

黑枸杞玫瑰复合饮料的研制及其品质和抗氧化活性评价

闫世芳¹, 鲍玉花¹, 肖明^{1,2*}, 崔明明²

(1. 青海大学农牧学院, 西宁 810000; 2. 青海省农林科学院农村农林部农产品质量安全风险评估实验室, 西宁 810000)

摘要: **目的** 研制黑枸杞玫瑰复合饮料, 并进行复合饮料的品质和抗氧化活性评价。**方法** 以感官评分为评价指标, 通过单因素和正交实验得到了复合饮料最佳配方; 以离心沉淀率为评价指标, 通过单因素和正交实验得到了复配稳定剂的最佳配比。**结果** 饮料最佳工艺配比为: 黑枸杞汁添加量为 7%、玫瑰提取液添加量为 22%、柠檬酸添加量为 0.08%、木糖醇添加量为 7%; 复配稳定剂的最佳配比为: 黄原胶添加量为 0.04%、羧甲基纤维素钠添加量为 0.04%、果胶添加量为 0.02%。同时, 该复合饮料的理化指标为: 花青素含量(73.59±0.05) mg/L、黄酮含量(25.30±0.02) mg/L、总酚含量(11.25±0.07) mg/L、总糖含量(5.23±0.01) g/L、总酸含量(1.68±0.01) g/L、可溶性固形物含量为 5.00±0.05、pH 为 4.27±0.01。体外抗氧化活性研究表明: 该饮料对 1,1-二苯基-2-三硝基苯肼(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH)自由基清除率、羟自由基清除率以及 2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐[2'-azinobis-(3-ethylbenzthiazoline-6-sulphonate), ABTS]自由基清除率分别为 94.25%±0.06%、49.13%±0.02%和 99.59%±0.07%, 表明其具有良好的抗氧化能力。**结论** 在此条件下得到的饮料呈紫红色、色泽纯正均匀、口味酸甜适中、澄清不浑浊, 保质期可达 12 个月, 稳定性好, 该研究为黑枸杞玫瑰复合饮料的开发提供了理论依据。

关键词: 黑枸杞; 苦水玫瑰; 复合饮料; 稳定性; 抗氧化活性

Development of *Lycium ruthenicum* Murr. and *R. Setate*×*R. Rugosa* compound beverage and evaluation of its quality and antioxidant activity

YAN Shi-Fang¹, BAO Yu-Hua¹, XIAO Ming^{1,2*}, CUI Ming-Ming²

(1. College of Agriculture and Animal husbandry, Qinghai University, Xining 810000, China; 2. Agricultural Products Quality and Safety Risk Assessment Laboratory of Ministry of Agriculture and Forestry, Qinghai Academy of Agriculture and Forestry Sciences, Xining 810000, China)

ABSTRACT: Objective To prepare *Lycium ruthenicum* Murr. and *R. Setate*×*R. Rugosa* compound beverage, and evaluate the quality and antioxidant activity of the compound beverage. **Methods** The sensory evaluation was used as the reference index, compound beverage was obtained by single factor and orthogonal experiment; the centrifugation sedimentation rate was used as the reference index, the optimum ratio of compound stabilizer was

基金项目: 青海省科学技术厅 2021 应用基础研究计划项目(2021ZJ731)

Fund: Supported by the 2021 Applied Basic Research Plan Project of Qinghai Provincial Department of Science and Technology (2021ZJ731)

*通信作者: 肖明, 博士, 副研究员, 主要研究方向为农产品风险评估。E-mail: 1993990035@qhu.edu.cn

*Corresponding author: XIAO Ming, Ph.D, Associate Professor, Qinghai Academy of Agricultural and Forestry Sciences, No.253, Ningzhang Road, Chengbei District, Xining City, Qinghai Province 810000, China. E-mail: 1993990035@qhu.edu.cn

obtained by single factor and orthogonal experiment. **Results** The optimum technological ratio of the beverage were: *Lycium ruthenicum* Murr. juice 7%, *R.Setate*×*R.Rugosa* extract 22%, citric acid 0.08% and xylitol 7%; the optimum ratio of compound stabilizer were: Xanthan gum 0.04%, carboxymethyl cellulose 0.04%, pectin 0.02%. Meanwhile, the physical and chemical indexes of the compound beverage were as follows: Anthocyanin content (73.59±0.05) mg/L, flavone content (25.30±0.02) mg/L, total phenol content (11.25±0.07) mg/L, total sugar content (5.23±0.01) g/L, total acid content (1.68±0.01) g/L, soluble solid content 5.00±0.05 and pH 4.27±0.01. The antioxidant activity *in vitro* showed that 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH), hydroxyl and 2'-azinobis-(3-ethylbenzthiazoline-6-sulphonate) (ABTS) radical scavenging rate were 94.25%±0.06%, 49.13%±0.02% and 99.59%±0.07%, respectively, indicating that the beverage had good antioxidant capacity. **Conclusion** The beverage obtained under these conditions is purple red, pure and uniform color, moderate sour and sweet taste, clear and not turbid, with a shelf life of 12 months and good stability, this study provides a theoretical basis for the development of *Lycium ruthenicum* Murr. and *R.Setate*×*R.Rugosa* compound beverage.

KEY WORDS: *Lycium ruthenicum* Murr.; *R.Setate*×*R.Rugosa*; compound beverage; stability; antioxidant activity

0 引言

黑果枸杞(*Lycium ruthenicum* Murr.)是茄科枸杞属,为西北干旱地区多年生的灌木野生植物^[1],国内主要生长于青海、甘肃、宁夏、新疆、内蒙古等西北省区^[2],富含氨基酸、微量元素、多糖、花青素及多种维生素。野生黑枸杞含有的花青苷是最有效的天然自由基清除剂,极易溶于水,是典型的花色苷类植物色素资源^[3]。据调查,丰产期的黑枸杞每株年可产鲜果 1.5~3.5 公斤之间,干果 0.3~0.8 公斤左右,每亩黑枸杞(以每亩 550 株合理密度计)的鲜果产量可达 800~1100 公斤之间,干果产量在 200 公斤左右,每亩每年的纯收益在 5 万~8 万元以上。研究表明,黑枸杞具有抗氧化^[4]、抗衰老^[5]、益精明目^[6]、降低胆固醇^[7]的作用,具有巨大的研究和开发潜力。苦水玫瑰(*R.Setate*×*R.Rugosa*)是一种蔷薇科的落叶灌木,是中国两大玫瑰种系中的一种^[8],盛产于甘肃兰州市永登县苦水镇,“苦水玫瑰”地理标志登记生产区域为苦水镇等 12 个乡镇 96 个行政村,区域面积 2960 平方公里,种植面积 6700 公顷,年产苦水玫瑰 50250 t。苦水玫瑰花型较小、花色较深、香型独特^[9],含有多酚类、有机酸、氨基酸、黄酮类等营养物质^[10],具有较强的抗氧化活性和自由基清除能力^[11],尤其花青素含量较高,并且含有较多的维生素及矿物质^[12],花瓣广泛用作食品添加剂、用于入药和酿酒^[13]。在我国,玫瑰花还是一种具有悠久历史的药食同源植物^[14],据中国药典记载,玫瑰花蕾性温味甘,具有活血、调经、镇静安神、健脾及治疗跌打损伤等功效^[15]。目前,青海省黑枸杞和苦水玫瑰的产量逐渐增大,但由于缺乏相应的深加工产品的开发限制了产业的进一步升级。

因此,本研究以黑枸杞和苦水玫瑰为主要原料,通过单因素和正交实验对饮料最佳配比工艺及复配稳定剂最佳配比工艺进行优化,利用原材料特性,开发新产品,以期青海省黑枸杞和苦水玫瑰的开发利用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

1.1.1 材料与试剂

苦水玫瑰:采自青海省乐都县杜家洼村开花期绽放花朵,晒干备用,含水量 10%左右;黑枸杞干果:市售。

木糖醇(食品级,南京甘汁园糖业有限公司);柠檬酸、黄原胶、羧甲基纤维素钠、果胶(食品级,河南万邦实业有限公司);1,1-二苯基-2-苦基肼自由基(1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl, DPPH)[纯度>97%,梯希爱(上海)化成工业发展有限公司];2,2-联氮-二(3-乙基-苯并噻唑-6-磺酸)二铵盐[2'-azinobis-(3-ethylbenzthiazoline-6-sulphonate), ABTS]、芦丁标准品(纯度≥98%,北京索莱宝科技有限公司);没食子酸标准品(纯度≥98%,上海源叶生物科技有限公司);无水乙醇(纯度≥99.7%,天津市富宇精细化工有限公司);硫酸亚铁、过氧化氢、过硫酸钾、氯化钾、无水乙酸钠、硫脲、亚硝酸钠、硝酸铝、氢氧化钠、福林酚、无水碳酸钠(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);蒽酮、酚酞、水杨酸(分析纯,上海广诺化学科技有限公司);盐酸(分析纯,烟台市双双化工有限公司);葡萄糖(500 g,分析纯,阜丰生物科技有限公司)。

1.1.2 仪器

FA2204B 万分之一电子分析天平(上海越平科学仪器有限公司);KG-SX-500 电热手提高压消毒器(上海鼎谦生物科技有限公司);PHS-3C 型 pH 计(上海仪电分析仪器有限公司);TU-1810 紫外可见分光光度计(北京普析通用仪器有限责任公司);HH-6 数显恒温水浴锅(国华电器有限公司);KQ5200DE 台式数控超声波清洗器(东莞市科桥超声波设备有限公司);400Y 多功能粉碎机(永康市铂欧五金制品有限公司)。

1.2 方法

1.2.1 黑枸杞玫瑰功能性饮料工艺流程

1) 苦水玫瑰干花→去梗→粉碎→浸提→离心→过滤→取汁

2) 黑枸杞干果→清洗→浸提及打浆→离心→过滤→取汁

3) 取上述玫瑰浸提液、枸杞汁调配(加入木糖醇、柠檬酸、稳定剂)→均质→密封→加热灭菌→冷却→成品

1.2.2 操作要点

1) 玫瑰提取液的制备

将苦水玫瑰干花去除梗部进行粉碎并过 60 目筛, 玫瑰花粉和水按 1:20 (g/mL) 比例混合置于 65 °C 水浴锅水浴 75 min, 水浴结束后超声 20 min 得到玫瑰浆液^[16], 将玫瑰浆液在 6000 r/min 下离心 15 min 并过滤上清液得到玫瑰提取液;

2) 黑枸杞汁的制备

称取清洗过的黑枸杞干果, 按液比 1:10 (g/mL) 进行打浆, 8000 r/min 下离心 20 min 后过滤得到黑枸杞汁^[17];

3) 均质

将原料按不同比例混合在 25 MPa 的压力下进行均质;

4) 灭菌

在 121 °C、20 min 的灭菌条件下进行高压灭菌, 灭菌后进行冷却罐装。

1.2.3 黑枸杞玫瑰复合饮料配方工艺条件的确定

1) 单因素实验

选取黑枸杞汁添加量、玫瑰花提取液添加量、木糖醇添加量和柠檬酸添加量 4 个因素, 感官评分作为评价指标。研究黑枸杞汁添加量为 3%、5%、7%、9%、11%; 玫瑰提取液添加量为 18%、20%、22%、24%、26%; 木糖醇添加量为 3%、5%、7%、9%、11%; 柠檬酸添加量为 0.08%、0.10%、0.12%、0.14%、0.16% 对复合饮料的影响, 确定复合饮料的最佳工艺配方。

2) 复合饮料配方正交实验

在单因素基础上, 选取黑枸杞汁添加量、玫瑰提取液添加量、柠檬酸添加量和木糖醇添加量 4 个因素, 并选取合适的水平数, 以感官评分为评价指标进行复合饮料配方优化实验, 复合饮料配方正交实验因素水平见表 1。

表 1 复合饮料正交实验因素水平表

Table 1 Factor levels table of orthogonal test for compound beverage

水平	黑枸杞汁 添加量/%	玫瑰提取液 添加量/%	柠檬酸 添加量/%	木糖醇 添加量/%
1	5	20	0.08	5
2	7	22	0.10	7
3	9	24	0.12	9

1.2.4 稳定剂复配实验

1) 稳定剂单因素实验设计

在复合饮料中分别加入不同比例的稳定剂黄原胶、羧

甲基纤维素钠和果胶, 在 25 °C 下放置 7 d, 以复合饮料的离心沉淀率为优化指标, 进行单一稳定剂的筛选。其中, 黄原胶的添加量为 0.01%、0.02%、0.03%、0.04%、0.05%, 羧甲基纤维素钠的添加量为 0.02%、0.04%、0.06%、0.08%、0.10%; 果胶的添加量为 0.01%、0.02%、0.03%、0.04%、0.05%。

2) 复配稳定剂正交实验设计

单一的稳定剂无法使产品达到长期均匀, 稳定悬浮, 会影响复合饮料的口感、外观、色泽等方面, 对效果较好的稳定剂进行复配会有较好的效果^[18]。因此在单因素基础上, 选取黄原胶、羧甲基纤维素钠和果胶 3 个因素, 选取合适的水平数, 以离心沉淀率为评价指标行复配稳定剂优化实验, 复配稳定剂正交实验因素水平见表 2。

表 2 复配稳定剂正交实验因素水平表

Table 2 Factor levels of orthogonal test for compound stabilizer

水平	黄原胶 添加量/%	羧甲基纤维素钠 添加量/%	果胶 添加量/%
1	0.02	0.04	0.02
2	0.03	0.06	0.03
3	0.04	0.08	0.04

1.2.5 产品品质评价

1) 感官评定

采用感官综合评分, 由 10 名食品专业的同学组成评分小组, 对饮料的色泽、气味、滋味、状态等指标进行感官评分, 见表 3。

表 3 感官评定标准

Table 3 Sensory evaluation standard

指标	标准	分值/分
色泽(20分)	紫红色, 色泽纯正均匀	17~20
	紫红色偏淡, 局部带有少许杂色	13~16
	色泽暗淡, 淡红色, 杂色明显	0~12
气味(30分)	黑枸杞和玫瑰香味浓郁协调	17~20
	黑枸杞和玫瑰香味稍淡, 无异味	13~16
	无黑枸杞和玫瑰香味, 带少许刺激气味	0~12
滋味(30分)	酸甜适口, 尝味不涩, 无异味	17~20
	滋味一般, 偏酸或偏甜, 后味略酸涩	13~16
	有不良口感, 太酸或太甜, 涩味重, 口感差	0~12
状态(20分)	稳定性好, 澄清不浑浊, 无肉眼可见杂质	17~20
	稍微浑浊, 有些许沉淀	13~16
	较浑浊, 沉淀较多	0~12

2) 理化指标测定

参照 GB/T 12143—2008《饮料通用分析方法》测定饮

料中的可溶性固形物含量;参照 GB/T 12456—2008《食品中总酸的测定》测定饮料中的总酸含量;采用萘酚比色法测定饮料中的总糖含量^[19];采用 pH 示差法测定饮料中的花青素含量^[20];采用福林酚法测定饮料中的总酚含量^[21];采用亚硝酸钠-硝酸铝显色法测定饮料中的黄铜含量^[22];采用 pH 计测定 pH。

3) 离心沉淀率的测定

准确称取一定量样品置于离心管中,以 8000 r/min 速度离心 20 min,舍弃上层溶液,称重底层沉淀,代入式(1)计算。

$$\text{离心沉淀率}/\% = \frac{\text{沉淀物重量(g)}}{\text{样品重量(g)}} \times 100\% \quad (1)$$

4) 微生物指标测定

参照 GB/T 4789.2—2016《食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定》检测饮料中的细菌总数;参照 GB/T 4789.3—2016《食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数》检测饮料中的大肠菌群;参照 SN/T 2641—2010《食品中常见致病菌检测 PCR-DHPLC 法》检测饮料中的致病菌。

5) 抗氧化指标测定

(1) DPPH 自由基清除能力测定

向 15 mL 的离心管中加入 2 mL 复合饮料和 2 mL DPPH-乙醇溶液(0.1 mmol/L),涡旋振荡摇匀,在 37 °C 下避光保存 30 min。以无水乙醇为参比,以维生素 C 作为阳性对照,在 517 nm 处测定吸光度值,每个实验平行 3 次^[23]。清除率按式(2)计算:

$$\text{DPPH 自由基清除率}/\% = \left(1 - \frac{A_1 - A_2}{A_0}\right) \times 100\% \quad (2)$$

式(2)中: A_0 为 2 mL DPPH-乙醇溶液+2 mL 无水乙醇的吸光度; A_1 为 2 mL DPPH-乙醇溶液+2 mL 复合饮料的吸光度; A_2 为 2 mL 无水乙醇+2 mL 复合饮料的吸光度。

(2) ABTS 自由基清除能力测定

将 7 mmol/L 的 ABTS 溶液和 2.45 mmol/L 的过硫酸钾溶液等体积混合制备 ABTS 储备液避光保存 12~16 h。使用前先用无水乙醇将其稀释成工作液,要求其在 30 °C、734 nm 波长条件下吸光度为 0.7 ± 0.02 。取复合饮料 0.1 mL,然后加入浓度为 7 mmol/L 的 ABTS 溶液 3.9 mL,摇匀后在暗室下反应 6 min,于波长 734 nm 处测定吸光度,记作 A_4 ,用去离子水代替 ABTS 溶液测量的吸光度值记录为 A_5 ,用去离子水代替复合饮料样液,在相同条件下测量的吸光度值,记作 A_3 ^[24-25]。每个实验做 3 次平行,按式(3)计算 ABTS 自由基清除率。

$$\text{ABTS 自由基清除率}/\% = \frac{A_3 - (A_4 - A_5)}{A_3} \times 100\% \quad (3)$$

(3) 羟自由基清除能力测定

向 15 mL 的离心管中加入 2 mL 硫酸亚铁溶液(6 mmol/L)、

2 mL 过氧化氢溶液(6 mmol/L)、2 mL 水杨酸溶液(6 mmol/L)和 2 mL 复合饮料,在 37 °C 条件下反应 1 h。以蒸馏水为参比,以维生素 C 作为阳性对照,在 517 nm 波长处测定吸光度,每个实验平行 3 次^[26]。清除率按式(4)计算:

$$\text{羟自由基清除率}/\% = \left(1 - \frac{A_7 - A_8}{A_6}\right) \times 100\% \quad (4)$$

式(4)中: A_6 为 2 mL 硫酸亚铁溶液+2 mL 过氧化氢溶液+2 mL 水杨酸+2 mL 蒸馏水吸光度; A_7 为 2 mL 硫酸亚铁溶液+2 mL 过氧化氢溶液+2 mL 水杨酸+2 mL 复合饮料吸光度; A_8 为 2 mL 硫酸亚铁溶液+2 mL 蒸馏水+2 mL 水杨酸+2 mL 复合饮料吸光度。

1.2.6 数据处理

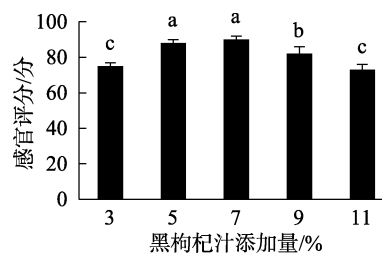
采用 Microsoft Excel 2016 进行原始数据处理,用 SPSS 22.0 分析软件进行数据分析。

2 结果与分析

2.1 饮料配方单因素实验结果

2.1.1 黑枸杞汁添加量对感官评分的影响

黑枸杞汁添加量对感官评分的影响见图 1。由图 1 可知,复合饮料的感官评分随着黑枸杞汁添加量的增大呈现先升高后降低的趋势。当黑枸杞汁添加量达到 7% 时,饮料口感较好,饮料呈紫红色,感官评分最高。黑枸杞汁添加过多或者过少,都会对饮料的品质产生一定的影响,影响其口感,这与王彩虹等^[27]的研究结果相似。综合考虑单因素实验结果,选择黑枸杞汁添加量为 5%、7%、9% 进行正交实验。



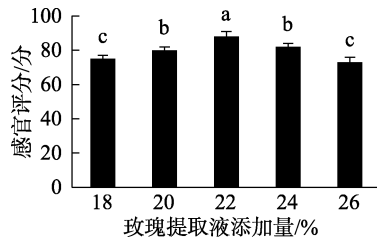
注:不同小写字母表示组间平均值有显著差异($P < 0.05$),下同。

图 1 黑枸杞汁添加量对感官评分的影响($n=3$)

Fig.1 Effects of *Lycium ruthenicum* Murr. juice on sensory score ($n=3$)

2.1.2 玫瑰提取液添加量对感官评分的影响

玫瑰提取液添加量对感官评分的影响见图 2。由图 2 可知,玫瑰饮料的感官评分随着玫瑰提取液添加量的增大呈现先升高后降低的趋势。当玫瑰提取液添加量为 22% 时,饮料呈紫红色,口感较好,色泽纯正均匀,感官评分最高。当玫瑰提取液添加量过低时,饮料口感过淡、口味偏淡^[28],当玫瑰提取液添加量过高时,饮料偏涩,口感难以让人接受。综合考虑单因素实验结果,选择玫瑰提取液添加量 20%、22%、24% 进行正交实验。

图2 玫瑰提取液添加量对感官评分的影响($n=3$)Fig.2 Effects of *R.Setate*×*R.Rugosa* extract on sensory score ($n=3$)

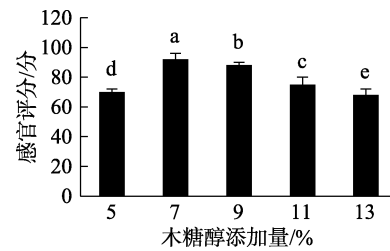
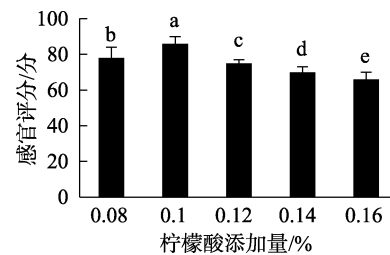
2.1.3 木糖醇添加量对感官评分的影响

木糖醇添加量对感官评分的影响见图3。由图3可知,玫瑰饮料的感官评分随着木糖醇添加量的增大呈现先升高后降低的趋势。当木糖醇添加量为7%时,饮料甜度适中,口感较好,色泽纯正均匀,感官评分最高。当木糖醇添加量过低时,酸味偏重,影响口感;当木糖醇添加量过高时,饮料过于太甜太腻,引起不适^[29]。木糖醇有防龋齿的作用,已经被好几个国家认证是可以防龋齿的,用此甜味剂配制的玫瑰饮料对于很多患有糖尿病的病人也可少量食用,既可以增加食物的甜度,又不会引起血糖的升高。综合考虑单因素实验结果,选择木糖醇添加量为5%、7%、9%进行正交实验。

2.1.4 柠檬酸添加量对感官评分的影响

柠檬酸添加量对感官评分的影响见图4。由图4可知,玫瑰饮料的感官评分随着柠檬酸添加量的增大呈现先升高后降低的趋势。当柠檬酸添加量为0.10%时,饮料的酸度适中,口感较好,色泽纯正均匀,感官评分最高。柠檬酸偏低或偏高时都影响口感,偏低时酸味过淡,偏高时酸味过浓,难以让大多数人接受^[30]。由于柠檬酸的弱酸性,在一定pH范围内能抑制细菌繁殖,可起到调味和防腐的作用。

综合考虑单因素实验结果,选择柠檬酸添加量为0.08%、0.10%、0.12%进行正交实验。

图3 木糖醇添加量对感官评分的影响($n=3$)Fig.3 Effects of xylitol addition on sensory score ($n=3$)图4 柠檬酸添加量对感官评分的影响($n=3$)Fig.4 Effects of citric acid addition on sensory score ($n=3$)

2.2 复合饮料配方正交实验结果

复合饮料配方正交实验结果见表4。从表4可知,影响复合饮料感官评分的因素主次为 $A>D>C>B$,最优组合为 $A_2B_2C_1D_2$,因此复合饮料的最佳配方比例为:黑枸杞汁添加量为7%、玫瑰提取液添加量为22%、柠檬酸添加量为0.08%、木糖醇添加量为7%。

表4 复合饮料配方正交实验结果

Table 4 Orthogonal test results of compound beverage formula

实验号 及来源	因素				感官评分/分
	A 黑枸杞汁添加量/%	B 玫瑰提取液添加量/%	C 柠檬酸添加量/%	D 木糖醇添加量/%	
1	1 (5)	1 (20)	1 (0.08)	1 (5)	82.2
2	1	2 (22)	2 (0.10)	2 (7)	85.6
3	1	3 (24)	3 (0.12)	3 (9)	83.2
4	2 (7)	1	2	3	88.4
5	2	2	3	1	87.5
6	2	3	1	2	93.3
7	3 (9)	1	3	2	88.7
8	3	2	1	3	86.4
9	3	3	2	1	80.8

表 4(续)

实验号 及来源	因素				感官评分/分
	A 黑枸杞汁添加量/%	B 玫瑰提取液添加量/%	C 柠檬酸添加量/%	D 木糖醇添加量/%	
K_1	251.0	259.3	261.9	250.5	
K_2	269.2	259.5	254.8	267.6	
K_3	255.9	257.3	259.4	258.0	
k_1	83.7	86.4	87.3	83.5	
k_2	89.7	86.5	84.9	89.2	
k_3	85.3	85.8	86.5	86.0	
R	6.1	0.7	2.4	5.7	

注: K_i 这一行的 3 个数分别是因素 A、B、C、D 的第 i 个水平所对应的离心沉淀率之和; k_i 为水平的平均值; 极差是同一列中 k_1 、 k_2 、 k_3 这 3 个数中最大者减去最小者, 反映了因素水平对试验指标的影响程度; 下同。

2.3 稳定剂单因素实验结果

2.3.1 黄原胶添加量对离心沉淀率的影响

黄原胶添加量对离心沉淀率的影响见图 5。由图 5 可知, 发现当黄原胶添加量达到 0.03% 时, 饮料的离心沉淀率下降趋于稳定, 口感较好。稳定剂添加过多或者过少, 都会对饮料的品质产生一定的影响^[31]。当黄原胶添加量低于 0.03% 时, 饮料离心沉淀率较大, 稳定性较差; 当黄原胶添加量高于 0.03% 时, 饮料过于黏稠, 口感较差。黄原胶具有良好的增稠性和流变学特性, 当黄原胶添加量较多时, 饮料的黏稠度较大, 有较多的未溶解胶粒, 影响饮料的稳定性和口感^[32]。综合考虑单因素实验结果, 选择黄原胶添加量为 0.02%、0.03%、0.04% 进行正交实验。

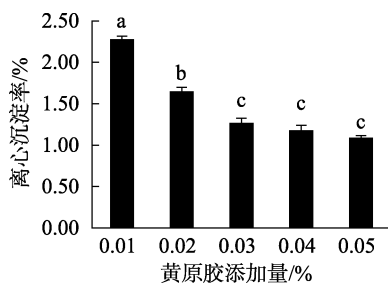


图 5 黄原胶添加量对感官评分的影响($n=3$)

Fig.5 Effects of xanthan gum addition on sensory score ($n=3$)

2.3.2 羧甲基纤维素钠添加量对离心沉淀率的影响

羧甲基纤维素钠添加量对离心沉淀率的影响见图 6。由图 6 可知, 发现当羧甲基纤维素钠添加量达到 0.06% 时, 饮料的离心沉淀率下降趋于稳定, 口感细腻; 当复合稳定剂添加量超过 0.06%, 饮料黏度较高, 影响口感。影响体系黏度的主要因素是分散相粒子本身及其所处的状态。由于稳定剂的加入, 分散相粒子表面会形成能够有效降低界面张力的界面膜, 由于界面膜的存在, 分散相粒子的界面结构会发生变化, 影响分散相粒子的运动, 并由此影响体系的黏度^[33]。综合考虑单因素实验结果, 选择复合稳定剂添加量为 0.04%、0.06%、0.08% 进行正交实验。

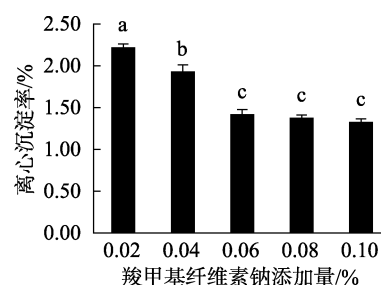


图 6 羧甲基纤维素钠对感官评分的影响($n=3$)

Fig.6 Effects of sodium carboxymethyl cellulose on sensory score ($n=3$)

2.3.3 果胶添加量对离心沉淀率的影响

果胶添加量对离心沉淀率的影响见图 7。由图 7 可知, 发现当果胶添加量达到 0.03% 时, 饮料的离心沉淀率下降趋于稳定; 当其添加量超过 0.03% 时, 饮料过于黏稠, 影响口感。果胶可与饮料中的阳离子发生凝胶反应, 将不溶性的颗粒悬浮在液体中使果汁不分层^[34-35]。综合考虑单因素实验结果, 选择复合稳定剂添加量为 0.02%、0.03%、0.04% 进行正交实验。

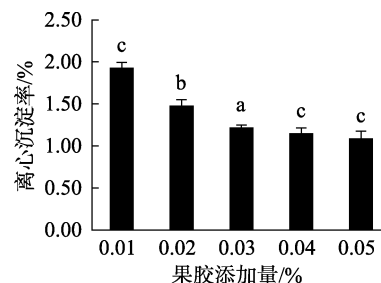


图 7 果胶添加量对感官评分的影响($n=3$)

Fig.7 Effects of pectin addition on sensory score ($n=3$)

2.4 复配稳定剂正交实验结果

复配稳定剂正交实验结果见表 5。从表 5 可知, 影响复合饮料感官评分的因素主次为 $E>G>F$, 最优组合为 $E_3F_1G_1$, 因此复合饮料的最佳复配稳定剂组合为: 果胶添加量为 0.04%、羧甲基纤维素钠添加量为 0.04%、黄原胶添加量为 0.02%。

表 5 复配稳定剂正交实验结果
Table 5 Orthogonal test results of compound stabilizer

实验号 及来源	因素			离心沉淀率/%
	E 果胶添加量/%	F 羧甲基纤维素钠添加量/%	G 黄原胶添加量/%	
1	1 (0.02)	1 (0.04)	1 (0.02)	1.179
2	1	2 (0.06)	2 (0.03)	1.596
3	1	3 (0.08)	3 (0.04)	1.268
4	2 (0.03)	1	2	1.656
5	2	2	3	1.620
6	2	3	1	1.64
7	3 (0.04)	1	3	1.265
8	3	2	1	1.284
9	3	3	2	1.462
K_1	4.043	4.100	4.103	
K_2	4.916	4.500	4.714	
K_3	4.011	4.370	4.153	
k_1	1.348	1.367	1.368	
k_2	1.639	1.500	1.571	
k_3	1.337	1.457	1.384	
R	0.302	0.133	0.204	

2.5 验证实验

按照正交实验最佳理论配方的确定原则(如果要求指标越小越好,则取最小的平均值所对应的水平;如果要求指标越大越好,则取最大的平均值所对应的水平;如果要求适中,则取适中的平均值所对应的水平),确定了最佳复合饮料理论配方(黑枸杞汁添加量为 7%、玫瑰提取液添加量为 22%、柠檬酸添加量为 0.08%、木糖醇添加量为 7%)和复配稳定剂的最佳配比(黄原胶添加量为 0.04%、羧甲基纤维素钠添加量为 0.04%、果胶添加量为 0.02%),在此基础上进行验证实验,做 3 组重复实验,实际测得感官评分为 95 分,与预测值(93.3 分)误差较小,离心沉淀率为 1.262%,与预测值(1.265%)误差较小,说明优化的复合饮料工艺是可行的,具有实际应用价值^[35],并且饮料放置 12 个月后,无明显沉淀与分层。

2.6 产品品质分析

2.6.1 理化指标和微生物指标

复合饮料最佳工艺的理化指标和微生物测定结果为:花青素含量为(73.59±0.05) mg/L、黄酮含量为(25.30±0.02) mg/L、总酚含量为(11.25±0.07) mg/L、总糖含量为(5.23±0.01) g/L、总酸含量为(1.68±0.01) g/L、可溶性固形物含量为 5.00±0.05、pH 为 4.27±0.01,在规定范围内,符合标准。细菌总数小于

等于 100 CFU/mL,大肠菌群小于等于 3,致病菌未检出,符合国家微生物指标。

2.6.2 抗氧化活性指标测定

通过测定黑枸杞玫瑰复合饮料对 DPPH 自由基、ABTS 自由基及羟自由基清除能力来检测其抗氧化活性,结果显示黑枸杞玫瑰复合饮料具有一定的抗氧化活性,其对 DPPH 自由基、ABTS 自由基及羟自由基的清除率分别为 94.25%±0.06%、99.59%±0.07%和 49.13%±0.02%。

3 讨论与结论

采用黑枸杞、苦水玫瑰为主要原料,以黄原胶、羧甲基纤维素钠、果胶、木糖醇、柠檬酸等为辅料,研制黑枸杞玫瑰复合饮料。通过单因素和正交实验得到了复合饮料最佳工艺配比为:黑枸杞汁添加量为 7%、玫瑰提取液添加量为 22%、柠檬酸添加量为 0.08%、木糖醇添加量为 7%;通过单因素和正交实验得到了复配稳定剂的最佳配比为:黄原胶添加量为 0.04%、羧甲基纤维素钠添加量为 0.04%、果胶添加量为 0.02%。该复合饮料的理化指标和微生物指标符合国家标准要求,并且具有良好的抗氧化能力。在此条件下得到的饮料具有浓郁的黑枸杞和玫瑰香味,色泽均匀,整体风味协调爽口,质地均匀,具有广阔的市场前景和开发潜力。

参考文献

- [1] 陈海魁, 蒲凌奎, 曹君迈, 等. 黑枸杞的研究现状及其开发利用[J]. 黑龙江农业科学, 2008, (5): 155-157.
CHEN HK, PU LK, CAO JM, *et al.* Research status and development and utilization of *Lycium barbarum* [J]. Heilongjiang Agric Sci, 2008, (5): 155-157.
- [2] 韩丽娟, 叶英, 索有瑞. 黑果枸杞资源分布及其经济价值[J]. 中国野生植物资源, 2014, 33(6): 55-57, 63.
HAN LJ, YE Y, SUO YR. Resource distribution and economic value of *Lycium barbarum* [J]. China Wild Plant Resour, 2014, 33(6): 55-57, 63.
- [3] 闫亚美, 罗青, 冉林武, 等. 黑果枸杞功效研究进展及产业发展前景[J]. 宁夏农林科技, 2015, 56(1): 21-24, 57.
YAN YM, LUO Q, RAN LW *et al.* Research progress and industrial development prospect of black fruit *Lycium barbarum* [J]. Ningxia Agric Forestry Sci Technol, 2015, 56(1): 21-24, 57.
- [4] 张卓睿, 毛迪锐, 高晗, 等. 蓝莓花青素对小鼠抗疲劳及体内抗氧化作用[J]. 食品科学, 2017, 38(21): 207-211.
ZHANG ZR, MAO DR, GAO H, *et al.* Effects of blueberry anthocyanins on anti fatigue and antioxidation in mice [J]. Food Sci, 2017, 38(21): 207-211.
- [5] 禄璐, 米佳, 罗青, 等. 枸杞总黄酮提取工艺优化及其体外抗氧化活性分析[J]. 食品工业科技, 2019, 40(24): 165-171.
LU L, MI J, LUO Q, *et al.* Optimization of extraction process of total flavonoids from *Lycium barbarum* and analysis of its antioxidant activity *in vitro* [J]. Sci Technol Food Ind, 2019, 40(24): 165-171.
- [6] WANG Y, LUAN G, ZHOU W, *et al.* Subcritical water extraction, UPLC-Triple-TOF/MS analysis and antioxidant activity of anthocyanins from *Lycium ruthenicum* Murr. [J]. Food Chem, 2018, 24(9): 119-126.
- [7] 杨重晖, 赵大庆, 王德慧, 等. 响应面法优化黑果枸杞蛋白提取工艺及其抗衰老活性研究[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(7): 98-104.
YANG CH, ZHAO DQ, WANG DH, *et al.* Optimization of extraction process and anti-aging activity of *Lycium barbarum* protein by response surface methodology [J]. Food Res Dev, 2019, 40(7): 98-104.
- [8] 何佳, 张波, 陆秀云, 等. 超高效液相色谱法测定苦水玫瑰中 10 种酚酸化合物[J]. 食品与发酵科技, 2019, 55(3): 100-105.
HE J, ZHANG B, LU XY, *et al.* Determination of 10 phenolic acids in Kushui rose by ultra performance liquid chromatography [J]. Food Ferment Technol, 2019, 55(3): 100-105.
- [9] NG TB, HE JS, NIU SM, *et al.* A gallic acid derivative and polysaccharides with antioxidative activity from rose (*Rosa rugosa*) flowers [J]. J Pharm Pharmacol, 2004, 56(4): 537-545.
- [10] 张霁红, 康三江, 曾朝珍, 等. 不同浸提方法对苦水玫瑰浸提效果的影响[J]. 食品工业科技, 2018, 39(11): 200-204.
ZHANG JH, KANG SJ, ZENG CZ, *et al.* Effects of different extraction methods on the extraction effect of bitter water rose [J]. Sci Technol Food Ind, 2018, 39(11): 200-204.
- [11] YANG Y, ZHANG JL, ZHOU Q, *et al.* Effect of ultrasonic and ball-milling treatment on cell wall, nutrients, and antioxidant capacity of rose (*Rosa rugosa*) bee pollen, and identification of bioactive components [J]. J Sci Food Agric, 2019, 99(12): 517-529.
- [12] 刘芳, 任启飞, 马菁华, 等. 玫瑰主要功能性成分提取及纯化技术研究进展[J]. 农业与技术, 2021, 41(6): 25-29.
LIU F, REN QF, MA JH, *et al.* Research progress on extraction and purification technology of main functional components of rose [J]. Agric Technol, 2021, 41(6): 25-29.
- [13] 张莲莉, 戴伟锋, 覃豪, 等. 三种玫瑰花茶中黄酮类成分的分析及其抗氧化活性研究[J]. 昆明理工大学学报(自然科学版), 2019, 44(5): 84-90.
ZHANG LL, DAI WF, QIN H, *et al.* Analysis and antioxidant activity of flavonoids in three kinds of rose tea [J]. J Kunming Univ Technol (Nat Sci Ed), 2019, 44(5): 84-90.
- [14] 赵晓峰, 吴荣书. 玫瑰花综合利用与其开发前景[J]. 保鲜与加工, 2004, (3): 30-31.
ZHAO XF, WU RS. Comprehensive utilization and development prospect of rose [J]. Storage Process, 2004, (3): 30-31.
- [15] GIANCARLO F, FRANCESCA DA, MICHELE MM, *et al.* Bioactive compounds and antioxidant activity of four rose hip species from spontaneous Sicilian flora [J]. Food Chem, 2019, 289: 56-64.
- [16] 王文勃, 薛艳芳, 王帅, 等. 玫瑰花饮料的研究[J]. 农产品加工(学刊), 2014, (14): 9-11, 15.
WANG WB, XUE YF, WANG S, *et al.* Study on rose beverage [J]. Agric Prod Process (Acad J), 2014, (14): 9-11, 15.
- [17] 宿婧, 张巧, 梁彬, 等. 百香果黑枸杞复合饮料的研制[J]. 山东化工, 2021, 50(7): 44-49.
SU J, ZHANG Q, LIANG B, *et al.* Development of passion fruit black *Lycium barbarum* compound beverage [J]. Shandong Chem Ind, 2021, 50(7): 44-49.
- [18] LEI ZA, FEIP A, AM A, *et al.* Protective effect and mechanism of action of xanthan gum on the color stability of black rice anthocyanins in model beverage systems [J]. Int J Biol Macromol, 2020, 164: 3800-3807.
- [19] 王倩, 吴梦兰, 郑硕, 等. 酶解黑木耳饮料制备工艺的研究[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(24): 71-77.
WANG Q, WU ML, ZHENG S, *et al.* Study on preparation technology of enzymatic hydrolysis black fungus beverage [J]. Food Res Dev, 2018, 39(24): 71-77.
- [20] 何菁, 吴荣书. 玫瑰花洛神花复合浓缩饮料的研究及其成分测定[J]. 食品工业, 2019, 40(4): 1-4.
HE J, WU RS. Study on rose luoshenhua compound concentrated beverage and its component determination [J]. Food Ind, 2019, 40(4): 1-4.
- [21] 吴澎, 贾朝爽, 李向阳, 等. 响应面分析优化福林酚法测定樱桃酒中总酚的含量[J]. 食品工业科技, 2018, 39(20): 200-206, 211.
WU P, JIA CS, LI XY, *et al.* Response surface analysis optimization of Folin phenol method for the determination of total phenol in cherry wine [J]. Sci Technol Food Ind, 2018, 39(20): 200-206, 211.
- [22] 王丽丽, 林清霞, 宋振硕, 等. 分光光度法测定茶叶中总黄酮含量[J]. 茶叶学报, 2021, 62(1): 1-6.
WANG LL, LIN QX, SONG ZS, *et al.* Determination of total flavonoids in tea by spectrophotometry [J]. J Tea, 2021, 62(1): 1-6.
- [23] YOU LJ, ZHAO MM, REGENSTEIN JM, *et al.* *In vitro* antioxidant activity and *in vivo* anti-fatigue effect of loach (*Misgurnus anguillicaudatus*) peptides prepared by papain digestion [J]. Food Chem, 2011, 124(1): 188-194.
- [24] 商亚芳, 苗俊豪, 张一格, 等. 宣木瓜抑菌特性及其饮料的活性成分研究 [J]. 食品研究与开发, 2020, 41(11): 129-133.
SHANG YF, MIAO JH, ZHANG YG, *et al.* Study on antibacterial properties of papaya and active components of its beverage [J]. Food Res Dev, 2020, 41(11): 129-133.

- [25] 王芳, 胡文静, 杨莉, 等. 羊肚菌的添加对杂粮固体饮料体外抗氧化能力的影响[J]. 山东化工, 2021, 50(11): 15-17.
WANG F, HU WJ, YANG L, *et al.* Effect of *Morchella* addition on antioxidant capacity of cereals solid beverage *in vitro* [J]. Shandong Chem Ind, 2021, 50(11): 15-17.
- [26] SHI MJ, WEI XY, XU J, *et al.* Carboxymethylated degraded polysaccharides from *Enteromorpha prolifera*: Preparation and *in vitro* antioxidant activity [J]. Food Chem, 2017, 215: 76-83.
- [27] 王彩虹, 刘玉洁, 朱丽娜, 等. 黑枸杞梨汁复合饮料研制及其抗氧化效果研究[J]. 农产品加工, 2021, (7): 11-15.
WANG CH, LIU YJ, ZHU LN, *et al.* Development of black wolfberry pear juice compound beverage and its antioxidant effect [J]. Agric Prod Process, 2021, (7): 11-15.
- [28] 马秀花, 曹丽萍, 肖明, 等. 黑果枸杞功能性饮料制作工艺及稳定性研究[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(7): 80-85.
MA XH, CAO LP, XIAO M, *et al.* Study on the processing technology and stability of black fruit *Lycium barbarum* functional beverage [J]. Food Res Dev, 2020, 41(7): 80-85.
- [29] 杨丰琦, 唐玉娇, 秦凤贤, 等. 银耳红枣木糖醇饮料的工艺研究[J]. 食品研究与开发, 2019, 40(20): 122-126.
YANG FQ, TANG YJ, QIN FX, *et al.* Study on the technology of *Tremella fuciformis* jujube xylitol beverage [J]. Food Res Dev, 2019, 40(20): 122-126.
- [30] 张博昶, 钟宝, 王建国, 等. 软枣猕猴桃玫瑰饮料的研制[J]. 保鲜与加工, 2015, 15(2): 40-43, 49.
ZHANG BC, ZHONG B, WANG JG, *et al.* Development of soft jujube *Kiwi rose* beverage [J]. Storage Process, 2015, 15(2): 40-43, 49.
- [31] 秦丹丹, 曹慧馨, 白洋, 等. 黑木耳黑枸杞复合饮料研制及其体外抗氧化性[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(3): 108-116.
QIN DD, CAO HX, BAI Y, *et al.* Preparation of *Auricularia auricula* and *Lycium barbarum* compound beverage and its antioxidant activity *in vitro* [J]. Food Res Dev, 2020, 41(3): 108-116.
- [32] 欧凯, 吴伟都, 赵志红, 等. 具有凝胶性能的黄原胶溶液凝胶强度的测定及其流变特性研究[J]. 饮料工业, 2020, 23(1): 22-26.
OU K, WU WD, ZHAO ZH, *et al.* Determination of gel strength and rheological properties of xanthan gum solution with gel properties [J]. Bever Ind, 2020, 23(1): 22-26.
- [33] 张庆轩, 杨普江, 张龙力, 等. 稳定剂对石油沥青质体系粘度的影响[J]. 石油化工高等学校学报, 2006, (1): 21-24.
ZHANG QX, YANG PJ, ZHANG LL, *et al.* Effect of stabilizer on viscosity of petroleum asphaltene system [J]. J Petrochem Coll Univ, 2006, (1): 21-24.
- [34] 刘鑫, 朱丹, 魏文毅, 等. 沙棘浑浊果汁稳定性的研究[J]. 中国酿造, 2018, 37(6): 136-139.
LIU X, ZHU D, WEI WY, *et al.* Study on the stability of seabuckthorn cloudy juice [J]. China Brew, 2018, 37(6): 136-139
- [35] 杨阳. 枸杞杏鲍菇复合运动饮料的制备[J]. 中国食用菌, 2020, 39(9): 85-87.
YANG Y. Preparation of compound sports beverage of *Lycium barbarum*, *Pleurotus eryngii* and *Pleurotus eryngii* [J]. Chin Edible Fungi, 2020, 39(9): 85-87.

(责任编辑: 于梦娇 张晓寒)

作者简介



闫世芳, 硕士研究生, 主要研究方向为农产品风险评估。

E-mail: 2735308979@qq.com



肖明, 博士, 副研究员, 主要研究方向为农产品风险评估

E-mail: 1993990035@qhu.edu.cn