

邓茹月,闫志强,朱速松,等. 贵州省不同籼稻品种稻米品质及风味物质分析[J]. 江苏农业科学,2021,49(11):138-146.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2021.11.025

贵州省不同籼稻品种稻米品质及风味物质分析

邓茹月,闫志强,朱速松,夏忠敏,雷月,江学海,李佳丽

(贵州省水稻研究所,贵州贵阳 550000)

摘要:以近几年贵州省审定的 13 个优质籼稻米品种(系)为评定对象,利用 GC-MS 气质联用等仪器进行风味物质、营养成分、质构特性、感官特性等指标的测定。对质构特性数据进行显著性方差分析发现,不同籼稻米的食味值与直链淀粉含量呈极显著负相关($P < 0.01$),蛋白质含量及垩白度与食味值呈显著负相关($P < 0.05$),硬度、内聚性、弹性、胶黏性、咀嚼性均与直链淀粉含量呈极显著正相关($P < 0.01$)。风味物质测定结果表明,在 13 个品种(系)中仅有内 6 优 138、冈香 199 含有典型稻香成分 2-乙酰-1-吡咯啉,在蒸煮过程中具有较明显的香味。营养成分及感官特性结果表明,花香优 1618、内 6 优 138 和六优 385 等 3 种稻米的碱消值分别为 5.80、6.20、5.50,耐储性好,直链淀粉含量分别为 18.50%、15.30%、15.30%,垩白度分别为 5.00%、2.60%、6.80%,感官综合评分较高,宜用作食用大米;而 I 优 4761、冈香 199、贵丰优 785 垩白度分别为 16.40%、13.00%、12.90%,直链淀粉含量分别为 23.10%、19.00%、23.80%,感官综合评分较低,不宜用作食用大米。

关键词:优质稻米;食味仪;感官评分;直链淀粉;风味物质;贵州省

中图分类号:TS210.1 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2021)11-0138-08

我国一直是最大的稻米生产国和消费国,稻米产量居世界第一^[1]。随着生活水平的不断提高,人们越来越关注大米的营养价值及味道。国内目前对于稻米品种、品质与其滋味的关联性研究较多,曲红岩等对水稻品种主要影响因子做了分析,表明直链淀粉和蛋白质含量与食味值均呈负相关,食味值与淀粉 RVA 谱中最高黏度、崩解值呈正相关^[2-3],赵春芳等对比分析了南粳系列水稻品种的食味品质与稻米的理化特性,表明较低的直链淀粉含量是其优良食味品质形成的主要原因^[3]。稻米品质与其风味的关联性研究在国内甚少,国内学者张敏等采用固相微萃取结合气相色谱-嗅闻-质谱技术对不同品种米饭风味化合物进行了分析,区

分出粳米与籼米的品种差异^[4]。通常认为,直链淀粉含量与大米的食味值呈显著负相关,蛋白质含量与大米的食味品质呈负相关^[5]。研究表明,不同米饭中的直链淀粉含量与蒸煮大米的黏度呈负相关,而与硬度呈正相关,且煮饭过程中蛋白质的含量直接影响大米的吸水率^[6]。Larsson 等认为,由直链淀粉和脂质形成的复合物可以阻止淀粉糊化^[6-7],并可能影响大米的蒸煮特性^[8],对于稻米风味物质分析国外研究较为全面,2014 年 Cheng 等利用简单重复序列(simple sequence repeat,SSR)技术对稻米风味物质、直链淀粉含量和熟粒伸长率等进行了遗传分析^[9-10]。无论是稻米的滋味还是风味,无疑都是稻米品质需求不可或缺的一部分。然而,由于生活习惯和文化背景的差异,品味习惯有所不同,感官判断的参考点难以确定,因此不同的评估结果可能会大不相同,并且感官评估既费时又费力^[11]。近年来,一些国外机构开发了大米质量分析仪,可以轻松、快速地辅助确定大米的口感,通过食味计进行的国内质量研究也侧重于评估稻米质量的可行性以及味觉价值与品尝结果之间的相关性^[12-13]。研究结果表明,该仪器的测量值与品评员品尝的食味评分值之间呈正相关关系^[12]。此外,一些研究人员建议应将国产大米用作建立国产大米口味评估系统和开发适用于我国大米的口味分析仪的材料^[14]。

收稿日期:2020-09-24

基金项目:贵州省农业科学院青年基金(编号:[2019]02 号、[2017]02 号、[2018]17 号、[2020]20 号);贵州省水稻现代产业技术体系项目(编号:GZCYTX2020-0602);贵州省科技成果转化重点项目(编号:黔科合成转字[2016]5021);贵州省优质抗病水稻分子育种科技创新人才团队项目(编号:黔科合平台人才[2018]5620)。
作者简介:邓茹月(1989—),女,贵州黔南州人,硕士,助理研究员,主要从事食品科学、米制品深加工研究。E-mail:378335628@qq.com。

通信作者:闫志强,博士,副研究员,主要从事水稻育种研究。
E-mail:2414904364@qq.com。

贵州省位于云贵高原,以种植籼稻为主,拥有优质和高产的珍贵稻米资源^[15-16]。本试验选择了近 5 年来贵州省 13 种不同生态地区的优质籼稻审定材料,从感官特性、食味品质、营养成分、质构特性几个方面对大米品质进行对比研究,分析大米营养成分及质构特性与感官特性之间的关系,并结合 GC-MS 气质联用仪对其进行风味物质分析,探究不同籼稻品种品质。

1 材料与方法

1.1 试验材料

试验的水稻品种(系)来自贵州省近 5 年审定及即将审定的 13 株优质籼稻,材料的名称及审定编号如表 1 所示。

表 1 试验材料

序号	品种(系)名称	审定编号
1	花香 1618	2014003
2	川香 569	2014001
3	内 6 优 138	2016013
4	冈香 199	2014008
5	嘉早 1792	2016010
6	贵丰优 785	2015006
7	两优 6785	2014004
8	黔优 785	2015004
9	六优 385	2015003
10	川农 894	2014002
11	民优 93	2014010
12	协优 385	2015010
13	I 优 4761	黔品审 169

1.2 材料处理

试验材料在贵州省农业科学院试验田选取最佳种植点于 2017 年 5 月 10 日统一种植,并于 6 月 12 日移植。收集成熟大米并放置 2 个月,以日本佐竹公司的 Yamamoto 型大米机将每个样品研磨成精米备用。

1.3 稻米品质基础指标测定方法

水分含量参考 GB 5009.3—2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》进行测定;蛋白质含量参考 GB 5009.5—2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》进行测定;直链淀粉含量参考 NY/T 55—1987《水稻、玉米、谷子籽粒直链淀粉测定法》进行测定;总淀粉含量参考 GB 5009.9—2016《食品安全国家标准 食品中淀粉的测定》进行测定;碱消值参考 NY/T 83—1988《米质测定方法》进

行测定;胶稠度参考 GB/T 22294—2008《粮油检验 大米胶稠度的测定》进行测定;垩白度参考 NY/T 2334—2013《稻米整精米率、粒型、垩白粒率、垩白度及透明度的测定 图像法》进行测定。

食味值测定:以日本佐竹株式会社生产的 RCTA-11A 米粒食味计测定精米样品的食味值,样品重复测量 3 次并取平均值。

感官品尝识别:参照国家优质大米标准 GB/T 17891—2017《优质稻谷》及设置明暗对比的方法。最后,选出 22 位年龄在 22~60 岁之间的固定品尝者作为品评人员,他们来自全国 10 个省份且以大米为主食。准确称量每个样品 400 g,并以米与水的质量比为 1.0:1.17 添加水。蒸煮前,将大米样品洗 3 遍,以美的电饭锅蒸煮,加水浸泡 60 min 后开始烹饪。烹煮完成约 20 min 后,将米饭从下往上旋转,然后再闷 15 min 后品尝。每次品尝 4 个品种(系)和 1 个对照,对照稻为贵州省水稻研究所的香早优 2017 品种。米饭食味品质根据气味、黏度、外观、口感、硬度和综合评分 6 个品尝指标来评定。每个指标分别与对照香早优 2017 相比较,分为相当差、差、略差、一样、略好、好、相当好 7 个等级,分别记作 -3、-2、-1、0、1、2、3 分。

质构品质测定:籼稻品种以国标 GB/T 17891—2017《优质稻谷》熟化后压合成团,进行质构分析,选用 A/SPR 探头,检测初始距离 20 mm、速度 3 mm/s、促发力 1 g。检测指标包括破裂力、硬度、内聚性、弹性、胶黏性、咀嚼性。平行试验 8 次,取平均值。

1.4 GC-MS 气质联用仪测定样品风味物质方法

仪器为 HP6890/5975C 气相-质谱联用仪(美国安捷伦公司)。手动固相微萃取装置(美国 Supelco 公司),萃取纤维为:2 cm-50/30 μ m DVB/CAR/PDMS StableFlex。

取 1 g 混匀粉末样品,置于 10 mL 固相微萃取仪采样瓶中,磁力搅拌器搅拌(转速约 300 r/min),插入装有 2 cm-50/30 μ m DVB/CAR/PDMS StableFlex 纤维头的手动进样器,并在 60 $^{\circ}$ C 的水浴条件下顶空萃取 40 min 后,移出萃取头并立即插入气相色谱仪进样口(温度 250 $^{\circ}$ C)中,热解析 5 min 进样。色谱柱为 FB-5MS (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m)弹性石英毛细管柱,柱温 40 $^{\circ}$ C(保留 4 min),以 4 $^{\circ}$ C/min 升温至 188 $^{\circ}$ C,以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 268 $^{\circ}$ C,运行时间 49 min;汽化室温度 250 $^{\circ}$ C;载

气为高纯 He(99.999%);柱前压 6.98 psi,载气流量 1.0 mL/min;不分流进样;溶剂延迟时间为 1 min。

离子源为 EI 源;离子源温度 230 ℃;四极杆温度 150 ℃;电子能量 70 eV;发射电流 34.6 μA;倍增器电压 1 518 V;接口温度 280 ℃;质量范围 29 ~ 500 amu。对总离子流图中的各峰经质谱计算机数据系统检索及核对 Nist14 和 Wiley275 标准质谱图,确定了挥发性化学成分,用峰面积归一化法测定了各化学成分的相对质量分数。

1.5 数据分析方法

采用 2 种分析方法分析食味特性:一种是对对照品种香早优 2017 的气味、外观、味道、口感、回生度 5 个指标均赋值为 15 分,综合评分赋值为 50 分,按食味品尝试验方法将品尝指标转化为品尝分值;另一种是参照张巧凤等的方法^[17-18]对品尝指标打分直接进行统计分析。再利用 SPSS 16.0 统计分析软件对数据进行相关性分析。

2 结果与分析

2.1 稻米品质

由表 2、表 3 可以看出,直链淀粉含量与感官评分呈极显著负相关关系($P < 0.01$),其中 I 优 4761 直链淀粉含量高达 23.10%,感官评分只有 59.35,而内 6 优 138 直链淀粉含量为 15.30%,感官评分值却高达 75.84,有研究表明低直链淀粉含量的大米蒸煮后米粒干燥蓬松,口感松软,米粒易熟^[15],本研究结果与之相符。胶稠度是米质评价中的一项指标,反映了精米中冷米胶的黏稠程度^[16],在一定

范围内,胶稠度越大,米饭越柔软^[17],本研究中协优 385 和 I 优 4761 胶稠度较低,分别为 58、42 mm,蒸煮后口感较差;两优 6785、六优 385 和内 6 优 138 的胶稠度较高,分别为 87.00、82.00、69.00 mm,感官评分均较高,此结果与直链淀粉含量相吻合。垩白度是指垩白米率与垩白大小的面积之比^[18],垩白度越高,米粒保持完整性的能力越差,在蒸煮过程中米饭更容易断裂,导致米饭的口感受到影响。另有研究表明,蛋白质含量与感官呈显著负相关关系^[19-20],本研究也获得了类似的结论,蛋白质含量和感官评分呈显著负相关($P < 0.05$),I 优 4761、冈香 199、贵丰优 785 垩白度高(16.40%、13.00%、12.90%),其蛋白质与直链淀粉含量也较高。另外,碱消值是指米粒在一定碱溶液中膨胀或崩解的程度^[20],碱消值越高,糊化温度就越低,耐储性就越差^[21],试验样品中内 6 优 138、冈香 199、黔优 785 碱消值较高,分别为 6.20、6.10、6.50,耐储性好。综上所述,花香优 1618、内 6 优 138 和六优 385 等 3 种稻米碱消值分别为 5.80、6.20、5.50,耐储性好,直链淀粉含量分别为 18.50%、15.30%、15.30%,垩白度分别为 5.00%、2.60%、6.80%,感官综合评分较高,宜用作食用大米;而 I 优 4761、冈香 199、贵丰优 785 垩白度分别为 16.40%、13.00%、12.90%,直链淀粉含量分别是 23.10%、19.00%、23.80%,感官综合评分较低,不宜用作食用大米。

2.2 稻米质构特性

由表 4 可以看出,不同品种的各项质构特性存在较大的差异,但是均与其直链淀粉含量呈正相关

表 2 不同稻米基础品质指标									
序号	品种(系)名称	总淀粉含量(%)	直链淀粉含量(%)	蛋白质含量(%)	水分含量(%)	胶稠度(mm)	垩白度(%)	碱消值	感官评分(分)
1	花香优 1618	89.40 ± 0.23	18.50 ± 0.51	7.14 ± 0.51	13.20 ± 0.27	60.00 ± 0.56	5.00 ± 0.02	5.80 ± 0.11	77.57 ± 1.20
2	川香 569	88.30 ± 0.41	22.80 ± 0.27	6.49 ± 0.22	13.00 ± 0.54	40.00 ± 0.57	6.80 ± 0.11	4.40 ± 0.23	75.32 ± 2.58
3	内 6 优 138	88.10 ± 0.56	15.30 ± 0.33	6.50 ± 0.44	12.80 ± 0.92	69.00 ± 0.61	2.60 ± 0.05	6.20 ± 0.17	75.84 ± 3.20
4	冈香 199	89.90 ± 0.15	19.00 ± 0.60	6.78 ± 0.09	12.70 ± 0.35	50.00 ± 0.43	13.00 ± 0.26	6.10 ± 0.18	72.97 ± 1.88
5	嘉早 1792	91.10 ± 0.31	19.60 ± 0.08	6.00 ± 0.54	12.50 ± 0.48	55.00 ± 0.66	6.50 ± 0.17	4.80 ± 0.25	72.85 ± 0.92
6	贵丰优 785	89.70 ± 0.24	23.80 ± 0.13	6.86 ± 0.49	12.60 ± 0.15	32.00 ± 0.47	12.90 ± 0.05	4.90 ± 0.09	72.64 ± 0.59
7	两优 6785	90.20 ± 0.70	14.10 ± 0.42	5.97 ± 0.78	13.30 ± 0.29	87.00 ± 0.61	7.90 ± 0.09	4.70 ± 0.05	71.42 ± 1.88
8	黔优 785	90.50 ± 0.31	19.80 ± 0.08	6.04 ± 0.22	12.50 ± 0.71	45.00 ± 0.55	10.60 ± 0.14	6.50 ± 0.01	66.67 ± 0.52
9	六优 385	90.60 ± 0.25	15.30 ± 0.31	5.48 ± 0.39	12.60 ± 0.03	82.00 ± 0.31	6.80 ± 0.25	5.50 ± 0.04	74.89 ± 0.47
10	川农 894	90.10 ± 0.46	19.70 ± 0.16	5.38 ± 0.13	12.60 ± 0.72	45.00 ± 0.42	6.10 ± 0.17	4.40 ± 0.44	75.03 ± 0.48
11	民优 93	90.30 ± 0.13	18.20 ± 0.41	5.85 ± 0.43	12.50 ± 0.56	57.00 ± 0.82	8.30 ± 0.64	4.70 ± 0.28	68.14 ± 0.49
12	协优 385	91.40 ± 0.44	25.00 ± 0.52	5.86 ± 0.26	12.60 ± 0.11	58.00 ± 0.36	9.00 ± 0.44	5.90 ± 0.36	70.85 ± 0.72
13	I 优 4761	90.50 ± 0.16	23.10 ± 0.33	6.22 ± 0.63	12.50 ± 0.13	42.00 ± 0.18	16.40 ± 0.18	4.80 ± 0.61	59.35 ± 1.59

表3 食味测定和感官分析指标之间的相关系数

指标	相关系数							
	感官评分	食味仪评分	蛋白质含量	总淀粉含量	碱消值	水分含量	直链淀粉含量	胶稠度
食味仪评分	0.40							
蛋白质含量	-0.31 *	-0.26						
总淀粉含量	-0.39	0.14	-0.57 *					
碱消值	-0.38	-0.36	0.47	-0.19				
水分含量	0.29	-0.38	0.56 *	-0.67 *	0.01			
直链淀粉含量	-0.34 **	-0.23	-0.05	-0.06	0.12	-0.39		
胶稠度	0.22	-0.04	-0.04	0.18	-0.19	0.22	-0.78 **	
垩白度	-0.78 **	-0.22	-0.03	0.01	0.39	-0.08	0.49	-0.47

注：*、** 分别表示相关性达 0.05、0.01 显著水平。

关系。通过对不同籼稻品种质构特性与直链淀粉含量做单因素方差分析发现,不同品种的直链淀粉含量、咀嚼性 ($F > F_{0.01}$ 即 $62.94 > 8.29$)、胶黏性 ($F > F_{0.01}$ 即 $143.93 > 8.29$)、弹性 ($F > F_{0.01}$ 即 $73.27 > 8.29$)、内聚力 ($F > F_{0.01}$ 即 $342.96 > 8.29$)、硬度

($F > F_{0.01} > F_{0.05}$ 即 $12.96 > 8.29 > 4.41$) 差异极显著。除破裂力之外,不同籼稻品种的硬度、内聚性、弹性、胶黏性、咀嚼性均与稻米直链淀粉含量呈极显著正相关关系。

表4 不同籼稻品种大米质构特性

序号	品种名称	破裂力 (N)	硬度 (N)	内聚性 (Ratio)	弹性 (mm)	胶黏性 (N)	咀嚼性
1	花香优 1618	14.30 ± 0.20	13.40 ± 0.12	0.24 ± 2.10	10.35 ± 0.67	3.90 ± 0.04	7.28 ± 1.22
2	川香优 569	23.90 ± 0.01	19.40 ± 0.38	0.21 ± 1.50	8.85 ± 0.35	5.70 ± 1.22	9.01 ± 0.45
3	内 6 优 138	20.00 ± 0.13	17.20 ± 0.21	0.23 ± 0.32	12.26 ± 0.09	7.10 ± 0.22	8.63 ± 0.35
4	冈香 199	10.00 ± 0.42	9.52 ± 0.03	0.18 ± 2.42	7.89 ± 1.23	4.10 ± 1.41	8.25 ± 0.75
5	嘉早优 1792	20.30 ± 1.20	13.20 ± 0.05	0.25 ± 0.36	9.85 ± 2.14	7.50 ± 0.47	9.36 ± 0.63
6	贵丰优 785	19.10 ± 0.23	10.15 ± 1.20	0.20 ± 2.47	6.18 ± 0.19	2.20 ± 1.54	14.38 ± 0.25
7	两优 6785	16.32 ± 0.46	17.60 ± 0.31	0.31 ± 0.08	9.60 ± 0.21	6.70 ± 2.45	6.43 ± 0.39
8	黔优 785	18.23 ± 0.27	8.70 ± 1.21	0.28 ± 0.09	6.69 ± 1.57	2.40 ± 1.85	9.59 ± 0.22
9	六优 385	15.80 ± 1.20	12.30 ± 0.41	0.26 ± 1.44	7.14 ± 0.35	4.50 ± 3.15	8.20 ± 0.35
10	川农优 894	16.40 ± 0.21	11.21 ± 0.01	0.35 ± 1.02	9.54 ± 0.15	3.20 ± 0.86	10.50 ± 0.85
11	民优 93	15.30 ± 0.03	9.42 ± 0.25	0.25 ± 0.56	8.53 ± 2.48	4.30 ± 0.52	7.33 ± 0.56
12	协优 385	20.14 ± 0.04	7.23 ± 0.46	0.19 ± 0.79	7.56 ± 2.35	2.20 ± 1.85	14.23 ± 0.69
13	I 优 4761	19.23 ± 0.17	12.11 ± 0.24	0.34 ± 0.33	11.32 ± 0.75	2.40 ± 1.52	13.75 ± 2.36

2.3 稻米风味物质分析

采用 GC-MS 气质联用仪对 13 种稻米进行风味物质检测分析(图 1),对 13 种样品进行风味物质成分及含量分析,经过筛选,去除很多非呈味的挥发性物质(如烷烃及烯烃),对其综合分析,最终结果如表 5 和表 6 所示。在 13 个样品中,检测分析后所得的主要呈味挥发性物质分为醛类、醇类、酮类和其他类 4 类,检测分析后所得的呈味挥发性物质含量最高的为 I 优 4761,达 51.61%;其次分别是花香优 1618、川香 569、冈香 199 和嘉早 1792,达 30.00%~50.00%;再次是六优 385、协优 385、贵丰

优 785、内 6 优 138 和川农 894,达 20.00%~30.00%;而黔优 785、两优 6785 和民优 93 较低,达 15.00%~20.00%。通过对呈味挥发性物质分析,大多数样品醛类含量最高,其次是醇类。分析其特殊风味物质,在内 6 优 138、冈香 199 样品中检测到 2-乙酰-1-吡咯啉,它是典型的米香之一,具有爆米花香味。六优 385、民优 93、协优 385 和 I 优 4761 均含有果香型的 2-甲基丙醛,川香 569、内 6 优 138、六优 385 及 I 优 4761 中含有青草香味的反式-2-庚烯醛,花香 1618 含有鸡肉香的反式-2-壬烯醛,民优 93 和协优 385 含有松萏味的 α-蒎

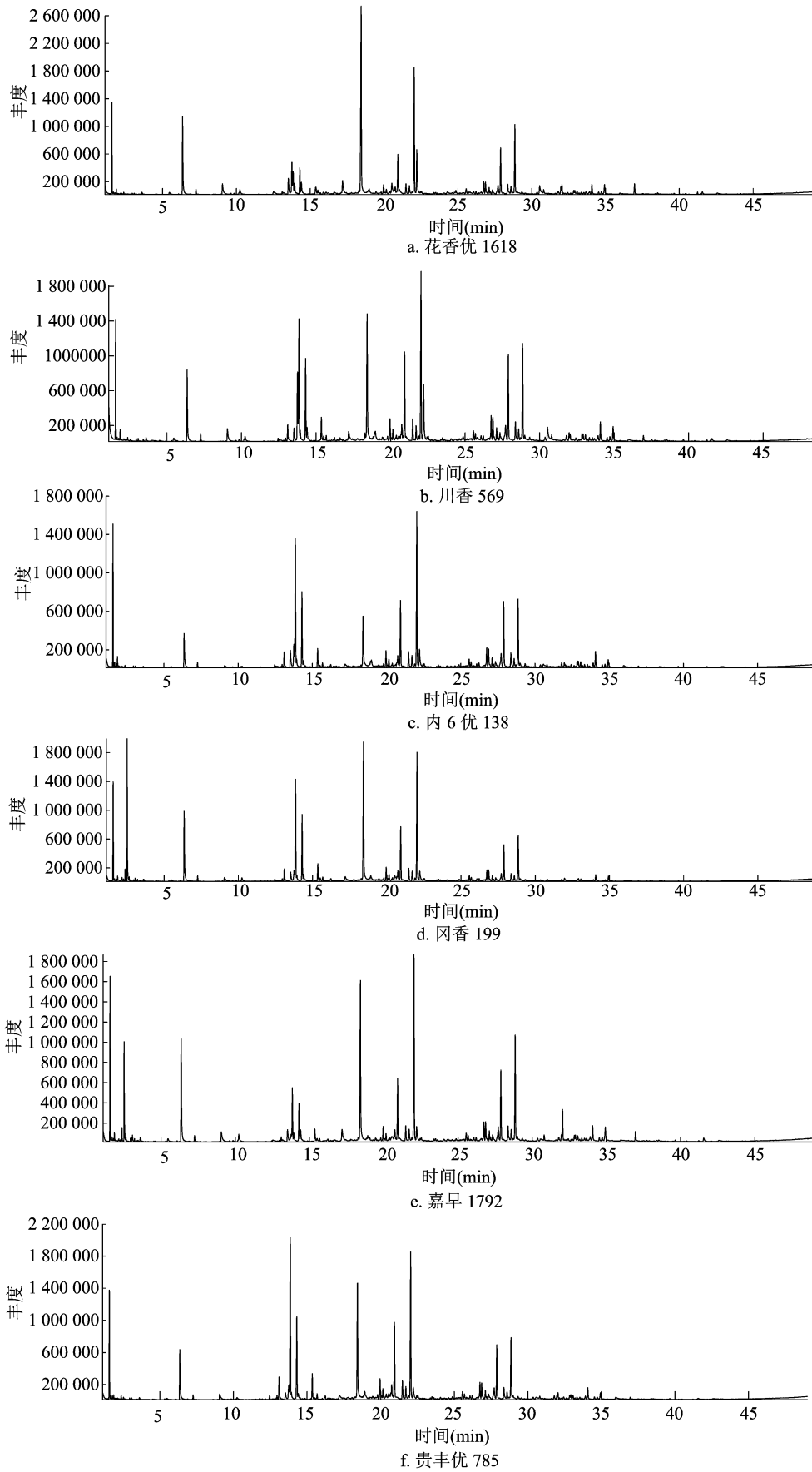


图1 TIC 总离子流图

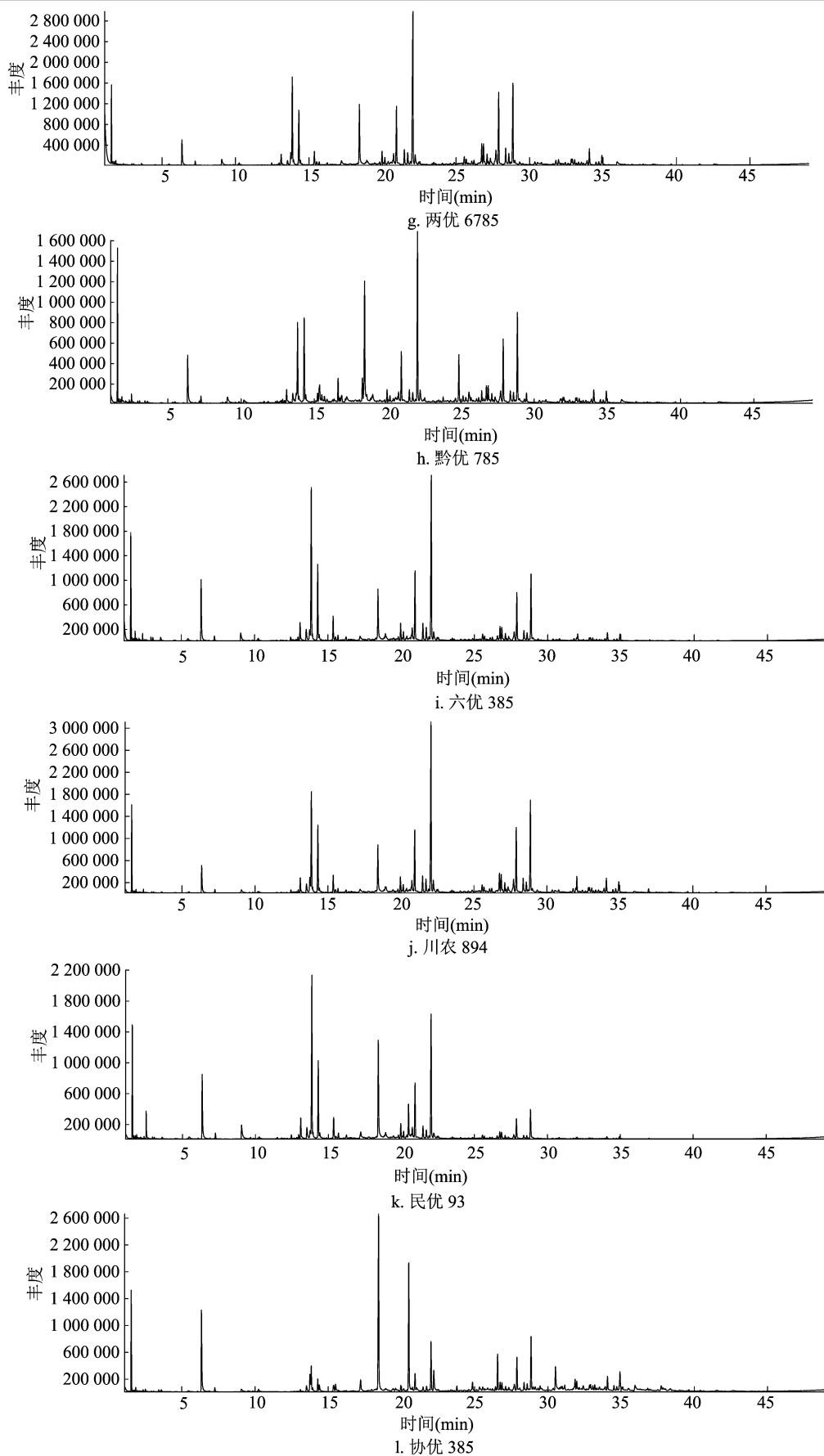


图1(续)

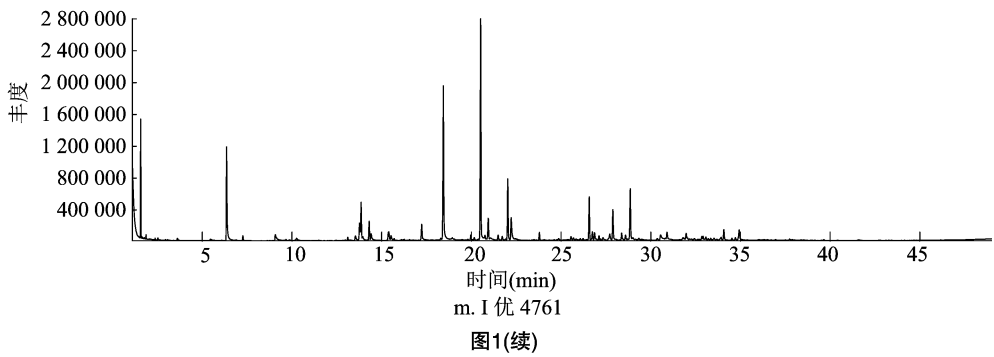


表 5 风味物质成分

编号	物质名称	气味特征	不同品种(系)相对含量(%)											
			1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	乙醛	果香、咖啡香	0.08	0.08	0.20	0.11	0.13	0.13	0.11	0.13	0.11	0.10	0.08	0.12
2	2-甲基丙醛	果香	—	—	—	—	—	—	—	—	0.05	—	0.02	0.05
3	3-甲基丁醛	麦芽香	0.06	0.11	0.09	0.08	0.17	0.03	0.07	0.10	0.10	0.22	0.07	0.11
4	2-甲基丁醛	果香、咖啡香	0.05	0.15	0.09	0.17	0.29	0.08	0.09	0.12	0.12	0.21	0.06	0.11
5	戊醛	木香、果香	0.20	0.28	0.12	0.04	0.44	0.18	0.15	0.18	0.26	0.38	0.11	0.26
6	己醛	青草香	6.98	4.69	3.84	8.03	8.20	4.73	2.87	4.81	6.81	6.35	3.16	7.77
7	庚醛	果香	0.69	0.52	0.31	0.70	1.02	0.35	0.37	0.38	0.41	0.43	0.27	0.43
8	壬醛	柑橘香、肥皂香	20.16	9.51	6.20	16.33	14.16	11.33	6.52	12.20	9.68	5.34	5.24	12.33
9	正癸醛	柑橘果香	4.70	3.96	2.11	1.41	1.55	1.40	1.31	1.42	1.71	1.03	1.53	0.78
10	反式-2-庚烯醛	青草香	—	0.09	0.15	—	—	—	—	—	0.22	—	—	—
11	反式-2-壬烯醛	鸡肉香、烤肉香	1.50	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
12	乙醇	酒精味	0.04	0.06	0.17	0.07	0.10	0.12	0.09	0.12	0.13	0.09	0.07	0.16
13	异丁醇	茶香	0.02	0.02	0.02	0.23	0.16	0.02	0.02	0.03	0.04	0.06	0.02	0.06
14	3-甲基-丁醇	苹果香	0.03	0.06	0.04	0.03	0.06	0.05	0.06	0.07	0.06	0.06	0.03	0.07
15	2-甲基-丁醇	花香	0.05	0.07	0.05	0.04	0.06	0.04	0.04	0.06	0.07	0.07	0.04	0.06
16	戊醇	果香	0.45	0.15	0.10	0.27	—	0.19	0.26	0.27	0.33	0.16	0.26	0.58
17	1-己醇	果香	1.83	1.47	0.62	0.87	1.69	1.18	1.19	1.41	2.42	1.44	0.73	2.88
18	1-辛烯-3-醇	蘑菇味、土味	1.80	1.10	2.21	1.32	1.54	0.85	0.65	1.02	1.56	1.39	1.22	1.86
19	2-乙基环己醇	菠萝香、苹果香	0.59	0.30	0.17	0.38	0.24	0.14	0.33	0.56	0.15	0.33	0.32	0.21
20	辛醇	玫瑰香、橙香	2.28	1.11	0.67	0.98	1.93	0.63	0.79	0.88	0.88	0.86	0.70	—
21	庚醇	柑橘香	0.30	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
22	6-甲基-5-庚烯-2-酮	果香	2.90	4.47	2.60	1.36	0.45	1.65	1.50	1.18	2.47	1.06	1.57	—
23	4-甲基戊酮	樟脑气味	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
24	2-庚酮	果香	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
25	香叶基丙酮	花香	1.53	1.58	0.54	0.29	—	0.33	0.45	—	0.53	—	—	—
26	2,3-丁二醇	奶油香	—	0.36	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
27	α-蒎烯	松萜味	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	0.05	0.16
28	柠烯	花香	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
39	2-戊呋喃	豆香、果香	1.36	0.66	0.70	0.59	0.63	0.50	0.54	0.55	0.67	0.49	0.31	0.42
30	2-乙酰-1-吡咯啉	爆米花味	—	—	0.07	0.07	—	—	—	—	—	—	—	—

烯,I 优 4761 含有花香味的柠烯。电子鼻分析表示内 6 优 138、贵丰优 785、民优 93 与 I 优 4761 的第二主成分差距较大,在 GC-MS 测定挥发性物质中可知,内 6 优 138、贵丰优 785、民优 93 与 I 优 4761 样

品醛类和酮类含量差距极大,2 种方法结论相吻合。通过 GC-MS 测定挥发性物质结果来看,其甲基类物质种类较多、含量较高,醛类和酮类物质含量较高。

表 6 风味物质类别分析

样品 编号	风味物质 种类数(种)	各类风味物质含量(%)					特殊风味物质
		醛类	醇类	酮类	其他类	总含量	
1	22	34.42	7.39	4.43	1.36	47.60	反式-2-壬烯醛;庚醇
2	22	19.39	4.34	6.41	0.66	38.80	反式-2-庚烯醛;2,3-丁醇酮
3	22	13.11	4.05	3.14	0.77	21.07	反式-2-庚烯醛;2-乙酰-1-吡咯啉
4	21	26.87	4.19	1.65	0.66	33.37	2-乙酰-1-吡咯啉
5	18	25.96	5.78	0.45	0.63	32.82	—
6	20	18.23	3.22	1.98	0.50	23.93	—
7	20	11.49	3.43	1.95	0.54	17.41	—
8	19	19.34	4.42	1.18	0.55	19.34	—
9	22	19.47	5.64	3.00	0.67	28.78	2-甲基丙醛;反式-2-庚烯醛
10	19	14.06	4.46	1.06	0.49	20.07	—
11	21	10.54	3.39	1.57	0.36	15.86	2-甲基丙醛; α -蒎烯
12	19	21.96	5.88	0.00	0.58	28.42	2-甲基丙醛; α -蒎烯
13	21	39.45	4.43	6.64	1.09	51.61	2-甲基丙醛;反式-2-庚烯醛;4-甲基戊酮;2-庚酮;柠烯

3 讨论与结论

花香优 1618、内 6 优 138 和六优 385 3 种稻米碱消值分别为 5.80、6.20、5.50，垩白度较低，分别为 5.00%、2.60%、6.80%，耐储性较好；而 I 优 4761、冈香 199、贵丰优 785 垩白度较高，分别为 16.40%、13.00%、12.90%，在蒸煮过程中容易断裂。花香优 1618、内 6 优 138 和六优 385 直链淀粉含量较高，分别为 18.50%、15.30%、15.30%，感官评分值均较低，不适合作为食用大米，较适合作为米粉加工大米，其加工适应性需进一步探究。而花香优 1618、内 6 优 138 和六优 385 的直链淀粉含量较低，分别为 18.50%、15.30%、15.30%，但其感官评分较高，适合作为食用大米，米饭感官评分与直链淀粉含量呈极显著负相关关系($P<0.01$)。

不同籼稻米品种的硬度、内聚性、弹性、胶黏性、咀嚼性均与稻米直链淀粉含量呈极显著正相关关系($P<0.01$)，感官上表现为米饭质地变硬，难咀嚼，口感变差，从而导致其感官评分降低。

从气味及风味物质方向上分析，结合电子鼻仪器和 GC-MS 气质联用仪分析风味物质组分发现，13 种稻米主要风味物质为醛类和醇类，其中花香优 1618、川香优 569 和协优 385 风味物质含量较高，且数量较为丰富，其中花香优 1618 含有鸡肉香的反式-2-壬烯醛，民优 93 和协优 385 含有松萜味的 α -蒎烯，I 优 4761 含有花香味的柠烯。而内 6 优 138、冈香 199 含有典型稻香成分 2-乙酰-1-吡咯啉，这 2 种稻米在蒸煮过程中具有较明显的米

香味。

参考文献：

[1]王鲁峰,王 伟,张 韵,等. 原料大米特性与米饭品质的相关性研究[J]. 食品工业科技,2009,30(8):113-116,290.

[2]曲红岩,张 欣,施利利,等. 水稻食味品质主要影响因子分析[J]. 江苏农业科学,2017,45(6):172-175.

[3]赵春芳,岳红亮,黄双杰,等. 南粳系列水稻品种的食味品质与稻米理化特性[J]. 中国农业科学,2019,52(5):909-920.

[4]张 敏,苗 菁,苏慧敏,等. 不同品种稻米的米饭风味分析[J]. 食品科学,2017,38(16):110-114.

[5]施利利,张 欣,丁得亮,等. 稻米理化特性与食味品质的相关性研究[J]. 种子,2010,29(11):82-84.

[6]Larsson P K. Inhibition of starch gelatinization by amylose - lipid complex formation. Behinderung der stärkeverkleisterung durch bildung eines amylose - lipidkomplexes [J]. Starch,1980,32(4):125-126.

[7]Marrison W R,Azudin M N. Variation in the amylose - lipid contents and some physical properties of rice starches [J]. Journal of Cereal Science,1987,5(1):35-44.

[8]严文潮,金庆生,裴伯钦,等. 稻米食味品质指标间的关系及其简易评价方法的研究[J]. 浙江农业学报,1998,10(2):62-66.

[9]Cheng A,Ismail I,Osman M,et al. Mapping of quantitative trait loci for aroma,amylose content and cooked grain elongation traits in rice [J]. Plant Omics,2014,7(3):152-157.

[10]刘 芸,王小平. 大米直链淀粉含量测定法的应用与分析[J]. 粮食加工,2018,43(3):28-30.

[11]湖南农学院水稻品质育种课题组. 水稻品质育种(三)——稻米的蒸煮食味品质和营养品质[J]. 湖南农业科学,1985(5):42-48.

[12]郑先哲,赵学笃. 稻米食味值测定及干燥品质的研究[J]. 农业机械学报,2000,31(4):54-56,60.

[13]罗志祥,苏泽胜,施伏芝,等. 米饭质地与直链淀粉含量及食味

冷远鹏,薛晓康,孙 华. 固相萃取-高效液相色谱质谱法测定有机肥中 18 种抗生素残留[J]. 江苏农业科学,2021,49(11):146-152.
doi:10.15889/j.issn.1002-1302.2021.11.026

固相萃取-高效液相色谱质谱法测定有机肥中 18 种抗生素残留

冷远鹏,薛晓康,孙 华

(上海化工研究院有限公司/上海化学品公共安全工程技术研究中心,上海 200062)

摘要:建立了一种以固相萃取作为快速净化技术的高效液相色谱质谱法测定有机肥中 18 种抗生素的残留量,检测目标物包括 14 种磺胺类物质及 4 种氟喹诺酮类物质。样品经 3 mL 固相萃取柱快速净化后直接经超高效液相色谱-串联质谱(UPLC-MSMS)外标法定量,流速 0.4 mL/min,流动相为甲醇及 0.1% 甲酸水梯度洗脱,色谱柱为 C_{18} 柱(100 mm \times 2.1 mm, 1.9 μ m),进样体积 2 μ L,正离子扫描多反应监测(MRM)模式,分析时长 9 min。结果表明,有机肥基质对测试无明显基质效应,目标化合物在 10 ~ 250 μ g/L 范围内线性关系良好(r 均大于 0.995),方法检出限为 0.013 ~ 2.679 μ g/kg,定量限为 0.042 ~ 8.929 μ g/kg,精密度良好,重复 6 次测试保留时间的 RSD 在 5% 以内,浓度的 RSD 在 10% 以内,空白加标回收率为 89.2% ~ 106.1%。猪粪、鸡粪、鸭粪 3 个实际样品高低 2 个水平加标回收率为 70% ~ 130%。说明该方法简便可行、准确度可靠、灵敏度高,可为有机肥中抗生素测定标准制订提供参考依据。

关键词:固相萃取;高效液相色谱质谱法;动物粪便有机肥;抗生素

中图分类号:X592 **文献标志码:**A **文章编号:**1002-1302(2021)11-0146-07

抗生素是指由微生物或高等动植物所产生的一类次级代谢产物,其具有抗病原体或其他活性,能干扰其他生物的细胞发育功能^[1]。抗生素按化学结构可分为酰胺类抗生素、喹诺酮类抗生素、氨基糖苷类抗生素、大环内酯类抗生素等,与其他类相比,喹诺酮类及酰胺类抗生素由于可直接化学合成、生产简便且价格低廉,在兽药中作为抗菌剂和促进生长剂被广泛使用。然而,由于其性质稳定,

仅少部分被动物完全代谢消耗,大部分则以原药或次级代谢产物形式随粪尿直接排出体外^[2]。当动物排泄物用于发酵制作有机肥时,发酵堆肥环境有利于抗生素的稳定存在并可导致部分抗生素代谢产物反应转化为原药^[3-7]。

抗生素污染目前备受关注,有机肥中抗生素到达土壤环境后将影响和改变农作区土壤菌落的原始结构和功能,对农田造成污染^[8-10],部分抗生素通过植物吸收进入食物链,最终对人产生毒害作用^[11-16],残留在土壤中的抗生素还会诱导耐药菌种出现,从而对生态环境产生二次污染^[17-18]。

有机肥中抗生素残留种类繁多,但目前我国的检测指标仅为在 2016 年发布的 GB/T 32951—2016《有机肥料中土霉素、四环素、金霉素与强力霉素的

收稿日期:2020-09-01

基金项目:上海市科委上海化学品公共安全工程技术研究中心项目(编号:18DZ2280700)。

作者简介:冷远鹏(1990—),男,贵州遵义人,硕士,中级工程师,从事化妆品、农药残留检测相关研究。E-mail:lrper@163.com。

通信作者:薛晓康,博士研究生,高级工程师,主要从事化妆品、农药残留检测相关研究。E-mail:xxk@ghs.cn。

品质的关系[J]. 中国农学通报,2002,18(6):18-21.

[14]朱永义. 大米食味的评价[J]. 粮食与饲料工业,1995(9):16-20.

[15]吕庆云,孙丽娟,李再贵. 大米食味与理化性质的关系[J]. 粮食与食品工业,2003(4):15-17,35.

[16]王新俊,曾晓芳,赵德刚. 贵州地方水稻品种品质性状及其相关分析[J]. 种子,2013,32(9):70-74.

[17]张巧凤,吉健安,张亚东,等. 粳稻食味仪测定值与食味品尝综合值的相关性分析[J]. 江苏农业学报,2007,23(3):161-165.

[18]梁乃亭,魏玉波. 稻米食味品尝试验与结果评价方法[J]. 新疆农业科学,1995(6):238-239.

[19]张云康,闵 捷,吴成君. 稻米胶稠度的测定[J]. 作物杂志,1985(4):34.

[20]韩金香,胡培松,焦桂爱,等. 稻米蒸煮食味品质及其仪器分析的研究现状[J]. 中国稻米,2009(2):1-4.

[21]Chen C, Huang J L, Zhu L Y, et al. Varietal difference in the response of rice chalkiness to temperature during ripening phase across different sowing dates[J]. Field Crops Research,2013,151:85-91.