

加工单元操作对血橙汁香气成分的影响

郭莉, 吴厚玖, 王华, 孙志高, 黄学根, 谈安群
(西南大学柑桔研究所, 中国农业科学院柑桔研究所, 重庆 400712)

摘要:以塔罗科血橙汁为研究对象, 对手榨汁、精滤汁、杀菌汁和还原汁采用顶空固相微萃取-气相色谱-质谱联用法测定了橙汁香气成分。结果表明, 4种血橙汁分别检出47、55、51种和14种香气成分, 总含量分别为459.21、1 436.16、1 194.25、118.72 mg/kg, 精滤汁比手榨汁多检出萜烯、丁酸甲酯、壬醇、癸醛等物质, 杀菌后果汁多检出壬醛, 压榨过滤和加热有助于香气的形成, 但要控制副作用物质如 α -松油醇等的增加, 浓缩还原后橙汁香气最差, 在生产中可利用回填方式提高产品品质。

关键词:加工单元; 香气成分; 固相微萃取-气相色谱-质谱法

Impact of Processing Units on Aromatic Components of Blood Orange Juice

GUO Li, WU Houjiu, WANG Hua, SUN Zhigao, HUANG Xuegen, TAN Anqun
(Citrus Research Institute, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Southwest University, Chongqing 400712, China)

Abstract: The aromatic components of Tarocco blood orange juices possessed by manual squeezing, fine filtration, pasteurization and reconstitution from concentrate were comparatively analyzed by headspace solid phase micro extraction-gas chromatography-mass spectrometry (SPME-GC-MS). The results showed that 47, 55, 51 and 14 aromatic components were detected in the four juice samples, respectively. The total contents of aroma compounds in the four juices were 459.21, 1 436.16, 1 194.25, and 118.72 mg/kg, respectively. Camphene, methyl butyrate, nonanol and decanal were detected in filtrated juice rather than squeezed juice. Nonanal was exclusively detected in pasteurized juice. These results indicated that both fine filtration and pasteurization are beneficial for aroma formation, but it is important to control the formation of off-flavor substances such as α -terpineol. Evaporation can lead to aroma loss. Therefore supplementing some of the lost aroma components to reconstructed juice can improve its flavor quality.

Key words: processing units; aromatic components; solid phase micro extraction-gas chromatography-mass spectrometry (SPME-GC-MS)

中图分类号: TS207.3

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630(2015)24-0137-05

doi:10.7506/spkx1002-6630-201524024

血橙是甜橙的一个重要品种, 主要品系有塔罗科血橙(Tarocco)、路比血橙、红玉血橙和脐血橙等, 塔罗科血橙是我国20世纪80年代从意大利引入, 在重庆、四川、湖北等地有栽培, 成熟期为1—2月, 丰产耐贮运, 果实柔嫩多汁, 化渣, 酸甜适中, 少核或无核^[1]。香气是橙汁品质的重要指标, 加工过程对橙汁香气成分会产生一定影响, 对手工榨和机械榨甜橙汁进行香气成分分析, 发现机械压榨橙汁由于部分皮精油被混入果汁, 香气成分更为馥郁^[2]。在橙汁加工中, 巴氏杀菌有2种作用, 一是杀灭微生物, 二是抑制果汁中酶活性。巴氏杀菌工艺使新鲜橙汁诱人风味受到一些损失, 对橙汁新鲜风味有贡献的化合物在果汁热加工处理时极易发生氧化^[3], 通过研究脱气和巴氏杀菌对柑橘汁香气成分的变化, 发

现柑橘汁香气成分的损失主要来自脱气工艺, 杀菌后没有大的变化^[4-5]。采用超高压处理对橙汁香气成分进行研究, 500 MPa处理15 min后香气总量下降了75%, 柠檬烯发生水合、氧化反应生成 α -松油醇等异味物质^[6]。对鲜榨汁、浓缩还原汁的香气成分进行分析比较, 结果表明鲜榨汁香气成分的含量及种类远高于浓缩还原汁^[7-8]。不同的橙汁加工工艺会影响香气成分的组成及含量, 甚至产生异味物质, 消减橙汁赋香物质的作用^[9]。

对未杀菌、巴氏杀菌、非浓缩复原(not from concentrate, NFC)橙汁和浓缩还原橙汁取样冷藏, 除手工压榨汁外, 其他3种橙汁均由中国农业科学院柑桔研究所中试生产线生产。加工后第2天进行香精油检测及顶空固相微萃取-气相色谱-质谱(solid phase micro extraction-

收稿日期: 2015-03-16

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项(XDJK2013C100); 重庆市自然科学基金项目(cstc2011jjA80032)

作者简介: 郭莉(1980—), 女, 助理研究员, 博士研究生, 研究方向为柑桔加工及生物技术。E-mail: guoli@cric.cn

gas chromatography-mass spectrometry, SPME-GC-MS) 联用法香气成分分析,旨在通过研究操作单元对血橙汁香气的影响,为改善血橙汁的加工工艺,提高血橙汁产品品质提供理论依据。

1 材料与方 法

1.1 材料与试剂

采用重庆市长寿区采摘的塔罗科血橙为原料,对各种理化指标进行测定。可溶性固形物、可滴定酸、还原糖含量的测定:参照GB/T 8210—2011《柑桔鲜果检验方法》;蔗糖含量的测定:参照GB 5009.8—2003《食品中蔗糖的测定》;VC含量的测定:参照GB/T 6195—1986《水果、蔬菜维生素C含量测定法》;色泽的测定:参照美国农业部和Intercit公司的橙汁色泽测定法,Color i5色差仪测定。

经分析检测取3次重复的平均值,塔罗科血橙可溶性固形物含量为12.4%,可滴定酸含量为0.94 g/100 mL,固酸比为13.2,还原糖含量为5.21 mg/100 mL,蔗糖含量为4.54 mg/100 mL,总糖含量(蔗糖+还原糖)为9.75 mg/100 mL,VC含量为51.46 mg/100 mL。可见该血橙可溶性固形物含量已到达采收标准,酸度略偏高,固酸比偏低。

C₅~C₂₀正构烷烃标准品 德国Dr.Ehrenstorfer GmbH公司。

1.2 仪器与设备

FMC全果榨汁机 美国JBT公司;GT6G7螺旋榨汁机 浙江轻工机械厂;管式杀菌机 天津奔科科技有限公司;三效四体降膜蒸发器 温州贝诺机械有限公司;WAY-2S数字阿贝折射仪 上海精密科学仪器有限公司;7890/5973 GC-单四极杆-MS仪 美国安捷伦科技有限公司;二乙烯基苯/碳分子筛/聚二甲甲基硅氧烷共聚物(divinyl-benzene/carboxen/polydimethylsiloxane, DVB/CAR/PDMS, 50/30 μm) 萃取头 美国Supelco公司。

1.3 方法

1.3.1 样品准备

血橙汁加工工艺流程如下:



从中国农业科学院柑桔研究所中试车间拣选点随机抽取无腐烂鲜果50个,手工锥汁机榨汁作为手榨汁,从中试生产线精制(螺旋精制机孔径0.4 mm)、杀菌关键点(真空0.07 MPa脱气、95℃、30 s杀菌)取橙汁样品作为精滤汁和杀菌汁样品,将浓缩(蒸发温度为二效

90℃、二效70℃、三效50℃,加热温度为二效110℃、二效90℃、三效一体70℃,三效二体70℃)为65%的橙汁用纯净水还原至12.4%(与浓缩前可溶性固形物含量相等),作为还原汁样品。

1.3.2 香精油含量检测

参照NY/T 2013—2011《柑桔类水果及制品中香精油含量的测定》。

1.3.3 香气成分检测

采用顶空-SPME-GC-MS联用法对香气成分检测。样品预处理:精确称取5.00 g橙汁样品于20 mL SPME专用样品瓶中,加入3.00 g氯化钠及环己酮2 μL(内标物),用聚四氟乙烯隔垫密封,启动仪器自动萃取并采集数据。

顶空SPME条件:样品在恒温40℃条件下热平衡15 min;活化好的SPME萃取头(50/30 μm DVB/CAR/PDMS)插入样品瓶,顶空吸附40 min,缩回纤维头,拔出萃取头;插入GC进样口解吸5 min。

GC条件:石英毛细色谱柱DB-5MS(30 m×0.25 mm, 0.25 μm);载气为He,流速1.0 mL/min,不分流;进样口温度250℃;升温程序为35℃保持5 min,以3℃/min升至180℃,保持2 min,再以5℃/min升至240℃,保持2 min。

MS条件:电子电离源;电子能量70 eV;离子源温度230℃;传输线温度280℃;四极杆温度150℃;质量扫描范围m/z 35~400。

1.3.4 定性和定量分析

以C₅~C₂₀正构烷烃作为标准,在相同条件下,通过其保留时间,计算样品各成分的保留指数,通过仪器所配置的Nist 08.LIB和Flavor 2.LIB谱库进行检索,结合相似度并参考有关文献色谱保留指数,进行定性,采用内标法半定量,按下式计算各香气成分的含量^[10]。

$$\text{香气成分含量}/(\text{mg}/\text{kg}) = \frac{\text{组分峰面积} \times \text{内标物质量}/\text{mg}}{\text{内标物峰面积} \times \text{样品质量}/\text{kg}}$$

2 结果与分析

2.1 加工单元操作中4种血橙汁的香精油含量

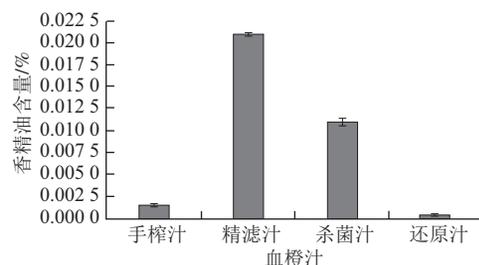


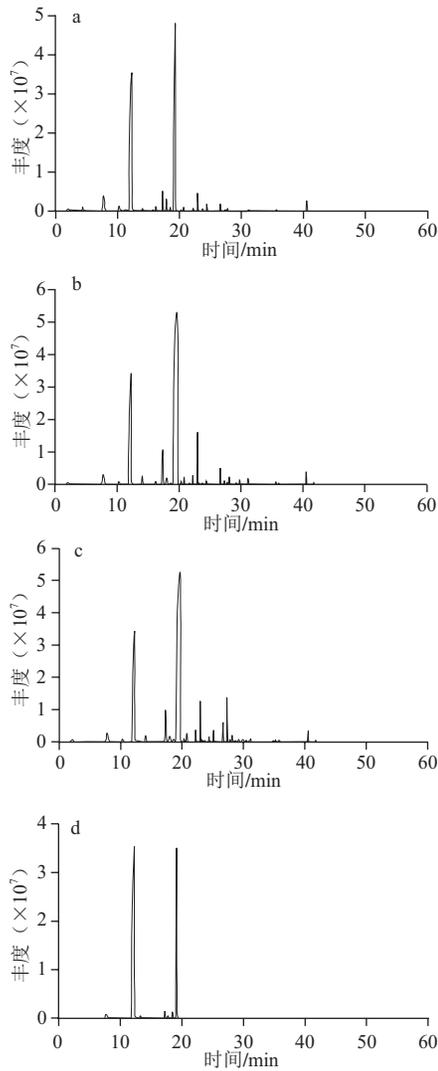
图1 加工单元操作中4种血橙汁香精油含量

Fig.1 Contents of essential oil in four blood orange juices from different processing units

橙类香精油主要存在于外果皮中, 很多香气成分均为脂溶性, 故香精油含量与橙汁香气成分有一定关系。由图1可知, 精滤汁中香精油含量为手榨汁中香精油含量的15.29倍, 这主要是用FMC榨汁机进行全果压榨时, 部分精油进入果汁。当脱气后, 精油含量有所下降, 在经过三效四体降膜蒸发器浓缩后, 精油含量大大降低至0.0002%, 香气也大幅度降低。

2.2 加工单元操作中4种血橙汁香气成分鉴定

加工单元操作对血橙汁香气成分的总离子流色谱图如图2所示。



a.手榨汁; b.精滤汁; c.杀菌汁; d.还原汁。

图2 加工单元操作中4种血橙汁香气成分总离子流图

Fig.2 Total ionic chromatograms of aromatic components in four blood orange juices from different processing units

为了解橙汁加工单元操作中香气成分种类及含量的变化, 对手榨汁、精滤汁、杀菌汁和还原汁4个橙汁样品进行了顶空SPME-GC-MS分析香气成分, 通过谱库检索及保留指数数值, 再结合有关文献[11-14], 确定了塔罗科

血橙汁中主要香气成分, 并采用内标法计算出各组分的含量, 见表1。

表1 加工单元操作中4种血橙汁香气成分分析
Table 1 Aromatic components of four blood orange juices produced by different processing units

序号	化合物		保留指数	含量/(mg/kg)			
	中文名称	英文名称		手榨汁	精滤汁	杀菌汁	还原汁
1	乙酸乙酯	ethyl acetate	352	1.02	2.19	0.36	—
2	2-戊酮	2-pentanone	602	0.49	0.12	0.21	—
3	丁酸甲酯	methyl butyrate	721	—	0.10	—	—
4	己醛	hexanal	809	—	—	—	6.11
5	丁酸乙酯	ethyl butyrate	810	31.94	31.16	24.02	—
6	反式巴豆酸乙酯	(E)-ethylcrotonate	857	0.30	0.26	0.33	—
7	巴豆酸乙酯	ethyl crotonate	858	0.42	0.33	0.13	—
8	反-2-己烯醛	trans-2-hexenal	862	5.89	6.54	5.91	—
9	顺-3-己烯-1-醇	cis-3-hexen-1-ol	871	1.62	0.01	—	—
10	正己醇	1-hexanol	886	2.44	0.59	0.34	—
11	α -蒎烯	α -pinene	940	2.45	12.72	8.49	0.49
12	3-庚烯	3-heptene	942	—	—	—	0.13
13	莰烯	camphene	954	—	0.16	—	—
14	乙酸叶醇酯	leaf acetate	972	—	0.23	0.78	—
15	桉烯	sabinene	981	3.17	5.59	0.22	0.09
16	月桂烯	myrcene	1002	14.23	72.54	53.89	3.38
17	α -水芹烯	α -phellandrene	1012	1.01	3.03	5.82	—
18	正己酸乙酯	hexanoic acid ethyl ester	1013	8.03	17.28	8.34	0.21
19	α -松油烯	α -terpinene	1028	—	4.56	5.29	—
20	p-伞花烃	p-cymene	1034	—	—	—	0.14
21	柠檬烯	limonene	1043	355.53	1177.19	980.74	106.23
22	罗勒烯	cis-ocimene	1050	0.21	1.02	0.94	—
23	γ -松油烯	γ -terpinene	1060	2.24	4.26	4.34	0.44
24	1-壬醇	1-nonanol	1087	—	0.91	1.00	—
25	正辛醇	1-octanol	1089	0.18	0.59	—	—
26	萜品油烯	terpinolene	1098	1.21	5.62	6.94	—
27	5-十一烯	(Z)-5-undecene	1102	0.35	0.39	0.31	0.46
28	芳樟醇	linalol	1112	7.51	37.44	26.28	0.28
29	壬醛	1-nonanal	1118	—	—	0.94	—
30	2,6-二甲基-1,3,5,7-辛四烯	2,6-dimethyl-1,3,5,7-octatetrene	1122	—	0.22	0.19	—
31	别罗勒烯	allo-ocimene	1141	—	0.17	0.15	—
32	辛酸甲酯	methyl octanoate	1139	0.08	0.11	—	—
33	3-羟基己酸乙酯	ethyl 3-hydroxyhexanoate	1142	3.65	3.18	3.83	—
34	4-松油醇	terpinene-4-ol	1188	3.13	10.34	0.07	—
35	α -松油醇	α -terpineol	1201	0.48	2.70	29.38	—
36	辛酸乙酯	ethyl octanoate	1210	0.98	1.22	1.03	—
37	癸醛	n-decanal	1219	2.30	4.67	3.98	0.15
38	香茅醇	citronellol	1245	0.20	1.28	1.55	—
39	橙花醛	neral	1257	0.13	3.63	0.18	—
40	香芹酮	carvone	1258	0.19	0.28	1.95	—
41	香叶醇	geraniol	1270	0.11	0.40	0.81	—
42	香叶醛	geranial	1287	0.48	5.83	2.67	—
43	十三烷	tridecane	1313	0.12	0.19	0.15	—
44	α -蒎烯油烯	α -cubebene	1363	0.13	0.49	0.13	—
45	丁酸香茅酯	citronellyl butyrate	1369	0.12	0.66	0.38	—
46	乙酸橙花酯	neryl acetate	1380	0.08	0.48	0.37	—
47	可巴烯	copaene	1389	0.43	1.56	1.02	0.11
48	橙花醇	nerol	1399	0.13	0.73	0.48	—
49	β -蒎烯油烯	β -cubebene	1403	0.15	0.47	0.17	—
50	十二碳醛	dodecanal	1424	0.09	0.43	0.22	—
51	β -石竹烯	β -caryophyllene	1433	0.17	0.62	0.41	—
52	α -石竹烯	α -caryophyllene	1467	0.08	0.17	0.11	—
53	香叶基丙酮	geranylacetone	1469	0.15	0.08	0.05	—
54	γ -依兰油烯	γ -muurolene	1488	0.07	0.33	0.30	—
55	γ -芹子烯	γ -selinene	1502	0.06	0.43	0.34	—
56	巴伦西亚橘烯	valencene	1508	4.83	8.75	7.32	0.50
57	α -依兰油烯	α -muurolene	1515	0.08	0.26	0.12	—
58	α -人参烯	α -panasinsen	1532	0.15	0.29	0.27	—
59	δ -杜松烯	δ -cadinene	1539	0.40	1.36	1.00	—

注: — 未检出。

从表1可知, 4个加工单元操作得到的血橙汁共鉴定出59种香气成分, 其中烯烃类27种、酯类12种、醇类10种、醛类7种、酮类3种。塔罗科血橙主要呈香物质丁酸甲酯、丁酸乙酯、己酸乙酯、 β -月桂烯等^[15-16]特征香气均有检测出。不同加工阶段的血橙汁香气成分种类和含量都有变化, 手榨、精滤、杀菌和还原汁的香气成分种类分别为47、55、51种和14种, 总含量分别为459.21、1 436.16、1 194.25 mg/kg和118.72 mg/kg。香气成分在加工单元操作中的种类变化与伏令夏橙^[1]、锦橙^[17]加工过程中变化一致, 杀菌和还原后种类和峰面积减少。手榨汁中检测出的香气成分在精滤汁中均有检出, 丁酸甲酯、茨烯仅在精滤汁中检测出, 壬醛仅在杀菌汁中检测出, 己醛、3-庚烯、*p*-伞花烃仅在还原汁中检测出。4种橙汁中均检测到的香气成分有 α -蒎烯、桉烯、 β -月桂烯、正己酸乙酯、柠檬烯、 γ -松油烯、5-十一烯、芳樟醇、葵醛、古巴烯和巴伦西亚橘烯共计11种。

2.3 加工单元操作对橙汁香气的影响

2.3.1 榨汁单元操作对香气的影响

手榨汁为手工锥压机压榨后过滤, 精滤汁为机械全果FMC压榨后经螺旋精制机过滤。从香气鉴定结果可知, 手榨汁烯烃类、酯类、醇类、醛类和酮类总量分别为387.07、46.62、15.80、8.89 mg/kg和0.83 mg/kg, 精滤汁中烯烃类、酯类、醇类、醛类和酮类总量分别为1 302.39、57.20、54.99、21.10 mg/kg和0.48 mg/kg, 手榨汁与精滤汁高沸点物质都有检测到, 手榨汁中含有的成分在精滤汁中均有检测到, 但精滤汁中检测到有8种物质手榨汁中未检出, 他们分别为茨烯(0.16 mg/kg)、 α -蒎烯(4.56 mg/kg)、2,6-二甲基-1,3,5,7-辛四烯(0.22 mg/kg)、别罗勒烯(0.17 mg/kg)、丁酸甲酯(0.10 mg/kg)、乙酸叶醇酯(0.23 mg/kg)、1-壬醇(0.91 mg/kg)和葵醛(4.67 mg/kg)。手榨汁中含量高于精滤汁的香气成分有2-戊酮(高出0.37 mg/kg)、丁酸乙酯(高出0.78 mg/kg)、反式巴豆酸乙酯(高出0.04 mg/kg)、巴豆酸乙酯(高出0.09 mg/kg)、反-2-己烯醛(高出0.65 mg/kg)、顺-3-己烯-1-醇(高出1.61 mg/kg)、正己醇(高出1.85 mg/kg)、3-羟基己酸乙酯(高出0.47 mg/kg)、香叶基丙酮(高出0.07 mg/kg), 主要集中在低沸点物质。

茨烯是一种双环单萜烯类化合物, 仅在精滤汁中检测到, 它不溶于水, 微溶于醇, 这可能是由于手榨汁精油含量(0.001 4%)为精滤汁精油含量(0.021%)的6.67%, 远低于精滤汁, 而茨烯在橙类精油中有检测到^[14]。 α -蒎烯, 又名 α -松油烯, 为单环单萜烯类化合物, 几乎不溶于水, 能与乙醇混溶, 在柑橘等精油中存在, 带有柑橘香味, 可由其他物质合成, 用于配制人造柠檬、薄荷精油和香料等。在伏令夏橙汁(3.04 μ g/mL)^[18]

和无核雪柑汁中(3.71 mg/kg)^[19]均检测到, 本实验中手榨汁未检出可能是由于它主要存在于皮精油中, 手榨汁中几乎未混入皮精油的缘故。在浓缩复原汁中精油含量仅0.000 2%, α -蒎烯亦未检测出。别罗勒烯又名2,6-二甲基-2,4,6-辛三烯, 是罗勒烯的同分异构体, 两者可由 α -蒎烯热解产生, 难溶于水, 能与大多香料混合, 有香草、花香并伴有橙花油气息, 在精滤和杀菌汁中检测到。虽然在手榨汁中检测出了罗勒烯, 但含量低于精滤和杀菌汁, 可能这也与精油含量有一定关系。

丁酸甲酯在手榨汁中未检测出, 仅在精滤汁中有检出(0.10 mg/kg), 这与夏橙汁在加工过程中香气变化相同^[4], 这表明机榨精滤汁香气成分更丰富, 与榨汁方式应该是很有关联的。不过在夏橙汁中, 脱气橙汁和杀菌橙汁仍能检测到0.01%, 是否本实验杀菌汁含量太低后未检测出还有待研究。乙酸叶醇酯有强烈的青草香味, 是允许使用的一种食用香料, 可应用于冰淇淋、糖果等食品中。壬醇几乎不溶于水, 能与醇混溶, 有强烈的玫瑰和橙花香味^[13]主要存在于芸香科精油中, 也是一种允许使用的食用香料, 在感染黄龙病的橙汁中含量更高^[20]。葵醛极微溶于水, 与空气易氧化, 具有强烈的橙香味, 是柑橘风味的特征香气成分, 也是锦橙和葡萄皮精油的主要醛类香气成分^[21-22], 常用于调配橘子、柠檬等实用香精, 亦是允许使用的一种食用香料, 在以往研究中均有检测出, 此实验手榨汁中未检测出可能是它主要存在于皮精油中。

从榨汁方式影响的香气种类和含量来看, 由于大多数香气成分均难溶于水, 易溶于醇类等物质, 精滤汁醇类和精油含量均高于手榨汁, 这对香气的保留有正面作用。

2.3.2 杀菌对香气的影响

杀菌汁中烯烃类、酯类、醇类、醛类和酮类总量分别为1 078.66、39.57、59.91、13.90 mg/kg和2.21 mg/kg。与精滤汁相比, 杀菌后未检测出的香气成分有丁酸甲酯、顺-3-己烯-1-醇、茨烯、正辛醇、辛酸甲酯, 杀菌后含量减少的香气成分主要有4-松油醇(降低0.99倍)、桉烯(降低0.96倍)、乙酸乙酯(降低0.83倍)等, 杀菌后一些酯类、醇类虽然含量降低, 有的甚至无法检测出, 但也增加了一些对橙汁风味有益的酮类、醇类等。杀菌后香气成分比精滤汁新增加的为壬醛(0.94 mg/kg), 壬醛具备玫瑰、柑橘香气, 为允许使用食用香料用于配制橙子、柠檬等香精, 壬醛在夏橙汁杀菌汁中有检测出, 在无核雪柑汁杀菌前后均未检测出^[19]。杀菌后含量比杀菌前增加的香气成分主要有 α -松油醇(高出9.88倍)、香芹酮(高出5.96倍)、乙酸叶醇酯(高出2.39倍)、香叶醇(高出1.03倍)、 α -水芹烯(高出0.92倍)、2-戊酮(高出0.75倍)等。增加最显著的为 α -松油醇(增加26.68 mg/kg), 这可能是反复杀菌引起的, 应注意控制。橘子汁在巴氏杀菌和低温贮藏

期间 α -松油醇和4-松油醇含量均呈上升趋势, 柠檬烯和芳樟醇含量均呈下降趋势^[9,23]。 α -松油醇本身具有橙香, 但其含量超过 2×10^{-6} 级时就会给人不愉快的风味^[24], 芳樟醇和柠檬烯在酸性条件下通过环化作用或水合水解等反应都可以生成 α -松油醇, 故在橙汁生产中要注意控制它的形成, 严格控制杀菌条件, 杀菌后立即冷却。杀菌后含量增加较显著的为香芹酮(增加1.67 mg/kg), 虽然总量仅为1.95 mg/kg, 但当香芹酮含量0.5 mg/L以上, 橙汁便有特征香味^[25], 这表明杀菌对香气也有促进作用。过度热处理会减少柑橘汁的主要风味物质, 降低柑橘汁的品质^[26], 在杀菌过程中应控制对风味有副作用的松油醇类的生成, 控制杀菌前芳樟醇和柠檬烯的含量, 以及杀菌温度控制及迅速冷却都有影响。

2.3.3 浓缩对香气的影响

浓缩还原后橙汁香气成分总量和种类均大大减少, 还原汁烯烃类、酯类、醇类、醛类总量分别为111.97、0.21、0.28、6.26 mg/kg。橙汁的特征香气成分如丁酸乙酯、香芹酮等均未检测出, 故通常感官品尝的时候发现我国浓缩汁调配出的橙汁香气风味差, 而进口的以色列等国家的浓缩汁调配出的橙汁香气风味较好, 这表明要得到较好风味的橙汁, 对浓缩收集的香气应进行收集回填, 不过国内目前由于浓缩汁主要用于调配汁, 产品添加了香精等掩盖, 故对浓缩汁本身的风味要求低。还原汁中新检测出的香气成分有己醛(6.11 mg/kg)、3-庚烯(0.13 mg/kg)、*p*-伞花烃(0.14 mg/kg)。己醛沸点128.7 °C, 有青草及苹果香味, 在夏橙汁、无核雪柑汁中有检出^[18-19], *p*-伞花烃在塔罗科血橙中有报道^[15]检测出。

3 结论

采用顶空SPME-GC-MS联用法对不同加工单元操作血橙汁香气成分进行分析, 手榨汁、精滤汁、杀菌汁和还原汁4种血橙汁共鉴定出59种香气成分, 主要为柠檬烯、 β -月桂烯、 α -蒎烯、芳樟醇、香叶醛、丁酸乙酯和香芹酮等。加工单元操作对橙汁香气成分的种类和含量有着直接的影响, 手榨汁、精滤汁、杀菌汁和还原汁4种血橙汁的香气成分种类分别为47、55、51、14种, 4种血橙汁总含量分别为459.21、1 436.16、1 194.25、118.72 mg/kg。手榨汁及机榨汁香气均较馥郁, 机榨后的精滤汁香气成分种类和含量最丰富, 这与Moshonas等^[2]的研究结果一致; 杀菌后部分香气有所下降, 但增加了壬醛、香芹酮等香气含量, 杀菌过程要控制 α -松油醇等的形成, 注意杀菌温度及快速杀菌、快速冷却; 还原汁在浓缩过程中香气损失大, 可通过浓缩过程中回收的香气成分, 再回填进去增加浓缩汁和还原汁香气。

研究加工单元操作对血橙汁的香气成分变化, 对了解橙汁香气成分的变化、橙汁调配及质量控制有一定参考意义。

参考文献:

[1] 中国柑橘学会. 中国柑橘品种[M]. 北京: 中国农业出版社, 2008: 145-147.

- [2] MOSHONAS M G, SHAW P E. Quantitative determination of 46 volatile constituents in fresh, unpasteurized orange juices using dynamic headspace gas chromatography[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1994, 42(7): 1525-1528.
- [3] BUETTNER A, SCHIEBERLE P. Characterization of the most odorous volatiles in fresh, hand-squeezed juice of grapefruit (*Citrus paradisi* Macfadyen)[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1999, 47(12): 5189-5193.
- [4] 郭莉, 吴厚玖, 王华, 等. 加工过程中夏橙汁香气成分的SPME-GC-MS分析[J]. 食品科学, 2010, 31(24): 259-263.
- [5] JORDAN M J, GOODNER K L, LAENCINA J. Deaeration and pasteurization effects on the orange juice aromatic fraction[J]. Lebensmittel-Wissenschaft und-Technologie-Food Science and Technology, 2003, 36(4): 391-396.
- [6] 潘见, 王海翔, 谢慧明, 等. 超高压处理对鲜榨橙汁中主要香气成分的影响[J]. 农业工程学报, 2009, 25(5): 239-243.
- [7] BYLAITE E, MEYER A. Characterisation of volatile aroma compounds of orange juices by three dynamic and static headspace gas chromatography techniques[J]. European Food Research and Technology, 2006, 222(1): 176-184.
- [8] LIN J, ROUSEFF R L, BARROS S, et al. Aroma composition changes in early season grapefruit juice produced from thermal concentration[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2002, 50(4): 813-819.
- [9] HALEVA-TOLEDO E, NAIM M, ZEHAVI U, et al. Formation of α -terpineol in citrus juices, model and buffer solutions[J]. Food Science, 1999, 64(5): 838-841.
- [10] 周海燕. 柑橘果汁特征香气组成及其在贮藏中的变化[D]. 武汉: 华中农业大学, 2006.
- [11] SUN Hao, NI Hui, YANG Yuanfan, et al. Sensory evaluation and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) analysis of volatile extracts of pummelo (*Citrus maxima*) peel[J]. Flavour and Fragrance Journal, 2014, 29(5): 305-312.
- [12] DHARMAWAN J, KASAPIS S, CURRAN P, et al. Characterization of volatile compounds in selected citrus fruits from Asia. Part I: freshly-squeezed juice[J]. Flavour and Fragrance Journal, 2007, 22(3): 228-232.
- [13] GÜRBÜZ O, ROUSEFF J M, ROUSEFF R L. Comparison of aroma volatiles in commercial Merlot and Cabernet Sauvignon wines using gas chromatography-olfactometry and gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2006, 54(11): 3990-3996.
- [14] HÖGNADÓTTIR Á, ROUSEFF R L. Identification of aroma active compounds in orange essence oil using gas chromatography-olfactometry and gas chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2003, 998(1/2): 201-211.
- [15] 陈枋为, 乔宇, 潘思轶. 固相微萃取-气质联用分析塔罗科血橙汁香气成分[J]. 食品科学, 2007, 28(7): 396-399.
- [16] ARENA E, GUARRERA N, CAMPISI S, et al. Comparison of odour active compounds detected by gas-chromatography-olfactometry between hand-squeezed juices from different orange varieties[J]. Food Chemistry, 2006, 98(1): 59-63.
- [17] 胥钦, 潘思轶, 范刚, 等. 不同加工生产线对锦橙汁香气品质的影响[J]. 食品科学, 2013, 34(2): 22-26.
- [18] 郭莉, 吴厚玖, 王华, 等. 贮藏过程中夏橙汁香气成分变化[J]. 食品科学, 2011, 32(22): 293-297.
- [19] 郭莉, 黄明发, 吴厚玖, 等. 杀菌方式对无核雪柑汁香气成分的影响[J]. 食品科学, 2012, 33(20): 162-166.
- [20] DAGULO L, DANYLUK M D, SPANN T M, et al. Chemical characterization of orange juice from trees infected with citrus greening (Huanglongbing)[J]. Journal of Food Science, 2010, 75(2): 199-207.
- [21] NISPEROS-CARRIEDO M O, SHAW P E. Comparison of volatile flavor components in fresh and processed orange juices[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1990, 38(4): 1048-1052.
- [22] 柴倩. 橘皮精油提取、成分分析及其贮藏加工过程中的品质变化研究[D]. 武汉: 华中农业大学, 2007.
- [23] PÉREZ-LÓPEZ A J, SAURA D, LORENTE J, et al. Limonene, linalool, α -terpineol, and terpinen-4-ol as quality control parameters in mandarin juice processing[J]. European Food Research and Technology, 2006, 222: 281-285.
- [24] HALEVA-TOLEDO E, NAIM M, ZEHAVI U, et al. Formation of α -terpineol in citrus juices, model and buffer solutions[J]. Food Science, 1999, 64(5): 838-841.
- [25] ELSS S, KLEINHENZ S, SCHREIER P. Odor and taste thresholds of potential carry-over/off-flavor compounds in orange and apple juice[J]. Food Science and Technology, 2007, 40(10): 1826-1831.
- [26] BERLINET C, DUCRUE V, BRILLOVET J M. Evolution of aroma compounds from orange juice stored in polyethylene terephthalate (PET)[J]. Food Additives and Contaminants, 2005, 22(2): 185-195.