

郑晓静, 林翠娇, 王娜, 等. 速溶枣粉加工工艺优化及其改善睡眠作用评价 [J]. 食品工业科技, 2022, 43(1): 196–204. doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2021040156

ZHENG Xiaojing, LIN Cuijiao, WANG Na, et al. Optimization of Processing Technology of Instant Jujube Powder and Evaluation of Its Sleep Improvement Effect [J]. Science and Technology of Food Industry, 2022, 43(1): 196–204. (in Chinese with English abstract). doi: 10.13386/j.issn1002-0306.2021040156

速溶枣粉加工工艺优化及其改善睡眠作用评价

郑晓静¹, 林翠娇¹, 王娜¹, 赵智慧^{1,2}, 刘孟军^{1,2,*}

(1. 河北农业大学园艺学院, 河北保定 071000;

2. 河北农业大学中国枣研究中心, 河北保定 071000)

摘要: 以酸枣仁为试材, 对酸枣仁黄酮的提取工艺、枣和酸枣仁浓缩液与其他配料的最佳配比、沸腾制粒后产品的助眠功效进行了研究。以黄酮含量为指标, 通过单因素实验及响应面优化试验, 研究酸枣仁黄酮提取工艺, 得到最佳提取工艺为: 炒制温度 140 ℃、炒制时间 6 min 和料液比 1:30 (w:w), 在此条件下, 酸枣仁黄酮含量为 6.69 mg/g。以感官评价为指标, 通过单因素及正交试验得到了睡眠友好型速溶枣粉的最佳配方: 麦芽糊精 20%, 酸枣汁浓缩液 10%, 白砂糖 15%, 奶粉 4%。经过沸腾制粒获得速溶枣粉。经过活性试验表明, 该速溶枣粉可以延长戊巴比妥钠诱导小鼠的睡眠时间, 缩短阈下戊巴比妥钠小鼠睡眠潜伏期。

关键词: 固态饮料, 枣粉, 黄酮, 速溶, 改善睡眠

中图分类号: TS255.4

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2022)01-0196-09

DOI: 10.13386/j.issn1002-0306.2021040156

本文网刊:



Optimization of Processing Technology of Instant Jujube Powder and Evaluation of Its Sleep Improvement Effect

ZHENG Xiaojing¹, LIN Cuijiao¹, WANG Na¹, ZHAO Zhihui^{1,2}, LIU Mengjun^{1,2,*}

(1. School of Horticulture, Hebei Agricultural University, Baoding 071000, China;

2. Research Center of Chinese Jujube, Hebei Agricultural University, Baoding 071000, China)

Abstract: Semen Ziziphi Spinosae was used as materials in this experiment. The extraction technology of flavonoids from Semen Ziziphi Spinosae, the optimum ratio of concentrated liquid of jujube and Semen Ziziphi Spinosae with other ingredients, and the sleeping effect of the product after boiling granulation were studied. With flavonoids content as the index, the extraction process of flavonoids from Semen Ziziphi Spinosae was studied by single factor experiment and response surface methodology. The optimal extraction process was obtained as follows: stir-frying temperature 140 ℃, stir-frying time 6 min and solid-liquid ratio 1:30. Under these conditions, the flavonoids content of Semen Ziziphi Spinosae was 6.69 mg/g. With sensory evaluation as index, the optimum formula of sleep-friendly instant jujube powder was obtained by single factor and orthogonal test: Maltodextrin 20%, jujube juice concentrate 10%, sugar 15%, milk powder 4%. The instant jujube powder was obtained by boiling granulation. The activity test showed that the instant jujube powder could prolong the sleep time of pentobarbital sodium-induced mice and shorten the sleep latency of subthreshold pentobarbital sodium-induced mice. It can be determined that jujube powder has a certain effect on improving sleep.

Key words: solid beverage; jujube powder; total flavonoids; instant; sleep improvement

枣 (*Ziziphus jujuba* Mill.) 是我国原产特色优势果品^[1], 含有丰富的维生素^[2]、黄酮^[3]、皂苷、氨基酸^[4]、三萜酸、多糖^[5]等营养物质, 为我国首批药食

同源果品, 具有很高的营养保健价值^[6]。枣中含有的环磷酸腺苷 (cyclic adenosine monophosphate, cAMP)^[7]、多糖、三萜类化合物具有明显的抗肿瘤作

收稿日期: 2021-04-15

基金项目: 河北省重点研发项目 (1220271)。

作者简介: 郑晓静 (1994-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 枣采后处理与加工, E-mail: 1728761114@qq.com。

* 通信作者: 刘孟军 (1965-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 枣组学、分子育种、现代栽培技术及果品营养与功能食品, E-mail: lmj1234567@aliyun.com。

用^[8],同时能够促进淋巴细胞增殖。枣中丰富的维生素,具有抗氧化^[9]、延缓细胞衰老等作用^[10],此外,大量研究还证明枣具有养血补气、抗焦虑、抗炎^[11],健脾养肝^[12]等作用。酸枣仁为枣的野生种酸枣(*Z. acido jujuba* Cheng et Liu)的干燥成熟种子,具有良好的镇静安眠^[13]功效,其主要功效成分是皂苷^[14]和黄酮^[15]类物质。

近年来枣汁、枣粉加工产业已经成为一个热点。市场上有很多不同的枣饮品,且产品的加工技术已经逐渐成熟和完善^[16]。目前市场上加工生产枣粉工艺主要分为两大类:一是直接将枣干制后制粉;二是用枣浆或浓缩枣汁干燥制粉^[17]。固体枣饮料的研究主要集中在干燥方式上面,包括喷雾干燥、真空冷冻干燥、热风干燥、沸腾制粒等。酸枣仁的应用主要集中在其药用价值上^[18],几乎没有关于睡眠友好型速溶枣粉的研究。

随着社会的发展,人们工作以及生活的压力越来越大,失眠问题已经成为困扰人们生活的重要因素之一。全球约有 1/3 的人正面临失眠的困扰^[19]。目前改善睡眠状况的研究多集中在安定、褪黑素^[20]等药物方面,短期改善睡眠状况虽有一定的效果,但长期服用会产生药物依赖性与毒副作用^[21]。人们越来越注重生活品质和身体健康。因此,利用枣和酸枣仁开发一款符合大众口味、营养健康、安全无副作用的睡眠友好型食品意义重大,市场前景广阔。本研究通过单因素实验和响应面试验,优化超声辅助提取酸枣仁黄酮的工艺;并将富含黄酮的酸枣仁浓缩液和枣浓缩液结合,与其他配料一起通过沸腾制粒法获得一款促进睡眠的速溶枣粉,并对枣粉的助眠效果进行研究,为枣深加工及开发酸枣仁的保健功能提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

新疆骏枣 用于制备含 cAMP 的枣浓缩液;酸枣仁 购买于河北赞皇,用于制备富含总黄酮的酸枣仁黄酮提取液;酸枣果 采自河北农业大学标本园,用于制备酸枣浓缩液;供试鼠 昆明小鼠雄性,体重(20±2) g,由斯贝福(北京)生物技术有限公司提供,试验动物使用许可证:SCXK(京)2016-0002;麦芽糊精、白砂糖、奶粉 食品级,购于超市;甲醇 色谱纯,天津市福晨化学试剂;芦丁标准品(纯度>98%) 成都曼斯特生物科技有限公司;戊巴比妥钠 德国默克公司。

FL-3 型实验室沸腾制粒机 常州市永昌制粒干燥设备有限公司;TU-1810 型紫外可见分光光度计

北京普析通用仪器有限责任公司;Q-500DE 型超声波振荡器 昆山市超声仪器有限公司;DHG-9420A 型电热恒温鼓风干燥箱 上海飞越实验仪器有限公司;DZKW-4 型电子恒温水浴锅 北京中兴伟业仪器有限公司;BS124S 型电子天平 北京市赛多利斯仪器系统有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 枣浓缩液和酸枣浓缩液的制备 参照专利工艺(申请号 02130757.1)^[22],将挑选后的红枣清洗去核切片后用电热恒温鼓风干燥箱 50 ℃ 烘烤至恒重,采用真空蒸发的方式以食品级 70% 乙醇作为提取液进行提取浓缩,得到枣环腺苷酸糖浆,用纯净水将枣环腺苷酸枣浆调节至可溶性固形物含量为 50°Brix,得到枣浓缩液,备用。酸枣浓缩液制备方法同上。

1.2.2 酸枣仁浓缩液的制备 酸枣仁用炒锅文火炒制,用食品级 70% 乙醇超声浸提得到酸枣仁黄酮提取液,用旋转蒸发仪将酸枣仁黄酮提取液中的酒精全部蒸发完,用纯净水稀释,调节至可溶性固形物含量为 50°Brix,得到酸枣仁浓缩液。

1.2.2.1 炒制温度对酸枣仁总黄酮的影响 精确称取炒制的酸枣仁粉 1 g,用食品级 70%乙醇进行超声提取。固定炒制时间 6 min、料液比为 1:30、超声时间 60 min,探究炒制温度探究炒制温度(100、120、140、160、180 ℃)对酸枣仁总黄酮含量的影响。

1.2.2.2 炒制时间对酸枣仁总黄酮的影响 精确称取炒制的酸枣仁粉 1 g,用食品级 70%乙醇进行超声提取。固定炒制温度 120 ℃、料液比为 1:30、超声时间 60 min,探究炒制温度探究炒制时间(0、3、6、9、15 min)对酸枣仁总黄酮含量的影响。

1.2.2.3 料液比对酸枣仁总黄酮的影响 精确称取炒制的酸枣仁粉 1 g,用食品级 70%乙醇进行超声提取。固定炒制温度 120 ℃、炒制时间 6 min、超声时间 60 min,探究料液比(w:w,下同)(1:10、1:20、1:30、1:40、1:50)对酸枣仁总黄酮含量的影响。

1.2.2.4 超声时间对酸枣仁总黄酮的影响 精确称取炒制的酸枣仁粉 1 g,用食品级 70%乙醇进行超声提取。固定炒制温度 120 ℃、炒制时间 6 min、料液比为 1:30,探究超声时间(20、40、60、80、100 min)对酸枣仁总黄酮含量的影响。

1.2.2.5 响应面试验优化 在单因素实验的基础上,固定超声提取酸枣仁黄酮的时间 60 min,以炒制温度(X_1)、炒制时间(X_2)、料液比(X_3)为响应因子,以酸枣仁总黄酮含量为评价指标,进行响应面试验,试验因素与水平设计如表 1 所示。

表 1 响应面试验因素与水平
Table 1 Factors and levels of response surface test

因素	水平		
	-1	0	1
X_1 炒制温度(℃)	120	140	160
X_2 炒制时间(min)	3	6	9
X_3 料液比	1:20	1:30	1:40

1.2.2.6 酸枣仁总黄酮含量的测定 参照李慎欧^[23]的方法。准确称取酸枣仁粉 1.0 g,置于 50 mL 离心管中,按一定的炒制温度、炒制时间、料液比、超声

提取。量取适量上述提取液置于 25 mL 容量瓶中,加 0.2 mol/L 三氯化铝溶液 2.5 mL 和 1 mol/L 醋酸钾溶液 5 mL,加 70% 乙醇至刻度,摇匀,放置 10 min 后采用紫外可见分光光度法于 510 nm 测定。以无水乙醇为空白对照。

采用比色法绘制芦丁标准曲线^[24]。精密称定芦丁对照品 10.0 mg,加 70% 乙醇溶液适量溶解,置 25 mL 容量瓶中,用 70% 乙醇稀释至刻度摇匀即得浓度为 0.40 mg/mL 的对照品储备液,按照上述黄铜测定方法进行测定。以芦丁标准液浓度(mg/mL)为横坐标(X),吸光度(A)为纵坐标(Y)绘制标准曲线,计算得回归方程 $Y=35.946X-0.017$ ($R^2=0.9994$)。根据绘制的标准曲线公式计算酸枣仁中总黄酮的含量。

1.2.3 速溶枣粉配方优化 取炒经制的酸枣仁粉末 10 g,制备得到酸枣仁浓缩液。将酸枣仁浓缩液加入到 10 g 枣浓缩液,用纯净水调节可溶性固形物至 35°Brix 得到枣和酸枣仁浓缩液。向枣和酸枣仁浓缩液中加入不同比例的酸枣浓缩液、白砂糖、麦芽糊精、奶粉等配料进行复配。

1.2.3.1 酸枣浓缩液添加量对速溶枣粉风味的影响

取上述 10 g 枣和酸枣仁浓缩液,固定白砂糖添加量 15%、麦芽糊精添加量 20%、奶粉添加量 4%,探究酸枣浓缩液添加量(5%、10%、15%、20%、25%)对速溶枣粉风味的影响。

1.2.3.2 白砂糖添加量对速溶枣粉风味的影响 取上述 10 g 枣和酸枣仁浓缩液,固定酸枣汁浓缩液添加量 10%、麦芽糊精添加量 20%、奶粉添加量 4%,探究白砂糖添加量(5%、10%、15%、20%、25%)对速溶枣粉风味的影响。

1.2.3.3 麦芽糊精添加量对速溶枣粉风味的影响 取上述 10 g 枣和酸枣仁浓缩液,固定酸枣汁浓缩液的量为 10%、白砂糖添加量 15%、奶粉添加量 4%,探究麦芽糊精添加量(10%、15%、20%、25%、30%)对速溶枣粉风味的影响。

1.2.3.4 奶粉添加量对速溶枣粉风味的影响 取上述 10 g 枣和酸枣仁浓缩液,固定酸枣汁浓缩液的量为 10%、白砂糖添加量 15%、麦芽糊精添加量 20%,探究奶粉添加量(2%、4%、6%、8%、10%)对速溶枣粉风味的影响。

1.2.3.5 正交试验法优化速溶枣粉配方 通过单因素试验,选取出各因素最适水平进行正交设计,从而得到枣粉的最佳配方。以 4 种原辅料(麦芽糊精、酸枣浓缩液、白砂糖和奶粉)作为因素,各取 3 个水平,以速溶枣粉感官评价标准,参照表 2 进行四因素三水平 $L_9(3^4)$ 的正交试验。

1.2.3.6 感官评定方法 参照 GB/T 31121,分别对热水冲好后的速溶枣粉的色泽、口感、枣香味、组织状态四项指标进行评价和打分。评定小组随机选定 10 人进行品尝,采用百分制的评分方法,最后得分

表 2 速溶枣粉风味优化正交试验因素与水平

Table 2 Orthogonal experimental factors and levels of flavor optimization of instant jujube powder

水平	因素			
	A白砂糖 添加量(%)	B酸枣浓缩液 添加量(%)	C麦芽糊精 添加量(%)	D奶粉 添加量(%)
1	10	5	15	2
2	15	10	20	4
3	20	15	25	6

取 10 人的平均分。表 3 为速溶枣粉口味调配感官鉴定标准。

表 3 感官评价标准

Table 3 Evaluation standard of sensory quality

指标	评分	感官描述
色泽	16~25	红棕色
	11~15	微红棕色至褐色
	0~10	褐色
香气	21~25	枣香味浓,风味多样,无异味
	16~20	枣香味较轻,风味多样,无异味
	0~15	无枣香味,风味单一,有异味
口感	21~25	口感醇甜、酸甜适中、回味浓
	16~20	口感醇甜、酸度大、有回味
	0~15	口感醇甜、无酸甜、味无回味
组织状态	21~25	稳定均一、无沉淀
	16~20	较为稳定、有少量沉淀
	0~15	有分层现象、有明显沉淀物

1.2.4 速溶枣粉的干燥制备 采用沸腾制粒的方法^[25]进行枣粉的干燥制备。沸腾制粒试验步骤及工艺参数:选择薄款布袋,启动电源,打开电机,调节参数使进风温度在 55~65 °C 之间,蠕动泵泵速为 8 g/min,粘结剂温度 70 °C。通过沸腾制粒机的透视孔观察物料状态,根据沸腾制粒效果调节进风量直至制粒完成。

1.2.5 速溶枣粉改善小鼠睡眠的作用

1.2.5.1 分组、给药及睡眠测定方法 小鼠经 5 d 正常喂养适应后,分组进行试验。随机分为 4 组,其中对照组 1 组,样品组分 3 组,样品组设置枣粉低、中、高剂量组。每组为 12 只雄性小鼠。

剂量选择: 该枣粉根据枣浆含量,人日推荐量为 30 g/60 kg(一袋重 15 g),即相当于 0.5 g/kg BW。按推荐量的 5 倍、10 倍、20 倍设 3 个剂量组:2.5、5.0 g/kg BW 和 10.0 g/kg BW,低、中、高剂量组分别按 0.075、0.375、0.75 g/mL 浓度配制,另设蒸馏水为空白对照组。按 0.4 mL/20 g 灌胃,一天一次。

睡眠以翻正反射消失为指标。将小鼠背部置于平板时,若 60 s 以上不能翻转过来,即认为翻正反射消失,进入睡眠状态。翻正反射恢复即为动物觉醒,从翻正反射消失到恢复的时间记为小鼠睡眠时间,记录各组小鼠入睡动物数及睡眠时间。

1.2.5.2 速溶枣粉对小鼠自主活动的影响 每日灌胃一次,连续灌胃 20 d 后,观察小鼠自主活动现象,采用肉眼观察法记录小鼠活动情况。

1.2.5.3 戊巴比妥钠阈下剂量催眠试验 每日灌胃

一次,连续灌胃 20 d 后,在灌胃结束 15 min 后,在各组小鼠的腹腔给予 30 mg/kg BW 戊巴比妥钠注射^[26],记录 30 min 内入睡动物数。

1.2.5.4 戊巴比妥钠睡眠潜伏期试验 每日灌胃一次,连续灌胃 20 d 后,在灌胃结束 15 min 后,在各组小鼠的腹腔给予 280 mg/kg BW 戊巴比妥钠注射^[26],当小鼠翻正活动反射停止,观察小鼠入睡所需要的时间是否延长。

1.2.5.5 延长戊巴比妥钠睡眠时间试验 每日灌胃一次,连续灌胃 20 d 后,在灌胃结束 15 min 后,在各组小鼠的腹腔给予 50 mg/kg BW 戊巴比妥钠注射^[27],小鼠翻正停止认为是进入睡眠状态,观察小鼠睡眠时间。

1.2.6 速溶枣粉营养成分测定 含水量的测定采用 GB 5009.3-2010 中的常压烘箱干燥法;总黄酮和总皂苷含量测定采用紫外分光光度计法^[23];cAMP 含量测定采用高效液相色谱法^[28]

1.2.7 物理性质测定 速溶枣粉溶解性测定^[29]:10 g 样品溶于 20 mL 25 ℃ 的蒸馏水,用玻璃棒沿烧杯底部直径来回搅动,记录倒水搅动到样品完全溶解所需要的时间。

速溶枣粉分散性测定^[29]:于 500 mL 烧杯中放入 10 g 枣粉样品,倒入 90 mL 80 ℃ 的蒸馏水,经过搅拌待枣粉溶解后,静置 3 min,稀释 1 倍,稀释液用滤纸过滤,烘干至恒重称其重量(q),计算 Q 值($Q(\%)=q/10 \times 100$)。通常情况下认为,若该粉体具有良好的分散性,则其 Q 值应小于 0.05。

速溶枣粉稳定性测定^[29]:速溶枣粉溶解方法同上,静置后对冲调液总高度 H 和上清液高度 h 分别进行测量,并通过计算得到 K 值($K=h/H$)。若 K 值小于 0.05,则认为样品具有良好的冲调稳定性。

1.3 数据处理

每个试验重复 3 次,结果取平均值。借助 Excel 2010 进行数据处理及图表绘制,采用 Design-Expert 8.0.6 软件进行响应面设计,采用 SPSS 20.0 软件进行方差分析。

2 结果与分析

2.1 酸枣仁黄酮提取液的制备

2.1.1 炒制温度对酸枣仁总黄酮含量的影响 由图 1 可知,炒制后的酸枣仁黄酮含量有提高的现象,这一结果与张纯姑^[30]的研究一致,推测是短时间高温促进了黄酮的提取。总黄酮含量随着炒制温度的不断升高而呈现先上升后下降的趋势,140 ℃ 下炒制的酸枣仁总黄酮含量最高,且酸枣仁的炒香味明显让闻者感到喜悦,而高于 160 ℃ 炒制的酸枣仁会产生让人不愉悦的焦糊味。综合考虑,选取炒制温度 120~160 ℃ 作为优化范围。

2.1.2 炒制时间对酸枣仁总黄酮含量的影响 图 2 表明,酸枣仁总黄酮的含量随炒制时间的增加先升高后降低,当炒制 6 min 时总黄酮含量达最高,且炒制

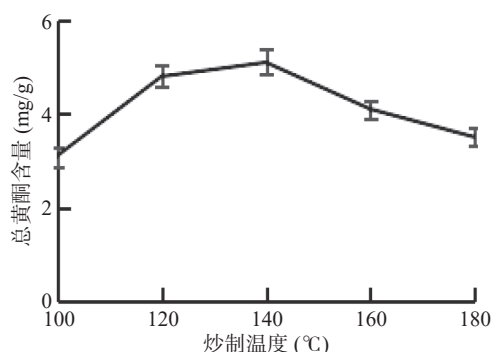


图 1 炒制温度对酸枣仁总黄酮含量的影响

Fig.1 Effect of fried temperature on total flavonoids extraction

时间在 9 min 时总黄酮含量与 6 min 时差异不明显,但是炒制 6 min 以后酸枣仁焦糊味开始产生。综合考虑黄酮含量和炒制酸枣仁的气味,选择炒制时间 3~9 min 作为优化的范围。

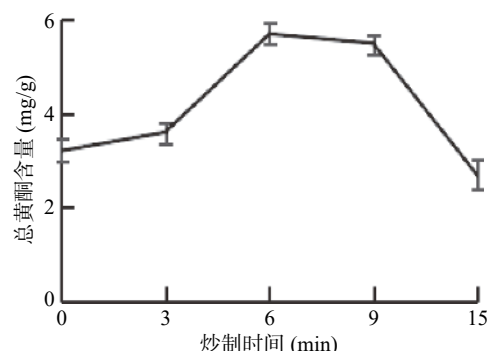


图 2 炒制时间对酸枣仁总黄酮含量的影响

Fig.2 Effect of fried time on total flavonoids extraction

2.1.3 料液比对酸枣仁总黄酮含量的影响 通过图 3 可以看出,酸枣仁总黄酮含量在料液比为 1:10~1:30 范围内有明显上升趋势,当料液比为 1:40 时酸枣仁总黄酮含量变化非常不明显,料液比为 1:30 时,酸枣仁总黄酮含量达到最大值。因此选择料液比 1:20~1:40 作为优化的范围。

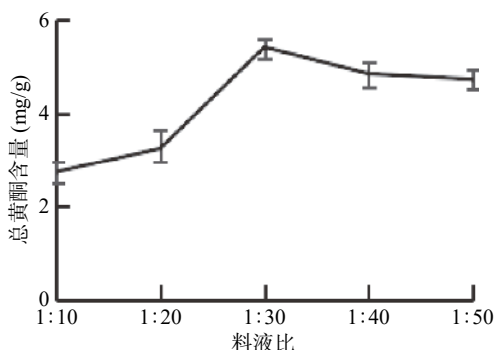


图 3 料液比对酸枣仁总黄酮含量的影响

Fig.3 Effect of rate solid to liquid on total flavonoids content

2.1.4 超声时间对酸枣仁总黄酮含量的影响 由图 4 可知,随超声时间的延长,酸枣仁总黄酮含量呈先上升后下降的趋势。在 60 min 时,酸枣仁黄酮含量提取达最大值,与孙胜杰等^[31]的研究结果一致。超声有助于酸枣仁黄酮的提取,但超声时间过长,可能由

于黄酮挥发而造成其含量下降,同时提取成本也增加。因此超声时间固定为 60 min。

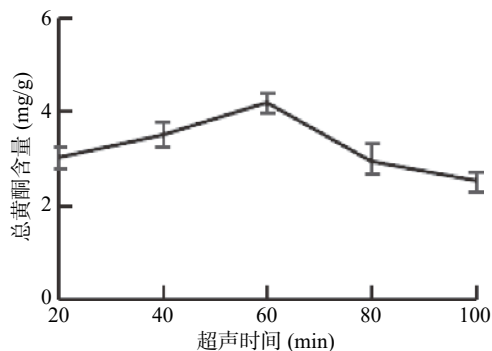


图4 超声时间对酸枣仁总黄酮含量的影响

Fig.4 Effect of extraction time on total flavonoids content

2.1.5 响应面优化富含总黄酮的酸枣仁提取液制备工艺 在单因素实验的基础上,固定超声提取酸枣仁黄酮的时间 60 min,以炒制温度(X_1)、炒制时间(X_2)、料液比(X_3)为响应因子,以酸枣仁总黄酮含量(Y)为评价指标,进行响应面试验,结果见表4。

表4 Box-Behnken 试验设计及结果

Table 4 Box-Behnken design and observed responses

试验号	X_1 炒制温度	X_2 炒制时间	X_3 料液比	Y 总黄酮含量(mg/g)
1	0	0	0	6.63
2	0	-1	1	4.09
3	1	-1	0	5.34
4	-1	1	0	4.45
5	1	0	1	6.01
6	0	1	-1	5.72
7	0	1	1	4.95
8	0	0	0	6.54
9	0	0	0	6.69
10	0	0	0	6.58
11	-1	-1	0	3.93
12	1	0	-1	5.87
13	-1	0	-1	5.23
14	1	1	0	4.54
15	-1	0	1	5.71
16	0	-1	-1	4.35
17	0	0	0	6.39

采用 Design Expert V8.0.6 对试验数据进行逐步回归拟合与方差分析,得到响应值总黄酮含量对炒制温度、炒制时间、料液比 3 个因素的二次多项回归模型为:

$$Y=6.54+0.75X_1+0.35X_2-0.059X_3+0.028X_1X_2+0.089X_1X_3-0.079X_2X_3-0.40X_1^2-0.45X_2^2-0.16X_3^2$$

模型方差分析结果见表5,该模型的 P 达到极显著水平,失拟项不显著,回归方程系数 $R^2=0.9852$,因此回归方程拟合度好且可信度高,试验结果与方程拟合度好,试验中存在的误差小。由表5可知,只有 X_3 、 X_1X_3 、 X_2X_3 项对总黄酮含量影响不显著 ($P>0.05$),其它各项均显著 ($P<0.05$)。三因素影响大小的顺序为: $X_1>X_2>X_3$ 。

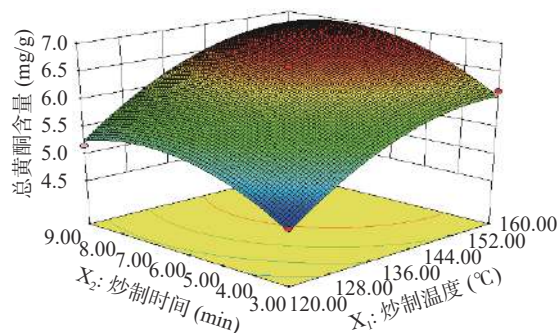
炒制温度(X_1)、炒制时间(X_2)、料液比(X_3)每两个因素之间的交互作用如图5所示。

表5 二次项模型的线性系数及试验结果的方差分析

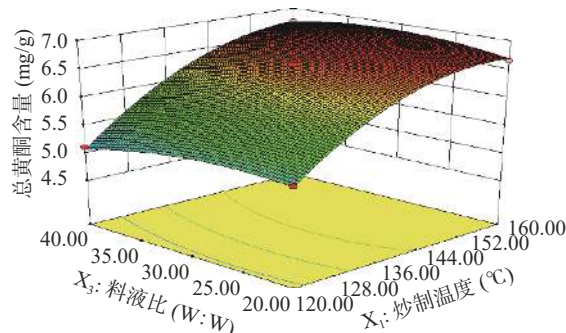
Table 5 Estimated regression coefficients for quadratic polynomial model and the analysis of variance of the experimental results

方差来源	SS	DF	MS	F	P	显著性
模型	7.33	9	0.81	51.75	<0.0001	**
X_1	4.49	1	4.49	285.25	<0.0001	**
X_2	0.96	1	0.96	61.16	0.0001	**
X_3	0.028	1	0.028	1.77	0.2252	
X_1X_2	3.080E-003	1	3.080E-003	0.20	0.0416	*
X_1X_3	0.032	1	0.032	2.01	0.1989	
X_2X_3	0.025	1	0.025	1.61	0.2455	
X_1^2	0.68	1	0.68	43.09	0.0003	*
X_2^2	0.84	1	0.84	53.53	0.0002	*
X_3^2	0.11	1	0.11	7.07	0.0325	*
残差	0.11	7	0.016			
失拟项	0.049	3	0.016	1.07	0.4558	
误差项	0.061	4	0.015			
总和	7.44	16				

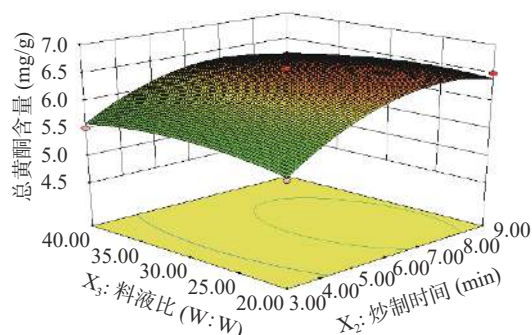
注:与对照组比较,* $P<0.05$,** $P<0.01$ 。



(a) 炒制时间与炒制温度交互作用



(b) 炒制温度与料液比的交互作用



(c) 炒制时间与料液比的交互作用

图5 各因素交互作用的响应面图

Fig.5 Response surface diagram of the interaction of various factors

经过以上分析得到, 酸枣仁总黄酮含量提取最优工艺条件为: 炒制温度 138.91 ℃, 炒制时间 7.26 min, 料液比 1:29.74, 此条件下酸枣仁总黄酮理论含量为 6.80 mg/g。根据实际操作, 将炒锅的温度调制 140 ℃, 炒制时间 6 min(当炒制时间超过 6 min 时, 酸枣仁会产生焦糊气味, 因此, 炒制时间选择 6 min), 料液比 1:30, 结果得到酸枣仁总黄酮含量为 6.69 mg/g 与预测 6.80 mg/g 比较接近。因此, 认为该试验模型可信。最终选择炒制温度 140 ℃、炒制时间 6 min 和料液比 1:30 为提取条件。

2.2 速溶枣粉的口味调配

2.2.1 酸枣汁浓缩液添加量对枣粉口味的影响 如图 6 可知, 酸枣浓缩液的加入量为 10% 时, 评定人员给予得分最高, 而随着浓缩液加入量的增加感官得分逐渐降低, 因为酸枣浓缩液是由鲜枣提取, 加入量增加会产生生枣的味道, 并且酸度也随之增大, 因而选择添加量为 10%。

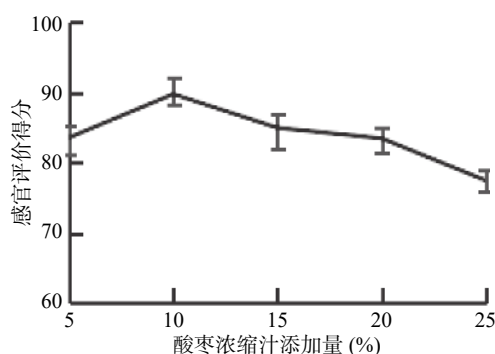


图 6 酸枣浓缩液添加量对调配口味的影响

Fig.6 The effect of wild jujube juice concentrate on the sensory score

2.2.2 麦芽糊精添加量对枣粉口味的影响 根据图 7 可知, 随麦芽糊精添加量的增加, 感官评价呈现出先上升后下降的趋势, 添加量在 20% 时感官评价最高, 这一结果与朱珠等^[32]和黄社章等^[33]的研究一致。因为麦芽糊精本身也会有一定的气味, 添加量增大糊精味会增强, 枣香味会下降, 同时会影响整体的口感和组织状态。另外, 增大麦芽糊精的添加量会使沸腾制粒生产过程中粘壁现象减少。因此确定麦芽糊精

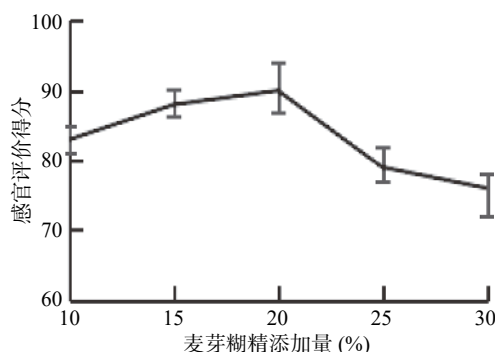


图 7 麦芽糊精添加量对调配口味的影响

Fig.7 The effect of the content of maltodextrin on the sensory score

添加量为 20%。

2.2.3 白砂糖添加量对枣粉口味的影响 根据图 8 可知, 随着白砂糖加入量的增加, 感官评分逐渐上升, 当加入量超过 15% 时逐渐下降, 白砂糖的含量低于 15% 时, 产品的粘度和甜度均较差, 超过 15% 时, 甜度太大, 且影响组织状态, 不适合睡眠质量差的人服用, 因此确定白砂糖添加量为 15%。

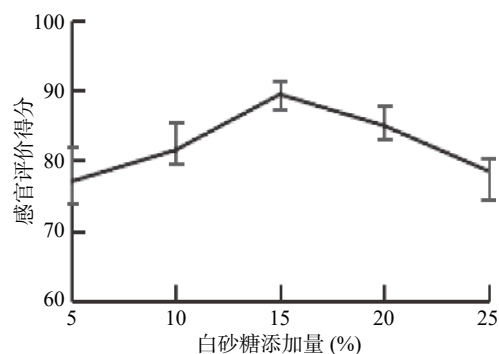


图 8 白砂糖添加量对调配口味的影响

Fig.8 The effect of the content of white granulated sugar on the sensory score

2.2.4 奶粉添加量对枣粉口味的影响 根据图 9 可知, 随着奶粉的添加评定人员的平均得分先上升后下降, 当添加量在 4% 时感官评价最理想。这是因为随着奶粉的添加整个枣粉口感上升, 超过 4% 以后奶粉增加出现很重的奶味掩盖了枣浆的原本味道, 因此奶粉添加量 4% 较为适宜。

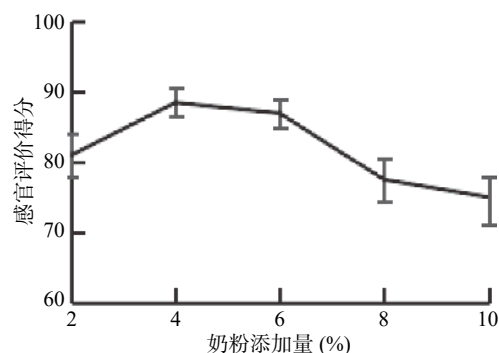


图 9 奶粉添加量对调配口味的影响

Fig.9 The effect of the content of milk powder on the sensory score

2.2.5 速溶枣粉配方正交试验优化结果 通过表 6 可知, A~D 4 种添加剂均对睡眠友好型速溶枣粉感官评价有一定的影响, 极差分别为 6.00、5.00、6.00、4.33, 可知感官评价受各因素影响的大小顺序为麦芽糊精=白砂糖>酸枣汁>奶粉。根据最优选择原则并结合生产实际考虑, 最终确定睡眠友好型速溶枣粉配料的最优组合为 A₂B₂C₂D₂, 即白砂糖 15%、酸枣浓缩液 10%、麦芽糊精 20%、奶粉 4%。对试验结果进行方差分析, 结果见表 7。白砂糖添加量, 酸枣浓缩液添加量, 麦芽糊精添加量及奶粉添加量对枣粉的感官均有极显著的影响 ($P<0.01$)。

表6 速溶枣粉配方正交试验优化结果

Table 6 Optimal results of orthogonal test of instant jujube powder formula

试验号	A 酸枣浓缩汁	B 麦芽糊精	C 白砂糖	D 奶粉	得分
1	1	1	1	1	78
2	1	2	2	2	92
3	1	3	3	3	79
4	2	1	2	3	88
5	2	2	3	1	89
6	2	3	1	2	88
7	3	1	3	2	81
8	3	2	1	3	81
9	3	3	2	1	85
K ₁	249	247	247	252	
K ₂	265	262	265	261	
K ₃	247	252	249	248	
k ₁	83	82.33	82.33	84.00	
k ₂	88.33	87.33	88.33	87.00	
k ₃	82.33	84.00	83.00	82.67	
R	6.00	5.00	6.00	4.33	

表7 感官评价方差分析

Table 7 Variance analysis of the sensory evaluation

方差来源	SS	Df	MS	F值	显著性
A	196.96	2	98.48	21.80	**
B	114.74	2	57.37	12.70	**
C	190.74	2	95.37	21.11	**
D	95.63	2	47.81	10.58	**
误差	81.33	18	4.52		

注: 与对照组比较, * $P<0.05$, ** $P<0.01$; 表8~表10同。

2.3 睡眠友好型速溶枣粉沸腾制粒工艺

造粒效果如图10所示, 颗粒大小均匀, 颜色具有枣红的典型特征, 口感香甜, 具有典型的枣香味及炒制后的酸枣仁焦香味。



睡眠友好型速溶枣粉



速溶枣粉饮料

图10 自制睡眠友好型速溶枣粉及速溶枣粉饮料

Fig.10 Self-control sleep friendly instant jujube powder and instant Chinese jujube powder beverage

2.4 睡眠友好型速溶枣粉改善小鼠睡眠的效果

2.4.1 枣粉对小鼠自主活动的影响 各组小鼠灌胃给药30 min后, 小鼠无不正常反应, 仅有高剂量组个别小鼠行动稍显缓慢, 没有出现翻正背卧不动的小鼠, 同时生理盐水对照组小鼠全部状态清醒, 说明睡眠友好型速溶枣粉高剂量组可减少小鼠自主活动, 且枣粉达到一定量后具有抑制小鼠自主活动的作用, 因此失眠患者严重者可加大枣粉剂量。

2.4.2 枣粉对戊巴比妥钠阈下剂量催眠的影响 如

表8可知, 各受试药物剂量组入睡小鼠数量和正常对照组比较, 都有所增加。其中灌胃中剂量组小鼠与对照组比较具有显著性差异 ($P<0.05$), 高剂量组与对照组比较具有极显著差异 ($P<0.01$), 说明睡眠友好型速溶枣粉增加可以提高诱导小鼠入睡率, 与阈值有协同催眠作用。

表8 不同剂量枣粉对戊巴比妥钠阈下剂量催眠的影响
($\bar{x} \pm s$, $n=12$)Table 8 Effect of different doses of jujube powder on subthreshold dose of sodium pentobarbital hypnotic
($\bar{x} \pm s$, $n=12$)

组别	入睡只数	入睡率(%)
正常对照组	1	8.33±0.00
低剂量组	3	22.22±4.81
中剂量组	6	47.22±4.81*
高剂量组	8	66.67±8.33**

2.4.3 枣粉对巴比妥钠睡眠潜伏期的影响 睡眠潜伏期指从腹腔注射戊巴比妥钠到小鼠进入翻正反射消失的时间, 根据表9可以得出, 随着睡眠友好型速溶枣粉剂量的加大, 小鼠在注射到入睡之间的时间逐步降低, 其中与生理盐水组相比, 灌胃高剂量枣粉与对照组比较, 小鼠睡眠潜伏期有明显的减少趋势, 缩短了小鼠入睡的时间, 即表明灌胃高剂量枣粉能减少戊巴比妥钠睡眠潜伏期, 使小鼠更快的进入睡眠状态。

表9 不同剂量枣粉对戊巴比妥钠睡眠潜伏期的影响
($\bar{x} \pm s$, $n=12$)Table 9 Effect of different doses of jujube powder on the influence of sodium pentobarbital sleep latency period
($\bar{x} \pm s$, $n=12$)

组别	睡眠潜伏期(min)
正常对照组	11.84±1.45
低剂量组	11.02±1.13
中剂量组	10.90±1.33
高剂量组	10.30±1.37*

2.4.4 枣粉对延长戊巴比妥钠睡眠时间的影响 如表10可知, 在戊巴比妥钠的催眠作用下, 睡眠友好型速溶枣粉组低、中、高剂量睡眠时间比生理盐水对照组均有所延长, 说明睡眠友好型速溶枣粉能增加阳性药物诱导小鼠睡眠的时间。其中, 与对照组比较, 灌胃中剂量枣粉组显著 ($P<0.05$), 灌胃高剂量枣粉组

表10 不同剂量枣粉对延长戊巴比妥钠睡眠时间的影响
($\bar{x} \pm s$, $n=12$)Table 10 Effect of different doses of jujube powder to extend the influence of sodium pentobarbital sleeping time
($\bar{x} \pm s$, $n=12$)

组别	睡眠时间(min)
正常对照组	28.06±4.47
低剂量组	29.86±4.96
中剂量组	32.21±4.26*
高剂量组	36.25±6.67**

极显著 ($P<0.01$), 即当小鼠摄入一定量的枣粉后有明显的改善睡眠作用。

2.5 睡眠友好型速溶枣粉营养成分

该枣粉的营养成分如表 11 所示, 其含水量为 ($2.59\%\pm 0.05\%$), 远远低于 GB 7101-2003 中含水量低于 5% 的要求, 表明该产品具有较好的稳定性。根据研究得知黄酮和皂苷均有良好的助眠效果。该产品中, 总黄酮和总皂苷含量较高。

表 11 速溶枣粉的主要营养成分

Table 11 The main nutritional components of instant jujube powder

含水量 (%)	总黄酮含量 (mg/g)	总皂苷含量 (mg/g)	cAMP 含量 (mg/100 g)
2.59±0.05	3.67±0.11	12.87±0.09	22.58±0.23

2.6 睡眠友好型速溶枣粉物理性质

产品的物理性质, 也是评价速溶红枣固体饮料品质的一项重要指标, 主要包括速溶红枣固体饮料的溶解性、分散性和稳定性等。分散性是衡量产品溶解性的最直接的描述指标, 分散性越强, 溶解速度就越快, 溶解越彻底。从表 12 中可以看出, 速溶枣粉分散性与稳定性均小于 0.05%, 说明所测产品的分散性和稳定性都很好。

表 12 速溶枣粉的物理性质

Table 12 Physical properties of instant jujube powder

溶解性(s)	分散性(%)	稳定性(%)
28.12±0.30	0.04±0.003	0.04±0.004

3 结论

通过单因素实验结合响应面优化得到酸枣仁总黄酮提取条件: 炒制温度 140 ℃, 炒制时间 6 min, 料液比 1:30, 超声提取两次, 每次超声 60 min, 在此条件下酸枣仁总黄酮含量达 6.69 mg/g。通过单因素实验和正交试验, 研制出睡眠友好型速溶枣粉的最佳配方: 麦芽糊精 20%, 酸枣汁浓缩液 10%, 白砂糖 15%, 奶粉 4%。研制的睡眠友好型速溶枣粉对小鼠睡眠无显著的直接影响, 但可以延长戊巴比妥钠诱导小鼠的睡眠时间, 缩短阈下戊巴比妥钠小鼠睡眠潜伏期, 可以确定枣粉具有一定改善睡眠的功效。

参考文献

- [1] 刘孟军, 王玖瑞. 新中国果树科学研究 70 年——枣[J]. 果树学报, 2019, 36(10): 1369–1381. [LIU M J, WANG J R. Fruit scientific research in New China in the past 70 years: Chinese jujube[J]. Journal of Fruit Science, 2019, 36(10): 1369–1381.]
- [2] 薛晓芳, 赵爱玲, 王永康, 等. 不同枣品种果实品质分析及综合评价[J]. 中国果树, 2016(3): 11–15. [XUE X F, ZHAO A L, WANG Y K, et al. Fruit quality analysis and comprehensive evaluation of different jujube varieties[J]. China Fruits, 2016(3): 11–15.]
- [3] SINA C, ION T, VIOLETA N, et al. Variation of bioactive compounds and antioxidant activity of jujube(*Ziziphus jujuba*) fruits

at different stages of ripening[J]. Notulae Botanicae Horti Agrobotanici Cluj-Napoca, 2017, 46(1): 134.

[4] RAHMAN E, MOMIN A, ZHAO L, et al. Bioactive, nutritional composition, heavy metal and pesticide residue of four Chinese jujube cultivars[J]. Food ence & Biotechnology, 2018.

[5] 曹泽虹, 董玉玮, 李超, 等. 骏枣的多糖提取及其蛋白脱除研究[J]. 食品科学技术学报, 2020, 38(6): 121–126. [CAO Z H, DONG Y W, LI C, et al. Study on polysaccharide extraction and protein removal from *Ziziphus jujuba* Mill. cv Junzao[J]. Journal of Food Science and Technology, 2020, 38(6): 121–126.]

[6] 付建鑫, 邵家威, 王瑞华, 等. 我国枣的资源分布及保健功能[J]. 中国果菜, 2019, 39(7): 22–28, 36. [FU J X, SHAO J W, WANG R H, et al. Resource distribution and health function of jujube in China[J]. China Fruit Vegetable, 2019, 39(7): 22–28, 36.]

[7] 薛晓芳, 赵爱玲, 任海燕, 等. 枣种质资源果实 cAMP 和 cGMP 含量分析[J]. 食品工业科技, 2021, 42(4): 208–214. [XUE X F, ZHAO A L, REN H Y, et al. Analysis of cAMP and cGMP contents in fruits of Chinese jujube germplasm resources[J]. Science and Technology of Food Industry, 2021, 42(4): 208–214.]

[8] 杨利军. 金丝小枣三萜类化合物的提取和鉴定以及抗前列腺癌活性研究[D]. 济南: 山东大学, 2019. [YANG L J. Extraction, identification and anti-prostate cancer activity of triterpenoids from *Ziziphus jujube* Mill. cv. Jinsixiaozao[D]. Jinan: Shandong University, 2019.]

[9] XIONG Y, XIONG Y, ZHOU S, et al. Vitamin C and E supplements enhance the antioxidant capacity of erythrocytes obtained from aged rats[J]. Rejuvenation Research, 2016: 1835.

[10] 段军. 红色食品有益老年人健康[J]. 食品与健康, 2006(5): 27. [DUAN J. Red food is good for the health of the elderly[J]. Food and Health, 2006(5): 27.]

[11] GOYAL R, SHARMA P L, SINGH M. Possible attenuation of nitric oxide expression in anti-inflammatory effect of *Ziziphus jujuba* in rat[J]. Journal of Natural Medicines, 2011, 65(3-4): 514–518.

[12] 李瑶. 大枣补脾益胃功效物质及作用机制研究[D]. 南京: 南京中医药大学, 2019. [LI Y. Studies on the bioactive components and action mechanism of jujube fructus reinforcing spleen and stomach effects[D]. Nanjing: Nanjing University of Chinese Medicine, 2019.]

[13] 刘楚瑶, 杨楠, 李金鑫, 等. 酸枣仁改善睡眠质量的研究现状[J]. 食品安全导刊, 2019(27): 144. [LIU C Y, YANG N, LI J X, et al. Current research status of suanzaoren for improving sleep quality[J]. China Food Safety Magazine, 2019(27): 144.]

[14] 王长琴. HPLC 法同时测定酸枣仁龙牡合剂中酸枣仁皂苷 A 和丁香树脂酚二葡萄糖苷含量[J]. 中国处方药, 2019, 17(7): 30–32. [WANG C Q. Simultaneous determination of jujube seed saponin A and eugenol diglucoside in suanzaoren longmu mixture by HPLC[J]. Journal of China Prescription Drug, 2019, 17(7): 30–32.]

[15] JIANG J G, HUANG X J, CHEN J, et al. Comparison of the sedative and hypnotic effects of flavonoids, saponins, and polysaccharides extracted from Semen *Ziziphus jujube*[J]. Natural Product

Research, 2007, 21(4): 310-320.

[16] 汪轩羽. 灵武长枣饮料的研制[D]. 天津: 天津科技大学, 2019. [WANG X Y. Research on Lingwu long jujube beverage [D]. Tianjin: Tianjin University of Science and Technology, 2019.]

[17] 王盼龙. 两种干燥方式下枣粉干燥特性及品质的实验研究[D]. 天津: 河北工业大学, 2019. [WANG P L. Experimental research on drying characteristics and quality of jujube powder by two drying methods[D]. Tianjin: Hebei University of Technology, 2019.]

[18] 郭麒. 基于方证相关的酸枣仁汤的临床应用[D]. 长沙: 湖南中医药大学, 2020. [GUO Q. Clinical application of *Ziziphi spinosae* semen decoction based on prescriptions and syndromes[D]. Changsha: Hunan University of Traditional Chinese Medicine, 2020.]

[19] 苏晓艳, 赵丽君, 周丽雅, 等. 原发性失眠患者的睡眠结构特点[J]. 兰州大学学报(医学版), 2021, 47(2): 29-32, 38. [SU X Y, ZHAO L J, ZHOU L Y, et al. Characteristics of sleep structure in patients with primary insomnia[J]. Journal of Lanzhou University (Medical Edition), 2021, 47(2): 29-32, 38.]

[20] WEI S, SMITS M G, TANG X, et al. Efficacy and safety of melatonin for sleep onset insomnia in children and adolescents: A meta-analysis of randomized controlled trials[J]. *Sleep Medicine*, 2020, 68: 1-8.

[21] CHENG T, MARIE W D, BIXBY P B, et al. Valium without dependence? individual GABAA receptor subtype contribution toward benzodiazepine addiction, tolerance, and therapeutic effects[J]. *Neuropsychiatric Disease & Treatment*, 2018, 14: 1351-1361.

[22] 刘孟军, 王向红, 崔同. 一种枣环核苷酸糖浆、膳食纤维和枣蜡的分离提取方法, 中国: CN1408257[P]. 2003-04-09. [LIU M J, WANG X H, CUI T. Method for separating and extracting jujube cyclic adenosine phosphate syrup, dietary fiber and jujube wax, China: CN1408257 [P]. 2003-04-09.]

[23] 李慎欧. 酸枣仁有效成分的提取工艺研究[D]. 保定: 河北农业大学, 2009. [LI S O. Studies on extraction procedures of effective components of semen *Ziziphi spinosae*[D]. Baoding: Hebei Agricultural University, 2009.]

[24] 蔡雨晴, 贾棹东, 吴茜茜, 等. 响应面法优化野生酸枣仁中总黄酮的提取工艺[J]. 中国饲料, 2016(3): 23-27. [CAI Y Q, JIA Z D, WU Q Q, et al. Optimization of extraction technology for flavonoids in wild *Ziziphi spinosae* semen using response surface methodology[J]. China Feed, 2016(3): 23-27.]

[25] 刘伟, 涂宗财, 刘成梅. 高膳食纤维速溶藕粉的沸腾造粒

[J]. *食品工业科技*, 2003(10): 106-108. [LIU W, TU Z C, LIU C M. Boiling granulation of instant lotus root powder with high dietary fiber[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2003(10): 106-108.]

[26] 秦珩, 李世芬, 胡奇, 等. L-苏糖酸镁改善睡眠功能的观察[J]. 营养学报, 2018, 40(2): 148-151. [QIN H, LI S F, HU Q, et al. Sleep improvement by magnesium-L-theonate in mice[J]. *Acta Nutrimenta Sinica*, 2018, 40(2): 148-151.]

[27] 冯伟伟, 吴美媛, 邓春萌, 等. 灵芝酸枣仁胶囊改善睡眠的功能研究[J]. 生物技术进展, 2017, 7(4): 327-330. [FENG W W, WU M Y, DENG C M, et al. Study on the function of *Ganoderma lucidum* Semen *Ziziphi spinosae* capsules on sleep improvement[J]. *Progress in Biotechnology*, 2017, 7(4): 327-330.]

[28] 孟伊娜, 马燕, 邹淑萍, 等. 不同成熟期酸枣贮藏期环磷酸腺苷变化研究[J]. 新疆农业科学, 2016, 53(8): 1436-1443. [MENG Y N, MA Y, ZOU S P, et al. Study on the different maturity of *Zizyphus jujuba* cAMP contents[J]. *Xinjiang Agricultural Sciences*, 2016, 53(8): 1436-1443.]

[29] 关鹏翔. 哈密瓜果粉喷雾干燥工艺及品质研究[D]. 杭州: 浙江工商大学, 2013. [GUAN P X. Study on spray drying technology and quality of cantaloupe fruit powder[D]. Hangzhou: Zhejiang University of Commerce and Industry, 2013.]

[30] 张纯姑. 酸枣仁炒制和微波炮制工艺的比较研究[D]. 成都: 西南交通大学, 2018. [ZHANG C G. Comparative study of fried and microwave processing on suanzaoren[D]. Chengdu: Southwest Jiaotong University, 2018.]

[31] 孙胜杰, 郭亚菲, 王艳, 等. 药对酸枣仁-远志总黄酮及总皂苷提取工艺的响应曲面试验优选[J]. 时珍国医国药, 2018, 29(3): 568-571. [SUN S J, GUO Y F, WANG Y, et al. Optimization of extraction process of total flavonoids and saponins from semen *Ziziphi spinosae* and *Polygala tenuifolia* by response surface methodology[J]. *Lishizhen Medicine and Materia Medica Research*, 2018, 29(3): 568-571.]

[32] 朱珠, 张传智, 王维坚, 等. 挤压膨化工艺制备红小豆速食粉的研究[J]. 食品研究与开发, 2013, 34(8): 63-66. [ZHU Z, ZHANG C Z, WANG W J, et al. The study on preparation fast food powder of red bean by extrusion puffed process[J]. *Food Research and Development*, 2013, 34(8): 63-66.]

[33] 黄社章, 左锦静, 姚永志, 等. 速溶营养大枣玉米片的加工工艺[J]. *食品研究与开发*, 2010, 31(9): 99-101. [HUANG S Z, ZUO J J, YAO Y Z, et al. Study on processing technology of instant jujube-maize tablets[J]. *Food Research and Development*, 2010, 31(9): 99-101.]