

# 不同工艺真空冷冻干燥桂花品质比较分析

陈柏楠<sup>1</sup>, 杨豪<sup>1</sup>, 包韞辉<sup>1</sup>, 赵斗<sup>1</sup>, 陈洪国<sup>2</sup>, 曾祥玲<sup>1,2</sup>, 杨洁<sup>1,2</sup>

(1. 湖北科技学院核技术与化学生物学院, 湖北咸宁 437100)

(2. 湖北省香花植物工程技术中心, 湖北咸宁 437100)

**摘要:** 为获得较高品质的干燥桂花, 本实验采用电阻法测定桂花的共晶点和共熔点, 分析了物料厚度、预冻温度和时间、隔板升温程序等因素对桂花冻干效率的影响, 并比较不同工艺真空冷冻干燥和烘干桂花的复水比、活性成分和微观结构等指标进行品质分析。结果表明: 桂花的共晶点为-19℃, 共熔点为-17℃; 预冻温度-25℃, 2.5 h 可达到真空冷冻干燥的预冻要求; 物料厚度和升温程序是影响干燥效率的重要因素; 真空冷冻干燥桂花的组织形态较好, 复水比为 4.16~4.56 g/g, 总黄酮含量为 35.90~38.42 mg/g-DW, 香气活性物质含量均显著高于烘干桂花; 不同真空冷冻干燥工艺对桂花中活性成分含量的影响差异不大; 快速升温的真空冷冻干燥桂花的复水比为 4.16 g/g, 显著高于烘干桂花 2.98 g/g, 但是显著低于慢速升温; 微观结构分析发现, 越慢的升温程序, 花瓣表面越平整。采用-10℃ 1 h, 5℃ 1 h, 20℃ 1 h, 35℃若干小时的升温程序, 基本可以获得较高品质的干燥桂花。本研究为桂花的储藏保鲜及高品质干桂花的生产利用奠定了基础。

**关键词:** 桂花; 真空冷冻干燥; 品质; 香气活性物质

文章编号: 1673-9078(2021)02-205-212

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2021.2.0743

## Comparative Analysis of Different Vacuum Freeze Drying Processes on Quality of *Osmanthus fragrans*

CHEN Bai-nan<sup>1</sup>, YANG Hao<sup>1</sup>, BAO Yun-hui<sup>1</sup>, ZHAO Dou<sup>1</sup>, CHEN Hong-guo<sup>2</sup>, ZENG Xiang-ling<sup>1,2</sup>, YANG Jie<sup>1,2</sup>

(1. School of Nuclear Technology and Chemistry & Biology, Hubei University of Science and Technology, Xianning 437100, China)(2. Hubei Engineering Research Center for Fragrant Plants, Hubei University of Science and Technology, Xianning 437100, China)

**Abstract:** To obtain high quality dried *Osmanthus fragrans* flowers, the eutectic point and co-melting point of flowers were measured by electrical resistance method. The effects of material thickness, pre freezing temperature and time, partition heating program on the freeze-drying efficiency of *O. fragrans* flowers were analyzed. And the rehydration ratio, active components and microstructure of *O. fragrans* flowers dried by vacuum freeze of different processes and hot air were compared. The results showed that the eutectic point was -19℃ and the co-melting point was -17℃. When the pre-freezing temperature was maintained at -25℃ for 2.5 h, the pre-freezing requirement reached. The material thickness and partition heating program in the drying stage were important factors affecting the drying efficiency. Compared with hot-air drying treatment, vacuum freeze-drying maintained good tissue shape with the rehydration ratio 4.16 ~ 4.56 g/g. The total flavonoid content in vacuum freeze-drying ranging from 35.90 to 38.42 mg/g-DW and the contents of aroma active compounds were all significantly higher than hot-air dried *O. fragrans* flowers. The effects of different vacuum freeze-drying processes on the content of total flavonoid and aroma active compounds in *O. fragrans* flowers were not significant. The rehydration ratio of fast heating vacuum freeze-drying *O. fragrans*

引文格式:

陈柏楠, 杨豪, 包韞辉, 等. 不同工艺真空冷冻干燥桂花品质比较分析[J]. 现代食品科技, 2020, 37(2): 205-212

CHEN Bai-nan, YANG Hao, BAO Yun-hui, et al. Comparative analysis of different vacuum freeze drying processes on quality of *Osmanthus fragrans* [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 37(2): 205-212

收稿日期: 2020-08-09

基金项目: 国家自然科学基金项目 (31700617; 31600569); 湖北省自然科学基金项目 (2017CFB235); 湖北省大学生创新训练项目 (201810927048); 湖北科技学院校级重点教学研究项目 (2018-XA-009)

作者简介: 陈柏楠 (1998-), 男, 本科, 研究方向: 桂花产品加工; 共同第一作者: 杨豪 (1997-), 男, 本科, 研究方向: 桂花产品加工

通讯作者: 曾祥玲 (1987-), 女, 博士, 讲师, 研究方向: 植物资源开发与利用; 杨洁 (1986-), 女, 博士, 讲师, 研究方向: 植物资源开发与利用

flowers was 4.16 g/g, significantly higher than that of hot-air dried flowers 2.98 g/g, but lower than the slower heating vacuum freeze-dried flowers. Microstructure analysis showed that the slower the heating process, the smoother the petal surface. High quality of the dried *O. fragrans* flowers could be obtained using partition heating program at -10 °C for 1 h, 5 °C for 1 h, 20 °C for 1 h, and 35 °C for several hours. This study laid a foundation for the storage and preservation of fresh flowers, and the production and utilization of high-quality dried *O. fragrans*.

**Key words:** *Osmanthus fragrans*; vacuum freeze-drying; quality; aroma active compound

桂花 (*Osmanthus fragrans* Lour.) 属木犀科木犀属常绿木本植物, 为中国十大传统名花之一, 因其浓郁的香气被列为中国重要的天然保健植物和特产经济香花植物, 广泛用于园林、食用、药用及精油提取等领域。桂花在中国的栽培历史悠久, 分布广泛, 形成著名的湖北咸宁、四川成都、广西桂林、江苏苏州和浙江杭州五大桂花产区<sup>[1,2]</sup>。桂花花瓣中富含黄酮、氨基酸、矿物质等营养物质, 常用于制作桂花茶、桂花酒和桂花食品等<sup>[3,4]</sup>; 且其香味独特, 从中提取的精油用于香水、护肤品、日用品等产品的开发, 深受人们的喜爱<sup>[5-8]</sup>。但是, 桂花开花时间短且花期集中, 鲜花过夜放置容易褐变, 因此储藏保鲜技术成为限制桂花产业发展的关键因素。目前常用的桂花保藏方法有糖腌或盐腌法以及烘干法<sup>[9]</sup>, 腌渍法在后期深加工过程中的脱糖或脱盐处理会造成营养及香气成分的损失严重; 烘干法获得的干桂花往往颜色变褐、香味不足、外形欠佳, 品质较差。

真空冷冻干燥技术是将含水物料冻结到共晶点温度以下, 然后在真空条件下, 使冰直接升华成水蒸气的形式除去物料中水分的一种干燥方法<sup>[10,11]</sup>。此法干燥的物料具有复水快、可保持原有色泽和活性成分等优点, 已在中草药、食品、水果等干燥中得到广泛应用<sup>[12-15]</sup>。该技术在花卉中应用不多<sup>[16]</sup>, 不同物种花的外型及结构存在较大差异, 需要根据物种特点探索合适的技术工艺。目前关于桂花低温冷冻干燥的相关研究和产品还未见报道。本实验以桂花为原料, 探索了影响桂花低温冷冻干燥效率的因素; 应用不同工艺参数的真空冷冻干燥技术对桂花进行处理, 以热风干燥处理的桂花为对照, 评价该方法对干燥桂花品质的影响, 旨在为该技术在桂花加工上的应用和产业化发展提供借鉴。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与试剂

桂花盛花期鲜花采自湖北咸宁, “波叶银桂”品种。

正己烷 (色谱纯) 美国 Mreda 公司; 乙醚 (色谱纯) 美国 Mreda 公司; 环己酮美国 Sigma 公司; 其余试剂均为国产分析纯。

### 1.2 仪器与设备

DP-1007DG 真空冷冻干燥机, 无锡德谱仪器制造有限公司; 101-2AB 电热鼓风干燥箱, 天津市泰斯特仪器有限公司; MB27 水分测定仪, 常州奥豪斯仪器有限公司; NDK200-2N 氮吹仪, 杭州米欧仪器有限公司; 紫外-可见分光光度计, 上海元析仪器有限公司; 扫描电子显微镜, 中国 Tescan 公司; 气质联用仪, 美国 Thermo 公司。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 共晶点和共熔点的测定

参考崔清亮等<sup>[17]</sup>的电阻法测定, 取盛花期桂花花朵 100 g 研磨成浆置于玻璃皿中, 将玻璃皿放入真空冷冻干燥机中, 将温度测定仪探头和万用表探头分别插在玻璃皿中部, 在真空冷冻干燥机中设置降温 and 升温程序, 测定温度范围为 0~24 °C。

#### 1.3.2 干燥方法

真空冷冻干燥: 将新鲜桂花放入真空冷冻干燥机中, 设置冻干工艺参数 (如表 1), 真空度约为 30 Pa, 冷阱温度 -80 °C。

热风干燥: 将新鲜的桂花均匀铺于托盘内, 厚度约 20 mm, 温度设定为 45 °C, 烘干时间约为 15 h。

#### 1.3.3 失水率的测定

称取一定量的桂花进行干燥, 干燥结束后立即进行称重, 每个样品重复 3 次。失水率由式 (1) 计算。

$$\text{失水率}/\% = \frac{M_0 - M_x}{M_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中:  $M_0$  为鲜样质量/g;  $M_x$  为干燥后样品质量/g。

#### 1.3.4 含水率的测定

采用水分测定仪测定, 设定测定温度为 105 °C。

#### 1.3.5 复水比的测定

参考陈冉静等<sup>[18]</sup>的方法, 精确称取样品 1 g, 置于烧杯中, 加入 80 °C 水 100 mL 并略搅拌, 复水 30 min 后捞出沥干, 用吸水纸吸去表面水分后, 准确称量, 每个样品重复 3 次。复水比由式 (2) 计算。

$$\text{复水比}/(g/g) = M_2/M_1 \quad (2)$$

式中:  $M_1$  为原干样质量/g;  $M_2$  为复水后质量/g。

表1 桂花真空冷冻干燥工艺参数

Table 1 Vacuum freeze drying process parameters of *O. fragrans*

程序编号	预冻 1	预冻 2	升温程序
P1	30 min, -30 °C	3 h 30 min, -30 °C	2 h, -30 °C; 2 h, 0 °C; 4 h, 35 °C
P2	同上	2 h 30 min, -30 °C	同上
P3	同上	1 h 30 min, -30 °C	同上
P4	30 min, -25 °C	2 h 30 min, -25 °C	2 h, -25 °C; 2 h, 0 °C; 4 h, 35 °C
P5	30 min, -20 °C	2 h 30 min, -20 °C	2 h, -20 °C; 2 h, 0 °C; 4 h, 35 °C
P6	30 min, -30 °C	3 h 30 min, -30 °C	6 h, -30 °C; 2 h, 35 °C
P7	同上	同上	4 h, -30 °C; 4 h, 35 °C
P8	同上	同上	2 h, -30 °C; 6 h, 35 °C
P9	30 min, -25 °C	2 h 30 min, -25 °C	15 h, 35 °C
P10	同上	同上	1 h, -20 °C; 1 h, -15 °C; 1 h, -10 °C; 1 h, -5 °C; 1 h, 0 °C; 1 h, 5 °C; 1 h, 10 °C; 1 h, 15 °C; 1 h, 20 °C; 1 h, 25 °C; 1 h, 30 °C; 4 h, 35 °C
P11	同上	同上	1 h, -15 °C; 1 h, -5 °C; 1 h, 5 °C; 1 h, 15 °C; 1 h, 25 °C; 10 h, 35 °C
P12	同上	同上	1 h, -10 °C; 1 h, 5 °C; 1 h, 20 °C; 12 h, 35 °C
P13	同上	同上	1 h, -10 °C; 1 h, 5 °C; 1 h, 20 °C; 12 h, 25 °C
P14	同上	同上	1 h, -10 °C; 1 h, 5 °C; 1 h, 20 °C; 12 h, 45 °C

### 1.3.6 黄酮含量的测定

黄酮的提取方法参考蔡健和王薇<sup>[19]</sup>, 准确称取样品 0.1 g, 加入 80%乙醇 5 mL, 于 70 °C 浸提 3 h, 离心后取上清液 1 mL, 用 80%乙醇稀释 50 倍。采用亚硝酸钠-硝酸铝比色法<sup>[20]</sup>, 取 5 mL 提取液进行黄酮含量测定, 每个样品重复 3 次。

### 1.3.7 香味评审

取 1 g 样品置于一次性纸杯中, 加入 80 °C 水 100 mL, 5 min 后, 聘请 30 名人员对试验样品的香气进行评价。评价体系设置 3 个等级: 香 (+), 较香 (++) , 很香 (+++)。以烘干样品为对照, 设置为香 (+) 的等级, 对其他试验样品进行评价。

### 1.3.8 香气成分的测定

香气物质的提取与测定参考 Zeng 等<sup>[21]</sup>的方法, 取 0.5 g 干样粉末, 加入 10 mL 戊烷/乙醚 (1:1 V/V) 提取液, 置于摇床 150 r/min 25 °C 浸提 30 min, 5000 r/min 离心 10 min, 收集提取液, 向余下的沉淀中再次加入 10 mL 新的提取液, 重复操作。将两次提取液混合, 用氮吹浓缩仪浓缩至 1 mL, 向浓缩的提取液中加入 40 ng/μL 终浓度的环己酮作为内标, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 进样 1 μL 进行 GC-MS 检测。

GC-MS 分析采用 30 m×0.25 mm×0.25 μm HP-5MS 毛细管柱 (J&W Scientific, Folsom, CA, USA) 进行色谱分离, 以高纯度氮气 (99.999%) 为载气, 流速为 1.2 mL/min。色谱分析的条件为: 起始柱温

40 °C, 维持 3 min; 以 3 °C/min 的速度升至 73 °C, 保持 3 min; 然后以 5 °C/min 升至 220 °C, 维持 2 min。结合 HP5975B 四极质谱 (Agilent Technologies) 进行质谱分析。质谱条件为: 传输线温度为 250 °C, 离子源温度为 220 °C, EI 电离模式, 电子能量为 70 eV, 扫描的质谱范围 45~450 u。目标物质利用 ChromTOF 软件进行初步预测, 再结合目标分析物质的保留指数 (RI) 进一步确认。目标物质的含量由式 (3) 计算。

$$\text{目标物质含量}/(\mu\text{g/g}) = \left[ \frac{P_x}{P_0} \times C_0 \times V \right] \times f \quad (3)$$

式中:  $P_x$  为目标物质的峰面积;  $P_0$  为内标物质的峰面积;  $C_0$  为内标物质的终浓度 ( $\mu\text{g/mL}$ );  $V$  为浓缩后的样品体积 (mL);  $M$  为供试样品质量 (g);  $f$  为各组分对内标物的校正因子,  $f=1$ 。

### 1.3.9 微观结构观察

取一小块花瓣, 用石墨双面胶粘在样品台上, 对样品喷金后进行扫描电子显微镜观察, 对花瓣中间部位进行拍照。

## 1.4 数据处理

采用 Excel 2007 软件对实验数据进行处理, 采用 SPSS 19.0 软件对实验数据进行显著性分析, 采用 LSD 最小显著差异法分析显著性水平, 不同小写字母表示不同样品之间差异显著 ( $p < 0.05$ )。

## 2 结果与讨论

### 2.1 桂花共晶点和共熔点的测定

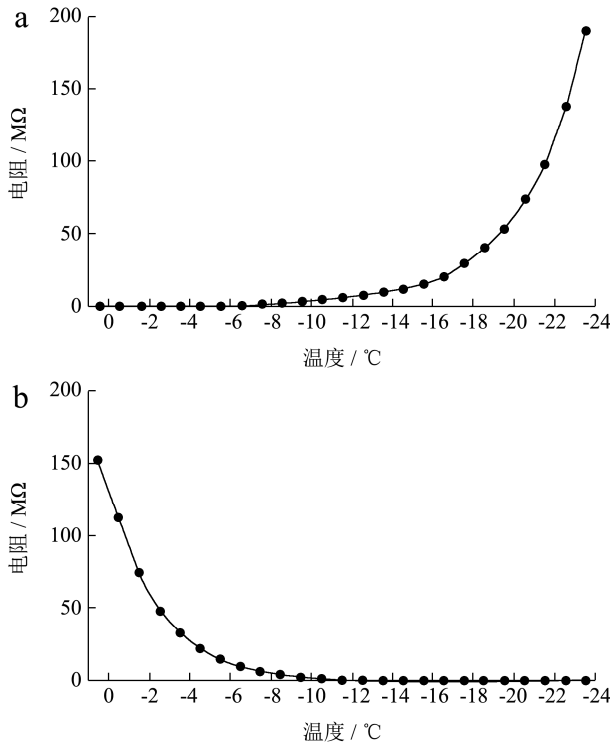


图1 降温(a)和升温(b)过程中桂花电阻的变化曲线

Fig.1 Resistance curve of *O. fragrans* with decreasing (a) and increasing (b) temperatures

共晶点和共熔点是物料冻干的重要参数,共晶点是物料预冻温度设定的判断依据<sup>[22]</sup>。一般,预冻温度应低于共晶点 5~10 °C,才能保证物料完全冻结。由图 1a 可知,桂花在冻结降温初期,即温度处于 0~-16 °C 时,此时为冰晶开始形成时期,物料中含有大量的水分,能够自由移动的离子较多,物料的电阻值缓慢增大,在 0.5~10 MΩ 之间;当温度处于-16~-19 °C 时,处于冰晶大量形成期,物料的电阻值逐渐增大,在 10~30 MΩ 之间;当温度处于-19~-24 °C 时,物料的电阻显著增大。在-19 °C 时,物料的电阻值陡然增加,说明此点温度即为桂花的共晶点。由图 1b 可知,在物料升温过程中,电阻值突变的温度范围为-17~-15 °C,在-17 °C 时,电阻值陡然增加,此温度即为桂花的共熔点。赵丛枝等<sup>[23]</sup>测定无花果的共晶点-28 °C,共熔点为-24 °C;陈仪男<sup>[24]</sup>测定香蕉的共晶点和共熔点分别为-33.5 °C 和-22.0 °C,可见,不同物种之间共晶点和共熔点确实存在较大差异。本实验测定‘波叶银桂’盛花期鲜花的共晶点为-19 °C,因此预冻温度设为-24~-29 °C 可能较为合适。

### 2.2 预冻时间和温度对桂花干燥效率的影响

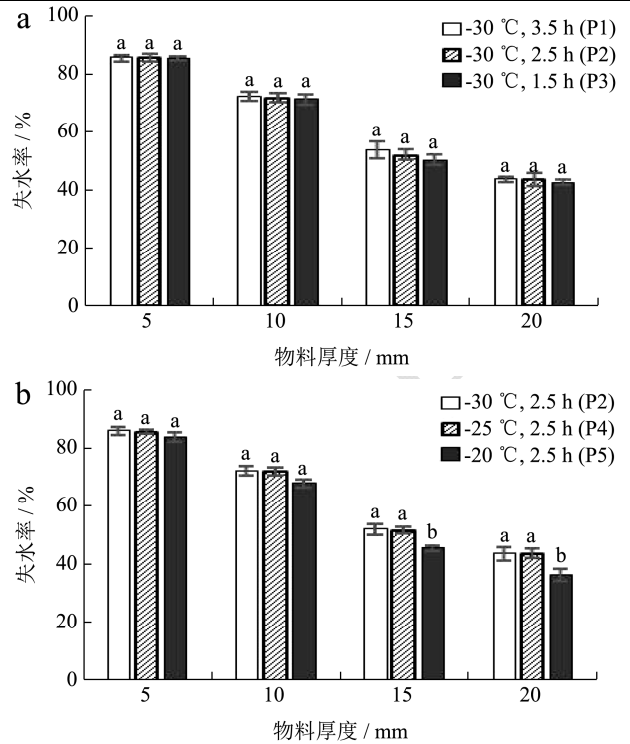


图2 预冻时间(a)和温度(b)对桂花干燥效率比较

Fig.2 Comparison of pre-freezing time (a) and temperature (b) on the drying efficiency of *O. fragrans*

真空冷冻干燥分为 3 个阶段:预冻、升华干燥和解析干燥,详细工艺参数见表 1。将预冻分为两个阶段:预冻 1 和预冻 2,预冻 1 仅是为了仪器快速降温,预冻 2 才是为了保证物料达到预期的冷冻效果,因此主要分析预冻 2 的时间和温度对桂花干燥效率的影响(如图 2)。由图 2a 可知,桂花在-30 °C 分别预冻 3.5 h、2.5 h、1.5 h,最后失水率差异不大,物料厚度 5 mm 时的失水率为 85%、10 mm 时为 70%、15 mm 时为 50%、20 mm 时为 40%。图 2b 反映了桂花分别在-30 °C、-25 °C、-20 °C 预冻 2.5 h,最后的失水情况结果显示,-30 °C 与-25 °C 的失水率无明显差异;当物料厚度为 15 mm 和 20 mm 时,-20 °C 的失水率分别为 46% 和 36% 反而显著低于-25 °C 和-30 °C 的 52% 和 44%,这可能是由于桂花中的水分未完全结晶导致的。可见,-25 °C 是能满足桂花预冻要求的最高温度,从效果和能耗两方面综合考虑,作为预冻温度比较理想,2.5 h 基本能保证达到较好的预冻效果。

### 2.3 物料厚度和升温程序对桂花干燥效率的影响

在干燥阶段设置不同的隔板升温程序,干燥相同时间后,桂花失水率差异明显(图 3)。结果表明,P6

的失水率最低(5 mm 41%; 10 mm 33%; 15 mm 21%; 20 mm 15%)、P7 次之(5 mm 75%; 10 mm 60%; 15 mm 41%; 20 mm 29%)、P1 较高(5 mm 86%; 10 mm 73%; 15 mm 54%; 20 mm 44%)、P8 最高(5 mm 86%; 10 mm 79%; 15 mm 60%; 20 mm 50%), 温度是影响干燥效率的关键因素, 较高温度有利于干燥效率的提高。此外, 物料厚度也是影响干燥效率的关键因素, 由图 3 可知, 在相同的升温程序下, 物料厚度 5 mm 的失水率均>10mm>15 mm>20 mm。张采琼等<sup>[25]</sup>进行山楂冷冻干燥工艺研究表明, 对冷冻干燥工艺影响大小因素依次为物料厚度>升温速率>预冻时间>解析温度。以上结果说明, 隔板温度和物料厚度是影响真空冷冻干燥效率的首要因素, 在实践生产中要结合实际情况重点优化。

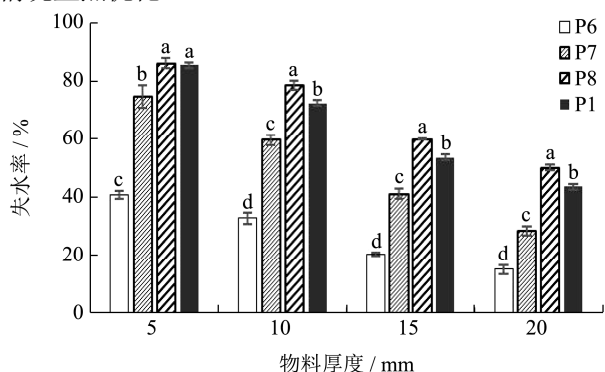


图 3 物料厚度和升温程序对桂花干燥效率比较

Fig.3 Comparison of material thickness and heating program on the drying efficiency of *O. fragrans*

### 2.4 桂花真空冷冻干燥曲线绘制

图 4 反映了在桂花真空冷冻干燥过程中隔板温度和物料温度变化情况。图 4a 展示了程序 P9 的温度变化趋势, 0~180 min 为预冻阶段, 0~90 min 为隔板温度与物料温度同时下降阶段, 90~180 min 为预冻温度保持恒定的彻底冻结阶段, 预冻阶段物料温度与隔板温度保持一致的下降速率。在 180 min 时开启真空进入干燥阶段, 此阶段开始时, 物料温度有一定程度的下降, 物料本身的含水量越高、物料厚度越厚及程序升温越慢, 物料温度下降的越明显。桂花干花的物料温度与隔板温度基本保持一致的上升速率; 物料厚度 5 mm 鲜花的物料温度上升速率明显慢于干花, 180~330 min 由-27 °C 呈直线上升至 30 °C, 360 min 之后保持 35 °C 恒定; 物料厚度 10 mm 鲜花的物料温度上升速率最慢, 180~240 min 由-32 °C 急速上升至-18 °C, 240~360 min 缓慢上升至-10 °C, 360~570 min 又急速上升至 30 °C, 600 min 之后保持 35 °C 恒定。

图 4b 展示了程序 P10 的温度变化趋势, 在干燥

阶段, 干花温度仍与隔板温度保持一致的梯度升温趋势; 物料厚度 5 mm 鲜花的物料温度在 180~420 min 由-31 °C 缓慢上升至-15 °C; 420~570 min 急速上升至 10 °C, 570 min 之后与干花温度和隔板温度保持一致; 物料厚度 10 mm 鲜花的物料温度在 180~600 min 由-34 °C 缓慢上升至-17 °C, 在 600~870 min 急速上升至 32 °C, 900 min 之后保持 35 °C 恒定。

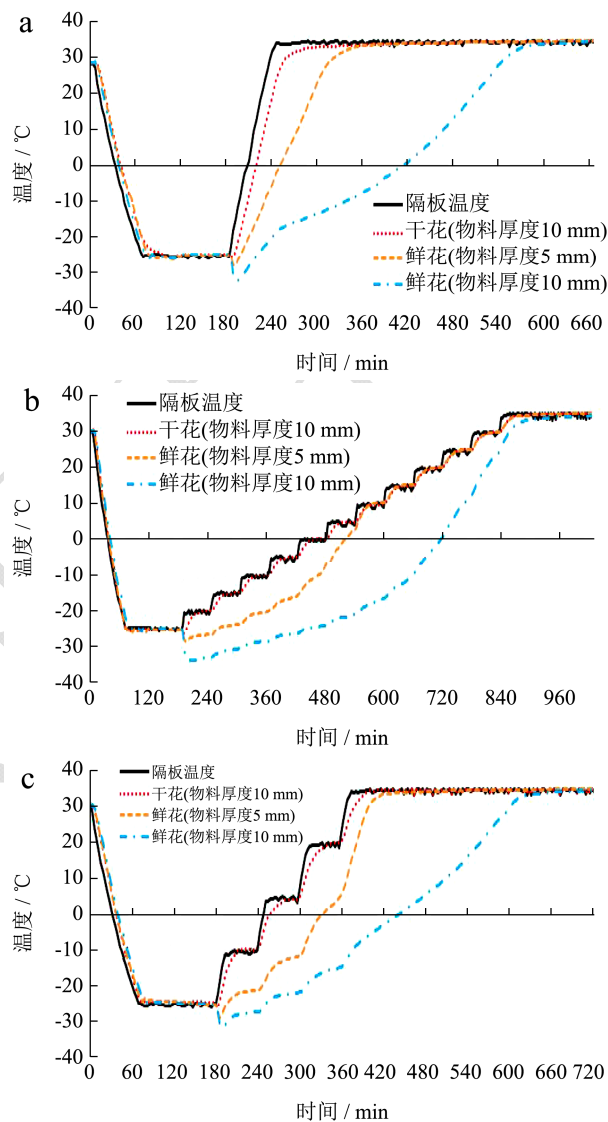


图 4 桂花真空冷冻干燥曲线

Fig.4 Vacuum freeze-drying curve of *O. fragrans*

注: a: P9, b: P10, c: P12。

图 4c 展示了程序 P12 的温度变化趋势, 在干燥阶段, 干花温度仍与隔板温度保持一致的梯度升温趋势; 物料厚度 5 mm 鲜花的物料温度在 180~360 min 由-27 °C 缓慢上升至 5 °C; 360~420 min 急速上升至 32 °C, 450 min 之后与干花温度和隔板温度保持一致; 物料厚度 10 mm 鲜花的物料温度在 180~360 min 由-31 °C 缓慢上升至-15 °C, 在 360~630 min 匀速上升至 32 °C, 660 min 之后保持 35 °C 恒定。以上结果说明,

升温程序、物料含水量和物料厚度均会影响冻干曲线及冻干时间。

## 2.5 不同工艺干燥桂花品质分析

表2 不同工艺干燥桂花品质比较

Table 2 Comparison of the quality in *O. fragrans* dried by different methods

干燥方法	含水率/%	复水比/(g/g)	总黄酮/(mg/g·DW)	香味等级	
冻干	P9	2.01±0.18 <sup>d</sup>	4.16±0.08 <sup>b</sup>	35.90±2.16 <sup>a</sup>	+++
	P10	3.54±0.17 <sup>a</sup>	4.56±0.07 <sup>a</sup>	38.42±0.50 <sup>a</sup>	+++
	P11	2.31±0.13 <sup>c</sup>	4.36±0.11 <sup>a</sup>	36.70±0.92 <sup>a</sup>	+++
	P12	1.90±0.10 <sup>d</sup>	4.52±0.08 <sup>a</sup>	36.25±0.73 <sup>a</sup>	+++
	P13	3.05±0.13 <sup>b</sup>	4.44±0.13 <sup>a</sup>	37.56±1.25 <sup>a</sup>	+++
	P14	1.30±0.16 <sup>e</sup>	4.43±0.19 <sup>a</sup>	36.51±1.77 <sup>a</sup>	+++
烘干	1.21±0.22 <sup>e</sup>	2.98±0.12 <sup>c</sup>	26.93±0.71 <sup>b</sup>	+	

注：同列数据右肩小写字母不同表示差异显著， $p < 0.05$ 。

由表2可知，采用不同工艺将20 mm物料厚度的桂花干燥15 h，最后均可使桂花含水率低于5%。不同工艺干燥桂花含水率还是有一定差异的，由45℃烘干和P14冻干的含水率最低，分别为1.30%和1.21%；P10冻干的含水率最高，为3.54%。复水比可反映物料在干燥过程中的受损程度<sup>[26]</sup>，由表2可知，烘干桂花的复水比最差，为2.98 g/g；P9冻干桂花的复水比显著高于烘干桂花，略低于其他5种程序冻干的桂花。黄酮是桂花花瓣中的重要活性物质，具有抗氧化、清除自由基、增强机体免疫力的保健功能<sup>[27-29]</sup>，由表2可知，采用不同程序冻干的桂花总黄酮含量差异不显著，在35~38 mg/g·DW之间，显著高于烘干桂花26.93 mg/g·DW。另外，冻干桂花的香味也明显浓于烘干桂花；但不同程序冻干的桂花之间，香味差异不是很明显。可见，真空冷冻干燥工艺的干燥桂花品质均显著优于烘干，但采用不同升温程序真空冷冻干燥的桂花品质还是有差异的，采用慢速升温对花瓣的损伤程度较小，更利于花瓣固有外形的保持，对黄酮含量和香味的影响却不大。

## 2.6 不同工艺干燥桂花香气活性物质分析

前人研究从桂花中共鉴定出17种参与香味形成的活性物质<sup>[7,30]</sup>，本实验利用GC-MS检测干燥桂花中香气活性物质含量(图5)。结果发现，在冻干和烘干的桂花样品中均只检测到4种香气活性物质成分，分别为顺式-芳樟醇氧化物(呋喃型)、反式-芳樟醇氧化物(呋喃型)、顺式-芳樟醇氧化物(吡喃型)和反式-β-紫罗兰酮。这四种物质在不同工艺冻干的桂花之间差异不显著，顺式-芳樟醇氧化物(呋喃型)含量为6.70~6.87 μg/g·DW、反式-芳樟醇氧化物(呋喃型)含量为8.13~8.84 μg/g·DW、顺式-芳樟醇氧化物(吡喃型)含量为4.41~5.07 μg/g·DW、反式-β-紫罗兰酮含量

为18.87~21.74 μg/g·DW；但这四种物质在冻干桂花中的含量显著大于烘干桂花的2.27 μg/g·DW、0.98 μg/g·DW、3.42 μg/g·DW和7.47 μg/g·DW。由此说明，真空冷冻干燥更利于桂花香味的保留，不同真空冷冻干燥升温程序对香气活性物质含量的影响不大。

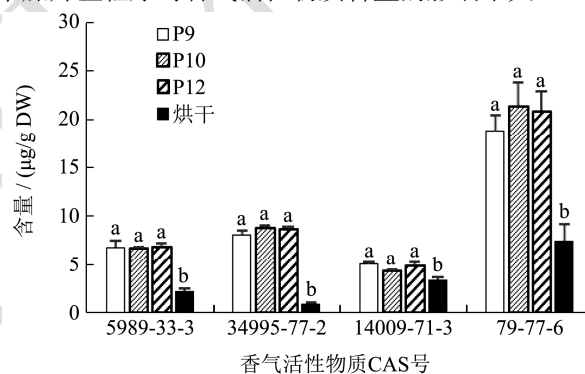


图5 不同方法干燥桂花香气活性物质含量比较

Fig.5 Comparison of the content of aroma active compounds in *O. fragrans* dried by different methods

注：5989-33-3：顺式-芳樟醇氧化物(呋喃型)，34995-77-2：反式-芳樟醇氧化物(呋喃型)，14009-71-3：顺式-芳樟醇氧化物(吡喃型)，79-77-6：反式-β-紫罗兰酮；同CAS号中，不同柱上字母不同表示差异显著， $p < 0.05$ ，下同。

## 2.7 不同工艺干燥桂花微观结构分析

利用扫描电镜观察不同方法干燥桂花的花瓣表面细胞结构，结果显示(图6)，程序P9冻干桂花的花瓣细胞发生萎缩，花瓣表面有明显的凹凸不平；程序P10冻干桂花的花瓣细胞大部分饱满，花瓣表面较平整；程序P12冻干桂花的花瓣细胞较饱满，花瓣正面平整，背面有较浅的凹凸；烘干桂花的花瓣细胞发生严重萎缩，花瓣表面崎岖不平。该结果进一步验证，真空冷冻干燥能较好保持桂花花瓣原有形态，缓慢的升温程序更有利于固有形态的保持，并提高复水性能。

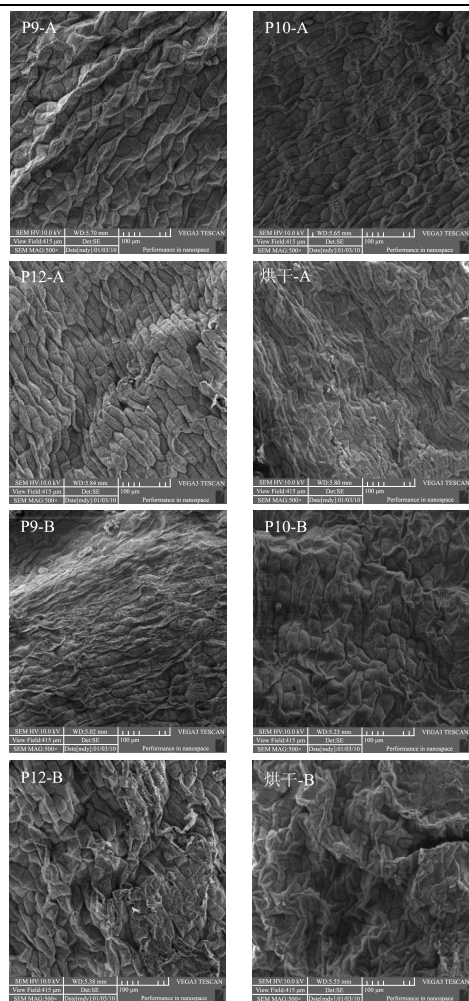


图6 不同方法干燥桂花的扫描电镜图

Fig.6 SEM of *O. fragrans* dried by different methods

注: A: 花瓣正面, B: 花瓣背面。

### 3 结论

3.1 本实验通过电阻法测得桂花的共晶点为 $-19\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 共熔点为 $-17\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。预冻温度设置 $-25\text{ }^{\circ}\text{C}$  2.5 h 能保证桂花中水分完全结晶, 满足真空冷冻干燥的预冻要求。干燥阶段, 物料厚度和隔板温度是影响真空冷冻干燥效率的重要因素。桂花真空冷冻干燥曲线随物料含水量、物料厚度及升温程序变化, 大致为前期物料温度缓慢上升, 中期物料温度急速上升, 后期物料温度随隔板温度保持恒定三个阶段, 实际生产应根据生产目的和成本适当调整。

3.2 研究发现, 真空冷冻干燥和烘干桂花中的组织结构、复水性、活性成分和花香成分含量存在很大差异。真空冷冻干燥桂花的花瓣细胞萎缩程度低, 花瓣表面平整, 能够较好维持原有花瓣形色, 复水比为 $4.16\sim 4.56\text{ g/g}$ ; 而且缓慢的升温程序更利于花瓣固有形态的保持, 也因此复水比更高, 为 $4.56\text{ g/g}$ 。真空冷冻干燥桂花中的总黄酮含量在 $35.90\sim 38.42\text{ mg/g}\cdot\text{DW}$

之间, 不同升温程序冻干桂花间差异不显著, 但均显著高于烘干桂花 $26.93\text{ mg/g}\cdot\text{DW}$ 。从真空冷冻干燥和烘干的桂花中均只检测到四种香气活性物质, 分别为顺式-芳樟醇氧化物(呋喃型)、反式-芳樟醇氧化物(呋喃型)、顺式-芳樟醇氧化物(吡喃型)和反式- $\beta$ -紫罗兰酮; 这四种物质含量在不同升温程序冻干桂花中的差异不显著, 但在真空冷冻干燥桂花中的含量均显著高于烘干桂花。

3.3 本研究为高品质桂花干燥产品及工业化生产提供理论基础。真空冷冻干燥后的桂花较好的保持了原有的形、色、香, 即可直接用作桂花茶、又可复水后进一步加工, 因此冻干桂花具有广阔的市场前景。

### 参考文献

- [1] 向其柏,刘玉莲.中国桂花品种图志[M].杭州:浙江科学技术出版社,2008:1-20  
XIANG Qi-bai, LIU Yu-lian. Atlas of *Osmanthus fragrans* cultivars in China [M]. Hangzhou: Zhejiang Science and Technology Press, 2008: 1-20
- [2] 杨康民.中国桂花[M].北京:中国林业出版社,2011:1-10  
YANG Kang-min. *Osmanthus fragrans* [M]. Beijing: China Forestry Press, 2011:1-10
- [3] 杨秀莲,赵飞,王良桂.25个桂花品种花瓣营养成分分析[J].福建林学院学报,2014,34(1):5-10  
YANG Xiu-lian, ZHAO Fei, WANG Liang-gui. Analysis of nutrients in the petals of 25 cultivars of *Osmanthus fragrans* [J]. Journal of Fujian College of Forestry, 2014, 34(1): 5-10
- [4] 孙月雅,白笑笑,林燕萍,等.丹桂等五种主要桂花营养成分分析[J].现代食品,2018,24:83-86  
SUN Yue-ya, BAI Xiao-xiao, LIN Yan-ping, et al. Analysis nutritional components of five main *Osmanthus fragrans* [J]. Modern Food, 2018, 24: 83-86
- [5] WANG L M, LI M T, JIN W W, et al. Variations in the components of *Osmanthus fragrans* Lour. essential oil at different stages of flowering [J]. Food Chemistry, 2009, 114(1): 233-236
- [6] Xin H P, Wu B H, Zhang H H, et al. Characterization of volatile compounds in flowers from four groups of sweet osmanthus (*Osmanthus fragrans*) cultivars [J]. Canadian Journal of Plant Science, 2013, 93(5): 923-931
- [7] CAI X, MAI R Z, ZOU J J, et al. Analysis of aroma-active compounds in three sweet osmanthus (*Osmanthus fragrans*) cultivars by gas-chromatography-olfactometry and GC-mass spectrometry [J]. Journal Zhejiang University B, 2014, 15(7): 638-648

- [8] 邹晶晶,曾祥玲,杨洁,等.不同施肥种类对桂花精油成分的影响[J].江苏农业科学,2017,45(16):161-167  
ZOU Jing-jing, ZENG Xiang-ling, YANG Jie, et al. Effects of different fertilization types on essential oil components of *Osmanthus fragrans* [J]. Jiangsu Agricultural Science, 2017, 45(16): 161-167
- [9] 丁艳霞,李书敏,金卓越,等.不同保存方法对桂花品质的影响[J].河南大学学报(医学版),2018,37(2):107-112  
DING Yan-xia, LI Shu-min, JIN Zhuo-yue, et al. Effects of different preservation methods on quality of *Osmanthus fragrans* flower [J]. Journal of Henan University (Medical Edition), 2018, 37(2): 107-112
- [10] Boss E A, Filho R M, Toledo Ecv. Freeze drying process: real time model and optimization [J]. Chemical Engineering and Processing, 2004, 43(12): 1475-1485
- [11] Roos Y H, Furlong C, Potes N. Freezing and Freeze-drying [M]. New York: Engineering Foods for Bioactives Stability and Delivery, 2017
- [12] 谭丽媛,翟康欣,卫春红,等.地黄真空冷冻干燥工艺的优化[J].中成药,2019,42(12):2845-2847  
TAN Li-yuan, ZHAI Kang-xin, WEI Chun-hong, et al. Optimization of vacuum freeze-drying process for *Rehmanniae radix* [J]. Chinese Traditional Patent Medicine, 2019, 42(12): 2845-2847
- [13] Meng Q, Fan H, Li Y, et al. Effect of drying methods on physico-chemical properties and antioxidant activity of *Dendrobium officinale* [J]. Food Measure, 2018, 12: 1-10
- [14] Masson M L. Studies on freeze-drying of foods [J]. Springer Briefs in Applied Sciences & Technology, 2014: 19-28
- [15] 杨妮,熊康宁,彭惠蓉.喀斯特环境火龙果真空冷冻干燥工艺研究[J].食品研究与开发,2020,41(10):86-90  
YANG Ni, XIONG Kang-ning, PENG Hui-rong. Study on vacuum freeze-drying process of dragon fruit in Karst rocky desertification environment [J]. Food Research and Development, 2020, 41(10): 86-90
- [16] 余欣珂,明建,支玲,等.真空冷冻干燥对菊花多酚含量及其抗氧化活性的影响[J].食品与机械,2020,36(6):138-144  
YU Xin-ke, MING Jian, ZHI Ling, et al. Effects of vacuum-freeze drying on the antioxidant activity and phenolic contents of different *Chrysanthemum* flowers [J]. Food & Machinery, 2020, 36(6): 138-144
- [17] 崔清亮,郭玉明,程正伟.冷冻干燥物料共晶点和共熔点的电阻法测量[J].农业机械学报,2008,39(5):65-69  
CUI Qing-liang, GUO Yu-ming, CHENG Zheng-wei. Measurement of the eutectic point and melting point of the freeze-dried materials based on electric resistance method [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Machinery, 2008, 39(5): 65-69
- [18] 陈冉静,梁立,刘嵬,等.“双耳羹”速溶食品干燥工艺研究[J].食品科技,2014,39(12):133-136  
CHEN Ran-jing, LIANG Li, LIU Wei, et al. Process of drying “binaural soup” instant food [J]. Food Science and Technology, 2014, 39(12): 133-136
- [19] 蔡健,王薇.桂花中总黄酮含量的测定[J].食品科技,2007,32(4):178-180  
CAI Jian, WANG Wei. Determination of the total flavonoids in sweet-scented osmanthus [J]. Food Science and Technology, 2007, 32(4): 178-180
- [20] 曾祥玲,王丹,邹晶晶,等.不同工艺条件白花败酱茶的品质比较分析[J].现代食品科技,2019,35(1):157-164  
ZENG Xiang-ling, WANG Dan, ZOU Jing-jing, et al. The comparison and analysis of the *Patrinia villosa* tea quality by different processing technologies [J]. Modern Food Science and Technology, 2019, 35(1): 157-164
- [21] Zeng X, Liu C, Zheng R, et al. Emission and accumulation of monoterpene and the key terpene synthase (TPS) associated with monoterpene biosynthesis in *Osmanthus fragrans* Lour [J]. Frontiers in Plant Science, 2015, 6: 1232
- [22] 许晴晴,陈杭君,郗海燕,等.真空冷冻和热风干燥对蓝莓品质的影响[J].食品科学,2014,35(5):64-68  
XU Qing-qing, CHEN Hang-jun, GAO Hai-yan, et al. Effects of vacuum freezing-dry and hot-air drying on quality the blueberry fruits [J]. Food Science, 2014, 35(5): 64-68
- [23] 赵丛枝,强立敏,张子德.真空冷冻干燥工艺中无花果共晶点与共熔点的测定[J].食品工业,2013,10:21-22  
ZHAO Cong-zhi, QIANG Li-min, ZHANG Zi-de. The determination of eutectic point and co-melting point of *Ficus carica* L. in vacuum freeze drying technology [J]. The Food Industry, 2013, 10: 21-22
- [24] 陈仪男.冻干香蕉共晶点和共熔点的研究[J].华南热带农业大学学报,2007,13(1):9-12  
CHEN Yi-nan. Study on eutectic point and consolute point of frozen-dried bananas [J]. Journal of South China University of Tropical Agriculture, 2007, 13(1): 9-12
- [25] 张采琼,刘靖,邓周,等.山楂冷冻干燥工艺及质量标准研究[J].成都大学学报(自然科学版),2020,39(2):154-158  
ZHANG Cai-qiong, LIU Jing, DENG Zhou, et al. Study on technology and quality standard of freeze-dried hawthorn [J]. Journal of Chengdu University (Natural Science Edition), 2020, 39(2): 154-158