 吴琼英, 等. 同时蒸馏萃取与气相色谱 质谱联用分析蚕蛹挥发性成分[J]. 蚕业科学, 2011, 37(6):1111 1116
- [5]孙宝国,陈海涛. 食用调香技术[M]. 北京:化学工业出版社, 2015:20-28.
- [6] 曾绍东,吴建中,欧仕益,等. 罗非鱼酶解液中挥发性成分分析 [J]. 食品科学,2010,31(18):342-346.
- [7] 张梅超. 牡蛎蛋白酶解液风味改善及其运动饮料的研制[D]. 青岛:中国海洋大学,2014.
- [8] 楼允豪. 2,3 戊二酮的合成研究[J]. 香料香精化妆品,2011 (2):8-13.
- [9] Duflos G, Coin V M, Cornu M, et al. Determination of volatile compounds to characterize fish spoilage using headspace/mass spectrometry and solid - phase microextraction/gas chromatography/ mass spectrometry [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2006, 86(4):600-611.
- [10] Sun W Z, Zhao Q Z, Zhao H F, et al. Volatile compounds of Cantonese sausage released at different stages of processing and

贺 江,刘 蕊,韩淯欣,等. 火龙果果皮色素提取及其性质与应用[J]. 江苏农业科学,2017,45(21);213-215. doi:10.15889/j. issn.1002-1302.2017.21.060

# 火龙果果皮色素提取及其性质与应用

贺 江,刘 蕊,韩淯欣,徐娟娟

(湖南文理学院生命科学学院/环洞庭湖水产健康养殖与加工湖南省重点实验室/湖南省水产高效健康生产协同创新中心,湖南常德 415000)

摘要:以火龙果果皮为原材料,对果皮红色素的提取工艺、色素的理化性质、色素在食品中的应用效果等方面展开研究。结果表明,干燥、粉碎后以水为提取溶剂,按 1 g:30 mL 的料液比,在 40  $^{\circ}$  、超声功率为 100 W 的条件下提取 20 min 时色素提取得率最高;火龙果果皮色素 pH 值在 5 ~ 9 范围内颜色稳定,低于 80  $^{\circ}$  时颜色变化不明显,高温会使色素变色; $Ca^{2+}$  与色素生成沉淀, $Fe^{3+}$  使色素溶液变色, $Cu^{2+}$  使色素溶液褪色, $SO_2$  使色素褪色,碳水化合物对火龙果果皮色素无不良影响;火龙果果皮色素在饮料、酸奶、布丁中应用效果良好,而在面条和蛋糕中应用效果较差。本研究所获结果有望为火龙果果皮的资源化利用提供依据。

关键词:火龙果;果皮色素;超声波;提取工艺;理化性质;应用效果

中图分类号: TS201.1 文献标志码: A 文章编号:1002-1302(2017)21-0213-03

色泽是食品的基本属性之一,通过添加色素改变食品的 呈色,因而提高食品的品质是食品加工过程中常用的措施。 食品色素按照来源可分为天然色素和合成色素两大类,其中 合成色素虽然着色能力强,但存在安全隐患,因此受到消费者 的抵触;而天然色素,因属于动植物或微生物的正常代谢产 物,安全性较高,深受消费者欢迎。以农产品加工副产物为原 材料,进行色素等天然产物的提取,是农产品综合利用的有效 思路<sup>[1-4]</sup>。

火龙果原产于巴西、墨西哥等中美洲热带沙漠地区,在我国海南省、福建省、广东省、广西壮族自治区等地也有广泛种植。火龙果果皮是火龙果产业加工的副产品,果皮中含有大量的红色素,是提取天然红色素的有效原材料。从火龙果果皮中提取红色素,可以充分加工火龙果,减少对环境的污染,带动当地火龙果产业的发展,从而带动当地的经济发展,提高人们的收入水平。已有较多关于火龙果果皮色素的研究,但

收稿日期:2016-06-13

基金项目:国家自然科学基金(编号:31401583);湖南省常德市联合基金(编号:2015JJ5008)。

作者简介: 贺 江,博士,副教授,主要从事食品安全与食品生物技术研究。E-mail;hejiang1119@163.com。

storage [J]. Food Chemistry, 2010, 121(2):319 - 325.

- [11] 翟舒嘉,韩 涛,李丽萍,等. 顶空固相微萃取 气质联用分析 '绿化9号'桃果实的香气成分[J]. 北京农学院学报,2008,23 (3):14-18.
- [12]刘全志. 对异丙基甲苯的制备[J]. 中国现代应用药学,1996 (5):39-40.
- [13] 孙淑声. 钴与铬天青 S、吡啶及其衍生物阳离子表面活性剂体系显色反应的研究[J]. 高等学校化学学报,1984(4):49-51.
- [14] 呼 德, 陈存社, 张甜甜, 等. 固相微萃取法提取蒸麦芽中风味物质[J]. 食品工业科技, 2012, 33(22):162-167.
- [15]彭 优. 化学醋酸合成方法简述[J]. 化学工程与装备,2011 (1):152-154.

主要集中于色素提取工艺方面,对色素性质和应用方面的研究较少[5-8]。

本研究在上述背景下,对火龙果果皮色素的超声波辅助 提取工艺进行优化,在此基础上进一步研究火龙果果皮色素 的理化性质,探讨火龙果果皮色素在食品中的应用,以期为火 龙果果皮资源的开发利用提供参考。

## 1 材料与方法

#### 1.1 材料与试剂

火龙果果皮(取自红皮白肉火龙果);无水乙醇、甲醇、乙醇、丙酮、冰醋酸、氢氧化钠、亚硫酸氢钠、葡萄糖、果糖、麦芽糖、蔗糖、氯化锌、氯化钙、氯化铁、氯化钠、硫酸铜、硫酸镁、硫酸锰(以上试剂均为分析纯);X-5大孔树脂;水溶C100复合果汁饮料、布丁粉、牛奶冰激凌、酸奶、纯牛奶、面粉、低筋面粉、玉米油、白砂糖(以上材料均为普通市售产品)。

#### 1.2 仪器与设备

101-2AB 型电热鼓风干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司);FW177 型中草药粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司);HH-S4 型恒温水浴锅(北京科伟永兴仪器有限公司); TDL-40B 型离心机(上海安亭科学仪器厂);KQ5200DB 型数控超声波清洗器(江苏省昆山市超声仪器有限公司);

[16]李巍巍,吴时敏,徐 婷. 褐黄牛肝菌挥发性风味物质组成研究 [J]. 上海交通大学学报(农业科学版),2009,27(3):300-304.

- [17] 卢绍辉. 黑杨 *Populus nigra* L. 气味物质诱集鳞翅目成虫生物学机理的研究[D]. 郑州:河南农业大学,2002.
- [18]田怀香. 金华火腿风味物质研究及其风味基料的研制[D]. 无锡: 江南大学, 2005.
- [19]蔡 皓,马晓青,刘 晓,等. GC/MS 法分析硫磺熏蒸对杭白菊 挥发油成分的影响[C]//中华中医药学会中药炮制分会 2011 年学术年会论文集,贵州贵阳,2011.
- [20]罗 林,曾丹丹,黄国方,等. 海产品储藏过程气味特征研究及 其与鲜度关系初探[J]. 分析化学,2009,37(增刊1):306.