

文章编号:1673-1689(2007)05-0020-05

甘蓝微波冷冻干燥工艺与杀菌特性

段续^{1,2}, 张慜¹

(1. 江南大学 食品科学与安全教育部重点实验室, 江苏 无锡 214036; 2. 河南科技大学 食品与生物工程学院, 河南 洛阳 471003)

摘要: 以甘蓝为原料, 将微波用做冷冻干燥的热源提供升华热, 缩短干燥时间; 同时, 探索了微波在冻干过程中对物料的杀菌效果。研究了干燥过程中的压力、物料层厚度、微波功率等因素对干燥过程的影响, 并与普通真空冷冻干燥方式做了结果对比。微波冷冻干燥与普通真空冷冻干燥方式相比, 可大大缩短干燥时间, 并具有一定杀菌效果。

关键词: 甘蓝; 微波; 冷冻干燥; 杀菌

中图分类号: TS 255.36

文献标识码: A

Study on the Microwave Freeze-drying Technique and Sterilization Characteristic of Cabbage

DUAN Xu^{1,2}, ZHANG Min¹

(1. Laboratory of Food Science and Safety, Ministry of Education, Jiangnan University, Wuxi 214036, China; 2. College of Food and Biology Engineering, Henan University of Science & Technology, Luoyang 471003, China)

Abstract: In the manuscript, the cabbage was used as material to investigate the effect of microwave on the drying time and the sterilization of the drying process. The effects of cavity pressure, material thickness and microwave power on the drying process were carefully studied. And the results were compared with that of the freeze-drying technique. It was found that the microwave freeze-drying (MFD) can significantly decrease the dry time and increase the sterilization efficiency.

Key words: cabbage; microwave; freeze-drying; sterilization

甘蓝, 又称卷心菜, 十字花科植物, 在我国种植极为普遍。甘蓝的营养成分含量丰富, 抗坏血酸和钙的含量为黄瓜的3倍, 西红柿的5倍。还含有微量元素钼、锰、硒以及一些吲哚衍生物等, 具有抗癌作用^[1,2]。每年我国有大量脱水甘蓝要出口到日本等国家, 但在生产中存在干燥时间过长、质量差、档次低等问题。

目前我国生产脱水蔬菜仍以常压热风干燥为主, 虽然成本较低, 生产量大, 但由于产品品质较差, 在国际市场上竞争力差。也有部分厂家采用新的生产工艺, 如真空冷冻干燥技术, 产品品质高, 作为高端脱水蔬菜销往国外, 但干燥周期长, 产品的成本很高^[3]。其他如真空微波热风联合干燥^[4], 也可提高产品质量, 降低生产成本, 但质量较冷冻干

收稿日期: 2006-08-25.

基金项目: 国家自然科学基金项目(20576049); 国家农业转化基金项目(04EFN213310125).

作者简介: 段续(1973-)男, 河北阳原人, 讲师, 农产品加工工程博士研究生。

通讯作者: 张慜(1962-), 男, 浙江平湖人, 教授, 博导。主要从事农产品加工的研究。Email: min@jiangnan.edu.cn

干燥产品为差。因此,寻找一种新的干燥工艺具有一定现实意义。

微波真空冷冻干燥技术是微波技术与真空冷冻干燥技术相结合而发展的产物,同普通真空冷冻干燥一样,物料在低于共晶点温度以下冻结^[5],然后进行升华脱水,升华所需热量由微波提供。关于真空冷冻干燥工艺方面的报道已有很多^[6],但对微波冷冻干燥工艺研究则很少,目前主要集中在对其传热传质机理的初步研究,为进一步的工艺应用研究提供了一定的理论基础^[7,8]。微波利用介电加热原理,热效率高,不需要对流介质,没有环境温度升,便于自动控制及连续生产等,同时具有杀菌功能。

1 材料与方 法

1.1 材料与设备

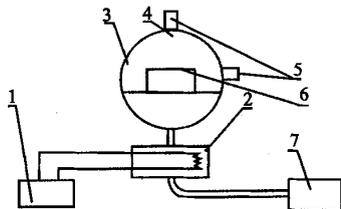
1.1.1 原料 新鲜甘蓝,购于无锡青山市场。

1.1.2 主要试剂 琼脂粉、蛋白胨、牛肉浸膏、NaOH、NaCl、草酸、抗坏血酸、2,6—二氯酚。

1.1.3 主要仪器 微波真空冷冻干燥机:作者所在实验室自行研制;立式圆形压力蒸汽灭菌器:上海医用核子仪器厂制造;隔水式电热恒温培养箱:上海跃进医疗器械厂生产;真空冷冻干燥机:北京德天佑科技发展有限公司制造;干热灭菌箱:上海市实验仪器厂制造;SW-CJ-10型洁净工作台:苏州净化设备厂制造;FA1104分析天平:上海天平仪器厂制造;电热恒温水浴锅:上海医疗器械五厂制造。

1.2 工艺流程及工艺要点

1.2.1 微波冷冻干燥机 微波冷冻干燥机示意图如图1所示,工作时将物料装盘冻结后放入干燥仓,旋片式真空泵用来维持干燥仓压力,冷阱温度足够低保证能够使水蒸汽凝结而不进入真空泵,为保证加热均匀性设置两个磁控管成直角布置,物料温度由红外测温器测定。



1. 制冷机;2. 冷阱;3. 干燥仓;4. 红外测温器;5. 磁控管;6. 料盘;7. 真空泵

图1 微波冷冻干燥机示意图

Fig.1 Schematic of the microwave freeze-dryer

1.2.2 甘蓝微波冷冻干燥工艺流程 新鲜原料→挑选→清洗→切段→烫漂→冷却→沥水→装盘→

冻结→微波真空冷冻干燥→检查→包装→成品

1.2.3 工艺要点

1)原料的清理:合格的甘蓝用清水清洗,洗去表面粘有的泥土及其他杂质,将水分沥干后,切成条(1 cm左右)。

2)漂烫与冷却:漂烫目的是破坏甘蓝中的氧化酶的活性,以便保持其原有色泽(护绿)和营养成分,同时烫漂还能消灭原料表面的微生物、虫卵,除去原料组织内的空气,有利于减少维生素C和胡萝卜素的损失。因此,将切段后的甘蓝置于100℃的热水中浸烫1~2 min左右,立即取出,再浸入冷水中快速冷却至室温,以保持其脆度。

3)沥水与装盘:经冷却捞出后的甘蓝表面会滞留一些水滴,这对冻结是不利的,容易使冻结后的甘蓝相互粘结,不利于进一步的干燥。因为微波穿透能力有限,装料厚度控制在在5~15 mm左右。

4)甘蓝的预冻结:预冻结是真空冷冻干燥的要求,这里将原料装盘后在冰箱中冻至中心温度-20℃,待干燥时放入冻干机干燥仓在低压下再进行进一步降温^[9]。

5)微波真空冷冻干燥:先将冷阱温度降至-50℃,物料放入干燥仓后抽真空,约0.5 h后物料温度降至-30℃,开始开启微波进行加热,注意调整微波功率,采用分段加热方法,升华段物料温度控制在-15℃左右,解析段物料温度不超过60℃。

1.3 试验方法

1.3.1 微波真空冷冻干燥的工艺研究

1)微波功率对干燥过程的影响:微波功率是影响干燥过程最重要的因素,通过改变微波功率,研究不同微波功率对物料温度的影响,得出物料的冻干曲线。对升华段和解析段采用不同微波功率,来最大限度利用微波能,最终获得较合适的微波功率。

2)物料厚度对干燥过程的影响:通过改变物料装盘厚度对干燥速率的影响来确定装盘时甘蓝应采取的厚度。

3)干燥压力对干燥过程的影响:在上述实验基础上调节不同干燥压力进行实验并做出干燥速率的对比。

1.3.2 微波冷冻干燥与普通冷冻干燥对比实验

作为一种新的生产工艺,和传统的干燥工艺进行干燥时间、干燥品质、微生物指标的对比试验。

1.3.3 微波冷冻干燥杀菌特性研究 检测干燥前后微生物指标变化情况。

1.3.4 主要指标检测方法

1) 含水率参照 GB5009.3-85 方法测定。

2) 微生物检测指标为菌落总数, 采用平板计数法, 参照 GB4789.2-1994 测定。试验结果为 3 次试验结果平均值。

3) VC 含量采用 2,6-二氯酚酚滴定方法测定, 试验结果为 3 次试验结果平均值, VC 残余率为干燥前后 VC 含量比率。

1.3.5 统计分析 采用 SPSS10.0 对试验数据进行 ANOVA 分析。

2 结果与讨论

2.1 不同微波功率对干燥过程的影响

2.1.1 不同微波功率下的物料温度变化曲线 在干燥压力为 100 Pa, 物料厚度 6 mm, 干燥时间 6 h, 冷阱温度 -40°C 的干燥条件下, 不同微波功率时干燥温度与时间的关系如图 2 所示。

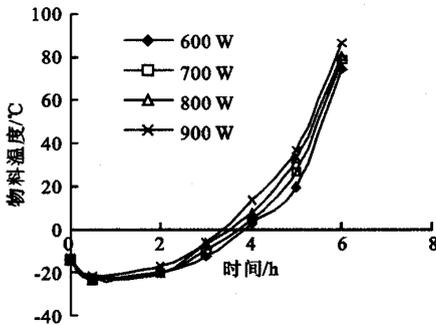


图 2 不同微波功率时温度随时间变化曲线

Fig.2 Effect of microwave power on material temperature

物料温度变化曲线对于冷冻干燥极为重要, 它揭示了冷冻干燥的一般过程。由图 2 可看出, 微波冷冻干燥过程可分为 3 个阶段, 预冻段、升华段以及解析段, 这和普通冷冻干燥是相似的。但微波冷冻干燥有其特别的地方, 其升华段不象普通冷冻干燥那么明显, 且持续时间较短, 解析段温度升高则更快。

在开始干燥的 0.5 h, 由于未启动微波加热, 冰晶在真空下升华迅速吸热, 温度进一步降低, 有利于进一步进行高速升华干燥。当开启微波, 冰晶吸热升华, 大部分游离水在此阶段升华, 此时料温应当低于物料共融点, 且尽量接近共融点^[10]。由图 2 可以发现不同微波功率对升华段影响不明显, 这主要因为这个阶段大量自由水生成的冰晶升华可吸收大量热量, 所以大的微波功率也不会使其升温太快, 所以, 在这个阶段可尽量采用较高微波功率, 来加速干燥。在解析段, 由图 2 可以发现, 解析段大

概从第 3 小时开始, 持续近 3 h, 占总干燥时间约一半。微波功率对解析段影响较大, 900 W 功率使温度升高太快, 最终温度太高, 实际也发现产品有部份焦糊现象。这主要是因为此时大部分自由水分已经脱去, 低水分则容易导致产品过热。而这也可作为判断干燥终点的一个标志, 就是物料温度升高突然加快。

从微波功率对物料温度变化的影响来看, 微波冷冻干燥最好采用两段干燥法, 本试验中, 升华段可用 800 W, 解析段降为 600 W。

另外, 本试验干燥终点所需时间不到 6 h, 而使用普通冷冻干燥工艺则需约 12 h, 可见微波冷冻干燥可节约干燥时间近一倍。

2.1.2 不同微波功率下的物料含水量的变化曲线

在干燥压力为 100 Pa, 物料厚度 6 mm, 干燥时间 6 h, 冷阱温度 -40°C 的干燥条件下, 不同微波功率时甘蓝含水量随时间的变化关系如图 3。

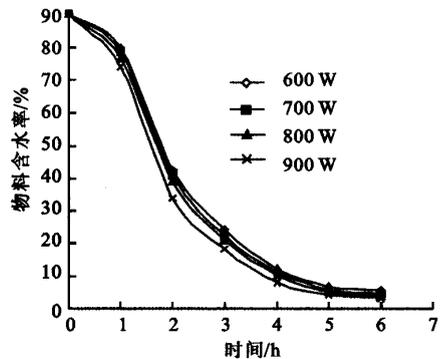


图 3 不同微波功率时甘蓝含水量随时间的变化曲线

Fig.3 Effect of microwave power on moisture content

由图 3 可知在微波干燥过程中, 开始时物料含水量快速下降, 相应的干燥速率也迅速升高, 但达到高峰后保持较短的时间(约 1 h)后干燥速率就逐步下降, 这是由于水分升华造成物料内部对微波能量的吸收率下降所引起的。由此可见, 等速干燥阶段较短是微波冻干区别于一般冷冻干燥或热风干燥的一个重要特点。另外, 较大功率微波可提高干燥速率。

2.2 不同物料厚度对干燥速率的影响

图 4 所示为微波功率为 700 W, 干燥压力为 100 Pa 情况下, 采用 6、10、15 mm 料层厚度测的的物料含水率变化规律。可见厚度不同对干燥速率影响趋势基本一致, 采用较薄料层干燥速率较快。这是因为微波的穿透深度有限, 且物料层太厚不利于水蒸汽迁移, 但料层太薄也可能影响生产率, 因此这一因素在实际生产中应综合考虑。

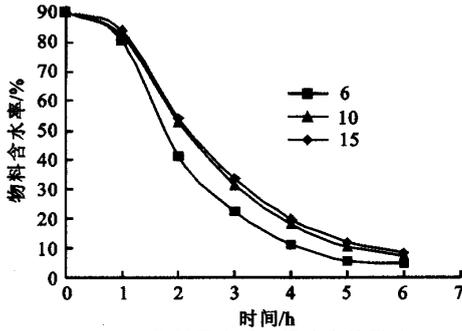


图 4 不同物料厚度对干燥速率的影响

Fig. 4 Effect of material thickness on moisture content

2.3 不同干燥压力对干燥速率的影响

在实验中分别采用 50、100、180 Pa 的干燥仓压力,如图 5 所示,在升华段不同压力对干燥速率的影响差别不大。估计主要原因是压力高虽有利于传热,但却不利于水蒸汽从升华界面逸出。但在解析段,采用较低的压力明显有助于提高干燥速率,因为此时主要是结合水分的除去,较低的压力可使其介面传质阻力减小。因此,在干燥中压力也采用两段法较为合理。另外,本试验中,发现在压力低于 100 Pa 是很容易发生低压气体放电现象,所以压力的选择也应进行试验后综合考虑。本试验采用升华段压力 150 Pa,解析段压力 100 Pa。

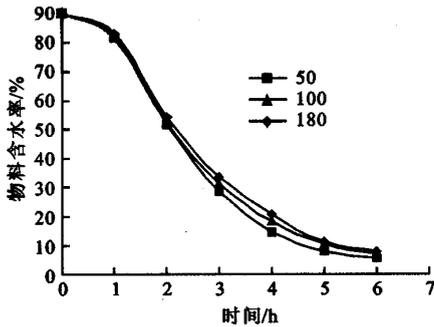


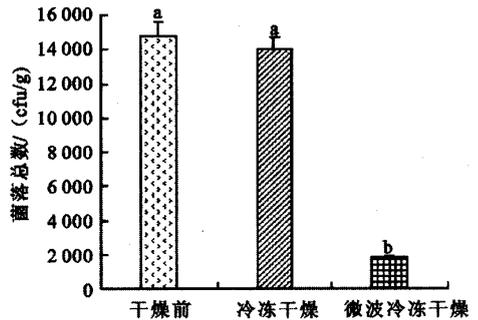
图 5 干燥仓压力对干燥速率的影响

Fig. 5 Effect of cavity pressure on moisture content

2.4 微波冷冻干燥与普通冷冻干燥对比

2.4.1 与普通冷冻干燥微生物指标对比 图 6 所示真空冷冻干燥条件为真空度 100 Pa,物料最高温度 60 °C,物料厚度 6 mm,干燥时间 12 h。微波冷冻干燥条件为真空度 100 Pa,微波功率 700 W,物料厚度 6 mm,干燥时间 5.2 h,冷阱温度 -40 °C。物料终水分含量皆为 6% (w. b)。经 SPSS10.0 One-Way ANOVA 分析,S-D-K 检验,微波冷冻干燥前后菌落总数存在显著性差异 ($P < 0.05$),而普通冷冻干燥前后不存在显著性差异 ($P > 0.05$),如图 6 所示。因此可知,微波冷冻干燥相对普通冷冻干燥在灭菌方面有特殊的效果。这是由于冷冻干

燥时间较长,尤其在升华段向解析段过渡以及解析段初期,温度适合微生物生长繁殖,后气温即使升高,也不足以杀死大量微生物。而且,受品质所限,温度不能太高,否则,产品质量会恶化。微波冷冻干燥中,升华段很快进入解析段,而且解析段物料升温很快,由于时间短,可采用较高的最终温度,同时保证产品的质量不出现恶化。另外,杀菌是微波的热效应和生物效应的共同结果^[1],这就使微波冷冻干燥技术可将干燥和杀菌结合起来,如可以推广,可产生较大的经济效益。

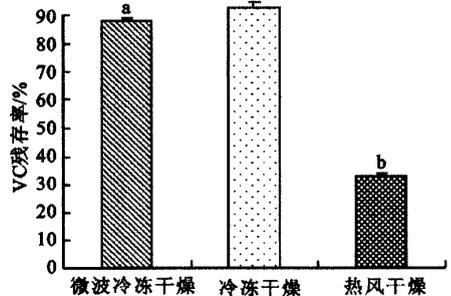


不同字母 a, b 表示组间存在显著性差异 ($p < 0.05$)

图 6 微波冷冻干燥杀菌特性

Fig. 6 Sterilization characteristic of MFD

2.4.2 与其他干燥方式 VC 残存率对比 对经过微波冷冻干燥、冷冻干燥以及热风干燥的甘蓝进行干燥前后 VC 含量的检测,并折算为 VC 残存率,经 SPSS10.0 One-Way ANOVA 分析,S-D-K 检验,微波冷冻干燥和热风干燥存在显著性差异 ($P < 0.05$),而和普通冷冻干燥不存在显著性差异 ($P > 0.05$),如图 7 所示。



不同字母 a, b 表示组间存在显著性差异 ($p < 0.05$)

图 7 各种干燥方式 VC 残存率对比

Fig. 7 Preservation rate of vitamin C of different drying method

由图 7 可知,微波冷冻干燥后的 VC 残存率虽然低于真空冷冻干燥,但相差不大,比热风干燥则高出很多。因此,采用微波冷冻干燥技术,在保证产品质量的情况下,其卫生指标和干燥速率又大大优于真空冷冻干燥技术,是一种更为先进的生产工

艺。VC 残存率随微波功率变化如图 7。

图 8 所示为压力 100 Pa,料层厚 6 mm,干燥终水分为 6%(w. b.)情况下微波冷冻干燥产品 VC 含量随微波功率的变化情况。由图可知在微波功率 700 W 时 VC 含量保持的最好,这可能是因为低于该功率情况下干燥时间太长,而高于该功率时物料温度则太高。在制定生产工艺时应考虑这一现象。

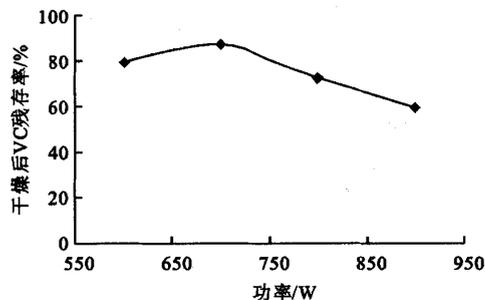


图 8 不同微波功率对甘蓝 VC 残存率的影响

Fig. 8 Preservation rate of vitamin C at different power

3 结 语

1) 微波冷冻干燥比普通冷冻干燥具有明显的

杀菌特性,这一结论可为将来进一步研究将干燥和杀菌结合的新干燥工艺提供依据。

2) 微波冷冻干燥对热敏性成分的保存率低于普通冷冻干燥,但非常接近;干燥时间可比普通冻干缩短近一倍。

3) 影响微波冷冻干燥速率的主要因素是微波功率、干燥压力和料层厚度;其升华段时间较短,等速干燥段也较短,很快进入解析段;在升华段可采用较高功率和较高的压力,解析段则应采用较低的功率和压力,有利于提高干燥速率并保证产品质量;薄的料层厚度有利于吸收微波,促进干燥,但应视生产实际情况来确定。

4) 较合理的参数为:初始压力 150 Pa,微波功率 800 W,进入解析段后,压力设为 100 Pa,微波功率设为 600 Pa,料层厚度采用 10 mm,干燥时间 5.6 h,产品含水率为 6.2%。

5) 需要进一步解决的问题:微波加热的不均匀性导致物料局部过热,冰晶融化,产品质量稳定性需提高;对杀菌工艺需进一步优化。

参考文献(References):

- [1] 中一贝. 食品营养与健康(蔬菜篇)[M]. 北京:中国物资出版社, 2001. 16-22.
- [2] 王超. 甘蓝类蔬菜的营养与保健[J]. 食品研究与开发, 2002, (5): 66-67.
WANG Chao. Nutrition and healthy protection of cabbage [J]. *Food Research and Exploitation*, 2002, (5): 66-67. (in Chinese)
- [3] 平凡. 我国脱水蔬菜的现状、问题及对策[J]. 山东食品科技, 2004, (6): 1-3.
PING Fan. Status, problems and countermeasures about dehydrated vegetable in China[J]. *Shan Dong Food Science and Technology*, 2004, (6): 1-3. (in Chinese)
- [4] 徐艳阳, 张愨. 热风和微波真空联合干燥甘蓝试验[J]. 无锡轻工大学学报:食品与生物技术, 2003, 22(6): 63-66.
XU Yan-yang, ZHANG Min. Studies on Combination Drying of Wild Cabbage with Hot-Air and Vacuum Microwave[J]. *Journal of Wuxi University of Light Industry*, 2003, 22(6): 63-66. (in Chinese)
- [5] 徐艳阳, 张愨. 真空冷冻干燥工艺中物料共晶共融点的测定[J]. 食品工艺科技, 2005, (5): 56-58.
XU Yan-yang, ZHANG Min. Detection of Eutectic and co-melting point of materials during freeze drying process[J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2005, (5): 56-58. (in Chinese)
- [6] 要丽娟, 吕静. 真空冷冻干燥技术[J]. 食品研究与开发, 2004, 25(2): 79-82.
YAO Li-juan, LV Jing. Freeze drying technology[J]. *Food Research and Exploitation*, 2004, 25 (2): 79-82. (in Chinese)
- [7] Wang Z H, Shi M H. Numerical study on sublimation-condensation phenomena during microwave freeze drying[J]. *Chemical Engineering Science*, 1998, 53: 3189-3197.
- [8] Wang W, Chen G H. Heat and mass transfer model of dielectric-material-assisted microwave freeze-drying of skim milk with hygroscopic effect [J]. *Chemical Engineering Science*, 2005, 60: 6542-6550.
- [9] 孔凡真. 发展冻干蔬菜产业大有可为[J]. 中国果菜, 2001, (1): 25-27.
KONG Fan-zhen. Bright Prospects of Freeze-Drying Vegetable Industry[J]. *Chinese Fruit & Vegetable*, 2001, (1): 25-27. (in Chinese)
- [10] 李志平. 真空冷冻干燥技术分析研究及应用[J]. 四川食品与发酵, 2005, 41(3): 51-54.
LI Zhi-ping. Research and Application of Vacuum Freeze-Drying Technology[J]. *Sichuan Food and Fermentation*, 2005, 41(3): 51-54. (in Chinese)
- [11] 郭梅. 食品微波干燥、杀菌技术及其发展[J]. 天津农学院学报, 2003, 10(3): 56-58.
GUO Mei. Application & Development of Microwave Drying and Sterilizing Technology in Food Industry[J]. *Journal of Tianjin Agricultural College*, 2003, 10(3): 56-58. (in Chinese)

(责任编辑:杨萌)