

响应面法优化麻山药冷冻干燥工艺研究

赵丛枝, 强立敏, 张子德 (河北农业大学食品科技学院, 河北保定 071001)

摘要 [目的]利用真空冷冻干燥技术对麻山药进行干燥,以确定其冻干的技术指标和工艺参数。[方法]以麻山药为试验材料,以切片厚度、加热板温度、干燥室压力为响应因子,冻干能耗为响应值,采用3因素3水平的响应面分析法优化了麻山药真空冷冻干燥工艺条件。[结果]通过分析确定了各参数最佳水平,但考虑到生产的可操作性将各参数调整为物料厚度5.0~5.5 mm,加热板温度50℃,干燥室压力40 Pa,在此操作条件下测得的冻干能耗为(19.27±0.05)kW·h。[结论]该研究可为麻山药冻干生产提供相应的技术参数。

关键词 麻山药;冷冻干燥;干燥模型;响应面法;工艺条件

中图分类号 S632.1 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2014)11-03358-02

Optimization of Vacuum Freeze-drying Processing of Yam Using Response Surface Methodology

ZHAO Cong-zhi et al (College of Food Science and Technology, Agriculture University of Hebei, Baoding, Hebei 071001)

Abstract [Objective] Vacuum freeze-drying technique was used to dry yam, so as to determine freeze-drying technical indicators and parameters. [Method] With yam as the test materials, response surface methodology (RSM) was employed to optimize the process parameters of vacuum freeze-drying. Slice thickness, heating plate temperature and drying chamber pressure were selected as the test influencing factors, the freeze-drying energy consumption as the test indicators. [Result] The optimum condition was obtained from RSM. But considering the maneuverability of production, adjusted parameter conditions for material thickness 5.0~5.5 mm, the heating plate temperature 50℃, the drying chamber pressure 40 Pa, the actual measured lyophilized energy consumption in this condition is (19.27±0.05)kW·h. [Conclusion] The study can provide corresponding technique parameters for yam freeze-drying production.

Key words Yam; Vacuum freeze-drying; Drying model; Response surface methodology; Technological conditions

山药为薯蓣属(*Dioscorea*)植物,是一种1年或多年生的藤本植物,主要分布于热带和亚热带地区,全世界有600种以上,而我国有90多种^[1]。近年来的研究表明,山药中含有多种营养和保健成分,可增强人体免疫力,具有降血压、抗衰老、抗癌等多种功能,经常食用能够强身健体、延缓衰老。随着人们生活水平的提高和对健康的关注,麻山药因其本身的营养价值而受到人们的喜爱,种植面积迅速增长,加之目前国外对麻山药的需求很大,国际麻山药市场货源紧张,麻山药已成为很多地区的重要经济支柱。河北蠡县种植麻山药的历史悠久,至2010年,蠡县已发展麻山药种植户2万余户,种植面积突破4660 hm²,是全国山药种植面积最大、产量最高的区域,种植麻山药成为当地农民的重要经济来源^[2]。

麻山药多以出售新鲜块茎为主,人们食用方法也主要是用来做菜或蒸煮食用。然而麻山药采收期集中,不耐长期贮存和长途运输。因此,对麻山药进行加工,提高产品的附加值、延长产品的市场供应期,具有重要的现实意义。传统麻山药干制是烘干或晒干,对其本身保健成分的保存不利。真空冷冻干燥因其本身的优势,在近近年来发展迅速,经冻干后的制品能最大限度地保持原料的营养、形状、颜色及主要的生物活性物质,且脱水彻底,易于贮存、运输和销售^[3-4]。

响应面分析法(RSM)是研究几种试验因素作用的回归分析方法,可通过对试验结果的分析找出因素的最佳组合和响应值的最优值,是解决多变量问题的一种统计方法^[5-7]。

笔者利用真空冷冻干燥技术对麻山药进行干燥,针对影响麻山药冷冻干燥的3个主要工艺参数,即加热板温度、干燥室压力和物料厚度,采用Box响应面法进行3因素3水平

的试验设计,优化确定麻山药冻干的相关参数,并以冻干能耗为指标分析建立了数学模型,确定了干燥的最佳参数,为麻山药冻干生产提供相应的技术参考。

1 材料与方法

1.1 材料 选用蠡县麻山药为原料,运回后放入河北农业大学试验冷库,剔除有机械伤和病虫害的块根,尽量选择粗细大小均匀的作为试验样品。主要仪器设备:LG-1.5型真空冷冻干燥试验机,沈阳航天新阳速冻设备制造有限公司。

1.2 方法 将洗净的麻山药用不锈钢刀去皮,用1% V_C和0.3%柠檬酸复配液进行护色,然后加热煮制10 min,沥干后切片,将麻山药片平铺在冻干盘上,每盘只铺一层物料,将料盘放入速冻库内,达到预冻温度后保持1 h,拿出快速放入干燥室内,按照各处理的预设参数进行冻干。记录干燥过程中所消耗的能耗值。各处理均重复3次。

1.3 响应面(RSM)试验设计 根据单因素试验结果,对切片厚度、加热板温度、干燥室压力3个因素进行复因子试验,以冻干能耗为响应值,设计3因素3水平响应面试验。各试验因素及相关水平设计见表1。试验所测定的冻干能耗值,是指一定重量的物料在干燥过程中所消耗的电能(kW·h)。

2 结果与分析

2.1 Box-Behnken 试验设计方案及结果 根据Box试验设计,3个因素水平的试验设计方案及结果见表2、3。

表1 麻山药冷冻干燥工艺优化的响应面试验因素与水平

编码水平	因素		
	切片厚度 (X ₁)/mm	加热板温度 (X ₂)/℃	干燥室压力 (X ₃)/Pa
-1	3	45	20
0	5	50	40
1	7	55	50

表 2 Box-Behnken 试验方案与结果

序号	因素			冻干能耗(Y_1)/kW·h	
	切片厚度 (X_1)	加热板温度 (X_2)	干燥室压力 (X_3)	实测值	预测值
1	-1	1	0	20.98	21.08
2	1	0	-1	22.75	22.79
3	1	-1	0	22.42	22.31
4	0	1	1	21.37	21.30
5	-1	0	-1	21.08	20.97
6	1	0	1	22.38	22.49
7	-1	0	1	20.45	20.41
8	0	-1	1	21.98	22.08
9	1	1	0	24.27	24.39
10	0	-1	-1	20.89	21.08
11	-1	-1	0	21.47	21.62
12	0	1	-1	23.21	23.20
13	0	0	0	19.25	19.19
14	0	0	0	19.13	19.19
15	0	0	0	19.18	19.19
16	0	0	0	19.15	19.19
17	0	0	0	19.17	19.19

方案中包括 12 个析因点(1~12),5 个中心点(13~17),利用中心零点来估计试验误差。以冻干能耗为响应值,对试验结果进行回归拟合后,各试验因子对响应值的影响可以用回归方程表示为: $Y_1 = 198.106 - 6.7163X_1 - 6.5120X_2 - 0.0952X_3 + 0.0678X_1X_2 + 3.2500 \times 10^{-3}X_1X_3 - 0.0148X_2X_3 + 0.3686X_1^2 + 0.0684X_2^2 + 9.9675 \times 10^{-3}X_3^2$ 。

由表 3 可知,因变量和各自变量之间的线性关系显著($F > F_{0.01}$),说明该模型的拟合程度好。一次项 X_2 、 X_3 、 X_1 对冻干能耗影响差异极显著($P < 0.01$),二次项 X_1^2 、 X_2^2 、 X_3^2 对冻干能耗影响差异极显著($P < 0.01$),交互项 X_1X_2 和 X_2X_3 对冻干能耗影响差异极显著($P < 0.01$),但切片厚度和干燥室压力之间的交互作用影响不显著。

表 3 回归模型分析结果

方差来源	F 值	P 值	显著性
模型	428.90	<0.0001	**
X_1	705.68	<0.0001	**
X_2	95.78	<0.0001	**
X_3	34.40	0.0006	**
X_1X_2	170.80	<0.0001	**
X_1X_3	1.57	0.2501	
X_2X_3	203.77	<0.0001	**
X_1^2	851.33	<0.0001	**
X_2^2	1144.37	<0.0001	**
X_3^2	389.16	<0.0001	**
失拟项	5.77	0.0617	

模型确定系数 $R^2 = 0.9982$,模型校正系数 $R_{adj}^2 = 0.9959$

注: ** 为极显著, $P \leq 0.01$; * 为显著, $P \leq 0.05$ 。

2.2 响应曲面分析 作响应面图和等高线图,分析物料切片厚度、加热板温度、干燥室压力对响应值的影响,结果如图 1 和图 2 所示。

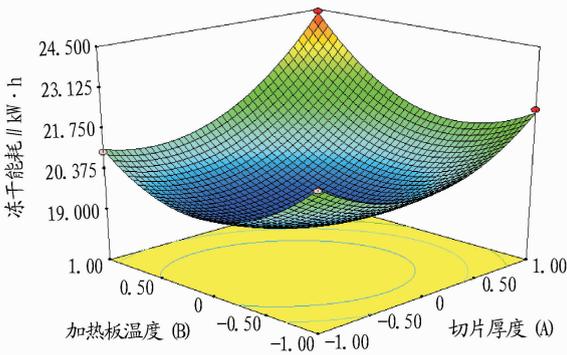


图 1 切片厚度和加热板温度交互作用对冻干能耗影响的曲面图及等高线

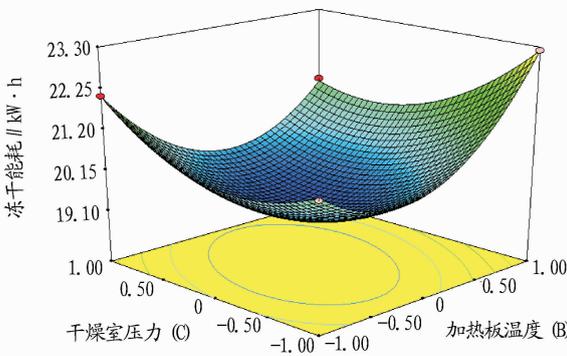
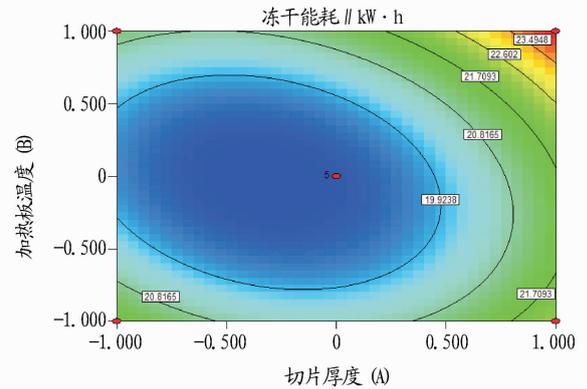
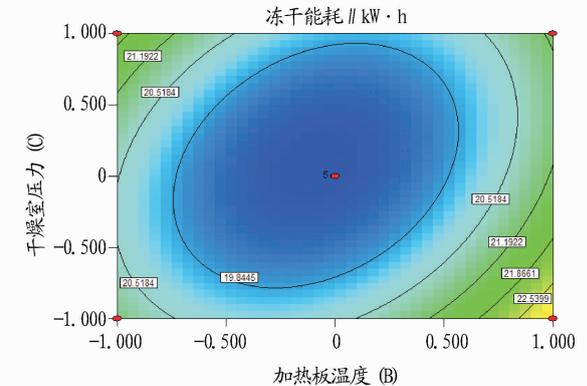


图 2 加热板温度和干燥室压力交互作用对冻干能耗影响的曲面图及等高线



由图 1、2 可知,各因素中切片厚度是影响冻干能耗的主要因素,其次是干燥室压力。因素间具有交互作用,加热板温度和干燥室压力之间、切片厚度和加热板温度之间的交互

作用明显,所以在生产过程中,除了要考虑主要因素的影响,还要考虑因素的交互作用。经过模拟优化,得到了理想的综

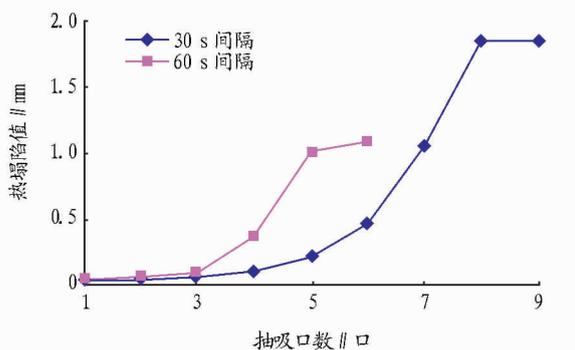


图4 不同抽吸间隔滤棒部分热塌陷值比较

首先,热量是热塌陷的一个重要影响因素。卷烟燃烧过程中,施加压力部位的温度应随着燃烧锥与施压位置的距离缩短而增大,从而热塌陷值越大。

其次,水汽对卷烟的热塌陷也有着很大影响。有相关研究证明,造成卷烟滤棒部分的热塌陷现象最重要的原因即是水汽。滤棒中水含量对于自身纤维含量的比重越大,热塌陷现象越剧烈。卷烟中的水汽随着抽吸过程逐渐积累,当卷烟燃烧至接近施压位置时,施压位置的水含量最高,于是,热塌陷值最大。

由此推论,抽吸容量较小时,抽吸过程中卷烟燃烧距离较短,而阴燃距离较长,而阴燃过程产生的水汽大部分散发到空气中,积累下到卷烟内部的较少。抽吸容量越大,通过抽吸过程积累在卷烟内的水分越多,致使热塌陷值较高,于是得到试验所得出的结果。

而抽吸间隔缩短,同样是增大了卷烟抽吸时间,减少阴燃时间,使卷烟中积累的水分含量增多,从而增大了热塌陷值。同时由于抽吸间隔缩短,同样长度的卷烟,抽吸口数也

会有明显的增加。

此外,卷烟的吸阻、卷烟纸的透气度等因素均可能会对热塌陷现象造成一定影响,有待进一步研究。

3 结论

卷烟抽吸过程中,卷烟烟体在各种因素作用下会产生一定程度的热塌陷现象,严重影响抽吸感受。

为了解卷烟热塌陷现象的原理与影响因素,为滤棒与卷烟生产厂家改进生产工艺提供参考,笔者主要对卷烟抽吸过程中的热塌陷现象进行研究,利用试验验证了卷烟的抽吸方式对于热塌陷值的影响。试验证明,卷烟的热塌陷值随着抽吸容量的增加而增大,并与抽吸间隔成正比。

同时,该研究还对抽吸方式造成热塌陷值不同的原因进行了分析,探讨了热量与水分等可能影响卷烟热塌陷值的因素。

参考文献

- [1] 湖北中烟工业责任有限公司. YCT 354 - 2010 卷烟和滤棒物理性能的测定 热塌陷[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [2] 宋旭艳,张华,李文璇,等. 卷烟热塌陷的测试方法[J]. 烟草科技,2012(1):5-9.
- [3] STEPHEN W P, VALERIE T, GERALD D, et al. Limitations in the characterization of cigarette products using different machine smoking regimes [J]. Regulatory Toxicology and Pharmacology, 2010, 58: 501-515.
- [4] CELANESE CORPORATION. The effect of cellulose acetate fiber and filter parameters on hot collapse[R]. World Smoking Products. 1985. Part 5. 18. In Legacy Tobacco Documents Library Bates No. 620972599/2657, 1985: 2-7.
- [5] TAKASE K, MIYAKE A. A study of hot collapse in cigarettes during smoking[C]//44th Tobacco Chemists Research Conference. Winston Salem, North Carolina, USA, 1990.
- [6] STEPHEN W P, XAVIER C, MIGUEL R, et al. Some consequences of using cigarette machine smoking regimes with different intensities on smoke yields and their variability[J]. Regulatory Toxicology and Pharmacology, 2011, 59: 293-309.

(上接第 3359 页)

合因素水平,即物料切片厚度为 5.27 mm,加热板温度为 50.41 ℃,干燥室压力为 38.71 Pa,此时冻干能耗的预测值为 19.19 kW·h。

2.3 验证试验 对于真空冷冻干燥生产来说,冻干能耗是影响加工产品成本的主要指标,因此在保证产品质量的前提下,较低的生产能耗可以大大降低产品生产成成本。为了检验该试验设计结果的可靠性,采用 Design-Expert 软件进行了优化分析,得到了麻山药冻干最佳工艺参数。考虑到产品生产实际的可操作性,将最佳工艺参数调整为物料厚度 5.0~5.5 mm,加热板温度 50 ℃,干燥室压力 40 Pa,并进行了验证试验以确定模型的有效性,在该条件下测得冻干能耗为 (19.27 ± 0.05) kW·h,与预测值比较接近,说明调整后的麻山药真空冷冻干燥工艺参数是可行的。

3 结论

试验利用 Box-Behnken 进行设计,通过响应面法对影响冻干能耗的几个因素建立了二次多项模型,模型调整系数 $R_{adj}^2 = 0.9959$,说明该模型拟合程度良好。并用统计学方法对试验结果进行了方差分析,确定了各因素水平及交互作用

对冻干能耗影响的显著程度,优化了关键因素及水平。

结合产品加工的可操作性,将最佳工艺参数调整为物料厚度 5.0~5.5 mm,加热板温度 50 ℃,干燥室压力 40 Pa,并进行了验证试验,在此条件下实际测得的冻干能耗为 (19.27 ± 0.05) kW·h,与预测值相近。经检验证明该工艺参数是合理可靠的。

参考文献

- [1] 宋永刚,胡晓波,王震雷. 山药的活性成分研究概况[J]. 山西食品工业,2007(4):45-48.
- [2] 刘立尧,李小刚. 河北蠡县麻山药特色农业产业化发展策略探讨[J]. 宁夏农林科技,2011,52(7):64-65.
- [3] 庄远红,刘静娜,钟文娟,等. 真空冷冻干燥香蕉片的工艺研究[J]. 漳州师范学院学报:自然科学版,2011(1):87-92.
- [4] 肖宏伟,黄传伟,冯雁峰,等. 真空冷冻干燥技术的研究现状和发展[J]. 医疗卫生装备,2010,31(7):30-32.
- [5] KAHRAMAN F. The use of response surface methodology for prediction and analysis of surface roughness of AISI4140 steel[J]. Material and Technology, 2009, 43(5): 267-270.
- [6] 张军伟,傅大放,彭奇均,等. 响应面法优化酸水解稻秆制木糖的工艺参数[J]. 农业工程学报,2009,25(11):253-257.
- [7] KALIL S J, MAUGERI F, RODRIGUES M I, et al. Response surface analysis and simulation as a tool for bioprocess design and optimization[J]. Process Biochemistry, 2000, 35(6): 539-550.