

朱磊, 吕珊珊, 史文雅, 等. 寒地‘贝达’葡萄清汁的研制及理化指标分析 [J]. 食品工业科技, 2024, 45(7): 177–183. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023050223

ZHU Lei, LÜ Shanshan, SHI Wenya, et al. Development and Physicochemical Index Analysis of Clear Grape Juice Made from 'Beta' in Cold Regions[J]. Science and Technology of Food Industry, 2024, 45(7): 177–183. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2023050223

· 工艺技术 ·

寒地‘贝达’葡萄清汁的研制及理化指标分析

朱 磊^{1,2,3}, 吕珊珊¹, 史文雅¹, 于昕楚¹, 宋晨龙¹

(1.黑龙江八一农垦大学食品学院, 黑龙江大庆 163319;

2.黑龙江省农产品加工工程技术研究中心, 黑龙江大庆 163319;

3.国家杂粮工程技术研究中心, 黑龙江大庆 163319)

摘 要:以寒地栽培的抗性砧木品种‘贝达’果实为原料, 为了克服原汁‘糖低酸高’的缺陷, 突出其美洲种特有的风味特征, 并使果实中的营养活性成分得以充分保留, 研制了一款葡萄清汁产品, 实现了榨汁后葡萄皮渣的二次利用。利用单因素实验, 确定了葡萄皮渣酚类提取的最佳工艺条件: 乙醇浓度为 60%、料液比为 1:25、浸提时间为 1.5 h、浸提次数为 3 次。通过单因素实验和正交试验确定了寒地‘贝达’葡萄清汁的最优配方: 原汁添加量为 45%、白砂糖添加量为 8.2%、柠檬酸添加量为 0.035%、葡萄皮酚类提取物添加量为 0.4%、葡萄籽酚类提取物添加量为 0.5%。研制的寒地‘贝达’葡萄清汁为深宝石红色, 且酸甜适中、葡萄风味突出, 其中维生素 C 含量为 3.27 mg/100 mL、总酚含量为 831.08 mg GAE/L、黄烷-3-醇含量为 25.37 mg CAE/L、花色苷含量为 15.75 mg CGE/L、DPPH 自由基清除能力为 3.71 mmol Trolox/L。与市售纯汁葡萄汁相比, 寒地‘贝达’葡萄清汁纯汁比例下降, 但是减少了加糖量, 葡萄皮渣酚类提取物的添加提高了产品的营养和活性, 符合当今消费者对果汁品质和健康的多重需求。

关键词:寒地, 葡萄汁, 配方研制, 皮渣, 理化指标

中图分类号: TS255.44

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2024)07-0177-07

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2023050223



本文网刊:

Development and Physicochemical Index Analysis of Clear Grape Juice Made from 'Beta' in Cold Regions

ZHU Lei^{1,2,3}, LÜ Shanshan¹, SHI Wenya¹, YU Xinchu¹, SONG Chenlong¹

(1. College of Food Science and Technology, Heilongjiang Bayi Agricultural University, Daqing 163319, China;

2. Agri-Food Processing and Engineering Technology Research Center of Heilongjiang Province, Daqing 163319, China;

3. Department of National Coarse Cereals Engineering Research Center, Daqing 163319, China)

Abstract: In this study, a product of clear juice was developed with the grape berries of a resistant rootstock variety 'Beta' cultivated in cold regions. The product overcame the shortcomings of 'low sugar and high acidity' in the original juice and enhanced the flavor feature inherent to the American *Vitis* grapes. The secondary utilization of the pomace after pressing fully reserved the nutritional and bioactive constituents of berry into the juice. The optimum process conditions for the phenolic extraction from grape pomace were obtained by single-factor tests, including ethanol concentration of 60%, material-liquid ratio of 1:25, extraction duration of 1.5 h and 3 extraction times. And the optimum formula for clear grape juice made from 'Beta' in cold regions was determined by single-factor and orthogonal tests, containing 45% original juice, 8.2% sugar, 0.035% citric acid, 0.4% phenolic extracts from grape skin pomace and 0.5% phenolic extracts from grape seed pomace. The clear grape juice had a deep ruby red color, the appropriate sweetness and acidity and an outstanding grape

收稿日期: 2023-05-22

基金项目: 黑龙江省自然科学基金 (LH2022C064); 大学生创业训练项目 (202210223046X)。

作者简介: 朱磊 (1982-), 女, 博士, 副教授, 研究方向: 葡萄生理与葡萄酒化学, E-mail: zhulei2580@126.com。

flavor. There were 3.27 mg/100 mL of vitamin C, 831.08 mg GAE/L of total phenolics, 25.37 mg CAE/L of flavan-3-ols and 15.75 mg CGE/L of anthocyanins as well as 3.71 mmol Trolox/L of DPPH radical scavenging capacity in the clear juice. Compared with the commercially available products of pure grape juice, the new clear juice decreased the proportion of pure juice, but also reduced the additive amount of sugar. At the same time, the addition of phenolic extracts from grape pomace made the clear juice exhibit higher nutritional and bioactive properties. The clear grape juice made from 'Beda' in cold regions would meet the current consumers demand for both quality and health.

Key words: cold regions; grape juice; formulation development; pomace; physicochemical indexes

‘贝达(Beta)’葡萄原产于美国,是由河岸葡萄(*Vitis riparia* L.)和美洲葡萄(*V. labrusca*)杂交而成,早年引入我国^[1],具有耐干旱、抗病力强、抗寒等优点,主要作为抗性砧木进行栽培和利用^[2-3]。在黑龙江地区,气候寒冷且葡萄生长季短,栽培的加工用葡萄品种较少,除了山葡萄外,‘贝达’也可用于酿酒和制汁。

葡萄中含有大量具有抗氧化活性的植物化学物质,包括花色苷、黄酮醇、原花青素等酚类化合物以及维生素 C,这些物质的摄入与降低慢性疾病的风险有关^[4-7],而葡萄汁饮品可为我们的日常饮食补充这些植物化学成分。‘贝达’果实出汁率较高、含糖量低、酸度大、酚类物质丰富、具有典型的麝香气味^[8-9]。实验室前期对其中成分进行了测定,2021 年‘贝达’果实的可溶性固形物含量为 15.52°Brix、可滴定酸度为 2.05%、出汁率为 62.33%。如果在寒地就地取材制作葡萄汁,‘贝达’果实是潜在的良好原料。

葡萄汁是近几年来国内外非常流行的健康饮品,它不仅味美可口、营养丰富,而且它富含酚类化合物^[10-11]。目前,国内外用于制汁的葡萄品种多为欧亚种、美洲种或欧美杂种,例如:康可、康拜尔、美洲红。我国用于制汁葡萄生产的品种以巨峰、玫瑰露等国外品种为主,但这些品种不适宜在寒地露地栽培^[12-13]。我国对于葡萄果汁的开发研究,除了葡萄纯汁生产工艺、调配葡萄汁的配方外^[14],还有关于复配葡萄汁的报道^[15],例如紫甘蓝葡萄汁^[16]、猴头菇葡萄汁^[17]等,但市场上鲜见寒地葡萄制成的果汁产品。

目前,中国是全球最大的葡萄种植国和消费国之一,葡萄皮渣是葡萄酒和果汁制造的副产品^[18-19]。近年来,通过国内外学者的深入研究发现,皮渣中富含多种有益于人体健康的成分,尤其是其中的原花青素、白藜芦醇和单宁等酚类物质,具有良好的医疗和保健作用^[20-21]。从葡萄皮中提取的白藜芦醇具有很好的保健功能,有调节免疫以及抗炎等作用^[22],葡萄籽中提取的原花青素可以改善血液循环、改善缺氧和保护心脏等一系列功能,是一种纯植物提取的保健品^[23]。

本文以寒地栽培的抗性砧木品种‘贝达’果实为原料,为了克服原汁‘糖低酸高’的缺陷、突出其美洲种特有的风味特征,并使果实中的营养活性成分得以充分保留,研制了一款葡萄清汁的产品配方,并实现了榨汁后葡萄皮渣的二次利用,以期为葡萄皮渣综合

利用提供新方法,同时也为提高葡萄清汁的营养价值提供重要的理论参考。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

成熟的‘贝达’葡萄果实 购自大庆新村,无病虫害及腐烂果;葡萄汁 购于大庆市华联超市,3 种市售葡萄汁均标示 100%,葡萄汁 A 呈红色,葡萄汁 B 呈紫色,葡萄汁 C 呈桃红色;硫酸铜、酒石酸钾钠、氢氧化钠、乙酸锌、亚铁氰化钾、福林酚试剂、碳酸钠、甲醇、乙醇、酚酞、浓硫酸、儿茶素、香草醛、氯化钾、醋酸钠、盐酸、葡萄糖 分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司;羧甲基纤维素钠、黄原胶、明胶、琼脂和果胶酶 食品级,天津大茂化学试剂有限公司。

R47F 型瑞彤减速机 温州瑞通减速机有限公司;722S 型可见分光光度计 上海精密科学仪器有限公司;DK-98-1 型电热恒温水浴锅 天津市泰斯特仪器有限公司;AR153CN 型电子分析天平 奥豪斯仪器有限公司;PXSJ-216 型离子计 广州市新英电器有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 葡萄清汁制备工艺流程 原料→除梗破碎→压榨→加硫处理→除酒石→调配→过滤→杀菌→灌装密封→冷却→成品^[24]。

操作要点:选取新鲜完整、成熟良好、呈蓝黑色或紫色、无霉烂及无病虫害的果实,利用小型除梗破碎机进行除梗破碎,然后先进行自流汁的分离,再压榨固体皮渣得到压榨汁,将自流汁与压榨汁混合,在果汁中加入偏重亚硫酸钾,使二氧化硫浓度达到 350 mg/L,作为抗褐变剂和澄清剂。将葡萄汁冷却至-2℃使酒石析出,静置使大部分酒石析出,将上层清汁进行过滤后,再重复 2 次除酒石操作。向果汁中加入糖、酸和葡萄皮渣酚类提取物进行调配,用果胶酶进行澄清,果胶酶的添加量为 0.2 g/L,采用聚偏氟乙烯超滤膜对果汁进行过滤,获得葡萄清汁。将葡萄清汁和玻璃瓶分别在 85℃条件下杀菌 15 min,灌装后立即将玻璃瓶密封,玻璃瓶倒置 1~2 min 后迅速冷却至低于 30℃。

1.2.2 葡萄皮和籽酚类化合物提取

1.2.2.1 葡萄皮渣酚类提取物的制备 收集压榨后的‘贝达’葡萄皮渣,在阴凉处室温风干 72 h,手动分

离葡萄皮和葡萄籽,利用粉碎机将样品粉碎。准确称取 1.000 g 粉碎的葡萄皮/籽,按照一定的料液比加入一定体积分数的乙醇-水(Vol)溶液,放入水浴振荡器以 300 r/min 在室温下避光提取,提取结束后 4000 r/min 离心 15 min,重复提取若干次,合并上清液。提取液利用旋转蒸发仪在 40 ℃ 下除去乙醇并浓缩,制成 10 mL 的浓缩液后,密封避光于-20 ℃ 下保存。

1.2.2.2 酚类化合物提取的单因素实验 对乙醇浓度、料液比、浸提时间、浸提次数四个因素进行单因素实验。选择乙醇浓度为 50%、60%、70%、80%、90%,其中单因素固定条件为料液比 1: 25、浸提时间 1.5 h、浸提 1 次;料液比为 1:5、1:15、1:25、1:35、1:45,其中单因素固定条件为乙醇浓度 60%、浸提时间 1.5 h、浸提 1 次;浸提时间为 0.5、1、1.5、2 h,其中单因素固定条件为乙醇浓度 60%、料液比 1: 25、浸提 1 次;浸提次数为 1、2、3、4 次,其中单因素固定条件为乙醇浓度 60%、料液比 1: 25、浸提时间 1.5 h。以提取物中总酚和花色苷的提取量为指标确定最佳单因素水平,总酚和花色苷的测定方法见 1.2.6。

1.2.3 葡萄皮渣酚类提取物添加量的单因素实验 通过预实验初步确定:葡萄汁与水的配比为 4.5:5.5,白砂糖含量为 8.25%,柠檬酸含量为 0.03%,葡萄籽酚类化合物添加量为 0.4%,进行葡萄皮酚类提取物添加量分别为 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5%、0.6%、0.7% 的单因素实验。葡萄汁与水的配比为 4.5:5.5,白砂糖含量为 8.25%,柠檬酸含量为 0.03%,葡萄皮酚类化合物添加量为 0.3%,进行葡萄籽酚类提取物添加量分别为 0.1%、0.2%、0.3%、0.4%、0.5%、0.6%、0.7% 的单因素实验。根据感官评定结果确定最佳添加量。

1.2.4 葡萄清汁配方的正交试验 正交试验包括 5 个因素(表 1),A 为葡萄原汁添加量,B 为白砂糖添加量,C 为柠檬酸添加量,D 为葡萄皮酚类提取物添加量(SkPP),E 为葡萄籽酚类提取物添加量(SePP),进行五因素四水平正交试验设计。根据感官评定结果确定最优组合。

表 1 五因素四水平正交试验表
Table 1 Factors and levels of orthogonal test

水平	因素				
	A 葡萄原汁添加量(%)	B 白砂糖添加量(%)	C 柠檬酸添加量(%)	D SkPP (%)	E SePP (%)
1	50	8.15	0.020	0.2	0.2
2	45	8.20	0.025	0.3	0.3
3	40	8.25	0.030	0.4	0.4
4	35	8.30	0.035	0.5	0.5

1.2.5 葡萄汁的感官评定方法 品评人员为食品行业训练有素的 8 名学生与教师,4 男 4 女,年龄 20~35 岁,在评定前先熟悉葡萄汁品评试验的评价项目及评定方法,培训所用葡萄汁为本研究的‘贝达’葡萄

清汁和市售葡萄汁。单因素实验结果只进行基本特点描述,正交试验结果进行系统评分。葡萄清汁感官质量鉴定评分标准参照参考文献 [22] 的标准,具体见表 2。

表 2 葡萄清汁感官评分标准
Table 2 Sensory evaluation standard of grape clear juice

指标	评分标准	分值
色泽(20分)	深红或者鲜红,色泽明亮,无杂质	16~20
	色泽不够明显,过深或过浅	12~15
	颜色发暗无光泽,或有杂色	<12
香气(30分)	有葡萄汁的香气,香气适中纯正	26~30
	香气少或者太浓,不明显	22~25
	有香气但香味不合适	<22
口感(40分)	口感纯正柔和,酸甜适口,无异味	35~40
	口感稍差,酸甜不均	31~34
	口味过淡,有异味,不明显	<31
组织状态(10分)	组织均匀,无杂质澄清透明	8~10
	有轻微浑浊或沉淀,但不明显	5~7
	浑浊严重,有杂质	<5

1.2.6 理化指标的测定方法

1.2.6.1 总酸含量的测定 按照 GB 12456-2021 中的滴定法进行[25]。

1.2.6.2 总糖含量的测定 按照 GB 5009.8-2016 中的滴定法进行测定[26]。

1.2.6.3 维生素 C 含量的测定 按照 GB 5009.86-2016 中的滴定法进行测定[27]。

1.2.6.4 总酚含量的测定 采用 Singleton 等[28]的方法并略做修改,吸取 100 μL 提取液和 3 mL 蒸馏水至 10 mL 具塞试管,混匀后依次加入 250 μL 福林酚、750 μL 20% 的 Na₂CO₃ 溶液混匀,用蒸馏水定容至 5 mL。测试溶液在 40 ℃ 水浴中避光反应 30 min,反应完毕于 760 nm 波长下测定吸光度值。根据没食子酸标准曲线 $y=0.9197x-0.0241$ ($R^2=0.9992$) 计算总酚含量,结果表示为毫克没食子酸当量每克鲜果皮(mg GAE/g FM)。计算公式如下:

$$\text{总酚含量(mg GAE/g FM)} = \frac{X \times V \times N}{m} \quad \text{式 (1)}$$

式中,X 为质量浓度,mg/mL; V 为样液体积,mL; N 为稀释倍数;m 为葡萄皮样品质量,g。

$$\text{葡萄清汁总酚含量(mg GAE/L)} = X \times 1000 \times N \quad \text{式 (2)}$$

式中,X 为质量浓度,mg/mL; N 为稀释倍数。

1.2.6.5 黄烷-3-醇含量的测定 采用 Sun 等[29]的方法并略做修改,吸取 400 μL 葡萄清汁提取液至 10 mL 棕色容量瓶中,加入甲醇补足至 1 mL,依次加入 2.5 mL 1% 香草醛-甲醇溶液,2.5 mL 25% 浓硫酸-甲醇溶液混匀,测试溶液在 30 ℃ 水浴中避光反应 15 min,反应完毕于 500 nm 波长下测定吸光度值。根据儿茶素标准曲线 $y=0.823x-0.0104$ ($R^2=$

0.9994)计算黄烷-3-醇含量, 结果表示为毫克儿茶素当量每升葡萄清汁(mg CAE/L), 计算同式(2)。

1.2.6.6 花色苷含量的测定 采用 pH 示差法^[30] 并略作修改, 吸取 800 μL 提取液 2 份至试管中, 分别加入 pH1.0 和 pH4.5 缓冲液, 用蒸馏水定容至 10 mL, 测试溶液在室温下反应 2 h, 反应完毕分别在 500、700 nm 波长下测定吸光度值。结果表示为毫克二甲花翠素葡萄糖苷当量每克鲜果皮(mg CGE/g FM)。计算公式如下:

$$\text{总吸光度(OD)} = (\text{OD}_{500\text{ nm}} - \text{OD}_{700\text{ nm}})_{\text{pH}1.0} - (\text{OD}_{500\text{ nm}} - \text{OD}_{700\text{ nm}})_{\text{pH}4.5}$$

$$\text{花色苷含量(mg CGE/g FM)} = \frac{\text{OD} \times \text{MW} \times \text{DF} \times \text{V}}{\varepsilon \times \text{L} \times \text{m}} \quad \text{式(3)}$$

式中, MW 为 449.2 g/mol; DF 为稀释倍数; V 为提取液体积, mL; ε 为 26900 $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}$; L 为光程, 1 cm; m 为葡萄皮样品质量, g。

$$\text{葡萄清汁花色苷含量(mg CGE/L)} = \frac{\text{OD} \times \text{MW} \times \text{DF} \times 1000}{\varepsilon \times \text{L}} \quad \text{式(4)}$$

式中, MW 为 449.2 g/mol; DF 为稀释倍数; ε 为 26900 $\text{L} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{cm}$; L 为光程, 1 cm。

1.2.6.7 DPPH 自由基清除能力的测定 采用 Brand 等^[31] 的方法并略做修改, 吸取 200 μL 葡萄清汁提取液和 7.8 mL DPPH 甲醇溶液至 10 mL 棕色容量瓶中, 测试溶液在室温下反应 60 min, 反应完毕于 515 nm 波长下测定吸光度值。根据 Trolox 标准曲线 $y = -0.3651x + 0.9007 (R^2 = 0.9995)$ 计算 DPPH 自由基清除能力, 结果表示为毫摩尔 Trolox 当量每升葡萄清汁(mmol Trolox/L)。

1.3 数据处理

每项实验进行三次重复, 结果表示为平均值 $\pm$ 标准偏差, 采用 SPSS 22.0 进行方差分析(ANOVA), 采用 Microsoft excel 2019 进行绘图。

2 结果与分析

2.1 葡萄皮渣酚类提取最优条件的确定

乙醇浓度对酚类化合物含量影响显著(图 1A)。在乙醇浓度为 60% 时, 总酚和花色苷提取量达到最大值分别为 27.51 mg GAE/g FM、0.19 mg CGE/g FM, 乙醇能促进氢键的断裂, 聚合物由大分子变成小分子, 更易于游离到细胞外, 从而萃取到溶剂体系中, 适宜的乙醇水溶液有助于酚类化合物的溶出。当乙醇浓度过大时, 酚类化合物含量明显减少, 原因主要是不同酚类的极性不同。因此, 最适乙醇浓度确定为 60%。

随着料液比的增大, 溶剂量增多, 酚类化合物的溶解量逐渐达到饱和, 在料液比为 1:25 时总酚和花色苷提取量达到最大值分别为 28.28 mg GAE/g FM、0.21 mg CGE/g FM(图 1B), 料液比达到 1:25 以后,

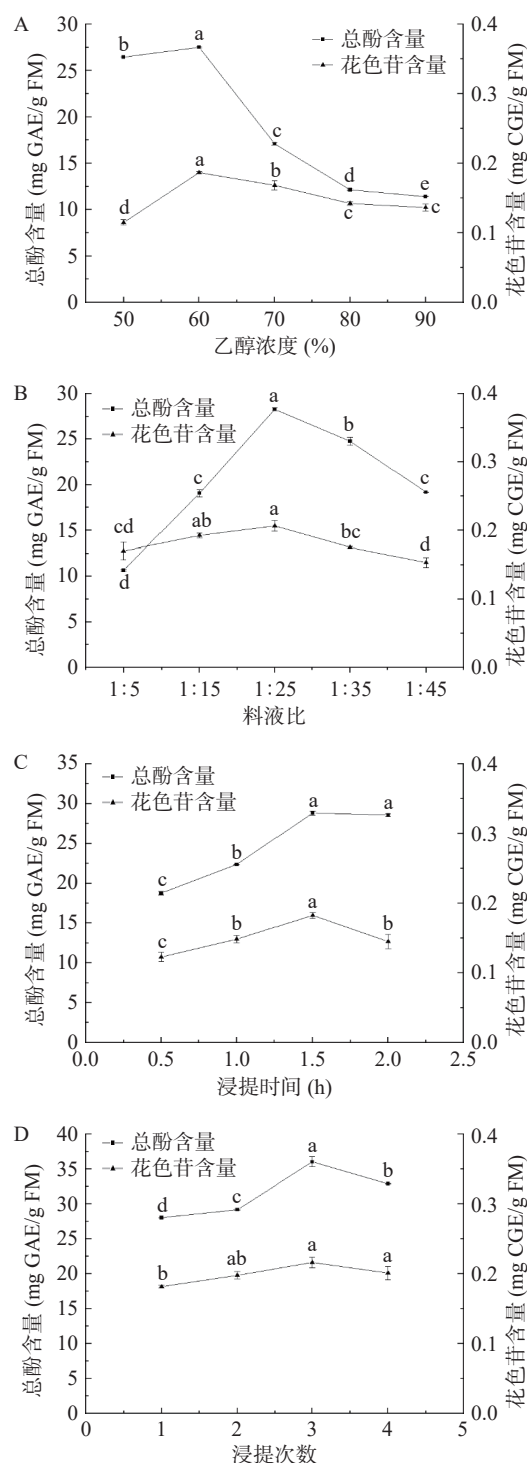


图1 乙醇浓度(A)、料液比(B)、浸提时间(C)、浸提次数(D)对葡萄皮总酚和花色苷提取量的影响

Fig.1 Effects of ethanol concentration (A), material-liquid ratio (B), extraction duration (C) and extraction times (D) on the extractions of total phenolics and anthocyanins from grape skins 注: 不同的小写字母表示相同指标的数据间存在显著差异 ($P < 0.05$)。

其他杂质溶出相对增加, 会抑制酚类化合物的溶出。溶剂量增加也会造成实验试剂大量消耗, 造成浪费。因此, 最适料液比确定为 1:25。

随着浸提时间的增长, 提取量整体呈上升趋势, 在提取时间为 1.5 h 时, 总酚和花色苷提取量达到最大值分别为 28.82 mg GAE/g FM、0.18 mg CGE/g

FM(图 1C)。浸提时间太短酚类化合物不能够完全析出,导致提取量低,浸提时间过长则会破坏一些结构不稳定的酚类物质。因此,最适浸提时间确定为 1.5 h。

随着浸提次数的增加,酚类化合物提取量呈上升的趋势。浸提次数 3 次时总酚和花色苷提取量达到最大值分别为 36.04 mg GAE/g FM、0.22 mg CGE/g FM(图 1D)。花色苷提取量在浸提 3 次后开始持平,无明显变化,达到稳定状态,因此,选择浸提 3 次。

根据以上单因素实验结果,葡萄皮酚类的最佳提取条件确定为:60% 的乙醇浓度,料液比 1:25,提取 1.5 h,浸提 3 次。葡萄皮中酚类物质的种类较多,且含有对果汁感官影响重要的花色苷,所以葡萄籽酚类的提取也按照此最优条件进行。

2.2 寒地葡萄清汁最优配方的确定

皮和籽的酚类成分不同,对葡萄汁感官影响不同,葡萄皮富含的花色苷主要影响葡萄汁的颜色,并带有葡萄果实的香气成分,有一定的单宁含量,葡萄籽富含单宁主要影响葡萄汁的涩味。这些酚类物质都能明显提高葡萄汁的营养价值和生物活性。根据 SkPP 的单因素实验的感官评定结果(表 3),添加量为 0.3% 和 0.4% 时,葡萄汁的颜色红、香气和葡萄风味表现较好,确定以 0.2%、0.3%、0.4%、0.5% 进行后续的正交试验。SePP 的添加量为 0.3% 和 0.4% 时,葡萄汁有葡萄单宁的典型风味,口感适中,确定以 0.2%、0.3%、0.4%、0.5% 进行后续的正交试验。

表 3 葡萄皮渣中皮/籽酚类提取物的添加量对葡萄汁主要感官特征的影响

Table 3 Effects of the addition of phenolic extracts from grape skin/seed on the main sensory characteristics of grape juice

SkPP添加量(%)	SePP添加量(%)	葡萄汁主要感官特征
0.1	0.4	颜色浅,香气较淡,葡萄风味较淡
0.2	0.4	颜色较浅,香气稍淡,葡萄风味稍淡
0.3	0.4	颜色红,香气较好,葡萄风味适中
0.4	0.4	颜色红,香气较好,葡萄风味适中
0.5	0.4	颜色深红,有较浓郁的葡萄香气和风味
0.6	0.4	颜色深,有较重的葡萄风味
0.7	0.4	颜色深,葡萄风味重
0.3	0.1	无葡萄单宁的典型风味
0.3	0.2	稍有葡萄单宁的典型风味
0.3	0.3	有葡萄单宁的典型风味
0.3	0.4	有葡萄单宁的典型风味,口感柔和
0.3	0.5	有葡萄单宁的典型风味,口感适中纯正
0.3	0.6	有葡萄单宁的典型风味,有淡淡的苦涩味
0.3	0.7	有明显的葡萄单宁的典型风味,有较重的苦涩味

根据正交试验结果,各因素对寒地葡萄清汁感官影响的顺序为 D=E>A>B>C(表 4),说明‘贝达’皮渣的皮和籽酚类提取物的加入量对果汁的感官影响最显著,葡萄原汁添加量次之,而白砂糖和柠檬酸添加量的影响不显著(表 5)。最优组合配方为 A₂B₂C₄D₃E₄,

即葡萄原汁添加量 45%,白砂糖添加量 8.2%,柠檬酸添加量 0.035%,SkPP 添加量 0.4%,SePP 添加量 0.5%,此时‘贝达’葡萄清汁的色泽、香气、口感和状态表现最好,其感官评分总分为 86 分。

表 4 葡萄汁配方 L₁₆(4⁵)正交试验结果
Table 4 Results of L₁₆(4⁵) orthogonal test for grape juice formula

试验号	A	B	C	D	E	色泽	香气	口感	状态	总分
1	1	1	1	1	1	12	23	31	6	72
2	1	2	2	2	2	14	25	33	7	79
3	1	3	3	3	3	15	25	34	7	81
4	1	4	4	4	4	16	24	35	8	83
5	2	1	2	3	4	17	27	34	8	86
6	2	2	1	4	3	18	25	35	7	85
7	2	3	4	1	2	13	23	36	5	77
8	2	4	3	2	1	14	24	35	6	79
9	3	1	3	4	2	16	25	33	6	80
10	3	2	4	3	1	15	26	34	7	82
11	3	3	1	2	4	15	25	36	7	83
12	3	4	2	1	3	14	23	34	6	77
13	4	1	4	2	3	15	24	34	7	80
14	4	2	3	1	4	14	25	34	6	79
15	4	3	2	4	1	16	22	32	6	76
16	4	4	1	3	2	15	23	35	5	78
k ₁	78.75	79.5	79.5	76.25	77.25					
k ₂	81.75	81.25	79.5	80.25	78.5					
k ₃	80.5	79.25	79.75	81.75	80.75					
k ₄	78.25	79.25	80.5	81	82.75					
R	3.5	2	1	5.5	5.5					
主要次序				D=E>A>B>C						
最优水平	A ₂	B ₂	C ₄	D ₃	E ₄					
最优组合			A ₂ B ₂ C ₄ D ₃ E ₄							

表 5 正交试验的方差分析
Table 5 Variance analysis of orthogonal test

方差来源	偏差平方和	df	均方	F值	显著性
模型	185.750	12	15.479	17.279	0.019
截距	101920.563	1	101920.563	113771.791	0.000
原汁添加量	31.187	3	10.396	11.605	0.037
白砂糖添加量	11.187	3	3.729	4.163	0.136
柠檬酸添加量	2.688	3	0.896	1.000	0.500
葡萄皮酚类提取物添加量	72.187	3	24.062	26.860	0.011
葡萄籽酚类提取物添加量	71.187	3	23.729	26.488	0.012
误差	3.544	3	0.886		
总计	102109.000	16	1.181		
校正的总计	188.438	15			
R ² =0.986(调整 R ² =0.929)					

2.2.1 验证实验 根据上述正交试验的结果,使用最优配方和第五组分别进行 3 次验证实验(表 6),发现最佳配方条件下研制的寒地‘贝达’葡萄清汁评分良好,显著高于第五组,色泽、香气、口感和状态均为最佳水平。

2.3 葡萄汁的理化指标

研制的寒地‘贝达’葡萄清汁总糖和总酸含量均显著高于市售葡萄汁,分别为 14.14、11.03 g/L(P<

表 6 最佳工艺条件下的验证实验
Table 6 Validation test under the optimum process conditions

实验号	葡萄原汁添加量 (%)	白砂糖添加量 (%)	柠檬酸添加量 (%)	SkPP添加量 (%)	SePP添加量 (%)	色泽	香气	口感	状态	总分
1	45	8.2	0.035	0.4	0.5	18	27	34	8	87
2	45	8.2	0.035	0.4	0.5	18	28	35	7	88
3	45	8.2	0.035	0.4	0.5	17	26	36	8	87
平均值						17.67	27	35	7.67	87.33 [*]
4	45	8.15	0.025	0.4	0.5	17	25	34	7	83
5	45	8.15	0.025	0.4	0.5	16	25	36	7	84
6	45	8.15	0.025	0.4	0.5	17	26	34	7	84
平均值						16.67	25.33	34.67	7	83.67

注: *表示组与组之间的数据间存在显著差异($P<0.05$)。

表 7 不同葡萄汁的理化指标
Table 7 Physicochemical index of different grape juice

指标	‘贝达’葡萄清汁	市售葡萄汁A	市售葡萄汁B	市售葡萄汁C
总糖含量(g/L)	14.14±0.21 ^a	13.69±0.20 ^b	13.02±0.12 ^b	10.23±0.11 ^c
总酸含量(g/L)	11.03±0.15 ^a	7.21±0.08 ^b	7.22±0.13 ^b	4.51±0.15 ^c
维生素C含量(mg/100 mL)	3.27±0.12 ^b	2.50±0.22 ^d	4.68±0.11 ^a	2.63±0.04 ^c
总酚含量(mg GAE/L)	831.08±10.06 ^b	660.31±20.13 ^d	1300.70±20.13 ^a	770.60±35.22 ^c
黄烷-3-醇含量(mg CAE/L)	25.37±1.16 ^b	8.9±0.21 ^c	38.61±0.53 ^a	6.36±0.083 ^d
花色苷含量(mg CGE/L)	15.75±0.36 ^b	2.65±0.19 ^c	16.36±0.26 ^a	0.42±0.06 ^d
DPPH自由基清除能力(mmol Trolox/L)	3.71±0.17 ^b	2.98±0.14 ^c	6.43±0.11 ^a	3.85±0.09 ^b

注: 同一行的不同小写字母表示相同指标的数据间存在显著差异($P<0.05$)。

0.05)(表 7)。由于品种特点和寒地气候特点,‘贝达’果实的糖度低而酸度高,调配后的‘贝达’葡萄清汁的甜度酸度得到了调整,减少了原汁的加糖量,同时保留了葡萄典型的感官特征。

研制的寒地‘贝达’葡萄清汁的维生素 C 含量和酚类含量均高于市售葡萄汁 A 和市售葡萄汁 C,但低于市售葡萄汁 B,抗氧化活性高于市售葡萄汁 A,与市售葡萄汁 C 没有显著差异,但低于市售葡萄汁 B。市售葡萄汁 B 颜色较深,很可能是葡萄品种的原因,导致其酚类含量和抗氧化活性明显高于其他样品。而研制产品只有 45% 的原汁含量,通过添加皮渣酚类提取物来补充酚类物质,使清汁产品的活性物质含量仍高于 2 种市售畅销的原汁葡萄汁产品,具有较高的抗氧化活性。

3 结论

以寒地栽培的抗性砧木品种‘贝达’果实为原料,研制了一款葡萄清汁的产品配方,并实现了榨汁后葡萄皮渣的二次利用。利用单因素实验,以总酚和花色苷的提取量为指标,确定了葡萄皮渣酚类化合物提取的最佳工艺条件:乙醇浓度为 60%、料液比为 1:25、浸提时间为 1.5 h、浸提次数为 3 次。通过单因素实验和正交试验确定了寒地‘贝达’葡萄清汁的最优配方:原汁添加量为 45%、白砂糖添加量为 8.2%、柠檬酸添加量为 0.035%、SkPP 添加量 0.4%、SePP 添加量 0.5%。研制的寒地‘贝达’葡萄清汁总糖含量为 14.14 g/L,总酸含量为 11.03 g/L,维生素 C 含量为 3.27 mg/100 mL,总酚含量为 831.08 mg GAE/L,黄烷-3-醇含量为 25.37 mg CAE/L,花色苷含量为

15.75 mg CGE/L, DPPH 自由基清除能力为 3.71 mmol Trolox/L。与市售纯汁葡萄汁相比,寒地‘贝达’葡萄清汁的纯汁比例下降,但加糖量降低,葡萄皮渣酚类提取物的添加使产品具有较高的酚类物质含量和抗氧化活性,满足消费者对果汁品质 and 健康的多元需求,并且实现了葡萄皮渣的再利用。

© The Author(s) 2024. This is an Open Access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License (<https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/>).

参考文献

[1] 李雅涛. 葡萄姜汁饮料的研制及其功效初步研究[D]. 太原: 山西大学, 2019. [LI Yatao. Development and preliminary evaluation of grape-ginger juice beverage[D]. Taiyuan: Shanxi University, 2019.]

[2] 高展, 尤佳辉, 高林, 等. ‘贝达’砧木与 9 个酿酒葡萄接穗枝条解剖结构观察[J]. 中外葡萄与葡萄酒, 2020, 3(4): 20–23. [GAO Zhan, YOU Jiahui, GAO Lin, et al. Anatomical structure studies on branches of ‘Beda’ rootstock and nine wine grape scions[J]. Sino-Overseas Grapevine & Wine, 2020, 3(4): 20–23.]

[3] 刘云清, 肖明, 胡禧熙, 等. 寒地‘贝达’葡萄酒混合降酸工艺初探[J]. 农产品加工, 2019, 10(46): 35–38. [LIU Yunqing, XIAO Ming, HU Xixi, et al. Preliminary study on mixed deacidification of beta wine in cold region[J]. Farm Products Processing, 2019, 10(46): 35–38.]

[4] MENG T Z, YOU S H, et al. Comparison of (poly)phenolic compounds and antioxidant properties of pomace extracts from kiwi and grape juice[J]. Food Chemistry, 2019, 271: 425–432.

[5] MOHAMEDSHAH Z, CHADWICK C S, WIGHTMAN J D, et al. Comparative assessment of phenolic bioaccessibility from 100% grape juice and whole grapes[J]. Food & Function, 2020, 11(7):

6433-6445.

[6] 梁雪梅,林欣梅,曹家宝,等.绿豆芽多酚工艺的优化及抗氧化活性的研究[J].黑龙江八一农垦大学学报,2020,32(6):53-60,94. [LIANG Xuemei, LIN Xinmei, CAO Jiabao, et al. Study on optimization of mung bean sprout polyphenol process and antioxidant activity[J]. Journal of Heilongjiang Bayi Agricultural University, 2020, 32(6): 53-60,94.]

[7] MILICA M P, DRAGANA Č D Z, SONJA M D, et al. Identification and quantification of phenolic compounds in berry skin, pulp, and seeds in 13 grapevine varieties grown in Serbia[J]. Food Chemistry, 2016, 211: 243-252.

[8] 苏雅,徐雯,裴毅,等.不同地区“玫瑰香”葡萄品质与酚类物质含量差异[J].北方园艺,2021(2):23-30. [SU Ya, XU Wen, PEI Yi, et al. Differences of quality and phenols content of ‘Muscat Hamburg’ grape in different regions[J]. Northern Horticulture, 2021(2): 23-30.]

[9] ZHAO Q, DUAN C Q, WANG J, et al. Anthocyanins profile of grape berries of *Vitis amurens*, its hybrids and their wines[J]. International Journal of Molecular Sciences, 2010, 11(5): 2212-2228.

[10] 周芳,朱磊,赵鑫.贝达葡萄汁澄清工艺的研究[J].农产品加工,2018(5):31-34. [ZHOU Fang, ZHU Lei, ZHAO Xin. Research on clarify process of Beida grape juice[J]. Farm Products Processing, 2018(5): 31-34.]

[11] 王伟军,李延华,张兰威.葡萄汁降酸及澄清技术研究与应用现状[J].中国酿造,2010(5):16-19. [WANG Weijun, LI Yanhua, ZHANG Lanwei. Research and application of deacidification and clarification of grape juice[J]. China Brewing, 2010(5): 16-19.]

[12] 郭秋余,林洪,张吉照,等.葡萄品种(系)制汁特性评价[J].中外葡萄与葡萄酒,2023(3):32-39. [GUO Quiyu, LIN Hong, ZHANG Jizhao, et al. Evaluation of juice making characteristics of grape cultivars(lines)[J]. Sino-Overseas Grapevine & Wine, 2023(3): 32-39.]

[13] LI D, XIAO C. Effects of Temperature and pH on the physiological activity of grape juice[J]. Agricultural Biotechnology, 2019, 8(2): 35-38,41.

[14] 李光普,胡明,胡云峰.玫瑰香葡萄果汁加工技术[J].农产品加工,2008(6):69. [LI Guangpu, HU Ming, HU Yunfeng. Processing technology of rose fragrant grape juice[J]. Farm Products Processing, 2008(6): 69.]

[15] 魏玉梅,张帅中,冯玉兰,等.响应面法优化人参果枸杞葡萄复合饮料工艺[J].保鲜与加工,2022,22(3):43-49. [WEI Yumei, ZHANG Shuaizhong, FENG Yulan, et al. Processing technology optimization on compound beverage of ginseng fruit, Chinese wolfberry and grape by response surface methodology[J]. Storage and Process, 2022, 22(3): 43-49.]

[16] 丁钦然,陈亚楠,张娇娇,等.紫甘蓝-葡萄汁复合乳饮品发酵工艺优化及其抗氧化性研究[J].中国酿造,2020,39(1):203-208. [DING Qinran, CHEN Yanan, ZHANG Jiaojiao, et al. Optimization of fermentation process of purple cabbage-grape juice compound milk beverage and its antioxidant activity[J]. China Brewing, 2020, 39(1): 203-208.]

[17] 郝涤非,蒋利群.猴头菇葡萄汁保健饮料的研制[J].农产品加工,2011,249(7):73-75. [HAO Difei, JIANG Liqun. Development of hericium erinaceus grape juice health drink[J]. Farm Products Processing, 2011, 249(7): 73-75.]

[18] BORDIGA M, TRAVAGLIA F, LOCATELLI M. Valorisation of grape pomace: An approach that is increasingly reaching its maturity—A review[J]. International Journal of Food and Science

and Technology, 2019, 54: 933-942.

[19] ZHU L, WU X, HU X X, et al. Phenolic features and anthocyanin profiles in winemaking pomace and fresh berries of grapes with different pedigrees[J]. Food Science and Biotechnology, 2022, 32(2): 145-156.

[20] ALINE S C T, DAVY W H C, MARIA A Z C, et al. Combination of enzyme-assisted extraction and high hydrostatic pressure for phenolic compounds recovery from grape pomace[J]. Journal of Food Engineering, 2021, 288: 110128.

[21] LI Y, MA R, XU Z Z, et al. Identification and quantification of anthocyanins in Kyoho grape juice-making pomace, Cabernet sauvignon grape winemaking pomace and their fresh skin[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2013, 93(6): 1404-1411.

[22] LAN P, NICOLAS B, LAURENT C, et al. Extraction of condensed tannins from grape pomace for use as wood adhesives[J]. Industrial Crops & Products, 2011, 33(1): 145-156.

[23] BAIANO A. Phenolic compounds and antioxidant activity of experimental and industrial table grape juices[J]. Journal of Food Processing and Preservation, 2020, 9(44): 1-11.

[24] 朱磊,郭志龙,陈辉,等.“贝达”葡萄清汁配方及理化性质的研究[J].中国酿造,2016,35(3):108-110. [ZHU Lei, GUO Zhi-long, CHEN Hui, et al. Study on formula and physicochemical properties of Beta grape clear juice[J]. China Brewing, 2016, 35(3): 108-110.]

[25] 中华人民共和国国家卫生健康委员会,国家市场监督管理总局. GB 12456-2021 食品安全国家标准食品中总酸的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2021. [The National Health Commission of the People's Republic of China, the State Administration for Market Regulation. GB 12456-2021 National standard for food safety Determination of total acid in food[S]. Beijing: Standards Press of China, 2021.]

[26] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会,国家食品药品监督管理总局. GB 5009.8-2016 食品安全国家标准食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2016. [The National Health Commission of the People's Republic of China, the State Administration for Market Regulation. GB 5009.8-2016 National standard for food safety Determination of fructose, glucose, sucrose, maltose, and lactose in food[S]. Beijing: Standards Press of China, 2016.]

[27] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. GB 5009.86-2016 食品安全国家标准食品中抗坏血酸的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2016. [The National Health and Family Planning Commission of the People's Republic of China. GB 5009.86-2016 National standard for food safety Determination of ascorbic acid in food[S]. Beijing: Standards Press of China, 2016.]

[28] SINGLETON V, ROSSI J. Colorimetry of total phenolics with phosphomolybdic-phosphotungstic acid reagents[J]. American Journal of Enology and Viticulture, 1964, 16(3): 144-158.

[29] SUN B, RICARDO D S, SPRANGER I. Critical factors of vanillin assay for catechins and proanthocyanidins[J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 1998, 46(10): 4267-4274.

[30] LI Y, MA R J, XU Z Z, et al. Identification and quantification of anthocyanins in Kyoho grape juice-making pomace, Cabernet sauvignon grape winemaking pomace and their fresh skin[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2013, 93(6): 1401-1411.

[31] BRAND W, CUVÉLIER M, BÉRET C. Use of a free radical method to evaluate antioxidant activity[J]. Food Science and Technology Lebensmittel Wissenschaft Technologie, 1995, 28: 25-30.