

山茱萸微波冷冻干燥动力学及品质变化分析

Drying kinetics and quality changes analysis of *Cornus officinalis* dried by microwave freeze-drying

赵梦月¹ 段 续^{1,2} 任广跃^{1,2} 李琳琳¹

ZHAO Meng-yue¹ DU Xu^{1,2} REN Guang-yue^{1,2} LI Lin-lin¹

刘盼盼¹ 徐一铭¹ 车馨子¹

LIU Pan-pan¹ XU Yi-ming¹ CHE Xin-zi¹

(1. 河南科技大学食品与生物工程学院, 河南 洛阳 471023; 2. 粮食储藏安全河南省协同中心, 河南 郑州 450001)

(1. College of Food and Bioengineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang, Henan 471023, China; 2. Henan Cooperation Center for Grain Storage Security, Zhengzhou, Henan 450001, China)

摘要:目的:研究山茱萸微波冷冻干燥动力学特性及产品品质。方法:采用微波冷冻干燥技术,分析微波不同功率(100,200,300,400,500 W)下山茱萸干燥特性、总黄酮、总酚等品质变化并建立相关动力学模型。结果:山茱萸干燥过程分为升速和降速阶段,无明显的恒速阶段,微波功率升高,能够提高干燥速率、缩短干燥时间,数据拟合发现 Page 模型可以较为准确地预测山茱萸干燥过程中水分含量变化。整个干燥过程中,总黄酮含量呈快速下降和下降平缓两个阶段,总酚含量均呈快速下降趋势,且微波功率越高总黄酮、总酚含量下降速度越快。微波功率对复水比及色泽具有显著影响($P < 0.05$)。结论:提高微波功率可以提高干燥速率、缩短干燥时间,但微波功率过高易造成干制品品质下降。

关键词:山茱萸;微波冷冻干燥;动力学模型;品质

Abstract: Objective: To study the microwave freeze-drying kinetics and product quality of *Cornus officinalis*. Methods: The microwave freeze-drying technology was used to analyze the drying characteristics, quality changes of total flavonoids and total phenols of *Cornus officinalis* under different microwave power (100, 200, 300, 400, 500 W), and the related kinetic model was established. Results: The drying process of *Cornus officinalis* could be divided into two stages: rising rate and decrea-

sing rate, and there was no obvious constant rate stage. The increase of microwave power could improve the drying rate and shorten the drying time. Data fitting showed that page model could accurately predict the change of moisture content in the drying process of *Cornus officinalis*. In the whole drying process, the total flavonoids content showed two stages of rapid decline and gentle decline, the total phenol content showed a rapid decline trend, and the higher the microwave power, the faster the total flavonoids and total phenol content decreased. The microwave power had significant effects on the rehydration ratio and color ($P < 0.05$). Conclusion: Microwave power can increase drying rate and shorten drying time, but too high microwave power is easy to degrade the quality of dry products.

Keywords: *Cornus officinalis*; microwave freeze-drying; dynamic model; quality

山茱萸(*Cornus officinalis* Sieb. et Zucc)又名枣皮、药枣等,为山茱萸科植物山茱萸干燥成熟果肉,主要种植在河南、山西、陕西等地,是中国传统名贵药食同源滋补品^[1]。新鲜山茱萸果肉含有环烯醚萜苷、黄酮、鞣质、五环三萜、维生素、多糖等含量高生物活性化合物,具有降血糖、神经保护活性、抗氧化、抑菌抗炎等多种药理活性^[2-4]。然而,新鲜山茱萸采摘后含水率较高,同时其脆弱的质地易发生机械损伤,不利于长期保存和远距离运输。同时山茱萸具有十分敏感的结构,即使在较低温度下保存,也难以保持其新鲜度。干燥是山茱萸最常见的加工方式,在干燥过程中物料中水分被排除,能够抑制微生物生长,减少营养物质流失并显著延长货架期和耐贮藏性。常用于山茱萸干燥的方式是自然晾晒,该方法具

基金项目:国家“十三五”重点研发计划项目(编号:2017YFD0400901);国家自然科学基金(编号:31271972,31671907)

作者简介:赵梦月,女,河南科技大学在读硕士研究生。

通信作者:段续(1973—),男,河南科技大学教授,博士。

E-mail: duanxu_dx@163.com

收稿日期:2021-07-07

有干燥效率低、品质差等缺点;真空远红外干燥^[5]是另外一种干燥方式,干燥产品质量高,但存在干燥不均匀、辐射距离不能调节等问题;真空干燥是较理想的干燥方法,山茱萸干制品获得良好物理化学质量指标,但这种方法干燥时间长,能耗大^[6-7]。

微波冷冻干燥技术(Microwave freeze-drying, MFD)是一种将微波辐射与冷冻干燥技术相结合的新型干燥技术,与高成本、低效能的传统冷冻干燥技术相比较,微波加热提高了整体干燥速率,同时也可保持传统冷冻干燥的营养品质^[8-9]。近年来,微波冷冻干燥技术已在水果和蔬菜等食品干燥领域取得较快发展。Duan 等^[10]利用微波作为甘蓝干燥脱水加热源,与冷冻干燥相比,微波冷冻干燥可缩短 50% 以上的干燥时间,并具有显著杀菌效果。Cao 等^[11]研究了微波冷冻干燥技术对大麦草品质及能量供应的影响,结果表明,微波冷冻干燥大麦草能够获得更高质量的叶绿素和类黄酮,降低了冷冻干燥所需干燥时间和能耗,但高微波功率的输入会损害大麦草品质。然而,利用微波冷冻干燥技术干燥山茱萸的研究少见,微波冷冻干燥的微波功率对山茱萸干燥动力学以及生物活性化学成分的研究鲜见报道。

研究拟通过比较不同微波功率对山茱萸微波冷冻干燥特性的影响,结合常用干燥数学模型对山茱萸干燥过程拟合,明确微波冷冻干燥动力学,并进一步研究微波功率对山茱萸总黄酮、总酚、复水性及色泽的影响,以期如山茱萸微波冷冻干燥品质调控和实际工业生产提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与溶剂

山茱萸:产自河南省南阳市西峡县,所选山茱萸形状饱满、色泽鲜艳、成熟,无褐变;

芦丁、没食子酸:标准品,上海源叶生物有限公司;

福林酚试剂:标准品,上海蓝季科技发展有限公司;

乙醇、亚硝酸钠、氢氧化钠:分析纯,天津市德思化学试剂有限公司;

硝酸铝:分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

微波冷冻干燥机(如图 1 所示):实验室自行设计^[12];

电热恒温鼓风干燥箱:101 型,北京科伟永兴仪器有限公司;

电子天平:A.2003N 型,上海佑科仪器仪表有限公司;

色差仪:Xrite color i5 型,美国爱色丽公司;

紫外可见分光光度计:UV-2600 型,上海龙尼柯仪器有限公司;

旋转蒸发仪:R-1001LN/VN 型,郑州长城科工贸有限公司;

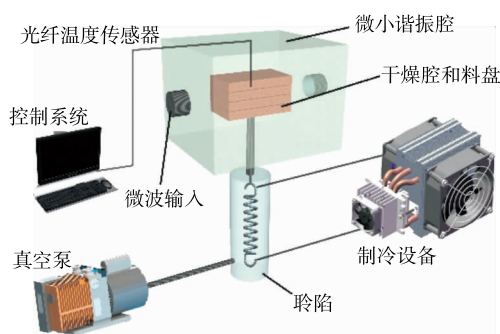


图 1 微波冷冻干燥设备示意图

Figure 1 Schematic diagram of microwave freeze drying equipment

电热恒温水浴锅:HH-S4 型,北京科伟永兴仪器有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 干燥试验 取新鲜饱满山茱萸原料,清洗、手工去核,放入冰箱冷冻室预冻处理,备用。将山茱萸平铺在干燥箱物料盘内,每盘约 200 g。启动微波冷冻干燥设备的制冷机,待制冷温度降至 -40℃,将物料盘放入干燥室。然后开启真空泵,设置真空度为 110 Pa。当物料温度与中心温度降至 -15℃ 开启微波系统。设置微波功率为 100,200,300,400,500 W,试验过程中每隔 0.5 h 取出物料盘称取一次质量,干燥至物料干基含水率为 0.09 g/g 结束试验。

1.3.2 山茱萸水分质量分数测定 根据 GB 5009.3—2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》中直接干燥法在 105℃ 恒温干燥箱中干燥样品,直至样品质量不再发生变化时为止。取 3 个平行试验的平均值。

1.3.3 干燥特性指标测定

(1) 干基含水率:

$$W_t = \frac{M_t - M}{M}, \quad (1)$$

式中:

W_t ——干燥 t 时刻山茱萸干基含水率, g/g;

M_t ——干燥 t 时刻山茱萸质量, g;

M ——达到绝干条件后山茱萸质量, g。

(2) 干燥速率:

$$D_R = \frac{W_{t_2} - W_{t_1}}{t_2 - t_1}, \quad (2)$$

式中:

D_R ——干燥速率, g/(g·h);

W_{t_1} ——干燥 t_1 时刻山茱萸干基含水率, g/g;

W_{t_2} ——干燥 t_2 时刻山茱萸干基含水率, g/g。

(3) 水分比(moisture ratio, M_R):由于样品干燥恒重时的干基含水率远比样品初始干基含水率和任意时刻干基含水率低^[13],因此不同干燥时间下物料样品水分比可

按式(3)计算。

$$M_R = \frac{W_t}{W_0}, \quad (3)$$

式中:

W_t ——干燥任意 t 时刻样品的干基含水率, g/g;

W_0 ——山茱萸初始干基含水率, g/g。

1.3.4 干燥数学模型建立 物料干燥过程中传热传质是一个复杂的过程,为了更好地描述与预测山茱萸干燥过程中水分流失过程,选取 7 个经典干燥数学模型对山茱萸干燥过程进行拟合^[14],具体见表 1。采用决定系数(R^2)、残差平方和(residual sum of squares, R_{ss})、卡方检验值(χ^2)评价拟合程度并确定干燥模型, R^2 越高(接近 1), R_{ss} 和 χ^2 越小则说明模型拟合程度越高^[15-16]。

表 1 干燥数学模型及其表达式

Table 1 Drying mathematical model and its expression

模型名称	模型表达式
Lewis	$M_R = \exp(-kt)$
Page	$M_R = \exp(-kt^n)$
Parabolic	$M_R = a + bt + ct^2$
Two-term exponential	$M_R = a \exp(-kt) + (1-a) \exp(-kat)$
Logarithmic	$M_R = a \exp(-kt) + c$
Henderson and Pabis	$M_R = a \exp(-kt)$
Wang and Singh	$M_R = bt^2 + at + 1$

1.3.5 总黄酮含量测定 采用 $\text{NaNO}_2\text{-Al}(\text{NO}_3)_3\text{-NaOH}$ ^[17] 为显色剂测定总黄酮含量。称取 1 g 山茱萸干燥样品,加入 40 mL 70% 乙醇溶液,70 °C 下超声提取 0.5 h,抽滤,摒弃滤渣,对滤液进行离心,设置转速为 4 000 r/min,离心 10 min。取上清液 1 mL 于 25 mL 容量瓶中,加入 70% 乙醇溶液稀释到 10 mL,加入 0.7 mL 5% NaNO_2 溶液,摇匀,静置 6 min,加入 0.7 mL 10% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 溶液,摇匀,静置 6 min,加入 5.5 mL 4% NaOH 溶液,用 70% 乙醇溶液定容至刻度线,摇匀,静置 15 min,在 510 nm 处测定吸光度。

1.3.6 总酚含量测定 采用 Folin-Cioncaileu 比色法^[18]。称取 1 g 山茱萸干燥样品,加入 30 mL 50% 乙醇溶液,30 °C 超声处理 1 h,抽滤提取液后,离心(10 000 r/min) 10 min,取上清液 0.8 mL 于试管中,分别加入 4 mL 稀释 10 倍的 Folin 酚试剂,摇匀,加入 6 mL 10% Na_2CO_3 溶液,振荡摇匀,避光保存 2 h,于 765 nm 处测吸光度。

1.3.7 复水比测定 根据文献^[19]修改如下:取干燥后的山茱萸干制品约 2 g 于烧杯中,放入 25 °C 水浴锅中水浴 2 h 后取出沥干,用滤纸擦拭干样品表面的水分,称重。按式(4)计算复水比:

$$R_R = \frac{M_d}{M_0}, \quad (4)$$

式中:

R_R ——样品复水比;

M_d ——山茱萸干制品复水后质量, g;

M_0 ——山茱萸干制品复水前质量, g。

1.3.8 色泽测定 采用 Xrite color i5 型色差仪测定干燥后样品的 L^* 、 a^* 、 b^* 值。其中 L^* 代表颜色黑白程度(0→100, $-L^*$ 代表黑度, $+L^*$ 代表白度); a^* 代表颜色红绿程度(绿→红, $-a^*$ 代表绿度, $+a^*$ 代表红度); b^* 代表颜色蓝黄程度(蓝→黄, $-b^*$ 代表蓝度, $+b^*$ 代表黄度)。将样品粉碎过筛混合均匀,每组样品测定 3 次,取平均值。

1.4 数据处理分析

利用 Excel 2016 软件对试验数据进行处理,采用 Origin 2017 软件进行图形绘制以及干燥模型拟合验证,采用 IBM SPSS 软件进行方差分析和显著性检验,显著水平为 $P < 0.05$,以不同字母代表显著性。

2 结果与分析

2.1 山茱萸微波冷冻干燥特性

图 2 为 110 Pa 下微波不同功率山茱萸微波冷冻干燥曲线和干燥速率曲线。由图 2(a)可知,随着干燥的进行,山茱萸干基含水率逐渐减少;随着微波功率的升高,干基含水率下降速率明显加快且干燥至终点所需要的时间大幅度缩短。当微波功率为 100 W 时,山茱萸干燥所需时间最长为 390 min,200,300,400 W 下 MFD 干燥所需时间分别为 360,330,300 min,当微波功率为 500 W 时, MFD 干燥所需时间最短,为 270 min,干燥时间比 100 W 时缩短了 30.77%。说明提高微波功率可以显著加快干燥进程。主要是在 MFD 干燥进程中,水分主要以升华的形式被排除,微波功率较低时不能提供物料冰晶升华所需要的热能,导致干燥进程延长。

如图 2(b)所示,山茱萸微波冷冻干燥过程中干燥曲线存在升速和降速两个阶段,与段柳柳等^[20]报道的怀山药微波冻干干燥速率曲线一致。微波功率对干燥速率曲线存在明显的影响,最高干燥速率随功率密度的增加而增加,较高水平的微波功率(即 500 W)导致山茱萸具有较高的干燥速率。可能是由于高微波加热产生的更多升华和解吸动量引起的,在干燥初期物料内部存在大量游离水,随着微波功率增加,山茱萸中冻结的水吸收微波能,促使水分子高速震动产生摩擦,将微波能转化为热能,使物料内部与表面产生温度梯度,推动水分子蒸发排出,干燥速率逐渐增加到达最高值;但随着物料持续干燥,物料所含有的自由水减少,物料所吸收微波量减少,物料水分脱出受到阻碍,干燥速率也随之降低。因此适当增加微波功率可以提高干燥速率^[21-22]。

2.2 山茱萸微波冷冻干燥动力学模型拟合

2.2.1 干燥模型的选择 为研究山茱萸在干燥过程中水

分变化情况,选择 5 组试验数据,运用表 1 中 7 种干燥数学模型对所测试验数据进行拟合,得到 R^2 、 R_{ss} 以及 χ^2 , 结果如表 2 所示。

由表 2 可知,对比不同微波功率下的 7 种模型的 R^2 可知,Page、Parabolic、Logarithmic 和 Wang and Singh 模型 R^2 均在 0.98 以上,其中 Page 模型 R^2 最高,均为 0.99 以上; χ^2 均 < 0.004 ,而 Page、Parabolic、Two-term exponential 和 Wang and Singh 模型卡方均 $< 0.002 5$,其中 Page 模型 χ^2 均最低,最大值为 0.000 29; R_{ss} 最低的是 Page 模型,均值为 0.002 26,其次是 Two-term exponential 模型, R_{ss} 均值为 0.005 12。综合分析,Page 模型具有最大的 R^2 、最小的 χ^2 和 R_{ss} ,说明 Page 模型是最适合预测山茱萸微波冷干燥特性的数学模型。

2.2.2 干燥数学模型的验证 采用已选定的 Page 模型进行验证,将山茱萸微波冷冻干燥水分比实际值与 Page 模型预测值比较,如图 3 所示,山茱萸干燥过程中水分比试验值与 Page 模型模拟预测值相接近,说明 Page 模型预测效果好,能够更好地模拟干燥趋势。因此,Page 模型能更好地描述山茱萸微波冷冻干燥过程中水分变化规律,适用于描述山茱萸干燥水分的检测。

2.3 不同微波功率山茱萸干制品品质特性分析

2.3.1 总黄酮含量变化 如图 4 所示,在整个干燥过程中山茱萸总黄酮含量呈两个变化趋势:快速下降阶段以及下降平缓阶段。同一干燥时间下,微波功率越高,总黄酮含量下降速度越快,主要是因为较低微波功率下,干燥时间延长导致总黄酮类化合物受热时间延长,在较低含水率下造成黄酮类化合物降解;微波功率较高时,物料吸收较多的微波能,表面温度高、水分散失快且氧气充足,导致黄酮类化合物降解速率加快。黄酮类化合物多为高等植物次生代谢产生的一类酚类化合物,主要结构类型包括黄酮醇、黄酮酮、二氢黄酮以及花色苷等^[23],在热条件下不稳定易氧化,温度越高则降解速度越快。0~2 h 内,总黄酮含量呈一个快速下降趋势,可能是因为这一时期

物料水分主要以升华形式排除,水分含量高吸收较多微波功率转化为热能,促使总黄酮降解造成含量降低。2 h 后总黄酮含量处于下降平缓阶段,主要是因为这一时期物料含水率低,且以结合水的形式存在,各种生理活性逐渐减弱,此时黄酮受到破坏,含量逐步下降^[24]。由此可见,干燥过程对总黄酮含量的影响不可忽视,干燥过程中,为了防止山茱萸中黄酮类物质发生降解,干燥初期适当降低微波功率,干燥中期可适当提高微波功率。

2.3.2 总酚含量变化 由图 5 可知,山茱萸总酚含量在干燥前期呈快速下降,干燥后期缓慢下降,且在相同干燥时间下,微波功率越高,总酚物质降解速率越快。总酚是中药材中重要功能活性成分,具有很强的抗氧化、抗衰老等作用,在干燥过程中酚羟基结构活跃,不稳定,但易受氧气、温度等条件影响而发生分解。干燥初期物料含水率高,多酚类化合物含量降低可能与多酚氧化酶活性有关。PPO 是一种能直接催化酶促褐变的酶,PPO 活性受水分以及温度影响^[25]。可能是因为干燥前期物料含水率高且物料表面温度较低,对多酚氧化酶活性具有促进作用,酚类物质容易在多酚氧化酶促进作用下氧化分解,导致总酚含量快速降低。然而,随着干燥过程中物料含水率降低以及表面温度升高,使酶活性受到抑制作用,从而抑制酶促褐变程度并降低总酚降解速度。微波功率由 100 W 上升到 500 W 时,虽然干燥时间大幅度缩短并钝化多酚氧化酶活性,但干燥过程中物料表面温度过高会造成酚类物质降解。因此,干燥初期和后期需要加载相对较低功率的微波,以此来抑制 PPO 活性,降低酶促褐变发生。

2.3.3 复水特性分析 由图 6 可知,微波功率对复水特性有显著影响($P < 0.05$)。对比不同功率条件下山茱萸干制品的复水比,且随着微波功率的增加呈先增加后减小的趋势,300 W 时复水效果最好,比最低值增加了 23.69%,最大微波功率比最小微波功率低了 6.81%,但其干燥速率与其相反,表明低微波下山茱萸具有更好的品

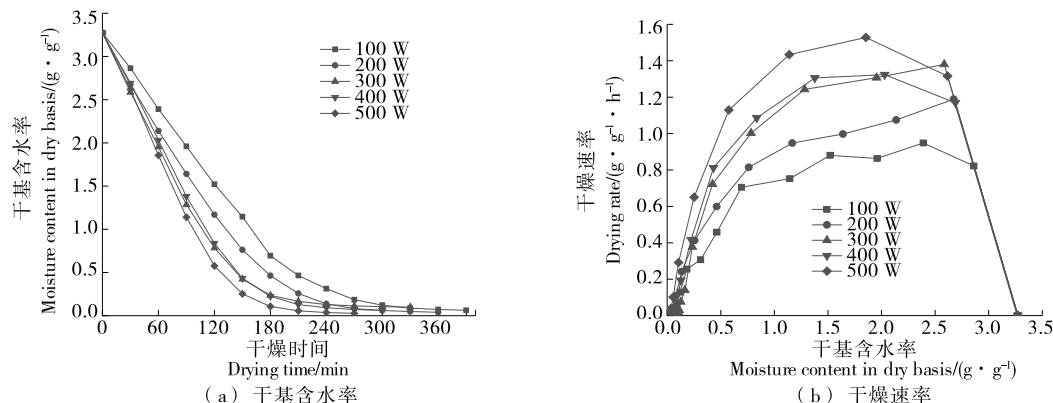


图 2 不同微波功率条件下山茱萸微波冷冻干燥曲线

Figure 2 Microwave freeze drying curve of *Cornus officinalis* under different microwave power

表 2 干燥数学模型拟合结果及模型参数

Table 2 Fitting results and model parameters of drying mathematical model

模型	功率/W	R^2	χ^2	R_{ss}	模型参数
Lewis	100	0.965 97	0.004 00	0.056 06	$K=0.459\ 32$
	200	0.977 92	0.002 44	0.034 10	$K=0.561\ 76$
	300	0.981 46	0.002 05	0.024 62	$K=0.674\ 38$
	400	0.970 54	0.003 61	0.039 76	$K=0.656\ 54$
	500	0.969 47	0.003 74	0.041 18	$K=0.755\ 94$
Page	100	0.998 15	$2.339\ 40\times 10^{-4}$	0.003 04	$K=0.290\ 35,n=1.481\ 93$
	200	0.998 18	$2.166\ 90\times 10^{-4}$	0.002 82	$K=0.416\ 40,n=1.382\ 72$
	300	0.997 62	$2.876\ 48\times 10^{-4}$	0.003 16	$K=0.549\ 97,n=1.360\ 01$
	400	0.999 02	$1.327\ 96\times 10^{-4}$	0.001 33	$K=0.489\ 22,n=1.493\ 75$
	500	0.999 28	$9.726\ 52\times 10^{-5}$	$9.726\ 52\times 10^{-4}$	$K=0.584\ 90,n=1.548\ 66$
Parabolic	100	0.995 71	$5.883\ 84\times 10^{-4}$	0.007 06	$a=1.028\ 13,b=-0.346\ 37,c=0.029\ 12$
	200	0.992 57	$9.563\ 34\times 10^{-4}$	0.011 48	$a=0.984\ 54,b=-0.372\ 89,c=0.034\ 35$
	300	0.983 29	0.002 22	0.022 19	$a=0.974\ 42,b=-0.437\ 46,c=0.047\ 98$
	400	0.992 27	0.001 16	0.010 43	$a=1.012\ 98,b=-0.469\ 33,c=0.053\ 42$
	500	0.986 17	0.002 07	0.018 65	$a=0.995\ 49,b=-0.500\ 34,c=0.060\ 13$
Two-term exponential	100	0.995 56	$5.630\ 69\times 10^{-4}$	0.007 32	$K=0.699\ 16,a=1.985\ 63$
	200	0.996 64	$3.992\ 63\times 10^{-4}$	0.007 32	$K=0.819\ 24,a=1.907\ 53$
	300	0.997 48	$3.038\ 39\times 10^{-4}$	0.003 34	$K=0.995\ 26,a=1.915\ 44$
	400	0.997 36	$3.569\ 34\times 10^{-4}$	0.003 57	$K=1.010\ 32,a=2.011\ 19$
	500	0.996 99	$4.053\ 46\times 10^{-4}$	0.004 05	$K=1.177\ 64,a=2.049\ 74$
Logarithmic	100	0.987 12	0.001 77	0.021 21	$a=1.176\ 52,k=0.378\ 57,c=-0.119\ 75$
	200	0.989 45	0.001 36	0.016 29	$a=1.109\ 27,k=0.503\ 33,c=-0.064\ 32$
	300	0.987 45	0.001 67	0.016 66	$a=1.081\ 44,k=0.642\ 85,c=-0.036\ 14$
	400	0.985 03	0.002 25	0.020 21	$a=1.134\ 22,k=0.576\ 18,c=-0.080\ 23$
	500	0.982 44	0.002 63	0.023 69	$a=1.119\ 50,k=0.684\ 19,c=-0.063\ 25$
Henderson and Pabis	100	0.974 15	0.003 28	0.042 59	$a=1.088\ 66,K=0.495\ 34$
	200	0.982 14	0.002 12	0.027 58	$a=1.065\ 00,K=0.593\ 43$
	300	0.984 76	0.001 84	0.003 16	$a=1.056\ 13,K=0.707\ 59$
	400	0.976 33	0.003 20	0.031 95	$a=1.074\ 16,K=0.698\ 09$
	500	0.974 60	0.003 43	0.034 25	$a=1.071\ 95,K=0.800\ 68$
Wang and Singh	100	0.994 68	$6.741\ 48\times 10^{-4}$	0.008 76	$a=0.027\ 34,b=-0.330\ 88$
	200	0.992 23	$9.223\ 44\times 10^{-4}$	0.011 99	$a=0.035\ 32,b=-0.381\ 41$
	300	0.982 34	0.002 13	0.023 46	$a=0.050\ 16,b=-0.050\ 16$
	400	0.992 04	0.001 07	0.010 74	$a=0.052\ 12,b=-0.052\ 12$
	500	0.986 14	0.001 87	0.018 69	$a=0.052\ 12,b=-0.503\ 47$

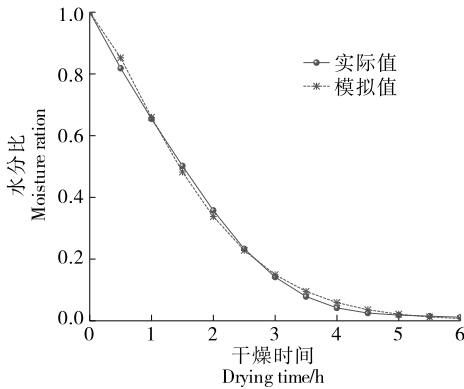


图 3 实际值与模拟值比较
Figure 3 Comparison of actual and simulated values

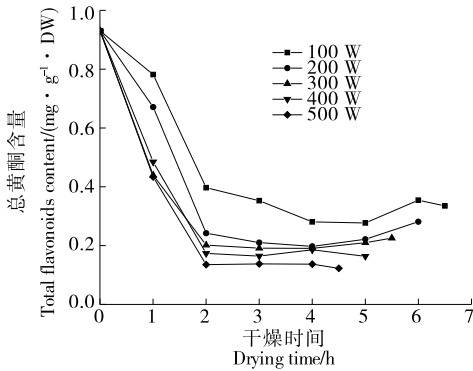


图 4 山茱萸微波冷冻干燥过程中总黄酮含量变化
Figure 4 Changes of total flavonoids content in *Cornus officinalis* during microwave freeze drying

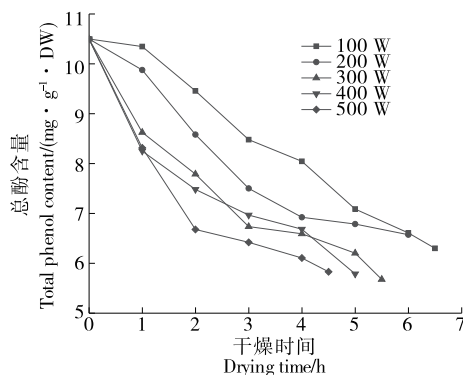


图 5 山茱萸微波冷冻干燥过程中总酚含量变化

Figure 5 Changes of total phenol content in *Cornus officinalis* during microwave freeze drying

质。可能是因为,随着微波功率的增加,食品物料吸收了较多的微波能,水分以升华的形式被脱除,避免了由于水分迁移引起的组织结构应力作用,更好地保留了物料原本的组织结构。但过高的微波功率加快山茱萸表面升温速度同时产生了组织结构应力收缩现象,发生永久性细胞破裂、脱位和组织完整性丧失,从而降低了干燥品的复水比^[26-27]。

2.3.4 色泽分析 由表 3 可知,微波功率对山茱萸干制

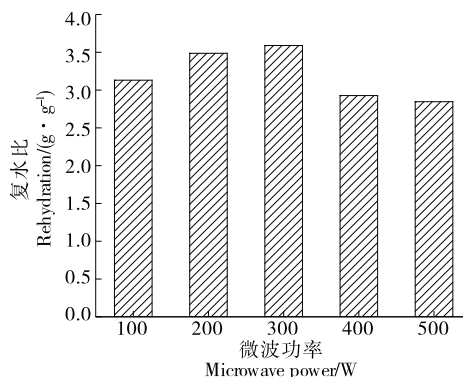


图 6 不同微波功率复水比比较

Figure 6 Comparison of rehydration ratio under different microwave power

品色泽呈显著影响($P < 0.05$)。随着微波功率的增加 L^* 和 ΔE 呈先减少后增加趋势、 a^* 和 b^* 呈先增加后减小趋势,说明较低微波功率下干燥时间延长,物料长期处于微波作用下,导致干燥物料发生褐变作用颜色变深,同时由于物料水分分布以及微波场分布不均匀,在较高微波功率下,虽然缩短干燥时间但是易造成物料局部焦糊颜色偏暗。因此,为减少物料颜色褐变,干燥初、中、后期应调节微波加载量,采用变微波功率干燥方式。

表 3 不同微波功率山茱萸色泽比较

Table 3 Colour comparison of *Cornus officinalis* with different microwave power

微波功率/W	L^*	a^*	b^*	ΔE
100	56.69 ± 0.18^a	34.96 ± 0.44^{cd}	16.08 ± 0.24^e	68.51 ± 0.42^a
200	48.98 ± 0.42^e	42.23 ± 0.46^a	19.73 ± 0.19^a	67.62 ± 0.06^b
300	51.35 ± 0.50^c	37.68 ± 0.41^b	19.24 ± 0.18^b	66.54 ± 0.21^c
400	49.88 ± 0.40^d	35.20 ± 0.57^c	18.74 ± 0.27^c	63.87 ± 0.10^e
500	52.64 ± 0.32^b	34.30 ± 0.26^d	17.70 ± 0.17^d	65.28 ± 0.19^d

3 结论

微波不同功率下,山茱萸微波冷冻干燥过程中干燥曲线呈基本相同的变化趋势,干燥速率曲线存在升速和降速两个阶段,不存在明显的恒速阶段,微波功率升高,山茱萸干燥速率明显增大。利用 7 种常用数学模型对山茱萸干燥过程进行非线性拟合,确定 Page 模型($R^2 > 0.99$)能较好地描述山茱萸干燥过程水分含量变化。整个干燥过程中总黄酮化合物含量变化呈两个变化趋势:快速下降阶段和下降平缓阶段,微波功率越高则下降速度越快。不同干燥条件下,总酚含量变化趋势基本相同,均呈快速下降趋势,且随微波功率升高,总酚降解速率越快。微波不同功率加载下,山茱萸干制品复水比随微波功率升高呈先上升后下降趋势,300 W 时有较高复水性。微波功率对色泽影响显著($P < 0.05$)。综上所述,在

实际生产过程中,可采用动态微波加载方案,低—高一低三段式微波加热,以期获得更高质量品质的产品。

参考文献

- [1] 范倩,陈雪冰,荣莉,等. 山茱萸化学成分、生物活性、复方应用及质量控制研究进展[J]. 天然产物研究与开发, 2020, 32(7): 1 244-1 258.
- [2] FAN Qian, CHEN Xue-bing, RONG Li, et al. Research progress on chemical constituents, bioactivities, formula applications and quality control of *Cornus officinalis*[J]. Natural Product Research and Development, 2020, 32(7): 1 244-1 258.
- [3] HUANG J, ZHANG Y, DONG L, et al. Ethnopharmacology, phytochemistry, and pharmacology of *Cornus officinalis* Sieb. et Zucc[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2018, 213: 280-301.
- [3] 胡青平,徐建国,朱志敏,等. 山茱萸总皂甙的抑菌作用研究[J]. 食品科学, 2006(10): 162-164.

- HU Qing-ping, XU Jian-guo, ZHU Zhi-min, et al. Study on the anti-microbial effect of the total saponins from *Comus officinalis* [J]. Food Science, 2006(10): 162-164.
- [4] 马庆一, 陈丽华, 杨海延, 等. 山茱萸中 α -葡萄糖苷酶抑制活性因子的筛选(I) [J]. 食品科学, 2007(1): 145-148.
- MA Qing-yi, CHEN Li-hua, YANG Hai-yan, et al. Screening α -glucosidase inhibitors from *Coruns officinalis* (I) [J]. Food Science, 2007(1): 145-148.
- [5] LIU Y H, ZHU W X, LUO L, et al. Drying characteristics and process optimization of vacuum far-infrared radiation drying on *Cornus officinalis* [J]. Advanced Materials Research, 2012, 554/555/556: 1 459-1 465.
- [6] HORECKI A T, VAKULA A, PAVLIC B, et al. Comparative drying of cornelian cherries: Kinetics modeling and physico-chemical properties [J]. Journal of Food Processing & Preservation, 2018, 42 (3): e13562.
- [7] 刘云宏, 朱文学, 马海乐. 山茱萸真空干燥模型建立与工艺优化 [J]. 农业机械学报, 2010, 41(6): 118-122.
- LIU Yun-hong, ZHU Wen-xue, MA Hai-le. Model establishment and process optimization of vacuum drying of *Cornus officinalis* [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2010, 41(6): 118-122.
- [8] AMBROS S, MAYER R, SCHUMANN B, et al. Microwave-freeze drying of lactic acid bacteria: Influence of process parameters on drying behavior and viability [J]. Innovative Food Science & Emerging Technologies, 2018, 48: 90-98.
- [9] FAN K, ZHANG M, MUJUMDAR A S. Recent developments in high efficient freeze-drying of fruits and vegetables assisted by microwave: A review [J]. Crit Rev Food Nutr, 2019, 59(8): 1 357-1 366.
- [10] DUAN X, ZHANG M, MUJUMDAR A S. Studies on the microwave freeze drying technique and sterilization characteristics of cabbage [J]. Drying Technology, 2007, 25(10): 1 725-1 731.
- [11] CAO X, ZHANG M, MUJUMDARA S, et al. Effect of microwave freeze drying on quality and energy supply in drying of barley grass [J]. Journal of the Science of Food and Agriculture, 2018, 98 (4): 1 599-1 605.
- [12] 段柳柳, 段续, 任广跃. 怀山药微波冻干过程的水分扩散特性及干燥模型 [J]. 食品科学, 2019, 40(1): 31-38.
- DU Liu-liu, DU Xu, REN Guang-yue. Water diffusion characteristics and microwave vacuum freeze-drying modelling of Chinese yam (*Dioscorea opposita*) tubers [J]. Food Science, 2019, 40(1): 31-38.
- [13] 胡云峰, 位锦锦, 李宁, 等. 不同热风干燥温度对枸杞干燥特性的影响 [J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(1): 130-134.
- HU Yun-feng, WEI Jin-jin, LI Ning-ning, et al. Effect of different hot air drying temperatures on Characteristics of dried *Lycium barbarum* [J]. Food and Fermentation Industries, 2017, 43 (1): 130-134.
- [14] 关志强, 王秀芝, 李敏, 等. 荔枝果肉热风干燥薄层模型 [J]. 农业机械学报, 2012, 43(2): 151-158.
- GUAN Zhi-qiang, WANG Xiu-zhi, LI Min, et al. Mathematical modeling of hot air drying of thin layer litchi flesh [J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2012, 43(2): 151-158.
- [15] 周明, 徐明生, 陈金印, 等. ‘修水化红’甜橙皮热风干燥动力学及其品质特性分析 [J]. 食品科学, 2020, 41(11): 141-149.
- ZHOU Ming, XU Ming-sheng, CHEN Jin-yin, et al. Drying kinetics and quality characteristics of ‘Xiushui Huahong’ sweet orange peel dried by hot air [J]. Food Science, 2020, 41 (11): 141-149.
- [16] MURTHY T, MANOHAR B. Hot air drying characteristics of mango ginger: Prediction of drying kinetics by mathematical modeling and artificial neural network [J]. Journal of Food Science and Technology-Mysore, 2014, 51(12): 3 712-3 721.
- [17] 王烁, 蒋明蔚, 李晓斌, 等. 蜂胶中总黄酮含量的测定 [J]. 食品与发酵工业, 2012, 38(12): 152-156.
- WANG Shuo, JIANG Ming-wei, LI Xiao-bin, et al. Propolis determination of total flavonoids [J]. Food and Fermentation Industries, 2012, 38(12): 152-156.
- [18] 赵丹丹, 陈冬, 彭郁, 等. 枸杞热风干燥过程动力学模型及品质分析 [J]. 中国食品学报, 2018, 18(3): 114-124.
- ZHAO Dan-dan, CHEN Dong, PENG Yu, et al. Drying kinetics models and qualities analysis of lycium during hot air drying [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2018, 18(3): 114-124.
- [19] DOYMAZ B. Drying kinetics, rehydration and colour characteristics of convective hot-air drying of carrot slices [J]. Heat & Mass Transfer, 2016, 53(1): 1-11.
- [20] 段柳柳, 段续, 任广跃. 微波冻干怀山药脆片干燥过程中脆性变化与数学模型的建立 [J]. 食品科学, 2018, 39(23): 38-44.
- DU Liu-liu, DU Xu, REN Guang-yue. Crispness variation and mathematical modeling of microwave-freeze drying of Chinese yam chips [J]. Food Science, 2018, 39(23): 38-44.
- [21] 任广跃, 任丽影, 张伟, 等. 正交试验优化怀山药微波辅助真空冷冻干燥工艺 [J]. 食品科学, 2015, 36(12): 12-16.
- REN Guang-yue, REN Li-ying, ZHANG Wei, et al. Optimizing microwave-assisted vacuum freeze-drying of *Dioscorea opposita* by Orthogonal Array Design [J]. Food Science, 2015(12): 20-24.
- [22] REN G Y, ZENG F L, DUAN X, et al. The effect of glass transition temperature on the procedure of microwave-freeze drying of mushrooms (*Agaricus bisporus*) [J]. Drying Technology, 2015, 33(2): 169-175.
- [23] 俞邱豪, 程焕, 王楠, 等. 类黄酮微胶囊技术及其在食品工业中的应用进展 [J]. 中国食品学报, 2017, 17(7): 175-183.
- YU Qiu-Hao, CHENG Huan, WANG Nan, et al. Research progress on microencapsulation of flavonoids and application in food industry [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2017, 17(7): 175-183.

- method of apple defects based on machine vision[J]. Food & Machinery, 2020, 36(10): 125-148.
- [6] 薛勇, 王立扬, 张瑜, 等. 基于 GoogleNet 深度迁移学习的苹果缺陷检测方法[J]. 农业机械学报, 2020, 51(7): 30-35.
- XUE Yong, WANG Li-yang, ZHANG Yu, et al. Apple defect detection method based on Google net deep transfer learning[J]. Journal of Agricultural Machinery, 2020, 51(7): 30-35.
- [7] 夏雪, 孙琦鑫, 侍啸, 等. 基于轻量级无锚点深度卷积神经网络的树上苹果检测模型[J]. 智慧农业(中英文), 2020(1): 99-110.
- XIA Xue, SUN Qi-xin, SHI Xiao, et al. Apple detection model on tree based on lightweight anchor free depth convolution neural network[J]. Intelligent agriculture (Chinese and English), 2020(1): 99-110.
- [8] SANDLER M, HOWARD A, ZHU Meng-long, et al. MobileNetV2: Inverted residuals and linear bottlenecks[C]// Proceedings of the IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition. Salt Lake: IEEE, 2018: 4 510-4 520.
- [9] BAO Wen-xia, YANG Ya-ping, LIANG Dong, et al. Multi-residual module stacked hourglass networks for human pose estimation[J]. Journal of Beijing Institute of Technology, 2020, 29(1): 110-119.
- [10] REN Shao-qing, HE Kai-ming, GRISHICK R, et al. Faster R-CNN: Towards real-time object detection with region proposal networks[J]. IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence, 2017, 39(6): 1 137-1 149.
- [11] HE K, GKIOXARI G, DOLLÁR P, et al. Mask R-CNN[C]// Proceedings of the IEEE International Conference on Computer Vision. Venice: Computer Society, 2017: 2980-298.
- [12] REDMON J, DIVVALA S, GIRSHICK R, et al. You only look once: Unified, real-time object detection[C]// IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition. Piscataway, NJ: IEEE, 2016: 779-788.
- [13] LIU W, ANGUELOV D, ERHAN D, et al. SSD: Single shot multi-box detector [C]// European Conference on Computer Vision. Springer, Cham: IEEE, 2016: 21-37.
- [14] LIN T Y, GOYAL P, GIRSHICK R, et al. Focal loss for dense object detection [J]. IEEE Transactions on Pattern Analysis & Machine Intelligence, 2017, 99: 2 999-3 007.
- [15] DUAN K, BAI S, XIE L, et al. Centernet: Keypoint triplets for object detection [J/OL]. arXiv. (2019-04-19) [2021-07-08]. <https://arxiv.org/abs/1904.08189>.
- [16] ZHOU Xing-yi, WANG De-quan, KRAHENBUHL P. Objects as points[J/OL]. arXiv. (2019-04-25) [2021-07-08]. <https://arxiv.org/abs/1904.07850v2>.
- [17] XIAO Bin, WU Hai-ping, WEI Yi-chen. Simple baselines for human pose estimation and tracking [J]. European Conference on Computer Vision: Springer, 2018: 472-487.
- [18] HE Kai-ming, ZHANG Xiang-yu, REN Shao-qing, et al. Deep residual learning for image recognition[C]// Proceedings of IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition. Las Vegas: IEEE, 2016: 770-778.
- [19] SANDLER M, HOWARD A, ZHU M, et al. Inverted residuals and linear bottlenecks: Mobile networks for classification, detection and segmentation[C]// The IEEE Conference on Computer Vision and Pattern Recognition. Salt Lake City: IEEE, 2018: 4 510-4 520.
- [20] HOWARD A, SANDLER M, CHU G, et al. Searching for mobilenetv3[C]// Proceedings of the IEEE International Conference on Computer Vision. Seoul: [s.n.], 2019: 1 314-1 324.

(上接第 33 页)

- [21] PATEL A K, SINGHANIA R R, PANDEY A, et al. Probiotic bile salt hydrolase: current developments and perspectives [J]. Appl Biochem Biotechnol, 2010, 162(1): 166-180.
- [22] 朱晓. 乳酸菌表层蛋白的性质、结构与功能[D]. 无锡: 江南大学, 2012: 29-31.
- ZHU X. The properties, structure and functions of lactic acid bacteria S-layer proteins[D]. Wuxi: Jiangnan University, 2012: 29-31.
- [23] 王今雨, 满朝新, 杨相宜, 等. 植物乳杆菌 NDC75017 的降胆固
- 醇作用[J]. 食品科学, 2013, 34(3): 243-247.
- WANG J Y, MAN C X, YANG X Y, et al. Cholesterol-lowering capability of probiotic *Lactobacillus plantarum* NDC75017[J]. Food Science, 2013, 34(3): 243-247.
- [24] 张扬, 袁杰利. 模拟消化环境对益生菌制剂的影响[J]. 中国微生物学杂志, 2003, 15(5): 253-255.
- ZHANG Y, YUAN J L. The effect of simulated gastrointestinal circumstance on probiotic [J]. Chinese Journal of Microecology, 2003, 15(5): 253-255.

(上接第 117 页)

- [24] 杜利平, 闫慧娇, 王晓, 等. 牡丹花低温干燥过程中生理特性及功效成分的变化研究[J]. 食品科技, 2016, 41(2): 59-64.
- DU Li-ping, YAN Hui-jiao, WANG Xiao, et al. The physiological property and functional components of peony flower during low temperature drying[J]. Food Science and Technology, 2016, 41(2): 59-64.
- [25] DUAN X, LIU W C, RENG Y, et al. Browning behavior of button mushrooms during microwave freeze-drying [J]. Drying Technology, 2016, 34(11): 1 373-1 379.
- [26] 代建武, 杨升霖, 王杰, 等. 微波真空干燥对香蕉片干燥特性及品质的影响[J]. 农业机械学报, 2020, 51(S1): 493-500.
- DAI Jian-wu, YANG Sheng-lin, WANG Jie, et al. Effect of microwave vacuum drying conditions on drying characteristics and texture structure of banana chips[J]. Transactions of the Chinese Society for Agricultural Machinery, 2020, 51(S1): 493-500.
- [27] TEPE T K, TEPE B. The comparison of drying and rehydration characteristics of intermittent-microwave and hot-air dried-apple slices[J]. Heat and Mass Transfer, 2020, 56(11): 3 047-3 057.