

葡萄皮超微粉体特性研究

王 华¹, 徐春雅², 范毅强²

(1.西北农林科技大学葡萄酒学院, 陕西 杨凌 712100; 2.西北农林科技大学食品科学与工程学院, 陕西 杨凌 712100)

摘 要: 利用超微粉碎技术将葡萄皮粉碎成粒度均一、表观性能良好的超微颗粒。通过对葡萄皮粉体性质研究表明, 随着葡萄皮微粒粒径的不断减小, 其流动性、溶解性、分散性和多酚类物质的溶出量均有所增大, 其营养成分可以更好地被人体吸收利用。

关键词: 葡萄皮; 超微粉碎; 粉体性质

Characteristics Investigation of Grape Skin Ultrafine Powder

WANG Hua¹, XU Chun-ya², FAN Yi-qiang²

(1.College of Enology, Northwest A&F University, Yangling 712100, China;

2.College of Food Science and Engineering, Northwest A&F University, Yangling 712100, China)

Abstract : Grape skin was processed into ultrafine powder. The average particle size of grape skin ultrafine powder was determined as 7.8 μ m and the broken rate of cell wall was calculated as 100%. Several characteristic indexes of the grape skin ultrafine powder and common powders with different particle sizes were compared. The results showed that the smaller grape skin powder particle size, the higher the fluidity, the solubility, the distribution and dissolution of polyphenols. Therefore, the nutritional components in grape skin ultrafine powder can be better absorbed by human body.

Key words: grape skin; ultrafine powder; characteristics

中图分类号: TS255

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)11-0115-03

目前我国葡萄酒加工中对葡萄皮的利用率不高, 造成了葡萄皮功能性成分的浪费。采用超微粉碎技术将葡萄皮加工成超微粉既可以解决葡萄酒企业下脚料的综合利用, 又能够开发出一种对人体健康有益的功能性保健食品, 达到变废为宝的目的。葡萄的多酚类化合物主要分布于葡萄籽和皮中, 其中葡萄皮的主要多酚化合物为花色苷类, 白藜芦醇的含量也相当高, 白藜芦醇具有降血脂、抗血栓、预防动脉硬化、增强免疫能力等作用。葡萄皮中的另一种重要物质——单宁, 具有抗过敏、延缓衰老、增强免疫和预防心脑血管疾病的功效。葡萄皮中含有的花青素, 具有强抗氧化、抗突变、减轻肝机能障碍、保护心血管等功能^[1-2]。

近年来, 有关葡萄皮营养成分的分析已有诸多报道, 但很少见对其营养成分进行深入的研究。作者利用超微粉碎技术对葡萄皮进行深加工。将葡萄皮粉碎至粒度均一、分散性良好的超微颗粒, 使颗粒的表观性质发生变化, 增加其营养成分的溶出度, 从而更好地被人体吸收利用。对葡萄皮超微粉粒性质的研究中, 主要研究了超微粉粒的流动性、溶解性、分散性及多酚

类物质的溶出量。

1 材料与方法

1.1 材料、试剂与仪器

贵人香葡萄皮, 2006 年新疆新天国际酒业有限公司玛纳斯酒厂酿酒后得到, 自然风干保存。

没食子酸标样 美国 Sigma 公司; 冰醋酸; 双氧水; 1% 番红。

6B-I 型贝利超微粉碎机 济南倍力粉体技术有限公司; 筛网一套; 超声波清洗仪; 试样粉碎机; SP-2102UV 型紫外-可见分光光度计 上海光谱仪器有限公司生产; XSP-18S 型生物显微镜 国营江南光学仪器厂。

1.2 方法

1.2.1 葡萄皮超微粉碎的工艺流程

葡萄皮→除杂→清洗→干燥→称重→粗粉碎→过筛→超微粉碎→包装→成品

1.2.2 葡萄皮超微粉碎的工艺要点

将葡萄皮清洗去掉表面杂质, 40℃下干燥 3h, 调整水分含量在 3%~5%, 然后加入 30g/kg 微晶纤维素,

收稿日期: 2008-02-29

作者简介: 王华(1959-), 女, 教授, 博士, 主要从事葡萄与葡萄酒研究。E-mail: wanghua@nwsuaf.edu.cn

在 $-20\sim-15^{\circ}\text{C}$ 下粉碎30min。

1.2.3 颗粒直径及破壁率的测定^[3]

取少量葡萄皮超微粉放入水中,在超声波中振荡、分散开。取少量液体,滴在载玻片上,自然风干后在显微镜下随机测定视野中的100个颗粒直径。取干化的葡萄皮,通过对其进行复水、离析(30%冰醋酸:双氧水=1:1的离析液)、剥离、1%番红染色、脱水,最后中性树胶封片,在显微镜下随机测定视野中的100个细胞直径。破壁率 η 的计算式:

$$\eta = [1 - (1 - \frac{1}{n})^3] \times 100\% \quad (n > 1) \quad (1)$$

$$\eta = 100\% \quad (n \leq 1) \quad (2)$$

式中: n 为颗粒直径与细胞直径之比。

1.2.4 休止角的测定^[4](用 $\tan\alpha$ 表示)

休止角是指一堆粉末的表面与平面可能产生的最大角度(α)。将漏斗固定于水平放置的绘图纸上,漏斗下口距纸的距离为 H ,分别取粉适量倒入漏斗,直到漏斗的出口与粉末圆锥体的尖端接触,量取底部直径($2R$),计算休止角。一般认为休止角 $\alpha < 40^{\circ}$ 时可满足超微粉体生产要求^[5]。

$$\tan\alpha = \frac{H}{E} \quad (3)$$

1.2.5 溶解率、溶解性和分散性的测定^[6]

$$\text{溶解率} = (1 - \frac{\text{烘干后残渣质量}}{\text{放入溶液原料的质量}}) \times 100\% \quad (4)$$

溶解性:分别取粒度为: >550 、 $150\sim550$ 、 $75\sim150$ 、 $7.8\mu\text{m}$ 的颗粒1g,放入100ml的去离子水中,磁力搅拌,分别测定在 30 、 40 、 50 、 60 、 65°C 下溶解率的变化,得出在相同的时间内,溶解率随温度的变化趋势。

分散性:分别取粒度为: >550 、 $150\sim550$ 、 $75\sim150$ 、 $7.8\mu\text{m}$ 的颗粒1g,放入100ml的去离子水中,磁力搅拌,在 50°C 下,于不同时间间隔(15 、 30 、 45 、 60min)分别测定溶解率的变化。得出在相同的温度下,溶解率随时间的变化趋势。

1.2.6 总多酚溶出量的测定

多酚的测定方法为福林-肖卡(Folin-Ciocalteu)法^[7],绘制标准曲线。利用SAS(Statistical Analysis System)统计分析软件,得到回归标准曲线: $y=0.0014x+0.0054$, $R^2=0.9995$,式中: y 为吸光度; x 为没食子酸含量(mg/L)。

样品测定^[5,8]:将贵人香葡萄皮分别进行超微粉碎和普通常规粉碎,并将其按照粒度分为: >550 、 $150\sim550$ 、 $120\sim150$ 、 $105\sim120$ 、 $75\sim105$ 、 $58\sim75$ 、 $48\sim58$ 、 $38\sim48$ 、 $7.8\mu\text{m}$,分别称取 5.00g ,放入 250ml 的

三角瓶中,加入 60ml 的甲醇,提取温度为 45°C ,用 40kHz 的超声波辅助提取 55min ,在 9000r/min 条件下离心 15min ,取上清液 1ml ,定容到 10ml 。取 1ml ,按照绘制标准曲线的方法,测定其吸光度,确定不同粒度多酚的溶出量。

2 结果与分析

2.1 颗粒直径及破壁率

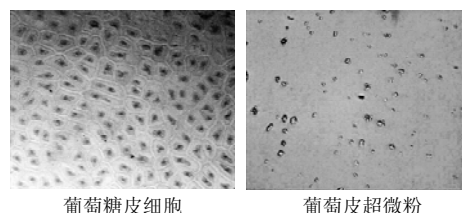


图1 葡萄皮细胞和葡萄皮超微粉的显微形态(16×40)

Fig.1 Observation of intact grape skin and grape skin ultrafine powder under microscope (16×40)

在显微镜下随机测定视野中的100个颗粒直径,得出葡萄皮超微粉的颗粒直径为 $2.1\sim25.6\mu\text{m}$,平均直径为 $7.8\mu\text{m}$,而葡萄皮细胞的直径为 $7.5\sim52.5\mu\text{m}$,平均为 $25.7\mu\text{m}$,细胞破壁率达到了100%,如图1所示。

2.2 粉体流动性

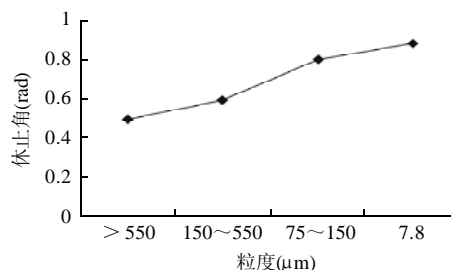


图2 不同粒度下休止角的变化

Fig.2 Angle of repose of grape skin powders with different particle sizes

葡萄皮超微粉颗粒具有良好的流动性,可通过一定孔径的孔或管道自由流出,从休止角的变化可以反映其流动性的变化。由图2可见,颗粒越细,则休止角越大,流动性越好,因而表面凝聚力也越大,吸附性越好,产品质量更加稳定,混合均匀后不易分层。

2.3 粉体溶解性和分散性

2.3.1 溶解性

从图3可以看出,随着温度的升高,不同粒度粉体的溶解率都在升高,但是粒度为 $7.8\mu\text{m}$ 的超微粉体的溶解率明显高于其他粒度粉体的溶解率,而且 50°C 后基本趋于稳定。这是因为超微化后,粉体的比表面积增

大, 表面能增大, 单个颗粒的性质十分活跃, 更容易溶解于水, 这也是超微粉和普通粉本质的区别。

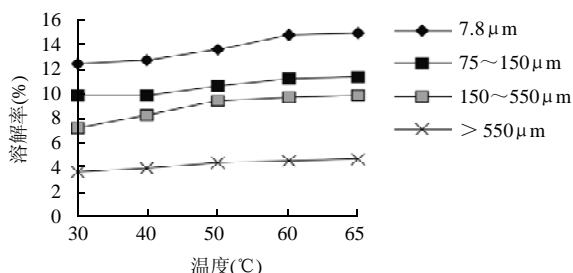


图3 不同粒度溶解性比较

Fig.3 Comparison of solubility among grape skin powders with different particle sizes

2.3.2 分散性

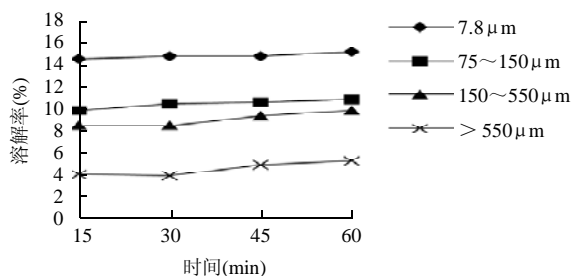


图4 50℃下不同粒度溶解率的变化

Fig.4 Changes of solubility of grape skin powders with different particle sizes at 50 °C

由图4可以看出, 粒度为7.8 μm的超微粉体的溶解率变化曲线更为平滑, 溶解率曲线的斜率更小, 这说明, 粒度为7.8 μm的超微粉体在水中更容易分散, 而且分散的更加均匀。所以, 粒度为7.8 μm的超微粉体的分散性要好于其他粒度的粉体。

2.4 多酚溶出特性

从图5可以看出, 随着时间的延长, 多酚溶出量相应地有所增大, 当粒度>75 μm时, 增大幅度很小, 38~75 μm之间增大的幅度有所增加, 当粒度达到7.8 μm, 也就是达到超微粉级别时, 多酚的溶出量大幅度增加, 主要原因是此时细胞已经完全破壁, 超微级颗粒急剧增加, 表面积增大, 更易于多酚类物质的溶出。

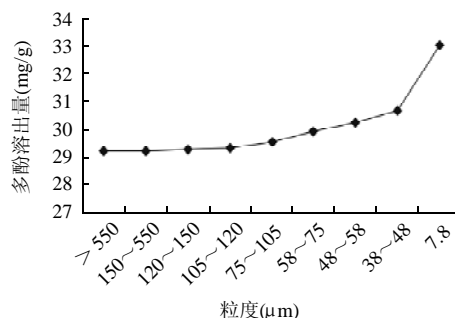


图5 不同粒度多酚溶出量的变化

Fig.5 Dissolution rates of polyphenols in grape skin powders with different particle sizes

3 结论

3.1 葡萄皮经过超微粉碎以后, 粉体的休止角增大, 流动性变好, 表面聚合力越大, 吸附性越好, 产品质量更加稳定, 分散性更好, 混合均匀后不易分层; 超微粉体的溶解率增大; 超微粉体的多酚的溶出度得到了显著提高。

3.2 葡萄皮超微粉碎, 由于颗粒的微细化导致比表面积的增加, 使微细化的食品具有良好的流动性、分散性和溶解性, 适于将其微胶囊化, 其营养成分的溶出量得到了很大提高, 可以更好地被人体吸收利用, 适于开发生产新型保健食品。

参考文献:

- [1] 唐传核. 植物功能性食品[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 162-192.
- [2] 张立德. 超微粉碎制备与应用技术[M]. 北京: 中国石化出版社, 2001: 23-77.
- [3] 张彩菊, 张愷. 茶树菇超微粉体性质[J]. 无锡轻工大学学报, 2004, 23(3): 92-94.
- [4] 何煜, 庄香久. 细胞级微粉碎与细胞级微粉中药技术[C]// 中国药学会学术年会大会报告集. 北京: 中国药学会, 2001: 914-915.
- [5] 王亮, 张愷, 孙金才, 等. 牡蛎壳超微粉碎工艺及粉体性质[J]. 无锡轻工大学学报, 2004, 23(1): 58-61.
- [6] 王华. 葡萄与葡萄酒实验技术操作规范[M]. 西安: 西安地图出版社, 1999: 152-153.
- [7] 李凤英, 崔蕊静, 李春华. 从葡萄皮中提取多酚物质[J]. 活性物质的分离与提纯, 2005, 31(4): 147-149.
- [8] 李春阳, 许时婴, 王璋. 从葡萄皮废弃物中提取分离多酚类生物活性物质[J]. 食品科技, 2004(6): 88-92.