

杏鲍菇热风—真空冷冻干燥工艺优化

Optimization of hot air vacuum freeze drying for *Eurotus eryngii*

孙 翠^{1,2} 王 钰^{1,2} 沈小瑞^{1,2} 李阔阔^{1,2}

SUN Cui^{1,2} WANG Yu^{1,2} SHENG Xiao-ru^{1,2} LI Kuo-kuo^{1,2}

(1. 安徽大学资源与环境工程学院, 安徽 合肥 230601; 2. 安徽省中药材产业技术研发中心, 安徽 合肥 230601)

(1. School of Resources and Environmental Engineering, Anhui University, Anhui, Hefei 230601, China;

2. Industry Technology Research and Development Center for Chinese Medicinal Materials, Anhui University, Anhui, Hefei 230601, China)

摘要: 为了提高杏鲍菇干燥速率、品质及降低能耗, 采用 Design-expert 软件的 Box-Behnken 方法设计, 探讨热风温度、热风时间、真空冷冻干燥时间对干燥速率、感官得分、复水比和氨基酸的综合影响, 在该基础上由试验数据推导出二次多项式回归模型, 并对干燥工艺条件进行优化。结果表明: 热风干燥温度 55 °C、热风时间 54 min, 真空冷冻干燥时间 11 h。联合干燥耗时和耗能分别比真空冷冻干燥减少 25.5%, 6.3%, 比热风干燥减少 156.4%, 63.3%。

关键词: 杏鲍菇; 能耗; 热风—真空冷冻干燥

Abstract: In order to increasing the drying speed, quality and energy consumption in the for *Eurotus eryngii* drying, the effects were studied, of from the hot-air temperature, hot-air time and vacuum freeze-drying time, on drying rate, sense judgment, rehydration ratio and Amino acids by using the Box-Behnken optimal design. Based on the experimental data, the response surface methodology was employed for the multi-variable experiments and the regression model was established. The optimal parameters were obtained as follows: hot air drying temperature 50 °C, hot air drying time is 60 min, and the vacuum freeze-drying time is 10 h. The combined drying method can decrease the drying time and energy, were 25.5% and 6.3% lower than that of the vacuum freeze-drying, and 156.4%, 63.3% of hot air drying, respectively.

Keywords: *Pleurotus eryngii*; energy consumption; hot air-vacuum freeze drying

杏鲍菇(*Pleurotus eryngii*)又名刺芹侧耳, 别名雪茸^[1], 具有较高的药理价值, 被称为“大王平菇”^[2]。近年来虽然杏鲍菇产量在急剧增长^[3], 但由于杏鲍菇的子实体含水率高^[4]、易腐烂, 贮藏时间短^[5], 所以增产不一定能增加经济效

益^[6]。面对杏鲍菇鲜销和出口压力, 解决杏鲍菇的贮藏问题是其产业化亟待解决的难题。干制方法可以保持生物的化学活性, 延长保质期, 故被很多研究者所青睐。目前食用菌的干燥方法主要采用热风干燥, 而真空冷冻干燥技术也在青胡椒^[7]、鱼糜^[8]、板栗^[9]、蚕豆^[10]等食品中有所应用。

Ratti^[11]曾从动力学的角度, 对热风干燥和真空冷冻干燥提出总结性评估。指出热风干燥后的产品品质下降及收缩率较大, 真空冷冻干燥需高额的生产成本; 并提出食品加工行业的发展趋势为联合干燥。采用热风—真空冷冻联合干燥可保持干制品的营养成分和组织结构, 且能耗低、干燥时间短。目前, 关于杏鲍菇真空冷冻干燥工艺的研究还未见报道。本研究拟以新鲜杏鲍菇为原料, 采用响应面法对影响杏鲍菇热风—真空冷冻干燥工艺的关键因素进行优化研究, 旨在确定杏鲍菇最佳干燥工艺, 为生产应用做好技术储备。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 原料

新鲜杏鲍菇购于农贸市场, 形状均匀, 经测定新鲜杏鲍菇含水率(90±1)%。将具有相同含水率的杏鲍菇放入温度为 4 °C 左右的冰箱冷藏室备用。

1.1.2 主要仪器

电热鼓风干燥箱: GZX-9140MBE 型, 上海博讯实业有限公司;

真空冷冻干燥机: FD-1A-50 型, 北京博医康实验仪器有限公司;

水浴锅: H.H.S 型, 上海医疗器械五厂;

扫描电子显微镜: S-4800 型, 日本株式会社日立高新技术那珂事业所;

紫外可见分光光度计: 721E 型, 上海光谱仪器有限公司;

作者简介: 孙翠(1991—), 女, 安徽大学在读硕士研究生。

E-mail: 18856961719@163.com

收稿日期: 2016—12—08

台式高速冷冻离心机:18R型,力康发展有限公司。

1.2 试验方法

1.2.1 杏鲍菇冷冻—真空干燥工艺流程

新鲜杏鲍菇→清洗→切片(3~4 mm)→杀青(沸水3 min)→快速沥干(20 min)→热风干燥→冷冻→真空冷冻干燥(最终干燥含水率在13%以下^[12])→指标测定

1.2.2 单因素试验设计

(1) 杏鲍菇切片厚度3~4 mm、装载量100 g,热风风速0.5 m/s,真空度8.2 Pa,冷冻温度-50℃。

(2) 试验中选取热风干燥时间为30,40,50,60,70 min;热风干燥温度为40,50,60,70,80℃;选取真空冷冻干燥时间为8,10,12,14,16 h^[13-14]。

1.2.3 热风和真空冷冻干燥 杏鲍菇每份称取100 g,均匀平铺托盘上,无叠加,分别进行热风干燥(风速0.5 m/s、温度55℃)、真空冷冻干燥(真空度8.2 Pa,冷冻温度-50℃),作为对照,来计算其能耗。

1.3 测定方法

1.3.1 含水率 按GB 5009.3—2010执行。

1.3.2 干燥速率 采用平均速率干燥前与干燥后物料湿基含水量差和总时间的比,单位g/min。

1.3.3 氨基酸含量 采用茚三酮显色法^[15]。

1.3.4 复水比的测定 参照文献^[12]。

1.3.5 感官得分 参照GB 8859—1988标准从杏鲍菇的气味、外观、咀嚼的声音、质地、风味5个方面评价产品的感官质量。

1.3.6 微观结构 样品用电子束将表面喷金固定。表面镀金的样品采用S-4800形扫描电子显微镜下观察。

1.3.7 综合指标 运用隶属度的综合评分法,将干燥速率、感官得分、复水比、氨基酸4个指标进行综合评价作为响应面的优化指标。其隶属度计算公式:

$$Y = \frac{X_1 - X_{\min}}{X_{\max} - X_{\min}}, \quad (1)$$

式中:

X_1 ——标值;

X_{\min} ——最小值;

X_{\max} ——最大值。

根据式(1)进行加权从而得到干燥工艺综合评定值:

$$Z = aY_g + bY_p + cY_f + dY_j, \quad (2)$$

式中:

Y_g ——干燥速率的隶属度;

Y_p ——感官得分值的隶属度;

Y_f ——复水率的隶属度;

Y_j ——氨基酸的隶属度;

a, b, c, d ——各种指标的权重。

本试验考虑以降低能耗指标干燥速率为主要指标,取 a 为0.4, b 为0.3, c 为0.2, d 为0.1。满足 $a + b + c + d = 1$ 即可^[16]。

1.3.8 单位能耗的计算 每蒸发杏鲍菇一个单位质量水分所耗电能,以电机额定输入功率及每组试验总加热时间计算

单位能耗,计算公式^[17]:

$$C = \frac{W \times T}{G}, \quad (3)$$

式中:

C ——单位能耗,kJ/g;

W ——电机额定输入功率,kW;

T ——总干燥时间,s;

G ——去除水分的重量,g。

1.4 数据处理方法

运用Design Expert 8.0.6软件对杏鲍菇热风—真空冷冻干燥综合得分试验结果进行进一步的回归分析。

2 结果与分析

2.1 单因素试验

2.1.1 热风—真空冷冻干燥参数对杏鲍菇干燥速率和感官得分的影响 由图1~3可知,干燥速率随着热风时间增加而不断上升,时间由30 min增加到60 min时,干燥速率提高了42.2%。而当热风时间60 min到70 min时干燥速率仅提高了1.6%。在其他试验条件保持不变的情况下,热风时间为60 min时其干燥速率达0.64 g/min。热风时间增加到一定程度,杏鲍菇水分蒸发加快,而大量失水使其进入恒速状态^[18]。热风时间60 min时感官达到最高值为9.1分。时间增加到70 min时杏鲍菇表面出现褐色的硬壳且变暗,可能由酶促反应和非酶促反应引起。Rattic^[11]曾经也提出类似的观点。

在热风干燥时间、真空冷冻干燥时间相同的情况下,热风干燥温度越高,杏鲍菇含水量下降的就越快,干燥速率也越大。温度从40℃增加到80℃时,提高了86.5%。而当干燥温度达到70~80℃时,干燥出现不均匀现象,杏鲍菇片边缘出现明显的褐色硬壳,品质明显下降。

当真空冷冻干燥时间由8 h增加到14 h时,干燥速率提高了47.5%,在真空冷冻干燥时间为12 h达到最高分(9.3分),14 h以后干燥速率变化不明显。由以上分析可以看出热风温度、时间、真空冷冻时间是影响杏鲍菇干燥速率和感官的主要因素之一。

2.1.2 热风—真空冷冻干燥参数对杏鲍菇氨基酸和复水比的影响 由图4~6可知,在不同的热风时间条件下,复水比

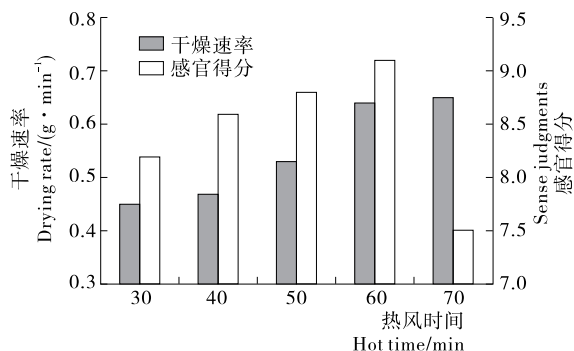


图1 热风时间对杏鲍菇干燥速率和感官得分的影响
Figure 1 The influence of hot air to pleurotus eryngii Drying rata and sense judgments

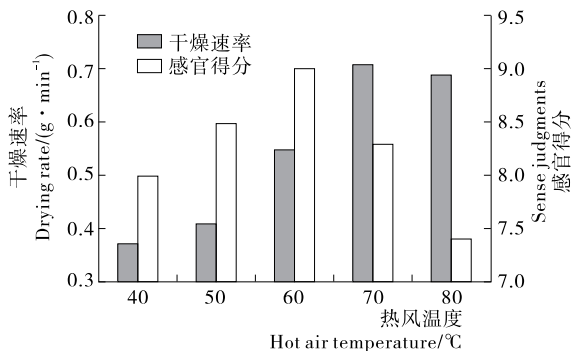


图 2 热风温度对杏鲍菇干燥速率和感官得分的影响

Figure 2 The influence of hot air temperature to pleurotus eryngii Drying rata and sense judgments

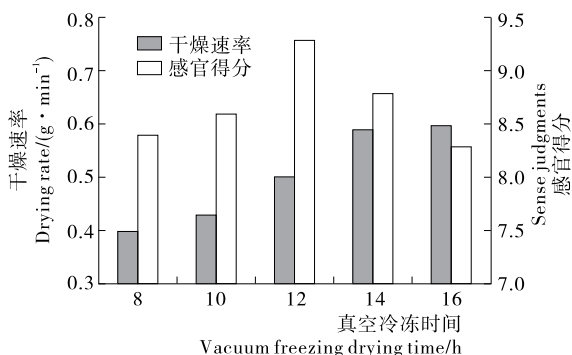


图 3 真空冷冻时间对杏鲍菇干燥速率和感官得分的影响

Figure 3 The influence of vacuum freeze time to pleurotus eryngii Drying rata and sense judgments

先升高后逐渐减少,在 30 min 增加到 60 min 时复水比从 2.31 提升到 2.61,但在 60 min 后复水比下降,杏鲍菇表层水分蒸发较快破坏了细胞壁从而影响了其吸水能力,故复水比随时间的增加而降低,这一结果与刘志芳等^[19]对鸡腿菇研究相似。而氨基酸有逐渐下降的趋势,如 30 min 时氨基酸含量达到最高,70 min 时氨基酸含量下降了 23.5%。杏鲍菇在高温干燥导致部分蛋白质变性,即从可溶状态分解为不溶状态,降低了氨基酸的含量。

热风干燥温度的增加,复水比呈现先增加后降低,在温度达到 70 °C 以后急剧下降,可能是温度过高而造成细胞和内部框架变形越大,其恢复原有状态的可能性就越小^[20]。氨基酸含量随着温度的增加而逐渐降低,从 477.69 mg/100 g 降低至 356.74 mg/100 g,下降了 25.3%。高温下蛋白质容易发生反应导致氨基酸含量下降,因此温度越低有利于保持氨基酸的含量。这与游楚镇等^[21]得出结论相同。

在真空冷冻干燥不同时间的情况下,杏鲍菇热风—真空冷冻干燥的复水比呈现先上升后下降的趋势,如在 14 h 复水比已达到 2.88,但从 14 h 到 16 h 复水率降至 2.35。而氨基酸含量持续下降,降低了 14.9%。在冷冻干燥过程中破坏了杏鲍菇原有的组织结构,使细胞通透性增加,从而加速了氨基酸的损失^[22]。

综上所述,在热风时间 50~60 min、热风温度 50~60 °C、真空冷冻干燥时间 8~14 h 时,可以获得较好的干燥效果。

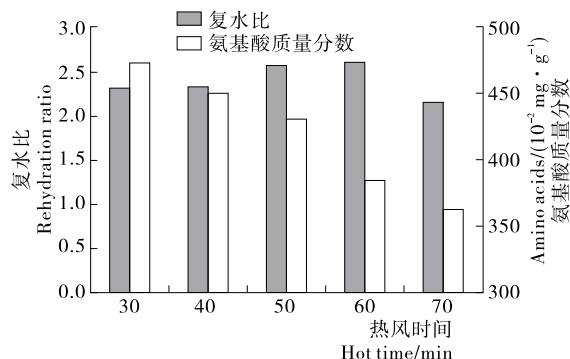


图 4 热风时间对杏鲍菇复水比和氨基酸质量分数的影响

Figure 4 The influence of hot air time to pleurotus eryngii Rehydration ratio and amino acids

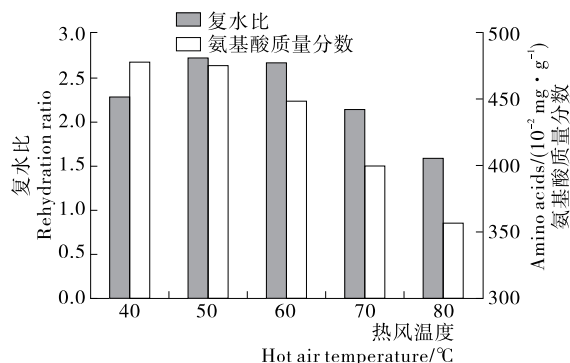


图 5 热风温度对杏鲍菇复水比和氨基酸质量分数的影响

Figure 5 The influence of hot air to pleurotus eryngii Rehydration ratio and amino acids

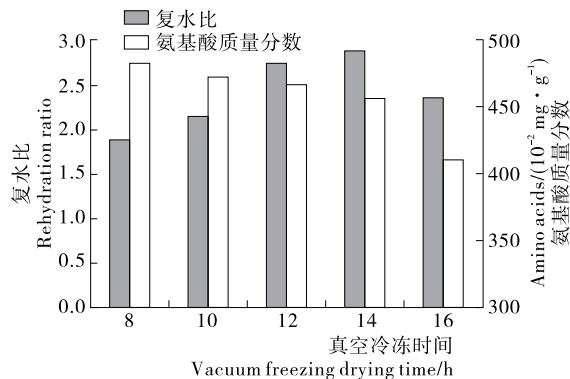


图 6 真空冷冻时间对杏鲍菇复水比和氨基酸质量分数的影响

Figure 6 The influence of vacuum freeze time to pleurotus eryngii Rehydration ratio and amino acids

2.2 响应面法优化试验设计

在单因素试验基础上,选取适当的热风干燥温度、热风干燥时间、真空冷冻干燥时间,采用 Box-Behnken 中心试验组合设计进行杏鲍菇热风—真空冷冻干燥的多因素试验。热风温度、热风时间以及真空冷冻时间的水平编码见表 1。

采用 Design Expert.8.0.6.1 统计分析软件对杏鲍菇热风—真空冷冻干燥综合得分的试验结果进行回归分析,得二次回归方程:

$$S = 0.75 + 0.026A + 0.079B + 0.053C - 0.052AB - 0.12AC - 0.015BC - 0.14A^2 - 0.15B^2 - 0.11C^2 \quad (4)$$

表1 试验因素水平表
Table 1 Factor and levels of test

水平	A 热风干燥 温度/℃	B 热风干燥 时间/min	C 真空冷冻干 燥时间/h
-1	50	50	8
0	55	55	11
1	60	60	14

对杏鲍菇热风—真空冷冻干燥响应面试验进行方差分析,由表3可知,模型 $P=0.0019 < 0.01$,失拟项检验 $P=0.0550, P > 0.05$ 不显著,说明该模型拟合程度较好,可用此模型进行预测与分析。

由表3可知,对杏鲍菇热风—真空冷冻干燥综合得分影响的主次顺序为热风时间>真空冷冻干燥时间>热风温度,其中一次项热风时间对热风—真空冷冻干燥的综合得分影响极其显著。二次项热风温度和时间及真空冷冻时间;热风温度和真空冷冻时间的交互作用有显著影响($P < 0.05$)。

热风时间为55 min时,热风温度和真空冷冻时间对综合得分的影响见图7,随着热风温度和真空冷冻时间的增加,综合得分也随着增加。当热风温度为55℃,真空冷冻时间为11 h时,综合得分随着因素的增加而逐渐下降,说明真空冷冻时间和热风温度过高或过低时,均对综合得分有影响。

利用回归方程(4)预测杏鲍菇热风—真空冷冻干燥的最佳条件为热风温度54.7℃、热风时间53.7 min、真空冷冻时间11.25 h。在此条件下,杏鲍菇热风—真空冷冻干燥综合得分0.765。考虑实际生产应用,最佳干燥条件应修正为:热风温度55℃、热风时间54 min和真空冷冻时间11 h。在此条件下进行3次平行实验,测得综合得分为0.759,与预测值

表2 响应面法试验设计及试验结果

Table 2 Program and results of RSA test

序号 No	A	B	C	Y 综合评分
1	0	-1	1	0.415
2	-1	0	1	0.651
3	0	0	0	0.724
4	-1	1	0	0.566
5	0	1	1	0.595
6	1	1	0	0.457
7	-1	-1	0	0.358
8	1	0	-1	0.585
9	-1	0	-1	0.233
10	0	0	0	0.780
11	0	1	-1	0.590
12	0	0	0	0.792
13	1	0	1	0.519
14	0	0	0	0.718
15	0	-1	-1	0.348
16	1	-1	0	0.445
17	0	0	0	0.616

表3 回归模型方差分析[†]
Table 3 Variance analysis

变异来源	平方和	自由度	均方	F	P
模型	0.400	9	0.045	11.68	0.0019**
A	5.408E-003	1	5.408E-003	1.41	0.2742
B	0.050	1	0.050	12.99	0.0087**
C	0.022	1	0.022	5.85	0.0462*
AB	0.011	1	0.011	2.76	0.1406
AC	0.059	1	0.059	15.24	0.0059**
BC	9.610E-004	1	9.610E-004	0.25	0.6324
A ²	0.082	1	0.082	21.44	0.0024**
B ²	0.095	1	0.095	24.62	0.0016**
C ²	0.053	1	0.053	13.72	0.0076**
残差	0.027	7	3.843E-003		
失拟项	0.022	3	7.382E-003	6.21	0.0550
纯误差	4.757E-003	4	1.189E-003		
总变异	0.430	16			

[†] * 表示为显著($P < 0.05$), ** 表示为极显著($P < 0.01$)。

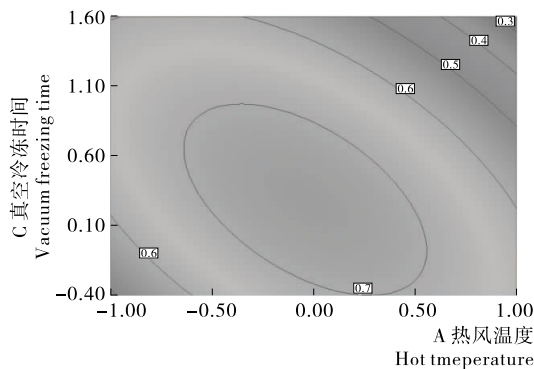
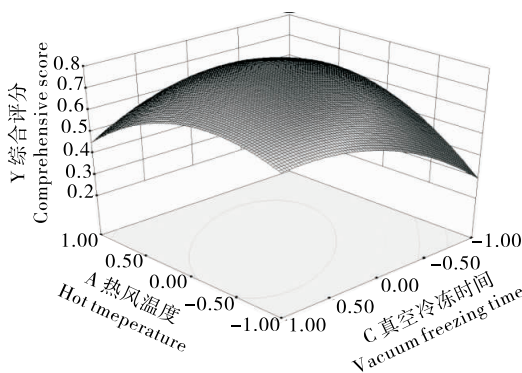


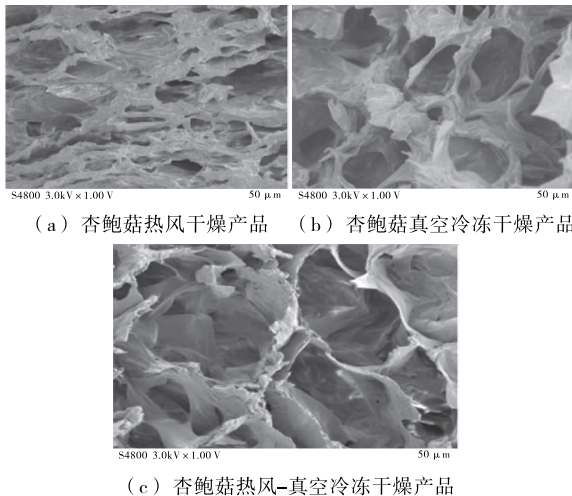
图7 热风时间为55 min时热风温度和真空冷冻时间对综合得分影响

Figure 7 Effect of hot air temperature and vacuum freezing drying time on comprehensive score with hot air time of 55 min

绝对误差值低于5%。证明此模型合理可靠。

2.3 干燥方法对干燥后杏鲍菇微观结构的影响

由图8可知,热风干燥后的样品细胞结构排列致密,细胞坍塌和收缩严重。真空冷冻干燥的样品细胞结构形成多孔状,同时细胞坍塌较少,呈现海绵状结构。干燥室内形成



(a) 杏鲍菇热风干燥产品 (b) 杏鲍菇真空冷冻干燥产品

(c) 杏鲍菇热风—真空冷冻干燥产品

图 8 杏鲍菇不同干燥方法的扫描电子显微镜图片

Figure 8 Scanning electron micrographs of pleurotus eryngii dried with different methods

较大的气压差,使产品的周围的水分快速蒸发,导致细胞肿胀同时与样品内形成较大的通道。Huang 等^[23]的研究也表明真空冷冻干燥能较好地保持样品原来的细胞结构。热风—真空冷冻干燥的样品孔隙较大,细胞之间界限清楚,孔壁较薄,在前期热风干燥使得杏鲍菇内部结构形成均一的水蒸气通道,有利于真空冷冻干燥迅速、均匀地脱水。

2.4 干燥方法对杏鲍菇干燥单位能耗影响

由表 4 可知,杏鲍菇热风—真空冷冻干燥所需时间和单位能耗分别比真空冷冻干燥减少 25.5%,6.3%,比热风干燥要减少 156.4%,63.3%。说明联合干燥可以降低能耗。

表 4 单位能耗比较

Table 4 Comparison of unit energy consumption

干燥方式	干燥时间/ h	单位能耗/ (kW·h·kg ⁻¹)
热风干燥	4.50	19.90
真空冷冻干燥	15.50	34.67
联合干燥	11.54	32.49

3 结论

在单因素试验的基础上,利用 Plackett-Burman 方法对杏鲍菇干燥工艺条件进行优化,确定其最佳干燥工艺参数组合:热风温度 55 ℃、热风时间 54 min、真空冷冻时间 11 h。综合得分为 0.759,试验值和理论值几乎吻合,模型拟合度较好。该试验将热风 and 真空冷冻干燥技术有机结合,不仅可以减少杏鲍菇在热风干燥过程中对其营养成分的破坏,还可解决真空冷冻干燥速率慢,设备干燥负荷大等问题,可为杏鲍菇生产提供理论依据。本研究对杏鲍菇联合干燥工艺的应用还处于小试阶段,有待进行大规模生产。

参考文献

[1] 林晓民,李振岐,侯军.中国大型真菌的多样性[M].北京:中国农业出版社,2005:195-196.

[2] KIM M Y, CHUNG M I, LEE S J, et al. Comparison of free amino acid, carbohydrates concentrations in Korean edible and medicinal mushrooms[J]. Food Chemistry, 2009, 113(2): 386-393.

[3] 赖谱富,陈君琛,沈恒胜,等.杏鲍菇脆片的杀青及干燥工艺优化[J].核农学报,2015,29(11):2141-2149.

[4] REIS F S, BARROS L, MARTINS A, et al. Chemical composition and nutritional value of the most widely appreciated cultivated mushrooms: An inter-species comparative study[J]. Food and Chemical Toxicology, 2012, 50(2): 191-197.

[5] AKRAM K S, AHN J J, YOON S R, et al. Quality attributes of pleurotus eryngii following gamma irradiation[J]. Postharvest Biology and Technology, 2012, 66: 42-47.

[6] 谢国芳,谭书明,王贝贝,等.果蔬采后处理和天然保鲜技术的研究进展[J].食品工业科技,2012,33(14):421-422.

[7] 朱红英,初众,吴桂草.青胡椒真空冷冻干燥工艺研究[J].食品与机械,2012,28(4):213-216.

[8] 郑晓杰,李燕,卢杰,等.鱼糜制品真空冷冻干燥工艺优化[J].食品与机械,2013,29(1):216-218.

[9] 张会坡,张子德,陈志周,等.板栗真空冷冻干燥工艺研究[J].食品与机械,2005,21(2):27-31.

[10] 张芳,张永茂,张海燕,等.蚕豆冷冻-真空干燥工艺的优化[J].食品与发酵工业,2013,39(12):135-139.

[11] RATTI C. Hot air and freeze-drying of high-value foods: a review[J]. Journal of Food Engineering, 2001(49):311-319.

[12] TIAN Yu-ting, ZHAO Ying-ting, HUANG Ji-jun, et al. Effects of different drying methods on the product quality and volatile compounds of whole shiitake mushrooms[J]. Food Chemistry, 2016, 197: 714-722.

[13] 赖谱富,陈君琛,沈恒胜,等.杏鲍菇脆片的杀青及干燥工艺优化[J].核农学报,2015,29(11):2141-2149.

[14] LI Xiao-bei, TAO Feng, ZHOU Feng, et al. Effects of drying methods on the tasty compounds of Pleurotus eryngii[J]. Food Chemistry, 2015, 166: 358-364.

[15] 曹建康,姜微波,赵玉梅.果蔬采后生理生化实验指导[M].北京:中国轻工业出版社,2007:41-44.

[16] 张黎骅,张文,吕珍珍,等.响应面法优化酒糟微波间歇干燥工艺[J].农业工程学报,2011,27(3):369-374.

[17] 黄建立,黄艳,郑宝东,等.银耳热风-微波真空联合干燥工艺优化的研究[J].中国农学通报,2009,25(22):88-91.

[18] 张丽,薛妍君,汝骅,等.热风干燥对芥菜风味和品质的影响[J].食品工业科技,2014(15):194-207.

[19] 刘志芳,汪文科,王治江,等.不同干燥方法对鸡腿菇干制品品质的影响[J].食品与发酵工业,2012,38(14):108-110.

[20] 徐艳阳,张愨,孙金才.真空冷冻干燥毛竹笋的实验研究[J].食品工业科技,2005,26(2):99-101.

[21] 游楚镇,林俊芳,郭丽琼,等.不同干制温度对杏鲍菇品质的影响[J].现代食品科技,2013,29(6):1252-1254.

[22] 申江,张现红,胡开永.菠菜低温真空干燥试验研究[J].食品工业科技,2014(5):269-272.

[23] HUANG Lue-lue, ZHANG Min, WANG Li-ping, et al. Influence of combination drying methods on composition, texture, aroma and microstructure of apple slices[J]. LWT-Food Science and Technology, 2012, 47(1): 183-188.