

2.5 产品结构鉴定

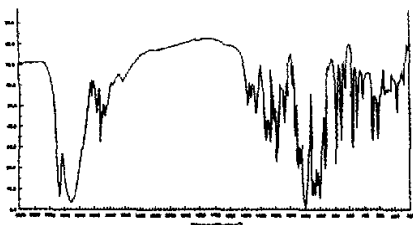


图3 三氯蔗糖标准红外谱图

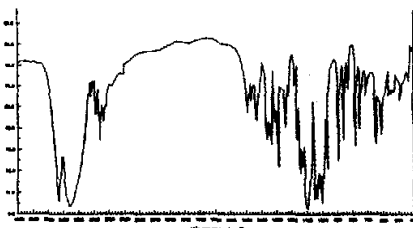


图4 产品红外谱图

由图3和图4的红外谱图确证,在本工艺条件下合成得到的产品其结构为三氯蔗糖分子结构。

3 结论

在常温下进行的蔗糖三苯甲基化和乙酸化反应,操作简单,反应条件温和,可获得很高的收率;而以乙酸为反应溶剂进行去保护基和迁移的方法以及以甲苯为氯代反应溶剂的方法,因为溶剂来源广泛、价格便宜、易于回收循环利用,而使经改进后的基团迁移法合成三氯蔗糖工艺充满工业化前景。本研究以蔗糖为起始原料,经四步反应得到三氯蔗糖的收率为14.7%,纯度达到99.5%。

参考文献:

- [1] Hough L, et al. Carbohydrate Research, 1975, 44: 37.
- [2] Jenner, et al. US4362869, 1982.
- [3] Jenner, et al. US4343934, 1982.
- [4] Tully, et al. US480700, 1989.
- [5] Robert J. Food Processing, 1991, 52(12): 38.
- [6] 魏翔. 新型甜味剂三氯蔗糖的制备[J]. 安徽化工, 2001, 113(5): 19.
- [7] 周力. 三氯蔗糖的生产与应用[J]. 食品科学, 1997, 18(8): 38.
- [8] 赵知中, 等. 有机化学中的保护基团[M]. 北京: 科学出版社, 1984.
- [9] 吕绍杰. 中国食品添加剂, 2002, (2): 49.
- [10] 郑建仙, 等. 高甜度蔗糖衍生物的研究(I)[J]. 食品科学, 2001, 22(6): 13.

Microfluidizer 对膳食纤维微粒粒度分布的影响

刘成梅, 刘 伟, 林向阳, Roger Ruan

(南昌大学食品科学教育部重点实验室, 江西 南昌 330047)

摘 要: 采用 Nicomp380 粒度分析仪, 对应用 Microfluidics 公司生产的微射流均质机处理前后的膳食纤维溶液中微粒粒度分布的影响进行分析, 结果显示: 破碎后的微粒体系出现再团聚现象; 不同压力, 不同次数等条件处理下微粒粒度分布存在显著差异。

关键词: 粒度分布; 膳食纤维; 微射流均质机

Particle Size Distribution Analysis of Particle in Microfluidizer Treated Dietary Fiber

LIU Cheng-mei, Liu Wei, LIN Xiang-yang, Roger Ruan

(The key Laboratory of Food Science of MOE, Nanchang University, Nanchang 330047, China)

Abstract: Making use of Nicomp 380 particle size analyzer, particle size distribution effect of particle in high velocity jet homognizer(Microfluidizer)treated dietary fiber solution are analyzed. The results indicate that there have reagglomeration phenomenon in the smashed particle system, and particle size distribution have greatly distnction under different treated

收稿日期: 2003-10-08

作者简介: 刘成梅(1963-), 男, 教授, 从事食品科学与工程的研究。

condition(pressure,pass etc.).

Key words: particle size distribution; dietary fiber; high velocity jet homogenizer(Microfluidizer)

中图分类号: TS201

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2004)01-0052-04

膳食纤维的生理功能在很大程度上与其水化作用(如膨胀、持水力等)有关,而水化作用除与来源和改性工艺有关外,还与成品的粒度有很大关系。而微射流均质机处理作为一门液相法超微粉碎技术在高活性膳食纤维制备过程中起着重要作用。膳食纤维的粒度越小则其比表面积越大,其持水力和膨胀性也相应增大,其生理功能的发挥越显著。此外,超微化还可以改善膳食纤维的口感,从而拓宽其在食品工业中的应用范围。本文通过应用美国 Microfluidics 公司生产的 Microfluidizer(尚未有合适中文名称,是一种微射流均质机或称超高压纳米均质机)处理不同来源的膳食纤维物料,以观察处理前后物料微粒粒度分布的影响。

包括膳食纤维的物料微粒在超微化过程中,往往涉及到超微粒子稳定性的问题,由于超微粒子之间的强自吸附特性。团聚体是不可避免的^[1]。其团聚原因是由于范德华力的吸引而形成,或者是由使得体系的总表面的极小化的驱动力引起的^[2]。

如果实验的目的是制备膳食纤维超微粒子,则需考虑在体系中应用静电排斥以提供分散力,或者涉及到添加表面活性剂后的分子空间力问题;同时也要考虑使用湿法制备的超微粒子在干燥过程中,由于悬浮剂介质中的表面张力所导致粒子形成硬团聚结构问题。而体系中均匀的超微粒子检测方法一般是一次粒度分析。如直观测法,主要采用扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)、隧道扫描电镜(STM)、原子力显微(AFM)等手段观测单个颗粒的原始粒径及型貌^[1]。

由于本实验是采用液相法超微粉碎技术处理 DF 溶液,以评估超微化对 DF 溶液中微粒破碎后造成的粒度影响为内容的,因此,不管其团聚现象如何,研究重点在处理前后物料的粒度分布的变化上。由于电镜法得到的一次粒度分析结果一般很难代表实际样品颗粒的分布状态。因此,对处理后的物料体系必须作二次粒度统计分析。目前,较先进的 3 种典型方法按原理上可分为高速离心沉降法、激光粒度分析法和电超声粒度分析法。其中,激光粒度分析法按其分析粒度范围不同又划分为光衍射法和动态光散射法(dynamic light Scattering)^[3]。

激光粒度仪的基本原理是基于激光与颗粒之间的相互作用,在光束中,一定粒径的颗粒以一定的角度向前散

射光线,这个角度接近于颗粒直径相等的孔隙产生的衍射角。当一束单色光穿过悬颗粒流时,颗粒产生的衍射光通过凸透镜会聚于探测器上,探测器记录不同衍射角散射光强度^[3]。衍射光强度与颗粒粒径存有一定理论关系。如 Fraunhofer 理论和 Mie 理论^[4]。不同公司(如美国 PSS,英国马尔文等)生产的粒度分析仪通过与理论计算值相比较,采用不同优化方法不断修正计算值,使其与实测值最佳拟合,最后反推出颗粒尺寸分布^[5]。

我们实验采用美国 PSS(particle Sizing Systems)公司制造的新一代纳米级粒径分析仪 Nicomp380,光源为 635nm 的大功率红色激光二极管,其动态测量范围广;无需校正;检测速度快;重现性好;应用高分辨率的 Gaussian 和 Nicomp 两种模式相结合的分析法,其具有专利技术的 Nicomp 分析方法,可提高对多组分,粒径分布不均匀样品分析的性能。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

材料 芹菜梗;豆渣;桔囊;胡萝卜;红薯藤;竹叶。

仪器 DJ 型磨浆机;JMS-80 胶体磨;SLS250-70 均质机;Microfluidics 微射流均质机(M-110EH);Nicomp380 纳米粒径分析仪。

1.2 膳食纤维溶液的制备

1.2.1 芹菜梗溶液 芹菜→清理→芹菜梗→清洗→磨浆→胶体磨→均质→Microfluidizer 处理→检测。

处理前为 1.01 号样品,处理后依次为 1.02, 1.03, 1.04 号样品。

1.2.2 豆渣溶液 黄豆→浸泡→磨浆→过滤→滤渣→调水→胶体磨→均质→Microfluidizer 处理→检测。

处理前为 2.01 号样品,处理后为 2.02 号样品。

1.2.3 桔囊溶液 桔子→去皮→榨汁

↓
汁液

→滤渣→配水→磨浆→胶体磨→均质→Microfluidizer 处理→检测。

处理前为 3.01 号样品,处理后为 3.02 号样品。

1.2.4 胡萝卜溶液 胡萝卜→清洗→去皮→切段→配水→磨浆→胶体磨→均质→Micofluidizer处理→检测。

处理前为4.01号样品,处理后为4.02号样品。

1.2.5 红薯藤溶液 红薯藤→清理→清洗→切段→磨浆→胶体磨→均质→干燥→配水→高速搅拌→Micofluidizer处理→检测。

处理前为5.01号样品,处理后为5.02号。

1.2.6 竹叶溶液 竹叶→清理→清洗→切碎→磨浆→胶体磨→均质→干燥→配水→高速搅拌→Micofluidizer处理→检测。

处理前为6.01号样品,处理后为6.02号样品。

1.3 Micofluidizer 处理

将1.2制备的各高纤维物料溶液进入M-110EH微射流均质机中处理,压力为120~170MPa,次数为4次以上。

1.4 纳米级粒径分析仪检测

采用美国PSS公司生产的Nicomp380纳米级粒径分析仪对Micofluidizer处理前后的各样品进行粒度分布检测。

2 结果与讨论

2.1 Micofluidizer 处理的压力对物料粒径的影响

在处理过程中,随着设备输入功率的增加,压力和流量流之增大,同时,设备内部流体所承受的剪切作用,碰撞作用、空穴作用等等也随之增强,在普遍阀式(Valve)高压均质机中,在10~60MPa范围内一般随着压力的增加,物料的破碎程度增大,物料粒径也随之减小,但在Micofluidizer处理的120~170MPa范围内,随着压力的增大,物料粒径减小到一定程度后由于表面能极小化的驱动力或范德华力的吸引而不断团聚,使得粒径反而增大。而当物料受到次数增加时也可出现,这一点将在随后再次论证。因此,在不同压力下处理将在物料粒径变化曲线上出现拐点(如图1所示),只是不同的材料适宜的壓力是不同的。而对于Micofluidizer处理而言,

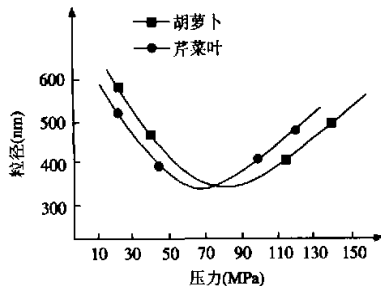


图1 不同压力下处理物料粒径变化曲线

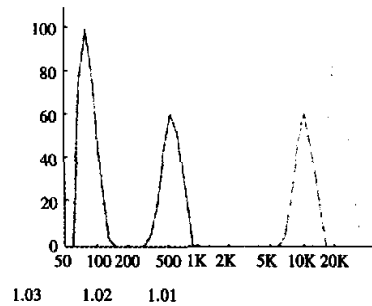


图2

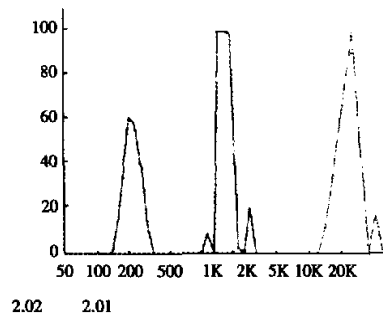


图3

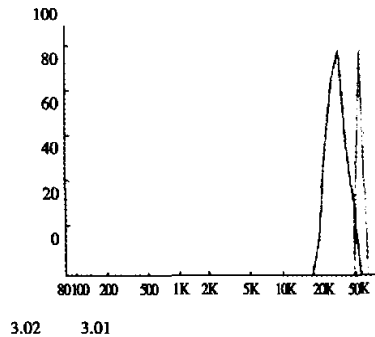


图4

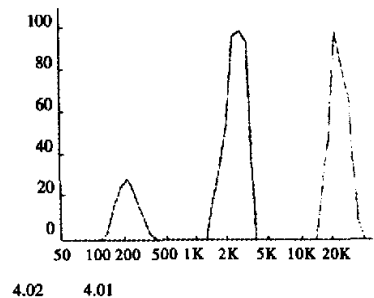


图5

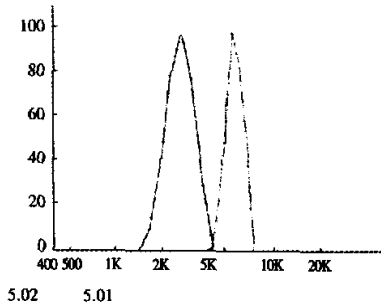


图6

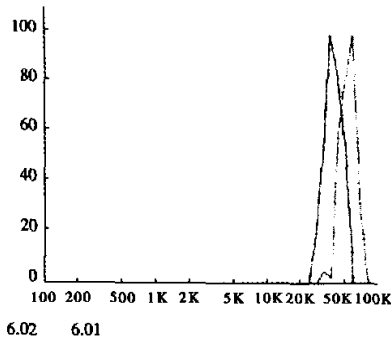


图7

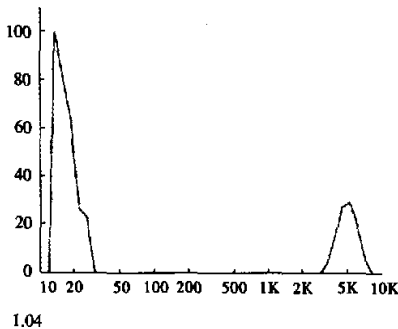


图8

由于其强大的压力,物料体系如果不考虑添加表面活性剂或分散剂等物质,往往容易出现微粒团聚现象。

2.2 Micofluidizer 处理的次数对物料粒径的影响

在一定的压力下,随着处理次数的增加,物料的粒径往往也随之减小,从如图2、图3、图4、图5、图6、图7等不同物料处理可以看出这一点。但粒径减小到一定程度,随着得理次数的继续,往往又会出现更大的团聚现象,这团聚的原因我们认为同样是由于范德华力的吸引或者体系总表面能的极小化驱动力所引起的。

从图2看,1.01样是未经处理的,1.02、1.03样品分别是经过4次和10次处理的,可以看出1.02、1.03分

别比1.01粒径小,并且1.03比1.02还要小,然而图8所示,当1.04样被处理20次后,粒径反而比1.02、1.03要大得多,可能的解释只能理解为物料粒径处理至一定程度后的再团聚。

2.3 Micofluidizer 处理方式对物料粒径的影响

Micofluidizer对物料处理的核心元件 interaction chamber 具有不同的工作原理和作用方式,不同型号如 APM、LXC 等 Chamber 对物料破碎方式和程度是极不相同的,不同物料是采用不同型式的 Chamber 处理,由于 Chamber 是美国厂家专利保护产品且处于严格保密中,用户一般被厂家告知或建议采用何种 Chamber。我们通过对国产 NCJJ-0.2/150 纳米超高压均质机的振荡头(即 Chamber)的一些分析,获得一定程度的认识,也对涉足这一领域抱有一定的兴趣,但需要在随后的时间里继续深入。

3 结 论

3.1 对于膳食纤维溶液的微粒破碎,射流均质机是目前可利用的最好方式,而 Mircofluidics 公司生产的 Micofluidizer 是一种极为优秀的液态超微粉碎设备。

3.2 对于未加表面活性剂等物料的膳食纤维溶液体系, Micofluidizer 处理的工作压力,处理次数和作用方式均是重要工作条件,随着处理压力的增高和处理次数的增加,物料粒径往往存在由大至小,然后由小至大的团聚过程。

3.3 对于不同的物料,要想获得一定稳定的超微化体系,需要从物料本身的性质,溶液体系的状态(如 Zeta 电位等),处理的工作压力和次数,以及作用方式等方面综合考虑,通过实验的方式找到最佳的体系配方和处理条件。

参考文献:

- [1] 张小宇.微纳颗粒分散体系的粒度分析[J].石化技术与应用,2001,(8):213-216.
- [2] 张志火昆,等.纳米技术与纳米材料[M].北京:国防工业出版社,2002.
- [3] 陈秀法,等.激光粒度分析与传统粒度分析方法相关对比[J].青岛海洋大学学报,2002,(7):608-614.
- [4] M.Konert, et al. Comparison of laser grain size analysis with pipette and size analysis: a solution for the underestimation of the clay fraction[J]. Sedimentology, 1977, 44: 523-535.
- [5] 米凤文,等.激光粒度分析仪的数值计算[J].光学仪器, 1995, (4-5): 8-11.