

响应面优化红枣米乳饮料工艺的研究

张舒¹, 杜先锋^{1,2*}

(1. 安徽农业大学茶与食品科技学院, 合肥 230036; 2. 安徽农业大学生物技术中心, 合肥 230036)

摘要: 以碎米为原料, 经酶解、螯合、乳化稳定、高压均质等工艺生产红枣米乳饮料。选择蔗糖酯和单甘脂作为乳化剂, 添加量为蔗糖酯 0.06%, 单甘脂 0.08%。以离心沉淀率为响应值, 主要研究螯合剂三聚磷酸钠, CMC-Na 和海藻酸钠复配添加量及高压均质压力对米乳饮料稳定性的影响。根据 SAS 软件响应面分析, 确定较佳反应条件为: 三聚磷酸钠 0.13%, CMC-Na 0.1%, 海藻酸钠 0.12%, 均质压力 50 Mpa。口味配方为: 红枣浓浆 5%, 麦芽糊精 6%, 木糖醇 7.5%。此工艺下生产的红枣米乳饮料气味怡人, 口感细腻, 均匀稳定。

关键词: 碎米; 三聚磷酸钠; 米乳饮料; 稳定性

中图分类号: TS213.3

文献标识码: A

文章编号: 1672-352X (2014)06-0917-05

Optimizing the production conditions of red Jujube broken rice milk using the response surface methodology

ZHANG Shu¹, DU Xianfeng^{1,2}

(1. School of Tea and Food Science and Technology, Anhui Agricultural University, Hefei 230036;

2. Biotechnology Center, Anhui Agricultural University, Hefei 230036)

Abstract: Production conditions of red jujube rice milk using wet-milled broken rice through a process of alkaline protease digestion combined with phosphorylation, emulsion stabilizer and high pressure homogeneous (HPH) were optimized. Sucrose ester at 0.06% and monostearin at 0.08% were used as emulsions. Using the centrifugal sedimentation rate as a response value, effects of the sodium tripolyphosphate, CMC-Na, and sodium alginate content and the HPH pressure on the rice milk stability were determined. Based on SAS data analysis, we confirmed that the optimum conditions were sodium tripolyphosphate at 0.13%, CMC-Na at 0.1%, sodium alginate at 0.12%, and the homogenization pressure at 50 MPa. Under these production conditions, the red jujube rice milk beverage based on the recipe of 5% red jujube pureed, maltodextrin 6%, and 7.5% xylitols was smooth and uniform without sediment.

Key words: broken rice; sodium tripolyphosphate; rice milk; stability

碎米是稻谷在脱壳、碾米等加工过程中产生的重要副产品, 营养成分与整米相近, 主要含有 75% 左右的淀粉和 8% 左右的蛋白质^[1]。碎米蛋白可以被人体快速、充分地吸收^[2], 富含必需氨基酸, 低过敏性^[3], 具有很高的营养价值和保健功能^[4]。若能将碎米加工成其他高附加值的产品, 可以减少资源浪费, 大大提高其经济价值。目前在国内米乳饮料及其系列产品属于一种新产品, 仍然存在稳定性不强, 口味单一, 保质期较短等缺点^[5]。

大米蛋白经蛋白酶酶解, 氨基酸含量增加, 提高了蛋白溶解性^[6], 但是略有苦味, 用红枣浓浆调味后, 苦味基本掩盖, 且黏度下降更适于饮用。螯合剂可被胶态离子吸附于表面^[7], 防止脂肪球聚集成大颗粒, 并能有效地分散开来^[8]且钠离子能够减弱钙、镁等二价离子对蛋白质的凝聚沉淀作用^[9-10], 提高蛋白质分子之间的静电斥力^[11], 使之在体系中更容易分散, 提高乳饮料的稳定性^[12]。高压均质处理可以改善体系粒径分布^[13], 使蛋白质二级结构舒

收稿日期: 2014-03-13

基金项目: 国家自然科学基金项目 (31171655) 资助。

作者简介: 张舒, 硕士。E-mail: zshau@163.com

* 通信作者: 杜先锋, 博士, 教授, 博士生导师。E-mail: dxf@ahau.edu.cn

展^[14-15], 有利于产品的稳定。作者研制出以碎米为原料生产红枣米乳饮料的工艺, 运用碱性蛋白酶酶解, 三聚磷酸钠整合, 复合乳化稳定剂和高压均质技术, 大大提高了米乳饮料稳定性, 通过口感调配, 产品富含典型的红枣和大米香气, 质地均匀稳定。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

碎米、红枣浓浆从安徽省安庆市购买; 蔗糖酯、单甘脂、CMC-Na、海藻酸钠从安徽合肥市购买; 碱性蛋白酶购于广西庞博生物工程有限公司; 三聚磷酸钠购于国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

JM-L80 立式胶体磨, 上海旺泉泵业有限公司; GYB40-10S 高压均质机, 上海华东均质机厂; LDZX-30KBS 立式压力蒸汽灭菌器, 上海申安医疗器械厂。

1.3 方法

1.3.1 制备工艺 碎米→浸泡(常温 1 h)→胶体磨→调节 pH→碱性蛋白酶酶解→灭酶→三聚磷酸钠→乳化剂→稳定剂→调配→高压均质→高压灭菌(121℃, 15 min)→冷却成品

1.3.2 乳化性的测定^[16] 用不同乳化剂(蔗糖酯, 单甘脂)配制的米乳用 0.1% SDS 溶液稀释 100 倍, 用分光光度计在 500 nm 波长下测定样品吸光度 A_1 。用台式高速离心机 4000 r·min⁻¹ 离心 5 min, 在相同波长下测定离心后样品的吸光度 A_2 (稀释相同的倍

数)。R 值越大表示稳定性越高。

$$\text{稳定系数 } R = A_2/A_1$$

1.3.3 稳定性的测定^[17] 在 15 mL 离心管中加入米乳 10 mL, 然后在 4000 r·min⁻¹ 的离心机上离心 30 min, 准确称取沉淀物重量, 利用下式计算离心率:

$$\text{离心沉淀率} / \% = \frac{\text{沉淀物重量(g)}}{10\text{ml米乳饮料重量(g)}} \times 100$$

1.3.4 碱性蛋白酶酶解 将浸泡过的碎米过胶体磨后, 根据之前实验数据得到的碱性蛋白酶(酶活为 300000 U·g⁻¹) 较佳反应条件(加酶量为底物的 1.15%, 固液比为 1:11, pH 值为 8.6, 温度为 54℃, 反应时间为 4 h) 进行酶解, 80℃ 灭酶 1 min, 备用。

1.3.5 乳化性研究 米乳酶解后添加乳化剂, 研究不同蔗糖酯和单甘脂添加量(0.02%、0.04%、0.06%、0.08%和 0.1%) 对米乳乳化性的影响。

1.3.6 稳定性研究 米乳酶解后添加三聚磷酸钠和稳定剂, 单因素实验研究不同三聚磷酸钠、CMC-Na、海藻酸钠添加量(0.025%、0.05%、0.075%、0.1%、0.125%和 0.15%) 和高压均质压力(20、40、60、80 和 100 Mpa) 对米乳稳定性的影响。以离心沉淀率为响应值, 通过 SAS 软件分析, 确定较佳条件。

1.3.7 感官分析^[5] 由 20 名评审小组对红枣米乳进行感官评价, 评定内容为产品的香味、气味、口感和质地, 评分标准见表 1。20 人评定后取平均值作为试验最终记录值。

表 1 红枣米乳感官评定

Table 1 The sensory assessment of red Jujube rice milk beverage score

样品指标 Sample index	色泽 Color (20)	气味 Odour (20)	口感 Taste (30)	质地 Character (30)
一级 First grade	棕红色, 有光泽 (16~20)	有典型的米香味和红枣味, 无不良气味 (16~20)	风味柔和, 回味浓, 无异, 口感好 (24~30)	流动呈液状, 无沉淀与悬浮物, 质地均一 (24~30)
二级 Second grade	红褐色, 稍有光泽 (12~16)	有红枣味和米香味, 无不良气味 (12~16)	有回味, 无异味, 口感较好 (18~24)	流动呈液状, 稍有沉淀, 无悬浮物, 质地均一 (18~24)
三级 Third grade	褐色, 颜色暗淡, 无光泽 (<12)	红枣味过浓, 风味单一, 有不良气味 (<12)	有异味, 口感差 (<18)	流动性较差, 有沉淀与悬浮物, 质地较差 (<18)

注: 满分 100 分。Note: the full mark is 100 score.

2 结果与分析

2.1 乳化性分析

由图 1 可以看出添加乳化剂能有效提高米乳体系的乳化稳定性, 随着蔗糖酯和单甘脂含量的增加, 稳定系数随之提高。蔗糖酯添加量为 0.06%, 单甘

脂添加量为 0.08% 时, 米乳稳定系数达到最大值, 之后略有下降。因此, 选择蔗糖酯 0.06% 和单甘脂 0.08% 为乳化剂添加量。

2.2 单一稳定剂和整合剂对产品稳定性的影响

由图 2 看出, 三聚磷酸钠, CMC 和海藻酸钠的添加使得离心沉淀率降低, 产品稳定性增高。

CMC 添加量超过 0.075% 时, 离心沉淀率反而略有增加, 可能是此条件下饮料粘度太大, 离心沉淀率无法精确测出。三聚磷酸钠在蛋白侧链引入磷酸根^[18], 增加了蛋白质电荷性, 提高其在体系中的溶解性, 添加量为 0.125% 时, 沉淀率最低。海藻酸钠在较低浓度时, 沉淀率反而增高, 可能是因为加入的浓度太低不能完全覆盖蛋白质表面, 发生“架桥絮凝”现象, 促进了聚集的发生, 使沉淀率升高^[19-20]。此后离心沉淀率随着海藻酸钠添加量的增大而降低。当添加量为 0.1% 时, 离心沉淀率达到最低。

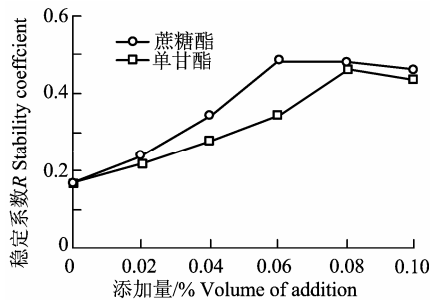


图 1 蔗糖酯和单甘脂的添加量对稳定系数的影响

Figure 1 The effects of different contents of sucrose ester and monostearin on stability coefficient

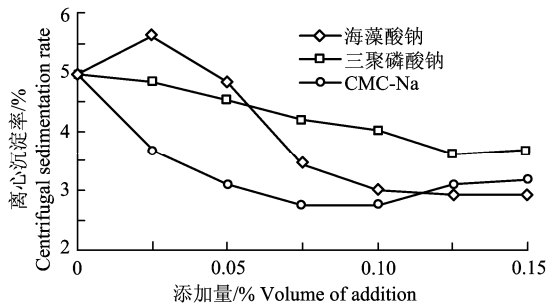


图 2 不同稳定剂的添加量对离心沉淀率的影响

Figure 2 The influence of different stabilizers on centrifugal sedimentation rate

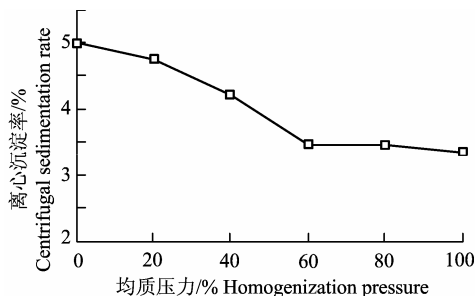


图 3 高压均质压力对离心沉淀率的影响

Figure 3 Effect of homogenization pressure on centrifugal sedimentation rate of the beverage

2.3 高压均质压力对米乳稳定性的影响

由图 3 看出, 随着均质压力的增大, 离心沉淀率随之减小, 在 60 Mpa 时, 沉淀率最小, 之后趋于平缓。均质时饮料经过高压从均质阀的狭缝压出, 脂肪球, 蛋白质等颗粒微细化, 有效地防止脂肪上浮、蛋白质沉淀, 提高了米乳的稳定性。

2.4 整合剂, 稳定剂和高压均质条件的优化

采用 Box-Behnken 设计, 在单因素实验的基础上, 选择海藻酸钠 (X_1)、三聚磷酸钠 (X_2)、CMC-Na (X_3)、高压均质压力 (X_4) 4 个因素, 以离心沉淀率 (Y) 为评价指标。建立模型, 优化米乳稳定性工艺。实验设计见表 2。

表 2 Box-Behnken 设计及实验值

Table 2	Box-Behnken design and the experimental values				
试验号 Test No.	X_1 /%	X_2 /%	X_3 /%	X_4 /MPa	Y /%
1	-1(0)	-1(40)	0(0.075)	0(50)	3.31
2	-1	1(0.15)	0	0	3.04
3	1(0.15)	-1	0	0	2.73
4	1	1	0	0	2.62
5	0(0.075)	0(0.075)	-1(0.5)	-1(0)	3.33
6	0	0	-1	1(100)	3.24
7	0	0	1(0.15)	-1	2.99
8	0	0	1	1	2.76
9	-1	0	0	-1	3.24
10	-1	0	0	1	3.04
11	1	0	0	-1	2.56
12	1	0	0	1	2.68
13	0	-1	-1	0	3.28
14	0	-1	1	0	2.91
15	0	1	-1	0	3.22
16	0	1	1	0	2.73
17	-1	0	-1	0	3.38
18	-1	0	1	0	3.2
19	1	0	-1	0	3.25
20	1	0	1	0	2.69
21	0	-1	0	-1	2.95
22	0	-1	0	1	2.75
23	0	1	0	-1	2.66
24	0	1	0	1	2.59
25	0	0	0	0	2.65
26	0	0	0	0	2.63
27	0	0	0	0	2.62

对各因素进行二次多元回归拟合, 获得二次多元回归方程如下。从回归分析得出方程的 X_1 、 X_2 、 X_3 和 X_4 影响是高度显著的, 且一次项二次项达到极显著水平 ($P < 0.001$), 这说明了本实验响应面分析所

选的主效应均达到显著水平。CMC-Na 和海藻酸钠, 均质压力和海藻酸钠的交互作用较显著, 绘制响应面图见图 4 (A, B)。从 P 值与 F 值可以得到对离心沉淀率影响程度从大到小为: 海藻酸钠>CMC-Na>三聚磷酸钠>均质压力。

$$Y=3.850833-7.744444X_1-2.988889X_2-10.52222X_3-0.005417X_4+33.11111X_1^2-16.88889X_1X_3+0.021333X_1X_4+12X_2^2+60.66667X_3^2+0.000027X_4^2$$

从该模型的方差分析(表 3)可见, 本实验所选用的二次多项模型达到级显著水平 ($P_{\text{model}} <$

0.0001)。失拟项在 $\alpha=0.05$ 水平上也不显著 ($P=0.8119>0.05$)。并且决定系数为 0.9930, 表明本模型拟合度很好。

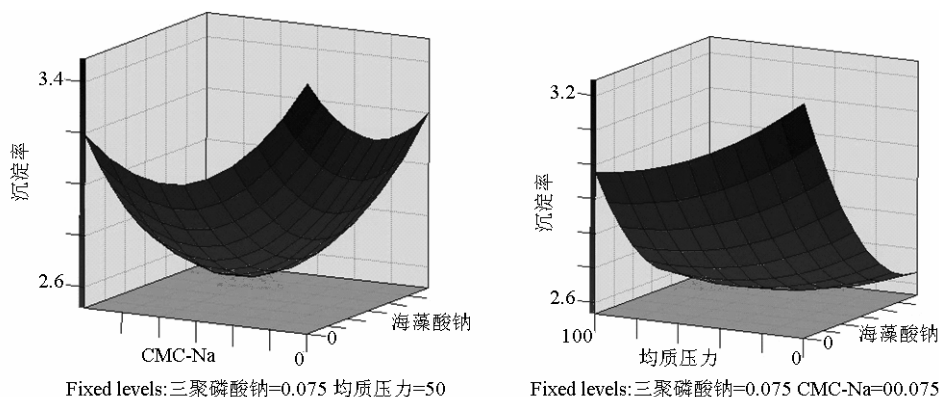
为便于实际操作, 将优化的条件调整为: 三聚磷酸钠 0.13%, CMC-Na 0.1%, 海藻酸钠 0.12%, 均质压力 50 Mpa。此条件下测得实际离心沉淀率为 2.488。其相对偏差约为 2.16%, 说明可以利用上述回归方程对米乳稳定性进行预测和控制, 具有实用价值。

表 3 回归方程的方差分析

Table 3 Analysis of variance for the response of protein extraction ratio

方差来源 Source of variation	自由度 DF	总偏差平方和 SS	平均偏差平方和 MS	F 值 F-value	$P_{r>F}$
X_1	1	3.537	3.537	8.088	0.0361
X_2	1	74.237	74.237	169.732	<.0001
X_3	1	40.906	40.906	93.525	0.0002
X_{12}	1	4.511	4.511	10.315	0.0237
X_1X_2	1	8.820	8.820	20.167	0.0065
X_1X_3	1	4.84	4.84	11.065	0.0209
X_{22}	1	26.676	26.676	60.991	0.0006
X_2X_3	1	0.000025	0.000025	0.000057	0.994
X_{32}	1	158.308	158.308	361.948	<.0001
模型 Model	9	309.112	34.345	78.526	<.0001
一次项 Linear	3	118.680	39.560	90.448	<.0001
二次项 Quadratic	3	176.770	58.923	134.719	<.0001
交叉乘积项 Cross Product	3	13.660	4.553	10.411	0.0137
误差项 Error	5	2.186	0.437		
失拟项 Lack of fit	3	0.717	0.239	0.325	0.811
纯误差 Pure Error	2	1.469	0.734		
所有项 Total	14	311.299			

$R^2=0.993$.



A.CMC 和海藻酸钠对沉淀率的影响; B.均质压力和海藻酸钠对沉淀率的影响

A. Effect of CMC and sodium alginate on centrifugal sedimentation rate; B. Effect of HPH pressure and sodium alginate on centrifugal sedimentation rate

图 4 不同变量对提取率的响应面

Figure 4 Response surface plots showing the effects of variables on centrifugal sedimentation rate

表 4 红枣米乳饮料的调配试验

Table 4 The preparation of red jujube rice milk beverage

试验号 Test number	因素 Factor			试验结果 Experimental result
	A	B	C	感官评分 Sense evaluation
1	1	1	1	73
2	1	2	2	75
3	1	3	3	79
4	2	1	2	77
5	2	2	3	72
6	2	3	1	66
7	3	1	3	89
8	3	2	1	82
9	3	3	2	85
K_1	227	239	221	
K_2	215	229	239	
K_3	259	230	240	
$\overline{K_1}$	75.7	79.7	73.7	优水平 $A_3B_1C_3$ $A>C>B$
$\overline{K_2}$	71.7	76.3	79.7	
$\overline{K_3}$	80.3	76.7	80.0	
R	8.6	3.4	6.3	

2.5 红枣米乳饮料的调配

以红枣浓浆、麦芽糊精、木糖醇添加量为试验因素进行正交试验, 20 名评审员对产品的色泽、气味、口感和质地进行评定打分, 结果见表 4。

由表 4 可知, 从正交试验极差分析可以看出红枣浓浆和木糖醇添加量为主要影响因素, 红枣米乳饮料的感官评分最高的为 7 号, 最优工艺条件为 $A_3B_1C_3$, 即红枣浓浆添加量为 5%, 木糖醇添加量为 7.5%, 麦芽糊精添加量为 6%。

3 结论

选择蔗糖酯和单甘脂为乳化剂, 添加量为蔗糖酯 0.06%, 单甘脂 0.08%。

选择三聚磷酸钠为螯合剂, CMC-Na 和海藻酸钠为稳定剂, 加上高压均质, 通过 SAS 软件分析, 并方便实际操作, 得到最佳稳定性条件为: 三聚磷酸钠 0.13%, CMC-Na 0.1%, 海藻酸钠 0.12%, 均质压力 50 Mpa。

经过感官分析确定米乳的口味调配为红枣浓浆 5%, 麦芽糊精 6%, 木糖醇 7.5%, 该产品口感细腻, 有典型的红枣和小米香气, 质地均匀稳定。

参考文献:

[1] 俞兰苓, 黄小平. 碾米工业副产品的综合利用[J]. 粮食与饲料工业, 2011(5): 54-58.

- [2] 王章存, 申瑞玲, 姚惠源. 大米分离蛋白的酶法提取及其性质[J]. 中国粮油学报, 2004, 12(9): 4-7.
- [3] Kitts D D, Weiler K. Bioactive proteins and peptides from food sources, applications of bioprocesses used in isolation and recovery[J]. Curr Pharm Design, 2003(9): 1309-1323.
- [4] Haque E, Chand R. Antihypertensive and antimicrobial bioactive peptides from milk proteins[J]. Eur Food Res Technology, 2008(227): 7-15.
- [5] 饶国华. 酸性红枣松仁复合蛋白饮料加工工艺研究[D]. 西安: 陕西师范大学, 2003.
- [6] Jung S, Lamsal B P, Stepien V, et al. Functionality of soy protein produced by enzyme-assisted extraction[J]. Journal of the American Oil Chemistry Society, 2006, 83(1): 71-78.
- [7] 吴红艳, 郭成宇. 酶法制备米乳及其稳定性研究[J]. 中国食品学报, 2011, 4(11): 111-114.
- [8] 王喜波, 迟玉杰. 大豆蛋白超声磷酸化加工工艺的 Box-Behnken 模型优化[J]. 农业机械学报, 2011, 42(11): 130-133.
- [9] Dickinson E. Structure formation in casein-based gels, foams, and emulsions[J]. Physicochemical and Engineering Aspects, 2006(288): 3-11.
- [10] 田少君, 李小阳. 大豆分离蛋白的磷酸化改性[J]. 中国粮油学报, 2003, 18(2): 46-49.
- [11] Krause J P. Comparison of the effect of acylation and phosphorylation on surface pressure, surface potential and foaming properties of protein isolates from rapeseed (*Brassica napus*) [J]. Industrial Crops and Products, 2002, 15(3): 221-228.
- [12] 李瑜, 尹春明, 周瑞宝. 三聚磷酸钠改性小麦面筋蛋白研究[J]. 粮食与油脂, 2002(2): 4-6.
- [13] Hakim B, Anne D, Cathrine L. Functional properties of whey proteins as affected by dynamic high-pressure treatment[J]. International Dairy Journal, 2006, 16(4): 275-284.
- [14] Fabian C, Ju Y H. A review on rice bran protein: Its properties and extraction methods[J]. Critical Reviews in Food Science and Nutrition, 2011, 51(9): 816-827.
- [15] 王章存, 刘东, 申瑞玲, 等. 大米蛋白水解机制研究-III 酶水解对大米蛋白-糖结合特性的影响[J]. 中国粮油学报, 2007, 22(6): 4-7.
- [16] 徐新德, 王恪玲, 张强, 等. 分光光度法测定纯牛乳乳稳定性研究[J]. 中国乳业, 2003(9): 35-36.
- [17] Cruz N, Capellas M, Hernandez M, et al. Ultra high pressure homogenization of soymilk: microbiological, physicochemical and microstructural characteristics[J]. Food Research International, 2007, 40(6): 725-732.
- [18] Maroziane A, Kruijff C G. Interaction of pectin and casein micelles[J]. Food Hydrocolloids, 2000, 14: 391-394.
- [19] 周鹏. 含牛乳米乳饮料的工艺及稳定性研究[D]. 无锡: 江南大学, 2008.
- [20] 杨红霞, 刘俊红. 乳饮料稳定性影响因素的研究[J]. 安徽农业科学, 2009, 37(21): 127-129.