

# 猕猴桃果浆冻干工艺研究

龚皓 万金庆 (上海海洋大学食品学院, 上海200090)

**摘要** [目的] 为猕猴桃果浆冻干寻求一种最佳工艺。[方法] 对猕猴桃果浆进行真空冷冻干燥, 通过3因素均匀试验, 以猕猴桃果浆冻干过程中Vc含量、含水量、冻干时间为指标, 确定其冻干的优化工艺条件。[结果] 猕猴桃果浆的共晶点为 $-18^{\circ}\text{C}$ 。猕猴桃果浆冻干的优化工艺条件: 当预冻温度为 $-25^{\circ}\text{C}$ , 解吸阶段板层温度为 $24.8^{\circ}\text{C}$ , 升华干燥阶段的真空室压力为 $20.2\text{Pa}$ , 物料厚度为 $6.8\text{mm}$ 时, 整个冷冻干燥过程用时约 $20.4\text{h}$ , Vc损失率为 $1.3\%$ , 含水量为 $4.9\%$ 。[结论] 在此工艺下各指标均达到较好的标准。

**关键词** 猕猴桃; 真空冷冻干燥; 共晶点; 工艺优化; Vc含量

中图分类号 TS205 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2009)01-00368-03

## Research on Freeze-Drying process of Kivifruit Pulp

GONG Hao et al (College of Food Science and Technology, Shanghai Ocean University, Shanghai 200090)

**Abstract** [Objective] The aim of the study was to seek an optimal process for freeze-drying of kivifruit pulp. [Method] Vacuum freeze-drying of kivifruit pulp was conducted, an optimal process was obtained based on the index of Vc content, moisture content and freeze-drying time by three factors homogeneous test. [Result] The eutectic point of kivifruit was  $-18^{\circ}\text{C}$  determined by DSC. The optimal process was that the loss rate of Vc was  $1.3\%$ , water content of kivifruit was  $4.9\%$  and the whole freeze-drying time was about  $20.4\text{h}$ , when the sample was frozen at temperature of  $-25^{\circ}\text{C}$ , the highest temperature of the pulp surface was  $24.8^{\circ}\text{C}$ , air pressure of the chamber was  $20.2\text{Pa}$  and thickness of pulp was  $6.8\text{mm}$ . [Conclusion] In this process, the three index reach a good standard.

**Key words** Kivifruit; Freeze-drying; Eutectic point; Optimal process; Vc content

猕猴桃是当今最年轻的“21世纪水果”, 其风味独特, 口感细腻, 营养丰富, Vc含量高达 $1\sim 4.2\text{g}/\text{kg}^{[1]}$ 。随着人们崇尚天然, 追求营养、健康的心态日趋显著, 猕猴桃作为营养保健食品, 已成为国际消费青睐的水果佳品。普通加工对猕猴桃Vc的破坏极大, 既不能保证其特有的翠绿色外表, 又可能发生不同程度的褐变<sup>[2]</sup>, 严重影响了猕猴桃的品质。为了更好地利用科技方法加工猕猴桃, 人们开始尝试采用20世纪初新兴的真空冷冻干燥技术。与传统干燥方法相比, 真空冷冻干燥能较好地保持猕猴桃的营养和色泽, 抑制微生物的生长和酶的作用, 以及易氧化物质得到保护等特点。为解决传统干燥方法生产猕猴桃果浆的缺点, 笔者采用3因素均匀试验, 优化了真空冷冻干燥技术对于生产猕猴桃果浆的工艺条件, 为我国加入WTO后猕猴桃产业振兴提供依据<sup>[3]</sup>。

## 1 材料与方

**1.1 材料** 供试猕猴桃为新西兰进口猕猴桃, 购自上海市杨浦区易初莲花超市。

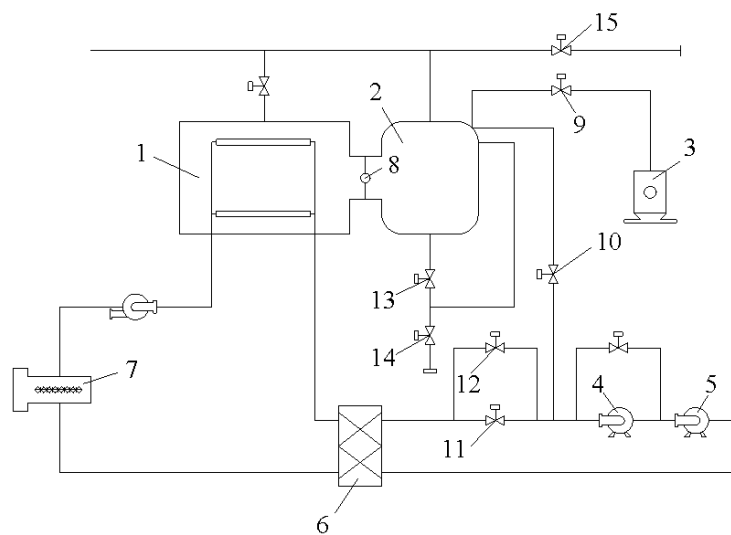
**1.2 设备** 北京BOC EDWARDS公司生产的Mrifast-04型真空冷冻干燥机, 结构示意图如图1; PHILIP榨汁机; 瑞士METTLER TOLEDO公司生产的差式扫描量热仪DSC823e; 德国STATORUS公司生产的快速卤素水分测定仪MA100; 瑞士PRECISA公司生产的天平BJ2100D。

## 1.3 试验方法

**1.3.1 工艺流程。** 新鲜猕猴桃 清洗 去皮 常压处理 打浆 装盘预冻 升华干燥 解吸干燥 冻干成品

**1.3.2 工艺说明。** 选取成熟度适中的猕猴桃清洗后, 采用热碱液去皮<sup>[4]</sup>; 常压处理: 用 $\text{SO}_2$ 含量为 $25\%$ 的 $\text{NaHSO}_3$ 浸泡 $1\text{min}^{[4]}$ ; 用PHILIP榨汁机将猕猴桃打成果浆并按每次冻干所需装料先在 $-36^{\circ}\text{C}$ 的冰箱中快速冷冻后, 置于 $-25^{\circ}\text{C}$ 的冰箱中冷冻贮藏约 $18\text{d}$ ; 打开冷阱降温, 约 $40\text{min}$ 后阱温降至 $-40^{\circ}\text{C}$ 以下; 打开真空泵主阀, 抽空阀, 并对真空

室压力进行控制, 同时提高板层温度至 $-18^{\circ}\text{C}$ , 提供冰晶升华所需潜热; 当升华干燥阶段结束后, 打开加热器对板层进行升温控制, 加热板温度设定为试验所需数值, 当物料中心温度接近板层温度时, 可认为干燥过程结束; 对干燥室放空气, 打开箱门, 取出干品, 立即测量其Vc含量和水分含量。



注: 1, 真空箱; 2, 冷阱; 3, 真空泵; 4, 高压级压缩机; 5, 低压级压缩机; 6, 板式热交换器; 7, 加热器; 8, 主阀; 9, 真空阀; 10, 阱冷阀; 11, 板冷阀; 12, 控冷阀; 13, 阱排出阀; 14, 总排出阀; 15, 除霜阀。

Note: 1. Vacuum chamber; 2. Cold trap; 3. Vacuum pump; 4. High pressure compressor; 5. Low pressure compressor; 6. Plate heat exchanger; 7. Heater; 8. Master valve; 9. Vacuum valve; 10. Trap cold valve; 11. Plate cold valve; 12. Control cold valve; 13. Trap discharge valve; 14. Master discharge valve; 15. Defrosting valve.

图1 Mrifast-04型真空冷冻干燥机示意

## Fig.1 The operation principle diagram of Mrifast-04 vacuum freeze drier

**1.4 试验设计** 选取影响冻干产品质量和能耗的主要因素: 物料解吸时的表面最高温度( $T_{\text{表}}$ )、升华初始干燥仓压力( $P_{\text{初}}$ )和装料厚度( $\delta$ ), 做3因素均匀试验<sup>[5-6]</sup>。其中,  $T_{\text{表}}$ 设 $24, 28, 32, 36, 40, 44, 48, 52, 56$ 和 $60$  10个水平,  $P_{\text{初}}$ 设 $20, 30, 40, 50$ 和 $60\text{Pa}$  5个水平,  $\delta$ 设 $4, 6, 8, 10$ 和 $12\text{mm}$  5个水平, 用

作者简介 龚皓(1984-), 男, 江苏海门人, 硕士研究生, 研究方向: 食品冷冻加工及贮藏。

收稿日期 2008-07-11

UI(10 × 5<sup>2</sup>) 均匀试验表安排试验。采用 Iiapis 和 Litchfield 的控制方法<sup>[7]</sup>, 即预冻后立即升温至猕猴桃的共晶点, 让物料在共晶点附近升华, 升华完毕立即升温至给定的表面最高温度进行解吸干燥。

**1.5 测定指标及方法** 采用 2,6-D 滴定法测定 Vc 含量。果浆在预冻后取出, 在冷水中解冻后用料理机混合均匀, 取样测定 Vc 含量, 冻干出仓后立即取样测定 Vc 含量; 冻干能耗以单位厚度的冻干时间来度量。

## 2 结果与分析

**2.1 猕猴桃果浆冻干传热传质模型的建立<sup>[8]</sup>** 该试验装盘条件下, 冰晶升华潜热及解吸所需热量几乎全部来自于板层, 其热量由下搁板通过冻结层向物料表面迁移, 而水分由升华界面从已干层空隙向外逸出, 再由捕水器冷凝去除。由于传热和传质方向一致, 可忽略端效应, 可将猕猴桃果浆冻干过程视为一维稳态问题来解决, 如图 2 所示。在忽略上层搁板辐射热的情况下, 任何时刻的热通量可表示为:

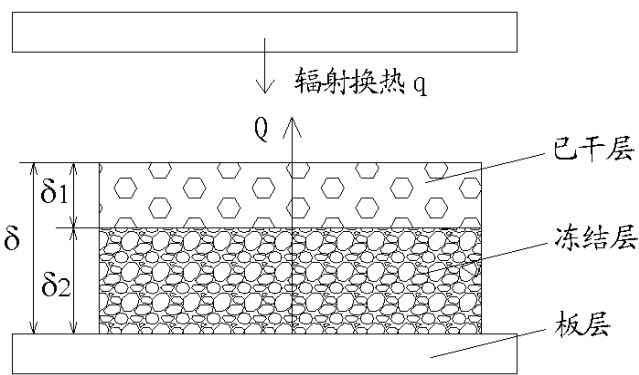


图2 猕猴桃果浆真空冷冻干燥传热传质物理模型

Fig 2 The heat and mass transfer model of kiwifruit puree vacuum freeze drying

$$Q = \frac{\lambda}{\delta} \cdot A \cdot (T_w - T_2) \quad (1)$$

式中,  $Q$  为热通量,  $W \cdot m^{-2}$ ;  $\lambda$  为冻结层导热系数,  $W \cdot (m \cdot ^\circ C)^{-1}$ ;  $\delta$  为冻结层厚度,  $m$ ;  $A$  为升华界面面积,  $m^2$ ;  $T_w$  为冻结层底面温度,  $^\circ C$ ;  $T_2$  为升华界面温度,  $^\circ C$ 。

水分升华速率可表示为:

$$\frac{dW}{dt} = \frac{K_1}{\delta_1} \cdot A \cdot (P_2 - P_s) = A \cdot \rho_a \cdot (C_0 - C_f) \frac{d\delta_1}{dt} \quad (2)$$

式中,  $K_1$  为已干层水汽透过系数;  $\delta_1$  为已干层厚度,  $m$ ;  $P_2$  为冻结层蒸汽压,  $Pa$ ;  $P_s$  为干燥层蒸汽压,  $Pa$ ;  $\rho_a$  为已干层密度,  $kg \cdot m^{-3}$ ;  $C_0$  为物料初始湿度, %;  $C_f$  为干物料湿度, %。

由(2)式整理得:

$$\delta_1 \cdot d\delta_1 = \frac{K_1 (P_2 - P_s)}{\rho_a (C_0 - C_f)} dt \quad (3)$$

假设传热全部用于升华, 则有:

$$Q = \frac{dW}{dt} \cdot L_s \quad (4)$$

式中,  $L_s$  为冰升华潜热,  $J \cdot kg^{-1}$ 。

将式(2)代入式(4)得:

$$Q = \frac{K_1}{\delta_1} \cdot A \cdot (P_2 - P_s) \cdot L_s \quad (5)$$

由式(1)与式(5)联解得:

$$P_2 - P_s = \frac{(T_w - T_2) \lambda \delta_1}{K_1 L_s \delta} \quad (6)$$

将式(6)代入式(3)得:

$$\delta_1 \cdot d\delta_1 = \frac{(T_w - T_2) \lambda \delta}{\rho_a (C_0 - C_f) L_s} dt \quad (7)$$

$$(\delta - \delta_1) \cdot d\delta_1 = \frac{(T_w - T_2) \lambda \delta}{\rho_a (C_0 - C_f) L_s} dt \quad (8)$$

式中,  $\delta$  为物料总厚度,  $m$ 。

其中,  $T_2$  是  $\delta_1$  的函数, 即  $T_2 = f(\delta_1)$ , 边界条件为:

当  $t = 0$  时,  $\delta_1 = \delta$ ,  $T_2 = T_0$ ; 当  $t = t_d$  时,  $\delta_1 = 0$ ,  $T_2 = T_w$ 。

式中,  $T_0$  为物料预冻终点温度,  $^\circ C$ 。

大量试验结果表明, 升华界面温度可近似为物料预冻终点温度与冻结层底面温度之和的算术平均值, 即  $T_2 = \frac{T_0 + T_w}{2}$ , 代入并积分得:

$$t_d (\delta - \delta_1) \cdot d\delta_1 = \int_0^{\delta} \frac{(T_w - T_2) \lambda \delta}{\rho_a (C_0 - C_f) L_s} dt \quad (9)$$

解得:

$$t_d = \frac{L_s \delta^2 \rho_a (C_0 - C_f)}{2 \lambda (T_w - T_2)} = \frac{L_s \delta^2 \rho_a (C_0 - C_f)}{2 \lambda (T_w - T_0)} \quad (10)$$

由式(9)可知, 干燥时间的长短取决于料层的温度、已干层的松密度、湿物料与干物料湿度差、冰的升华潜热、冻结层的导热系数以及冻结层底面与升华界面的温差, 这与实际情况是相符合的。

取  $L_s = 2.8 \times 10^6 J/kg$ ,  $\delta = 0.0068 m$ ,  $\rho_a = 200 kg/m^3$ <sup>[10]</sup>,  $C_0 = 81.8\%$ ,  $C_f = 4.9\%$ ,  $\lambda = 0.039 W \cdot (m \cdot ^\circ C)^{-1}$ ,  $T_w = -18^\circ C$ ,  $T_0 = -25^\circ C$ , 代入式(10), 计算得出  $t_d$  约为 20 h, 即:

$$t_d = \frac{2.8 \times 10^6 \times 0.0068^2 \times 200 \times (81.8\% - 4.9\%)}{0.039 \times (-18 + 25)} = 20 \text{ h}$$

**2.2 猕猴桃果浆共晶点及预冻温度的确定** 猕猴桃果浆共晶点的测定采用 DSC 差式扫描量热仪, 设定降温速率为  $5^\circ C/min$ , 温度扫描范围为  $0 \sim -40^\circ C$ , 由图 3 DSC 曲线可知, 猕猴桃的共晶点温度为  $-18^\circ C$ 。真空冷冻干燥试验中, 冻结终温决定了物料预冻阶段板层温度, 一般设定为共晶点以下  $5^\circ C$ , 因此, 该试验中猕猴桃果浆预冻阶段的温度设定为  $-25^\circ C$ , 确保冻结过程中物料不会崩塌。

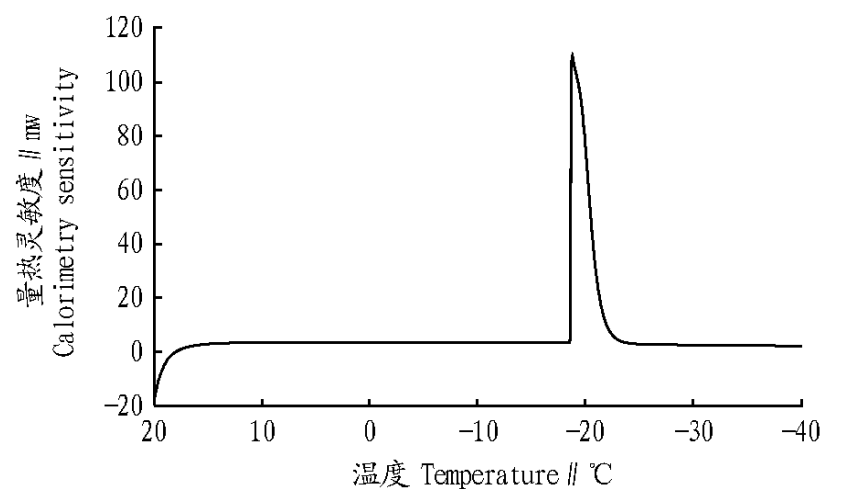


图3 猕猴桃DSC曲线

Fig.3 DSC curve of kiwifruit

**2.3 因素对 Vc、含水量和冻干时间的影响** 冻干试验各因素实测水平值和 Vc、含水量及冻干时间见表 1。采用 SPSS 统计软件对表 1 中的 Vc、含水量和冻干时间进行回归, 得到最优回归方程为:

$$Vc \text{ 损失率: } F^{\wedge} Vc = -13.266 + 0.261 X_1 + 0.218 X_2 + 0.167 X_3 \quad (11)$$

$$\text{含水量: } F^{\wedge} M = 7.881 - 0.193 X_1 + 0.200 X_2 - 0.275 X_3 +$$

$$0.001 X_1^2 - 0.003 X_2^2 + 0.014 X_3^2 \quad (12)$$

$$\text{冻干时间: } Ft = 19.712 + 0.024 X_1 - 0.031 X_2 - 0.108 X_3 -$$

$$0.002 X_1^2 - 0.001 X_2^2 + 0.067 X_3^2 \quad (13)$$

式中,  $X_1$  为物料解吸时的表面最高温度( $T_{表}$ ),  $X_2$  为升华初始干燥仓压力( $P_{初}$ ),  $X_3$  为装料厚度( )。

由方程(11)知,物料解吸时的表面最高温度( $T_{表}$ )越高、升华初始干燥仓压力( $P_{初}$ )越大、装料厚度( )越厚,  $V_c$  损失

率越大。要减少  $V_c$  损失率,应降低  $T_{表}$ 、 $P_{初}$ 、和 。由方程(12)知,含水量随  $T_{表}$  的增大呈线性减少,随  $P_{初}$  的增大呈线性增加,随 的增加呈二次曲线增加。要减少含水量,应升高  $T_{表}$ , 减低  $P_{初}$  和 。由方程(13)知,冻干时间随  $T_{表}$  的增大呈二次曲线减少,随  $P_{初}$  的增加呈线性减少,随厚度增大呈二次曲线增加。要减少冻干时间则要升高  $T_{表}$  和  $P_{初}$ , 减少 。

表1 冻干试验各因素实测水平值和  $V_c$ 、含水量及冻干时间

Table 1 Loss ratios of  $V_c$ , moisture content and freeze drying time

试验号 Experiment no.	$T_{表}$ Highest surface temperature	$P_{初}$ Pa Original dry-bin pressure	mm Material thickness	$V_c$ % Loss ratio of $V_c$	含水量 % Water content	冻干时间 h Drying time
1	40	20	4	2.087	4.49	17
2	60	20	6	7.417	3.41	15
3	36	30	8	3.975	4.87	20
4	56	30	10	9.405	3.96	18
5	32	40	12	5.963	5.33	25
6	52	40	4	9.543	4.18	14
7	28	50	6	6.101	6.02	17
8	48	50	8	11.531	3.44	17
9	24	60	10	8.089	4.17	21
10	44	60	12	13.519	3.02	21

表2 权重分配(一对一比较结果)

Table 2 Weight distribution comparison table

评价因素 Evaluation facts	$V_c$ 损失率 Loss ratio of $V_c$	含水量 Water content	冻干能耗 Loss of energy during freeze drying	得分 Mark	权重 Weight
$V_c$ 损失率 Loss ratio of $V_c$	×	3	0	4	4/15
含水量 Water content	1	×	0	2	2/15
冻干能耗 Loss of energy during freeze drying	4	4	×	9	9/15
总 total	15			15	

$$X_1 = 24.8, X_2 = 20.2, X_3 = 6.8, \min FX = 1.9。$$

把优化结果代入3个回归方程,得  $V_c$ 、含水量和冻干时间的预报值为: $F^Vc = 1.3\%$ ,  $F^M = 4.9\%$ ,  $Ft = 20.4$  h, 此时,冻干能耗为  $Ft/6 = 3$  h/mm

### 3 结论

该试验通过对猕猴桃果浆进行真空冷冻干燥,通过3因素均匀试验,综合猕猴桃果浆  $V_c$ 、含水量、冻干时间等方面分析,得出猕猴桃果浆的冻干工艺条件为:当预冻终点温度为  $-25$  ,真空室压力为  $20.2$  Pa,解吸阶段板层温度为  $24.8$  ,物料厚度为  $6.8$  mm时,整个冷冻干燥过程用时约  $20.4$  h,猕猴桃果浆  $V_c$  损失率为  $1.3\%$ ,含水量  $4.9\%$ ,各方面均达到比较佳的工艺标准。

### 参考文献

- [1] 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):126-128.
- [2] 邓继尧.猕猴桃加工与  $V_c$  保存的研究[J].四川农业大学学报,1994,12(1):72-80.
- [3] 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.
- [4] 韩孝清.猕猴桃冷冻干燥工艺讨论[J].食品科学,1990(1):27-30.
- [5] HAMMAM C, RENE F. Determination of freeze drying process variables for strawberries[J]. J of Food Eng, 1997,32(2):133-154.
- [6] I W A N W D C. Process optimization of freeze dried strawberries[J]. Canadian Agricultural Engineering, 1990,32(2):323-328.
- [7] 张风英,黄安全,刘火兴.猕猴桃果粉的研制[J].食品科学,1997,18(12):30-32.
- [8] 无锡轻院,天津轻院.食品工程原理[M].北京:中国轻工业出版社,1985:433-450.
- [9] 华泽钊.冷冻干燥新技术[M].北京:科学出版社,2006:11-13,126-174.
- [10] 李云飞,葛克山.食品工程原理[M].北京:中国农业大学出版社,2002:845-850.
- [11] 杨中平.试验优化设计技术[M].杨凌:西北农林科技大学,1999.
- [12] 姬长英.感官模糊综合评价中权重分配的正确制定[J].食品科学,1991(3):9-10.

2.4 猕猴桃果浆冻干工艺优化 由3个回归方程知,3个因素对3指标的影响或正或负。因此,需要对3个因素协调取值,亦即对3个因素进行优化取值。

优化模型按线性加权组合法来构造<sup>[11]</sup>,其统一目标函数为  $FX$ ,表示为  $FX = W_i \times Y_i \min$ 。式中,  $W_i$  为权重因子,  $Y_i$  为  $i$  个回归方程,该试验分别为  $F^Vc$ 、 $F^M$  和  $Ft$  (冻干能耗, h/mm,用单位厚度冻干时间表示),求解统一目标函数的极小值,该极小值对应于最佳工艺条件,其步骤为:

(1) 优化模型中权重因子的分配权重分配采用0~4评分法<sup>[12]</sup>,得到  $F^Vc$ 、 $F^M$ 、 $Ft/6$  的权重因子向量为  $4/15$ 、 $2/15$ 、 $9/15$ (表2)。

(2) 统一目标函数的表示式。把权重因子代入优化模型  $FX = W_i \times Y_i$  中,得到优化模型的目标函数为:  $FX = 4/15 \times F^Vc + 2/15 \times F^M + 9/15 \times Ft/6$ ;模型的约束条件(3因素水平范围)为: $24 \leq X_1 \leq 60, 0 \leq X_2 \leq 60, 4 \leq X_3 \leq 64$ 。

(3) 优化结果。用外点惩罚函数法求解模型<sup>[10]</sup>,结果为: