

DOI:10.11937/bfyy.201710028

复配澄清剂对南果梨酒澄清效果的影响

叶春苗

(辽阳职业技术学院 化学工程系, 辽宁 辽阳 111000)

摘要:以壳聚糖、PVPP、皂土、凹凸棒土、明胶为澄清剂,采用单一澄清和复配澄清的方法,研究了南果梨酒的最佳澄清条件,以期获得最佳的南果梨酒澄清方法。结果表明:壳聚糖与PVPP的复配比例为2.5:1,水浴温度为50℃,水浴时间为60 min,此条件下得到的南果梨酒的澄清度为90.5%,感官评分为94分,并且复配澄清剂对南果梨酒的理化指标影响不大。

关键词:南果梨酒;澄清剂;澄清度

中图分类号:TS 262.7 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2017)10-0122-05

南果梨果肉多汁,香甜可口,不仅具有丰富的营养价值,还具有润肺止咳、生津止渴、预防心脑血管疾病等功效,深受人们的喜爱。南果梨采摘期短,且不易贮藏,因此深加工企业会用其制作果酒,既营养又保健,深受人们的喜爱。但是在生产过程中果酒的浑浊沉淀问题一直制约着果酒的生产,虽然果酒在灌装前都会通过板框过滤机过滤,但由于蛋白质、果胶、酚类等一些大分子的存在,处理后的果酒仍然会出现浑浊沉淀等不稳定现象,因此必须通过澄清处理提高南果梨酒的稳定性^[1]。目前果酒澄清常用的澄清剂有壳聚糖、皂土、活性炭、硅藻土、PVPP(交联聚乙烯吡咯烷酮)、果胶酶、凹凸棒土等;然而南果梨酒作为一种新的果酒品种,关于其澄清处理的报道尚鲜见,因此该研究选取较常用的壳聚糖、皂土、凹凸棒土、PVPP、明胶等5种澄清剂,进行单一澄清试验和复配澄清试验,以期为南果梨酒澄清技术的发展提供参考依据。

1 材料与方法

1.1 试验材料

供试南果梨酒为食品加工实验室自酿;安琪葡萄酒酵母活性干酵母(食品级),湖北安琪酵母股份有限公司;壳聚糖(食品级),济南海得贝生物公司;PVPP(食品级),上海杰兔工贸公司;凹凸棒土(食品级),双陈化工有限公司;明胶(食品级),北京化工

厂;皂土(食品级),上海杰兔工贸公司;柠檬酸(食品级),河南德鑫化工实业有限公司。

供试仪器与设备:AR2130/C型电子精密天平,美国奥豪斯;723P型分光光度计,上海光谱仪器有限公司;XH-C漩涡混合器,金坛市白塔新宝仪器厂;85-2控温磁力搅拌器,金坛市医疗仪器厂;SX2-12-10马弗炉,东台市宏翔电炉制造有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 原酒制备 将100 mL榨好的南果梨汁装入250 mL三角瓶中,调整发酵pH为4.0,发酵糖度为18%,发酵温度20℃,接种5%安琪葡萄酒酵母,发酵10 d^[2]。

1.2.2 复配澄清剂筛选 分别取25 mL南果梨果酒于50 mL刻度试管中,分别加入0、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40 mL的5%的凹凸棒土溶液;0、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40 mL的2%的明胶溶液;0、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40 mL的5%的皂土溶液;0、0.15、0.20、0.25、0.30、0.35、0.40 mL的1%的壳聚糖溶液;0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 mL的1%的PVPP溶液,置于振荡器上震荡5 min,将其放置室温下静置24 h,然后取上清液再测定其透光率,试验重复3次。

1.2.3 复配澄清剂澄清条件的优化 以澄清度为指标筛选出2种澄清剂进行复配澄清试验,分别考察复配澄清剂的配比、澄清温度和澄清时间对南果梨酒澄清度的影响^[3-4]。1)复配澄清剂的配比:在2种澄清剂的最佳澄清添加量的基础上进行复配配比,取25 mL南果梨果酒于50 mL刻度试管中,1%的壳聚糖与1% PVPP复配澄清剂的总量为1.1 mL,

作者简介:叶春苗(1979-),女,硕士,讲师,现主要从事食品加工技术等研究工作。E-mail:chunmiao_ye882001@163.com。

基金项目:辽宁省一般资助项目(L2014163)。

收稿日期:2017-02-22

按体积比 1.0 : 1、1.5 : 1、2.0 : 1、2.5 : 1、3.0 : 1、3.5 : 1 加入,置于振荡器上震荡 5 min,混合均匀,将其放置室温下静置 24 h,然后取上清液再测定其透光率,3 次重复。2)复配澄清剂澄清温度:取 25 mL 南果梨果酒于 50 mL 刻度试管中,按复配澄清最佳配比加入,混合均匀,分别于 30、35、40、45、50、55 °C 水浴温度下保温 60 min,室温静置 24 h,取上清液测定透光率,确定最佳水浴温度,3 次重复。3)复配澄清时间:取 25 mL 南果梨果酒于 50 mL 刻度试管中,按复配澄清配比 2.5 : 1 加入,混合均匀后在最适温度下分别处理 20、30、40、50、60、70 min,然后室温静置 24 h,取上清液测定透光率,确定最佳水浴时间,3 次重复。

1.2.4 复配澄清剂澄清条件筛选 结合单因素试验结果,以复配澄清剂配比、水浴温度、水浴时间设计 $L_9(3^4)$ 正交表进行正交实验,见表 1。

表 1 正交实验的因素与水平

水平 Level	因素 Factor		
	A 复配比例 Compound proportion	B 水浴温度 Water bath temperature/°C	C 水浴时间 Water bate time/min
1	2.0 : 1	45	40
2	2.5 : 1	50	50
3	3.0 : 1	55	60

1.3 项目测定

澄清度测定:以波长 680 nm 处南果梨酒的透光率表示,透光率越大,表示澄清度越高^[5];总糖含量采用苯酚-硫酸法测定,以葡萄糖计;总酸含量采用指示剂法测定,以柠檬酸计;酒精度测定采用酒精计法;感官评价:参照《葡萄酒、果酒通用分析方法》(GB/T15038-2006)评定,分别请 10 位有经验的品酒评委(男性 5 名,女性 5 名)^[6],按酒色泽(10 分)、香气(30 分)、滋味(40 分)、典型性(20 分)进行打分,取 10 位评委打分的平均值作为最后得分。

1.4 数据分析

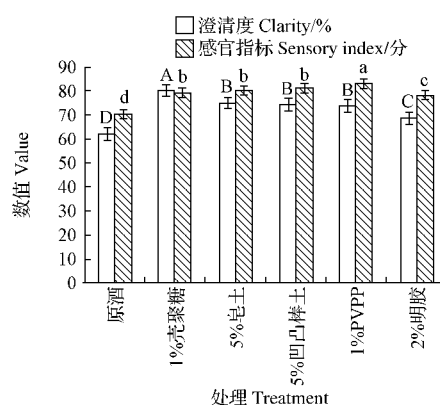
采用 Excel 2016 软件进行图像及图表分析,采用 SPSS 19.0 软件进行正交实验设计及结果处理。

2 结果与分析

2.1 不同澄清方法对南果梨酒澄清效果的影响

依据澄清度和感官指标,比较不同澄清方法对南果梨酒澄清效果。由图 1 可知,壳聚糖澄清效果最好,酒体透明清亮,风味较协调;皂土、凹凸棒土、PVPP 对酒体也有明显的澄清效果,三者之间差异不显著,PVPP 澄清后酒的风味最佳,酸涩适口,风味协调;明胶澄清效果最差,而且澄清后的酒风味不佳,

缺乏典型性,感官指标不好,因此该试验选择澄清效果较好的壳聚糖、PVPP 进行复配。



注:同一系列中的大写字母与小写字母表示差异显著 ($P < 0.05$)。

Note: The capital and lowercase letters in the same series show significant differences ($P < 0.05$).

图 1 不同澄清剂对南果梨酒澄清效果的影响

Fig. 1 Effect of different clarifying agents on clarification of Nanguo pear wine

2.2 复配澄清剂比例对南果梨酒澄清效果的影响

壳聚糖与 PVPP 复配澄清剂按 1.0 : 1、1.5 : 1、2.0 : 1、2.5 : 1、3.0 : 1、3.5 : 1 比例添加到南果梨酒中,45 °C 水浴保温 50 min,室温静置 24 h 后测定澄清度,由图 2 可知,随着复配比例的加大,澄清度逐渐提高,当复合澄清剂配比为 2.5 : 1 时,即 1%壳聚糖 0.8 mL,1% PVPP 0.3 mL,澄清度达到 88.6%,澄清后试管底部有大量沉淀生成,酒液变得澄清透明无悬浮物,澄清效果显著。可能由于壳聚糖具有很强的絮凝作用,可使悬浮物迅速絮凝,自然沉淀;PVPP 溶于水后形成稳定的聚合物,具有很强的吸附能力,能够吸附酒中的花色苷、黄酮类多羟基衍生物等,从而除去南果梨酒的非生物浑浊,达到澄清作用,二者复配使用达到了协同增效作用。

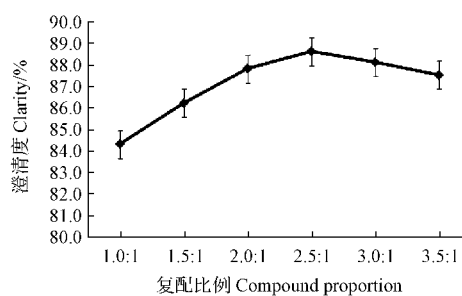


图 2 复配澄清剂比例对南果梨酒澄清效果的影响

Fig. 2 Effect of different compound clarifying agents on clarification of Nanguo pear wine

2.3 复配澄清剂水浴温度对南果梨酒澄清效果的影响

壳聚糖与 PVPP 按复配比例 2.5 : 1 进行混合, 在 30、35、40、45、50、55 °C 水浴保温 45 min, 室温静置 24 h 后测定其澄清度, 由图 3 可知, 水浴温度为 30~50 °C 时, 随着温度的升高, 南果梨酒逐渐变得澄清, 当温度达 50 °C 时澄清度最高, 此时澄清度为 89.6%。分析原因为最适温度使壳聚糖和 PVPP 形成的胶体粒子热运动加快, 这样与酒中的胶体颗粒碰撞频率增加, 电中和或吸附作用较充分, 絮凝较彻底, 因此澄清效果较好; 如果温度过高, 高于复配澄清剂的最适宜温度, 会使沉降速度加快, 反而酒体中胶体颗粒絮凝不充分, 因此澄清度会下降。

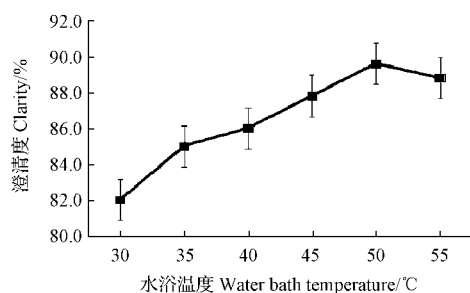


图 3 复配澄清剂水浴温度对南果梨酒澄清效果的影响

Fig. 3 Effect of different water bath temperatures on clarification of Nanguo pear wine

2.4 复配澄清剂水浴时间对南果梨酒澄清效果的影响

壳聚糖与 PVPP 按复配比例 2.5 : 1 进行混合, 在 50 °C 水浴保温 20、30、40、50、60、70 min, 室温静置 24 h 后测定其澄清度, 由图 4 可知, 随着水浴时间的延长, 澄清度逐渐提高, 当水浴时间为 50 min 时, 澄清度最好, 此时澄清度为 89.8%, 水浴时间再延长, 澄清度反而下降。分析原因为适宜的水浴时间有利

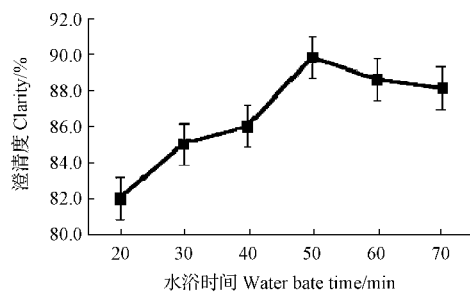


图 4 复配澄清剂水浴时间对南果梨酒澄清效果的影响

Fig. 4 Effect of different water bath times on clarification of Nanguo pear wine

于正负电荷微粒之间相互吸附作用, 使澄清度提高; 水浴时间过长会使得复配澄清剂粘度过大, 反而不利于澄清作用。

2.5 复配澄清剂最佳澄清条件正交实验

根据复配澄清剂单因素试验结果, 对复配澄清剂的复配比例、水浴时间、水浴温度设计 $L_9(3^4)$ 正交实验, 以期得到最佳复配澄清条件。由表 2 可知, 影响复配澄清剂澄清效果的顺序是复配比例 > 水浴温度 > 水浴时间, 由表 3 可知, 各因素对澄清效果均显著, 因此可以确定最佳澄清剂澄清条件为 $A_2B_2C_3$, 即壳聚糖与 PVPP 复配比例为 2.5 : 1, 澄清水浴温度 50 °C, 澄清时间 60 min, 此组合处理的南果梨酒澄清度为 90.5%。

表 2 正交实验结果及分析

Table 2 Results and analysis of orthogonal test

序号 Order number	因素 Factor				澄清度 Clarity /%
	A 复配比例 Compound proportion	B 水浴温度 Water bath temperature/°C	C 水浴时间 Water bath time/min	D 空列 Empty column	
1	1	1	1	1	80.3
2	1	2	2	2	84.2
3	1	3	3	3	81.1
4	2	1	2	3	83.6
5	2	2	3	1	90.5
6	2	3	1	2	84.5
7	3	1	3	2	85.3
8	3	2	1	3	84.2
9	3	3	2	1	80.6
K1	245.6	249.2	249.0	251.4	
K2	258.6	258.9	248.4	254.0	
K3	250.1	246.2	256.9	248.9	
k1	81.7	83.1	83.0	83.8	
k2	86.2	86.3	82.8	84.7	
k3	83.4	82.1	85.6	83.0	
R	4.5	4.2	2.8	1.7	

主次顺序

Primary order $A > B > C > D$

优水平

$A_2B_2C_3$

Optimal level

优组合

$A_2B_2C_3$

Superior combination

表 3 复配澄清剂正交实验方差分析

Table 3 Orthogonal test analysis of variance of different compound clarifiers dose

变异源 Variation source	澄清度 Clarity				显著性 Sig.
	* III 型平方和 Sum of squares	自由度 df	均方 Mean square	F	
A	55.368	2	27.684	947.807	*
B	60.028	2	30.014	874.228	*
C	29.281	2	14.641	462.333	*
误差 Error	0.285	9	0.032		
$R^2 = 0.998, R^2(\text{adjust}) = 0.997$					

注: * 表示 $P=0.05$ 的水平上差异显著。

Note: * indicates significant difference at 0.05 level.

2.6 南果梨酒澄清效果评价

2.6.1 不同澄清剂处理对南果梨酒基本指标和感官指标的影响 由表4可知,不同澄清剂对南果梨酒均具有澄清作用,复配澄清剂可显著提高南果梨酒的澄清效果。使用澄清剂后南果梨酒的酒精度都有所降低,其中复合澄清剂效果最好,酒精度降低最

少;总糖和总酸含量也有所降低,壳聚糖处理的南果梨酒总糖含量略有增加;复配澄清剂处理的南果梨酒感官指标最好,酒体清亮透明,口感协调,风味纯正。因此,在不考虑成本的情况下,复配澄清剂处理南果梨酒效果最好^[7]。

表4 不同澄清剂处理对南果梨酒基本指标和感官指标的影响

Table 4 Effects of different clarifiers dose on basic indexes and quality of Nanguo pear wine

澄清处理方式 Clarification treatment	酒精度 Alcohol degree/%	总糖含量 Total sugar content/(g·L ⁻¹)	总酸含量 Total acid content/(g·L ⁻¹)	澄清度 Clarity/%	感官指标 Sensory index/分
原酒 Wine base	13.2±0.24a	4.1±0.36b	3.0±0.22a	62.0±1.21d	70±2.11e
壳聚糖 Chitosan	12.6±0.26c	4.4±0.35a	2.8±0.27b	80.0±1.31b	79±2.31c
皂土 Bentonite	12.4±0.31d	3.6±0.38d	2.8±0.24b	74.8±1.35c	80±2.84c
凹凸棒土 Attapulgit	12.3±0.30d	3.6±0.39d	2.8±0.21b	74.0±1.36c	81±2.63c
PVPP	12.3±0.21d	3.5±0.32d	2.8±0.29b	73.8±1.34c	83±2.31b
明胶 Gelatin	12.3±0.22e	3.5±0.30d	2.8±0.26b	68.5±1.33d	78±2.69d
复配澄清剂 Compound clarifier	12.8±0.25b	3.9±0.39c	2.8±0.29b	90.5±1.26a	94±2.46a

注:同列数据中不同小写字母表示差异显著($P<0.05$),下同。

Note: Different lowercase letters in the same column indicate significant difference at 0.05 level.

2.6.2 复配澄清剂对南果梨酒稳定性的影响 由表5可知,经复配澄清剂处理的南果梨酒稳定性各项指标均呈阴性,表明复配澄清剂具有除去大量蛋白质的作用;铁、铜稳定性呈阴性,表明在发酵过程中没有使用铁、铜等器皿,起到阻止铁性破败和铜性破败的作用;氧化稳定性试验呈阴性,表明在发酵过程中添加的SO₂起到防止南果梨果酒氧化的效果^[8-9]。

表5 复配澄清剂对南果梨酒稳定性的影响

Table 5 Effect of compound agent on the stability of Nanguo pear wine

处理 Treatment	非生物稳定性 Non-biological stability			
	蛋白质稳定性 Protein stability	铁稳定性 Iron stability	铜稳定性 Copper stability	氧化稳定性 Oxidation stability
	stability	stability	stability	stability
南果梨原酒 Nanguo pear wine base	+	+	+	+
复配澄清剂澄清 Compound clarifier	-	-	-	-

注:“+”表示不稳定;“-”表示稳定。

Note: “+” means instability; “-” means stability.

3 结论

通过单一澄清试验,从壳聚糖、凹凸棒土、皂土、PVPP、明胶中筛选出对南果梨酒澄清效果最好的2种澄清剂壳聚糖和PVPP。以澄清度为指标,为了达到澄清效果相互弥补,增效的作用,该研究对壳聚糖和PVPP进行了复配澄清试验,得到壳聚糖与PVPP

最佳澄清条件为复配比2.5:1,复配澄清剂水浴温度为50℃,水浴时间为60min,此时的澄清度为90.5%,感官指标评分为94分,此条件澄清的南果梨酒基本指标变化不大,并且酒的稳定性明显提高。

参考文献

- [1] 严红光,程江华. 南果梨果酒澄清工艺比较研究[J]. 安徽农业科学,2011,39(32):20051-20052.
- [2] DIANA V, ATILA K, PETER F, et al. Study on maillard reaction driven transformation and increase of antioxidant activity in lysine fortified biscuits[J]. Microchemical Journal, 2013, 107: 172-177.
- [3] JAYAPRAKASAM B, VAREED S K, OLSON L K. Insulin secretion by bioactive anthocyanins and anthocyanidins present in fruits[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2005, 53(1): 28-31.
- [4] 王艳辉,曾钦薇,陈松,等. 不同澄清剂对桑果酒澄清效果的研究[J]. 保鲜与加工, 2009, 9(4): 52-54.
- [5] 张超,王玉霞,尹旭敏,等. 柑橘果酒澄清工艺及稳定性研究[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(24): 29-33.
- [6] 谢晶,陈跃进, WANNA A, 等. 不同澄清剂对金樱子发酵果酒澄清效果的影响[J]. 食品工业科技, 2014, 34(4): 220-223.
- [7] 邵晓庆,负建民,艾对元,等. 不同澄清剂对野草莓果酒澄清效果的比较[J]. 甘肃农业大学学报, 2015, 50(4): 121-127.
- [8] 郭意如,刘明,王欣颖. 蓝莓果酒生产工艺技术研究[J]. 保鲜与加工, 2014, 14(4): 34-39.
- [9] MITROPOULOU A, HATZIDIMITRIOU E, PARASKEVOPOULOU A. Aroma release of a model wine solution as influenced by the presence of non-volatile components: Effect of commercial tannin extracts, polysaccharides and artificial saliva[J]. Food Res Int, 2011, 44(5): 1561-1570.

DOI:10.11937/bfyy.201710029

核桃楸外果皮总生物碱的提取及 抗氧化活性的测定

李 玲, 王天森, 孙墨珑

(东北林业大学 理学院, 黑龙江 哈尔滨 150040)

摘 要:以核桃楸外果皮为试材,采用超声辅助法及紫外可见分光光度法,研究了核桃楸外果皮总生物碱的最佳提取方法,并测定其抗氧化性和抑菌性,以期为核桃楸外果皮中生物碱的后续利用提供参考依据。结果表明:核桃楸外果皮生物碱最优提取条件为乙醇体积分数 80%、料液比 1:10 g·mL⁻¹、超声温度 40℃、超声时间 40 min。抗氧化试验结果表明,核桃楸外果皮的总生物碱提取物对羟基自由基、亚硝酸根离子、超氧阴离子均有清除作用,由线性回归结果得到 3 种自由基的 IC₅₀ 值分别为 0.030(·OH)、0.029(NO₂⁻)、0.033 g·L⁻¹(O₂⁻)。抑菌试验结果表明,核桃楸外果皮的总生物碱提取物对木材褐腐菌密粘褶菌和白腐菌彩绒革盖菌的生长均存在抑制作用。

关键词:核桃楸;外果皮;生物碱;抗氧化;抑菌

中图分类号:S 792.132 **文献标识码:**A **文章编号:**1001-0009(2017)10-0126-05

核桃楸(*Juglans mandshurica* Maxim.)属胡桃科胡桃属落叶乔木,又名山核桃,主要分布于小兴安

第一作者简介:李玲(1992-),女,硕士研究生,研究方向为天然产物化学。E-mail:463037473@qq.com.

责任作者:孙墨珑(1961-),女,博士,教授,研究方向为天然产物化学。E-mail:molongsun@126.com.

基金项目:中央高校基本科研业务费专项资金资助项目(2572015BB18)。

收稿日期:2017-02-03

岭、完达山脉、长白山区,以及俄罗斯远东地区^[1]。核桃楸的外果皮、果实、叶子、树皮等均可用作药材,各部位均有抗癌抗肿瘤等生理功效。核桃楸外果皮的主要化学成分包括黄酮类、鞣质类、生物碱、萜醌及强心苷等活性物质^[2]。目前国内外对核桃楸的研究结果表明,从核桃楸中提取的挥发油、胡桃醌、总黄酮、单宁等物质^[3-5],具有杀虫、抗肿瘤、抗菌、抗氧化等性质^[6-8]。生物碱是自然界中广泛存在的一类含氮碱性有机化合物,多数具有复杂的含氮杂环,结

Effects of Compound Clarifying Agents on Clarification of Nanguo Pear Wine

YE Chunmiao

(Department of Chemical Engineering, Liaoyang Vocational College of Technology, Liaoyang, Liaoning 111000)

Abstract: Chitosan, PVPP, attapulgate, bentonite and gelatin were used as clarifying agents. The optimum conditions for the preparation of compound clarifier were investigated by means of single clarification and compound clarification, in order to obtain the best Nanguo pear wine clarification method. The results showed that the optimal conditions of chitosan and PVPP compound, 2.5:1 ratio, water bath temperature of 50℃, water bath time was 60 minutes. Under this condition, the Nanguo pear wine clarification degree was 90.5%, the sensory score was 94 points, and the effect of compound clarifying agents on physicochemical index of Nanguo pear wine was not obvious.

Keywords: Nanguo pear wine; clarifiers; clarity