DOI:10.12441/spyswjs.20230322001 [文章编号] 1673-1689(2025)01-0088-11

GC-IMS分析不同杀菌方式对铁皮石斛饮料中挥发性物质的影响

刘春晖[1] 龙运忠[2] 刘未未[1] 吕文平[1] 马朝阳[1] 章雪珍[2] 王洪新[1*]

（1. 江南大学食品学院,江苏 无锡 214122; 2. 贵州康旅食斛开发有限公司,贵州 黔东南州 557401）

摘要:【目的】明确不同杀菌方式对铁皮石斛(*Dendrobium officinale*)饮料中挥发性物质的影响。**【方法】**采用气相色谱-离子迁移谱(gas chromatography-ion mobility spectrometry,GC-IMS)技术测定未杀菌、声热杀菌、高温杀菌的铁皮石斛饮料中挥发性物质的组成及相对含量变化。**【结果】**铁皮石斛饮料中含有61种挥发性物质,包含20种醛类化合物、13种醇类化合物、12种酮类化合物、7种酯类化合物、3种杂环类化合物、3种烯烃类化合物、2种醚类化合物和1种酸类化合物。声热杀菌对铁皮石斛饮料的挥发性物质影响较小,杀菌前后两者挥发性物质的组成和相对含量较为相似;而高温杀菌对铁皮石斛饮料的挥发性物质影响较大,其中2-甲基-3-巯基呋喃、戊酸乙酯、2-庚酮、异戊醛和5-甲基糠醛等物质的相对含量显著增加。差异分析结果显示,声热杀菌和高温杀菌的铁皮石斛饮料特征风味物质差别较大,能够较好区分。**【结论】**声热杀菌有助于保持铁皮石斛饮料的原有风味,而高温杀菌能丰富其香气,该研究可为铁皮石斛饮料的品质鉴定和杀菌工艺选择提供依据。

关键词:铁皮石斛;铁皮石斛饮料;气相色谱-离子迁移谱;挥发性物质;杀菌方式

Influences of Sterilization Methods on Volatile Organic Compounds of *Dendrobium officinale* Beverage by GC-IMS

LIU Chunhui[1] *LONG Yunzhong*[2] *LIU Weiwei*[1] *LYU Wenping*[1] *MA Chaoyang*[1]
ZHANG Xuezhen[2] *WANG Hongxin*[1*]

(1. School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China; 2. Guizhou Kanglv Shihu Development Co., Ltd., Qiandongnan 557401, China)

Abstract: [**Objective**] The aim of the study is to clarify the influences of different sterilization methods on volatile organic compounds of *Dendrobium officinale* beverage. [**Method**] Gas chromatography-ion mobility spectrometry (GC-IMS) was employed to determine the composition and relative content changes of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage under no sterilization, thermosonication, and high-temperature sterilization. [**Result**] 61 volatile organic compounds were identified in *Dendrobium officinale* beverage by GC-IMS, including 20 aldehydes, 13 alcohols, 12 ketones, 7 esters, 3 heterocycles, 3 alkenes, 2 ethers, and 1 acid. Thermosonication had little effect on the volatile organic compounds of *Dendrobium officinale* beverage, and the composition and relative content of volatile organic compounds were similar before and after thermosonication. High-temperature sterilization had great effects on the volatile organic compounds of *Dendrobium officinale* beverage, and the relative content of compounds such as 2-methyl-3-furanthiol, ethyl pentanoate, 2-heptanone, isovaleraldehyde, and 5-methylfurfural significantly increased. The results of difference

通信作者:王洪新(1964—),男,博士,教授,博士研究生导师,主要从事食品功能因子及其应用研究。E-mail:hxwang@jiangnan.edu.cn

收稿日期:2023-03-22 **修回日期:**2023-05-23

analysis showed that *Dendrobium officinale* beverages treated by thermosonication and high-temperature sterilization had differences in characteristic flavor compounds and could be well distinguished. [**Conclusion**] Thermosonication is helpful to maintain the original flavor of *Dendrobium officinale* beverage, while high-temperature sterilization can enrich the aroma of the beverage. The results can provide a basis for the quality identification and sterilization process selection of *Dendrobium officinale* beverage.

Keywords: *Dendrobium officinale*; *Dendrobium officinale* beverage; gas chromatography-ion mobility spectrometry; volatile organic compound; sterilization method

铁皮石斛是兰科石斛属的草本植物，主要分布于中国安徽、浙江、福建、贵州、云南等地。铁皮石斛营养丰富，含有多种功能性成分，如多糖、生物碱、氨基酸、菲类化合物、联苄类化合物和一些微量元素等[1-2]。研究表明，铁皮石斛具有抗氧化、抗衰老、抗肿瘤、降血压、降血糖、提高免疫力、促进消化等作用[3-4]。作为一种药食同源的植物性原料，铁皮石斛在过去主要以中药材的形式存在，普通消费者对其了解甚少，因此开发利用铁皮石斛具有很大的前景。将铁皮石斛加工成饮料，有助于提高消费者对铁皮石斛的认知度，并促进石斛行业的发展。

制备饮料通常需要经过杀菌处理，传统的热杀菌技术虽然能够彻底灭菌并延长产品保质期，但高温容易导致饮料的色泽、风味等感官品质发生变化。声热杀菌通过结合超声波与温和热处理，利用加热和空化作用使酶和微生物失活，既能在一定程度上避免高温导致的饮料品质变化，又能增强超声波的灭菌效果[5]。挥发性物质的组成决定了食品的风味，其在杀菌过程中的变化会对食品的感官品质产生影响。目前，关于铁皮石斛的研究主要集中在其功能性质上，而关于铁皮石斛挥发性物质的研究也仅限于原料本身，对于铁皮石斛在饮料中的应用及其在高温加工过程中挥发性物质的变化尚不明确。

GC-IMS是一种新型气相分离和检测技术，结合了气相色谱的高分离能力和离子迁移光谱的快速响应特性[6]。与气相色谱-质谱联用（gas chromatography-mass spectrometry，GC-MS）技术相比，GC-IMS具有操作简单、检测耗时短、分离效率高、灵敏度高等特点[7]。此外，GC-IMS在检测时无需富集浓缩样品，有助于保持食品的真实风味。目前，GC-IMS技术已在食品风味分析、商品掺假鉴别和农产品质量评估等领域得到广泛应用[8-11]。

作者通过制备未杀菌、声热杀菌、高温杀菌处理的铁皮石斛饮料，采用GC-IMS技术对饮料中的挥发性物质进行鉴定和分析，明确不同杀菌方式处理后挥发性物质的组成及相对含量变化，以期为铁皮石斛饮料的品质鉴定和杀菌工艺选择提供科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料

铁皮石斛茎：贵州康旅食斛开发有限公司。

1.2 仪器与设备

手提式压力蒸汽灭菌器：YQS-LS-18S型，上海博迅医疗生物仪器股份有限公司；数控超声波清洗器：KQ-800DE型，昆山市超声仪器有限公司；离子迁移谱仪：S-IMS型，德国G.A.S.公司；搅拌机：MJ-WBL2501B型，广州美的生活电器制造有限公司；胶体磨：JMF-50型，上海台驰轻工装备有限公司；高精度分光测色仪：UltraScan PRO型，美国HunterLab公司。

1.3 试验方法

1.3.1 样品制备

挑选新鲜的铁皮石斛茎，用流水将杂质和表皮清洗干净，除去残枝后切成2~3 cm的小段。与30倍质量的去离子水混合，经搅拌机粗磨5 min后置于胶体磨中磨浆20 min，磨浆液经200目滤网过滤后备用。

1.3.2 杀菌参数

声热杀菌参数为：超声功率640 W，超声温度50 ℃，超声时间25 min。高温杀菌参数为：杀菌温度121 ℃，杀菌时间15 min。

1.3.3 微生物指标测定

菌落总数的测定参照GB 4789.2—2022；霉菌和酵母的测定参照GB 4789.15—2016。

1.3.4 色泽测定

采用高精度分光测色仪测定饮料样品的亮度值

（L^*值）、红绿值（a^*值）和黄蓝值（b^*值）。L^*值越大表示样品亮度越高；a^*值为正值表示样品为红色，负值表示为绿色；b^*值为正值表示样品为黄色，负值表示为蓝色。

1.3.5 GC-IMS分析

参考Liu等[12]的方法并稍加改动。进样方式为自动顶空进样，进样体积600 μL，孵育时间20 min，孵育温度40 ℃，进样针温度85 ℃。GC-IMS条件：DB-WAX色谱柱（30 m×0.32 mm×0.25 μm）；柱温60 ℃；载气、漂移气为N_2，漂移气流量150 mL/min；初始流量为2 mL/min保持2 min，2~10 min升至10 mL/min，10~20 min升至100 mL/min，20~30 min升至150 mL/min；IMS温度45 ℃。

1.3.6 感官评价

参考程宏桢等[13]的方法，采用定量描述分析法对铁皮石斛饮料进行感官评价。根据GB/T 16291.1—2012中的要求，挑选10名专业的感官评定人员组成感官评定小组，对样品的香气属性进行描述与讨论，确定香气评价指标。采用10分制对各评价指标的香气强度进行评分，其中0表示无香气，1~9代表从极弱到极强的香气强度变化。

1.3.7 数据处理

所有试验均重复测定3次及以上，GC-IMS的结果运用仪器配套的VOCal软件和Reporter、Gallery Plot、Dynamic PCA插件进行分析并绘制图谱；使用SPSS 26.0软件处理数据并进行显著性分析，$P<0.05$表示差异显著；采用Origin 2018软件作图。

2 结果与讨论

2.1 不同杀菌方式对铁皮石斛饮料色泽和微生物指标的影响

与未杀菌样品相比，铁皮石斛饮料经高温杀菌后，L^*值和a^*值显著增大，b^*值显著减小，饮料的色泽由绿色变为黄褐色，见图1和表1。这是由于在高温杀菌过程中饮料中的叶绿素发生热降解产生了褐色的脱镁叶绿素和焦脱镁叶绿素[14]，同时高温下体系发生非酶褐变，其产物类黑素的积累也导致铁皮石斛饮料呈现黄褐色。而声热杀菌由于处理温度较低，非酶褐变和叶绿素降解的反应程度较轻，因此色泽劣变较少，饮料保持绿色的外观。



图1 不同杀菌方式对铁皮石斛饮料外观的影响

Fig. 1 Influences of different sterilization methods on the appearance of *Dendrobium officinale* beverage

表1 不同杀菌方式对铁皮石斛饮料色泽的影响

Table 1 Influences of different sterilization methods on the color of *Dendrobium officinale* beverage

杀菌方式	L^*值	a^*值	b^*值
未杀菌	71.50±0.34^c	−5.37±0.02^c	29.18±0.08^a
声热杀菌	75.74±0.24^b	−4.48±0.11^b	27.65±0.07^b
高温杀菌	84.80±0.13^a	−1.96±0.01^a	25.72±0.09^c

注：同列不同字母表示差异显著（$P<0.05$）。

GB 7101—2022规定饮料中微生物限量为菌落总数不超过2.00 lg（CFU/mL）（即100 CFU/mL），霉菌和酵母不超过1.30 lg（CFU/mL）（即20 CFU/mL）。声热杀菌处理后，铁皮石斛饮料的微生物指标符合国家标准（见表2），这与Saeeduddin等[15]的研究结果类似。经高温杀菌处理后，饮料中菌落总数、霉菌和酵母均未检出。铁皮石斛饮料的pH为5.69，属于低酸性饮料。由于低酸性饮料酸度较低，易被各种芽孢菌、致病菌和其他腐败菌污染而变质[16]，且这些有害菌的芽孢具有较强的耐热性。与声热杀菌相比，高温杀菌能够达到更强的灭菌效果，从而使饮料保持较长的货架期。

2.2 不同杀菌方式下铁皮石斛饮料的感官评价结果

3种铁皮石斛饮料的感官评价结果如图2所示，铁皮石斛饮料的香气属性被描述为果香、花香、青草香、焦糖香、坚果香和麦芽香。未杀菌饮料中青草香最为凸出，声热杀菌和高温杀菌会减弱饮料的青草香，但能增强饮料的麦芽香和焦糖

表2　不同杀菌方式对铁皮石斛饮料微生物指标的影响

Table 2　Influence of different sterilization methods on the microbial indices of *Dendrobium officinale* beverage

杀菌方式	菌落总数/lg（CFU/mL）	霉菌和酵母/lg（CFU/mL）
未杀菌	4.59±0.05	2.98±0.05
声热杀菌	1.10±0.14	—
高温杀菌	—	—

注：“—”表示未检测到。

香。3种饮料样品均具有较强的果香和花香属性以及较弱的坚果香。与声热杀菌相比，高温杀菌后饮料的香气属性变化大。铁皮石斛含有较多的糖类和氨基酸等物质，杀菌温度的升高有利于美拉德反应的发生，而美拉德反应产物会导致饮料香气发生较大变化[17]。

2.3　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的GC-IMS谱图分析

图3为不同杀菌方式处理的铁皮石斛饮料中挥发性物质的GC-IMS三维谱图。为了便于观察和分析，将三维谱图上方的俯视角度转化为二维谱图进行分析，见图4。在二维谱图中，横坐标1.0处有一条红色的竖线代表反应离子峰（RIP峰），RIP峰旁不同颜色的点对应不同挥发性物质，颜色深浅代表峰强度，白色表示峰强度较低，红色表示峰强度较高[18]。以未杀菌样品的二维谱图作为参比，杀菌后的样品经扣减参比操作，得到铁皮石斛饮料挥发性物质的二维差异谱图，见图5。若杀菌后样品中某挥发性物质质量浓度未发生变化，该物质的信号峰呈背景色；若其质量浓度高于对照样品，显示为红色；反之，则显示为蓝色[19]。由图5可以看出，声热杀菌后铁皮石斛饮料中各挥发性物质的质量浓度变化较小，而高温杀菌后其挥发性物质质量浓度变化明显。

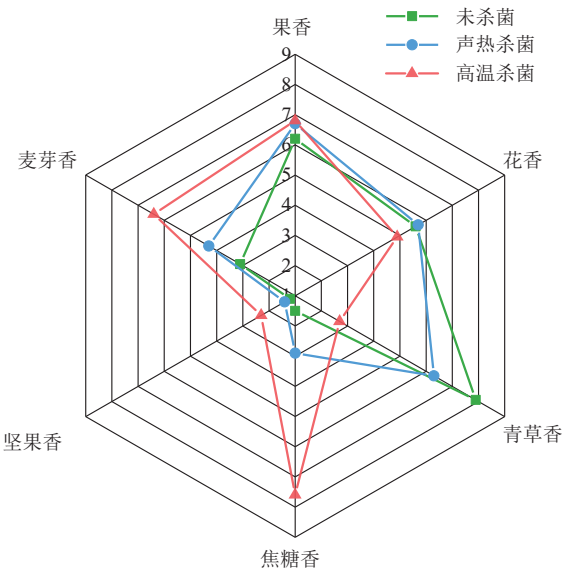


图2　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料的感官评价雷达图

Fig. 2　Sensory evaluation radar map of *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

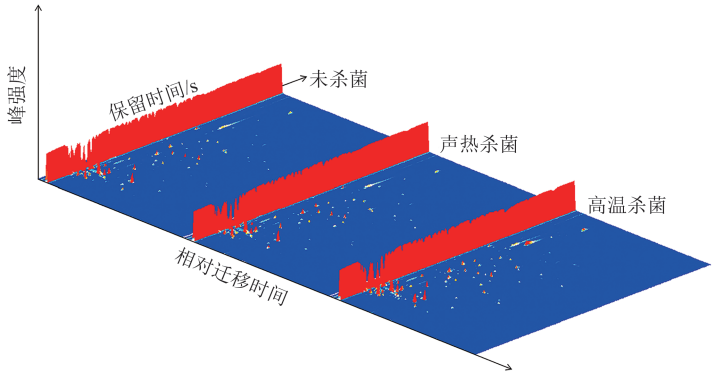


图3　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的GC-IMS三维谱图

Fig. 3　Three-dimensional GC-IMS spectra of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

2.4　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的定性和定量分析

根据气相色谱的保留指数和离子迁移谱的相对迁移时间，对3种铁皮石斛饮料样品的挥发性物质进行定性分析。由表3可知，共鉴定了61种挥发性物质，包括20种醛类化合物、13种醇类化合物、12种酮类化合物、7种酯类化合物、3种杂环类化合物、3种烯烃类化合物、2种醚类化合物和1种酸类

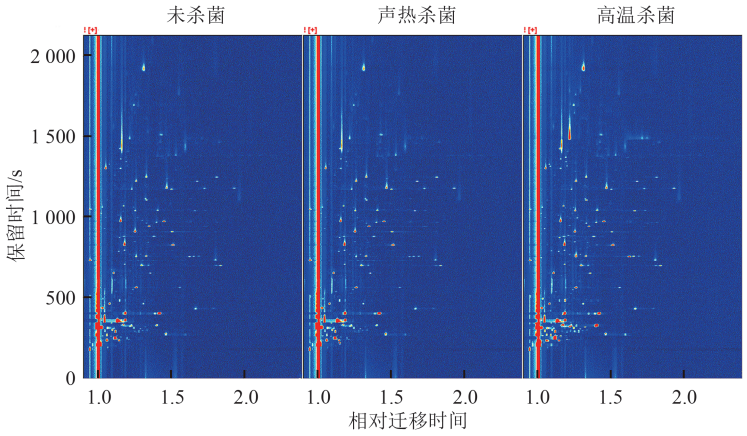


图 4 不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的 GC-IMS 二维谱图

Fig. 4 Two-dimensional GC-IMS spectra of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

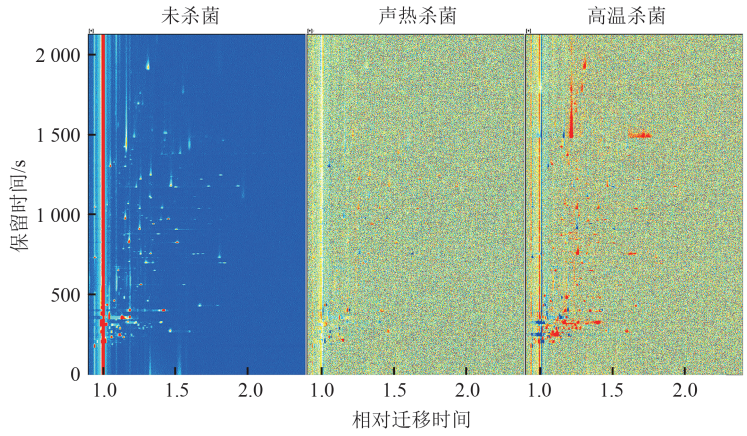


图 5 不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的 GC-IMS 二维差异谱图

Fig. 5 Two-dimensional GC-IMS difference spectra of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

化合物。部分化合物同时检测到了单聚体(M)和二聚体(D),它们的保留时间相同,但相对迁移时间不同[20],通常相对迁移时间较早的信号峰为该化合物的M,而相对迁移时间较晚的信号峰为该化合物的D。

表 3 铁皮石斛饮料中挥发性物质的定性分析

Table 3 Qualitative analysis of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage

序号	挥发性物质	分子式	相对分子质量	保留指数	保留时间/s	相对迁移时间
1	乙酸	$C_2H_4O_2$	60.1	1 461.2	1 304.306	1.050 31
2	4-烯丙基苯甲醚	$C_{10}H_{12}O$	148.2	1 656.3	1 697.991	1.243 70
3	烯丙基甲基硫醚	C_4H_8S	88.2	961.5	358.767	1.041 38
4	*β*-石竹烯	$C_{15}H_{24}$	204.4	1 564.7	1 513.098	1.434 35
5	柠檬烯	$C_{10}H_{16}$	136.2	1 191.0	757.049	1.654 91
6	*γ*-松油烯	$C_{10}H_{16}$	136.2	1 284.9	948.257	1.214 73
7	2-戊基呋喃	$C_9H_{14}O$	138.2	1 235.4	847.508	1.251 24
8	2-庚基呋喃	$C_{11}H_{18}O$	166.3	1 225.7	827.788	1.403 02
9	2-甲基-3-巯基呋喃	C_5H_6OS	114.2	870.4	261.126	1.154 61
10	苯乙酸乙酯	$C_{10}H_{12}O_2$	164.2	1 768.3	1 923.883	1.310 50

续表

序号	挥发性物质	分子式	相对分子质量	保留指数	保留时间/s	相对迁移时间
11	戊酸戊酯	$C_{10}H_{20}O_2$	172.3	1 400.4	1 181.622	1.467 28
12	己酸甲酯	$C_7H_{14}O_2$	130.2	1 191.1	757.305	1.691 04
13	乙酸乙酯	$C_4H_8O_2$	88.1	906.3	299.543	1.095 69
14	乙酸甲酯	$C_3H_6O_2$	74.1	857.8	247.635	1.196 77
15	戊酸乙酯	$C_7H_{14}O_2$	130.2	898.1	290.773	1.278 87
16	丙酸丁酯	$C_7H_{14}O_2$	130.2	912.1	305.748	1.289 70
17	6-甲基-5-庚烯-2-酮	$C_8H_{14}O$	126.2	1 345.0	1 069.721	1.172 01
18	环戊酮	C_5H_8O	84.1	1 141.5	652.639	1.104 58
19	3-羟基-2-丁酮-M	$C_4H_8O_2$	88.1	1 330.8	1 041.114	1.252 08
20	3-羟基-2-丁酮-D	$C_4H_8O_2$	88.1	1 330.1	1 039.732	1.662 73
21	1-戊烯-3-酮-M	C_5H_8O	84.1	1 037.5	462.676	1.076 10
22	1-戊烯-3-酮-D	C_5H_8O	84.1	1 037.1	462.044	1.307 35
23	2-己酮	$C_6H_{12}O$	100.2	1 050.3	483.278	1.185 01
24	2-庚酮-M	$C_7H_{14}O$	114.2	1 191.0	757.031	1.259 87
25	2-庚酮-D	$C_7H_{14}O$	114.2	1 190.5	756.045	1.626 61
26	2,3-丁二酮	$C_4H_6O_2$	86.1	936.8	332.301	1.172 22
27	1-（乙酰氧基）-2-丙酮	$C_5H_8O_3$	116.1	1 468.2	1 318.433	1.198 23
28	3-戊酮	$C_5H_{10}O$	86.1	998.9	400.418	1.344 83
29	氧化芳樟醇	$C_{10}H_{18}O_2$	170.3	1 421.4	1 223.830	1.258 01
30	顺-3-己烯醇-M	$C_6H_{12}O$	100.2	1 396.8	1 174.233	1.227 74
31	顺-3-己烯醇-D	$C_6H_{12}O$	100.2	1 396.3	1 173.296	1.501 52
32	1-辛烯-3-醇	$C_8H_{16}O$	128.2	1 398.7	1 178.154	1.729 26
33	乙醇	C_2H_6O	46.1	960.5	357.667	1.130 49
34	正戊醇-M	$C_5H_{12}O$	88.1	1 266.0	909.778	1.252 80
35	正戊醇-D	$C_5H_{12}O$	88.1	1 266.2	910.177	1.507 14
36	异丁醇	$C_4H_{10}O$	74.1	1 048.4	480.231	1.147 94
37	正己醇	$C_6H_{14}O$	102.2	1 363.0	1 106.027	1.330 42
38	正丁醇	$C_4H_{10}O$	74.1	1 167.5	707.471	1.180 64
39	异丙醇	C_3H_8O	60.1	926.5	321.249	1.219 71
40	1-戊烯-3-醇	$C_5H_{10}O$	86.1	1 141.3	652.250	1.356 79
41	叔丁醇	$C_4H_{10}O$	74.1	923.5	317.985	1.321 72
42	反-2-己烯醛-M	$C_6H_{10}O$	98.1	1 226.8	829.965	1.179 90
43	反-2-己烯醛-D	$C_6H_{10}O$	98.1	1 224.7	825.869	1.513 82
44	2-己烯醛	$C_6H_{10}O$	98.1	1 209.0	793.801	1.179 37
45	壬醛	$C_9H_{18}O$	142.2	1 399.6	1 179.901	1.932 73
46	庚醛	$C_7H_{14}O$	114.2	1 191.2	757.495	1.328 60
47	反-2-辛烯醛-M	$C_8H_{14}O$	126.2	1 434.2	1 249.841	1.329 67
48	反-2-辛烯醛-D	$C_8H_{14}O$	126.2	1 434.0	1 249.433	1.814 95
49	丙烯醛	C_3H_4O	56.1	845.1	233.957	1.059 92
50	正戊醛	$C_5H_{10}O$	86.1	1 000.0	402.123	1.418 63
51	辛醛	$C_8H_{16}O$	128.2	1 294.9	968.707	1.397 87
52	顺-4-庚烯醛	$C_7H_{12}O$	112.2	1 248.4	874.039	1.145 85
53	己醛-M	$C_6H_{12}O$	100.2	1 099.3	563.625	1.259 84
54	己醛-D	$C_6H_{12}O$	100.2	1 098.8	562.565	1.558 55

续表

序号	挥发性物质	分子式	相对分子质量	保留指数	保留时间/s	相对迁移时间
55	3-甲基-2-丁烯醛	C_5H_8O	84.1	1 207.7	791.174	1.089 77
56	反,反-2,4-庚二烯醛	$C_7H_{10}O$	110.2	1 494.7	1 371.772	1.189 67
57	糠醛	$C_5H_4O_2$	96.1	1 467.1	1 316.127	1.083 01
58	异丁醛	C_4H_8O	72.1	849.7	238.910	1.277 61
59	异戊醛	$C_5H_{10}O$	86.1	933.4	328.645	1.400 95
60	5-甲基糠醛	$C_6H_6O_2$	110.1	1 553.5	1 490.394	1.215 49
61	丁醛	C_4H_8O	72.1	860.6	250.617	1.114 20

对不同杀菌方式处理的铁皮石斛饮料中的挥发性物质进行定量分析,以各个样品中的化合物总峰体积为基准,得到各类化合物在不同样品中的相对含量,见图6。将未杀菌样品中各类化合物的峰体积设定为100%,可得到各类化合物在不同样品间的相对变化量,见表4。结果显示,各样品中醛类化合物的相对含量最高,为41.4%~52.6%。醛类化合物的阈值通常较低[21],并且大多带有水果、脂肪和坚果的香气[22],有助于增强饮料的风味。而醇类化合物的阈值通常较高[23],但其在不同样品中的相对含量为16.5%~23.9%,仅次于醛类化合物,也可作为重要的风味物质。与高温杀菌相比,声热杀菌样品中各化合物相对变化量改变较少,除酸类化合物外,其他几类化合物相对变化量呈上升趋势。经高温杀菌处理后,醛类、酮类和杂环类化合物的相对变化量增加最多,分别为未杀菌样品的187.7%、180.0%和172.9%。这主要是由于高温使体系的美拉德反应速率加快,从而导致挥发性物质的相对变化量增加。研究表明,美拉德反应会产生醛、酮、吡嗪和呋喃等风味化合物[24],其反应程度受温度、加热时间、pH和反应物浓度等因素的影响。醇类和醚类化合物经高温杀菌后相对变化量与未杀菌样品相近;酯类化合物通常带有水果的香气,经高温杀菌处理后相对变化量有所上升。声热杀菌和高温杀菌均会使铁皮石斛饮料中的挥发性物质总量增加,其中高温杀菌的相对变化量较大,为未杀菌样品的147.6%,这说明高温杀菌有助于丰富铁皮石斛饮料的香气。

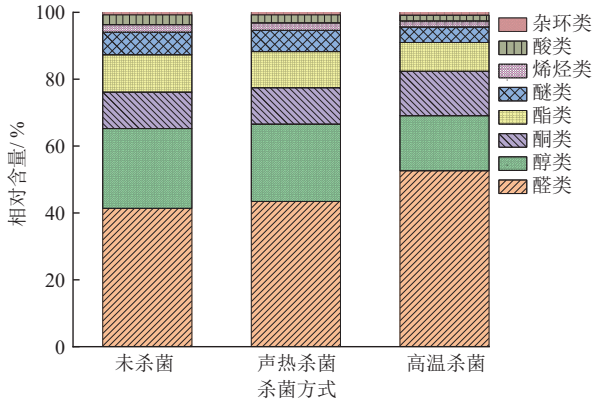


图6 不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的相对含量

Fig. 6 Relative content of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

表4 不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的相对变化量

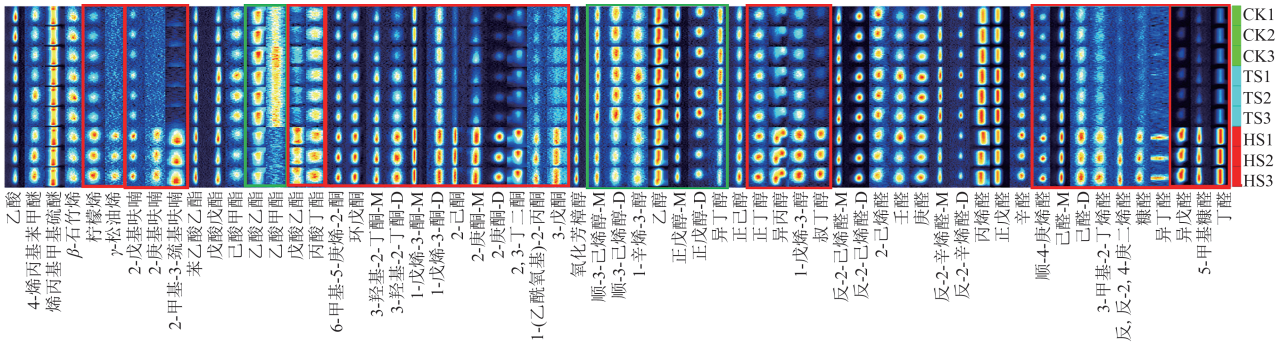
Table 4 Relative content variations of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

杀菌方式	相对变化量/%								
	酸类	醚类	烯烃类	杂环类	酯类	酮类	醇类	醛类	总量
未杀菌	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0	100.0
声热杀菌	87.3	100.5	104.5	102.7	102.2	106.1	102.9	111.4	106.1
高温杀菌	84.8	100.9	120.4	172.9	113.5	180.0	102.0	187.7	147.6

2.5 不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的GC-IMS指纹图谱分析

为了比较铁皮石斛饮料中各挥发性物质在不同杀菌条件下的变化,采用Gallery Plot插件生成不同样品间的指纹图谱信息,见图7。在图谱中,信号峰的颜色越红,表示该挥发性物质的相对含量越高;反之,则表示其相对含量越低。按照化合物的种类对指纹图谱的信号峰进行排序

发现，经声热杀菌处理后，铁皮石斛饮料中的挥发性物质变化程度较小；而高温杀菌则会使铁皮石斛饮料中的挥发性物质发生明显变化。具体表现为：经高温杀菌后，烯烃类化合物中柠檬烯和γ-松油烯的相对含量略有增加，使饮料的柠檬和柑橘类香气得到增强；醚类化合物变化较小，其相对含量与未杀菌样品相似；在杂环类化合物中，2-戊基呋喃（具有类似蔬菜的香气）、2-庚基呋喃（具有牛奶的香气）和2-甲基-3-巯基呋喃（具有坚果的香气）相对含量均显著增加；酯类化合物中，乙酸甲酯和乙酸乙酯的相对含量有所降低，丙酸丁酯和戊酸乙酯的相对含量增加，其中戊酸乙酯可赋予饮料苹果的香气；12种酮类化合物相对含量均增加；醇类化合物的总相对变化量与未杀菌样品相似，但各物质的占比发生了变化，其中顺-3-己烯醇、1-辛烯-3-醇、乙醇、正戊醇和异丁醇的相对含量显著减少，正丁醇、异丙醇、1-戊烯-3-醇和叔丁醇的相对含量显著增加；醛类化合物是相对含量最多且种类最丰富的一类，各醛类化合物的相对含量总体呈增加趋势，特别是异戊醛（具有麦芽和水果的香气[25]）、5-甲基糠醛（可赋予饮料焦糖的气味[26]）和丁醛的相对含量大幅增加。另外，3种样品均含有较多的反-2-己烯醛和苯乙酸乙酯，其中反-2-己烯醛赋予饮料浓郁的水果、绿叶香气，苯乙酸乙酯则赋予饮料浓郁香甜的蜂蜜气味。



CK—未杀菌；TS—声热杀菌；HS—高温杀菌。

图7　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的GC-IMS指纹图谱

Fig. 7　GC-IMS fingerprints of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

2.6　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的差异分析

利用GC-IMS谱图中各挥发性物质的峰体积对不同铁皮石斛饮料样品进行聚类分析，见图8。结果表明，样品组被分为未杀菌和声热杀菌、高温杀菌2大类，这与上述分析结果一致。通过挥发性物质之间的聚类分析，可区分不同杀菌方式处理后铁皮石斛饮料的特征风味物质。其中，己酸甲酯、正戊醇、异丁醇、顺-3-己烯醇、1-辛烯-3-醇、反-2-辛烯醛和正戊醛等可作为声热杀菌样品的特征风味物质；γ-松油烯、2-庚基呋喃、2-甲基-3-巯基呋喃、戊酸乙酯、1-戊烯-3-酮、2-己酮、2-庚酮、2,3-丁二酮、异丙醇、1-戊烯-3-醇、叔丁醇、异戊醛、5-甲基糠醛和丁醛等可作为高温杀菌样品的特征风味物质。

采用Dynamic PCA插件对不同样品组进行主成分分析，见图9。不同颜色的点代表不同的样品，点与点的间距大小反映样品间的差异程度。声热杀菌与未杀菌样品间距较小，表明两者挥发性物质的差异较小；而高温杀菌和声热杀菌与未杀菌的样品距离较远，表明其挥发性物质的差异较大。经降维处理后，第一主成分（PC1）的贡献率为85%，第二主成分（PC2）的贡献率为11%，累计贡献率为96%，信息损失较少，能够代表不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的主要特征。

“最近邻”指纹分析是通过计算不同样品之间的欧氏距离，确定欧氏距离最远的2个样品位于横轴的两侧，从左侧开始依次检索不同样品间的最小欧氏距离，找到“最近邻”，从而判断样品间的相似程度。如图10所示，声热杀菌和未杀菌的样品欧氏距离最近，表明两者的挥发性物质相似度较高；高温杀菌与声热杀菌的样品欧氏距离最远，说明2种杀菌方式的样品区分度较好，两者的挥发性物质存在较大差异。

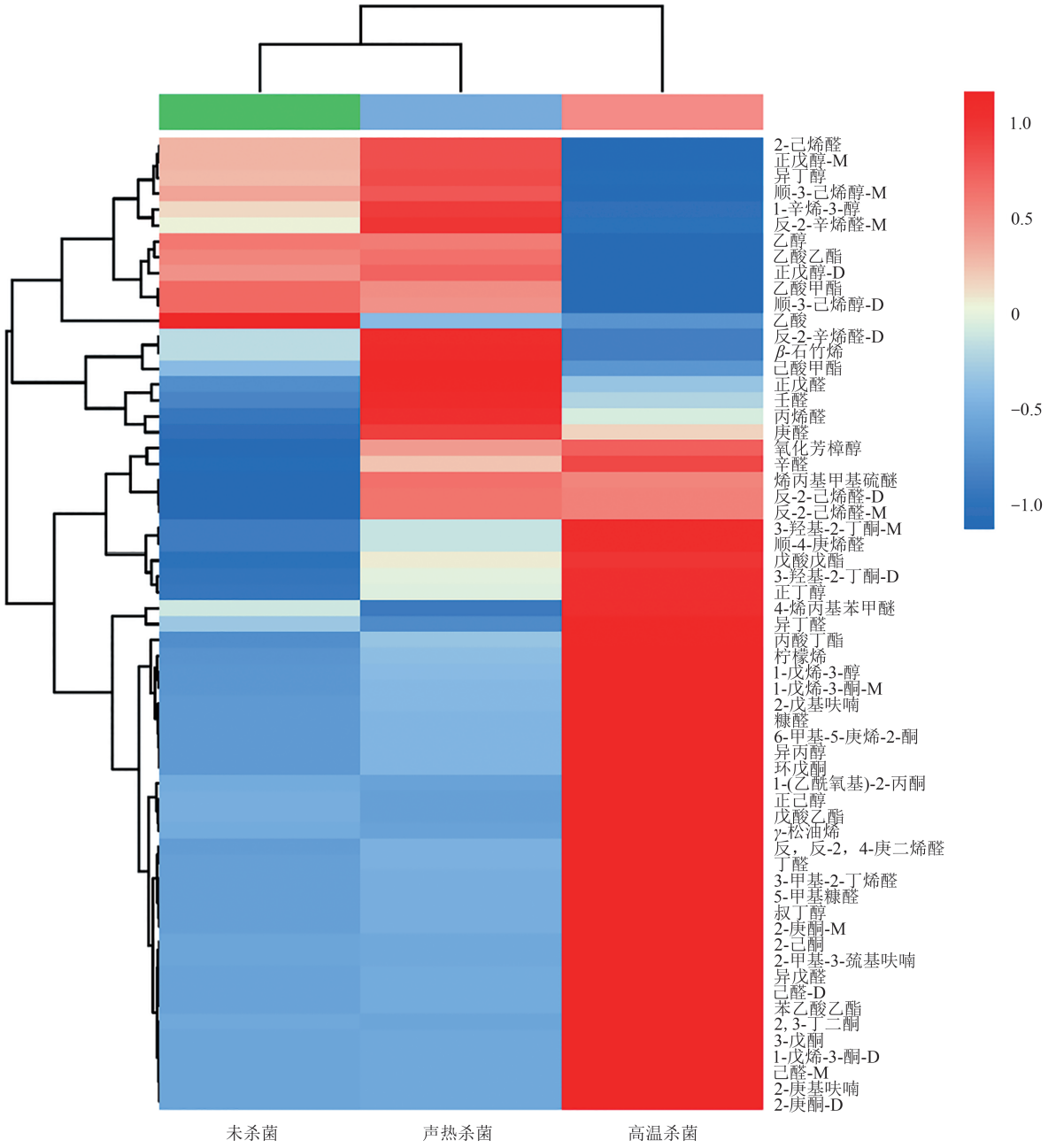


图 8　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的聚类分析

Fig. 8　Cluster analysis of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

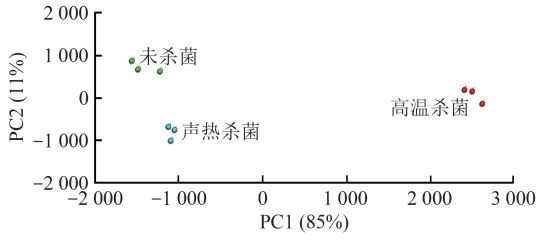


图 9　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的 PCA 分析

Fig. 9　PCA analysis of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods



CK—未杀菌；TS—声热杀菌；HS—高温杀菌。

图 10　不同杀菌方式下铁皮石斛饮料挥发性物质的“最近邻”指纹分析

Fig. 10　“Nearest neighbor” fingerprint analysis of volatile organic compounds in *Dendrobium officinale* beverage sterilized with different methods

3 结论

采用GC-IMS技术对不同杀菌方式下铁皮石斛饮料的挥发性物质进行检测，共鉴定出61种挥发性物质，包括醛类、醇类、酮类、酯类、杂环类、烯烃类、醚类和酸类化合物。声热杀菌对铁皮石斛饮料的风味影响较小，其中己酸甲酯、正戊醇、异丁醇、顺-3-己烯醇、1-辛烯-3-醇、反-2-辛烯醛和正戊醛等可作为声热杀菌铁皮石斛饮料的特征风味物质。高温杀菌对铁皮石斛饮料的风味影响较大，高温杀菌后挥发性物质的总量大幅增加，其中γ-松油烯、2-庚基呋喃、2-甲基-3-巯基呋喃、戊酸乙酯、1-戊烯-3-酮、2-己酮、2-庚酮、2，3-丁二酮、异丙醇、1-戊烯-3-醇、叔丁醇、异戊醛、5-甲基糠醛和丁醛等可作为高温杀菌铁皮石斛饮料的特征风味物质。差异分析结果显示，采用GC-IMS技术可对声热杀菌和高温杀菌的铁皮石斛饮料进行较好区分，为铁皮石斛饮料的品质鉴定和杀菌工艺选择提供了科学依据。另外，经声热杀菌处理后，饮料的色泽变化较小，感官属性维持较好，可作为一种保留铁皮石斛饮料原有风味的杀菌方式。高温杀菌可赋予饮料更浓郁的香气，且高温杀菌灭菌强度高，可以延长铁皮石斛饮料的保质期，但高温易导致饮料色泽发生劣变。因此，在实际生产加工中，可根据需求选择合适的杀菌方式，为消费者提供不同风味的铁皮石斛饮料。

参考文献

[1] 周丽群. 铁皮石斛有效成分及药理作用的研究[J]. 中阿科技论坛，2020(8)：27-29.
ZHOU L Q. Research progress on active components and pharmacological effects of *Dendrobium officinale*[J]. China-Arab States Science and Technology Forum，2020(8)：27-29.（in Chinese）

[2] 林君，黄友琴. 铁皮石斛生物活性成分及产品加工的研究进展[J]. 轻工科技，2022，38(2)：21-23，56.
LIN J，HUANG Y Q. Research progress on bioactive components and product processing of *Dendrobium candidum*[J]. Light Industry Science and Technology，2022，38(2)：21-23，56.（in Chinese）

[3] 王治丹，代云飞，罗尚娟，等. 铁皮石斛化学成分及药理作用的研究进展[J]. 华西药学杂志，2022，37(4)：472-476.
WANG Z D，DAI Y F，LUO S J，et al. Research progress on chemical constituents and pharmacological effects of *Dendrobium officinale*[J]. West China Journal of Pharmaceutical Sciences，2022，37(4)：472-476.（in Chinese）

[4] 刘雪娜，吴雪娇，刘顺航，等. 铁皮石斛的药理作用及其保健食品研发进展[J]. 保鲜与加工，2021，21(10)：144-150.
LIU X N，WU X J，LIU S H，et al. Pharmacological effects of *Dendrobium officinale* and the development of its health foods[J]. Storage and Process，2021，21(10)：144-150.（in Chinese）

[5] ANAYA-ESPARZA L M，VELÁZQUEZ-ESTRADA R M，ROIG A X，et al. Thermosonication：an alternative processing for fruit and vegetable juices[J]. Trends in Food Science & Technology，2017，61：26-37.

[6] WANG S Q，CHEN H T，SUN B G. Recent progress in food flavor analysis using gas chromatography-ion mobility spectrometry（GC-IMS）[J]. Food Chemistry，2020，315：126158.

[7] LIEDTKE S，SEIFERT L，AHLMANN N，et al. Coupling laser desorption with gas chromatography and ion mobility spectrometry for improved olive oil characterisation[J]. Food Chemistry，2018，255：323-331.

[8] 赵熙，余鹏辉，黄浩，等. 基于HS-GC-IMS法研究干燥方式对黑毛茶挥发性风味物质的影响[J]. 食品与生物技术学报，2022，41(9)：104-111.
ZHAO X，YU P H，HUANG H，et al. Influence of drying method on volatile flavor substances of raw dark tea investigated by HS-GC-IMS[J]. Journal of Food Science and Biotechnology，2022，41(9)：104-111.（in Chinese）

[9] 宋艺君，庞来祥，袁筱，等. GC-IMS法比较不同酒龄猕猴桃酒特征香气物质差异[J]. 食品与生物技术学报，2023，42(2)：58-65.
SONG Y J，PANG L X，YUAN X，et al. Difference of specific aroma substances in kiwifruit wine of different ages compared by GC-IMS[J]. Journal of Food Science and Biotechnology，2023，42(2)：58-65.（in Chinese）

[10] CHEN T，CHEN X Y，LU D L，et al. Detection of adulteration in canola oil by using GC-IMS and chemometric analysis[J]. International Journal of Analytical Chemistry，2018，2018：3160265.

[11] GU S，ZHANG J，WANG J，et al. Recent development of HS-GC-IMS technology in rapid and non-destructive detection of quality and contamination in agri-food products[J]. TrAC Trends in Analytical Chemistry，2021，144：116435.

[12] LIU B X，YANG Y，REN L K，et al. HS-GC-IMS and PCA to characterize the volatile flavor compounds in three sweet cherry cultivars and their wines in China[J]. Molecules，2022，27(24)：9056.

[13] 程宏桢，蔡志鹏，王静，等. 基于GC-MS、GC-O和电子鼻技术评价百香果酒香气特征[J]. 食品科学，2021，42(6)：256-264.
CHENG H Z，CAI Z P，WANG J，et al. Combined use of GC-MS，GC-O and electronic nose technology to evaluate the aroma characteristics of passion fruit wine[J]. Food Science，2021，42(6)：256-264.(in Chinese)

[14] SÁNCHEZ C，BARANDA A B，MARTÍNEZ I. The effect of high pressure and high temperature processing on carotenoids and chlorophylls content in some vegetables [J]. Food Chemistry，2014，163：37-45.

[15] SAEEDUDDIN M，ABID M，JABBAR S，et al. Quality assessment of pear juice under ultrasound and commercial pasteurization processing conditions[J]. LWT-Food Science and Technology，2015，64(1)：452-458.

[16] 曾洁，朱新荣，张明成. 饮料生产工艺与配方[M]. 北京：化学工业出版社，2014：33-34.

[17] 胡见曙. 食品风味化学中的美拉德反应[J]. 无锡轻工业学院学报，1989，8(2)：85-90.
HU J S. Maillard reaction in food flavor chemistry[J]. Journal of the Wuxi Institute of Light Industry，1989，8(2)：85-90.(in Chinese)

[18] SONG J X，SHAO Y，YAN Y M，et al. Characterization of volatile profiles of three colored quinoas based on GC-IMS and PCA[J]. LWT-Food Science and Technology，2021，146：111292.

[19] CHEN J H，TAO L N，ZHANG T，et al. Effect of four types of thermal processing methods on the aroma profiles of acidity regulator-treated tilapia muscles using E-nose，HS-SPME-GC-MS，and HS-GC-IMS [J]. LWT-Food Science and Technology，2021，147：111585.

[20] GARRIDO-DELGADO R，DOBAO-PRIETO M，ARCE L，et al. Determination of volatile compounds by GC-IMS to assign the quality of virgin olive oil[J]. Food Chemistry，2015，187：572-579.

[21] 程媛，吴继军，刘忠义，等. 不同杀菌方式的甜玉米饮料挥发性风味成分分析[J]. 现代食品科技，2019，35(5)：281-288.
CHENG Y，WU J J，LIU Z Y，et al. Analysis of volatile compounds in sweet corn beverage with different sterilizations[J]. Modern Food Science and Technology，2019，35(5)：281-288.(in Chinese)

[22] YANG N，ZHANG S S，ZHOU P，et al. Analysis of volatile flavor substances in the enzymatic hydrolysate of *Lanmaoa asiatica* mushroom and its Maillard reaction products based on E-nose and GC-IMS[J]. Foods，2022，11(24)：4056.

[23] 刘慧，赵鹏涛，王晓宇，等. 不同抗氧化剂对非浓缩还原苹果汁香气质量影响研究进展[J]. 食品与发酵工业，2022，48(12)：294-300.
LIU H，ZHAO P T，WANG X Y，et al. Progress of research on the effect of different antioxidants on the aroma quality of non-concentrated reduced apple juice[J]. Food and Fermentation Industries，2022，48(12)：294-300.(in Chinese)

[24] AMES J M. Control of the Maillard reaction in food systems [J]. Trends in Food Science & Technology，1990，1：150-154.

[25] 包陈力根，关淳博，辛明航，等. HS-SPME-GC-MS结合电子鼻分析烘烤对大球盖菇挥发性风味物质的影响[J]. 食品科学，2022，43(14)：226-233.
BAO C L G，GUAN C B，XIN M H，et al. Effect of roasting on volatile flavor compounds of *Stropharia rugoso-annulata* analyzed by headspace-solid phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry combined with electronic nose[J]. Food Science，2022，43(14)：226-233.(in Chinese)

[26] ZHU L X，ZHANG M M，XIANG X F，et al. Aromatic characterization of traditional Chinese wine Msalais by partial least-square regression analysis based on sensory quantitative descriptive and odor active values，aroma extract dilution analysis，and aroma recombination and omission tests[J]. Food Chemistry，2021，361：129781.

（责任编辑：刘冬梅）