

不同粒径胡萝卜膳食纤维的理化性质及其对淀粉糊化性质的影响

牛飞飞, 孟庆然, 张连富*

(江南大学 食品学院, 江苏 无锡 214122)

摘要: 研究不同粒径的胡萝卜膳食纤维的理化性质及其对淀粉糊化的影响。利用行星式球磨机制备平均粒径分别为 332.5(G_1), 142.3(G_2), 65.64(G_3), 26.36(G_4), 9.51(G_5)和 2.04 μm (G_6)的胡萝卜纤维, 对其进行热重、流变学性质、孔径、分层稳定性分析, 并利用 RVA 研究其对淀粉糊化性质的影响。结果表明, 粒径减小能显著增大膳食纤维比表面积, 增加其孔体积, 同时提高膳食纤维的悬浮稳定性, 降低其表观黏度; 此外, 膳食纤维的添加显著影响淀粉的糊化性质, 随着膳食纤维添加比例增大, 衰减值下降, 淀粉更难糊化, 而减小膳食纤维粒径, 其峰值黏度降低。

关键字: 胡萝卜膳食纤维; 粒径; 理化性质; 糊化性质

中图分类号: TS 210.9 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673—1689(2018)11—1213—06

Physicochemical Properties of Different Particle Sized Carrot Dietary Fiber and Its Influence on Starch Pasting Properties

NIU Feifei, MENG Qingran, ZHANG Lianfu*

(School of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China)

Abstract: The present study was conducted to research physicochemical properties of different particle sized carrot dietary fiber and its influence on starch pasting properties. We prepared six granulometric fractions having average particle size 332.5 (G_1), 142.3 (G_2), 65.64 (G_3), 26.36 (G_4), 9.51 (G_5) and 2.04 μm (G_6) using Planetary Ball Mill. Thermogravimetric, rheological properties, pore diameter distribution and phase stability of the six fractions were studied and we used the RVA to study their influence on starch pasting properties. Results revealed that micronization of samples resulted in improvement of specific surface area, pore volume and stability while reduction of viscosity. In addition, dietary fiber had effect on starch gelatinization, and the setback values declined with the amount of dietary fiber increasing, meanwhile, the peak viscosity decreased with particle size reduction.

Keywords: carrot fiber, particle size, physicochemical properties, pasting property

收稿日期: 2016-01-28

基金项目: 中央高校基本科研业务费专项资金项目(JUSRP51501); 高等教育博士点专项基金项目(SRFDP20130093110008)。

* 通信作者: 张连富(1967—), 男, 河北迁安人, 工学博士, 教授, 博士研究生导师, 主要从事食品中功能性组分的提取、纯化、鉴定及应用研究。E-mail: lianfu@jiangnan.edu.cn

引用本文: 牛飞飞, 孟庆然, 张连富. 不同粒径胡萝卜膳食纤维的理化性质及其对淀粉糊化性质的影响[J]. 食品与生物技术学报, 2018, 37(11): 1213-1218.

我国是世界第一大胡萝卜生产国,种植面积接近世界胡萝卜总种植面积的40%,总产量则占世界总产量的1/3。胡萝卜加工产品的产量不断提高,但胡萝卜汁产量低,新鲜胡萝卜榨取果汁后约30%~50%^[1]的原料变为果渣,这些胡萝卜果渣中含有大量膳食纤维^[2]。胡萝卜渣多用于饲料或肥料,不仅浪费资源且造成环境污染。

膳食纤维可降血糖、减小心脑血管、肥胖症和结肠癌等疾病发病率^[3-4]。食品加工中,常添加膳食纤维提高营养价值,但是添加的膳食纤维会影响食品的口感,外观及理化性质,膳食纤维加入到焙烤食品中,产生大量碎屑,降低食品的感官品质^[5];膳食纤维添加到液体饮料中,使饮料的稳定性变差而引起相分离,其中,膳食纤维的粒径对应用品质起重要作用,Rosa-Sibakov等人^[6]研究得出湿法粉碎减小麦麸粒径,破坏其物理结构,粒径减小到10~16 μm 可显著提高麦麸的悬浮稳定性,使其更适于液体食品的加工。

此外,淀粉作为食品中广泛应用的配料之一,具有凝胶、增稠、黏附、保水和保鲜等性质,有助于改善食品的理化性质。而膳食纤维的添加会影响其保水性、热力学性质、流变和质构等理化性质,对淀粉的糊化性质影响尤为显著^[7]。研究膳食纤维添加对淀粉糊化性质的影响对其在淀粉类食品加工和质量控制方面有重要意义。

因此,本文通过球磨粉碎制备粒径范围332.5~2.04 μm 的膳食纤维,研究不同粒径胡萝卜膳食纤维的理化性质及其对淀粉糊化性质的影响,有助于预测膳食纤维对食品品质的影响,为胡萝卜膳食纤维产品的开发提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 材料

胡萝卜渣:山东金得利食品有限公司;氢氧化钠、马铃薯淀粉等试剂均为国产分析纯。

1.2 仪器与设备

PM-100行星式球磨仪:德国Retsch;S3500激光粒度分析仪:美国Microtrac公司;ASAP2020 MP全自动比表面积及微孔物理吸附仪:美国麦克仪器公司;LUMiSizer 65全功能稳定性分析仪:德国LUM公司;AR-G2流变仪:美国TA仪器公司;RVA4500快速黏度分析仪:澳大利亚波通公司;热

重分析仪TGA/SDTA851e、S40 pH计:梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司;冻干机:德国Marin Christ公司;EBA20离心机:德国Hettich公司;JS14S数显时间继电器:常安集团有限公司;ZKXF真空干燥箱:天津亚兴实验仪器厂;TGL-16D冷冻高速离心机:金坛市华龙实验仪器厂;501A型超级恒温器:上海实验仪器厂有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 膳食纤维的制备 按照Kuan等人的方法,稍作改动,制备膳食纤维样品^[8]。称取200 g,20目胡萝卜渣样品,分散于8 L蒸馏水中,浸泡20 min后调节pH至12.5,60 $^{\circ}\text{C}$ 恒温保持3 h,然后调节pH至中性,蒸馏水不断冲洗样品直至洗涤液澄清,残渣于60 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥过夜,即得膳食纤维样品。

1.3.2 膳食纤维的超微粉碎 称取适量样品,置于球磨机中,球料比为1:1,400 r/min下粉碎15 min,所得样品分别用425、150和75 μm 筛子筛分,分别得到粒径为425~150和150~75 μm 两个级别的样品,分别命名为G₁和G₂。取G₂样品在500 r/min条件下继续粉碎,通过控制粉碎时间得到不同粒径级别的样品,分别命名为G₃、G₄、G₅和G₆。

1.3.3 粒径测定 取适量样品置于激光粒度测定仪内,干法测定。

1.3.4 比表面积及孔径分析 按照Sun-Waterhouse等人^[9]的方法,样品真空干燥后,在-195.807 $^{\circ}\text{C}$ 液氮下,测定氮气的吸附和解吸曲线,Brunauer-Emmett-Teller (BET)比表面积,Barrett-Joyner-Halenda (BJH)累积孔体积和BJH平均孔径作为实验指标。

1.3.5 热重分析 参考Rabetafika等人^[10]的方法,热重分析在氮气环境下进行,坩埚加入4~5 mg样品,温度范围25~600 $^{\circ}\text{C}$,加热速率10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。DTG曲线由失重率曲线微分得到。

1.3.6 分层稳定性分析 利用STEP[®]技术,实现样品不同位置的同时观测与分析,将膳食纤维样品溶于去离子水中,制备质量浓度为50 g/L的样品,取适量于样品管中,设置仪器转速为1 000 r/min,近红外光源865 nm下,每3 s抓取一条测试曲线(位置-透光率),通过内置软件分析分层界面的位置变化。

1.3.7 流变性质分析 按照Daou等人的方法^[11],制备质量浓度为50 g/L的浓度样品,室温下平衡24 h

后测量,利用2°,60 mm 锥板,转速 0.01 到 50 r/s, Gap 值设定为 1 000 μm,25 ℃下测定表观黏度的变化。

1.3.8 对淀粉糊化性质影响分析 按照 Parra 等人的方法^[7],根据实验要求在淀粉中分别加入不同粒径的膳食纤维。实验过程中,温度变化程序为:50 ℃下保持 1 min,随后温度上升到 95 ℃,保持 2.5 min;接着温度下降到 50 ℃,并保持 2 min,搅拌桨初始 10 s 内转速为 960 r/min,之后维持在 160 r/min。RVA 谱特征值主要取峰值黏度、衰减值、最终黏度、回生值、峰值时间和糊化温度。

2 结果与分析

2.1 粒径分布

本实验所制得的不同粒径范围的纤维用马尔文激光粒度仪测定,以 D_{50} 作为实验指标, $D(V,0.5)$ 表示粒度累计分布曲线上 50%的颗粒可以通过此直径,可以作为平均粒径。由图 1 可以看到粒径从 G_1 到 G_6 峰向左移,粒径逐渐变小,粒径分布峰形较窄,各级别纤维粒径较为均一。由表 1 可得出本实验所得的 6 个不同粒径级别的样品 G_1 到 G_6 平均粒径分别为 332.5,142.3,65.64,26.36,9.51 和 2.04 μm。

表 1 胡萝卜纤维粒径分布

Table 1 Particle-size distributions of different carrot fibers

$D_{50}/\mu\text{m}$	样品级别					
	G_1	G_2	G_3	G_4	G_5	G_6
胡萝卜纤维	332.5±13.08	142.3±3.11	65.64±2.45	26.36±1.46	9.51±0.88	2.04±0.01

2.2 比表面积及孔径分析

由表 2 可知,随着纤维粒径变小,样品的比表面积和累计孔体积逐渐增大,BET 比表面积从 0.024 5 提高到 5.862 7 m²/g,增加了 239 倍,BJH 累计孔体积从 0.002 568 提高到 0.028 544 m³/g,增加了 11 倍,比表面积的增大可能会引起更多活性基团的暴露,从而提高其生理活性。

2.3 热重分析

热重分析是为了研究超微粉碎过程中,纤维组成的组成,包括纤维素、半纤维素和木质素的含量变化。由 Liu 等人^[12]的研究可知,纤维素在相对较低的温度下开始分解(200~327 ℃),接着是半纤维素(300~450 ℃),最后是木质素(550 ℃)。由图 2 可知, G_1 ~ G_6 号样品在测试温度范围内均有两个峰,第一个在 40~125 ℃,对应着水的蒸发,第二个峰较大,在 125~600 ℃范围内,主要是由于纤维的分解,分别为纤维素、半纤维素和木质素,形状与 Liu 等^[12]

研究结果相似,纤维素、半纤维素和木质素的混合物的 DTG 峰为一个单峰和一个小肩峰。150~230 ℃范围内不存在小肩峰,说明碱法提取所得纤维较纯,可溶性物质如蛋白含量较少^[10]。

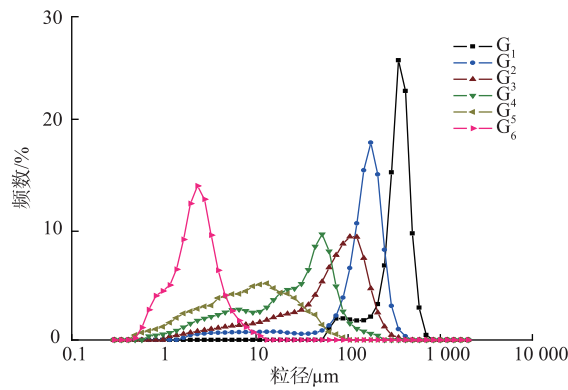


图 1 胡萝卜纤维粒径分布

Fig. 1 Particle size distribution of carrot fibers

表 2 不同粒径胡萝卜纤维氮吸附数据

Table 2 N₂ physisorption data for the different particle sized carrot fibres

指标	样品级别					
	G_1	G_2	G_3	G_4	G_5	G_6
BET 比表面积/(m ² /g)	0.024 5	0.038 4	0.191 0	2.079 5	3.438 5	5.862 7
BJH 比表面积/(m ² /g)	0.026 4	0.039 9	0.269 9	3.143 8	5.342 3	9.191 7
BJH 累积孔体积/(m ³ /g)	0.002 568	0.006 324	0.014 478	0.016 115	0.018 446	0.028 544

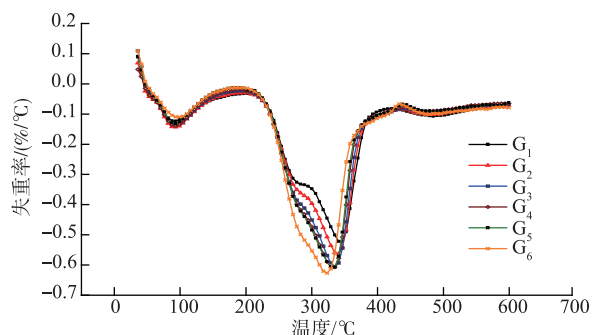


图2 不同粒径纤维 DTG 曲线

Fig. 2 DTG curves of the different particle sized carrot fibers

2.4 分层稳定性分析

在 1 g 重力下, 样品质量浓度为 50 g/L 时, G_1 和 G_2 样品在 20 s 内沉降, 时间分别为 5 和 13 s, 未放入仪器前已沉降完全, 故 G_1 和 G_2 未得到仪器测量数据。 $G_3 \sim G_6$ 的悬浮稳定性由 LUMiSizer 稳定性分析仪在 1 000 r/min 条件下测得。从图 3 可以看出, $G_3 \sim G_6$ 样品达到完全分层的时间变长, 分别为 99, 522, 540 和 621 s。相比 G_2 组分的纤维悬浮稳定性, G_3 组分的悬浮稳定性有一次大幅提高, 从肉眼可见的快速分层到仪器 1 000 r/min 条件下 99 s 沉降完全; G_4 组分的悬浮稳定性为 G_3 的 5 倍多, G_4 到 G_6 纤维悬浮稳定性逐渐提高, 增幅减小, 由此可得, 随着纤维粒径的减小, 悬浮稳定性提高。

膳食纤维的悬浮液可以看作是双相分散体系, 去离子水是分散介质, 分散相是由膳食纤维经过球磨粉碎而成的大小、形状不同的固体颗粒组成。悬浮体系中, 颗粒受到重力、浮力和曳力的作用, 沉降包括两个阶段, 加速沉降和匀速沉降阶段。加速沉降过程中, 重力大于浮力, 颗粒沉降速度越来越快, 而曳力与颗粒沉降速度平方正相关, 即曳力增加,

加速度越来越小, 直至曳力与浮力之和与重力相等, 加速度为零, 颗粒达到最大速度, 不再加速, 并以此速度匀速沉降。最终沉降速度与分散介质、分散相密度和粒径大小有关, 粒径越小, 沉降速度越慢。而实际食品体系中成分复杂, 如无机阳离子铁、钙等, 蛋白质, 淀粉, 微生物等均会影响膳食纤维的沉降, 如何影响有待进一步研究。

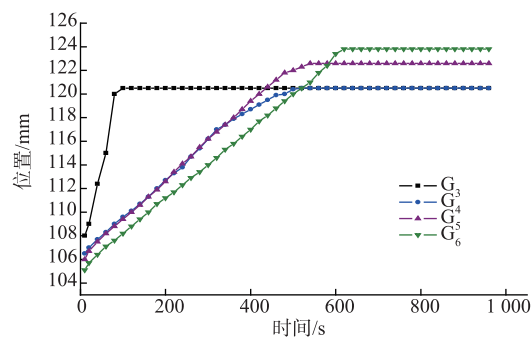


图3 不同粒径胡萝卜纤维样品沉降界面位置随时间变化
Fig. 3 Sedimentation (mm) as testing time (s) of different particle sized carrot fibres in dispersions (50 g/L)

2.5 流变分析

由于样品流变表现为剪切变稀的非牛顿流体, 随着剪切速率的增加, 样品表观黏度快速减小, 后接近于水平, 故表 3 中列出的是剪切速率为 50 r/s 时样品的表观黏度, 随着纤维粒径减小, 表观黏度下降, G_1 (332.5 μm) 的表观黏度是 G_2 (142.3 μm) 的 8.83 倍, G_4, G_5 的表观黏度相差较小, G_6 (2.04 μm) 的表观黏度最小, 基本和水的黏度相似。此研究与 Mueller 等^[13]的结论相似, 纤维粒径越大, 越容易形成网络结构, 颗粒间更易产生相互作用, 表观黏度较大, 而微粉碎会破坏纤维的结构, 引起其表观黏度降低。

表3 不同粒径胡萝卜纤维样品表观黏度

Table 3 Viscosity of different particle sized carrot fiber solutions

黏度/(MPa·s)	样品级别					
	G_1	G_2	G_3	G_4	G_5	G_6
胡萝卜纤维	33.3±1.1	3.77±0.18	2.18±0.07	0.82±0.12	0.76±0.00	0.07±0.00

2.6 糊化性质

为研究纤维添加量对淀粉糊化过程的影响, 在淀粉中分别添加质量分数为 1%, 3%, 5%, 10%, 20%, 30%, 50% G_1 , 结果如表 4 及图 4 所示。随着胡萝卜纤维的添加量增多, 淀粉的衰减下降, 说明

其抵抗剪切和高温的能力加强, 淀粉的热稳定性升高^[14]。峰值黏度与加热过程中颗粒的膨胀性有关, 淀粉颗粒的膨胀性越高, 峰值黏度越大^[15]。峰值黏度随着纤维添加量的增多而下降, 是因为纤维含量的增加降低了淀粉含量, 糊化的淀粉变少, 此外, 由于纤

维具有吸水性,使得体系中的水变少,淀粉糊化更难^[6]。纤维含量低于 10%时,纤维的黏度部分弥补了淀粉峰值黏度的变化,峰值黏度变化较少,添加量多于 10%时,纤维的黏度不足以弥补淀粉糊化的减少量,峰值黏度急剧下降。回生值表示淀粉溶液在

冷却过程中的回生黏度,即淀粉的老化程度,回生值越大,淀粉老化程度越高^[7],由于纤维吸水,限制了直链淀粉的溶出,回生值随着纤维的添加量增多而减小,说明加入纤维的淀粉不易老化,这与 Sudha 等人^[8]研究将苹果渣加入小麦淀粉的结果相似。

表 4 不同胡萝卜纤维添加量对淀粉黏度特性的影响

Table 4 Effect of substitution with increasing percentages of carrot fibers on pasting characteristics of starch

组别	峰值黏度/cp	衰减值/cp	回生值/cp	峰值时间/min	糊化温度/℃
原淀粉	10 782	9 144	-6 789	3.53	64.15
原淀粉+1% G ₁	9 854	8 398	-6 034	3.73	65.7
原淀粉+3% G ₁	9 721	6 876	-6 166	3.67	64.9
原淀粉+5% G ₁	9 738	6 828	-6 061	3.73	65.55
原淀粉+10% G ₁	9 471	6 411	-5 934	3.8	65.7
原淀粉+20% G ₁	7 765	4 977	-4 072	3.93	65.65
原淀粉+30% G ₁	6 668	3 756	-2 316	4.13	65.65
原淀粉+50% G ₁	3 588	1 173	83	5.47	66.3

注:1 cp=10⁻³ pa·s

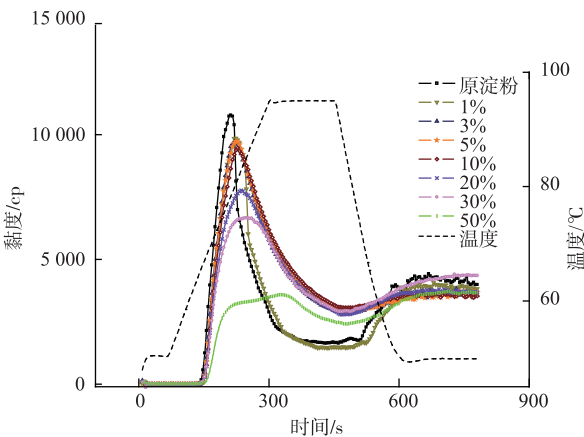


图 4 不同质量分数胡萝卜纤维糊化曲线

Fig. 4 Pasting curves of the different concentration carrot fibers

将不同粒径的纤维 G₁~G₆ 按淀粉质量的 30% 加入其中,研究不同粒径的纤维对淀粉糊化性质的影响,结果如表 5 及图 5 所示。由图 5 可知,纤维粒径的不同,对淀粉的糊化影响较小,G₂~G₅ 的糊化过程相似,G₁ 和 G₆ 的糊化性质变化相对明显。G₁ 的峰值黏度和衰减值较大,回生值较小,说明添加粒径大的纤维,淀粉热稳定相对更好,而且更不易老化。

表 5 不同粒径胡萝卜纤维对淀粉黏度特性的影响

Table 5 Effect of substitution with different particle sized carrot fibers on pasting characteristics of starch

组别	峰值黏度/cp	衰减值/cp	回生值/cp	峰值时间/min	糊化温度/℃
原淀粉	10 782	9 144	-6 789	3.53	64.15
原淀粉+G ₁	6 668	3 756	-2 316	4.13	65.65
原淀粉+G ₂	6 109	3 157	-2 304	4.07	65.6
原淀粉+G ₃	6 285	3 347	-2 871	3.93	66.4
原淀粉+G ₄	6 354	3 628	-2 772	3.93	66.4
原淀粉+G ₅	6 047	3 451	-2 594	4.07	66.4
原淀粉+G ₆	5 696	3 279	-2 529	4.07	67.2

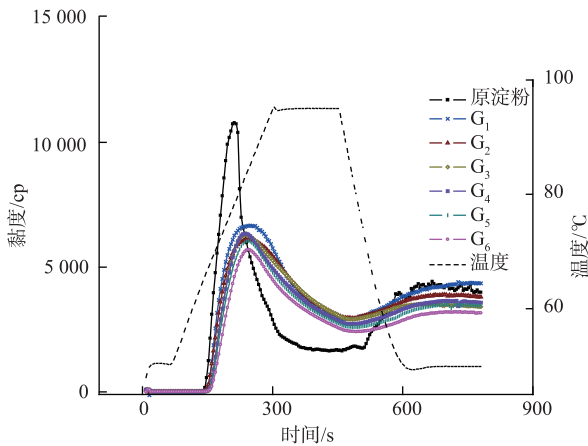


图 5 不同粒径纤维糊化曲线

Fig. 5 Pasting curves of the different varieties

3 结 语

胡萝卜纤维经球磨粉碎处理,通过控制粉碎时间,可得到粒径范围为 332.5~2.04 μm 的膳食纤维。随着粒径的减小,胡萝卜纤维的比表面积和孔体积

增加;悬浮稳定性显著提高,有助于其在液态食品中的应用;表观黏度变小,添加到食品中,口感更顺滑。此外,膳食纤维的添加会影响淀粉的糊化性质,随着其含量的增加,淀粉的热稳定性提高,更不易回生,但黏度降低;随着纤维粒径的减小,淀粉黏度降低。

参考文献:

- [1] SHARMA K D, KARKI S, THAKUR N S, et al. Chemical composition, functional properties and processing of carrot-a review [J]. **Journal of Food Science and Technology**, 2012, 49(1): 22-32.
- [2] CHAU C F, WU S C, LEE M H. Physicochemical changes upon micronization process positively improve the intestinal health-enhancement ability of carrot insoluble fibre[J]. **Food Chemistry**, 2007, 104(4): 1569-1574.
- [3] ELLEUCH M, BEDIGIAN D, ROISEUX O, et al. Dietary fibre and fibre-rich by-products of food processing: Characterisation, technological functionality and commercial applications: A review[J]. **Food Chemistry**, 2011, 124(2): 411-421.
- [4] LUO Feijun, NIE Ying. A review on anticancer function of dietary fiber and the molecular mechanism [J]. **Journal of Food Science and Biotechnology**, 2015(12): 1233-1238. (in Chinese)
- [5] GOMEZ M, MORALEJA A, OLIVETE B, et al. Effect of fibre size on the quality of fibre-enriched layer cakes [J]. **LWT—Food Science and Technology**, 2010, 43(1): 33-38.
- [6] ROSA S N, SIBAKOV J, LAHTINEN P, et al. Wet grinding and microfluidization of wheat bran preparations: improvement of dispersion stability by structural disintegration[J]. **Journal of Cereal Science**, 2015, 64: 1-10.
- [7] PARRA A F R, RIBOTTA P D, FERRERO C. Starch-apple pomace mixtures: pasting properties and microstructure[J]. **Food and Bioprocess Technology**, 2015, 8(9): 1854-1863.
- [8] KUAN C Y, YUEN K H, BHAT R, et al. Physicochemical characterization of alkali treated fractions from corncob and wheat straw and the production of nanofibres[J]. **Food Research International**, 2011, 44(9): 2822-2829.
- [9] SUN W D, BEKKOUR K, WADHWA S S, et al. Rheological and chemical characterization of smoothie beverages containing high concentrations of fibre and polyphenols from apple[J]. **Food and Bioprocess Technology**, 2014, 7(2): 409-423.
- [10] RABETAFIKA H N, BCHIR B, AGUEDO M, et al. Effects of processing on the compositions and physicochemical properties of fibre concentrate from cooked fruit pomaces[J]. **Food and Bioprocess Technology**, 2014, 7(3): 749-760.
- [11] DAOU C, ZHANG H. Functional and physiological properties of total, soluble, and insoluble dietary fibres derived from defatted rice bran[J]. **Journal of Food Science and Technology**, 2014, 51(12): 3878-3885.
- [12] LIU Q, ZHONG Z, WANG S, et al. Interactions of biomass components during pyrolysis: A TG-FTIR study [J]. **Journal of Analytical and Applied Pyrolysis**, 2011, 90(2): 213-218.
- [13] MUELLER S, MADER H M. The rheology of suspensions of solid particles [J]. **Proceedings of the Royal Society A Mathematical Physical & Engineering Sciences**, 2009, 466(2116): 1201-1228.
- [14] CEBALLOS H, SANCHEZ T, MORANTE N, et al. Discovery of an amylose-free starch mutant in cassava (*Manihot esculenta* Crantz)[J]. **Journal of Agricultural and Food Chemistry**, 2007, 55(18): 7469-7476.
- [15] RAGAEI S, ABDEL A E S M. Pasting properties of starch and protein in selected cereals and quality of their food products[J]. **Food Chemistry**, 2006, 95(1): 9-18.
- [16] SYMONS L J, BRENNAN C S. The effect of barley β - glucan fiber fractions on starch gelatinization and pasting characteristics [J]. **Journal of Food Science**, 2004, 69(4): 257-261.
- [17] LU Fei, LIU Yang, LI Bo, et al. Effect of particle size and addition of okara on physicochemical properties of wheat flour[J]. **Soybean Science**, 2014, 33(1): 103-106. (in Chinese)
- [18] SUDHA M L, BASKARAN V, LEELAVATHI K. Apple pomace as a source of dietary fiber and polyphenols and its effect on the rheological characteristics and cake making[J]. **Food Chemistry**, 2007, 104(2): 686-692.