

文章编号:1008-1402(2021)03-0107-05

# 响应面法优化黑果枸杞酸奶工艺研究<sup>①</sup>

蒋变玲, 许雪华, 陈琼, 韩方凯, 段红

(宿州学院生物与食品工程学院, 安徽 宿州 234000)

**摘要:** 以黑果枸杞和全脂奶粉为主要原料,通过单因素试验和响应面优化试验确定黑果枸杞凝固型酸奶的最佳工艺。结果表明:黑果枸杞汁 8.20%,白砂糖 9%,菌粉 0.91%,42℃发酵 4.94 h,在此工艺条件下,所得黑果枸杞酸奶感官评分与预测值接近,色泽适宜、质地均匀、酸甜可口,具有黑果枸杞特有的风味。

**关键词:** 黑果枸杞;酸奶;工艺

**中图分类号:** TS252.54

**文献标识码:** A

## 0 引言

黑果枸杞是一种药食两用的茄科枸杞属灌木植物,主要分布于我国西北地区<sup>[1]</sup>。果实中含丰富的多酚类化合物等营养物质,被称为“软黄金”,具抗氧化、降血脂及免疫调节等保健及药用价值<sup>[2]</sup>。酸奶中的营养物质和乳酸菌等,能够调节肠道菌群平衡、增强机体免疫力<sup>[3]</sup>。黑果枸杞的产品研发较少,目前所研发的产品有黑果枸杞果酒、果醋、复合饮料等<sup>[4]</sup>,但少见黑果枸杞凝固型酸奶研发的相关报道。将黑果枸杞与复原乳混合后发酵制成凝固型酸奶,通过试验确定酸奶的最佳工艺,为黑果枸杞凝固型酸奶的研制提供理论依据和参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料与试剂

黑果枸杞;伊利全脂奶粉;酸奶发酵菌(嗜热链球菌、保加利亚乳杆菌等);白砂糖。

### 1.2 仪器与设备

FA1104B型分析天平(上海越平科学仪器有限公司);TMS型质构仪(美国FTC公司);HVE-50型高压蒸汽灭菌锅(日本平山制作所);SW-

CJ-FG型超净工作台(苏州净化设备有限公司);HP-TD1型手持式折光仪(日本Nohawk公司)。

### 1.3 试验方法

#### 1.3.1 工艺流程

全脂奶粉→调配→添加原辅料→均质→灭菌→冷却→接种→发酵→冷藏后熟→成品<sup>[5]</sup>。

#### 1.3.2 黑果枸杞酸奶最佳配方的确定

##### 1.3.2.1 单因素试验确定工艺条件范围

固定白砂糖 9%、菌粉 1.0%、发酵 5h,考察黑果枸杞汁添加量分别为 4%、6%、8%、10%、12%对酸奶感官指标的影响;固定黑果枸杞汁 8%、菌粉 1.0%、发酵 5h,考察白砂糖添加量分别为 8%、9%、10%、11%、12%对酸奶感官指标的影响;固定黑果枸杞汁 8%、白砂糖 9%、发酵 5h,考察菌粉接种量分别为 0.6%、0.8%、1.0%、1.2%、1.4%对酸奶感官指标的影响;固定黑果枸杞汁 8%、白砂糖 9%、菌粉 1.0%,考察发酵时间分别为 4h、5h、6h、7h、8h对酸奶感官指标的影响。

##### 1.3.2.2 Box-Behnken 响应面优化确定最佳工艺条件

根据单因素试验结果,以黑果枸杞汁添加量、菌粉接种量和发酵时间 3 个因素对加工工艺进行响应面优化,以感官评定分数为响应值。各因素水

① 收稿日期:2021-04-02

基金项目:安徽省自然科学基金项目(1908085QC146);宿州学院科研平台开放课题项目(2017ykf06, 2019ykf13);安徽省高等学校自然科学研究重点项目(KJ2018A0447);宿州学院重点科研项目(2019yzd06);安徽省大学生创新创业训练计划项目(201910379117)。

作者简介:蒋变玲(1991-),女,安徽阜阳人,助教,硕士,研究方向:食品科学。

平见表1。

表1 响应面优化试验因素水平表

水平	因素		
	黑果枸杞汁添加量(%)	菌粉接种量(%)	发酵时间(h)
-1	6	0.8	4
0	8	1.0	5
1	10	1.2	6

表2 黑果枸杞酸奶感官评定标准

项目	评分标准	分数
组织状态(30分)	凝乳均匀无气泡,不分层,黏度适宜	25-30
	凝乳均匀无气泡,基本不分层,黏度基本适宜	20-24
	凝乳不均匀有气泡,乳清析出严重,黏度较差	<20
口感(30分)	口感柔和细腻,酸甜适宜,爽口	25-30
	口感较柔和细腻,较酸甜适宜,较爽口	20-24
	口感粗糙,酸甜度不适宜,不爽口	<20
色泽(20分)	颜色均匀一致,呈淡紫色凝乳	25-30
	颜色较均匀一致,颜色过淡或过浓	20-24
	颜色不均匀,色泽不恰当	<20
气味和滋味(20分)	有黑枸杞及乳香味,且滋味协调	25-30
	稍有黑枸杞及乳香味,滋味好	20-24
	气味不协调,无香味	<20

### 1.3.4 产品指标测定

采用质构仪测定酸奶<sup>[8]</sup>理化指标及微生物指标:参照相关文献执行<sup>[6]</sup>。

## 2 结果与分析

### 2.1 黑果枸杞酸奶单因素试验结果分析

黑果枸杞汁添加量对酸奶品质的影响如表3所示。当其他因素相同,黑果枸杞汁添加量低于8%时,酸奶的各项指标呈上升趋势。当添加量为8%时,酸奶具有黑果枸杞独特风味、口感较好,感官评分最高;当添加量高于8%,感官评分下降,酸度偏高;酸奶的硬度和黏附性略微增大,弹性降低。可能是由于黑果枸杞汁添加量较高时,发酵原料中的干物质比例减少,所以酸奶的酸度和粘度降低,组织形态变差,乳清析出增加<sup>[5]</sup>。因此,选择8%的黑果枸杞汁添加量。

表3 黑果枸杞汁添加量对酸奶品质的影响

黑果枸杞汁添加量(%)	酸度(°T)	硬度(N)	黏附性(mJ)	弹性(mm)	感官评分
4	70.1	0.77	0.71	8.6	78.2
6	73.4	0.82	0.87	10.1	87.5
8	76.8	1.14	1.16	11.5	92.4
10	80.3	1.18	1.21	10.2	89.1
12	82.5	1.20	1.25	9.9	80.7

### 1.3.3 感官指标测定

按照国标19302-2010《食品安全国家标准发酵乳》<sup>[6]</sup>中凝固酸奶感官指标要求,组织10名(男女各5人)经过专业培训的感官评价人员,对酸奶的组织形态、口感、色泽、气味和滋味进行评价<sup>[7]</sup>。

4	70.1	0.77	0.71	8.6	78.2
6	73.4	0.82	0.87	10.1	87.5
8	76.8	1.14	1.16	11.5	92.4
10	80.3	1.18	1.21	10.2	89.1
12	82.5	1.20	1.25	9.9	80.7

由表4可知,感官评分在白砂糖添加量为9%时达到最大值。糖添加量高于9%时,会导致酸奶甜度过高,影响酸度,且酸奶凝乳不均匀、组织粗糙、稠厚感差,但对酸奶的硬度和弹性影响较小。此外,加糖量过高会影响乳酸菌的生长与发酵<sup>[9]</sup>。白糖添加量过低,会导致产品甜较弱,口感欠佳。

表4 白砂糖添加量对酸奶品质的影响

白砂糖添加量(%)	酸度(°T)	硬度(N)	黏附性(mJ)	弹性(mm)	感官评分
8	81.2	0.93	1.15	10.7	86.1
9	79.1	1.12	1.19	11.2	92.5
10	75.9	1.14	1.20	11.5	88.3
11	73.4	1.13	1.18	11.9	85.4
12	70.3	1.11	1.13	10.9	83.6

由表5可知,菌粉接种量为1%时,酸奶凝乳

最好,感官评分为 93.0 分。菌粉接种量不足,发酵不完全,酸奶凝乳不均匀,黏附性差,口感稀薄且酸味不足,无明显香味。当接种量较高时,酸度较高,导致酸奶中的蛋白质脱水收缩,硬度增加,黏附性和弹性降低,口感不佳;这可能是由于不同的接种量导致乳中酪蛋白凝集作用被促进或抑制,造成了质构的改变<sup>[10]</sup>,而菌粉接种量过少则发酵不完全,过多则出现发酵过度的现象<sup>[11]</sup>。故选择菌粉添加量为 1.0g 进行响应面优化试验。

表 5 菌粉接种量对酸奶品质的影响

菌粉接种量(%)	酸度(°T)	硬度(N)	黏附性(mJ)	弹性(mm)	感官评分
0.6	69.9	0.78	0.69	8.9	75.9
0.8	74.3	1.09	0.97	10.3	85.1
1.0	77.8	1.18	1.15	11.7	93.0
1.2	81.7	1.26	1.12	11.0	89.4
1.4	84.5	1.33	1.06	10.7	79.2

由表 6 可知,酸奶发酵时间过短,乳酸菌产酸不足,蛋白质变性程度低,酸奶组织结构不稳定,口感偏甜,质构指标较低;发酵越长,产酸量越高,酸甜比例失调,酸奶的持水率下降,质构指标降低,影响感官品质<sup>[12]</sup>。发酵时间为 5h 时,酸度的感官指标较好,故选择 5h 的发酵时间为响应面优化试验的零点。

表 6 发酵时间对酸奶品质的影响

发酵时间(h)	酸度(°T)	硬度(N)	黏附性(mJ)	弹性(mm)	感官评分
4	67.2	1.07	1.03	9.9	82.9
5	78.6	1.19	1.12	11.1	92.1
6	83.8	1.16	1.17	11.7	91.0
7	87.2	1.18	1.09	12.0	81.4
8	90.5	1.13	0.91	11.3	76.2

## 2.2 黑果枸杞凝固型酸奶响应面优化

### 2.2.1 响应面试验结果

由单因素试验结果可知,黑果枸杞汁添加量 A、菌粉接种量 B 和发酵时间 C 对酸奶品质影响较大,确定为自变量,以感官评分为因变量 Y,利用 Box-Behnken 对黑果枸杞酸奶工艺进行优化,试验设计及结果如表 7 所示。

表 7 Box-Behnken 优化试验设计结果

试验号	黑果枸杞汁添加量(%)	菌粉接种量(%)	发酵时间(h)	感官评分(分)	
				实测值	预测值
1	6	1.2	5	82	87.5
2	6	1	6	85	93.0
3	8	1.2	4	84	88.9
4	8	1.2	6	83	89.4
5	8	1	5	93	93.0
6	8	1	5	92	82.6
7	10	1	4	87	84.6
8	8	1	5	93	88.3
9	8	0.8	6	87	93.0
10	8	0.8	4	88	81.9
11	6	1	4	82	86.1
12	10	1	6	83	82.8
13	6	0.8	5	89	87.4
14	10	0.8	5	90	83.1
15	8	1	5	94	93.0
16	8	1	5	93	83.5
17	10	1.2	5	86	93.0

### 2.2.2 数学模型的建立

利用 Design-expert 对表 7 数据进行统计分析,得到感官评定分值 Y 与自变量 A, B, C 的回归方程为  $Y=93.00+1.00A-2.37B-0.38C+0.75AB-1.75AC+0.000BC-3.75A^2-2.50B^2-5.00C^2$ 。对该方程进行方差分析,结果如表 8 所示。

由表 8 可知,回归方程差异极显著 ( $P < 0.0001$ ),由校正决定系数  $R^2_{Adj}$  可知模型实测值与预测值拟合度高;失拟项不显著 ( $P > 0.05$ ),说明试验误差较小。根据 F 值,确定各因素对感官评分的影响主次顺序为:菌粉接种量 > 黑果枸杞汁添加量 > 发酵时间。由各因素的 P 值可知, A, B, AC,  $A^2, B^2, C^2$  影响达极显著水平 ( $P < 0.01$ ),结果说明 3 个因素对酸奶感官品质影响显著,且 AC 存在交互作用。

### 2.2.3 因素交互作用相应曲面分析

响应面曲面图中曲线坡度越陡,则表明该因素对黄酮提取量的影响越大,曲线坡度缓,那么该因素的影响就较小<sup>[13]</sup>。由图 1 可知,在黑果枸杞汁添加量为 8%、发酵时间为 5h 时, A 和 C 之间的响应面较陡峭,因此其具有极显著的交互作用。AB, BC 之间的交互作用不显著,这与表 8 中的分析结果一致。经软件分析得出黑果枸杞酸奶的最佳工艺条件:黑果枸杞汁添加量 8.20%、菌粉接种量 0.91%、发酵时间 4.91h,酸奶感官评分预测值为 93.61 分。

表8 方差分析

变异来源	平方和	自由度	均方	F 值	p 值	显著性
模型	279.78	9	31.09	58.03	< 0.0001	极显著
A	8	1	8	14.93	0.0062	极显著
B	45.13	1	45.13	84.23	< 0.0001	极显著
C	1.12	1	1.12	2.1	0.1906	不显著
AB	2.25	1	2.25	4.2	0.0796	不显著
AC	12.25	1	12.25	22.87	0.002	极显著
BC	-5.68E-14	1	-5.68E-14	-1.06E-13	1	不显著
A <sup>2</sup>	59.21	1	59.21	110.53	< 0.0001	极显著
B <sup>2</sup>	26.32	1	26.32	49.12	0.0002	极显著
C <sup>2</sup>	105.26	1	105.26	196.49	< 0.0001	极显著
残差	3.75	7	0.54			
失拟项	1.75	3	0.58	1.17	0.4262	不显著
纯误差	2	4	0.5			
总变异	283.53	16				
R <sup>2</sup>	0.9868					
R <sub>adj</sub> <sup>2</sup>	0.9698					

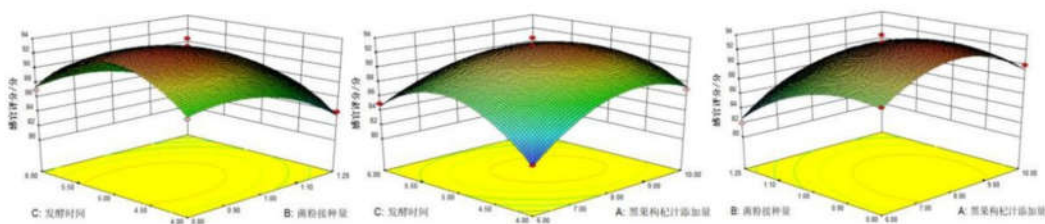


图1 不同因素交互作用对酸奶感官评分影响

### 2.3 最佳工艺条件的验证

为验证响应面优化试验预测所得的最佳工艺条件参数,按照黑果枸杞汁添加量、菌粉接种量、发酵时间分别为 8.20%,0.91%,4.91h 的条件进行 3 次重复试验,得到感官评分均值为 93.58 分,与预测值较接近,说明响应面法优化的结果可靠。

### 2.4 黑果枸杞凝固型酸奶理化指标及微生物指标结果分析

黑果枸杞酸奶的总固形物含量(23.4%)、持水率(18.98%)、脂肪含量(3.4%)、蛋白质含量(3.3%)均符合相关国家标准;微生物指标中,乳酸菌含量( $3.4 \times 10^8$ /g)符合相关国家标准,而致病菌未检出,符合国家标准。

## 3 结论

黑果枸杞营养物质含量丰富,且配比合理,应

用范围广,但目前产品研发还没有进入正轨<sup>[2,4]</sup>。将药食两用的黑果枸杞加入到复原乳中制备凝固型酸奶,为黑果枸杞的研发提供理论依据和参考。根据单因素试验确定黑果枸杞酸奶发酵基础试验条件,响应面法优化得出酸奶制备最佳工艺为:黑果枸杞汁添加量为 8.20%,白砂糖添加量为 9%,菌粉接种量为 0.91%,42℃发酵 4.94 h,在此条件下,所得黑果枸杞酸奶色泽适宜,组织状态良好、质地均匀、酸甜可口,具有黑枸杞特有的滋味和香气,各项指标均符合国家相关标准。

### 参考文献:

- [1] 刘爱红,陈洁,孙美玲.黑果枸杞的营养保健成分及其开发应用研究进展[J].食品工程,2018,12(4):5-10.
- [2] 杨春霞.黑果枸杞与红果枸杞氨基酸含量的差异性研究[J].食品研究与开发,2017,38(4):34-37.
- [3] 周鲜娇,杨勇捷,黄施华,等.响应面法优化百香果酸奶的发酵工艺[J].中国乳品工业,2018,46(11):45-49.
- [4] 杨小玉,刘格,郝莉雨,等.黑果枸杞研究现状及发展前景分析[J].食品与药品,2018,20(6):473-477.

- [5] 李海涛,杜莹,龚俊峰,等. 绿豆酸奶的研制[J]. 中国酿造, 2019, 38(1):183-187.
- [6] 中华人民共和国卫生部. 发酵乳:GB 19302-2010 [S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [7] 王彦平,刘晓丽,孙瑞琳,等. 响应曲面法优化紫山药抗氧化酸奶的发酵工艺[J]. 中国乳品工业, 2017, 45(8):57-60.
- [8] 胡嘉杰,李洪亮,李树森,等. 稳定剂对酸奶感官及匀质指数影响的研究[J]. 中国食品添加剂, 2019, 6(1):135-141.
- [9] 吴建民,刘绍军,邵松林. 马铃薯酸奶加工工艺优化[J]. 食品与机械, 2015(1):222-225.
- [10] 蒋萌蒙,王向军,孙瑞林,等. 添加益生元对复合益生菌枸杞酸奶发酵的影响[J]. 中国乳品工业, 2017, 45(10):47-50.
- [11] 麻泽宇,吴峰华,何志平,等. 响应面法优化黄秋葵酸奶发酵工艺[J]. 北方园艺, 2019, 6(6):129-135.
- [12] 方依依,陈颖,熊汉国. 响应面法优化马铃薯全粉酶解酸奶制作工艺[J]. 食品工业, 2017, 38(10):17-21.
- [13] 杨电增,张冠群,李宗泽,等. 响应面法优化山药枸杞酸奶发酵工艺[J]. 北方园艺, 2018, 6(06):111-118.

## Preparation of Lycium Ruthenicum Murray Yogurt by Response Surface Analysis

JIANG Bianling, XU Xuehua, CHEN Qiong, HAN Fangkai, DUAN Hong

(School of Biological and Food Engineering, Suzhou University, Suzhou Anhui 234000, China)

**Abstract:** Using Lyciumruthenicum Murray (L. Murray) and whole milk powder as main raw materials, the processing technology of yogurt was studied by single factor and response surface analysis experiments. The optimal processing technology of yogurt was determined as follows: L. Murray juice addition 8.20%, sugar addition 9%, inoculation amount 0.91% and fermentation in 42°C for 4.94 hours. The lustre of the yogurt was suitable. The yogurt had uniform texture, good curd, no whey precipitation, optimal taste, with unique aroma of L. Murray.

**Key words:** L. Murray; yogurt; preparation

(上接 102 页)

## Analysis and Extraction of Dimethylamine from Nicosulfuron Intermediate Wastewater

YE Mingfu<sup>1,4</sup>, WANG Miaomiao<sup>1</sup>, ZHAN Linxiao<sup>1</sup>, WANG Anqi<sup>1</sup>, HU Xianyun<sup>2</sup>, ZHANG Ning<sup>3</sup>

(1.School of Chemistry and Chemical Engineering, Anhui University of Technology, Hexian Development Institute of Chemical Industry, Ma'anshan Anhui 243002, China; 2.Qiannan Medical College For Nationalities, Duyun Guizhou 558000, China; 3.Key Laboratory of Mineral Resources and Ecological Environment Monitoring of Hebei Province, Hebei Provincial Testing Center for Geoanalysis, Baoding Hebei 071051, China; 4.Key Laboratory of Advanced Energy Materials Chemistry (Ministry of Education), College of Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, China)

**Abstract:** The synthesis of 2-chloro-N, N-dimethyl nicotinamide, an intermediate of nicosulfuron herbicide, produces a large amount of wastewater containing dimethylamine hydrochloride. Based on the current recycling process of dimethylamine, in order to improve the recycling efficiency of waste water, a method to recover dimethylamine from the intermediate of nicosulfuron was explored. The waste water containing dimethylamine hydrochloride was mixed with sodium hydroxide aqueous solution. After full reaction, the recovery liquid of dimethylamine was obtained by heating distillation, which was characterized by LC-MS, GC-MS and GC. Then the content of dimethylamine was determined and the impurity condition was analyzed. The concentration of dimethylamine in the recovered aqueous solution can reach 30%-50%, which can be used in the production of nicosulfuron.

**Key words:** nicosulfuron; wastewater; dimethylamine hydrochloride; dimethylamine; distillation