

电子鼻检测花椒叶中挥发性物质的探讨

朱文军

(临汾市食品药品检验所, 山西 临汾 041000)

摘要: 本次实验以新鲜花椒叶为原料, 采用电子鼻技术对经过不同干燥条件的花椒叶进行挥发性成分比较, 采用优化进样体积, 对实验所得数据进行分析。分析表明: 不同干燥条件处理的花椒叶挥发性成分含量差异显著。红外干燥、热风干燥对花椒叶香气成分损耗较大, 真空冷冻干燥和微波干燥对花椒叶保存较好。热风干燥不同温度对花椒叶挥发成分影响甚微。传感器贡献率分析得知传感器对氮氧化合物和醇醛类化合物两类成分敏感度高。

关键词: 花椒叶电子鼻; 挥发性成分干燥

中图分类号: R339.5+3

文献标识码: B

DOI: 10.19613/j.cnki.1671-3141.2019.21.063

本文引用格式: 朱文军. 电子鼻检测花椒叶中挥发性物质的探讨 [J]. 世界最新医学信息文摘, 2019, 19(21): 97+143.

0 引言

人们从花椒叶中可以分离出 10 种黄酮类化学物质, 具有比较高的抗氧化能力^[1]。祝瑞雪等人发现花椒叶中含有丰富的生物活性物质, 它们的提取物对金黄色葡萄菌等许多菌有较好的抑制作用^[2]。花椒叶有挥发性气味, 其主要成分是挥发油, 挥发油主要用来评价样品香气值。本次实验是对样品中挥发性物质进行测定, 一定程度上反映不同干燥方法及不同温度对花椒叶挥发油的损耗程度, 选出最优方法使花椒叶能够得到有效的使用。

1 材料与方法

1.1 实验材料及预处理。实验中所用花椒叶于 2017 年 8 月份采摘于平陆县张村镇核桃凹村。经初步筛选, 选取完整无腐烂的花椒叶片, 用纱布擦拭表面尘土, 冷藏备用。将预处理后同批次花椒叶分别采用微波干燥、自然晒干、真空冷冻干燥、红外干燥、热风干燥进行干燥处理至恒重, 具体干燥条件为: ①微波干燥: 将 200 g 花椒叶分十次进行干燥。每次称重 20 g, 均匀平铺在微波炉中玻璃盘内。重复进行十次。干物质含量约为 31.5%。②自然晒干: 将 200 g 花椒叶均匀散在白纸上, 置于阳光下晒干, 一段时间之后, 经多次称量干物质不变即为恒重。干物质含量约为 30.5%。③真空冷冻干燥: 将 200 g 花椒叶分别薄层均匀分散在四个铁托盘内, 平整地置于真空干燥箱, 设置温度 30℃, 时长约为 24 h。干燥后干物质含量为 30.5%。④热风干燥: 热风干燥采用 50℃、60℃、70℃、80℃ 的温度梯度。温度越高干燥时长越短, 但注意防止花椒叶烤焦。多次称量后至恒重即停止干燥。⑤红外干燥 (60℃): 将相同重量 (250 g) 花椒叶均匀平铺于烤盘, 设置烤箱上、下火温度 60℃, 干燥花椒叶至恒重, 结束时干物质含量 31.5%。

1.2 PEN3 电子鼻系统。电子鼻系统 (德国 AirsensePEN3 电子鼻) 是一种高级传感器系统, 化学传感系统在测量位置样品时会自动进行归类; 模式应用识别系统可以分析、检测和鉴定年辨识度不高的气味和挥发性物质。

1.3 试验方法。进样体积优化: 选用任一干燥方法处理后的花椒叶 (真空冷冻干燥), 取待测样品 (三组平行组), 依次编号为 500、1000、1500、2000 μL 。各组在室温下放置相同时间, 待气体在烧杯内达平衡状态后, 以活性炭滤过的干燥气体为载气, 进样气流速度为 200 mL/min, 按各组编号进样体积设定进样, 数据收集时间为 60 s。最后确定最优进样体积为 1500 μL 。称取经不同方法干燥的花椒叶各 (3.0 $\pm$ 0.2) g, 放入 50 mL 洁净无水的烧杯中, 并封住杯口,

在室温下放置相同时间。当挥发性物质在杯内分散均匀后, 调试好电子鼻仪器, 将电子鼻探测针头插入杯内 1/3。每个样品采取在进样 60 s 时测定, 然后下一个样品的测定。本次实验中同种干燥处理方式重复五次。电子鼻测定参数: 样品的进样流量 200 mL/min, 清洗时长 100 s, 测量时长 60 s。

1.4 数据分析。本次实验采用 PEN3 配套处理软件 WinMuster。通过样品传感器信号分析、LDA、LA 分析处理数据。

2 讨论与分析

2.1 样品传感器信号分析。分析不同处理方式的叶片以及新鲜叶片经电子鼻检测后的数据。检测系统的十个金属检测物记录香气成分每一秒的变化, 每条曲线代表 60 s 中每秒金属检测器对气味的检测值。曲线变化的高低反映了被检测香气成分含量的变化以及各传感器对各自感应成分的灵敏程度。过低的峰值则说明对应成分含量相对较低, 检测系统对其的敏感程度较弱。分析数据可知经过微波干燥处理的叶片, 在检测刚开始的时候金属检测器对其气味较为敏感, 经过时间的推移敏感程度下降, 检测香气的成分含量依旧比较高; 经过热风 50℃ 干燥处理的叶片的检测曲线, 在开始时敏感度也较高, 后面逐渐趋向平缓; 经过微波干燥处理的叶片在检测的最初时间内起伏较大且数值较高; 未经处理的新鲜叶片曲线几乎快与 x 轴重合, 说明金属检测器对于这种处理方法的叶片气味几乎不敏感且香气含量很低; 经过真空干燥处理的叶片检测器对它的敏感程度是最高的; 在自然干燥处理下的叶片检测结果同热风 50℃ 干燥较相似。分析得知, 检测系统中 10 个传感器对不同干燥条件的花椒叶有较明显的响应程度。传感器对真空冷冻干燥后的叶片敏感程度最强, 响应程度最大。而对未作任何处理的新鲜叶片响应值不足 2.0。在实际测定中, 将金属检测器最大的数值定为特征值。

2.2 线性判别分析 (LDA)。是一种将研究对象根据所属进行归类的统计方法。六种干燥条件下的样品 LDA 分析的二维散点图, 二维图中不同椭圆间距离越远, 说明不同干燥方法间的区分度越好; 二维图的横、纵坐标分别表示一、二主成分的累计贡献率, 越大越能反应原始指标的信息。

根据我们测量的不同干燥条件处理后花椒叶在测试第 50 s 的分析结果, 第二主成分 (LD2) 为 19.5%, 第一主成分 (LD1) 为 69.3%, 累计贡献率达 88.8%, 高于 85%, 能够较好的反映原始指标的香气特征情况。测量得到的图表中不同干燥方法处理的数据采集点没有重叠区, 说明 LDA 线性分

(下转第 143 页)

表 4 两组不良反应比较 [n (%)]

组别	例数	呕吐	胃肠道反应	头晕	一过性肝功能损害	发生率
对照组	50	1	1	1	1	4 (8.00)
观察组	50	1	1	1	1	4 (8.00)
χ^2	-	-	-	-	-	0.000
P	-	-	-	-	-	1.000

3 讨论

支气管哮喘发病因素有内外因两种, 激素类药物治疗可对气道炎症进行控制, 缓解哮喘, 促进肺功能改善, 对气道炎症进行抑制, 但也带来一定的副作用^[4-5]。

小青龙汤源于《伤寒杂病论》^[6], 为解表剂, 可温肺化饮和解表散寒、辛温解表。方中麻黄发汗散寒、利水消肿、宣肺平喘; 而半夏降逆止呕、温中化痰; 细辛温肺化饮和解表散寒; 桂枝温通经脉和发汗解肌; 干姜可燥湿化痰和温中散寒; 甘草清热解毒、健脾补气; 白芍敛阴养血; 五味子敛肺止咳; 地龙清热平喘。诸药合用, 可共奏燥湿利水、温中散寒、宣肺收敛之功^[7-8]。

本研究中, 对照组采取沙美特罗氟替卡松粉吸剂治疗, 观察组则采取沙美特罗氟替卡松粉吸剂联合小青龙汤治疗。结果显示, 观察组疗效、随访哮喘发作次数、外周血嗜酸粒细胞计数、血清白三烯、肺功能 PEF 以及 FEV1 优于对照组,

$P < 0.05$ 。观察组不良反应和对照组接近, $P > 0.05$ 。

综上所述, 沙美特罗氟替卡松粉吸剂联合小青龙汤治疗支气管哮喘发作期的疗效好, 可更好改善外周血嗜酸粒细胞计数、血清白三烯、肺功能 PEF 以及 FEV1。

参考文献

- [1] 邱宁. 分析小青龙汤 (加减)、穴位敷贴联合治疗哮喘临床疗效 [J]. 世界最新医学信息文摘, 2018, 18(74): 11+17.
- [2] 常兴, 张恬, 孟庆岩, 等. 小青龙汤治疗支气管哮喘的研究进展 [J]. 湖北中医药大学学报, 2018, 20(04): 121-125.
- [3] 顾潇枫, 姜良铎, 张宇婷, 等. 难治性哮喘验案二则 [J]. 环球中医药, 2018(08): 1297-1299.
- [4] 吴疆, 李君, 刘雅婷, 等. 小青龙汤联合激素治疗轻中度急性哮喘 (外寒里饮证) 患儿的临床观察 [J]. 云南中医学院学报, 2018, 41(01): 74-76.
- [5] 吴启相. 小青龙汤联合沐舒坦治疗慢性阻塞性肺病临床研究 [J]. 陕西中医, 2018, 39(07): 876-878.
- [6] 刘温丽, 史艳平, 张金虎. 支气管哮喘的中医研究进展 [J]. 陕西中医, 2018, 39(06): 812-814.
- [7] 李建业, 周日文, 林成喜. 加味小青龙汤治疗支气管哮喘的临床观察 [J]. 云南中医中药杂志, 2018, 39(04): 38-39.
- [8] 林成喜, 周日文, 李建业. 小青龙汤对支气管哮喘发作期的疗效及血清白三烯 D4 的影响分析 [J]. 云南中医中药杂志, 2018, 39(04): 57-58.

(上接第 97 页)

析能够将这几种方法很好地区分开来。从数据区域位置来看, 真空干燥与新鲜叶片与其他四种方法距离较远, 能明显的区分开来。真空干燥对香气成分保存好。加热干燥这一类热干燥方法其温度都对花椒叶香气造成损失, 而新鲜叶片与真空冷冻干燥叶片都较好的保存了第二主成分。热风干燥 50℃ 与红外、微波、真空冷冻、自然晒干这四种方法相比, 它对花椒叶挥发成分的影响更大; 真空干燥的损耗最小。

本次实验中热风干燥采用了温度梯度 (50℃、60℃、70℃、80℃) 对花椒叶进行处理, 经 Winmuster 软件 LDA 分析后, 绘制图表, 二维图中各数据采集点区分效果不理想, 不同温度处理方法后分析结果椭圆区域部分发生重叠, 进而说明花椒叶经受不同温度热风处理后, 挥发性成分差异较小。

结合上文分析地知, 就不同干燥方法而言, 对花椒叶挥发性成分影响有差异; 就热风干燥而言, 梯度温度对其的影响甚微。

2.3 传感器贡献率分析 (LA)。LA 能够判断识别检测器的响应值在识别物质时的重要程度。点坐标代表某种传感器在测定香气成分的敏感程度和分析主成分的重要程度, 其系数值越接近 1 就说明该传感器的识别及分析能力越大; 反之, 则越小。经过不同干燥条件下传感器贡献率测量数据的分析可以得到, W1W 传感器坐标点大于 0.9 接近于 1, 故分析不

同干燥条件处理的花椒叶挥发成分时起作用的主要是 W1W 传感器。因此可得出初步结论, 花椒叶中主要香气挥发成分为氮氧化合物和醇醛类化合物。

3 结论

本次实验通过电子鼻对不同干燥条件花椒叶挥发性物质进行检测, 对实验所得数据采用样品传感器信号分析、LDA 分析以及传感器贡献率分析。结果显示: 花椒叶经不同干燥条件干燥后, 可以通过电子鼻进行明显区分, 说明不同干燥方式对花椒叶气味有差异性影响。LA 分析得到花椒叶挥发成分中氮氧化合物、醇类酮类化合物两类对传感器最敏感的物质。五种干燥条件处理的花椒叶所含挥发性物质差异显著。红外干燥、热风干燥对花椒叶香气物质损耗较大, 真空冷冻干燥和微波干燥对花椒叶保存较好。热风干燥不同温度对花椒叶挥发物质影响甚微。电子鼻技术已经作为无损检测的一种新手段, 为花椒综合利用, 花椒叶变废为宝提供了参考依据。

参考文献

- [1] 徐怀德, 范菁华. 大孔吸附树脂分离纯化花椒叶总黄酮及其产品抗氧化功能研究 [J]. 食品科学, 2010, 31(14): 111-115.
- [2] 祝瑞雪, 曾维才, 赵志峰, 等. 汉源花椒精油的化学成分分析及其抑菌作用 [J]. 食品科学, 2011, 32(17): 85-88.