齐兵,赵慧博,赵慧敏,等.均质条件对核桃乳稳定性的影响 [J]. 食品工业科技,2021,42(7):201-207. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2020060227

QI Bing, ZHAO Huibo, ZHAO Huimin, et al. Effect of Homogenization Conditions on Stability of Walnut Milk[J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(7): 201–207. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2020060227

・工艺技术・

均质条件对核桃乳稳定性的影响

齐 兵12,赵慧博1,赵慧敏1,徐 姗1,李喜层1,吴彦兵1,耿 会1,葛冬雪1,夏君霞12.*

(1.河北养元智汇饮品股份有限公司,河北衡水 053000;

2.河北省核桃饮品技术创新中心,河北衡水 053000)

摘 要:利用 Mastersizer 3000 激光粒度分析仪和 Turbiscan 稳定性分析仪,通过分析粒径分布图、平均粒径 D[4,3] 大小、背散射光曲线图以及稳定性指数 TSI 曲线,研究了均质工艺条件对核桃乳稳定性的影响,结果表 明,均质压力、均质温度、均质次数对核桃乳的粒径和稳定性均有明显影响。通过单因素实验,最终优化得到适 宜的均质压力为 40 MPa,均质温度为 70 ℃,均质次数为 2次。在此均质条件下,核桃乳产品的平均粒径 D[4,3] 达到 (26.18±0.75) μm,整体稳定性指数 TSI 为 0.8。本研究方法可以为核桃乳产品开发及工艺研究提供一 定的参考。

关键词:核桃乳,均质条件,粒径,稳定性

中图分类号:TS201.1 文献标识码: B DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2020060227 文章编号:1002-0306(2021)07-0201-07

Effect of Homogenization Conditions on Stability of Walnut Milk

QI Bing^{1,2}, ZHAO Huibo¹, ZHAO Huimin¹, XU Shan¹, LI Xiceng¹, WU Yanbing¹, GENG Hui¹, GE Dongxue¹, XIA Junxia^{1,2,*}

(1.Hebei Yangyuan Zhihui Beverage Co., Ltd., Hengshui 053000, China;2.Hebei Province Walnut Beverage Technology Innovation Center, Hengshui 053000, China)

Abstract: Mastersizer 3000 laser particle size analyzer and Turbiscan dispersion analyzer was used to study the effects of homogenization conditions on stability of walnut milk, by analyzing the particle size distribution, average particle size, backscatter spectra, and stability index curves. The results showed that the homogenization pressure,temperature, and times had significant effect on the stability of walnut milk. According to single factor experiment, the optimum conditions were as follows: pressure 40 MPa, temperature 70 $^{\circ}$ C and repeated for twice. Under this condition the average particle size was (26.18±0.75) µm and the TSI was 0.8. This research would provide a reference method for the development and technology research of walnut milk.

Key words: walnut milk; homogenization condition; paticle size; stability

核桃仁中富含优质蛋白、不饱和脂肪酸、维生素 和矿物质等营养成分,具有很高的营养价值^[1-3]。核 桃乳是以核桃仁为主要原料,添加其他辅料、食品添 加剂,经加工、调制后制成的植物蛋白饮料。由于核 桃乳饮料体系主要以水为分散介质,以蛋白、脂肪为 主要分散相的乳浊液,具有热力学不稳定性,因此,在 核桃乳的加工和贮藏过程中会出现脂肪上浮和蛋白 沉淀^[4],影响产品的感官和质量。 Stocks 定律认为, 流体粒子的沉降速度与粒子 的半径有关, 粒子的半径越小, 沉降速度越小, 体系的 稳定性越高, 而高压均质正是一种有效降低颗粒粒径 的方法^[5-8], 通过对核桃仁中的脂肪、纤维、蛋白等大 颗粒物质产生撞击、爆破和剪切力等作用^[9], 降低单 颗粒的体积和质量, 使颗粒分散, 使脂肪和蛋白等微 细化、均匀化, 降低乳液的粒径, 解决脂肪上浮和蛋 白质下沉的问题, 提高产品的稳定性^[10-12]。目前, 企

收稿日期: 2020-06-18

基金项目:河北省科技厅科技研发平台建设专项(199676203H)。

作者简介:齐兵(1987-),女,硕士研究生,工程师,研究方向:农产品加工及贮藏工程,E-mail:qibing19870717@126.com。

^{*}通信作者:夏君震(1975-),女,本科,高级工程师,研究方向:食品科学与工程,E-mail:yangyuanshengjibu@hbyangyuan.com。

业针对核桃乳均质工艺条件的优化,大都通过目测观 察不同均质条件的产品稳定性,进行分析判断,该方 法周期长,且结果具有很强的主观性。本研究旨在利 用 Mastersizer3000 激光粒度分析仪和 Turbiscan 稳 定性分析仪,通过研究核桃乳粒径分布图及稳定性指 数曲线,更加准确、快速地筛选出适宜的均质条件, 并为核桃乳产品开发、工艺优化提供更加科学高效 的参考方法。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

核桃仁 河北养元智汇饮品股份有限公司; 白砂 糖 广西农垦糖业集团; 碳酸钠 食品级, 唐山三友 化工股份有限公司; YY 0244 复配乳化增稠剂 丹 尼斯克(中国)投资有限公司; 氢氧化钠 食品级, 天 津坤鹏化工有限公司。

SG400 型实验室乳化机 上海尚贵流体设备有限公司; JMS-80A 胶体磨 廊坊市惠友机械有限公司; GYB60-6S 高压均质机 上海市东华高压均质机 厂; TW-PB3X5L 恒温加热水浴槽、TW-CPB3X5L 恒温冷却水浴槽 上海沃迪自动化装备股份有限公司; METTLER TOLED0 型 pH 计 梅特勒-托利仪 器有限公司; HENC 实验室搅拌机-HW30 上海恒 川机械设备有限公司; AL204/01 电子分子天平 梅 特勒-托利多仪器(上海)有限公司; XT-FGJ100S 型 手动封盖机 广州市喜泰包装设备有限公司; LDZM-60KCS 立式压力蒸汽灭菌器 上海市申安医 疗器械厂; Turbiscan Lab 分散稳定性分析仪 北京 朗迪森科技有限公司; Master sizer 3000 激光粒度分 析仪 英国马尔文仪器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 核桃乳加工工艺 核桃仁→碱液去皮→磨浆→ 溶解辅料→调配定容→均质→灌装→灭菌→冷却→ 成品

1.2.2 操作要点 将挑拣好的核桃仁利用浓度为 2.5‰~2.9‰的碱性溶液进行脱皮处理后,用自来水冲 洗至水澄清;然后将去皮核桃仁倒入胶体磨上方漏 斗,加入 80 ℃ 热水进行磨浆。核桃仁:水按质量比 1:4 的比例;同时将称量好的白砂糖、复配乳化增稠 剂分别用 70~80 ℃ 的热水溶解,在糖罐和辅料罐中 搅拌 10 min;再将溶解好的辅料及核桃浆液打入定 容罐,定容至 5 t;并利用高压均质机在压力 20~ 60 MPa,温度 40~80 ℃ 下进行均质;最后,封盖完成 后放入灭菌锅中,按 121 ℃、15 min 进行灭菌。

1.2.3 均质工艺实验 在配料及其他制备工艺相同情况下,依次对均质压力、均质温度和均质次数进行优化实验,考察不同均质条件对于核桃乳粒径分布及稳定性的影响。

1.2.3.1 均质压力对核桃乳粒径分布及稳定性的影响 在均质温度为 70 ℃、均质次数为 2 次的条件下, 考察均质压力 20、30、40、50、60 MPa 对产品粒径 分布及稳定性的影响。

1.2.3.2 均质温度对核桃乳粒径分布及稳定性的影响 在均质压力为 40 MPa、均质次数为 2 次的条件

下,考察均质温度 40、50、60、70、80 ℃ 对产品粒径 分布及稳定性的影响。

1.2.3.3 均质次数对核桃乳粒径分布及稳定性的影响

在均质压力为 40 MPa、均质温度为 70 ℃ 的条件 下,考察均质次数 1、2、3、4 次对产品粒径分布及稳 定性的影响。

1.2.4 粒径分析 Mastersizer 3000 激光粒度分析仪 是根据颗粒能够使激光产生散射这一物理现象来检 测样品,样品的粒径分布图由电脑分析得出,利用粒 径分布图来预测产品的稳定性帮助分析体系结 构^[13]。参数设置^[14]:颗粒折射率为 1.52,颗粒吸收率 为 0.01,分散剂为去离子水,分散剂折射率为 1.33; 样品的平均粒径用 D[4,3] 值表示,平均粒径越小,表 明产品中蛋白质颗粒和脂肪球越小,分布越均匀,证 明产品稳定性越好^[15]。

1.2.5 Turbiscan 稳定性分析测定 Turbsican 稳定分析法基于反射物理模型, 是检测乳状液稳定性的一种新方法, 可直观、快速、准确地反映出乳化体系的变化趋势^[16]。采用 Turbiscan Lab 分散稳定性分析 仪对核桃乳的稳定性进行分析。通过检测样品的透射光和背散射光的光强值变化, 反映样品的稳定性^[17]。

测试过程:将待测样品放入测量池,装液量为 20 mL,选取背散射光对样品进行分析,通过扫描模 式进行测量,探头从样品池的底部到样品池的顶部每 隔 40 µm 测量一次,完成样品池从底部到顶部的测 量称为 1 次扫描。设定样品扫描时间为 24 h,扫描 间隔为 1 h,测试温度恒定为 25 ℃^[18]。以初次扫描 数据为 0 起始线,随着时间增加,样品内体系发生变 化,与原起始线偏离越大,稳定性越差,反之则稳定性 越好。稳定性动力学指数(TSI)曲线反映样品在整个 扫描时间内浓度和颗粒粒径的变化幅度的综合情况, TSI 变化幅度越小,稳定性动力学指数越小,说明体 系越稳定^[19-21]。

1.3 数据处理

每个实验重复 3 次,实验结果以平均值±标准差 (\overline{X} ±SD)表示,采用 SPSS19.0 统计软件进行单因素 方差分析(ANOVA),显著性差异水平(P<0.05),采 用 Microsoft Excel 2007 绘图。

2 结果与分析

2.1 均质压力对核桃乳粒径分布和稳定性的影响

2.1.1 均质压力对粒径分布的影响 不同均质压力对 核桃乳粒径分布影响如图 1 所示,所有样品均呈现 出双峰分布,且随着均质压力的增加,粒径分布曲线 整体向低粒径区域移动,均质压力升高至 40 MPa 以

Fig.1 Effect of homogenization pressure on particle size distribution

上,继续提升均质压力,核桃乳粒径分布曲线变化不大。从图 2 可以看出,随着均质压力增加,核桃乳平均粒径 D[4,3] 逐渐减小,均质压力达到 40 MPa 时,核桃乳的平均粒径 D[4,3] 达到(72.84±1.20)µm,这表明通过均质阀的剪切作用,核桃浆液中的大颗粒物质,被粉碎成较小的颗粒^[22]。继续增大均质压力平均粒径 D[4,3] 无显著减小(P>0.05)。

2.1.2 均质压力对核桃乳稳定性的影响 背散射光谱 图反映的是不同扫描时间变化下,背散射光强度随样 品高度的变化关系,以样品初始值为对照,样品与之 的差值(变化率, ΔBS)可以反映体系浓度的变化,



 ΔBS 值随着体系浓度的增加而变大,由于 ΔBS 值越 小,体系越稳定, ΔBS 值越大,体系越不稳定^[23-25]。

从背散射光谱图(图 3)可以看出,静置扫描过程 中,样品顶部 38~42 mm 处出现高峰,底部 0~5 mm 处出现凹峰,说明核桃乳体系顶部有聚集层,底部有 少量析水层。均质压力由 20 MPa 增加到 40 MPa 时,底部 ΔBS 值逐步由-10% 减小到-5%,继续增加



Fig.3 Backscatter spectra of different homogenization pressure samples

压力底部 ΔBS 值基本不再变化。均质压力超过 40 MPa后,样品顶部高峰宽度明显减小,峰宽越小, 说明聚积层厚度越小[18],这主要是由于提高均质压 力,有效减小了脂肪球的粒度,进而改善了顶部脂肪 的聚集情况。

从整体 TIS 指数曲线(图 4)可看出,在测试周期 内,随着均质压力的增加,TSI指数逐渐减小,核桃乳 稳定性也越好。均质压力达到 40 MPa 后, TSI 指数



















曲线的斜率明显变小,扫描 22 h时,均质压力由 20 MPa增加至 40 MPa,整体 TSI由 3.1 减小到 1.9,继续增加压力,TSI变化不大。结合背散射光谱 图及粒径分析结果,选择均质压力为 40 MPa。

2.2 均质温度对核桃乳粒径分布和稳定性的影响

2.2.1 均质温度对粒径分布的影响 从图 5 可以看出,所有样品均呈现双峰分布。均质温度在 40 和 50 \degree 时,粒径主要分布在 0.6~8 和 20~300 µm 范围 内;当温度升至 60 \degree 时,粒径分布曲线整体向低粒 径区域移动,粒径分布主要范围为 0.1~0.6 和 20~200 µm,由此说明,均质温度对样品的粒径分布 有一定影响。从图 6 可以看出,核桃乳的平均粒径 D[4,3] 随着温度的升高,呈逐渐减小的趋势,温度由 60 \degree 升高至 70 \degree 时,平均粒径 D[4,3] 由 59.69±0.95 µm 下降至 47.41±0.78 µm,温度再继续 升高至 80 \degree ,平均粒径 D[4,3] 与 70 \degree 时无显著性 差异(*P*>0.05)。

2.2.2 均质温度对核桃乳稳定性的影响 从背散射光 谱图(图 7)可以看出,均质温度升高底部凹峰的 ΔBS 峰值变化不明显,说明均质温度对于核桃乳底 部吸水层无明显影响。随着由均质温度 40 ℃ 升高 至 80 ℃,顶部高峰 ΔBS 值呈明显减小趋势,均质温 度 80 ℃,顶部高峰 ΔBS 值下降至 22%,从背散射光 图片顶部呈现的高峰可以看出,均质温度由 40 ℃ 升 高至 70 ℃,顶部峰宽呈显著减小趋势,表明随着均 质温度的升高,顶部聚积脂肪层厚度和浓度明显减 小,而均质温度 80 ℃ 时,顶部高峰峰宽与 70 ℃ 相 比差异不明显。

从整体 TIS 指数曲线(图 8)可看出, 在测试周期 内,随着均质温度的升高, TSI 指数逐渐减小。均质 温度达到 70 ℃ 后, 扫描 22 h 时, 整体 TSI 减小到 1.5; 均质温度 80 ℃, TSI 指数为 1.5, 且均质温度 80 ℃ 的整体 TSI 曲线斜率逐渐增大, 说明其稳定性 呈现变差趋势。因此, 选择适宜的均质温度为 70 ℃。



2.3 均质次数对核桃乳粒径分布和稳定性的影响

2.3.1 均质次数对粒径分布的影响 从图 9 可以看 出,与1 次均质相比,2 次均质的粒径分布曲线整体 向低粒径分布区域移动,并且粒径分布在 800 μm 处 的峰已经消失,说明通过2次均质,对于核桃乳中大颗粒细化作用明显,这是由于均质对核桃乳中的脂肪、纤维、蛋白等大颗粒物质产生撞击、爆破和剪切力等作用,会使其颗粒直径减小,降低单颗粒的体积和质量,使颗粒分散^[26]。均质3次和均质4次的粒径分布曲线与2次均质基本重合。



如图 10 所示, 经 1 次均质核桃乳产品平均粒径 D[4,3] 为(49.12±1.02)µm, 经过 2 次均质后, 平均粒 径 D[4,3] 达到(26.18±0.75)µm, 显著减小(P<0.05)。 继续增加均质次数, 产品的平均粒径 D[4,3] 变化不 显著(P<0.05)。这表明 2 次均质可以达到通过均质 工艺降低产品颗粒大小的目的^[27]。





2.3.2 均质次数对核桃乳稳定性的影响 从背散射光 谱图(图 11)可以看出,经过 2 次均质工艺的核桃乳 顶部高峰 ΔBS 值下降到 18%,明显低于均质 1 次的 核桃乳样品,这主要是因为均质可以使核桃乳中蛋白 质和脂肪颗粒大小及分布更加均一^[28]。均质 3 次, 顶部高峰 ΔBS 值与 2 次均质一致,均质 4 次,顶部 高峰 ΔBS 值下降至 17%,但峰宽变大,说明产品顶 部脂肪浓度降低减小,但厚度增加。

从整体 TIS 指数曲线(图 12)可看出,均质次数 增加,整体 TSI 指数曲线整体下移,相比较于 1 次均 质,经过 2 次均质的核桃乳样品整体 TSI 由 1.5 减小 到 0.8,但继续增加均质次数,TSI 指数减小不明显, 且均质 4 次的 TSI 指数曲线的斜率反而变大,说明 体系稳定性有变差的趋势,这可能是由于过度均质造 成脂肪球粒径过小,总界面积较大,使脂肪球容易发 生互相聚集而产生上浮现象,综上所述,均质次数 2 次较佳。



Fig.11 Backscatter spectra of different homogenization times samples



3 结论

通过利用 Mastersizer 3000 激光粒度分析仪和 Turbiscan 稳定性分析仪,研究了均质压力、温度、次 数等不同均质条件对核桃乳粒径分布和稳定性的影 响,优化得到的均质条件为:均质压力40 MPa、均质 温度 70 ℃、均质 2 次,且在该工艺条件下,测定得到 的平均粒径 D[4,3] 达到(26.18±0.75)µm,整体稳定 性指数 TSI 为 0.8。采用 Turbiscan稳定性分析仪, 结合激光粒度分析仪,通过分析产品的粒径分布、背 散射光谱图以及稳定性指数曲线,能够快速准确地判 断出产品体系的稳定性,为优化核桃乳工艺条件和判 定体系稳定性的研究提供了参考方法。

参考文献

[1] 潘学军,张文娥,李琴琴,等.核桃感官和营养品质的主成分 及聚类分析[J]. 食品科学,2013,34(8):195-198.

[2] Abbott J A, Lu R. Anisotropic mechanical properties of apples[J]. Trans of the ASAE, 1996, 4(39): 1451–1459.

[3] 余少华, 李亚平, 程卫东. 新疆薄皮核桃果仁去皮技术的研究[J]. 中国食品添加剂, 2019(3): 85-88, 99.

[4] 赵燕. 植物蛋白饮料稳定性的研究进展[J]. 饮料工业, 2009(1):5-7,9.

[5] 郑其良, 钱志伟. 斯托克斯 (Stokes) 定律在混浊型饮料中的 应用[J]. 饮料工业, 1998, 1(1): 24-26.

[6] R A Wilbey. Homogenization of milk: Principles and mechanism of homogenization, effects and assessment of efficiency: Valve homogenizers[M]. Pittsburgh: Academic Press, 2011: 750–754.

[7] M Brack F Sedlmeyer, B Rademacher, U Kulozik. Effect of protein composition and homogenisation on the stability of acidified milk drinks[J]. International Dairy Journal, 2004(14): 331–336.

[8] Mc Clements D J. Emulsion design to improve the delivery of functional lipophilic components[J]. Annual Review of Food Science and Technology, 2010, 1(1): 241–269.

[9] 郭丽, 王鹏, 赵东江, 等. 高压均质对大豆 β-伴球蛋白结构及功能特性的影响[J]. 食品科学, 2011, 32(19): 83-87.

[10] Floury U J, Desrumaux A, Lardires J. Effect of highpressure homogenization on droplet size distributions and rheological properties of model oil-in-water emulsions[J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2000, 1: 127–134.

[11] Poliseli-Scopel F H, Hernandez-Herrero M, Guamis B, et al. Comparison of ultra high pressure homogenization and conventional thermal treatments on the microbiological, physical and chemical quality of soymilk[J]. Food Science and Technology, 2011, 46(1): 42–48.

[12] Akihiron. The stabilizing behaviour of soybean soluble polysaccharide and pectin in acidified milk beverages[J].

International Dairy Journal, 2006, 16: 361-369.

[13] 莫蓓红,钱钊,王燕,等.粒径分析法研究含乳果汁的稳定性[J]. 乳业科学与技术,2003(3):106-111.

[14] 李萌萌, 吕长鑫, 杨华, 等. 粒径分析法优化均质及杀菌工 艺对红树莓乳饮料稳定性影响[J]. 食品工业科技, 2014, 35(13): 229-232.

[15] 夏君霞, 齐兵, 赵慧博, 等. 牛奶咖啡饮料的稳定性研究[J]. 中国食品添加剂, 2020, 31(3): 92-100.

[16] Fioramonti S A, Martinez M J, Pilosof A M R, et al. Multilayer emulsions as a strategy for linseed oil microencapsulation: Effect of pH and alginate concentration[J]. Food Hydrocolloids, 2015, 43: 8–17.

[17] 姚奎章, 齐兵, 路敏, 等. 核桃乳酶解工艺及稳定性研究[J]. 现代食品科技, 2016, 32(8): 259-264.

[18] 吕长鑫,李萌萌,徐晓明,等.利用 Turbiscan 稳定性分析仪 检测紫苏酸性乳饮料乳化稳定性[J].中国食品学报,2014, 14(4):239-245.

[19] 王蔚瑜,周雪松,钟秀娟,等.利用 Turbiscan Lab 分散稳定 性分析仪研究灭菌型褐色饮料稳定性[J].中国食品添加剂, 2016(2):137-140.

[20] 王成祥,刘辉,段胜林,等.应用快速稳定性分析方法研究 增稠剂对燕麦饮料稳定性的影响[J].食品与发酵工业,2018, 44(3):253-259.

[21] 钟秀娟, 张多敏, 周雪松, 等. 应用 Turbiscan LAB 型分散稳

定分析仪对红枣豆奶稳定性的分析研究[J]. 食品科技,2011(2): 86-89.

[22] 刘孝平,刘路,鲁炫池,等.不同高压均质条件对罗望子浊 汁稳定性及抗氧化活性的影响[J].食品发酵与工业,2020, 46(4):125-130.

[23] 白洁, 彭义交, 李玉美, 等. 基于 Turbiscan 稳定性分析仪技 术研究微细化处理在燕麦豆乳中的应用[J]. 食品工业科技, 2015, 36(13): 108-112.

[24] Zhao J, Xiang J, Wei T, et al. Influence of environmental stresses on the physicochemical stability of orange oil bilayer emulsions coated by lactoferrin-soybean soluble polysaccharides and lactoferrin-beet pectin[J]. Food Research International, 2014, 66: 216–227.

[25] Fioramonti S A, Perez A A, Aringoli E E, et al. Design and characterization of soluble biopolymer complexes produced by electrostatic self-assembly of a whey protein isolate and sodium alginate[J]. Food Hydrocolloids, 2014, 35: 129–136.

[26] 徐伟, 王贵新. 均质对毛酸浆果汁稳定性的影响及其粒径 形态表征[J]. 食品科学, 2016, 37(4): 68-72.

[27] 汪丽萍,朱亚婧,冯叙桥,等.均质工艺对燕麦浆稳定性影响的研究[J]. 食品工业科技,2014,35(18):324-327.

[28] 左锋,关琛,董洋洋,等.提高全脂核桃乳稳定性生产工艺研究[J].农产品加工(学刊),2014(16):22-24.