

반응표면분석에 의한 분유의 유동층 과립공정 최적화

- 연구노트 -

강현아 · 신명곤[†]

우송대학교 식품생명과학부

Optimization of Fluidized Bed Granulating Conditions for Powdered Milk by Response Surface Methodology

Hyun-Ah Kang and Myung-Gon Shin[†]

Dept. of Food Biotechnology, Woosong University, Daejeon 300-718, Korea

Abstract

Optimization of fluidized bed granulating conditions for yield, bulk density, and tapped density of powdered milk was determined using response surface methodology. Yield of powdered milk was greatly affected by feeding rate of water, and bulk density and tapped density could be reduced by decreasing of atomization pressure. The optimum conditions for fluidized bed granulating of powdered milk were predicted with 60°C of inlet air temperature, 16 mL/min of feeding rate, and 2.1 bar of atomization pressure. Also, 94% of yield, 0.350 g/cm³ of bulk density, and 0.446 g/cm³ of tapped density of powdered milk could be obtained by the optimum granulating conditions.

Key words: powdered milk, fluidized bed granulating conditions, response surface methodology

서 론

식품공업의 발전과 더불어 장치의 대형화, 연속화 및 다양화와 함께 식품 제조용 설비도 다양화됨에 따라 분립체의 사용이 증가되고 있다. 식품원료들이 분립체가 되면 표면적의 증가에 따라 강한 응집력과 고결현상(caking)이 일어난다. 이러한 현상은 이들 분립체를 취급하는 식품 및 제약공정에서 자주 발생하는 유동성 및 물리적인 문제로 대두되고 있다(1). 또한, 입자가 너무 작으면 물 속으로 가라앉지 않고 표면에 떠있기만 해서 잘 녹지 않는다. 이와 같은 문제를 해결하기 위하여 입자가 작은 분말을 응집시켜 과립형태로 바꾸어 주면 물에 녹일 때 뜨지 않고 쉽게 가라앉아 녹기가 쉬우므로 상품가치를 높일 수 있다. 식품산업에서 과립성형기술은 응피성형법이나, 과립성형장치를 이용하여 젖은 상태의 식품을 일정크기의 구멍으로 압출한 후 건조하는 과립성형방법을 많이 채택하고 있다(2).

유동층과립기를 이용하여 과립을 형성하는 방법은 과립을 제조함에 있어 작업면이나 위생면에서 효율성이 높을 뿐만 아니라, 하나의 장치로 배합·조립·건조의 기능을 가지고 있으며, 미세입자의 크기 및 강도를 용이하게 조절할 수 있다. 유동층과립기를 이용한 미세분말의 과립화기술은 제약산업 등에서 많이 활용되고 있으며, 최근 분말식품의 과립화 등 식품산업적 활용에도 관심이 증대되고 있다(3-6).

국내 소비량이 연간 18,059 M/T(2002년)에 달하는 조제 분유는 그 제조방법에 따라 다르나 입자의 크기가 10~100 μm 범위이다. 이와 같이 미세입자인 분유는 물에 대한 분산성이 낮아 용해시 다소 문제가 있으며, 걸보기밀도 및 다짐밀도가 높아 중량기준으로 포장했을 경우 약 15%의 공극률을 나타내어 개봉시 제품의 양이 부족하다는 시각적 오류의 원인이 되고 있다.

본 연구에서는 분유의 이와 같은 문제점을 해결하기 위해 유동층과립기를 사용하여 분유의 과립화를 시도하였으며, 유동층 과립의 최적조건을 확립하기 위해 반응표면분석법(RSM)을 활용하여 흡입공기온도, 분무압력, 그리고 물의 투입비율 등이 분유의 과립화에 미치는 영향을 분석하였다.

재료 및 방법

재료

본 실험에 사용된 조제분유는 M사 제품으로 슈퍼마켓에서 구입하여 사용하였으며, 분유의 걸보기밀도 및 다짐밀도는 각각 0.435±0.003 g/cm³ 및 0.513±0.002 g/cm³을 나타내었다.

분유의 과립화

유동층과립기(Model GRE-1, GR Eng., Korea)를 이용하여 흡입공기온도, 물의 투입비율 및 분무압력이 분유의 과립

[†]Corresponding author. E-mail: shin@lion.woosong.ac.kr
Phone: 82-42-630-9741, Fax: 82-42-635-5414

화에 미치는 영향을 알아보기 위해, 흡입공기온도는 60, 70, 80°C로, 물의 투입비율은 16, 24, 32 mL/min으로 조정하였으며, top-spray 방식의 분무압력은 1.5, 2.0 및 2.5 bar로 각각 달리하면서 유동층 과립효율을 분석하였다. 본 유동층 과립 실험에서는 분유 200 g과 물 20 g을 정량적으로 사용하였다.

실험계획

유동층 공정조건에 따른 영향을 모니터링하고자 중심합성실험계획(7)에 따라 각각의 설정된 조건에서 분유를 과립화하였으며, 반응표면분석을 위하여 SAS(statistical analysis system)를 이용하였다. 중심합성계획에서 세 개의 실험조건은 흡입공기온도(X_1), 물의 투입비율(X_2), 분무압력(X_3)이며, 각 실험조건은 -1, 0, 1로서 세 단계로 부호화 하였고, 실험값은 Table 1과 같다. 그리고 반응변수(Y_n)는 과립화 수율(Y_1), 걸보기밀도(Y_2) 및 다짐밀도(Y_3)로 하였으며, 세 개의 독립변수에 대한 2차 회귀모형은 다음과 같다.

$$Y_n = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2$$

여기서 Y_n 는 반응(종속)변수, X_1, X_2, X_3 는 요인변수, b_0 는 절편, 그리고 b_n 은 회귀계수이다. 또한, 회귀분석 결과 임계점이 최대점과 최소점이 아니고 안장점일 경우에는 능선분석을 행하여 최적점을 구하였다.

반응변수의 측정

유동층과립기를 이용하여 분유 과립화의 최적조건을 구명하기 위해, 본 실험에서는 분유의 과립화 수율(Y_1), 분유의 걸보기밀도(Y_2) 및 다짐밀도(Y_3)를 반응변수로 각각 설정하였다.

분유의 과립화 수율은 30 mesh 표준체는 통과하면서 100 mesh 표준체는 통과할 수 없는 크기의 분유만을 정량하여 계산하였으며, 분유의 걸보기밀도는 500 cm³의 부피를 갖고 있는 원통형의 용기에 10 cm 높이에서 진동 없이 낙하시킨 분유가 원통형 용기에 가득 채워졌을 때의 무게를 측정하여 나타내었다(g/cm³). 한편, 다짐밀도는 걸보기밀도를 측정할 원통형 용기에 시료를 일정한 높이로 퇴적시킨 다음 2 cm의 높이에서 30회 상하 왕복운동을 시킨 후 다져진 분유의 무게를 측정하여 계산하였다(1).

결과 및 고찰

과립화 수율

유동층과립기를 이용하여 분유를 과립화할 때, 과립조건

에 따라 덩어리지거나 기벽에 붙는 현상이 발생하여 과립화 수율에 직접적인 영향을 주었다. 본 실험에서는 30 mesh 표준체는 통과하면서 100 mesh 표준체는 통과할 수 없는 크기의 것을 정량하여 과립화 수율로 계산하였으며, 그 결과는 Table 2와 같다. 중심합성계획에 의해 설계된 조건으로 분유의 과립화 수율에 대한 반응표면은 Fig. 1에 나타내었으며, 요인변수인 흡입공기의 온도(X_1), 물의 투입비율(X_2) 및 분무압력(X_3) 등의 변화에 따른 분유의 과립화 수율(Y_1)에 대한 반응표면회귀식은 다음과 같다.

Table 2. Values of the measured responses by experimental design

Independent variables ¹⁾			Responses ²⁾		
X_1	X_2	X_3	Y_1	Y_2	Y_3
-1 ³⁾	-1	-1	88.5	0.340	0.454
1	-1	-1	84.3	0.324	0.432
-1	1	-1	63.7	0.344	0.439
1	1	-1	74.0	0.352	0.463
-1	-1	1	88.6	0.369	0.479
1	-1	1	83.1	0.416	0.514
-1	1	1	71.7	0.361	0.498
1	1	1	80.0	0.381	0.485
-1	0	0	82.0	0.349	0.443
1	0	0	76.1	0.338	0.435
0	-1	0	88.1	0.360	0.464
0	1	0	73.6	0.334	0.460
0	0	-1	65.7	0.313	0.424
0	0	1	77.3	0.387	0.521
0	0	0	74.0	0.329	0.435
0	0	0	76.8	0.320	0.426

¹⁾ X_1 : Inlet air temperature (°C), X_2 : Feeding rate (mL/min), and X_3 : Atomization pressure (bar).

²⁾ Y_1 : Yield (%), Y_2 : Bulk density (g/cm³), and Y_3 : Tapped density (g/cm³).

³⁾See Table 1.

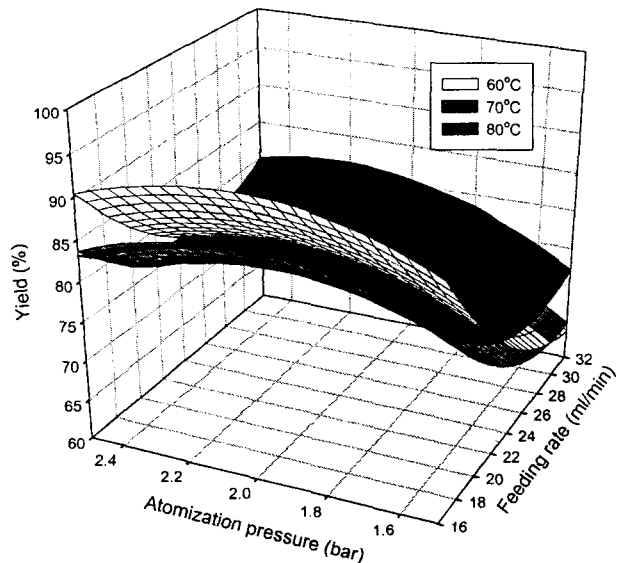


Fig. 1. Response surface plot for yields of granulated milk versus feeding rate and atomization pressure at inlet air temperature 60, 70 and 80°C, respectively.

Table 1. Levels of independent variables for experimental design

X_i	Independent variables	Levels		
		-1	0	1
X_1	Inlet air temperature (°C)	60	70	80
X_2	Feeding rate (mL/min)	16	24	32
X_3	Atomization pressure (bar)	1.5	2.0	2.5

$$Y_1 = 295.128405 - 5.214746X_1 - 8.569596X_2 + 70.468621X_3 + 0.044297X_1X_2 - 0.081250X_1X_3 + 0.470312X_2X_3 + 0.031026X_1^2 + 0.076212X_2^2 - 17.7896554X_3^2$$

분유의 과립화 수율에 대한 R²는 0.9315로 1% 유의수준에서 유의성이 인정되었다. 그리고, Fig. 1의 반응표면과 Table 3에서 보는 바와 같이 유동층 과립조건중 물의 투입비율이 과립화 수율에 많은 영향을 주고 있음을 알 수 있었다. 또한, 흡입공기온도와 분무압력이 수율에 미치는 영향은 일정하게 증가하거나 감소하지 않고 다른 인자들에 영향을 받을 수 있었다. 이는 수분의 증발속도에 관련이 있는 것으로 흡입공기온도가 낮고 물의 투입비율이 많으면 수분이 미처 증발하지 못하고 분유에 수분의 양이 많아져 기벽에 붙거나, 덩어리지는 현상이 심화된 것으로 생각된다(6).

한편, 실험계획범위에서 분유 과립화의 최대 과립화 수율은 흡입공기온도 60°C, 물의 투입비율 16.0 mL/min, 분무압력 2.1 bar에서 94.0%로 예측되었다(Table 4).

겉보기밀도

유동층과립기를 이용하여 과립화한 분유는 과립조건에 따라 0.320~0.415 g/cm³ 범위의 겉보기밀도를 나타내었으며(Table 2), 흡입공기온도(X₁), 물의 투입비율(X₂) 및 분무압력(X₃) 등의 변화에 따른 겉보기밀도(Y₂)의 반응표면회귀식은 다음과 같다.

$$Y_2 = 0.976147 - 0.012460X_1 - 0.003023X_2 - 0.230054X_3 - 0.00003125X_1X_2 + 0.001865X_1X_3 - 0.002344X_2X_3 - 0.000066259X_1^2 + 0.0001561X_2^2 + 0.050903X_3^2$$

겉보기밀도에 대한 R²는 0.8651로 5% 유의수준에서 유의성이 인정되었다. 그리고, Table 3에서 보는 바와 같이 겉보

Table 3. Analysis of variables on regression model for yield, bulk density and tapped density of granulated milk by fluidized bed granulator

Processing conditions	F-ratio		
	Yield (%)	Bulk density (g/cm ³)	Tapped density (g/cm ³)
Inlet air temperature (°C)	3.25 ¹⁾	1.04	0.48
Feeding rate (mL/min)	17.15 ³⁾	1.10	0.68
Atomizing pressure (bar)	3.60 ¹⁾	7.57 ²⁾	5.75 ²⁾

¹⁾Significant at 10% level.

²⁾Significant at 5% level.

³⁾Significant at 1% level.

Table 4. Predicted values of process conditions on the optimum responses for yield, bulk density and tapped density of granulated milk by ridge analysis

Conditions	Yield (%)	Bulk density (g/cm ³)	Tapped density (g/cm ³)
Inlet air temperature (°C)	60	73	60
Feeding rate (mL/min)	16.0	21.6	24.0
Atomization pressure (bar)	2.1	1.5	1.8
Responses (Max/Min)	94.0 (Max)	0.320 (Min)	0.423 (Min)
Morphology	Saddle point	Saddle point	Saddle point

기밀도에 대한 영향은 분무압력만이 5% 수준에서 유의성을 보여주고 있어, 겉보기밀도가 분무압력에 큰 영향을 받고 있으나, 흡입공의 온도와 물의 투입비율에는 크게 영향을 받고 있지 않음을 알 수 있었다. 이는 분무입자의 속도 및 크기와 관련이 있는 분무압력이 분유와의 접촉가능성 및 증발속도와 관여하여 과립화에 상당한 영향을 주고 있음을 알 수 있다. 즉, 분무압력이 높은 조건에서는 분무입자가 작게 형성되어 수분이 과립형성에 참여하지 못하고 증발하게 된다(3). 특히, Fig. 2에서 보는 바와 같이 분무압력이 높고 흡입공기온도가 높은 조건에서는 이와 같은 미과립화 현상이 심화되어 겉보기밀도의 값이 높게 나타남을 볼 수 있었다. 한편, 실험계획범위에서 과립화된 분유의 최소 겉보기밀도는 흡입공기온도 73°C, 물의 투입비율 21.6 mL/min, 그리고 분무압력 1.5 bar에서 0.320 g/cm³로 예측되었다(Table 4).

다짐밀도

본 실험조건하에서 과립화한 분유는 0.423~0.521 g/cm³ 범위의 다짐밀도를 나타내었으며(Table 2), 흡입공기의 온도(X₁), 물의 투입비율(X₂) 및 분무압력(X₃) 등의 변화에 따른 다짐밀도(Y₃)의 반응표면회귀식은 다음과 같다.

$$Y_3 = 0.523067 + 0.008624X_1 - 0.003521X_2 - 0.420534X_3 - 0.0000675X_1X_2 + 0.001515X_1X_3 - 0.002069X_2X_3 -$$

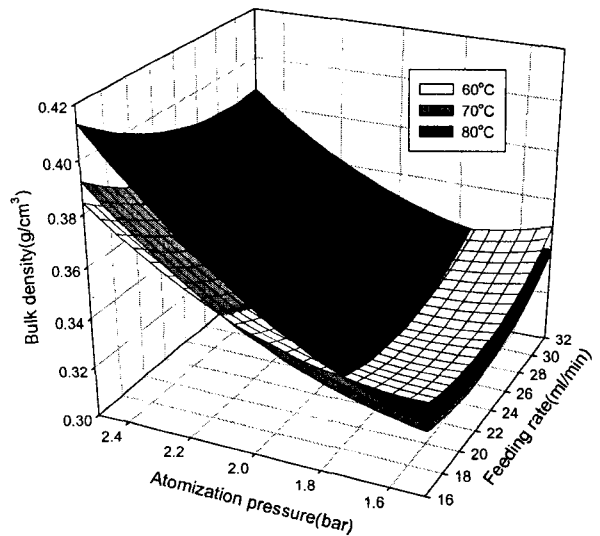


Fig. 2. Response surface plot for bulk density of granulated milk versus feeding rate and atomization pressure at inlet air temperature 60, 70 and 80°C, respectively.

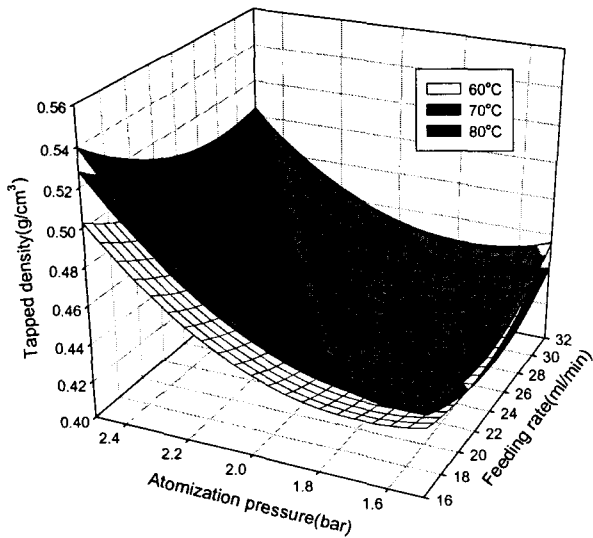


Fig. 3. Response surface plot for tapped density of granulated milk versus feeding rate and atomization pressure at inlet air temperature 60, 70 and 80°C, respectively.

$$0.000067741X_1^2 + 0.000248X_2^2 + 0.107303X_3^2$$

과립화한 분유의 다짐밀도에 대한 R^2 는 0.8248로 유의성이 10% 이내의 유의수준에서 인정되었다. 유동층과립기의 과립조건이 과립화한 분유의 다짐밀도에 미치는 영향은 분무압력에 대한 F-ratio가 5.75로서 5% 이내의 유의수준에서 유의성이 인정되어 분무압력에 더 큰 영향을 받는 것으로 나타났다(Table 3). 과립화한 분유의 다짐밀도에 대한 반응표면은 Fig. 3과 같으며, 분무압력이 높은 조건에서 다짐밀도가 높아짐을 볼 수 있었다. 실험계획범위에서 과립화된 분유의 최소 다짐밀도는 흡입공기온도 60°C, 물의 투입비율 24.0 mL/min, 그리고 분무압력 1.8 bar에서 0.423 g/cm³로 예측되었다(Table 4).

분유과립화를 위한 최적조건 예측

분유과립화의 최적조건을 예측하기 위해서는 포장용기의 공극률을 최소화할 수 있도록 분유의 겉보기밀도 및 다짐밀도를 일정수준 이하로 낮추면서 과립화 수율이 가장 높은 과립조건을 설정하여야 한다. 본 실험조건하에서는 반응표면이 안장점의 형태를 나타내었으므로 능선분석(ridge analysis)을 실시한 결과(Table 4), 최대 과립화 수율은 흡입공기온도 60°C, 물의 투입비율 16 mL/min, 그리고 분무압력 2.1 bar에서 94.0%로 나타났으며, 이 때 겉보기밀도 및 다짐밀도는 각각 0.350 g/cm³ 및 0.446 g/cm³로 예측되었다. 초기

분유의 겉보기밀도와 다짐밀도는 각각 0.435 및 0.513 g/cm³로 800 g 금속용기 포장시 약 15%의 공극률을 보였으나, 위의 조건에서 얻어진 과립분유의 다짐밀도는 초기 분유의 겉보기밀도 정도로 낮아짐을 볼 수 있었다.

한편, 본 실험에 사용된 유동층과립기는 0.1 bar 수준까지 분무압력을 정확히 조정할 수 없기 때문에 과립화 최적 조건의 예측실험은 흡입공기온도 60°C, 물의 투입비율 16 mL/min, 그리고 분무압력 2.0 bar에서 실시한 결과, 실제 측정값(수율 93%, 겉보기 밀도 0.350 g/cm³, 다짐밀도 0.441 g/cm³)은 예측된 값(수율 94.0%, 겉보기밀도 0.348 g/cm³, 다짐밀도 0.443 g/cm³)과 유사한 값을 보여주었다.

요 약

반응표면분석법(RSM)을 활용하여 유동층과립기의 흡입공기온도, 물의 투입비율, 분무압력 등이 분유의 과립화에 미치는 영향을 분석하였다. 분유의 과립화 수율은 물의 투입비율에 많은 영향을 받고 있음을 알 수 있었으며, 겉보기밀도 및 다짐밀도는 분무압력에 크게 영향을 받고 있음을 보여주었다. 분유의 유동층 과립화의 최적조건은 흡입공기온도 60°C, 물의 투입비율 16 mL/min, 그리고 분무압력 2.1 bar이었으며, 이때 과립화 수율은 94.0%, 겉보기밀도는 0.350 g/cm³, 그리고 다짐밀도는 0.446 g/cm³로 각각 예측되었다.

문 헌

1. Yi YS, Kang HH, Chang KS, Chang YI. 1998. Effect of some anti-caking conditioners on the flowability of dried garlic powder. *Korean J Food Sci Technol* 30: 1357-1361.
2. Chung JK, Chang KS, Rhee CH. 1996. *Food processing machinery*. Hyangmunsa, Seoul. p 168-169.
3. Dewettinck K, Messens W, Deroo L, Huyghebaert A. 1999. Agglomeration tendency during top-spray fluidized bed coating with gelatin and starch hydrolysate. *Lebensm Wiss u Technol* 32: 102-106.
4. Dewettinck K, Huyghebaert A. 1998. Top-spray fluidized bed coating: Effect of process variables on coating efficiency. *Lebensm Wiss u Technol* 31: 568-575.
5. Dewettinck K, Deroo L, Messens W, Huyghebaert A. 1998. Agglomeration tendency during top-spray fluidized bed coating with gums. *Lebensm Wiss u Technol* 31: 576-584.
6. Kang HA, Shin MG. 2002. Effect of inlet air temperature and atomizing pressure on fluidized bed coating efficiency of broken peanut. *Korean J Food Sci Technol* 34: 924-926.
7. Motycka RR, Dever RE, Bechtel PJ. 1992. Response surface methodology. *J Food Sci* 57: 190-196.

(2003년 6월 17일 접수; 2003년 8월 19일 채택)