陈旋,祝林虎,孔梦洁,等.杀菌方式对胡柚百香果复合果汁挥发性成分的影响[J].华中农业大学学报,2020,39(2):112-121.
DOI:10.13300/j.cnki.hnlkxb.2020.02.015

杀菌方式对胡柚百香果复合果汁挥发性成分的影响

陈旋,祝林虎,孔梦洁,张娇,徐晓云,潘思轶,胡婉峰

华中农业大学食品科学技术学院,武汉 430070

摘要　以常山胡柚、广西玉林百香果为原料制备胡柚百香果复合果汁,应用风味剖面法、电子鼻技术、顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱法及高效液相色谱法,探究巴氏杀菌和超高压杀菌对胡柚百香果复合果汁的挥发性成分和理化指标的影响。结果发现:巴氏杀菌果汁的蒸煮味和苦味变化最为明显,巴氏杀菌果汁与未杀菌果汁风味差别较大;超高压杀菌果汁与未杀菌果汁风味较接近,风味变化不大;未杀菌、巴氏杀菌和超高压杀菌的复合果汁中挥发性成分各为 43、24 和 31 种,总含量分别为 18.67、7.73 和 14.33 μg/mL;巴氏杀菌果汁中阿魏酸、圣草酚和柚皮素含量明显下降,分别下降 31.58%、24.15%和 67.40%,苦味物质柚皮苷含量上升,V_C 和总酚含量显著下降;超高压处理后胡柚百香果复合果汁的酚类物质损失较小,V_C、总酚和柠檬酸等含量保留率在 90%以上。由此表明,巴氏杀菌对胡柚百香果复合果汁的挥发性成分破坏更严重,而超高压杀菌则能较好地保留果汁原有的品质。

关键词　胡柚;百香果;复合果汁;挥发性成分;超高压杀菌;巴氏杀菌;电子鼻;HS-SPME-GC-MS

中图分类号　TS 255.3　　**文献标识码**　A　　**文章编号**　1000-2421(2020)02-0112-10

柚子含有多种糖类、维生素、微量元素等生物活性物质,深受广大消费者欢迎。按柚类的栽培面积和产量,我国是全球第二大国家,具有得天独厚的资源优势。然而柚类果实风味寡淡,资源开发利用严重不足[1]。近年来,柚类市场发展潜力极大,清淡口味逐渐成为主流。为了迎合消费者对口味清淡和似水特点的新型果汁的需求,柚子果汁的出现有望填补我国营养型、复合型及功能型果汁的空白。为了减少生产加工中果汁的风味和营养成分的流失,从而最大限度地保留柚汁原有的清新风味和营养物质,研究杀菌方式对果汁品质的影响具有重要意义。

常见的果汁饮料杀菌方式主要有巴氏杀菌[2]、超高压杀菌[3]和高温瞬时杀菌[4]等。已有文献[5-6]报道作为传统热杀菌方式的巴氏杀菌等对果汁品质影响较大。柑橘类果汁经巴氏杀菌后会产生蒸煮味,在一定程度上影响了果汁的风味,破坏果汁的营养物质且苦味物质含量会显著增加[7]。郑妍等[8]通过超高效液相色谱法研究发现,高温杀菌处理可造成猕猴桃汁中咖啡酸、儿茶素等酚类化合物的损失。超高压杀菌可在常温下进行,避免了热处理对果汁产生的不良影响。已有学者开展超高压杀菌在橙汁生产中的应用研究。王孝荣等[9]研究表明,鲜榨橙汁经处理后,其主要成分都呈现不同程度的损失,但超高压处理鲜榨橙汁效果比热处理好,且对色泽影响较小。潘见等[10]研究发现 400 MPa 超高压处理能较好地保留鲜榨橙汁的香气。但这些研究中涉及到的多为橙类加工制品,柚类制品的研究严重缺乏。

本试验以胡柚百香果复合果汁为研究对象,采用顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱联用技术(HS-SPME-GC-MS)探究巴氏杀菌和超高压杀菌对胡柚百香果复合果汁挥发性成分的影响,结合电子鼻技术[11-14]研究 2 种杀菌方式下的胡柚百香果复合果汁与其原汁品质的差异,并研究了胡柚百香果复合果汁杀菌后理化指标的变化,以期为胡柚深加工制品选择合适的杀菌方式提供参考。

收稿日期:2019-09-22
基金项目:国家重点研发计划重点专项(2017YFD0400701-2);湖北省技术创新专项重大项目(2018ABA072);华中农业大学自主创新基金(2662018JC018)
陈旋,硕士研究生.研究方向:果蔬加工及贮藏.E-mail:15926229191@163.com
通信作者:胡婉峰,博士,副教授.研究方向:果蔬加工及贮藏.E-mail:wanfenghu@mail.hzau.edu.cn

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

试验所用的胡柚来源于浙江省常山县胡柚种植基地，百香果（*Passiflora edulia* Sims）来源于广西玉林百香果种植基地。

果胶酶（酶活力 500 U/mg）、壳聚糖，咖啡酸标准品（HPLC≥98%）、阿魏酸标准品（HPLC≥98%）、柚皮苷标准品（HPLC≥98%）、圣草酚标准品（HPLC≥98%）、柚皮素标准品（HPLC≥98%）、柠檬苦素标准品（HPLC≥98%）、甲酸（色谱级）上海源叶生物科技有限公司；甲醇（色谱级）、乙腈（色谱级），Fisher Chemical 公司；环己酮、氯化钠、柠檬酸等化学试剂均为分析纯，国药集团化学试剂有限公司；柠檬酸试剂盒，南京建成有限公司；果糖试剂盒，苏州科铭有限公司。

1.2　仪器与设备

e2695 高效液相色谱仪，美国 Waters 公司；DF-101S 集热式恒温加热磁力搅拌器，巩义市予华仪器有限公司；固相微萃取手柄（手动进样）萃取手柄，上海安谱实验科技股份有限公司；50/30 μm DVB/CAR on PDMS 萃取头，上海安谱实验科技股份有限公司；6890N 气相色谱仪，美国安捷伦公司；5975B 质谱仪，美国安捷伦公司；FOX4000 电子鼻，法国阿尔法莫斯仪器有限公司；Avanti J-E 多用途高效离心机，美国贝克曼库尔特有限公司。

1.3　试验方法

1）胡柚百香果复合果汁的制备。①胡柚果汁：取新鲜胡柚，经筛选、清洗、去皮后用榨汁机破碎，取汁，经澄清处理后，再添加 β-环糊精屏蔽苦味即可。②百香果汁：取新鲜百香果经筛选、清洗、去皮后用榨汁机破碎，取汁，再经澄清处理即可。③胡柚百香果复合果汁：胡柚果汁和百香果汁按 85∶15 的质量比混合均匀即可。

2）胡柚百香果复合果汁风味剖面分析。对未处理果汁、巴氏杀菌汁和超高压杀菌汁进行风味剖面特征分析。风味感官评定分为气味评价（评香）和滋味评价（品尝）2 个部分，采用 6 分定义的标度方法[15]（①不存在的；②非常轻微的；③轻微的；④明确的；⑤显著的；⑥非常显著）进行强度评价。

3）利用顶空-固相微萃取-气相色谱-质谱（HS-SPME-GC-MS）技术对胡柚百香果复合果汁的挥发性成分进行定性与定量分析。①采用顶空-固相微萃（HS-SPME）技术萃取胡柚百香果复合果汁中香气成分，具体操作如下：准确移取 10 mL 复合果汁于 40 mL 顶空进样瓶中，分别加入 2 g 氯化钠和 25 μL 已稀释 1 000 倍的环己酮（内标物），盖上瓶盖密封；萃取头（50/30 μm DVB/CAR/PDMS，2 cm，Stableflex），平衡温度 45 ℃，平衡时间 15 min；平衡结束后，推入萃取头至进样瓶顶空后萃取，萃取温度 45 ℃，萃取时间 40 min；萃取结束后，在 GC 进样口解析 10 min。②设置气相色谱-质谱（GC-MS）检测条件。气相色谱条件：色谱柱 HP-5MS（30 m×0.25 mm×0.25 μm），载气为氦气，柱流速 1 mL/min，进样口温度 250 ℃，萃取头在进样口解析 10 min，脉冲无分流进样；起始温度 40 ℃保持 3 min，以3 ℃/min 升至 160 ℃保持 2 min，再以 8 ℃/min 升至220 ℃保持 3 min。质谱条件：色谱-质谱接口温度 250 ℃，离子源温度 230 ℃，四极杆温度 150 ℃，离子化方式 EI，电子能量 70 eV，质量范围 35～350 AMU。③香气成分的定性与定量分析。香气成分经气相色谱柱分离，不同组分形成各自的色谱峰，运用气相色谱-质谱-计算机联用仪进行分析鉴定。对比 NIST05a 质谱库，结合文献[16]进行人工谱图解析，确定香气的各种化学成分，再运用内标法进行定量分析，求得各挥发性香气成分的含量（C），并结合其感觉阈值（T），计算气味活度值（OAV）。

挥发性香气成分含量＝（单峰面积/内标峰面积）×内标物含量。

$$\mathrm{OAV}=C/T$$

式中，C 为挥发性香气成分含量，μg/L；T 为感觉阈值，μg/L。

4）利用电子鼻技术测定各挥发性香气成分。准确吸取 6 mL 胡柚百香果复合果汁于 10 mL 电子鼻专用的顶空瓶中，密封，置于自动进样盘中，待测。分析参数：加热箱温度 35 ℃，振荡速度 500 r/min，每个样品加热时间为 1 200 s；以合成干燥空气为载气，流速 150 mL/min；注射体积 4 000 μL，注射速度 2 500 μL/s；注射针温度 45 ℃，注射针总体积为 4 000 μL；获取时间 120 s；延滞时间 300 s。

5）利用高效液相色谱（HPLC）法测定胡柚百香果复合果汁中酚类化合物含量。①色谱条件：Agilent C18 色谱柱（250.0 mm×4.6 mm，5.0 μm），流动相 A 为甲醇，流动相 B 为水-甲酸（体积比

999∶1)，体积流量1.0 mL/min，柱温25 ℃，进样量20 μL，柠檬苦素检测波长为210 nm，其余检测波长为210 nm。②洗脱程序：0 min，A为90%，B为10%；0～7 min，A为90%～88%；7～24 min，A为88%～44%；24～40 min，A为44%～41%；40～48 min，A为41%～20%；48～50 min，A为20%～10%；50～55 min，A为10%～50%；B流动相根据A相应变化且A＋B＝100%。③样品处理：0.45 μm滤膜过滤后直接进样。④加标回收率测定：在样品中定量添加低、中、高3种浓度的混合标准溶液，进样20 μL，测定其加标回收率。

6)其他理化指标测定。①可滴定酸度：NaOH标准溶液直接滴定；②pH：pH计直接测定；③可溶性固形物：用手持糖度计测定；④果糖：采用试剂盒测定(分光光度法)；⑤总酚：采用福林酚法测定，以没食子酸为标准品；⑥V_C：采用2,6-二氯靛酚法测定；⑦柠檬酸：采用试剂盒(比色法)测定；⑧水溶性黄酮：采用$NaNO_2$-$Al(NO_3)_3$比色法测定。

2 结果与分析

2.1 胡柚百香果复合果汁的风味剖面分析

选取青草味、花香味和蒸煮味3种气味，以及苦味、酸味、甜味3种滋味，对胡柚百香果复合果汁进行感官评价。特征风味综合描述见表1。

表1 不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁的特征风味

Table 1 Characteristic flavor of compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims with different sterilization methods

样品名称 Sample name	特征风味 Characteristic flavor
未处理果汁 Unsterilized juice	有非常轻微的苦味，酸甜明显且适中；蒸煮味基本感受不到，有明显的青草味和花香味 Very slight bitter taste, obvious and moderate sour and sweet taste; cooking smell is non-existent, with obvious grass and flower smell
巴氏杀菌汁 Pasteurized juice	有轻微的苦味，酸甜明显且适中；有明显的蒸煮味，有青草味，花香味较淡 Slight bitter taste, obvious and moderate sour and sweet taste; with obvious cooking smell, grass smell and slight flower smell
超高压杀菌汁 UHP juice	有非常轻微的苦味，酸甜明显且适中；蒸煮味基本感受不到，有明显的青草味和花香味 Very slight bitter taste, obvious and moderate sour and sweet taste; cooking smell is non-existent, with obvious grass and flower smell

采用6分定义标度法对不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁进行风味剖面特征分析，结果见图1。由图1可以明显看出，2种杀菌方式对酸味和甜味影响不大；巴氏杀菌处理下苦味和蒸煮味增加明显，花香味有所降低；超高压杀菌则对胡柚百香果复合果汁的风味影响较小，花香味和青草香味均保持显著特征。

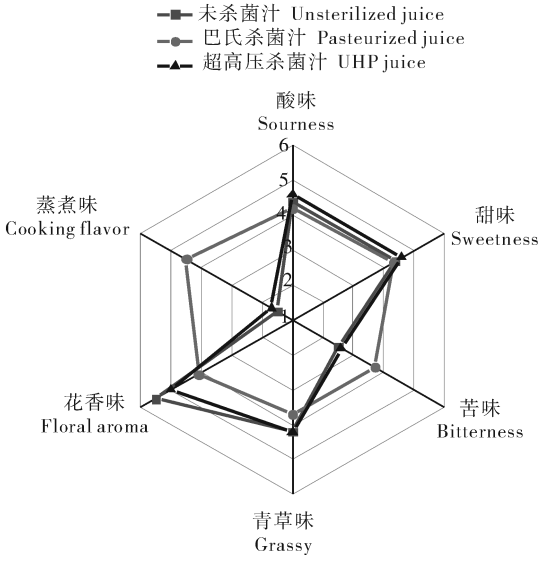

图1 不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁风味剖面感官评定分析

Fig.1 Characteristic flavor profile analysis of compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims with different sterilization methods

2.2 巴氏杀菌和超高压杀菌对胡柚百香果复合果汁挥发性成分种类和含量的影响

通过GC-MS检测，未杀菌汁、巴氏杀菌汁和超高压杀菌汁中挥发性成分的种类和含量见表2。样品共检测出68种挥发性成分，其中未杀菌汁43种，巴氏杀菌汁24种，超高压杀菌汁31种，其总含量分别为18.67、7.37和14.33 μg/mL。巴氏杀菌汁的香气成分损失更多，总含量显著下降(60.51%)，表明巴氏杀菌对胡柚百香果复合果汁的品质造成了极大破坏。巴氏杀菌和超高压杀菌对胡柚百香果复合果汁挥发性香气成分的影响具体分析如下：

1)烃类物质。未杀菌汁的烃类挥发性成分最多，为14.01 μg/mL；巴氏杀菌后烃类物质减少12种，含量减少67.40%，香气成分由4种减少至0，其中具有柑橘香味的异松油烯完全损失；超高压杀菌处理后烃类物质减少5种，含量减少34.48%，香气成分由4种减少至1种。由此可知，巴氏杀菌汁中烃类物质损失更严重。

2)醛类物质。未杀菌汁的醛类挥发性成分最多，为0.82 μg/mL；巴氏杀菌汁的醛类香气物质减

少 1 种，含量减少 4.25%；超高压杀菌汁醛类香气物质减少 3 种，含量减少 2.31%。壬醛具有蒸煮气味，巴氏杀菌后壬醛含量显著增加，造成胡柚百香果复合果汁具有明显的蒸煮味，破坏了整体风味[17-18]。癸醛具有甜香、花香和橘香[19]，巴氏杀菌处理后含量下降 37.68%，而超高压处理对其含量几乎没有明显影响。

3）醇类物质。超高压杀菌汁的醇类挥发性成分最多，为 1.00 μg/mL，超高压处理后挥发性成分含量上升 79.96%；巴氏杀菌汁的醇类挥发性成分减少 1 种，总体含量下降 70%，其中巴氏杀菌处理后芳樟醇显著减少，2-乙基己醇、环己醇和正辛醇消失；超高压处理后芳樟醇和正辛醇消失，新增正己醇和 2,4-二甲基环己醇，其中芳樟醇是典型的宽皮柑橘香气物质[20]，正己醇是主要挥发性成分。

4）酯类物质。超高压杀菌处理后，酯类挥发性成分较未杀菌汁的略微增加；巴氏杀菌处理导致酯类挥发性成分减少 58.48%。酯类挥发性成分大多具有令人愉悦的香气[21-22]，其在胡柚百香果复合果汁香气成分中占 16.46%。其中丁酸乙酯具有清灵强烈的甜果香[23]，巴氏杀菌后含量下降 77.71%。超高压处理后，新增乙酸乙酯和乙酸芳樟酯，其中乙酸芳樟酯具有柑橘、花香、木香等香气，是薰衣草精油的主要成分之一[24]。

5）酮类、醚类、酸类及其他物质。复合果汁中酮类、醚类及酸类挥发性成分含量较少，且基本不含香气成分。因此，这些成分对胡柚百香果复合果汁的香气贡献度不高。

表 2　不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁的挥发性成分的种类和含量

Table 2　Species and content of volatile components in compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims with different sterilization methods

香气物质名称 Name of aroma substance	挥发性成分含量/(μg/mL) Content of volatile components		
	未杀菌汁 Unsterilized juice	巴氏杀菌汁 Pasteurized juice	超高压杀菌汁 UHP juice
烃类 Hydrocarbon			
香芹烯 *d*-Limonene	2.160	—	—
1,4-环己二 1,4-Cyclohexadiene	0.114	—	—
异松油烯 Terpinolene	0.035	—	0.037
正己烷 *n*-Hexane	0.750	—	
六甲基环三硅氧烷 Hexamethylcyclotrisiloxane	0.223	—	0.665
癸烯 Decene	0.215	—	—
八甲基环四硅氧烷 Octamethyl cyclotetrasiloxane	0.467	0.431	0.799
戊基环己烷 Amyl cyclohexane	—	0.016	0.060
环戊硅氧烷 Cyclopentasiloxane	2.555	1.182	1.783
正十二烷 *n*-Dodecane	0.181	—	0.058
环己烷 Cyclohexane	3.558	1.275	2.838
正十四烷 *n*-Tetradecane	0.062	—	0.054
十四甲基环七硅氧烷 Tetradecamethylcycloheptasiloxane	2.986	1.165	2.233
α-人参烯 α-Panasinsene	0.019	—	—
别香橙烯 Alloaromadendrene	0.026	—	—
丙基环丙烷 Propylcyclopropane	0.256	0.373	—
1-甲基-2-辛基-环丙烷 1-Methyl-2-octyl-cyclopropane	0.209	—	—
正十八烷 *n*-Octadecane	0.021	—	0.033
3,8-二甲基十一烷 3,8-Dimethylundecanone	0.013	—	—
顺式-3-十四烯 *cis*-3-Tetradecene	0.075	—	—
十八甲基环九硅氧烷 Octadecylcyclodisiloxane	0.088	—	—
辛基环氧乙烷 Octyl ethylene oxide	—	0.014	0.021
环庚烷 Heptamethylene	—	—	0.215
7-甲基-1-十一烯 7-Methyl-1-undecylene	—	—	0.132
丁基环己烷 Butyl cyclohexane	—	0.112	0.207
2,4,6-三甲基庚烷 2,4,6-Trimethylheptane	—	—	0.018
环十二烷 Cyclododecane	—	—	0.037
醛类 Aldehydes			
环己醛 Cyclic aldehyde	0.180	—	—

续表 2 **Continued Table** 2

香气物质名称 Name of aroma substance	挥发性成分含量/(μg/mL) Content of volatile components		
	未杀菌汁 Unsterilized juice	巴氏杀菌汁 Pasteurized juice	超高压杀菌汁 UHP juice
壬醛 Nonanal	0.034	0.358	0.239
癸醛 Decanal	0.138	0.086	0.130
反式-3-己烯醛 *trans*-3-Hexenal	0.472	0.345	—
顺式-3-己烯醛 *cis*-3-Hexenal	—	—	0.415
铃兰醛 Lily aldehyde	—	—	0.020
醇类 Alcohols			
2-乙基己醇 2-Ethyl-1-hexanol	0.084	—	0.310
芳樟醇 Linalool	0.279	0.121	—
环己醇 Cyclohexanol	0.114	—	0.183
正辛醇 *n*-Octanol	0.113	—	—
正己醇 *n*-Hexanol	—	—	0.476
2,4-二甲基环己醇 2,4-Dimethylcyclohexanol	—	—	0.031
薄荷醇 Menthol	—	0.016	—
氧化芳樟醇 Linalool oxide	—	0.040	—
酚类 Phenols			
2,5-双(1,1-二甲基乙基)-苯酚 2,5-Bis (1,1-dimethylethyl)-phenol	0.044	—	0.100
醚类 Ethers			
二辛醚 Dioctyl ether	0.028	—	—
己基戊基醚 Hexyl amyl ether	—	0.008	—
酮类 Ketone			
1-(4-乙基苯基)-3-甲基吡唑(4H)-酮 1-(4-Ethylphenyl) -3-methylpyrazol (4H)-one	0.015	—	—
2-甲基环戊酮 2-Methylcyclopentanone	—	0.168	—
4-甲基-2-庚酮 4-Methyl-2-heptanone	—	0.283	—
4,6-二甲基-2-庚酮 4,6-Dimethyl-2-heptanone	—	0.103	—
酯类 Esters			
乙酸己酯 Hexyl acetate	0.019	—	—
丁酸乙酯 Ethyl butyrate	1.987	0.443	1.880
甲酸戊酯 Amyl formate	0.137	—	—
己酸甲酯 Methyl hexanoate	0.039	—	—
丁酸葡萄酯 Grape butyrate	0.164	0.059	0.321
己酸乙酯 Ethyl caproate	0.503	—	—
3-乙酰氧基丁酸乙酯 Ethyl 3-acetoxybutyrate	0.019	—	—
3-羟基己酸乙酯 Ethyl 3-hydroxyhexanoate	0.095	—	—
正硅酸四乙酯 Tetraethyl orthosilicate	0.111	0.080	0.124
乙酸乙酯 Ethyl acetate	—	0.438	0.623
乙酸芳樟酯 Linalyl acetate	—	—	0.224
5-甲基-2-苯基-1H 吲哚 5-Methyl-2-phenyl-dihydroindole	—	0.225	—
二氢香豆素 Dihydrocoumarin	—	0.031	—
酸类 Acids			
1-甲基己基酯丁酸 1-Methylhexyl butyric acid	—	—	0.068
其他 Others			
1-酰烷磺酰氯 1-Acylsulfonyl chloride	0.008	—	—
2,6-二乙基吡啶 2,6-Diethylpyridine	0.053	—	—
4-甲基-2H-苯并吡喃 4-Methyl-2H-benzopyran	0.024	—	—

注:"—"表示未检出。Note:"—"indicates none detected.

2.3 胡柚百香果复合果汁的特征香气成分及 OAV

胡柚百香果复合果汁的特征香气成分及 OAV 见表 3。从表 3 可看出,胡柚百香果复合果汁中 12 种特征香气物质的 OAV 均大于 1,OAV 较高的有

丁酸乙酯、己酸乙酯、壬醛和乙酸乙酯。经过巴氏杀菌处理后，特征香气种类与处理前相比减少 6 种，新增 1 种，其中仅壬醛和乙酸乙酯含量上升，总含量下降 52.81%；经过超高压杀菌处理后，特征香气成分的种类与处理前相比，减少 7 种，新增 3 种，其中异松油烯、丁酸葡萄酯、乙酸乙酯和乙酸芳樟酯含量上升，总含量下降 1.28%。

2.4　电子鼻主成分分析

对电子鼻测得的各成分数据进行主成分分析(PCA)。从图 2 可看出，主成分 1 贡献率为 92.51%，主成分 2 贡献率为 2.82%，2 个主成分的贡献率之和达 95.33%，说明针对不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁的整体气味，用 2 个主成分即可反映样品的整体信息。电子鼻能够较好地区分不同杀菌方式下复合果汁的气味。从主成分 1 来看，未杀菌汁和超高压杀菌汁分布在 PC1＞0 的一侧，巴氏杀菌汁则在 PC1＜0 的一侧，且在横坐标上与未杀菌汁相距较远，说明在主成分 1 上巴氏杀菌对气味影响较大；从主成分 2 来看，巴氏杀菌汁与未杀菌汁区分不明显，超高压杀菌汁与未杀菌汁有明显差别。

表 3　不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁特征香气物质及 OAV

Table 3　Characteristic aroma substances and OAV of compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims with different sterilization methods

特征香气物质 Characteristic aroma substance	感觉阈值/(μg/L) *T*	OAV		
		未杀菌汁 Unsterilized juice	巴氏杀菌汁 Pasteurized juice	超高压杀菌汁 UHP juice
异松油烯 Terpinolene	0.040	1.17	0.00	1.23
壬醛 Nonanal	0.001	34.00	358.00	239.00
癸醛 Decanal	0.030	4.60	2.87	4.37
反式-3-己烯醛 *trans*-3-Hexenal	0.020	23.60	17.25	0.00
顺式-3-己烯醛 *cis*-3-Hexenal	0.020	0.00	0.00	20.75
芳樟醇 Linalool	0.030	9.30	4.03	0.00
正辛醇 *n*-Octanol	0.110	1.03	0.00	0.00
乙酸己酯 Hexyl acetate	0.002	9.50	0.00	0.00
丁酸乙酯 Ethyl butyrate	0.001	1 987.00	443.00	1 880.00
甲酸戊酯 Amyl formate	0.006	22.83	0.00	0.00
己酸甲酯 Methyl hexanoate	0.021	1.86	0.00	0.00
丁酸葡萄酯 Grape butyrate	0.004	41.00	14.75	80.25
己酸乙酯 Ethyl caproate	0.001	503.00	0.00	0.00
乙酸乙酯 Ethyl acetate	0.005	0.00	87.60	124.60
乙酸芳樟酯 Linalyl acetate	0.030	0.00	0.00	7.47

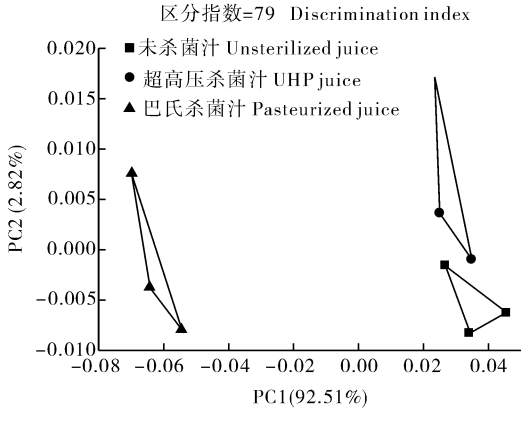

图 2　不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁样品主成分分析

Fig.2　PCA of compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims with different sterilization methods

综合电子鼻对不同杀菌汁的分析结果，可以得出巴氏杀菌会较大程度地改变胡柚百香果复合果汁的风味，而超高压杀菌对风味的影响相对较小。

2.5　不同杀菌方式对胡柚百香果复合果汁中酚类物质含量的影响

1)巴氏杀菌和超高压杀菌对复合果汁中酚类物质含量的影响。由表 4 可知，巴氏杀菌使得阿魏酸、圣草酚和柚皮素含量显著下降(P＜0.05)，分别下降 31.58%、24.15%和 67.40%，柚皮苷[25]和柠檬苦素[11]这些苦味物质含量上升(P＜0.05)；超高压杀菌使复合果汁的阿魏酸和柚皮素含量显著下降(P＜0.05)，分别下降为 25.06%和 53.30%，但下降程度较巴氏杀菌处理小。咖啡酸与柚皮苷含量无明显变化(P＞0.05)。因此，巴氏杀菌对酚类物质破坏更严重，而超高压杀菌能较好地保留原有品质。

表4 不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁中6种酚类物质的含量

Table 4 Contents of six phenolic substances in compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims with different sterilization methods

酚类物质名称 Name of phenolic substance	酚类物质含量/(μg/mL) Contents of phenolic compounds		
	未杀菌汁 Unsterilized juice	巴氏杀菌汁 Pasteurized juice	超高压杀菌汁 UHT juice
咖啡酸 Caffeic acid	12.87±0.15b	11.98±0.02a	12.29±0.39b
阿魏酸 Ferulaic acid	18.08±0.04a	12.37±0.08c	13.55±0.02b
柚皮苷 Naringin	189.10±1.54b	226.69±6.92a	190.55±0.18b
圣草酚 Eriodictyol	12.13±0.10a	9.20±0.03c	10.49±0.02b
柚皮素 Naringenin	2.27±0.05a	0.74±0.05c	1.06±0.04b
柠檬苦素 Limonin	11.18±0.14b	11.62±0.07a	11.45±0.05a

2)检测方法的平均加标回收率和相对标准偏差计算。复合果汁样品中分别添加低、中、高3个不同浓度的混合标准溶液,每个样品重复测定3次,计算平均加标回收率和相对标准偏差。从表5可见,6种酚类化合物的平均加标回收率为91.30%～107.10%,RSD在0.57%～1.34%,表明此方法准确可靠,符合高效液相色谱法测定要求。

2.6 其他理化指标测定结果

如表6所示,不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁中可溶性固形物和果糖含量无显著变化($P>$

表5 6种酚类物质的平均加标回收率和相对标准偏差

Table 5 Average recovery of standard addition and RSD of six phenolic substances

化合物 Compounds	添加量/(μg/mL) Additive amount	平均加标回收率/% Average recovery of standard addition	相对标准偏差/% RSD
咖啡酸 Caffeic acid	44.00 110.00 220.00	98.56	1.13
阿魏酸 Ferulaic acid	46.00 165.00 230.00	107.10	1.34
柚皮苷 Naringin	52.00 130.00 260.00	91.30	0.57
圣草酚 Eriodictyol	34.00 85.00 170.00	106.18	0.89
柚皮素 Naringenin	36.00 90.00 180.00	105.72	0.95
柠檬苦素 Limonin	28.00 70.00 140.00	106.51	1.12

表6 不同杀菌方式下胡柚百香果复合果汁的理化指标

Table 6 Physicochemical index of compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims with different sterilization methods

样品名称 Sample name	可溶性固形物/% Total soluble solids	果糖/(mg/g) Fructose	V_C/(mg/mL)	总酚/(mg/mL) Total phenols	柠檬酸/(mg/mL) Citric acid	水溶性黄酮/(mg/mL) Water soluble flavone	pH	可滴定酸度/% Titrable acidity
复合果汁 Unsterilized juice	11.750±0.010a	36.892±0.060a	0.653±0.004a	0.732±0.006a	3.811±0.030a	0.300±0.006a	3.210a	0.891±0.011a
超高压杀菌汁 UHP juice	11.760±0.020a	36.881±0.060a	0.624±0.007b	0.672±0.070b	3.801±0.020a	0.302±0.003a	3.213a	0.813±0.017c
巴氏杀菌汁 Pasteurized juice	11.740±0.010a	36.872±0.080a	0.461±0.004c	0.494±0.006c	3.130±0.040b	0.281±0.003b	3.211a	0.848±0.013b

0.05)。巴氏杀菌处理下复合果汁的 V_C、总酚、柠檬酸含量都明显减少($P<0.05$)，分别减少 29%、32% 和 16%，水溶性黄酮含量略微下降；而超高压处理下，V_C 和总酚含量都保留 90%以上，柠檬酸与水溶性黄酮含量无明显变化($P>0.05$)。因此，从理化指标来看，巴氏杀菌对胡柚百香果复合果汁的各成分影响较大。

3 讨　论

香气成分是评价果汁品质的重要指标，香气浓郁的果汁更受消费者喜爱。杀菌是果汁加工的重要环节，减少香气成分在杀菌中的损失是研制高品质果汁的关键。本研究通过对未杀菌汁、巴氏杀菌汁和超高压杀菌汁进行风味剖面分析，发现巴氏杀菌汁的蒸煮味和苦味加重，花香味减轻；超高压杀菌汁各方面变化较小。Zhang 等[5]研究发现，相比巴氏杀菌，超高压杀菌后果汁风味更接近新鲜芒果汁，(*E*)-β-罗勒烯、(*E*)-2-壬烯和丁酸乙酯等保鲜效果明显优于巴氏杀菌。因此，超高压杀菌能较好地保留果汁原有风味品质，而胡柚百香果复合果汁在保鲜过程中的香气物质含量变化有待进一步研究。通过 GC-MS 研究发现，经过巴氏杀菌和超高压杀菌处理后的胡柚百香果复合果汁的香气成分，与未杀菌汁香气成分相比总量均下降，其中巴氏杀菌汁的挥发性成分下降 60.51%，超高压杀菌汁的挥发性成分下降 21.84%，说明巴氏杀菌造成果汁的挥发性成分损失更为严重。巴氏杀菌处理后酯类物质含量大幅度下降，而酯类物质是胡柚百香果复合果汁中主要的香气物质。嵇海峰[18]研究发现，在巴氏杀菌过程中，壬醛的香气活性值由 1.29 增至 3.20，导致琯溪蜜柚在杀菌后出现一定蒸煮味，是否存在其他物质含量上升导致蒸煮味加重还需进一步深入研究。

胡柚百香果复合果汁的香气成分组成复杂，某些香气物质含量很低但是对香气的贡献度非常大。电子鼻分析能较好地避免这一缺陷。本研究的电子鼻的主成分分析结果表明，巴氏杀菌对胡柚百香果复合果汁的风味影响较大，明显改变了果汁风味，致使巴氏杀菌汁与未杀菌汁和超高压杀菌汁可被完全区分。孔祥琪[26]通过电子鼻分析巴氏杀菌汁、超高温瞬时杀菌汁和原汁的风味差异，结果发现巴氏杀菌对番木瓜果汁气味影响较大，而 UHT 汁与原汁风味接近。Qiu 等[27]通过电子鼻研究了微波巴氏杀菌、蒸汽热烫、高温短时杀菌、冻融和鲜榨 5 种工艺的草莓汁的特性，结果表明电子鼻能够很好地定性鉴别草莓果汁加工方式，还能定量预测草莓果汁质量参数。

多酚类物质也是胡柚百香果复合果汁中重要的营养成分，咖啡酸具有抗菌、抗病毒作用；阿魏酸具有抗辐射、抗氧化、抗菌、抗病毒作用；圣草酚具有抗氧化、抗辐射、降血糖和降血脂作用；柚皮素具有抗菌抗炎、降血脂、抗肿瘤、解痉利胆和止咳祛痰作用。本研究结果表明，巴氏杀菌和超高压杀菌都会导致酚类物质含量减少，但巴氏杀菌使圣草酚、柚皮素和阿魏酸含量显著降低，苦味物质柚皮苷含量显著上升，这导致果汁苦味有所增加；超高压杀菌对酚类物质的损失相对较小，其中咖啡酸和柚皮苷含量无明显变化。另外，可溶性固形物、果糖、V_C、总酚、柠檬酸、水溶性黄酮、pH 和可滴定酸度等理化指标也能反映胡柚百香果复合果汁的基本品质。本研究结果表明，巴氏杀菌使 V_C、总酚和柠檬酸含量显著降低，影响了原有品质；而超高压杀菌后复合果汁的理化指标无明显变化。

鲜榨果汁保质期短容易变质，这主要是由于酶的作用及微生物的代谢引起果汁变质。杀菌是保证果汁品质的关键环节。超高压杀菌作为新兴的杀菌技术，能在较低温度下同时达到钝化酶和杀菌的作用，避免了热处理对果汁品质的破坏，在果汁杀菌技术上具有广阔的市场前景。鉴于本研究中超高压杀菌在柚类果汁杀菌中取得的良好效果，今后可进一步探究该技术在更多品种的柚类和柑橘类果汁中的应用。

参考文献 References

[1] 庞泽兴，张放.2016 年中国主要柑桔加工品进出口统计分析[J].中国果业信息，2017，34(9)：25-34.PANG Z X，ZHANG F. Statistical analysis of import and export of major citrus processing products in China in 2016[J].China fruit news，2017，34(9)：25-34(in Chinese).

[2] 段翰英，王超，戴雄杰，等.不同巴氏杀菌条件对三华李果汁主要抗氧化成分的影响[J].食品科学，2013，34(21)：69-74.DUAN H Y，WANG C，DAI X J，et al.Effect of pasteurization on major antioxidant compounds of Sanhua plum juice[J].Food science，2013，34(21)：69-74(in Chinese with English abstract).

[3] 周佳仪，周子涵，周锐，等.超高压生鲜莲藕汁加工技术研究[J].农产品加工，2019(12)：52-55.ZHOU J Y，ZHOU Z Y，ZHOU R，et al.Study on fresh lotus root juice with high pres-

sure processing[J].Farm products processing,2019(12):52-55 (in Chinese with English abstract).

[4] 房子舒,易俊洁,张雅洁,等.超高压和高温瞬时杀菌对蓝莓汁品质影响的比较[J].食品与发酵工业,2012,38(12):7-10. FANG Z S,YI J J,ZHANG Y J,et al.Effect of short time sterilization with high hydrostatic pressure and high temperature on the quality of blueberry juice[J].Food and fermentation industries,2012,38(12):7-10(in Chinese with English abstract).

[5] ZHANG W,DONG P,LAO F,et al.Characterization of the major aroma-active compounds in Keitt mango juice:comparison among fresh,pasteurization and high hydrostatic pressure processing juices[J/OL].Food chemistry,2019,289:215-222 (2019-03-14)[2019-09-22].https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814619305412.DOI:10.1016/j.foodchem.2019.03.064.

[6] YOU Y,LI N,HAN X,et al.Influence of different sterilization treatments on the color and anthocyanin contents of mulberry juice during refrigerated storage[J/OL].Innovative food science & emerging technologies,2018,48:1-10(2018-05-12)[2019-09-22].https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1466856418300584.DOI:10.1016/j.ifset.2018.05.007.

[7] 李宏飞.热力杀菌对柑橘罐头品质影响的研究[D].南京:南京农业大学,2016.LI H F.Study on the effect of heat sterilization on the quality of canned citrus fruits[D].Nanjing:Nanjing Agricultural University,2016(in Chinese with English abstract).

[8] 郑妍,张春岭,刘慧,等.UPLC法测定猕猴桃果汁中的酚类物质含量[J].果树学报,2018,35(8):1006-1015.ZHENG Y,ZHANG C L,LIU H,et al.Determination of phenolic compounds in kiwifruit juice by UPLC[J].Journal of fruit science,2018,35(8):1006-1015(in Chinese with English abstract).

[9] 王孝荣,罗佳丽,潘年龙,等.超高压处理对鲜榨橙汁品质的影响[J].食品工业科技,2012,33(23):144-147.WANG X R,LUO J L,PAN N L,et al.Influence of ultra high pressure on quality of fresh orange juice[J].Science and technology of food industry,2012,33(23):144-147(in Chinese with English abstract).

[10] 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.PAN J,WANG H X,XIE H M,et al.Effects of ultra high pressure treatment on main flavor compounds in orange juice[J].Transactions of the Chinese society of agricultural engineering,2009,25(5):239-243(in Chinese with English abstract).

[11] ZHANG J,TAN L,ZHANG Y,et al.Debittering of lemon juice using surface molecularly imprinted polymers and the utilization of limonin[J/OL].Journal of chromatography B,2019,1104:205-211(2018-11-22)[2019-09-22].https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1570023218312261.DOI:10.1016/j.jchromb.2018.11.025.

[12] DONG W,HU R,LONG Y,et al.Comparative evaluation of the volatile profiles and taste properties of roasted coffee beans as affected by drying method and detected by electronic nose,electronic tongue,and HS-SPME-GC-MS[J/OL].Food chemistry,2019,272:723-731(2018-08-17)[2019-09-22].https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0308814618314705.DOI:10.1016/j.foodchem.2018.08.068.

[13] ROCCHI R,MASCINI M,FABERI A,et al.Comparison of IRMS,GC-MS and E-Nose data for the discrimination of saffron samples with different origin,process and age[J/OL].Food control,2019,106:106736(2019-06-27)[2019-09-22].https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0956713519303172.DOI:10.1016/j.foodcont.2019.106736.

[14] PENNAZZA G,FANALI C,SANTONICO M,et al.Electronic nose and GC-MS analysis of volatile compounds in *Tuber magnatum* Pico:evaluation of different storage conditions[J].Food chemistry,2013,136(2):668-674.

[15] 王蓓.酶法制备天然牛奶风味基料及牛奶香精的研究[D].无锡:江南大学,2009.WANG B.Study on materials of natural milk flavor and milk flavoring by enzymes[D].Wuxi:Jiangnan University,2009 (in Chinese with English abstract).

[16] NIU L,QIN Q,WANG L,et al.Chemical profiling of volatile components of micropropagated *Santolina chamaecyparissus* L[J/OL].Industrial crops and products,2019,137:162-170 (2019-05-17)[2019-09-22].https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669019303450.DOI:10.1016/j.indcrop.2019.05.020.

[17] 孙倩茹.柚子汁、柠檬汁在加工关键单元操作及贮藏过程中香气物质变化的研究[D].武汉:华中农业大学,2011.SUN Q R.Study on the changes of aroma components during key processing units and storage of grapefruit and lemon juice[D].Wuhan:Huazhong Agricultural University,2011(in Chinese with English abstract).

[18] 嵇海峰.部分加工操作对琯溪蜜柚汁挥发性成分及香气影响[D].厦门:集美大学,2014.JI H F.The effects of some machining processes on volatiles and aroma of Guanxi pummelo juice[D].Xiamen:Jimei University,2014 (in Chinese with English abstract).

[19] 张艳,夏杨毅,何翠,等.基于肉鸡性别的鸡汤挥发性物质主成分分析[J].食品与机械,2016,32(7):23-28.ZHANG Y,XIA Y Y,HE C,et al.Principal component analysis of volatile compounds in chicken soup based on the gender of broiler[J].Food & machinery,2016,32(7):23-28(in Chinese with English abstract).

[20] MASTELLO R B,JANZANTTI N S,BISCONSIN-JúNIOR A,et al.Impact of HHP processing on volatile profile and sensory acceptance of Pêra-Rio orange juice[J/OL].Innovative food science & emerging technologies,2018,45:106-114(2017-10-07)[2019-09-22].https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1466856416307482.DOI:10.1016/j.ifset.2017.10.008.

[21] DU X F,KURNIANTA A,MCDANIEL M,et al.Flavour profiling of 'Marion' and thornless blackberries by instrumental and sensory analysis[J].Food chemistry,2010,121(4):1080-1088.

[22] 黄苏婷，杭方学，陆海勤，等.水果挥发性香气成分研究进展[J].轻工科技，2019，35(2)：1-4. HUANG S T，HANG F X，LU H Q，et al. Research progress of volatile aroma components in fruits[J]. Light industry science and technology，2019，35(2)：1-4(in Chinese).

[23] ZHANG J，CAO J，PEI Z，et al. Volatile flavour components and the mechanisms underlying their production in golden pompano (*Trachinotus blochii*) fillets subjected to different drying methods：A comparative study using an electronic nose，an electronic tongue and SDE-GC-MS[J/OL]. Food research international，2019，123：217-225 (2019-04-30)[2019-09-22]. https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0963996919303011. DOI：10.1016/j.foodres.2019.04.069.

[24] KHAYYAT S. Thermal，photo-oxidation and antimicrobial studies of linalyl acetate as a major ingredient of lavender essential oil[J]. Arabian journal of chemistry，2017，13(1)：1575-1581.

[25] MOULEHI I，BOURGOU S，OURGHEMMI I，et al. Variety and ripening impact on phenolic composition and antioxidant activity of mandarin (*Citrus reticulate* Blanco) and bitter orange (*Citrus aurantium* L.) seeds extracts[J/OL]. Industrial crops and products，2012，39：74-80(2012-02-10)[2019-09-22]. https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0926669012000921. DOI：10.1016/j.indcrop.2012.02.013.

[26] 孔祥琪.番木瓜果汁香气成分及其在热杀菌后的变化研究[D].海口：海南大学，2016. KONG X Q. Studies on aroma compounds in papaya(*Carica papaya* L.)juice and aroma variation after thermal sterilization[D]. Haikou：Hainan University，2016 (in Chinese with English abstract).

[27] QIU S，WANG J，GAO L. Qualification and quantisation of processed strawberry juice based on electronic nose and tongue [J]. LWT-food science and technology，2015，60(1)：115-123.

Effects of sterilization methods on volatile components in compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims

CHEN Xuan，ZHU Linhu，KONG Mengjie，ZHANG Jiao，XU Xiaoyun，PAN Siyi，HU Wanfeng

College of Food Science and Technology，Huazhong Agricultural University，Wuhan 430070，*China*

Abstract　The compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis Sims* was prepared by grapefruit and *Passiflora edulis* Sims in Yulin of Guangxi. The compound juice was treated by pasteurization and ultra-high pressure (UHP) sterilization，respectively. The effects of sterilization methods on volatile components and physicochemical index of compound juice were compared by flavor profile analysis，electronic nose technology，HPLC and HS-SPME-GC-MS method. The results showed that：the cooking flavor and bitterness of pasteurized juice changed obviously，and the flavor was quite different from that of unsterilized juice；the flavor of UHP juice had no significant changes，which was similar to that of unsterilized juice. Forty-three，twenty-four and thirty-one volatile components were found in the compound juice by non-sterilization，pasteurization and UHP sterilization，respectively；the total contents of volatile components were 18.67，7.73 and 14.33 μg/mL，respectively；the contents of ferulic acid，eriodictyol and naringin in pasteurized juice were decreased by 31.58%，24.15% and 67.40%，respectively；the contents of naringin of bitter compounds increased，while the content of V_C and total phenol decreased significantly；by UHP sterilization，the contents of phenolic substances had no significant change，the retention rate of V_C，total phenol，citric acid and etc were all above 90%. Thus pasteurization had worse effect on the volatile components in compound juice of grapefruit and *Passiflora edulis* Sims，while the original quality could be well preserved by UHP sterilization.

Keywords　grapefruit；*Passiflora edulis* Sims；compound clarified juice；volatile components；ultra-high pressure sterilization；pasteurization；electronic nose；HS-SPME-GC-MS

（责任编辑：赵琳琳）