

循环煮制对德州扒鸡香辛料包挥发性风味物质的影响

顾明月¹, 盖圣美¹, 崔晓莹¹, 王欢¹, 吴金城¹, 赵志南¹, 张庆永², 刘登勇^{1,3*}

(1. 渤海大学食品科学与工程学院, 生鲜农产品贮藏加工及安全控制技术国家地方联合工程研究中心, 锦州 121013; 2. 山东德州扒鸡股份有限公司, 德州 253003; 3. 肉类生产与加工质量安全控制协同创新中心, 南京 210095)

摘要: **目的** 研究循环煮制对德州扒鸡香辛料包挥发性风味物质的影响, 确定香辛料包最佳循环使用次数。**方法** 采用蒸馏法和固相微萃取结合气相色谱质谱联用仪(solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry, SPME-GC-MS)分别测定不同循环煮制次数德州扒鸡香辛料包中的精油含量和挥发性风味物质组成及含量, 并通过计算相对气味活度值(relative odor activity value, ROAV)确定其主体风味成分, 分析香辛料包循环煮制对风味的影响。**结果** 随着循环煮制次数增加, 香辛料包中精油的含量逐渐降低, 煮制1次后精油含量不再发生显著变化($P>0.05$)。香辛料包中共鉴定出81种挥发性风味物质, 香辛料包主体风味成分为丁香酚、茴香脑、 α -蒎烯、D-柠檬烯和肉桂酸乙酯。相对含量占比较高的酚类、醚类、烃类均在煮制2次后不再发生显著变化($P>0.05$)。**结论** 德州扒鸡香辛料包循环煮制2次即可。

关键词: 香辛料包; 循环煮制; 挥发性风味物质; 相对气味活度值; 德州扒鸡

Effect of circulating cooking on volatile flavor compounds in Dezhou braised chicken spices packets

GU Ming-Yue¹, GAI Sheng-Mei¹, CUI Xiao-Ying¹, WANG Huan¹, WU Jin-Cheng¹,
ZHAO Zhi-Nan¹, ZHANG Qing-Yong², LIU Deng-Yong^{1,3*}

(1. College of Food Science and Technology, Bohai University, National & Local Joint Engineering Research Center of Storage, Processing and Safety Control Technology for Fresh Agricultural and Aquatic Products, Jinzhou 121013, China; 2. Shandong Dezhou Braised Chicken Co., Ltd., Dezhou 253003, China; 3. Collaborative Innovation Center of Meat Production and Processing, Quality and Safe Control, Nanjing 210095, China)

ABSTRACT: Objective To investigate the effect of circulating cooking on the volatile flavor compounds of Dezhou braised chicken spice package, and determine the optimal cycle number of spice package. **Methods** The content of essential oil and volatile flavor substances in spice packets of Dezhou braised chicken spice package were determined by distillation method and solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry (SPME-GC-MS), while the main flavor components and the effect of the number of cycles of spice packets on flavor

基金项目: 辽宁省“兴辽英才计划”项目资助(XLYC1807100)、辽宁省高等学校产业技术研究院重大应用研究项目(041804)

Fund: Supported by Liaoning Revitalization Talents Program (XLYC1807100), and the Major Applied Research Project of Industrial Technology Research Institute of Liaoning Province (041804)

***通讯作者:** 刘登勇, 博士, 教授, 主要研究方向为肉品加工与质量安全控制、食品风味与感官科学。E-mail: jz_dyliu@126.com

***Corresponding author:** LIU Deng-Yong, Ph.D, Professor, Bohai University, No.19, Keji Road, New Songshan District, Jinzhou 121013, China. E-mail: jz_dyliu@126.com

were determined and analyzed by calculating the relative odor activity value (ROAV). **Results** As the number of cooking cycles increases, the content of essential oil in the spice package decreases gradually, and the content of essential oil did not change significantly after first cooking ($P>0.05$). A total of 81 volatile flavor substances were identified in the spice package. The main flavor components of the spice package were eugenol, anethole, α -pinene, *D*-limonene and ethyl cinnamate. The relatively high proportion of phenols, ethers and hydrocarbons did not change significantly after cooking twice ($P>0.05$). **Conclusion** Dezhou braised chicken spice package can be boiled twice.

KEY WORDS: spice package; circulating cooking; volatile flavor component; relative odor activity value; Dezhou braised chicken

1 引言

肉制品加工中利用香辛料抑臭、除异味,主要是香辛料本身某些风味可掩盖肉类中的不良风味,以及香辛料中的大量功能性小分子可减少肉制品中挥发性酸等异味成分的生成^[1]。同时起赋香、增香效果^[2],香辛料散发出的香味,是其中含有的各种具有芳香气味的挥发性物质共同作用的结果^[3]。根据添加香辛料的种类和数量不同,可使肉制品呈现出香、辛、甜、苦、辣、麻等特征气味。

德州扒鸡是以循环使用的老汤为底料,辅以白芷、砂仁、甘草、陈皮、豆蔻、花椒、丁香、肉蔻、良姜、草果、桂皮、肉桂、八角、山奈、香叶和小茴香^[4]等十六种香辛料,以文火焖煮而成。德州扒鸡的独特之处在于突出调味料、香辛料及鸡肉本身的香气,增加产品外观和色泽,赋予产品咸、鲜、香等滋味和气味,秘而不宣的配方是扒鸡形成特征性风味的关键因素。

目前,相关研究主要聚焦于单一香辛料挥发性风味的研究,而有关复合香辛料挥发性风味的研究较少。袁华伟等^[5]采用固相微萃取结合气相色谱质谱联用技术(solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry, SPME-GC-MS)分析了 6 种香辛料挥发性成分;孙丰义等^[6]采用固相微萃取法(solid phase micro-extraction, SPME)和溶剂辅助风味蒸发(solvent-assisted flavor evaporation, SAFE)对比分析炸花椒油挥发性风味成分;李磊等^[7]测定了桂皮挥发性风味成分。香辛料在扒鸡加工过程中对风味起着重要作用,随料包循环煮制次数的增加,会对风味产生一定影响。为确定德州扒鸡实际生产中香辛料包循环煮制过程的挥发性风味物质的变化规律,本研究以煮制扒鸡时不同循环煮制次数的香辛料为对象研究挥发性风味物质的变化情况。通过蒸馏法测定精油含量,SPME-GC-MS 分离鉴定挥发性风味物质,计算各物质相对含量,结合相对气味活度值(relative odor activity value, ROAV),确定香辛料包主体风味成分,研究循环煮制对香辛料包挥发性风味物质的影响,为保持扒鸡产品风味品质稳定和标准化的工艺操作提供指导。

2 材料与方法

2.1 材料与试剂

香辛料包(1.250 kg),山东德州扒鸡有限公司规模化扒鸡生产车间。

香辛料包种类组成:德州扒鸡香辛料包由 16 种不同香辛料组成,包括白芷、砂仁、甘草、陈皮、豆蔻、花椒、丁香、肉蔻、良姜、草果、桂皮、肉桂、八角、山奈、香叶和小茴香;

香辛料产地、香辛料包中不同香辛料比例:本研究所使用的香辛料包与德州扒鸡企业加工生产所用香辛料包完全一致;德州扒鸡加工所使用的香辛料包是企业的保密配方,与其独特的风味形成密切相关,因此产地和比例信息在文章中没有介绍。

香辛料与水的比例:每个煮锅加水体积为 1.65 m³,每锅加 9 包香辛料包(1.25 kg),约为 1:146.67。

煮制时间:煮制时间与扒鸡正常生产工艺时间相同,为 5 h。

二甲苯(分析纯,国药集团化学试剂有限公司)。

2.2 主要仪器

Agilent7890A-5975C 型气相色谱-质谱联用仪(美国安捷伦公司);12 管防交叉污染型(DL)固相微萃取装置、20 mL 顶空钳口样品瓶、75 μ m CAR/PDMS 萃取针(美国 Supelco 公司);ME204E 电子分析天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司);SY-1230 型恒温水浴槽(上海沪粤明科学仪器有限公司);DK-98 可调式电热炉(浙江永前电器有限公司);500 g 高速中药粉碎机(天津华鑫仪器);ZHT 型自动恒温电热套(山东鄒城华鲁电热仪器有限公司)。

2.3 实验方法

2.3.1 样品制备

扒鸡采用老汤煮制而成,但每批次扒鸡煮制前都会补充若干香辛料包,新配制的干香辛料包编号为 0 号包,煮制 n 次以后则编号为 n 号包。为研究不同循环煮制次数对香辛料挥发性风味的影响,分别将香辛料包循环煮制

1~4 次, 煮制完成后, 各取一个 1、2、3、4 号料包备用, 并取一干料包作为对照。各香辛料包先在通风条件下自然晾干, 用粉碎机将其全部粉碎, 混合均匀, 用四分法采样, 包装后冷藏备用。

2.3.2 香辛料包中精油含量的测定

按照国家标准 GB/T 30385-2013《香辛料与调味品 挥发油含量的测定》^[8]方法测定。

2.3.3 香辛料包中风味物质分离与鉴定

挥发性物质富集: 分别称取 4 g 香辛料转移至 20 mL 顶空瓶中, 用聚四氟乙烯隔垫迅速封口。将顶空瓶置于 50 °C 水浴条件下预热 10 min, 55 °C 水浴条件下用 SPME 萃取针(已活化)顶空萃取 45 min 后, 将萃取针插入气相色谱仪进样口进行解吸, 解吸温度 240 °C、解吸时间 4 min。

气相色谱条件: 毛细管柱为 HP-5MS(30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 前进样口温度 250 °C; 载气(He)流速 1.0 mL/min; 不分流模式进样; 程序升温: 初始柱温 40 °C, 保持 3 min, 以 3 °C/min 升至 70 °C, 以 5 °C/min 升至 180 °C, 再以 10 °C/min 升至 230 °C 并保持 5 min。

质谱条件: 色谱-质谱接口温度 280 °C, 离子源温度 230 °C, 四极杆温度 150 °C; 离子化方式 EI; 电子能量 70 eV; 质量扫描范围 m/z 30~550。

香辛料包风味物质鉴定结果通过计算机谱库(Nist/Wiley)进行检索, 并配合手动检索校对信息, 正反匹配度均大于 800(最大值为 1000)或有一个匹配度大于 900 的成分作为定性结果。采用与样品分析相同的色谱条件, 以 C7~C30 正构烷烃作为标准, 计算挥发性化合物的保留指数。各化合物峰面积由软件系统计算, 利用面积归一化法计算各挥发性风味成分的相对含量。参考刘登勇等^[9]的方法计算各成分的 ROAV, 并确定主体风味成分。相对香气值(relative odor activity value, ROAV)的大小表示相应挥发性风味化合物对样品总体香气的贡献程度, 所有组分的 $ROAV \leq 100$, 且 ROAV 值越大的组分对样品总体风味的贡献也越大。定义 $ROAV \geq 1$ 的组分为所分析样品的主体香味物质, $0.1 \leq ROAV < 1$ 的组分对样品的总体风味具有重要的修饰作用。ROAV 的具体计算按公式 1 进行:

$$ROAV_i \approx 100 \times \frac{C_i}{C_{\max}} \times \frac{T_{\max}}{T_i} \quad (1)$$

式中: C_i 、 T_i 是指各挥发性物质的相对百分含量和相对应的感觉阈值;

$C_{\max}$ 、 $T_{\max}$ 是指对样品总体风味贡献最大的组分的相对百分含量和相对应的感觉阈值。

2.4 数据处理

每组实验重复 3 次, 采用 GCMS 数据分析软件和 SPSS 23 软件进行显著性分析, 结果以平均值±标准差表示, 显著性水平为 $P < 0.05$ 。

3 结果与分析

3.1 香辛料包精油含量检测结果

如图 1 所示, 随着循环煮制次数的增加, 香辛料包中的精油含量逐渐减少, 料包中的精油随着煮制过程逐渐迁移至鸡肉、老汤以及逸散到空气中。其中 0 号料包即未经煮制料包精油含量最多, 为 3.67 mL/100 g; 煮制一次后 1 号料包的精油含量急剧减少, 为 1.88 mL/100 g。随着煮制次数的增加, 2 号、3 号、4 号料包精油含量与 1 号料包精油含量之间无显著差异($P > 0.05$)。

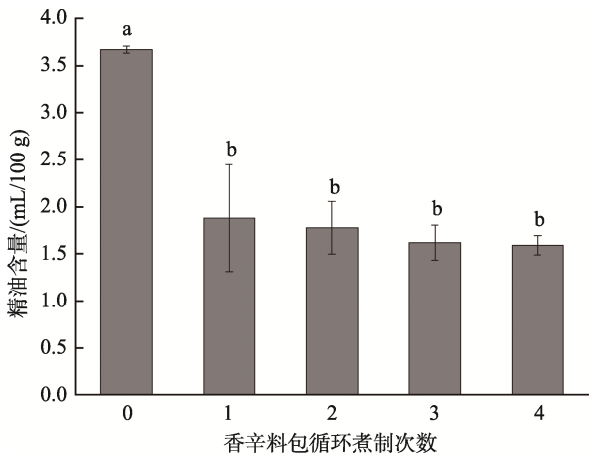


图 1 循环使用次数对香辛料包中精油含量的影响($n=9$)
Fig.1 Effect of using times on essential oil content of total spices ($n=9$)

3.2 香辛料包 SPME-GC-MS 检测结果

SPME 法萃取针可在一定温度下吸附提取样品中的挥发性化合物, 并在特定的温度下进行释放, 经 GC-MS 升温程序从而区分出不同的挥发性化合物, 生成总离子流图, 再与 GC-MS 自带谱库作对比, 将大量挥发性化合物鉴定出来^[10]。对 GC-MS 分析检测的成分进行分类并计算相对含量, 5 组香辛料包的挥发性风味成分数量及各类成分相对含量如表 1 所示。从 5 组香辛料包中分别鉴定出 61、69、67、66、62 种挥发性风味物质, 其中煮制 1 次的香辛料包中检测出的主要风味化合物种类最多。检测出的各类挥发性物质中相对含量占比较高的酚类、醚类、烃类均在煮制 2 次后相对含量不再发生显著变化。

香辛料包中各种挥发性物质及相对含量如表 2 所示, 5 组香辛料包中共鉴定出 81 种挥发性风味物质, 包括 45 种烃类、13 种醇类、7 种酯类、5 种醛类、5 种酮类、3 种醚类、2 种酚类和 1 种其他类物质。

各不同循环煮制次数香辛料包中挥发性风味以烃类物质居多, 分别有 38、36、37、34、35 种, 其相对含量分别为 52.97%、29.40%、33.83%、32.56%、29.75%。5 组中共有的烃类有 28 种, 其中相对含量较高的有 D-柠檬烯、

表 1 香辛料包中挥发性物质相对含量及种类(n=9)
Table 1 Relative content and types of volatile compounds in spices (n=9)

挥发性成分类别	0 号		1 号		2 号		3 号		4 号	
	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	8	2.10±0.27 ^a	11	2.31±0.29 ^{ab}	12	2.85±0.31 ^{ab}	12	2.83±0.56 ^b	10	2.45±0.45 ^b
酚类	2	5.37±0.64 ^a	2	11.08±1.61 ^b	2	8.99±1.90 ^b	2	5.84±1.32 ^a	2	5.27±0.28 ^a
醚类	3	36.54±2.73 ^a	3	50.28±0.45 ^b	3	50.04±3.78 ^b	3	51.67±8.92 ^{bc}	3	59.76±4.74 ^c
醛类	1	0.03±0.01	5	0.30±0.10	3	0.28±0.24	3	1.34±1.78	3	0.20±0.07
烃类	38	52.97±1.95 ^b	36	29.40±0.57 ^a	37	33.83±2.78 ^a	34	32.56±9.11 ^a	35	29.75±4.40 ^a
酮类	4	1.68±0.11 ^b	5	1.47±0.32 ^{ab}	3	1.28±0.00 ^{ab}	4	1.41±0.33 ^{ab}	3	1.01±0.09 ^a
酯类	4	1.05±0.19 ^a	6	1.44±0.61 ^{ab}	6	1.90±0.36 ^b	7	1.94±0.14 ^b	5	1.49±0.09 ^{ab}
其他	1	0.09±0.01	1	0.08±0.01	1	0.09±0.01	1	0.09±0.02	1	0.10±0.02

注：不同字母表示不同料包差异显著性(P<0.05)。

β -水芹烯、 α -蒎烯、 β -蒎烯、石竹烯等。*D*-柠檬烯有柠檬香、橙香^[11]的清淡香气。松节油、芫荽、橙花等 400 多种精油中均有 α -蒎烯存在， α -蒎烯有松木、树脂样香气。 β -蒎烯常常和 α -蒎烯一起存在于松节油中，也存在于柠檬油、肉蔻油、芫荽子油等精油中。石竹烯在肉蔻、肉桂叶油、胡椒、桂皮油、丁香叶油中^[12]均存在，有辛香、木香、柑橘香、樟脑香和药草味^[13]。不同煮制次数的 4 组料包中 α -蒎烯、 α -水芹烯、 β -水芹烯、茨烯、 β -榄香烯、石竹烯、 α -香柠檬、 β -桉叶烯等物质的相对含量较 0 号料包显著减少(P<0.05)，可能是经煮制后香辛料中的这些物质部分迁移至扒鸡、老汤中及逸散到空气中。

大部分醇类化合物均有令人愉快的香气，其中不饱和醇类阈值较低，对风味贡献较大^[14]。5 组中醇类各有 8、11、12、12、10 种，相对含量分别为 2.10%、2.31%、2.85%、2.83%、2.45%；5 组共有的醇类是芳樟醇、香芹醇、2-茨醇、4-萜烯醇、 α -松油醇、榄香醇、E-橙花叔醇、萜荜烯醇。芳樟醇天然存在于芳樟油、香柠檬油、芫荽子油、橙花和橙叶油中，具有花香、柑橘香、玫瑰香^[13]。 α -松油醇天然存在于桂叶、肉蔻中，具有类似紫丁香的清香香气。0 号料包中的芳樟醇、香芹醇、2-茨醇、反式-橙花叔醇的相对含量均与其他 4 组料包存在显著差异(P<0.05%)。其中，芳樟醇、香芹醇、2-茨醇的相对含量随香辛料煮制次数的增加而逐渐减小。4-萜烯醇和 E-橙花叔醇的相对含量随香辛料煮制次数的增加而逐渐增加。 α -松油醇、榄香醇的相对含量均在煮制 2 次后达到最大值。料包经过煮制后新增加醇类有反式-2-对-薄荷烯-1-醇、顺式-2-对-薄荷烯-1-醇、葑醇、胡萝卜醇。

5 组中酚类相对含量分别为 5.37%、11.08%、8.99%、5.84%、5.27%，共有的酚类是丁香酚和甲基丁香酚。丁香酚是丁香挥发油(含 80%左右)^[15]、月桂叶油(含 80%左右)、樟脑油中最主要的风味物质，有强烈的丁香辛香气、烟熏香气、熏肉样香气。甲基丁香酚也可能来源于丁香中。这两种物质的相对含量都是随煮制次数的增加而逐渐减小，

丁香酚在煮制 1 次后相对含量达到最大值，甲基丁香酚煮制 2 次后相对含量达到最大值。

5 组中醚类相对含量分别为 36.54%、50.28%、50.04%、51.67%、59.76%，共有的醚类是茴香脑、草蒿脑、肉蔻醚。茴香脑又称丙烯基茴香醚，是香辛料包所有风味物质中相对含量最高的物质，存在于八角茴香、小茴香中，具有茴香、辛香料、甘草的气味^[13]。其相对含量随煮制次数的增加而上升，从煮制第 1 次的 33.22%升至第 4 次的 54.62%，说明其挥发性较差，容易累积^[16]。草蒿脑存在于茴香中，具有茴香、药香、薄荷、辛香等风味。肉蔻醚来源于肉蔻。

醛类物质是挥发性成分的重要组成物质，多具有果香、坚果、糖果香味，其阈值较低，对风味形成具有重要作用^[17]。5 组样品中醛类各有 1、5、3、3、3 种，相对含量分别为 0.03%、0.30%、0.28%、1.34%、0.20%，共有的是苯甲醛，苯甲醛是肉桂中的主要醛基物质，有典型的肉桂香辛气息^[18]。经煮制的料包较 0 号料包增加的醛有糠醛、香茅醛、大茴香醛、长叶烯醛。

5 组中酮类各有 4、5、3、4、3 种，相对含量分别为 1.68%、1.47%、1.28%、1.41%、1.01%，共有的是樟脑、榄香素、花椒素。樟脑天然存在于樟树油中，具有类似薄荷的清凉气息^[13]，随煮制次数增加，相对含量逐渐减少。榄香素主要源于肉蔻。花椒素的相对含量随煮制次数的增加而逐渐降低，从煮制第 1 次的 1.00%降至第 4 次的 0.74%。

5 组中酯类各有 4、6、6、7、5 种，共有的酯类是乙酸香叶酯、肉桂酸乙酯、对甲氧基桂皮酸乙酯。乙酸香叶酯存在于丁香、桂皮、肉蔻及八角茴香中，有玫瑰、香柠檬和薰衣草的香气^[19]，可能是由香辛料中常见的芳樟醇、松油醇与老汤或扒鸡中脂肪氧化产物乙酸反应产生的^[20]。有些酯类如肉桂酸甲酯和乙酸肉桂酯只有在料包经过煮制后才出现，因为经过反复卤煮后，香辛料中的风味成分进一步加剧脂质的氧化从而产生更多新物质。其中肉桂酸乙酯和对甲氧基桂皮酸乙酯源于肉桂，具有香酯样的芬芳气味^[21]。

表 2 不同循环煮制次数香辛料包挥发性风味物质相对含量分析($n=9$)
Table 2 Analysis of relative content of volatile flavor substances in different repeated braising cycles of spices ($n=9$)

化合物名称	保留时间/min	香辛料包挥发性风味物质的相对含量/%				
		0 号	1 号	2 号	3 号	4 号
醇类						
(<i>E</i>)-2-对-薄荷烯-1-醇	17.996	—	0.02±0.00 ^b	0.03±0.00 ^{ab}	0.03±0.00 ^{ab}	—
芳樟醇	18.169	0.43±0.08 ^b	0.33±0.06 ^{ab}	0.29±0.05 ^a	0.28±0.04 ^a	0.23±0.04 ^a
香芹醇	18.445	0.02±0.00 ^b	0.01±0.00 ^a	0.01±0.00 ^a	0.01±0.00 ^{ab}	0.01±0.00 ^a
葑醇	18.572	—	0.01±0.00	0.01±0.00	0.01±0.00	0.01±0.00
<i>cis</i> -2-对-薄荷烯-1-醇	18.849	—	0.02±0.01 ^{ab}	0.04±0.00 ^b	0.04±0.01 ^b	0.03±0.00 ^b
2-茨醇	20.384	0.24±0.03 ^b	0.14±0.01 ^a	0.14±0.04 ^a	0.13±0.04 ^a	0.08±0.01 ^a
4-萜烯醇	20.776	0.57±0.07 ^a	1.11±0.15 ^b	1.49±0.14 ^{cd}	1.60±0.21 ^d	1.20±0.15 ^{bc}
α -松油醇	21.283	0.51±0.05	0.54±0.01	0.55±0.06	0.50±0.09	0.42±0.03
(<i>Z</i>)-3-癸烯-1-醇	21.906	—	—	0.06±0.03	—	—
榄香醇	31.101	0.05±0.01	0.03±0.00	0.11±0.11	0.05±0.02	0.05±0.01
<i>E</i> -橙花叔醇	31.343	0.16±0.01 ^d	0.06±0.01 ^a	0.10±0.01 ^c	0.09±0.00 ^{bc}	0.08±0.01 ^{ab}
胡萝卜醇	32.243	—	—	—	0.04±0.01	—
葑澄茄烯醇	32.924	0.08±0.03	0.05±0.01	0.06±0.02	0.10±0.05	0.06±0.01
酚类						
丁香酚	26.648	5.11±0.51 ^a	9.63±1.08 ^c	7.27±1.02 ^b	4.78±1.08 ^a	4.86±0.24 ^a
甲基丁香酚	27.559	0.15±0.01 ^a	0.30±0.01 ^{ab}	0.71±0.14 ^c	0.49±0.13 ^{bc}	0.25±0.16 ^a
醚类						
草蒿脑	21.537	1.80±0.12 ^b	0.91±0.15 ^a	0.95±0.09 ^a	0.97±0.16 ^a	0.84±0.16 ^a
茴香脑	23.279	33.22±3.08 ^a	46.8±0.53 ^{bc}	46.95±2.23 ^{bc}	43.48±6.70 ^b	54.62±3.54 ^c
肉豆蔻醚	30.524	2.10±0.01 ^a	1.77±0.23 ^{ab}	1.94±0.95 ^{ab}	3.09±0.21 ^b	3.15±0.53 ^b
其他类						
氧化石竹烯	31.908	0.10±0.01	0.08±0.01	0.09±0.00	0.10±0.01	0.10±0.01
醛类						
糠醛	6.771	—	0.02±0.01	—	—	—
苯甲醛	12.227	0.04±0.00 ^a	0.04±0.01 ^a	0.05±0.02 ^a	1.11±0.51 ^b	0.04±0.00 ^a
香茅醛	19.957	—	0.01±0.00	—	—	—
茴香醛	23.787	—	0.24±0.07 ^b	0.31±0.13 ^{ab}	0.21±0.04 ^{ab}	0.17±0.04 ^{ab}
长叶烯醛	32.162	—	0.02±0.01	0.03±0.00	0.03±0.00	0.05±0.01
烃类						
β -崖柏烯	10.474	0.37±0.11	0.31±0.04	0.44±0.03	0.43±0.06	0.39±0.10
α -蒎烯	10.889	5.22±1.21 ^b	1.92±0.14 ^a	2.44±0.03 ^a	2.94±0.74 ^a	2.19±0.51 ^a
茨烯	11.431	1.72±0.34 ^b	0.32±0.02 ^a	0.48±0.04 ^a	0.5±0.16 ^a	0.38±0.08 ^a
β -水芹烯	12.920	6.82±1.24 ^b	3.99±0.23 ^a	3.33±0.32 ^a	3.99±1.37 ^a	2.70±0.61 ^a

续表 2

化合物名称	保留时间/min	香辛料包挥发性风味物质的相对含量/%				
		0 号	1 号	2 号	3 号	4 号
β -蒎烯	13.000	3.21±1.38 ^b	1.55±0.1 ^a	1.75±0.17 ^{ab}	2.07±0.33 ^{ab}	1.82±0.35 ^{ab}
α -水芹烯	14.131	0.91±0.13 ^b	0.42±0.04 ^a	0.53±0.07 ^a	0.67±0.20 ^{ab}	0.48±0.10 ^a
3-蒎烯	14.385	1.73±0.32 ^a	0.5±0.06 ^b	0.76±0.16 ^b	0.71±0.13 ^b	0.61±0.20 ^b
2-蒎烯	14.811	0.80±0.20 ^{ab}	0.46±0.07 ^a	0.83±0.10 ^b	0.96±0.20 ^b	0.71±0.15 ^{ab}
D-柠檬烯	15.711	11.04±4.12	8.39±0.33	8.09±0.47	7.47±1.67	6.98±1.39
t trans- β -罗勒烯	15.827	0.38±0.05	0.60±0.06	0.38±0.08	0.49±0.27	0.42±0.15
β -罗勒烯	16.161	0.33±0.01	—	—	—	—
γ -蒎品烯	16.577	1.62±0.22 ^{ab}	1.17±0.08 ^a	1.64±0.16 ^{ab}	1.85±0.30 ^b	1.37±0.24 ^{ab}
cis-水合桉烯	18.007	0.07±0.01	—	0.04±0.00	—	—
蒎品油烯	17.615	0.74±0.11	0.57±0.06	0.67±0.04	0.81±0.17	0.59±0.09
(4E, 6Z)-allo-罗勒烯	19.126	—	0.08±0.01 ^b	0.05±0.02 ^{ab}	0.07±0.01 ^{ab}	0.08±0.05 ^b
δ -榄香烯	25.817	0.12±0.01	0.13±0.10	0.13±0.11	0.13±0.1	0.06±0.01
衣兰烯	26.879	2.53±0.26 ^b	0.53±0.04 ^a	0.52±0.03 ^a	0.58±0.15 ^{ab}	0.62±0.03 ^{ab}
α -葑澄茄烯	26.117	0.86±0.11	1.73±0.15	2.12±0.26	2.72±0.9	2.18±0.31
β -榄香烯	27.236	0.36±0.02 ^b	0.25±0.01 ^a	0.24±0.05 ^a	0.29±0.04 ^a	0.28±0.01 ^a
毕澄茄烯	27.409	0.21±0.02 ^b	—	0.16±0.02 ^a	0.17±0.02 ^{ab}	0.12±0.01 ^a
蒜头烯	27.259	—	0.07±0.01	—	0.09±0.00	—
α -古芸烯	27.617	0.14±0.01	—	—	—	—
石竹烯	28.067	4.62±0.19 ^d	1.98±0.38 ^a	2.29±0.09 ^{ab}	2.6±0.27 ^{bc}	2.9±0.11 ^c
γ -衣兰油烯	28.159	0.15±0.03	—	—	—	—
β -葑澄茄烯	28.136	—	0.05±0.01	0.06±0.01	0.08±0.01	0.07±0.00
α -香柠檬	28.286	0.68±0.03 ^b	0.33±0.03 ^a	0.35±0.04 ^a	0.36±0.03 ^a	0.38±0.02 ^a
香橙烯	28.401	—	0.04±0.01	0.16±0.11	0.06±0.01	0.05±0.00
葑草烯	28.817	1.45±0.12 ^c	0.66±0.14 ^a	0.94±0.34 ^{ab}	1.21±0.24 ^{bc}	0.83±0.01 ^{ab}
α -愈创木烯	28.932	—	0.08±0.01	0.10±0.02	—	—
β -杜松烯	29.232	0.13±0.02	—	—	—	—
γ -衣兰油烯	29.313	0.57±0.07 ^b	0.30±0.04 ^a	0.38±0.06 ^{ab}	0.42±0.02 ^a	0.45±0.09 ^{ab}
α -姜黄烯	29.463	0.75±0.07	0.58±0.08	0.66±0.10	0.69±0.12	0.60±0.11
β -桉叶烯	29.59	0.26±0.02 ^c	0.12±0.01 ^a	0.14±0.01 ^{ab}	0.15±0.02 ^b	0.15±0.01 ^{ab}
α -姜烯	29.809	2.02±0.05	0.79±0.13	2.02±0.70	—	—
十五烷	29.878	2.15±1.14 ^b	—	1.7±0.08 ^{ab}	—	0.93±0.19 ^a
α -衣兰油烯	29.809	—	0.69±0.41	—	—	0.42±0.02
α -法尼烯	30.074	0.46±0.08	0.31±0.06	0.50±0.14	0.56±0.13	0.51±0.05
β -红没药烯	30.132	0.48±0.02	0.31±0.06	0.34±0.01	0.45±0.09	0.41±0.05
γ -杜松烯	30.293	0.28±0.01	0.11±0.03	0.50±0.45	0.26±0.12	0.16±0.01
α -人参烯	30.374	—	0.02±0.00 ^{ab}	0.03±0.00 ^{ab}	0.04±0.00 ^b	0.04±0.01 ^b

续表 2

化合物名称	保留时间/min	香辛料包挥发性风味物质的相对含量/%				
		0 号	1 号	2 号	3 号	4 号
α -衣兰油烯	30.836	0.15±0.01	0.08±0.03	0.10±0.05	0.11±0.02	0.07±0.00
α -二氢莰蒲烯	30.962	0.15±0.01 ^b	0.10±0.02 ^a	0.11±0.02 ^{ab}	0.14±0.02 ^{ab}	0.12±0.01 ^{ab}
十六烷	32.081	0.10±0.04	—	—	—	—
2-甲基-十六烷	33.500	0.04±0.01	—	—	—	—
8-十七烯	33.823	0.05±0.00 ^b	0.02±0.01 ^a	0.05±0.00 ^b	0.05±0.00 ^b	0.04±0.00 ^b
酮类						
松香芹酮	18.665	0.04±0.00 ^b	0.01±0.00 ^a	—	0.02±0.00 ^a	—
樟脑	19.668	1.34±0.06 ^b	0.40±0.03 ^{ab}	0.42±0.24 ^{ab}	0.55±0.28 ^{ab}	0.25±0.02 ^{ab}
胡椒酮	23.752	—	0.09±0.06	—	—	—
榄香素	31.193	0.06±0.01 ^a	0.07±0.01 ^a	0.21±0.05 ^b	0.11±0.01 ^a	0.10±0.02 ^a
花椒素	33.985	0.27±0.03 ^a	1.00±0.22 ^b	0.85±0.15 ^b	0.86±0.17 ^b	0.76±0.07 ^b
酯类						
乙酸香叶酯	26.982	0.19±0.04 ^a	0.32±0.09 ^{ab}	0.38±0.14 ^b	0.43±0.02 ^b	0.33±0.02 ^{ab}
肉桂酸甲酯	27.098	—	0.08±0.04	0.13±0.03	0.12±0.01	0.09±0.00
(E)-2-乙酸癸烯酯	27.525	—	—	—	0.42±0.13	—
乙酸肉桂酯	28.551	—	0.06±0.01	0.06±0.01	0.06±0.01	0.08±0.00
肉桂酸乙酯	29.094	0.66±0.10	0.65±0.25	0.93±0.10	0.95±0.04	0.68±0.04
乙酰丁香酚酯	30.651	0.11±0.01 ^a	1.25±0.42 ^{ab}	1.51±0.26 ^b	0.58±0.48 ^{ab}	—
对甲氧基桂皮酸乙酯	35.75	0.20±0.03 ^a	0.33±0.14 ^{ab}	0.41±0.07 ^b	0.41±0.05 ^b	0.34±0.02 ^{ab}

注: “—”表示未检测到该物质; 不同字母表示不同料包差异显著性($P<0.05$)。

表 3 香辛料包风味物质及其相对香气值
Table 3 ROAVs of volatile compounds in spices samples

化合物名称	保留时间/min	CAS 号	感觉阈值/(ng/g)	ROAV				
				0	1	2	3	4
4-萜烯醇	20.776	562-74-3	340	1.02	0.02	0.02	0.02	0.02
丁香酚	26.648	97-53-0	7.1	4.36	8.35	4.40	2.83	4.03
草蒿脑	21.537	140-67-0	7.5	1.45	0.75	0.54	0.54	0.66
茴香脑	23.279	104-46-1	15	13.42	19.20	13.46	12.20	21.42
α -蒎烯	10.889	7785-70-8	6	5.27	1.97	1.75	2.06	2.15
D-柠檬烯	15.711	5989-27-5	10	6.69	5.16	3.48	3.15	4.11
肉桂酸乙酯	29.094	103-36-6	0.04	100.00	100.00	100.00	100.00	100.00

注: 仅报道 ROAV 值大于 1(ROAV>1)的风味物质。

3.3 ROAV 鉴定关键性风味物质

ROAV 越大, 对挥发性风味的贡献越大。为进一步确定香辛料的关键性风味, 结合香辛料包样品中共有的化合物的相对含量和感觉阈值, 确定各挥发性化合物的 ROAV

值, 如表 3 所示。在检测出的 81 种挥发性物质中有 7 种物质的 ROAV 值大于 1, 为 4-萜烯醇、丁香酚、茴香脑、茴香醛、 α -蒎烯、D-柠檬烯和肉桂酸乙酯, 说明它们对香辛料包的香气有贡献作用, 是香辛料的主体风味物质。

4 结 论

研究循环煮制对香辛料包精油含量和挥发性风味成分种类和相对含量的影响。采用蒸馏法测定精油含量, 0 号料包精油含量与其他料包之间存在显著差异($P < 0.05$)。采用 SPME-GC-MS 法从香辛料包中共检出 81 种挥发性物质, 包括烃类 45 种、醇类 13 种、酯类 7 种、醛类 5 种、酮类 5 种、醚类 3 种、酚类 2 种和其他类 1 种。5 组香辛料包挥发性成分总数分别为 61、69、67、66、62 种, 随循环煮制次数增加, 挥发性成分种类先增加后减少。相对含量较高的酚类、醚类、烃类均在煮制 2 次后相对含量不再发生显著变化。共有且相对含量较高的挥发性成分包括茴香脑、*D*-柠檬烯、丁香酚、 β -水芹烯等。ROAV 结果表明香辛料包主体风味物质为 4-萜烯醇、丁香酚、茴香脑、茴香醛、 α -蒎烯、*D*-柠檬烯、肉桂酸乙酯。香辛料包循环煮制 2 次较为合理。

参考文献

- [1] 李宏盛, 王文勇, 魏丽容. 肉制品中香辛料的应用研究现状[J]. 农业工程技术, 2017, 9(26): 70–71.
Li HS, Wang WY, Wei LR. Current status of research on the application of spices in meat products [J]. Agric Eng Technol, 2017, 9(26): 70–71.
- [2] 史奎春, 林苏荣. 香辛料在肉制品中的应用探讨[J]. 中国调味品, 2010, 35(4): 39–42.
Shi KC, Lin SR. The discussion on the application of spices in meat products [J]. China Condiment, 2010, 35(4): 39–42.
- [3] Liu D, Li S, Wang N, *et al.* Evolution of taste compounds of Dezhou-braised chicken during cooking evaluated by chemical analysis and an electronic tongue system [J]. J Food Sci, 2017, 82(5): 1076–1082.
- [4] 霍萌萌. 德州扒鸡文化的传承和保护研究[D]. 济南: 山东大学, 2012.
Huo MM. Research on the heritage and protection of Dezhou braised chicken culture [D]. Ji'nan: Shandong University, 2012.
- [5] 袁华伟, 尹礼国, 徐洲, 等. SPME/GC-MS 联用分析六种香辛料挥发性成分[J]. 中国调味品, 2018, 43(9): 151–159.
Yuan HW, Yin LG, Xu Z, *et al.* Analysis of volatile components in six spices by SPME/GC-MS [J]. China Condiment, 2018, 43(9): 151–159.
- [6] 孙丰义, 王丹, 陈海涛, 等. SPME 和 SAFE 对比分析炸花椒挥发性风味成分[J]. 精细化工, 2016, 33(1): 49–54.
Sun FY, Wang D, Chen HT, *et al.* Analysis of volatile flavor constituents of fried zanthoxylum essential oil by SPME and SAFE [J]. Fine Chem, 2016, 33(1): 49–54.
- [7] 李磊, 杨春永, 林媛媛, 等. 桂皮挥发性风味成分的固相微萃取气相色谱-质谱联用法分析[J]. 生命科学仪器, 2014, 12(4): 54–56.
Li L, Yang CY, Lin YY, *et al.* Analysis of aroma components of citrus by solid phase micro-extraction combined with gas chromatography-mass spectrometry [J]. Life Sci Instrum, 2014, 12(4): 54–56.
- [8] GB/T 30385-2013 香辛料与调味品 挥发油含量的测定[S].
GB/T 30385-2013 Spices and condiments-Determination of volatile oil content [S].
- [9] 刘登勇, 周光宏, 徐幸莲. 确定食品关键风味化合物的一种新方法: “ROAV”法[J]. 食品科学, 2008, 29(7): 370–374.
Liu DY, Zhou GH, Xu XL. “ROAV” method: A new method for determining key odor compounds of Rugao ham [J]. Food Sci, 2008, 29(7): 370–374.
- [10] 陆宽, 王雪雅, 孙小静, 等. 电子鼻结合顶空 SPME-GC-MS 联用技术分析贵州不同品种辣椒发酵后挥发性成分[J]. 食品科学, 2018, 39(4): 199–205.
Lu K, Wang XY, Sun XJ, *et al.* Analysis of the volatile components of fermented hot pepper from different varieties grown in Guizhou by electronic nose combined with SPME-GC-MS [J]. Food Sci, 2018, 39(4): 199–205.
- [11] Xu L, Yu X, Li M, *et al.* Monitoring oxidative stability and changes in key volatile compounds in edible oils during ambient storage through HS-SPME/GC-MS [J]. Int J Food Propert, 2018, 20: 1–13.
- [12] 王勇, 廖园园, 张俊清, 等. 气相色谱法测定海南产黄皮叶挥发油中 β -石竹烯的含量[J]. 中国实验方剂学杂志, 2013, 19(4): 121–123.
Wang Y, Liao YY, Zhang JQ, *et al.* Determination of β -caryophyllene in essential oil from clausenae folium produced in Hainan by GC-MS [J]. Chin J Exp Trad Med Formul, 2013, 19(4): 121–123.
- [13] 孙宝国. 食用调香术[M]. 杭州: 化学工业出版社, 2010.
Sun BG. Edible flavoring [M]. Hangzhou: Chemical Industry Press, 2010.
- [14] 赵亮, 马凌云. GC-MS 法分析南湾鲳鱼鱼肉挥发性成分的组成[J]. 食品与机械, 2011, 27(6): 80–82.
Zhao L, Ma LY. Investigation of chemical volatile compounds of south bay bighead carp by GC/MS [J]. Food Mach, 2011, 27(6): 80–82.
- [15] 金宏, 公衍玲, 赵文英. 丁香挥发油 GC-MS 特征指纹图谱[J]. 青岛科技大学学报(自然科学版), 2007, 28(2): 110–112.
Jin H, Gong YL, Zhao WY. GC-MS fingerprint spectrum of volatile oil from cloves [J]. J Qingdao Univ Sci Technol (Nat Sci Ed), 2007, 28(2): 110–112.
- [16] 贡慧, 史智佳, 杨震, 等. 反复煮制酱牛肉老汤挥发性风味物质的变化趋势[J]. 肉类研究, 2017, 31(12): 41–49.
Gong H, Shi ZJ, Yang Z, *et al.* Changes in volatile flavor components in soup stock for spiced beef during repeated use [J]. Meat Res, 2017, 31(12): 41–49.
- [17] 程焕. 杨梅风味特征组分鉴定及变化规律的研究[D]. 杭州: 浙江大学, 2017.
Chen H. Study on the flavor characteristics and changes of Chinese bayberry (*Myrica rubra*) [D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2017.
- [18] 刘欣, 赵改名, 田玮, 等. 肉桂添加量对卤鸡腿肉挥发性风味成分的影响[J]. 食品与发酵工业, 2013, 39(6): 34–40.
Liu X, Zhao GM, Tian W, *et al.* Effects of cinnamon additions on volatile flavor compounds of stewed chicken [J]. Food Ferment Ind, 2013, 39(6): 34–40.
- [19] 范文来, 徐岩. 白酒 79 个风味化合物嗅觉阈值测定[J]. 酿酒, 2011, 38(4): 80–84.
Fan WL, Xu Y. Determination of odor thresholds of volatile aroma compounds in Baijiu by a forced-choice ascending concentration Series method of limits [J]. Liquor Mak, 2011, 38(4): 80–84.

- [20] 杨虹, 赵晨曦, 方洪壮, 等. 紫丁香挥发油的化学成分研究[J]. 中草药, 2007, 38(11): 1613–1619.

Yang H, Zhao CX, Fang HZ, *et al.* Chemical components in essential oils from *Syringa oblata* [J]. Chin Tradit Herb Drugs, 2007, 38(11): 1613–1619.

- [21] 孙圳, 韩东, 张春晖, 等. 定量卤制鸡肉挥发性风味物质剖面分析[J]. 中国农业科学, 2016, 49(15): 3030–3045.

Sun Z, Han D, Zhang CH, *et al.* Profile analysis of the volatile flavor compounds of quantitative marinated chicken during processing [J]. Sci Agric Sin, 2016, 49(15): 3030–3045.

(责任编辑: 武英华)

作者简介



顾明月, 硕士研究生, 主要研究方向为肉品加工与质量安全控制。
E-mail: mygu1995@126.com



刘登勇, 博士, 教授, 主要研究方向为肉品加工与质量安全控制、食品风味与感官科学。
E-mail: jz_dyliu@126.com

“功能性食品微生物”专题征稿函

随着经济的发展和人们生活水平的不断提高, 人们对食品的要求已从单纯的温饱转向了“功能、营养和健康”的新要求; 膳食结构和组成是影响健康和疾病发生的重要因素, 在人们多年以来追求中医、西医或中西医结合预防和治疗疾病模式外, 渐渐转“医补”为“食疗”, 期望利用食品的功能性达到促进健康和干预疾病的目的。因此, 以功能性食品微生物为核心的功能性食品如益生菌、乳酸菌、微生物源 PUFA、红曲等已逐渐深入人心, 这也推动了功能性食品微生物资源开发与应用的发展。在 21 世纪生物技术大发展的时代背景下, 利用食品微生物的特定功能性质, 开发系列健康的功能食品成为重要的发展趋势。目前, 以功能性微生物为核心的技术与产品已广泛用于食品、保健品、医药和饲料行业, 应用前景十分广阔。

功能性食品微生物是一类通过菌体细胞或代谢产物能够赋予食品具有特定功能性质、或者显著改进和优化食品制造工艺的微生物。鉴于此, 本刊特别策划了“功能性食品微生物”专题, 由江南大学食品学院的 **田丰伟 教授** 担任专题主编, 围绕 **(1) 功能性食品微生物的资源发掘、高效筛选、分离鉴定, (2) 功能性食品微生物的生物性质、功能机理与作用机制, (3) 基于功能性食品微生物的食品生物加工与制造的基础和应用研究, (4) 功能性食品微生物的评价与优化方面** 或您认为本领域有意义的问题进行论述, 计划在 2019 年 10 月份出版。

鉴于您在该领域的成就, 本刊主编 **吴永宁 研究员** 及专题主编 **田丰伟 教授** 特邀请您为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。综述、实验报告、研究论文均可, 请在 2019 年 8 月 30 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

感谢您的参与与支持!

投稿方式: (请注明功能性食品微生物专题)

网站: www.chinafoodj.com

E-mail: jfoodsq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部