

玉米膳食纤维的粉体特性

王大为, 吴丽娟, 孙丽琴

(吉林农业大学食品科学与工程学院, 吉林 长春 130118)

摘要: 将玉米皮膳食纤维超细粉碎后研究其粉体特性, 对不同粒度玉米皮膳食纤维粉的填充性、流动性、吸湿性进行研究。结果表明: 当粒度为 160 目时, 松密度为 0.3405 g/mL、振实密度为 0.4555 g/mL、压缩度为 25.25%、流速为 2.97 g/s、休止角为 43.38° 时, 玉米皮膳食纤维粉适合膳食纤维片剂产品的生产。

关键词: 玉米皮; 膳食纤维; 粉体特性

Properties of Corn Dietary Fiber Powder

WANG Da-wei, WU Li-juan, SUN Li-qin

(College of Food Science and Engineering, Jilin Agricultural University, Changchun 130118, China)

Abstract: The properties of corn spermoderm dietary fiber power were explored after ultra-fine grinding. The fillibity, fluidity and hygroscopicity of dietary fiber power with different sizes were also studied. The results showed that the bulk density, tap density, compressibility, flow rate and repose angle were 0.3405 g/mL, 0.4555 g/mL, 25.25%, 2.97 g/s and 43.38° when the size of dietary fiber power was 0.096 mm. Therefore, corn spermoderm dietary fibers were suitable to produce dietary fiber products.

Key words: corn spermoderm; dietary fiber; power property

中图分类号: TS201.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)17-0065-04

目前, 膳食纤维作为营养强化剂广泛应用于谷物食品、肉制品、乳制品、饮料、调味品等食品的加工, 膳食纤维保健食品和医药制品的种类和产量也在逐年增加, 不但赋予制品特殊的保健功能、改善产品风味、提高产品品质, 同时提高农产品附加值及原料利用率, 减少环境污染^[1]。由于膳食纤维组织松散, 黏结性低, 成型性差, 目前主要以粉剂形式应用, 作为营养强化剂单独使用时给包装、储运、食用均带来诸多不便。片剂型保健食品剂量准确, 质量稳定, 成分均匀, 生产的机械化、自动化程度高, 食用、携带、贮藏等较方便, 越来越受到企业的推崇和消费者的欢迎, 因此片剂型膳食纤维保健食品或补剂将成为业内研究热点。

粉体学(micromeritics)是研究粉体的基本性质及其应用的科学, 为固体粉剂的配方设计、制片、质量控制等方面提供重要的理论依据。尤其是粒度的分布规律直接影响物料混合的均匀性、成片后的孔隙率及粉末的可压片性等^[2-3]; 松密度和振实密度的大小影响粉体的成形性与充填性^[4], 流动性则影响粉体的分散性和产品质量的一致性。本研究通过超细粉碎的冲击、碰撞、剪切、

研磨、摩擦、分散等作用改善玉米膳食纤维粒度及结晶结构状态^[5], 以使玉米膳食纤维具有独特的粉体学性质和理化特性, 如良好的填充性、流动性、压片可行性等^[6], 使其适于片剂型保健食品的生产, 改善玉米膳食纤维食品的适口性, 同时也为其他膳食纤维片剂型产品的生产提供参考和借鉴。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

玉米皮 长春大成新资源集团有限公司; 二氧化碳(CO₂ 含量为 99.9%, 食品级) 长春氧气厂。

1.2 仪器与设备

BT1000 粉体综合特性测试仪 丹东市百特仪器有限公司; WF-250B 型万能粉碎机 中国上海蓝深制药机械有限公司; HA121-50-02 超临界萃取装置 江苏南通超临界萃取有限公司; JC-60 型单螺杆挤压机 长春盛达食品工业研究所; 101A-2E 电热鼓风干燥箱 上海实验仪器厂有限公司; SK-01 电热恒温培养箱 湖北省黄石市医疗器械厂; XF-98B 型旋风精密式样粉碎机 黄骅市

收稿日期: 2011-04-09

基金项目: 国家“863”计划项目(2011AA100805)

作者简介: 王大为(1960—), 男, 教授, 博士, 研究方向为粮食、油脂与植物蛋白工程及功能食品。E-mail: xcpyfzx@163.com

振兴机电仪器厂; CT15RT 型高速冷冻离心机 上海天美生化仪器设备工程有限公司。

1.3 方法

1.3.1 原料预处理

湿法玉米淀粉生产副产物玉米皮水分含量为 75% 左右, 首先用流动水进行漂洗, 去除非玉米皮杂质, 然后自然晾干或 60℃ 以下低温烘干至水分含量小于 10%, 粗粉碎。在萃取压力 25MPa、萃取温度 40℃, 萃取时间 1h, CO₂ 流量 25L/h 的条件下进行超临界 CO₂ 流体萃取脱脂除异味^[7]; 在挤出温度 175℃、纤维粒度 0.246mm、料水比 1:1.4、喂料速度 15kg/h 的条件下进行挤出改性处理^[8], 然后干燥、粉碎, 筛分出粒度分别为 0.147mm (100 目)、0.125mm (120 目)、0.106mm (140 目)、0.096mm (160 目)、0.080mm (180 目)、0.076mm (200 目) 的粉末备用 (为作图方便文中图示均采用目数表示粒度大小)。

1.3.2 填充性测定^[9]

1.3.2.1 粉体的松密度测定

采用 BT1000 粉体综合特性测试仪测定不同粒度的粉体松密度, 重复测定 3 次, 取平均值为最终结果, 按式(1)计算松密度。

$$\rho_b = \frac{m}{V_b} \quad (1)$$

式中: ρ_b 为松密度/(g/cm³); m 为粉体质量/g; V_b 为振摇前粉体体积/cm³。

1.3.2.2 振实密度测定

采用 BT1000 粉体综合特性测试仪测定不同粒度的粉体振实密度, 重复测定 3 次, 取平均值为最终结果, 按式(2)计算振实密度。

$$\rho_t = \frac{m}{V_t} \quad (2)$$

式中: ρ_t 为振实密度/(g/cm³); m 为粉体质量/g; V_t 为振实后体积/cm³。

1.3.2.3 压缩度(compressibility)计算

$$C/\% = \frac{\rho_t - \rho_b}{\rho_t} \times 100 \quad (3)$$

式中: C 为压缩度/%; ρ_b 为松密度/(g/cm³); ρ_t 为振实密度/(g/cm³)。

1.3.3 流动性测定

1.3.3.1 流速的测定^[10]

称取粉体 50g, 缓慢注入一平口漏斗中, 尽量排除空气, 秒表计时, 计算流出速度, 重复测定 3 次, 取平均值为最终结果, 按式(4)计算流出速度。

$$V = \frac{50}{t} \quad (4)$$

式中: V 为粉体的流动速度/(g/s); t 为粉体流出时间/s。

1.3.3.2 休止角的测定^[11]

采用注入法测定, 将 3 只漏斗串联并固定于水平放置的绘图纸上, 漏斗下口距纸的距离为 H , 分别取适量玉米膳食纤维粉注入漏斗, 小心将粉末沿漏斗壁倒入最上一层漏斗中直到最下面的漏斗所形成的粉末圆锥体尖端接触到漏斗口为止, 量取底部直 $2R$, 重复测定 3 次, 取平均值为最终结果, 按式(5)计算休止角。

$$\tan \theta = \frac{H}{R} \quad (5)$$

式中: θ 为休止角/(°); H 为圆锥高度/mm; R 为圆锥半径/mm。

1.3.4 轻敲体积变化的测定^[12]

将不同粒度的玉米皮膳食纤维粉用漏斗匀速、缓慢注入已称质量的 25mL 量筒, 至一定体积。将装有粉末的量筒离水平桌面 1cm 高度向桌面自由落下, 记录落下的次数及相应的体积数。以川北方程(Kawakita)进行数据处理, 探讨压力和受压材料体积之间的变化的关系, 其中的常数可反映粉末的流动性与充填性。方程如下:

$$C = \frac{V_0 - V_n}{V_0} = \frac{abn}{1+bn} \quad (6)$$

方程可变形为:

$$\frac{n}{C} = \frac{1}{ab} + \frac{n}{a} \text{ 或 } a = \frac{V_0 - V_\infty}{V_0} \quad (7)$$

式中: C 为粉体的相对体积减小分数; V_0 为轻敲前粉体的体积/mL; V_n 为轻敲 n 次后粉体的体积/mL; V_∞ 为轻敲次数无穷大时的粉体体积/mL; a 为轻敲次数为无穷大时相对体积减小分数, a 越小表明粉体的流动性越好; b 为填充速度常数, b 越大则表明粉体充填速度越大, 充填越容易进行; n 为轻敲次数。

以 n/C 对 n 作图, 直线斜率 $1/a$, 截距 $1/ab$, $a=1/\text{斜率}$, $b=\text{斜率}/\text{截距}$, 根据测得的斜率、截距, 计算相关参数 a 、 b 。

1.3.5 吸湿性考察^[13]

取不同粒度的玉米皮膳食纤维粉于 60℃ 烘箱中烘 8h, 确保各试样含水量接近。底部盛有过饱和氯化钠溶液的干燥器在 25℃ 恒温箱中放置 24h, 使其内部相对湿度恒定在 75%。在已干燥至恒质量的称量瓶中放入高度约 4mm 的粉体, 精密称质量后置于上述干燥器中(称

量瓶盖打开), 于4、8、22、26、30、48、56、112、136、160、184、208h精确称量瓶与样品的质量(单位g), 计算吸湿率。以时间为横坐标, 吸湿率为纵坐标绘制吸湿曲线。

2 结果与分析

2.1 玉米皮膳食纤维填充性

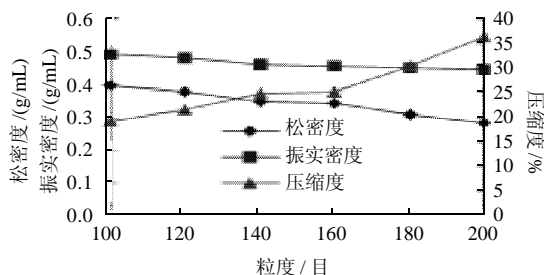


图1 玉米皮膳食纤维粉的填充性

Fig. 1 Fillability of corn spermoderm dietary fiber power

由图1可知, 不同粒度的玉米膳食纤维粉的松密度都比振实密度大, 说明粉体颗粒内部有很大的孔隙。玉米膳食纤维在超细粉碎后, 在粒度由100目到200目减小时, 松密度由39.71%减小到28.4%, 振实密度由49.17%减小到44.73%, 压缩度则由19.24%增大到37.05%。表明随着纤维粒度减小, 比表面积增大, 表面活性能增大, 静电摩擦力增大, 使得粉体流动性有减弱趋势。因此随着粒度的减小, 玉米皮纤维松密度与振实密度均呈现下降趋势, 但压缩度却呈增大趋势。根据粉粒流动性与压缩度的关系可知, 压缩度小于16%时, 粉粒的流动性较好, 粉粒不需外部能量即可重排而形成密实状态; 而压缩度在18%~21%时粒子的流动性好, 大于28%则粉粒的流动性很差, 容易形成黏着性粉末^[14], 故从堆密度、振实密度和压缩度的实验结果可以看出: 粒度为180目和200目的玉米皮膳食纤维粉不符合压片条件。

2.2 玉米皮膳食纤维流动性

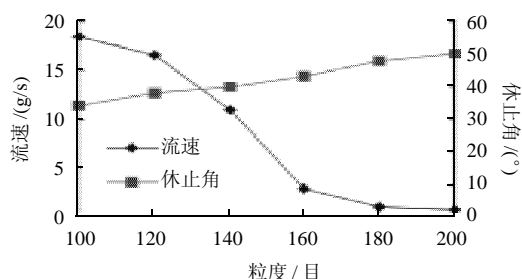


图2 玉米皮膳食纤维粉的流动性

Fig. 2 Fluidity of corn spermoderm dietary fiber power

由图2可知, 玉米皮纤维粒度100目到160目减小时, 流速呈现下降趋势, 休止角呈增大趋势, 即流动

性成减弱趋势。随着玉米皮膳食纤维粉粒度减小, 颗粒的比表面积增大, 静电作用力增强, 使得表面聚合力增大, 颗粒相互间的黏附性增强, 颗粒更紧密的聚集。崔福德等^[15]研究认为休止角 $\theta < 30^\circ$ 时流动性很好, $\theta > 45^\circ$ 时流动性差。实际生产中 $\theta < 40^\circ$ 亦可满足固体颗粒按剂量要求流动输送的生产要求。而粒度过大, 易产生严重的质量差异。因此在流动性满足的条件下粒度越小充填性越均匀。根据实验结果可以知道粒度在120~160目的粉体可以满足适当流动性需求, 粒度小于200目的粉体休止角过大, 无法按一定剂量输送压片。

2.3 玉米皮膳食纤维轻敲体积变化

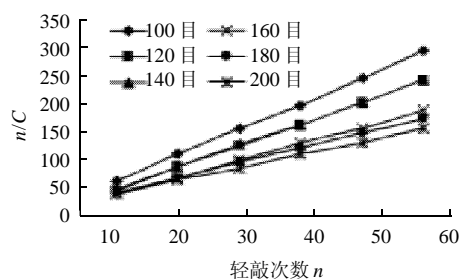


图3 玉米皮膳食纤维粉的轻敲体积变化

Fig. 3 Tapping volume of corn spermoderm dietary fiber power

表1 川北方程的相关参数

Table 1 Treating results of Kawakita

参数	粒度/目					
	100	120	140	160	180	200
相关系数	0.9993	0.9997	0.9993	0.9996	0.9994	0.9991
<i>b</i>	2.6075	3.6812	4.0955	2.4073	1.6942	1.2947
<i>a</i>	0.0216	0.0256	0.0254	0.0337	0.0372	0.0429

运用川北方程考察分析玉米皮膳食纤维粉末的流动性和可压片性, 在进行流动性考察时, 由表1可知, 运用轻敲法测得的玉米皮膳食纤维粉的*a*值随粒度的增大而增大, 证明其流动性随粒度的增大而减弱, 这与前面流出速度的测定结果基本一致, *b*值在粒度为100~120目之间出现上升趋势, 在120~200目之间出现下降趋势, 证明其充填性能的良好程度依次是粒度为140目>120目>100目>160目>180目>200目, 并且粒度在100目和160目时充填性能相差不大。

2.4 玉米皮膳食纤维吸湿性

由图4可知, 粉体粒度在100~160目之间变化时, 随着粒度减小, 粉体松密度逐渐减小, 粉体颗粒间的空隙减小; 颗粒越致密, 表面积越小, 吸湿性减小; 但粒度到180目时, 粉体吸湿性又呈现增大趋势, 其原因可能是: 随着粉体粒度的过度减小, 具有吸湿作用的极性基团更多的暴露出来, 使吸湿性增大。

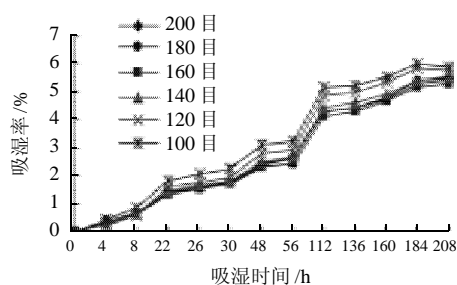


图4 玉米皮膳食纤维粉的吸湿性

Fig. 4 Hygroscopicity of corn spermoderm dietary fiber powder

3 结 论

玉米皮膳食纤维粉经超细粉碎、筛分后, 粒度在100~140目之间变化时, 随着颗粒度的减小, 粉体的表面聚合力增加、填充性变大、流动性减弱(流速变慢、休止角增大)、吸湿性变小、分散性变好, 混合均匀后不易分层, 产品质量稳定。粉体粒度180目时, 表面能增加迅速, 静电摩擦力过大, 流动阻力增大, 使其分散力和表面聚合力均呈现下降趋势。故玉米皮膳食纤维粉在140目和160目时各项粉体学指标均良好, 适合于压片, 且以160目时最佳。

参考文献:

[1] 李焕霞, 任志, 王华, 等. 我国膳食纤维研究现状分析[J]. 中国食品添加剂, 2007(3): 161-164.

[2] PODCZECK F, NEWTON J M. Powder and capsule filling properties of lubricated granulated cellulose powder[J]. European Journal of Pharmaceutics and Biopharmaceutics, 2000, 50(3): 373-377.

[3] MATSSON S, NYSTROM C. Evaluation of strength-enhancing factors of a ductile binder in direct compression of sodium bicarbonate and calcium carbonate powders[J]. European Journal of Pharmaceutical Sciences, 2000, 10(1): 53-66.

[4] EL-SAKHAWY M, HASSAN M L. Physical and mechanical properties of microcrystalline cellulose prepared from agricultural residues[J]. Carbohydrate Polymers, 2007, 67(1): 1-10.

[5] 李安平, 谢碧霞. 不同粒度竹笋膳食纤维功能特性研究[J]. 食品工业科技, 2008, 29(3): 83-85.

[6] 马吉吉坤, 邹亚萍, 周云高. 超细粉碎技术在制药工业中的应用[J]. 江西化工, 2003(4): 174-175.

[7] 张艳荣, 马福敏, 王大为. 超临界CO₂萃取玉米皮纤维脂类物质的研究[J]. 食品科学, 2005, 26(6): 149-151.

[8] 张艳荣, 卜佳莹. 玉米膳食纤维挤出功能化及粒度对其物性的影响研究[J]. 食品科学, 2009, 30(10): 127-130.

[9] 高春生, 单利, 崔光华, 等. 粉末直接压片工艺主要辅料的流动性研究[J]. 科学技术与工程, 2004, 4(5): 367-370.

[10] 王华, 徐春雅, 范毅强. 葡萄皮超微粉体特性研究[J]. 食品科学, 2009, 30(11): 115-117.

[11] 杨明. 中药药剂学[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 2008: 56-63.

[12] 孙强. 当归超微粉直接压片工艺及其片剂质量标准研究[D]. 天津: 天津大学, 2007.

[13] 孙淑萍, 狄留庆. 不同制粒方式所制颗粒的粉体学特征与颗粒的引湿性关系的研究[J]. 中国中药杂志, 2009, 34(3): 279-281.

[14] 江亦川, 杨敏. 乳糖粉体学性质的初步探讨[J]. 广州药学, 2002, 12(4): 19-22.

[15] 崔福德, 游本刚, 寸冬梅. 粉体技术在制药工业中的应用[J]. 中国药理学杂志, 2003, 1(2): 68-74.