

菠萝蜜芳香浸膏的质量标准

刘永琼¹,余 佩¹,陈雅芬²,王 昭¹,李 金¹

(1. 武汉工程大学化工与制药学院,绿色化工过程省部共建教育部重点实验室,新型反应器与绿色化学工艺湖北省重点实验室,湖北 武汉 430074;2. 马应龙药业集团,湖北 武汉 430064)

摘 要:通过对菠萝蜜芳香浸膏的感官指标包括香气和香味,理化指标包括酸值、酯值、相对密度、乙醇不溶物、砷含量、大肠杆菌计数和菌落总数等进行了测量分析,并根据食品添加剂和相似浸膏的国家质量标准结合实验测得的数据结果,研究并拟定菠萝蜜芳香浸膏的质量标准:同批次的菠萝蜜芳香浸膏均似榴莲香气,香甜味浓郁,具有菠萝蜜果的香甜味,感官指标(香气)基本无差异;同批次的菠萝蜜芳香浸膏的酸值 ≤ 20 ,酯值 ≥ 135 ,相对密度 ≥ 1.24 ,砷含量 ≤ 3 mg/kg,大肠菌群计数 ≤ 30 MPN(每 100 g),菌落总数(个/克或个/毫升) $\leq 1\ 000$ 。结果表明:不同批次的菠萝蜜芳香浸膏的感官指标和理化指标稳定且符合相类似产品的要求。根据确定的质量考察指标,使菠萝蜜芳香浸膏的质量可控,对菠萝蜜芳香浸膏的工业化生产有一定的指导意义。

关键词:菠萝蜜;芳香浸膏;质量标准

中图分类号:R284.1

文献标识码:A

doi:10.3969/j.issn.1674-2869.2013.08.004

0 引 言

菠萝蜜是桑科菠萝蜜属的常绿乔木,其学名 *Artocarpus heterophyllus* Lam,我国又称之为波罗蜜、木菠萝、树菠萝、蜜冬瓜、牛肚子果等。菠萝蜜生于热带地区,印度、孟加拉国、斯里兰卡、东南亚国家有种植,我国主要在海南、广东、广西、云南、福建和四川南部的热带、亚热带地区栽培,以海南省居多,年产量巨大^[1-3]。菠萝蜜果具有较好的药用价值:果皮发酵得到的蛋白质水解酶,可作为消炎药物;其果肉可被用于治疗产后少乳的症状;种子加肉炖,食用后对妇女产后缺乳症有疗效;菠萝蜜树根的提取物不仅可防治哮喘、发烧、腹泻,还可治急性扁桃体炎;菠萝蜜树皮可制镇静药;菠萝蜜树液与醋混和,对腺体肿大、脓肿有一定的治疗作用^[4-6]。水果特有的香气为大多数人所喜爱,如在日常生活中就经常会接触到一类散发着苹果、橘子、香蕉、水蜜桃等果香味的日用品。对菠萝蜜果的香气成分的分析主要有:Maia 等^[7]将菠萝蜜去皮除籽后浸解成浆状,用水-戊烷体系进行同时蒸馏-萃取,以 GC-MS 联用仪分析鉴定出 39 种化合物;Ong 等^[8-9]用过二氯甲烷萃取-GC/MS 分析及多种酯类预处理-SPME/GC/TOFMS 分析,也分别检测出菠萝蜜浆状物中的 23 个和 39 个化合物;而中科院西双版纳热带植物园的纳

智^[10]则将菠萝蜜果肉切碎后用乙醚浸泡,然后用 GC-MS 分析鉴定出 82 种成分。郑华^[11]等采用吸附法捕集菠萝蜜果实的挥发性香气物质,利用“TCT-GC/MS 联用”技术,测得菠萝蜜果皮和果肉的挥发性成分各为 26 种。郭飞燕^[12]等对采用三种提取方法提取的菠萝蜜挥发油进行 GC-MS 分析,分别分离出 38、22 和 14 种组分,其共同成分为乙酸丁酯、戊酸丙酯、丁酸丁酯、3-甲基-丁酸丁酯、9-十八碳烯酸。但关于其质量标准的研究尚未见报道,本研究以菠萝蜜为原料制备菠萝蜜芳香浸膏,并对其质量标准包括香味、酸值、酯值、相对密度、乙醇不溶物、砷含量、大肠杆菌计数和菌落总数进行研究,以期对菠萝蜜芳香浸膏的工业化生产提供一定的指导与帮助。

1 实验部分

1.1 仪器与材料

高速万能粉碎机(天津泰斯特仪器有限公司);AB204-N 型分析天平(上海科导超声仪器有限公司);SZ-93 自动双重纯水蒸馏器(上海亚荣生化仪器厂);SSY-H 不锈钢恒温水浴锅(上海三申医疗器械公司);GS12-2 电子恒速搅拌器(上海机械专机厂);酸度计(HANNA PH213);硫酸干燥器。

菠萝蜜鲜果(品名:菠萝蜜,采购于广东省茂

收稿日期:2013-06-07

作者简介:刘永琼(1953-),女,教授,湖北枣阳人,硕士研究生导师。研究方向:药物合成、药物制剂与天然药物。

名市);菠萝蜜芳香浸膏试样(绿色化工过程省部共建教育部重点实验室,405 实验室)批号:20100502,20100503,20100504;酚酞指示液(质量分数 1%),溴甲酚绿-甲基红指示液,中性乙醇(体积分数 70%),氢氧化钠标准溶液(0.1 mol/L),盐酸标准溶液(0.5 mol/L),无菌生理盐水,氢氧化钾乙醇溶液,重铬酸钾洗液,磷酸盐标准缓冲液,硫酸溶液(1 mol/L),氢氧化钠溶液(质量分数 20%),碘化钾溶液(质量分数 15%),氯化亚锡溶液(质量分数 40%),砷的限量标准溶液。

1.2 实验方法

1.2.1 菠萝蜜芳香浸膏的制备 以食用乙醇作为溶剂,采用溶剂提取法制备菠萝蜜芳香浸膏,其操作方法为:将菠萝蜜果除尘、洗净、粉碎,与食用乙醇按照一定的物料比(W/W)投料,并置于 50 ℃水浴中,搅拌浸提数小时,冷却、抽滤,将滤液减压浓缩即得菠萝蜜芳香浸膏,芳香浸膏色状为:黄褐色不清亮流动性液体,有少许墨绿色杂质。

1.2.2 香气评定 按 GBT 14454.2-2008《香料香气评定法》的规定,香气评定法分为成对比较检验法和三角评析法。成对比较检验法,简单不易产生感官疲劳,但是在对已知样品进行比较时,弱势评价员的判断易被专家左右;三角评析法,采用盲测,只记录不讨论的方式对香料的香气进行评定,较为客观,是目前大多企业采用的评香方法。

本实验采用三角评析法,设计试验方案如下:将 4 根辩香纸分别标记,2 根辩香纸蘸取待检菠萝蜜芳香浸膏,另外 2 根辩香纸蘸取根据浸膏提取的最佳工艺得到的最优菠萝蜜芳香浸膏,混合这 4 根辩香纸;任意抽走 1 根,保留 3 根,让评价员找出香气不同的那根辩香纸。比较待检菠萝蜜芳香浸膏与根据浸膏提取的最佳工艺得到的最优菠萝蜜芳香浸膏的香气显性差异,评估待检试样的香气是否可接受。

1.2.3 酸值的测定 取搅拌均匀的试样 1.500 g(精确至 0.002 g)于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 体积分数 70%的中性乙醇,在水浴上温热溶解,冷却至室温,用氢氧化钠标准溶液滴定至 pH=9.0,同时不加试样按上述操作程序进行空白试验。

1.2.4 酯值的测定 称取搅拌均匀的试样 1.500 0 g(精确度至 0.000 2 g)于 250 mL 锥形瓶中,加 25 mL 体积分数 70%的中性乙醇,再用移液管准确地加入 25 mL 氢氧化钾乙醇溶液,接上冷凝管,置于沸水浴上回流 1 h,冷却至室温,加入 25 mL 体积分数 70%的中性乙醇,用盐酸标准溶液滴定至 pH=9.0,同时不加试样按上述操作程

序进行空白试验。

1.2.5 相对密度的测定 在容量为 5 mL 的密度瓶内注满蒸馏水,浸入到 25 ℃水浴中,恒温 30 min,当天平室和密度瓶的温度达到平衡时,用滤纸擦干外壁,称取包括瓶塞在内的密度瓶的质量 m_1 ,精确到 0.001 g。用试样代替蒸馏水,按照蒸馏水的称量操作对样品称取包括瓶塞在内的密度瓶的质量 m_2 。将密度瓶依次用重铬酸钾洗液、蒸馏水洗净,用干燥的空气流使密度瓶内壁干燥,并擦干外壁,当天平室和密度瓶的温度达到平衡时称取密度瓶的质量 m_0 。

$$\text{相对密度 } d_4^{25} = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

1.2.6 乙醇不溶物的测定 称取充分搅匀的试样 1.00 g(精确到 0.01 g)于具塞量筒中,加 25 mL 质量分数 70%的乙醇,加塞后将量筒置于 25 ℃的水浴中保温振摇使试样充分溶解,过滤[滤纸预先于(100±2)℃烘到恒重],并以 70%乙醇洗涤滤液至无色,将滤纸放入称量瓶中,在(100±2)℃烘箱中烘至恒重。

1.2.7 砷含量的测定 根据国家标准 GB/T 5009.76《食品添加剂中砷的测定》,砷含量的测定有两种方法,分别为二乙氨基二硫代甲酸银比色法和砷斑法,本试验采用砷斑法。移取一定量的试样液和砷的限量标准液(含砷 1 μg),分别置于 250 mL 锥形瓶中,各加 5 mL 盐酸,加水至 30 mL,再加 5 mL 质量分数 15%的碘化钾溶液,5 滴质量分数 40%的氯化亚锡溶液,混匀,室温放置 10 min;向上述锥形瓶中各加入 3 g 无砷金属锌,立即塞上装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的测砷管,于 25 ℃放置 1 h,取出,试样的砷斑不得深于砷的限量标准的砷斑。

对菠萝蜜芳香浸膏(批号:20100502,20100503,20100504)按照上述实验方法进行砷含量的定量测定,观察砷斑的深浅。

1.2.8 大肠菌群计数 每个样品选择 3 个适宜的连续稀释度的样品均液(液体样品可以选择原液),每个稀释度接种 3 管月桂基硫酸盐胰蛋白胨(LST)肉汤,每管接种 1 mL(如接种量超过 1 mL,则用双料 LST 肉汤),(36±1)℃培养(24±2)h,观察倒管内是否有气泡产生,(24±2)h产气者进行复发酵试验,如未产气则继续培养至(48±2)h,产气者进行复发酵试验。未产气者大肠菌群呈阴性。

1.2.9 菌落总数的测定 查阅现有的一些浸膏的质量标准 GB 6780-2008《食品添加剂桂花浸

膏》、QBT 2798-2010《食品添加剂杭白菊浸膏》,并没有包含菌落总数这一项,故依据类似我国对食品工业浓缩果蔬汁 GB 17325-2005 食品工业用浓缩果蔬汁(浆)卫生标准菌落总数的要求对本实验制备的浸膏样品进行规定,即菌落总数不超过 1 000 cfu/mL。

2 结果与分析

2.1 香气的评定

香味:似榴莲香气,香甜味浓郁,具有菠萝蜜果的香甜味。

由表 1 知,实际值均小于临界值,三个批次的菠萝蜜芳香浸膏的香气无明显差异。

表 1 菠萝蜜芳香浸膏香气的评定

Table 1 The evaluation of aroma on jackfruit aromatic extract

批号	评价 员数	评议 次数	临界值	实际值
20100502 与 20100503	5	15	9	5
20100502 与 20100504	5	15	9	7

2.2 酸值的测定

菠萝蜜芳香浸膏的酸值实验结果见表 2,平均酸值为 12.49,平行误差 <0.5 ,说明本实验制备的样品酸值稳定,用此方法对菠萝蜜芳香浸膏进行酸值的测定准确率高,精密度好。

表 2 菠萝蜜芳香浸膏的酸值

Table 2 The acid value of jackfruit aromatic extract

批号	m (样品质量)/g	$V(\text{NaOH})/\text{mL}$	酸值
20100502	1.500 6	3.35	12.42
20100503	1.502 5	3.41	12.63
20100504	1.500 3	3.35	12.42

2.3 酯值的测定

菠萝蜜芳香浸膏的酯值实验结果见表 3,平均酯值为 126.98,平行误差 <3 ,说明用此方法对菠萝蜜芳香浸膏进行酯值的测定准确率高,精密度好。

表 3 菠萝蜜芳香浸膏的酯值

Table 3 The ester value of jackfruit aromatic extract

批号	m (样品 质量)/g	$V_0(\text{HCl})$ /mL	$V_1(\text{HCl})$ /mL	酯值
20100502	1.502 3	20.55	13.15	127.49
20100503	1.501 6	20.55	13.20	126.40
20100504	1.500 8	20.55	13.18	127.06

2.4 相对密度的测定

菠萝蜜芳香浸膏的相对密度实验结果见表 4,

平行误差 <0.01 ,说明在此工艺下制备的样品密度稳定,满足企业对浸膏密度精密度的要求,说明采用此法测量浸膏的密度可行。

表 4 25 ℃时菠萝蜜芳香浸膏的相对密度

Table 4 The relative density of jackfruit aromatic extract at 25 ℃

批号	m_0/g	m_1/g	m_2/g	相对密度
20100502	10.792 7	15.397 6	16.549 8	1.250
20100503	10.792 7	15.395 8	16.565 0	1.254
20100504	10.792 7	15.397 2	16.557 5	1.251

2.5 乙醇不溶物的测定

菠萝蜜芳香浸膏的乙醇不溶物实验结果见表 5,乙醇不溶物均小于 5%,说明工艺的可行性,产品质量较好。

表 5 菠萝蜜芳香浸膏的乙醇不溶物

Table 5 The ethanol insoluble matter of jackfruit aromatic extract

批号	m/g	$(A+B)/\text{g}$	$(A+B+D)/\text{g}$	$F/\%$
20100502	1.000 0	62.561 6	62.576 2	1.46
20100503	1.000 0	36.580 7	36.592 3	1.16
20100504	1.000 0	38.490 1	38.499 9	0.98

注: F 为乙醇不溶物,%; A 为具塞量筒的质量, g ; B 为滤纸的质量, g ; I 为不溶物的质量, g ; m 为试样的质量, g 。

2.6 砷含量的测定

观察到试验的砷斑浅于砷的限量标准的砷斑,实验结果表明,菠萝蜜芳香浸膏的砷含量没有超过限量。

2.7 大肠菌群计数

实验结果表明,在初次发酵后,样品均没有产气,大肠菌群呈阴性,即菠萝蜜芳香浸膏的大肠菌群数符合要求。

2.8 菌落总数测定

实验结果表明,样品的菌落总数均不超过 1 000 cfu/g,符合要求。

3 结 语

a. 不同批次的菠萝蜜芳香浸膏均似榴莲香气,香甜味浓郁,具有菠萝蜜果的香甜味,感官指标(香气)基本无差异;

b. 不同批次的菠萝蜜芳香浸膏理化指标稳定且符合相类似产品的要求,初步测得菠萝蜜芳香浸膏的各项指标如下:酸值 ≤ 20 ;酯值 ≥ 135 ;相对密度 ≥ 1.24 ;砷含量 $\leq 3 \text{ mg/kg}$;大肠菌群计数 $\leq 30 \text{ MPN}$ 每 100 g ;菌落总数(个/克或个/毫升) $\leq 1\,000$ 。

致谢

感谢武汉工程大学化工与制药学院提供的平台,感谢本实验室其他成员的支持与帮助!

参考文献:

- [1] 南京中医药大学. 中药大辞典[M]. 2 版. 上海: 上海科学技术出版社, 2006: 2-7.
Nanjing University of Chinese Medicine. Chinese dictionary[M] 2 nd ed. Shang Hai; Shanghai Science and Technology Press, 2006: 2-7. (in chinese)
- [2] Gunasena H P M. Manual of Jackfruit Cultivation in Sri Lanka [M]. Forestry Information Service Forest Departments, 1996: 26-27.
- [3] 毛琪, 叶春海, 李映志, 等. 菠萝蜜研究进展[J]. 中国农学通报, 2007, 3(27): 439-443.
MAO Qi, YE Chun-hai, Li Ying-zhi, et al. Progress in study of Jackfruit [J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2007, 3(27): 439-443. (in chinese)
- [4] Prakash O, Kumar R, Mishra A, et al. Artocarpus heterophyllus (jackfruit): an overview [M]. Pharmacognosy Reviews, 2009, 3(6): 353-358.
- [5] 郭朝广. 菠萝蜜树根治疗急性扁桃体炎[J]. 广西医学, 1976(5): 20.
GUO Zhao-guang. The root of Jackfruit tree crue the acute tonsillitis[J]. Guangxi medical science, 1976 (5): 20. (in chinese)
- [6] 高爱平. 全身都是宝的“热带水果皇后”-菠萝蜜[J]. 中国果菜, 2003(4): 33.
GAO Ai-ping. “Queen of tropical fruits” which is full body of treasure-jackfruit [J]. Chinese fruit and vegetable, 2003(4): 33. (in chinese)
- [7] Maia J G S, Andrade E H A, Zoghbi M G B. Aroma volatiles from two fruit varieties of jackfruit (Artocarpus heterophyllus Lam.) [J]. Food Chemistry, 2004, 85: 195-197.
- [8] Ong B T, Nazimah S A H, Osman A, et al. Chemical and flavour changes in jackfruit (Artocarpus heterophyllus Lam.) cultivar J3 during ripening[J]. Postharvest Biology and Technology, 2006, 40: 279-286.
- [9] Ong B T, Nazimah S A H, Tan C P, et al. Analysis of volatile compounds in five jackfruit (Artocarpus heterophyllus L.) cultivars using solid-phase micro-extraction (SPME) and gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry (GC-TOFMS)[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2008, 21: 416-422.
- [10] 纳智. 菠萝蜜中香气成分分析[J]. 热带亚热带植物学报, 2004, 12(6): 538-540.
NA Zhi. Analysis of Aroma Components in Jackfruit[J]. Tropical and subtropical botanical Journal, 2004, 12(6): 538-540. (in chinese)
- [11] 郑华, 张弘, 甘瑾, 等. 菠萝蜜果实挥发物的热脱附-气相色谱/质谱(TCT-GC/MS)联用分析[J]. 食品科学, 2010, 31(6): 141-144.
ZHENG Hua, ZHANG Hong, GAN Jin, et al. Jackfruit fruit volatiles thermal desorption-gas chromatography/mass spectrometry analysis [J]. Food Science, 2010, 31(6): 141-144. (in chinese)
- [12] 郭飞燕, 季明慧, 舒火明, 等. 海南菠萝蜜挥发油的提取及成分鉴定[J]. 食品科学, 2010, 31(2): 168-170.
GUO Fei-yan, Ji Ming-hui, SHU Huo-ming, et al. The extraction and identification of components in Hainan jackfruit Volatile oil [J]. Food Science, 2010, 31(2): 168-170. (in chinese)

(下转第 33 页)