

## 湿法超微粉碎对大豆膳食纤维素微粒结构及物性的影响

洪杰 张绍英

(中国农业大学 食品科学与营养工程学院,北京 100083)

**摘要** 研究了湿法超微粉碎对非水溶性成分质量分数分别为70%和90%的大豆膳食纤维素微粒结构和物理性质(持水力、膨胀力、黏度等)的影响。结果显示:采用胶体磨对大豆膳食纤维素进行超微粉碎可获得粒度为4~20 μm的细小颗粒。物料在湿状态下呈硬脆特性,在外力作用下一般发生刚性断裂。非水溶性成分质量分数为70%的大豆膳食纤维素的持水力在磨齿间隙大于15 μm时随纤维素粒度减小逐渐上升,而在磨齿间隙为15~5 μm时随纤维素粒度减小呈下降趋势,但膨胀力和黏度则随纤维素粒度减小显著增大;非水溶性成分质量分数为90%的大豆膳食纤维素粒度减小后持水力和黏度都降低,但膨胀力增加。超微粉碎使二者的结构都发生整体性破坏,但聚合物的结晶状态未发生改变。

**关键词** 膳食纤维素;超微粉碎;微粒结构;物理性质

中图分类号 TS 210.1

文章编号 1007-4333(2005)03-0090-05

文献标识码 A

## Effect of ultra-fine pulverization by wet processing on particle structure and physical properties of soybean dietary fiber

Hong Jie, Zhang Shaoying

(College of Food Science and Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China)

**Abstract** The effect of ultra-fine pulverization by wet processing on particle structure and physical properties (water binding capacity, swelling capacity and viscosity etc.) of two soybean dietary fibers with 70% and 90% insoluble dietary fiber respectively was studied. The results showed that we could get minute granules with granularity from 4 to 20 μm after ultra-fine pulverization by a colloid mill. The materials appeared hard and fragile in wet state and rigid break when an external force exerted on them. The water-binding capacity of the former increased with particle size reduction when the gap of mill teeth greater than 15 μm, and then decreased when they ranged from 15 to 5 μm. Both swelling capacity and viscosity obviously increased with particle size reduction. The water-binding capacity and viscosity of the latter with external force would decrease when particle size was reduced, and its swelling capacity increase inversely. The structures of the both samples were disrupted entirely by ultra-fine pulverization without alteration of the polymeric crystalline state.

**Key words** dietary fiber; ultra-fine pulverization; particle structure; physical property

自然界存在的膳食纤维99%属于非水溶性膳食纤维(IDF)<sup>[1]</sup>。非水溶性膳食纤维的黏性较差,其生理功能很大程度与其持水力和膨胀力有关<sup>[2]</sup>。水溶性膳食纤维黏度很高,其很好的成膜性和增稠性可有效降低质传递速率,消减吸收高峰。如对膳食纤维进行改性处理,增加其持水力、膨胀力和黏性等,使非水溶性膳食纤维在某种程度上能够发挥水

溶性膳食纤维的作用,对有效利用天然资源,更好地发挥膳食纤维的生理功能具有积极的意义。

由于非水溶性膳食纤维的持水力、膨胀力以及黏性等特性除与原料本身的化学构成有关外,还受物料的结晶状态或分子排列状态、颗粒粒度、颗粒形状和颗粒表面状态等因素影响,所以通过改变上述物化结构,可在一定程度上影响非水溶性膳食纤维

收稿日期:2004-11-29

作者简介:洪杰,硕士研究生;张绍英,博士生导师,教授,主要从事农产品加工工程研究,E-mail:cauzsy@cau.edu.cn

的持水力、膨胀力以及黏性等特性。笔者认为,目前使用的超微粉碎加工有可能改变非水溶性膳食纤维晶体及微粒结构,并进一步影响其物性。

超微粉碎可以使物料的粒度减小、比表面积增大<sup>[3-4]</sup>,进而使非水溶性膳食纤维分子中的亲水基团暴露率增大,持水力和膨胀力提高。另外,超微粉碎高强的作用力在破坏非水溶性膳食纤维微粒结构、切断其连接的同时,还有可能对其微粒的结晶状态产生影响,形成结晶疏松区和晶间裂纹,进一步强化破碎效果。超微粉碎还可以降低粗糙感,改善膳食纤维的适口性。

非水溶性膳食纤维微粒结构为网状排列和定向排列,在干状态下其物性坚韧,破坏其结构所需作用力较大。若采用冲击、研磨等干式超微粉碎方法,施加作用力困难,同时能耗大、温升高;而利用其冷脆性进行超低温粉碎代价太高。由于非水溶性膳食纤维具有一定的吸湿性,故笔者拟采用湿式超微粉碎技术——胶体磨湿式研磨对其进行改性处理。首先,具有微细间隙且高速旋转的动、定刃口间产生的强大的剪切、摩擦和挤压力可对物料产生强大的破坏力;其次,纤维在湿状态下能够充分吸水伸展、膨胀,组织结构相对疏松、软脆,比干状态下更容易断裂,利用湿胀、干缩有助于得到微细颗粒。另外研磨过程中水的存在,不仅有助于输送物料、提高喂入性,同时还可系统降温,避免物料过热。

## 1 试验手段与检测方法

### 1.1 材料与仪器

1)材料。大豆膳食纤维素粉,非水溶性成分质量分数( $w(\text{IDF})$ )分别为70%和90%,深远食品有限公司生产。

2)仪器。JMS-50胶体磨,沈阳新阳机械厂生产;TDL-5-A离心机,上海安亭科学仪器厂生产;NDJ-79旋转黏度计,上海昌吉地质仪器有限公司生产;JA1003N精密电子天平,上海精密科学仪器有限公司生产;D/MAX-RA型X衍射仪,日本理学电机株式会社生产;Quanta 200F型扫描电镜,美国FEI公司生产。

### 1.2 样品的制备

分别对 $w(\text{IDF})$ 70%和90%的大豆膳食纤维素进行湿式超微粉碎,磨齿间隙分别为15、10、5 $\mu\text{m}$ ,粉碎5次。

### 1.3 检测方法

1)扫描电镜观察。Quanta 200F型扫描电镜观察,加冷台。

2)X射线衍射。工作条件:靶/过滤器Cu,电压40kV,电流100mA;扫描速度4 $^\circ/\text{min}$ ,步长0.02 $^\circ$ 。

3)持水力测定。采用离心法。将1g大豆膳食纤维样品室温下浸泡于25mL蒸馏水中4h,以4000g离心20min,除去上清液并称质量,换算成单位质量纤维的持水量。

4)膨胀力测定。取1g样品放入带有刻度的试管中并记录体积,加过量水混匀,静置24h。测量分界面下纤维的自由膨胀体积,mL;换算成单位质量纤维带水体积。

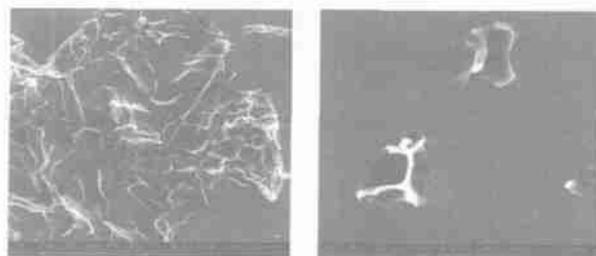
5)黏度测定。采用NDJ-79旋转黏度计,选用第一单元因子分别为0.1和0.4的转筒。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 纤维素颗粒显微状态

在扫描电镜下观察超微粉碎前后样品的颗粒状态可以发现以下现象:

$w(\text{IDF})$ 70%的大豆膳食纤维素颗粒为瓣膜状多孔网状空间结构,粒度达到300~500 $\mu\text{m}$ (图1(a))。超微粉碎后颗粒遭到肢解,尺寸可降至4~15 $\mu\text{m}$ ,但小颗粒仍较完整保留了原有大颗粒的局部形状和表面特征,无明显变形出现(图1(b))。放大4000倍观察小颗粒表面无明显裂纹。由此可推断,此种原料在湿状态下呈现硬脆特性,在强剪切力的作用下一般整体断裂成若干小块。

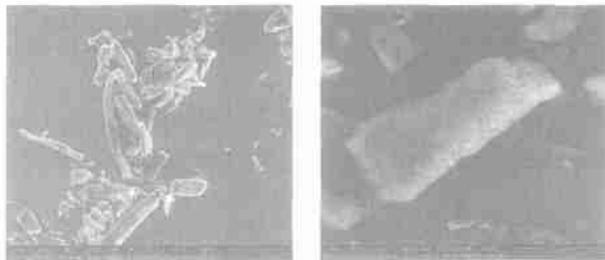


(a) 粉碎前 (b) 粉碎后  
图1 非水溶性成分质量分数为70%的大豆膳食纤维素超微粉碎前后的微粒结构

Fig. 1 Particle structure of soybean dietary fiber with 70% insoluble dietary fiber before (a) and after (b) ultra-fine pulverization

$w(\text{IDF})$ 90%的大豆膳食纤维素颗粒为棒条状结构,其长度方向达到200~300 $\mu\text{m}$ ,直径方向为5~10 $\mu\text{m}$ (图2(a))。超微粉碎后其颗粒长度可降至

5~20 μm,大部分颗粒在长度方向被截断,呈短棒状,小部分颗粒直径方向也被破碎,呈块状(图2(b))。在相同粉碎条件下纤维素纯度越高则粉碎后粒度相对较大,说明纤维素不易被粉碎;但如在磨齿间隙为5 μm时多次对其进行粉碎,粒度可以控制在4~10 μm。与w(IDF)70%的大豆膳食纤维粉碎后性状相同,w(IDF)90%的大豆膳食纤维小颗粒也较完整地保留了原有大颗粒的局部形状和表面特征,无明显变形出现。同理可推断,此种原料在湿状态下也呈现硬脆特性。



(a) 粉碎前 (b) 粉碎后

图2 非水溶性成分质量分数为90%的大豆膳食纤维超微粉碎前后的微粒结构

Fig. 1 Particle structure of soybean dietary fiber with 90% insoluble dietary fiber before (a) and after (b) ultra-fine pulverization

## 2.2 纤维素颗粒结晶状态

有研究表明,纤维素类物质是由70%有序结晶纤维素区和30%无序非晶态纤维素、半纤维素区组成的<sup>[5]</sup>,高度有序的纤维素区具有结晶性。粉碎前后纤维素的X衍射图谱基本相似(图3),可见本试验采取的超微粉碎过程对大豆膳食纤维的结晶性破坏不明显,粉碎时的机械剪切力并没有引起纤维素聚合物结构发生深度的降解或破坏。推断原因是,磨齿间隙相对于聚合物碳链长度的尺寸量级差别较大,尽管能导致纤维素颗粒的断裂,但尚不足以

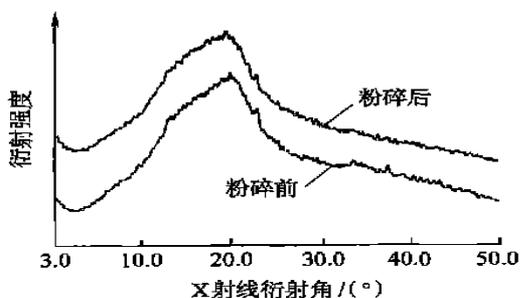


图3 大豆膳食纤维超微粉碎前后的X衍射图谱  
Fig. 3 X ray diffraction patterns before and after ultra-fine pulverization of soybean dietary fiber

广泛影响晶间连接关系,说明胶体磨产生的机械剪切力不易破坏纤维素的聚合物结构。

虽然湿法超微粉碎未使大豆膳食纤维产生广泛的晶间裂纹,但纤维素断裂表面微结构的变化及其对物性的影响不容忽视,其结果有待于进一步研究。

## 2.3 纤维素颗粒物性变化

### 1) 超微粉碎对大豆膳食纤维持水力的影响。

由表1可看出,以未经研磨的原料为对照,w(IDF)70%的大豆膳食纤维在磨齿间隙为15 μm时,持水力上升了7%;当磨齿间隙低于15 μm时持水力逐渐下降;当磨齿间隙为5 μm时持水力反而低于对照7%。原因是粒度的减小使纤维素可吸水的表面积增加,其致密的组织结构被疏松,同时物料之间的孔隙增多使水分更容易渗入,使其能够吸收更多的水分,所以其持水力上升;但是粒度过小时,剪切和研磨的作用使纤维素原来致密的多孔网状结构被破坏<sup>[6]</sup>,原本容留在其内部孔隙间的水分抵御离心力的作用减弱,其结合水的能力减小,持水力逐渐下降。w(IDF)90%的大豆膳食纤维的持水力先是随磨齿间隙的减小而减小,当磨齿间隙小于15 μm时持水力又呈上升趋势,但始终比原料的持水力低14%~20%。推断其原因也是比表面积增加和棒条状组织结构被破坏的共同作用结果,只是后者的作用更明显。

表1 超微粉碎对大豆膳食纤维持水力的影响

Table 1 Effect of ultra-fine pulverization on water-binding capacity of soybean dietary fiber mL/g

样品	磨齿间隙/μm			
	对照	15	10	5
w(IDF)70%	8.45	9.05	8.65	7.85
w(IDF)90%	2.15	1.71	1.75	1.85

注:w(IDF)70%和w(IDF)90%分别表示大豆膳食纤维非水溶性成分质量分数为70%和90%,对照为未经研磨的原料;下表同。

同时可以看出,w(IDF)90%的大豆膳食纤维比w(IDF)70%的持水力低,推断原因是:前者的结构是棒条状,主要依赖亲水基团结合水分;而后者的结构是空间多孔的网状,除亲水基团结合水分外,网状组织空间内也可以容留很多的水分。

值得一提的是,持水力不仅与纤维素持水量的多少有关,还与纤维素束缚水的方式有关。有研究表明,能牢固束缚水分的纤维素有时不能明显影响

粪的含水量,而有些松弛持留水分的纤维素却很容易增加粪的质量<sup>[7]</sup>;所以衡量纤维素持水力的作用还应该对其进行体内消化影响的综合考察。

### 2) 超微粉碎对大豆膳食纤维膨胀力的影响。

$w(\text{IDF}) 70\%$  的大豆膳食纤维颗粒因其多孔网状的结构体积较大,复水后其组织膨胀伸展导致体积更大。超微粉碎后纤维素颗粒增加,溶于水后各自膨胀伸展产生更大的容积作用,使纤维素的膨胀力显著增大,比对照增大  $37\% \sim 60\%$  (表 2);但是当纤维素粒度过小时,膨胀力有减小的趋势,原因是纤维素的网状结构被破坏严重,相互堆叠不能撑起更大的空间,不过可以肯定的是膨胀力仍明显高于对照。实际应用中可根据需要选用适宜的处理条件。

表 2 超微粉碎对大豆膳食纤维膨胀力的影响

Table 2 Effect of ultra-fine pulverization on swelling capacity of soybean dietary fiber mL/g

样 品	磨齿间隙/ $\mu\text{m}$			
	对照	15	10	5
$w(\text{IDF}) 70\%$	11.0	15.1	17.6	15.5
$w(\text{IDF}) 90\%$	1.4	1.6	1.8	1.9

$w(\text{IDF}) 90\%$  的大豆膳食纤维膨胀力较小,仅约为自身质量的 1.4 倍。随纤维素粒度的减小膨胀力呈上升趋势,当磨齿间隙为  $5\mu\text{m}$  时较对照上升了  $36\%$ 。这是因为纤维素原料的棒条状组织相互间孔隙很小,溶于水后只是溶胀,长度方向产生伸展,空间伸展支撑作用不明显。粉碎后纤维素粒度减小,孔隙度相对增加,溶胀后使得孔隙增大,膨胀力随之相应增大。

试验中表现出的  $w(\text{IDF})$  不同造成的膨胀力的显著差异,除与纤维素结构有不容忽视的关系外,还应该与原料中其他成分的影响有关。这里可以看出,膳食纤维的生理功能并非简单地与其纯度正相关,与其他成分协同作用,可能更好地发挥膳食纤维自身的生理功能。

### 3) 超微粉碎对大豆膳食纤维黏度的影响。

黏度是表征膳食纤维功能性的重要因素。摄取的膳食纤维黏度高,胃及小肠内容物的黏度也相应提高,使得食物不能与消化液充分接触,同时也阻碍了葡萄糖的扩散。

$w(\text{IDF}) 70\%$  的大豆膳食纤维溶于水后为悬

表 3 超微粉碎对大豆膳食纤维黏度的影响

Table 3 Effect of ultra-fine pulverization on viscosity of soybean dietary fiber MPa·s

样 品	磨齿间隙/ $\mu\text{m}$			
	对照	15	10	5
$w(\text{IDF}) 70\%$	5.80	13.68	14.44	13.20
$w(\text{IDF}) 90\%$	1.21	1.04	1.11	1.05

浊液状态,溶质与溶剂分层较明显。超微粉碎后其溶液虽仍呈悬浊液状态,但溶质与溶剂不分层,只是呈现浓度高低的差异。超微粉碎后其黏度最高上升了  $150\%$ ,然后随粉碎粒度的减小略有下降,但仍高于对照  $128\%$ 。 $w(\text{IDF}) 90\%$  的大豆膳食纤维超微粉碎前后其溶液皆呈悬浊液状态,溶质与溶剂分层都很明显。当纤维素粒度减小时,其黏度低于对照  $8\% \sim 14\%$ ,且磨齿间隙为  $10\mu\text{m}$  时其黏度相对高于  $15$  和  $5\mu\text{m}$  时。原因是处理使微粒之间、微粒与分散介质之间的相互作用力发生改变,造成体系中的黏滞阻力发生变化。 $w(\text{IDF}) 70\%$  的大豆膳食纤维为空间网状结构,粒度减小后空间交叉作用增强,黏度增大;而  $w(\text{IDF}) 90\%$  的大豆膳食纤维为棒条状结构,无分支,颗粒之间的交叉作用不明显。另外,根据溶液状态可推断,前者含有的质量分数为  $30\%$  的可溶性成分在超微粉碎后黏度上升较大,使整个体系的黏度增大。与持水力和膨胀力出现的情况相同, $w(\text{IDF})$  含量较高的样品黏度相对很低,说明纯品纤维素的黏度很低,若想使其更好地发挥黏性作用,可以考虑对其进行复配改性处理。

## 3 结 论

1) 采用胶体磨可实现大豆膳食纤维的湿式超微粉碎,并可获得粒度为  $4 \sim 20\mu\text{m}$  的细小颗粒。

2) 试验中选用的  $w(\text{IDF}) 70\%$  和  $90\%$  的大豆膳食纤维湿状态下呈硬脆特性,在外力作用下一般发生刚性断裂。

3) 超微粉碎后  $w(\text{IDF}) 70\%$  的大豆膳食纤维溶液仍为悬浊液,但溶质与溶剂不分层,只呈现浓度上的差异。与对照比较,磨齿间隙为  $15\mu\text{m}$  时其持水力上升了  $7\%$ ,磨齿间隙低于  $15\mu\text{m}$  时持水力逐渐下降,磨齿间隙为  $5\mu\text{m}$  时持水力反而低于对照  $7\%$ ;其膨胀力增加  $37\% \sim 60\%$ ,黏度增加  $128\% \sim 150\%$ 。

4)  $w(\text{IDF}) 90\%$  的大豆膳食纤维经超微粉碎

后尽管棒条状结构发生碎裂,但溶液仍呈悬浊液状态,与对照比较,持水力减小 14%~20%,膨胀力上升 14%~36%,黏度下降 8%~14%;表明该种原料表现非水溶性固体的特性。

5) 尽管超微粉碎使  $w$  (IDF) 70%和 90%大豆膳食纤维素的结构发生整体性破坏,但 X 衍射分析结果表明,聚合物的结晶状态未发生改变,说明采用胶体磨进行的湿式超微粉碎尚不足以使大豆膳食纤维素聚合物结构发生深度或广泛降解和破坏。

### 参 考 文 献

- [1] FDA. Nutrition labeling of food; calorie content[J]. Federal Register, 1987, 52(148): 28690
- [2] 郑建仙. 功能性食品[M]. 北京:中国轻工业出版社, 1999. 6~49
- [3] 李凤生. 超细粉体技术[M]. 北京:国防工业出版社, 2000. 2~122
- [4] 刘成梅,刘伟,林向阳,等. Microfluidizer 对膳食纤维溶液物理性质的影响[J]. 食品科学, 2004(2): 72~75
- [5] Ang J F. Water retention capacity and viscosity effect of powdered cellulose[J]. Journal of Food Sci, 1991, 56(6): 1682~1684
- [6] Cadden A. Comparative effects of particle size reduction on physical structure and water binding properties of several plant fibers[J]. Journal of Food Sci, 1987, 52(6): 1595~1599
- [7] Eastwood M A, Robertson J A, Brydon W G, et al. Measurement of water-holding properties of fibre and their fecal bulking ability in man[J]. Nutr, 1981, 50: 539

### 科研简讯

#### “规模化猪场粪污处理技术”项目通过验收

该项目由我校林聪教授主持,2005年4月21日通过农业部科技教育司验收。项目实施2年来,选择了规模和生产工艺不同的3个规模化猪场,完成了3种粪污处理工程和综合利用模式;完成了粪污水处理设备的改进和定型生产,优化了布水器内部结构设计,处理后的粪污水达到了国家养殖场污水的排放标准;进行了粪肥生产工艺的改进,采用厌氧发酵、好氧发酵生物技术,生产加工有机肥,并进行了肥效分析和生产过程肥效变化的跟踪测试,解决了养殖业粪污水的污染问题,实现了生产过程的无废弃物排放。

#### “智能化水产养殖信息系统技术中试与示范”项目通过验收

该项目由我校傅泽田教授主持,2005年4月15日通过教育部科技司组织的验收。项目组对鱼病诊断专家系统及远程专家咨询系统等13个系统进行了二次开发和中试,并根据示范区的需要,开发了特种水产动物疾病诊断等6个专家系统和决策支持系统,构建了中国水产在线信息网站,实现了产品的批量生产和试验示范。

(科学技术处供稿)