

沙枣细粉超微粉碎后 对物化特性的影响研究

梁 琪, 毕 阳, 米 兰, 张 炎, 刘英英

(甘肃农业大学食品科学与工程学院, 甘肃兰州 730070)

摘 要: 研究普通粉碎的沙枣细粉经超微粉碎后的微粉之间物化特性的差异。利用涡轮粉碎机对沙枣细粉进行超微粉碎, 测定分析微粉与细粉粉体形貌、主要成分、休止角、滑角、膨胀力、松密度以及水溶性等指标的变化。结果表明, 沙枣微粉的颗粒大小均匀, 红外光谱显示沙枣经超微粉碎后其主要成分未发生变化; 沙枣微粉与细粉相比, 粉体的流动性变差, 膨胀力、松密度和水溶性较之细粉均有不同程度的提高。沙枣微粉物理特性的改善有助于营养成分溶出及指导微粉的应用生产。

关键词: 沙枣, 超微粉碎, 物化特性, 红外光谱

Study on the effect of super micro-milling on physio-chemical properties of *Elaeagnus angustifolia* L. powders

LIANG Qi, BI Yang, MI Lan, ZHANG Yan, LIU Ying-ying

(College of Food Science and Engineering, Gansu Agricultural University, Lanzhou 730070, China)

Abstract: The differences of physio-chemical between *Elaeagnus angustifolia* L. ultrafine powders and particles were studied. Ultrafine powders were achieved by turbine crusher, the morphology, main ingredients, the angle of repose and slide, swelling capacity, density and solubility were determined. The results showed that it was more uniform on the grain size of *Elaeagnus angustifolia* L. ultrafine powders. The active ingredients of *Elaeagnus angustifolia* L. ultrafine powders and particles were not changed through FTIR spectroscopy. The fluidity of *Elaeagnus angustifolia* L. ultrafine powders was poorer, but the force of expansion, solubility and stacking density had different increases than particles. It was useful for the nutrition and application because of the physical properties of *Elaeagnus angustifolia* L. ultrafine powders improved.

Key words: *Elaeagnus angustifolia* L.; superfine grinding; physico-chemical properties; FTIR spectroscopy

中图分类号: TS255.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2012)11-0076-04

沙枣 (*Elaeagnus angustifolia* L.) 属于胡颓子科 (*Elaeagnaceae*), 胡颓子属 (*Elaeagnus*)。据初步调查, 我国北纬34°以北的新疆、甘肃、宁夏、内蒙古等地, 沙枣栽培面积在13万公顷以上, 仅内蒙古的额济纳河西河林区就有沙枣林 $4.6 \times 10^7 \text{m}^2$ ^[1]。沙枣果实富含糖类、蛋白质、维生素、矿物质、果胶质及黄酮类物质等。虽然沙枣未作为中药收录到《中国药典》, 但民间已被大量药用, 具有健胃、止泻、利尿、排毒去湿热等功能^[2]。目前对沙枣的基础研究相对滞后, 大部分果实因无人采集利用而造成资源浪费。超微粉碎技术已经在多种化工材料、中药材加工中得到应用。超微粉碎技术在天然食物资源开发中的应用是食品加工的一种新尝试, 例如超微粉碎能有效提取灵芝多糖、有利于葡萄籽中原花青素的释放和不饱和脂肪酸的保留、并使荸荠皮干燥微粉的均一性更高^[3-5], 该

技术对于传统工艺、配方的改进, 以及新产品的开发带来巨大的推动力。超微粉具有微粉学特征, 由于粒度、结晶结构的改变使理化性能、功能性质也发生改变^[6]。沙枣经过超微粉碎可大大拓宽其利用领域, 但是有关沙枣经超微粉碎后其物理性质的研究在目前尚属空白。因此本实验就超微粉碎对沙枣物理性质的影响规律进行了重点考察, 为沙枣的深度开发提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

沙枣 采自甘肃酒泉地区, 自然晾干后保存。

WDJ-250超微粉碎机 江阴翔飞粉体工程机械公司; JSM-5600LV型低真空扫描电子显微镜X射线能量色散仪谱 日本电子光学公司; FTIR-650型傅里叶变换红外光谱仪 天津港东科技发展股份有限公司; Allegra X-15R 型台式冷冻离心机 北京中西远大科技有限公司。

1.2 实验方法

1.2.1 沙枣超微粉碎的工艺流程 沙枣→挑选→清

收稿日期: 2011-09-22

作者简介: 梁琪(1969-), 女, 副教授, 主要从事食品科学、食品品质研究。

基金项目: 科技部科技人员扶持企业行动项目(2009GJG10014)。

洗→去核→干燥→粗粉碎→过筛→超微粉碎→过筛→包装→成品

1.2.2 沙枣超微粉样品的制备 沙枣细粉：将沙枣挑选、除杂、清洗、自然晾干后，置于粉碎机中，进行粗粉碎，过50目筛；沙枣微粉：干燥的50目沙枣细粉，入超微粉碎机，进行超微粉碎，过300目筛，得到300目以上的沙枣微粉。

1.2.3 沙枣微粉与细粉的扫描电子显微镜观察 将双面胶贴于扫描电子显微镜(SEM分辨率为3.5nm, EDS分辨率为131.7eV)的载物台上，用牙签沾取少许干燥后的样品轻轻在双面胶上涂抹均匀。用洗耳球吹去多余的样品，然后用离子溅射镀膜仪(JFC-1600)将样品喷炭镀金，30min后将载物台取出放入扫描电子显微镜中观察颗粒的表面结构。电子枪加速电压为20kV，分别放大200、500倍。

1.2.4 沙枣微粉与细粉的红外光谱测定比较 采用KBr压片法，将沙枣微粉和细粉与适量纯KBr研磨均匀，置于磨具中，在油压机上压成透明薄片，样品与KBr的比例量为1:100(V:V)，用傅里叶红外光谱仪分析。

1.2.5 粉体流动性性能指标的测定^[7] 表示粉体流动性性能的重要指标是休止角和滑角。

休止角：将漏斗固定于水平放置的绘图纸上，先堵住漏斗的下端开口，取10.00g待测粉体倒入漏斗，使待测粉体在漏斗中自然堆积，然后打开漏斗，使粉体自然落下并形成圆锥形，分别量取底部直径(2R)和圆锥体高度(H)，计算休止角 α ， $\tan \alpha = H/E$ 。

滑角：准确称取3.00g样品，平铺在一块光滑玻璃板中部，缓缓向上推动玻璃板的一端，然后将平板倾斜至约90%沙枣粉移动，测定平板和水平面的夹角即为滑角。

1.2.6 膨胀力的测定^[8] 准确称取1.00g(m)样品，放入带刻度的玻璃试管中记录干品体积 V_1 ，加入10mL蒸馏水，振摇均匀后，在室温下静置24h，记录样品在试管中自由膨胀的体积数 V_2 ，得出每克样品的膨胀力。膨胀力计算公式如下所示：

$$\text{粉体的膨胀力 (mL/g)} = (V_2 - V_1) / m$$

1.2.7 松密度的测定^[9] 准确称取20.00g(m)沙枣粉体，将其小心装入100mL量筒中；每隔2s，量筒从2.5cm的高度，反复敲击于硬台面上，直到量筒内粉体容积基本不再变化为止，此时粉体的体积记为 V_b 。

$$\text{粉体的松密度 (g/mL)} = m / V_b$$

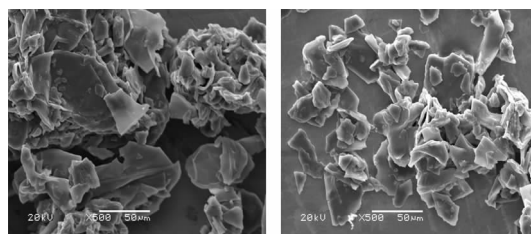
1.2.8 水溶性的测定^[10] 准确称取0.50g(m_1)样品于200mL烧杯中，加入50mL蒸馏水，在恒温水浴锅中连续搅拌30min后，分别测定在30、45、60、75、90℃下沙枣微粉和细粉水溶性的变化，5000r/min下离心15min，取出上清液于105℃烘干至恒重，残留物重量为 m_2 ，得出在相同的时间内，水溶性随温度的变化趋势。

$$\text{粉体的水溶性 (\%)} = m_2 / m_1 \times 100$$

2 结果与分析

2.1 粉体的扫描电子显微镜观察

采用扫描电镜观察沙枣细粉和沙枣微粉的微观形貌，结果见图1(放大500倍)。对比可以看出，沙枣细粉颗粒体积较大，粒径不均匀，有一些大小不一、



(a) 沙枣细粉

(b) 沙枣微粉

图1 粉体的扫描电子显微镜图($\times 500$)

Fig.1 Scanning electron micrograph of *Elaeagnus angustifolia* L. powders($\times 500$)

形状不规则的粒状颗粒，以及极少量的片状颗粒。经过超微粉碎后，沙枣细粉中原有的大颗粒结构多被破坏，裂片数量增多，小体积的裂片较多，沙枣微粉粉体的均匀性较好，颗粒形状更为规则。

2.2 粉体的红外光谱比较

红外光谱法是鉴别化合物和确定物质结构的常用手段之一。以红外光谱为基础的指纹图谱技术作为一种用于综合评价天然药物质量的新方法得到了广泛研究，在药物分析中，以红外光谱具有的“指纹”特征作为药物鉴定的依据是各国药典共同采用的方法。沙枣微粉和细粉的红外光谱测定结果见图2、图3。

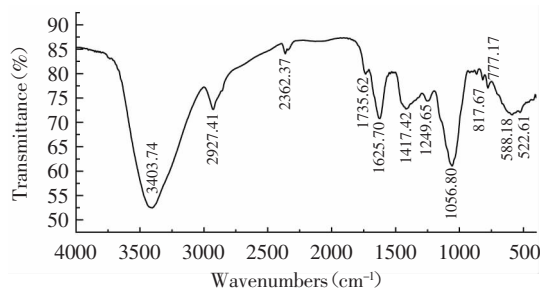


图2 沙枣细粉的红外光谱图

Fig.2 FTIR spectroscopy of *Elaeagnus angustifolia* L. particles

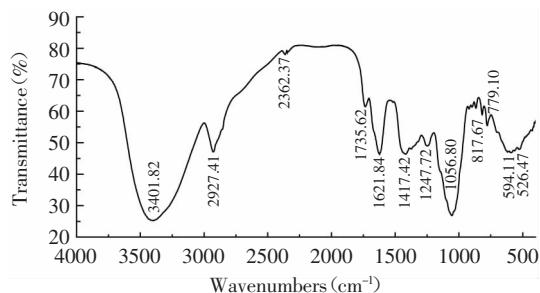


图3 沙枣超微粉的红外光谱图

Fig.3 FTIR spectroscopy of *Elaeagnus angustifolia* L. ultrafine powders

由图2和图3可以看出，沙枣经超微粉碎后，与普通沙枣细粉的红外光谱相近，两者之间无论峰的位置还是峰的形状都相差不大，均在3403.47~3401.82、2927.41、2362.37、1735.62、1625.70~1621.84、1417.42、1249.65~1247.72、1056.80、817.67、779.10~777.17、594.11~588.18、526.47~522.61 cm^{-1} 出现吸收峰。红外光谱结果显示，沙枣经超微粉碎后，其主要成分的基团结构并没有发生变化，即主要成分未发生变化。

2.3 粉体的休止角和滑角

表1 粉体休止角和滑角的测定结果

Table 1 Angle of repose and slide of the powders

原料	休止角(°)	滑角(°)
沙枣细粉	44.217±0.354 ^a	35.569±0.539 ^a
沙枣微粉	51.600±0.426 ^b	48.305±0.659 ^b

注:肩注不同字母表示显著差异($P<0.05$);表2同。

休止角和滑角的变化可以反映粉体流动性的变化,其值越大,表明粉体的流动性越差^[14]。由表1可知,沙枣微粉较细粉而言,其休止角和滑角均有所升高,其中粉体的休止角从细粉的44.217°增加到微粉的51.600°;滑角从细粉的35.569°增加到微粉的48.305°,沙枣微粉和细粉之间休止角和滑角的差异显著($P<0.05$)。这是因为经过超微粉碎处理后,粉体粒径减小,颗粒的比表面积增大,使得表面凝聚力增大,颗粒相互间的引力和黏着力增加,颗粒能更紧密地聚集,越不易分散开;同时粉体的粒径减小,超微粉和光滑玻璃板之间的摩擦力相对减小,也使得粉体的休止角和滑角增大,流动性变差^[12]。

2.4 粉体的膨胀力和松密度

沙枣微粉和沙枣细粉粉体的膨胀力和松密度见表2。

表2 粉体膨胀力和松密度的测定结果($n=6$)Table 2 Swelling capacity and density of the powders($n=6$)

原料	膨胀力(mL/g)	松密度(g/mL)
沙枣细粉	4.333±0.058 ^a	0.571±0.000 ^a
沙枣微粉	4.616±0.028 ^b	0.714±0.000 ^b

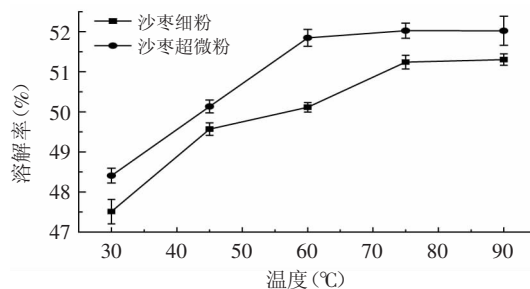
由表2可以看出,普通沙枣细粉经超微粉碎后,在室温下粉体自由膨胀,膨胀力差异显著($P<0.05$),微粉(4.616mL/g)较细粉(4.333mL/g)相比增加了0.283mL/g。膨胀力是反映样品水合能力的重要参数。膨胀力的大小不仅与颗粒的吸水膨胀性有关,更与颗粒间的孔隙率密切相关。分析其原因,主要是因为沙枣含有多糖、淀粉和膳食纤维等成分,经过超微粉碎,沙枣粉中的细胞被部分破碎,一方面使更多的亲水性基团暴露出来,颗粒与水的接触面积、接触部位增多,可增加粉体的膨胀力;另一方面,沙枣中的水溶性成分更易溶出,而且膳食纤维长链减少、短链增加,溶于水后膨胀伸展产生更大的容积作用,故粉体的膨胀力增大。

松密度是反应粉体充填性的指标之一,在片剂和胶囊剂的装填过程中具有重要意义,松密度大有利于粉末的充填^[13]。粉末的松密度主要取决于颗粒大小的分布、形状及彼此间的黏附趋势。从表2可知,沙枣细粉经过超微粉碎后,颗粒形状较为规则,大小均匀,故松密度显著地($P<0.05$)高于细粉(0.571g/mL)。因而可以看出,沙枣超微化有利于粉末的充填。

2.5 粉体的水溶性

沙枣微粉和沙枣细粉粉体的水溶性见图4。

由图4可以看出,随着温度的升高,沙枣微粉和沙枣细粉的水溶性都有明显升高,高于75℃沙枣微粉和细粉的水溶性变化基本趋于稳定。水溶性大小差异为1.733%~0.564%,微粉的水溶性略高于细粉,二者

图4 粉体的水溶性比较($n=6$)Fig.4 Comparison of water soluble between the powders($n=6$)

差异显著($P<0.05$)。这是因为超微化后,粉体的平均粒径减少,比表面积增大,表面能增大,单个颗粒的性质十分活跃,更容易溶解于水,从而提高了水溶性;并且由于超微过程对物料有着强烈的压力、剪切力和摩擦力,在这些力共同的作用下,沙枣细粉中的部分不溶性成分会发生熔融现象或部分键断裂,转化为可溶性成分^[14]。故沙枣经超微粉碎后,其水溶性升高。

3 结论

3.1 从扫描电镜的超微结构观察,沙枣微粉的颗粒比沙枣细粉更加均匀,粒径更小,提高了沙枣粉体的均一性。

3.2 红外光谱鉴定结果显示将沙枣超微化加工后,没有导致主要成分的变化,这对于沙枣经过超微粉碎后能维持其原功能特性是有积极意义的。

3.3 沙枣细粉经超微粉碎后,与蘑菇等结果相似^[15],粉体的休止角和滑角均增大。因颗粒的超细化而带来的表面能增加,因此工业上必须解决粒子之间互相吸附,物料流动过程形成架桥等现象,这表明微粉化对粉体的流动性有不利的影响。这类超微物料在工业中输送时,可通过粒子表面的改性,或加入适当的润滑剂达到改善粉体的流动性能。

3.4 沙枣微粉的膨胀力分别为4.616mL/g,较细粉升高了0.283mL/g,差异显著($P<0.05$);同时微粉和细粉的松密度分别为0.714g/mL和0.571g/mL,差异显著($P<0.05$)。说明对于一定容积的包装体,装填微粉的量高于细粉,或对于装填同一质量的粉末,装填微粉的容积低于细粉,这在生产实践中可以起到积极的作用。

3.5 经超微粉碎后沙枣粉水溶性增加,即其中的营养成分溶出率增加,更有利于人体的消化吸收。

参考文献

- [1] 于玮玮, 阎国荣. 沙枣的资源及研究综述[J]. 天津农学院学报, 2009, 16(2): 46-50.
- [2] Ahmadiani A, Hosseiny J, Semnani S, et al. Antinociceptive and anti-inflammatory effects of *Elaeagnus angustifolia* fruit extract[J]. Journal of Ethnopharmacology, 2000, 72(1-2): 287-292.
- [3] 肖丽霞, 于洪涛, 胡小松, 等. 响应曲面优化超微粉碎法提取灵芝多糖[J]. 食品工业科技, 2011, 32(7): 280-283.
- [4] 胥佳, 魏嘉颐, 李锦麟, 等. 超微粉碎处理对葡萄籽中原花青素和脂肪酸成分的影响[J]. 中国农学通报, 2011, 22(17): 92-97.
- [5] 罗杨合, 陈振林, 高志明, 等. 干法超微粉碎茅茅皮[J]. 食品

(下转第82页)

这与本实验的结果一致。本实验在以上实验的基础上,进一步深入研究苦瓜总皂甙对大肠杆菌、枯草芽孢杆菌、金黄色葡萄球菌的最佳抑菌条件、最小抑菌浓度,及苦瓜总皂甙对大肠杆菌和金黄色葡萄球菌的最佳抑菌条件。

本实验结果表明,不同浓度的苦瓜总皂甙对菌种的抑菌作用不同。不同浓度的苦瓜总皂甙对黑曲霉菌的生长几乎没有抑菌作用。50、100、150、200mg/mL浓度的苦瓜总皂甙对大肠杆菌、枯草芽孢杆菌、金黄色葡萄球菌生长均有抑制作用。且以150mg/mL浓度时抑制作用最强。

本实验证明,苦瓜总皂甙对大肠杆菌、金黄色葡萄球菌和枯草芽孢杆菌的MIC分别为30、30和40mg/mL。苦瓜总皂甙对大肠杆菌的最佳抑菌条件为:温度为40℃,抑菌时间为20h,pH为6.0。对金黄色葡萄球菌的最佳的抑菌条件为:温度为40℃,抑菌时间为20h,pH为6.0~8.0。

参考文献

- [1] 耿丽晶,周围. 苦瓜皂苷的提取方法及其生理功能的研究进展[J]. 中国酿造,2009(7):15-19.
- [2] 陆建锋,宋新波,马百平. 苦瓜的现代研究概况[J]. 中国中医药杂志,2008,6(5):20-24.
- [3] 吴德雨,黄荣清,罗传环. 苦瓜中活性成分及药理药效[J]. 科学技术与工程,2005(17):1282-1284.
- [4] 李健,黄艳,徐姝娟. 苦瓜皂苷生物活性的研究进展[J]. 食品研究与开发,2008,29(3):144-146.
- [5] 张瑜,关键,崔炯谟,等. HPLC测定不同产地苦瓜中降糖活性成分苦瓜皂苷元L含量[J]. 中国中药杂志,2010,35(5):620-622.
- [6] Ma jun, Whittaker paul, Keller C amy, et al. Cucurbitane-type triterpenoids from *Momordica charantia*[J]. Planta Med, 2010,76(15):1758-1761.
- [7] Tan minjia,Ye jiming,Turner nigel,et al. Antidiabetic activities of triterpenoids isolated from bitter melon associated with activation of the AMPK pathway[J]. Chem Biol,2008,15(3):263-273.
- [8] Donya alice, Hettiarachchy navam, Liyanage rohana, et al. Effects of processing methods on the proximate composition and momordicosides K and L content of bitter melon vegetable[J]. J Agric Food Chem,2007,55(14):5827-5833.
- [9] 何震辉,方尚铃,袁静铃. 苦瓜防腐作用初步研究[J]. 湖北农业科学,1993(7):18-19.
- [10] Xiang yalin, Ling bing, Zhang maoxin. Research advances in the chemical and biological studies on *Momordica charantia* L. [J]. Natural Product Research and Development,2005,17(2):242-246.
- [11] 孙守义,王文亮. 苦瓜食品的开发现状与发展前景[J]. 中国食物与营养,2008(5):24-25.
- [12] 陈华絮,肖生鸿,杨素娇. 苦瓜总皂甙的提取及含量测定[J]. 安徽农业科学,2007(18):5556-5558.
- [13] 张红艳,林凯,阎春娟. 国内外天然食品防腐剂的研究进展[J]. 粮食加工,2004(3):30-32.
- [14] 牟冠文,李光浩. 食品防腐剂的使用安全[J]. 中国卫生检验检疫杂志,2007(3):528-530.
- [15] 耿丽晶. 苦瓜抑菌活性的研究进展[J]. 中国食物与营养,2009(3):49-50.
- [16] 李建,张令文. 苦瓜皂甙的研究进展[J]. 食品研究与开发,2005,26(3):21-22.
- [17] 卢文佳,张雁,李智军,等. 苦瓜提取物抑菌效果初探[J]. 长江蔬菜,2006(12):38-39.
- [18] 张雁,魏振承,池建伟. 苦瓜水提物与山梨酸钾抑菌作用的比较[J]. 食品科技,2008(1):153-156.
- [19] 张雁,池建伟,唐小俊,等. 苦瓜水提物的抑菌活性及其热稳定性研究[J]. 食品科学,2008,29(4):121-123.
- [20] 王杰,张名位,刘兴华. 苦瓜提取物的抑菌作用及其稳定性研究[J]. 食品科技,2004(4):54-56.
- [21] 张平平,刘金福,王昌禄,等. 苦瓜提取物的抑菌活性研究[J]. 天然产物研究与开发,2008(4):721-724.
- [1] 耿丽晶,周围. 苦瓜皂苷的提取方法及其生理功能的研究进展[J]. 中国酿造,2009(7):15-19.
- [2] 陆建锋,宋新波,马百平. 苦瓜的现代研究概况[J]. 中国中医药杂志,2008,6(5):20-24.
- [3] 吴德雨,黄荣清,罗传环. 苦瓜中活性成分及药理药效[J]. 科学技术与工程,2005(17):1282-1284.
- [4] 李健,黄艳,徐姝娟. 苦瓜皂苷生物活性的研究进展[J]. 食品研究与开发,2008,29(3):144-146.
- [5] 张瑜,关键,崔炯谟,等. HPLC测定不同产地苦瓜中降糖活性成分苦瓜皂苷元L含量[J]. 中国中药杂志,2010,35(5):620-622.
- [6] Ma jun, Whittaker paul, Keller C amy, et al. Cucurbitane-type triterpenoids from *Momordica charantia*[J]. Planta Med, 2010,76(15):1758-1761.
- [7] Tan minjia,Ye jiming,Turner nigel,et al. Antidiabetic activities of triterpenoids isolated from bitter melon associated with fibres[J]. Journal of the Science of Food and Agriculture,2006,86(4):2380-2386.
- [11] Ileleji,K E,Zhoua B. The angle of repose of bulk corn stover particles[J]. Powder Technology,2008,187(2):165-171.
- [12] Landillon V, Cassana D, Morelsa M H, et al. Flowability, cohesive, and granulation properties of wheat powders[J]. Journal of Food Engineering,2008,86(2):178-193.
- [13] Costa F O,Pais A A C C,Sousa J J S. Analysis of formulation effects in the dissolution of ibuprofen pellets[J]. International Journal of Pharmaceutics,2004,270(1-2):9-19.
- [14] Zhao XY,Yang ZB,Gai GS,et al. Effect of superfine grinding on properties of ginger powder[J]. Journal of Food Engineering,2009,91(2):217-222.
- [15] Zhang M, Zhang CJ, Shrestha S. Study on the preparation technology of superfine ground powder of *Agrocybe chaxingu* Huang[J]. Journal of Food Engineering,2005,67(3):333-337.

(上接第78页)

工业科技,2011,32(5):287-289.

- [6] Yang CY, Fang D, Wang P, et al. Preparation technology of ultra-fine powders of *Auricularia auricular*[J]. Journal of Forestry Research,2004,15(2):150-152.
- [7] Taser O F,Altuntas E,Ozgoz E. Physical properties of Hungarian and common Vetch seeds[J]. Journal of Applied Sciences,2005,5(2):323-326.
- [8] Femenia A,Lefebvre A C,Thebaudin J Y. Physical and sensory properties of model foods supplemented with cauliflower fiber[J]. Journal of Food Science,1997,62(4):635-639.
- [9] Chau CF,Huang YL. Comparison of the chemical composition and physicochemical properties of different fibers prepared from the peel of *Citrus sinensis* L. Cv. Liucheng[J]. Journal of Agricultural Food Chemistry,2003,51(9):2615-2618.
- [10] Chau CF, Wen YL, Wang YT. Effects of micronisation on the characteristics and physicochemical properties of insoluble