

猕猴桃切片真空冷冻干燥工艺参数优化*

彭帮柱 岳田利 袁亚宏

【摘要】 通过三因素二次通用旋转组合试验设计,考察了预冻速率、干燥室压力和加热板温度对真空冷冻干燥猕猴桃切片品质的影响,得出了猕猴桃冻干切片品质与各因素间的回归模型。3个因素对猕猴桃冻干切片质量的影响均极为显著($p < 0.01$);影响主次顺序为预冻速率、干燥室压力、加热板温度。猕猴桃冻干切片的最优生产工艺参数为预冻速率 0.6 C/min ,干燥室压力 73.6 Pa ,加热板温度 40 C 。

关键词: 猕猴桃切片 真空冷冻干燥 工艺参数 优化

中图分类号: TS255.36

文献标识码: A

Optimization of Technical Parameters on Vacuum Freeze-dry Kiwifruit Slice

Peng Bangzhu Yue Tianli Yuan Yahong
(Northwest A & F University)

Abstract

The effects of the factors of pre-freeze rate, dry chamber pressure and board temperature on quality of vacuum freeze-dry kiwifruit slice were investigated with three-factor second order general revolving combination design, and the regression model with high reliability was obtained between the quality of kiwifruit slice and the factors. The results showed that the three factors all had very significant influence on quality of kiwifruit slice ($p < 0.01$). The influencing sequence from significant to common is pre-freeze rate, dry chamber pressure and board temperature. The optimally technical parameters are 0.6 C/min of pre-freeze rate, 73.6 Pa of dry chamber pressure and 40 C of board temperature.

Key words Kiwifruit slice, Vacuum freeze-dry, Technical parameter, Optimization

引言

近年来,随着栽培技术和管理等方面的完善,我国猕猴桃栽培面积和产量逐年扩大,2004年已接近 $6 \times 10^4\text{ hm}^2$,居世界第一,年产量约 $4 \times 10^5\text{ t}$,居世界第二。猕猴桃是一种特殊浆果,常温条件下难以久藏,极易腐烂变质,使其货架供应期大大缩短^[1]。由于目前我国猕猴桃的加工率较低,猕猴桃产业已经出现供大于求的局面。又由于加工产品单一,加工技术含量不高,致使猕猴桃产业进一步发展受到制约,

因此,我国猕猴桃产业必须以多元化发展来寻求新的经济增长点。猕猴桃切片是目前国际、国内市场上需求量较大的加工品,传统干燥方法生产猕猴桃切片色香味及营养物质损失均较大,随着科学技术的进步和经济的发展,人们对食物的品质要求越来越高,传统的加工方法所造成的色、香、味劣变,营养成分和生理活性成分的损失,以及过分依赖添加剂所引起的问题,日益被消费者所关注,因此必须利用更好的加工方法来生产猕猴桃切片。20世纪初发展起来的真空冷冻干燥技术,与传统的干燥方法

收稿日期:2006-06-16

* “十五”国家科技攻关计划资助项目(项目编号:2001BA901A19)

彭帮柱 西北农林科技大学食品科学与工程学院 博士生,712100 陕西省杨凌

岳田利 西北农林科技大学食品科学与工程学院 教授 博士生导师

袁亚宏 西北农林科技大学食品科学与工程学院 副教授

相比,具有挥发性和热变性营养成分损失很小,抑制微生物的生长和酶的作用,易氧化物得到保护等优点^[2],因此近年来在食品加工工业中应用较为广泛^[3~6]。

为解决传统干燥方法生产猕猴桃切片的缺点,本文通过三因素二次通用旋转试验,优化了真空冷冻干燥技术生产猕猴桃切片的工艺条件,为工业化生产提供了一定的参考依据。

1 试验材料与方法

1.1 材料与设备

试验用猕猴桃品种为“海沃德”,购自陕西省杨凌市场。

冻干机为 FD-5 型真空冷冻干燥机,北京博医康技术公司产品。

1.2 试验方法

1.2.1 理化指标测定方法

猕猴桃切片 Vc 含量测定采用 2,6-二氯酚靛酚滴定法^[7],Vc 损失率(Y_1)按下式计算

$$Y_1 = \frac{[(\text{冻干前 Vc 含量} - \text{冻干后 Vc 含量}) / \text{冻干前 Vc 含量}] \times 100\%}{}$$

猕猴桃切片叶绿素含量测定参考文献^[7],叶绿素损失率(Y_2)按下式计算

$$Y_2 = \frac{[(\text{冻干前叶绿素含量} - \text{冻干后叶绿素含量}) / \text{冻干前叶绿素含量}] \times 100\%}{}$$

复水率(Y_3)按下式计算

$$Y_3 = \frac{[\text{冻干切片复水 5 min 后质量} / \text{冻干前质量}] \times 100\%}{}$$

1.2.2 猕猴桃冻干切片品质评价方法

猕猴桃冻干切片品质评价主要考虑 Vc 损失率、叶绿素损失率、复水率、外观 4 个方面,采用 10 分制,具体评分标准见表 1 所示。

1.2.3 猕猴桃预冻切片制作方法

制作工艺:猕猴桃清洗;去皮;切片;护色;预冻;预冻切片。

操作要点:选取成熟度适中的猕猴桃清洗后,采用热碱液去皮^[8]。物料厚度对冻干时间的影响很大,物料厚度越小,冻干速率越高。若物料太厚,加重冻干机负荷,增加平均传热阻力和水蒸气从升华界面逸出的平均传质阻力,从而使传导到升华界面的热量减少,水蒸气的逸出速率减小,升华阶段的干燥时间大幅度增加,综合考虑,猕猴桃切片的厚度为 4 mm。护色方法参照文献^[9]。预冻速率按照试验要求设定。

1.2.4 猕猴桃切片冻干试验设计

根据已有相关研究报道^[5~6,10~11],发现预冻速

表 1 猕猴桃冻干切片品质评分标准

Tab. 1 Standard of quality evaluation on vacuum freeze-dry kiwifruit slice

项目	标准/%	评分
Vc 损失率 Y_1 (满分 3)	$Y_1 \leq 5$	3
	$5 < Y_1 \leq 10$	2~3
	$Y_1 > 10$	1~2
叶绿素损失率 Y_2 (满分 3)	$Y_2 \leq 20$	3
	$20 < Y_2 \leq 40$	2~3
	$Y_2 > 40$	1~2
复水率 Y_3 (满分 2)	$Y_3 > 95$	2
	$90 < Y_3 \leq 95$	1~2
	$Y_3 \leq 90$	0~1
外观 (满分 2)	表面组织结构细密,无起泡、塌陷现象,具有正常猕猴桃切片色泽	2
	表面组织结构细密,无起泡、塌陷现象,无不良色泽	1~2
	表面组织结构不均匀,有不良色泽	0~1

率、干燥室压力和加热板温度对冻干制品品质影响较大,因此本试验中选取预冻速率 X_1 、干燥室压力 X_2 和加热板温度 X_3 3 个因素作为试验考察因素,以猕猴桃冻干切片的感官综合评分为因变量 Y ,采用三因素二次通用旋转组合设计方法进行试验设计。因素水平表如表 2 所示。

表 2 因素水平表

Tab. 2 Different level values of the factors

水平	预冻速率 $X_1 / \text{C} \cdot \text{min}^{-1}$	干燥室压 力 X_2 / Pa	加热板温 度 X_3 / C
上星号臂(+1.682)	0.94	73.6	43.4
上水平(+1)	0.80	60	40
零水平(0)	0.60	40	35
下水平(-1)	0.40	20	30
下星号臂(-1.682)	0.26	6.4	26

2 试验结果及分析

2.1 猕猴桃冻干切片品质预测数学模型的建立与检验

三因素二次通用旋转组合试验的结果见表 3 所示,表 3 的试验数据通过 SAS 数据处理软件拟合得到初步回归方程为

$$Y = 7.74416 - 0.52621x_1 + 0.31519x_2 + 0.21567x_3 - 0.52752x_1^2 + 0.00281x_2^2 - 0.19165x_3^2 + 0.05000x_1x_2 + 0.27500x_1x_3 + 0.17500x_2x_3 \quad (1)$$

对试验结果进行方差分析(表4),结果表明,在 $\alpha=0.10$ 显著水平下,剔除不显著项以后,简化的回归方程为

$$Y=7.744\ 16-0.526\ 21x_1+0.315\ 19x_2+0.215\ 67x_3-0.527\ 52x_1^2-0.191\ 65x_3^2+0.275\ 00x_1x_3+0.175\ 00x_2x_3 \quad (2)$$

表3 三因素二次通用旋转组合试验设计及结果

Tab.3 Three-factor second order general revolving combination design

序号	x_1	x_2	x_3	X_1	X_2	X_3	Y
1	1	1	1	0.80	60	40	7.7
2	1	1	-1	0.80	60	30	6.3
3	1	-1	1	0.80	20	40	6.2
4	1	-1	-1	0.80	20	30	5.7
5	-1	1	1	0.40	60	40	8.2
6	-1	1	-1	0.40	60	30	8.1
7	-1	-1	1	0.40	20	40	7.1
8	-1	-1	-1	0.40	20	30	7.5
9	-1.682	0	0	0.26	40	35	6.8
10	1.682	0	0	0.94	40	35	5.5
11	0	-1.682	0	0.60	6.4	35	7.5
12	0	1.682	0	0.60	73.6	35	7.8
13	0	0	-1.682	0.60	40	26	6.7
14	0	0	1.682	0.60	40	43.4	7.5
15	0	0	0	0.60	40	35	8.0
16	0	0	0	0.60	40	35	7.7
17	0	0	0	0.60	40	35	7.9
18	0	0	0	0.60	40	35	7.5
19	0	0	0	0.60	40	35	7.6
20	0	0	0	0.60	40	35	7.8

表4的 F 检验结果表明 F_2 在0.01水平上极显著($p<0.01$), F_1 不显著($p>0.01$),说明二次回归方程的回归是显著的,回归方程与实际情况拟合较好。也表明试验设计中选取的影响因素对试验结果影响显著,本试验中得出的因子变化与试验结果之间的影响关系真实可靠。

由简化后的回归方程预测试验方案中的因变量与试验观测值进行回归分析。由回归分析得到的预测值与观测值的关系见图1所示。回归分析的结果表明 $R=0.917\ 8$,剩余标准差 $S=0.314\ 0$,Durbin-Watson统计量 $d=1.951\ 0$,表明建立的回归方程拟合很好,回归效果显著。

2.2 主效应分析

由方差分析表4,可以看出 x_1 、 x_2 、 x_3 、 x_1^2 、 x_3^2 、 x_1x_3

表4 试验结果方差分析

Tab.4 Analysis of mean square deviation for experiment data

变异来源	偏差平方和	自由度	方差	F 值	显著水平 p
x_1	10.652 4	1	10.652 4	108.042 76	<0.000 01
x_2	3.822 0	1	3.822 0	38.764 51	0.000 10
x_3	1.789 5	1	1.789 5	18.150 14	0.001 66
x_1^2	11.297 2	1	11.297 2	114.581 69	<0.000 01
x_2^2	0.000 3	1	0.000 3	0.003 25	0.955 68
x_3^2	1.491 0	1	1.491 0	15.122 84	0.003 02
x_1x_2	0.056 3	1	0.056 3	0.571 43	0.467 13
x_1x_3	1.704 3	1	1.704 3	17.285 71	0.001 96
x_2x_3	0.690 2	1	0.690 2	7.000 00	0.024 49
回归	11.003 6	9	1.222 6	$F_2=12.400$	0.000 41
剩余	0.985 9	10	0.098 6		
失拟	0.810 9	5	0.162 2	$F_1=4.634$	0.018 95
误差	0.175 0	5	0.035 0		
总和	11.98 95	19			

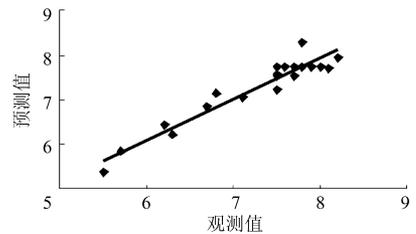


图1 预测值与观测值的关系曲线

Fig.1 Predicted values vs observed values

在 $p=0.01$ 水平上极显著, x_2x_3 在 $p=0.05$ 水平上显著。因此,预冻速率、干燥室压力、加热板温度以及预冻速率与加热板温度交互作用对冻干猕猴桃切片均有显著影响。回归方程的一次项系数表明影响因素主次顺序为 X_1 、 X_2 、 X_3 ,即预冻速率、干燥室压力、加热板温度。

2.3 因素水平的优化组合

由简化后回归方程预测可得,最优水平各个因素组合为当 x_1 的编码水平0, x_2 的编码水平1.682, x_3 的编码水平1时, $Y_{\max}=8.6$ 。将各因素编码水平换算为变量值时, $X_1=0.60\text{ C/min}$, $X_2=73.6\text{ Pa}$, $X_3=40\text{ C}$,此工艺参数下可以获得质量最好的冻干猕猴桃切片。

2.4 单因素效应分析

单因素效应分析结果见图2所示,由图2可知随着预冻速率的增加,冻干猕猴桃切片的品质有所提升,但当预冻速率超过一定范围后,冻干猕猴桃切片的品质又迅速下降,主要由于随着预冻速率的上

升,猕猴桃切片内部组织水分能够快速冻结,形成冰晶的颗粒较小,在冰晶升华阶段,对猕猴桃切片内部组织结构损伤较小,便于提高复水率和外观质量,当预冻速率进一步提高后,由于猕猴桃切片内部结构中形成的冰晶颗粒太小,使升华阶段和解析阶段水蒸汽溢出孔道的孔径减小且距离增加,从而冻干时间延长,Vc、叶绿素等物质损失增大,冻干猕猴桃切片品质下降。随着加热板温度的增加,冻干猕猴桃切片的品质也有所提升,当加热板温度达到一定范围后,冻干猕猴桃切片的品质变化趋于平稳。另外,干燥室压力的增加有利于提高物料干燥层两边的压力差,致使物料干燥速率提高,从而提高冻干猕猴桃切片的品质,但干燥室压力会受到冻干设备耐压性能的影响,因而不能无限制地提高。

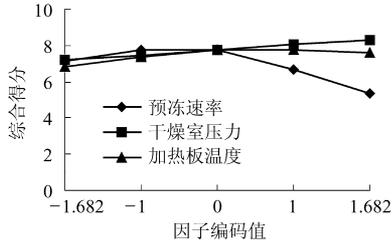


图2 单因素效应曲线

Fig. 2 Effect of every factor on quality of vacuum freeze-dry kiwifruit slice

3 讨论

预冻速度对制品质量有重要影响,因不同的预冻速率使物料内产生冰晶的形状和大小不同,从而对物料内微观、宏观结构产生不同的影响,最终对制品质量有不同的影响^[12]。慢冻时,物料内形成的冰晶较大,当外部冰晶升华后,留下大而连续的升华通道,有利于内部冰晶的升华,从而使制品升华速度加快。但是慢冻产生的大冰晶造成细胞壁及各级宏观、微观固体支撑结构的机械性破坏,造成大多数细胞严重收缩而死亡,最终导致产品复水率降低,复水硬度和弹性变差。速冻冻结速度快,在细胞内部和细胞间隙生成小冰晶,对细胞的机械损坏作用小,同时细胞内部的溶质迁移效应小,干燥后产品能保持原有的结构。因此仅从干燥速度来说,以慢冻为好,但若综合考虑制品的质量,则以较快速冻为好。在实际生产中,应根据实际情况确定不同产品的冷冻速率,既保证产品质量,又获得较高的干燥速率。

干燥室压力的高低对升华过程产生很大影响,

干燥室压力过低,明显影响传热和传质的速率。就传质而言,干燥室压力越低则传质的过程进行得越好;而对于传热来说,干燥室的压力越高则越好^[13]。本试验中优化后干燥室压力为73.6 Pa时,取得较理想的效果。

加热板温度的高低以及加热板与物料之间的距离直接影响冻干时间的长短及冻干质量的优劣。冻结后的产品置于密闭的真空容器中加热,冰晶吸热就会升华成水蒸气而从物料表面逸出,从而使产品脱水干燥。干燥是从外表面逐步向内推移的,冰晶升华后残留下的空隙变成以后升华水蒸气的逸出通道,直至食品内部的冰晶全部升华完毕。为了提高食品中冰晶的升华速率,缩短产品冻干时间,重要的是提高食品升华的温度、传热系数及减小升华水蒸气的逸出阻力^[14]。但产品升华温度不能随意提高,它受以下两种条件的制约:一是冻结部分的温度不应高于其共熔点温度,否则必然会发生冰融化现象,随之带来的是升华制品发泡,发粘,收缩,复水率低等问题,使综合质量下降,严重时导致冻干完全失败;二是已干部分的温度应低于其崩解温度,即当温度上升到一定值时,已干部分构成的骨架,其刚度下降,变得有粘性而塌陷,导致冻结和升华后形成的立体结构及疏松多孔性完全消失,阻碍了升华过程继续进行,这时如供热过量,产品将熔化,破坏物料的冻结结构。

4 结论

(1) 以预冻速率 X_1 、干燥室压力 X_2 和加热板温度 X_3 3个因素作为试验考察因素,冻干猕猴桃切片品质的综合评分为因变量 Y ,通过三因素二次通用旋转试验设计,得到冻干猕猴桃切片品质与三因素间的回归模型为

$$Y = 7.74416 - 0.52621x_1 + 0.31519x_2 + 0.21567x_3 - 0.52752x_1^2 - 0.19165x_3^2 + 0.27500x_1x_3 + 0.17500x_2x_3$$

(2) 三因素二次通用旋转试验设计结果表明冻干工艺条件最优水平组合为,预冻速率0.6 C/min,干燥室压力73.6 Pa,加热板温度40 C,此条件下冻干猕猴桃切片综合质量最好。

(3) 主因素效应分析表明预冻速率对冻干猕猴桃切片质量的影响最为显著,依次是干燥室压力和加热板温度。

参 考 文 献

- 1 韩礼星,黄贞光,李明,等.加入WTO后我国猕猴桃产业的发展策略[J].果树学报,2003,20(3):218~223.
- 2 洪伯铿,陈文亮,张春梅.油豆角真空冷冻干燥的研究[J].哈尔滨商业大学学报,2002,18(6):664~666.
- 3 车刚,王桂林,李成华,等.蕨菜真空冷冻干燥工艺研究[J].黑龙江八一农垦大学学报,2004,16(1):38~41.
- 4 李保国,华泽钊,刘占杰.鲜花真空冷冻干燥实验研究[J].制冷学报,2001(4):54~58.
- 5 Sandall O C, King C J, Wilke C R. The relationship between transport properties and rates of freeze-drying of poultry meat[J]. AIChE Journal,1997,13(3):428~434.
- 6 程远霞,陈素芝,朱文学,等.土豆冷冻干燥工艺的试验研究[J].食品科学,2005,26(3):113~115.
- 7 宁正祥.食品成分分析手册[M].北京:中国轻工业出版社,1998.
- 8 潘静娴,戴洪,黄玉婷.猕猴桃碱法去皮工艺参数和效果的决策预报[J].食品工业科技,2005(11):127~128.
- 9 王明力,王文平,周文美,等.“贵长”猕猴桃低糖低甜度果脯护色及脱涩工艺的研究[J].食品工业科技,2003(1):6~8.
- 10 宫元娟,王博,林静,等.香菇冷冻干燥工艺参数的试验研究[J].农业工程学报,2004,20(1):226~228.
- 11 石小琼.子芋冷藏升华干燥最佳工艺研究[J].农业工程学报,2001,17(5):112~117.
- 12 陈孟林,杨卓如,涂伟萍,等.瓶装物料的冷冻干燥过程模拟与实验验证[J].高校化学工程学报,2000,14(5):432~436.
- 13 刘永忠.冷冻干燥过程的神经网络预测模型[J].农业机械学报,2002,33(4):129~130,137.
- 14 华泽钊,李云飞,刘宝林.食品冷冻冷藏原理与设备[M].北京:机械工业出版社,1999.

(上接第 87 页)

3 结束语

通过模型分析可知,电动机转速对喷头流量的

影响最大,喷头口直径对流量的影响次之,液体肥料质量分数影响最小,因而,在设计液体肥料施用机械时,首先要考虑的是液体泵的转速,其次是喷头口直径及液体肥料质量分数。

参 考 文 献

- 1 杨红帆.2BD-16型精密播种机的研究设计[J].农机化研究,2001(3):72~73.
- 2 徐中儒.回归分析与试验设计[M].北京:中国农业出版社,1998.
- 3 周桂霞,汪春,张伟,等.基于二次正交旋转回归试验的深松铲关键参数建模[J].农业机械学报,2006,37(10):86~89.