

# 红葡萄酒酚类物质冷冻微波联合促溶工艺优化

## The technology optimization of the freezing microwave treatment assisted extraction of phenols from red grape juice

洪梅玲 冯作山 白羽嘉 郑万财 马德秀

HONG Mei-ling FENG Zuo-shan BAI Yu-jia ZHENG Wan-cai MA De-xiu

(新疆农业大学食品科学与药学学院, 新疆 乌鲁木齐 830052)

(College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Urumqi, Xinjiang 830052, China)

**摘要:**为促进有色葡萄中花色苷等酚类物质迅速溶入葡萄汁中,以赤霞珠葡萄为原料,采用冷冻微波联合处理的非热加工技术,在单因素试验基础上,以花色苷和多酚含量为响应值。选择样品质量、冷冻温度、冷冻时间、微波时间和微波功率为优化因素,根据 Box-Behnken 试验设计原理进行优化,得出最优的促溶条件为:样品质量 74 g、冷冻温度  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、冷冻时间 16.3 h、微波时间 40 s、微波功率 450 W,该条件下得到花色苷和多酚含量分别为 239.272、573.153 mg/L。研究表明,运用冷冻微波联合促溶工艺可以制取色泽鲜艳的高花色苷葡萄汁产品,最大程度地保留葡萄的色泽、风味、营养价值及功效活性成分。

**关键词:**冷冻微波;促溶;红葡萄酒;多酚;花色苷

**Abstract:** In order to promote the rapid dissolution of anthocyanins and other polyphenols in colored grapes into grape juice, taking cabernet sauvignon grape as raw materia, using non thermal processing technology combined with freezing microwave treatment. Based on the single factor experiment, choosing the anthocyanin and polyphenol content of dual response value. Factors such as sample quality, freezing time, freezing temperature, microwave time and microwave power were selected as optimization factors, designed optimization of response surface methodology based on Box-Behnken experimental design principle. The optimum conditions for the simultaneous optimization of the two indicators were as follows: The sample quality was 74 g, the freezing temperature was  $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ , the freezing time was 16.3 h, the microwave time was 40 s, and the microwave power was 450 W. The anthocyanin and polyphenol contents

**基金项目:**2016 年自治区研究生科研创新项目“新疆农业大学研究生科研创新项目”(编号: XJGRI2016065);2016 年中国农业大学—新疆农业大学科研合作基金项目(编号: 2017TC010)

**作者简介:**洪梅玲,女,新疆农业大学在读硕士研究生。

**通信作者:**冯作山(1963—),男,新疆农业大学教授,博士。

E-mail: fengzuoshan@126.com

**收稿日期:**2017-08-26

were 239.272 mg/L and 573.153 mg/L. The results showed that using the combination of microwave technology can produce frozen bright high anthocyanin grape juice products, the maximum extent possible to maintain the grape color, flavor, nutritional value and efficacy of the active ingredient.

**Keywords:** frozen-microwave; solubilize; red grape juice; polyphenols; anthocyanins

有色葡萄的花色苷等酚类物质含量虽然丰富,但主要存在于皮籽中。受组织和细胞的束缚<sup>[1]</sup>,传统的生产工艺很难将花色苷等活性成分最大程度地促溶到汁中,造成了葡萄皮中的功效成分随废料皮渣排出<sup>[2]</sup>。

冷冻是指通过降温作用使食物整体温度降至冰点以下,使其得到加工或保藏的工艺方式<sup>[3]</sup>。在冷冻过程中,当葡萄果皮组织温度降低至细胞冻结点时,处于细胞间隙内与亲水胶体结合较弱或存在于低浓度溶液的部分水分,就会形成冰晶体<sup>[4-5]</sup>。冰晶体的生长会造成机械作用,使葡萄果皮的细胞壁、细胞膜等结构受到损害,加剧细胞汁液的溶出<sup>[6]</sup>。

微波是指波长在 1~1 000 nm,频率为 0.3~40 MHz 的电磁波,具有加热速度快、加热均匀、易瞬时控制、选择性吸收及加热效率高等特性<sup>[7-9]</sup>。微波可以直接透射入葡萄果皮内部,使其极性分子随微波周期来回振动摩擦,将电磁场能转化成热能<sup>[10]</sup>,产生的热效应使葡萄果皮温度升高,内外水分同时汽化,并对葡萄果皮内部细胞产生一定破坏作用<sup>[11-12]</sup>。

冷冻处理能显著破坏葡萄果皮细胞组织结构;微波处理能增加葡萄色素物质的分子动能,促进其溶出。将两项技术联合,不仅能促进葡萄果皮色素的溶出,而且可以实现低温操作,避免了高温处理对葡萄汁风味品质的影响。本研究拟采用冷冻微波联合促溶工艺,将赤霞珠葡萄果皮中的多酚物质溶出到汁中,通过响应面优化分析样品质量、冷冻温度、冷冻时间、微波时间和微波功率等因素对葡萄汁花色苷和多酚

含量的影响,以确定最佳促溶工艺参数,旨在为今后葡萄汁产品的开发利用提供理论依据。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

赤霞珠葡萄:采收自新疆农业科学院葡萄种植基地;

没食子酸标准品:含量 $\geq 98\%$ ,上海永叶生物科技有限公司;

福林酚:北京索莱宝科技有限公司;

无水碳酸钠、氯化钾、无水乙酸钠、盐酸、冰乙酸、无水乙醇:分析纯,天津市光复科技发展有限公司。

### 1.2 仪器与设备

冰箱:BCD-229BSV型,青岛市海尔集团有限公司;

微电脑微波化学反应器:MCR-3型,上海恬恒仪器有限公司;

紫外分光光度计:TU-1810型,北京普析通用仪器有限责任公司;

离心机:TGL-16gR型,上海安亭科学仪器厂;

超声波清洗器:SK2200H型,上海科导超声仪器有限公司;

酸度计:FE20型,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;

电热恒温水浴锅:DZKW-S-4型,北京市永光明医疗仪器有限公司;

分析天平:FA2104N型,上海民桥精密科学仪器有限公司;

电子天平:YP2002型,上海越平科学仪器有限公司。

### 1.3 试验方法

1.3.1 赤霞珠红葡萄汁的制备 新鲜的赤霞珠葡萄清洗、除梗、破碎,称取样品(汁液与皮渣质量比为3:1),进行冷冻处理(温度为 $-5,-10,-15,-20,-25,-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;时间为12,14,16,18,20,22 h),然后在微波化学反应器中进行微波处理(时间为20,40,60,80,100,120 s;功率为180,270,360,450,540,630 W),最后在8 000 r/min条件下离心20 min,得到红葡萄汁。

1.3.2 多酚含量的测定 采用Folin-Ciocalteus法<sup>[13]</sup>,以没食子酸为标准品,配制成一定浓度后绘制标准曲线,得标准曲线回归方程: $y=0.00142x-0.00684,R^2=0.9992$ 。根据标准曲线方程求出红葡萄汁中多酚含量。

1.3.3 花色苷含量的测定 参照文献<sup>[14]</sup>,略作改进。取红葡萄汁1.0 mL,分别用pH 1.0和pH 4.5的缓冲溶液定容至10.0 mL,置于暗处反应1 h,用蒸馏水做空白,在520,700 nm处测定吸光度,根据Fuleki公式求出花色苷含量。

### 1.3.4 联合促溶单因素试验

(1) 样品质量:称取葡萄浆液(50,75,100,125,150,175 g)在温度 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、冻结时间16 h、微波时间40 s、微波功率450 W的条件下进行冷冻微波联合处理,分别测定各组葡萄汁中多酚和花色苷含量的变化,每组试验重复3次,取平均值。

(2) 冷冻温度:称取葡萄浆液75 g,在温度( $-5,-10,$

$-15,-20,-25,-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ )、冻结时间16 h、微波时间40 s、微波功率450 W的条件下进行冷冻微波联合处理,分别测定各组葡萄汁中多酚和花色苷含量的变化,每组试验重复3次,取平均值。

(3) 冷冻时间:称取葡萄浆液75 g,在温度 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、冻结时间(12,14,16,18,20,22 h)、微波时间40 s、微波功率450 W的条件下进行冷冻微波联合处理,分别测定各组葡萄汁中多酚和花色苷含量的变化,每组试验重复3次,取平均值。

(4) 微波时间:称取葡萄浆液75 g,在温度 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、冻结时间16 h、微波时间(20,40,60,80,100,120 s)、微波功率450 W的条件下进行冷冻微波联合处理,分别测定各组葡萄汁中多酚和花色苷含量的变化,每组试验重复3次,取平均值。

(5) 微波功率:称取葡萄浆液75 g,在冰箱温度 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、冻结时间16 h、微波时间40 s、微波功率(180,270,360,450,540,630 W)的条件下进行冷冻微波联合处理,分别测定各组葡萄汁中多酚和花色苷含量的变化,每组试验重复3次,取平均值。

1.3.5 响应面法优化冷冻微波联合促溶工艺 采用Box-Behnken设计,以花色苷和多酚含量为响应值,选取五因素三水平的组合设计,对各因素(样品质量、冷冻温度、冷冻时间、微波时间、微波功率)进行优化,得出最佳促溶工艺条件。

### 1.3 数据处理与分析

单因素试验数据运用SPSS软件处理并分析。

## 2 结果与分析

### 2.1 单因素试验结果与分析

2.1.1 样品质量对葡萄汁酚类物质的影响 由图1可知,随着样品质量的增加,葡萄汁中花色苷和多酚含量呈先升高后降低趋势,当样品质量为75 g时,葡萄汁中花色苷和多酚含量均达到最大值。由于质量的增加不利于葡萄果皮冷冻冻结和微波解冻及时地吸收和释放热量,影响了多酚物质的溶出。而且花色苷热稳定性差,当质量过少时样品受到高于自身所能吸收的热量,会造成花色苷的降解<sup>[15]</sup>。

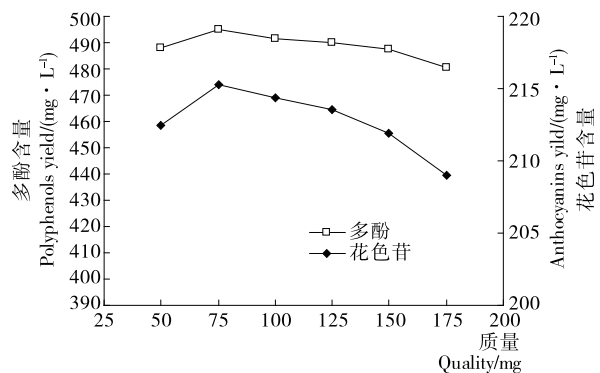


图1 样品质量对葡萄汁中多酚和花色苷含量的影响  
Figure 1 Effect of sample quality on polyphenol and anthocyanin contents in grape juice

2.1.2 冷冻温度对葡萄汁酚类物质的影响 由图 2 可知,在冷冻温度为-20℃时,葡萄汁中花色苷和多酚含量均达到峰值。随着冻结温度的下降,葡萄汁中花色苷和多酚含量呈先上升后下降的趋势。由于在一定范围内,低温使细胞膜结构和膜蛋白形态发生了变化<sup>[16-17]</sup>。冻结温度越低细胞壁越易破裂,细胞内膜结构疏松甚至消失,细胞破坏严重,细胞中的溶质易流出到细胞间的空间中,当冻结温度过低时,又保护了葡萄果皮细胞,影响了多酚物质的溶出。

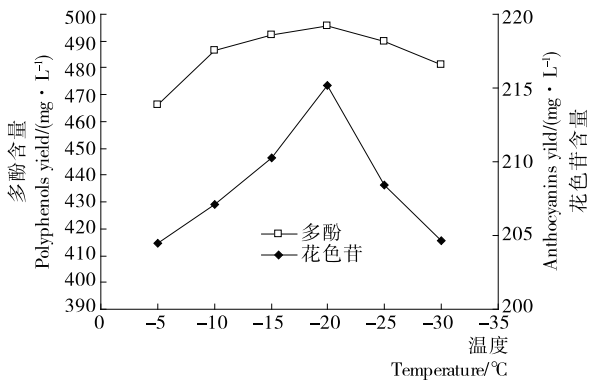


图 2 冷冻温度对葡萄汁中多酚和花色苷含量的影响  
Figure 2 Effects of freezing temperature on the content of polyphenols and anthocyanins in grape juice

2.1.3 冷冻时间对葡萄汁酚类物质的影响 由图 3 可知,在冷冻冻结 16 h 时,葡萄汁中花色苷和多酚含量最大,继续延长冻结时间,花色苷和多酚含量下降,由于长时间的冷冻使得葡萄果皮细胞中的酚类物质发生了变化,破碎过程使得葡萄果皮细胞变形,但在长时间的冷冻一定程度上又使其受到了保护<sup>[18]</sup>,因此影响了葡萄果皮的多酚物质溶出,致使两者含量下降。

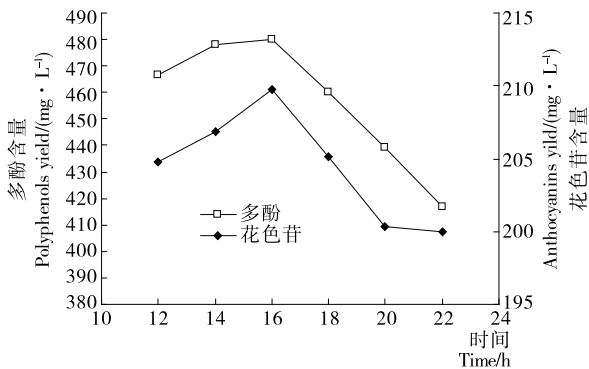


图 3 冷冻时间对葡萄汁中多酚和花色苷含量的影响  
Figure 3 Effects of freezing time on contents of polyphenols and anthocyanins in grape juice

2.1.4 微波时间对葡萄汁酚类物质的影响 由图 4 可知,随着微波时间的延长,葡萄汁中花色苷和多酚含量呈先升高再降低的趋势,当微波时间达到 40 s 时,葡萄汁中花色苷和多酚含量达到最大值。在冷冻处理时,细胞已经遭到破坏或变得比较脆弱,微波处理可以加剧这种破坏作用,促使细胞内色素等多酚物质向外渗透。但有些酚类物质具有热不稳定性,随着微波时间的延长,在高温下发生降解,导致含量降低<sup>[19]</sup>。

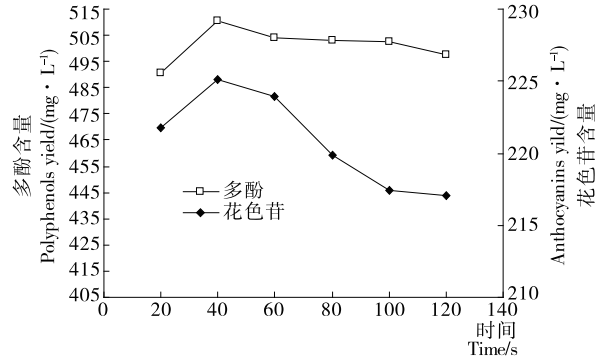


图 4 微波时间对葡萄汁中多酚和花色苷含量的影响  
Figure 4 Effects of microwave time on the contents of polyphenols and anthocyanins in grape juice

2.1.5 微波功率对葡萄汁酚类物质的影响 由图 5 可知,在微波功率 450 W 时,葡萄汁中花色苷和多酚含量最高,继续增大功率,花色苷和多酚含量下降。由于微波的热效应对葡萄果皮的组织细胞有破坏作用,使酚类物质溶出阻力减小,花色苷和多酚含量升高。但微波处理功率较大,时间较长时会使葡萄果皮焦化,产生一定的负面影响,造成了含量的下降<sup>[20]</sup>,且较大的功率会消耗更多的能量,所以选取微波功率 360~540 W 为优化水平。

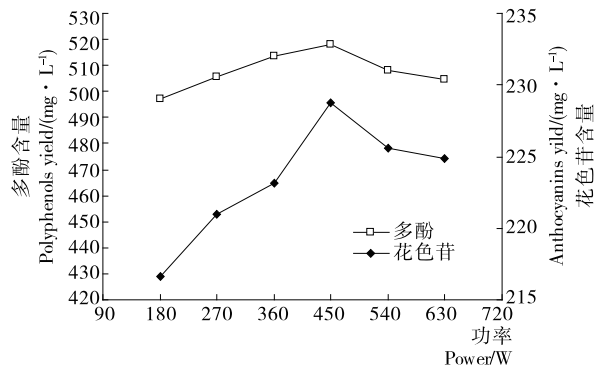


图 5 微波功率对葡萄汁中多酚和花色苷含量的影响  
Figure 5 Effect of microwave power on the contents of polyphenols and anthocyanins in grape juice

2.2 冷冻微波联合促溶试验响应面结果及分析

2.2.1 响应面因素水平设计表 以单因素试验结果为依据,进行五因素三水平响应面优化试验,得到响应面因素设计水平,见表 1。

2.2.2 响应面因素水平设计表 响应面试验设计及试验结果见表 2。对表 2 试验数据进行多元回归拟合,得到花色苷(Y<sub>1</sub>)和多酚含量(Y<sub>2</sub>)的拟合方程:

| 水平 | A 样品质量/mg | B 冷冻温度/°C | C 冷冻时间/h | D 微波时间/s | E 微波功率/W |
|----|-----------|-----------|----------|----------|----------|
| -1 | 50        | -15       | 14       | 20       | 360      |
| 0  | 75        | -20       | 16       | 40       | 450      |
| 1  | 100       | -25       | 18       | 60       | 540      |

表2 响应面试验设计及结果

Table 2 Response surface experimental design and results

| 试验<br>序号 | A  | B  | C  | D  | E  | 花色苷含量/<br>(mg·L <sup>-1</sup> ) | 多酚含量/<br>(mg·L <sup>-1</sup> ) |
|----------|----|----|----|----|----|---------------------------------|--------------------------------|
| 1        | 0  | 0  | 0  | -1 | -1 | 228.539                         | 542.889                        |
| 2        | -1 | 0  | 0  | -1 | 0  | 217.634                         | 487.492                        |
| 3        | 0  | 1  | 0  | 1  | 0  | 216.242                         | 516.096                        |
| 4        | 1  | 0  | 0  | -1 | 0  | 216.873                         | 489.131                        |
| 5        | 0  | 0  | 0  | 1  | -1 | 229.886                         | 545.094                        |
| 6        | 0  | -1 | 0  | -1 | 0  | 205.291                         | 486.993                        |
| 7        | 0  | 0  | 1  | 0  | 1  | 226.804                         | 536.632                        |
| 8        | 0  | 0  | -1 | 1  | 0  | 211.996                         | 502.051                        |
| 9        | 1  | 0  | -1 | 0  | 0  | 209.379                         | 475.387                        |
| 10       | 1  | 0  | 1  | 0  | 0  | 211.032                         | 480.965                        |
| 11       | 0  | 1  | 0  | 0  | 1  | 216.873                         | 514.695                        |
| 12       | 0  | 0  | -1 | 0  | 1  | 212.731                         | 506.045                        |
| 13       | 0  | -1 | 0  | 0  | -1 | 210.536                         | 494.196                        |
| 14       | 0  | 0  | -1 | 0  | -1 | 211.476                         | 499.438                        |
| 15       | 0  | 0  | -1 | -1 | 0  | 210.617                         | 498.839                        |
| 16       | -1 | -1 | 0  | 0  | 0  | 209.690                         | 474.608                        |
| 17       | 0  | 1  | 1  | 0  | 0  | 220.252                         | 526.516                        |
| 18       | -1 | 0  | 0  | 0  | -1 | 228.317                         | 498.506                        |
| 19       | 1  | 0  | 0  | 1  | 0  | 220.317                         | 491.291                        |
| 20       | 0  | -1 | 0  | 0  | 1  | 210.140                         | 494.925                        |
| 21       | 0  | 0  | 0  | 0  | 0  | 235.671                         | 566.534                        |
| 22       | 0  | 0  | 0  | -1 | 1  | 230.591                         | 546.329                        |
| 23       | 1  | 1  | 0  | 0  | 0  | 209.467                         | 472.132                        |
| 24       | 0  | 1  | 0  | -1 | 0  | 215.263                         | 511.823                        |
| 25       | 0  | 0  | 0  | 0  | 0  | 234.968                         | 565.793                        |
| 26       | 0  | 0  | 0  | 0  | 0  | 237.785                         | 568.858                        |
| 27       | 0  | 0  | 0  | 0  | 0  | 236.046                         | 567.252                        |
| 28       | 1  | 0  | 0  | 0  | 1  | 225.987                         | 496.445                        |
| 29       | 1  | -1 | 0  | 0  | 0  | 205.012                         | 423.045                        |
| 30       | 1  | 0  | 0  | 0  | -1 | 220.015                         | 491.397                        |
| 31       | 0  | 0  | 1  | 0  | -1 | 225.128                         | 535.236                        |
| 32       | -1 | 0  | -1 | 0  | 0  | 210.525                         | 470.561                        |
| 33       | -1 | 1  | 0  | 0  | 0  | 209.708                         | 472.489                        |
| 34       | 0  | 0  | 1  | 1  | 0  | 222.855                         | 531.537                        |
| 35       | 0  | 0  | 0  | 0  | 0  | 236.046                         | 567.252                        |
| 36       | 0  | -1 | 0  | 1  | 0  | 208.122                         | 490.583                        |
| 37       | -1 | 0  | 0  | 0  | 1  | 222.603                         | 493.245                        |
| 38       | 0  | 1  | 0  | 0  | -1 | 217.446                         | 520.432                        |
| 39       | 0  | 0  | 0  | 1  | 1  | 231.190                         | 548.824                        |
| 40       | 0  | 0  | 0  | 0  | 0  | 237.035                         | 568.012                        |
| 41       | 0  | 0  | 1  | -1 | 0  | 220.405                         | 527.762                        |
| 42       | -1 | 0  | 0  | 1  | 0  | 220.798                         | 492.532                        |

$$Y_1 = 175.41 - 0.91A - 132.52B + 0.75C + 1.01D + 0.34E + 2.22AB - 1.75AC + 0.07AD + 2.92AE + 14.87BC - 0.93BD - 0.088BE + 0.21CD + 0.084CE - 0.19DE - 9.77A^2 - 76.71B^2 - 9.07C^2 - 5.74D^2 - 2.27E^2, \quad (1)$$

$$Y_2 = 409.69 + 16.65A - 344.55B - 5.14C + 2.13D - 3.65E + 25.6AB - 4.64AC - 0.72AD + 2.58AE + 27.08BC + 0.34BD - 3.23BE + 0.11CD - 1.04CE + 0.072DE - 57.86A^2 - 197.76B^2 - 21.41C^2 - 16.13D^2 - 11.54E^2. \quad (2)$$

2.2.3 回归模型差异显著性检验及方差分析 对模型进行显著性检验和方差分析(analysis of variance, ANOVA),结果见表3。由表3可知,方程因变量与自变量之间的线性关系明显,模型  $F_{\text{花色苷}} = 33.46$ ,模型  $F_{\text{多酚}} = 46.98$ ,  $P_{\text{花色苷}} < 0.0001$ ,  $P_{\text{多酚}} < 0.0001$ ,并且该模型因变量和全体自变量之间的复相关系数为  $R^2_{\text{花色苷}} = 0.9696$ ,  $R^2_{\text{多酚}} = 0.9781$ ,修正复相关系数为  $R^2_{\text{花色苷 Adj}} = 0.9406$ ,  $R^2_{\text{多酚 Adj}} = 0.9573$ ,变异系数为  $C.V.\%_{\text{花色苷}} = 1.08$ ,  $C.V.\%_{\text{多酚}} = 1.36$ ,说明所建立模型回归方程中自变量与响应值关系是极其显著的且具有较好的相关性,方程可以用于理论预测。失拟项  $F_{\text{花色苷}} = 7.08$ ,  $F_{\text{多酚}} = 54.84$ ,  $P_{\text{花色苷}} > 0.05$ ,  $P_{\text{多酚}} > 0.05$ ,说明失拟项对纯误差来说是不显著的,表明该回归方程拟合程度比较好,试验误差较小,与实际预测值能较好地拟合,可以用于不同变量条件下的响应值预测。

由因素项中的P值可以看出,一次项B,二次项  $A^2$ 、 $B^2$ 、 $C^2$ 、 $D^2$ ,对花色苷含量影响均有极显著差异,交互作用项AB、AC、AE、BC和二次项  $E^2$ 对花色苷含量影响均有显著差异,其余项对花色苷含量影响不显著;一次项B,二次项  $A^2$ 、 $B^2$ 、 $C^2$ 、 $D^2$ ,对多酚含量影响均有极显著差异,交互作用项AB和二次项  $E^2$ 对多酚含量影响均有显著差异,其余项对多酚含量影响不显著。通过F值大小,可判定各因素对花色苷的影响大小依次是  $B > A > C > E > D$ ,即冷冻时间 > 样品质量 > 冷冻温度 > 微波功率 > 微波时间;对多酚的影响大小依次是  $B > A > E > C > D$ ,即冷冻时间 > 样品质量 > 微波功率 > 冷冻温度 > 微波时间。

2.2.4 验证实验结果 通过Design-Expert 8.0.6软件响应面优化分析方法对回归模型进行分析,得到冷冻微波联合促溶最佳工艺参数为:样品质量73.61g,冷冻温度 $-18.84\text{ }^\circ\text{C}$ ,冷冻时间16.28h,微波时间41.48s,微波功率451.71W,花色苷含量的理论预测值为  $(237.124 \pm 0.101)\text{ mg/L}$ ,多酚含量的理论预测值为  $(569.886 \pm 0.101)\text{ mg/L}$ 。在响应面分析法求得的最佳条件下考虑到试验设备和工厂生产中的实际操作条件,将冷冻微波联合促溶工艺参数调整为:样品质量74g,冷冻温度 $-18\text{ }^\circ\text{C}$ ,冷冻时间16.3h,微波时间40s,微波功率450W,在此条件下,进行3次平行实验,花色苷含量为  $(239.272 \pm 3.07)\text{ mg/L}$ ,多酚含量为  $(573.153 \pm 5.68)\text{ mg/L}$ ,均比预测值大。说明采用响应面法得到的拟合模型能很好地预测花色苷和多酚含量与各试验因素之间的关系,工艺参数可靠,对有色葡萄汁酚类物质的促溶工艺有指导意义。

2.2.5 不同处理对葡萄汁酚类物质的影响 由表4可知,冷冻微波联合处理的葡萄汁中花色苷和多酚含量均高于其它

表 3 响应面方差分析结果  
Table 3 Response surface variance analysis results

| 来源             | 自由度 | 花色苷含量    |          |                       |          | 多酚含量      |           |                       |          |
|----------------|-----|----------|----------|-----------------------|----------|-----------|-----------|-----------------------|----------|
|                |     | 平方和      | 均方       | F 值                   | P 值      | 平方和       | 均方        | F 值                   | P 值      |
| 模型             | 20  | 3 794.24 | 189.71   | 33.46                 | <0.000 1 | 45 754.84 | 2 287.74  | 46.98                 | <0.000 1 |
| A              | 1   | 0.60     | 0.60     | 0.11                  | 0.747 4  | 202.25    | 202.25    | 4.15                  | 0.054 4  |
| B              | 1   | 1 808.13 | 1 808.13 | 318.92                | <0.000 1 | 12 222.59 | 12 222.59 | 250.98                | <0.000 1 |
| C              | 1   | 0.18     | 0.18     | 0.03                  | 0.861 4  | 8.22      | 8.22      | 0.17                  | 0.685 4  |
| D              | 1   | 0.07     | 0.07     | 0.01                  | 0.910 3  | 3.70      | 3.70      | 0.08                  | 0.785 6  |
| E              | 1   | 0.01     | 0.01     | 0.02                  | 0.897 2  | 10.92     | 10.92     | 0.22                  | 0.640 8  |
| AB             | 1   | 4.92     | 4.92     | 0.87                  | 0.362 1  | 655.51    | 655.51    | 13.46                 | 0.001 4  |
| AC             | 1   | 12.40    | 12.40    | 2.19                  | 0.154 0  | 87.60     | 87.60     | 1.80                  | 0.194 2  |
| AD             | 1   | 0.02     | 0.02     | 3.00×10 <sup>-3</sup> | 0.953 7  | 2.07      | 2.07      | 0.04                  | 0.838 5  |
| AE             | 1   | 34.14    | 34.14    | 6.02                  | 0.022 9  | 26.57     | 26.57     | 0.55                  | 0.468 3  |
| BC             | 1   | 58.48    | 58.48    | 10.32                 | 0.004 2  | 193.97    | 193.97    | 3.98                  | 0.059 1  |
| BD             | 1   | 0.86     | 0.86     | 0.15                  | 0.701 3  | 0.12      | 0.12      | 2.00×10 <sup>-3</sup> | 0.961 4  |
| BE             | 1   | 0.01     | 0.01     | 1.00×10 <sup>-3</sup> | 0.970 7  | 10.45     | 10.45     | 0.21                  | 0.647 9  |
| CD             | 1   | 0.29     | 0.29     | 0.05                  | 0.824 2  | 0.08      | 0.08      | 1.00×10 <sup>-3</sup> | 0.968 2  |
| CE             | 1   | 0.04     | 0.04     | 0.01                  | 0.930 4  | 6.79      | 6.79      | 0.14                  | 0.712 6  |
| DE             | 1   | 0.14     | 0.14     | 0.03                  | 0.876 7  | 0.02      | 0.02      | 4.00×10 <sup>-3</sup> | 0.983 6  |
| A <sup>2</sup> | 1   | 766.19   | 766.19   | 135.14                | <0.000 1 | 26 844.52 | 26 844.52 | 551.22                | <0.000 1 |
| B <sup>2</sup> | 1   | 2 522.03 | 2 522.03 | 444.83                | <0.000 1 | 16 760.53 | 16 760.53 | 344.16                | <0.000 1 |
| C <sup>2</sup> | 1   | 1 249.40 | 1 249.40 | 220.37                | <0.000 1 | 6 963.15  | 6 963.15  | 142.98                | <0.000 1 |
| D <sup>2</sup> | 1   | 275.70   | 275.70   | 48.63                 | <0.000 1 | 2 173.55  | 2 173.55  | 44.63                 | <0.000 1 |
| E <sup>2</sup> | 1   | 43.22    | 43.22    | 7.62                  | 0.011 7  | 1 112.87  | 1 112.87  | 22.85                 | 0.000 1  |
| 残差             | 21  | 119.06   | 5.67     |                       |          | 1 022.70  | 48.70     |                       |          |
| 失拟项            | 16  | 114.03   | 7.13     | 7.08                  | 0.201 0  | 1 016.91  | 63.56     | 54.84                 | 0.200 0  |
| 纯误差            | 5   | 5.03     | 1.01     |                       |          | 5.80      | 1.16      |                       |          |
| 总和             | 41  | 3 913.31 |          |                       |          | 46 777.54 |           |                       |          |

表 4 不同处理对葡萄汁中花色苷和多酚含量的影响<sup>†</sup>

Table 4 Effects of different treatments on anthocyanins and polyphenols contents in grape juice (n=3) mg/L

| 处理方式           | 花色苷                       | 多酚                        |
|----------------|---------------------------|---------------------------|
| 破碎处理           | 67.236±2.43 <sup>c</sup>  | 228.746±5.41 <sup>c</sup> |
| 冷冻处理           | 94.862±3.35 <sup>d</sup>  | 292.098±7.90 <sup>d</sup> |
| 微波处理           | 138.566±4.64 <sup>b</sup> | 346.201±6.83 <sup>b</sup> |
| 冷冻微波联合处理       | 239.272±3.07 <sup>a</sup> | 573.153±5.68 <sup>a</sup> |
| 冷冻后水浴 50 °C 处理 | 146.118±2.95 <sup>c</sup> | 365.347±7.41 <sup>c</sup> |

<sup>†</sup> 同列不同小写字母表示差异显著(P<0.05)。

处理组,不同处理之间差异均达到显著性水平(P<0.05)。

经测定样品赤霞珠葡萄花色苷含量为 47.141 mg/100 g, 总酚含量为 110.469 mg/100 g。将赤霞珠葡萄破碎后, 汁中花色苷和多酚得率分别为 14.3% 和 20.7%。将破碎的赤霞珠葡萄浆液经 -18 °C, 冷冻 16.3 h 后, 汁中花色苷和多酚得率分别为 20.1% 和 26.4%。将破碎的赤霞珠葡萄浆液经功率 450 W, 微波 40 s 后, 汁中花色苷和多酚得率分别为

29.4% 和 31.3%。将破碎的赤霞珠葡萄浆液经 -18 °C, 冷冻 16.3 h, 50 °C 水浴 40 s 后, 汁中花色苷和多酚得率分别为 30.9% 和 33.1%。将破碎的赤霞珠葡萄浆液经 -18 °C, 冷冻 16.3 h, 功率 450 W, 微波 40 s 后, 汁中花色苷和多酚的得率分别为 50.8% 和 51.9%。由此得出, 冷冻微波联合促溶工艺可以制取含有高花青素及酚类物质的葡萄汁。

### 3 结论

通过单因素试验和响应面试验筛选出葡萄汁酚类物质最佳促溶条件为: 样品质量 74 g, 冷冻温度 -18 °C, 冷冻时间 16.3 h, 微波时间 40 s, 微波功率 450 W, 此条件下制取的葡萄汁花色苷含量为 (239.272±3.07) mg/L, 多酚含量为 (573.153±5.68) mg/L。在冷冻和微波的联合促溶处理下, 赤霞珠葡萄花色苷等酚类物质溶出量增多, 试验表明本工艺制备红葡萄汁是一种可靠、有效的方法, 具有技术可行性, 可为高花色苷葡萄汁产品工业化生产提供参考依据。但是如何设计高效连续化的冷冻微波联合促溶设备还有待进一步研究。

(下转第 202 页)

- [25] PALAZOGLU T K, WELAT Miran. Experimental comparison of microwave and radio frequency tempering of frozen block of shrimp [J]. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 2017, 41(3): 292-300.
- [26] LAYCOCK L, PIYASENA P, MITTAL G S. Radio frequency cooking of ground, comminuted and muscle meat products[J]. *Meat Science*, 2003, 65(3): 959-965.
- [27] ZHANG Lu, LYNG J G, BRUNTON N P. Effect of radio frequency cooking on the texture, colour and sensory properties of a large diameter comminuted meat product[J]. *Meat Science*, 2004, 68(2): 257-268.
- [28] MCKENNA B M, LYNG J, BRUNTON N, et al. Advances in radio frequency and ohmic heating of meats[J]. *Journal of Food Engineering*, 2006, 77(2): 215-229.
- [29] GUO W, TIWARI G, TANG Ju-ming, et al. Frequency, moisture and temperature-dependent dielectric properties of chickpea flour[J]. *Biosystems Engineering*, 2008, 101(2): 217-224.
- [30] KIRMACI B, SINGH R K. Quality of chicken breast meat cooked in a pilot-scale radio frequency oven[J]. *Innovative Food Science & Emerging Technologies*, 2012, 14(2): 77-84.
- [31] 张永迪, 周良付, 李宇坤, 等. 射频加热烫漂对苹果片理化性质和微观结构的影响[J]. *中国农业科技导报*, 2015, 17(5): 134-141.
- [32] 邢敏, 黄岚. 计算机模拟仿真教学的研究与实践[J]. *现代教育科学*, 2007, 46(1): 152-153.
- [33] BIRLA S L, WANG S, TANG Ju-ming, et al. Improving heating uniformity of fresh fruit in radio frequency treatments for pest control[J]. *Postharvest Biology & Technology*, 2004, 33(2): 205-217.
- [34] LLAVE Y, LIU Shi-xiong, FUKUOKA M, et al. Computer simulation of radiofrequency defrosting of frozen foods[J]. *Journal of Food Engineering*, 2015, 152(C): 32-42.
- [35] MARRA F, LYNG J, ROMANO V, et al. Radio-frequency heating of foodstuff: Solution and validation of a mathematical model[J]. *Journal of Food Engineering*, 2007, 79(3): 998-1006.
- [36] ALFAIFI B, TANG Ju-ming, JIAO Yang, et al. Radio frequency disinfection treatments for dried fruit: Model development and validation[J]. *Journal of Food Engineering*, 2014, 120(1): 268-276.
- [37] JIAO Yang, TANG Ju-ming, WANG Shi-jian. A new strategy to improve heating uniformity of low moisture foods in radio frequency treatment for pathogen control[J]. *Journal of Food Engineering*, 2014, 141(22): 128-138.
- [38] HUANG Zhi, ZHU Han-kun, YAN Rong-jun, et al. Simulation and prediction of radio frequency heating in dry soybeans[J]. *Biosystems Engineering*, 2015, 129(1): 34-47.
- [39] BIRLA S L, WANG Shi-jian, TANG Ju-ming. Computer simulation of radio frequency heating of model fruit immersed in water[J]. *Journal of Food Engineering*, 2008, 84(2): 270-280.
- [40] JIAO Yang, SHI Huo-jie, TANG Ju-ming, et al. Improvement of radio frequency (RF) heating uniformity on low moisture foods with Polyetherimide (PEI) blocks[J]. *Food Research International*, 2015, 74(8): 106-114.
- [41] LLAVE Y, LIU Shi-qiong, FUKUOKA M, et al. Computer simulation of radiofrequency defrosting of frozen foods [J]. *Journal of Food Engineering*, 2015, 152(C): 32-42.

(上接第168页)

### 参考文献

- [1] 孙建霞, 张燕, 胡小松, 等. 花色苷的结构稳定性与降解机制研究进展[J]. *中国农业科学*, 2009, 42(3): 67-70.
- [2] 吴春, 张艳. 纤维素酶法提取葡萄籽中原花青素的研究[J]. *食品科学*, 2006, 27(10): 258-261.
- [3] 郭卫芸, 杜冰, 程燕锋, 等. 冷冻处理对果蔬的影响及其应用[J]. *食品与机械*, 2007, 23(2): 118-121.
- [4] 李勇. 食品冷冻加工技术[M]. 北京: 北京化学工业出版社, 2004: 161-170.
- [5] 朱文学. 冷冻干燥原理与技术[M]. 北京: 北京科学出版社, 2009: 359-366.
- [6] 朱蓓薇, 张敏. 食品工艺学[M]. 北京: 北京科学出版社, 2015: 168-170.
- [7] 罗志刚, 周子丹. 微波辐射对木薯淀粉性质影响[J]. *粮食与油脂*, 2010(6): 11-12.
- [8] 杨光, 杨波, 丁霄霖. 微波辐射对抗性淀粉形成的影响[J]. *食品科学*, 2008, 29(10): 118-120.
- [9] MUZIMBARANDA C, TOMASIK P. Microwave in physical and chemical modification of starch [J]. *Starch*, 1994, 46(12): 469-474.
- [10] VADIVAMBAL R, JAYAS D S. Changes in quality of microwave-treated agricultural products; a review[J]. *Biosystems Engineering*, 2007, 98(1): 1-16.
- [11] 白卫东, 王琴, 连卫敏. 微波对植物油品质的影响[J]. *食品科学*, 2002, 23(2): 37-40.
- [12] 李巧玲, 陈学武. 微波强化浸取天然色素的研究[J]. *食品科学*, 2002, 23(2): 49-52.
- [13] 王福荣. 酿酒分析与检测[M]. 北京: 化学工业出版社, 2012: 111-135.
- [14] 杨兆艳. pH示差法测定桑椹红色素中花色苷含量的研究[J]. *食品科技*, 2007, 32(4): 201-203.
- [15] ARACELI C, MADELOURDES P H, MAELENA P, et al. Chemical studies of anthocyanins: A review [J]. *Food Chemistry*, 2009, 113(4): 859-871.
- [16] 刘一健, 孙剑锋, 王颖. 葡萄酒酚类物质的研究进展[J]. *中国酿造*, 2009, 28(8): 5-9.
- [17] STEPONKUS P L, WILSON J, GROUT B W W, et al. The effects of low temperatures on biological systems[M]. New York: E. Arnold, 1989: 100-102.
- [18] LYONS J M, GRAHAM D, RAISON J K. Low-temperature stress in crop plants; The role of the membrane[M]. New York: Academic Press, 2010: 413-414.
- [19] 王会, 杨湄, 刘昌盛, 等. 微波处理油料对油脂品质影响的研究进展[J]. *中国油脂*, 2011, 36(4): 23-26.
- [20] 刘晓庚, 曹崇江, 周逸婧. 微波加工对食品安全性的影响[J]. *食品科学*, 2008, 29(5): 484-488.