

粉末型五味子果醋生产工艺研究

郑虎哲^{1,2}, 崔春兰¹, 刘梦¹, 武小梅³, CHUNG Shin-kyo²

(1. 江苏食品药品职业技术学院, 江苏 淮安 223003; 2. 大韩民国庆北大学, 韩国 庆尚北道 大邱 702701;
3. 江苏海洋大学, 江苏 连云港 222005)

摘要:以新鲜五味子为原料,对粉末醋制作工艺进行优化并对其产品质量进行分析。粉末醋制作工艺分为酒精发酵、醋酸发酵、果醋包埋、后熟以及喷雾干燥5个环节。通过单因素试验探讨酒精发酵工艺以及醋酸发酵工艺;通过响应面分析法优化果醋包埋条件和喷雾干燥条件。单因素试验结果表明,酒精发酵时果酱糖度调至13°Brix,醋酸发酵时醋酸菌接种量为10%时发酵效果较好;响应面分析结果表明,果醋包埋的最佳工艺条件为 β -环糊精、卡拉胶以及藻胶钠的添加量分别为5.01%、0.63%、1.04%;喷雾干燥最佳工艺条件为进风量、进风温度以及进料速率分别为20.70 m³/min, 139.2℃以及499.6 mL/h。

关键词:五味子;粉末醋;发酵;果醋包埋;喷雾干燥

Study on the Processing Technology of Dried *Schisandra chinensis* Vinegar Powder

ZHENG Hu-zhe^{1,2}, CUI Chun-lan¹, LIU Meng¹, WU Xiao-mei³, CHUNG Shin-kyo²

(1. Jiangsu Food & Pharmaceutical Science College, Huai'an 223003, Jiangsu, China; 2. Kyungpook National University, Daegu 702701, Gyeongsangbuk-do, Republic of Korea; 3. Jiangsu Ocean University, Lianyungang 222005, Jiangsu, China)

Abstract: The study was conducted to develop processing technology for vinegar powder from natural *Schisandra chinensis*. In order to product vinegar powder, five-stage techniques, alcohol fermentation, acetic acid fermentation, acid embedding, after-ripening and spray drying had been used. Alcohol fermentation process and acetic acid fermentation process were studied by single factor test; embedding process and spray drying process were optimized by response surface methodology. The results of single factor test showed that the sugar concentration was adjusted to 13°Brix during alcohol fermentation, acetic acid bacteria inoculation was adjusted to 10% during acetic acid fermentation. The results of response surface methodology showed that the optimal acid embedding conditions were β -cyclodextrin of 5.01%, carrageenan of 0.63% and sodium alginate of 1.04%, respectively; the optimal spray drying conditions were air intake rate of 20.70 m³/min, inlet temperature of 139.2℃ and feeding rate of 499.6 mL/h, respectively.

Key words: *Schisandra chinensis*; vinegar powder; fermentation; acid embedding; spray drying

引文格式:

郑虎哲, 崔春兰, 刘梦, 等. 粉末型五味子果醋生产工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(5): 114-121

ZHENG Huzhe, CUI Chunlan, LIU Meng, et al. Study on the Processing Technology of Dried *Schisandra chinensis* Vinegar Powder[J]. Food Research and Development, 2020, 41(5): 114-121

果醋是以水果为主要原料,经酒精发酵、醋酸发

基金项目: 江苏省2018年度高等学校大学生实践创新训练计划项目(201813104017X);江苏省333工程资助项目(苏人才办[2016]8号)
作者简介: 郑虎哲(1974—),男(朝鲜),副教授,博士,研究方向:功能性食品开发。

酵酿制而成的营养丰富、风味优良的酸性饮料^[1]。由于其具有调节体内酸碱平衡、降低胆固醇、提高免疫力、促进血液循环、降压、美容护肤、延缓衰老以及减肥等功效^[2-3],近年来已成为集营养、保健、食疗等功能为一体的新型饮品^[4]。然而,由于果醋酸度较高,对牙齿、喉

组织等产生一定的刺激和损伤,给消费者带来不便。另外,液体醋在存储和携带方面也不便利,给消费者也带来一定困扰^[9]。

粉末醋,又名固体醋,最初是由日本一家公司研发的新型调味品。目前,开发具有不同功效的粉末醋产品越来越得到研究者的关注^[9],但在生产工艺上仍存在一些问题。高温条件制备方法会导致营养成分和风味物质的损失;胶囊制备技术使用聚乙二醇,提升了成本;另有文献报道,在醋粉制备过程中加入影响产品安全性的 NaOH,以及食品添加剂,如苹果酸、柠檬酸等,背离了制备纯天然保健型粉末果醋的初衷^[9]。

随着人们对果醋类保健品的逐渐认识和了解,果醋类保健品在国内消费市场中比重逐渐提升,前景广阔。但目前市面上销售的果醋类保健品只有液体类,对消费者食用和携带等带来诸多不便。因此,开发一种既有果醋的保健功效,又具有携带方便等优点的粉末型果醋迫在眉睫,新剂型的研发对满足各类消费群体的需求具有十分重要的意义。

1 材料与方 法

1.1 试验材料与试剂

野生五味子:2017 年吉林省长白山地区采摘。 β -环糊精:山东西王糖业有限公司;卡拉胶:滕州市香凝生物工程有限公司;藻胶钠:国药集团化学试剂有限公司;酒精发酵酵母:湖北安琪酵母股份有限公司;醋酸菌酵母:上海市酿造科学研究所研制的沪酿 1.01 酵母;偏重亚硫酸钾:天津金汇太亚化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

糖度计(BX-1 型):京都电子中国公司;酸度计(PHSJ-5 型):上海仪电有限公司,酒精计(TA-100 型):上海图新有限公司;高压均质机(JZH50-80 型):上海锦竹有限公司;胶体磨(JM-50 型):上海诺尼有限公司;实验型喷雾干燥机(YC-015 型):上海雅程仪器设备有限公司;紫外-可见分光光度计(759S 型):上海棱光技术有限公司。

1.3 方 法

1.3.1 制作工艺

本研究采用已申请的发明专利技术^[9],制作工艺分 5 个阶段。

1.3.1.1 酒精发酵工艺

本试验选用的新鲜五味子中总糖含量为 7.8°Brix,总酸为 5.9 g/100 g。将新鲜五味子去杂质后破碎除梗,制成果酱。由于总糖量较低、酸度较高,因此在酒精发酵过程中做了补糖处理。用白砂糖将起始总糖度分别

设计为 10、11.5、13.0、14.5 °Brix 进行发酵试验。将活化培养好的酵母菌(0.000 2 %)接种于处理后的果酱中,添加 0.000 1 %偏重亚硫酸钾,然后在 30 °C 条件下经过酒精发酵 144 h,每 24 h 取样测定酒精度。

1.3.1.2 醋酸发酵工艺

将酒精发酵产物投入到发酵罐中,酒精度调至 6.5 %,分别以 5 %、10 %、15 %的接种量接种预活化的醋酸菌。在温度 30 °C,通风量为 500 mL/min 条件下进行醋酸发酵 144 h,并每隔 24 h 时取样测定总酸。醋酸发酵结束后,过滤醋酸发酵产物中的非水溶性物质,并在 130 °C 瞬时灭菌 5 s。

1.3.1.3 果醋包埋工艺优化

在前期试验的基础上,运用 SAS 9.1 (statistical analysis system)和 STATISTICA 软件,分别以 β -环糊精、卡拉胶、藻胶钠 3 个因素,以 -2、-1、0、1、2 表示其 5 个水平,以包埋的果醋总酸为响应值,开展响应面法优化果醋包埋工艺。

1.3.1.4 后熟工艺

将包埋好的果醋混合液放置在温度控制为 25 °C~30 °C 的密闭的发酵罐里,并每隔 3 h 以 3 mL/min~5 mL/min 的流速输送空气 24 h~36 h,以便混合液达到充分后熟以及果醋有效成分的包埋效果最大化。

1.3.1.5 喷雾干燥工艺优化

在前期试验的基础上,运用 SAS 9.1 (statistical analysis system)和 STATISTICA 软件,分别以进风量、进风温度、进料速率 3 个因素,以 -2、-1、0、1、2 表示其 5 个水平,以醋粉得率为响应值,开展响应面法优化喷雾干燥工艺。

1.3.2 粉末型果醋的特性评价

1.3.2.1 总糖、总酸以及酒精度的测定

总糖度测定选用手持糖度计;总酸采用酸碱中和滴定法,用 0.1 mol/L NaOH 溶液进行滴定,总酸以乙酸钠计;酒精度的测定按照 GB/T 10345-2007《白酒分析方法》。

1.3.2.2 总多酚含量的测定

总多酚含量的测定采用 Zheng 等^[7]的方法,并以没食子酸(gallic acid)为标准物质进行检测,总多酚含量以达到同样吸光度所需的没食子酸的含量表示(mg GAE/g)。

1.3.2.3 铁还原抗氧化力测定

铁还原抗氧化力(ferric reducing antioxidant power, FRAP)的测定采用 Shahrokh 等^[8]的方法,并以 Trolox 为标准物质进行检测,铁还原抗氧化力以达到同样吸光度所需的 Trolox 的毫摩尔数表示(mmol TE/g)。

1.3.2.4 醋粉得率测定

醋粉得率的测定采用张国华等^[9]的方法,并以下公式计算:

$$\text{醋粉得率}/\% = \frac{\text{醋粉的含量} - \text{包埋剂含量}}{\text{果醋固形物含量}} \times 100$$

1.4 统计分析

采用 SAS 9.1 (statistical analysis system) 和 STATISTICA 6.0 软件,数据结果以平均数±标准差(n=3)表示。

2 结果与分析

2.1 酒精发酵工艺的确立

制作粉末型五味子果醋的第一阶段是酒精发酵环节,即五味子中的糖被酵母分解为酒精的过程,结果见图 1。

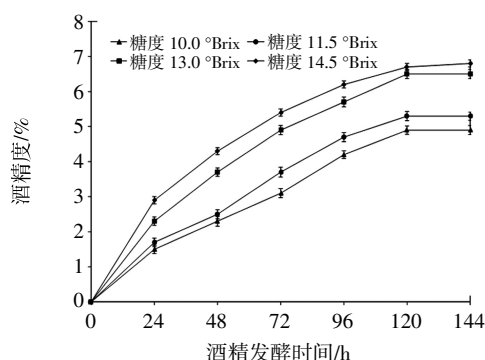


图 1 总糖度含量对酒精发酵的影响

Fig.1 Effects of sugar content on alcoholic fermentation

由图 1 可知,随着糖度的增加,酒精发酵速度也增加。初始糖度分别为 10 °Brix 和 11.5 °Brix 时,发酵速度缓慢,酒精度也不高,味道较淡;当初始糖度为 13.0 °Brix 时,发酵速度较快,到了第 72 小时时酒精度达到 4.0 %,到第 144 小时时酒精度达到 6.5 %,初始糖度为 14.5 °Brix 的酒精度达到了 6.8 %。根据 Hong 等^[10]的文献报道,认为醋酸发酵的最佳酒精度为 6.5 %左右,因为酒精度达到 7.0 %左右时,会抑制后期的醋酸发酵,以至于延迟醋酸发酵速率。因此,本文选择初始总糖度为 13.0 °Brix 作为醋酸发酵的糖度。

2.2 醋酸发酵工艺的确立

制作粉末型五味子果醋的第二阶段是醋酸发酵环节,即第一阶段的酒精发酵产物进行醋酸发酵的过程,结果见图 2。

由图 2 可知,醋酸菌接种量为 5 %时初期的诱导期延长,导致发酵 48 h 后的总酸仅为 1.6 %,发酵 96 h 时才达到 2.8 %。与之对比的是,接种量为 10 %时发酵 96 h,总酸已达到 3.3 %,发酵 144 h,总酸已达到 3.8 %。

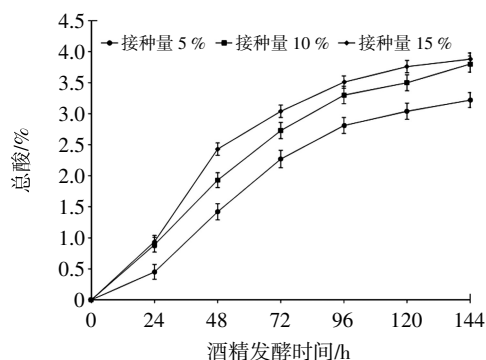


图 2 醋酸菌接种量对醋酸发酵的影响

Fig.2 Effects of inoculum content on acetic acid fermentation

另外,在接种量为 15 %时,发酵 144 h,总酸达到 3.88 %。结果表明,即便接种量过多也起不到明显增酸效果。本结果与李西腾^[12]选用相同的菌种制作黑莓果醋的研究结果相似,即果醋发酵过程中,接种量对发酵速率的影响较大,随着接种量增加,发酵速度也加快,但是过多的接种量对总酸含量的增加起不到积极作用。另外,Kang 等^[13]在报告中也指出,在苹果醋制作过程中菌种的接种量为 5 %~15 %时,随着菌种量的增加,产酸量没有显著变化,得出结论菌种的接种量为 10 %时已很充分。因此,根据试验结果和文献记载,本文确定适宜接种量为 10 %。

2.3 果醋包埋工艺优化

2.3.1 果醋包埋工艺响应面法试验结果

通过对果醋包埋工艺进行初步摸索的基础上,最终确定 β-环糊精、卡拉胶以及藻胶钠的添加量 3 个关键因素,进行响应面法试验优化果醋包埋能力,其中,β-环糊精添加量 5 %、卡拉胶添加量 0.75 %,以及藻胶钠添加量 1.0 %为反应中心点。试验结果见表 1。

表 1 响应面法优化果醋包埋工艺试验结果

Table 1 Response surface methodology design and results in fruit acid embedding process

试验 编号	因素			响应值
	X_1 β-环糊精/%	X_2 卡拉胶/%	X_3 藻胶钠/%	总酸/(g/100 g)
1	4(-1)	0.5(-1)	0.8(-1)	2.39±0.12
2	6(1)	0.5(-1)	0.8(-1)	2.73±0.17
3	4(-1)	0.5(-1)	1.2(1)	2.71±0.15
4	6(1)	0.5(-1)	1.2(1)	2.67±0.13
5	4(-1)	1(1)	0.8(-1)	1.55±0.12
6	6(1)	1(1)	0.8(-1)	1.77±0.14
7	4(-1)	1(1)	1.2(1)	1.43±0.16
8	6(1)	1(1)	1.2(1)	1.64±0.11
9	5(0)	0.75(0)	1(0)	3.28±0.13
10	5(0)	0.75(0)	1(0)	3.24±0.14
11	5(0)	0.25(-2)	1(0)	2.11±0.12

续表 1 响应面法优化果醋包埋工艺试验结果
Continue table 1 Response surface methodology design and results in fruit acid embedding process

试验 编号	因素			响应值
	X_1 β -环糊精/%	X_2 卡拉胶/%	X_3 藻胶钠/%	总酸/(g/100 g)
12	5(0)	1.25(2)	1(0)	1.02±0.11
13	5(0)	0.75(0)	0.6(-2)	1.89±0.13
14	5(0)	0.75(0)	1.4(2)	2.42±0.15
15	3(-2)	0.75(0)	1(0)	1.77±0.14
16	7(2)	0.75(0)	1(0)	1.58±0.12

为了检验回归方程的有效性,对回归模型进行了方差分析,结果如表 2 所示。

表 2 果醋包埋工艺优化回归模型系数及方差分析结果
Table 2 Analysis of variance of the regression model in fruit acid embedding process

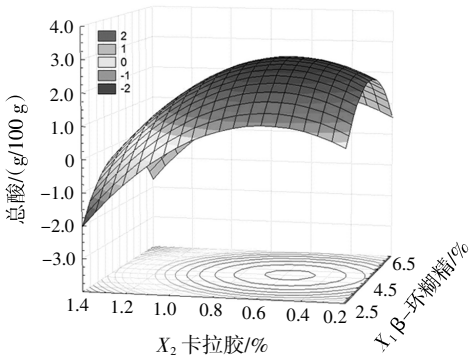
来源	回归系数	t 值	F 值
常数项	-18.588 125	-4.31 ^a	0.005 1
一次项			
X_1	4.179 375	4.93 ^a	0.002 6
X_2	9.547 500	3.13 ^b	0.020 3
X_3	16.321 875	3.85 ^a	0.008 4
二次项			
X_1^2	-0.396 250	-6.08 ^a	0.000 9
X_2^2	-6.780 000	-6.50 ^a	0.000 6
X_3^2	-6.906 250	-4.24 ^a	0.005 4
交互项			
X_1X_2	0.065 000	0.18	0.865 8
X_1X_3	-0.243 750	-0.53	0.615 8
X_2X_3	-1.275 000	-0.69	0.515 0
R^2	0.938 3 _b		
修正 R^2	0.907 5 ^c		
变异系数	2.194 5		

注:a 表示在 $p<0.001$ 水平上显著;b 表示在 $p<0.01$ 水平上显著;c 表示在 $p<0.05$ 水平上显著。

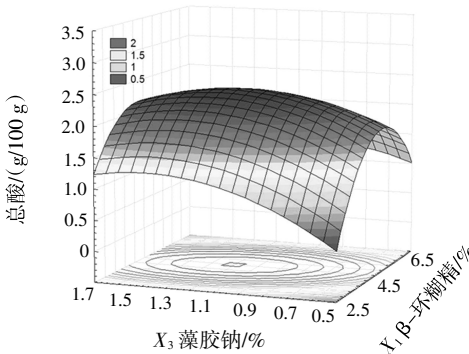
由表 2 可见, β -环糊精和藻胶钠的一次项、 β -环糊精,卡拉胶,藻胶钠的二次项对总酸包埋量的影响达到极显著水平($p<0.001$);藻胶钠一次项对总酸包埋量的影响有较显著水平($p<0.01$);各因素的交互项对总酸包埋量的影响均不显著。从各因素的 F 值可知,3 个因素对总酸包埋量的影响依次为 β -环糊精(X_1)>藻胶钠(X_3)>卡拉胶(X_2)。另外,还可以观察到确定系数 R^2 为 0.938 3,说明模型拟合程度良好, R^2 修正值为 0.907 5,表明与确定系数 R^2 具有很高的一致性;变异系数为 2.194 5%,说明试验的重复性良好。

2.3.2 果醋包埋工艺响应面图分析

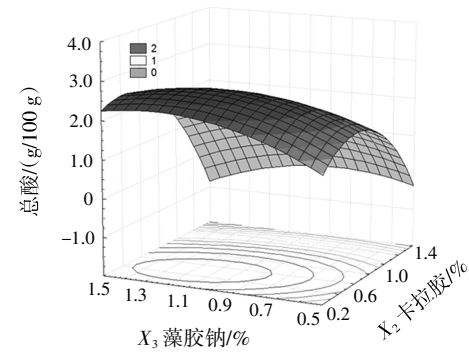
响应面图形是响应值对各试验因素所构成的三维空间的曲面图,从响应面分析图上可以找出最佳参数以及各参数之间的相互作用^[15]。 β -环糊精、卡拉胶、藻胶钠这 3 个因素两两交互作用的三维响应面与等高线图如图 3 所示。



a. β -环糊精与卡拉胶对总酸包埋的交互作用



b. β -环糊精与藻胶钠对总酸包埋的交互作用



c. 卡拉胶与藻胶钠对总酸包埋的交互作用

图 3 两两因素交互作用对总酸包埋效果的影响
Fig.3 Interactive effects of three factors on the fruit acid embedding content

从图 3a 可以看出, β -环糊精添加量较低时,随着卡拉胶的增加加大总酸的包埋量的增大,当卡拉胶添加量达到 0.6%后,总酸的包埋量反而降低。这与先前周景丽等^[14]对山西老陈醋粉工艺研究结果类似。另外,

张国华等^[9]描述 β-环糊精的添加量直接影响产品的品质,添加量较少时包埋效果欠佳,添加量过多时会掩盖醋的香和味。由图 3b 可以看出,β-环糊精和藻胶钠两因素的交互作用显著。当 β-环糊精较低时,随着藻胶钠的增加总酸包埋量先增大后基本保持不变;当 β-环糊精在 5 %左右,藻胶钠达到 1 %左右时,总酸包埋量达到最高。由图 3c 可知,总酸包埋量在一定范围内随卡拉胶和藻胶钠的增加而变大。但是,卡拉胶和藻胶钠的添加量过多时对后续喷雾干燥工艺增加难度^[5]。

2.3.3 果醋包埋最佳条件的验证试验

根据表 2 中试验数据进行多元回归分析,以总酸($Y_{总酸}$)为因变量,β-环糊精(X_1)、卡拉胶(X_2)以及藻胶钠(X_3)为自变量,建立回归方程,如下:

$$Y_{总酸} = -18.588\ 125 + 4.179\ 375X_1 + 9.547\ 5X_2 + 16.321\ 875X_3 - 0.396\ 25X_1^2 + 0.065X_1X_2 - 6.78X_2^2 - 0.243\ 75X_1X_3 - 1.275X_2X_3 - 6.906\ 25X_3^2$$

利用回归模型预测果醋包埋工艺条件及预测值与验证试验结果,如表 3 所示。

表 3 利用回归模型预测果醋包埋工艺条件及预测值与验证值

Table 3 The predicted optimum conditions for maximum embed of fruit acid by ridge analysis

F 值	p 值	预测的最佳反应条件			总酸/(g/100 g)	
		β-环糊精/%	卡拉胶/%	藻胶钠/%	预测值	验证值
10.15 ^a	0.005 3	5.007 031	0.630 768	1.035 090	3.33	3.25±0.2

注:a 表示在 $p<0.01$ 水平上显著。

由表 3 可知,回归方程显著性检验 F 值为 10.15 ($p<0.01$),表明回归方程达到极显著,可用该模型来预测果醋包埋过程中总酸含量。根据计算结果得出最佳包埋条件为 β-环糊精添加量 5.01 %、卡拉胶添加量 0.63 %,藻胶钠添加量 1.04 %,用回归方程式计算总酸为 3.33 g/100 g。为了验证响应面法的可靠性,在优化条件下重复试验 3 次,得出总酸为 3.25 g/100 g,该试验值与预测非常接近(97.6 %),说明试验结果与模型拟合良好,利用响应面分析法优化果醋包埋工艺参数准确可靠,具有可行性。

2.4 喷雾干燥工艺优化

2.4.1 喷雾干燥工艺响应面法试验结果

通过对喷雾干燥工艺进行初步摸索的基础上,最终确定进风量、进风温度以及进料速率 3 个关键因素,进行响应面法试验优化喷雾干燥工艺,其中,进风量 20 m³/min、进风温度 140 ℃,以及进料速率 500 mL/h 为反应中心点。试验结果见表 4。

表 4 响应面法优化喷雾干燥工艺试验结果

Table 4 Response surface methodology design and results in spray drying process

试验编号	因素			响应值
	A 进风量/(m ³ /min)	B 进风温度/℃	C 进料速率/(mL/h)	醋粉得率/%
1	17(-1)	135(-1)	480(-1)	24.3±0.21
2	23(1)	135(-1)	480(-1)	27.7±0.24
3	17(-1)	135(-1)	520(1)	27.6±0.35
4	23(1)	135(-1)	520(1)	27.1±0.28
5	17(-1)	145(1)	480(-1)	25.8±0.31

续表 4 响应面法优化喷雾干燥工艺试验结果

Continue table 4 Response surface methodology design and results in spray drying process

试验编号	因素			响应值
	A 进风量/(m ³ /min)	B 进风温度/℃	C 进料速率/(mL/h)	醋粉得率/%
6	23(1)	145(1)	480(-1)	27.9±0.28
7	17(-1)	145(1)	520(1)	24.5±0.19
8	23(1)	145(1)	520(1)	26.6±0.22
9	20(0)	140(0)	500(0)	33.2±0.26
10	20(0)	140(0)	500(0)	32.9±0.31
11	20(0)	130(-2)	500(0)	25.4±0.23
12	20(0)	150(2)	500(0)	19.4±0.18
13	20(0)	140(0)	460(-2)	25.2±0.19
14	20(0)	140(0)	540(2)	24.6±0.22
15	14(-2)	140(0)	500(0)	20.4±0.18
16	26(2)	140(0)	500(0)	26.1±0.25

为了检验回归方程的有效性,对回归模型进行了方差分析,结果如表 5 所示。

表 5 喷雾干燥工艺优化回归模型系数及方差分析结果

Table 5 Analysis of variance of the regression model in spray drying process

来源	醋粉得率/%		
	回归系数	t 值	F 值
常数项	-3 932.738 889	-7.21 ^a	0.000 4
一次项			
A	13.820 139	2.26 ^c	0.064 2
B	32.742 083	7.32 ^a	0.000 3
C	6.180 313	5.73 ^a	0.001 2

续表 5 喷雾干燥工艺优化回归模型系数及方差分析结果
Continue table 5 Analysis of variance of the regression model in spray drying process

来源	醋粉得率/%		
	回归系数	t 值	F 值
二次项			
A^2	-0.272 222	-7.33 ^a	0.000 3
B^2	-0.106 500	-7.96 ^a	0.000 2
C^2	-0.005 094	-6.09 ^a	0.000 9
交互项			
AB	0.010 833	0.34	0.742 9
AC	-0.008 125	-1.03	0.342 4
BC	-0.006 625	-1.40	0.210 9
R^2	0.944 3 ^b		
修正 R^2	0.916 5 ^c		
变异系数	5.112 3		

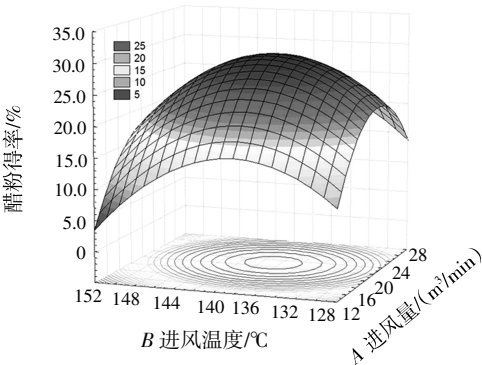
注:a 表示在 $p<0.001$ 水平上显著;b 表示在 $p<0.01$ 水平上显著;c 表示在 $p<0.05$ 水平上显著。

由表 5 可见,进风温度和进料速率的一次项;进风量、进风温度以及进料速率二次项对醋粉得率的影响达到极显著水平($p<0.001$);进风量一次项对醋粉得率的影响有较显著水平($p<0.05$);各因素的交互项对醋粉得率的影响均不显著。从各因素的 F 值可知,3 个因素对醋粉得率的影响依次为进风温度 (B)>进料速率 (C)>进风量 (A)。另外,方差分析中观察到模型的确定系数 R^2 为 0.944 3, R^2 修正值为 0.916 5,表明与确定系数 R^2 具有较高的一致性;变异系数为 5.112 3%,说明试验的重复性良好。

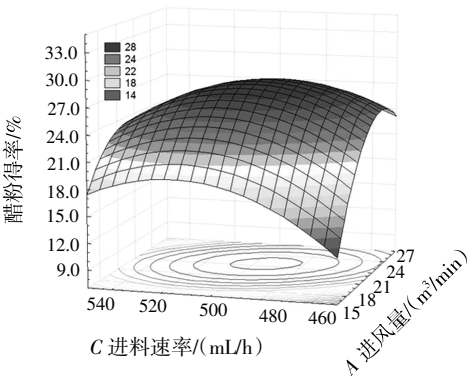
2.4.2 喷雾干燥工艺响应面图分析

进风量、进风温度以及进料速率这 3 个因素两两交互作用的三维响应面与等高线图如图 4 所示。

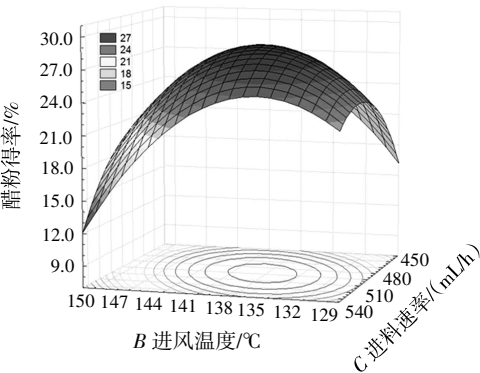
从图 4a 可以看出,当进风量和进风温度较低时,物料液滴在干燥室内不能充分干燥,未干颗粒接触塔壁而发生粘壁,粉末在气流的作用下相互接触而不断



a. 进风量与进风温度对喷雾干燥的交互作用



b. 进风量与进料速率对喷雾干燥的交互作用



c. 进风温度与进料速率对喷雾干燥的交互作用

图 4 两两因素交互作用对醋粉得率的影响
Fig.4 Interactive effects of three factors on the vinegar powder production rate

积聚,粘壁现象严重,导致醋粉得率较低。随着进风量和进风温度的增加,物料与热空气充分接触,干燥完全,粘壁现象轻微,加大醋粉得率的增大。当进风温度继续升高至 140℃时,容易产生美拉德反应,物料液滴由玻璃态转变为黏流态,易发生热熔性粘壁,使醋粉得率降低。这与朱崇阳等^[16]对香醋粉制作工艺研究结果类似,即温度过高,会导致所制醋粉结块现象严重,进而影响醋粉得率。由图 4b 可以看出,进风量和进料速率两因素的交互作用不太显著。当进风量和进料速率较低时,物料液滴受热时间长,热粘壁现象严重,导致醋粉得率低。随着进料速率的增加,在一定范围内醋粉得率增加,并达到最高点。继续提高进风量和进料速率,醋粉得率开始降低,这可能是由于受热时间短,导致物料液干燥不完全,水分蒸发不彻底引起粘壁现象,造成醋粉得率较低。陈树俊等^[17]在研究杂粮醋粉的制作工艺时,也得到了类似的结果。由图 4c 可知,醋粉得率在一定范围内随进风温度和进料速率的增加而变大。但进风温度和进料速率分别达到 138℃和 504 mL/h 左右时,醋粉得率达到最大值。

2.4.3 喷雾干燥最佳条件的验证试验

根据表 5 中试验数据进行多元回归分析,以醋粉得率($Y_{\text{醋粉得率}}$)为因变量,进风量(A)、进风温度(B)、进料速率(C)为自变量,建立回归方程,如下:

$$Y_{\text{醋粉得率}} = -3\,932.738\,889 + 13.820\,139A + 32.742\,083B +$$

$$6.180\,313C - 0.272\,222A^2 + 0.010\,833AB - 0.106\,500B^2 - 0.008\,125AC - 0.006\,625BC - 0.005\,094C^2$$

利用回归模型预测果醋包埋工艺条件及预测值与验证试验结果,如表 6 所示。

由表 6 可知,回归方程显著性检验 F 值为 11.30

表 6 利用回归模型预测醋粉得工艺条件及预测值与验证值

Table 6 The predicted optimum conditions for maximum vinegar powder rate by ridge analysis

F 值	p 值	预测的最佳反应条件			醋粉得率/(g/100 g)	
		β -环糊精/%	卡拉胶/%	藻酸钠/%	预测值	验证值
11.30 ^a	0.004 0	20.70	139.2	499.6	33.46	32.64±1.8

注:a 表示在 $p < 0.01$ 水平上显著。

($p < 0.01$),表明回归方程达到较显著,可用该模型来预测喷雾干燥条件下醋粉得率。根据计算结果得出最佳反应条件为进风量 $20.70\text{ m}^3/\text{min}$ 、进风温度 $139.2\text{ }^\circ\text{C}$ 、进料速率 499.6 mL/h ,用回归方程式计算醋粉得率为 33.46% 。在最佳反应条件试验结果显示,醋粉得率为 32.64% ,该试验值与预测非常接近(97.5%),说明试验结果与模型拟合良好,利用响应面分析法优化喷雾干燥工艺参数准确可靠,具有可行性。

2.5 粉末型果醋的特性评价

粉末型五味子果醋研制后,对成品的总多酚含量和铁还原抗氧化力(ferric reducing antioxidant power, FRAP)进行测定,比较和评价与新鲜五味子、五味子果醋液以及粉末型五味子果醋中的抗氧化能力的差异,如表 7 所示。

表 7 粉末型五味子果醋制作前后总多酚和铁还原抗氧化力特性变化表

Table 7 Changes of total phenolic content and FRAP of *Schisandra chinensis* vinegar powder before and after processing

特性	新鲜五味子	五味子果醋液	粉末型五味子果醋
总多酚/(mg GAE/g)	5.1±0.1	6.0±0.1	9.8±0.1
FRAP/(mmol TE/g)	98.6±1.9	121.1±3.4	207.6±2.7

由表 7 可知,研制前后发生较为明显的变化,其中总多酚含量从原料中的 5.1 mg GAE/g 增加到成品的 9.8 mg GAE/g ,这是由于粉末醋研制后含水量降低,总多酚富集的原因。另外,从铁还原抗氧化力(ferric reducing antioxidant power, FRAP)分析结果可知,抗氧化能力由原来的 98.6 mmol TE/g 提高到 207.6 mmol TE/g ,这可能是由于成品中总多酚含量的增加,从而使铁还原抗氧化力得到提高的原因。

3 结论

本文通过酒精发酵、醋酸发酵、果醋包埋、后熟以及喷雾干燥 5 个阶段工艺研究粉末型五味子果醋的制作工艺。单因素试验结果表明,酒精发酵时果酱糖度调至 $13\text{ }^\circ\text{Brix}$,醋酸发酵时醋酸菌接种量为 10% 时发酵效果较好;响应面分析结果表明,果醋包埋的最佳工艺条件为 β -环糊精、卡拉胶以及藻酸钠的添加量分别为 5.01% 、 0.63% 以及 1.04% ;喷雾干燥最佳工艺条件为进风量、进风温度以及进料速率分别为 $20.70\text{ m}^3/\text{min}$ 、 $139.2\text{ }^\circ\text{C}$ 以及 499.6 mL/h 。粉末型果醋的特性评价结果表明,研制的粉末型五味子果醋营养丰富,具有一定的保健功能,这为后期开发具有保健功效的粉末型果醋系列产品提供技术和科学依据。

参考文献:

- [1] 李彩霞,张睿睿.葡萄枸杞复合果醋发酵工艺的研究[J].中国酿造,2018,37(10): 181-185
- [2] 陈丽娜,符丽丽,罗志辉,等.龙眼果醋发酵工艺研究[J].现代食品,2018,18(9): 171-175
- [3] 吴桂君,陈晓倩,刘永衡.蛇龙珠果醋醋酸发酵工艺研究[J].中国酿造,2018,37(10): 112-115
- [4] 吴国卿,王文平,陈燕.果醋开发意义、工艺研究及果醋类型[J].饮料工业,2010,13(4): 13-17
- [5] 崔春兰,郑虎哲,汲臣明,等.粉末型五味子果醋的生产方法: CN201810384634.X[P]. 2018-04-26
- [6] Sung-Hee Hwang, Yong-Jin Jeong, Kwang-Sup Youn. Optimization of spray drying process for manufacturing dried vinegar using response surface methodology[J]. Korean Journal of Food Preservation, 2002, 15(9): 194-199
- [7] Zheng Hu-Zhe, Kim Yong-Li, Chung Shin-Kyo. A profile of physicochemical and antioxidant changes during fruit growth for the utilisation of unripe apples[J]. Food Chemistry, 2012, 131(1): 106-110
- [8] Shahrokh K, Rong T, Djamila R. Yang R, et al. Polyphenol composi-

黑果腺肋花楸花色苷微胶囊化的研究

唐璐^{1,2}, 李延辉^{1,*}, 薛晓丽³

(1. 吉林农业科技学院 食品工程学院, 吉林 吉林 132101; 2. 吉林农业大学 食品科学与工程学院, 吉林 长春 130118; 3. 吉林农业科技学院 实验中心, 吉林 吉林 132101)

摘要: 研究黑果腺肋花楸花色苷微胶囊化, 增加其稳定性, 提高附加值。采用喷雾干燥法制备花色苷微胶囊, 以包埋率为指标, 采用正交试验优化花色苷微胶囊工艺条件, 利用高效液相色谱测定花色苷含量。结果表明, 最佳工艺条件为: 壁材(阿拉伯胶与麦芽糊精)质量比 2:3、芯壁质量比 2:8、入口温度 120 ℃、进料量 15 mL/min。花色苷微胶囊化后稳定性明显提高。

关键词: 黑果腺肋花楸; 花色苷; 微胶囊; 喷雾干燥; 正交试验

Study on Microencapsulation of Anthocyanins from *Aronia melanocarpa*

TANG Lu^{1,2}, LI Yan-hui^{1,*}, XUE Xiao-li³

(1. Food Science and Engineering Department, Jilin Agricultural Science and Technology College, Jilin 132101, Jilin, China; 2. Food Science and Engineering Department, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, Jilin, China; 3. Laboratory Center, Jilin Agricultural Science and Technology College, Jilin 132101, Jilin, China)

Abstract: The micro-encapsulation of the anthocyanins in the *Aronia melanocarpa* was studied to increase its stability and added value. Anthocyanin microcapsules were prepared by spray drying with embedding rate as the index. The process conditions of anthocyanin microcapsules were optimized by orthogonal test and the content of anthocyanin was determined by high performance liquid chromatography. The optimal conditions for achieving high embedding rate in the microencapsulation of anthocyanins of the *Aronia melanocarpa*, as estimated by the

基金项目: 吉林农业科技学院食品科学与工程重点学科建设资助项目(吉农院合字[2019]第 XZ006 号)

作者简介: 唐璐(1994—), 女(汉), 硕士研究生, 研究方向: 食品加工与安全。

* 通信作者: 李延辉(1969—), 男(汉), 教授, 硕士, 主要从事食品加工与安全方面的研究与教学工作。

- tion and total antioxidant capacity of selected apple genotypes for processing[J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2008, 21(8): 396-401
- [9] 张国华, 孙瑜嵘, 叶峥, 等. 山西老陈醋喷雾干燥工艺及品质研究[J]. 食品工业科技, 2018, 37(4): 171-176, 201
- [10] Mo Hye-Won, Jung Young-Hee, Jeong Ji-Suk. Quality Characteristics of Vinegar Fermented Using Omija (*Schizandra chinensis* Bailon)[J]. Journal of Korean Society of Food Science and Nutrition, 2013, 42(5): 441-449
- [11] Hong Sung-Min, Kang Min-Jeong, Lee Ju-Hye. Production of vinegar using *Rubus coreanus* and its antioxidant activities[J]. Korean Journal of Food Preservation, 2012, 19(6): 594-603
- [12] 李西腾. 黑莓果醋生产的优化工艺研究[J]. 中国调味品, 2012, 37(4): 75-77
- [13] Kang Bok-Hee, Shin Eun-Jeong, Lee Sang-Han. Optimization of acetic acid fermentation condition for apple juice[J]. Korean Journal of Food Preservation, 2011, 18(3): 980-985
- [14] 周景丽, 田莉, 武耀文, 等. 微胶囊分子包埋协同喷雾干燥生产山西老陈醋粉工艺优化[J]. 中国酿造, 2017, 36(9): 98-101
- [15] 霍丹群, 蒋兰, 王霜. 响应面法优化百香果醋的发酵条件[J]. 食品工业科技, 2013, 34(1): 145-149
- [16] 朱崇阳, 夏蓉, 武靓靓, 等. 醋粉喷雾干燥工艺的优化[J]. 食品工业科技, 2017, 38(21): 203-208, 215
- [17] 陈树俊, 张君梅, 石玥, 等. 响应面法优化杂粮醋粉真空冻干工艺[J]. 食品工业科技, 2018, 39(15): 130-135

收稿日期: 2019-03-14