

doi:10.3969/j.issn.2095-6002.2018.04.015

文章编号:2095-6002(2018)04-0100-05

引用格式:吴伟都,朱慧,李文强,等.流变仪原位检测技术在饮料网络结构评价中的应用[J].食品科学技术学报,2018,36(4):100-104.



WU Weidu, ZHU Hui, LI Wenqiang, et al. Application of technology combined rheometer and in-situ determination on network structure evaluation of beverages[J]. Journal of Food Science and Technology, 2018,36(4):100-104.

流变仪原位检测技术在饮料网络结构评价中的应用

吴伟都, 朱慧, 李文强, 欧凯, 王雅琼, 李言郡, 舒志成
(杭州娃哈哈集团有限公司研究院, 浙江杭州 310018)

摘要:建立了流变仪原位检测技术表征饮料网络结构强弱的方法,并研究其在乳酸菌饮品与红豆薏米饮品中的应用。采用浆式转子缓慢伸入原包装样品,在不破坏样品结构的基础上应用高级旋转流变仪测定饮料的频率扫描。实验结果表明,对于乳酸菌饮品,弹性模量可以区分体系网络结构的大小,也可区分储存温度与储存时间引起的饮料上下部网络结构的强弱差异,表现为下部强于上部,室温组强于37℃组强于55℃组。对于增稠剂主要为微晶纤维素钠与卡拉胶的红豆薏米饮品,弹性模量与频率的曲线斜率大小可以评价其网络结构的强弱,表现为斜率小于0.05时弱凝胶严重,0.05~0.09时弱凝胶一般严重,0.09~0.11时弱凝胶轻微,大于0.11时无弱凝胶;另外,上部比下部网络结构更强。因此,流变仪原位检测技术避免了对样品结构的破坏,可以评价饮料网络结构的强弱,指导饮料的研发与生产。

关键词:流变仪;原位检测;网络结构;饮料;弹性模量

中图分类号:TS255.44;TS255.7

文献标志码:A

亲水胶体作为一种悬浮剂,经常被用在饮料生产中解决蛋白或其他颗粒沉淀问题,同时还能改善产品质构^[1-2]。不同饮料体系,需考虑使用不同的亲水胶体以及胶体的用量^[3-4]。如何评价增稠剂在饮料体系中所形成的网络结构,并考察其稳定化作用合适与否,需要借助一些手段对饮料进行检测。在评价手段上除了感官目视评定法之外,还可应用离心机、稳定性测试仪及流变仪等仪器研究饮料的网络结构^[5-7]。

目前,原包装检测-浆式转子-旋转流变仪联合评价饮料体系网络结构的方法在国内外尚未见报道。原包装与浆式转子的应用可尽可能减少上样过程对网络结构造成的破坏。文章以清爽型乳酸菌饮品为例,考察较稀薄体系在室温、37℃及55℃3种储存环境饮料上下部网络结构的差异性,根据弹性模量的大小判定是否存在网络结构,

以及储存环境与储存时间对网络结构的影响。另外,以含有较多起悬浮作用的增稠剂及自身含有淀粉的红豆薏米饮品为例,在考察弹性模量大小的基础上,主要评价其弹性模量对频率的依赖关系,以判定是否存在弱凝胶及弱凝胶形成的速率。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

材料:乳酸菌饮料、红豆薏米饮料,实验室自制(生产工艺流程参考图1、图2)。

仪器:AR.G2型高级旋转流变仪,美国TA公司。

1.2 实验方法

1.2.1 样品测试

轻轻打开饮料瓶盖子,对于瓶口较小的塑料瓶,则取剪纸刀一把,在饮料的顶部轻轻割出一个口子。

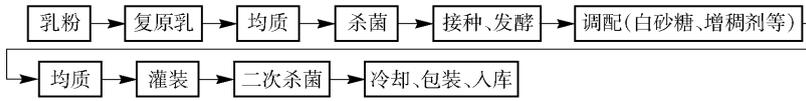


图1 乳酸菌饮料生产工艺流程

Fig. 1 Processing technology flow of lactic acid bacteria beverage

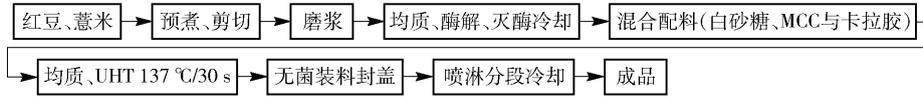


图2 红豆薏米饮料生产工艺流程

Fig. 2 Processing technology flow of protein beverage with red bean and coix seed

将饮料平稳地移到流变仪的 Peltier 板上,移动浆式转子,慢慢插入饮料中待检测的部位,如上部、中部或下部。在流变仪中设置频率扫描测试参数,如预平衡为 1 min,应变值为 1% ~ 10% (一般选择 10%,对于较强网络结构的选择 1%),频率扫描范围为 0.01 ~ 10 Hz。

1.2.2 数据处理

对于一般的清爽型乳饮料,选择弹性模量数值进行比较;对于较强网络结构的饮料,选择弹性模量随频率变化的曲线斜率的大小进行比较。

2 结果与分析

2.1 弹性模量评价饮料网络结构

以乳酸菌饮品为例进行实验,实验中以不加增稠剂为对照组,考察增稠剂(果胶)对网络结构的影响,并研究添加增稠剂的饮品在室温、37 °C 及 55 °C 3 个储存温度下网络结构的差异性,以及储存时间引起的上下部在网络结构上的差异性,结果见表 1 及图 3。

表1 清爽型乳酸菌饮品不同部位弹性模量的大小

Tab. 1 Elastic modulus of different parts of fresh type of lactic acid bacteria beverage

mPa

频率/Hz	对照组	室温组		37 °C 组		55 °C 组	
	G' (下部)	G' (上部)	G' (下部)	G' (上部)	G' (下部)	G' (上部)	G' (下部)
0.01	-0.0116	0.389	0.943	0.350	0.882	-0.452	0.750
0.012 59	0.183	0.361	0.924	0.335	0.879	-0.318	0.728
0.015 85	-0.0724	0.353	0.906	0.323	0.892	-0.449	0.509
0.019 95	-0.119	0.341	0.842	0.269	0.826	-0.455	0.482
0.025 12	-0.177	0.304	0.825	0.294	0.816	-0.459	0.476
0.031 62	-0.115	0.240	0.792	0.138	0.779	-0.399	0.215
0.039 81	-0.296	0.160	0.760	0.140	0.673	-0.557	0.253
0.050 12	-0.476	0.0402	0.656	0.127	0.614	-0.713	0.236
0.063 1	-1.020	-0.0995	0.522	-0.0547	0.523	-0.778	0.0353

由表 1 可知,添加了果胶的饮品存在一定的网络结构,而对照组由于不存在多糖,不形成任何的网络结构,在数值上表现出负值。同时,储存温度与储存时间明显使得上下部在网络结构的强弱上存在差异,在本实验中,弹性模量由大到小排序为下部、上部,室温组、37 °C 组、55 °C 组。表明储存温度升高时在一定程度上破坏了多糖结构或者使构象结构发生转变,从而破坏了部分网络结构,特别是 55 °C 组,饮料上部已经没有网络结构,弹性模量数值表现出负值;同时,下部的弹性模量值与室温组及 37 °C 组相

比较已出现明显的降低。另外,对于清爽型乳酸菌饮品,由于口感的需要添加的果胶量较少,因此形成的网络结构较弱,弹性模量数值较小,随着储存时间的延长,不足以长期悬浮蛋白质,多糖保护的蛋白质有出现下沉的趋势,因此,饮料下部的弹性模量值大于上部。

2.2 弹性模量曲线斜率的大小在饮料弱凝胶评价中的应用

以红豆薏米饮品为例进行实验,该饮品使用的增稠剂主要为微晶纤维素钠(MCC)与卡拉胶。由

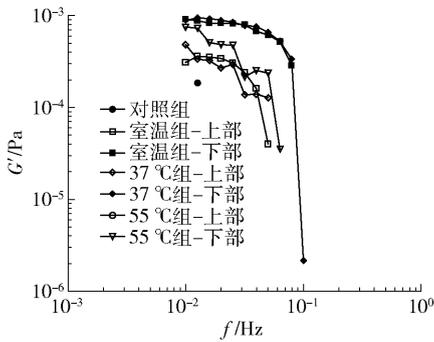


图3 乳酸菌饮品弹性模量随频率的变化曲线

Fig. 3 Frequency sweep curves of lactic acid bacteria beverage

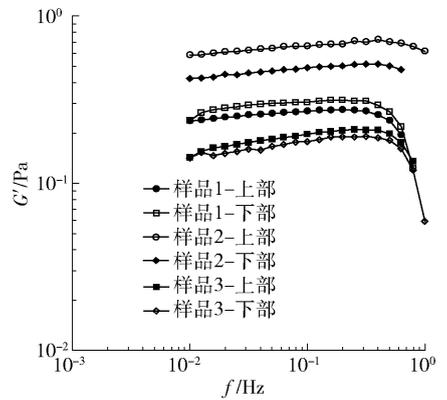


图4 红豆薏米饮品弹性模量随频率的变化曲线

Fig. 4 Frequency sweep curves of protein beverage with red bean and coix seed

于 MCC 的使用量与弱凝胶的形成正相关,加上储存过程中红豆淀粉出现回生,并且在回生过程中淀粉能通过氢键等作用力与 MCC、多糖及蛋白质形成更强的网络作用,从而更加有利于弱凝胶甚至强凝胶的产生。本实验中以 3 批红豆薏米饮品为例,通过弹性模量随频率变化的曲线的斜率大小考察弱凝胶(网络结构)的差异性,以及研究储存时间引起的上下部在网络结构上的差异性,结果见表 2 及图 4。同时,对试样进行慢慢倾倒,用肉眼观察弱凝胶形成的程度,并将仪器测试结果与肉眼观察结果进行比较。

表2 红豆薏米饮品不同部位弹性模量曲线的斜率

Tab.2 Slopes of elastic modulus curves of different parts of protein beverage with red bean and coix seed mPa

试样		G' (上部)	G' (下部)
样品 1	瓶 1	0.035 27	0.039 01
	瓶 2	0.045 34	0.046 94
	瓶 3	0.036 72	0.039 87
样品 2	瓶 1	0.053 53	0.055 83
	瓶 2	0.080 06	0.082 14
	瓶 3	0.066 26	0.073 01
样品 3	瓶 1	0.091 85	0.093 23
	瓶 2	0.091 56	0.099 11
	瓶 3	0.095 70	0.101 60

从倾倒时肉眼观察来看,样品 1、样品 2 及样品 3 的弱凝胶程度分别描述为:严重、一般严重、轻微,区别于清爽型乳酸菌饮品,上部比下部弱凝胶程度更明显,具体原因有待于进一步研究探讨。从表 2 可知,通过仪器手段得到的弹性模量曲线的斜率大小与肉眼观察结果完全相吻合,曲线斜率越小也即

曲线越平坦,弱凝胶程度越严重,当斜率小于 0.05 时弱凝胶程度严重,0.05 ~ 0.09 时弱凝胶程度一般严重,0.09 ~ 0.11 时弱凝胶轻微。另外,同一批号样品不同瓶在倾倒肉眼观察时已无法区分,而通过仪器手段根据弹性模量曲线的斜率大小则能对同一弱凝胶程度进行更加有效的细分。

2.3 弹性模量曲线斜率的大小在饮料弱凝胶形成的速率与程度上的应用

为进一步验证弹性模量随频率变化曲线的斜率用于表征红豆薏米饮品弱凝胶形成的速率及程度的可行性,将上述 3 批原包装测试后的样品彻底搅匀后,均分至 100 mL 烧杯中,用保鲜膜封口,置于冰箱冷藏,定期取样后原包装(整个烧杯)进行弹性模量曲线斜率的测定,同时结合倾倒时肉眼观察与打分,结果见表 3 及图 5 ~ 图 7。

冷藏 3 h 后斜率均在 0.17 以上,样品 3 甚至达到 0.3,3 个样品均未产生弱凝胶,在后续的冷藏保温过程中,凡是斜率在 0.11 以上的目视法观察时均不具有弱凝胶特性,表明斜率大于 0.11 时样品是不具有弱凝胶风险的。样品 1 及样品 2 在 21 h 后已重新出现弱凝胶现象,倾倒时打分两者有差异,但不明显,分别为 1 分、0.5 分,同时对应的斜率在 0.09 ~ 0.1 范围内存在差异;在 45 h 后,倾倒时打分两者差异加大,分别为 2.5 分、0.5 分,此时样品 1 斜率在 0.08 ~ 0.09,而样品 2 斜率在 0.09 ~ 0.1,表明不同层级的斜率所对应的弱凝胶程度能明显区分。在后续的继续冷藏过程中,样品 2 的斜率在 0.09 ~ 0.1 范围内呈下降趋势,但倾倒时打分均为 0.5 分,样品 1 斜率在 0.07 ~ 0.09 范围内下降明显,但倾倒时打分均为 2.5 分,表明倾倒时目视观察法已经不

表 3 红豆薏米饮品搅匀后弹性模量曲线斜率及倾倒肉眼观察结果随放置时间的变化
Tab.3 Slopes of elastic modulus curves and results of visual observation of protein beverage with red bean and coix seed after being stirred

放置时间/h	斜率			倾倒时肉眼观察打分
	样品 1	样品 2	样品 3	
3	0.190 8	0.172 5	0.293 4	3 个样品均无弱凝胶现象
21	0.096 1	0.098 6	0.150 9	样品 1 为 1 分,样品 2 为 0.5 分,样品 3 无弱凝胶
27	0.095 85	0.094 89	0.147 6	样品 1 为 1 分,样品 2 为 0.5 分,样品 3 无弱凝胶
45	0.086 02	0.096 52	0.142 6	样品 1 为 2.5 分,样品 2 为 0.5 分,样品 3 无弱凝胶
69	0.083 95	0.092 96	0.139 3	样品 1 为 2.5 分,样品 2 为 0.5 分,样品 3 无弱凝胶
93	0.076 59	0.091 1	0.125 3	样品 1 为 2.5 分,样品 2 为 0.5 分,样品 3 无弱凝胶
117	0.073 7	0.090 33	0.114 8	样品 1 为 2.5 分,样品 2 为 0.5 分,样品 3 无弱凝胶

倾倒时肉眼观察的分值与弱凝胶程度呈正相关,分值越大弱凝胶程度越明显。

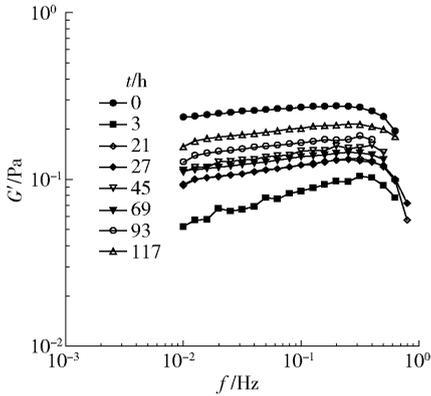


图 5 样品 1 搅匀后弹性模量曲线随时间的变化
Fig.5 Effects of storage time on elastic modulus curve of sample 1 after being stirred

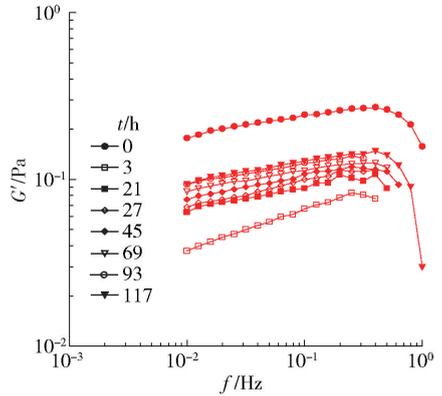


图 7 样品 3 搅匀后弹性模量曲线随时间的变化
Fig.7 Effects of storage time on elastic modulus curve of sample 3 after being stirred

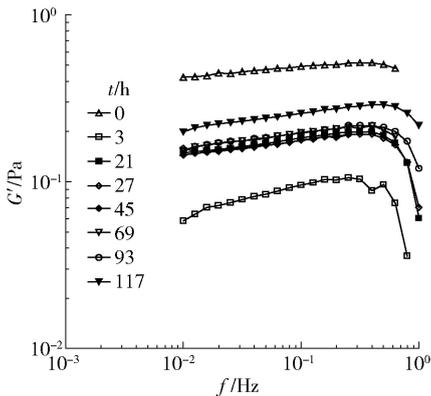


图 6 样品 2 搅匀后弹性模量曲线随时间的变化
Fig.6 Effects of storage time on elastic modulus curve of sample 2 after being stirred

3 结 论

采用饮料原包装检测技术与浆式转子可以最大程度地避免样品上样过程中对样品结构的破坏。应用流变仪对饮料进行频率扫描,对于一般饮料体系可以通过弹性模量的大小评价其网络结构的强弱;对于具有较强网络结构的饮料体系,在考察弹性模量大小的基础上通过弹性模量对频率的依赖关系的评价,可以判定饮料体系是否出现弱凝胶或过强网络结构的现象。

该检测方法简便、准确,可以测定具有微弱网络结构、强网络结构甚至出现凝胶化的样品,测定同一样品不同部位的网络结构强弱,也可以对网络结构的强弱进行评价分级。因此,该方法可以广泛应用于饮料的研发与生产,对配方工艺的改进与完善上具有重要的指导意义。

能有效区分所形成的弱凝胶程度,而弹性模量曲线的斜率却能很好地表征弱凝胶形成的速率及程度。

参考文献:

- [1] 常忠义, 高红亮, 赵宁, 等. 发酵型酸乳饮料稳定性的研究[J]. 食品科学, 2005, 26(3): 110-112.
CHANG Z Y, GAO H L, ZHAO N, et al. Study on stabilizers stability of the yogurt beverage [J]. Food Science, 2005, 26(3): 110-112.
- [2] 刘俊亮, 邬娟, 张洪斌. 羧甲基纤维素钠稳定酸性乳饮料的研究进展[J]. 中国乳品工业, 2012, 40(1): 38-41, 58.
LIU J L, WU J, ZHANG H B. Research development on the stabilization of acidified milk drink induced by sodium carboxymethyl cellulose [J]. China Dairy Industry, 2012, 40(1): 38-41, 58.
- [3] 冯春霞, 王彦平, 巴根纳. CMC冷化料工艺在调酸型含乳饮料生产中的应用[J]. 饮料工业, 2014, 17(2): 50-52.
FENG C X, WANG Y P, BA G N. Application of CMC technology in cold material dissolving for production of acidified milk drinks[J]. Beverage Industry, 2014, 17(2): 50-52.
- [4] 李向东, 刘佳, 于丽华, 等. 稳定剂在含乳饮料加工中的应用[J]. 食品与发酵工业, 2010, 36(12): 76-79.
LI X D, LIU J, YU L H, et al. The application of stabilizer blends in milk beverage production [J]. Food and Fermentation Industries, 2010, 36(12): 76-79.
- [5] 华霄, 杨瑞金, 王梦乐, 等. 低聚异麦芽糖乳饮料体系流变特性研究及感官评定[J]. 食品与机械, 2011(5): 28-31, 35.
HUA X, YANG R J, WANG M L, et al. Rheological behavior and sensory evaluation of oligosaccharide-containing skim milk beverage [J]. Food and Machinery, 2011(5): 28-31, 35.
- [6] 郭翔, 徐致远, 艾连中, 等. 褐色益生菌乳饮料稳定性研究及工艺条件优化[J]. 食品科学, 2009, 30(22): 226-230.
GUO X, XU Z Y, AI L Z, et al. Study on stability and optimum technological conditions of brown milk drink [J]. Food Science, 2009, 30(22): 226-230.
- [7] 易文芝, 唐雯倩, 刘成国. 复合低聚糖对褐色益生菌乳饮料稳定性影响的研究[J]. 中国乳品工业, 2014, 42(7): 34-38.
YI W Z, TANG W Q, LIU C G. Effect of compound oligosaccharides on the stability of brown probiotic milk beverage [J]. China Dairy Industry, 2014, 42(7): 34-38.

Application of Technology Combined Rheometer and In-Situ Determination on Network Structure Evaluation of Beverages

WU Weidu, ZHU Hui, LI Wenqiang, OU Kai, WANG Yaqiong, LI Yanjun, SHU Zhicheng
(Research Institute of Hangzhou Wahaha Group Company Limited, Hangzhou 310018, China)

Abstract: The method using the technology combined rheometer and in-situ determination to characterize the network structure strength of beverage was established, which was applied to evaluate the lactic acid bacteria beverage and the protein beverage with red bean and coix seed in this study. The rotor was immersed slowly into the sample in original packaging, followed by the experiments of frequency sweep on the beverage with advanced rotational rheometer not destroying the sample structure. The experimental results showed that for the lactic acid bacteria beverage, elastic modulus could distinguish the network structure. Moreover, it could distinguish effects of the storage temperature and storage time on the network structure. The results were as follows: the lower part > upper part, room temperature > 37 °C > 55 °C. The protein beverage with red bean and coix seed contained sodium microcrystalline cellulose and carrageenan as the thickeners. The slope of the dependence of elastic modulus on the frequency could evaluate the strength of network structure. The weak gel was serious, generally serious, slight, and none when slope was <0.05, 0.05~0.09, 0.09~0.11 and >0.11 respectively. Moreover, the upper part had a more stronger network structure than the lower part. In conclusion, the technology combined rheometer and in-situ determination could evaluate the network structure strength of beverages avoiding the damage of the sample structure and provide guidance on the R&D and production of beverages.

Keywords: rheometer; in-situ determination; network structure; beverages; elastic modulus

(责任编辑:檀彩莲)