

D - 最优混料设计优化速冻专用油脂乳化剂配方

朱利萍¹, 孙 聪^{1,2}, 李开放², 张顺昌², 梁少华¹, 杨国龙¹, 刘 伟¹

(1. 河南工业大学 粮油食品学院, 郑州 450001; 2. 郑州思念食品有限公司, 郑州 450003)

摘要:为解决速冻食品易开裂的问题,对速冻专用油脂乳化剂配方进行设计优化。首先以自制酯交换油脂为基料油,以吸水性和乳化稳定性为指标,对6种常用的亲油性乳化剂进行筛选,并采用D-最优混料设计确定最佳乳化剂配方,然后用该乳化剂配方制备速冻专用油脂,并将自制速冻专用油脂和两种市售速冻专用油脂制作速冻汤圆作应用对比试验。结果表明:以酯交换油脂为基料油的速冻专用油脂最佳乳化剂配方为硬脂酰乳酸钙添加量34.4%、单硬脂酸甘油酯添加量33.8%、大豆卵磷脂添加量31.8%,在此条件下复合乳化剂的吸水率为25.1 mL/10 g,乳化稳定性为93.3%;相比于市售速冻专用油脂,自制速冻专用油脂制作的速冻汤圆表面光滑、裂纹少,冻裂率和冷冻失水率低。因此,优化得到的速冻专用油脂复合乳化剂具备良好的乳化稳定性和持水能力,可降低速冻食品的冻裂率。

关键词:速冻专用油脂;乳化剂;D-最优混料设计;酯交换油脂;速冻汤圆;冻裂率

中图分类号:TS202.3;TS225.6 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2023)12-0102-08

Optimization of emulsifier formula of fast - frozen special fat by D - optimum mixture design

ZHU Liping¹, SUN Cong^{1,2}, LI Kaifang², ZHANG Shunchang²,
LIANG Shaohua¹, YANG Guolong¹, LIU Wei¹

(1. College of Food Science and Engineering, Henan University of Technology, Zhengzhou 450001, China; 2. Zhengzhou Synear Food Co., Ltd., Zhengzhou 450003, China)

Abstract: In order to solve the cracking problem of fast - frozen food, the emulsifier formula of fast - frozen special fat was optimized. With water absorption and emulsifying stability as indexes, using self - made transesterification oil as base oil, six commonly used lipophilic emulsifiers were selected, and the best emulsifier formula was determined by D - optimum mixture design. In addition, the application of self - made fast - frozen special fat and two kinds of commercial fast - frozen special fat to produce fast - frozen dumpling was compared. The results showed that with self - made transesterification oil as base oil, the optimal emulsifier formula for fast - frozen special fat was obtained as follows: dosage of calcium stearoyl lactylate 34.4%, dosage of glycerol monostearate 33.8%, and dosage of soybean lecithin 31.8%. Under these conditions, the water absorption and emulsifying stability of compound emulsifier were 25.1 mL/10 g and 93.3%, respectively. Compared with the commercial fast - frozen special fat, the fast - frozen dumpling made by the self - made fast - frozen special fat had a smooth surface, fewer

cracks, lower freeze - cracking rate and freezing water loss rate. The optimized compound emulsifier has good emulsifying stability and water - holding capacity, and can reduce the freeze - cracking rate of fast - frozen food.

Key words: fast - frozen special fat; emulsifier; D - optimum mixture design; transesterification oil; fast - frozen dumpling; freeze - cracking rate

收稿日期:2023-02-12;修回日期:2023-08-03

基金项目:河南省重点研发与推广(科技攻关)专项(202102110288)

作者简介:朱利萍(1995),女,硕士研究生,研究方向为脂质化学与品质(E-mail)1933562028@qq.com。

通信作者:梁少华,教授,硕士生导师(E-mail)shaohuali832@126.com。

随着生活节奏的加快,方便快捷的食品更受消费者的青睐,我国速冻食品行业迅速成长。据统计,2021年我国速冻食品行业市场规模为1 755亿元,较2020年同比增长26%,其中速冻米面制品销售额占比超过50%^[1]。市场上的速冻米面制品有些存在易开裂、水煮易浑汤、冻裂率高等现象,影响了速冻食品的感官品质^[2-3]。目前,对速冻食品品质的改良研究大多为改良粉质^[4]、改进加工工艺^[5]、添加合适的改良剂等,对影响速冻食品品质的速冻专用油脂的研究较少^[6],而且对速冻专用油脂的研究主要集中在基料油改性方面,对速冻专用油脂中乳化剂的研究更少。王德志等^[7]研究发现使用乳化效果好的速冻专用油脂制作的速冻汤圆开裂率低、表面光滑、感官评分高。这是因为乳化稳定性和持水能力好的速冻专用油脂,可以有效减少低温速冻时馅料体积增大和冻藏时面皮表面水分升华所导致的面皮破裂现象的产生,从而保证速冻食品在冻藏时品质的稳定,有效解决速冻食品易开裂的问题^[8]。速冻专用油脂是一种类似于人造奶油的油包水体系,需要选择亲油性较好的乳化剂,如单硬脂酸甘油酯、大豆卵磷脂、司盘-60、硬脂酰乳酸钙、丙二醇酯、蔗糖脂肪酸酯等。不同类型的乳化剂其乳化能力不同,所具备的功能也不同,如:大豆卵磷脂不仅乳化效果好,还具有良好的抗氧化能力^[9];司盘-60可延缓油脂中 β' 晶型向 β 晶型的转化,还可帮助水分分散到油脂体系中^[10];硬脂酰乳酸钙可以减缓淀粉老化的速度,增强面团韧性和稳定性^[11];单硬脂酸甘油酯可增大面团比容,使面包和馒头质地柔软、气孔均匀^[12]。然而,单一的乳化剂在实际应用中往往达不到理想的乳化效果,常采用多种乳化剂复配来满足产品的实际需求^[13]。蒋子敬等^[14]发现复合乳化剂制得的脱模剂乳化效果最佳,脱模性能最好。徐振波等^[15]研究发现复合乳化剂制得的人造奶油晶体稳定性最好,符合烘烤型人造奶油的要求。因此,研究速冻专用油脂的乳化剂配方对改善速冻食品的品质及促进速冻食品行业的发展具有重要的实践意义。

马传国等^[16]研究发现甘一酯与大豆卵磷脂比例为1:1时,速冻专用油脂的乳化效果最好。崔秀秀等^[17]以乳化稳定性为指标对筛选出的3种乳化剂进行混料回归试验,得到了速冻专用油脂的最佳乳化剂复配方案。然而,这些研究仅从设计的复配试验里选出最好的一组作为最佳乳化剂复配方案,未对其进行优化设计,从而可能导致得到的乳化剂配方并不是最理想的。D-最优混料设计是一种物

料配比优化的试验设计,广泛应用于食品科学技术领域^[18],具有试验次数少、预测精密度高、多目标同步优化的优点,近年来在油脂乳化剂复配研究中也都有所应用^[19]。

本研究选用吸水性、乳化稳定性作为评价指标,首先对6种常见的亲油性乳化剂(单硬脂酸甘油酯、丙二醇酯、硬脂酰乳酸钙、司盘-60、大豆卵磷脂、蔗糖脂肪酸酯)进行筛选,再对筛选出的乳化剂进行D-最优混料设计,将优化得到的复合乳化剂与酯交换油脂混匀后制备速冻专用油脂;最后,利用自制的速冻专用油脂和两种市售的速冻专用油脂制作速冻汤圆,对比分析不同速冻专用油脂对速冻汤圆冻裂率和冷冻失水率的影响,以期为提高速冻专用油脂的乳化能力及降低速冻食品开裂率提供理论参考。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

52℃棕榈硬脂,上海益海嘉里粮油有限公司;米糠油,盘锦兴旺油脂厂;固定化脂肪酶Lipozyme TL IM,北京诺维信生物技术有限公司;单硬脂酸甘油酯(HLB值为3.8,非离子型表面活性剂)、大豆卵磷脂(HLB值为4.0,两性离子型表面活性剂)、司盘-60(HLB值为4.7,非离子型表面活性剂)、硬脂酰乳酸钙(HLB值为5.1,阴离子表面活性剂)、丙二醇酯(HLB值为3.4,非离子型表面活性剂),河南聚硕生物科技有限公司;蔗糖脂肪酸酯(HLB值为5.0,非离子型表面活性剂),广西福赛食品添加剂有限公司;95%乙醇,食品级,河南汉永酒精有限公司;两种市售速冻专用油脂,郑州思念食品有限公司;糯米粉、白砂糖、芝麻等,购于当地超市。

1.1.2 仪器与设备

Sartorius BSA224S型分析天平,赛多利斯科学仪器有限公司;DLSB-5L/10予华牌低温冷却液循环泵;予华牌循环水真空泵;RCT Basic S025恒温磁力加热搅拌器,德国IKA公司;LD5-10台式低速离心机,上海安亭科学仪器厂;HH-2J数显搅拌水浴锅,上海维诚仪器有限公司;OS20-S LED数显顶置式电子搅拌器,大龙兴创实验仪器(北京)有限公司;RE 2000A旋转蒸发器,上海亚荣生化仪器厂;Waters e2695高效液相色谱仪,美国Waters公司;MQC-23脉冲式核磁共振仪,英国Oxford公司;Miniflex 600 X射线衍射仪,日本理学公司;ZEISS Axioscope 5偏光显微镜,德国卡尔蔡司有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 酯交换油脂的制备

按质量比 6:4 称取棕榈硬脂和米糠油加入到烧瓶中,先置于 90℃ 油浴中抽真空,脱水脱气 60 min 后,将温度降至 50℃。向体系中添加原料质量 6% 的 Lipozyme TL IM,在 300 r/min、50℃ 条件下于油浴磁力搅拌器中反应 2 h,反应结束后用 95% 乙醇进行萃取脱酸处理,旋蒸除去溶剂后得到酯交换油脂。

1.2.2 吸水性的测定

参考薛栓栓^[20]的方法测定吸水性,根据实验室条件稍作改变。取 10 g 酯交换油脂在 80℃ 下加热至完全熔化后,加入 1% (以乳液质量计) 的乳化剂,在 300 r/min 下搅拌 5 min 混合均匀,降低温度至 60℃,然后将 30 mL 蒸馏水逐渐加入混合体系,同时以 600 r/min 的转速搅拌,然后以 1 000 r/min 搅拌 5 min,将形成的乳液转移至有刻度线的玻璃瓶中,在室温下静置 12 h 后读取析出水的体积,用 30 mL 减去析出水的体积即为该体系的吸水量,以吸水量衡量乳化剂的吸水性。

1.2.3 乳化稳定性的测定

取 17 g 酯交换油脂在 80℃ 下加热至完全熔化后,加入 1% (以乳化油脂质量计) 的乳化剂,在 300 r/min 下搅拌 5 min 混合均匀,降低温度至 60℃,将 2.8 mL 蒸馏水缓慢加入体系,同时以 600 r/min 的转速搅拌,然后以 1 000 r/min 搅拌 20 min,得到乳化油脂。将乳化油脂在 70℃ 下放置 1 h 后以 3 500 r/min 的转速离心 10 min,准确量取乳化层高度和液面总高度。乳化稳定性为乳化层高度与液面总高度的比值^[21],其比值越大,乳化稳定性越好。

1.2.4 速冻专用油脂的制备

速冻专用油脂制备工艺流程^[22]:酯交换油脂、水、乳化剂(三者质量比为 85:14:1)混合→乳化(60℃,20 min,1 000 r/min)→预冷(40℃,10 min)→急冷捏合(0℃,5 min,300 r/min)→熟化(25℃,48 h)→速冻专用油脂。

1.2.5 速冻专用油脂理化性质的测定

熔点的测定:根据 AOCS Official Method Cc 3-25 采用开口毛细管法测定。

甘三酯组成的测定:采用配备蒸发光检测器的高效液相色谱仪分析油脂的甘三酯组成,取 20 mg 油样,加入 2 mL 正己烷,涡旋 5 min,油样完全溶解后加入适量的无水硫酸钠,涡旋 2 min 后在 3 000 r/min 下离心 5 min,取上层溶液注入液相小瓶进高效液相色谱仪分析。液相色谱条件参考康宝等^[23]的研究。按照各自当量碳数(ECN)和理论碳数(TCN)从小到大先

后出峰来对甘三酯定性,采用峰面积归一化法定量。

固体脂肪含量(SFC)的测定:采用核磁共振仪分别测试样品在 0~45℃ 下的 SFC,每 5℃ 为 1 个测试隔点,具体测试方法参考 Zhu 等^[24]的研究。

晶型的测定:采用 X 射线衍射仪(XRD)测定油脂的晶型,测试条件为室温 25℃、扫描步长 0.02°、扫描速度 0.1 s/步、扫描范围(2θ)10°~40°。

晶体微观结构观察:采用偏光显微镜对油脂的晶体微观形态进行观察,测试条件参考 Zhang 等^[25]的研究。

1.2.6 速冻汤圆的制作

以自制速冻专用油脂与两种市售速冻专用油脂为油脂原料,参考王炎^[26]的研究并作适当修改制作速冻汤圆。其中汤圆面皮与馅料的配料及制作方法不变。取 6.5 g 的面皮捏皮,包入 3.5 g 黑芝麻馅心封口搓圆。然后将汤圆放入铺有吸油纸的盘中在 -80℃ 下速冻 0.5 h (此时速冻汤圆的中心温度达到 -18℃),再将速冻汤圆转移到 -20℃ 的环境中冻藏。

1.2.7 速冻汤圆冻裂率的测定

将速冻汤圆在 -20℃ 下冻藏 30 d 后记录出现冻裂的汤圆数,其中:汤圆表面有裂口,裂纹较多的记为冻裂 1 个;汤圆没有裂口,裂纹较多的记为冻裂 0.5 个;汤圆没有裂口,裂纹较少的记为冻裂 0 个(见图 1)。速冻汤圆冻裂率为冻裂的汤圆数与速冻汤圆总数的比值^[27]。



图 1 冻裂 1 个汤圆(左)、冻裂 0.5 个汤圆(中)与未冻裂汤圆(右)的对比

1.2.8 速冻汤圆冷冻失水率的测定

对刚搓圆成型的汤圆称质量(记为 m), -20℃ 冻藏 30 d 后再次称质量(记为 m_1),按下式计算冷冻失水率(y)^[28]。

$$y = (m - m_1) / m \times 100\% \quad (1)$$

1.2.9 数据处理与分析

所有试验结果为 3 次平行试验的平均值,采用 Origin 2018 作图,并用 SPSS 软件和 Design Expert 13.0 软件进行数据处理和分析。

2 结果与分析

2.1 乳化剂的选择

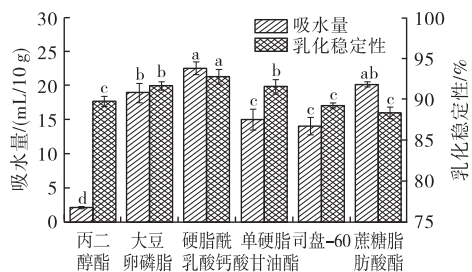
吸水性可以衡量速冻专用油脂持水能力的大小,吸水性好的油脂可以结合更多的水,在速冻时避

免形成大的冰晶,从而减少速冻食品的冻裂率。乳化稳定性可以直接衡量乳化剂稳定油水两相界面的能力,乳化稳定性好的速冻专用油脂可以减少速冻食品冷冻时水分的损失以及保证速冻食品加工和冻藏时品质的稳定。因此,本研究选用吸水性和乳化稳定性作为评价指标来进行速冻专用油脂乳化剂的筛选及配方的优化。图2为6种常见的亲油性乳化剂(单硬脂酸甘油酯、丙二醇酯、硬脂酰乳酸钙、司盘-60、大豆卵磷脂、蔗糖脂肪酸酯)形成的乳液在室温下静置12 h的外观。单一乳化剂的吸水性和乳化稳定性见图3。



注:从左至右添加的乳化剂分别为丙二醇酯、司盘-60、单硬脂酸甘油酯、大豆卵磷脂、蔗糖脂肪酸酯、硬脂酰乳酸钙

图2 不同乳化剂制备的乳液静置12 h后的外观



注:同一指标不同字母表示在 $p < 0.05$ 水平上有显著性差异

图3 单一乳化剂的吸水性和乳化稳定性

由图2可知,静置12 h后所有的乳液都不再是均一完整的乳液,出现明显的分层现象,上层为稀薄的乳液,下层为析出的水相。其中:硬脂酰乳酸钙所形成的乳液析出的水量最少,说明其吸水性最好;丙二醇酯分层现象最明显,析出的水量最多,表明该乳化剂吸水性最差。

由图3可知,不同乳化剂间吸水性与乳化稳定性存在显著性差异($p < 0.05$),6种乳化剂吸水性大小顺序为硬脂酰乳酸钙 > 蔗糖脂肪酸酯 > 大豆卵磷脂 > 单硬脂酸甘油酯 > 司盘-60 > 丙二醇酯,乳化稳定性大小顺序为硬脂酰乳酸钙 > 大豆卵磷脂 > 单硬脂酸甘油酯 > 丙二醇酯 > 司盘-60 > 蔗糖脂肪酸酯。吸水性最好的3种乳化剂是硬脂酰乳酸钙、蔗糖脂肪酸酯与大豆卵磷脂,但在所有乳化剂中蔗糖脂肪酸酯乳化稳定性最差。因此,结合吸水性和乳化稳定性的结果综合考虑,选择硬脂酰乳酸钙、大豆卵磷脂、单硬脂酸甘油酯进行下步复配试验。

2.2 D-最优混料试验

2.2.1 D-最优混料试验设计及结果

以吸水性(Y_1)和乳化稳定性(Y_2)为响应值,硬脂酰乳酸钙添加量(A)、单硬脂酸甘油酯添加量(B)、大豆卵磷脂添加量(C)为自变量,通过 Design Expert 13.0 软件设计 D-最优混料优化试验,混料设计的限定条件为每种乳化剂的添加量都不低于总添加量的10%,则有 $10\% \leq A \leq 80\%$ 、 $10\% \leq B \leq 80\%$ 、 $10\% \leq C \leq 80\%$,且 $A + B + C = 100\%$ 。响应面试验设计及结果如表1所示。

表1 D-最优混料试验设计与结果

试验号	A/%	B/%	C/%	$Y_1/(mL/10g)$	$Y_2/\%$
1	10.00	44.79	45.21	21.0	91.5
2	62.38	27.62	10.00	22.2	92.3
3	27.45	10.00	62.55	21.0	92.7
4	10.00	80.00	10.00	15.9	88.4
5	44.90	10.00	45.10	21.3	92.6
6	10.00	10.00	80.00	16.0	86.7
7	33.33	33.33	33.34	24.5	94.1
8	33.33	33.33	33.34	24.0	93.9
9	44.88	45.12	10.00	23.2	93.2
10	10.00	44.79	45.21	22.2	92.4
11	21.72	56.67	21.61	22.2	92.7
12	80.00	10.00	10.00	19.0	91.1
13	10.00	27.34	62.66	18.2	91.1
14	44.88	45.12	10.00	23.8	94.1
15	62.28	10.00	27.72	21.2	91.5
16	44.90	10.00	45.10	22.1	93.3

2.2.2 D - 最优混料回归模型的建立与方差分析

采用 Design Expert 13.0 软件对表 1 中的 16 组试验数据进行多项回归拟合,建立回归模型,得到吸水性 (Y_1) 和乳化稳定性 (Y_2) 的回归方程: $Y_1 = 18.65A + 16.14B + 15.83C + 23.97AB + 18.82AC + 20.28BC + 10.39ABC$; $Y_2 = 91.12A + 88.39B + 86.72C + 15.50AB + 16.42AC + 17.49BC - 6.57ABC - 10.94AB(A - B) - 18.28AC(A - C) - 7.82BC(B - C)$ 。从吸水性和乳化稳定性的回归方程可以得出:数学模型中硬脂酰乳酸钙系数大于单硬脂酸甘油酯和大豆卵磷脂,表明在复合乳化剂体系中硬脂酰乳酸钙所占的比例变化对酯交换油脂的吸水性和乳化稳定性影响最大,同理,单硬脂酸甘油酯的影响次之,大豆卵磷脂的影响最小。

吸水性和乳化稳定性的回归模型方差分析结果分别见表 2 和表 3。

表 2 吸水性回归模型的方差分析

来源	总平方和	自由度	均方	F	p	显著性
模型	96.64	6	16.11	25.89	< 0.000 1	***
线性	13.81	2	6.91	11.10	0.003 7	**
AB	39.18	1	39.18	62.97	< 0.000 1	***
AC	25.61	1	25.61	41.15	0.000 1	***
BC	27.99	1	27.99	44.98	< 0.000 1	***
ABC	0.20	1	0.20	0.31	0.588 8	
残差	5.60	9	0.62			
失拟项	4.25	5	0.85	2.53	0.194 6	
纯误差	1.35	4	0.34			
总和	102.24	15				

注: * 表示显著水平 $p < 0.05$, ** 表示显著水平 $p < 0.01$, *** 表示显著水平 $p < 0.001$ 。下同

表 3 乳化稳定性回归模型的方差分析

来源	总平方和	自由度	均方	F	p	显著性
模型	59.20	9	6.58	35.49	0.000 2	***
线性	8.88	2	4.44	23.96	0.001 4	**
AB	15.36	1	15.36	82.88	< 0.000 1	***
AC	18.70	1	18.70	100.89	< 0.000 1	***
BC	19.37	1	19.37	104.50	< 0.000 1	***
ABC	0.07	1	0.07	0.39	0.553 0	
AB(A - B)	0.96	1	0.96	5.19	0.062 9	
AC(A - C)	4.69	1	4.69	25.30	0.002 4	**
BC(B - C)	0.48	1	0.48	2.61	0.157 5	
残差	1.11	6	0.19			
失拟项	0.04	2	0.02	0.07	0.934 4	
纯误差	1.07	4	0.27			
总和	60.31	15				

由表 2、表 3 可知,吸水性和乳化稳定性的回归模型是极显著的 ($p < 0.001$),即这两个回归方程能

正确表示吸水性和乳化稳定性与各因素之间的关系。吸水性和乳化稳定性回归模型的失拟项 p 值均大于 0.05,不显著,说明响应值吸水性和乳化稳定性与回归模型拟合较好,回归方程能够很好地预测复合乳化剂配方。AB、AC、BC 两两间对吸水性和乳化稳定性的交互作用是极显著的 ($p < 0.01$),ABC 三者间交互作用不显著 (p 值分别为 0.588 8 和 0.553 0,均大于 0.05)。吸水性和乳化稳定性的相关系数 (R^2) 分别为 0.945 2 和 0.981 6,校正决定系数 (R_{Adj}^2) 分别为 0.908 7 和 0.953 9,均大于 0.9,表明模型能够较合理地预测响应值的变化,试验重复性好。吸水性和乳化稳定性回归模型的变异系数分别为 3.74% 和 0.47%,置信度高,信噪比分别为 16.168 和 21.364,均大于 4,说明模型可以很好地预测 3 种乳化剂添加量对吸水性和乳化稳定性的影响。

2.2.3 速冻专用油脂乳化剂配方的优化及验证试验

为了寻求同时具有较好吸水性与乳化稳定性的速冻专用油脂乳化剂配方,利用 Design Expert 13.0 软件的最优化功能对速冻专用油脂乳化剂配方进行了优化,得到吸水性和乳化稳定性综合值最高的条件为硬脂酰乳酸钙添加量 34.349%、单硬脂酸甘油酯添加量 33.844%、大豆卵磷脂添加量 31.807%,在此条件下吸水性预测值为 24.330 mL/10 g,乳化稳定性预测值为 93.942%。

将优化的乳化剂配方调整为实验室可操作的试验参数,即硬脂酰乳酸钙添加量 34.4%、单硬脂酸甘油酯添加量 33.8%、大豆卵磷脂添加量 31.8%,在此条件下进行验证试验,测得吸水性为 25.1 mL/10 g,乳化稳定性为 93.3%,与预测值相差较小,说明该模型能在误差允许的范围内较好地预测乳化剂配方的吸水性和乳化稳定性。

2.3 不同速冻专用油脂理化性质对比

不同速冻专用油脂的甘三酯组成和熔点如表 4 所示。

表 4 不同速冻专用油脂熔点和甘三酯组成

项目	市售 1	市售 2	自制
甘三酯/%			
LLL	-	-	-
OLL	-	-	1.39 ± 0.00
PLL	-	0.39 ± 0.03 ^b	3.11 ± 0.01 ^a
OLO	-	0.31 ± 0.03 ^b	3.32 ± 0.01 ^a
PLO	3.30 ± 0.24 ^c	6.99 ± 0.22 ^b	20.84 ± 0.20 ^a
PLP	4.15 ± 0.34 ^c	6.75 ± 0.11 ^b	11.33 ± 0.11 ^a

续表 4

项目	市售1	市售2	自制
OOO	1.03 ± 0.11 ^b	1.45 ± 0.05 ^a	1.40 ± 0.00 ^a
POO	14.40 ± 0.67 ^c	25.77 ± 0.15 ^a	16.62 ± 0.04 ^b
POP	38.66 ± 0.39 ^b	47.48 ± 0.41 ^a	29.76 ± 0.13 ^c
PPP	31.31 ± 1.58 ^a	6.98 ± 0.09 ^c	10.68 ± 0.26 ^b
SOO	0.92 ± 0.29 ^a	0.66 ± 0.03 ^a	-
POS	4.23 ± 0.11 ^a	2.98 ± 0.05 ^b	0.79 ± 0.03 ^c
PPS	2.00 ± 0.01 ^a	0.23 ± 0.01 ^b	0.26 ± 0.08 ^b
UUU	1.03 ± 0.11 ^b	1.76 ± 0.08 ^b	6.11 ± 0.02 ^a
SUU	18.61 ± 0.63 ^c	33.81 ± 0.37 ^b	40.57 ± 0.16 ^a
SUS	47.04 ± 0.83 ^b	57.22 ± 0.35 ^a	41.88 ± 0.26 ^c
SSS	33.31 ± 1.57 ^a	7.21 ± 0.09 ^c	10.94 ± 0.18 ^b
熔点/°C	51.3 ± 0.1 ^a	45.3 ± 0.1 ^b	42.3 ± 0.2 ^c

注:L. 亚油酸;O. 油酸;P. 棕榈酸;S. 硬脂酸;UUU. 三不饱和甘油酯;SUU. 一饱和和二不饱和甘油酯;SUS. 二饱和和一不饱和甘油酯;SSS. 三饱和甘油酯;各行不同上标字母表示在 $p < 0.05$ 水平上有显著性差异;- 为未检出

由表4可知,3种速冻专用油脂的熔点存在显著性差异,市售速冻专用油脂1熔点为51.3°C,市售速冻专用油脂2熔点为45.3°C,而自制速冻专用油脂熔点最低,为42.3°C。油脂的熔点与其甘油酯组成密切相关,市售速冻专用油脂1中主要的甘油酯种类为POP和PPP,高熔点甘油酯SSS含量最高,为33.31%,这解释了市售速冻专用油脂1熔点高的原因。市售速冻专用油脂2中主要的甘油酯种类为POP和POO,自制速冻专用油脂中主要的甘油酯种类为POP和PLO,市售速冻专用油脂2中中间熔点甘油酯SUS含量比自制速冻专用油脂高,但SSS含量和SUU含量比自制速冻专用油脂低。

不同速冻专用油脂的SFC曲线如图4所示。

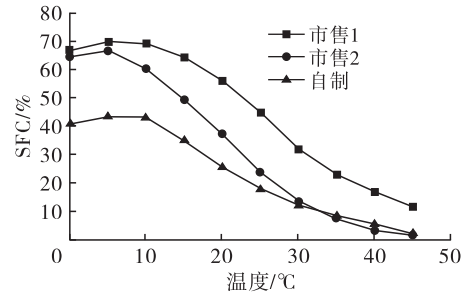


图4 不同速冻专用油脂的SFC曲线

由图4可知,市售速冻专用油脂1在每个温度下的SFC均最大,这与其甘油酯组成有着密切的关系,一般认为35°C下SFC小于10%的油脂口感好,市售速冻专用油脂1在35°C下的SFC为23.0%,而市售速冻专用油脂2和自制速冻专用油脂在35°C下的SFC均小于10%,说明市售速冻专用油脂1口感不如其他两种速冻专用油脂。两种市售速冻专用油脂SFC曲线陡峭,塑性范围窄,自制速冻专用油脂的SFC随温度变化波动较小,塑性范围宽,说明自制速冻专用油脂可塑性和加工特性好。

不同速冻专用油脂的X射线衍射图和晶体微观结构分别如图5和图6所示。

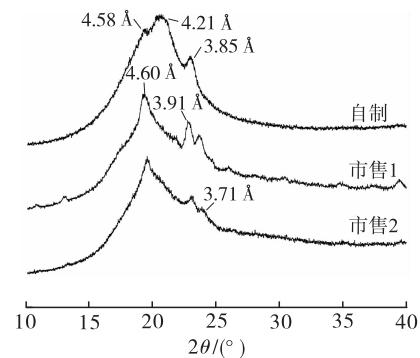


图5 不同速冻专用油脂的X射线衍射图

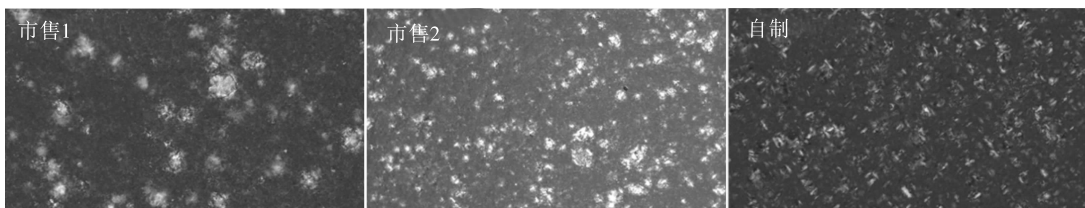


图6 不同速冻专用油脂的晶体微观结构

不同短间距的衍射峰对应着不同晶型的衍射峰,其中短间距4.60 Å附近的衍射峰为 β 晶型的衍射峰,4.20 Å和3.80 Å附近的衍射峰为 β' 晶型, β' 晶型为速冻专用油脂的理想晶型。由图5可知,两种市售速冻专用油脂在4.60 Å处均存在着很强的衍射峰,说明两种市售速冻专用油脂形成 β 晶型的趋势很强。自制速冻专用油脂在4.21 Å处存在着很强的衍射峰,在4.58 Å处的衍射峰强度明显低于

市售速冻专用油脂,说明自制速冻专用油脂中 β' 晶型占主要地位。由图6可以看出,两种市售速冻专用油脂晶体颗粒较大,晶体形态不一致,分布不均匀,说明这两种油脂产品有颗粒感,容易起砂,口感不佳。自制速冻专用油脂的晶体结构多为针状细小晶体,整体均匀密集地分布在结晶网络结构中,说明自制速冻专用油脂质地细腻光滑,无颗粒感,口感好。

2.4 不同速冻专用油脂应用试验对比

不同速冻专用油脂制作的速冻汤圆外观见图7,不同速冻专用油脂制作的速冻汤圆的冻裂率和冷冻失水率见图8。



图7 不同速冻专用油脂制作的速冻汤圆外观

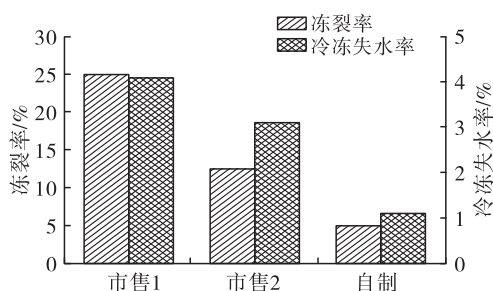


图8 不同速冻专用油脂制作的速冻汤圆的冻裂率和冷冻失水率

由图7可知,速冻前,不同速冻专用油脂制作的速冻汤圆外观都呈现出光滑、颗粒饱满的状态,此时不同速冻汤圆样品外观并无明显差异。在 -80°C 下速冻0.5 h后,两种市售速冻专用油脂制作的速冻汤圆表面均出现了裂纹,其中市售速冻专用油脂1制作的速冻汤圆出现的裂纹数量最多,说明市售速冻专用油脂1的乳化性能最差。在冻藏30 d后,两种市售速冻专用油脂制作的速冻汤圆表面粗糙、裂纹明显、颗粒扁平,不再呈现颗粒饱满的状态,而自制速冻专用油脂制作的速冻汤圆表面光洁、裂纹很少,整体仍呈现很饱满的状态,说明自制速冻专用油脂乳化能力强,可减少冻藏过程中的塌架现象,保证速冻食品品质的稳定。

冻裂率是评价速冻食品品质好坏的一个重要指标,也可间接衡量速冻专用油脂乳化性能的好坏。速冻食品在速冻和冻藏过程中由于会发生水分升华现象而引起面皮表面失水开裂,因此测定速冻食品的冷冻失水率对评价速冻专用油脂的持水能力具有重要的意义。由图8可知,市售速冻专用油脂1制作的速冻汤圆的冻裂率和冷冻失水率最高,而自制速冻专用油脂制作的速冻汤圆冻裂率和冷冻失水率最低,表明自制速冻专用油脂的持水性和乳化效果最好。

持水性好的速冻专用油脂应用于汤圆面皮,可以降低速冻时汤圆表皮水分损失,进而减少表皮裂纹的产生,乳化性能好的速冻专用油脂可以使水分均匀细小地分布在表皮,从而降低速冻汤圆的冻裂率。因此,汤圆应用试验表明:由本研究优化的复合乳化剂配比制备的速冻专用油脂的乳化性和持水能力均优于市售速冻专用油脂,保证了速冻食品在速冻和冻藏时品质的稳定,抑制速冻食品开裂现象的发生,降低了冻裂率,达到了预期。

3 结论

通过单一乳化剂试验和D-最优混料设计,建立了速冻专用油脂吸水性和乳化稳定性的回归方程,得到最佳复合乳化剂配方为硬脂酰乳酸钙添加量34.4%、单硬脂酸甘油酯添加量33.8%、大豆卵磷脂添加量31.8%,优化配方的吸水性为25.1 mL/10 g,乳化稳定性为93.3%。相比于两种市售速冻专用油脂,用此乳化剂配方和酯交换油脂制备的速冻专用油脂塑性范围宽,可塑性好,晶型为 β' 晶型,晶体结构均匀细腻。将自制速冻专用油脂和两种市售速冻专用油脂分别应用于速冻汤圆的制作,结果表明,自制速冻专用油脂制作的汤圆表面光滑、颗粒饱满,冻裂率和冷冻失水率均低于市售速冻专用油脂,说明自制速冻专用油脂的乳化效果优于市售速冻专用油脂,优化得到的乳化剂配方具备很好的乳化稳定性和持水能力。因此,本研究改善了速冻食品易开裂的问题,降低了速冻食品的冻裂率,对促进我国速冻食品行业的发展具有重要的理论和实践意义,也可为专用油脂乳化剂配方的优化提供一定的方法借鉴。

参考文献:

- [1] 中国速冻食品行业发展深度分析与未来前景调研报告(2022—2029年)[R/OL]. [2023-02-12]. <https://www.chinabaogao.com/baogao/202211/615936.html>.
- [2] WANG H, XIAO N, WANG X, et al. Effect of pregelatinized starch on the characteristics, microstructures, and quality attributes of glutinous rice flour and dumplings[J]. Food Chem, 2019, 283: 248-256.
- [3] LI Z, WANG L, CHEN Z, et al. Impact of protein content on processing and texture properties of waxy rice flour and glutinous dumpling[J]. J Cereal Sci, 2018, 81: 30-36.
- [4] LI Y, DING G, WALLACE Y, et al. Characteristics of annealed glutinous rice flour and its formation of fast-frozen dumplings[J]. J Cereal Sci, 2018, 79: 106-112.
- [5] YU S, MA Y, ZHENG X Q. Effects of low and ultra low-temperature freezing on retrogradation and textural properties of rice starch gel during storage[J]. J Texture

- Stud, 2012, 43(3): 175 - 186.
- [6] 王德志, 马传国, 王高林. 专用油脂在食品工业中的应用[J]. 中国油脂, 2008, 33(4): 7 - 11.
- [7] 王德志, 马传国, 王高林, 等. 速冻食品专用油脂制备及其在汤圆中的应用评价[J]. 中国粮油学报, 2010, 25(12): 71 - 74.
- [8] 刘元法. 食品专用油脂[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2017: 232 - 233.
- [9] LI J, NAN J, WU H, et al. Middle purity soy lecithin is appropriate for food grade nanoliposome: preparation, characterization, antioxidant and anti-inflammatory ability [J/OL]. Food Chem, 2022, 389: 132931 [2023 - 02 - 12]. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2022.132931>.
- [10] 刘宝亮, 康可佳. 食品乳化剂的特性及在油脂乳化中的应用[J]. 中国食品添加剂, 2008(2): 61 - 64.
- [11] 韩小存. 硬脂酰乳酸钙对面粉理化指标的影响研究[J]. 粮食与油脂, 2020, 33(10): 101 - 103.
- [12] 蔡沙, 蔡芳, 施建斌, 等. 马铃薯馒头制作工艺和贮藏、消化特性分析[J]. 食品工业, 2021, 42(5): 18 - 22.
- [13] 程宝宝. 食品乳化剂复配在食品生产中的应用[J]. 食品安全导刊, 2021(24): 133, 135.
- [14] 蒋子敬, 王冉冉, 牛跃庭, 等. 棕榈油基焙烤专用脱模剂乳化工艺配方优化研究[J]. 食品工业, 2017, 38(1): 39 - 42.
- [15] 徐振波, 王兴国, 刘元法, 等. 乳化剂在全牛油基人造奶油配方中应用[J]. 中国油脂, 2008, 33(7): 7 - 12.
- [16] 马传国, 李大房, 查学梅, 等. 速冻食品专用油的制备研究[J]. 中国油脂, 2006, 31(5): 14 - 16.
- [17] 崔秀秀, 王炎, 赵亚丽, 等. 基于酶促酯交换的速冻专用油脂制备及应用研究[J]. 现代食品科技, 2014, 30(10): 187 - 193.
- [18] ROUSTA L K, YAZDI A P G, KHORASANI S, et al. Optimization of novel multigrain pasta and evaluation of physicochemical properties; using D - optimal mixture design[J]. Food Sci Nutr, 2021, 9(10): 5546 - 5556.
- [19] 郭训练, 方佳兴, 许青莲, 等. 棕榈油基液态起酥油乳化剂配方优化及其应用[J]. 食品工业科技, 2018, 39(20): 55 - 60.
- [20] 薛栓栓. 猪油与紫苏籽油酯交换制备营养型人造奶油及其性能研究[D]. 武汉: 华中农业大学, 2020.
- [21] 谭文英, 吴颖, 胡勇. 复合脂肪替代品的制备及理化性质研究[J]. 中国油脂, 2018, 43(2): 150 - 153.
- [22] 朱婷伟. 酶促酯交换构建速冻专用油脂及其微观结构与宏观性能变化规律研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2019.
- [23] 康宝, 孙聪, 杨瑞楠, 等. 高油酸花生油酶促酯交换合成类可可脂的研究[J/OL]. 中国油脂, 2023, 48(8): 96 - 103, 114.
- [24] ZHU T W, ZHAO Y L, ZONG M H, et al. Improvement of physical properties of palm stearin and soybean oil blends by enzymatic interesterification and their application in fast frozen food[J]. RSC Adv, 2017, 7(55): 34435 - 34441.
- [25] ZHANG Z, SONG J, LEE W, et al. Characterization of enzymatically interesterified palm oil - based fats and its potential application as cocoa butter substitute [J/OL]. Food Chem, 2020, 318: 126518 [2023 - 02 - 12]. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2020.126518>.
- [26] 王炎. 酶促酯交换制备速冻食品专用油脂的研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2014.
- [27] 刘琴. 贮藏温度对速冻专用油脂结晶行为及物理性能的影响研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2016.
- [28] 顾娟, 郁美丽, 李义, 等. 蜡质玉米淀粉对糯米粉及速冻汤圆品质的影响[J]. 粮食与饲料工业, 2022(1): 39 - 43, 48.
- (上接第75页)
- [8] YEHIA R S. Aflatoxin detoxification by manganese peroxidase purified from *Pleurotus ostreatus* [J]. Braz J Microbiol, 2014, 45(1): 127 - 133.
- [9] 黄伟锋, 马传国, 陈小威, 等. 吸附法消减真菌毒素的研究进展[J]. 食品工业科技, 2020, 41(1): 328 - 334.
- [10] 梁晓维, 李发弟, 张军民, 等. 蒙脱石和凹凸棒石对霉菌毒素吸附性能的研究[J]. 中国畜牧兽医, 2014, 41(11): 133 - 138.
- [11] 马文文, 刁恩杰, 李向阳, 等. 改性蒙脱土脱除花生油中黄曲霉毒素 B₁ 条件优化研究[J]. 中国粮油学报, 2017, 32(6): 139 - 145.
- [12] 黄俊圻, 张海龙, 吕晓雅, 等. 蒙脱土用于植物油脱色效果综合评价研究[J]. 中国油脂, 2022, 47(6): 15 - 20.
- [13] 马文文. 有机改性蒙脱土吸附脱除花生油中黄曲霉毒素 B₁ 及其安全性评价[D]. 山东 泰安: 山东农业大学, 2016.
- [14] 张尚一. 污泥吸附剂的制备及其对染料吸附性能的研究[D]. 山东 青岛: 青岛大学, 2019.
- [15] 周灵群. 凹凸棒石油脂脱色行为及其机理[J]. 食品科学, 2019, 40(3): 87 - 93.
- [16] 张振山, 康媛解, 刘玉兰. 植物油脂脱色技术研究进展[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2018, 39(1): 121 - 126.