

苹果汁酶解工艺参数对感官品质与香气构成的影响*

李 华¹ 李 敏² 岳田利²

(1. 西北农林科技大学葡萄酒学院, 陕西杨凌 712100; 2. 西北农林科技大学食品科学与工程学院, 陕西杨凌 712100)

【摘要】 利用响应曲面分析方法,研究了苹果汁酶解工艺参数(果胶酶用量、酶解温度、酶解时间)对苹果汁感官品质及香气构成的影响。结果表明:酶解时间、酶用量对苹果汁感官品质的影响极为显著($P < 0.01$),因素主次效应为:酶解时间、酶用量、酶解温度。苹果汁酶解的最佳工艺参数为:果胶酶用量 0.04 g/L,酶解时间 2.77 h,酶解温度 47.5℃。利用顶空固相微萃取方法对苹果汁香气成分进行分析,并通过多元回归分析构建出苹果汁中主要香气成分酯类、醇类、酸类和醛酮类与工艺参数间的回归模型。

关键词: 苹果汁 酶解 感官品质 香气 响应面分析

中图分类号: TS255.44; TS255.36 **文献标识码:** A **文章编号:** 1000-1298(2010)10-0143-05

Effect of Pectinase Processing Parameters on Sensory Quality and Aroma Components of Apple Juice

Li Hua¹ Li Min² Yue Tianli²

(1. College of Enology, Northwest A & F University, Yangling, Shaanxi 712100, China

2. College of Food Science and Engineering, Northwest A & F University, Yangling, Shaanxi 712100, China)

Abstract

The effect of pectinase processing parameters, including enzyme dosage, hydrolysis temperature and hydrolysis time, for apple juice on its sensory quality and aroma component was conducted using response surface methodology. The results show that enzyme hydrolysis time and dosage had a significant effect on the sensory quality of apple juice ($P < 0.01$). The influencing sequence from high to low are as follows: enzyme hydrolysis time, enzyme dosage, enzyme hydrolysis temperature. In conclusion, we recommended that the optimum pectinase processing parameter for apple juice is 0.04 g/L pectinase at 47.5℃ for 2.77 h. Moreover, we constructed a regression model between the main aroma components of apple juice, esters, alcohols, acids, aldehydes and ketones, and processing parameters by headspace solid-phase micro-extraction method and multiple regression analysis.

Key words Apple juice, Pectinase, Sensory quality, Aroma component, Response surface methodology

引言

近年来,我国浓缩苹果汁产量迅速提高,但质量远低于国外同类产品,感官品质低、质量不稳定是存在的主要问题^[1]。

除加工品种外,生产工艺对苹果汁感官品质也有重要影响,因此研究生产工艺中各操作单元对苹果汁感官品质特别是香气的影响十分重要^[2]。

国内学者对苹果的品种、产地、不同生长阶段的香气物质进行了研究^[3~8]。在加工工艺方面,主要

收稿日期: 2009-11-14 修回日期: 2010-05-19

* “十一五”国家科技支撑计划资助项目(2006BAK02A18、2006BAK02A24、2006BAK02A05)、农业部跨越计划资助项目(2005-4)、教育部新世纪优秀人才支持计划资助项目(2005)和陕西省重大科技专项(2006KZ09-G1、2008ZDKG-04)

作者简介: 李华,教授,主要从事葡萄与葡萄酒研究, E-mail: lihuawine@nwsuaf.edu.cn

通讯作者: 岳田利,教授,主要从事食品生物工程与食品安全控制研究, E-mail: yuetl@nwsuaf.edu.cn

对超滤^[9]和浓缩^[10]两种操作单元中香气物质的变化进行了分析,但缺乏对果汁的整体感官分析。此外,酶解、杀菌等操作单元对香气的影响研究未见报道。国外学者对于苹果汁生产过程中香气的变化进行了较多研究。Johnson 等报道许多香气物质会在加工过程中逐渐损失或转化^[11~12]。与原汁相比,损失数量高达 50% 以上^[13]。同时,不同的操作单元对香气物质的影响也不尽相同^[12,14]。在酶解工艺中,除了反式-2-己烯醛外,所有香气成分均有不同程度的减少^[14]。

目前,苹果汁感官品质及香气构成与酶解工艺参数的关系研究尚属空白。本文在不影响澄清效果情况下,研究酶解工艺的主要参数酶用量、酶解时间、酶解温度对苹果汁感官品质的影响^[15],并通过酶解工艺处理后苹果汁香气的分析,获得主要特征香气物质的含量与工艺参数之间的关系。

1 材料与方法

1.1 试验材料

富士苹果,采自陕西省杨陵区五泉村,于商业化采收期采摘。果实大小、质量、颜色基本一致,无病虫害。采收后于 0℃ 冷库贮藏。果胶酶由陕西恒兴果汁厂提供,酶活力 32 000 U/g。

1.2 试验方法

1.2.1 样品制备

工艺流程:苹果→清洗→破碎→榨汁→粗滤→巴氏杀菌→酶解→待测苹果汁样品。待测样品于 -40℃ 冰箱保存,24 h 内测定。

1.2.2 试验设计

在果胶酶最佳活性参数范围内设计单因素试验,并进行对比品尝^[16~17]分析。结果表明,在果胶酶用量 0.04 g/L,酶解时间 2 h,酶解温度 50℃ 时苹果汁感官品质较好,因此选取酶解时间、酶解温度、酶用量作为试验考察因素,以苹果汁感官综合评分为因变量,采用响应曲面 Box - Behnken 设计试验,因素水平编码如表 1 所示。

表 1 因素和水平编码
Tab.1 Factors and coded levels

水平 编码	因素		
	酶解时间 a/h	酶解温度 b/℃	酶用量 c/g·L ⁻¹
1	3	55	0.06
0	2	50	0.04
-1	1	45	0.02

1.2.3 感官品质评测方法

参考文献[17~18],由 10 位具有相关经验的

专家组成品尝小组,从色泽(满分 20 分)、香气(满分 30 分)、滋味(满分 40 分)、典型性(满分 10 分)4 个方面进行评分,样品的最终得分为 4 项得分之和。

1.2.4 香气分析

参照文献[19],略有改动。取样品 8 mL,加入 2.5 g NaCl 搅拌溶解,于 30℃ 水浴平衡 10 min;用固相微萃取器吸附 45 min 后插入气相色谱仪进样口,于 250℃ 解析 5 min。

GC - MS 分析:采用美国 Finnigan 公司 TRACE DSQ GC - MS 联用仪。色谱柱型号:DB - WAX, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm;程序升温:起始温度 40℃,保持 2.5 min,以 6℃/min 升温至 240℃,保持 6 min,载气 He;进样口温度 250℃;传输线温度 230℃;流速 1.0 mL/min。质谱条件:EI 离子源,电子能量 70 eV;离子源温度 250℃;质谱接口温度 280℃;扫描范围 35 ~ 450 amu。各香气成分质谱图经计算机质谱库(NBS/WILEY)检索及分析定性。

1.2.5 数据处理

采用 SAS9.1 软件进行数据分析。

2 结果与分析

2.1 酶解工艺参数对苹果汁感官品质的影响因素分析

响应曲面试验设计及结果如表 2 所示。对试验结果进行方差分析(表 3)可知,酶解时间 A 与酶用量 C 对苹果汁感官品质的影响极显著($P < 0.01$);而且酶解时间与酶解温度的交互作用 AB、酶解温度与酶用量的交互作用 BC、酶解温度的二次项 B²对苹果汁感官品质也有极显著的影响($P < 0.01$);酶用量的二次项 C²对苹果汁感官品质的影响显著($0.01 < P < 0.05$)。主因素的效应大小依次为酶解时间 A、酶用量 C、酶解温度 B。

2.2 苹果汁感官品质与酶解工艺参数关系模型的建立

试验数据经统计分析回归处理后得到苹果汁感官品质与酶解工艺参数的回归方程

$$Y = 75.960\,0 - 1.662\,5A + 0.375\,0B + 1.212\,5C - 2.525\,0AB - 0.400\,0AC + 1.625\,0BC + 0.270\,0A^2 - 1.505\,0B^2 - 1.130\,0C^2$$

方差分析结果如表 4 所示。分析结果表明所得模型极显著($P < 0.01$);失拟项 $F < F_{0.01}(9, 3) = 27.34, P = 0.105\,3 > 0.05$,失拟不显著,该回归模型是显著的,回归方程与实际试验拟合较好,试验误差较小。复相关系数 $R^2 = 0.950\,4$,调整后的复相关系数 $R^2_{adj} = 0.886\,7$,说明该模型能够解释 95.04% 的响

应值变化;信噪比为 13.603 4 > 4,说明此模型能够得到足够强的响应信号。因此,该模型可用来分析和预测酶解工艺对苹果汁感官品质的影响。

表 2 响应曲面试验设计及结果

Tab.2 Design and results of response surface experimental

试验号	A	B	C	Y
1	1	1	0	71.7
2	0	-1	-1	73.5
3	1	0	-1	72.0
4	0	-1	1	72.7
5	0	0	0	76.2
6	0	0	0	76.0
7	0	0	0	75.4
8	0	1	-1	70.7
9	-1	0	-1	75.8
10	-1	-1	0	72.7
11	1	-1	0	75.7
12	-1	1	0	78.8
13	0	1	1	76.4
14	1	0	1	73.6
15	0	0	0	75.5
16	0	0	0	76.7
17	-1	0	1	79.0

表 3 试验结果方差分析

Tab.3 Analysis of mean square deviation for experiment data

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	显著水平 P
A	22.111 3	1	22.111 3	33.909 2	0.000 6
B	1.125 0	1	1.125 0	1.725 3	0.230 4
C	11.761 3	1	11.761 3	18.036 8	0.003 8
AB	25.502 5	1	25.502 5	39.110 0	0.000 4
AC	0.640 0	1	0.640 0	0.981 5	0.354 8
BC	10.562 5	1	10.562 5	16.198 4	0.005 0
A ²	0.307 0	1	0.307 0	0.470 7	0.514 7
B ²	9.537 0	1	9.537 0	14.625 6	0.006 5
C ²	5.376 4	1	5.376 4	8.245 1	0.023 9

表 4 回归模型方差分析

Tab.4 Analysis of mean square deviation for regression model

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	显著水平 P
回归模型	87.477 9	9	9.719 8	14.906 0	0.000 9
残差	4.564 5	7	0.652 1		
失拟	3.432 5	3	1.144 2	4.043 0	0.105 3
纯误差	1.132 0	4	0.283 0		
总和	92.042 4	16			

2.3 因素水平的优化组合

由回归方程预测可得,最优水平各个因素对应的编码值分别为 $A = 0.770\ 7$, $B = -0.500\ 0$, $C = 0.040\ 6$ 时, $Y = 75.250\ 2$ 。对应的最佳酶解条件为:酶解时间 2.771 h,酶解温度 47.500℃,酶用量 0.041 g/L。为检验试验结果的可靠性,考虑到实际操作的便利性,选择酶解时间 2.77 h,酶解温度 47.5℃,酶用量 0.04 g/L 进行验证试验。实际得出的感官品质评分为 76.3,与理论值相比相对误差约为 1%。因此,响应曲面法优化酶解工艺参数是可行的,具有实用价值。

2.4 响应曲面分析和优化

当酶用量为 0.04 g/L 时酶解时间与酶解温度对苹果汁感官品质的交互影响如图 1 所示,二者的交互作用显著。当酶解时间小于 2 h,感官品质随温度的增加而增加;酶解时间大于 2 h,感官品质随温度的增加而降低;当温度大于 50℃,感官品质降低显著。当酶解温度为 50℃时酶解时间与酶用量对苹果汁感官品质的交互影响如图 2 所示,二者的交互作用显著。当酶解时间小于 2 h,感官品质随酶用量的增加而增加;酶解时间大于 2 h,感官品质随酶用量的降低而降低;当酶用量小于 0.04 g/L 时,感官品质降低显著。当酶解时间为 2 h 时酶解温度与酶用量对苹果汁感官品质的交互影响如图 3 所示,

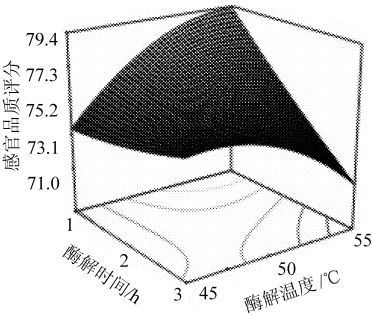


图 1 酶解时间与酶解温度对苹果汁感官品质影响的响应曲面

Fig.1 Response surface of $Y=f(a,b)$

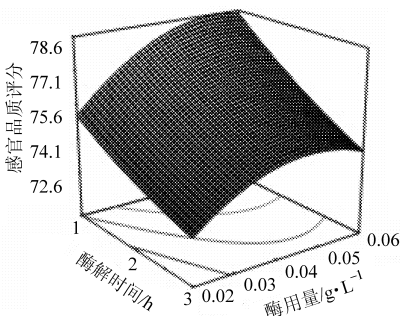


图 2 酶解时间与酶用量对苹果汁感官品质影响的响应曲面

Fig.2 Response surface of $Y=f(a,c)$

二者的交互作用不显著。当酶用量大于 0.04 g/L, 感官品质随温度增加而增加;酶用量小于 0.04 g/L, 感官品质随温度的增加而降低;当温度大于 50℃ 时,感官品质降低显著。

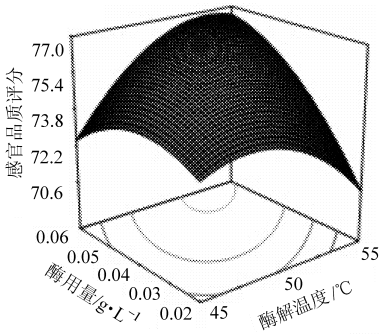


图3 酶解温度与酶用量对苹果汁感官品质影响的响应曲面

Fig.3 Response surface of $Y=f(b,c)$

2.5 苹果汁香气物质与酶解工艺参数的关系

为了分析酶解工艺参数与苹果汁香气物质之间的关系,对苹果汁香气物质进行顶空固相微萃取 (SPME-GC-MS) 分析,分析结果按照酯、醇、酸和醛酮分类统计,结果如表 5 所示。

表 5 苹果汁香气成分含量

Tab.5 Content of aroma components in apple juice

试验编号	g/L			
	酯类 Y_1	醇类 Y_2	酸类 Y_3	醛酮类 Y_4
1	30.419 3	130.995 9	3.651 5	3.549 6
2	11.835 9	197.010 4	1.275 4	25.394 4
3	3.951 9	91.481 3	1.898 1	5.162 0
4	11.763 5	177.876 7	1.144 4	25.066 1
5	4.459 2	144.436 4	3.301 8	10.813 8
6	9.123 4	155.551 1	3.605 7	14.232 3
7	11.567 2	141.994 9	3.630 7	14.392 3
8	11.653 6	158.529 3	3.929 8	35.688 1
9	7.135 2	155.959 1	3.340 2	16.208 7
10	9.935 8	174.556 8	1.297 4	17.925 8
11	6.285 2	129.158 7	3.069 7	1.262 5
12	6.537 7	114.239 0	3.583 9	0.211 1
13	30.885 0	165.503 1	2.016 3	12.900 1
14	38.693 2	128.580 0	1.422 8	18.409 7
15	9.848 9	179.892 7	2.410 6	18.618 1
16	6.333 5	134.886 3	3.372 5	7.323 1
17	8.697 7	151.878 5	1.133 4	11.816 6

利用 SAS 数据处理软件,经过多元回归分析得到各类香气物质的回归模型。

酯类物质的回归模型为 $Y_1=8.266 5+5.880 4A+4.959 4B+6.932 9C+6.883 0AB+8.294 7AC+4.825 9BC+1.556 5A^2+3.471 5B^2+4.796 5C^2$,复相关系数 $R^2=0.955 0,P=0.000 6$,在 $\alpha=0.05$ 水平下极显著;影响酯类香气生成的主要因素为酶用量,其次为酶解时间和酶解温度。

醇类物质的回归模型为 $Y_2=151.352 3-14.552 2A-13.666 9B+2.607 3C+15.538 8AB+10.294 8AC+6.526 9BC-28.434 9A^2+14.320 2B^2+9.057 4C^2$,复相关系数 $R^2=0.825 9,P=0.049 6$,在 $\alpha=0.05$ 水平下显著;影响醇类香气生成的主要因素为酶解时间,其次为酶解温度和酶用量。

酸类物质的回归模型为 $Y_3=3.264 2+0.086 0A+0.799 3B-0.590 8C-0.426 2AB+0.432 9AC-0.445 6BC-0.253 2A^2-0.110 4B^2-1.062 4C^2$,复相关系数 $R^2=0.875 1,P=0.018 0$,在 $\alpha=0.05$ 水平下显著;影响酸类香气生成的主要因素为酶解温度,其次为酶用量和酶解时间。

醛酮类物质的回归模型为: $Y_4=13.075 9-2.222 3A-2.162 5B-1.782 6C+5.000 5AB+4.409 9AC-5.614 9BC-9.600 8A^2+2.262 1B^2+9.424 1C^2$,复相关系数 $R^2=0.832 0,P=0.044 6$,在 $\alpha=0.05$ 水平下显著;影响醛酮类香气生成的主要因素为酶解时间,其次为酶解温度和酶用量。

3 结论

(1)苹果汁感官品质与酶解工艺参数模型表明:酶解工艺的最优水平为:酶解时间 2.77 h,酶解温度 47.5℃,酶用量 0.04 g/L。因素效应分析表明酶解时间对苹果汁感官品质的影响最为显著,其次是酶用量和酶解温度。

(2)得到了酶解工艺参数与苹果汁香气成分之间的回归模型。模型分析表明:影响酯类香气生成的主要因素为酶用量,其次为酶解时间和酶解温度;影响醇类香气生成的主要因素为酶解时间,其次为酶解温度和酶用量;影响酸类香气生成的主要因素为酶解温度,其次为酶用量和酶解时间;影响醛酮类香气生成的主要因素为酶解时间,其次为酶解温度和酶用量。

(3)响应曲面分析表明:在最佳酶用量 0.04 g/L 时,酶解温度大于 50℃,酶解时间小于 2 h 时感官品质最好;在最佳酶解温度 50℃ 时,酶解时间小于 2 h,酶用量大于 0.04 g/L 时感官品质最好;在最佳酶解时间 2 h 时,酶用量大于 0.04 g/L,酶解温度大于 50℃ 时感官品质最好。

参 考 文 献

- 1 刘英杰. 中国浓缩苹果汁生产与贸易[J]. 世界农业, 2005(7): 29 ~ 31.
- 2 聂继云, 刘凤之, 李静, 等. 制汁用苹果品质评价体系探讨[J]. 果树学报, 2006, 23(6): 798 ~ 800.
Nie Jiyun, Liu Fengzhi, Li Jing, et al. Study on the evaluation system of quality for juicing apples[J]. Journal of Fruit Science, 2006, 23(6): 798 ~ 800. (in Chinese)
- 3 乜兰春, 孙建设, 陈华君, 等. 苹果不同品种果实香气物质的研究[J]. 中国农业科学, 2006, 39(3): 641 ~ 646.
Nie Lanchun, Sun Jianshe, Chen Huajun, et al. Study on fruit aroma of different apple cultivars[J]. Scientia Agriculture Sinica, 2006, 39(3): 641 ~ 646. (in Chinese)
- 4 王海波, 陈学森, 辛培刚, 等. 几个早熟苹果品种香气成分的 GC-MS 分析[J]. 果树学报, 2007, 24(1): 11 ~ 15.
Wang Haibo, Chen Xuesen, Xin Peigang, et al. GC-MS analysis of volatile components in several early apple cultivars[J]. Journal of Fruit Science, 2007, 24(1): 11 ~ 15. (in Chinese)
- 5 王海波, 陈学森, 张春雨, 等. 两个早熟苹果品种不同成熟阶段果实香气成分的变化[J]. 园艺学报, 2008, 35(10): 1 419 ~ 1 424.
Wang Haibo, Chen Xuesen, Zhang Chunyu, et al. Changes of aroma components during fruit maturation of two early apple cultivars[J]. Acta Horticulturae Sinica, 2008, 35(10): 1 419 ~ 1 424. (in Chinese)
- 6 冯涛, 陈学森, 张艳敏, 等. 新疆野苹果与栽培苹果香气成分的比较[J]. 园艺学报, 2006, 35(6): 1 295 ~ 1 298.
Feng Tao, Chen Xuesen, Zhang Yanmin, et al. Comparison study of volatile components in malus sieversii and in malus domestica[J]. Acta Horticulturae Sinica, 2006, 35(6): 1 295 ~ 1 298. (in Chinese)
- 7 赵胜亭, 齐伟, 徐顺利. 烟台富士苹果香气成分的气相色谱-质谱测定[J]. 安徽农业科学, 2005, 33(4): 632 ~ 633.
Zhao Shengting, Qi Wei, Xu Shunli. Preliminary study on the aroma components of fuji apple in Yantai[J]. Journal of Anhui Agricultural Sciences, 2005, 33(4): 632 ~ 633. (in Chinese)
- 8 史清龙, 樊明涛, 闫梅梅, 等. 陕西主栽苹果品种间香气成分的气相色谱/质谱分析[J]. 酿酒, 2005, 32(5): 66 ~ 69.
Shi Qinglong, Fan Mingtao, Yan Meimei, et al. Analysis of aroma components of apple being planted mainly in Shanxi province by gas chromatography/mass spectrometry[J]. Liquor Making, 2005, 32(5): 66 ~ 69. (in Chinese)
- 9 蔡同一, 陈银辉, 阎红, 等. 超滤技术对苹果汁加工中主要芳香成分影响的研究[J]. 农业工程学报, 1994, 10(4): 137 ~ 141.
Cai Tongyi, Chen Yinhui, Yan Hong, et al. Effect of ultrafiltration on aroma concentration of apple juice[J]. Transactions of the CSAE, 1994, 10(4): 137 ~ 141. (in Chinese)
- 10 张建军. 苹果汁芳香物质的研究——传统蒸发-精馏工艺回收苹果汁芳香物质[J]. 食品与发酵工业, 1995(2): 9 ~ 16.
Zhang Jianjun. Study on the aroma recovery from apple juice—conventional evaporation and recatification technology[J]. Food and Fermentation Industries, 1995(2): 9 ~ 16. (in Chinese)
- 11 Johnson J R, Braddock R J, Chen C S. Flavor losses in orange juice during ultrafiltration and subsequent evaporation[J]. Journal of Food Science, 2006, 21(3): 540 ~ 543.
- 12 Chou F, Wiley R C, Schlimme D V. Reverse osmosis and flavor retention in apple juice concentration[J]. Journal of Food Science, 2006, 56(2): 484 ~ 487.
- 13 Perédi K, Vamos-Vigyazo L, Kiss-Kutz N. Flavor losses in apple juice manufacture[J]. Nahrung/Food, 2006, 25(6): 573 ~ 582.
- 14 Su S K, Wiley R C. Changes in apple juice flavor compounds during processing[J]. Journal of Food Science, 1998, 63(4): 688 ~ 691.
- 15 仇学农. 现代果汁加工技术与设备[M]. 北京: 化学工业出版社, 2006.
- 16 Shimoda M, Katoh T, Suzuki J, et al. Changes in the odors of reconstituted apple juice during thermal processing[J]. Food Research International, 2003, 36(5): 439 ~ 445.
- 17 李华. 葡萄酒品尝学[M]. 北京: 中国青年出版社, 1992.
- 18 GB/T 18963—2003 浓缩苹果清汁[S].
GB/T 18963—2003 Clear apple juice concentrate[S]. (in Chinese)
- 19 张晓华, 张东星, 李阳, 等. 不同榨汁苹果的香气研究[J]. 饮料工业, 2007, 10(7): 15 ~ 18.
Zhang Xiaohua, Zhang Dongxing, Li Yang, et al. Study on aromas of apple of different cultivars[J]. Beverage Industry, 2007, 10(7): 15 ~ 18. (in Chinese)