

响应面法优化冬枣冻干工艺参数

郭秉印, 张仲欣

(河南科技大学食品与生物工程学院, 河南 洛阳 471003)

摘要: 在 200Pa 真空条件下, 探索冬枣切片的厚度、升华干燥供温、解析干燥供温对枣中 VC 含量的影响。通过二次通用旋转回归组合响应面设计试验建立冻干因素与 VC 含量之间的回归模型。采用 SAS 9.2 软件进行响应面分析, 得到冬枣最佳真空冷冻干燥工艺参数为枣片厚度 5.5mm、升华温度 -22.1℃、解析温度 20.6℃。所建模型拟合较好, 可以为生产提供参考。

关键词: 冬枣; 真空冷冻干燥; 响应面分析; 参数优化

Optimization of Processing Parameters for Freeze-Drying Winter Jujube

GUO Bing-yin, ZHANG Zhong-xin

(College of Food and Bioengineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471003, China)

Abstract: The effects of three freeze-drying parameters, including winter jujube slice thickness, sublimation drying temperature and desorption drying temperature on vitamin C content in winter jujube after freeze-drying were studied under 200 Pa vacuum condition by conducting 20 experimental runs generated by quadratic generalized rotary regression design to build a regression model between vitamin C content in winter jujube after freeze-drying and the three parameters. The model was subjected to response surface analysis with SAS 9.2 software. The analytical results showed that the optimum freeze-drying conditions for winter jujube were slicing winter jujube to a thickness of 5.5 mm for sublimation drying at -22.1 °C and desorption drying at 20.6 °C. The built model was found to have excellent goodness of fit. Hence, it can provide a reference for practical production.

Key words: winter jujube; vacuum freeze-drying; response surface analysis; optimization

中图分类号: TQ028.63

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)04-0135-04

冬枣鲜食可口、皮脆、肉质细嫩品质极佳, 是目前北方落叶果树中的高档鲜食品种, 其营养极丰富, 含有 19 种人体必需的氨基酸; 维生素的含量尤其丰富^[1], 有“活维生素丸”之美誉。冬枣果实还含有多种微量元素, 有保持毛细血管畅通、防止血管壁脆性增加的功能和防癌功效^[2]。营养价值为百果之冠, 被称为“百果王”^[3]。

冬枣销售市场目前正处于快速增长期, 以鲜食为主。保鲜技术滞后, 深加工以果汁饮料为主, 冬枣在常温下不经处理存放 2~3d 就会失去鲜销价值^[4]。保鲜期短已成为制约冬枣产业发展的难题, 而能有效延长其货架期的干制研究未见报道。本实验将真空冷冻干燥技术应用于冬枣的深加工, 为冬枣产品的研发提供一定参考。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

以洛阳市农贸市场 10~12 月份销售的原产山东的新

鲜沾化冬枣为原料。

草酸 天津金汇太亚化学试剂有限公司; 硫脲 天津市化学试剂三厂; 盐酸 洛阳市创伟化玻有限公司; 2,4-二硝基苯胍 成都市科龙化工试剂厂; 实验用水均为蒸馏水, 试剂纯度均为分析纯。

LG-0.2 型真空冷冻干燥设备 中国航天沈阳新阳速冻设备制造公司; HLSY-2 速冻机 郑州亨利制冷设备有限公司; 枣核去核器; 普通切片机(切片厚度为 2~10mm 间); VC 含量测定装置。

1.2 方法

1.2.1 冬枣冻干工艺

工艺流程: 冬枣挑选→清洗→去核→切片→预冻→升华干燥→解析干燥→成品。

操作要点: 选择大小一致, 成熟度 80% 左右, 表面光洁的冬枣; 利用适当孔径(10mm)的打孔器去除枣核; 调整切片器, 使环状枣片厚度为 2、4、6、8、

收稿日期: 2010-04-08

基金项目: 河南省教育厅科技攻关项目(200510464005)

作者简介: 郭秉印(1984—), 男, 硕士研究生, 研究方向为干燥理论及技术。E-mail: guobingyin@126.com

10mm, 置于物料盘中预冻, 预冻温度 -30°C 以下^[3]。

1.2.2 VC 含量测定

参照 GB 12392—1990《蔬菜、水果及其制品中总抗坏血酸的测定方法: 2,4-二硝基苯肼比色法测总抗坏血酸(VC)的含量》^[4]。

1.2.3 冻干试验

真空冷冻干燥过程一般分为预冻、升华干燥(一次干燥)、解析干燥(二次干燥)3个阶段。参照红枣的共晶点温度 -14°C ^[5], 枣浆的共晶点是 -32°C ^[6], 确定冬枣的预冻终温设置为 -35°C ; 由于冻干机是通过加热板向干燥箱中物料辐射热量, 因此不同的干燥阶段提供不同的升华潜热。也是出于实际便于生产的需要, 将冻干机真空度效果固定在 200Pa。在此条件下优化枣片厚度、升华干燥供温、解析干燥供温(均为加热板本身的温度)3因素的最佳参数组合^[7]。

试验采用二次通用旋转组合设计的方法, 在单因素试验结果的基础上, 确定因素和水平^[8-9], 以 VC 含量(Y , mg/100g)为响应值选定枣片厚度(X_1)、升华干燥温度(X_2)和解析温度(X_3)为试验因素, 因素水平编码见表 1, 二次通用旋转组合设计试验方案及结果见表 2。

表 1 冬枣冻干试验因素水平编码表

Table 1 Coded variables and their coded levels in quadratic generalized rotary regression design

Z(编码空间)	因素		
	X_1 枣片厚度/mm	X_2 解析温度/ $^{\circ}\text{C}$	X_3 升华温度/ $^{\circ}\text{C}$
1.682(上星臂号)	10	30	-10
1(上水平)	8	26	-14
0(零水平)	6	20	-20
-1(下水平)	4	14	-26
-1.682(下星臂号)	2	10	-30
Δi	2	6	6

注: $Z_1=(X_1-6)/2$; $Z_2=(X_2-20)/6$; $Z_3=(X_3+20)/6$ 。

表 2 冬枣冻干试验二次通用旋转组合设计试验方案与结果

Table 2 Quadratic generalized rotary regression design scheme and corresponding experimental results

试验号	Z_1	Z_2	Z_3	VC 含量 Y (mg/100g)
1	-1	-1	-1	206.673
2	-1	-1	1	185.755
3	-1	1	-1	213.816
4	-1	1	1	190.347
5	1	-1	-1	155.755
6	1	-1	1	180.245
7	1	1	-1	197.354
8	1	1	1	178.408
9	-1.68179	0	0	184.939
10	1.68179	0	0	177.49
11	0	-1.68179	0	182.032
12	0	1.68179	0	173.612
13	0	0	-1.68179	216.878
14	0	0	1.68179	203.743
15	0	0	0	225.755
16	0	0	0	232.388
17	0	0	0	231.367
18	0	0	0	241.49
19	0	0	0	248.816
20	0	0	0	245.585

1.2.4 数据处理与响应面分析

响应面法(response surface methodology, RSM)是利用合理的试验设计并通过试验得到一定数据, 采用多元二次方程来拟合因素和响应值之间的函数关系, 通过对回归方程的分析来寻求最优工艺, 解决多变量问题的一种统计学方法。在上述试验基础上, 应用 SAS 9.2 软件对试验数据进行处理, 并按照响应曲面法的分析方法进行优化分析^[10]。

2 结果与分析

2.1 模型建立

根据表 2 试验方案, 借助数据处理软件 SAS 9.2 进行分析模拟, 经过因素-编码之间的转换, 求得 VC 含量与试验因素之间回归方程的预测模型^[11]: $Y = -191.648 + 42.40664X_1 + 19.22788X_2 - 10.65523X_3 - 3.460934X_1^2 + 0.247787X_1X_2 + 0.441441X_1X_3 - 0.587683X_2^2 - 0.162629X_2X_3 - 0.262718X_3^2$ 。

2.2 模型检验

二次通用旋转回归预测模型的方差分析结果如表 3 所示, 枣片厚度($P=0.0326 < 0.05$)对冻干冬枣片 VC 含量影响显著, 升华干燥温度($P=0.3643 > 0.05$)和解析温度($P=0.1519 > 0.05$)对冻干冬枣片 VC 含量影响不显著。预测模型的 F 分布随机变量大于 $F_{\alpha}=12.6771$ 的概率为 $P=0.0002$, 回归模型高度显著。回归多项式 X_2 、 X_3 、 X_1X_2 、 X_1X_3 、 X_2X_3 为不显著因素, 应予剔除, 则得到回归模型为: $Y = 120.9492 + 32.69155X_1 - 2.974099X_1^2 - 0.001656X_2^2 + 0.013625X_3^2$ 。

对回归系数检验可知方程的决定系数 R^2 值为 91.94%, 说明此方程在本试验中有意义^[12-13]。

表 3 VC 含量回归模型的显著性检验

Table 3 Significance test of the constructed regression model for vitamin C content in winter jujube after freeze-drying

变量	自由度	平方和	均方	F 值	P 值
X_1	1	694.0297	694.0297	6.142827	0.0326
X_2	1	102.0753	102.0753	0.903464	0.3643
X_3	1	271.8675	271.8675	2.406287	0.1519
X_1^2	1	5521.086	5521.086	48.8669	< 0.0001
X_1X_2	1	98.18909	98.18909	0.869067	0.3732
X_1X_3	1	311.6381	311.6381	2.758295	0.1277
X_2^2	1	6218.486	6218.486	55.03955	< 0.0001
X_2X_3	1	264.3505	264.3505	2.339755	0.1571
X_3^2	1	1242.727	1242.727	10.99933	0.0078
回归模型	9	12890.54	1432.282	12.67707	0.0002
失拟	5	718.8178	143.7636	1.748933	0.2772
误差	5	411.0036	82.20073		
剩余	10	1129.821	112.9821		
总和	19	14020.36			

此外, 由表3结果可知 $F_{失拟} = 1.749 < F_{0.05(5,5)} = 5.05$, 则失拟项不显著, 说明其他不可忽略的因素对试验结果的影响很小, 方程拟合性好。 $F_{回归} = 12.677 > F_{0.01(9,10)} = 4.94$, 说明回归模型显著, 影响VC含量的主次顺序是 $X_1 > X_3 > X_2$, 即冬枣片厚度对干燥过程中VC损失量的影响最大。

2.3 响应面分析

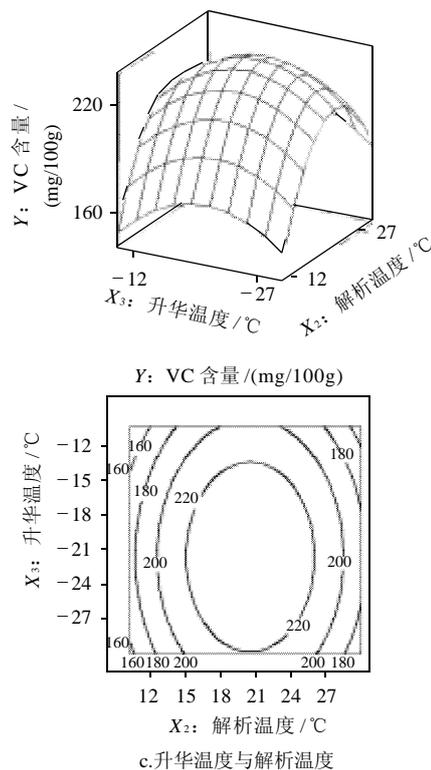
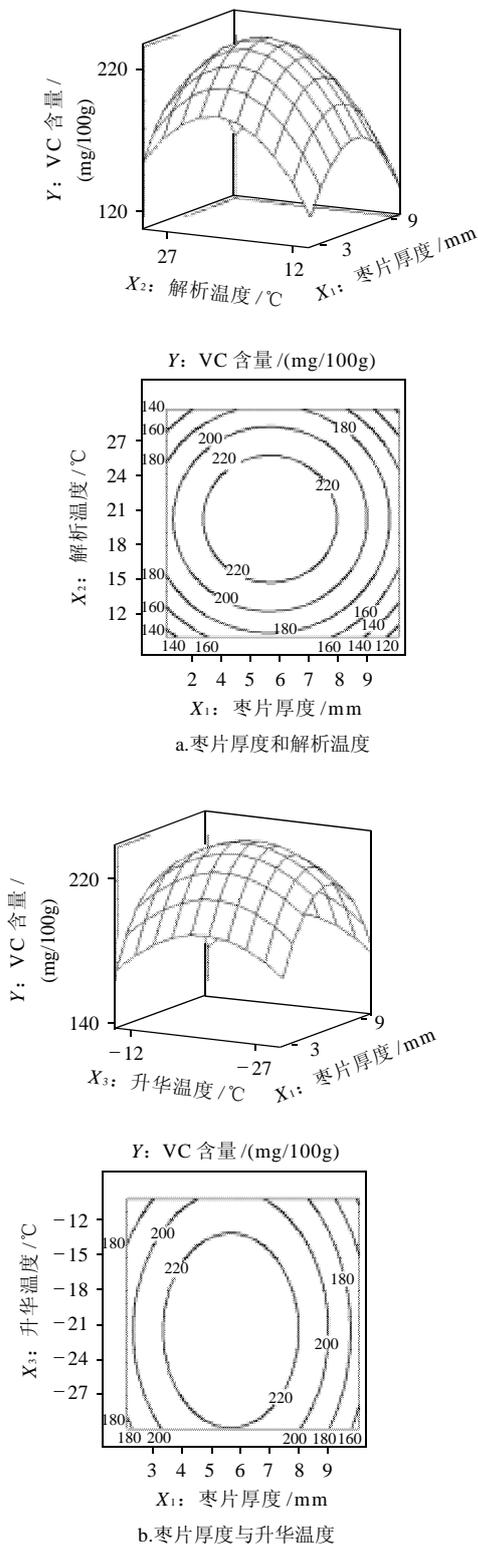


图1 各因素交互作用对VC含量影响的响应面与等高线图
Fig.1 Response surface and contour plots showing the effects of pairwise interactions among various factors on vitamin C content in winter jujube after freeze-drying

根据二次回归方程, 建立响应曲面图, 直观反映交互关系见图1, 可知各因素对VC量的影响呈抛物曲面, 且曲面最高点为稳定点^[14-16]。由回归方程计算出此点编码值为(-0.22888, 0.094432, -0.34638), 响应值为237.513。由图1可知枣片厚度是影响VC含量的主要因素, 升华和解析温度的交互效应不明显, 曲面较平缓。综上所述确定冻干冬枣片最佳工艺参数理论值为: 枣片厚度5.5mm、升华温度-22.1℃、解析温度20.6℃。

3 结论

3.1 在一定的真空度条件下, 通过研究冬枣片厚度、升华温度、解析温度3个因素对冻干冬枣片VC含量的影响规律, 建立数学模型。经方差分析, 其相关性较好, 可用于冬枣冻干性能的预测。

3.2 通过响应面分析得到了参数对指标的影响规律。

3.3 通过二次通用旋转组合试验与分析, 确定了真空冷冻干燥冬枣片的最佳工艺条件参数组合: 枣片厚度5.5mm、升华温度-22.1℃、解析温度20.6℃, 回归模型拟合度较好, 对冬枣冻干工艺参数筛选有较好的指导作用。

参考文献:

[1] 戚哲民, 王彦美, 张兰. 浅析沾化县冬枣产业发展的现状与对策[J].

- 科技信息, 2007(3): 193-217.
- [2] 曹有福. 不同品种红枣冻干品质研究[J]. 食品研究与开发, 2005, 26(4): 15-17.
- [3] 于海杰, 郝为, 民关力, 等. 超微粉碎技术生产红枣胡萝卜复合保健营养果茶的研究[J]. 科技信息, 2009, 5(5): 15-16.
- [4] 李敏, 魏弟. 冬枣保鲜技术研究现状[J]. 保鲜与加工, 2003(5): 21-23.
- [5] 王旭. 红枣浆冷冻干燥工艺技术的研究[J]. 食品研究与开发, 2006, 27(4): 85-86.
- [6] 杨艳杰, 何弘水. 不同干燥方法红枣中维生素C含量测定分析[J]. 现代预防医学, 2009, 36(1): 42-43.
- [7] 曹晓虹. 红枣冻干工艺参数的确定[J]. 西北农业学报, 2004, 13(4): 138-140.
- [8] 曹有福, 李树君, 赵凤敏, 等. 红枣冻干工艺参数的优化[J]. 农产品加工: 学刊, 2009, 10(10): 64-67.
- [9] 任露泉. 实验优化设计与分析[M]. 2版. 北京: 高等教育出版社, 2003.
- [10] 吴有炜. SAS操作入门[M]. 无锡: 江南大学, 2003.
- [11] 段江莲, 王向东, 徐建国. 梨枣的真空冻干工艺研究[J]. 食品科技, 2006, 31(6): 50-52.
- [12] 彭帮柱, 岳田利, 袁亚宏. 猕猴桃切片真空冷冻干燥工艺参数优化[J]. 农业机械学报, 2007, 38(4): 98-102.
- [13] 张迅捷, 王捷, 谢宝贵. 响应面法优化樟芝多糖提取工艺的研究[J]. 中国食品学报, 2008, 8(1): 49-54.
- [14] 于连松, 周梅村, 郑华, 等. 响应曲面法漂白紫胶真空干燥条件的优化[J]. 食品科学, 2009, 30(18): 121-125.
- [15] 张萍, 王昌涛, 赵云云. 燕麦麸中抗氧化活性物质提取条件的响应面分析[J]. 首都师范大学学报: 自然科学版, 2008, 29(5): 37-41.
- [16] 郑枉, 孙国凯. 白萝卜条干燥工艺参数的优化研究[J]. 干燥技术与设备, 2005, 3(4): 190-193.