

蓝莓喷雾干燥制粉工艺响应面优化试验

高莉¹,李先毅¹,曲荣芬¹,郭苗苗¹,王猛¹,郭青¹,廖头根¹,徐俊驹^{2,3}

(1. 云南中烟工业有限责任公司技术中心,云南昆明 650231; 2. 云南农业大学烟草学院,云南昆明 650201;
3. 云南省高校高原特色香料植物资源持续利用重点实验室,云南昆明 650201)

摘要: 探究制备蓝莓喷雾干燥制粉的最佳工艺参数不仅有助于提高蓝莓粉的得率和质量,而且对新型蓝莓产品的开发至关重要. 以蓝莓汁、麦芽糊精为主要原材料,以蓝莓粉得率为指标,基于麦芽糖糊精质量分数、进样温度和通针工作频率 3 个条件进行单因素试验筛选,通过响应面法确定蓝莓提取液喷雾干燥制粉最佳工艺条件. 单因素实验与响应面优化实验结果综合表明,在麦芽糖糊精质量分数为 26.34%、进样温度为 152.26 °C 以及喷嘴工作频率为 12.38 s/次的最佳工艺参数条件下,蓝莓粉得率高达 57.17%. 通过该蓝莓汁喷雾干燥制粉工艺得到的蓝莓粉得率高,成本较低、操作方便、制备方法简单且适合工业化生产.

关键词: 蓝莓;喷雾干燥;响应面法

中图分类号: TS209 **文献标志码:** A **文章编号:** 1672-8513(2024)06-0699-06

蓝莓(*Vaccinium uliginosum*)原产于北美,隶属于杜鹃花科(Ericaceae)越橘属(*Vaccinium* spp.),是经济较高的多年生落叶或常绿小乔木^[1-2]. 研究表明,蓝莓目前主要用于生产成果干、鲜榨苹果汁等^[3]. 然而,蓝莓在果粉风干工艺技术研发领域的应用相对较少. 蓝莓果粉具备独特的风味、易于消化吸收,并能够保持果品中的有效成分和营养特性. 此外,良好的干燥制粉技术能够有效控制细菌和酶活性,从而延长食品的保质期^[4-5]. 目前常用的干燥方式包括真空冷冻干燥、微波干燥和喷雾干燥等多种方法^[6-7]. 其中,麦芽糊精作为利用喷雾干燥生产蓝莓果粉的有效助干剂,发挥着重要作用. 它不仅能改善干燥过程中产品的质量,还能提升蓝莓果粉的溶解性^[8].

蓝莓果粉生产过程的工艺参数对于提高蓝莓粉的得率和质量、开发新型蓝莓产品发挥关键作用. 张群等^[4]研究了不同热风干燥温度对蓝莓果干质量的影响. 此外,已有通过正交试验设计法^[5]和响应面法^[6,9]对蓝莓类固体饮料的喷雾干燥工艺进行有效优化. 其中,采用响应面法进行工艺优化能够高效地探索和分析多个变量对最终产品性能的影响,从而找到最佳的工艺条件^[10].

本研究以未浓制的蓝莓汁为主要原材料,依据蓝莓粉得率指标,系统全面地考察蓝莓喷雾干燥工艺流程中麦芽糖糊精添加量、进样温度和喷嘴频率等工艺参数. 通过分析响应面法 Box-Behnken 中心联合设计的实验数据结果,详细描述拟合数学模型,确定蓝莓喷雾干燥的主要工艺参数,以优化蓝莓果粉的生产干燥过程. 这将提高蓝莓鲜果果粉的得率,从而促进低成本、高营养价值的蓝莓果粉的研发.

1 材料与方法

1.1 材料、试剂和仪器

蓝莓品种为绿宝石,采购于云南玉溪澄江市金源蓝莓基地. 麦芽糊(分析纯)精购自上海 MACKIN 生化

收稿日期:2023-12-12.

基金项目:云南中烟工业有限责任公司重大专项(2020CL01);烟草行业卷烟调香技术重点实验室资助项目(TX2022002).

作者简介:高莉(1998-),女,硕士,工程师. 主要从事烟用香料开发与研究.

通信作者:王猛(1987-),女,博士,高级工程师. 主要从事烟用香精香料开发与应用研究.

徐俊驹(1977-),男,博士,教授. 主要从事烟草化学研究.

科技股份有限公司,D-异抗坏血酸钠(分析纯)购自上海 MACKIN 生化科技股份有限公司.

小型喷雾干燥机(YM-6000Y)购自上海豫明仪器有限公司,均质机(FJ200-SH)购自上海沪析实业有限公司,磁力搅拌器(MS-H380)购自大龙兴创实验仪器股份有限公司,电子天平(JA-2003)购自美国 Ohaus 公司,small juicer 购自九阳股份有限公司,冰箱(BCD-408WBPBU1)购自海尔集团,Apreo 扫描电镜购自赛默飞世尔科技公司,激光粒度分析仪(Mastersizer 3000)购自马尔文帕纳公司.

1.2 试验方法

1.2.1 试验前处理

图1为蓝莓果粉制备工艺流程图.选择成熟、无腐烂损伤的蓝莓洗净,用质量分数为0.1% D-异抗坏血酸钠溶液加以护色,再浸渍约10 min 沥干水分后充分鲜榨成蓝莓汁,最后过滤得蓝莓汁样品进行预处理.

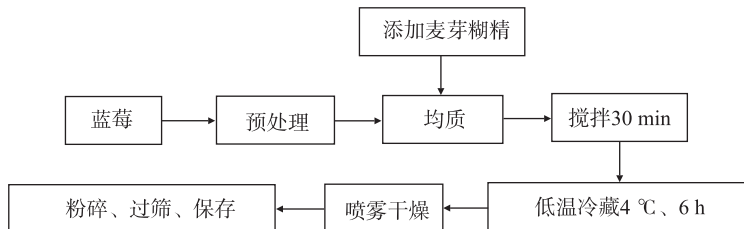


图1 蓝莓果粉制备工艺流程图

1.2.2 喷雾干燥单因素试验

准确称取蓝莓汁100.0 g,助干剂为质量分数为25%的麦芽糊精,进样温度为150℃、通针工作频率为12 s/次作为基本条件,考察麦芽糊精质量分数(15%、20%、25%、30%和35%)、进样温度(135、150、165、180和195℃)、通针工作频率(6、8、10、12和14 s/次)等因素对喷雾干燥所制备蓝莓粉得率的影响.

1.2.3 响应面优化试验

依据1.2.2得到的喷雾干燥单因素试验结论,以得率为响应值,运用响应面法对工艺参数进行综合考察,包括麦芽糊精质量分数、进样温度和喷嘴工作频率等3种影响因素,设计出3因素中3个水平的响应分析实验结论(表1),构建二次多项式的回归模型^[9-10].

表1 Box-Behnken 试验因素水平表

水平	因素		
	A 麦芽糊精质量分数/%	B T/℃	C 通针工作频率/(s·次 ⁻¹)
-1	20	135	10
0	25	150	12
1	30	165	14

1.2.4 蓝莓果粉微观结构及粒径分布

取少量样品均匀平铺于贴有导电胶的扫描电子显微镜专用铝载物台上,氮气吹扫去除多余样品并进行喷金处理,置于扫描电子显微镜下观察蓝莓果粉的微观结构.同时,利用激光粒径分布仪器测量果粉的粒径分布.

2 结果结果与讨论

2.1 单因素试验

2.1.1 麦芽糖糊精添加量对蓝莓粉得率的影响

由图2a可见,麦芽糖糊精质量分数与蓝莓粉得率呈先升后降趋势.当质量分数从15%增至25%时,得率达到66.48%的最高值,表明这一浓度范围内有利于蓝莓粉的成型和干燥.然而,随着质量分数继续增加至30%和35%,得率明显下降,可能是由于过量的麦芽糖糊精导致成分过于黏稠,影响干燥效果.因此,25%为麦芽糖糊精的最佳质量分数,得率最高.

2.1.2 进样温度对得率的影响

从图2b中可以看出,进样温度与蓝莓粉得率呈现先上升后下降的趋势.当进样温度为135℃时,得率为44.78%;随着温度升高至150℃,得率显著上升至54.25%,这可能是由于较高温度促进了水分的蒸发和蓝莓粉的快速干燥,从而提升了得率.然而,继续升高进样温度后,得率开始下降,这可能是由于过高的温度

导致蓝莓粉部分成分热降解或结块,影响干燥效果.因此,150 ℃ 是最佳进样温度.

2.1.3 通针工作频率对得率的影响

从图 2c 可见,通针工作频率对蓝莓粉得率影响同样呈现先升后降的趋势.当频率从 6 s/次增加到 12 s/次时,得率逐步上升,表明适度提高频率能够提高生产效率,因为频率增加优化了系统的工作节奏.然而,当频率升至 14 s/次时,得率显著下降,可能是系统过载导致运行不稳定.因此,12 s/次是最佳工作频率,此时得率最高,进一步增加频率反而会降低效率.

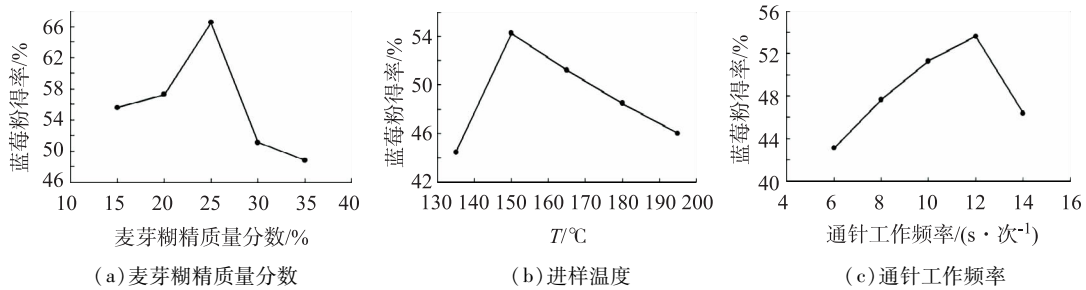


图 2 蓝莓果粉得率的影响因素

2.2 响应面试验结果

在上述单因素实验的基础上,采用 Box - Behnken 中心组合试验原理^[11-12],对蓝莓果喷雾干燥中麦芽糖糊精的添加量、进样温度和通针工作频率 3 个因素进行优化分析.以上述 3 个因素为自变量,蓝莓果粉的得率(Y)为响应值,进行了 3 个因素 3 个水平的响应面分析(表 2).遵循 Box - Behnken Design 试验的统计学要求,对试验结果进行了多元非线性回归分析,得到了拟合方程 $Y = 56.90 + 1.09A + 0.7587B + 0.6725C - 0.3425AB + 0.2500AC + 0.5950BC - 2.03A^2 - 2.59B^2 - 2.16C^2$.

表 2 响应面分析方案及结果

试验号	A 麦芽糊精质量分数/%	B T/℃	C 通针工作频率/(s · 次 ⁻¹)	蓝莓粉得率/%
1	25	135	14	51.32
2	30	150	10	52.74
3	25	135	10	51.33
4	25	150	12	56.72
5	20	150	10	51.16
6	25	150	12	57.23
7	25	165	10	51.78
8	20	150	14	52.17
9	25	150	12	56.13
10	30	150	14	54.75
11	30	135	12	53.07
12	25	150	12	57.17
13	20	165	12	52.17
14	30	165	12	53.78
15	20	135	12	50.09
16	25	165	14	54.15
17	25	150	12	57.26

由表 3 可知,该试验模型的 $P < 0.01$,表明该试验显著性明显.具体地,麦芽糖糊精的质量分数($P < 0.0001$)、进样温度($P < 0.001$)和通针工作频率($P < 0.01$)对蓝莓喷雾干燥果粉得率的影响均具有显著性.该模型的 R^2 值为 0.9889,调整后的 R^2_{Adj} 为 0.9746,变异系数为 0.7192%,这表明数据的变异系数较低且模型拟合良好.此外,实验精密度为 23.0209,远高于 4,说明该模型的精密度良好.在 3 因素 3 水平的范围内,对蓝莓果粉得率产生影响的因素顺序按照麦芽糖糊精的质量分数 > 进样温度 > 通针工作频率的顺序递减.

其中,A、B、C、A²、B²、C² 均对蓝莓果粉得率产生极显著的影响,而 BC 的交互作用也对得率有显著影响.然而,AB 和 AC 的交互作用对蓝莓果粉得率的影响不显著,表明麦芽糖糊精质量分数与进样温度、麦芽糖糊精质量分数与通针工作频率的交互作用对得率的影响较小.

表 3 响应面设计回归方程的方差分析

方差来源	平方和	自由度	均方	F 值	P 值	显著性
模型	92.92	9	10.32	69.21	<0.000 1	**
A	9.57	1	9.57	64.15	<0.000 1	**
B	4.61	1	4.61	30.87	<0.000 9	**
C	3.62	1	3.62	24.25	0.001 7	**
AB	0.469 2	1	0.469 2	3.15	0.119 4	—
AC	0.250 0	1	0.250 0	1.68	0.236 5	—
BC	1.42	1	1.42	9.49	0.017 8	*
A ²	17.39	1	17.39	116.57	<0.000 1	**
B ²	28.29	1	28.29	189.66	<0.000 1	**
C ²	19.73	1	19.73	132.26	<0.000 1	**
残差	1.04	7	0.149 2	—	—	—
失拟项	0.107 6	3	0.035 9	0.1531	0.922 4	—
绝对误差	0.936 7	4	0.234 2	—	—	—
总和	93.96	16	—	—	—	—

注:** 表示差异极显著, $p < 0.01$; * 表示差异显著, $p < 0.05$;下同.

图 3 为麦芽糖糊精添加量、进样温度、通针工作频率之间两两交互作用对蓝莓果粉得率的影响.可以看出,麦芽糊精质量分数对得率的响应曲面最陡峭,说明该因素对得率的影响最显著.响应曲面得陡峭降低程度其次为进样温度、通针工作频率,表明上述 3 个因素对得率影响的按照麦芽糊精质量分数 > 进样温度 > 通针工作频率递减,这与方差分析结果一致.根据蓝莓喷雾等高线图分析发现,当蓝莓粉得率为 57.17% 时,麦芽糊精含量为 26.34%,进样温度为 152.26 °C,通针工作频率为 12.38 s/次.

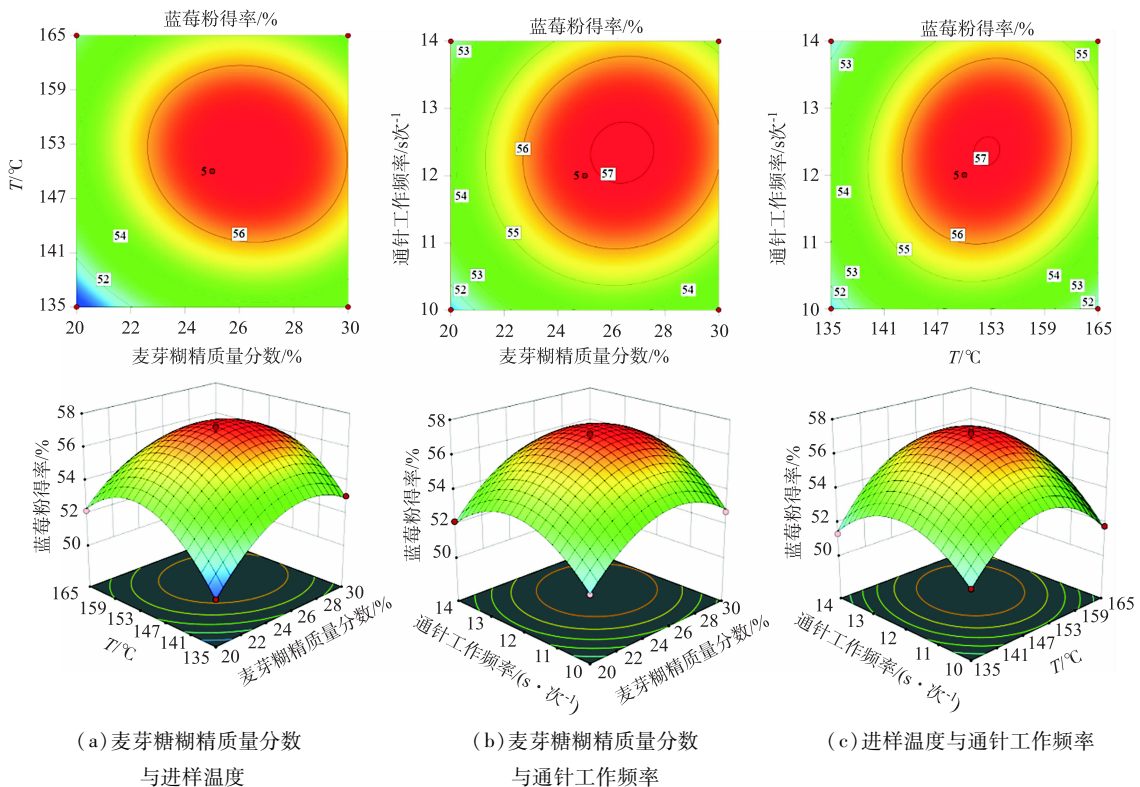


图 3 各工艺因素交互作用蓝莓粉得率的影响

2.3 果粉微观结构

图4a为显微镜所拍摄的果粉表面结构,呈现出松散的粉末状态,表面较为光滑.从图4b可以看出,喷雾干燥后的果粉为松散的粉末状态颗粒大小适中,分布比较均匀,整体呈球状,不规则收缩状.由于喷雾干燥是先将液态物料雾化后再脱水,在高温高压条件下喷出的细小液滴,液滴内外水分同时蒸发,物料内部不发生塌陷,因此颗粒表面光滑,大小比较均匀,形状基本相同.

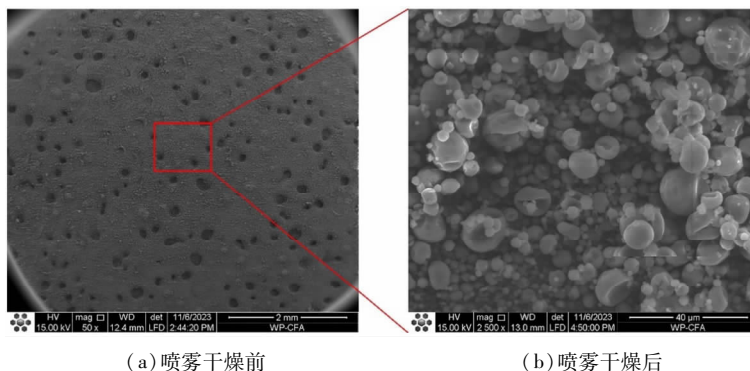


图4 蓝莓果粉的微观结构

2.4 蓝莓颗粒粒径分布

从图5可以看出,蓝莓果粉的颗粒直径较为集中,呈现正态分布,比表面积为 $2\,459\text{ m}^2/\text{kg}$,平均粒径为 $D_v(50)$ 为 $7.061\ \mu\text{m}$.

2.5 最佳工艺验证性试验

通过上述实验研究,得出蓝莓喷雾干燥的最佳工艺参数为麦芽糖糊精质量分数为 26.34% ,进样温度为 $152.26\text{ }^\circ\text{C}$,通针工作频率为 12.38 s/次 .在该条件下,蓝莓粉得率为 57.17% .考虑到实验的可操作性,最佳工艺参数调整为麦芽糖糊精质量分数为 26% ,进样温度 $150\text{ }^\circ\text{C}$,通针工作频率 12 s/次 .在此条件下,对蓝莓汁喷雾干燥工艺进行3次平行实验以验证,蓝莓粉得率为 57.38% .该实际得率与响应面模型得率相近,表明数据结果与响应面模型的拟合效果良好,验证了实验结果的可靠性.此外,还表明本研究对蓝莓果粉的干燥工艺参数进行了全面且科学的考察.

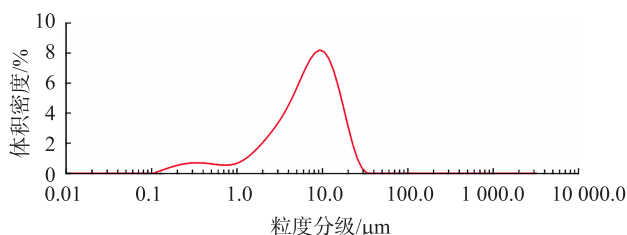


图5 果粉粒径分布图

3 结语

以蓝莓果粉得率为评价指标,采用响应面法对蓝莓汁的喷雾干燥工艺进行优化.在结合单因素试验的基础上,对麦芽糖糊精的质量分数、进样温度和通针频率等关键参数进行了筛选,结果表明这些参数对蓝莓得率均呈现出先增加后降低的趋势.最终确定的最佳工艺参数为麦芽糖糊精质量分数为 26.34% 、进样温度为 $152.26\text{ }^\circ\text{C}$ 、通针工作频率为 12.38 s/次 ,此时得率达到 57.17% .为提高实验的可操作性,最佳工艺参数经过调整,实际得率与响应面模型得率相近,表明数据结果与模型之间拟合良好,进一步验证了实验的可靠性以及对蓝莓果粉干燥工艺参数的全面考察.所获得的蓝莓粉具有均匀的组织状态和浓郁的香味,操作便捷,适合工业化生产.该研究为提升蓝莓喷雾干燥技术和开发新型蓝莓产品提供了有效的技术和理论支持.

参考文献:

- [1] 李亚东, 刘海广, 张志东, 等. 我国蓝莓产业现状和发展趋势[J]. 中国果树, 2008, 6: 67-69.
- [2] 赵东绪, 华启云, 苏晓玲, 等. 不同传粉方式对蓝莓品质提升效果的影响[J]. 浙江农业科学, 2019, 60(7): 1125-1128.
- [3] 张婉迎, 杨俊杰, 杨松, 等. 响应面法优化蓝莓喷雾干燥工艺[J]. 食品工业, 2019, 40(4): 105-109.
- [4] 张群, 刘伟, 袁洪燕. 不同温度热风干燥对蓝莓果干品质的影响[J]. 湖南农业科学, 2018, 6: 79-83.
- [5] 杜超, 马立志, 王瑞, 等. 速溶蓝莓果粉制作工艺研究[J]. 食品工业, 2015, 36(4): 165-168.
- [6] 任迪峰, 毛志怀. 我国中草药干燥的现状与发展趋势[J]. 农业工程学报, 2001, 17(2): 5-8.

- [7] 朱智芸,赵毅,车彦云等,HPLC法测定不同产地不同干燥法葛根中主要异黄酮类成分的含量[J].云南民族大学学报(自然科学版),2022,31(2):157-161.
- [8] 李聪,周沫,毕金峰,等.麦芽糊精对喷雾干燥桃全粉物理性质的影响[J].中国食品学报,2019,19(5):155-163.
- [9] 张靖鹏,翟宇晴,张得钧,基于响应面法优化沙棘普洱茶粉水提工艺及体外抗氧化能力评价研究[J].云南民族大学学报(自然科学版),2024,33(1):31-40.
- [10] 叶双双,楚文靖,姜薇,等.响应面法优化猕猴桃胡萝卜复合果蔬粉喷雾干燥工艺[J].食品工业,2020,41(5):20-23.
- [11] 杨文雄,高彦祥.响应面法及其在食品工业中的应用[J].中国食品添加剂,2005(2):68-71.
- [12] 谢明,王伟良,黄建科,等.基于响应面分析法的小球藻藻粉喷雾干燥工艺优化[J].食品工业科技,2012,33(6):263-266.
- [13] 张艳军,刘莉莉,胡军华,等.Box-Behnken响应面法优化鼻鼾颗粒醇提浸膏喷雾干燥工艺研究[J].中国中药杂志,2015,40(18):3585-3589.
- [14] 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.

Optimization test of response surface of blueberry spray drying process

GAO LI¹, LI Xian-yi¹, QU Rong-fen¹, GUO Miao-miao¹, WANG Meng¹,
GUO Qing¹, LIAO Tou-gen¹, XU Jun-ju^{2,3}

(1. Technology Center of China Tobacco Yunnan Industrial Co., Ltd., Kunming 650231, China; 2. College of Tobacco Science, Yunnan Agricultural University, Kunming 650201, China; 3. Key Laboratory of Sustainable Utilization of Plateau Characteristic Spice Plant Resources, Education Department of Yunnan Province, Kunming 650201, China)

Abstract: Exploring the optimal process parameters for preparing blueberry spray-dried powder not only helps to enhance the yield and quality of blueberry powder but also plays a crucial role in the development of new blueberry products. Using blueberry juice and maltodextrin as the main raw materials, and taking the yield of blueberry powder as the indicator, a single-factor experiment was conducted to screen the conditions based on the mass fraction of maltodextrin, inlet temperature, and nozzle working frequency. The optimal spray-drying conditions for blueberry extract powder were determined using response surface methodology. The results of the single-factor and response surface optimization experiments indicated that under the optimal process parameters-maltodextrin mass fraction of 26.34%, inlet temperature of 152.26 °C, and nozzle working frequency of 12.38 seconds per second-the yield of blueberry powder reached as high as 57.17%. The spray-drying process for blueberry juice yields a high output, is cost-effective, easy to operate, and simple to prepare, making it suitable for industrial production.

Key words: blueberry; spray-drying; response surface methodology

(责任编辑 王煜丹)