

# 板栗花饮料沉淀分析及稳定性研究

常虹<sup>1</sup>,贾雅琼<sup>1,2</sup>,周家华<sup>1</sup>,赵丽芹<sup>2</sup>

(1.北京市农林科学院农业综合发展研究所,北京 100097;

2.内蒙古农业大学,内蒙古呼和浩特 010018)

**摘要:**对板栗花饮料中沉淀物成分及成品的稳定性进行了研究,并确定了最佳稳定剂配方及用量。结果表明,引起板栗花饮料产生沉淀的主要成分是果胶、鞣酸以及茶多酚。对板栗花饮料的稳定性,使用复配稳定剂的效果明显好于使用单一的添加剂,其最佳配方是黄原胶与CMC-Na进行复配,并且当复配比例为1:1,最大添加量为0.1%时稳定性最佳。

**关键词:**板栗花,饮料,沉淀,稳定性

## Study on deposit and stability of Chinese chestnut flowers beverage

CHANG Hong<sup>1</sup>, JIA Ya-qiong<sup>1,2</sup>, ZHOU Jia-hua<sup>1</sup>, ZHAO Li-qin<sup>2</sup>

(1.Institute of Agricultural Integrated Development, Beijing Academy of Agricultural and Forestry Sciences,

Beijing 100097, China;

2.Inner Mongolia Agricultural University, Huhhot 010018, China)

**Abstract:** The ingredients of deposit in Chinese chestnut flowers beverage and the stability of finished product were studied. Through single factor and compound tests, the effect of the types and dosages of stabilizer was analyzed and studied. The result showed that the pectin, tannic acid and tea polyphenols caused deposit, the compound stabilizer worked much better than a single additive in the stabilization of Chinese chestnut beverages. The compound stabilizer contained xanthan gum and CMC-Na, ration was 1:1, additive amount 0.1%.

**Key words:** Chinese chestnut flowers; beverage; deposit; stability

中图分类号: TS255.46

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2013)04-0270-04

植物提取饮料在生产及储藏过程中常会产生沉淀,影响饮料的质量。研究认为饮料产生沉淀及混浊的原因,大多是由于微生物和化学反应引起,而化学反应产生的沉淀主要是由鞣酸、多酚类、果胶、蛋白质和矿物质等引起<sup>[1-5]</sup>。板栗花作为板栗产业疏雄时产生的废弃物,具有丰富的营养成分和活性物质,特别是含有丰富的黄酮类化合物<sup>[6-9]</sup>,将其研制成饮料产品,口感和风味极佳,但由于板栗花饮料会产生沉淀。因此,本实验对板栗花饮料加工过程中沉淀物含量进行测定分析,运用物理、化学方法进行澄清处理和比较,得出最佳澄清工艺。从而为板栗花饮料开发解决技术难题,为以板栗花为原料开发的饮料产品稳定性研究奠定一定基础。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与设备

板栗花 北京市农林科学院综合所;蜂蜜 北京百花蜂蜜有限公司;绵白糖 北京糖业烟酒有限公司;芦丁标准品 供含量测定用,中国药品生物制

品检定所;果胶甲酯酶 酶活力5PEU/mL,诺维信(中国)生物技术有限公司;柠檬酸、甲醇、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠、无水硫酸钠、硫酸亚铁、酒石酸钾钠、单宁酸、碳酸钠、钨酸钠、磷钼酸、磷酸 均为分析纯。

LP-503电子天平 常熟市衡器厂;HHS电热恒温水浴锅 上海博迅实业有限公司医疗设备厂;RM-220超纯水机 艾科普实验设备有限公司;TU-1901双光束紫外可见分光光度计 北京普析通用仪器有限责任公司;飞鸽实验用离心机 上海安亭科学仪器制造厂。

### 1.2 实验方法

1.2.1 板栗花饮料加工工艺<sup>[10]</sup> 板栗花前处理→粉碎→浸提→抽滤→调配→调配液→澄清→滤液→装罐→杀菌→产品。

板栗花原液浸提的最佳工艺条件为提取温度60℃、提取时间25min、料液比1:70、超声功率700W、浸提液按照蜂蜜2%、白砂糖6%、柠檬酸0.02%进行调配,得到板栗花饮料初产品。

#### 1.2.2 板栗花饮料中沉淀物测定

1.2.2.1 沉淀物中果胶含量测定<sup>[11]</sup> 准确称取半乳糖醛酸100mg溶解于水中,置于100mL容量瓶中,加入1mol/L氢氧化钠溶液0.5mL,并定容至刻度。取

收稿日期:2012-08-10

作者简介:常虹(1983-),女,硕士,助理研究员,研究方向:农产品加工与贮藏。

基金项目:北京市农林科学院青年科研基金(QN201117)。

以上原液0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0mL, 分别置于100mL容量瓶中, 稀释至刻度, 得到半乳糖标准溶液浓度分别为0、10、20、30、40、50、60、70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取1mL标准溶液, 置于25mL比色试管, 加入0.5mL 0.1% 咪唑乙醇溶液, 并产生白色絮状沉淀, 不断振荡容量瓶, 加入6mL浓硫酸, 立刻将试管放入85 $^{\circ}\text{C}$ 水浴反应5min, 之后冷却20min, 测其在525nm吸光度值, 绘制标准曲线。

取40mL板栗花饮料用4000r/min离心45min, 将澄清液滤出, 将沉淀溶于水, 置于10mL容量瓶中, 加入1mol/L氢氧化钠溶液0.5mL, 定容至刻度。之后步骤同上。

通过测定不同浓度半乳糖醛酸的标准溶液, 结果表明, 浓度在10~70 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 之间呈良好的线性关系, 线性回归方程为 $Y=0.0080X+0.0089$ , 相关系数 $R^2=0.9983$ 。

1.2.2.2 沉淀物质中鞣酸含量测定 将单宁酸配制为100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准使用液。吸取鞣酸标准使用液0、0.2、0.4、0.8、1.0、1.2、1.4、1.6、1.8、2.0mL, 置于试管中, 分别加入20mL水、1.0mL福林-丹尼斯氏试剂和6mL 100g/L碳酸钠溶液, 静置45min。测其710nm吸光度值, 绘制标准曲线。

取40mL板栗花饮料用4000r/min离心45min, 将澄清液滤出, 将沉淀溶于水, 置于10mL容量瓶中定容, 之后方法同上。

实验表明鞣酸含量在0~200 $\mu\text{g}/20\text{mL}$ 与其吸光值呈线性关系, 且在此范围内的线性回归方程为 $Y=0.0025X+0.0031$ , 相关系数 $R^2=0.9990$ 。

1.2.2.3 沉淀物质中茶多酚含量测定 取40mL板栗花饮料用4000r/min离心45min, 将澄清液滤出, 将沉淀溶于水, 置于10mL容量瓶中定容。精确移取1~5mL上述制备的试液于25mL容量瓶中, 加水4mL, 酒石酸亚铁溶液5mL, 充分摇匀, 用pH7.5的磷酸缓冲溶液定容至刻度。用比色皿, 在波长540nm处, 以试剂空白作参比, 测定其吸光度( $A_1$ )。同时移取等量的试液置于25mL容量瓶中, 加水4mL, 用pH7.5的磷酸缓冲液定容至刻度, 测定其吸光度( $A_2$ )。

样品中茶多酚的含量按式(1)计算:

$$X=(A_1-A_2) \times 1.957 \times 2 \times K / V \times 1000 \quad \text{式(1)}$$

式中: X: 样品中茶多酚的含量, mg/L;  $A_1$ : 试液显色后的吸光度;  $A_2$ : 试液底色的吸光度; K: 稀释倍数; V: 测定时吸取试液的体积, mL; 1.957: 用10mm比色皿, 当吸光度等于0.50时, 1mL茶汤中茶多酚的含量相当于1.957mg。

1.2.2.4 总沉淀量的测定 经过不同处理的板栗花饮料放置一定的时间后, 采用4000r/min离心45min, 将澄清液滤出, 所得沉淀的总质量即为总沉淀量。

1.2.2.5 离心澄清法 将调配好的板栗花饮料置于离心机中, 以4000r/min分别离心15、30、45min滤除沉淀物质。

## 1.2.3 稳定性效果研究

1.2.3.1 单因素实验 饮料中常用各种稳定剂来保持饮料的良好外观, 各种稳定剂的使用效果各不相

同<sup>[2]</sup>。在调配好的板栗花饮料初产品中加入不同量的黄原胶、CMC-Na进行单因素对比实验, 确定各因素的最适添加量。

1.2.3.2 黄原胶、CMC-Na两种稳定剂复配 根据之前单因素实验结果, 确定复配因素及复配因素添加量。用黄原胶、CMC-Na进行复配实验, 确定稳剂复配的最佳比例。复配实验表见表1。

表1 稳定剂复配实验表

Table 1 Experiment form of compound stabilizer

水平	因素	
	A黄原胶(%)	B CMC-Na(%)
1	0.03	0.05
2	0.04	0.06
3	0.05	0.07

1.2.3.3 果胶酶对沉淀的影响 分别在调配好的板栗花饮料初产品中加入0.02%、0.04%、0.06%、0.08%的果胶酶, 40 $^{\circ}\text{C}$ 下酶解120min, 冷却后制得成品, 放置10d后对板栗花饮料的沉淀物质进行测定。研究不同量果胶酶对板栗花沉淀物质的影响。

## 2 结果与分析

### 2.1 饮料中沉淀物质分析

本实验运用咪唑比色法、福林丹尼斯法、酒石酸亚铁比色法分别对板栗花饮料在调配液、滤液以及杀菌处理后的板栗花饮料成品, 放置10d后沉淀物质中的果胶、鞣酸、茶多酚的含量进行测定。得出各物质含量, 结果见表2。

表2 板栗花饮料中沉淀物质

Table 2 Sediment of Chinese chestnut flowers beverage

指标	调配液	滤液	成品
总沉淀量(g/L)	2.323	1.953	1.726
果胶(%)	25.72	30.21	32.01
鞣酸(%)	23.71	23.31	24.83
茶多酚(%)	13.89	10.90	10.97

由表2可知, 在板栗花饮料加工过程的各阶段, 果胶和鞣酸是板栗花饮料沉淀的主要成分。如在调配液阶段, 果胶占总沉淀量的25.72%, 鞣酸占总沉淀量的23.71%, 两者之和几乎占到总沉淀物质的50%。在浸提液调配、离心过滤、得到成品的过程中, 板栗花饮料中的总沉淀物质呈现逐步减少的趋势, 其中, 离心过滤后的滤液中, 茶多酚在总沉淀中所占的比例明显下降, 果胶与鞣酸含量也有所下降。

### 2.2 离心澄清法对板栗花饮料澄清效果的影响

将调配好的板栗花饮料置于离心机中, 以转速为4000r/min分别离心15、30、45min来滤除沉淀物质, 结果见表3。

由表3可知, 离心15min后滤液呈现稍微混浊的状况, 静置2d后出现较为明显的沉淀。离心30min和离心45min后, 滤液澄清透明, 放置7d后才出现沉淀, 且沉淀量很少, 基本相当, 故离心澄清的最佳条件是转速4000r/min, 离心30min, 它可以作为板栗花饮料加工过程中澄清的辅助方法。

表3 离心澄清法对板栗花饮料澄清效果的影响

Table 3 The effect of centrifugation on chestnut flowers beverage

实验号	离心时间 (min)	处理后沉淀情况	贮藏期沉淀情况	贮藏后沉淀量 (g/L)
1	15	稍混浊	2d后出现沉淀	1.864
2	30	澄清	7d后有少量沉淀	0.952
3	45	澄清	7d后有少量沉淀	0.904

### 2.3 添加化学试剂对澄清效果的影响

2.3.1 稳定剂的单因素实验分析 分别加入不同量的黄原胶和CMC-Na进行单因素实验,实验结果见表4。

表4 黄原胶单因素实验结果分析

Table 4 Single factor analysis of test results

实验号	添加量 (%)	处理后沉淀情况	贮藏期沉淀情况	贮藏后沉淀量 (g/L)
1	0.02	浑浊	1d后有大量沉淀	1.972
2	0.04	浑浊	1d后有大量沉淀	1.384
3	0.06	浑浊	1d后有大量沉淀	1.724
4	0.08	浑浊	1d后有大量沉淀	1.842

由表4可知,黄原胶作为板栗花饮料的稳定剂时,在添加量为0.04%时,沉淀物质相对较少,故黄原胶的最适添加量0.04%。

表5 CMC-Na单因素实验结果分析

Table 5 Single factor analysis of test results

实验号	添加量 (%)	处理后沉淀情况	贮藏期沉淀情况	贮藏后沉淀量 (g/L)
1	0.02	浑浊	1d后有大量沉淀	1.843
2	0.04	浑浊	1d后有大量沉淀	1.352
3	0.06	浑浊	1d后有大量沉淀	1.121
4	0.08	浑浊	1d后有大量沉淀	1.343

由表5可知,CMC-Na单因素实验中,CMC-Na作为稳定剂,添加量为0.06%时,沉淀物质相对较少,故CMC-Na最适添加量0.06%。

2.3.2 稳定剂复配效果研究 选取稳定剂最大添加量为0.1%,黄原胶和CMC-Na分别按照表1所示进行复配,按照不同组合进行实验,结果见表6。

表6 稳定剂复配实验结果

Table 6 The experiment result of compound stabilizer

实验号	A	B	贮藏后沉淀量 (g/L)
1	1	2	1.472
2	3	1	1.347
3	2	2	1.526
4	2	3	1.537
5	1	3	1.456
6	2	1	1.422
7	1	1	1.456
8	3	2	1.487
9	3	3	1.521

由表6可知,直观分析在A<sub>3</sub>B<sub>1</sub>时,沉淀量最少,

即添加黄原胶0.05%、CMC-Na 0.05%时,稳定效果最佳。

### 2.3.3 果胶酶添加量对板栗花饮料澄清效果的影响

根据实验结果可知,板栗花饮料沉淀物中含有果胶,故选取不同量果胶酶添加到板栗花饮料中进行酶解,观察酶用量与沉淀量的关系。结果见图1。

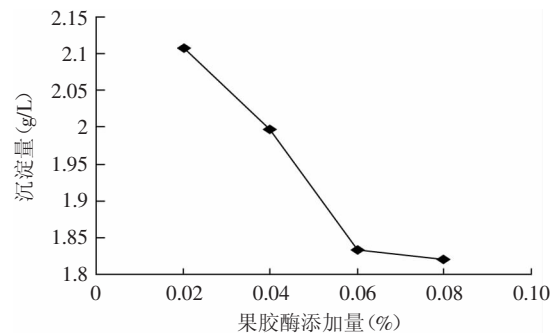


图1 酶用量对澄清效果的影响

Fig.1 Effect of amount of pectinase on the results of sediment analysis

由图1可知,在板栗花饮料中果胶酶添加量为0.04%到0.06%时,沉淀量明显减少;果胶酶添加量继续增大,沉淀量减少趋于平缓,故果胶酶添加量为0.06%时效果最佳。

## 3 结论

对沉淀物质粗测可知,板栗花饮料的沉淀物中果胶、鞣酸以及茶多酚等物质是主要成分,含量约占板栗花饮料总沉淀量的65%左右。物理澄清法如离心等对板栗花饮料沉淀的去除有一定的效果,最佳离心澄清的条件是转速4000r/min,离心30min,它可以作为板栗花饮料加工过程中一个澄清的辅助方法;最佳稳定剂添加方案为黄原胶与CMC-Na进行复配,并且当复配比例为1:1、最大添加量为0.1%时澄清效果最佳;果胶酶对板栗花饮料有一定的澄清效果,当酶用量在0.06%时效果最佳。

## 参考文献

- [1] 曾顺德,赵国华,张超,等. 糯玉米饮料专用稳定剂配方筛选[J]. 食品工业科技,2012(1):321,325.
- [2] 杜磊,朱莉. 调配型酸性乳饮料稳定剂配方的研究[J]. 饮料工业,2012,15(3):36-38.
- [3] 刘忠义. 由于水和原料的原因引起的饮料沉淀的探讨[J]. 软饮料工业,1996(1):38-40.
- [4] Taherian A R, Fustier P, Britten M, et al. Rheology and Stability of Beverage Emulsion in the Presence and Absence of Weighting Agents: A Review[J]. Food Biophysics,2008(3):279-286.
- [5] 王敏,王倩,吴荣荣. 苹果梨复合果汁饮料复配增稠剂的稳定性研究[J]. 中国酿造,2009(10):93-96.
- [6] 李英华,福良. 国花粉化学成分的研究进展[J]. 养蜂科技,2005(4):7-16.
- [7] 吴雪辉,江南,梁颖诗,等. 微波提取板栗花中黄酮类物质的工艺研究[J]. 食品工业科技,2006,27(8):106-109.

(下转第276页)



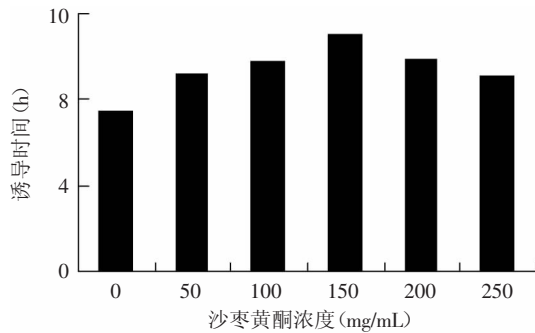


图6 沙枣黄酮对油脂抗氧化能力的影响

Fig.6 Effects of lard oil of flavonoids on the oxidative stability

表5 沙枣黄酮与V<sub>C</sub>抗油脂氧化的诱导时间Table 5 Comparison of induction time of flavonoids and V<sub>C</sub>

样品	沙枣黄酮	V <sub>C</sub>
诱导时间 (h)	10.99	8.96

制作用,但抑制效果与浓度的依赖关系不明显。黄酮对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌的最小抑菌浓度为1.0g/L;对枯草芽孢杆菌、青霉、毛霉、曲霉的最小抑菌浓度为1.5g/L。

表6 沙枣黄酮的抑菌圈直径(cm)

Table 6 Diameter of antibacterial circle of flavonoids (cm)

菌种	浓度 (g/L)						
	1.0	1.5	2	3	4	5	10
大肠杆菌	-	+	14.4	14.5	15.0	15.7	16.0
枯草芽孢杆菌	-	-	13.4	13.3	14.0	14.1	15.2
金黄色葡萄球菌	-	+	15.2	15.3	15.3	15.6	16.2
青霉	-	+	13.7	14.1	14.8	15.7	
曲霉	-	-	13.9	13.8	13.9	15.1	15.6
毛霉	-	+	14.2	14.3	15.2	15.6	

注:“+”表示有抑菌圈但不明显;“-”表示无抑菌圈。

### 3 结论

沙枣黄酮的最佳提取工艺条件为:料液比1:18、超声时间10min,乙醇浓度60%,超声功率320W。在此工艺条件下,黄酮得率为5.28%。各因素对黄酮得率影响的主次顺序为:料液比>乙醇浓度>超声功率>超声时间;对DPPH自由基清除效果与Rancimat实验表明,沙枣黄酮具有较强的抗氧化活性;且在同一浓度下,沙枣黄酮的抗氧化能力强于V<sub>C</sub>;沙枣黄酮对六种供试菌种都有一定的抑制效果,对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌的最小抑菌浓度为1.0g/L;对枯草芽孢杆

菌、青霉、毛霉、黑曲霉的最小抑菌浓度为1.5g/L。

### 参考文献

- [1] 中国科学院中国植物志编辑委员会. 中国植物志[M]. 北京:科学出版社,1983:41-42.
- [2] 黄俊华,买买提江. 新疆胡颓子属植物(*Elaeagnus*)分类探讨[J]. 植物研究,2005,25(3):268-271.
- [3] 麦合苏木·艾克木, 买尔旦·马合木提. 新疆沙枣提取物对实验性小鼠腹泻以及小肠推进功能的影响[J]. 新疆医学,2006,37(3):13.
- [4] 辛艳伟. 沙枣的开发和利用[J]. 安徽农业科学,2007,35(2):399-400.
- [5] 胡君萍,杨建华,王晓梅,等. 沙枣种子总酚的提取及纯化[J]. 食品科学,2010,31(12):123-126.
- [6] 杜瑞芳,王雨梅,刘卫东,等. 高效液相色谱法同时测定沙枣中槲皮素和异鼠李素的含量[J]. 时珍国医国药,2008,19(4):831-832.
- [7] 马彦芳. 沙枣叶中总黄酮的含量测定[J]. 西南民族大学学报:自然科学版,2006,32(6):1179-1180.
- [8] 王基云,姚遥,肖旭,等. 沙枣花黄酮成分的含量测定及其药理作用的初步研究[J]. 时珍国医国药,2010,21(4):812-814.
- [9] Si C L, Xu J, Wu L. Antioxidant flavonoids from bark of *Elaeagnus angustifolia*[J]. *Planta Medica*,2009,75(9):943-944.
- [10] 孙智达,石翠芳,杨尔宁,等. 沙枣果肉原花青素的提取、纯化及清除·OH能力初探[J]. 食品工业科技,2006,27(9):88-90.
- [11] 阎娥,石玉萍,王永宁,等. 沙枣叶中提取的黄酮化合物对羟基自由基的清除作用[J]. 青海大学学报,2006,24(3):65-67.
- [12] Cansev A, Sahan Y, Celik G. Chemical properties and antioxidant capacity of *Elaeagnus angustifolia* L. fruits[J]. *Asian journal of chemistry*,2011,23(6):2661-2665.
- [13] Dewanto V, Wu X, Adom KK. Thermal processing enhances the nutritional value of tomatoes by increasing total antioxidant activity[J]. *J Agric Food Chem*,2002,50(10):3010-3014.
- [14] Aruomaioi. Nutrition and health aspects of free radical sand antioxidants[J]. *Food Chemistry Toxic*,1994,32(7):671-683.
- [15] 胡传荣,谷文英. D-α-高生育酚抗氧化活性研究[J]. 中国油脂,2003,28(6):37-40.
- [16] 郝建平,刘兴宽,古练权,等. 贵州金丝桃精油成分及抗菌活性研究[J]. 中国药学杂志,2002,37(12):900-902.
- [17] 叶萍,何前军,高碧秀,等. 川椒精油抗常见细菌及真菌作用实验研究[J]. 现代预防医学,1997,24(1):17.

(上接第272页)

- [8] 王嗣,杜成林,唐文照,等. 板栗花的化学成分研究(I)[J]. 中草药,2004,35(10):1103-1104.
- [9] 俞秀玲. 花粉的活性成分[J]. 食品工业科技,2007,28(4):236-238.
- [10] 贾雅琼,常虹,周家华,等. 板栗花饮料的加工关键技术研究[J]. 食品工业,2011(9):22-24.

- [11] 尚雪波,帅鸣. 柑橘皮中果胶含量测定[J]. 湖南农业科学,2010(9):88-90.
- [12] Mirhosseini H, Tan C P, Aghlara A, et al. Influence of pectin and CMC on physical stability, turbidity loss rate, cloudiness and flavor release of orange beverage emulsion during storage[J]. *Carbohydrate Polym*,2008,73:83-91.