

刺梨果汁喷雾干燥制粉工艺优化

张厅, 陈思奇, 丁筑红, 王翼, 宋煜婷, 余奕宏, 赵旭海成

(贵州大学酿酒与食品工程学院, 国家林业草原局刺梨工程技术研究中心, 贵州贵阳 550025)

摘要: 为研究刺梨果汁喷雾干燥过程中各工艺参数对刺梨品质的影响, 获得刺梨果汁喷雾干燥制粉最佳工艺。本试验以刺梨果汁为原料, 选择进风温度、进料浓度、进料流量和进风流量为工艺参数进行单因素试验, 在单因素试验的基础上, 以集粉率、Vc 含量、黄酮含量及模糊数学综合评分为响应值, 利用 Box-Behnken 中心组合方法对喷雾干燥参数条件进行响应面实验设计。结果显示喷雾干燥法制备刺梨果粉最优参数为: 进风温度 179 °C, 进料浓度 5.9%, 进料流量 0.3 L/h, 进风流量 30 m³/h, 此条件下得到刺梨果汁喷雾干燥集粉率为 30.45%, Vc 含量 753.96 mg/100 g, 黄酮含量 277.70 mg/100 g, 感官值 85.95 分, 与响应面模型预测值符合; 所获得的刺梨果粉粉质均匀、光泽明亮、具有典型的刺梨香气。本研究结果可作为提升刺梨喷雾干燥技术及开发新型刺梨产品的理论依据。

关键词: 刺梨果粉; 喷雾干燥; 响应面; 模糊数学

文章编号: 1673-9078(2020)12-168-179

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2020.12.0646

Optimization of the Spray-drying and Pulverizing Process of *Rosa roxburghii* Tratt Juice

ZHANG Ting, CHEN Si-qi, DING Zhu-hong, WANG Yi, SONG Yu-ting, YU Yi-hong, ZHAO Xu-hai-cheng

(College of Wine and Food Engineering, Guizhou University, Research Center of *Rosa roxburghii* Engineering Technology, State Forestry and Grassland Bureau, Guiyang 550025, China)

Abstract: In order to investigate the effects of various process parameters on the quality of *Rosa roxburghii* Tratt juice during the spray-drying process, the process for spray-drying and pulverizing of *Rosa roxburghii* Tratt juice was optimized. *Rosa roxburghii* Tratt juice was used as raw material in this work. Inlet air temperature, feed concentration, feed flow and intake air flow were selected as process parameters for single factor test. On the basis of the single factor test, the powder collection rate, Vc content, flavonoid content and fuzzy mathematical comprehensive score were taken as the response values, and the response surface experimental design was carried out on the spray drying parameter conditions using the Box-Behnken central combination method. The results showed that the optimal parameters for the preparation of *Rosa roxburghii* Tratt fruit powder by spray drying method were as follows: inlet air temperature of 179 °C, feed concentration of 5.9%, feed flow rate of 0.3 L/h, inlet air flow rate of 30 m³/h. Under these conditions, the *Rosa roxburghii* Tratt spray-dried powder had a product yield of 30.45%, and their Vc content, flavonoid content and sensory value were 753.96 mg/100 g, 277.70 mg/100 g and 85.95, respectively. It was consistent with the predicted value of the response surface model. The *Rosa roxburghii* Tratt fruit powder were uniform in powder quality, bright and shiny, and had a typical *Rosa roxburghii* Tratt aroma. The results could be used as theoretical basis for enhancing the spray drying technology of *Rosa roxburghii* Tratt and new products development.

Key words: *Rosa roxburghii* Tratt fruit powder; spray drying; response surface; fuzzy mathematics

引文格式:

张厅,陈思奇,丁筑红,等.刺梨果汁喷雾干燥制粉工艺优化[J].现代食品科技,2020,36(12):168-179

ZHANG Ting, CHEN Si-qi, DING Zhu-hong, et al. Optimization of the spray-drying and pulverizing process of *Rosa roxburghii* Tratt juice [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(12): 168-179

收稿日期: 2020-07-10

项目基金: 国家自然科学基金项目 (31860446); 贵州省科学技术基金 (黔科合基础【2019】1104), 贵州省科技计划项目黔科合平台人才 (【2018】5781 号)

作者简介: 张厅 (1997-), 女, 硕士研究生, 研究方向: 食品加工与安全

通讯作者: 丁筑红 (1966-), 女, 教授, 研究方向: 农产品贮藏加工及利用

刺梨 (*Rosa roxburghii* Tratt.) 又名文先果、送春归, 为蔷薇科多年生落叶丛生灌木缢丝花的果实, 广泛分布在贵州、云南等地。刺梨含有丰富的 Vc、SOD、黄酮、三萜和多种人体必须氨基酸等营养物质^[1], 具有良好的药用和保健价值。现代医学表明, 刺梨具有抗癌^[2]、降血脂^[3]、消除炎症^[4]、增强免疫力^[5]及延缓衰老^[6,7]等作用。刺梨作为贵州特色资源水果, 已成为地方扶贫开发重点推进的重点生态食品产业。

刺梨果汁等液态产品通常货架期营养成分及风味品质劣变较快, 加工制粉可提高贮藏期稳定性, 改善产品风味、色泽, 提高产品的营养价值^[8], 并作为刺梨口含片、刺梨膏、刺梨粉胶囊等高附加值下游产品的理想原料。目前刺梨制粉技术主要有冻干法^[9]、超微粉碎法^[10]、喷雾干燥法^[11,12], 其中喷雾干燥是果蔬粉加工中最常用的方法, 适用于干燥高附加值热敏性物料^[13]。有报道采用正交试验优化刺梨果汁喷雾干燥条件, 但是缺乏对工艺参数筛选特别是对刺梨果粉综合品质的全面分析评价^[11,12], 影响结果的可靠性和实用性。因此, 本试验以刺梨果汁为原料, 选择进料浓度、进料流量、进风温度和进风流量为工艺参数, 以果粉集粉率、Vc 含量、黄酮含量和感官评价为指标, 采用模糊数学评分法结合响应面分析法详尽阐明各工艺参数对刺梨果粉主要品质指标影响, 为优化提升刺梨果汁喷雾干燥技术及产品品质, 进一步开发高值化刺梨下游产品提供理论及技术指导。

1 材料与方法

1.1 实验材料

刺梨汁: 由盘州宏财聚农投资有限公司提供, 其 Vc 含量 969.33 ± 33.21 mg/100 mL; 黄酮含量 505 ± 15.47 mg/100 mL; 可溶性固形物含量 $7\% \pm 0.5\%$; 还原型抗坏血酸含量测定试剂盒 (分光法)、植物类黄酮试剂盒 (微板法): 苏州格锐思生物科技有限公司; 无水乙醇 (分析纯): 天津市富宇精细化工有限公司。

1.2 主要仪器设备

B-290 喷雾干燥机, BUCHI 仪器有限公司; FA2004 分析天平, 上海良平仪器仪表有限公司; RHB80 手持折光仪, 石家庄泰斯特仪器设备有限公司; H1-16KR 高速冷冻离心机, 湖南可成仪器设备有限公司; L5S 紫外分光光度计, 上海仪电分析仪器有限公司; SpectraMax190 酶标仪, 美国 Molecular Devices 公司; XHF-D 高速分散器, 宁波新芝生物科技服务有限公司; JP-031/S 超声波清洗机, 深圳市洁

盟清洗设备有限公司; MB90 水分测定仪, 奥豪斯仪器 (常州) 有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 工艺流程

刺梨果汁 → 添加助干剂 → 调配 → 均质 → 喷雾干燥 → 收集包装

1.3.2 实验设计

1.3.2.1 喷雾工艺参数单因素实验

取刺梨汁 500 mL, 以 β -环糊精为助干剂, 控制进风温度 180 °C、进料浓度 6%、进料流量 0.3 L/h、进风流量 30 m³/h 为基本条件进行单因素试验, 实验设计见表 1。

表 1 喷雾干燥工艺参数因素水平表

Table 1 Horizontal table of process parameters for spray drying

水平	因素			
	进风温度/°C	进料流量/(L/h)	进风流量/(m ³ /h)	进料浓度/%
1	140	0.2	20	2
2	160	0.3	25	4
3	180	0.4	30	6
4	200	0.5	35	8
5	220	0.6	40	10

1.3.2.2 响应面优化实验

根据单因素实验结果, 以刺梨果粉集粉率、Vc 含量、黄酮含量、感官评分为响应值, 利用 Box-Behnken 方法进行 4 因素 3 水平响应面试验设计。

1.3.3 指标测定方法

1.3.3.1 可溶性固形物含量测定

采用手持折光仪直接测定。

1.3.3.2 维生素 C 含量测定

采用 2,4-二硝基苯肼法。

Vc 损失率 = (干燥前刺梨汁中 Vc 含量 - 干燥后刺梨粉中 Vc 含量) / 干燥前刺梨汁中 Vc 含量 × 100%

1.3.3.3 黄酮含量测定

采用 NaNO₂-Al(NO₃)₃-NaOH 显色法。

1.3.3.4 集粉率

喷雾干燥集粉率计算公式如下:

$$\text{集粉率} = \frac{\text{集粉质量}}{\text{可溶性固形物含量} + \text{助干剂添加量}} \times 100\%$$

1.3.3.5 感官评定方法

感官评定人员由 20 位食品专业研究生组成, 评定人员对处理后刺梨果粉的外观形态、香气、色泽、口感滋味四个指标进行评分。感官评定标准^[14-16]如表 2 所示, 采用模糊数学综合评价法对结果进行评价。

表2 感官评价表

Table 2 Sensory evaluation form

指标及权重	级别			
	优(100~80)	良(79~60)	中(59~40)	差(39~0)
外观形态(30%)	结构均匀, 疏松, 无粘结, 无杂质	结构致密, 无杂质, 轻微吸湿	结构致密, 有杂质, 吸湿	结构紧密, 有杂质, 粉末结块
香气(20%)	刺梨香气浓郁, 柔和	刺梨香气清淡	刺梨香气清淡, 并带有少许异味	刺梨香气淡, 具有不良气味
色泽(20%)	淡黄色, 光泽明亮	黄色, 光泽较明亮	土黄色, 光泽较暗	黄褐色, 光泽暗淡
口感滋味(30%)	具有刺梨独特风味, 口感顺滑, 黏度适中	具有一定的刺梨风味, 口感较顺滑, 黏度较适中	刺梨风味较淡, 轻微粗糙感	不具备刺梨味道, 具有焦糊味, 明显粗糙感

建立模糊数学综合评价法, 即因素集 $U = \{U_1, U_2, U_3, U_4\}$; 评语集 $V = \{V_1, V_2, V_3, V_4\}$; 采用强制决定法^[17,18]确定刺梨果粉的权重集 $A = \{a_1, a_2, a_3, a_4\} = \{0.3, 0.2, 0.2, 0.3\}$, 其中 $\sum_{i=1}^4 a_i = 1$, 确定评判矩阵 $Y = A \cdot X$ 。

1.3.3.6 水分含量测定

采用水分含量测定仪测定。

1.3.3.7 微生物指标测定

根据 GB4789-2016 食品微生物学总则测定。

1.3.4 数据处理

采用 SPSS 22.0 和 Design expert 10.0.4 对数据进行统计分析, 实验重复三次, Duncan 检验法进行差异显著性分析, $p < 0.05$ 表示差异显著, Excel 2019 制图。

2 结果与讨论

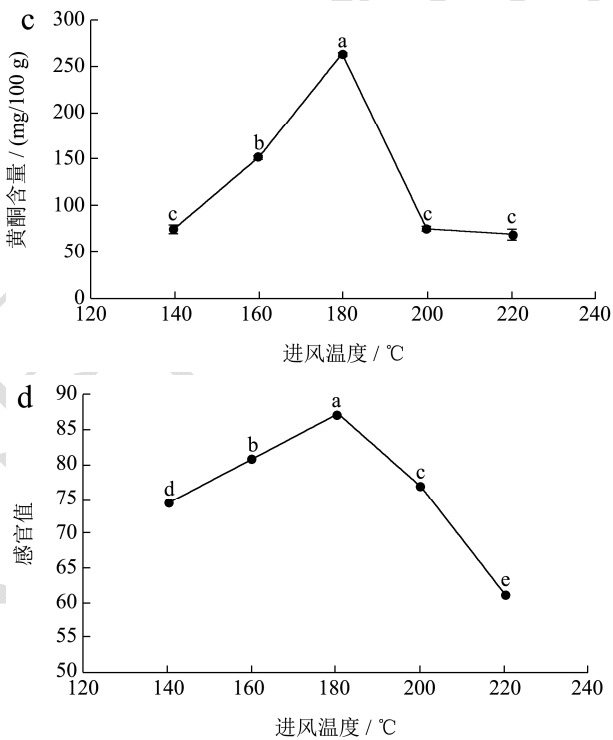
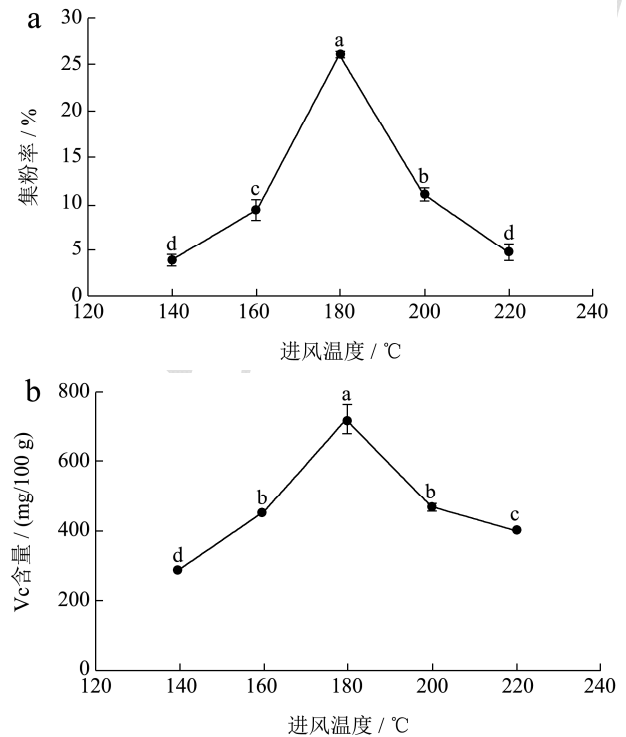


图1 进风温度对刺梨果粉品质的影响

Fig.1 Effect of inlet air temperature on the quality of Rose roxburghii Tratt powder

2.1 进风温度对刺梨果粉品质的影响

由图1可知, 随着进风温度升高, 刺梨果粉的集粉率、Vc含量、黄酮及感官值均呈现先增大后减小的趋势, 且均在180 °C达到最高值。可能是随着温度升高, 雾化物料蒸发速率和水分扩散加快, 干燥充分, 集粉率变大。但温度过高会使雾滴外部蒸发速率比内部快, 使粒子表面热超过自身的 T_g , 加剧热熔性粘壁, 从而使果粉得率降低^[19]。当进风温度较低时, 果汁粉含水量较大, 因此单位质量的果汁粉 Vc 含量较低。但由于 Vc 是热敏性物质, 继续升高温度会导致 Vc 分解使得含量降低; 黄酮含量高于 180 °C 时含量大幅下降, 200 °C 与 220 °C 黄酮含量差异不显著($p < 0.05$), 原

因是温度过高不利于保护活性物质,这与杨慧^[20]等在佛手瓜喷雾干燥研究中的结论一致。当温度过高时果粉的感官值也呈大幅下降趋势,是由于温度增加,粉质变得疏松,团聚现象减少。但高温会导致物料热熔性粘壁,最终粉末发生褐变,感官值降低^[21]。结果表明进风温度为 180 ℃ 时刺梨果粉综合品质最佳。

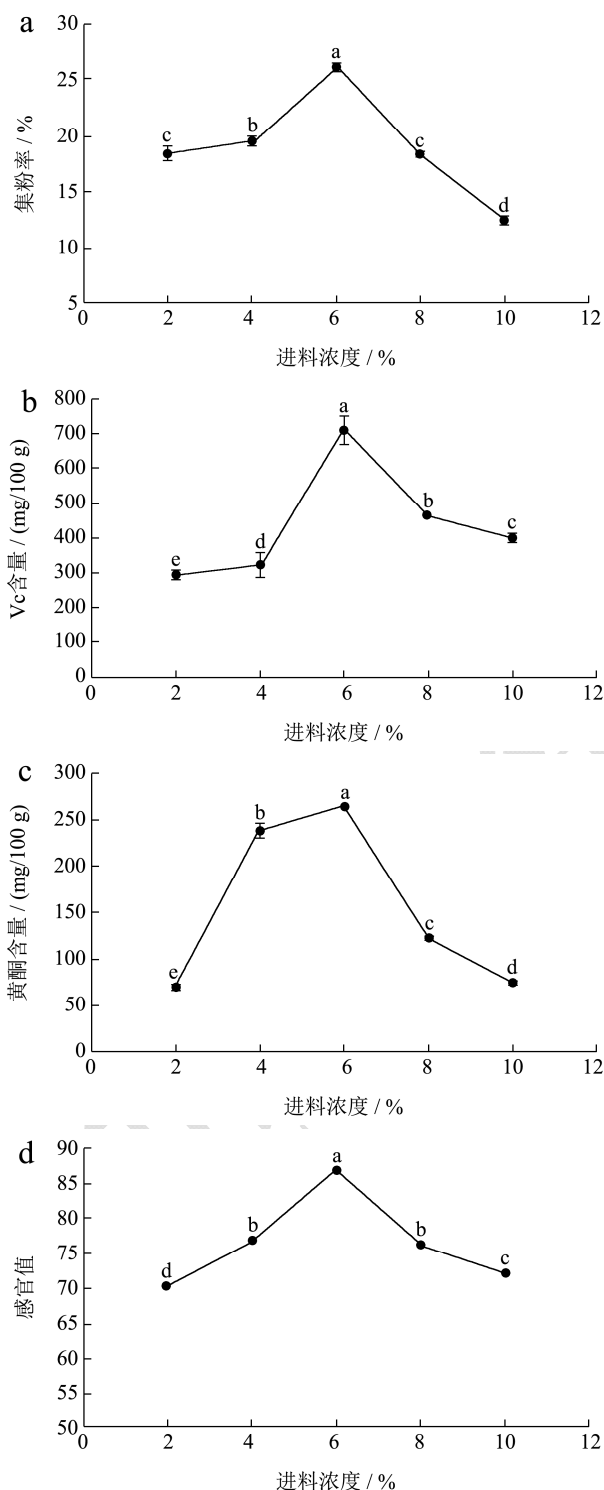


图2 进料浓度对刺梨果粉品质的影响

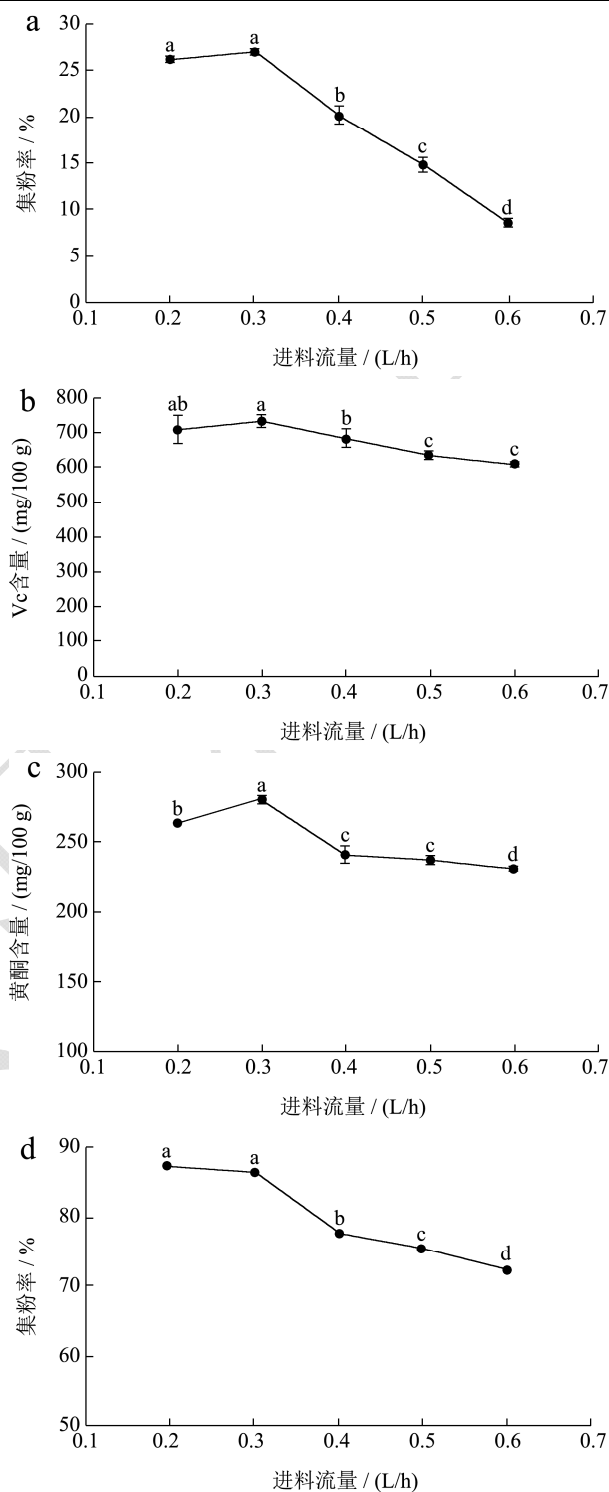
Fig.2 Effect of feed concentration on the quality of *Rose roxburghii* Tratt powder

图3 进料流量对刺梨果粉品质的影响

Fig.3 Effect of feed flow rate on the quality of *Rose roxburghii* Tratt powder

2.2 进料浓度对刺梨果粉品质的影响

图2表明,不同进料浓度对刺梨果粉综合品质的影响差异显著($p<0.05$)。进料浓度达到6 Brix时集粉率最高,可能是由于进料浓度过低,单位时间内干燥的可溶性固形物较少,容易发生干性物料粘壁;但继

续增加进料浓度会导致料液浓度增加,形成的大液滴导致喷嘴堵塞,造成果汁粉附着于干燥塔,集粉率降低^[22],这与聂凌鸿^[23]等采用喷雾干燥法干燥西瓜胡萝卜汁的结果相符。随着进料浓度增加,活性物质 Vc 与黄酮均呈现先增加后减少的趋势。当进料浓度由 2% 升到 6% 时,刺梨果粉 Vc 与黄酮显著性提高,说明适当升高料液浓度有利于 β -环糊精更好包埋刺梨汁中的有效成分^[24],但浓度过高容易在喷头形成大液滴,不利于液滴成膜,导致刺梨果粉中的活性成分降低。同时由于高浓度物料流动性差,抑制液滴成膜,果粉发生褐变,造成果粉感官值降低^[11]。因此可初步确定进料浓度为 6 Brix。

2.3 进料流量对刺梨果粉品质的影响

如图 3 所示,随着进料流量的增加,集粉率呈先增大后持续减少趋势,可能是当干燥塔中热量和水分蒸发所需热量达到平衡时集粉率达到最高值。当进料流量继续提升,雾化器难以完全雾化物料,液滴在干燥塔内传热传质效率下降,导致集粉率下降,该结果与柴智慧^[25]等制备蔗汁桂圆固体饮料的研究结论相似。刺梨粉 Vc 与黄酮含量随进料流量增加呈现先增加后减少的趋势,原因是当进料流量较小时,雾化后的液滴与干燥塔中的热风接触时间较长破坏了活性物质,当进料流量达 0.3 L/h 时刺梨果粉的 Vc 与黄酮含量最高,随着进料流量增大,雾化器雾化的物料液滴直径增加,导致干燥不充分,单位质量 Vc 与黄酮含量降低^[26]。随着进料流量增加,刺梨粉的感官值呈减小趋势。进料流量为 0.3 L/h 时果粉感官值较高。继续增加进料流量会导致果粉干燥不充分,导致粉末颗粒粘结,感官值降低^[27]。因此确定最佳进料流量为 0.3 L/h。

2.4 进风流量对刺梨果粉品质的影响

由图 4 可知,刺梨果粉的集粉率、Vc 含量、黄酮及感官值随进风流量增加均呈现先增大后减小的趋势。当进风流量较小时,液滴与空气接触不充分,导致粉末得率降低。进风流量为 30 m³/h 时粉末得率最大,继续增加进风流量,液滴随风依附在干燥塔塔壁上,导致集粉率降低^[28]。进风流量较小时由于物料干燥不充分,粉末单位质量活性物质降低。进风流量过高时,高温空气与物料接触时间长,高温使刺梨粉内的活性物质分解,导致 Vc 与黄酮含量下降。进风流量为 30 m³/h 时,感官值最高。但随着进风流量继续升高,物料与高温空气接触时间过长导致褐变,粉末品质降低;并且导致刺梨果粉原有的刺梨特征性风味

逸散,粉末香气品质变低,感官值下降^[29]。综合结果显示最佳进风流量为 30 m³/h。

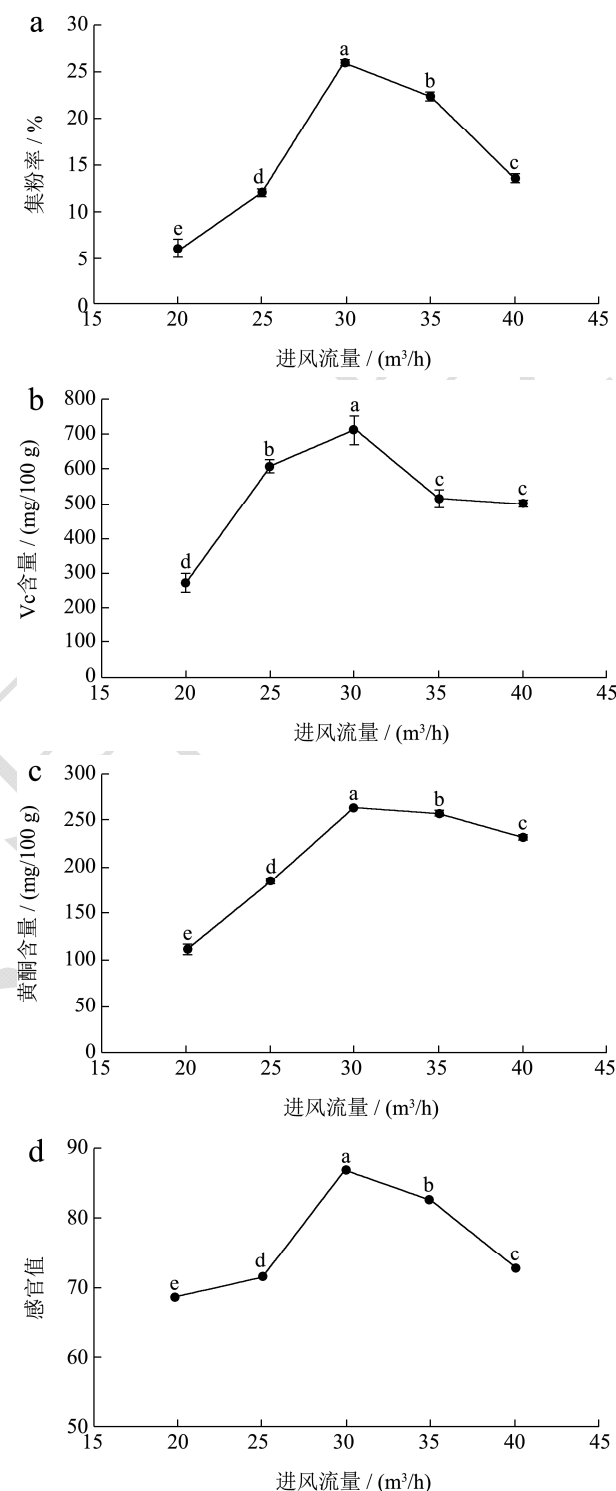


图 4 进风流量对刺梨果粉品质的影响

Fig.4 Effect of air flow rate on the quality of Rose roxburghii Tratt powder

2.5 响应面设计结果分析

根据单因素试验结果,采用四因素三水平响应面试验对喷雾干燥工艺进行优化,因素与水平设计见表 3。

表3 响应面因素与水平表

Table 3 Response surface factors and level table

因素	水平		
	-1	0	1
进风温度/℃	160	180	200
进料浓度%	4	6	8
进料流量/(L/h)	0.2	0.3	0.4
进风流量/(m ³ /h)	25	30	35

根据因素水平表,利用 Design-Expert 10.0.4 软件设计出 29 组试验,试验结果见表 4,通过软件对表中数据进行二次多项式回归拟合,得到集粉率(Y_1)、Vc 含量(Y_2)、黄酮含量(Y_3)、感官评分(Y_4)回归方程:

$$(Y_1)=30.98+0.63X_1-0.43X_2+0.012X_3-0.60X_4+0.37$$

$$X_1X_2+0.25X_1X_3+0.62X_1X_4+1.47X_2X_3-1.38X_2X_4+0.22X_3X_4-3.03X_1^2-1.77X_2^2-2.19X_3^2-3.05X_4^2$$

$$(Y_2)=762.81-11.14X_1-0.15X_2+0.092X_3-4.42X_4-14.3$$

$$8X_1X_2-9.53X_1X_3-20.41X_1X_4+11.00X_2X_3-50.22X_2X_4-0.14X_3X_4-165.07X_1^2-37.96X_2^2-44.88X_3^2-36.24X_4^2$$

$$(Y_3)=282.07-4.00X_1+1.15X_2-0.37X_3-2.46X_4-2.54X_1$$

$$X_2-0.95X_1X_3-7.01X_1X_4+3.94X_2X_3-19.26X_2X_4+1.24X_3X_4-63.13X_1^2-14.42X_2^2-17.90X_3^2-13.26X_4^2$$

$$(Y_4)=86.96-0.57X_1-0.60X_2+0.56X_3+0.64X_4+0.23X_1$$

$$X_2+0.40X_1X_3+0.77X_1X_4+0.80X_2X_3-2.23X_2X_4$$

$$+0.98X_3X_4-5.61X_1^2-3.11X_2^2-3.28X_3^2-2.20X_4^2$$

为阐明回归方程的有效性和各因素对各个因变量的影响,对回归方程进行方差与显著性分析(表 5~8)。

表4 响应面设计实验与结果

Table 4 Response surface design experiments and results

实验号	$X_1/^\circ\text{C}$	$X_2/\%$	$X_3/(\text{L/h})$	$X_4/(\text{m}^3/\text{h})$	$Y_1/\%$	$Y_2/(\text{mg}/100\text{ g})$	$Y_3/(\text{mg}/100\text{ g})$	Y_4
1	180	4	0.4	30	26.19	657.35	242.30	81.0
2	160	6	0.3	35	23.27	579.72	211.62	79.0
3	180	8	0.3	35	23.46	626.15	230.80	79.1
4	180	6	0.3	30	31.45	761.35	284.36	86.6
5	180	8	0.4	30	28.29	696.62	256.77	81.9
6	160	6	0.2	30	25.37	556.14	204.99	78.9
7	200	6	0.3	25	25.49	582.55	214.72	78.1
8	180	6	0.2	35	25.20	689.62	249.13	81.1
9	160	8	0.3	30	24.51	577.37	212.82	77.7
10	180	6	0.3	30	30.95	775.36	280.66	87.3
11	180	8	0.3	25	27.68	736.42	274.44	82.5
12	180	4	0.3	35	27.03	731.32	269.56	85.4
13	160	6	0.4	30	25.11	579.65	203.38	79.4
14	200	8	0.3	30	27.09	540.23	199.13	77.2
15	200	6	0.3	35	25.77	520.45	191.83	80.1
16	160	4	0.3	30	26.19	562.07	207.18	79.2
17	180	6	0.4	25	26.04	685.55	252.59	79.4
18	180	4	0.2	30	28.91	683.76	251.58	81.2
19	180	6	0.3	30	30.12	759.33	281.08	86.7
20	200	4	0.3	30	27.31	582.45	203.64	77.8
21	200	6	0.4	30	26.25	520.60	191.89	78.2
22	180	6	0.3	30	30.44	752.31	281.59	87.1
23	160	6	0.3	25	25.47	560.17	206.48	80.1
24	200	6	0.2	30	25.53	535.21	197.28	76.1
25	180	6	0.3	30	31.95	765.69	282.68	87.1
26	180	4	0.3	25	25.72	640.69	236.15	79.9
27	180	6	0.2	25	26.85	684.75	252.39	80.7
28	180	8	0.2	30	25.13	679.04	250.29	78.9
29	180	6	0.4	35	25.26	689.85	254.27	83.7

表5 集粉率方差分析及显著性结果

Table 5 Analysis of variance of powder collection rate and significant results

变异源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	144.15	14	10.30	38.52	<0.0001	**
X1	4.71	1	4.71	17.63	0.0009	**
X2	2.24	1	2.24	8.40	0.0117	*
X3	0.0019	1	0.0019	0.0070	0.9344	
X4	4.39	1	4.39	16.43	0.0012	**
X1X2	0.53	1	0.53	1.99	0.1798	
X1X3	0.24	1	0.24	0.90	0.3594	
X1X4	1.54	1	1.54	5.75	0.0310	*
X2X3	8.64	1	8.64	32.33	<0.0001	**
X2X4	7.65	1	7.65	28.60	0.0001	**
X3X4	0.19	1	0.19	0.71	0.4143	
X12	59.72	1	59.72	223.40	<0.0001	**
X22	20.22	1	20.22	75.64	<0.0001	**
X32	31.06	1	31.06	116.17	<0.0001	**
X42	60.31	1	60.31	225.61	<0.0001	**
残差	3.74	14	0.27			
失拟值	1.55	10	0.15	0.28	0.9523	
纯误差	2.19	4	0.55			
总和	147.89	28				

 $R^2=0.9747$ $R^2_{adj}=0.9494$
注: **表示极显著($p<0.01$); *表示显著($p<0.05$); 表6、7、8同。

表6 Vc 含量方差分析及显著性结果

Table 6 Vc content analysis of variance and significant results

变异源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	193321.53	14	13808.68	89.70	<0.0001	**
X ₁	1488.08	1	1488.08	9.67	0.0077	**
X ₂	0.27	1	0.27	0.0018	0.9670	
X ₃	0.10	1	0.10	0.00066	0.9799	
X ₄	234.26	1	234.26	1.52	0.2377	
X ₁ X ₂	827.14	1	827.14	5.37	0.0361	*
X ₁ X ₃	363.28	1	363.28	2.36	0.1468	
X ₁ X ₄	1666.68	1	1666.68	10.83	0.0054	**
X ₂ X ₃	483.78	1	483.78	3.14	0.0980	
X ₂ X ₄	10090.20	1	10090.20	65.55	<0.0001	**
X ₃ X ₄	0.081	1	0.081	0.00053	0.9820	
X ₁ ²	176736.97	1	176736.97	1148.07	<0.0001	**
X ₂ ²	9346.29	1	9346.29	60.71	<0.0001	**
X ₃ ²	13062.41	1	13062.41	84.85	<0.0001	**
X ₄ ²	8517.89	1	8517.89	55.33	<0.0001	**
残差	2155.19	14	153.94			
失拟值	1864.91	10	186.49	2.57	0.1882	
纯误差	290.29	4	72.57			
总和	195476.72	28				

 $R^2=0.9890$ $R^2_{adj}=0.9779$

表 7 黄酮含量方差分析及显著性结果

Table 7 Analysis of variance of flavonoid content and significant results

变异源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	28170.39	14	2012.17	213.69	< 0.0001	**
X ₁	191.84	1	191.84	20.37	0.0005	**
X ₂	15.96	1	15.96	1.70	0.2139	
X ₃	1.66	1	1.66	0.18	0.6812	
X ₄	72.82	1	72.82	7.73	0.0147	*
X ₁ X ₂	25.76	1	25.76	2.74	0.1204	
X ₁ X ₃	3.57	1	3.57	0.38	0.5478	
X ₁ X ₄	196.42	1	196.42	20.86	0.0004	**
X ₂ X ₃	62.09	1	62.09	6.59	0.0223	*
X ₂ X ₄	1484.18	1	1484.18	157.62	< 0.0001	**
X ₃ X ₄	6.10	1	6.10	0.65	0.4343	
X ₁ ²	25855.25	1	25855.25	2745.79	< 0.0001	**
X ₂ ²	1349.23	1	1349.23	143.29	< 0.0001	**
X ₃ ²	2077.74	1	2077.74	220.65	< 0.0001	**
X ₄ ²	1140.06	1	1140.06	121.07	< 0.0001	**
残差	131.83	14	9.42			
失拟值	123.01	10	12.30	5.58	0.0560	
纯误差	8.81	4	2.20			
总和	28302.22	28				

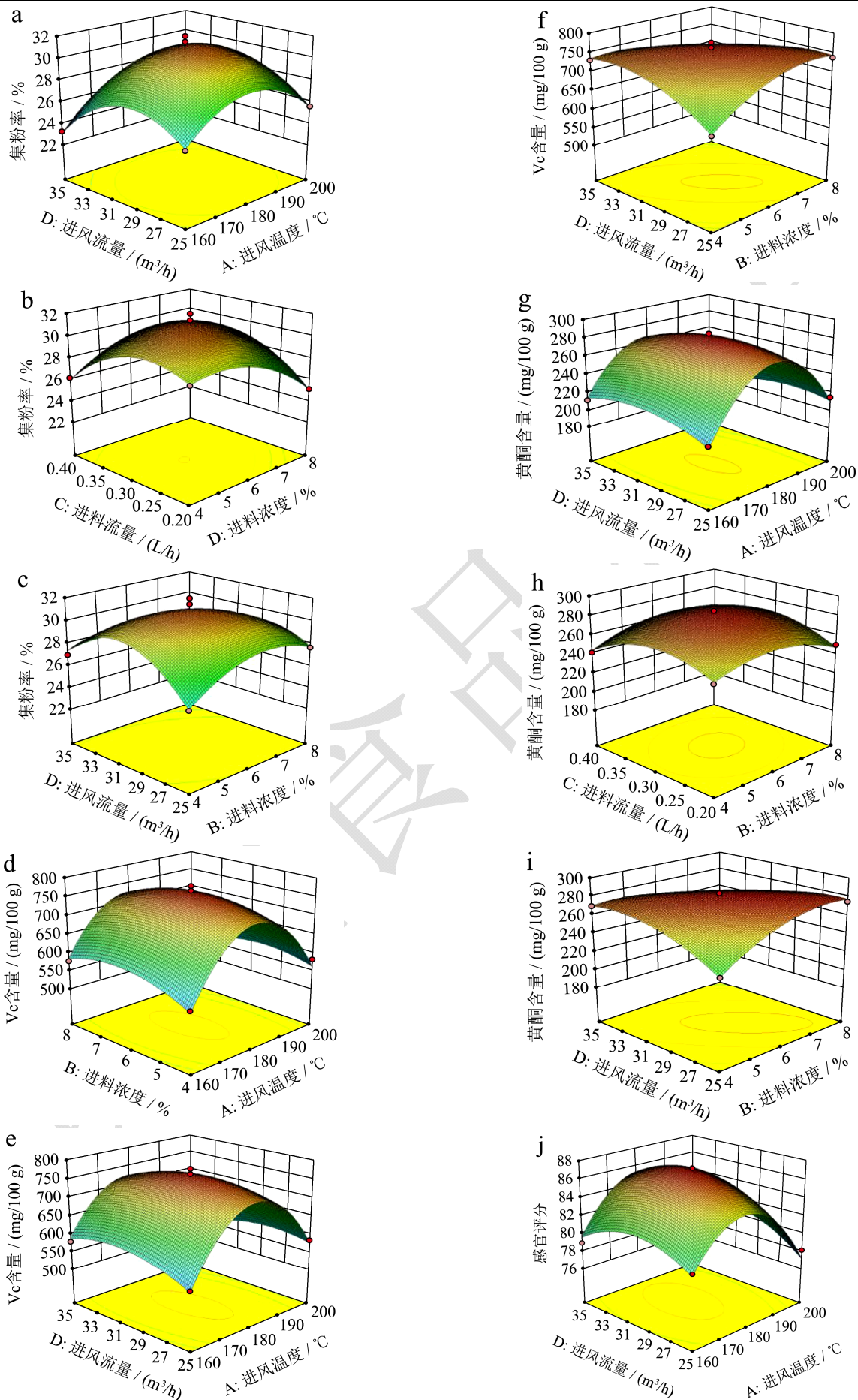
R²=0.9953R²_{adj}=0.9907

表 8 感官评分方差分析及显著性结果

Table 8 Sensory score analysis of variance and significant results

变异源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	305.70	14	21.84	57.06	< 0.0001	**
X ₁	3.85	1	3.85	10.07	0.0068	**
X ₂	4.32	1	4.32	11.29	0.0047	**
X ₃	3.74	1	3.74	9.77	0.0074	**
X ₄	4.94	1	4.94	12.91	0.0029	**
X ₁ X ₂	0.20	1	0.20	0.53	0.4790	
X ₁ X ₃	0.64	1	0.64	1.67	0.2169	
X ₁ X ₄	2.40	1	2.40	6.28	0.0252	*
X ₂ X ₃	2.56	1	2.56	6.69	0.0215	*
X ₂ X ₄	19.80	1	19.80	51.74	< 0.0001	**
X ₃ X ₄	3.80	1	3.80	9.94	0.0071	**
X ₁ ²	204.39	1	204.39	534.06	< 0.0001	**
X ₂ ²	62.87	1	62.87	164.29	< 0.0001	**
X ₃ ²	69.61	1	69.61	181.88	< 0.0001	**
X ₄ ²	31.42	1	31.42	82.10	< 0.0001	**
残差	5.36	14	0.38			
失拟值	5.01	10	0.50	5.69	0.0542	
纯误差	0.35	4	0.088			
总和	311.06	28				

R²=0.9828R²_{adj}=0.9656



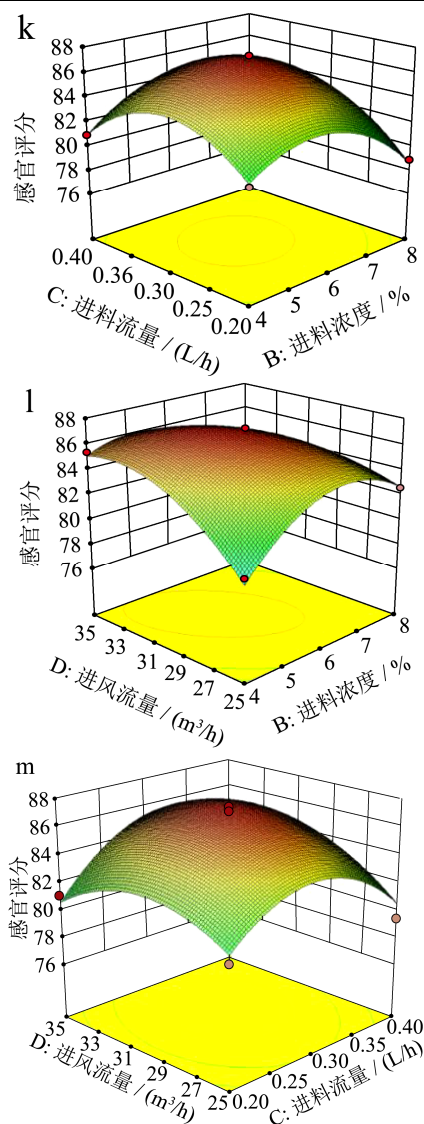


图5 各因素交互作用对不同因变量的影响响应面图

Fig.5 Response of various factors to different dependent variables Response surface and contour map

注: a: 进风流量与进风温度对集粉率的影响; b: 进料流量与进料浓度对集粉率的影响; c: 进风流量与进料浓度对集粉率的影响; d: 进料浓度与进风温度对 Vc 含量的影响; e: 进风流量与进风温度对 Vc 含量的影响; f: 进风流量与进料浓度对 Vc 含量的影响; g: 进风流量与进风温度对黄酮含量的影响; h: 进料流量与进料浓度对黄酮含量的影响; i: 进风流量与进料浓度对黄酮含量的影响; j: 进风流量与进风温度对感官评分的影响; k: 进料流量与进料浓度对感官评分的影响; l: 进风流量与进料浓度对感官评分的影响; m: 进风流量与进料流量对感官评分的影响。

方差分析中 4 种因素对不同因变量影响的显著性由 F 检验判断, p 值越小表明因素对因变量影响显著程度越高。从表 5、6 和 7 的 P 值可以看出, 各因素对集粉率、Vc 含量和黄酮含量的影响顺序依次为: X_1 (进风温度) $> X_4$ (进风流量) $> X_2$ (进料浓度) $> X_3$

(进料流量); 根据表 8 的 P 值可以看出, 各因素对果粉感官评分值的影响顺序依次为 X_4 (进风流量) $> X_2$ (进料浓度) $> X_1$ (进风温度) $> X_3$ (进料流量), 且影响均极显著 ($p < 0.01$), 4 个实验模型均极显著 ($p < 0.01$), 失拟项 p 值分别为 0.9523、0.1882、0.0560、0.0542, 均大于 0.05, 不显著, 证明试验设计误差小, 模型拟合程度好。相关系数 $R^2(Y_1)=0.9747$ 、 $R^2(Y_2)=0.9890$ 、 $R^2(Y_3)=0.9953$ 、 $R^2(Y_4)=0.9828$ 。矫正决定系数 $Y_1: R^2_{Adj}=0.9494$ 、 $Y_2: R^2_{Adj}=0.9779$ 、 $Y_3: R^2_{Adj}=0.9907$ 、 $Y_4: R^2_{Adj}=0.9656$, 说明试验精准度、可靠性高, 在统计学上有意义, 适合用来分析预测刺梨果汁喷雾干燥, 具有实用价值。

如图 5 所示, 通过响应面图直观 4 种因素对不同因变量的影响, 由图 5a~c 可知, 进风温度(X_1)与进风流量(X_4)交互作用显著, 进料浓度(X_2)与进料流量(X_3)、进风流量(X_4)交互极显著, 表现为等高线密集, 响应面曲面陡峭。说明了刺梨喷雾干燥粉集粉率受进风温度与进料流量的影响大。由图 5d~5f 可知, 进风温度(X_1)与进料流量(X_2)交互显著, 进风流量(X_4)与进风温度(X_1)、进料浓度(X_2)交互极显著。表明了刺梨喷雾干燥粉 Vc 含量对进风温度、进料浓度、进风流量敏感。由图 5g~5i 可知, 进料浓度(X_2)与进料流量(X_3)交互作用显著, 进风流量(X_4)与进风温度(X_1)、进料浓度(X_2)交互作用极显著, 等高线呈椭圆形, 说明了刺梨果粉黄酮含量对进料浓度与进风流量敏感, 受进风温度与进料流量影响大。通过图 5j~5m 可以看出进风温度(X_1)与进风流量(X_4)、进料浓度(X_2)与进料流量(X_3)交互显著, 进风流量(X_4)与进料浓度(X_2)、进料流量(X_3)交互作用极显著, 等高线呈椭圆, 说明刺梨喷雾干燥感官评分对进风流量敏感, 其次同时受进风温度、进料浓度、进料流量的影响大。响应面综合结果显示, 喷雾干燥刺梨果粉集粉率、活性成分、感官品质受参数条件改变影响极大, 因此进一步通过软件进行最陡爬坡预测, 得到最佳喷雾干燥工艺条件。

2.6 优化条件验证试验

利用软件 Design-Expert 10.0.4 对模型回归方程 Y_1 、 Y_2 、 Y_3 、 Y_4 进行计算, 得到刺梨喷雾干燥粉最佳工艺条件为: 进风温度 179.24 $^{\circ}\text{C}$, 进料浓度 5.88%, 进料流量 0.303 L/h, 进风流量 30.28 m^3/h , 通过方程求解到预测值为刺梨喷雾干燥粉集粉率 31.00%, Vc 含量 762.83 mg/100 g, 黄酮含量 282.02 mg/100 g, 感官评分 86.99 分。考虑到实际操作局限, 修正为: 进风温度 179 $^{\circ}\text{C}$, 进料浓度 5.9%, 进料流量 0.3 L/h, 进风流量 30 m^3/h 。此条件下对喷雾干燥工艺进行 3 次

平行试验,得到集粉率为30.45%, RSD=2.52%; Vc含量为753.96 mg/100 g, RSD=1.12%; 黄酮含量为277.70 mg/100 g, RSD=2.20%; 感官评分为85.95, RSD=0.85%。各因变量的实际值分别达到理论预测值的98.23%、98.84%、98.47%、98.80%, 实验值与理论预测值拟合度高。另对终产品指标测定结果表9。

表9 终产品指标测定结果

Table 9 Measurement results of final product indicators

指标	项目	结果
理化指标	水分含量/%	3.28±0.11
	Vc 含量/(mg/100 g)	753.96
	黄酮含量/(mg/100 g)	277.70
微生物指标	菌落总数	≤100 cfu/g
	大肠杆菌	未检出
	致病菌	未检出

相较于刺梨传统制粉技术,喷雾干燥制备刺梨果粉水分含量为 3.28%±0.11%, 低于刺梨全粉 6.91%±0.11%与超微粉 6.93±0.13%^[30], 更有利于抑制微生物生长与贮藏; 对比同类型果蔬喷雾干燥粉报道, 本试验中刺梨果粉 Vc 含量损失率(22.20%)优于林陈芳^[26]采用正交法优化猕猴桃喷雾干燥后的果粉 Vc 含量损失率(41.70%)。对比现有刺梨喷雾干燥粉^[11,12]报道, 本研究在工艺参数和品质指标的选择上更具科学性和全面性, 数据结果与响应面模型拟合效果好, 实验成果可靠性和实用性高。

3 结论

本研究采用喷雾干燥法对刺梨果汁进行制粉工艺研究, 在单因素试验的基础上, 利用 Box-Behnken 中心组合方法优化刺梨果汁喷雾干燥参数条件, 确定了刺梨果汁喷雾干燥最佳工艺条件为: 进风温度 179 ℃, 进料浓度 5.9%, 进料流量 0.3 L/h, 进风流量 30 m³/h, 在此条件下得到刺梨喷雾干燥粉集粉率为 30.45%, Vc 含量 753.96 mg/100 g, 黄酮含量 277.70 mg/100 g, 感官值高达 85.95 分。所获得的刺梨果粉粉质均匀、光泽明亮、具有典型的刺梨香气, 理化指标及微生物指标符合国标要求; 且喷雾干燥制粉操作方便, 适合大规模工业化生产。本研究结果可为提升刺梨喷雾干燥技术及开发新型刺梨产品提供技术和理论支撑。

参考文献

- [1] 付阳洋, 刘佳敏, 卢小鸾, 等. 刺梨主要活性成分及药理作用研究进展[J]. 食品工业科技, 2020, 41(13): 328-335, 342
- FU Yang-yang, LIU Jia-min, LU Xiao-luan, et al. Research progress on the main active ingredients and pharmacological

- effects of *Rosa roxburghii* Tratt [J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(13): 328-335, 342
- [2] CHEN Y, LIU Z-J, LIU J, et al. Inhibition of metastasis and invasion of ovarian cancer cells by crude polysaccharides from *Rosa roxburghii* Tratt in vitro [J]. Asian Pacific Journal of Cancer Prevention, 2014, 15(23): 10351-10354
- [3] WANG L, LI C, HUANG Q, et al. Polysaccharide from *Rosa roxburghii* Tratt fruit attenuates hyperglycemia and hyperlipidemia and regulates colon microbiota in diabetic db/db mice [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2020, 68(1): 147-159
- [4] XU S-J, ZHANG F, WANG L-J, et al. Flavonoids of *Rosa roxburghii* Tratt offers protection against radiation induced apoptosis and inflammation in mouse thymus [J]. Apoptosis, 2018, 23(9-10): 470-483
- [5] LI M, LI W, ZHANG G, et al. *Rosa roxburghii* Tratt extracts improves performance, enhances immune function and reduces oxidative stress in geese under heat stress [J]. Journal of Animal Science, 2018, 96(3): 333-334
- [6] 陈庆, 李超, 黄婷, 等. 刺梨多糖的理化性质、体外抗氧化和 α -葡萄糖苷酶抑制活性[J]. 现代食品科技, 2019, 35(11): 114-119, 253
- CHEN Qing, LI Chao, HUANG Ting, et al. Physicochemical properties, anti-oxidation and α -glucosidase inhibitory activity of *Rosa roxburghii* Tratt polysaccharides [J]. Modern Food Science and Technology, 2019, 35(11): 114-119, 253
- [7] WANG L, LI C, HUANG Q, et al. In vitro digestibility and prebiotic potential of a novel polysaccharide from *Rosa roxburghii* Tratt fruit [J]. Journal of Functional Foods, 2019, 52: 408-417
- [8] Oliver-Simancas R, Consuelo Diaz-Maroto M, Soledad Perez-Coello M, et al. Viability of pre-treatment drying methods on mango peel by-products to preserve flavouring active compounds for its revalorisation [J]. Journal of Food Engineering, 2020, 279
- [9] 张丹. 无籽刺梨酶法制汁工艺及果粉制备研究[D]. 重庆: 西南大学, 2017
- ZHANG Dan. Enzymatic juice preparation technology and fruit powder preparation of seedless *Rosa roxburghii* Tratt [D]. Chongqing: Southwest University, 2017
- [10] 张瑜. 刺梨果渣高纤粉加工及品质特性研究[D]. 贵阳: 贵州大学, 2016
- ZHANG Yu. Study on processing and quality characteristics of *Rosa roxburghii* Tratt pomace high-fiber powder [D]. Guiyang: Guizhou University, 2016

- [11] 邱旭,杨宗玲,李晗,等.无籽刺梨粉喷雾干燥工艺优化[J].食品工业,2019,40(9):36-39
QIU Xu, YANG Zong-ling, LI Han, et al. Optimization of spray drying process of seedless *Rosa roxburghii* Tratt powder [J]. Food Industry, 2019, 40(9): 36-39
- [12] 蒋伟,谭书明,胡颖,等.刺梨果粉喷雾干燥工艺研究[J].食品工业,2013,34(10):25-28
JIANG Wei, TAN Shu-ming, HU Ying, et al. Study on spray drying process of *Rosa roxburghii* Tratt fruit powder [J]. Food Industry, 2013, 34(10): 25-28
- [13] LIU J J, LI P F, JIANG Z M, et al. Characterisation of peanut protein concentrates from industrial aqueous extraction processing prepared by spray and freeze drying methods [J]. International Journal of Food Science And Technology, 2019, 54(5): 1597-1608
- [14] Galiciaharo A G F E. Nature-Inspired computation and machine learning: 13 th mexican international conference on artificial intelligence, MICA I 2014, Tuxtla Gutiérrez, Mexico, November 16-22, 2014. Proceedings, Part II [Z]. Cham: Springer International Publishing, 2014: 8857
- [15] 郑莎莎,胡萍,王晓宇,等.干酪乳杆菌发酵番茄酸汤的工艺优化[J].现代食品科技,2020,36(7): 218-226,234
ZHENG Sha-sha, HU Ping, WANG Xiao-yu, et al. Process optimization of fermented tomato sour soup with *Lactobacillus casei* [J]. Modern Food Science and Technology, 2020, 36(7): 218-226,234
- [16] Dubois D, Prade H, H Hle U. Mathematics of fuzzy sets: logic, topology, and measure theory [Z]. Boston: Springer, 1999: 3, 721
- [17] 陈锦权,赵剪,方婷.模糊数学在不同处理橙汁感官评定中的应用[J].河南工业大学学报:自然科学版,2008,29(1): 72-75
CHEN Jin-quan, ZHAO Jian, FANG Ting. Application of fuzzy mathematics in sensory evaluation of orange juice with different treatments [J]. Journal of Henan University of Technology: Natural Science Edition, 2008, 29(1): 72-75
- [18] Chakraborty S, Rao P S, Mishra H N. Response surface optimization of process parameters and fuzzy analysis of sensory data of high pressure-temperature treated pineapple puree: HPP optimization for pineapple puree [J]. Journal of Food Science, 2015, 80(8): E1763-E1775
- [19] 郑唯,朱丹,牛广财,等.富糖类物料喷雾干燥热熔性粘壁现象研究进展[J].农业科技与装备,2018,1:57-58,61
ZHENG Wei, ZHU Dan, NIU Guang-cai, et al. Research progress of spray-drying hot-melt sticky wall phenomenon of sugar-rich materials [J]. Agricultural Science and Technology, 2018, 1: 57-58, 61
- [20] 杨慧,周爱梅,梁秀媚,等.响应面分析法优化佛手果粉喷雾干燥工艺研究[J].食品科技,2015,40(3):83-89
YANG Hui, ZHOU Ai-mei, LIANG Xiu-mei, et al. Study on the optimization of spray drying process of bergamot fruit powder by response surface analysis [J]. Food Science and Technology, 2015, 40(3): 83-89
- [21] ERBAY Z, KOCA N. Effects of using whey and maltodextrin in white cheese powder production on free fatty acid content, nonenzymatic browning and oxidation degree during storage [J]. International Dairy Journal, 2019, 96(1-9)
- [22] 聂凌鸿,王娜.西瓜胡萝卜复合速溶果蔬粉的喷雾干燥工艺研究[J].中国食品添加剂,2018,7:155-160
NIE Ling-hong, WANG Na. Study on spray drying process of watermelon and carrot compound instant fruit and vegetable powder [J]. China Food Additives, 2018, 7: 155-160
- [23] Tan L W, Ibrahim M N, Kamil R. Empirical modeling for spray drying process of sticky and non-sticky products [J]. Procedia Food Science, 2011, 1: 690-697
- [24] 张彩虹.白果喷雾干燥及其对产品质量影响的研究[D].北京:中国林业科学研究院,2010
ZHANG Cai-hong. Ginkgo spray drying and its impact on product quality [D]. Beijing: Chinese Academy of Forestry, 2010
- [25] 柴智慧,张佳欣,宋小荣,等.喷雾干燥法制备蔗汁桂圆固体饮料的研究[J].食品研究与开发,2018,39(14):96-102
CHAI Zhi-hui, ZHANG Jia-xin, SONG Xiao-rong, et al. Research on the preparation of cane juice longan solid beverage by spray drying method [J]. Food Research and Development, 2018, 39(14): 96-102
- [26] 林陈芳.猕猴桃 Vc 降解规律及果粉干燥工艺的研究[D].杭州:浙江工商大学,2015
LIN Chen-fang. Study on the degradation law of Vc of kiwifruit and the drying process of fruit powder [D]. Hangzhou: Zhejiang Technology and Business University, 2015
- [27] Rattes A L R, Oliveira W P. Spray drying conditions and encapsulating composition effects on formation and properties of sodium diclofenac microparticles [J]. Powder Technol, 2007, 171(1): 7-14

(下转第 203 页)