

微波干燥对青花椒挥发油含量的影响及工艺优化

Effect of microwave drying conditions on volatile oil content in *zanthoxylum schinifolium* and its process optimization

彭 林¹ 田 冰¹ 王 玲¹ 阚建全¹ 陈厚荣^{1,2,3}

PENG Lin¹ TIAN Bin¹ WANG Lin¹ KAN Jian-quan¹ CHEN Hou-rong^{1,2,3}

(1. 西南大学食品科学学院, 重庆 400715; 2. 农业部农产品贮藏保鲜质量安全风险评估实验室〔重庆〕, 重庆 400716; 3. 食品科学与工程国家级实验教学示范中心〔西南大学〕, 重庆 400715)

(1. Food Science College, Southwest University, Chongqing 400715, China; 2. Department of Agriculture Storage Fresh-Keeping Quality and Safety Risk Assessment Laboratory〔Chongqing〕, Chongqing 400715, China; 3. National Demonstration Center for Experimental Food Science and Technology Education〔Southwest University〕, Chongqing 400715, China)

摘要:以经过蒸汽灭酶的九叶青花椒为原料,研究微波功率、铺放量及间歇微波时间对微波干燥青花椒挥发油含量的影响。在单因素试验的基础上,以青花椒挥发油含量为响应值,根据 Box-Behnken 中心组合试验设计原理,进行优化试验设计,并建立青花椒的微波干燥回归模型。结果表明:青花椒微波干燥指标优化的条件为微波功率 354.26 W、铺放量 211.93 g、微波时间 51.4 s,该条件下青花椒干燥后挥发油含量为 0.087 748 5 mL/g,微波干燥验证实验结果与优化结果的误差为 0.85%,优化结果可靠。

关键词:青花椒;微波干燥;挥发油

Abstract: The Optimization of the microwave drying process was investigated using the response surface method in the “Jiuyeqing” *Zanthoxylum schinifolium*, with enzyme-inactivated by steam. The effects of microwave power, volume and intermittent microwave time on the content of volatile oil in microwave-dried *Z. schinifolium* were studied, and the suitable influence range was determined. On the basis of single factor experiment, the content of volatile oil was based on the Box-behnken Center combination test design principle, and the microwave drying regression model of it was established. The results showed that the optimal microwave drying parameters were as follows. The microwave power was 354.26 W, and the volume was 211.93 g

and the intermittent microwave time was 51.4 s. Under this condition, the content of essential oil after drying was 0.087 748 5 mL/g, and the error of optimization result was 0.85%, with reliable optimization results.

Keywords: zanthoxylum schinifolium; microwave drying; volatile oil

花椒原产中国,属芸香科花椒属植物,现遍布全球,约有 250 种^[1]。具有杀虫止痒、祛风除湿、温中止痛等功效^[2]。花椒挥发油中成分众多^[3],对寄生虫^[4]、杆菌^[5]、真菌^[6-7]均有较强的抑制作用;能清除羟基自由基,具有抗氧化等作用^[8-9],因此花椒的挥发油含量成为花椒的重要评价指标之一^[10]。青花椒在干制过程中受热挥发油易流失,所以研究鲜花椒在干制过程中的挥发油保持情况对于花椒的品质具有十分重要的作用。目前,花椒干燥主要有热风干燥^[11-12]、微波干燥^[13]、微波真空干燥^[14]等。微波干燥具有加热均匀、速度快、效率高且便于工业化推广应用等特点,在花椒工业化干燥生产上具有应用价值。目前在花椒微波干燥研究方面,主要集中在数学模型^[15-16]、微波干燥特性^[17-18]以及微波干燥对品质^[19-20]的影响等方面,而微波干燥条件对花椒挥发油含量的影响研究尚未见报道。

本试验拟研究微波干燥条件对青花椒挥发油含量的影响,并进行优化试验,以期对青花椒微波干燥技术的工业化应用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

青花椒:九叶青,经蒸汽灭酶、真空包装、冷冻保藏,购于重庆市江津区。

基金项目:重庆市现代特色效益农业技术体系创新团队建设计划项目(编号:2017[7]号);中华人民共和国农业部财政专项项目(编号:GJFP201701102)

作者简介:彭林,女,西南大学在读本科生。

通信作者:陈厚荣(1968—),男,西南大学副教授,博士。

E-mail:chourong@swu.edu.cn

收稿日期:2017-09-28

1.2 仪器与设备

分析天平:FA2004型,上海舜宇恒平科学仪器有限公司;

电子天平:HC-CB20002型,慈溪市华徐衡器实业有限公司;

实验用小型微波干燥设备(800 W):RWB-08S型,南京苏恩瑞实验仪器有限公司;

花椒粉碎机:MJ-BL25B2型,广东美的生活电器制造有限公司;

万用电炉:DL-1型,北京中兴伟业仪器有限公司。

1.3 方法

1.3.1 工艺流程

原材料→解冻→去除霉烂、病虫害青花椒→称重→装盘→微波干燥→指标测定

1.3.2 操作要点 取经蒸汽灭菌、真空包装、冷冻后的青花椒,在常温水中解冻1 h,称重平铺于100目标准样筛(干燥盘)中,将干燥设备设定到所需参数,将样品置于干燥设备中干燥;期间间隔拿出称量,记录数据并观察花椒干燥情况,冷却后重新放入干燥设备中进行微波干燥。反复进行上述操作,直至达到青花椒安全含水率($<11\%$)时停止干燥,去籽后利用花椒粉碎机粉碎,再利用挥发油测定器测定样品挥发油含量。

1.3.3 挥发油含量的测定 根据GB/T 17527—2009《胡椒精油含量的测定》修改如下:用花椒粉碎机将干燥后的花椒样品粉碎,通过40目标准样筛筛分,将通过40目筛的花椒粉样品储存于食品级自封袋,并置于干燥器中备用。

称取过筛的花椒粉试样5.00 g,置于500 mL圆底烧瓶后,加入蒸馏水400 mL,再加入防爆沸粒5~6颗,将蒸馏接收管注满蒸馏水后,连接挥发油测定器,利用万用电炉加热该圆底烧瓶,缓慢蒸馏4 h,关闭电炉电源,冷却至室温后读出蒸馏接收管中的花椒挥发油体积。花椒挥发油的含量用每克花椒提取的挥发油体积表示,单位为mL/g。

1.3.4 微波干燥单因素试验 称取一定量青花椒进行微波干燥,根据前期预试验的情况,分别研究微波功率、铺放量、间歇微波时间对花椒挥发油含量的影响。

(1) 微波功率:控制间歇微波时间为50 s、铺放量为150 g,研究不同微波功率(210, 280, 350, 420, 490 W)对青花椒挥发油含量的影响。

(2) 铺放量:控制间歇微波时间为50 s、微波功率350 W,研究不同铺放量(100, 150, 200, 250, 300 g)对青花椒挥发油含量的影响。

(3) 间歇微波时间:控制铺放量为150 g、微波功率为350 W的条件下,研究不同间歇微波时间(40, 50, 60, 70, 80 s)对花椒挥发油含量的影响。

1.3.5 微波干燥响应面试验 根据单因素试验结果,利用Box-Behnken的中心组合试验设计原理,以微波功率、铺放量及间歇微波时间为影响因子,挥发油含量为响应值,进行三因素三水平试验,优化青花椒的微波干燥条件。

1.4 数据统计与分析

利用Origin 8.6软件绘制单因素折线图,进行趋势分析;利用Design-Expert 8.06软件,对中心组合试验设计进行线性回归和方差分析。

2 结果与分析

2.1 单因素试验结果与分析

2.1.1 微波功率对花椒挥发油含量的影响 由图1可知,在一定范围内,花椒微波干燥挥发油含量随微波功率的升高先升高再降低,在微波功率为350 W时,挥发油含量最高。这可能是微波功率较小时,干燥总时间随着微波功率的升高而降低,干燥过程中挥发油的总损耗减少,当微波功率继续升高,达到一定程度后,干燥设备内温度较高,加快挥发油的挥发速度,故而导致挥发油含量较小。微波功率350 W左右时样品挥发油含量较高。

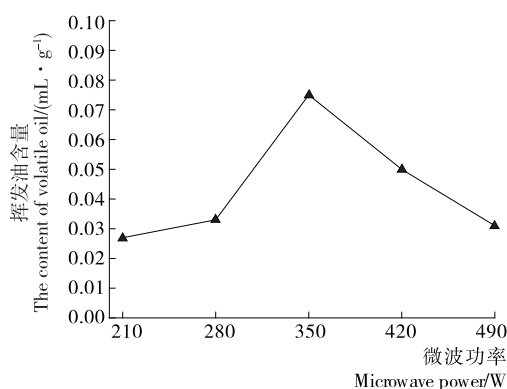


图1 微波功率对花椒挥发油含量的影响

Figure 1 The effect of microwave power on the content of volatile oil

2.1.2 铺放量对花椒挥发油含量的影响 由图2可知,在一定范围内,随着铺放量的增加,挥发油含量先升高再降低。在铺放量为200 g时,挥发油含量最高。原因可能是在铺放量较低时,随着铺放量的增加,微波的穿透性对内层花椒挥发油的破坏减小;当铺放量达到一定量时,干燥总时间较长,增加了挥发油在干燥过程中的损耗。在间歇微波时间为50 s、微波功率为350 W的条件下,铺放量200 g左右时挥发油含量较高。

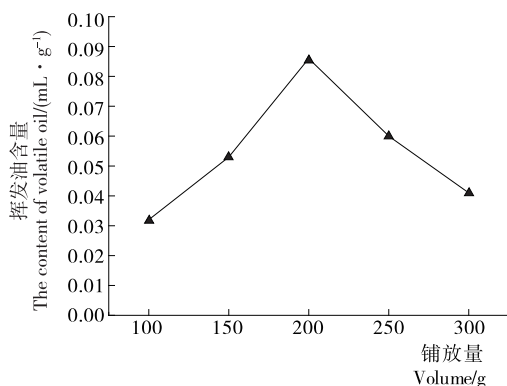


图2 铺放量对花椒挥发油含量的影响

Figure 2 The effect of volume on the content of volatile oil

2.1.3 间歇微波时间对花椒挥发油含量的影响 由图 3 可知,在一定范围内,随着间歇微波时间的延长,挥发油含量先升高再降低,当间歇微波时间为 50 s 时挥发油含量最大。原因可能是在间歇微波时间较短时,干燥总时间随着间歇微波时间的升高而降低,从而减少了挥发油在干燥过程的损耗。当间歇微波时间持续延长,到达一定程度时,干燥设备内温度升高,加速了挥发油的挥发,导致其含量减少。在控制铺放量为 150 g、微波功率为 350 W 的条件下,间歇微波时间间隔 50 s 左右时挥发油含量较高。

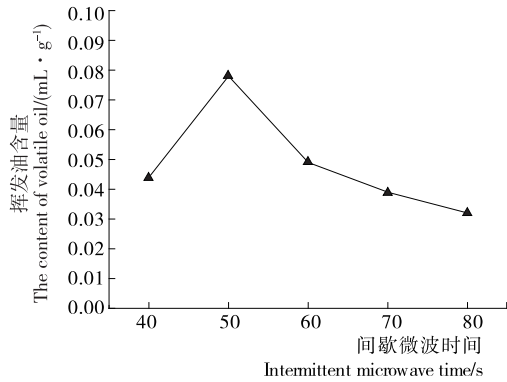


图 3 间歇微波时间对花椒挥发油含量的影响

Figure 3 The effect of intermittent microwave time on the content of volatile oil

2.2 响应面试验结果与分析

根据单因素试验结果,综合考虑各因素对花椒挥发油含量的影响,选取各因素的水平见表 1。利用 Design-Expert 8.06 分析软件,采用 Box-Behnken 设计试验,以挥发油含量为响应值对微波干燥青花椒的工艺进行优化,结果见表 2。

2.2.1 挥发油含量的回归方程及方差分析 利用 Design-Expert 8.06 分析软件对表 2 的数据进行分析得到二次多项式回归方程:

$$Y=0.087+0.004\ 375X_1+0.005\ 75X_2+0.004\ 875X_3-0.006X_1X_2+0.002\ 75X_1X_3+0.004X_2X_3-0.027X_1^2-0.012X_2^2-0.022X_3^2。$$
 (1)

由表 3 可知,以挥发油含量为响应值时,模型 $P<0.000\ 1$,表明该方程模型极显著,故而该模型是可靠的; X_1 、 X_2 、 X_3 、 X_1X_2 、 X_1X_3 、 X_2X_3 、 X_1X_2 、 X_1X_3 、 X_2X_3 对干燥后青花椒挥发油含量的影响显著; X_1^2 、 X_2^2 、 X_3^2 对干燥后青花椒挥发油含量的影响极显著;失拟项 $P=0.433\ 0>0.05$,表示模型预测值与实际误差值较小,即可用该数学模型推测试验结果;方程相关系数 $R^2=0.995\ 6$,表示预测值与实测值之间具有很高的相关性;方程修正相关系数 $R_{adj}^2=0.990\ 0$,表明此

表 1 响应面试验因素水平表

Table 1 Response surface test factor level table

水平	X_1 微波功率/W	X_2 铺放量/g	X_3 间歇微波时间/s
-1	280	150	40
0	350	200	50
1	420	250	60

表 2 响应面试验方案及结果

Table 2 Response surface test plan and results

试验号	X_1	X_2	X_3	Y 挥发油含量/ (mL · g ⁻¹)
1	0.000	0.000	0.000	0.085
2	0.000	1.000	1.000	0.067
3	1.000	0.000	1.000	0.048
4	-1.000	-1.000	0.000	0.030
5	0.000	0.000	0.000	0.084
6	-1.000	1.000	0.000	0.055
7	1.000	1.000	0.000	0.052
8	-1.000	0.000	-1.000	0.032
9	0.000	0.000	0.000	0.089
10	0.000	0.000	0.000	0.087
11	0.000	-1.000	1.000	0.049
12	1.000	-1.000	0.000	0.051
13	0.000	0.000	0.000	0.088
14	0.000	1.000	-1.000	0.047
15	0.000	-1.000	-1.000	0.045
16	-1.000	0.000	1.000	0.034
17	1.000	0.000	-1.000	0.035

表 3 回归方程系数及显著性检验结果[†]

Table 3 Analysis results of significance test of the regression coefficients

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值
模型	7.282E-003	9	8.091E-004	177.28	<0.000 1
X_1	1.531E-004	1	1.531E-004	33.55	0.000 7
X_2	2.645E-004	1	2.645E-004	57.95	0.000 1
X_3	1.901E-004	1	1.901E-004	41.65	0.000 3
X_1X_2	1.440E-004	1	1.440E-004	31.55	0.000 8
X_1X_3	3.025E-005	1	3.025E-005	6.63	0.036 8
X_2X_3	6.400E-005	1	6.400E-005	14.02	0.007 2
X_1^2	3.109E-003	1	3.109E-003	681.24	<0.000 1
X_2^2	6.500E-004	1	6.500E-004	142.42	<0.000 1
X_3^2	2.070E-003	1	2.070E-003	453.62	<0.000 1
残差	3.195E-005	7	4.564E-006		
失拟项	1.475E-005	3	4.917E-006	1.14	0.433 0
误差	1.720E-005	4	4.300E-006		
总和	7.314E-003	16			

[†] $R^2=0.995\ 6$; $R_{adj}^2=0.990\ 0$ 。

模型能解释 99.00% 的响应值变化。

2.2.2 响应面结果分析 由图 4(a)可知,在一定范围内,当铺放量一定时,花椒挥发油含量随微波功率的增加先增加后减小;当微波功率一定时,花椒挥发油含量随铺放量的增加先升高后减小。曲面较为陡峭,说明微波功率和铺放量对微波干燥后青花椒挥发油含量的影响较大。由图 4(b)可知,等

高线为椭圆形,说明微波功率与铺放量的交互作用较为显著。

由图 5(a)可知,在一定范围内,当间歇微波时间一定时,挥发油含量随微波功率的增加先升高再降低;当微波功率一定时,挥发油含量随间歇微波时间的延长先升高再降低。曲面较为陡峭,说明微波功率和间歇微波时间对微波干燥后青花椒挥发油含量的影响较大。由图 5(b)可知,等高线为椭圆

形,说明微波功率与间歇微波时间的交互作用较为显著。

由图 6(a)可知,在一定范围内,当间歇微波时间一定时,挥发油含量随铺放量的增加先升高再降低;当铺放量一定时,挥发油含量随间歇微波时间的延长先升高再降低。曲面较为陡峭,说明铺放量和间歇微波时间对微波干燥后青花椒挥发油含量的影响较大。由图 6(b)可知,等高线为椭圆形,说明铺放量与间歇微波时间的交互作用较为显著。

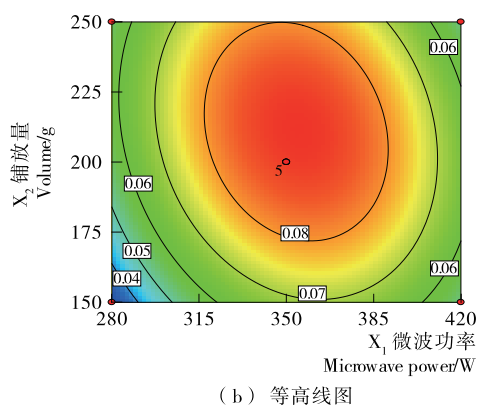
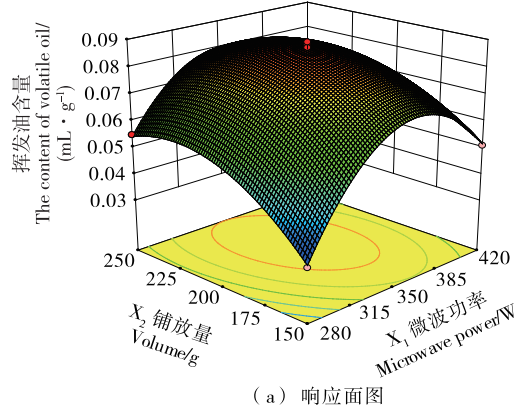


图 4 微波功率及铺放量对挥发油含量的影响
Figure 4 The influence of microwave power and volume on the content of volatile oil

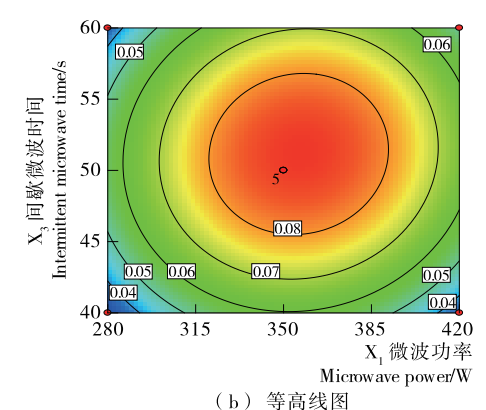
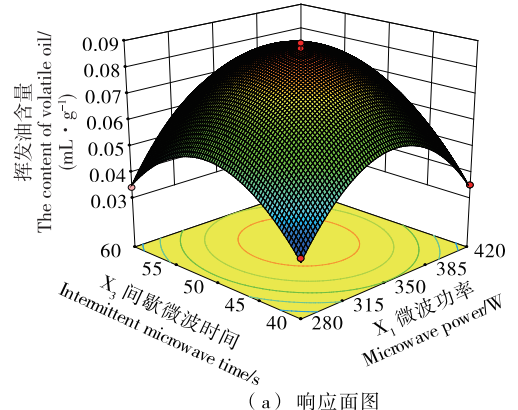


图 5 微波功率及间歇微波时间对挥发油含量的影响
Figure 5 The influence of microwave power and intermittent microwave time on the content of volatile oil

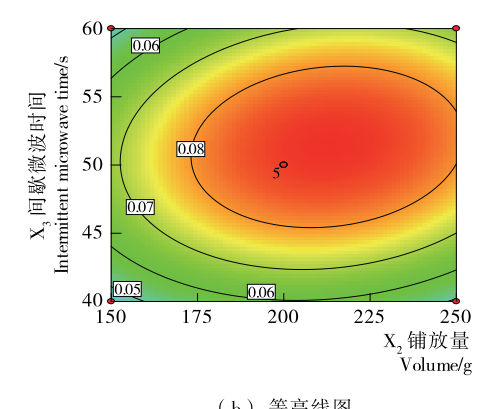
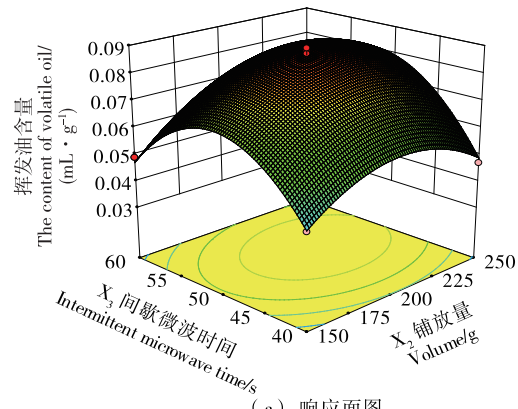


图 6 铺放量及间歇微波时间挥发油含量的影响
Figure 6 The influence of volume and intermittent microwave time on the content of volatile oil

2.3 微波干燥青花椒工艺的指标优化及验证

利用 Design-Expert 8.0.6 软件,通过设定挥发油含量取最大值,对青花椒的微波干燥进行工艺优化,得到微波功率 354.26 W、铺放量 211.93 g、间歇微波时间 51.4 s,在此条件下挥发油含量为 0.087 748 5 mL/g。

为进一步验证回归方程的准确性和有效性,根据最佳工艺条件设置设备参数(微波功率 355 W、铺放量 212 g、间歇微波时间 51 s),进行验证实验,得到花椒挥发油含量为 0.087 004 2 mL/g,与预测值相近,验证结果与优化结果的误差为 0.85%,可见回归模型能很好地预测干制青花椒挥发油含量,优化结果可靠。

3 结论

本研究采用单因素试验分析了微波干燥条件对挥发油含量的影响,发现微波干燥条件对于花椒挥发油含量有较大影响。进一步利用 Design-Expert 8.0.6 软件对花椒微波干燥的优化工艺进行指标优化,得到指标的优化条件为微波功率 354.26 W、铺放量 211.93 g、间歇微波时间 51.4 s,在此条件下挥发油含量为 0.087 748 5 mL/g。该研究可为微波干制青花椒工业化应用提供一定的理论依据。但是微波干制条件对挥发油含量的影响机理还有待进一步深入研究。

参考文献

- [1] 陈旅, 杨途熙, 魏安智, 等. 花椒研究概况[J]. 中国调味品, 2016, 41(10): 149-156.
- [2] 梅国荣. 花椒药材品质评价及饮片质量标准研究[D]. 成都: 成都中医药大学, 2016: 1-4.
- [3] 贾利蓉, 赵志峰, 雷绍荣, 等. 汉源青花椒挥发油的成分分析[J]. 食品与机械, 2008, 24(3): 105-108.
- [4] 邵杰, 宋瑞雯, 王改玲, 等. 响应面法优化花椒油树脂的超声提取工艺[J]. 食品工业科技, 2012, 33(24): 329-331.
- [5] 吴静. 花椒精油的提取工艺、化学成分分析与抗菌活性研究[D]. 合肥: 合肥工业大学, 2017: 1-3.
- [6] 梁美融, 谢漫丽, 张仁文, 等. 花椒精油抗氧化及抑足癣真菌活性的研究[J]. 大众科技, 2017, 19(6): 52-54.
- [7] 张怀予, 王军节, 陈园凡, 等. 水蒸气蒸馏法提取花椒精油及挥发性成分分析[J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(7): 166-172.
- [8] 徐坤, 孟晓, 孙俊秀, 等. 花椒油抗氧化活性研究[J]. 中国调味品, 2010, 35(7): 48-51, 59.
- [9] 王青, 孙金月, 郭淑, 等. 7 种特种油脂的脂肪酸组成及抗氧化性能[J]. 中国油脂, 2017, 42(6): 125-128, 154.
- [10] 朱琳, 余晓琴, 阚建全. 花椒质量等级新要素探讨与分析[J]. 食品与机械, 2009, 25(2): 160-166.
- [11] 李兴东, 常迎香, 刘海忠, 等. 花椒热风干燥特性的实验分析与数学模型[J]. 食品工业科技, 2011, 32(4): 145-147.
- [12] 周秀梅. 花椒间歇式热风干燥试验研究[D]. 重庆: 西南大学, 2008: 1-4.
- [13] 吕丽爽. 微波干燥技术在食品中的应用[J]. 食品与机械, 2006, 22(5): 119-122.
- [14] 张黎骅, 郑严, 秦文. 花椒的真空微波干燥工艺参数优化[J]. 西南大学学报: 自然科学版, 2008(7): 179-183.
- [15] 赵超. 花椒间歇式微波干燥理论及工艺优化的试验研究[D]. 重庆: 西南大学, 2006: 1-4.
- [16] 张黎骅, 张芳, 赵超. 花椒微波干燥数学模型的试验研究[J]. 农机化研究, 2008(12): 104-106, 109.
- [17] 张黎骅, 杨仁强. 花椒微波间歇干燥的试验研究[J]. 农机化研究, 2008(5): 125-127, 130.
- [18] 赵超, 陈建, 邱兵, 等. 花椒微波干燥特性试验[J]. 农业机械学报, 2007(3): 99-101, 98.
- [19] 祝瑞雪, 高鸿, 赵志峰, 等. 响应面法优化青花椒微波干燥工艺[J]. 中国调味品, 2012, 37(1): 51-55.
- [20] 王娟, 孟晓, 蒋丽施. 微波干燥条件对花椒品质的影响[J]. 轻工科技, 2015, 31(5): 8-9, 35.
- [15] QI Li-jun, LI Yu-lin, LUO Xiao-hu, et al. Detoxification of zearalenone and ochratoxin A by ozone and quality evaluation of ozonized corn[J]. Food Additives & Contaminants Part A Chemistry Analysis Control Exposure & Risk Assessment, 2016, 33(11): 1 700.
- [16] WANG Li, LUO Ying-peng, LUO Xiao-hu, et al. Effect of deoxynivalenol detoxification by ozone treatment in wheat grains[J]. Food Control, 2016, 66: 137-144.
- [17] LUO Xiao-hu, WANG Li, WANG Ren, et al. Analyses by UP-¹³C Q-TOF MS of products of aflatoxin B-1 after ozone treatment[J]. Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess, 2014, 31(1): 105-110.
- [18] HOIGNÉ J, BADER H. Rate constant of reaction of ozone with organic and inorganic compounds in water-I: Non-dissociating organic compounds [J]. Water Research, 1983, 17 (2): 173-183.
- [19] SONNTAG C V. Degradation of aromatics by Advanced Oxidation Processes in water remediation: Some basic considerations [J]. Journal of Water Supply: Research and Technology-AQUA, 1996, 45(2): 84-91.
- [20] LIU Rui-jie, WANG Rui-qi, LU Jian, et al. Degradation of AFB₁ (1) in aqueous medium by electron beam irradiation: Kinetics, pathway and toxicology[J]. Food Control, 2016, 66: 151-157.
- [21] PENG Chun-hong, DING Yang, AN Feng-ping, et al. Degradation of ochratoxin A in aqueous solutions by electron beam irradiation[J]. Journal of Radioanalytical & Nuclear Chemistry, 2015, 306(1): 39-46.
- [22] LUO Xiao-hu, QI Li-jun, LIU Yun-tao, et al. Effects of electron beam irradiation on zearalenone and ochratoxin a in naturally contaminated corn and corn quality parameters [J]. Toxins, 2017, 9(84): 1-11.
- [23] SCHMELLING D, POSTER D, CHAYCHIAN M. Applications of ionizing radiation to the remediation of materials contaminated with heavy metals and polychlorinated biphenyls[J]. Radiation Physics & Chemistry, 1998, 52(1): 371-377.
- [24] GUO Zhao-bing, ZHOU Fei, ZHAO Yong-fu, et al. Gamma irradiation-induced sulfadiazine degradation and its removal mechanisms[J]. Chemical Engineering Journal, 2012, 191 (19): 256-262.

(上接第 102 页)