

无子刺梨红茶复合饮料配方研究及其香气成分分析

王 赘¹, 肖祥云¹, 刘 云¹, 李永和², 全 伟³, 阚 欢^{1*}

(1. 西南林业大学生命科学学院, 昆明 650224; 2. 云南林业职业技术学院, 昆明 650225;
3. 云南省科技农村科技服务中心, 昆明 650021)

摘要: 目的 以无子刺梨及红茶为主料研制无子刺梨红茶复合饮料, 确定最佳配方并探究其香气成分。

方法 基于单因素实验, 以感官评分为评价指标, 通过正交实验结合模糊数学评价法对无子刺梨红茶复合饮料配方进行优化, 经顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法(headspace solid-phase micro-extraction-gas chromatography-mass spectrometry, HS-SPME-GC-MS)分析复合饮料香气成分。**结果** 影响复合饮料感官品质的因素排序为: 无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比>苹果酸添加量>柠檬酸添加量>白砂糖添加量, 最佳配方为: 无子刺梨原汁与红茶茶汤的体积比为1:45、白砂糖添加量为6.00%、柠檬酸添加量为0.10%、苹果酸添加量为0.01%。复合饮料包含挥发性成分31种, 邻苯二甲酸二异丁酯、壬醛、癸醛是饮料香味轮廓呈现柑橘香和红茶香韵的重要物质。**结论** 该复合饮料呈橙红色、酸甜适口, 具有无子刺梨的果香和红茶浓郁的茶香, 是一款适于消费者饮用的复合饮料。

关键词: 无子刺梨; 红茶; 正交实验法; 模糊数学法; 顶空固相微萃取; 气相色谱-质谱法

Study on the compound beverage formula of *Rosa sterilis* and black tea and analysis of its aroma components

WANG Yun¹, XIAO Xiang-Yun¹, LIU Yun¹, LI Yong-He², QUAN Wei³, KAN Huan^{1*}

(1. College of Life Sciences, Southwest Forestry University, Kunming 650224, China; 2. Yunnan Forestry Technological College, Kunming 650225, China; 3. Yunnan Science and Technology Rural Science and Technology Service Center, Kunming 650021, China)

ABSTRACT: Objective To prepare the compound beverage using *Rosa sterilis* and black tea as the main raw materials, and determine the optimum formula and explore its characteristic aroma. **Methods** The compound beverage formula of *Rosa sterilis* and black tea was optimized by a single factor experiment, orthogonal design test, and fuzzy mathematics method with sensory evaluation as the index. The aroma component of the compound beverage was analyzed by headspace solid-phase micro-extraction-gas chromatography-mass spectrometry (HS-SPME-GC-MS). **Results** The order of factors affecting the sensory quality of compound beverage was: The volume ratio of *Rosa sterilis* and black tea soup>malic acid addition>citric acid addition>white granulated sugar

基金项目: 推进黔西南试验区建设科技合作专项资金项目(黔西南科合2015-31)

Fund: Supported by the Special Foundation on Science and Technology Cooperation to Promote the Construction of Southwest Guizhou Experimental Area (Southwest Guizhou Science and Technology Union 2015-31)

*通信作者: 阚欢, 硕士, 教授, 主要研究方向为农林食品加工及研发。E-mail: 13700650213@163.com

Corresponding author: KAN Huan, Master, Professor, School of Life Science, Southwest Forestry University, Kunming 650224, China. E-mail: 13700650213@163.com

addition, and the optimum formula was defined as 1:45 of the volume ratio of *Rosa sterilis* and black tea soup, 6.00% of white granule sugar, 0.10% of citric acid and 0.01% of malic acid. Under these conditions, 31 kinds of volatile components were detected in the compound beverage, and 1,2-benzenedicarboxylic acid, bis(2-methylpropyl) ester, nonanal, decanal were the important substances that contribute to citrus flavor and black tea flavor. **Conclusion** The compound beverage is orange red, sweet and sour, with the fruit aroma of *Rosa sterilis* and strong tea aroma of black tea, and it is a compound beverage suitable for consumers to drink.

KEY WORDS: *Rosa sterilis*; black tea; orthogonal experiment method; fuzzy mathematics method; headspace solid-phase micro-extraction; gas chromatography-mass spectrometry

0 引言

无子刺梨(*Rosa sterilis* S.D.Shi), 是蔷薇属(*Rosa*)多年生落叶攀援性灌木^[1], 其新鲜果实具有延缓衰老、降血脂及保护心脏的功效^[2-6]。由于其具有的野生特性, 抗病能力强于普通水果, 具有较高的药食价值和生态价值, 而与刺梨相比, 无子刺梨营养成分更高且更利于加工^[7]。但无子刺梨果实过酸, 直接榨汁饮用口感欠佳^[8], 因此加工后食用更符合大众需求, 目前产品主要以刺梨酒^[9]、刺梨果醋^[10]及复合果汁^[11]为主。红茶作为一种发酵茶, 不仅富含酚类物质、嘌呤碱及糖类等活性物质^[12-14], 且具有较强的融合性, 可与无子刺梨调和形成香气更馥郁、口感更独特的产品^[15-16]。以无子刺梨和红茶为原料, 研制出独特口味的无子刺梨红茶复合饮料, 对进一步提升无子刺梨使用价值, 推动无子刺梨产业发展和丰富果茶饮料产品的多样性具有重要意义。

食品感官评价者可通过视觉、嗅觉和味觉等对食品属性做出综合评价^[17], 然而感官评价属性界限易受限于主观判断具有模糊性, 无法做到定量评估。模糊数学法是指通过建立影响食品感官多因素和评价指标的数学关系来建立理想化的评价模型^[18], 具有减少感官审评中主观原因所造成的误差的作用。顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法(headspace solid-phase micro-extraction-gas chromatography-mass spectrometry, HS-SPME-GC-MS)是一种操作简易且结果准确的绿色环保样品处理技术, 可做到准确定性, 已应用于玫瑰香橙果汁挥发性成分鉴定^[19]、不同制油阶段山桐子的香气成分检测^[20]和红豆越橘果汁中挥发性成分测定^[21]等。

综上所述, 本研究以味香回甘的红茶和口感较涩的无子刺梨为原材料, 利用模糊数学法进行感官评定, 结合正交实验得出无子刺梨红茶复合饮料的最优配方。同时, 利用HS-SPME-GC-MS 技术对研制的无子刺梨红茶复合饮料的风味物质组成进行分析, 揭示该复合饮料的主要呈香物质, 为无子刺梨红茶复合饮料提供了更多研发思路。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

无子刺梨(贵州绿荫河农业发展有限公司); 红茶(品

种为大叶种红茶, 云南省临沧市凤庆县)。

白砂糖、柠檬酸、苹果酸(食品级, 市售); 氯化钠(分析纯, 天津市协和昊鹏色谱科技有限公司)。

1.2 仪器与设备

HR 1861 榨汁机[飞利浦(中国)投资有限公司]; XS 105 DU 分析天平[特勒-托利多国际贸易(上海)有限公司]; RO300-E 食品用纯水系统(上海和泰仪器有限公司); 7090B/5977B 气相-质谱联用仪(美国 Agilent 公司); 手动固相微萃取装置、100 μm PDMS、75 μm CAR/PDMS 固相微萃取纤维头(美国 Supelco 公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 复合饮料制备

无子刺梨果经分选、清洗后破碎榨汁, 过滤得到的无子刺梨原汁于低温下冻藏备用; 纯净水为浸提剂, 加水量为 100 倍, 浸提时间 5 min, 水温 90°C 为红茶浸提条件^[22], 用 4 层纱布过滤得茶汤^[23]。同条件下取茶叶滤渣完成第 2 次浸提, 将茶汤加入无子刺梨原汁, 按比例混合, 再加入白砂糖、柠檬酸和苹果酸进行调配后, 进行高温灭菌处理, 冷却, 获得成品。

1.3.2 单因素实验

通过前期大量预实验, 发现无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比会影响口感的涩度, 适量的白砂糖可以平衡整体甜度, 柠檬酸及苹果酸的添加能起到增加风味的作用, 所以选择这 4 个影响因素作为单因素实验组。

(1)无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比的确定

经前期预实验, 固定以质量分数计的白砂糖添加量 8%、柠檬酸添加量 0.10%、苹果酸添加量 0.02%, 研究无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比分别为 1:35、1:40、1:45、1:50、1:55 对成品的感官评价影响。

(2)白砂糖添加量的确定

固定添加 0.10% 柠檬酸、添加 0.02% 苹果酸、无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比为 1:45, 探究白砂糖添加量为 2.00%、4.00%、6.00%、8.00%、10.0% 对成品的感官评价影响。

(3)柠檬酸添加量的确定

在无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比为 1:45、添加 8%

白砂糖、添加 0.02% 苹果酸, 柠檬酸添加量分别为 0.04%、0.06%、0.08%、0.10%、0.12% 的条件下, 考察柠檬酸添加量对成品的感官评价影响。

(4) 苹果酸添加量的确定

在无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比为 1:45, 添加 8% 白砂糖, 添加 0.10% 柠檬酸的条件下, 考察苹果酸添加量 0.01%、0.02%、0.03%、0.04% 和 0.05% 对成品的感官评价影响。

1.3.3 正交实验设计

经单因素实验确定无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比 (A)、白砂糖添加量 (B)、柠檬酸添加量 (C)、苹果酸添加量 (D) 的添加量范围, 进行复合饮料的配方的 $L_9(3^4)$ 正交实验设计, 其因素水平见表 1。

1.3.4 无子刺梨红茶复合饮料感官评价

根据实际情况, 并结合 T/GZSX 055.5—2019《刺梨系列产品 刺梨果茶饮料》对刺梨果茶饮料感官标准的要求、GB/T 12312—2012《感官分析 味觉敏感度的测定方法》感官分析味觉敏感度的测定方法和文献[24-25], 设定感官评定标准, 见表 2。考虑了评价小组人员的随机性和代表性, 对经过基础培训且感官灵敏度和描述能力各方面均符

合要求的人员随机挑选组成 10 人评定小组, 依据表 2 所示感官评分标准, 对 9 组复合饮料的色泽、气味、口感、组织形态 4 个方面因素给出相应评价。

1.3.5 建立模糊矩阵

根据相关文献^[24-25]的方法并略作改动。确定能反映产品质量的因素集 $X=\{x_1, x_2, x_3, x_4\}$, 其中, x_1 代表色泽, x_2 代表气味, x_3 代表口感, x_4 代表组织形态; 确定评语集 $V=\{v_1, v_2, v_3, v_4\}=\{\text{优, 良, 中, 差}\}=\{90, 80, 70, 60\}$; 利用强制决定法确定反映因素集 X 中各因素重要程度的权重集 $Y=\{Y_1, Y_2, Y_3, Y_4\}=\{0.30, 0.25, 0.30, 0.15\}$ 。

1.3.6 挥发性成分测定

(1) HS-SPME 萃取复合饮料

$75 \mu\text{m}$ CAR/PDMS 及 $100 \mu\text{m}$ PDMS 萃取头在萃取水果及茶类的挥发性成分中应用较广^[26-28], 因此采用这两种萃取头对复合饮料挥发性成分进行萃取。萃取条件参考文献^[29-32]的方法并根据实际情况略作调整。所使用的萃取头分别经过 250 和 300°C 老化 20 min。量取样品 10 mL 放入 20 mL 顶空萃取瓶中, 并加入 2.2 g NaCl^[30], 于 80°C、300 r/min 条件下磁力搅拌器上加热平衡 55 min 后, 在 40°C 条件下插入萃取头恒温顶空吸附 40 min。

表 1 正交实验因素水平表
Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment

水平	A 无子刺梨汁与红茶茶汤体积比	B 白砂糖添加量/%	C 柠檬酸添加量/%	D 苹果酸添加量/%
1	1:40	6	0.08	0.01
2	1:45	8	0.10	0.02
3	1:50	10	0.12	0.03

表 2 复合饮料感官评定标准
Table 2 Evaluation standards of compound beverage

评分项目(权重)	评分标准	等级
色泽(0.30)	呈鲜亮的橙红色, 色泽均匀, 澄清透明	优
	呈明亮的橙红色, 色泽较均匀, 较澄清透明	良
	呈橙黄色, 色泽不够均匀, 透明度较差	中
	颜色过深或过浅, 色泽不均匀, 浑浊	差
气味(0.25)	香味协调, 有浓郁的无子刺梨、红茶特有芳香	优
	香味协调, 有无子刺梨、红茶的香气	良
	香味较不协调, 无子刺梨味突出或红茶味过浓	中
	香气不协调, 香味过淡或有异味	差
口感(0.30)	酸甜适中, 滋味协调, 有好的无子刺梨、红茶滋味	优
	偏酸或偏甜, 滋味不够协调, 有无子刺梨、红茶味	良
	口味较淡, 滋味不协调或无子刺梨红茶滋味不明显	中
	口味差, 有苦涩味或异味	差
组织形态(0.15)	质地均匀, 没有分层	优
	质地较均匀, 分层现象不明显	良
	有少许沉淀, 分层较为明显	中
	有大量沉淀, 有杂物, 分层明显	差

(2) 复合饮料挥发性成分分析

GC 条件: HP-5MS 石英毛细管柱($30\text{ m} \times 0.25\text{ mm}$, $0.25\text{ }\mu\text{m}$); 进样口温度 250°C ; 流速为 1 mL/min ; 初始温度 40°C , 保持 2 min , 以 5°C/min 升至 110°C , 保持 2 min , 以 10°C/min 升至 240°C , 保持 5 min ^[26]; 进样方式: 不分流进样; 解析时间: 5 min ; 载气: 高纯 He。MS 条件: 电子轰击 (electron impact, EI) 离子源; 传输线温度: 250°C ; 电子能量 70 eV ; 离子源温度: 230°C ; 四极杆温度: 150°C 。采集方式: 全扫描; 质量范围: $35\sim550\text{ m/z}$; 采用 NIST14 质谱库已有的公共质谱数据库, 对挥发性化合物进行分析鉴定。利用四极杆质谱排除非目标离子干扰后对所有目标物质谱峰进行峰面积积分及积分校正, 并采用面积归一法计算出各化合物的相对含量。

1.3.7 数据处理

本研究采用 Origin 2018、SPSS 及 Graph Pad Prism 8 等软件进行数据处理及作图。

2 结果与分析

2.1 单因素实验结果

2.1.1 无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比对复合饮料感官品质的影响

随着无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比的增加, 感官评分先上升后下降, 当无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比为 1:45 时, 感官评分最高, 有无子刺梨特殊果香和红茶醇厚风味。当无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比大于 1:45 时, 味道较为寡淡; 当无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比小于 1:45 时, 色泽暗淡且口感偏涩, 感官得分下降。综合分析, 选择水平 1:40、1:45、1:50 进行正交实验优化。

2.1.2 白砂糖添加量对复合饮料感官品质的影响

当添加 8% 的白砂糖时, 感官评分最高, 即饮料色泽

澄清。当添加量小于 8% 时, 饮料甜度较小, 较为苦涩, 口感不佳; 添加量大于 8% 时, 饮料甜味失调, 感官得分下降。适量的白砂糖添加量不仅可以降低饮料苦涩味, 也不会掩盖饮料本身的风味, 综合分析, 选择水平 6%、8%、10% 进行正交实验优化。

2.1.3 柠檬酸添加量对复合饮料感官品质的影响

随着柠檬酸添加量的增加, 感官评分先上升后下降, 当添加 0.10% 的柠檬酸时, 风味协调, 酸甜柔和。当添加量小于 0.10% 时, 饮料酸甜不平衡, 口感不柔和; 添加量大于 0.10% 时, 饮料酸味突出, 饮料风味被掩盖, 不符合预期效果。综合分析, 选择水平 0.08%、0.10%、0.12% 进行正交实验优化。

2.1.4 苹果酸添加量对复合饮料感官品质的影响

随着苹果酸添加量的增加, 感官评分先上升至添加量为 0.02% 后下降, 这是因为当苹果酸添加量小于 0.02% 时, 酸甜失衡, 口感不佳; 添加量大于 0.02% 时, 饮料酸度过大, 酸味不自然且滞留时间过长。而苹果酸添加量为 0.02% 时, 感官评分最高, 酸甜适中, 口感协调。综合分析, 选择水平 0.01%、0.02%、0.03% 进行正交实验优化。

2.2 正交实验结果

2.2.1 复合饮料模糊数学综合评价结果

参考模糊数学的原理, 10 位评价人员对 9 组实验进行优、良、中、差的感官评价, 结果见表 3。

将 9 组实验数据分别除以评价人员人数, 可得集合 F_1 中 $F_{\text{色泽}}=\{0.6, 0.4, 0, 0\}$, 同理, $F_{\text{气味}}=\{0.5, 0.4, 0.1, 0\}$, $F_{\text{口感}}=\{0.4, 0.4, 0.2, 0\}$, $F_{\text{组织形态}}=\{0.4, 0.4, 0.1, 0.1\}$, 这即为 4 个子集集合。将以上 4 个子集集合整理成模糊矩阵, 得矩阵 S_1 :

$$S_1 = \begin{vmatrix} 0.6 & 0.4 & 0 & 0 \\ 0.5 & 0.4 & 0.1 & 0 \\ 0.4 & 0.4 & 0.2 & 0 \\ 0.4 & 0.4 & 0.1 & 0.1 \end{vmatrix}, \text{以此类推得其余 8 个矩阵。}$$

表 3 复合饮料感官评价结果

Table 3 Sensory evaluation results of Rosa sterilis and black tea compound beverage

编号	感官评价因素															
	色泽				气味				口感				组织形态			
	优	良	中	差	优	良	中	差	优	良	中	差	优	良	中	差
1	6	4	0	0	5	4	1	0	4	4	2	0	4	4	1	1
2	5	3	0	2	4	4	2	0	3	7	0	0	5	5	0	0
3	4	2	4	0	3	7	0	0	5	3	2	0	0	5	5	0
4	3	5	2	0	2	7	1	0	8	2	0	0	5	5	0	0
5	6	3	1	0	7	2	1	0	8	1	1	0	6	2	1	1
6	3	3	4	0	4	4	2	0	5	5	0	0	3	5	2	0
7	4	4	2	0	2	8	0	0	1	2	4	3	2	4	4	0
8	2	7	1	0	0	6	3	1	1	4	4	1	1	4	4	1
9	5	5	0	0	4	4	0	2	2	5	2	1	4	2	4	0
权重	0.30				0.25				0.30				0.15			

依据模糊矩阵概念中的变换原理, 因素的评价结果为 X , 则 $X=Y \times S$;

由于 $Y=\{0.30, 0.25, 0.30, 0.15\}$, 则:

$$X_1=Y \times S_1=(x_1, x_2, x_3, x_4)=(0.30, 0.25, 0.30, 0.15)$$

$$\begin{vmatrix} 0.6 & 0.4 & 0 & 0 \\ 0.5 & 0.4 & 0.1 & 0 \\ 0.4 & 0.4 & 0.2 & 0 \\ 0.4 & 0.4 & 0.1 & 0.1 \end{vmatrix}$$

因此, $X_1=(x_1, x_2, x_3, x_4)=(0.485, 0.4, 0.1, 0.015)$, 同理可得其余 8 组 X 值。

评价结果分成 4 个等级, 为优、良、中、差, 将评语集 V 分别乘以量值 $X_1 \sim X_9$, 加和获得最终得分 W 。
 $W_1=0.485 \times 90+0.4 \times 80+0.1 \times 70+0.015 \times 60=83.55$ 分, 则同理得 $W_2=82.45$ 、 $W_3=80.9$ 、 $W_4=83.7$ 、 $W_5=85.55$ 、 $W_6=81.85$ 、 $W_7=78.1$ 、 $W_8=76.8$ 、 $W_9=81.8$ 。

2.2.2 复合饮料正交实验结果

对复合饮料感官评分进行正交实验, 结果如表 4, 由 R 值可知, 影响无子刺梨红茶复合饮料感官品质主次顺序的因素为: A 无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比> D 苹果酸添加量> C 柠檬酸添加量> B 白糖添加量。根据表 4 中的 k 值, 可得到无子刺梨复合饮料的最佳配方为: $A_2B_1C_2D_1$, 即无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比为 1:45、白砂糖添加量为 6.00%、柠檬酸添加量为 0.10%、苹果酸添加量为 0.01%, 以此工艺条件进行 3 次验证实验, 最终感官评分为 (87.54 ± 2.56) 分, 高于表 4 中每一项结果, 因此确定

$A_2B_1C_2D_1$ 为最佳组合。

2.3 香气成分分析结果

由最佳配方所制得的复合饮料有独特的水果清香和红茶香韵, 为了了解复合饮料风味来源及主要呈香物质, 从挥发性成分角度初步判断复合饮料的品质, 采用了 HS-SPME-GC-MS 法对复合饮料进行挥发性成分测定。采用 NIST14 公共质谱数据库, 对挥发性化合物进行分析鉴定, 得到了 31 种挥发性化合物(匹配度大于 80%), 采用面积归一法计算出各成分相对含量, 结果见图 1 及表 5。

由图 1 可知, $100 \mu\text{m}$ PDMS 萃取头检测出烃类 3 种、醛类 1 种、酸类 3 种、酯类 2 种及酮类 1 种, $75 \mu\text{m}$ CAR/PDMS 萃取头检测出烃类 9 种、醛类 5 种、酸类 6 种、酯类 4 种、酮类 1 种、苯类及醇类各 2 种, 表明不同萃取头对复合饮料挥发性成分萃取能力有较大差异。 $75 \mu\text{m}$ CAR/PDMS 萃取头对复合饮料的萃取效果优于 $100 \mu\text{m}$ PDMS 的原因是 $100 \mu\text{m}$ PDMS 主要吸附非极性挥发物, 而复合涂层萃取头对极性及非极性化合物均有亲和力, 对复合饮料具有较好的萃取效果^[27]。从主要呈香物质种类及数量来看, $75 \mu\text{m}$ CAR/PDMS 萃取头对酯类和醛类吸收较好, 更适于复合饮料的挥发性物质萃取。

另外, 烃类化合物含量较为丰富, 烷烃类几乎不呈香气, 但可起到调节味道的作用^[28]。具有清新香气的 γ -芹子烯是主要的烯烃类成分, 这与复合饮料的整体香气有一定相关性^[30]。

表 4 复合饮料正交实验设计及结果

Table 4 Orthogonal experimental results and design of Rosa sterilis and black tea compound beverage

编号	因素				感官评价综合得分/分
	A	B/%	C/%	D/%	
1	1	1	1	1	83.55
2	1	2	2	2	82.45
3	1	3	3	3	80.90
4	2	1	2	3	83.70
5	2	2	3	1	85.55
6	2	3	1	2	81.85
7	3	1	3	2	78.10
8	3	2	1	3	76.80
9	3	3	2	1	81.80
k_1	82.30	81.78	80.73	83.63	
k_2	83.70	81.60	82.65	80.80	
k_3	78.90	81.52	81.52	80.47	
R	4.80	0.27	1.92	3.17	

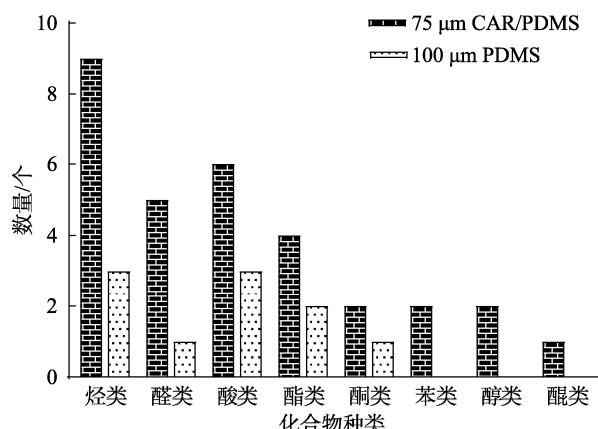


图 1 不同萃取头萃取复合饮料挥发性成分的个数及分类

Fig.1 Number and classification of volatile components extracted from compound beverage by different extraction heads

醛类化合物共检出 5 种, 多呈现水果清香, 其中壬醛呈玫瑰及柑橘香, 含量高达 5.38%。此外, 具有强烈青草香及樱桃香味的苯甲醛、呈甜橙橘香的癸醛等醛类物质是无子刺梨关键呈香物质, 这与赵升逵等^[31]对无子刺梨相关研究结果相似。

酯类化合物具有令人愉快的水果清香, 对复合饮料香型的形成有重要作用。邻苯二甲酸二异丁酯呈芳香气味, 含量高达 28.02%, 同时, 二氢猕猴桃内酯呈现香豆素及麝香气味, 对香气也有一定贡献。

因此, 在本研究中复合饮料的香气主要来自于邻苯二甲酸二异丁酯、壬醛及癸醛, 分别表现出陈旧香、玫瑰及柑橘香, 且未检测出有令人不愉悦气味的物质。

3 结 论

本研究以无子刺梨原汁和红茶茶汤为主料, 基于单因素实验, 利用正交实验结合模糊数学法优化无子刺梨红茶复合饮料配方, 最优配方为: 无子刺梨原汁与红茶茶汤体积比为 1:45、白砂糖添加量为 6.00%、柠檬酸添加量为 0.10%、苹果酸添加量为 0.01%。在此条件下, 无子刺梨红茶复合饮料呈橙红色、酸甜可口、茶香味浓郁、有无子刺梨特殊风味。利用 HS-SPME-GC-MS 对复合饮料特征香气成分进行探索, 得出邻苯二甲酸二异丁酯、壬醛、癸醛香气化合物赋予无子刺梨复合饮料独特的红茶香韵和柑橘香。本研究可为无子刺梨的开发与利用提供一定的理论基础。

表 5 75 μm CAR/PDMS 萃取头萃取复合饮料挥发性成分的种类及相对含量

Table 5 Types and relative content of volatile components extracted from compound beverage with 75 μm CAR/PDMS extraction head

类别	序号	化合物名称	匹配度	保留时间/min	相对含量/%	香气描述
烃类	1	十七烷	97	26.893	0.51	—
	2	二十一烷	98	31.057	0.37	—
	3	二十七烷	99	31.645	1.98	—
	4	二十二烷	98	32.075	0.91	—
	5	二十三烷	97	33.281	1.24	—
	6	二十四烷	98	34.763	0.82	—
	7	紫罗烯	95	17.764	1.22	—
	8	γ-芹子烯	93	23.981	0.36	清新香 ^[30]
醛类	9	卡达烯	99	26.781	0.30	—
	1	糠醛	78	4.2	0.73	焦糖香 ^[33]
	2	苯甲醛	94	9.147	1.37	坚果香 ^[31]
	3	壬醛	86	14.305	5.38	玫瑰及柑橘香 ^[34]
	4	癸醛	91	17.558	2.78	甜橙橘香 ^[34]
酸类	5	3,5-二叔丁基-4-羟基苯甲醛	96	27.804	3.88	—
	1	壬酸	95	19.911	4.61	奶酪香 ^[33]
	2	癸酸	93	22.069	4.57	—
	3	十一烷酸	90	23.71	0.38	—
	4	月桂酸	98	25.205	5.18	—
	5	肉豆蔻酸	99	27.634	2.35	—
	6	棕榈酸	99	29.74	0.55	—

表5(续)

类别	序号	化合物名称	匹配度	保留时间/min	相对含量/%	香气描述
酯类	1	二氢猕猴桃内酯	98	24.852	0.57	麝香气味 ^[35]
	2	邻苯二甲酸异丁基壬基酯	90	28.875	23.34	—
	3	邻苯二甲酸二异丁酯	97	29.845	28.02	陈旧香 ^[36]
	4	对甲氨基肉桂酸辛酯	97	31.828	0.34	—
苯类	1	苯乙酮	91	12.952	0.85	—
	2	β-紫罗兰酮	89	24.069	1.15	紫罗兰香和木香香韵 ^[35]
	1	1,2,3-三甲氧基苯	97	20.828	2.88	—
	2	1,1,6-三甲基-1,2-二氢萘	96	21.734	0.59	—
醇类	1	芳樟醇	91	16.129	0.57	柑橘香气 ^[35]
	2	α-紫罗兰醇	96	22.246	1.87	—
醌类	1	2,5-二叔丁基-1,4-苯醌		30.451	0.34	—

注:“—”表示未查到相关资料。

参考文献

- [1] 钟漫, 钟煜, 邵正伟. 安顺金刺梨育苗、栽培、管护标准化技术初探[J]. 农业开发与装备, 2021, (5): 237-238.
- ZHONG M, ZHONG Y, SHAO ZW. Preliminary study on standardized technology of seedling raising, cultivation, management and care of *Rosa sterilis* var. *leioclada* in Anshun [J]. Agric Dev Equip, 2021, (5): 237-238.
- [2] CHEN GJ, KAN JQ. Characterization of a novel polysaccharide isolated from *Rosa roxburghii* Tratt fruit and assessment of its antioxidant *in vitro* and *in vivo* [J]. Int J Biol Macrom, 2018, 107: 166-174.
- [3] 刘思彤, 尹日凤, 韦明吟, 等. 刺梨预防 D-半乳糖诱发小鼠皮肤衰老的作用研究[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(9): 1-5.
- LIU ST, YIN RF, WEI YY, et al. Study on the effect of *Rosa roxburghii* Tratt on preventing skin aging induced by D-galactose in mice [J]. Food Res Dev, 2020, 41(9): 1-5.
- [4] WU PH, HAN SC, WU MH. Beneficial effects of hydroalcoholic extract from *Rosa roxburghii* Tratt fruit on hyperlipidemia in high-fat-fed rats [J]. Acta Cardiol Sin, 2020, 36(2): 148-159.
- [5] 陈辉. 刺梨黄酮对心衰大鼠 Integrin β₁、FAK 及 BAX、Bcl-2、p53 表达的影响[D]. 新乡: 新乡医学院, 2019.
- CHEN H. Effects of FRRT on the expression of Integrin β₁, FAK and BAX, Bcl-2 and p53 in heart failure rats [D]. Xinxiang: Xinxiang Medical University, 2019.
- [6] 宋长军. 刺梨口服液及其免疫活性研究[D]. 贵阳: 贵州大学, 2020.
- SONG CJ. Study on *Rosa roxburghii* Tratt oral liquid and its immune activity [D]. Guiyang: Guizhou University, 2020.
- [7] 刘翰飞, 何怡, 林冰, 等. 黔产刺梨复合型饮料的研制[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(16): 58-62.
- LIU HF, HE Y, LIN B, et al. Development of Guizhou *Rosa roxburghii* Tratt compound beverage [J]. Food Res Dev, 2019, 40(16): 58-62.
- [8] 张丹, 韦广鑫, 王文, 等. 安顺普定刺梨和无子刺梨营养成分及香气物质比较研究[J]. 食品工业科技, 2016, 37(12): 149-154, 177.
- ZHANG D, WEI GX, WANG W, et al. Comparative research on basic ingredients and volatile aroma compounds of *Rosa roxburghii* Tratt and *Rosa sterilis* D shi [J]. Sci Technol Food Ind, 2016, 37(12): 149-154, 177.
- [9] 郭志君, 杨磊, 骆红霞, 等. 苹果酸—乳酸发酵对刺梨酒香气的影响[J]. 食品与机械, 2022, 38(3): 197-204, 233.
- GUO ZJ, YANG L, LUO HX, et al. Effect of malolactic fermentation on volatile compounds of *Rosa roxburghii* Tratt wine [J]. Food Mach, 2022, 38(3): 197-204, 233.
- [10] 康志娇, 张明, 陈华国, 等. 刺梨渣制备刺梨果醋的工艺优化[J]. 贵州农业科学, 2013, 41(8): 170-172.
- KANG ZJ, ZHANG M, CHEN HG, et al. Optimization on the production technology of roxburgh rose vinegar based on *Rosa roxburghii* Tratt blag [J]. Guizhou Agric Sci 2013, 41(8): 170-172.
- [11] 侯璐. 高维生素 C 含量刺梨口服液的研究[D]. 无锡: 江南大学, 2009.
- HOU L. Study on the high content of vitamin C of *Rosa roxburghii* Tratt oral liquid [D]. Wuxi: Jiangnan University, 2009.
- [12] 范捷, 王秋霜, 秦丹丹, 等. 红茶品质及其相关生化因子研究进展[J]. 食品科学, 2020, 41(3): 246-253.
- FAN J, WANG QS, QIN DD, et al. Recent progress in black tea quality and related biochemical factors [J]. Food Sci, 2020, 42(3): 246-253.
- [13] 王莎莎, 马力. 茶饮料的加工技术进展[J]. 饮料工业, 2009, 12(4): 1-5.
- WANG SS, MA L. Progress in processing technology of tea drinks [J]. Bever Ind, 2009, 12(4): 1-5.
- [14] 冯彬彬. 茶叶提取物的药用价值及开发利用[D]. 重庆: 西南大学, 2007.
- FENG BB. Research on the medicinal value and utilization of tea polyphenol [D]. Chongqing: Southwest University, 2017.
- [15] 范乔. 蓝莓—茶复合饮料的调配与效果探究[D]. 贵阳: 贵州大学, 2019.
- FAN Q. Research on the deployment and effect of blueberry tea compound beverage [D]. Guiyang: Guizhou University, 2019.
- [16] 鄢平, 黄威, 胡久平. 一种刺梨茶及其制备方法: 中国, CN108740156A[P]. 2018-11-06.
- YAN P, HUANG W, HU JP. A kind of roxburgh tea and its making method: China, CN108740156A [P]. 2018-11-06.
- [17] PATRICIA S. Sensory evaluation of food principles and practices [J]. J Wine Res, 2013, 24(1): 80.
- [18] 李玉珍, 肖怀秋. 模糊数学评价法在食品感官评价中的应用[J]. 中国酿造, 2016, 35(5): 16-19.
- LI YZ, XIAO HQ. Application of fuzzy mathematics evaluation method in food sensory evaluation [J]. China Brew, 2016, 35(5): 16-19.
- [19] 付勋, 聂青玉, 李翔, 等. HS-SPME/GC-MS 测定玫瑰香橙果汁挥发性

- 成分[J]. 贵州师范大学学报(自然科学版), 2021, 39(4): 70–75.
- FU X, NIE QY, LI X, et al. Analysis of volatiles and aroma in rose-flavor orange juice by HS-SPME/GC-MS [J]. J Guizhou Norm Univ (Nat Sci Ed), 2021, 39(4): 70–75.
- [20] 陈耀兵, 李美东, 夏兰欣, 等. 顶空固相微萃取结合 GC-MS 对山桐子(油葡萄)香气成分比较分析[J/OL]. 中国粮油学报: 1-14. [2021-07-25]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2864.TS.20210723.1535.004.html>
- CHEN YB, LI MD, XIA LX, et al. Comparison and analysis of aroma components of *Idesia polycarpa* Maxim. (oil grape) from different varieties by solid-phase microextraction combined with GC-MS [J/OL]. J Chin Cere Oils Ass: 1-14. [2021-07-25]. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2864.TS.20210723.1535.004.html>
- [21] 杨华, 刘亚娜, 郭德军. 红豆越橘果汁及发酵果酒香气成分的 GC-MS 分析[J]. 中国酿造, 2014, 33(12): 133–138.
- YANG H, LIU YN, GUO DJ. Volatile components analysis of *Vaccinium vitis-idaea* juice and its fermented wine by GC-MS [J]. China Brew, 2014, 33(12): 133–138.
- [22] 宋照军, 马汉军, 刘玺, 等. 金银花·红茶复合保健饮料的工艺研究[J]. 安徽农业科学, 2008, (15): 6508–6510.
- SONG ZJ, MA HJ, LIU X, et al. Technical study on compound health beverage of honeysuckle and black tea [J]. J Anhui Agric Sci, 2008, (15): 6508–6510.
- [23] 冷桂华. 枸杞山楂汁复合饮料的研制[J]. 饮料工业, 2008, 11(12): 38–40.
- LENG GH. Preparation of compounded beverage of Chinese wolfberry and haw [J]. Bever Ind, 2008, 11(12): 38–40.
- [24] 陈永, 吕峰, 苏秀芳, 等. 模糊数学综合评判优化甘蔗龙眼火龙果猕猴桃复合发酵饮品配方[J]. 食品工业科技, 2020, 41(6): 155–160.
- CHEN Y, LV F, SU XF, et al. Comprehensive evaluation of formula for compound fermented beverage with sugarcane, longan, dragon fruit and kiwi fruit [J]. Sci Technol Food Ind, 2020, 41(6): 155–160.
- [25] 夏珂, 周小理. 野菊花茶饮料的制作及其感官品质的模糊综合评判研究[J]. 阜阳师范学院学报(自然科学版), 2014, 31(1): 49–53.
- XIA K, ZHOU XL. Production of chrysanthemum indicum tea beverage and fuzzy comprehensive evaluation of its sensory quality [J]. J Fuyang Norm Univ (Nat Sci Ed), 2014, 31(1): 49–53.
- [26] 顾苑婷, 彭邦远, 丁筑红. 基于 SPME-GC-MS 与 PCA 的不同萃取头萃取刺梨汁香气成分效果比较[J]. 食品与机械, 2019, 35(1): 47–53.
- GU YX, PENG BY, DING ZH. Evaluation of aroma components in *Rosa roxburghii* Tratt juice by SPME-GC-MS and PCA [J]. Food Mach, 2019, 35(1): 47–53.
- [27] 张文杰, 刘聪, 郑婷婷, 等. 不同萃取头对分析普洱熟茶挥发性成分的影响[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(20): 145–151.
- ZHANG WJ, LIU C, ZHENG TT, et al. Effects of different fibers on the analysis of volatile compounds of ripened Pu-erh tea [J]. Food Res Dev, 2018, 39(20): 145–151.
- [28] 刘敬科, 张爱霞, 李少辉, 等. 顶空固相微萃取-气相色谱-质谱法测定小米黄酒风味成分[J]. 色谱, 2017, 35(11): 1184–1191.
- LIU JK, ZHANG AIX, LI SH, et al. Determination of flavor compounds in foxtail millet wine by gas chromatography-mass spectrometry coupled with headspace solid phase microextraction [J]. Chin J Chromatogr, 2017, 35(11): 1184–1191.
- [29] 周志, 徐永霞, 胡昊, 等. 顶空固相微萃取和同时蒸馏萃取应用于 GC-MS 分析野生刺梨汁挥发性成分的比较研究[J]. 食品科学, 2011, 32(16): 279–282.
- ZHOU Z, XU YX, HU H, et al. Comparative application of head space-Solid phase micro-extraction and simultaneous distillation extraction for GC-MS analysis of volatile components in chestnut rose (*Rosa roxburghii* Tratt) juice [J]. Food Sci, 2011, 32(16): 279–282.
- [30] 付慧晓, 王道平, 黄丽荣, 等. 刺梨和无籽刺梨挥发性香气成分分析[J]. 精细化工, 2012, 29(9): 875–878.
- FU HX, WANG DP, HUANG LR, et al. Analysis of the volatile aroma compounds of *Rosa roxburghii* Tratt and *Rosa sterilis* [J]. Fine Chem, 2012, 29(9): 875–878.
- [31] 赵升连, 李永和, 李海燕, 等. SDE/GC-MS 分析无籽刺梨酒渣挥发性成分[J]. 中国食品添加剂, 2017, (3): 142–146.
- ZHAO SK, LI YH, LI HY, et al. The analysis of volatile flavor components of *Rosa Sterilis* dregs by SDE/GC-MS [J]. China Food Addit, 2017, (3): 142–146.
- [32] 席嘉佩, 詹萍, 田洪磊, 等. 基于 SPME-GC-MS 和 PCA 的不同萃取头对新疆烤羊肉香气成分萃取效果比较[J]. 食品科学, 2018, 39(10): 234–241.
- XI JP, ZHAN P, TIAN HL, et al. Comparison of different extraction fibers for analysis of characteristic aroma compounds in Xinjiang roasted lamb by SPME-GC-MS and PCA [J]. Food Sci, 2018, 39(10): 234–241.
- [33] 卢静茹, 林向阳, 张姐, 等. HS-SPME-GC-MS 联用分析美国巴旦木香气成分[J]. 食品科学, 2015, 36(2): 120–125.
- LU JR, LIN XY, ZHANG R, et al. Analysis of volatile aroma components in American almonds by SPME-GC-MS [J]. Food Sci, 2015, 36(2): 120–125.
- [34] 郭菁菁, 朱志玉, 陈通, 等. 酿酒酵母对黄酒品质及挥发性成分的影响[J]. 食品科技, 2020, 45(10): 33–40.
- GUO JJ, ZHU ZY, CHEN T, et al. Effect of *Saccharomyces cerevisiae* on the quality and volatile components of Chinese rice wine [J]. Food Sci Technol, 2020, 45(10): 33–40.
- [35] 彭云, 李果, 刘学艳, 等. 不同产地红茶香气品质的 SPME/GC-MS 分析[J]. 食品工业科技, 2021, 42(9): 228–235.
- PENG Y, LI G, LIU XY, et al. SPME/GC-MS analysis of aroma quality of black tea from different producing areas [J]. Sci Technol Food Ind, 2021, 42(9): 228–235.
- [36] 王绍梅, 宋文明, 冷燕, 等. 花香型古树滇红茶挥发物质气相色谱分析[J]. 江苏农业学报, 2021, 37(4): 1010–1015.
- WANG SM, SONG WM, LENG Y, et al. Gas chromatography analysis of volatile matter from Yunnan black tea with flower fragrance made from old trees [J]. Jiangsu J Agric Sci, 2021, 37(4): 1010–1015.

(责任编辑: 于梦娇 郑 丽)

作者简介



王 赞, 硕士研究生, 主要研究方向为食品加工与安全。

E-mail: 337009868@qq.com



阙 欢, 硕士, 教授, 主要研究方向为农林食品加工及研发。

E-mail: 13700650213@163.com