

沙棘强化 Vc 含片的制备工艺研究

周巍熹¹, 唐萍¹, 胡怀容¹, 史国华², 李明元¹

(1. 西华大学生物工程学院, 四川成都 610039) (2. 小金金山沙棘饮料食品厂, 四川阿坝州 624200)

摘要:以沙棘浓缩汁为原料, 通过对比试验选择合适的辅料、配方及生产工艺条件来制备沙棘 Vc 含片, 并对产品进行质量分析。研究表明, 最优的配方组合为: 沙棘浓缩汁 6.5%、白砂糖 38.9%、淀粉 26.4%、乳糖 26.4%、柠檬酸 1.6%、薄荷脑 0.05%、硬脂酸镁 5%; 最优的工艺条件为: 16 目筛制粒, 55~60 °C 干燥 20~30 min, 16 或 18 目筛整粒。在此配方及工艺条件下生产的 Vc 含片符合该类国家相应标准。

关键词:沙棘; 强化; Vc; 含片; 制备工艺

文章编号: 1673-9078(2013)6-1306-1310

Preparation of Sea Buckthorn Strengthen Vc Lozenges

ZHOU Wei-xi¹, TANG Ping¹, HU Huai-rong¹, SHI Guo-hua², LI Ming-yuan¹

(1. Bioengineering College in Xihua University, Chengdu 610039)

(2. Xiaojin Jinshan Seabuckthorn Beverage and Food Plants, Aba Prefecture 624200)

Abstract: The Vc lozenge of seabuck-thorn use Sea-buckthorn juice concentrate as raw material and through comparative trial to choose the suitable accessories, recipe and production process conditions. Then analyse the quality of the product. The results show that the best combination: 6.5% of Seabuck-thorn juice concentrate, 38.9% of the white sugar, 26.4% of starch, 26.4% of lactose, 1.6% of citric acid, 0.05% of menthol, 5% of magnesium stearate; The optimum process conditions: 16-mesh sieve granulation was dried for 20~30 min under 55~60 °C, 16 or 18 mesh sieve granulated. The Vc lozenge was produced in this formula and process conditions can meet the requirements such products relevant national standards.

Key words: seabuckthorn; strengthen; vitamin C; Lozenge; preparation process

沙棘, 属于胡颓子科, 为落叶性灌木或小乔木, 沙棘枝叶茂密、根系发达、生长迅速。它具有耐旱、抗风沙、耐盐碱瘠薄、抵御严寒酷暑等特性, 因此被广泛用于水土保持、土壤改良、防风固沙^[1-3]。我国大多分布于华北、西北、西南等地区^[4]。

沙棘为药食同源植物, 沙棘的根、茎、叶、花、果中都含有丰富的生物活性物质。对沙棘果肉榨汁、浓缩即得到沙棘浓缩果汁。沙棘浓缩果汁中含有多种维生素如 Vc、VE、VA、胡萝卜素、叶酸和 B 族维生素等, 其中 Vc 含量堪称“水果之王”, 据西北农业大学的测定, 100 g 沙棘鲜果汁中 Vc 的含量因品种和成熟度的不同, 在 1000~1600 mg 之间变化; 沙棘果汁中还含有多种氨基酸, 包括人体所需的 8 种必需氨基酸; 相对于其它果蔬, 沙棘中蛋白质含量也比较高, Centenaro G^[5]等人测得沙棘果汁中蛋白质含量为 0.85%; starkov AV^[6]等人也通过研究测得沙棘果汁

中还含有 4~6.63% 的总糖, 其中果糖与葡萄糖占到 80%; 沙棘果汁中还含有 50 多种芳香物质和挥发性成分, 含量较大的有 6~8 种^[7]; 同时沙棘果汁中还含有棕榈酸和油酸等不饱和脂肪酸以及胆碱、甜菜碱等抗癌物质^[8]。

因沙棘果汁中含有维生素、氨基酸、蛋白质、不饱和脂肪酸等众多生物活性物质, 从而具有很好的营养保健和药用价值^[9-11], 有提高人体免疫能力、抗肿瘤、有效防止冠心病和动脉粥样硬化以及抗氧化抗衰老等重要作用^[12-13], 因此可以广泛应用于食品、医药、保健、化妆等众多领域。

本实验立足于沙棘浓缩汁中含有丰富的 Vc^[14], 研究开发沙棘强化 Vc 含片的制备工艺, 并将该工艺应用于实际生产, 生产出方便于大众摄取和补充 Vc 的沙棘强化含片。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

可压性淀粉、乳糖、糊精、聚乙二醇 (PEG)、白砂糖、薄荷脑、硬脂酸镁、食用酒精均购于成都宏升

收稿日期: 2013-02-21

基金项目: 四川省科技厅科技支撑计划 (2011NZ0071); 四川省食品生物技术重点实验室开放基金 (SZJJ2009-013)

作者简介: 周巍熹 (1987-), 男, 工学硕士, 主要从事食品营养与安全研究

食品添加剂有限公司;沙棘浓缩汁由阿坝州小金县小金金山沙棘饮料食品厂提供。

1.2 仪器与设备

FD-2000 脆碎度检查仪;电子天平,上海精科天平有限公司;恒温干燥箱 黄石市恒丰医疗器械有限公司;摇摆式果粒制粒机,上海天凡药机制造厂;TDP-单冲压片机,中南制药机械厂;小型电动粉碎机,14目筛、16目筛、18目筛、20目筛、100目筛,西华大学生物工程学院实验中心。

1.3 实验方法

1.3.1 沙棘强化 Vc 含片的研制

工艺流程:

沙棘浓缩汁→混料→制软材→制粒→干燥→压片→包装

操作要点:将所有辅料分别过 100 目粉碎机粉碎,按比例称取所需辅料,再过 100 目筛,将辅料混合均匀后加入适量的沙棘浓缩汁制软材,软材制好后用 16 目筛制粒,所得颗粒放入恒温干燥箱中,在 60 °C 条件下烘至 20~30 min,控制颗粒的水分在 2% 范围内,烘干后用 16 或 18 目筛整粒,再喷入少量 5% 薄荷脑酒精溶液低温干燥,称重后加入总量千分之五的硬脂酸镁,混匀后送入压片机压片。

1.3.2 检测方法

1.3.2.1 含化时间的检测方法

在每批含片中随机抽取 10 片,分为 5 份,每份 2 片,让 5 个不同的人含化,记录不同的含化时间,最后求取平均值,该平均值即为该批含片的含化时间。

1.3.2.2 硬度检测方法

在每批含片中随机抽取 5 片,用 FD-2000 脆碎度检查仪分别检测 5 片含片的径向硬度,记录检测数据,最后求取平均值,该平均值即为该批含片的硬度。

1.3.2.3 光洁度的检测方法

在每批含片中随机抽取 5 片于洁净的观察皿中,在自然光线下,通过目测观察含片的光洁度。

1.3.2.4 含片口感的检测方法

在每批含片中随机抽取 10 片,分为 5 份,每份 2 片,让 5 个不同的人含化,将含化口感评定设置为优、良、差三个等级,优、良、差三等级分别用不同分数段(8~10 分、5~8 分、5 分以下)来代表,记录 5 人含化完全后对口感评定给出的分数,最后求取平均值,该平均值所处的分数段即为该批含片口感的等级。

2 结果与分析

2.1 工艺配方设计

2.1.1 稀释剂的选择

表 1 不同稀释剂对制粒及压片的效果

Table 1 The effect of different diluents on granulation and tablet

| 辅料 | 配比 | 制粒成型比/% | 含片含化时间/s | 光洁度 | 口感 |
|-------|-----|---------|----------|-----------------|--------------------------------|
| 淀粉 | - | 72.3 | 280 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感较好,含化过程中,有少许粉末残留在口中 |
| 糊精 | - | 68.2 | 275 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感一般,含化过程中,有少许粉末残留在口中 |
| 乳糖 | - | 70.4 | 277 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感较好,含化正常,含化过程没有物质残留 |
| 淀粉:乳糖 | 1:2 | 64.5 | 276 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感较好,含化正常,含化过程有少许粉末残留口中,影响含化口感 |
| 淀粉:乳糖 | 1:1 | 75.7 | 275 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感一般,含化正常 |
| 淀粉:乳糖 | 2:1 | 67.3 | 276 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感一般,含化正常 |
| 糊精:乳糖 | 1:2 | 63.8 | 262 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感较好,含化正常 |
| 糊精:乳糖 | 1:1 | 68 | 263 | 无缺口,表面光洁度一般 | 口感一般,含化正常 |
| 糊精:乳糖 | 2:1 | 67 | 265 | 少许含片有缺口,表面光洁度一般 | 口感一般,含化正常 |

分别选择可压性淀粉、乳糖、麦芽糊精以及淀粉、糊精分别与乳糖按不同配比的混合物作为稀释剂,添

加总量 5% 的浓缩汁,用 50% 的乙醇溶液制软材,16 目筛制粒,在 60 °C 的恒温干燥箱中烘干,16 目整粒,

冷却后称重，加入总量千分之五的硬脂酸镁，混匀送入压片机压片，考察制粒过程中的颗粒成型比及产品的含化时间、光洁度、口感，结果见表1。

由表1可知，无论用单纯的淀粉、糊精、乳糖或者任意两种混合作为稀释剂，制得的颗粒都能压片，表面也比较光洁；但是制粒成型比不一样，当乳糖和淀粉以1:1的比例混合时，制粒成型比可达到75.7%。总之，当乳糖和可压性淀粉以1:1的配比时，在成型比、片面光洁度、含化时间以及口感等方面均能达到较好的效果。故可以选用这一配比固定稀释剂来考察其它辅料对该压片工艺的影响。

2.1.2 黏合剂的选择

以乳糖和可压性淀粉(1:1)的混合物作为稀释剂，分别用水、无水乙醇、50%的乙醇、30% PEG 乙醇溶液作为黏合剂，16目筛制粒，烘干后，16目筛整粒，称重后加入5%的硬脂酸镁混匀后压片，考察制得颗粒及压片效果，结果见表2。

表2 不同黏合剂对制粒及压片的效果

Table 2 The effect of different adhesives on granulation and tablet

| 黏合剂 | 制粒效果 | 光洁度 |
|------------|-----------------------------|--------------|
| 水 | 可制粒，干燥时间长，干燥后颗粒松散成型比20% | 表面光洁，有少许裂片 |
| 无水乙醇 | 制粒效果不好，干燥时间较短，干燥后颗粒松散成型比67% | 表面欠光洁，压片效果不好 |
| 50%的乙醇 | 制粒效果较好，干燥后颗粒松散成型比2% | 表面光洁，无裂片 |
| 30%PEG乙醇溶液 | 可制粒，干燥后颗粒松散成型比10.7% | 表面光洁，有少许裂片 |

由表2可知，用水、无水乙醇和30%PEG乙醇溶液作为黏合剂制粒，颗粒的成型比都很低，说明乳糖和淀粉的混合物本身黏性不大，需要加入黏度较高的黏合剂；50%的乙醇溶液作为黏合剂，混合物的成型比最高，黏合效果最好，颗粒具有很好的可压性，优于其它三种黏合剂。

2.1.3 润滑剂的选择

乳糖和可压性淀粉以1:1的混合物作为稀释剂，50%的乙醇溶液作为黏合剂，16目筛制粒，16目筛整粒。称重后分为三份，分别加入总量5%的硬脂酸镁、NaCl粉末、滑石粉，混合均匀后分别压片，考察压片的效果。实验结果表明NaCl粉末润滑效果一般，压片时有粘冲现象；硬脂酸镁和滑石粉两种润滑剂润滑效果较好，压片时无粘冲、裂片现象，片子表面光滑。但是以滑石粉为润滑剂的产品在口中含化时有明显的砂砾感，喉咙干涩，而硬脂酸镁无此缺陷。因此，通

过实验的对比，我们可选择硬脂酸镁作为该实验以及批量生产的润滑剂。

2.1.4 配方组合设计

稀释剂、黏合剂、润滑剂等辅料确定后，原料、辅料、填充料的比例也会影响压片的最终效果。用白砂糖作为填充料，按5:4的比例固定稀释剂与填充料的用量，逐步调整沙棘浓缩汁的用量，最低用量为总量的5%，保持润滑剂硬脂酸镁的量为总量的千分之五，根据压片效果，逐渐改变沙棘浓缩汁的量，直到找到沙棘浓缩汁的最适用量。具体结果见表3。

表3 原辅料不同配比的压片效果

Table 3 tablet effects of different proportions of raw materials

| 沙棘浓缩汁/% | 润滑剂用量/% | 辅料用量/% | 压片效果 | 含片口感 |
|---------|---------|--------|--------------------------|-------------|
| 5 | 5 | 91.75 | 可制粒，可压片，无粘冲裂片，光洁度一般 | 可含化，沙棘风味不明显 |
| 5.5 | 5 | 91.75 | 可制粒，可压片，无粘冲裂片，光洁度一般 | 可含化，有沙棘风味 |
| 6 | 5 | 91.75 | 可制粒，可压片，无粘冲裂片，光洁度较好 | 可含化，沙棘风味较明显 |
| 6.5 | 5 | 91.75 | 可制粒，可压片，无粘冲裂片，表面光滑 | 可含化，沙棘风味适中 |
| 7 | 5 | 91.75 | 制粒效果不是很好，可压片，有粘冲裂片，表面欠光滑 | 可含化，沙棘风味偏大 |

由表3可知，沙棘浓缩汁的最适用量为6.5%。过高则不能正常生产，同时沙棘风味较大，涩味过重，严重影响口感；过低虽能正常生产，但是沙棘风味不大，口感欠佳。

在沙棘浓缩汁的最适用量的基础上再辅以少量的柠檬酸和薄荷脑调味，使含片口感更佳，清爽酸甜。通过以上实验，可以得到沙棘强化Vc含片的最优配方为：沙棘浓缩汁6.5%、白砂糖38.9%、淀粉26.4%、乳糖26.4%、柠檬酸1.6%、薄荷脑0.05%、硬脂酸镁5%。

2.2 最优工艺条件选择

2.2.1 制粒粒径的选择

原料混合制软材后分为3份，分别用14, 16, 18目的筛子制粒，55℃烘干20min，分别用14、16、16、18；18、20目筛整粒。记录整粒后每份可用于压片的颗粒及被丢弃颗粒的质量，计算成型比（整粒后可用于压片的颗粒占总颗粒质量的比例）同时考察产

品硬度、片面光洁度、含化时间。实验结果见表 4。

表 4 不同粒径对制粒和压片的效果

Table 4 The effect of different size on granulation and tablet

| 制粒目 径/目 | 成型 比/% | 产品 硬度/kg | 片面光 洁度 | 含化时 间/s |
|------------|-----------|-------------|---------------|------------|
| 14 | 65 | 14 | 片面有少 许颗粒可见 | 288 |
| 16 | 85 | 15 | 片面光洁 | 293 |
| 18 | 71 | 14 | 片面光洁 | 290 |

由表 4 可知,随着制粒粒径的减小,制粒成型比先增加后有所下降,但是产品硬度、片面光洁度、含化时间差别都不大。从整体效果考虑,16 目制粒粒径效果最佳。

2.2.2 烘干时间的选择

用以上原辅料配比的混合物制粒,将制得的颗粒平均分为 5 份于恒温干燥箱中 55 ℃ 下干燥,分别在 10、20、30、40、50 min 时从干燥箱中取出,加入润滑剂混匀后分别送入压片机压片,检查产品的片面光洁度、硬度、含化时间,结果见表 5。

表 5 烘干时间对产品质量的影响

Table 5 Effect of drying time on product quality

| 时间/min | 片面光洁度 | 硬度/kg | 含化时间/s |
|--------|-----------------------|-------|--------|
| 10 | 水分较多,粘冲不能压片 | - | - |
| 20 | 水分适中,可压片, 片面光滑无缺省 | 15.32 | 280 |
| 30 | 可压片,片面光滑无缺省 | 15.36 | 284 |
| 40 | 可压片,片面欠光滑, 有少许裂片 | 11.28 | 278 |
| 50 | 颗粒太干,可压片, 片面不光滑有缺损 | 10.56 | 280 |

注:“-”表示未做此项检测

由表 5 可知,当烘干时间只有 10 min 时,颗粒中水分太多以至不能压片;当烘干时间达到 20 min 或 30 min 时,颗粒中水分适中能压片,效果较好;当干燥时间达到 40、50 min 时,压出的片子硬度有所下降,片面直接可见颗粒,略显粗糙,这说明烘干时间过长,颗粒中水分太少,对产品的硬度、光洁度有一定的影响。从上表还可以得知,烘干时间不影响产品的含化时间。因此,为了提高效率,降低能耗,烘干时间选定在 20~30 min 内。

2.3 产品质量分析

根据国家药典^[5]和该类食品国家相关标准对产品质量进行检测和分析。

2.3.1 产品质量检测

取适量产品送成都市产品质量监督检验院,分别

对该产品的理化指标和微生物指标进行检测,检测结果见表 6。

表 6 产品质量检测结果

Table 6 Result of product quality testing

| 检验项目 | 检验方法 | 单位 | 检验结果 |
|---------|--------------|-----------------------|------|
| 水分 | GB 5009.3 | % | 1.3 |
| 灰分 | GB 5009.4 | % | 1.7 |
| 维生素 C | GB/T 6159 | 10 ⁻² mg/g | 222 |
| 总糖 | GB/T 12456 | % | 29 |
| 总酸 | GB/T 5009.8 | % | 1.4 |
| 总砷 | GB/T 5009.11 | mg/kg | <0.1 |
| 铅 | GB/T 5009.12 | mg/kg | 0.3 |
| 铜 | GB/T 5009.13 | mg/kg | <0.1 |
| 菌落总数 | GB 4789.2 | CFU/g | <10 |
| 霉菌计数 | GB 4789.15 | CFU/g | <10 |
| 酵母计数 | GB 4789.15 | CFU/g | <10 |
| 大肠菌群 | GB 4789.3 | MPN/g | <0.3 |
| 沙门氏菌 | GB 4789.4 | 0/25g | 未检出 |
| 志贺氏菌 | GB 4789.5 | 0/25g | 未检出 |
| 金黄色葡萄球菌 | GB 4789.10 | 0/25g | 未检出 |

2.3.2 硬度检测

按照 1.3.2.2 硬度检测方法对产品进行检测,实验结果见表 7。

表 7 产品硬度检测结果

Table 7 Result of product hardness

| 实验号 | 硬度/kg |
|------|-------|
| 1 | 15.36 |
| 2 | 15.28 |
| 3 | 15.40 |
| 4 | 15.33 |
| 5 | 15.37 |
| 平均硬度 | 15.35 |

实验结果表明,产品的硬度较高,差异也较小。

2.3.3 含化时间的检测

按照 1.3.2.1 含化时间的检测方法检测产品,检测结果是各片均能在 300 s 内含化完,平均含化时间为 290 s。

2.3.4 片重差异性检测

任取该产品 20 片,根据国家药典相关规定检测片重差异^[9],所检测的产品的片重差异均在±3%以内,小于药典规定的±5%。

2.3.5 稳定性检测

产品密封保存,分别在 10 d、20 d、30 d 检测产品的硬度^[16]及含化时间,实验结果见表 8。

由表 8 可知,产品硬度及含化时间在 30 d 内变化

不显著,表明产品的稳定性良好。

表 8 产品稳定性检测结果

Table 8 Result of product stability

| 实验号 | 硬度/kg | | | | 含化时间/s | | | |
|-----|-------|-------|-------|-------|--------|------|------|------|
| | 0 d | 10 d | 20 d | 30 d | 0 d | 10 d | 20 d | 30 d |
| 1 | 15.33 | 15.34 | 15.34 | 15.36 | 292 | 290 | 289 | 292 |
| 2 | 15.36 | 15.35 | 15.35 | 15.34 | 292 | 288 | 291 | 290 |
| 3 | 15.35 | 15.36 | 15.36 | 15.33 | 288 | 293 | 292 | 288 |
| 4 | 15.37 | 15.32 | 15.34 | 15.32 | 290 | 289 | 287 | 287 |
| 5 | 15.32 | 15.38 | 15.36 | 15.36 | 290 | 290 | 291 | 293 |
| 平均值 | 15.35 | 15.35 | 15.35 | 15.34 | 291 | 290 | 290 | 290 |

3 结论

3.1 研制强化沙棘 Vc 含片的最优配方为:沙棘浓缩汁 6.5%、白砂糖 38.9%、淀粉 26.4%、乳糖 26.4%、柠檬酸 1.6%、薄荷脑 0.05%、硬脂酸镁 5%。

3.2 研制强化沙棘 Vc 含片的最优工艺条件为:16 目筛制粒,55~60 °C 干燥 20~30 min,16 或 18 目筛整粒。

3.3 用此配方及工艺条件生产的产品,各项指标均符合该类产品国家相应标准,产品质量稳定。

参考文献

- [1] 乌尼尔.沙棘籽油致基因突变及染色体畸变性试验观察[J].中国民族医药杂志,2002,8(4):33
- [2] 张莲芳,白素琴,裴星.沙棘籽油治疗反流性食管炎临床研究[J].中华中西医杂志,2002,3(14):1249-1250
- [3] 朱福,卢振国,王美华,等.醋柳黄酮对高血压病靶器官的影响[J].中国临床医学,2002,9:113-114
- [4] 张华,李利峰,吴兴壮,等.沙棘综合利用研究现状概述及发展前途[J].辽宁农业科技,2003,5:17-21
- [5] Centenaro G, Pizzocaro F, Marchesini A. The fruit of the sea buckthorn (*Hippophae Rhamnoides*) as a source of vitamin C [J]. Ann Ist Sper Vatorizzanione Tecnol Prod Agric, Milano, 1977,8:63-70
- [6] Starkov A V. Carbohydrate composition of sae buckthorn fruits [J]. Sib Vestn S-kh Nauki, 1986, 2: 109
- [7] Jankovsky Miroslav. Orientation analysis of volatile compounds of *Hippophae rhamnoides* L [J]. Sb Vys Sk Zemed Praze, Fak Agron Rada A, 1993, 55: 73
- [8] Shnaidman L O. Composition and biological properties of buckthorn juice [J]. Prikl Biokhim Mikrobiol, 1969, 5(3): 371
- [9] 黄玲,王宝贵,刘娅.翘果油抗氧化作用的研究[J].卫生研究, 2002,31(3):172-174
- [10] 于云,曲树明,何跃生.沙棘叶和银杏叶的提取物的调血脂作用研究[J].天津药学,2002,14(2):34-36
- [11] 王智,郑冰冰,吴志远.复方沙棘养血膏中黄芪甲甙的含量测定[J].中医药信息,2002,19(3):68-69
- [12] 徐铭渔,孙小宣,童文新,等.沙棘医药研究和开发[J].沙棘,1994,7(1):32-40
- [13] 赵玉珍.沙棘中黄酮类化合物及其药用价值[J].沙棘, 1997,10(1):39-41
- [14] 何志勇,夏文水,沙棘果汁营养成分及保健作用[J].食品科技,2002,7:69-71
- [15] 国家药典委员会,中华人民共和国药典一部 2005 版[S].北京:化学工业出版社,2005
- [16] 蒲海燕,周剑新,谢结,等.雪莲果茶饮料的研制[J].食品研究与开发,2009,30(4):90-92