

臭氧、电子束辐照降解玉米赤霉烯酮和赭曲霉毒素 A

Study of ozone and electron beam irradiation on degradation of zearalenone and ochratoxin A

罗小虎^{1,2,3} 李克^{1,2,3} 王 韧^{1,2,3} 邢家溧⁴ 王 莉^{1,2,3}

LUO Xiao-hu^{1,2,3} LI Ke^{1,2,3} WANG Ren^{1,2,3} XING Jia-li⁴ WANG Li^{1,2,3}

杜志红^{1,2,3} 潘丽红³ 孙冬玲⁵ 李亚男^{1,2,3} 陈正行^{1,2,3}

DU Zhi-hong^{1,2,3} PAN Li-hong³ SUN Dong-ling⁵ LI Ya-nan^{1,2,3} CHEN Zheng-xing^{1,2,3}

(1. 江南大学食品科学与技术国家重点实验室, 江苏 无锡 214122; 2. 江南大学粮食发酵工艺与技术国家工程实验室, 江苏 无锡 214122; 3. 江南大学食品学院, 江苏 无锡 214122;

4. 宁波市食品检验检测研究院, 浙江 宁波 315048; 5. 无锡爱邦辐照技术有限公司, 江苏 无锡 214151)

(1. State Key Laboratory of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi, Jiangsu 214122, China;

2. National Engineering Laboratory for Cereal Fermentation Technology, Jiangnan University,

Wuxi, Jiangsu 214122, China; 3. School of Food Science and Technology, Jiangnan University,

Wuxi, Jiangsu 214122, China; 4. Ningbo Institute for Food Control, Ningbo, Zhejiang 315048, China;

5. Wuxi EL PONT Radiation Technology Co., Ltd., Wuxi, Jiangsu 214151, China)

摘要:玉米赤霉烯酮(Zearalenone, ZEN)和赭曲霉毒素 A(Ochratoxin A, OTA)毒性较大、污染范围较广,一直是中国食品行业重点关注的问题。采用毒素标准品,分别考察臭氧和电子束辐照对其降解效果。研究表明,2 mL 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 ZEN 经 2.0 mg/L 的臭氧处理 10 s 后,ZEN 未检出;经 12 kGy 的电子束辐照后,降解率达 86%,且 0.5~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时,ZEN 浓度对其降解效果无显著影响($P < 0.05$),ZEN 在乙腈中较甲醇降解更快。2 mL 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 OTA 经 50 mg/L 的臭氧处理 30 s 后,OTA 降解率为 22%,当处理时间延长至 180 s,降解率仍无显著提高;0.1~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度的 OTA 经 12 kGy 剂量电子束辐照后,降解率均在 90% 以上,且 OTA 浓度对其降解率无显著影响($P <$

0.05),OTA 在乙腈中较甲醇更快降解。臭氧较电子束易降解 ZEN,电子束较臭氧更易降解 OTA。研究结果为臭氧和电子束辐照降解不同真菌毒素提供了理论参考和实践依据。**关键词:**臭氧;电子束辐照;降解;玉米赤霉烯酮;赭曲霉毒素 A

Abstract: Mycotoxin contamination caused by Zearalenone (ZEN) and Ochratoxin A (OTA) is widespread for being prone to happen and hard to degrade. In this paper, the effects of ozone and electron beam irradiation (EBI) on the degradation of Zearalenone and Ochratoxin A were investigated. After 10 s of 2.0 mg/L ozone treatment, the ZEN content decreased from 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ to concentration undetectable. After 12 kGy of EBI, the degradation rate of ZEN was up to 86% and concentration of ZEN within 0.5~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ had no significant different ($P < 0.05$), with the degradation of ZEN being faster in acetonitrile than methanol. After 30 s of 50 mg/mL ozone treatment, the degradation rate of 5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ OTA was up to 22%, with no significant improvement of 180 s treatment. After 12 kGy of EBI, the degradation rate of OTA was up to 90% and the concentration of OTA had no significant different ($P < 0.05$), with the degradation of OTA being faster in acetonitrile than methanol. In general, the degradation of ZEN by ozone was easier than EBI, with EBI being easier than ozone for the degradation of OTA. In this study, a comprehen-

基金项目:国家自然科学基金(编号:31501579);现代农业产业技术体系建设专项资金资助(编号:CARS-02-32);江苏省农业科技自主创新资金[编号:CX(17)1003];浙江省食品药品监督管理局 2018 年度科技计划项目(编号:201802, 201811);国家国际科技合作专项(编号:2015DFA30540);江苏省产学研前瞻性联合研究项目(编号:BY2016022-30);公益性行业(粮食)科研专项(编号:201513006)

作者简介:罗小虎,男,江南大学副教授,博士。

通信作者:陈正行(1960—),男,江南大学教授,博士生导师,博士。

E-mail:zxchen_2008@126.com

收稿日期:2017-09-06

sive study of the application of ozone and EBI on degradation of ZEN and OTA was intended for providing theoretical and practical reference.

Keywords: ozone; electron beam irradiation; degradation; zearalenone; ochratoxin A

真菌毒素污染是全球性问题,每年由此造成了巨大的经济损失。在中国,相当大的地区处于温带和亚热带,为产毒真菌的生长繁殖带来了适宜的气候条件^[1]。目前已发现的400余种真菌毒素中,来源于镰孢属菌种的玉米赤霉烯酮(Zearalenone,ZEN)^[2]和来源于曲霉属和青霉属真菌的赭曲霉毒素(OchratoxinA,OTA)^[3],ZEN、OTA分布范围极广且毒性较强^[4-6]。

臭氧是一种强氧化剂,在液体体系中,能以分子和自由基2种作用方式攻击有机物中的双键^[7],且臭氧具有良好的渗透性,并能自动分解为氧气,无任何毒性残留物产生。因此,臭氧作为一项极具潜力的真菌毒素消减技术,近10年来对其进行了大量研究。罗小虎等^[8]研究了臭氧降解黄曲霉毒素B₁污染玉米在小鼠体内的毒性,结果表明,臭氧处理后的污染玉米可显著改善小鼠多项生理、生化指标,证明了该项技术的安全性;Zorlugenc等^[9]分别采用臭氧气体和臭氧水对干无花果中的AFB₁进行处理,当臭氧气体和臭氧水中臭氧浓度分别为13.8,1.71 mg/L,处理时间为180 min时,样品中AFB₁降解率分别为95.21%,88.62%。

电子束辐照技术是利用电子加速器产生的电子束,对产品进行辐照,该技术具有能量利用率高、操作简单、使用安全等突出优势,是一项安全有效的绿色加工技术。自20世纪90年代以来,研究者们对其在农产品和食品贮藏、作物育种、辐射化工、辐射杀菌杀虫等领域进行了大量探索^[10-12]。近年来,研究者在利用电子束辐照降解真菌毒素方面进行了一些探索。罗小虎等^[13]研究了电子束辐照对玉米AFB₁的降解效果,结果表明,电子束剂量在0~50 kGy时,可以有效降解玉米中AFB₁,当电子束剂量达50 kGy时,AFB₁降解率高于90%,其作用机理与γ射线相似^[14],即水分子经电子束辐照后被激发、电离,产生羟自由基和水合电子等,羟自由基进一步破坏毒素分子结构。

当前,臭氧和电子束辐照对ZEN和OTA降解的理论和应用研究较少^[15],这为了解臭氧、电子束辐照降解食品中ZEN和OTA的效果形成了局限。本研究拟基于前人在臭氧降解呕吐毒素(Deoxynivalenol,DON)^[16]、AFB₁^[17]、OTA、ZEN^[15],以及电子束辐照降解AFB₁的基础上,分别采用乙腈和甲醇溶剂体系,研究臭氧浓度、样品浓度、处理时间和辐照剂量等因素对ZEN和OTA降解率的影响,最终为臭氧和电子束辐照降解食品中OTA和ZEN的污染提供理论基础和实践依据。

1 材料和方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

ZEN和OTA标准品:纯度≥99.8%,百灵威科技有限

公司;

甲醇、乙腈:色谱纯,美国Fisher Scientific公司;

乙酸:色谱纯,百灵威科技有限公司;

实验用超纯水:电阻≥18.2 MΩ/cm,Millipore-QSP超纯水仪制备;

氮气(纯度≥99.8%)、氧气(纯度≥99.8%):无锡新南化学气体有限公司;

其他试剂:分析纯,国药化学试剂有限公司。

1.1.2 主要仪器设备

带荧光检测器:HPLC 1260型,美国安捷伦公司;

色谱柱:ZORBAX SB C₁₈型,美国安捷伦公司;

电子束加速设备:AB5.0型,无锡爱邦辐照科技有限公司;

臭氧发生器:CFG-3-20 g型,青岛国林实业股份有限公司;

臭氧浓度分析记录仪:Ideal 2000型,中国淄博爱迪尔测量控制有限公司;

氮吹仪:MD200-1型,杭州奥盛仪器有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 ZEN和OTA标准储备液和工作液的配制 将ZEN溶于甲醇溶液,OTA溶于乙腈溶液,分别配成100 μg/mL和10 μg/mL标准储备液,-20℃保藏。取一定量ZEN标准储备液,氮气吹干,再分别加入甲醇和乙腈复溶,配置成0.5,1.0,2.0,5.0 μg/mL的ZEN/甲醇(ZEN/Met)和ZEN/乙腈(ZEN/Ace)的标准工作液,4℃保藏,待电子束辐照处理;取一定量ZEN标准储备液,用甲醇配置成50 μg/mL的标准工作液,4℃保藏,待臭氧处理。取一定量OTA标准储备液,氮气吹干,再分别加入甲醇和乙腈复溶,配置成0.1,0.2,0.5,1.0 μg/mL的OTA/甲醇(OTA/Met)和OTA/乙腈(OTA/Ace)标准工作液,4℃保藏,待电子束辐照处理;取一定量OTA标准储备液用乙腈配制成5 μg/mL的工作溶液,4℃保藏,待臭氧处理。

1.2.2 ZEN和OTA含量的测定 高效液相色谱仪:带G1312B荧光检测器,Agilent 1260型。色谱柱:ZORBAX SB C₁₈柱,4.6×150 mm,填料直径5 μm,柱温35℃,进样量20 μL。ZEN流动相:甲醇/水(体积比60/40);流速:1.0 mL/min;检测波长:激发波长274 nm,发射波长440 nm。OTA流动相:水/乙腈/乙酸(体积比56/43/1),流速:0.9 mL/min;检测波长:激发波长333 nm,发射波长477 nm。

1.2.3 ZEN和OTA标准曲线的绘制 分别取一定量ZEN和OTA标准储备液,用流动相将ZEN配成0.5,1.0,2.0,5.0 μg/mL的系列标准工作液,OTA配成0.1,0.2,0.5,1.0 μg/mL的系列标准工作液,待测。以液相色谱中吸收峰面积对浓度作图,分别绘制ZEN和OTA的标准曲线。

1.2.4 臭氧降解ZEN和OTA 分别取2 mL ZEN(50 μg/mL)和OTA(5 μg/mL)工作液于10 mL聚乙烯离心管,通入臭氧。臭氧处理ZEN条件:浓度2.0 mg/L,流速1.0 L/min,处理时间为0,1,2,3,5,10 s;臭氧处理OTA条件:浓度50.0 mg/L,流速1.0 L/min,处理时间为0,10,30,60,90,

120,180 s。臭氧处理结束后,通氮气 3 min 终止反应,随后用 1 mL 流动相复溶,待测。

1.2.5 电子束辐照降解 ZEN 和 OTA 分别取 2 mL 的 ZEN 和 OTA 电子束辐照工作液于 5 mL 聚乙烯离心管,辐照剂量分别为 0,3,6,9,12 kGy,加速电子能量 5 MeV,束流 20 mA,剂量率 2 kGy/s。样品辐照后氮气吹干,1 mL 流动相复溶,待测。

1.2.6 数据处理 本试验样品处理和检测至少重复 3 次,采用 SPSS17.0 数据分析软件进行单因素方差分析,当 $P < 0.05$ 时,认为数据在统计学上具有显著性差异。

2 结果与讨论

2.1 标准曲线

由图 1、2 可见,ZEN 和 OTA 浓度分别在 0.5~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 0.1~1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时,其峰面积与浓度呈线性相关性。以峰面积(mAU)为纵坐标(Y),进样浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标(X)制作标准曲线,得 ZEN 标准曲线回归方程为 $Y = 3.2233X + 0.066$, $R^2 = 0.9998$, OTA 标准曲线回归方程为 $Y = 140.51X + 0.5023$, $R^2 = 0.9996$ 。

2.2 臭氧和电子束辐照降解 ZEN

2.2.1 臭氧对 ZEN 降解率的影响 图 3 显示的是 2 mL 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 ZEN 标准工作液在不同的臭氧处理时间下的降解率。当处理时间为 1 s 时,ZEN 的降解率超过 50%,随处理时间的延长,ZEN 的降解速率逐渐减缓,当处理时间达 10 s 时,溶液中未检出 ZEN。

ZEN 分子中 $\text{C}_{10}-\text{C}_{11}$ 为烯烃双键结构,是臭氧分子的主

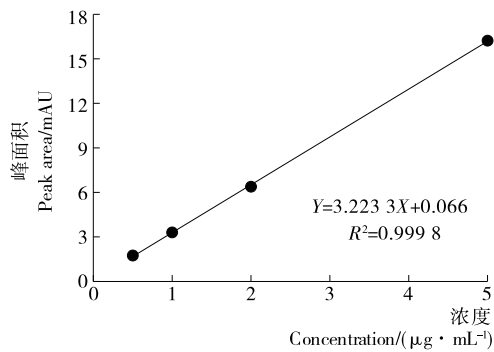


图 1 ZEN 的 HPLC 标准曲线

Figure 1 Standard curve of zearalenone solution

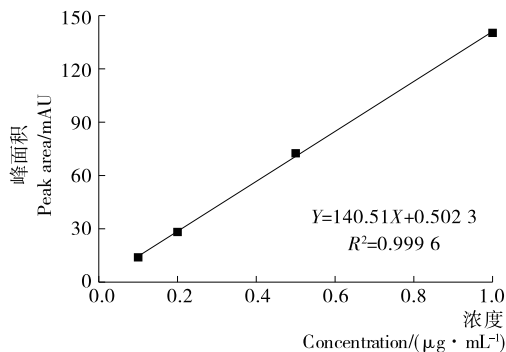


图 2 OTA 的 HPLC 标准曲线

Figure 2 Standard curve of ochratoxin A solution

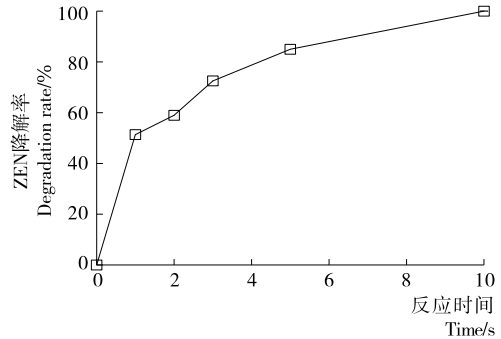


图 3 不同臭氧处理时间下 ZEN 的降解效果

Figure 3 Degradation curve of ZEN by ozone at different treat time

要反应位点^[18]。此外,研究表明芳香族有机物中苯环上含酚羟基结构有助于臭氧等氧化物反应破坏^[19],ZEN 分子中苯环结构含 2 个酚羟基,且空间位阻作用小,可能是导致在低臭氧浓度和较短反应时间条件下,ZEN 即被降解完全的原因。

2.2.2 电子束辐照对 ZEN 的降解效果

(1) 辐照剂量对 ZEN 的降解效果:图 4 显示的是 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 ZEN 标准工作液在不同辐照剂量下的降解效果。从图 4 中可以看出,在 0~6 kGy 剂量条件下,ZEN 降解速率随辐照剂量的增加呈加快趋势,6 kGy 时,ZEN 降解率超过 50%;在 6~9 kGy 的剂量条件下,随辐照剂量的增加,ZEN 降解率增速减缓,12 kGy 条件下,ZEN 降解率达到 86%。

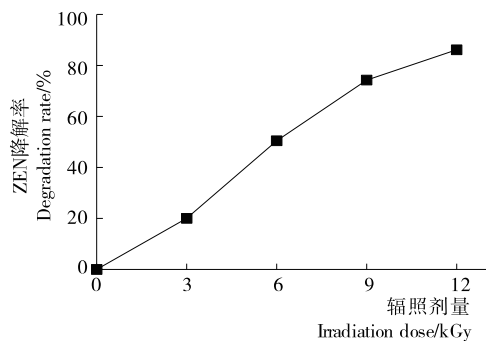


图 4 辐照剂量对溶液中 ZEN 的降解效果

Figure 4 Degradation curve of ZEN solution at different EB irradiation doses

现有研究表明,电子束辐照技术在真菌毒素降解中具有独特的优势,并取得了良好的成果。Liu 等^[20]采用电子束辐照处理水溶液中的 AFB_1 ,8 kGy 剂量下 1.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的毒素样品均被降解完全;Peng 等^[21]采用电子束辐照技术对不同溶剂体系中的 OTA 进行了辐照处理,发现相同浓度下 OTA 的降解率:水>乙腈>甲醇-水(体积比 60:40)。本研究结果表明,电子束辐照技术对甲醇溶液中的 ZEN 同样具有良好的降解效果。

(2) 样品浓度对 ZEN 的降解效果:图 5 显示的是不同浓度的 ZEN 标准工作液在不同辐照剂量下的降解效果。由图 5 可知,在 0.5~5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内,ZEN 浓度的增加

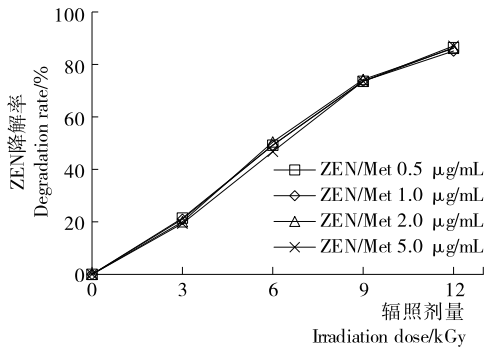


图5 样品浓度对溶液中ZEN的降解效果
Figure 5 Degradation curve of ZEN solution at different concentrations

对ZEN的降解率无明显影响。该结果与相同辐照剂量和ZEN浓度下Luo等^[22]的研究结果相似,然而ZEN浓度更高,ZEN降解率下降,可能是ZEN浓度为20 μg/mL时,相同剂量下,单位质量毒素的辐照吸收量过低,限制了溶液中自由基的反应,从而导致降解率下降。

(3) 溶剂对ZEN降解效果:图6显示的是将相同浓度梯度的ZEN标准工作液氮吹至干,采用等体积乙腈复溶后进行电子束辐照,考察其对ZEN降解效果的影响。由图6可知,在0~6 kGy辐照剂量下,ZEN在乙腈溶液中的降解速率明显快于标准工作液,即ZEN在乙腈溶液中,3 kGy剂量下,ZEN降解率即超过50%,而达到相同降解率的ZEN甲醇溶液所需剂量为6 kGy;在6~12 kGy剂量下,ZEN在2种溶液体系中降解速率均减缓,没有显著区别。

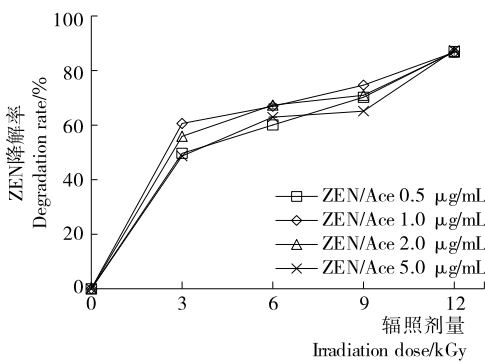


图6 溶剂对溶液中ZEN的降解效果
Figure 6 Degradation curve of ZEN at different solution

Schmelling等^[23]的研究结果表明,电子束辐照有机溶剂体系[乙腈和甲醇-水(体积比60:40)]中产生的自由基数量较少,且甲醇为自由基清除剂^[24],自由基处于产生-湮灭的动态过程。在0~6 kGy的辐照剂量下,由于乙腈溶液体系中辐照产生自由基随即与ZEN分子反应,而甲醇体系中生成的自由基伴随着甲醇分子的消除,因此降低了ZEN在甲醇溶液中的降解速率;6~12 kGy剂量下,乙腈和甲醇体系中ZEN降解速率均减缓,原因可能是在更高剂量下,溶剂中自由基增加数量有限,进一步限制了降解速率。

2.3 臭氧和电子束辐照降解OTA

2.3.1 臭氧对OTA的降解效果

图7显示的是2 mL

5 μg/mL的OTA标准工作液在50 mg/L,流速为1 L/min,不同时间的臭氧处理对OTA降解率的影响。当臭氧处理时间为10 s时,OTA的降解速率最快,随后逐渐降低,30 s时OTA降解率达最大值(22%),30~180 s时,OTA降解率趋于平缓,无明显变化。推测可能是在本试验的强氧化条件下,乙腈分子发生聚合反应,形成共轭体系,对毒素分子形成保护作用,因而限制了降解率的进一步增加。此外,OTA分子较为复杂的分子结构,造成的较大空间位阻效应,也是限制反应的因素。

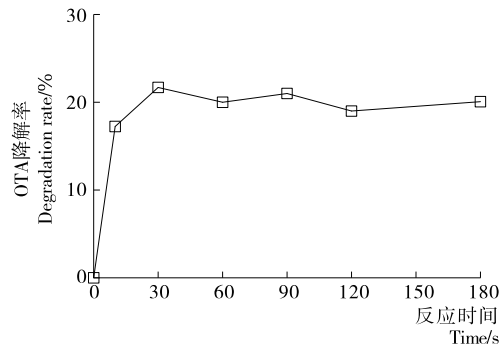


图7 OTA在不同臭氧处理时间下的降解效果
Figure 7 Degradation curve of OTA by ozone at different treat time

2.3.2 电子束辐照对OTA的降解效果

(1) 辐照剂量对OTA的降解效果:图8显示为0.5 μg/mL的OTA标准工作液在不同辐照剂量下的降解效果。0~3 kGy剂量下,OTA降解速率最快,3 kGy时降解率即超过60%,随后随着辐照剂量的增加,OTA降解速率逐渐降低,但降解率始终呈升高趋势,12 kGy时,OTA降解率达93.35%。该结果表明,电子束辐照对OTA具有良好的降解效果,具有广阔的应用前景。

(2) OTA初始浓度对降解效果的影响:图9显示的是不同初始浓度的OTA标准工作液在不同辐照剂量下的降解效果。由图9可知,在0.1~1.0 μg/mL浓度范围内,OTA浓度的增加对OTA的降解率无明显影响。Peng等^[21]研究了初始OTA浓度下电子束辐照降解效果,发现在水溶液中,0.1, 0.2, 20.0 mg/L OTA浓度下,达到90%降解率所需的辐照剂量分别为2.19, 3.93, 6.66 kGy。本研究采用有机溶剂体

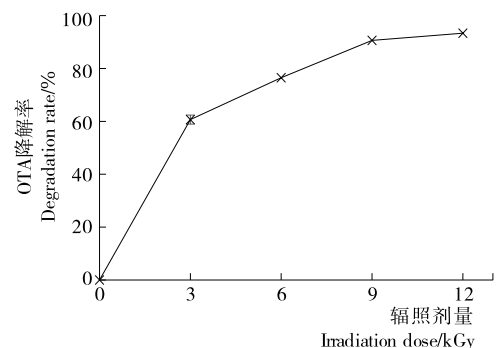


图8 辐照剂量对溶液中OTA降解效果的影响
Figure 8 Degradation curve of OTA solution at different EB irradiation doses

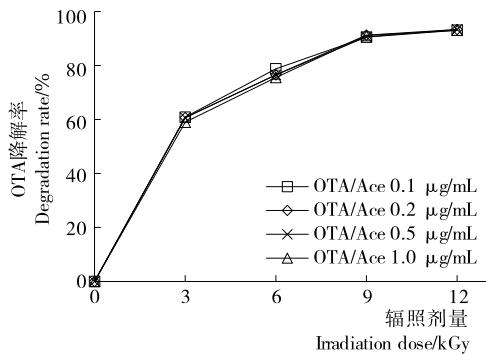


图 9 初始浓度对溶液中 OTA 的降解效果

Figure 9 Degradation curve of OTA solution at different initial concentrations

系,因此相同 OTA 浓度下,降解率低于前人研究。此外,由于本试验选用 OTA 样品浓度较小,也造成不同初始浓度的 OTA 降解效果无显著差别。

(3) 溶剂对降解效果的影响:图 10 显示的是将相同浓度梯度的 OTA 标准工作液氮吹至干,采用等体积甲醇复溶后进行电子束辐照,考察其对 OTA 降解效果的影响。由图 10 可知,在 0~6 kGy 辐照剂量下,OTA 在甲醇溶液中的降解速率明显低于在标准工作液中,即 OTA 在乙腈溶液中,3 kGy 剂量下,OTA 降解率即超过 60%,而达到相同降解率的 OTA 甲醇溶液所需剂量为 6 kGy;在 6~12 kGy 剂量下,OTA 降解速率均逐渐减缓,12 kGy 时甲醇溶液中 OTA 降解率达到 87%,低于乙腈溶液中 OTA 93%的降解率。

从结果可知,乙腈溶剂体系更有利于 OTA 的快速降解。原因与 ZEN 相同,一方面,甲醇溶剂对自由基和水合电子的捕获作用降低了电子束辐照 OTA 分子产生的自由基量;另一方面,较高的辐照剂量下溶剂中生成的自由基量有限,不足以推动反应的快速进行,从而限制了 OTA 分子的降解。

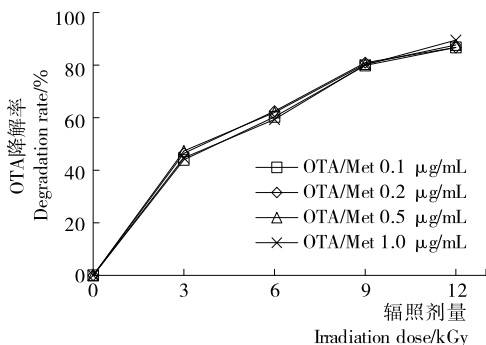


图 10 溶剂体系对溶液中 OTA 的降解效果

Figure 10 Degradation curve of OTA at different solution

3 结论

本研究采用不同浓度臭氧以及不同处理时间,分别对高浓度 ZEN 和相对低浓度的 OTA 标准溶液进行处理,结果臭氧气体对 ZEN 的降解效果极佳,而在更高臭氧浓度和较长处理时间下,OTA 降解率仍难以达到预期效果;采用 0, 3, 6, 9, 12 kGy 电子束辐照剂量,对甲醇和乙腈溶液中 ZEN 和 OTA 进行辐照,发现电子束辐照对 ZEN 和 OTA 均具有良

好的降解效果,且毒素在乙腈中降解效果更佳。臭氧降解 ZEN 的效果优于电子束辐照,而电子束辐照对 OTA 具有更好的降解效果。本研究为今后臭氧或电子束辐照降解 ZEN 和 OTA 污染食品提供了参考依据。今后需进一步研究臭氧和电子束辐照对 ZEN 和 OTA 降解效果差异的原因。

参考文献

- [1] ABRAMSON D, RICHTER W, RINTELEN J, et al. Ochratoxin A production in Bavarian cereal grains stored at 15 and 19% moisture content[J]. Archives of Environmental Contamination & Toxicology, 1992, 23(2): 259-265.
- [2] BENNETT J W, KLICH M. Mycotoxins[J]. Clinical Microbiology Reviews, 2003, 16(3): 497-516.
- [3] JANATI S S, BEHESHTI H R, ASADI M, et al. Preliminary survey of aflatoxins and ochratoxin A in dried fruits from Iran[J]. Bulletin of Environmental Contamination & Toxicology, 2012, 88(3): 391-395.
- [4] HUSSEIN H S, BRASEL J M. Toxicity, metabolism, and impact of mycotoxins on humans and animals[J]. Toxicology, 2001, 167(2): 101-134.
- [5] IARC. Some naturally occurring substances: food items and constituents, heterocyclic aromatic amines and mycotoxins[M]. Lyon, France: IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, 1993: 56.
- [6] CASTEGNARO M, CANADAS D, VRABCHEVA T, et al. Balkan endemic nephropathy: role of ochratoxins A through biomarkers[J]. Molecular Nutrition & Food Research, 2006, 50(6): 519-529.
- [7] STAEHELIN J, HOIGNE J. Decomposition of ozone in water in the presence of organic solutes acting as promoters and inhibitors of radical chain reactions[J]. Environmental Science & Technology, 1985, 19(12): 1 206-1 213.
- [8] 罗小虎, 齐丽君, 王韧, 等. 臭氧降解黄曲霉毒素 B₁ 污染玉米的体内毒性评价[J]. 食品与机械, 2016, 32(8): 58-62.
- [9] ZORLUGENC B, ZORLUGENC F K, OZTEKIN S, et al. The influence of gaseous ozone and ozonated water on microbial flora and degradation of aflatoxin B₁ in dried figs[J]. Food and Chemical Toxicology, 2008, 46(12): 3 593-3 597.
- [10] 旺勋清. 食品辐照加工技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- [11] 杨丹, 罗小虎, 齐丽君, 等. 电子束辐照对稻米储藏特性及品质的影响[J]. 食品与机械, 2017, 33(2): 106-110, 178.
- [12] 张莹, 朱加进. 电子束辐照技术及其在食品工业中的应用研究[J]. 食品与机械, 2013, 29(1): 236-239, 258.
- [13] 罗小虎, 齐丽君, 房文苗, 等. 电子束辐照降解玉米中黄曲霉毒素 B₁ 及对玉米品质的影响[J]. 食品与机械, 2016, 32(10): 111-114.
- [14] GETOFF N. Radiation-induced degradation of water pollutants: State of the art[J]. Radiation Physics & Chemistry, 1995, 46(4/5/6): 581-593.

(下转第 173 页)

2.3 微波干燥青花椒工艺的指标优化及验证

利用 Design-Expert 8.0.6 软件,通过设定挥发油含量取最大值,对青花椒的微波干燥进行工艺优化,得到微波功率 354.26 W、铺放量 211.93 g、间歇微波时间 51.4 s,在此条件下挥发油含量为 0.087 748 5 mL/g。

为进一步验证回归方程的准确性和有效性,根据最佳工艺条件设置设备参数(微波功率 355 W、铺放量 212 g、间歇微波时间 51 s),进行验证实验,得到花椒挥发油含量为 0.087 004 2 mL/g,与预测值相近,验证结果与优化结果的误差为 0.85%,可见回归模型能很好地预测干制青花椒挥发油含量,优化结果可靠。

3 结论

本研究采用单因素试验分析了微波干燥条件对挥发油含量的影响,发现微波干燥条件对于花椒挥发油含量有较大影响。进一步利用 Design-Expert 8.0.6 软件对花椒微波干燥的优化工艺进行指标优化,得到指标的优化条件为微波功率 354.26 W、铺放量 211.93 g、间歇微波时间 51.4 s,在此条件下挥发油含量为 0.087 748 5 mL/g。该研究可为微波干制青花椒工业化应用提供一定的理论依据。但是微波干制条件对挥发油含量的影响机理还有待进一步深入研究。

参考文献

- [1] 陈旅, 杨途熙, 魏安智, 等. 花椒研究概况[J]. 中国调味品, 2016, 41(10): 149-156.
- [2] 梅国荣. 花椒药材品质评价及饮片质量标准研究[D]. 成都: 成都中医药大学, 2016: 1-4.
- [3] 贾利蓉, 赵志峰, 雷绍荣, 等. 汉源青花椒挥发油的成分分析[J]. 食品与机械, 2008, 24(3): 105-108.
- [4] 邵杰, 宋瑞雯, 王改玲, 等. 响应面法优化花椒油树脂的超声提取工艺[J]. 食品工业科技, 2012, 33(24): 329-331.
- [5] 吴静. 花椒精油的提取工艺、化学成分分析与抗菌活性研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2017: 1-3.
- [6] 梁美融, 谢漫丽, 张仁文, 等. 花椒精油抗氧化及抑菌真菌活性的研究[J]. 大众科技, 2017, 19(6): 52-54.
- [7] 张怀予, 王军节, 陈园凡, 等. 水蒸气蒸馏法提取花椒精油及挥发性成分分析[J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(7): 166-172.
- [8] 徐坤, 孟晓, 孙俊秀, 等. 花椒油抗氧化活性研究[J]. 中国调味品, 2010, 35(7): 48-51, 59.
- [9] 王青, 孙金月, 郭淑, 等. 7 种特种油脂的脂肪酸组成及抗氧化性能[J]. 中国油脂, 2017, 42(6): 125-128, 154.
- [10] 朱琳, 余晓琴, 阚建全. 花椒质量等级新要素探讨与分析[J]. 食品与机械, 2009, 25(2): 160-166.
- [11] 李兴东, 常迎春, 刘海忠, 等. 花椒热风干燥特性的实验分析与数学模型[J]. 食品工业科技, 2011, 32(4): 145-147.
- [12] 周秀梅. 花椒间歇式热风干燥试验研究[D]. 重庆: 西南大学, 2008: 1-4.
- [13] 吕丽爽. 微波干燥技术在食品中的应用[J]. 食品与机械, 2006, 22(5): 119-122.
- [14] 张黎骅, 郑严, 秦文. 花椒的真空微波干燥工艺参数优化[J]. 西南大学学报: 自然科学版, 2008(7): 179-183.
- [15] 赵超. 花椒间歇式微波干燥理论及工艺优化的试验研究[D]. 重庆: 西南大学, 2006: 1-4.
- [16] 张黎骅, 张芳, 赵超. 花椒微波干燥数学模型的试验研究[J]. 农机化研究, 2008(12): 104-106, 109.
- [17] 张黎骅, 杨仁强. 花椒微波间歇干燥的试验研究[J]. 农机化研究, 2008(5): 125-127, 130.
- [18] 赵超, 陈建, 邱兵, 等. 花椒微波干燥特性试验[J]. 农业机械学报, 2007(3): 99-101, 98.
- [19] 祝瑞雪, 高鸿, 赵志峰, 等. 响应面法优化青花椒微波干燥工艺[J]. 中国调味品, 2012, 37(1): 51-55.
- [20] 王娟, 孟晓, 蒋丽施. 微波干燥条件对花椒品质的影响[J]. 轻工科技, 2015, 31(5): 8-9, 35.
- [15] QI Li-jun, LI Yu-lin, LUO Xiao-hu, et al. Detoxification of zearalenone and ochratoxin A by ozone and quality evaluation of ozonized corn [J]. Food Additives & Contaminants Part A Chemistry Analysis Control Exposure & Risk Assessment, 2016, 33(11): 1 700.
- [16] WANG Li, LUO Ying-peng, LUO Xiao-hu, et al. Effect of deoxynivalenol detoxification by ozone treatment in wheat grains [J]. Food Control, 2016, 66: 137-144.
- [17] LUO Xiao-hu, WANG Li, WANG Ren, et al. Analyses by UPLC Q-TOF MS of products of aflatoxin B-1 after ozone treatment[J]. Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess, 2014, 31(1): 105-110.
- [18] HOIGNÉ J, BADER H. Rate constant of reaction of ozone with organic and inorganic compounds in water-I: Non-dissociating organic compounds [J]. Water Research, 1983, 17(2): 173-183.
- [19] SONNTAG C V. Degradation of aromatics by Advanced Oxidation Processes in water remediation: Some basic considerations [J]. Journal of Water Supply: Research and Technology AQUA, 1996, 45(2): 84-91.
- [20] LIU Rui-jie, WANG Rui-qi, LU Jian, et al. Degradation of AFB₁ (1) in aqueous medium by electron beam irradiation: Kinetics, pathway and toxicology[J]. Food Control, 2016, 66: 151-157.
- [21] PENG Chun-hong, DING Yang, AN Feng-ping, et al. Degradation of ochratoxin A in aqueous solutions by electron beam irradiation[J]. Journal of Radioanalytical & Nuclear Chemistry, 2015, 306(1): 39-46.
- [22] LUO Xiao-hu, QI Li-jun, LIU Yun-tao, et al. Effects of electron beam irradiation on zearalenone and ochratoxin a in naturally contaminated corn and corn quality parameters [J]. Toxins, 2017, 9(84): 1-11.
- [23] SCHMELLING D, POSTER D, CHAYCHIAN M. Applications of ionizing radiation to the remediation of materials contaminated with heavy metals and polychlorinated biphenyls[J]. Radiation Physics & Chemistry, 1998, 52(1): 371-377.
- [24] GUO Zhao-bing, ZHOU Fei, ZHAO Yong-fu, et al. Gamma irradiation-induced sulfadiazine degradation and its removal mechanisms[J]. Chemical Engineering Journal, 2012, 191(19): 256-262.

(上接第 102 页)