



引用格式:王猛,高莉,李源栋,等. 基于 HHP 的烟用香精料液杀菌工艺研究 [J]. 轻工学报, 2019,34(2):24-34.

中图分类号:TS41 文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.2096-1553.2019.02.004

文章编号:2096-1553(2019)02-0024-11

基于 HHP 的烟用香精料液杀菌工艺研究

Research on the sterilization technology of tobacco flavor liquid based on HHP

王猛¹,高莉¹,李源栋¹,张翼鹏¹,朱保昆¹,廖头根¹,马明²
WANG Meng¹,GAO Li¹,LI Yuandong¹,ZHANG Yipeng¹,ZHU Baokun¹,
LIAO Tougen¹,MA Ming²

1. 云南中烟工业有限责任公司 技术中心,云南 昆明 650231;
2. 中国烟草总公司郑州烟草研究院,河南 郑州 450001
1. R&D, China Tobacco Yunnan Industrial Co., Ltd., Kunming 650231, China;
2. Zhengzhou Tobacco Institute of China National Tobacco Corporation, Zhengzhou 450001, China

关键词:

烟用香精料液;高静压技术;杀菌;质量安全

Key words:

tobacco flavor liquid;
high hydrostatic pressure technology;
sterilization;
quality safety

摘要:针对烟用香精料液防腐用化学防腐剂存在安全隐患的问题,将物理场高静压(HHP)技术应用于烟用香精料液的防腐杀菌,考察了HHP工艺参数对烟用香精料液杀菌效果的影响,以及杀菌处理后烟用香精料液施加于卷烟的感官品质.结果表明:在处理温度38℃,保压时间13.1min,处理压力447MPa工艺条件下,经HHP处理前后,烟用香精料液的色泽、黏度无明显变化;产气微生物的生长得到较好的控制,烟用香精料液的产气量明显降低,保质期增长;将杀菌处理后的香精料液添加到卷烟叶组中与原料液进行感官评吸对比,二者不存在感官上的明显差异.因此,在不改变烟用香精料液感官品质的前提下,HHP有望作为一种低温、安全的杀菌技术应用于烟用香精料液的杀菌防腐.

收稿日期:2018-04-12

基金项目:中国烟草总公司科技重点项目(110201802001);云南中烟科技重点项目(2015CP04)

作者简介:王猛(1987—),女,山东省聊城市人,云南中烟工业有限责任公司工程师,主要研究方向为产品开发与品质分析.

Abstract: Considering the potential safety hazard of chemical preservatives for cigarette flavoring liquid, the high hydrostatic pressure (HHP) technology was applied to the sterilization of tobacco flavor liquid. The effects of technological parameters of HHP on the sterilization efficacy of tobacco flavor liquor and the sensory quality of cigarettes following tobacco flavoring liquid application after sterilization were investigated. The results showed that when the treatment temperature was 38 °C, the holding time was 13.1 min, and the treatment pressure was 447 MPa, the color and viscosity of tobacco flavor liquor had no obvious change when compared with that before HHP treatment. The growth of gas producing microorganism was well controlled, and the biogas production of tobacco flavoring liquid obviously reduced with the increase in shelf life. When the tobacco flavoring liquid after sterilization treatment was added into the cigarettes, there was no significant difference in sensory evaluation when compared with the raw material liquid. Therefore, under the premise of not changing the sensory quality of the tobacco flavor liquid, HHP is expected to be used as a low-temperature, safe sterilization technology for the sterilization and antiseptic of the tobacco flavor liquid.

0 引言

香精香料大多由合成化合物、天然提取物及相应的溶剂组成,一般是多元复合体稀溶液,成分较为复杂.烟用香精料液以糖类、植物提取物、维生素及有机酸类为主,与水混合经二次调配制得.水溶性的烟用香精料液,其活性水含量较高,且含有大量的营养成分,是微生物良好的天然培养基,但存在稳定性差、存贮时间较短等缺陷.为解决烟用香精香料易腐败变质的问题,浙江中烟公司对生产退回的烟用香精香料的理化性质、微生物指标和感官变化状况进行分析研究,确定烟用香精香料保质期的判定依据为菌落总数和霉菌总数等指标^[1].湖北中烟针对天然烟用香料的质量控制关键技术进行研究,将菌落总数、大肠菌群、金黄色葡萄球菌、霉菌和酵母菌 5 种微生物的数量作为天然烟用香料微生物的控制指标.基于成本、功效和添加工艺的考虑,目前烟用香精香料主要防腐措施是添加化学防腐剂,但存在影响感官品质、添加剂残留、环境污染和容易对人体造成危害等缺陷.因此,探索应用新技术对烟用香精香料进行有效的杀菌防腐非常必要^[2-4].

高静压(HHP)技术是指将待处理的食品/生物制品置于可加压的密闭容器中,以水、乙醇

等流体作为传压介质,在一定压力和温度条件下(100 ~ 1000 MPa, 25 ~ 60 °C)保持一定时间,对所施加对象进行灭菌、激活或抑制酶活性处理,以延长货架期、改善产品品质的一种新技术^[5-6].HHP 具有杀菌均匀、高效、无毒害、低能耗和在保障食品安全的前提下货架期长的特点^[7].高杨等^[8]研究发现,经 HHP 处理后的真空包装法兰克福香肠,相比于未处理的对照香肠,初始微生物数量明显下降,且对贮藏期间腐败微生物的生长具有明显的抑制作用.HHP 作为一种极具潜力的非热力物理杀菌技术,应用于果蔬制品的杀菌和灭酶,能够较大限度地保持其营养价值和感官品质,源于该技术对决定食品色泽、香味等的低分子量化合物中的共价键具有限制作用.G. Arroyo 等^[9]对不同类型的蔬菜进行 HHP 处理(300 ~ 400 MPa),其中莴苣、菠菜和花椰菜的颜色发生了轻微的变化,而芦笋和洋葱基本保持不变.对高水活度制品的杀菌效果,M. E. Lopez-Caballero 等^[10]的研究表明,400 MPa 的压力可以减少牡蛎的乳酸杆菌、大肠菌群和菌落总数,并使产品的外观和风味得到保持.但当压力升高至 600 MPa 时,赵伟等^[11]的研究表明,牡蛎的蛋白质发生变性,其水解程度及产生的氨基酸量明显增加.A. Baymdirli 等^[12]对接种在果汁产品的不同种

类细菌进行 HHP 灭菌处理发现,在 40 ℃, 350 MPa, 5 min 的条件下即可杀灭这些细菌,但无法杀灭体系内的微生物孢子。

以往针对 HHP 的研究多集中于果蔬制品、豆制品、水产品、鱼肉制品等,在香精香料防腐领域尚未见相关报道。烟用香精料液主要由天然和合成的低分子量化合物组成, HHP 不破坏化合物的共价键,因而对烟用香精料液中的糖类、酸类、醇类、酯类及天然植物提取物等低分子量的风味物质、色素和各种小分子物质几乎不产生影响^[13-14]。因此,将 HHP 应用于烟用香精料液杀菌防腐,具有较为显著的优势。鉴于此,本文拟以烟用香精料液为研究对象,对 HHP 用于烟用香精香料杀菌的工艺条件进行研究,同时考察 HHP 杀菌处理后料液施加于卷烟的感官品质,以期在低温、无化学防腐剂辅助的条件下实现细菌和霉菌的杀灭,在保障料液品质安全的前提下,最大限度地保持烟用香精料液的风格特征,延长其货架期。

1 材料与amp;方法

1.1 材料与仪器

卷烟料液为规格分别为 A 和 B 的在产卷烟在叶组加料过程中施加的混合糖香料功能组分。其中,卷烟 A 料液主要包括香荚兰提取物、菠萝提取物、麦芽提取物、桃子浓缩汁、李子提取物、野坝子蜂蜜、50°高粱酒、丙二醇、枣子浸膏、无花果提取物、红大烟叶提取物、香茅浸膏和樱桃桃汁等;卷烟 B 料液主要包括浓缩梅子提取物、杏子提取物、高果糖浆、香兰素、58°高粱酒、百花草蜂蜜、丙二醇、山梨醇、枣子酐、可可提取物、津巴布韦烟叶提取物、黑莓提取物和葡萄酒等。

甲醇、乙腈、乙醇,均为色谱纯,德国 Merck 公司;NaCl,北京化学试剂公司产。

营养琼脂,购于北京陆桥技术有限责任公司,其主要成分:酵母膏 5.0 g,琼脂 30.0 g,葡

萄糖 2.0 g。将上述成分置于 2 L 蒸馏水中,煮沸溶解,pH 控制在 7.0 ± 0.1 ,分装于锥形瓶中,于 121 ℃下高压灭菌 20 min。

孟加拉红培养基,购于北京陆桥技术有限责任公司,其主要成分:蛋白胨 10 g,葡萄糖 20 g,磷酸二氢钾 2 g,硫酸铵 1.0 g,孟加拉红 20.06 g,琼脂 30 g,氯霉素 0.2 g。将上述成分加于 2 L 蒸馏水中,煮沸溶解,pH 控制在 6.0 ± 0.1 ,分装于锥形瓶中,于 121 ℃下高压灭菌 20 min。

S-FL-085-09-W 高静液压试验机(含液压柜),英国 SFP 金属公司产;A300/1G 真空封口机,德国 MULTIVAC 公司产;PHILIPS HR 2890/B 破碎机,荷兰飞利浦公司产;LXJ-II 型离心沉淀机,上海医用仪器厂产;J-26XPI 型高效冷冻离心机,美国 Beckman 公司产;梅特勒 320S 酸度计、电子精密天平,均为梅特勒仪器(上海)有限公司产;UV8000 紫外可见分光光度计,美国 UNICO 公司产;超低温冰箱,New Brunswick Scientific Co. Inc 产;DGG-9070A 型恒温干燥箱,上海森信实验仪器有限公司产;KCL-2000A 恒温恒湿培养箱,日本东京理化器械株式会社产。

1.2 HHP 杀菌单因素试验

将同一批次烟用香精料液样品分装成每袋 0.5 kg,用高温消毒的聚乙烯高温蒸煮袋真空密封,采用双层包装,以便于运输且防止爆袋。整个过程在无菌环境中完成。将分装好的烟用香精料液迅速放入 HHP 处理装置的压力腔内,并浸没于传压介质中,考察 HHP 不同处理压力、保压时间和处理温度对杀菌效果的影响。

1) HHP 不同处理压力杀菌效果试验。处理温度设为 30 ℃,保压时间 15 min,在 100 ~ 600 MPa 压力范围内,以 100 MPa 作为试验间隔,测量不同处理压力的菌落总数对数值。留一组未处理空白作为对照。

2) HHP 不同保压时间杀菌效果试验. 施加处理压力 500 MPa, 处理温度设定为 30 ℃, 在 5 ~ 30 min 加压时间范围内, 以 5 min 作为试验间隔, 测量不同保压时间的菌落总数对数值. 留一组未处理空白作为对照.

3) HHP 不同处理温度杀菌效果试验. 施加处理压力 500 MPa, 保压时间设定为 5 min, 在 10 ~ 50 ℃ 温度范围内, 以 10 ℃ 作为试验间隔, 测量不同处理温度的菌落总数对数值. 留一组未处理空白作为对照.

1.3 烟用香精料液微生物检测方法

HHP 处理后的烟用香精料液样品迅速放入 0 ℃ 冰浴中冷却, 冷却后置于冰箱中于 4 ℃ 下保藏. 微生物指标的检测在 24 h 后进行, 即只考虑不可逆的变化. 结果以 3 次重复实验结果的平均值表示.

以食用香精国家标准和食品安全国家标准食品添加剂使用标准对菌落总数、大肠菌群的限定要求, 作为评定 HHP 对烟用香精料液杀菌效果的依据. 使用国家标准所述的检测方法^[15]检测料液样品的微生物菌落, 结果以 CFU/g 表示. 参照国家食品微生物检验标准 GB 4789.2—2016, GB 4789.15—2016, 分别检测烟用香精料液中的菌落总数、霉菌和酵母菌总数; 参照国家食品微生物检验标准 GB 4789.3—2016 检测料液中的大肠菌群.

目前国内还没有烟用香精香料微生物指标的国家标准, 本次实验的微生物指标以《食品安全国家标准 食品用香精》(GB 30616—2014) 限定作为依据^[16]. 其中, 针对提供的烟用香精料液样品进行的致病菌菌数检测, 结果显示为未检出, 本次试验研究内容将不再涉及. 食品用香精的国家标准对霉菌和酵母的微生物指标未作限量要求, 在本次实验中检测数值愈少愈好.

1.4 Box-Behnken 试验设计

对真空封口的烟用香精料液样品, 考察

HHP 处理压力 (X_1), HHP 处理时间 (X_2), HHP 保压温度 (X_3) 3 个因素对降低的菌落总数对数 $\lg(N_0/N)$ 变化的影响. 根据单因素试验结果, 依据 Box-Behnke 试验设计原理, 进行 3 因素 3 水平的响应面分析试验, 因素与水平见表 1.

表 1 HHP 处理烟用香精料液工艺
响应面分析试验因素与水平

Table 1 Factors and levels of technology of tobacco flavor liquid design on HHP treatment

水平	因素		
	X_1 /MPa	X_2 /min	X_3 /℃
-1	300	5	20
0	400	10	30
1	500	15	40

根据试验设计, 响应值 Y 基于最小二乘法拟合二次多项式为

$$Y = \sum A_0 + \sum A_i x_i + \sum A_{ii} x_{ij} + \sum A_{ij} x_i x_j$$

其中, Y 为降低的菌落总数对数 $\lg(N_0/N)$; A_0 为常数, A_i 为线性系数, A_{ii} 为二次系数, A_{ij} 为交互系数; $x_i, x_j (i \neq j, i, j = 1, 2, 3)$ 为试验的 3 个因素. 采用统计学的 F 值、 P 值和方差分析检验模型方程多项式各系数的拟合和回归.

1.5 料液理化指标检测

色值的测定. 采用 CR-400 色差仪, 通过反射法测定样品的色泽指标. 选用 CIE 标准 D_{65} 光源, o/d 条件, 10° 视场, 采用 CIELAB 及亨利 Lab 均匀色空间. 标准白板参数为: $L^* = 94.0$, $a^* = 0.316$, $b^* = 0.332$. 采用 $L^* a^* b^*$ 颜色系统, 处理样品与对照之间的色泽差异采用 ΔE 表示, $\Delta E = (\Delta L^{*2} + \Delta a^{*2} + \Delta b^{*2})^{1/2}$, ΔE 大小与样品颜色变化成正比.

流变学分析. 采用 ARG2 流变仪, 选择直径为 40 mm 的 2° 不锈钢锥板进行系统测量, 采用 AR Instrument control version 5.0.38 软件对测定结果进行分析.

产气量分析. 烟用香精料液产气的主要原

因是微生物发酵产生气体,一般生产制品在胀袋后外观会发生明显变化,当胀袋比较严重时,还会出现沉淀、有效成分变化等,对产品品质造成极大影响.因此,需对 HHP 处理前后的烟用香精料液产气情况进行研究分析.取 500 mL HHP 处理后的料液,置于具塞烧瓶内,在 37 °C 恒温培养箱内进行烟用香精料液产气试验,并记录 120 d 内的每日产气量,得到总产气量,同时与未进行 HHP 处理的空白对照组进行对比.

感官评吸验证.以卷烟 A 料液为例,将 HHP 处理前后的烟用香精料液,按叶组 5% (质量分数) 的添加量在卷烟叶组上进行加料试验;将试验叶组放置于温度(22 ± 1) °C,相对湿度(60 ± 1)% 条件下平衡 24 h 后,制成卷烟,再次平衡 24 h,待用.

2 结果与讨论

2.1 处理压力对 HHP 杀菌效果的影响

在保压时间 15 min,处理温度 30 °C 条件下,考察 HHP 施加压力对菌落总数对数值的影响,结果如图 1 所示.由图 1 可以看出,在较低的压力范围内,随着压力升高,菌落总数的对数值明显下降.当压力达到 500 MPa 时,烟用香精料液

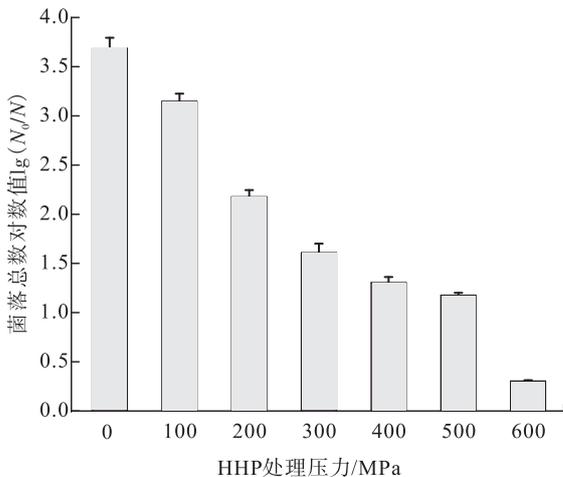


图 1 HHP 处理压力对菌落总数对数值的影响

Fig. 1 Effect of HHP treatment pressure on the total numbers of colony

中的菌落总数即可达到检测限,说明 HHP 高压处理对烟用香精料液中的细菌致死效果显著.

烟用香精料液为多组分混合物,其中的细菌种类较为复杂,从开始对体系加压到 300 MPa 范围内,菌落总数随着压力升高而明显下降,当压力超过 300 MPa 后,菌落总数对数值的下降趋势趋于变缓.因为不同的微生物细胞具有不同的耐压阈值,在较高压力下,不耐压的细菌首先被杀死,残存的一些较耐压的细菌对压力的敏感性较低,从而导致菌落总数对数值下降趋势变缓.HHP 杀菌系统对微生物的灭活具有一定的选择性,从前期研究结果和文献对比研究发现,不同的微生物耐压性能差异很大,其中以芽孢杆菌的耐压能力最强,其次是革兰氏阳性菌、霉菌/酵母菌,革兰氏阴性菌的耐压性相对较弱.此外,处于指数生长期的微生物比静止生长期的微生物对压力也更敏感,这些都会导致 HHP 杀菌拖尾现象的产生.由于在后期的 HHP 杀菌试验中大肠菌群试验结果为阴性,大肠菌群数均未检测出超标情况,故在该部分内容未作相应的研究说明.

处理压力与烟用香精料液中霉菌/酵母菌菌落对数值的关系如图 2 所示.由图 2 可以看出,烟用香精料液中的霉菌/酵母菌数对数值随着施加压力的升高而急剧下降,当压力增加至 500 MPa 时,HHP 处理对料液体系中霉菌/酵母菌的灭活即达到检测限.故适宜的 HHP 处理压力为 500 MPa.

2.2 保压时间对 HHP 杀菌效果的影响

在施加压力为 500 MPa,温度为 30 °C 条件下,考察处理时间对菌落总数对数值的影响,结果如图 3 所示.由图 3 可以看出,在 0 ~ 10 min 内,菌落总数对数值随处理时间的延长而下降,且速率很快,10 min 后下降趋缓,HHP 处理 20 min 以后,对微生物的致死效果开始变得不明显.这可能源于料液体系内的压力敏感菌,因

其压力阈值较低,在施加较高压力后很快被杀灭,还有一些耐压菌的阈值较高^[17],当施加的压力未达到作用阈值时,即使进一步增加处理时间也不能达到理想的杀菌效果,在实际生产中增加处理时间还会导致整个工序周期的延长,影响生产效率和成本.故适宜的 HHP 保压时间为 20 min.在此压力和温度条件下对烟用香精料液进行处理,未检测出霉菌和酵母菌.这说明 HHP 处理压力与霉菌/酵母菌总数对数值的关

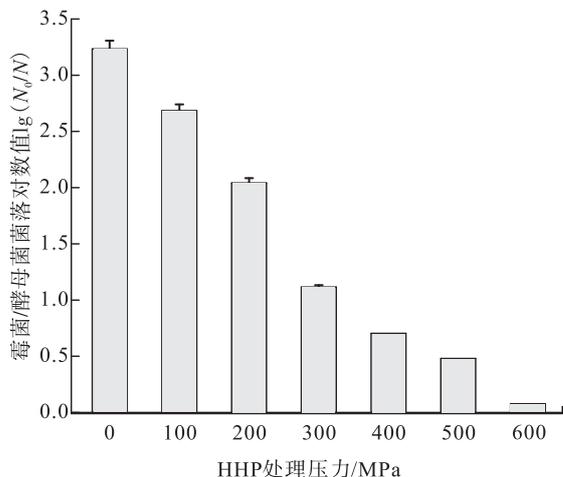


图2 HHP 处理压力对霉菌/酵母菌菌落对数值的影响

Fig.2 Effect of HHP treatment pressure on the total numbers of molds/fungi

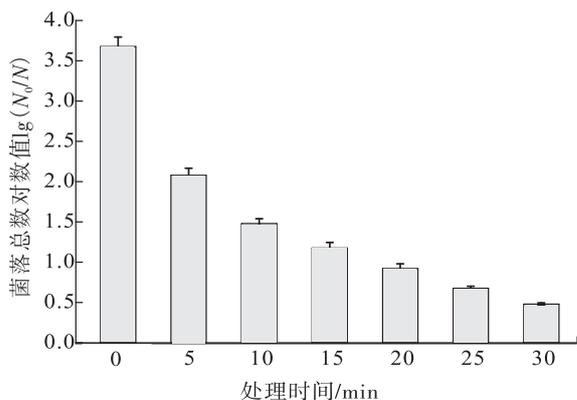


图3 HHP 处理时间对菌落总数对数值的影响

Fig.3 Effect of HHP treatment time on the total numbers of colony

系基本符合一级反应动力学特征,即施加压力大小与灭活效果呈正比,但保压时间的改变基本不能影响霉菌/酵母菌总数随着压力升高而明显下降的趋势,说明 HHP 处理压力是影响霉菌/酵母菌菌落存活与否的决定因素.

2.3 处理温度对 HHP 杀菌效果的影响

温度对 HHP 杀菌具有协同作用,在一定范围内随着温度的增加,杀菌效果逐渐增强.但高压环境下的温度升高会带来过高的能量消耗,也会破坏加工制品的风格特征.在施加压力 500 MPa,保压时间 15 min 的条件下,考察处理温度对菌落总数对数值的影响,结果如图 4 所示.由图 4 可以看出,菌落总数的对数值随温度的升高呈明显下降趋势,因为温度是微生物生长代谢过程重要的影响因素之一,温度与压力的协同作用能显著提高烟用香精料液的杀菌效果.相关研究也证实通过适当的对处理体系加温,可以降低微生物所需的致死压力,但烟用香精料液在较高温度下容易出现功能成分损失,因此需适度控制处理温度范围,以达到料液杀菌处理的最佳效果.烟用香精料液中的细菌数量在处理温度为 40 °C 时,即可达到食品微生物检测方法的检测限,在此条件下按照前述方法未检测出霉菌和酵母.故适宜的 HHP 处理温度为 40 °C.

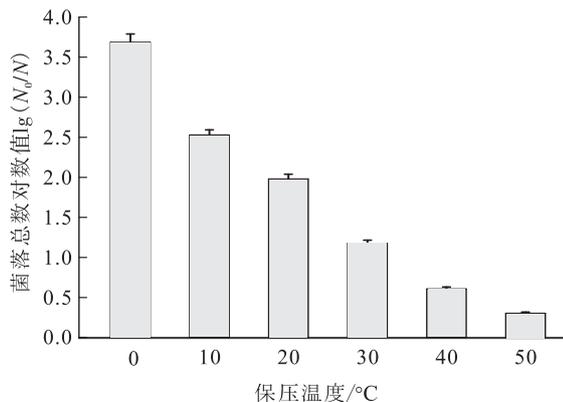


图4 HHP 保压温度对菌落总数对数值的影响

Fig.4 Effect of HHP treatment temperature on the total numbers of colony

2.4 HHP 处理烟用香精料液工艺响应面设计试验结果

在单因素试验的基础上, HHP 处理烟用香精料液工艺响应面分析试验结果见表 2, 其中 Y_1 表示降低菌落总数对数 $\lg(N_0/N)$, Y_2 表示降低菌落总数对数 $\lg(N_0/N)$ 预测结果, 共 17 个试验点, 包括 12 个析因点、5 个零点, 零点用于估计试验误差。

根据表 2 列出的 HHP 处理对菌落总数的影响结果, 进行多元回归分析, 得到 HHP 处理降低菌落总数对数值对 X_1, X_2, X_3 的二次多项回归模型方程为

$$Y = 2.18 + 0.89X_1 + 0.26X_2 + 0.55X_3 + 0.08X_1X_3 + 0.22X_2X_3 - 0.07X_1^2 - 0.27X_2^2 - 0.35X_3^2 \quad \text{①}$$

2.5 模型的建立及其显著性检验结果

模型①的方差分析结果见表 3, 模型系数显著性检验见表 4。

由表 3 可知, 模型方程①极显著 ($sig. <$

表 2 HHP 处理烟用香精料液工艺响应面分析试验结果

Table 2 Program and results of technology of tobacco flavor liquid design of the HHP treatment

试验号	X_1	X_2	X_3	Y_1	Y_2
1	-1	-1	0	0.71	0.69
2	-1	0	-1	0.40	0.40
3	-1	0	1	1.35	1.35
4	-1	1	0	1.19	1.21
5	0	-1	-1	0.95	0.97
6	0	-1	1	1.62	1.64
7	0	0	0	2.20	2.18
8	0	0	0	2.17	2.18
9	0	0	0	2.20	2.18
10	0	0	0	2.17	2.18
11	0	0	0	2.18	2.18
12	0	1	-1	1.08	1.06
13	0	1	1	2.61	2.59
14	1	-1	0	2.49	2.47
15	1	0	-1	2.01	2.02
16	1	0	1	3.28	3.28
17	1	1	0	2.97	2.99

表 3 回归模型方差分析

Table 3 Results of regression variance Analysis

方差来源	自由度	平方和	F 比率	Sig.	显著性
模型	9	10.409 1	1 918.47	<.000 1	*
X_1	1	6.301 3	10 452.31	<.000 1	*
X_2	1	0.540 8	897.06	<.000 1	*
X_3	1	2.442 1	4 050.79	<.000 1	*
X_1X_2	1	0.000 0	0.00	1.000 0	
X_1X_3	1	0.025 6	42.46	0.000 3	*
X_2X_3	1	0.184 9	306.71	<.000 1	*
X_1X_1	1	0.023 4	38.76	0.000 4	*
X_2X_2	1	0.305 8	507.27	<.000 1	*
X_3X_3	1	0.514 3	853.13	<.000 1	*
失拟	3	0.003 3	4.78	0.082 3	
纯误差	4	0.000 9			
总误差	7	0.004 2			
R^2			0.999 6		
Adj R^2			0.999 1		

表 4 回归方程系数显著性检验

Table 4 Significance test of regression coefficients

项	系数	标准误差	t 比率	概率 > t
截距	2.18	0.011 0	198.90	<.000 1
x_1	0.89	0.008 7	102.24	<.000 1
x_2	0.26	0.008 7	29.95	<.000 1
x_3	0.55	0.008 7	63.65	<.000 1
x_1x_2	0.00	0.012 3	0.00	1.000 0
x_1x_3	0.08	0.012 3	6.52	0.000 3
x_2x_3	0.22	0.012 3	17.51	<.000 1
x_1x_1	-0.07	0.012 0	-6.23	0.000 4
x_2x_2	-0.27	0.012 0	-22.52	<.000 1
x_3x_3	-0.35	0.012 0	-29.21	<.000 1

0.000 1), 即不同试验处理间的差异极显著; 失拟项数值为 $0.082 3 > 0.05$, 说明模型不需要引入更高次数的项, 模型选择合适; 模型校正决定系数 $AdjR^2 = 0.999 1$, 说明该模型能反映 99.91% 的响应值变化, 拟合效果好, 具有较小的试验误差. 因此该模型从整体上看是成立的, 可用此模型分析和预测 HHP 致死菌落总数的数量级变化. 由表 4 显著性检验结果可知, 模型一次项都较为显著; 二次项均显著 ($P < 0.05$); 交互项 x_1x_3 和 x_2x_3 显著, x_1x_2 不显著, 说明 HHP 处理压力与保压温度、HHP 处理时间与保压温度之间存在显著的交互作用。

2.6 HHP 杀菌效果的工艺条件优化确定

工艺参数交互作用对 HHP 抑制菌落总数影响的响应面和等高线图如图 5 所示. 由图 5 可知,固定处理温度 38 ℃,对模型方程式①解

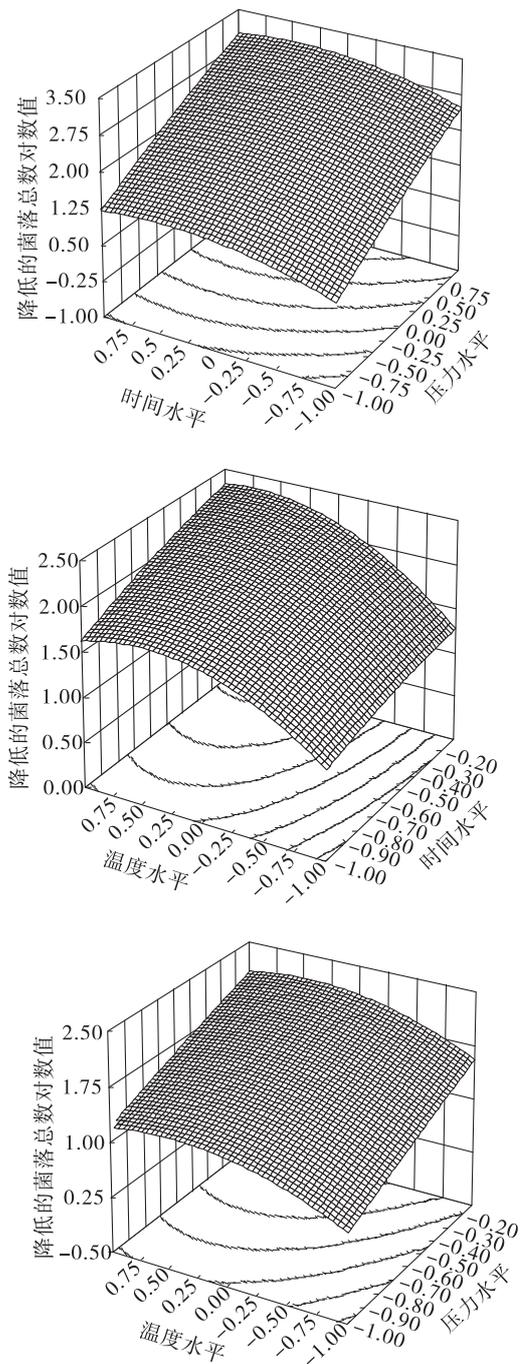


图 5 工艺参数交互作用对 HHP 抑制菌落总数对数值影响的响应面和等高线图

Fig. 5 Response surface and contour map of the effect of process parameters interaction on the total colony inhibited by HHP

逆矩阵得 HHP 抑菌条件为保压时间 13.1 min, 压力 447 MPa. 类似地,分别确定最佳保压时间和处理压力对灭活菌落总数影响的工艺条件进行交互验证,当处理时间为 13.1 min 时,对应的最优处理温度和压力分别为 38 ℃ 和 447 MPa. 从图中响应面和等高线图综合来看, HHP 对烟用香精料液的施加压力大小对菌落总数的灭活效果影响最为显著,其次是处理温度的影响,而处理时间的影响并不显著.

拟合系数决定了模型模拟的拟合程度,一个好的拟合模型,拟合系数至少达到 0.80 以上. 模型预测值与实验值的对应关系如图 6 所示. 由图 6 可知,本实验模型的拟合系数接近 1.00. 这表明接近 100% 的变量可以通过该模型来解释.

2.7 HHP 处理对烟用香精料液品质的影响

HHP 处理对烟草料液中有效成分的影响与各有效成分的性质和结构有关,由于 HHP 一般不会破坏分子共价键^[18],因此认为 HHP 处理对于烟草料液中小分子风味物质不会产生直接影响. 根据实际生产的需要,将参数设定为处理压力 450 MPa,处理时间 13.1 min,处理温度 38 ℃,开展 HHP 处理前后烟用香精料液品质的差异性对比研究.

采用色差仪对料液的色泽变化进行量化,

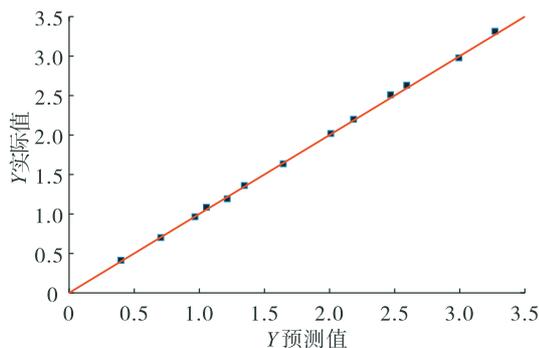


图 6 模型预测值与实验值的对应关系

Fig. 6 The correspondence between model prediction and experimental values

结果如表 5 所示. 由表 5 可以看出, 在经 HHP 施加的压力和温度协同处理后, 根据检测结果得出不同卷烟规格料液样品的 ΔE 值均小于 2, 说明烟用香精料液的色泽总体变化较小. 从两种料液样品的变化情况来看, 经 HHP 处理后卷烟 B 料液 ΔE 值较大, 表明 HHP 处理对其色泽变化具有一定影响, 但对卷烟 A 料液样品的色泽变化的影响较小. 一般而言, 在 HHP 处理过程中, 随着压力的施加, 料液的 a^* (红绿偏向) 和 L^* (亮度) 的值随之升高, 即样品的绿色逐渐褪去, 亮度增加, 说明样品经 HHP 处理后褐变减轻^[19]. HHP 处理后样品的 L^* 值、 a^* 值和 b^* 值均略有增加, 这可能与 HHP 处理对液体浓度或物料渗出物质的增加有关.

考察 HHP 处理对烟用香精料液流变性的影响, 结果显示, 100 g 卷烟 A 料液处理前后其黏度分别为 $2.086 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 和 $1.957 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$, 100 g 卷烟 B 料液处理前后其黏度分别为 $2.276 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$ 和 $2.254 \times 10^{-3} \text{ Pa} \cdot \text{s}$. 由此可知, 经 HHP 处理后两种料液样品的黏度均有一定程度的降低. 一般而言, 压力处理会增加果汁类制品的黏性同时降低体系的弹性, 相反, 升高处理温度可以降低加工体系的黏度. 但烟用香精料液的黏度在经 HHP 处理后略有弱化, 并且不会造成料液局部黏度增大或者结块现象的发生^[20], 可能基于烟用香精

表 5 HHP 处理对烟用香精料液样品色泽的影响

Table 5 Effect of HHP treatment on the color of tobacco liquid

指标	卷烟 A 料液		卷烟 B 料液	
	处理前	处理后	处理前	处理后
L^*	49.71	50.12	35.25	36.27
a^*	2.31	2.33	2.59	2.65
b^*	6.30	6.33	7.07	7.11
ΔL^*	—	0.41	—	1.02
Δa^*	—	0.02	—	0.06
Δb^*	—	0.03	—	0.04
ΔE	—	0.41	—	1.02

料液中较少的果胶类物质, 同时基于温度的协同作用表明经 HHP 处理后, 液体分子间距离增大, 分子间作用力减弱, 流动时内摩擦减少, 导致黏度下降.

HHP 处理前烟用香精料液后产气量的变化如图 7 所示. 由图 7 可以看出, 经 HHP 处理后两组料液在 120 d 内的总产气量明显降低; 其中在 90 d 贮藏时间点, 经 HHP 处理后卷烟 A 和卷烟 B 料液的产气量只为经 HHP 处理前的 13.0% 和 17.0%. 在贮藏 120 d 的时间点, 经 HHP 处理后的卷烟 A 和卷烟 B 料液的产气量分别为未处理样品的 15.6% 和 19.1%. 其中, 未经 HHP 处理的卷烟 A 料液在 2 d 内的总产气量就达到 196 mL. 虽然未经 HHP 处理的卷烟 B 料液样品的产气量相对较少, 但在半个月的时间内也达到 200 mL 左右, 极易发生胀袋 (或胀罐、胀桶) 的情况. 在存贮 120 d 内, 经 HHP 处理后的卷烟 A 和卷烟 B 两种料液样品的总产气量均小于 100 mL, 在现有包装和运输条件下, 不易发生胀袋 (或胀罐、胀桶) 问题. 因此, 从产气量的角看, 在 120 d 存贮周期内, 经 HHP 处理的卷烟 A 料液和卷烟 B 料液样品均能保持原有的品质.

以卷烟 A 烟用香精料液为例, 将原料液和经 HHP 处理后的烟用香精料液, 以加料方式施

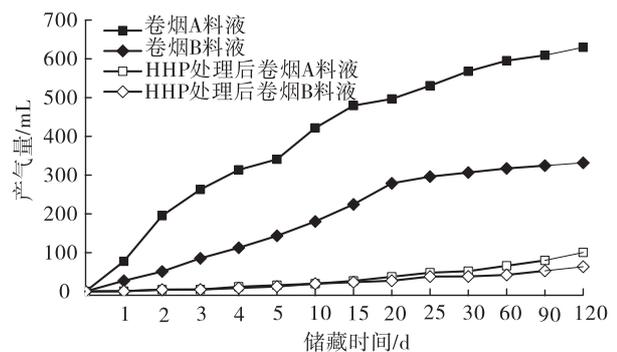


图 7 HHP 处理对烟用料液产气量的影响

Fig. 7 Effects of HHP treatment on the gas production of tobacco liquid

加于前述卷烟规格叶组中,参照行业标准 YC/T 497—2014 进行感官对比评价,所有指标均按感官感受强度高低记分,其结果如图 8 所示.由图 8 可知,经 HHP 处理后的烟用香精料液与原料液在香气特征和口味风格方面基本保持一致,香气风格中的烘焙香和甜香略有增加,品质特征中的口腔舒适性、干燥感、香气丰富性明显改善.

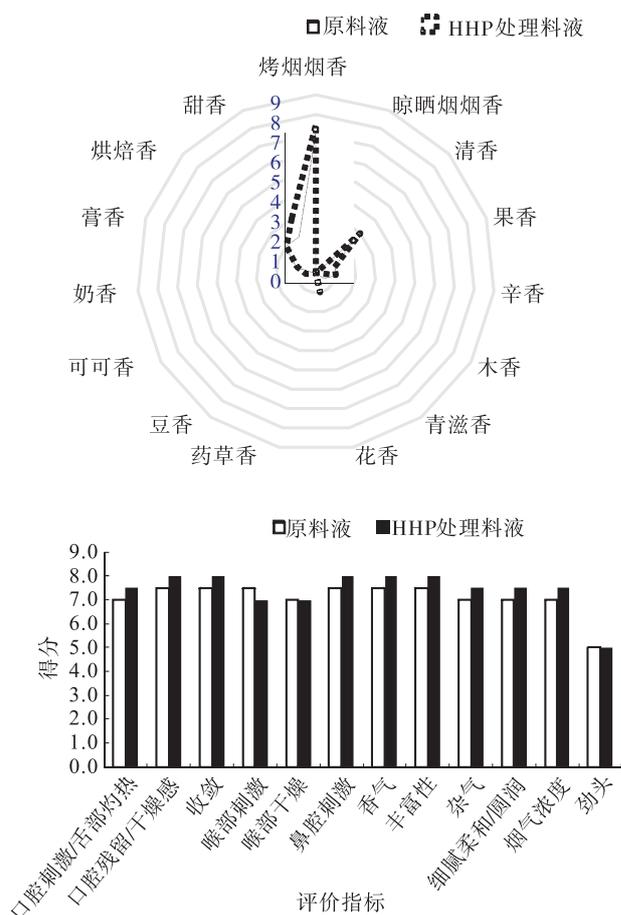


图 8 HHP 处理前后烟用香精料液
卷烟感官评价结果

Fig. 8 Sensory evaluation results of cigarette with cigarette liquid before and after HHP treatment

3 结论

将 HHP 应用于烟用香精料液的防腐杀菌,考察了处理工艺参数对烟用香精料液中菌落总数、霉菌/酵母菌数的影响规律,结合实际生产

工艺,采用响应面试验对烟用香精料液杀菌处理工艺进行优化,得到最佳工艺条件为处理温度 38 ℃,保压时间 13.1 min,处理压力 447 MPa.在该工艺条件下,HHP 处理前后烟用香精料液的色泽、流变性基本无明显变化,烟用香精料液的产气量在 HHP 杀菌处理后明显降低,说明 HHP 对烟用香精料液的处理可以较好地控制产气微生物的生长.将料液添加到卷烟叶组中与未经处理原料液进行感官对比评吸,二者不存在感官上的明显差异.因此,在不改变烟用香精料液感官品质的前提下,HHP 将有望作为一种低温、安全的杀菌技术应用于烟用香精料液的杀菌防腐.

参考文献:

- [1] 夏远景,薄纯智,张胜勇,等.超高压食品处理技术[J].食品与药品,2006,8(2):62.
- [2] GOLDEN R,GANDY J,VOLLMER G. A review of the endocrine activity of parabens and implications for potential risks to human health[J]. CRC Critical Reviews in Toxicology, 2005, 35(5):435.
- [3] DARBRE P D,HARVEY P W. Paraben esters: review of recent studies of endocrine toxicity, absorption, esterase and human exposure, and discussion of potential human health risks[J]. Journal of Applied Toxicology, 2008, 28(5): 561.
- [4] 夏远景,薄纯智,张胜勇,等.超高压食品处理技术[J].食品与药品,2006,8(2):62.
- [5] 吴怀祥.高压食品加工[J].食品科学,1996, 17(1):3.
- [6] 张丽娜,许利平,许式强,等.生产退回烟用香精香料保质期研究[J].安徽农学通报,2013(16):143.
- [7] LECHOUICH R V. Food safty implication of hydrostatic pressure as a food processing method

- [J]. Food Technology, 1993(7):164.
- [8] 高杨,周国兴,王洋,等. 超高压处理对法兰克福香肠中主要微生物的影响及其变化规律[J]. 肉类研究, 2011(6):1.
- [9] ARROYO G, SANZ P D, PRESTAMO G. Effect of high pressure on the reduction of microbial populations in vegetables[J]. Journal of Applied Microbiology, 1997, 82(6):735.
- [10] LOPEZ-CABALLERO M E, PEREZ-MATEOS M, MONTERO P, et al. Oyster preservation by high-pressure treatment [J]. Journal of Food Protection, 2000, 63(2):196.
- [11] 赵伟,杨瑞金,张文斌,等. 超高压处理对牡蛎超微结构、组分及蛋白质变性的影响[J]. 食品与发酵工业, 2011, 37(5):7.
- [12] BAYINDIRLI A, ALPAS H, BOZOGLU F, et al. Efficiency of high pressure treatment on inactivation of pathogenic microorganisms and enzymes in apple, orange, apricot and sour cherry juices[J]. Food Control, 2006, 17(1):52.
- [13] BERMUDEZ-AGUIRRE D, BARBOSACANO-VAS G V. An update on high hydrostatic pressure, from the laboratory to industrial applications [J]. Food Engineering Reviews, 2011, 3(1):44.
- [14] ARROYO G, SANZ P D, PRESTAMO G. Effect of high pressure on the reduction of microbial populations in vegetables[J]. Journal of Applied Microbiology, 1997, 82(6):735.
- [15] 中国国家标准化管理委员会. 食品安全国家标准 食品微生物学检验: GB 4789—2016 [S]. 北京:中国标准出版社, 2016.
- [16] 中国国家标准化管理委员会. 食品安全国家标准 食品用香精: GB 30616—2014 [S]. 北京:中国标准出版社, 2014.
- [17] 王璉,李汴生,张微. 超高压对果蔬制品品质影响研究进展[J]. 食品研究与开发, 2012, 33(3):214.
- [18] 张晓,王永涛,李仁杰,等. 我国食品超高压技术的研究进展[J]. 中国食品学报, 2015, 15(5):157.
- [19] 郑倩,赵靓,董鹏,等. 超高压对菠菜浆贮藏期间颜色变化的影响[J]. 中国食物与营养, 2011, 17(8):20.
- [20] 曹霞敏,毕秀芳,李仁杰,等. 超高压和热杀菌对草莓浊汁及清汁品质的影响[J]. 高压物理学报, 2014, 28(5):631.