

黑莓果汁饮料生产流程中关键点的控制

曾荣妹^{1,2}, 罗旭雁², 韩琳^{1,2}, 谌永前^{1,2}, 吴广黔^{1,2}

(1.贵州省轻工业科学研究所, 贵州贵阳 550007;

2.贵州省果蔬精深加工工程研究中心, 贵州贵阳 550025)

摘要:为了保证黑莓果汁饮料成品的品质,对黑莓花色苷的稳定性及黑莓果汁饮料生产中三个关键控制点的工艺参数进行研究。采用感官品评、正交实验、方差分析及成品于38℃保温实验7d等方法,结果显示:随着加热温度的升高和时间的延长,黑莓汁花色苷含量下降速率增大;pH为2~3时黑莓花色苷较稳定;柠檬酸对实验结果的影响最大;最优的调配方案为柠檬酸0.15%,果葡糖浆5%,白砂糖4%,果胶0.05%;采用118℃/10s UHT、灌装温度大于85℃的生产工艺能很好的保存黑莓果汁饮料的色、香、味。为黑莓果汁饮料的生产提供了一套可行的工艺参数。

关键词:黑莓果汁饮料,花色苷,生产流程,关键控制点

The critical point control in the production process of blackberry fruit juice beverage

ZENG Rong-mei^{1,2}, LUO Xu-yan², HAN Lin^{1,2}, CHEN Yong-qian^{1,2}, WU Guang-qian^{1,2}

(1.Guizhou Provincial Light Industry Research Institute, Guiyang 550007, China;

2.Deep Processing of Fruits and Vegetables in Guizhou Province Engineering Research Center, Guiyang 550025, China)

Abstract:To ensure the quality of the blackberry juice, the stability of anthocyanin in blackberry juice and the parameters of three critical control points (CCP) in the production process of blackberry fruit juice were analyzed. After sensory evaluation, orthogonal experiment, variance analysis and incubation for 7 days at 38℃, the results indicated that with the increasing of heating temperature and prolonging of time, the descending rate of anthocyanin in blackberry juice increased. The anthocyanin in blackberry juice was stable when pH was 2~3. Citric acid had the greatest influence on experimental results. The optimal blending parameters were citric acid 0.15%, fructose syrup 5%, sugar 4% and pectin 0.05%. The color, flavor and taste of the blackberry fruit juice were well preserved with the production technique of 118℃/10s UHT and filling temperature above 85℃. It has provided a set of feasible parameters for the production of blackberry fruit juice.

Key words: Blackberry juice drink; anthocyanin; production process; critical control point

中图分类号: TS255.44

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2013)23-0247-04

黑莓 (Blackberry) 属蔷薇科悬钩子属植物, 浆果柔嫩多汁, 含有 20 种氨基酸和多种维生素, 尤其含有较高的超氧化物歧化酶 (SOD, 含量 1579~2151 μg/g) 和硒 (具有防癌作用, 含量 2.71 μg/g), 在各类水果中罕见^[1]。黑莓中还含有大量的花色苷类物质, 为紫红色, 是天然的食品着色剂。每 100g 黑莓果实中的花色苷含量为 67.4~230mg, 主要属于矢车菊类花色苷, 其中含量最多的矢车菊-3-O-葡萄糖苷的含量占到花色苷总量的 80% 以上^[2]。因黑莓柔软多汁, 成熟期在夏季, 且采摘期又过于集中, 鲜果的贮藏和运输都较困难, 因此黑莓果实主要依靠加工。据调查, 黑莓用于鲜食的不到 10%, 用于加工的在 90% 以上。研究开发黑莓果汁饮料不仅可提升黑莓的经济价

值, 而且可开发出一种既具有保健功能又具有经济价值的新型饮料。生产的黑莓瓶装饮料色泽紫红, 但是在生产过程中由于黑莓花色苷性质的不稳定, 会导致成品色泽的变化。本实验研究了黑莓汁花色苷的稳定性, 并对生产中几个关键控制点的工艺参数进行了优化, 旨在保证成品的质量稳定, 完善黑莓饮料生产工艺, 为黑莓饮料加工提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

黑莓 采自贵州北极熊生态农业有限公司黑莓示范园; 白砂糖 市售; 果葡糖浆、果胶、柠檬酸 食品级。

手持式糖度计 上海精密科学仪器有限公司; PHS-3C 型 PH 计 上海嘉鹏科技有限公司; 722 型分光光度计 上海第三分析仪器厂; 恒温水浴锅 上海实验仪器厂; 果汁生产线 上海本优机械有限公司。

1.2 实验方法

收稿日期: 2013-05-31

作者简介: 曾荣妹 (1965-), 女, 大学本科, 工程师, 研究方向: 食品工艺及新产品开发。

基金项目: 贵州省科技厅平台项目 (黔科合带帽字 [2008] 5004)。

1.2.1 花色苷含量的测定 黑莓汁花色苷的测定采用 pH 示差法进行^[3-4]。测定方法如下:取 2 个 10mL 容量瓶分别加入 1mL 黑莓提取液,分别用 pH1.0 缓冲液 [KCl(0.2mol/L):HCl(0.2mol/L) = 25:67(体积比)] 和 pH4.5 缓冲液 [NaAc(1mol/L):HCl(1mol/L):H₂O = 100:60:90(体积比)] 定容,避光静置 2h,分别检测波长为 520nm 和 700nm 处吸光值 A。花色苷含量按下列公式计算(结果以矢车菊-3-O-葡萄糖苷计):

$$\text{黑莓汁花色苷含量(mg/L)} = (A \times MW \times DF \times 1000) / (\epsilon \times l)$$

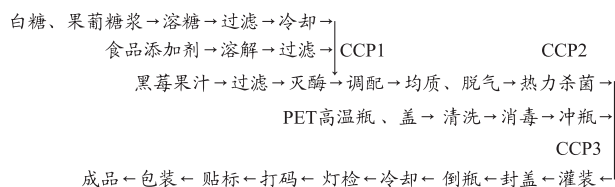
式中:A 为在 pH1.0 条件下检测波长为 520nm 处的吸光度(A_{520nm})与 700nm 处的吸光度(A_{700nm})之差减去 pH4.5 条件下检测波长 520nm 处的吸光度(A_{520nm})与 700nm 处的吸光度(A_{700nm})之差。MW 为矢车菊-3-O-葡萄糖苷的相对分子质量 449.2;DF 为稀释倍数 10;ε 为矢车菊-3-O-葡萄糖苷的摩尔消光系数 26900;l 为比色皿的光程长度。

1.2.2 黑莓花色苷热降解实验

1.2.2.1 不同温度的热降解实验 取 3 份等量的黑莓汁溶液,分别置于 70、80、90℃ 恒温水浴锅中保温,每 25min 取样一次,共取样 6 次,取出的样品立即用自来水冷却至 25℃ 后置于暗处待测。重复 3 次测定花色苷,取平均值。

1.2.2.2 不同 pH 的热降解实验 取 4 份等量黑莓汁溶液,用 10mol/L HCl 和 10mol/L NaOH 溶液将 pH 分别调至 2.0、3.0、4.0、5.0 后,用蒸馏水调为相同体积,置于 100℃ 恒温水浴锅中保温 10min,取样测定花色苷,取出的样品立即用自来水冷却至 25℃ 后置于暗处待测,重复 3 次,取平均值。另外取一份黑莓汁,用蒸馏水调为以上相同体积,不加热,测定花色苷含量,与以上样品作为对照样。

1.2.3 黑莓果汁饮料工艺流程



1.2.4 生产工艺流程操作要点简述

1.2.4.1 黑莓果汁过滤 用 200 目滤袋过滤果汁。

1.2.4.2 灭酶 把过滤的果汁预杀菌(75~80℃, 2min),泵到定容缸^[5]。

1.2.4.3 溶糖 用纯净水溶解白砂糖及果葡糖浆,加热至 80~85℃ 过滤,冷却后倒入定容缸内。

1.2.4.4 食品添加剂(柠檬酸、果胶)溶解 用少量白砂糖与果胶混合均匀,倒入高速乳化缸(有半缸水)内充分剪切 10min,过滤后泵至定容缸;用 50~60℃ 的纯净水溶解柠檬酸,过滤后在定容缸顶部倒入。

1.2.5 黑莓果汁饮料工艺流程关键点的控制

1.2.5.1 感官评分规则 选取 10 位品尝员对黑莓果汁饮料成品的口感、风味、色泽进行评价,口感 4 分,风味 3 分,色泽 3 分,总分 10 分,并按得分高低分为很喜欢(7.8~10.0 分)、较喜欢(6.0~7.8 分)、一般

(5.0~6.0 分)、较差(4.0~5.0 分)、差(<4.0 分)五个档次。

表 1 感官评分规则

Table 1 The rules of sensory evaluation

项目	评价	感官评分
口感	酸甜适中、清爽,口感好	3~4
	糖酸比适宜,较清爽,口感较好	2~3
	糖酸比不协调,入喉有酸的刺激感,口感一般	0~2
风味	具有黑莓特有的香味,清香爽口,无异味	2~3
	具有黑莓特有的香味,香味柔和,无异味	1~2
色泽	香味淡薄	0~1
	紫红色、有光鲜感	2~3
	紫红色暗淡,光泽较差	1~2
	色泽暗淡、无光泽	0~1

1.2.5.2 工艺流程关键点 1 (CCP1) - 黑莓果汁饮料调配参数的优化 实验方法:在容器中加入白砂糖、果葡糖浆(5%)、果胶、柠檬酸,250kg 处理过的黑莓原汁,用纯净水定容至 1000L,杀菌、灌装后观察成品的口感、色泽,稳定性。对果汁饮料进行感官评定,满分 10 分。

采用三水平三因素的正交设计进行优化,设计的正交实验如表 2。

表 2 黑莓果汁调配参数优化的实验因素水平表

Table 2 The experimental factor of the blending parameter optimization of blackberry juice

水平	因素		
	A 柠檬酸(%)	B 白砂糖(%)	C 果胶(%)
1	0.15	5	0.04
2	0.20	4	0.05
3	0.25	3	0.06

1.2.5.3 工艺流程关键点 2 (CCP2) - 杀菌 黑莓花色苷是热敏性物质,对热不稳定,长时间高温加热会使花色苷发生降解,生成无色的查尔酮,继而发生分子之间的聚合,使黑莓产生沉淀^[6]。实验方法:设置热力杀菌的杀菌参数为:80℃/20min,98℃/15s,108℃/15s,118℃/10s,观察成品在 38℃ 下进行 7d 保温实验后的感官品质,并进行感官评分。

1.2.5.4 工艺流程关键点 3 (CCP3) - 灌装 黑莓果汁饮料采用 PET 高温瓶无菌灌装,灌装后不再进行热力杀菌,故对灌装温度有一定的要求,保证产品达到商业无菌,在保质期内不发生变质。

实验方法:设置灌装温度 70、75、80、85、90℃,成品 38℃ 保温实验 7d 后,观察产品的口感、色泽、风味及有无腐败变质现象,并进行感官评分。

2 结果与讨论

2.1 加工工艺参数对黑莓花色苷的稳定性实验

一般来说,黑莓花色苷的稳定性都比较差,随着 pH 的增大,黑莓汁的颜色由红色逐渐变为蓝色,在

酸性条件下为稳定的红色;而温度也是影响花色苷降解的重要因素,加热通常导致花色苷降解或聚合从而褪色^[7-9]。L-抗坏血酸及 H₂O₂ 对花色苷起着褪色作用,在生产果汁的洗瓶及设备的消毒工序中要减少 H₂O₂ 的残留量^[10]。

2.1.1 pH对黑莓果汁花色苷的影响 花色苷的特征性质即色调及稳定性受pH变化的影响较大,从图1可以看出,在相同的加热条件下,黑莓果汁花色苷的含量随着pH的增大而减小,pH为2、3时花色苷较稳定,所以黑莓果汁产品的pH应控制为2~3之间。

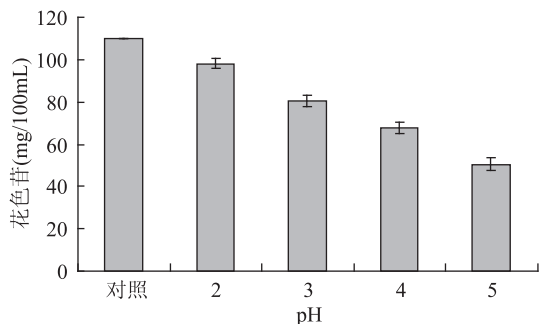


图1 不同pH条件下黑莓汁花色苷含量的变化

Fig.1 The change of anthocyanin content in blackberry juice under different pH conditions

注:加热条件为100℃、10min,“对照”为未加热的黑莓汁。

2.1.2 加热对黑莓果汁花色苷的影响 花色苷是一种热敏性的物质,根据国内外对果蔬中花色苷热降解动力学的研究表明,其热降解动力学符合一级反应的动力学规律^[11]。

根据 Arrhenius 方程, $C/C_0 = e^{-kt}$; $\ln(C/C_0) = -kt$

式中:C为黑莓汁加热后花色苷的浓度,C₀为黑莓汁加热前花色苷的初始浓度,k为热降解反应速率常数,t为反应时间。

由图2可以发现,随着温度的升高,黑莓果汁中花色苷含量下降速率增大,黑莓花色苷随加热时间的延长,含量下降。在三个不同的温度下,黑莓果汁花色苷含量随保温时间的变化表现出较好的线性关系,表明黑莓果汁中花色苷的热降解动力学也遵循一级反应动力学的规律。

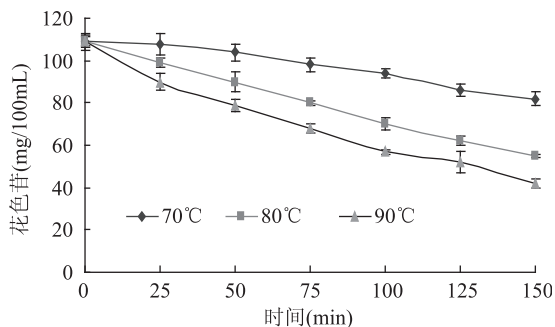


图2 黑莓果汁中花色苷的热降解曲线

Fig.2 The thermal decomposition curves of anthocyanin in blackberry juice

2.2 黑莓果汁调配实验参数优化结果

黑莓果汁的呈色物质为花色苷色素,它也是黑

莓的生物活性物质^[12],赋予黑莓特有的色泽,但其色调会随pH变化,在强酸性环境中,花色苷主要呈稳定的红色。果胶及白砂糖、果葡糖浆对花色苷有一定的保护作用^[13]。黑莓果价格较高,又有保健功能,制作的功能性饮料是针对中老年顾客群饮用,要求饮料的口感偏酸,但糖酸比协调,酸甜适口,入口清爽,成品的色泽应为紫红色,具有黑莓的特有风味。柠檬酸、果葡糖浆、白砂糖、果胶加入量对产品的口感及色泽、稳定性起决定性的作用。

黑莓果汁正交实验^[14]方案及结果见表3。

表3 黑莓果汁正交实验方案及结果

Table 3 The scheme and results of orthogonal experiment of blackberry juice

实验号	A	B	C	感官评分
1	1	1	1	8.000
2	1	2	2	8.500
3	1	3	3	7.100
4	2	1	2	7.300
5	2	2	3	7.500
6	2	3	1	7.000
7	3	1	3	6.500
8	3	2	1	7.200
9	3	3	2	6.700
k ₁	7.867	7.267	7.400	
k ₂	7.267	7.733	7.500	
k ₃	6.800	6.933	7.033	
极差	1.067	0.800	0.467	

从表3、表4可以看出,最优的调配方案为A₁B₂C₂,即柠檬酸0.15%,果葡糖浆5%,白砂糖4%,果胶0.05%,影响实验结果的主次因素为柠檬酸>白砂糖>果胶,因素柠檬酸影响实验结果最显著。

表4 黑莓果汁方差实验表

Table 4 The variance analysis of blackberry juice

因素	偏差平方和	自由度	F比	F临界值	显著性
柠檬酸(%)	1.716	2	2.208	4.460	**
白砂糖(%)	0.969	2	1.247	4.460	*
果胶(%)	0.362	2	0.466	4.460	
误差	3.11	8			

注:**极显著,p<0.01;*显著,p<0.05。

2.3 杀菌工艺参数的制定

从表5可以看出,综合考虑各种因素,采用118℃/10s UHT(超高温瞬间灭菌)的方法能很好的保存黑莓果汁的色、香、味,又能达到长期保存的目的。混浊果汁采用高温短时杀菌的生产工艺,是因为混浊果汁加热时间过长容易产生熟味,而且色泽和香味损失也比较大。

2.4 灌装温度工艺参数的制定

从表6可以看出,灌装温度必须高于85℃,产品才可以长期保存。

表5 黑莓果汁杀菌工艺参数优化

Table 5 The parameter optimization of sterilization technique of blackberry juice

序号	温度/时间	保温实验结果	口感	感官评分
1	80℃/20min	变质,色泽暗	有异味	3.3
2	98℃/15s	少量变质,色泽较好	少量有异味	3.9
3	108℃/15s	无腐败象征,色泽较好	果味纯正、无异味、甜酸适口	7.9
4	118℃/10s	无腐败象征,色泽佳	果味纯正、无异味、甜酸适口	8.6

表6 黑莓果汁灌装温度工艺参数优化

Table 6 The parameter optimization of filling temperature technique of blackberry juice

序号	灌装温度(℃)	保温实验结果	感官评分
1	70	腐败,变质	1.0
2	75	腐败,变质	1.5
3	80	部分腐败,变质	3.5
4	85	色泽紫红,有果香味,无腐败象征	8.5
5	90	色泽紫红,有果香味,无腐败象征	8.5

3 结论

3.1 在黑莓果汁饮料生产中有三个 CCP(关键控制点),即黑莓果汁调配工艺参数、杀菌工艺参数、灌装温度。在这三个生产过程中黑莓花色苷的稳定性是必须优先考虑的因素,实验研究证实:随着加热温度的升高和时间的延长,黑莓果汁花色苷含量下降速率增大,其降解遵循一级化学反应动力学的规律;pH也是影响黑莓汁花色苷稳定性的重要因素,pH通过影响花色苷分子结构的存在形式而使其色泽发生变化,同时引起有色化合物的降低^[15]。研究表明 pH2~3 时花色苷较稳定,所以黑莓果汁产品的 pH 应控制在 2~3 之间。

3.2 通过感官品评、正交实验及方差分析,黑莓果汁调配参数优化结果显示,各因素影响实验结果的主次为柠檬酸>白砂糖>果胶,即柠檬酸对实验结果的影响最大。最优的调配方案为柠檬酸 0.15%,果葡糖浆 5%,白砂糖 4%,果胶 0.05%。

3.3 成品于 38℃ 保温实验 7d 后进行感官评分,再综合考虑各种因素,表明:采用 118℃/10s UHT、灌装温度不低于 85℃ 的生产工艺能很好的保存黑莓果汁的色、香、味,又能达到长期保存的目的。

(上接第 246 页)

测定[S].北京:中国标准出版社,1999.

[12]北京市食品酿造研究所,佛山市海天调味食品有限公司,烟台欣和味达美食有限公司.GB/T 24399-2009 黄豆酱[S].北京:中国标准出版社,2009.

[13]中国食品发酵工业研究院.GB 8276-2006 糖化酶制剂[S].北京:中国标准出版社,2006

[14]张晓鸣.食品感官评定[M].北京:中国轻工业出版社,2006.

参考文献

- [1]李维林,孙醉君,郑海燕.黑莓鲜果及其加工品的营养成分[J].天然产物研究与开发,1997,10(1):55-59.
- [2]张丽霞,周剑忠,顾振新,等.黑莓汁花色苷热降解动力学及降解机理[J].江苏农业学报,2011,27(5):1111-1116.
- [3]Jungmin L, Christopher R, Ronalde W. Correlation of two anthocyanin quantification methods: HPLC and spectrophotometric methods [J]. Food Chemistry, 2008, 110(3): 782-786.
- [4]Ronald EW, Robertw D, Jungminl. Tracking color and changes in anthocyanin products [J]. Trends in Food Science & Technology, 2005, 16: 423-428.
- [5]邵长富.软饮料工艺学[M].北京:中国轻工业出版社,1994.
- [6]田金辉.黑莓果汁的研制[D].无锡:江南大学,2006.
- [7]焦中高,刘杰超,王思新.黑莓红色素抗氧化活性的研究[J].食品科技,2003(8):83-85.
- [8]卢钰,董现义,杜景平,等.花色苷研究进展[J].山东农业大学学报,2004,35(2):315-320.
- [9]辛修锋,余小林,胡卓炎.杨梅澄清汁及浓缩汁中花色苷热降解动力学的研究[J].农业工程学报,2007,24(9):251-255.
- [10]王小敏,吴文龙,赵慧芳,等.黑莓原果汁中色素的光热稳定性与保护技术研究[J].江苏农业科学,2008,5:223-227.
- [11]励建策,岑沛霖, Joyce DC. 杨梅汁内花色苷热降解动力学研究[J].科技通报,2002,18(1):1-5.
- [12]钱骅,张卫明,赵伯涛.黑莓果蔬汁加工工艺研究[J].食品科技,2006(9):186-189.
- [13]王卫东,许时婴.黑莓清汁贮藏期间二次沉淀的研究[J].食品工业科技,2010,31(4):162-165.
- [14]章银良.食品与生物实验设计与数据分析[M].北京:中国轻工业出版社,2010.
- [15]马自超,庞业珍.天然色素化学及生产工艺学[M].北京:中国林业出版社,1994.
- [15]孟发宝.影响酱油中氨基酸态氮含量的因素[J].中国调味品,2008(6):29-30.
- [16]杨柳,孙汉巨,沈周龙,等.银杏豆酱发酵工艺条件优化[J].食品科学,2011,32(增刊):179-183.
- [17]李红玫,刘忠华.豆瓣酱发酵工艺的优化[J].中国调味品,2012,37(6):65-70.
- [18]曹宝忠,苏迎会,赵小稳.影响酱类质量因素及技术改进探讨[J].中国酿造,2010(1):115-118.