

稳定剂的复配对酸乳饮料稳定性的影响

罗玲泉

(光明乳业股份有限公司技术中心武汉研究所,湖北 武汉,430040)

摘要 在对果胶、CMC(羧甲基纤维素)、PGA(藻酸丙二醇酯)3种稳定剂单体影响酸乳饮料稳定性单因素试验基础上,采用 Box-Behnken 设计进行稳定剂的复配。试验结果表明,3种稳定剂在控制酸乳饮料稳定性的单一临界添加量分别为 0.2%、0.25%、0.25%;复配时最佳添加量分别为 0.056%、0.050%、0.055%,总的添加量为 0.161%时,酸乳饮料的离心率得最小值为 3.39%。

关键词 稳定剂,酸乳饮料,离心率,添加量

酸性乳饮料是含乳饮料的一种,按照其加工工艺的不同可以分为发酵型和调配型。酸乳饮料属于发酵型酸性乳饮料,它是以鲜乳或乳粉为原料,经杀菌、冷却、接种乳酸菌发酵剂培养发酵,然后经过适当的稀释和调配而制成。酸乳饮料的 pH 值一般在 3.8~4.2,而乳蛋白中 80%是酪蛋白,酪蛋白的等电点为 4.6,因此酸乳饮料中的酪蛋白处于高度不稳定状态,容易发生分层和沉淀现象,从而影响到产品的稳定性^[1]。工业上除了通过对原料奶、水质、工艺流程等进行相关控制以提高酸乳饮料稳定性外,最主要的也是最关键的提高酸乳饮料稳定性的方法就是适当添加稳定剂。常用于酸乳饮料的稳定剂单体有许多种,如 CMC、黄原胶、卡拉胶、果胶、PGA 等,但在酸乳饮料的实际生产中,往往使用复合稳定剂来增加产品的稳定性,以便充分利用各种稳定剂单体之间的协同交互作用以减少稳定剂的用量、降低生产成本,同时可以避免某种稳定剂添加量过大而影响酸乳饮料的风味及口感^[2]。试验主要研究了果胶、CMC(羧甲基纤维素)、PGA(藻酸丙二醇酯)3种稳定剂单独添加时对酸乳饮料稳定性的影响,同时,在单因素试验基础上通过 Box-Behnken 设计对这 3种稳定剂进行适当复配,以确定它们最佳控制酸乳饮料稳定性的复配方案。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料

鲜奶,武汉光明乳业收奶部;YO-MIX 型 DVS

(直投式)发酵剂,丹麦丹尼斯克公司;果胶、单甘酯、藻酸丙二醇酯(PGA)、羧甲基纤维素(CMC)、柠檬酸、酸奶香精,均为食品级;蔗糖(市售)。

1.1.2 仪器

CA-1480-3 型无菌工作台,上海上净净化设备有限公司;pH5-3c 型酸度计,上海精密科学仪器有限公司;R180 型旋转式粘度计,德国 proRheo 公司;均质机,德国 An Invensys 公司;FM300 型乳化机,上海 Fluoko 公司;LRH-150 型生化培养箱,上海一恒科技有限公司;1013 型恒温水浴箱,德国 GFL 公司;FW3D 型高速搅拌机,上海 Fluoko 公司;SA-300VF 型灭菌锅,台湾 STURDY INDUSTRIAL 公司;分析天平,北京赛利斯天平有限公司;西门子冰箱;TDL-40B 型冷冻离心机。上海一恒科技有限公司。

1.2 方法

1.2.1 酸乳饮料的生产工艺

原料乳+稳定剂、乳化剂+蔗糖→(50℃)→低速搅拌分散(5 min)→乳化(5 min)→高速搅拌(10 min,65℃)→均质(60~70℃ 20 MPa)→杀菌(95℃,10 min)→冷却(40℃)→接种→发酵(42℃)→冷却→加糖水稀释→搅拌(10 min)→加柠檬酸→加香精→均质→杀菌、冷却→冷藏(4℃)

1.2.2 果胶稳定剂单因素试验

分别添加 0.05%、0.1%、0.15%、0.2%、0.25% 和 0.3%果胶进行酸乳饮料生产,冷藏 1 w 后进行离心稳定性试验,重复 3 次取平均值。

1.2.3 CMC 稳定剂单因素试验

分别添加 0.05%、0.1%、0.15%、0.2%、0.25% 和 0.3%CMC 进行酸乳饮料生产,冷藏 1 w 后进行离心稳定性试验,重复 3 次取平均值。

1.2.4 PGA 稳定剂单因素试验

第一作者:硕士,工程师。

收稿日期:2008-01-22,改回日期:2008-06-27

分别添加 0.05%、0.1%、0.15%、0.2%、0.25% 和 0.3% PGA 进行酸乳饮料生产,冷藏 1 w 后进行离心稳定性试验,重复 3 次取平均值。

1.2.5 稳定剂的复配试验

稳定剂的复配试验采用 Box-Behnken 设计,检测的指标为冷藏 1 w 后酸乳产品的离心率,重复 3 次取平均值。

1.2.6 稳定性测定方法

在 10 mL 离心管中精确加入酸乳饮料 10 mL,然后在 4 000 r/min 离心 30 min,弃去上部溶液,准确称取沉淀物重量,利用下式计算离心率^[3]。

$$\text{离心率}/\% = \frac{\text{沉淀物重量(g)}}{10 \text{ mL 酸乳饮料重量(g)}} \times 100$$

1.2.7 数据统计与分析

采用 The SAS9.0 for Windows 软件对 Box-Behnken 设计试验结果进行回归方差分析^[4]。

2 结果与分析

2.1 果胶稳定剂单因素试验结果

图 1 为果胶稳定剂单因素试验结果。由图 1 可以看出,果胶的添加量在 0.05%~0.3% 时,酸乳饮料离心率与果胶添加量成负相关,离心率随添加量的增加而减小;其中果胶添加量在 0.05%~0.1% 时酸乳饮料离心率变化较缓慢;果胶的添加量在 0.1%~0.2% 时,酸乳饮料离心率随果胶添加量的增大而急剧降低;果胶的添加量在 0.2%~0.3% 时,酸乳饮料离心率随果胶添加量的增大变化又趋于缓慢。因此,从边际效应及成本角度出发,选择离心率变化最快区间的末端即 0.2% 添加量为控制酸乳饮料稳定性的临界控制点。

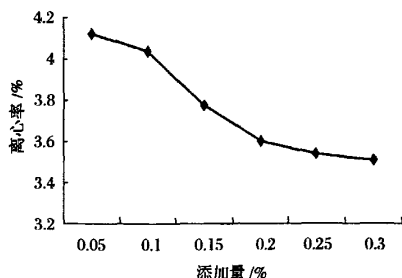


图 1 果胶稳定性单因素试验

2.2 CMC 稳定剂单因素试验结果

图 2 为 CMC 稳定剂单因素试验结果。由图 2 可以看出,CMC 在稳定酸乳饮料方面存在较强的作用效果,CMC 的添加量在 0.05%~0.25% 时,酸乳

饮料离心率与 CMC 的添加量几乎存在线性负相关,酸乳饮料离心率随 CMC 的添加量的增大急剧地降低;CMC 添加量超过 0.25% 时酸乳饮料离心率变化相对趋于缓和。因此,选择添加量 0.25% 作为 CMC 稳定剂添加量的临界控制点。

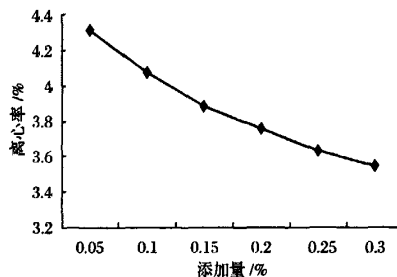


图 2 CMC 稳定剂单因素试验

2.3 PGA 稳定剂单因素试验结果

图 3 为 PGA 稳定剂单因素试验结果。由图 3 可以看出,在试验所选择的范围内,酸乳饮料离心率随 PGA 的添加量的增大而降低;其中添加量在 0.05%~0.15% 时,离心率变化急剧;当添加量在 0.15%~0.25% 时,离心率变化相对缓和了许多;当添加量大于 0.25% 时,酸乳饮料的离心率变化不大。因此,选择黏度急剧变化区间的末端即添加量 0.25% 作为 PGA 稳定剂的临界控制点。

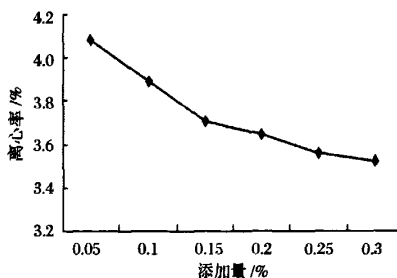


图 3 PGA 稳定剂单因素试验

2.4 稳定剂复配试验结果

根据单因素试验结果,果胶、CMC、PGA 的控制酸乳饮料稳定性的临界添加量分别为 0.2%、0.25%、0.25%。考虑到复配时因素之间存在控制酸乳饮料稳定性上的协同交互作用,因而本次试验假定它们三者之间存在提高酸乳饮料稳定性的交互作用,分别选择 3 种稳定剂临界添加量的 10%、20%、30% 作为 Box-Behnken 设计方案的一、0、1 水平,最后由试验结果来验证假设的正确性。Box-Behnken 设计因素水平编码见表 1,试验方案及结果见表 2。

表1 Box-Behnken 设计因素水平编码

编码	X_1 (果胶)/%	X_2 (CMC)/%	X_3 (PGA)/%
-1	0.02	0.025	0.025
0	0.04	0.05	0.05
1	0.06	0.075	0.075

表2 Box-Behnken 设计方案及结果

试验号	编码因素取值			离心率 /%
	X_1	X_2	X_3	
1	-1	-1	0	4.05
2	-1	0	-1	3.88
3	-1	0	1	3.82
4	-1	1	0	3.79
5	0	-1	-1	3.77
6	0	-1	1	3.57
7	0	1	-1	3.54
8	0	1	1	3.51
9	1	-1	0	3.45
10	1	0	-1	3.41
11	1	0	1	3.43
12	1	1	0	3.48
13	0	0	0	3.47
14	0	0	0	3.45
15	0	0	0	3.44

应用 SAS9.0 对表 2 的试验数据进行完全二次回归分析,其回归方差分析结果见表 3、表 4,所得的离心率随果胶、CMC、PGA 因素变化的三元二次回归方程(1)如下^[5]:

$$\begin{aligned} \hat{Y} = 5.763\,333 = & 47.979\,167X_2 - 27.933\,333X_2 \\ & - 13.283\,333X_3 + 345.833\,333X_1X_1 + 145.000X_2X_1 \\ & + 161.333\,333X_2X_2 + 40.000\,000X_3X_1 + \\ & 68.000\,00X_3X_2 + 69.333\,333X_3X_3 \end{aligned} \quad (1)$$

回归方程(1)的方差分析结果见表 3。由表 3 可得,回归方程模型极显著($P < 0.01$),回归方程的决定系数 $R^2 = 0.990\,0$,即方程可以解释 99.00% 的离心率数据变异,方程的拟合性好;方程失拟项不显著($P > 0.05$)表明二次回归模型可以用来预测离心率的变化无需引入更高次模型,也无需引入新的变量,因此可以用该回归方程对试验的结果进行分析预测;一次项极显著($P < 0.01$),表明所选择的果胶、CMC、PGA 三因素对酸乳饮料稳定性试验结果影响非常

大,交互项显著($P < 0.05$)表明在所选择的试验范围内三因素之间存在较强的交互性。

表 4 为回归方程(1)回归系数的方差分析结果。由表 4 可见,在试验所选择的范围内,一次项中果胶(X_1)、CMC(X_2)2 因素对酸乳饮料离心率的影响极显著($P < 0.01$),PGA(X_3)对酸乳饮料离心率的影响显著($P < 0.05$),其中,果胶对酸乳饮料离心率降低影响最大,CMC 次之,PGA 最弱;二次项中果胶(X_1)与 CMC(X_2)显著($P < 0.05$),而 PGA(X_3)不显著($P > 0.05$),表明在试验所选择的范围内,果胶与 CMC 自身的交互作用对酸乳饮料离心率的降低影响较大,而 PGA 自身相互作用不显著地降低酸乳饮料的离心率;果胶(X_1)与 CMC(X_2)的交互作用极显著($P < 0.01$),交互项 PGA(X_3)与 CMC(X_2)的交互作用不显著($P > 0.05$),果胶(X_1)与 PGA(X_3)的交互作用不显著($P > 0.05$),其中 PGA(X_3)与 CMC(X_2)的交互作用虽不显著($P = 0.053\,9$),但因其 $P_{0.053\,9} < 0.25$ 且接近于 0.05,因此,它们之间仍然存在相当程度的交互影响,而果胶(X_1)与 PGA(X_3)之间在降低酸乳饮料离心率方面几乎不存在交互作用($P > 0.25$)。回归方程(1)的各项只有 PGA(X_3)与 CMC(X_2)的交互作用以及果胶(X_1)与 PGA(X_3)的交互作用两项不显著($P > 0.05$),其它各项都是显著的($P < 0.05$),考虑到 PGA(X_3)与 CMC(X_2)的交互项虽不显著($P > 0.05$),但其 P 为 0.053 9 < 0.25 ,仍应予以保留^[4],因此对所得到的三元二次回归方程(1)的模型只需要剔除 PGA(X_3)与果胶(X_1)交互项。采用 SAS 程序的 GLM 语句进行逐级回归,最后得到修改后的回归方程(2),方程(2)的回归系数方差分析见表 5,回归方程(2)如下:

$$\begin{aligned} \hat{Y} = 5.783\,333 = & 45.979\,167X_1 - 27.933\,333X_2 \\ & - 11.683\,333X_3 + 345.833\,333X_1X_1 + 161.333 \\ & 333X_2X_1 + 145.000X_1X_2 + 68.000\,00X_3X_2 + \\ & 69.333\,333X_3X_3 \end{aligned} \quad (2)$$

表3 回归方程的方差分析

回 归	自由度	平方和	决定系数	F 值	P 值 ¹⁾
一次项	3	0.434 525	0.757 6	126.13	<0.000 1**
二次项	3	0.103 443	0.180 4	30.03	0.001 3**
交互项	3	0.029 850	0.052 0	8.66	0.020 0*
总模型	9	0.567 818	0.990 0	54.94	0.000 2**
残 差	自由度	平方和	均 方	F 值	P 值
失拟项	2	0.005 275	0.001 758	7.54	0.119 4
误差项	3	0.000 467	0.000 233		
总误差	5	0.005 742	0.001 148		

注: 1) ** 表示 $\alpha = 0.01$ 水平下显著, * 表示 $\alpha = 0.05$ 水平下显著(表 4、表 5 同)。

表 4 回归系数方差分析结果

变量	自由度	参数估计	标准误	t 值	p 值 ¹⁾
Intercept	1	5.763 333	0.168 870	34.13	<0.000 1**
X ₁	1	-47.979 167	4.305 903	-11.14	0.000 1**
X ₂	1	-27.933 333	3.444 722	-8.11	0.000 5**
X ₃	1	-13.283 333	3.444 722	-3.86	0.011 9*
X ₁ X ₁	1	345.833 333	44.088 472	7.84	0.000 5**
X ₂ X ₁	1	145.000 000	33.887 067	4.28	0.007 9**
X ₂ X ₂	1	161.333 333	28.216 622	5.72	0.002 3**
X ₃ X ₁	1	40.000 000	33.887 067	1.18	0.290 9
X ₃ X ₂	1	68.000 000	27.109 654	2.51	0.053 9
X ₃ X ₃	1	69.333 333	28.216 622	2.46	0.057 4

表 5 回归方程(2)系数方差分析结果

变量	自由度	参数估计	标准误	t 值	p 值
Intercept	1	5.683 333 3	0.159 661 82	35.60	<0.0001**
X ₁	1	-45.979 166 7	4.086 219 93	-11.25	<0.000 1**
X ₂	1	-27.933 333 3	3.555 837 66	-7.86	0.000 2**
X ₃	1	-11.683 333 3	3.268 975 94	-3.57	0.011 7**
X ₁ X ₁	1	345.833 333 3	45.510 622 11	7.60	0.000 3**
X ₂ X ₂	1	161.333 333 3	29.126 798 15	5.54	0.001 5**
X ₁ X ₂	1	145.000 000 0	34.980 153 10	4.15	0.006 0**
X ₂ X ₂	1	68.000 000 0	27.984 122 48	2.43	0.051 2
X ₃ X ₃	1	69.333 333 3	29.126 798 15	2.38	0.054 7

由方程(2)系数方差分析结果表 5 可见:回归方程(1)模型修改后得到的回归方程(2)的模型符合显著性要求,其中一次项中的果胶(X₁)、CMC(X₂)极显著($P<0.01$),PGA(X₃)显著($P<0.05$);二次项中的果胶(X₁)、CMC(X₂)极显著($P<0.01$),PGA(X₃)项不显著($P>0.05$),但其 $P_{0.054\ 7}<0.25$ 且接近 0.05,因此,此项仍应以保留;交互项中果胶(X₁)与 CMC(X₂)交互极显著($P<0.01$),PGA(X₃)与 CMC(X₂)的交互项虽不显著($P>0.05$),但其 $P_{0.051\ 2}<0.25$ 且接近 0.05,此项也应予以保留。采用 SAS 程序的岭脊分析法对回归方程(2)求解极小值得降低酸乳饮料离心率的果胶、CMC、PGA 3 种稳定剂添加量的最佳方案为:果胶、CMC、PGA 的添加量分别为 0.056%、0.050%、0.055%,总的添加量为 0.161%,此时酸乳饮料的离心率得最小值为 3.36%。为了验证方案的真实性,在此添加量条件下进行 3 次验证实验,得到离心率的平均值为 3.39%,与理论预测值相比相对误差很小,因此,Box-Behnken 设计优化得到的控制酸乳饮料离心率的稳定剂复配添加方案较准确可靠,具有实用价值。从试验优化结果可以看出,3 种稳定剂的复配利用了稳定剂的协同交互作用,特别是果胶与 CMC 的交互作用,明显降低为控制酸乳饮料离心率的单一稳定剂添加量,在控制酸乳饮料稳定性效果相同的情况下复配的

添加量相对于单一添加量减少了 40% 的添加量,从而能有效地降低了生产成本及避免酸乳口感因稳定剂添加过多而变差的问题。

3 结 论

(1)对果胶、CMC、PGA 3 种稳定剂的控制酸乳饮料稳定性进行单因素试验并确定单一添加时它们的临界控制酸乳饮料离心率的添加量分别为 0.2%、0.25%、0.25%。

(2)采用 Box-Behnken 设计对稳定剂控制酸乳饮料稳定性进行复配优化。优化的结果显示:果胶、CMC、PGA 的添加量分别为 0.056%、0.050%、0.055%,总的添加量为 0.161%时,酸乳饮料的离心率得最小值为 3.39%。果胶、CMC、PGA 在控制酸乳稳定性方面存在一定程度的交互性,通过复配可以明显降低单一稳定剂的添加量,,在控制酸乳饮料稳定性效果相同的情况下复配的添加量相对于单一添加量减少 40%,因此,复配能有效地降低了生产成本及避免在控制酸乳饮料稳定性过程中酸乳饮料口感因增稠剂添加过多而变差的问题。

参 考 文 献

- 1 杨国浩. 酸乳饮料稳定性影响因素[J]. 农产品加工学报, 2007(2):82~83
- 2 凌光庭,唐述潮,陶民强. 食品添加剂手册[M]. 北京: 化

学工业出版社,2003.771~718

3 盛 玮,谢笔钧. 乳酸发酵性板栗乳饮料工艺的研究[J].

食品科技,2007(5):205~208

4 王钦德,杨坚. 食品试验设计与统计分析[M]. 北京:中

国农业大学出版社,2002.423~425

5 岳朝龙,黄永兴,严 忠. SAS 系统与经济统计分析[M].

中国科学技术大学出版社,2003,229~238

The Research on Stabilizer Complex Impact on Stability of Yoghurt Drinks

Luo Lingquan

(Wuhan Institute of Technical Center of Bright Dairy and Food Co., Ltd., Wuhan 430040, China)

ABSTRACT The single factor experiment was performed based on three factors: Pectin, CMC and PGA. The Box-Behnken design was used for the stabilizer complex. The research indicates that the critical additive volume of Pectin, CMC and PGA was 0.2%, 0.25%, 0.25% respectively in controlling the stability of yoghurt drinks. When using the complex, the proper volume was 0.056%, 0.050%, 0.055% respectively, total was 0.161%. Under this condition, the minimum centrifugal percent of yoghurt drink was 3.39%.

Key words stabilizer, yoghurt drink, centrifugal percent, additive volume

行业
动态

QIAGEN 与中国科学院合作开发新型食品安全检测方法

QIAGEN 与中国科学院合作开发新型食品安全检测方法,旨在更好地检测中国和亚洲其他国家的乳制品和其他食品的污染。

2008年9月25日,(ACN Newswire)—QIAGEN(NASDAQ:QGEN, Frankfurt Prime Standard:QIA)和中国科学院宣布为提高食品安全性开发新的分子诊断解决方案进行合作。在中科院上海生命科学研究院营养科学研究所常务副所长陈雁博士和QIAGEN的首席执行官 PeerSchatz 先生所主持的签约仪式中,“中国科学院上海生命科学研究院—QIAGEN 食品安全联合实验室”正式运行。

该项合作在位于上海市徐汇区的中科院上海生命科学院营养科学研究所内开展,并已于2008年9月中旬开始运行。QIAGEN 将提供仪器和试剂,由中科院提供场地和科研人员。在这次合作中,营养科学研究所的食品安全专家将使用 QIAGEN 的技术来开发各种用以检测食源性病原体的分子检测方法。这种 QIAplex 多重检测技术实现了在同一个测试反应中,对多达50种不同的病原体设计进行高灵敏度分子检测。

“营养科学研究所正在寻找与知名的国际生物技术公司的合作机会”,陈雁博士表示,“这次与 QIAGEN 的合作将帮助我们为中国,也为全世界的食品市场开发必需的食品安全问题。合作的目标是提高我国食品安全标准,从而防止食物病原体对消费者健康造成任何伤害。”

近年来,亚太地区尤其是中国,已成为包括大米和家禽在内的各种食品的主要出口方,并且承办各种国际性盛会,如北京奥运会和2010年的上海世博会。因此,这些区域的政府一直致力于食品安全标准的提高,使之达到贸易伙伴和西方国家的食品安全水平。目前,中国政府正采取严谨的措施,大力提高食品安全的检测水平,在近来牛奶产品污染事件之后,尤其加强了在乳制品行业的食品检验。

其他经济快速增长的亚洲地区也迫切需要确保他们日益增长的消费者的食品安全,近期的一些食品污染事件也进一步显示了这种需要。许多国家仍缺少高效快速的技术和标准流程来应对这些挑战。根据 WHO 的报告,仅在亚太地区就有2000万食源性感染的病例发生,占全球食源性感染疾病的50%以上。“食源性感染导致如此之多的死亡人数是我们都无法接受和容忍的”,PeerSchatz 认为,“开发和应用新的分子检测技术将提供最可靠的检测方法,可以减少甚至预防在亚洲由食品污染所引发的感染疾病,同时可以大大提高这些地区作为出口商的价值。我们因此非常荣幸地与中国科学院合作,通过最先进的分子诊断技术,为食源性病原体的检测提供更快速、更精确、更有效的方法。”

QIAGEN 是全球领先的样品制备和检测技术供应商,其全球总部位于荷兰。样品制备技术用于从血液或组织等生物样品中分离并处理 DNA、RNA 和蛋白质;检测技术则使得这些分离后的分子可视化,以推动生物研究和疾病检测等重要活动。QIAGEN 在全球30多个地区拥有2600多名员工,并研发和销售了500多种产品以及使产品效率更高、更精确的仪器。该公司产品的主要客户包括分子诊断实验室、学术研究人员、制药和生物技术公司以及应用检测用户(例如:法医鉴定、动物或食品检测和制药程序监控)。QIAGEN 的检测技术涉及全球应用最广泛的分子诊断检测产品,其中包括唯一通过 FDA 认证的人乳头瘤病毒(宫颈癌的主要成因)检测法。