

基于分子感官科学技术鉴定热处理杨梅汁的关键香气组分变化

程 焕^{1,2}, 陈 颖¹, 陈健乐^{1,2}, 陈士国^{1,2}, 叶兴乾^{1,2*}

(¹ 浙江大学生物系统工程与食品科学学院 智能食品加工技术与装备国家地方联合工程研究中心
浙江省农产品加工技术研究重点实验室 浙江省健康食品制造与品质控制国际合作基地
浙江大学馥莉食品研究院 杭州 310058
² 浙江大学宁波研究院 浙江宁波 315100)

摘要 采用感官定量描述、香气萃取物稀释分析技术、气味活性值(OAVs)与香气组分重组模型等分子感官技术,结合气相色谱-质谱(GC-MS)、气相色谱-嗅闻(GC-O)、电子鼻等现代仪器分析新鲜杨梅汁热处理前、后风味差异的关键贡献组分。香气萃取物稀释分析结果表明,经热处理后,杨梅汁中青草和清新香气活性组分稀释因子减小,呈现甜香的香气活性组分稀释因子增大,并新生成煮甜瓜、刺激、腐臭和皮革等气味。结合香气活性组分的变量投影重要度(VIP)和香气活性值(OAVs),鉴定得到 13 种关键香气变化组分,包括正己醛(青草/清新)、(Z)-3-己烯醛(青草/清新)、(E)-2-辛烯醛(甜香)、(E,Z)-3,6-壬二烯醛(西瓜皮)、(E)-2-壬烯醛(动物油脂)、(E,E)-2,6-壬二烯醛(青瓜/草药)、(E,E)-2,4-壬二烯醛(动物油脂)、2,5-二甲氧基苯甲醛(粪臭)、芳樟醇(青苹果)、丙酸香茅醇(苦味)、2,4-吡咯烷酮(刺鼻)、 β -大马士酮(甜香)和反-2-(2-戊烯基)呋喃(甜瓜味),可作为区分热处理杨梅汁与新鲜杨梅汁风味差异的贡献化合物,其中大马士酮的 OAV (100 756.95)最高。本研究可为杨梅汁产品开发和品质调控提供理论支撑。

关键词 杨梅汁; 热处理; 挥发性组分; 感官组学技术

文章编号 1009-7848(2024)06-0341-13 **DOI:** 10.16429/j.1009-7848.2024.06.030

杨梅(*Myrica rubra* Sieb. et Zucc.)属于杨梅科杨梅属,为常绿乔木植物^[1]。我国杨梅占全球杨梅种植面积和产量的 90%以上,是全球杨梅的主要产区^[2]。然而,由于杨梅果实无外衣包裹,极不耐贮藏^[3],成熟期短且集中,因此造成每年杨梅腐烂变质损耗率较高。利用现代食品加工技术将鲜食过剩的杨梅加工成杨梅汁,可缓解杨梅贮藏保鲜和鲜果销售压力,拓宽杨梅增值途径^[4]。钝酶效果好、杀菌能力强的热处理是杨梅汁加工的关键单元之一,然而,研究表明,果汁风味化合物稳定性差,经热处理后挥发性物质损失严重,部分香气组分还会发生美拉德反应、脂质氧化、氨基酸降解、焦糖化反应等,生成异味组分,导致风味品质下降^[5]。解析热处理杨梅汁香气活性物质与关键香气变化组分,对于热处理杨梅汁的香气调控意义深远。

目前有关杨梅挥发性物质研究主要集中在不

同品种、产地的杨梅及其加工产品特征香气组分。程焕^[6]探究了不同品种、不同成熟度杨梅风味及其在贮藏过程中的变化规律,徐磊等^[7]对不同产地杨梅挥发性组分进行分析比较,Xu 等^[8]研究分析杨梅汁加工过程中的风味变化,发现过度热处理杨梅汁中乙酸乙酯减少并生成二甲基亚砷,导致杨梅汁感官品质变差。陈亦欣等^[9]研究发现酶解和酸解条件得到的杨梅键合态香气物质在种类和含量上存在显著性差异,与游离态香气成分相比,酸解后的产物有较强的刺激性以及异味的成分,酶解得到的组分更接近水果本身的风味。然而,目前已有的研究尚未对热处理前、后杨梅汁香气活性物质差异做系统分析。本文采用现代分子感官技术结合化学计量学方法,对比分析热处理前、后杨梅汁中的挥发性物质,揭示杨梅汁香气组分的变化规律及其与感官品质的相关性,并鉴定杨梅汁热处理前、后关键香气变化组分。

感官组学技术(Sensomics)是基于分子水平描述食品感官特性的交叉技术,广泛用于表征关键香气活性组分^[10]。本研究采用静态顶空固相微萃取技术与气相色谱-质谱仪(GC-MS)结合,分析热

收稿日期: 2023-06-07

基金项目: 国家重点研发计划项目(2022YFD2100803)

第一作者: 程焕,女,博士

通信作者: 叶兴乾 E-mail: psu@zju.edu.cn

处理前后杨梅汁风味物质变化。利用气相色谱-嗅闻仪(GC-O)鉴定香气活性组分,并对挥发性分馏物进行香气萃取物稀释分析(AEDA),通过评估香气活性组分的气味属性和效价,初步筛选主要香气活性组分。明确对整体风味产生影响的关键香气活性组分,并通过香气组分重组模型进行验证。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

原料:“荸荠”杨梅,于2021年6月中旬购买自浙江省台州市仙居,去除果蒂后,清洗干净,经液氮冷冻,贮存于-80℃冰箱备用。

试剂:高纯氦气(99.999%),杭州今工特种气体有限公司;氯化钠(分析纯),国药集团化学试剂有限公司;环己酮(色谱纯)、无水乙醇(色谱级)、2-甲基丁酸甲酯、苯乙醛、 β -大马酮、(*E,Z*)-2,6-壬二烯醛、正己醛、芳樟醇、甲硫代丙醛、二甲基硫醚、正己醛、芳樟醇、2,4-吡咯烷酮、*E*-2-辛烯醛、1-壬烯-3-醇、3-己烯-1-醇,上海阿拉丁生化科技股份有限公司;混合正构烷烃标准品 C8-C20、 γ -壬内酯, Sigma-Aldrich(中国上海)公司;3,6-壬二烯醛、2-(2-戊烯基)呋喃, BOC Sciences(中国)公司;石竹烯氧化物、 β -香茅醇、*E*-2-壬烯醛, TCI(上海)化成工业发展有限公司;(*E,E*)-2,4-壬二烯醛、(*E,E*)-2,6-壬二烯醛、肉桂酸乙酯、3-己烯醛,上海麦克林生化科技有限公司;2,4-二叔丁基苯酚,迈瑞尔化学技术有限公司;色谱级大马士酮、2,5-二甲氧基苯甲醛,上海易恩化学技术有限公司。

1.2 仪器与设备

MS105 DU 电子天平,德国 Gerstel 公司;Heracles NEO 100 超快速气相电子鼻,法国 Alpha MOS 公司;7890A-5975C 气相色谱-质谱联用仪,美国 Agilent 公司;JYL-Y912 九阳摩卡破壁机,九阳股份有限公司;HH-10 数显恒温磁力水浴锅,金坛市科杰仪器厂;ZZ-SPME-Bath 金属浴装置,贞正分析仪器。

1.3 试验方法

1.3.1 杨梅清汁的制备 将经-80℃冷冻的杨梅果实置于室温中解冻,手工去核后用匀浆机制备果浆,经300目滤布过滤后,于4℃、10 000 r/min

离心15 min,制得杨梅汁。

1.3.2 杨梅汁样品热处理 新鲜杨梅汁分成3组,每组15 mL,置于20 mL顶空瓶中,其中两组分别进行如下热处理:75℃-20 min和121℃-15 s。当杨梅汁温度上升至规定温度时,开始计时,热处理完毕取出后,立即冰浴冷却,放置室温待测。新鲜果汁和热处理样品同一天制备,每组3个平行。

1.3.3 感官定量描述 采用感官定量描述法对不同热处理条件的杨梅清汁香气轮廓进行分析。本次感官试验由经良好培训的25名评价人员组成感官小组。首先,感官评价小组对杨梅汁的香气特征进行描述,给出可以概括热处理前后杨梅汁风味轮廓的感官描述词;其次,经感官小组协商后确定认可度最高的统一风味分属性描述词,并给出所选取的描述词香气定义及其对应的香气标准参比物质(表1);再以这些感官分属性为评价指标,参照 An 等^[11]的方法,采用0,0.5,1.0,1.5,……,3.0的7点强度法对不同热处理条件杨梅汁的各分属性进行定量评价,评分标准为:0-无法感知,1-弱,2-显著,3-强烈。

样品评价:准确量取10 mL 1.3.2节中所述不同热处理杨梅汁样品于125 mL棕色嗅闻瓶中,将样品随机编号后呈送至感官实验室(25℃±1℃)中的感官评价人员,感官评价人员对样品进行评价,重复评价3次,每次评价间隔15 min。

1.3.4 电子鼻测定香气差异 量取样品2 mL于顶空瓶中,用 Heracles NEO 超快速气相色谱电子鼻上机检测。具体参数如表2所示。Heracles NEO 超快速气相色谱电子鼻配制双 FID 检测器,采用 MXT-5 和 MXT-1701 两根色谱柱(10 m,180 μm)进行分析,分别为非极性色谱柱和弱极性色谱柱。试验重复6次。

1.3.5 顶空固相微萃取(HS-SPME) 参考 Cheng 等^[12]方法并略有改动。量取1.3.2节中样品4 mL于15 mL固相微萃取小瓶中,加入1.4 g氯化钠固体,加入5 μL经无水乙醇稀释的环己酮溶液(1.1875 μg/mL)作为内标物质,最后加入磁力搅拌子,密封后置于50℃水浴锅中平衡15 min,随后使用经老化的 SPME 萃取头于萃取小瓶顶空萃取30 min。萃取完成后将纤维头插入气相色谱仪进样口中,在240℃下热解析5 min。

表 1 杨梅汁风味剖面感官分析描述词

Table 1 The aroma descriptors, definition, and reference standard for flavor profile of bayberry juice

香气描述符	定义	香气参比物	参比强度值
整体香气	样品呈现给评价者整体香气愉悦感受		
果香	与新鲜成熟水果关联的混合香气	2-甲基丁酸甲酯	3
花香	与栀子花、玫瑰等关联的令人愉悦的香气	苯乙醛	3
甜香	与焦糖、蜂蜜等关联的香气	β -大马酮	3
清新香气	与青瓜、西瓜皮等相关的令人清新香气	(<i>E,Z</i>)-2,6-壬二烯醛	3
青草	与新鲜切割青草、新鲜青枣相关的气息	正己醛	3
柑橘	与柑橘、青苹果关联的酸甜香气	芳樟醇	3
蒸煮味	与蒸煮卷心菜、土豆、玉米关联的熟化气味	3-甲硫基丙醛	3
硫化异味	与蒸煮洋葱、鸡蛋等关联的不良气味	二甲基硫醚	3
熟番茄	与番茄关联的过熟气息	烂番茄汁	3

表 2 电子鼻检测具体参数

Table 2 Specific detection parameters of Heracles NEO

参数设定	数值	参数设定	数值
进样体积/ μL	5 000	升温程序	3 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ~78 $^{\circ}\text{C}$ (30 s)
注射速度/($\mu\text{L}/\text{s}$)	125		7 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ~90 $^{\circ}\text{C}$ (10 s)
进样口温度/ $^{\circ}\text{C}$	200		3 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ~135 $^{\circ}\text{C}$ (20 s)
进样口压力/kPa	10		7 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ~150 $^{\circ}\text{C}$ (10 s)
注射时间/s	45		3 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ~250 $^{\circ}\text{C}$ (20 s)
捕集温度/ $^{\circ}\text{C}$	40	孵化期/min	30
捕集时间/s	50	孵化温度/ $^{\circ}\text{C}$	45
阀温度/ $^{\circ}\text{C}$	250	加热振荡器搅拌速度/(r/min)	500
初始炉温/ $^{\circ}\text{C}$	45	分流/(mL/min)	10
FID 增益	12		

1.3.6 GC-MS 分析 色谱条件: 色谱柱为 DB-Wax 柱 (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm) 和 DB-5ms (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm) 柱, 以高纯氦气 (99.999%) 为载气, 流速恒定为 1.5 mL/min。柱箱内升温程序为: 初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min, 以 4 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 180 $^{\circ}\text{C}$, 保持 1 min; 再以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 230 $^{\circ}\text{C}$, 保持 2 min。进样口温度为 240 $^{\circ}\text{C}$, 不分流进样模式 (splitless)。

质谱条件: 采用全扫描模式 (scan mode) 采集信号, 电离模式 EI, 电子轰击能量为 70 eV, 接口温度 280 $^{\circ}\text{C}$, 离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$, 四级杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$, 扫描质量范围 45~350 m/z , 扫描频率 4.58 scans/s。

1.3.7 GC-O-MS 香气活性组分分析 嗅闻分析由 4 位评价员完成, 每位评价员对每个样品测验

2 次, 采用六点强度法 (0~6, 香气强度由无至非常强烈) 记录香气活性组分的出峰时间、香气属性和香气强度, 香气活性组分的最终香气强度为 4 次嗅闻记录的平均值。

1.3.8 香气提取物稀释嗅闻分析 (AEDA) 通过设置 GC 进样口分流比 (2:1, 4:1, 8:1, 16:1, 32:1, 64:1, 128:1, 512:1, 830:1), 测定挥发性有机物的香气稀释因子 (FD 因子), 嗅闻分析由两位评价员完成, 每位评价员对每个样品重复试验 2 次, 当香气组分的嗅闻次数 ≥ 3 时, 此时的最大分流比为该香气组分的 FD 因子。

1.3.9 定性、定量分析 定性: 香气化合物的初步定性先经计算机检索与 NIST 14 谱库匹配, 选择较高匹配度的检索结果; 再通过各物质在两根不同极性色谱柱-极性色谱柱 DB-Wax 和弱极性色

谱柱 DB-5ms 上的 RI 值进行定性,并对比检出物质和标准物质的质谱图进一步定性;结合文献报道的已知化合物及香气属性最终确认检测物成分。

定量:利用外标曲线法,求得香气活性组分含量。

1.3.10 气味活性值(OAVs) 利用气味活性组分在样品中的浓度与其在水中的阈值之比计算 OAVs。

1.3.11 香气组分模拟体系重组 香气模拟体系基质构建:参照 An 等^[11]的研究,以去离子蒸馏水为溶剂配制与热处理杨梅汁具有相同 pH 值和糖含量的混合溶液。

香气模拟体系重组:依据定量浓度,将关键香气组分添加至杨梅汁香气模拟体系基质中,建立热处理杨梅汁关键香气的模拟体系,并对热处理杨梅汁和模拟重组体系进行感官定量描述分析。

1.4 数据处理

利用 Alphasoft 7.2.5、AromChemBase 4.6.0 和 origin 2021 软件对电子鼻采集数据进行主成分分析(PCA)。利用 IBM SPSS 25.0 软件对试验数据进行单因素方差分析,邓肯分析(Duncan test)和独立样本克鲁斯卡尔-沃利斯检验(Kruskal-Wallis),记录显著差异性($P < 0.05$)。采用 Excel 2021、SIMCA 14.1 和 TTools 进行绘图。

2 结果与分析

2.1 热处理前后杨梅汁香气差异评价

利用感官定量描述法和电子鼻检测技术对热

处理前后杨梅汁香气差异进行评价。感官定量描述法将热处理前后杨梅汁香气分成 9 个不同的香气属性,其中果香、花香、甜香、清新香气、青草、柑橘、甜味为令人愉悦的风味,蒸煮味、硫化异味、熟番茄为降低杨梅汁品质的不悦风味。根据图 1 可知,新鲜杨梅汁以浓郁的果香、青草和清新为主要风味属性,是由于含有丰富的醛类和 C9 醇类物质。清新香气在热处理后强度下降了 34%,具有最强的热敏性。其次,杨梅汁经热处理后果香、青草香气强度下降率分别高达 33%和 29%,同时出现硫化异味、熟番茄和蒸煮味新的香气属性。此前有文献报道,芒果^[13]、甜瓜^[14]和宽皮柑橘^[15]经热处理后也会产生发酵味、蒸煮味,这主要是由新生成的甲硫醚、二甲基硫醚、3-甲基丙醛、甲硫醇导致。3 组杨梅汁的特征香气存在明显差异($P < 0.05$),并且热处理杨梅汁的整体香气喜好度得分较低,说明热处理会造成新鲜杨梅汁风味劣变。电子鼻检测结合 PCA 分析结果也明显区分不同处理杨梅汁香气变化。主成分 1 和主成分 2 的贡献率分别为 99.1%和 0.8%,方差累计贡献率高达 99.9%,识别指数为 87,表示 PCA 分析有效,能够反映原始数据信息。PCA 结果显示,3 组杨梅汁的特征香气组分存在明显差异,由此说明不同热处理条件造成杨梅汁风味与新鲜杨梅汁风味显著不同,热处理杨梅汁特征挥发性成分变化显著,这一结果与感官评价分析中结果一致。

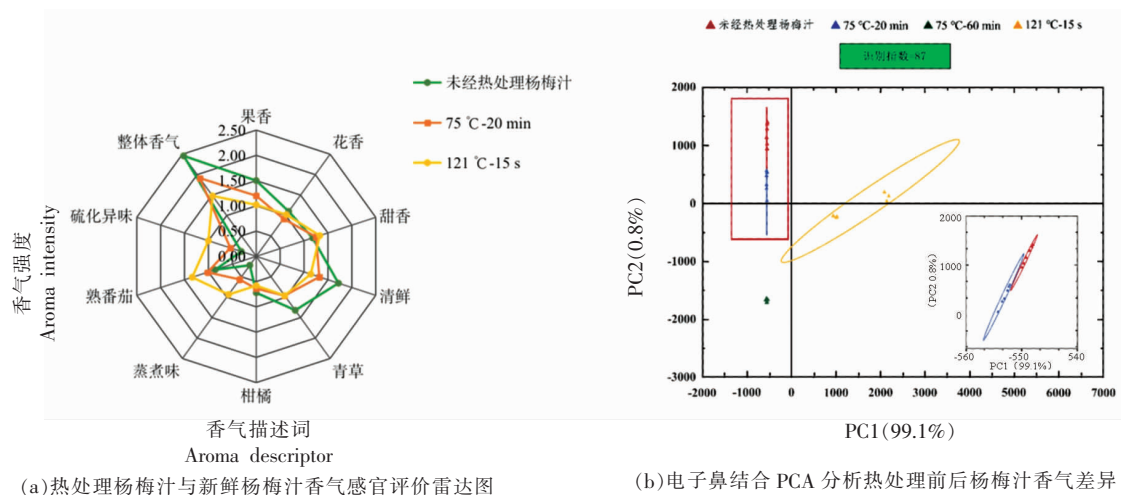


图 1 热处理杨梅汁与新鲜杨梅汁香气差异评价

Fig.1 Evaluation of aroma difference between heat-treated and fresh bayberry juice

2.2 GC-MS 鉴定热处理杨梅汁挥发性组分变化

香气属性是食品风味化合物特征,可以全面表观食品风味品质信息,并量化样品之间的相似性,解释香气组分的相关性^[6]。借助 GC-MS 检测热处理前后杨梅汁中挥发性物质,结果如表 3 所示。在热处理前后杨梅汁中共检测出 82 种挥发性物质,主要包括酯类 15 种、醛类 19 种、醇类 19 种、萜烯类 11 种,另外包括硫化物 1 种、酮类 4 种、酚酸类 4 种以及其他物质 9 种,大部分挥发性物质已在前人研究中被报道为杨梅汁的主要香气成分^[6]。其中,热处理前后杨梅汁共有组分 69 种,二乙基丙二酸二乙酯、糠醛、2,5-二甲氧基苯甲

醛、苯甲醇、紫罗兰酮、香树烯、二甲基硫醚以及 5 种其它物质只存在于热处理杨梅汁,且甲基环己烯是新鲜杨梅汁的特有组分。从挥发性物质种类数量上比较可知,醛类、醇类和酯类是热处理前后杨梅汁中的主要挥发性物质,并且这 3 类化合物经热处理后数量增加。水果挥发性物质是果实在成熟过程中由脂肪酸、氨基酸及其前体生成的次生代谢物,这些挥发性物质在热诱导下裂解释放游离香气组分,导致热处理杨梅汁中挥发性组分增加^[17-18]。除此之外,水果中以糖苷形式存在的非挥发性组分,经热处理也会释放香气活性物质,增加挥发性组分^[19]。

表 3 HS-SPME-GC-MS 新鲜杨梅汁和不同热处理杨梅汁中挥发性组分鉴定

Table 3 Qualitative of volatile components in bayberry juice between fresh and different heat treatments by HS-SPME-GC-MS

编号	化合物名称	CAS	RI		分子式	定性方法	样品	
			DB-Wax	DB-5ms			FBJ	TBJ
	酯类 (15)							
EST1	乙酸乙酯	000141-78-6	850	<800	C ₄ H ₈ O ₂	MS, RI		
EST2	2-乙基丁酸乙酯	002983-38-2	1 134	938	C ₈ H ₁₆ O ₂	MS, O, RI		
EST3	己酸甲酯	000106-70-7	1 201	921	C ₇ H ₁₄ O ₂	MS, RI		
EST4	己酸乙酯	000123-66-0	1 262	998	C ₈ H ₁₆ O ₂	MS, O, RI		
EST5	(Z)-3-己烯酸甲酯	013894-62-7	1 276	927	C ₇ H ₁₂ O ₂	MS, RI		
EST6	(Z)-3-壬烯酸甲酯	013481-87-3	1 574	1 218	C ₁₀ H ₁₈ O ₂	MS, O, RI		
EST7	苯甲酸甲酯	000093-58-3	1 643	1 093	C ₈ H ₈ O ₂	MS, RI		
EST8	二乙基丙二酸二乙酯	000077-25-8	1 649	—	C ₁₁ H ₂₀ O ₄	MS, RI	ND	
EST9	苯甲酸乙酯	000093-89-0	1 689	1 169	C ₉ H ₁₀ O ₂	MS, O, RI		
EST10	水杨酸甲酯	000119-36-8	1 796	1 191	C ₈ H ₈ O ₃	MS, O, RI		
EST11	苯丙酸甲酯	000103-25-3	1 870	1 272	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	MS, O, RI		
EST12	(2-乙基-3-羟基己基)-2-甲基丙酸酯	074367-31-0	1 808	1 378	C ₁₂ H ₂₄ O ₃	MS, RI		
EST13	(1-羟基-2,4,4-三甲基戊-3-基)-2-甲基丙酸酯	074367-33-2	1 904	1 386	C ₁₂ H ₂₄ O ₃	MS, O, RI		
EST14	γ-壬内酯	000104-61-0	2 051	1 358	C ₉ H ₁₆ O ₂	MS, O, RI		
EST15	肉桂酸乙酯	000103-36-6	2 161	1 465	C ₁₁ H ₁₂ O ₂	MS, O, RI		
	醛类 (19)							
ALDE1	己醛	000066-25-1	1 084	801	C ₆ H ₁₂ O	MS, O, RI		
ALDE2	3-己烯醛	004440-65-7	1 149	1 096	C ₆ H ₁₀ O	MS, O, RI		
ALDE3	庚醛	000111-71-7	1 196	899	C ₇ H ₁₄ O	MS, RI		
ALDE4	(E)-2-己烯醛	006728-26-3	1 229	847	C ₆ H ₁₀ O	MS, O, RI		
ALDE5	(E)-2-庚烯醛	018829-55-5	1 331	1 052	C ₇ H ₁₂ O	MS, RI		
ALDE6	壬醛	000124-19-6	1 417	1 104	C ₉ H ₁₈ O	MS, O, RI		
ALDE7	(E,E)-2,4-己二烯醛	000142-83-6	1 417	907	C ₆ H ₈ O	MS, RI		
ALDE8	(E)-2-辛烯醛	002548-87-0	1 450	1 070	C ₈ H ₁₄ O	MS, O, RI		
ALDE9	2-甲基-4-戊烯醛	005187-71-3	1 461	1 096	C ₆ H ₁₀ O	MS, O, RI		

(续表 3)

编号	化合物名称	CAS	RI		分子式	定性方法	样品	
			DB-Wax	DB-5ms			FBJ	TBJ
ALDE10	糠醛	000098-01-1	1 477	829	C ₅ H ₄ O ₂	MS, RI	ND	
ALDE11	癸醛	000112-31-2	1 524	1 205	C ₁₀ H ₂₀ O	MS, RI		
ALDE12	(Z,Z)-3,6-壬二烯醛	021944-83-2	1 530	1 155	C ₉ H ₁₄ O	MS, O, RI		
ALDE13	苯甲醛	000100-52-7	1 539	986	C ₇ H ₆ O	MS, RI		
ALDE14	(E)-2-壬烯醛	018829-56-6	1 559	1 159	C ₉ H ₁₆ O	MS, O, RI		
ALDE15	(E,E)-2,6-壬二烯醛	017587-33-6	1 596	1 166	C ₉ H ₁₄ O	MS, O, RI		
ALDE16	苯乙醛	000122-78-1	1 661	1 032	C ₈ H ₈ O	MS, RI		
ALDE17	(E,E)-2,4-壬二烯醛	005910-87-2	1 723	1 218	C ₉ H ₁₄ O	MS, O, RI		
ALDE18	(E,E)-2,4-癸二烯醛	025152-84-5	1 834	1 307	C ₁₀ H ₁₆ O	MS, O, RI		
ALDE19	2,5-二甲氧基苯甲醛	000093-02-7	>2 200	—	C ₉ H ₁₀ O ₃	MS, O, RI	ND	
	醇类 (19)							
ALCO1	正己醇	000111-27-3	1 368	865	C ₆ H ₁₄ O	MS, RI		
ALCO2	(Z)-3-己烯-1-醇	000928-96-1	1 397	848	C ₆ H ₁₂ O	MS, O, RI		
ALCO3	2-辛醇	000123-96-6	1 438	1 000	C ₈ H ₁₈ O	MS, O, RI		
ALCO4	1-壬烯-3-醇	021964-44-3	1 468	990	C ₉ H ₁₈ O	MS, O, RI		
ALCO5	1-辛烯-3-醇	003391-86-4	1 468	990	C ₈ H ₁₆ O	MS, O, RI		
ALCO6	2-乙基-1-己醇	000104-76-7	1 509	1 032	C ₈ H ₁₈ O	MS, RI		
ALCO7	芳樟醇	000078-70-6	1 570	1 099	C ₁₀ H ₁₈ O	MS, O, RI		
ALCO8	1-辛醇	000111-87-5	1 577	1 070	C ₈ H ₁₈ O	MS, O, RI		
ALCO9	4-萜烯醇	000562-74-3	1 625	1 182	C ₁₀ H ₁₈ O	MS, RI		
ALCO10	Z-3-壬烯-1-醇	010340-23-5	1 704	1 154	C ₉ H ₁₈ O	MS, RI		
ALCO11	α-萜品醇	000098-55-5	1 718	1 195	C ₁₀ H ₁₈ O	MS, O, RI		
ALCO12	龙脑 12-茨醇	000507-70-0	1 722	1 176	C ₁₀ H ₁₈ O	MS, RI		
ALCO13	(Z)-6-壬烯-1-醇	035854-86-5	1 737	1 170	C ₉ H ₁₈ O	MS, RI		
ALCO14	(E,Z)-3,6-亚壬基-1-醇	056805-23-3	1 752	1 155	C ₉ H ₁₆ O	MS, O, RI		
ALCO15	橙花醇	000106-25-2	1 868	1 262	C ₁₀ H ₁₈ O	MS, RI		
ALCO16	苯甲醇	000100-51-6	1 889	—	C ₇ H ₈ O	MS, RI	ND	
ALCO17	苯乙醇	000060-12-8	1 925	1 110	C ₈ H ₁₀ O	MS, O, RI		
ALCO18	3-苯丙醇	000122-97-4	2 063	1 219	C ₉ H ₁₂ O	MS, RI		
ALCO19	丙酸香茅醇	019431-80-2	>2 200	1 639	C ₁₅ H ₂₄ O	MS, O, RI		
	酮类 (4)							
KET1	2,4-吡咯烷酮	037772-89-7	996	—	C ₄ H ₅ NO ₂	MS, O		
KET2	5-乙基-1(5H)-咪喃酮	002407-43-4	1 612	958	C ₆ H ₈ O ₂	MS, RI		
KET3	紫罗兰酮	000127-41-3	1 839	1 393	C ₁₃ H ₂₀ O	MS, RI	ND	
KET4	大马士酮	023696-85-7	1 847	1 378	C ₁₃ H ₁₈ O	MS, O, RI		
	萜烯类 (13)							
TERP1	甲基环己烯	000591-49-1	916	<800	C ₇ H ₁₂ O ₂	MS, RI		ND
TERP2	α-水芹烯	000099-83-2	1 173	1 004	C ₁₀ H ₁₆	MS, RI		
TERP3	2-萜烯	000554-61-0	1 190	1 015	C ₁₀ H ₁₆	MS, RI		
TERP4	萜品油烯	000586-62-9	1 192	1 084	C ₁₀ H ₁₆	MS, RI		
TERP5	β-水芹烯	000555-10-2	1 220	1 029	C ₁₀ H ₁₆	MS, RI		
TERP6	苯乙烯	000100-42-5	1 270	886	C ₈ H ₈	MS, RI		
TERP7	3-乙基-2-甲基-1,3-己二烯	061142-36-7	1 434	1 057	C ₉ H ₁₆	MS, RI		
TERP8	β-石竹烯	000087-44-5	1 630	1 526	C ₁₅ H ₂₄	MS, RI		
TERP9	异丁香烯	000118-65-0	1 629	1 425	C ₁₅ H ₂₄	MS, RI		
TERP10	4,11,11-三甲基-8-亚甲基-二环十一烯	1000140-07-3	1 679	1 526	C ₁₅ H ₂₄	MS, RI		

(续表 3)

编号	化合物名称	CAS	RI		分子式	定性方法	样品	
			DB-Wax	DB-5ms			FBJ	TBJ
TERP11	葑草烯	006753-98-6	1 698	1 457	C ₁₅ H ₂₄	MS, O, RI		
TERP12	香树烯	025246-27-9	1 716	1 490	C ₁₅ H ₂₄	MS, RI	ND	
TERP13	α -桉叶烯	000473-13-2	1 748	1 520	C ₁₅ H ₂₄	MS, RI		
	酚类 (3)							
PHE1	间甲苯酚	000108-39-4	2 104	1083	C ₇ H ₈ O	MS, O, RI		
PHE2	乙基苯酚	000620-17-7	2 197	—	C ₈ H ₁₀ O	MS, O, RI		
PHE3	2,4-二叔丁基苯酚	000096-76-4	>2 200	—	C ₁₄ H ₂₂ O	MS, O, RI		
	酸类 (1)							
ACID1	己酸	000142-62-1	1 874	1 004	C ₆ H ₁₂ O ₂	MS, O, RI		
	硫化物 (1)							
SUL1	二甲基硫醚	000075-18-3	<700	<800	C ₂ H ₆ S	MS, O, RI	ND	
	其它 (7)							
OTR1	氯仿	000067-66-3	998	<800	CHCl ₃	MS, O, RI	ND	
OTR2	2-戊基呋喃	003777-69-3	1 248	988	C ₉ H ₁₄ O	MS, RI		
OTR3	反式-2-(2-戊烯基)呋喃	070424-14-5	1 309	1 047	C ₉ H ₁₂ O	MS, O, RI	ND	
OTR4	氯化苄	000100-44-7	1 525	1 010	C ₇ H ₇ Cl	MS, RI	ND	
OTR5	1,2,3,4-四氢-1,1,6-三甲基茶	000475-03-6	1 581	1 254	C ₁₃ H ₁₈	MS, RI	ND	
OTR6	1,1,6-三甲基-1,2-二氢茶	030364-38-6	1 771	1 396	C ₁₃ H ₁₆	MS, O, RI	ND	
OTR7	石竹烯氧化物	001139-30-6	1 963	1 583	C ₁₅ H ₂₄ O	MS, O, RI		

注:RI,利用混合正构烷烃计算出的各挥发性物质在 DB-Wax 和 DB-5ms 上的保留指数;定性方法:MS,标准谱库 NIST 中质谱图匹配;O,香气属性;RI,各挥发性物质计算所得保留指数与数据库、参考文献中的保留指数匹配;FBJ,新鲜杨梅汁;TBJ,热处理杨梅汁;物质浓度低于检测限,未检出。

2.3 热处理前后杨梅汁香气活性物质鉴定及对比分析

杨梅汁中的挥发性物质并非都具有可激活嗅觉的香气,因此利用嗅觉技术,将单一挥发性组分从复杂混合物中分离,评价其香气性质、衡量其香气强度,从而筛选出形成食品香气的香气活性组分。在热处理前后杨梅汁中共鉴定出 52 种香气活性组分,依据其香气属性可分为 7 种类别,果香/甜香、花香、木香、青草/青瓜/清鲜、油脂气息、煮甜瓜/硫化味和刺鼻气息。青草/青瓜/清鲜是新鲜杨梅汁最重要的香气特征,香气强度高达 43.83,占整体香气强度 36.08%。经热处理后,虽然青草/青瓜/清鲜仍然是杨梅汁最主要的香气特征,但各组热处理杨梅汁中该香气损失率高达 23.57%(75 °C-20 min)和 28.91%(121 °C-15 s)。热处理杨梅汁中具有果香/甜香香气属性的挥发性物质总香气强度值下降,但甜香在整体香气中的强度百分比显著上升,导致热处理杨梅汁在感官分析中呈现更强的甜香。此外,新鲜杨梅汁刺鼻气息总强

度比热处理组高,但杨梅汁的整体香气未呈现出此类不良香气属性,这可能与各香气属性强度占整体香气强度的百分比有关。香气组分混合后,产生相互加成或掩盖效果,导致新鲜杨梅汁并未呈现强烈的刺鼻气息。

2.4 AEDA 分析热处理前后关键香气组分贡献差异

杨梅汁中香气活性组分的香气强度与其对整体香气的贡献值不是简单的正比关系,因此将 GC-O 与 AEDA 结合,可以表征香气活性组分的香气强度与浓度的关系,并评估其对食品整体香气的相对贡献大小。在新鲜杨梅汁和热处理杨梅汁中共检测到 36 种 $FD \geq 4$ 的主要香气活性组分,其中新鲜杨梅汁中有 27 种,在热处理后增加至 29 种,说明加热过程中杨梅汁发生香气活性组分变化的生化反应,改变了新鲜杨梅汁的香气组成。新鲜杨梅汁 FD 值较大($FD=830,512,256$)的香气组分由 C6 和 C9 醛、醇、酯组成,其构成了新鲜杨梅汁特征的青草香、果香和甜香。新鲜杨梅汁

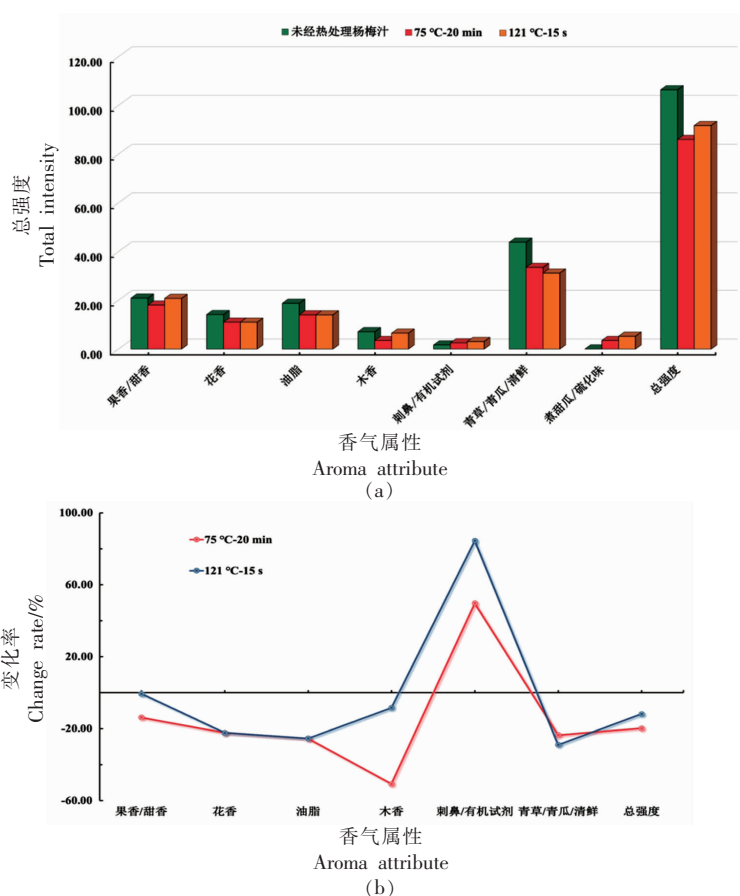


图2 新鲜杨梅汁和不同热处理杨梅汁各香气属性总强度(a)及其变化率(b)

Fig.2 Total intensity (a) and change rates (b) of aroma attributes in bayberry juice between fresh and different heat treatments

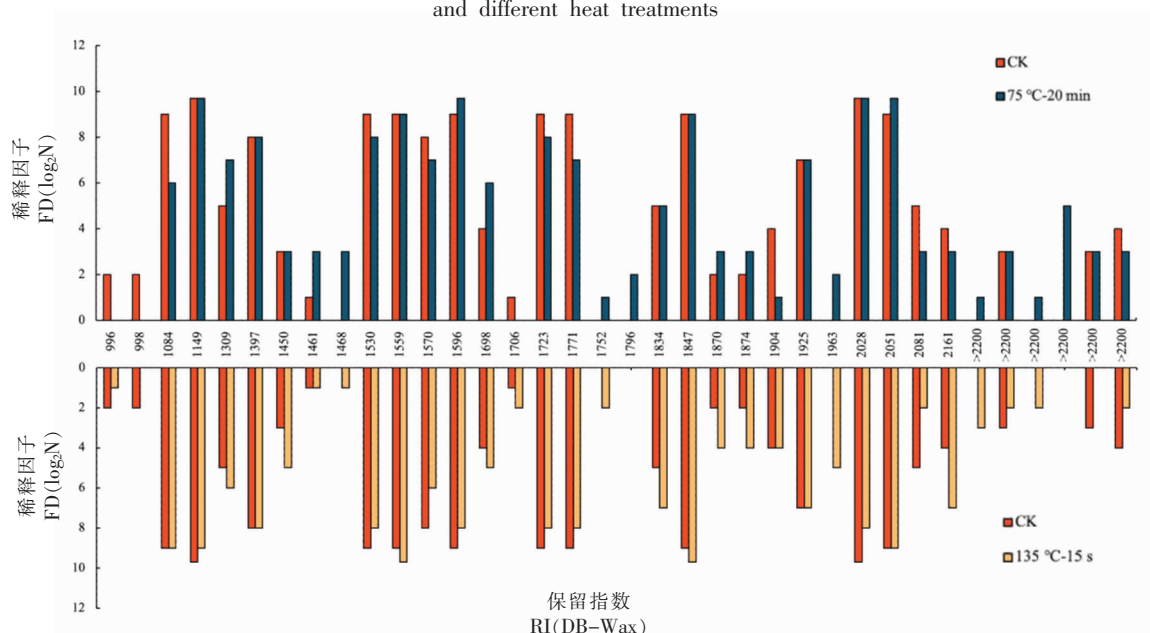


图3 基于 AEDA 比较不同热处理杨梅汁 (75 °C-20 min 和 121 °C-15 s) 与新鲜杨梅汁 (CK) 中 FD ≥ 4 关键香气组分贡献大小差异

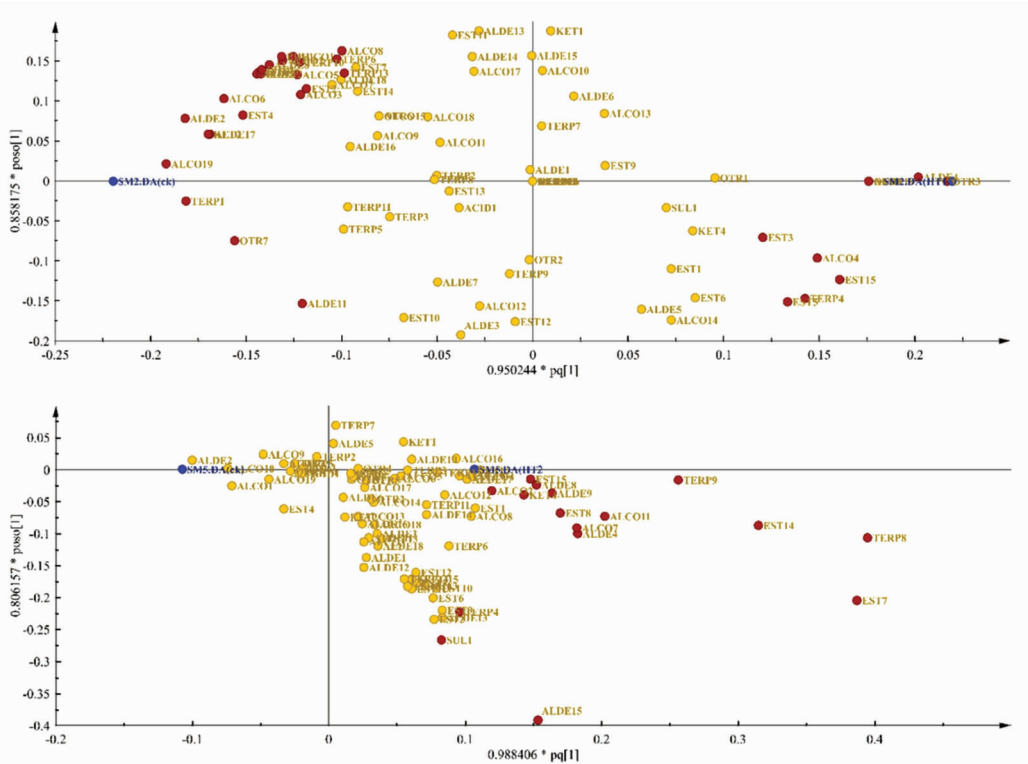
Fig.3 The comparison of FD ≥ 4 key aroma compounds in fresh and different thermally treated bayberry juice based on AEDA

中 FD 值最高(FD=830)的香气组分是具有清新、青草香气的 3-己烯醛,因此 3-己烯醛为青草香气最主要的贡献组分。杨梅汁在热处理后,FD=830 的香气组分增多,包括具有果香、甜香的 γ -壬内酯、具有动物油脂气息的 *E*-2-壬烯醛和具有果香、甜香的大马士酮。除此之外,与新鲜杨梅汁相比,热处理杨梅汁中与青草、清新香气属性相关的正己醛、(*E,Z*)-3,6-壬二烯醛、(*E,E*)-2,6-壬二烯醛、1,1,6-三甲基-1,2-二氢萘的 FD 值减小,使热处理杨梅汁中青草、清新香气强度下降,由此说明热处理杨梅汁香气组分结构改变,引起其原有特征香气丧失,导致杨梅汁香气轮廓变化。

2.5 基于 VIP 值筛选主要香气贡献组分

运用 OPLS-DA 分析建立不同热处理组与新鲜杨梅汁之间的关系模型,初步明确区分热处理前后杨梅汁的标志性香气组分。OPLS-DA 分析模

型的 R^2 和 Q^2 值分别在 0.994~0.998,0.826~0.964 范围内,表明该分析模型具有较强的解释度,判别效果显著。变量投影重要度(Variable importance for the projection, VIP),描述了各个变量对模型建立的总贡献,可用于筛选关键变量。由于所有变量的 VIP 值平方和为 1,所以判定界值设定为 $VIP>1$,且 VIP 值越大,则该变量的变化程度和其占总体组分的比重越大^[20]。通过 VIP 值和载荷图权衡比较各香气组分对不同处理组杨梅汁的影响程度和重要性,初步筛选了 42 个($VIP>1$)造成热处理杨梅汁与新鲜杨梅汁香气构成不同的标志化合物:其中,75 °C-20 min 处理组中 33 个,121 °C-15 s 处理组中 16 个。结合 $FD \geq 4$,初步筛选了引起热处理杨梅汁香气轮廓变化的 20 种主要香气活性组分(见表 4)。



注:图中红色圆圈标注化合物为 $VIP>1$ 的标志香气组分;ck 代表未经热处理杨梅汁;HT1 代表 75 °C-20 min 热处理组;HT2 代表 121 °C-15 s 热处理组。

图 4 OPLS-DA 模型载荷图

Fig.4 Loading plots of OPLS-DA models

2.6 基于 OAVs 鉴定关键香气变化组分

基于浓度和感知阈值的香气活性值(OAVs)可以有效评估香气组分对整体香气的贡献度,是

筛选关键香气组分的有力工具。热处理前后杨梅汁中 20 种主要香气贡献组分的浓度及 OAVs 如表 4 所示,基于 $OAV \geq 1$ 鉴定出重要香气活性组

表4 热处理前后杨梅汁主要香气活性物质的浓度及香气活性值

分类编号	化合物名称	香气属性	标准曲线	R^2	质量浓度/($\mu\text{g/mL}$)				OAV			
					新鲜杨梅汁	75 $^{\circ}\text{C}$ -20 min	121 $^{\circ}\text{C}$ -15 s	OT/(mg/kg)	新鲜杨梅汁	75 $^{\circ}\text{C}$ -20 min	121 $^{\circ}\text{C}$ -15 s	
Esters (2)												
EST14	γ -壬内酯	栀子花	$y=13392x+1517.4$	0.9968	1.95 \pm 0.45	2.77 \pm 0.08	2.89 \pm 0.16	w	0.03	65.10	92.22	96.27
EST15	肉桂酸乙酯	浆果/甜香	$y=29532x+32653$	0.9914	0.28 \pm 0.37	0.61 \pm 0.02	0.46 \pm 0.05	w	0.03	9.26	20.29	15.20
Aldehydes (9)												
ALDE1	己醛	清鲜/青草	$y=76593x+31280$	0.9958	32.13 \pm 3.77	36.12 \pm 3.08	37.16 \pm 0.59	w	0.005	6 426.80	7 223.73	7 432.55
ALDE2	3-己烯醛	清鲜/青草	$y=59445x+4895$	0.9913	2.70 \pm 0.20	1.66 \pm 0.11	0.78 \pm 0.14	w	2.50×10^{-4}	1 0813.07	6 649.21	3 133.23
ALDE8	(<i>E</i>)-2-辛烯醛	甜香	$y=5405x-774$	0.9992	1.37 \pm 0.14	1.32 \pm 0.12	1.37 \pm 0.20	w	0.003	455.94	439.41	456.75
ALDE9	2-甲基-4-戊烯醛	黄瓜/清鲜	—	—	—	—	—	—	— ^e	—	—	—
ALDE12	(<i>E,Z</i>)-3,6-壬二烯醛	西瓜	$y=21731x+2122$	0.9911	0.51 \pm 0.21	0.65 \pm 0.15	1.10 \pm 0.35	a	2.80×10^{-4}	1 810.95	2 318.22	3 942.55
ALDE14	(<i>E</i>)-2-壬烯醛	油脂	$y=39237x+59772$	0.9903	5.85 \pm 1.26	4.44 \pm 0.07	10.09 \pm 1.65	w	0.00008	73 164.47	55 483.45	126 095.69
ALDE15	(<i>E,E</i>)-2,6-壬二烯醛	黄瓜/草本	$y=68349x+51094$	0.9921	0.57 \pm 0.15	0.05 \pm 0.01	0.20 \pm 0.06	w	0.0005	1 147.57	107.34	390.99
ALDE17	(<i>E,E</i>)-2,4-壬二烯醛	臭虫味	$y=13034x+684$	0.9949	0.30 \pm 0.09	0.40 \pm 0.19	1.15 \pm 0.08	w	0.00009	3 337.17	4 393.01	12 778.44
ALDE19	2,5-二甲氧基苯甲醛	家禽粪便	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Alcohols (4)												
ALCO2	3-己烯-1-醇	清鲜	$y=51142x-2447$	0.9936	0.76 \pm 0.07	0.77 \pm 0.01	0.83 \pm 0.05	w	0.1	7.59	7.74	8.32
ALCO4	1-壬烯-3-醇	烤土豆	$y=11451x+2879$	0.9908	0.03 \pm 0.02	0.24 \pm 0.02	0.35 \pm 0.15	a	0.01	3.42	24.45	34.87
ALCO7	芳樟醇	青苹果	$y=10000x+12321$	0.992	1.24 \pm 0.37	1.05 \pm 0.06	0.00 \pm 0.00	w	0.006	206.24	175.66	0.00
ALCO19	丙酸香茅醇	苔味	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Ketones (2)												
KET1	2,4-吡咯烷酮	刺鼻/有机试剂	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
KET4	大马士酮	树莓/甜香	$y=44147x+3021$	0.9916	0.71 \pm 0.11	1.23 \pm 0.08	1.56 \pm 0.12	w	7.00×10^{-6}	100 756.95	175 168.25	222 997.44
PHEN1 (1)	酚类(1)	木屑	$y=51423x+4468$	0.9929	0.16 \pm 0.05	0.00 \pm 0.00	0.00 \pm 0.00	w	0.5	0.32	0.00	0.00
PHEN3	2,4-二叔丁基苯酚	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Others (2)	其它(2)	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
OTR3	反-2-(2-戊烯基)咪唑	甜瓜	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
OTR7	石竹烯氧化物	皮革	$y=40000x+3315$	0.9954	0.33 \pm 0.09	0.46 \pm 0.14	0.77 \pm 0.06	w	5.5	0.06	0.08	0.14

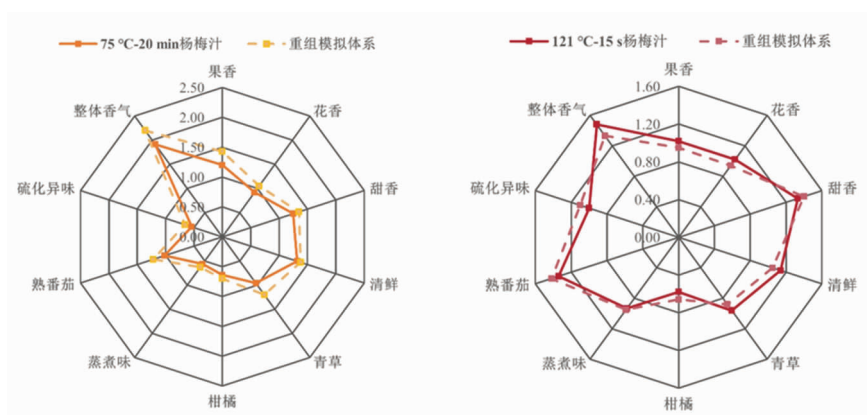
注:物质编号同表3;OPLS-DA模型中VIP>1且AEDA分析中FD ≥ 4 已知香气活性物质;以标准物质浓度为主轴,GC-MS检测中对应标准物质峰面积为纵坐标绘制的标准曲线;挥发性物质阈值,w表示挥发性物质在水中的阈值;—表示挥发性物质在空气中的阈值;—表示未知,无法计算OAV值。

分共 13 种^[21]。新鲜杨梅汁中 OAV>100 的关键香气活性组分包括己醛、(E)-3-己烯醛、(E)-2-辛烯醛、(E,Z)-3,6-壬二烯醛、(E)-2-壬烯醛、(E,E)-2,6-壬二烯醛、(E,E)-2,4-壬二烯醛和芳樟醇, 这些关键香气活性组分形成了新鲜杨梅汁青草/清香、甜香、油脂特征风味; 经热处理后 (E)-3-己烯醛 (青草/清香)、(E,E)-2,6-壬二烯醛 (青瓜/药草) 和芳樟醇 (青苹果) 香气贡献率显著下降, β -大马烯酮 (甜香)、(E,Z)-3,6-壬二烯醛 (西瓜皮)、(E)-2-壬烯醛 (动物油脂) 和 (E,E)-2,4-壬二烯醛 (动物油脂) 香气贡献率大幅提升 (增加率大于 20%), 导致热处理杨梅汁甜香和动物油脂香气强度增加。香气提取物稀释分析与 OAV 分析结果基本一致, 表明关键香气变化组分鉴定结果有效且准确, 同时说明基质对这些化合物的香气释

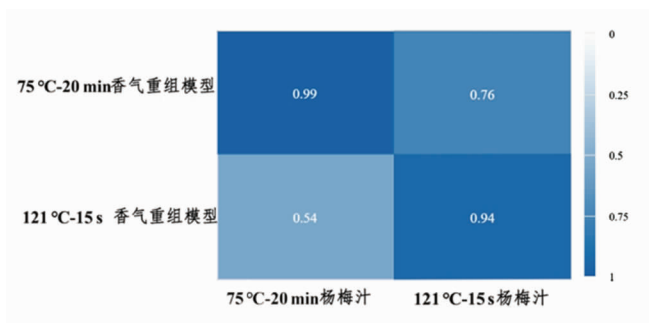
放影响不大。

2.7 香气重组模拟体系验证关键香气变化组分

采用 OAVs 表征香气组分对杨梅汁整体风味贡献时, 未考虑到香气组分之间的协同作用, 因此通过向模拟基质中加入 $FD \geq 4$ 、 $VIP > 1$ 且 $OAV > 1$ 的 13 种关键香气变化组分, 重现热处理杨梅汁特征香气轮廓, 检验关键香气变化组分鉴定结果准确性。由图 5 可知, 香气重组模型与热处理杨梅汁香气轮廓相似度高。进一步采用皮尔森相关系数法分析香气重组模型与热处理杨梅汁的各感官分属性相关性, 各组香气重组模型与其热处理杨梅汁显著相关, 表明热处理前后杨梅汁中重要香气贡献物质鉴定有效, 因此利用现代分子感官组学手段可以全面准确鉴定热处理杨梅汁关键香气变化组分。



(a) 香气重组模拟体系与热处理杨梅汁感官评价雷达图



(b) 基于皮尔森相关系数对不同热处理杨梅汁与其香气重组模型的感官评价相关显著性检验

图 5 香气重组模拟体系验证关键香气变化组分

Fig.5 Key aroma components in heat-treated bayberry juice verified by aroma recombination simulation system

3 结论

本文利用嗅闻技术、香气萃取物稀释分析和香气活性值结合统计学分析研究了热处理前后杨

梅汁香气轮廓变化, 并鉴定出杨梅汁热处理前后关键香气变化组分。杨梅汁经热处理后果香/甜香、花香、油脂气息、木香、青草/青瓜/清新香气总

强度均显著下降,并新增了甜瓜/硫化味气息。综合香气属性、OSME 香气强度、FD 因子、VIP 值以及 OAVs, 己醛、(E)-3-己烯醛、(E)-2-辛烯醛、(E,Z)-3,6-壬二烯醛、(E)-2-壬烯醛、(E,E)-2,6-壬二烯醛、(E,E)-2,4-壬二烯醛、2,5-二甲氧基苯甲醛、芳樟醇、丙酸香茅醇、2,4-吡咯烷酮、大马士酮和反-2-(2-戊烯基)呋喃等 13 种化合物被鉴定为影响热处理杨梅汁风味的关键香气变化组分。

参 考 文 献

- [1] CHEN Y, LIU F F, CHEN J, et al. Effects of fermentation conditions on physicochemical properties and favor quality of fermented bayberry juice [J]. *Food Quality and Safety*, 2022, 6: fyac023.
- [2] 吴文艳, 陈健乐, 陈荣荣, 等. HS-SPME-GC/MS 结合 PCA 分析不同成熟度东魁杨梅香气组分差异[J]. *中国食品学报*, 2017, 17(12): 236-242.
- WU W Y, CHEN J L, CHEN R R, et al. Volatiles of Chinese bayberry during different ripeness using HS-SPME-GC/MS combined with PCA[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2017, 17(12): 236-242.
- [3] FANG Z X, ZHANG Y H, LUE Y, et al. Phenolic compounds and antioxidant capacities of bayberry juices[J]. *Food Chemistry*, 2009, 113(4): 884-888.
- [4] 曹玉玺, 吴祖芳, 翁佩芳. 酚酸类物质对杨梅发酵酒贮藏期间色泽和挥发性风味物质的影响[J]. *食品科学*, 2021, 42(11): 78-85.
- CAO Y X, WU Z F, WENG P F. Effect of phenolic acids on color and volatile flavor compounds of red bayberry wine during storage[J]. *Food Science*, 2021, 42(11): 78-85.
- [5] YANG Y, WANG B, FU Y, et al. HS-GC-IMS with PCA to analyze volatile flavor compounds across different production stages of fermented soybean whey tofu [J]. *Food Chemistry*, 2021, 346: 128880.
- [6] 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.
- CHENG H. Study on the characteristics and changes of Chinese bayberry flavor[D]. Hangzhou: Zhejiang University, 2017.
- [7] 徐磊, 郜海燕, 房祥军, 等. 不同产地荸荠种杨梅挥发性成分的分析与评价[J]. *中国食品学报*, 2019, 19(6): 257-266.
- XU L, GAO H Y, FANG X J, et al. Analysis and evaluation of volatile components in Chinese bayberry from different habitats by SPME-GC-MS[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2019, 19(6): 257-266.
- [8] XU Y X, ZHANG M, FANG Z X, et al. How to improve bayberry (*Myrica rubra* Sieb. et Zucc.) juice flavour quality: Effect of juice processing and storage on volatile compounds [J]. *Food Chemistry*, 2014, 151: 40-46.
- [9] 陈亦欣, 陈虹吉, 叶兴乾, 等. 酶解和酸解处理对杨梅汁键合态香气释放的影响[J]. *中国食品学报*, 2021, 21(2): 299-307.
- CHEN Y X, CHEN H J, YE X Q, et al. Effect of enzymolysis and acidolysis on aroma release of *Myrica rubra* Juice[J]. *Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology*, 2021, 21(2): 299-307.
- [10] FLAIG M, QI S, WEI G D, et al. Characterization of the key odorants in a high-grade Chinese green tea beverage (*Camellia sinensis*; Jingshan cha) by means of the sensomics approach and elucidation of odorant changes in tea leaves caused by the tea manufacturing process[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2020, 68(18): 5168-5179.
- [11] AN K J, LIU H C, FU M Q, et al. Identification of the cooked off-flavor in heat-sterilized lychee (*Litchi chinensis* Sonn.) juice by means of molecular sensory science[J]. *Food Chemistry*, 2019, 301: 125282.
- [12] CHENG H, CHEN Y, CHEN Y X, et al. Comparison and evaluation of aroma-active compounds for different squeezed Chinese bayberry (*Myrica rubra*) juices[J]. *Journal of Food Processing and Preservation*, 2021, 45(11): e15924.
- [13] LIU F, GRAUWET T, KEBEDE B T, et al. Comparing the effects of high hydrostatic pressure and thermal processing on blanched and unblanched mango (*Mangifera indica* L.) nectar: using headspace fingerprinting as an untargeted approach [J]. *Food and Bioprocess Technology*, 2014, 7(10): 3000-3011.

- [14] LUO D S, PANG X L, XU X X, et al. Identification of cooked off-flavor components and analysis of their formation mechanisms in melon juice during thermal processing [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2018, 66(22): 5612–5620.
- [15] CHENG Y, ROUSEFF R, LI G, et al. Methanethiol, an off-flavor produced from the thermal treatment of mandarin juices: A study of citrus sulfur volatiles[J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2020, 68(4): 1030–1037.
- [16] YANG Y, WANG B, FU Y, et al. HS–GC–IMS with PCA to analyze volatile flavor compounds across different production stages of fermented soybean whey tofu [J]. *Food Chemistry*, 2021, 346: 128880.
- [17] FAN G, QIAO Y, YAO X L, et al. Free and bound volatile compounds in juice and peel of Jincheng oranges [J]. *European Food Research and Technology*, 2009, 229(4): 571–578.
- [18] COSMAI L, SUMMO C, CAPONIO F, et al. Influence of the thermal stabilization process on the volatile profile of canned tomato-based food[J]. *Journal of Food Science*. 2013, 78(12): C1865–C1870.
- [19] JANZANTTI N S, MACHADOT T V, MONTEIRO M. Sensory acceptance of juice from foj processing steps[J]. *Journal of Sensory Studies*, 2011, 26(5): 322–330.
- [20] LE GUEN S, PROST C, DEMAIMAY M. Critical comparison of three olfactometric methods for the identification of the most potent odorants in cooked mussels (*Mytilus edulis*) [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2000, 48(4): 1307–1314.
- [21] ZHU J C, WANG L Y, XIAO Z B, et al. Characterization of the key aroma compounds in mulberry fruits by application of gas chromatography–olfactometry (GC–O), odor activity value (OAV), gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS) and flame photometric detection (FPD) [J]. *Food Chemistry*, 2018, 245: 775–785.

Identification of Key Aroma Compounds in Thermally Treated Bayberry Juice by Sensomics

Cheng Huan^{1,2}, Chen Ying¹, Chen Jianle^{1,2}, Chen Shiguo^{1,2}, Ye Xingqian^{1,2*}

¹College of Biosystems Engineering and Food Science, National–Local Joint Engineering Research Center of Intelligent Food Technology and Equipment, Zhejiang Key Laboratory for Agro–Food Processing, Zhejiang International Scientific and Technological Cooperation Base of Health Food Manufacturing and Quality Control, Fuli Institute of Food Science, Zhejiang University, Hangzhou 310058

²Ningbo Research Institute, Zhejiang University, Ningbo 315100, Zhejiang)

Abstract Molecular sensory science techniques such as quantitative sensory description, aroma extract dilution analysis technique, aroma activity values (OAVs) and aroma component recombination model were used to investigate the key contributing components of flavor differences between heat-treated and fresh bayberry juice by combining modern instruments such as gas chromatography–mass spectrometry (GC–MS), gas chromatography–olfaction (GC–O) and electronic nose. The results of AEDA showed that after heat treatment, the FD of ‘green/grassy’ and ‘fresh’ aroma active components in bayberry juice decreased, and the FD of ‘sweet’ increased, and new aroma-active components such as ‘boiled melon’, ‘stimulating’, ‘putrid’ and ‘leather’ were produced. Combining the variable projection importance (VIP) and OAVs of the aroma active components, 13 key aroma variables were identified, including hexanal (green/grassy), 3-hexenal (green/grassy), (*E*)-2-octenal (sweet), (*E,Z*)-3,6-nonadienal (watermelon peel), (*E*)-2-nonenal (fatty), (*E,E*)-2,6-nonadienal (cucumber/herbaceous), (*E,E*)-2,4-nonadienal (shieldbug), 2,5-dimethoxy-benzaldehyde (chicken fecal), linalool (green apple), 10,10-dimethyl-2,6-dimethylenebicyclo[7.2.0]undecan-5-ol (bitter), pyrrolidine-2,4-dione (pungent/chemical), β -damascenone (sweet), (*E*)-2-(2-pentenyl) furan (melon) can be used as indicator compounds to distinguish heat-treated bayberry juice from fresh bayberry juice, with β -damascenone having the highest OAV value. This study could provide theoretical support for the product development and quality control of bayberry juice.

Keywords bayberry juice; thermal treatment; volatile compounds; sensomics