

# 百合真空旋蒸干燥工艺优化

效碧亮<sup>1\*</sup> 彭丹<sup>1</sup> 冉学贝<sup>1</sup> 甘瑞<sup>2</sup> 刘晓风<sup>3</sup>

(1. 兰州理工大学技术工程学院 兰州 730050; 2. 酒泉市农产品食量检验检测中心 酒泉 735000;  
3. 兰州理工大学 兰州 730050)

## Optimization of Rotary Vacuum Drying Conditions of Lily-Slice

Xiao Biliang<sup>1\*</sup>, Peng Dan<sup>1</sup>, Ran Xuebei<sup>1</sup>, Gan Rui<sup>2</sup>, Liu Xiaofeng<sup>3</sup>

(1. College of Technology and Engineering, Lanzhou University of Technology Lanzhou 730050, China;  
2. Agricultural Products Quality Inspection and Testing Center of Jiuquan Jiuquan 735000, China;  
3. College of Technology and Engineering, LUT Lanzhou 730050, China)

**Abstract** The rotary vacuum drying of lily was analytically calculated in quadratic polynomial regression equation derived in Box-Behnken experimental design and experimentally evaluated. The influence of the conditions including the temperature, pressure and rotation-rate on the quality of dried lily was investigated. The results show that the drying conditions all had a major compact with descending order: drying-temperature  $\cong$  drying-pressure > rotation-rate; and that the rotary vacuum-drying outperforms the hot-air and vacuum-freeze drying techniques. Specifically, the VC-content changed in an increase-decrease mode with the increases of temperature/rotation-rate or with a decrease of pressure. Dried at 70°C /0.08 MPa/80 r/min for 5.5 h, the dried lily slice with the optimized quality has VC-content of 13.98 mg/100 g, rehydration ratio of 2.01 and chromaticity difference of 9.26.

**Keywords** Process, Drying, Test, Vacuum rotary evaporation, Lily

**摘要** 为了探究百合干燥新工艺,提高百合干品质,缩短干燥周期,本文试用真空旋蒸技术进行干燥脱水的试验研究。试验研究了真空干燥温度(55、60、65、70和75°C)、干燥真空度(0.06、0.07、0.08和0.09 MPa)和干燥转速(0、60、120和180 r/min)对百合干燥特性和品质的影响,以维生素C含量、复水比和色泽( $L^*$ 、 $a^*$ 、 $b^*$ 和 $E^*$ )作为品质指标。同时,采用Box-Behnken试验设计构建二次多项式回归方程模型以及百合真空旋蒸干燥较优工艺条件。单因素试验中真空干燥温度、干燥真空度和干燥转速对百合真空干燥特性均有极显著影响( $p < 0.01$ ),其中干燥温度和真空度对百合片维生素C含量也有极显著影响( $p < 0.01$ ),干燥转速有显著影响( $p < 0.05$ ),各因素对维生素C含量的影响均呈现先上升后下降趋势。响应面试验分析中,各因素对百合片干燥综合评分的影响顺序为干燥温度 = 干燥真空度 > 干燥转速。百合真空旋蒸干燥最佳工艺参数为干燥温度70°C,干燥真空度0.08 MPa,干燥转速80 r/min,所需时间5.5 h,测得维生素C含量13.98 mg/100 g,复水比2.01,色泽 $\Delta E^*$ 值9.26。试验表明真空旋蒸干燥工艺后,百合片品质优秀,较热风干燥和真空冷冻干燥干燥时间大大缩短,研究结果可为真空旋蒸干燥技术在百合干燥工业生产中的应用提供借鉴。

**关键词** 工艺 干燥 试验 真空旋蒸 百合

中图分类号: TS255.3; TS205.1

文献标识码: A

doi: 10.13922/j.cnki.cjovst.2020.05.03

百合为百合科百合属植物,为卫生部审批通过的首批药食兼用植物,因其营养丰富,具有多方面保健功效,在我国常将百合鳞片加工成中草药和各种保健食品<sup>[1-2]</sup>。兰州百合因鳞片大而肉质厚味甜美

而闻名天下,其产地面积大,约占全国50%。但鲜百合因肉嫩、水分高,不易贮藏,引起百合产业严重的产销矛盾。

大规模的百合干生产主要应用传统技术热风干

收稿日期: 2019-12-18

基金项目: 甘肃省科技计划资助项目(18YF1NA002)

\* 联系人: E-mail: xiaobiliang840824@126.com

干燥设备简单,成本低,产量高。1984年刘海宽<sup>[3]</sup>确定了出口百合干生产工艺与质量标准。后续王存堂等<sup>[4]</sup>、李霞等<sup>[5]</sup>、巨浩羽等<sup>[6]</sup>分别从干燥模型、预处理护色剂及真空-蒸汽脉动漂烫机等方面进行了研究与设计,但热风干燥需先漂烫,此工艺会使产品感官和营养品质均受到损失<sup>[7]</sup>,且干燥时间长,温度高,使产品与空气直接接触导致褐变仍然严重,卖相差。真空冷冻干燥工业化生产有一定应用,但干燥时间长,耗能与成本高,设备昂贵,该技术在百合干燥行业严重受阻,其它技术均处于试验阶段。

为改善百合干外观品质,缩短干燥时间,本文利用真空旋蒸可使物料受热均匀、水分迁移速率快、产品外观品质优、脱水液可100%回收(以变废为宝的理念将其开发为护肤品或食品)的优点干燥百合,旨在确定百合真空旋蒸干燥工艺,为百合产业链提供一定理论参考价值。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料与设备

#### 1.1.1 试验材料

新鲜百合:购自合作单位兰州米家山百合有限公司,产地兰州市七里河区西果园,要求新鲜、色白、鳞片肥厚、无病虫害及机械损伤,6年生。初始湿基含水量为65%~72%,采用《GB 5009.3-2016 食品中水分的测定》测定。试验前一天将百合从公司-4℃冷库里提取,带着泡沫箱一并存放于(4±1)℃的冰箱中解冻12h备用。

热风干燥产品:电热干燥箱干燥,热风温度70℃,连续干燥至湿基含水率3%以下。

真空冷冻干燥产品:兰州米家山百合有限公司提供的优质产品。

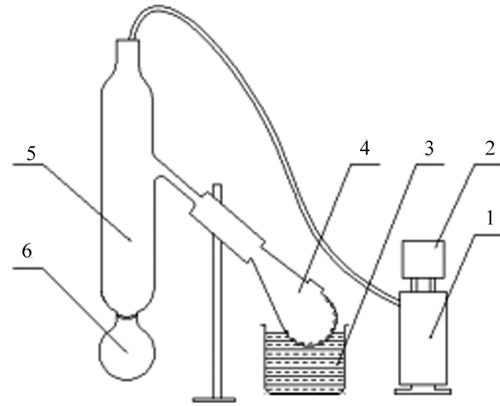
#### 1.1.2 试验试剂

2,6-二氯靛酚;偏磷酸;草酸;碳酸氢钠;L(+)-抗坏血酸标准品:纯度≥99%,以上试剂均为分析纯。

#### 1.1.3 试验设备

真空旋蒸干燥装置如图1所示。其主要由真空系统、加热(水浴)与干燥系统、冷却系统和控制系统等组成,其中真空系统主要有真空隔膜泵、真空调节装置。为提高旋蒸制干一次干燥量,干燥瓶由课题组改造设计,之后定制使用。设计要求为在干燥瓶内壁设计一些凸起,凸起分布为在瓶底中心设一个1cm高的凸起,然后以该凸起为中心,每隔3cm设计一圈

凸起。每圈凸起之间间隔相等,且相互之间交替排布,同时干燥瓶设计了物料进出口。如图2所示。



1. diaphragm vacuum pump 2. vacuum regulator 3. water bath  
4. drying bottle (convex part is material inlet and outlet)  
5. cooling equipment 6. recovery liquid collecting bottle

图1 真空旋蒸干燥装置结构简图

Fig.1 Experimental set up of rotary vacuum drying

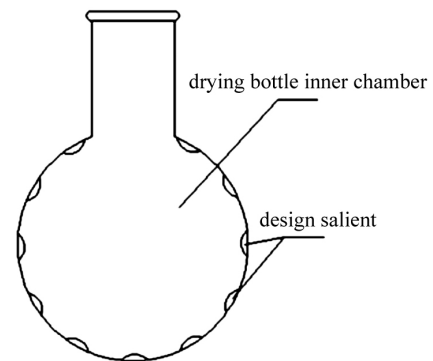


图2 干燥瓶改造示意图

Fig.2 Schematic diagram of modified drying bottle

其他仪器设备:电热恒温鼓风干燥箱:DHG-9425A,上海一恒科技有限公司;真空干燥箱:DZF-6020型,宁波江南仪器厂;分光测色仪:NS800,深圳市三恩时科技有限公司;真空保鲜包装机:W300型,东莞市益健包装机械有限公司。

## 1.2 方法

### 1.2.1 干燥工艺

将鲜百合从冰箱中取出,随机取样,切去毛根,弃掉沾有黑垢、存在黑点的外层,将洁白、完整的鳞片剥下,置于一干净洗盆,将百合鳞片清洗干净之后沥干,装入改造过的干燥瓶中,设置好干燥水浴温度、隔膜泵真空度和干燥瓶转速后进行干燥,至安全水分(可研磨成粉末)干燥结束,产品真空包装。

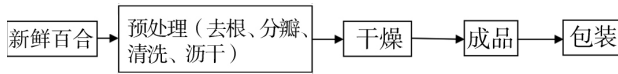


图3 干燥工艺流程图

### 1.2.2 单因素试验

根据前期 2 年预实验的结果,确定真空干燥温度、干燥真空度和干燥转速为主要影响因素,研究百合真空旋蒸干燥特性及品质。

百合属于高水分、高淀粉含量农产品,富含维生素 C,高温易导致美拉德反应引起的褐变、活性物质结构破坏及百合品质下降。参考相关资料<sup>[8,9]</sup>,分别选取干燥温度(55、60、65、70、75℃),干燥真空度(0.06、0.07、0.08、0.09 MPa),干燥转速(0、60、120、180 r/min)作为试验因素,每组试验取鲜百合 210 g(由前期研究结果确定得出),每隔 100 min 取样称重,至含水率(湿基)小于 3% 以下结束,取出冷却后真空包装。每组实验重复 3 次,以确定 3 因素对真空旋蒸百合干燥特性的影响。由于百合受热易褐变,间隔取样会严重影响各因素对产品色泽的准确结果,干燥特性实验样品不宜用于确定各因素对产品品质的影响,因此 3 因素对百合干品质的影响在相同条件下重复进行连续干燥,即样品干燥到湿基含水率 3% 以下再取出,冷却后测定各组试样复水比、色度差和维生素 C 含量。每一个处理均重复 3 次试验。试验处理及安排如表 1。

表 1 试验安排

Tab. 1 Single-factor experimental conditions

序号	干燥温度/℃	干燥真空度/MPa	干燥转速/r/min
1	55	0.08	120
2	60	0.08	120
3	65	0.08	120
4	70	0.08	120
5	75	0.08	120
6	70	0.06	120
7	70	0.07	120
8	70	0.08	120
9	70	0.09	120
10	70	0.08	0
11	70	0.08	60
12	70	0.08	120
13	70	0.08	180

### 1.2.3 响应面试验

在单因素试验的基础上,选取真空干燥温度、干

燥真空度、干燥转速 3 个因素的较优水平,采用 Box-Behnken 试验设计原理进行三因素三水平响应面设计,以干燥时间、维生素 C 含量、色度差、复水比和干燥速率 5 个指标的加权综合评分作为响应值确定真空旋蒸干燥工艺最佳参数,因素水平表见表 2。

表 2 因素水平表

Tab. 2 Factor level table

水平	因素		
	A: 干燥温度/℃	B: 干燥真空度/MPa	C: 干燥转速/r/min
1	60	0.07	60
2	65	0.08	120
3	70	0.09	180

### 1.2.4 干燥参数的计算

干燥参数的计算参考乔宏柱等<sup>[8]</sup>的方法,并将参数单位进行了更改,干基含水率单位由  $g \cdot g^{-1}$  改为 %, 干燥速率单位由  $g/(g \cdot \min)$  改为 %/h。

百合干燥过程中干燥曲线采用水分比(moisture ratio, MR) 随时间变化的曲线<sup>[8]</sup>。水分比的计算公式如下所示

$$MR = \frac{M_t}{M_0} \quad (1)$$

式中:  $M_0$  为百合初始干基含水率, %;  $M_t$  为百合在  $t$  时刻的干基含水率, %。

干燥过程中,百合的干燥速率(drying rate, DR) 计算为

$$DR = \frac{M_{t_1} - M_{t_2}}{t_1 - t_2} \quad (2)$$

式中, DR 为干燥过程中  $t_1$  和  $t_2$  之间的百合降水率;  $M_{t_1}$  和  $M_{t_2}$  分别为百合在  $t_1$  和  $t_2$  时刻的含水率(干基)。

干基含水率(moisture content on dry basis) 的计算公式为<sup>[8]</sup>

$$M_t = \frac{M_t - G}{G} \times 100\% \quad (3)$$

式中,  $M_t$  为百合干燥过程中任意时刻的总质量, g;  $G$  为百合所含干物质质量, g。

### 1.2.5 品质指标的测定

#### 1.2.5.1 维生素 C 含量的测定

采用国标 GB5009.86-2016 食品中抗坏血酸的测定: 2,6-二氯酚靛滴定法<sup>[10]</sup>。

#### 1.2.5.2 水分含量的测定

采用国标 GB5009.3-2016 食品中水分的测定:

减压干燥法<sup>[11]</sup>。

### 1.2.5.3 色度差的测定

采用分光测色仪进行色差  $\Delta E^*$  值的测定,取一定量百合粉碎,过200目筛,然后进行测定测定百合粉色泽的  $L^*$  值(明亮度)、 $a^*$  (红绿值)和  $b^*$  (蓝黄值),每一处理重复3次测定,取平均值,计算色泽差异值  $-E^*$  进行综合评价<sup>[12]</sup>。本研究以鲜百合色泽参数  $L_0^*$ 、 $a_0^*$ 、 $b_0^*$  作为百合色差  $-E^*$  的参照。其中  $\Delta E^*$  值就是鲜百合与干燥后百合的色差

$$\Delta E^* = \sqrt{(L_0^* - L^*)^2 + (a_0^* - a^*)^2 + (b_0^* - b^*)^2} \quad (6)$$

### 1.2.5.4 复水比的测定

参考闫旭等<sup>[13]</sup>测定方法进行了改良。将干燥后的百合片按料液比1:20(g/mL)浸于蒸馏水中,在40℃下浸没30min。复水结束后取出果片,拭去表面水分,并称重。则复水比(RR)计算为

$$RR = \frac{M_t}{M_0} \quad (7)$$

式中  $M_0$ 、 $M_t$  为百合干复水前后重量 g。

### 1.2.6 评价指标总得分计算

参考乔宏柱等<sup>[8]</sup>的方法,响应面试验结果采用四个指标和它们的总分确定,四指标分别为色泽  $-E^*$  值、维生素 C 含量、复水比及干燥时间,总分采用权重比计算。本文旨在提高百合干品质,缩短干燥时间,综合考虑各指标权重为:Vc 含量占40%,干燥时间占20%,色泽占20%,复水比占10%,干燥速率占10%。

各项指标计算为:

各试验组色泽  $\Delta E^*$  得分 = 20(  $\Delta E^*$  最小值/各

组试验色差值  $\Delta E^*$  ) ,其中20为色差值  $\Delta E^*$  的最小值满分;

各试验组维生素 C 含量得分 = 40( 各组试验 Vc 含量/Vc 含量最大值) ,其中40为维生素 C 含量的最大值满分;

复水比与干燥速率得分计算方法同 Vc 含量得分;

干燥时间得分的计算方法同色泽得分。

### 1.2.7 数据处理

通过 Excel 完成单因素试验原始数据的整理,误差、方差分析和多重比较的计算,运用 Origin8.0 完成单因素试验中图的绘制,用 Design-Expert V 8.0.6.1 进行响应面试验设计与数据处理。

## 2 结果与讨论

### 2.1 百合真空旋蒸干燥特性单因素试验研究

#### 2.1.1 干燥温度对干燥特性的影响

在干燥真空度 0.08 MPa,干燥转速 120 r/min 条件下,百合不同干燥温度条件下的干燥曲线如图4所示。由图4(a)可见,干燥温度为55、60、65、70、75℃时,百合达到目标含水率所需时间分别为660、500、445、310、246 min,干燥温度为75℃时百合干燥时间最短,与55℃相比,缩短了62.73%,70℃时干燥时间次之,缩短了53.05%。干燥温度对百合真空旋蒸干燥时间有极显著影响( $P < 0.01$ ),干燥温度70℃为良好水平,超过此温度,百合细胞受损程度增大,其复水比、营养成分的保留等均会受到严重影响,故真空旋蒸干燥温度为70℃较佳。

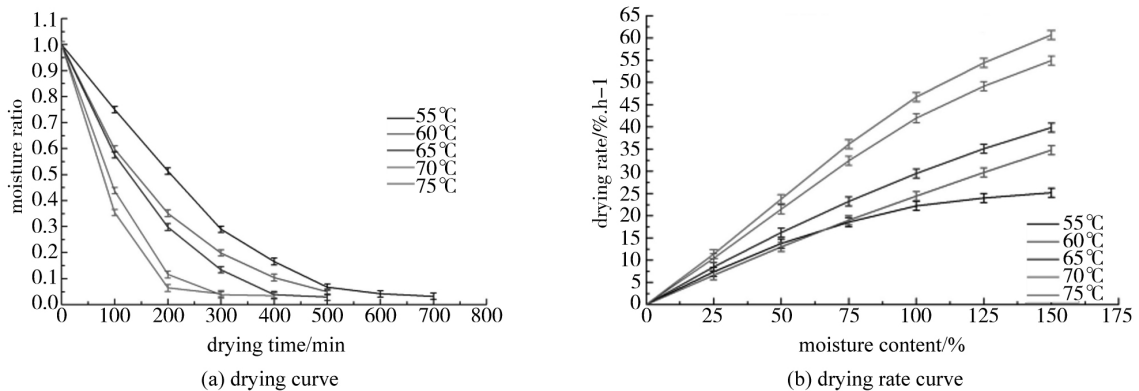


图4 干燥温度对干燥曲线和干燥速率曲线的影响

Fig.4 Effect of the drying temperatures on drying behavior

由图4(b)可知,随着干燥温度的增加,百合真

空旋蒸干燥速率随之显著增加。当干基含水率大于

75% 时, 温度越高, 干燥速率的差异越大, 干燥温度由 65℃ 增加到 70℃, 干燥速率增幅极为显著 ( $P < 0.01$ )。这是由于在干燥前期, 物料的含水率较高, 一定真空度下, 温度越高, 物料脱水速率越快。不同干燥温度下百合的干燥速率整体呈现逐渐降低趋势, 未出现恒速干燥过程, 这一干燥属于典型降速干燥。大多数的农产物料的干燥都属于降速干燥, 这是由于水分在物料内部扩散速度低于表层蒸发速度所致<sup>[14]</sup>。

### 2.1.2 干燥真空度对干燥特性的影响

在干燥温度 70℃, 干燥转速 120 r/min 条件下, 百合不同干燥真空度条件下的干燥曲线如图 5 所示。由图 5(a) 可见, 干燥真空度为 0.06、0.07、0.08、0.09 MPa 时, 百合达到目标含水率所需时间

分别为 500、365、280、250 min, 其中 0.09 MPa 干燥时间最短, 与 0.06 MPa 相比缩短了 50%。这一结论表明干燥系统压力越小干燥速率越快, 与 GIRI 等<sup>[15]</sup> 研究结果相一致。然而, 值得注意的是, 干燥系统内的气压不可过小, 否则会导致其中空气过于稀薄, 阻碍物料水分传递进程, 导致单位能耗显著上升, 综合考虑干燥真空度 0.08 MPa 较宜<sup>[16]</sup>。

由图 5(b) 可知, 百合片由初始干燥到干基含水率为 50% 不同干燥真空度下的百合干燥速率差异显著 ( $P < 0.05$ ) 特别是 0.06 ~ 0.07 MPa 之间极显著 ( $P < 0.01$ ), 干燥后期, 真空度 0.09 MPa 时干燥速率显著大于其它干燥真空度状态。干燥过程中真空可以促进更快的速度、降低处理温度和持续时间, 同时氧分量低对于干果质量也很重要。

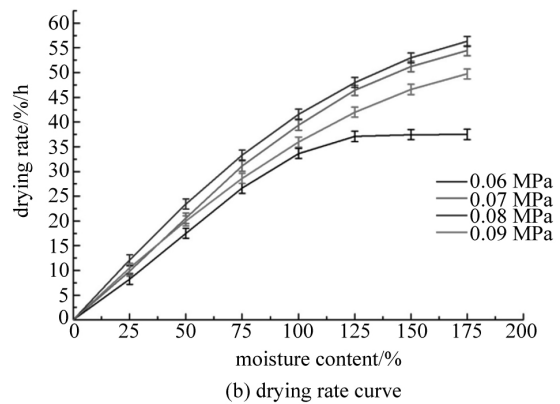
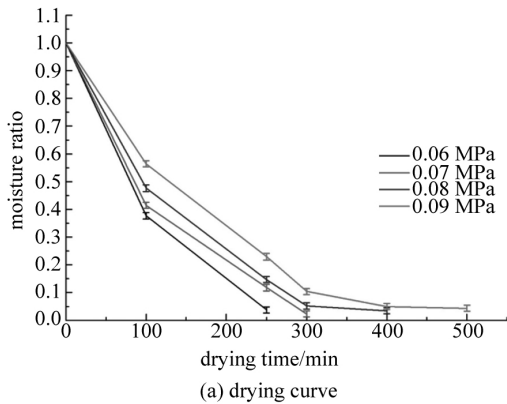


图5 干燥真空度对干燥曲线和干燥速率曲线的影响

Fig.5 Influence of the pressure on the drying characteristics

### 2.1.3 干燥转速对干燥特性的影响

在干燥温度 70℃, 干燥真空度为 0.08 MPa 条件下, 百合不同干燥转速条件下的干燥曲线如图 6 所示。由图 6(a) 可见, 干燥转速分别为 0、60、120、

180 r/min 时, 百合达到目标含水率干燥时间为 650、430、310、245 min, 不同干燥转速对百合干燥时间均有极显著影响, 转速越大, 干燥时间越短, 转速为 180 r/min 时干燥时间最短, 较 0 r/min 时缩短了

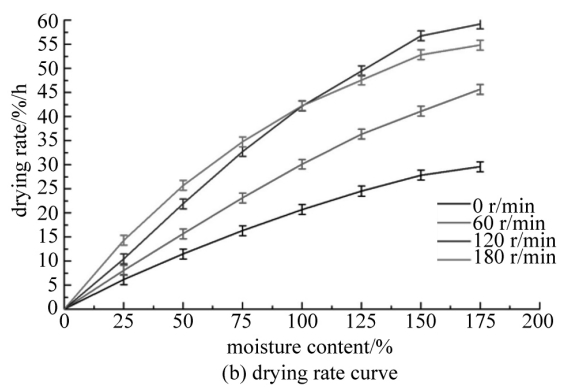
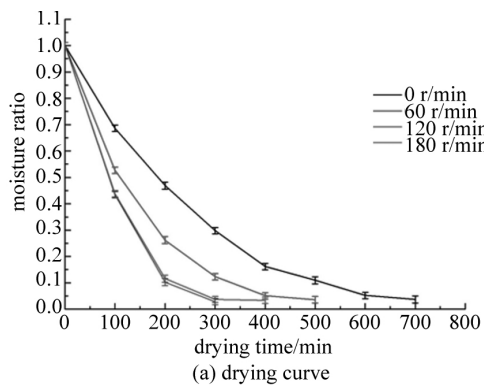


图6 干燥转速对干燥曲线和干燥速率曲线的影响

Fig.6 Dependence of the drying properties on the rotation rate

62.31%。本次试验干燥属于传导传热方式,故旋转速度是影响百合干燥的主要因素之一。

由图6(b)可见,干燥转速对百合真空干燥速率有极显著的影响( $P < 0.01$ )。干燥转速0、60、120 r/min 三水平之间尤为突出。百合从干燥初始到干基含水率100% 转速180 r/min 低于120 r/min,在干基含水率小于100%时,又高于120 r/min。干燥预热阶段,物料温度上升较慢,且当干燥瓶转速过高时,干燥瓶的热量在短时间内来不及补充,从而使得干燥瓶表面温度升高缓慢,影响了高转速条件下的干燥速率,这一结果与 vasseur 等<sup>[17]</sup>的观点相吻合。当干燥进入后阶段,干燥瓶内温度上升,180 r/min 转速下百合干燥速率显著高于其它水平( $P < 0.05$ )。然而干燥转速过高,干燥后期物料之间相互摩擦会使其表面受损严重,影响产品的外观品质。

## 2.2 单因素真空干燥试验对百合品质的影响

### 2.2.1 不同试验条件对百合片维生素C含量的影响

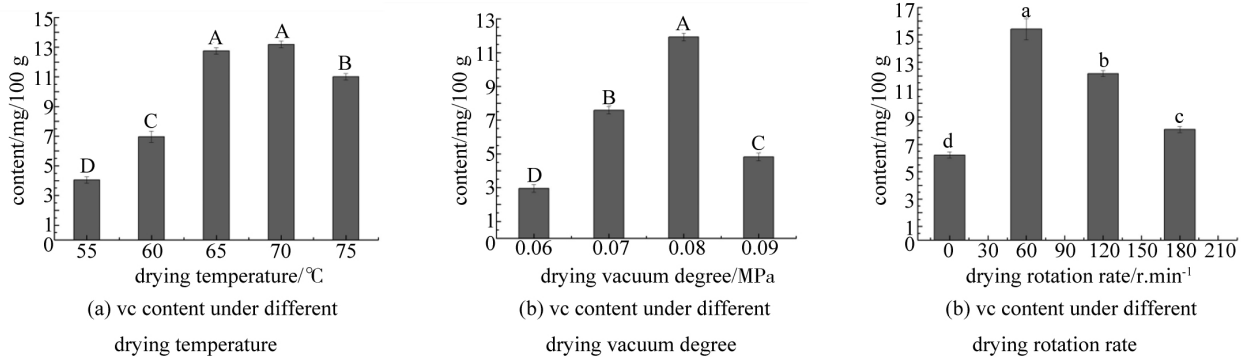


图7 不同单因素试验条件下的维生素C含量

Fig.7 VC-content as a function of a single factor

### 2.2.2 不同试验条件对百合片复水比的影响

在干燥真空度0.08 MPa,干燥转速120 r/min 条件下,真空干燥不同温度对百合复水比的影响如图8(a)所示。结果表明真空干燥温度选取水平在55~75℃之间时对百合复水比无显著影响( $P > 0.05$ ),表明真空旋蒸干燥方法中温度在有效范围内的升高对物料细胞的破坏程度较小,会有利于有效干燥温度的选择,因为复水比可衡量干燥过程对物料组织结构的破坏程度<sup>[18]</sup>。

在干燥温度为70℃,干燥转速120 r/min 条件下,研究了真空干燥不同真空度对百合复水比的影响,结果如图8(b)所示。随着干燥真空度的升高,百合复水比呈现显著的增大趋势( $P < 0.05$ )。0.09 MPa 时复水比最大,说明干燥系统内部较小的干燥

真空干燥不同试验条件对百合维生素C含量的影响如图7所示。图7(a)、(b)表明真空干燥温度和干燥真空度对百合维生素C含量均有极显著影响( $P < 0.01$ )。图6(c)所示干燥转速有显著影响( $P < 0.05$ ),且各因素对其影响均呈先上升后下降趋势。抗坏血酸性质不稳定,遇光、高温和与氧气接触都能够分解,所以在干燥过程中,干燥温度过高或者时间过长都可以减少物料中Vc的含量<sup>[17]</sup>。干燥温度为65~70℃时维生素C含量最高,较低干燥温度拖延干燥时间,较高温度使Vc易分解,因维生素C具有很强的抗氧化性,在65~70℃之间对应的抗氧化水平可能最高,这一结果与闫旭等<sup>[13]</sup>研究结果相一致。干燥真空度对Vc含量的影响为0.08 MPa时Vc含量最高,低于或高于0.08 MPa时,均有下降趋势。干燥转速对Vc含量的影响表现为60 r/min 时结果最大,0 r/min 时,干燥时间最长,Vc含量最低。

压力、稀薄的空气便于物料疏松多孔组织的形成,此结论与Xie等<sup>[19]</sup>对枸杞的真空脉动干燥、程慧等<sup>[16]</sup>对香菇热泵-真空联合干燥研究结果相一致。

在干燥温度为70℃,干燥真空度0.08 MPa 条件下,不同真空干燥转速对百合复水比的影响如图8(c)所示,结果有显著差异( $P < 0.05$ ),为先上升后下降,转速120 r/min 时复水比最大。因此干燥转速是影响百合真空干燥的主要因素之一。

### 2.2.3 不同试验条件对百合片色泽的影响

根据表1单因素试验设计进行不同试验条件对百合片色泽的研究,结果如图9所示。真空干燥温度、干燥真空度和干燥转速对综合指标 $\Delta E^*$ 值有显著影响( $P < 0.05$ )。 $\Delta E^*$ 越小,说明干燥后百合片越白,色泽品质越优。由表3可见,不同干燥温度对干

干燥后百合片白度的影响为 55℃ 时  $\Delta E^*$  值最大, 60 ~ 75℃ 之间无显著差异。百合片的白度与干燥时间有较大关系, 时间越长, 白度越低, 55℃ 耗时最长, 故长时间的干燥与较低的温度使百合褐变较其他水平严重; 并且温度越高, 褐变程度也越高, 由于本次设计最高温度为 75℃, 未超过 80℃, 且 75℃ 干燥时间最短, 因此该温度下百合片白度与 60、65、70℃ 下的白度无显著差异。真空度主要影响百合干燥过程中的

氧化褐变, 真空度越小, 氧分量越低, 百合片白度越高, 这一结论与表 3 不同真空度条件下的试验结果相吻合, 真空度为 0.08 和 0.09 MPa 时百合  $\Delta E^*$  最小。不同干燥转速试验条件下, 0、60 和 120 r/min 之间无显著差异, 转速为 180 r/min 时  $\Delta E^*$  最小, 有可能因该条件下干燥时间最短, 缩短了百合褐变时间。

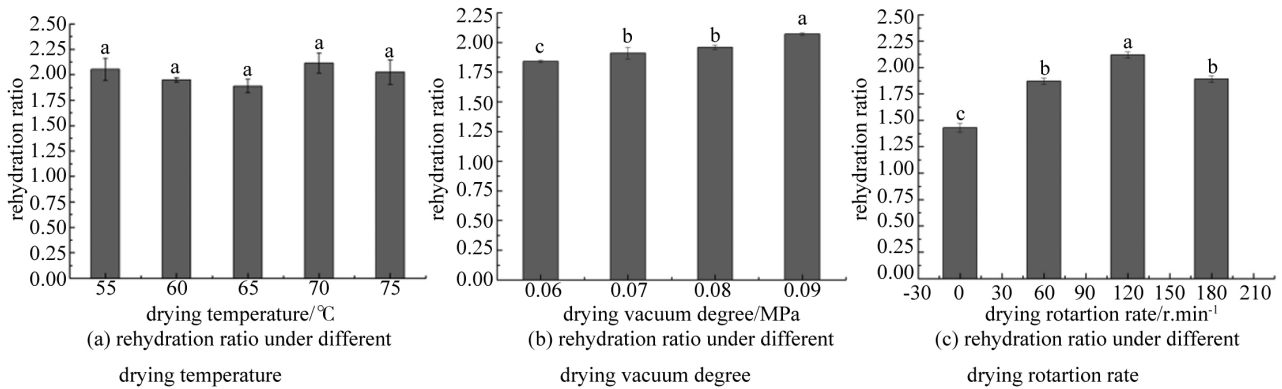


图8 不同单因素试验条件下的复水比

Fig.8 Rehydration ratio depends on the single factor

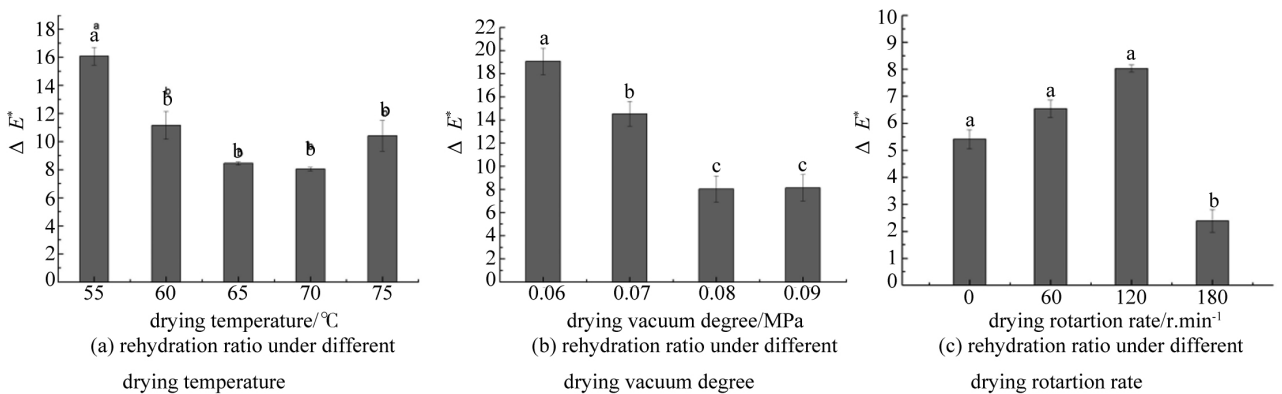


图9 不同单因素试验条件对干燥百合片色泽的影响

Fig.9 Chromaticity difference vs a single factor

### 2.3 响应面试验

根据单因素试验选择真空干燥温度、干燥真空度、干燥转速为响应面因素, 并确定了因素水平范围, 根据 Design-Expert. V8.0.6 软件中的 Box-Behnken 设计三因素三水平共 17 个点的响应面试验。试验方案及结果见表 3。

#### 2.3.1 回归方程方差分析和回归系数显著性检验

应用 Design-Expert. V8.0.6 软件对表 3 中多元回归拟合, 得出真空干燥温度、干燥真空度、干燥转速与 Vc 含量、色泽、复水比、干燥时间、干燥速率及

综合评分之间的二次多项回归方程:

$$Y_1 = -1174.1035 + 29.3866A + 3672.1750B + 0.0614C - 23.5000AB + 1.2583AC - 0.4958BC - 0.1969A^2 - 11430.0000B^2 - 4.6403C^2$$

$$Y_2 = 428.9459 - 10.6245A - 1165.9416B + 0.0977C + 5.8663AB + 0.00006AC - 1.6382BC + 0.0716A^2 + 5691.3250B^2 + 6.1560C^2$$

$$Y_3 = 48.8165 - 1.0554A - 202.2576B - 0.0460C + 2.3875AB + 0.0005AC + 0.2910BC + 0.0058A^2 + 71.0888B^2 - 0.0001C^2$$

$$Y_4 = 280.6850 - 3.8205A - 2761.7500B - 0.2083C + 8.0000AB - 0.0001AC + 0.7917BC + 0.0202A^2 + 12550.0000B^2 + 0.0005C^2$$

$$Y_5 = -126.5470 + 1.5424A + 1603.2525B - 0.0518C + 7.8398AB + 0.0031AC + 0.0915BC -$$

$$0.0148A^2 - 12880.5853B^2 - 0.0006C^2$$

$$Y_6 = -38.4121 + 0.9411A + 140.1771B - 0.0021C - 0.4686AB + 0.0001AC + 0.0208BC - 0.0065A^2 - 642.0098B^2 - 0.00003C^2$$

表3 响应面试验设计方案及结果

Tab. 3 Design and results of the response surface test

序号	干燥温度 (A) / °C	干燥真空度 (B) / Mpa	干燥转速 (C) / r/min	Vc 含量 (Y <sub>1</sub> ) / mg/100 g	色泽(Y <sub>2</sub> ) / ΔE*	复水比 (Y <sub>3</sub> )	干燥时间 (Y <sub>4</sub> ) / h	干燥速率 (Y <sub>5</sub> ) / % / h	综合评分 (Y <sub>6</sub> )
1	75	0.07	120	8.13	11.64	1.96	5.4	10.53	0.662
2	70	0.08	120	13.83	10.23	1.98	5.5	10.70	0.837
3	75	0.09	120	7.84	10.85	2.37	4.3	13.94	0.745
4	75	0.08	60	6.97	11.18	1.84	8.2	7.26	0.549
5	65	0.08	60	6.92	12.82	2.07	10.7	5.66	0.509
6	75	0.08	180	7.78	9.94	1.88	4.7	13.11	0.707
7	70	0.08	120	14.02	9.43	1.87	5.2	11.76	0.864
8	70	0.09	180	11.99	7.91	1.92	5.8	10.27	0.805
9	70	0.09	60	13.01	12.09	1.71	9.1	6.25	0.690
10	70	0.08	120	13.54	8.72	1.96	5.5	10.84	0.849
11	65	0.08	180	6.22	11.51	1.48	7.3	7.77	0.524
12	70	0.07	60	8.92	10.41	1.78	12.1	4.90	0.559
13	70	0.08	120	13.28	9.34	1.90	5.2	11.35	0.843
14	70	0.07	180	9.09	10.16	1.30	6.9	8.70	0.624
15	70	0.08	120	13.16	9.03	1.80	5.8	10.01	0.812
16	65	0.09	120	9.22	11.20	1.91	8.2	7.24	0.616
17	65	0.07	120	4.81	13.15	1.98	10.9	5.40	0.439

各回归方程系数显著性检验如表5所示。结果显示各回归方程模型  $P$  值皆小于 0.005, 小于极显著水平 0.01。失拟项均大于显著水平 0.05, 不显著。相关系数  $R^2$  均大于 0.9, 变异系数 (CV%) 均小于 10%, 各项数据一致表明 6 个模型拟合程度良好。

从回归模型系数显著性检验结果可以看出: 3 因素对百合片维生素 C 含量的影响主次顺序为干燥真空度 (B) > 干燥温度 (A) > 干燥转速 (C), 其中干燥真空度对 Vc 含量有极显著影响, 干燥温度对 Vc 含量有显著影响; 3 因素对百合片色泽  $\Delta E^*$  的影响主次顺序为干燥转速 (C) > 干燥温度 (A) > 干燥真空度 (B), 其中干燥转速对百合片色泽  $\Delta E^*$  有极显著影响, 干燥温度对其有显著影响; 3

因素对百合片复水比的影响主次顺序为干燥真空度 (B) > 干燥转速 (C) > 干燥温度 (A), 其中干燥真空度和干燥转速对百合片复水比有极显著影响, 干燥温度对其有显著影响; 3 因素对百合片干燥时间的影响主次顺序为干燥转速 (C) > 干燥温度 (A) > 干燥真空度 (B), 三者对百合片干燥时间均有极显著影响; 3 因素对百合片干燥速率的影响主次顺序为干燥温度 (A) > 干燥转速 (C) > 干燥真空度 (B), 其中干燥温度和干燥转速对百合片干燥速率有极显著影响, 干燥真空度对其有显著影响; 3 因素对百合片综合评分的影响主次顺序为干燥温度 (A) = 干燥真空度 (B) > 干燥转速 (C), 三者对百合片综合评分均有极显著影响。



表 4 回归方程模型方差分析及其系数的显著性检验

Tab.4 Variance analysis of the regression equation and significance test

来源	Vc 含量( $Y_1$ ) /mg/100 g	色泽( $Y_2$ ) / $\Delta E^*$	复水比 ( $Y_3$ )	干燥时间 ( $Y_4$ ) /h	干燥速率 ( $Y_5$ ) /% · h	综合评分 ( $Y_6$ )
模型	< 0.0001 **	0.0037 **	0.0011 **	0.0003 **	0.0006 **	< 0.0001 **
A	0.0375*	0.0207*	0.0317*	0.0001 **	0.0001 **	< 0.0001 **
B	< 0.0001 **	0.0939	0.0056 **	0.0048 **	0.0136*	< 0.0001 **
C	0.6100	0.0046 **	0.0081 **	< 0.0001 **	0.0004 **	0.0011 **
AB	0.0020 **	0.3626	0.0205*	0.2828	0.4040	0.0852
AC	0.1674	0.9553	0.0061 **	0.9441	0.0720	0.0185*
BC	0.2641	0.0138*	0.0033 **	0.2096	0.9046	0.3211
A <sup>2</sup>	< 0.0001 **	0.0005 **	0.0073 **	0.1683	0.4178	< 0.0001 **
B <sup>2</sup>	0.0020 **	0.0938	0.8607	0.0069 **	0.0201*	0.0008 **
C <sup>2</sup>	0.0002 **	0.4750	0.0006 **	0.0011 **	0.0017 **	< 0.0001 **
失拟项	0.1614	0.3873	0.3366	0.0710	0.1752	0.2325
Std. Dev.	0.49	0.69	0.08	0.69	0.88	0.023
R-Squared	0.9890	0.9236	0.9471	0.9640	0.9551	0.9873
C. V/ %	4.94	5.70	4.29	9.69	9.64	3.42

注: \* 表示显著水平 <0.05 ; \*\* 表示极显著水平 <0.01 ;

2.3.2 交互作用分析

本试验以综合评分的回归方程确定百合真空旋蒸干燥最优条件,下面只出示各因素之间的交互作用对百合片综合评分的影响结果,如图 10 所示,对百合片 Vc 含量、色泽、复水比、干燥时间、干燥速率的影响不再说明。由图 10( a) 可看出,当干燥转速一定时,百合片综合评分随干燥温度的增加先大幅度上升后缓慢下降,随干燥真空度的增加先大幅度

上升后缓慢上升。由图 10( b) 可知,干燥转速和干燥温度交互作用显著(  $P < 0.05$  ),当干燥真空度一定时,百合片综合评分随干燥温度的增加先增加后下降,随干燥转速的增加同样成效先增加后下降,变化幅度较干燥温度影响的缓慢。由图 10( c) 可知,当干燥温度一定时,百合片综合评分随干燥真空度的增大呈单调递增趋势,随干燥转速的增加先缓慢增加后下降。

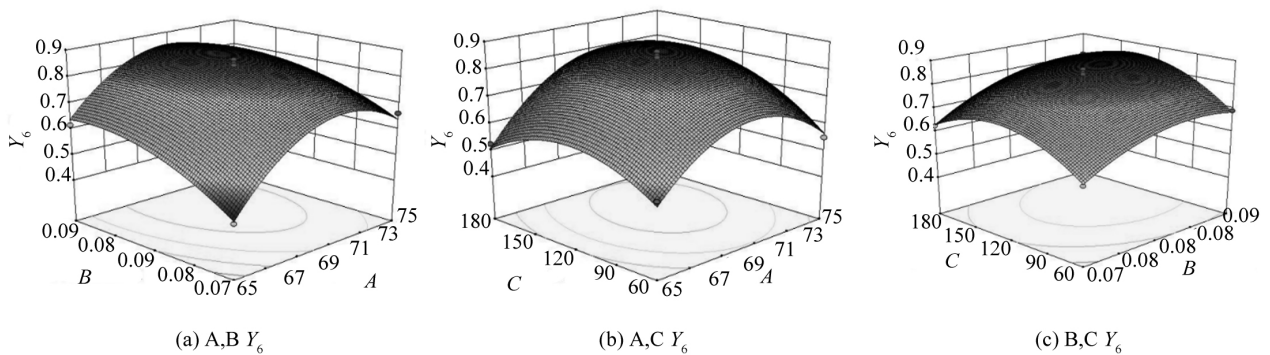


图10 三因素对百合片综合评分的影响

Fig.10 Impact of the three factors on the comprehensive score

2.3.3 百合片真空干燥工艺最优条件确定与验证试验

为了确定真空度旋蒸干燥工艺最优参数,根据

回归方差系数显著性检验,首先对综合评分对应回归方程中不显著项 BC 删除,之后再进行分析得出百合真空旋蒸制干工艺最优参数为:干燥温度

70℃,干燥真空度0.09 MPa,干燥转速81.67 r/min,此时百合片综合评分预测值为0.841。通过试验进一步验证,确定最佳工艺参数为干燥温度70℃,干燥真空度0.08 MPa,干燥转速80 r/min,测得维生素C含量13.98 mg/100,复水比2.01,色泽 $\Delta E^*$ 值9.26,干燥时间5.5 h,此时百合片品质最优。

#### 2.4 不同干燥方式对百合片品质的影响

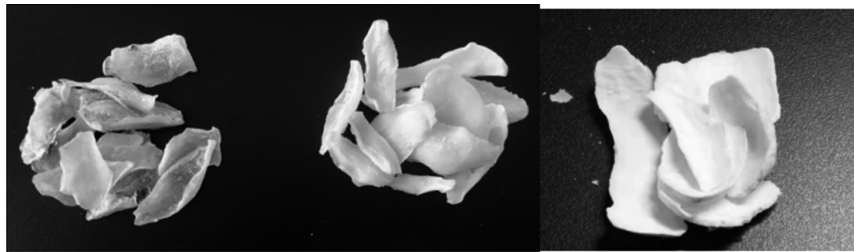
为了进一步确定真空旋蒸干燥方法效果,以热风干燥和真空干燥产品为对照试样进行对比试验,结果如表5所示。结果表明干燥方式对百合片品质有极显著影响( $P < 0.01$ )。真空冷冻干燥与真空旋蒸干燥产品Vc含量最高,均在14 mg/100 g左右,较热风干燥产品高8.63倍。此结果与张玉等<sup>[20]</sup>对

不同干燥方式对锦橙片品质的影响研究结果真空冷冻干燥产品Vc含量高相一致。对复水比的影响真空旋蒸干燥与真空冷冻干燥两方式无显著差异( $P > 0.05$ ),但显著高出热风干燥产品的32%。色泽保留效果最好的干燥方式为真空冷冻干燥 $7.15 + 0.84$ ,其次为真空旋蒸干燥 $9.26 + 0.99$ ,最差的热风干燥产品 $36.97 + 3.03$ ,热风干燥高出真空旋蒸干燥产品3.99倍;所需干燥时间真空旋蒸干燥最短5.5 h,较热风干燥缩短了约77.08%,较真空冷冻干燥缩短了约88.54%,真空旋蒸干燥大大缩短了干燥时间,提高了干燥效率。综合评价,真空旋蒸干燥产品Vc含量高,干燥时间短,复水比高,外观品质好。各产品图片见图11。

表5 不同干燥方式对百合片品质的影响

Tab.1 Tab.5 Quality of dried lily depends on the drying techniques

干燥方式	维生素C含量/mg/100 g	复水比	色泽/ $\Delta E^*$	干燥时间/h
真空旋蒸干燥	13.98 + 0.44 <sup>A</sup>	2.01 + 0.06 <sup>A</sup>	9.26 + 0.99 <sup>B</sup>	5.5 <sup>C</sup>
热风干燥	1.62 + 0.22 <sup>B</sup>	1.52 + 0.10 <sup>B</sup>	36.97 + 3.03 <sup>A</sup>	24 <sup>B</sup>
真空冷冻干燥	14.15 + 0.00 <sup>A</sup>	2.26 + 0.23 <sup>A</sup>	7.15 + 0.84 <sup>C</sup>	48 <sup>A</sup>



(a) hot air drying

(b) vacuum spinning air drying

(c) vacuum freezing drying

图11 热风干燥、真空旋蒸干燥和真空冷冻干燥产品

Fig.11 Photos of the lily slice dried in different methods

### 3 结论

(1) 单因素试验结果表明真空干燥温度、干燥真空度和干燥转速对百合干燥特性均有极显著影响( $P < 0.01$ ),干燥温度为75℃、干燥真空度为0.08 MPa,干燥转速为180 r/min时百合片干燥时间最短,分别较55℃、0.06 MPa和0 r/min缩短了62.73%、44%和62.31%。3因素对百合片品质影响为干燥温度和干燥真空度对百合片维生素C含量有极显著影响( $P < 0.01$ ),干燥转速有显著影响( $P < 0.05$ ),影响趋势均表现为先上升后下降状态。

(2) 应用Design-Expert V8.0.6软件中的Box-Behnken对3个自变量干燥温度、干燥真空度和干燥转速与因变量Vc含量、色泽、复水比、干燥时间、

干燥速率及综合评分之间的关系建立了数学模型并进行了回归方程系数显著性检测,结果表明各回归方程模型P值皆小于0.005,失拟项均大于显著水平0.05,不显著,相关系数 $R^2$ 均大于0.9,说明各模型拟合程度良好。

(3) 依据响应面综合评分获得的数学模型确定了百合真空旋蒸干燥最佳工艺参数:干燥温度70℃,干燥真空度0.08 MPa,干燥转速80 r/min,该参数下制得的百合片所需时间5.5 h,维生素C含量13.98 mg/100 g,复水比2.01,色泽 $\Delta E^*$ 值9.26,此时百合片品质优秀。

(4) 为验证真空旋蒸干燥方式的效果,将其与热风干燥、真空冷冻干燥2种方式进行了比较,结果

表明真空旋蒸与真空冷冻干燥产品维生素 C 含量相当,比热风干燥产品高 8.63 倍;对复水比的影响为真空旋蒸干燥与真空冷冻干燥两者无显著差异 ( $P > 0.05$ ),但显著高出热风干燥产品 32%;对色泽的影响为真空旋蒸干燥百合片  $\Delta E^*$  值较真空冷冻干燥产品高了 1.29 倍,较热风干燥大幅度降低了 3.99 倍;三者相比,真空旋蒸干燥时间最短。因此,综合考虑真空旋蒸干燥制得百合片品质较优。

此次研究为后期不同阶段控湿的研究和设备进一步开发奠定了理论基础,也为推动百合热风干燥产业健康可持续发展提供一定理论依据和技术支撑。

#### 参 考 文 献

- [1] 胡悦,杜运鹏,田翠杰,等.百合属植物化学成分及其生物活性的研究进展[J].食品科学,2017,39(15):323-332
- [2] 赵秀玲.百合的营养成分与保健作用[J].中国野生植物资源,2010,29(1):44-46
- [3] 刘海宽.百合干的研制与生产[J].食品科学,1984,5(3):27-29
- [4] 王存堂,张译心,李梦.百合热风干燥动力学研究[J].食品工业科技,2017,18:74-84
- [5] 李霞,李永才,毕阳,等.响应面法优化兰州百合干无硫护色剂配方[J].食品科学,2014,35(4):16-20
- [6] 巨浩羽,肖红伟,方小明,等.果蔬真空-蒸汽脉动漂烫机的设计与试验[J].农业工程学报,2015,31(12):230-238
- [7] Zhang Zhongyuan, Niu Liying, Li Dajing, et al. Low Intensity Ultrasound as a Pretreatment to Drying of Daylilies: Impact on Enzyme Inactivation, Color Changes and Nutrition Quality Parameters [J]. Ultrasonics Sonochemistry, 2017, 36: 50-58
- [8] 乔宏柱,高振江,王军,等.大蒜真空脉动干燥工艺参数优化[J].农业工程学报,2018,5(34):256-263
- [9] 蔡健荣,卢越,白峻文,等.马铃薯薄片干燥过程形态变化三维成像[J].农业工程学报,2019,35(1):278-284
- [10] GB5009.86-2016,食品中抗坏血酸的测定[S]
- [11] GB5009.3-2016,食品中水分的测定[S]
- [12] Law C L. Color Change Kinetics of American Ginseng (Panaxquinquefolium) Slices During Air Impingement Drying [J]. Drying Technology, 2014, 32(4): 418-427
- [13] 闫旭,刘璇,毕金峰,等.番石榴脉动压差闪蒸联合干燥工艺优化及品质评价[J].中国食品学报,2018,18(4):112-123
- [14] Xiao Hongwei, Pang Changle, Wang Lihong, et al. Drying Kinetics and Quality of Monukka Seedless Grapes Dried in an Air-Impingement Jet Dryer [J]. Biosystems Engineering, 2010, 105(2): 233-240
- [15] GIRI S K, PRASAD S. Drying Kinetics and Rehydration Characteristics of Microwave-Vacuum and Convective Hot-Air Dried Mushrooms [J]. Journal of Food Engineering, 2007, 78(2): 512-521
- [16] 程慧,姬长英,张波,等.香菇热泵-真空联合干燥工艺优化[J].华南农业大学学报,2019,40(1):125-132.
- [17] Rodriguze G, Vasseur J, Courtois F. Design and Control of Drum Dryers for the Food Industry, Part 1. Set up of a Moisture Sensor and an Inductive Heater [J]. Journal of Food Engineering, 1996, 28(3): 271-282
- [18] Cui Z W, Xu S Y, Sun D W. Effect of Microwave-Vacuum Drying on the Carotenoids Retention of Carrot Slices and Chlorophyll Retention of Chinese Chive Leaves [J]. Drying Technology, 2004, 22(3): 563-575
- [19] Xiao H W, Bai J W, Xie L, et al. Thin-Layer Air Impingement Drying Enhances Drying Rate of American Ginseng (Panax Quinquefolium, L.) Slices with Quality Attributes Considered [J]. Food & Bioproducts Processing, 2015, 94(2): 581-591
- [20] Xie L, Mujumdar A S, Fang X M, et al. Far-Infrared Radiation Heating Assisted Pulsed Vacuum Drying (FIR-PVD) of wolfberry (Lycium barbarum, L.): Effects on Drying Kinetics and Quality Attributes [J]. Food & Bioproducts Processing, 2017, 102(1): 320-331