

沙棘果渣粉的超微冷冻粉碎制备及其理化性质与结构特性

赵学旭, 武蕊, 衣春敏, 武安琪, 马培轩, 单良*

(新疆农业大学食品科学与药学学院, 新疆乌鲁木齐 830052)

摘要: 沙棘果渣富含多种营养和功能成分, 但其增值利用率较低。该研究以常温机械粉碎制得的沙棘果渣粉为对照组, 对利用超微冷冻粉碎技术在主机频率 20~50 Hz 范围内制备不同细度的沙棘果渣粉进行功能成分、理化性质与结构特性方面的比较。结果表明: 主机频率 30 Hz 制得粉末的可溶性膳食纤维、Vc 含量和持水性最高, 分别为 7.63%、3.46 mg/100 g 和 25.12%, 优于对照组的 4.01%、2.28 mg/100 g 和 23.86%。主机频率 40 Hz 制得粉末的阳离子交换能力最强, 达到 1.82 mmol/L, 优于对照组的 0.92 mmol/L。主机频率 50 Hz 制得粉末的总黄酮溶出量、亮度、溶胀性、水溶性最高而中位粒径最小, 分别为 5.67 mg/g、71.16、8.10 mL/g、23.32% 和 21.72 μm , 优于对照组的 4.34 mg/g、65.57、6.17 mL/g、15.51% 和 325.91 μm 。超微冷冻粉碎技术可以最大限度降低粉碎过程中热量对沙棘果渣粉中热敏性物质的破坏, 改善粉碎产品的营养和功能成分保留率、溶出率以及功能特性, 而主要结构及基因未发生较大改变。研究结果为沙棘果渣开发利用提供了理论依据。

关键词: 沙棘果渣粉; 超微冷冻粉碎; 理化性质; 结构特性

文章编号: 1673-9078(2022)05-87-95

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2022.5.0919

Seabuckthorn Pomace Powder Preparation by Superfine Freeze Pulverization and Characterization of Its Physicochemical and Structural Properties

ZHAO Xuexu, WU Rui, YI Chunmin, WU Anqi, MA Peixuan, SHAN Liang*

(College of Food Science and Pharmacy, Xinjiang Agricultural University, Urumqi 830052, China)

Abstract: Seabuckthorn pomace is rich in a variety of nutrients and functional components, but it has not found efficient value-adding utilization as yet. In this study, a seabuckthorn pomace powder obtained *via* mechanical pulverization under room temperature was used as the control group, seabuckthorn pomace powders with different finenesses were prepared *via* superfine freeze pulverization under a series of host frequency in the range 20~50 Hz, and their functional component contents, physicochemical properties and structural characteristics were compared. The results showed that a pulverization motor frequency of 30 Hz produced the experimental group with maximum soluble dietary fiber, Vc content and water holding capacity, which were 7.63%, 3.46 mg/100 g and 25.12%, respectively, in contrast to the control group with the corresponding indices being 4.01%, 2.28 mg/100 g and 23.86%, respectively. The cation exchange capacity of the powder prepared at the frequency of 40 Hz was the strongest, reaching 1.82 mmol/L, which was better than 0.92 mmol/L in the control group. The total flavone dissolution, brightness, swelling and water solubility of the powder prepared at the frequency of 50 Hz were the highest, while the median particle size was the smallest, which were 5.67 mg/g, 71.16, 8.10 mL/g, 23.32% and 21.72 μm respectively. It was better than 4.34 mg/g, 65.57,

引文格式:

赵学旭, 武蕊, 衣春敏, 等. 沙棘果渣粉的超微冷冻粉碎制备及其理化性质与结构特性[J]. 现代食品科技, 2022, 38(5): 87-95

ZHAO Xuexu, WU Rui, YI Chunmin, et al. Seabuckthorn pomace powder preparation by superfine freeze pulverization and characterization of its physicochemical and structural properties [J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(5): 87-95

收稿日期: 2021-08-19

基金项目: 新疆维吾尔自治区区域协同创新专项(科技援疆计划)(2019E0267); 新疆维吾尔自治区研究生科研创新项目(XJ2020G156)

作者简介: 赵学旭(1997-), 男, 硕士研究生, 研究方向: 食品创新加工技术, E-mail: 1187975682@qq.com

通讯作者: 单良(1969-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 农产品加工与综合利用, E-mail: 729844950@qq.com

6.17 mL/g, 15.51% and 325.91 μm in the control group. The superfine freeze pulverization technology can minimize the damage of heat to the heat sensitive substances in seabuckthorn fruit residue powder during crushing, and improve the retention rate, dissolution rate and functional characteristics of nutritional and functional components of crushed products, while the main structure and groups have not changed greatly. The results provide a theoretical basis for the development and utilization of seabuckthorn fruit residue.

Key words: seabuckthorn pomace; superfine freeze pulverization; physicochemical characteristics; structural characteristics

沙棘 (*Hippophae rhamnoides* L.) 是一种胡颓子科沙棘属的落叶性小浆果类灌木, 目前, 人们已经从沙棘果实和茎叶中分离出 200 多种化合物, 具有极高的药用和经济价值^[1,2]。沙棘广泛分布于亚欧大陆温带地区, 其中我国的沙棘种植面积最广, 种类最多, 多分布于新疆、内蒙古、宁夏和甘肃等 19 个省(区)^[3]。沙棘果渣是沙棘果榨汁后的残渣, 约占沙棘果鲜重的 20%, 由沙棘果打浆残存的果皮、籽、残余果肉等组成, 果渣中依然保存着维生素 C、黄酮类化合物等多种营养成分^[4], 其中富含的膳食纤维, 被称为“第七类营养素”, 有着维持肠道菌群, 提高机体免疫力, 控制血糖等功效^[5]。据报道, 每年产生的沙棘果渣有几百万吨, 但综合利用率较低, 大部分果渣被直接废弃, 造成了极大的资源浪费, 也产生了较大的环保压力, 因此, 拓展沙棘果渣精深加工具有重要的现实意义。

超微冷冻粉碎是一种新型加工技术, 不会因粉碎使物料发热而出现氧化、分解、变色等现象, 当物料降温到脆化状态后, 利用撞击、剪切等机械力克服固体内部凝聚力, 提高物料细微化程度, 一般可将物料颗粒粉碎至 25 μm 以下。经超微冷冻粉碎后的物料颗粒间的比表面积和孔隙率增大, 从而改善粉末中营养物质的溶出率和保留率, 赋予物料更好的理化性质, 如溶解性、持水性、光学特性、化学反应活性等^[6,7]。Du 等^[8]将青稞进行超微冷冻粉碎后发现超微冷冻粉碎可以使富含纤维的物料更易粉碎, 并提高物料中的可溶性膳食纤维含量; 堂明明等^[9]通过对比传统粗碎和超微粉碎水芹粉, 发现水芹经超微粉碎处理后, 可溶性膳食纤维、黄酮和总酚的总溶出量均高于对照组, 同时亮度和绿度也显著增强; 有研究表明, 枣渣^[10]、刺梨渣^[11]、麦麸皮^[12]经物料经细微化处理后的粉末与粗粉相比均具有更好的溶胀性、持水性、水溶性等理化性质。虽然目前对超微冷冻粉碎及其产品性质的研究比较广泛, 但该技术对沙棘果渣粉碎方面的研究未见报道。

本研究拟利用超微冷冻粉碎技术制备不同粒径范围的沙棘果渣粉, 与常温机械粉碎技术制备的沙棘果渣粉进行比较, 指标体系包括膳食纤维含量、维生素 C 及黄酮总溶出量等功能成分, 以及色泽、溶胀性、水溶性等理化性质, 并观察其结构特性, 为超微冷冻

粉碎技术应用于高品质沙棘果渣粉加工提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

沙棘果渣, 新疆慧华沙棘生物科技有限公司提供; 氢氧化钠、氯化钠、盐酸、95%酚酞、水杨酸、草酸、碳酸氢钠、乙醇、硝酸铝、醋酸钾(分析级), 国药化学试剂有限公司; 抗坏血酸、芦丁标准品、2,6-二氯靛酚、 α -淀粉酶、木瓜蛋白酶(分析级), 北京索莱宝科技有限公司; 液氮(食品级), 无锡市鑫锡仪科技有限公司。

1.2 仪器与设备

BCF-250 超微冷冻粉碎机, 江苏瑰宝新材料股份有限公司; FW-100 高速万能粉碎机, 北京市永光明医疗仪器有限公司; S3500 激光粒度分析仪, 美国 Microtrac 公司; UV-1200 紫外可见分光光度计, 上海美谱达仪器有限公司; IS10 傅里叶变换红外光谱仪, 美国 Nicolet 公司; U810S0 冷场发射扫描电子显微镜, 日本株式会社日立高新技术; TD5.5 低速离心机, 上海卢湘仪离心机仪器有限公司; CR-410 型色差仪, 青岛帝中计量仪器有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 样品制备

沙棘果渣为企业提供, 其工艺为沙棘果实榨汁后经卧螺离心机分离得到新鲜果渣, 然后经过热风干燥(16 h, 60 $^{\circ}\text{C}$)得到沙棘果渣。将沙棘果渣利用超微冷冻粉碎机进行粉碎, 通过调整主机频率控制粉碎强度, 得到五种不同主机频率处理的沙棘果渣粉, 冷冻温度均为-90 $^{\circ}\text{C}$, 送料频率均为 15 Hz, 各组粉碎时间均为 30 s。制得的沙棘果渣粉密封后-18 $^{\circ}\text{C}$ 冷冻保藏。同一批次干果渣用高速万能粉碎机粉碎 30 s 后得到常温机械粉碎沙棘果渣粉, 作为对照组(CK)。

1.3.2 功能成分测定

1.3.2.1 膳食纤维含量

根据 GB 5009.88-2014《食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》中酶重量法测定可溶性膳食纤维

(SDF)、不溶性膳食纤维 (IDF) 以及总膳食纤维 (TDF) 含量。

1.3.2.2 维生素 C、黄酮总溶出量

(1) 维生素 C 测定

根据 GB 5009.86-2016《食品安全国家标准 食品中抗坏血酸的测定》中第三法 2,6-二氯酚酚滴定法进行测定。

(2) 总黄酮测定

参照宋自娟等^[13]的方法,采用硝酸铝-醋酸钾比色法测定。

1.3.3 理化性质分析

1.3.3.1 色泽的测定

参考舒阳等^[14]的方法,测定各样品 L^* 值、 a^* 值和 b^* 值。用 ΔE 的大小来比较超微冷冻粉碎后沙棘果渣粉与常温机械粉碎果渣粉颜色的变化程度。按公式计算 ΔE 值:

$$\Delta E = \sqrt{(L - L^*)^2 + (a - a^*)^2 + (b - b^*)^2} \quad (1)$$

式中:

L^* 值——亮度值;

a^* 值——沙棘果渣粉的红绿程度;

b^* 值——沙棘果渣粉的黄蓝程度;

L 、 a 、 b 值——对照组测定值。

1.3.3.2 溶胀性

参考张丽媛等的^[15]方法,称取 5.0 g 样品 M,垂直倒入量筒里,左右微微晃动使样品表面铺平,记录体积 V_1 (mL),然后加入 50 mL 蒸馏水,摇匀后静置 24 h,记录体积 V_2 (mL),根据下列公式计算沙棘果渣粉的溶胀性:

$$\text{溶胀性}(\text{mL/g}) = \frac{V_2 - V_1}{M} \quad (2)$$

1.3.3.3 水溶性

参照 Yang 等^[16]的方法,称取 1 g 样品 M_1 ,称取 50 g 水,将两者混合,放在 80 °C 下磁力搅拌 30 min,待其冷却后离心 (6000 r/min, 10 min),取上清液在 105 °C 下烘干后称重 M_2 ,根据下列公式计算沙棘果渣粉的水溶性:

$$\text{水溶性}/\% = \frac{M_2}{M_1} \times 100\% \quad (3)$$

1.3.3.4 持水力

参照陈如等^[17]的试验方法,离心管 M 和各样品 M_1 分别称重,然后样品和水以 1:50 的重量比混合,60 °C 水浴 20 min,冷却后离心 (15 min, 4000 r/min),倾去上清液称重 M_2 ,根据下列公式计算沙棘果渣粉的持水力:

$$\text{持水力}/\% = \frac{M_1}{M_2 - M} \times 100\% \quad (4)$$

1.3.3.5 阳离子交换能力

参考金晖等^[18]的试验方法,称取 1 g 样品 M,加 0.1 mol/L HCl 5 mL 于试管中混合摇匀,室温放置 24 h,将过滤并洗净的残渣转移到三角瓶中,加入 100 mL 15% NaCl 溶液,磁力搅拌 30 min,0.5% 酚酞乙醇溶液为指示剂,用 0.1 mol/L NaOH 溶液进行滴定,记录消耗的 NaOH 溶液体积 V_1 。用蒸馏水代替 HCl,测定空白组消耗的 NaOH 的量,记录消耗的 NaOH 溶液体积 V_2 ,根据下列公式计算沙棘果渣粉的阳离子交换能力:

$$\text{阳离子交换能力}/(\text{mmol/L}) = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.1}{M} \quad (5)$$

1.3.4 结构特性分析

1.3.4.1 粒径

采用 S3500 激光粒度分析仪,在室温下采用干法测定沙棘果渣粉粒度大小及分布。

1.3.4.2 微观结构观察

在样品台上编号,依次用棉棒蘸取样品,轻轻抹在导电胶上,对断面喷金。加速电压 3 kV,对样品进行放大 500 倍和 1000 倍观察。

1.3.4.3 傅里叶转换红外光谱

准备 100 mg 干燥后的溴化钾研磨至均匀,加入 2 mg 样品,两者继续研磨至颗粒完全研细并置于模具中,经压片机压成薄膜,放入红外光谱仪中扫描,扫描波数 600~4000 cm^{-1} ,扫描次数 32 次,分辨率 2.0 cm^{-1} 。

1.4 数据分析

数据处理和统计分析使用软件为 SPSS 26.0,邓肯氏新复极差法进行显著性分析 ($p > 0.05$, 不显著; $p < 0.05$, 显著; $p < 0.01$, 极显著),图片均用 Sigmaplot 14 绘制,以平均值 \pm 标准差表示数据。

2 结果与分析

2.1 生物化学成分分析

2.1.1 膳食纤维含量分析

膳食纤维在沙棘果渣粉中占比较大,每 100 g 沙棘果渣粉中膳食纤维含量能达到 40 g 左右 (表 1),粉碎处理后,膳食纤维结构在粉碎过程中受到强烈的压力、剪切力、摩擦力等综合作用力而被破坏^[19],随着粉碎强度越大,果渣中总膳食纤维含量不断减少,当粉碎强度在 50 Hz 时,总膳食纤维含量与粗粉相比减少了 8.11%。沙棘果渣粉超微冷冻粉碎处理后 SDF 含量均高于对照组、IDF 含量均低于对照组,这与张江

宁等^[10]、黄晟等^[11]报道中对超微粉碎枣渣、刺梨渣的研究结果一致,出现这种情况可能是因为粉碎过程中产生的综合作用力,导致纤维素、半纤维素及不溶性果胶类物质发生降解或部分连接键断裂,分解为小分子物质;同时疏松和结构和较大的比表面积有利于提高淀粉酶对底物的作用效率,从而增加了可溶性膳食纤维的溶出。

表 1 不同超微粉碎强度对沙棘果渣膳食纤维含量的影响

Table 1 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the dietary fiber content of resultant seabuckthorn pomace powder (g/100 g)

样品	SDF	IDF	TDF
CK	4.01±0.32 ^a	40.34±0.24 ^a	44.32±0.52 ^a
20 Hz	6.25±0.23 ^b	34.92±1.07 ^b	41.25±0.86 ^b
25 Hz	6.89±0.29 ^{ab}	32.46±1.03 ^c	39.27±0.75 ^c
30 Hz	7.63±0.63 ^a	31.41±0.40 ^c	38.48±0.41 ^c
40 Hz	7.18±0.23 ^a	31.08±0.56 ^c	38.23±0.35 ^c
50 Hz	7.13±0.20 ^a	29.13±0.56 ^d	36.21±0.52 ^d

注:同一列数据后不同小写字母表示样品间差异显著 ($p < 0.05$)。

2.1.2 维生素 C、黄酮总溶出量分析

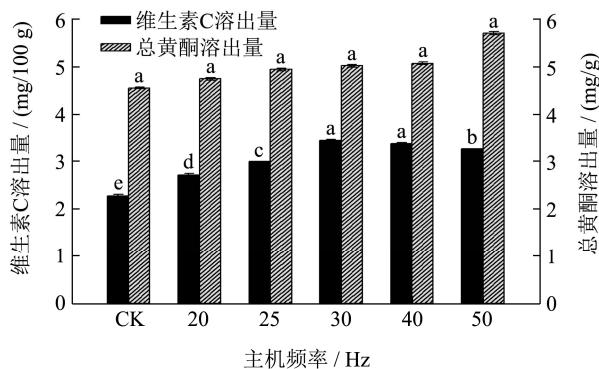


图 1 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉总黄酮、维生素 C 总溶出量的影响

Fig.1 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the total flavonoids and vitamin C content of the resulting seabuckthorn pomace powders

沙棘果渣中 Vc 总溶出量随着超微冷冻粉碎强度的增大呈现先上升后下降的趋势(图 1)。当主机频率为 30 Hz 时,果渣中 Vc 含量最高,约为 3.46 mg/100 g,这是因为随着粉碎强度的增大,沙棘果渣组织结构快速地被破坏,Vc 大量溶出,当粉碎强度持续增大,粉体在超微粉碎处理时受到了更强程度的综合作用力,破坏了 Vc 的结构,造成了 Vc 的损失^[20]。沙棘果渣中总黄酮的溶出量随着粉碎强度增大呈上升趋势,但并不显著 ($p > 0.05$),这与唐明明等^[9]对水芹进行超微粉碎时黄酮溶出量变化结果一致,当主机频率为 50 Hz

时,相比 CK 组,总黄酮溶出量从 4.34 mg/g 增长到 5.67 mg/g,其原因可能是一方面超微冷冻粉碎时细胞内部有效成分溶出阻力减小,溶出率提高;另一方面超微冷冻粉碎破坏了多糖与黄酮、蛋白质与黄酮等之间的非共价作用力和共价作用力,使得更多黄酮被释放出来,致使其可提取率升高。

2.2 理化指标分析

2.2.1 色泽分析

经超微冷冻粉碎后的沙棘果渣与 CK 组相比,主机频率为 50 Hz 时的 L* 值为 71.16,显著高于对照组的 L* 值 65.57,随着超微冷冻粉碎强度的增大,粒度变小,明亮度提升(表 2)。这种情况的主要原因是超微冷冻粉碎使物料越来越细小的同时,颗粒之间也变得越来越均匀圆润,反射光的面积增大,并且愈来愈趋近镜面反射,故而亮度得到提高。a* 表示红绿色调,a* 负值表示物体颜色偏绿,正值表示物体颜色偏红,b* 表示黄蓝色调,负值表示物体颜色偏蓝,正值代表颜色偏黄,经超微冷冻粉碎处理后,随着粉碎强度的增大,a*、b* 值均减小,都在 50 Hz 时到达最小值,表明超微冷冻粉碎处理时沙棘果渣红黄程度变低,原因可能是超微冷冻粉碎下,低温环境有利于降低黄酮氧化,在提高总黄酮溶出率的同时,也抑制了沙棘果渣粉红黄程度的加深。此外,有研究表明 $\Delta E > 2$ 时说明颜色变化具有可识别性^[21],超微冷冻粉碎后的沙棘果渣粉与常温机械粉碎果渣粉相比, ΔE 随着粒径减小不断升高,均远大于 2,最高能达到 7.23,说明超微冷冻粉碎可显著改善果渣粗粉颜色不均、色泽偏暗等缺点,有利于提高产品感官品质。

表 2 不同超微粉碎强度对沙棘果渣粉色泽的影响

Table 2 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the color of the resulting seabuckthorn fruit pomace powders

样品	L*	a*	b*	ΔE
CK	65.57±0.038 ^f	10.64±0.001 ^a	31.81±0.012 ^a	
20 Hz	68.41±0.026 ^e	10.60±0.011 ^b	31.54±0.027 ^b	2.85±0.020 ^e
25 Hz	68.64±0.044 ^d	9.78±0.017 ^c	30.51±0.007 ^c	3.44±0.008 ^d
30 Hz	69.74±0.020 ^c	9.44±0.017 ^d	30.39±0.008 ^d	4.57±0.012 ^c
40 Hz	69.80±0.009 ^b	9.28±0.017 ^e	28.75±0.016 ^e	5.39±0.029 ^b
50 Hz	71.16±0.010 ^a	9.03±0.010 ^f	27.51±0.006 ^f	7.23±0.019 ^a

2.2.2 溶胀性

溶胀性能够反应出粉体在水中的悬浮性及稳定性,是表示样品水合力的重要参数,溶胀性大的食品可在肠道内占据较大的体积,更具有饱腹感,对于有健康饮食需求的肥胖人群来说更为适宜^[14]。一般来说,

粉体进入水后, 悬浮性就会变高, 稳定性越强, 溶解性随之增高, 相反粉体和水的结合能力就越弱。

超微冷冻粉碎过后的果渣溶胀性呈现不断增大的趋势, 50 Hz 处理的果渣溶胀性为 8.10 mL/g, 与 CK 组相比提高了 34.41%。沙棘粗果渣经过超微冷冻粉碎处理后水溶性改善的现象可能是因为粉碎后的颗粒数增加, 溶解于水后的粒子的伸长产生更大的容积, 通过超微冷冻粉碎使果渣粒度减小, 气孔率相对增加, 亲水性基团更多地露出, 冷冻后, 沙棘果渣中含有的膳食纤维自身网孔变大, 结构更加松弛, 故而使沙棘果渣的溶胀性增大。

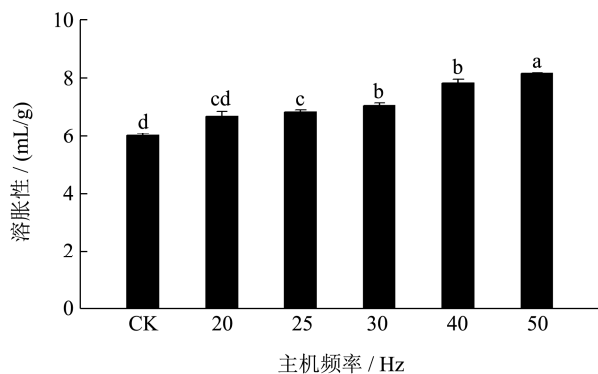


图2 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉溶胀性的影响

Fig.2 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the swelling property of the resulting seabuckthorn pomace powders

2.2.3 水溶性

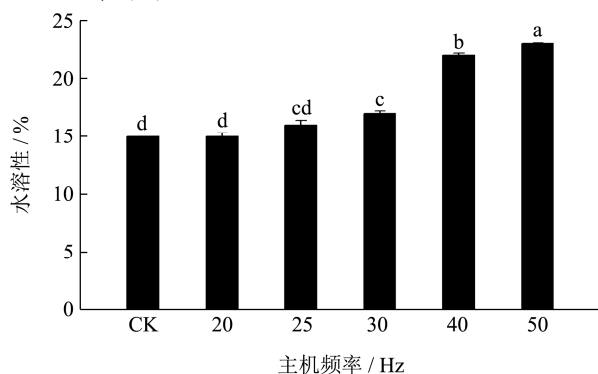


图3 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉水溶性的影响

Fig.3 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the water solubility of the resulting seabuckthorn pomace powders

水溶性可以很好的解释沙棘果渣在水溶液中的状态, 超微冷冻粉碎过后沙棘果渣粉体的水溶性与 CK 组相比有显著改善 ($p < 0.05$), 主机频率为 50 Hz 时水溶性最高, 为 23.32% (图3)。这种现象表明, 超微冷冻粉碎对沙棘果渣粉的水溶性有正向作用, 其原因可能是, 在粉碎过程中, 物料粒径不断变小, 颗粒之间空隙增大, 沙棘果渣粉与水溶液之间的接触面积也增加,

导致水溶性增大。这与 Hussain 等^[22]、王萍等^[23]研究中超微粉水溶性上升的研究结果一致, 但与贾牛群等^[24]研究方竹笋超微粉所得结果相反, 原因可能是粉体粒径越小, 粉体分子之间相互作用力增大, 分子之间发生团聚现象, 导致水溶性降低。

2.2.4 持水性

持水性指的是排除万有引力和大气压力后, 无其他作用下粉体吸附水的含量^[25]。超微冷冻粉碎处理过后的果渣在主机频率为 30 Hz 时持水性为 25.12%, 持水性略有增加, 随后随着粉碎强度增大, 持水性有所下降, 但并不显著 (图4), 其原因可能是, 物料在经过剪切摩擦破碎后, 微观上粉体表面比表面积增大, 水分与粉体之间接触增加, 强烈的挤压碰撞会使沙棘果渣膳食纤维长链结构被破坏, 比如纤维素和半纤维素中的大量亲水基会暴露出来, 这些亲水基与水结合, 也会使持水性增加^[26], 但是随着膳食纤维含量逐渐减少, 对水的束缚能力减弱, 果渣粉会更不易吸收水分。

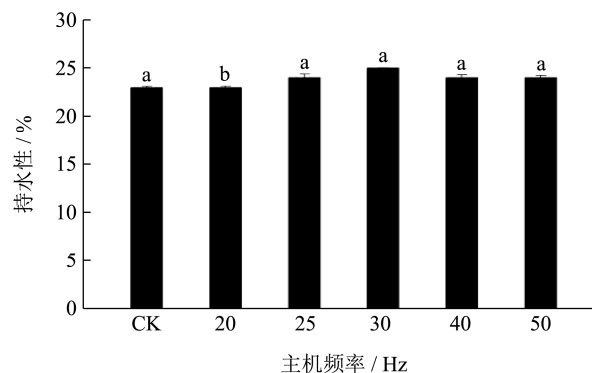


图4 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉持水性的影响

Fig.4 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the water holding capacity of the resulting seabuckthorn pomace powders

2.2.5 阳离子交换能力

沙棘果渣中含有丰富的膳食纤维, 其中的某些基团可以与身体中的有机阳离子进行交换, 例如, 在人体消化道中 Na^+ 与 K^+ 进行交换, Na^+ 被交换出来后随身体代谢排出体外, 从而减少人体对 Na^+ 的吸收^[27], 从产生降血压的作用, 一般来讲, 阳离子交换能力越强, 则其营养价值越高, 可利用性也更强^[28]。

经过超微冷冻粉碎处理后的果渣, 阳离子交换能力随主机频率增大呈先高后低的趋势, 其中主机频率为 40 Hz 时阳离子交换能力最强 (图5), 为 1.82 mmol/L。这是由于沙棘果渣中含有某些羟基及羟基侧链基团, 在超微冷冻粉碎后, 基团暴露能力增强, 与弱酸性阳离子交换概率增大, 这与黄晟等^[11]、余青等^[27]等的结果一致, 超过 40 Hz 以后, 过强的粉碎造成了分子结构的破坏, 从而因结构上的空间位阻效应导

致阳离子交换能力有一定的下降。

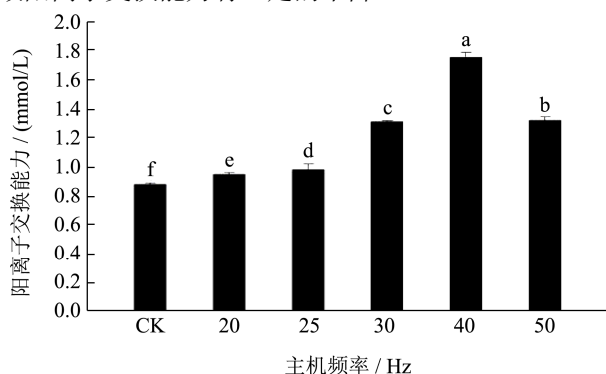


图5 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉阳离子交换能力的影响

Fig.5 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the cation exchange capacity of the resulting seabuckthorn pomace powders

2.3 结构特性分析

2.3.1 粒径

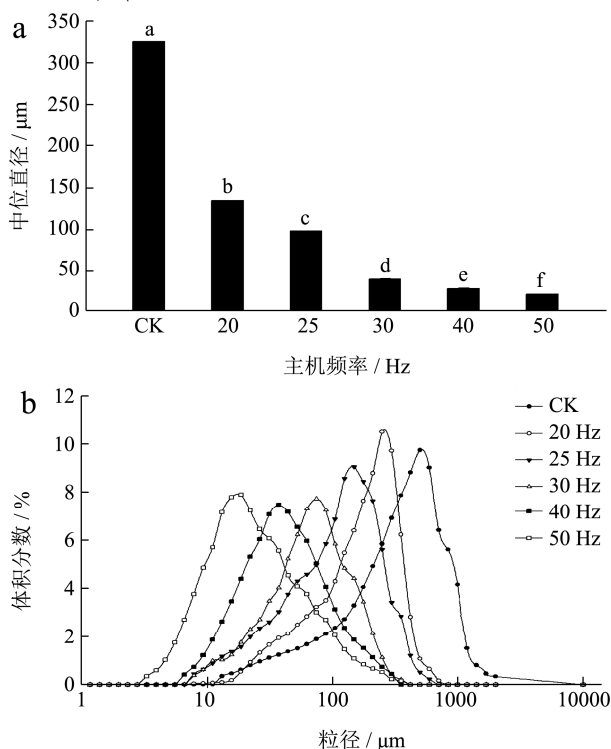


图6 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉中位直径和粒径分布的影响

Fig.6 Effects of different superfine freeze pulverization intensities on the particle size of the resulting seabuckthorn pomace powders

注: (a) 中位直径; (b) 粒径分布。

中位直径(Dx(50))常用来表示粉体的平均粒度,代表一个样品的累计粒度分布百分数达到 50%时所对应的粒径,超微冷冻粉碎处理过后的 Dx(50)不仅

与 CK 之间差异显著 ($p<0.05$), 各组之间的差异也十分显著 ($p<0.05$)。超微冷冻粉碎后的果渣中位直径显著小于CK,CK 组果渣粉的 Dx(50)为 325.91 μm, 而处理后的果渣粉的 Dx(50)分别为 134.81、98.71、40.14、28.56、21.72 μm (图 6a)。粉碎强度越大, 粒径分布曲线图呈现越来越对称的趋势 (图 6b), 表明超微粉碎处理过程中物料均匀性也在不断增加, 质感越细腻^[29]。

2.3.2 微观结构

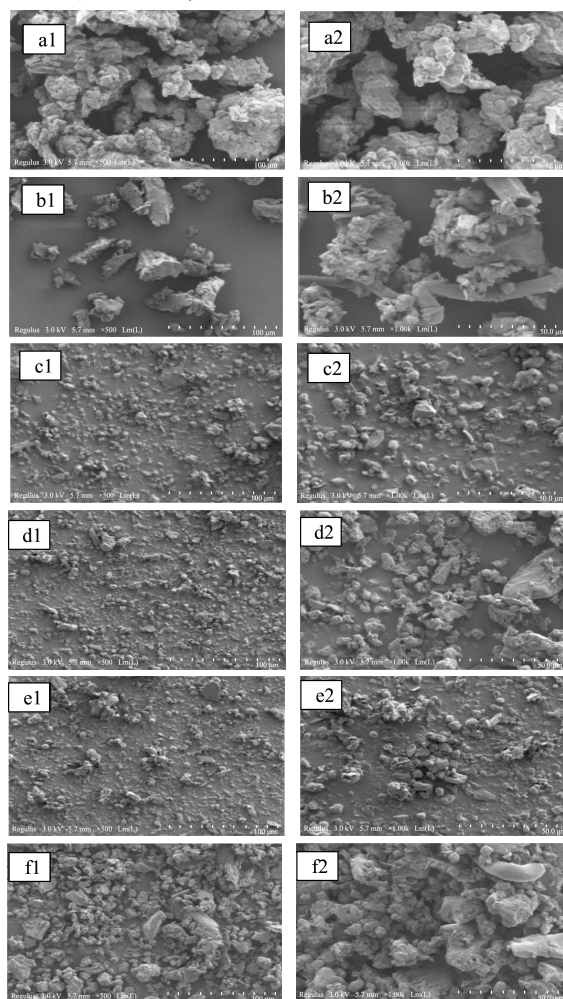


图7 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉扫描电镜 (SEM) 图

Fig.7 Scanning electron microscope (SEM) images of seabuckthorn pomace powders obtained under different superfine freeze pulverization intensities

注: a: 对照组 (CK); b-f: 超微冷冻粉碎组 (主机频率分别为 20、25、30、40、50 Hz); 1: 放大 500 倍, 2: 放大 1000 倍。

超微冷冻粉碎处理沙棘果渣后沙棘果渣粉的扫描电子显微镜 (SEM) 观察结果 (图 7) 表明, 对照组图 a1、a2 表面粗糙、颗粒不规则且大小不一, 而超微冷冻粉碎处理组细化程度不断提高, 并且颗粒愈来愈均匀 (图 c1~f1), 这与前文中粒径分析的结果一致。

由放大 1000 倍的图 c2、d2 可以看出沙棘果渣超微粉多呈现出圆形和不规则块状,且表面光滑,这种表面形态特征有助于改善沙棘果渣粉的物化性质如溶胀性和水溶性。但当颗粒减小到一定程度后,如图 e2、f2 所示,可以明显看到颗粒间发生团聚现象,这可能是随着细胞群结构不断被破坏,水分及油分迁出,表面聚合力增大导致粒子间吸附力增强^[10]。

2.3.3 傅里叶转换红外光谱

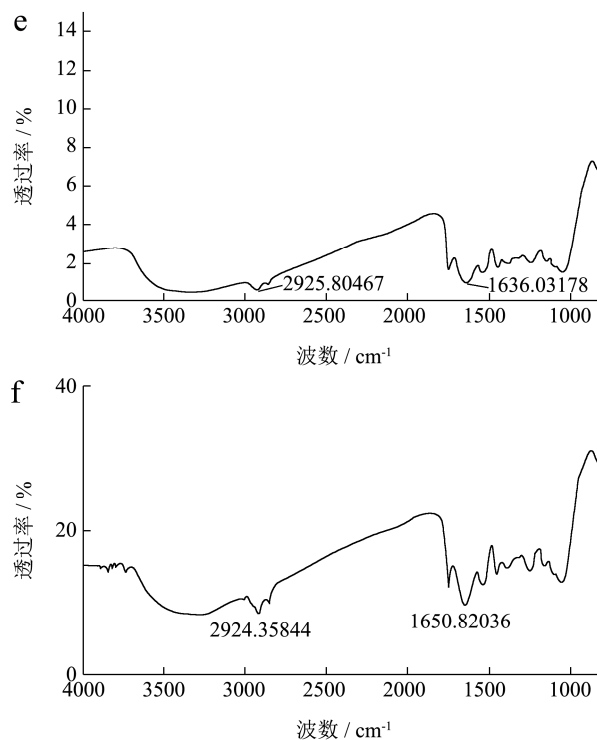
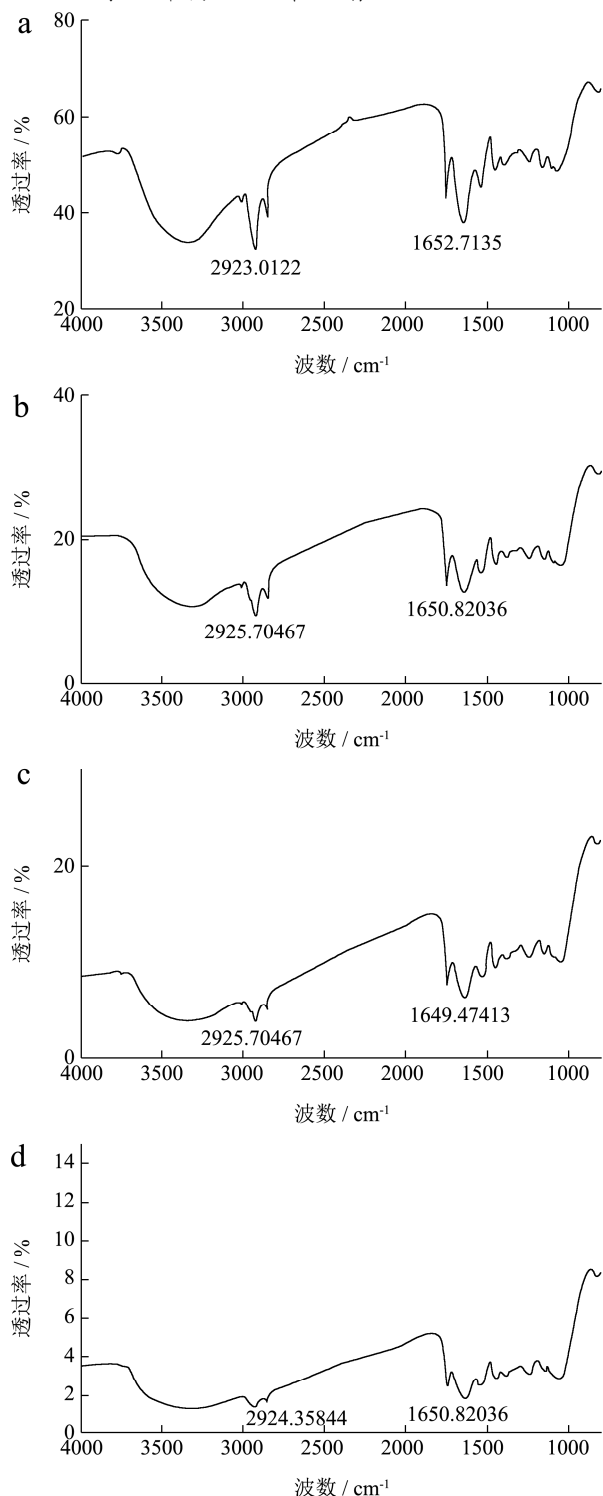


图 8 不同超微冷冻粉碎强度对沙棘果渣粉的红外光谱图
Fig.8 Fourier transformed infrared spectra of seabuckthorn pomace powders obtained under different superfine freeze pulverization intensities

注: a: 对照组 (CK); b~f: 超微冷冻粉碎组 (主机频率分别为 20、25、30、40、50 Hz)。

红外光谱常被用于物料结构或化学基团的定性分析,可通过观察红外光谱中吸收峰位置,观察物质化学组成和结构特点,便于鉴别化合物^[30]。

不同超微冷冻粉碎处理的沙棘果渣均在 3450 cm^{-1} 附近出现较强的吸收峰,超微冷冻粉碎处理后的沙棘果渣吸收峰的峰值形状稍宽,吸收强度变大,表明氢键的作用增强(图 8),结合超微冷冻粉碎制备的沙棘果渣粉膳食纤维中 SDF 增加的现象,可以初步推断粉碎后峰值形状和吸收强度的变化是因破碎后形成氢键的羟基增加所致。在 $2800\sim 3000\text{ cm}^{-1}$ 范围内的峰是糖类甲基及亚甲基上 C-H 的伸缩振动峰,不同粉碎处理的果渣粉均在 2925 cm^{-1} 附近出现较强的吸收峰,表明果渣粉中含有糖类物质。而在 1650 cm^{-1} 附近的峰为酯化的 C=O 的伸缩振动峰,因此可证实醛基或羧基的存在^[31]。光谱图中主要吸收峰的位置和峰值形状的变化不明显,这表明在通过超微冷冻粉碎后,沙棘果渣粉的主要结构没发生明显变化,主要成分也没明显变化。

3 结论

超微冷冻粉碎后的沙棘果渣粉总膳食纤维含量均

低于对照组,但可溶性膳食纤维含量显著上升,在50 Hz 时为7.13 g/100 g;对于生物活性成分,超微冷冻粉碎处理沙棘果渣可较好的提高维生素C及黄酮的溶出率,当主机频率为30 Hz 时,果渣粉中Vc含量最高,约为3.46 mg/100 g,对照组中的总黄酮溶出量为4.34 mg/g,主机频率为50 Hz 时增长到5.67 mg/g。超微冷冻粉碎也可改善沙棘果渣的色泽及理化性质,随着超微冷冻粉碎强度的增大, L^* 值从65.57 增加到71.16,粒度变小,明亮度明显提升,溶胀性及水溶性逐渐增大,而持水性的增加则不显著,其中阳离子交换能力以主机频率40 Hz 粉碎得到的沙棘果渣粉最强,可达1.82 mmol/L。相较于常温机械粉碎制得的沙棘果渣粉,超微冷冻粉碎得到的沙棘果渣粉粒径细微化程度更高,粉体更均匀,质感更细腻,但当粉体颗粒减小到一定程度后粉体容易发生团聚现象,而粉体主要结构及基团无较大改变。综上所述,当超微冷冻粉碎主机频率为40 Hz 时,沙棘果渣粉的综合品质较好,研究为沙棘果渣粉后续开发利用提供理论基础。

参考文献

- [1] Dulf F V. Fatty acids in berry lipids of six sea buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L. sub. *carpatica*) cultivars grown in Romania [J]. Chemistry Central Journal, 2012, 6(1): 106-117
- [2] Ladol S, Sharma D. The effects of *Hippophae rhamnoides* in neuroprotection and behavioral alterations against iron-induced epilepsy [J]. Epilepsy Research, 2021, 175: 106685-106695
- [3] 姚娜娜,车凤斌,李永海,等.沙棘的营养价值及综合开发利用概述[J].保鲜与加工,2020,20(2):226-232
YAO Nana, CHE Fengbin, LI Yonghai, et al. Nutritional value and comprehensive development and utilization of *Hippophae rhamnoides* [J]. Storage and Process, 2020, 20(2): 226-232
- [4] 牟春堂,郝小燕,刁小高,等.沙棘果渣在动物饲料中应用的研究进展[J].动物营养学报,2019,31(7):2965-2970
MOU Chuntang, HAO Xiaoyan, DIAO Xiaogao, et al. Research progress on application of seabuckthorn fruit dregs in animal diets [J]. Chinese Journal of Animal Nutrition, 2019, 31(7): 2965-2970
- [5] Xu Y J, Meera K, Reshvinder S D, et al. Health benefits of sea buckthorn for the prevention of cardiovascular diseases [J]. Journal of Functional Foods, 2011, 3(1): 2-12
- [6] 李杨,吴长玲,马春芳,等.低温超微粉碎对豆渣膳食纤维结构及功能特性影响[J].食品工业,2019,40(2):160-164
LI Yang, WU Changling, MA Chunfang, et al. Effects of ultrafine grinding of low temperature on the structure and functional properties of soy dregs protein [J]. The Food Industry, 2019, 40(2): 160-164
- [7] Zhu F M, Du B, Xu B J. Superfine grinding improves functional properties and antioxidant capacities of bran dietary fibered from qingke (hull-less barley) grown in Qinghai-Tibet plateau, China [J]. Journal of Cereal Science, 2015, 65: 43-47
- [8] Du B, Zhu F M, Xu B J. Physicochemical and antioxidant properties of dietary fibers from qingke (hull-less barley) flour as affected by ultrafine grinding [J]. Bioactive Carbohydrates & Dietary Fibre, 2014, 4(2): 170-175
- [9] 唐明明,孙汉巨,赵金龙,等.超微粉碎对水芹粉末理化性质及抗氧化活性的影响[J].现代食品科技,2019,35(7):55-65
TANG Mingming, SUN Hanju, ZHAO Jinlong, et al. Effect of superfine grinding on the physicochemical properties and antioxidant activities of water dropwort powder [J]. Modern Food Science and Technology, 2019, 35(7): 55-65
- [10] 张江宁,丁卫英,杨春.超微粉碎对枣渣理化性质的影响[J].食品研究与开发,2016,37(9):123-127
ZHANG Jiangning, DING Weiyong, YANG Chun. Effects of ultrafine comminution on physicochemical properties of jujube fruit residues [J]. Food Research and Development, 2016, 37(9): 123-127
- [11] 黄晟,朱科学,钱海峰,等.超微及冷冻粉碎对麦麸膳食纤维理化性质的影响[J].食品科学,2009,30(15):40-44
HUANG Sheng, ZHU Kexue, QIAN Haifeng, et al. Effects of ultrafine comminution and freeze-grinding on physico-chemical properties of dietary fiber prepared from wheat bran [J]. Food Science, 2009, 30(15): 40-44
- [12] 孟满,张瑜,林梓,等.不同物理方法处理刺梨果渣理化性质分析[J].食品科学,2017,38(15):171-177
MENG Man, ZHANG Yu, LIN Zi, et al. Effect of different physical treatments on physicochemical properties of *Rosa roxburghii* Tratt. pomace [J]. Food Science, 2017, 38(15): 171-177
- [13] 宋自娟.沙棘浓缩浊汁和浊汁饮料加工技术研究[D].咸阳:西北农林科技大学,2014
SONG Zijuan. Study on concentrating cloudy juice and processing cloudy juice of sea buckthorn [D]. Xianyang: Northwest A & F University, 2014
- [14] 舒阳,杨晓萍.不同粒径绿茶粉粉体表征与物理性质的研究[J].食品工业科技,2016,37(22):164-167
SHU Yang, YANG Xiaoping. Study on the characterization and physical property of green tea powder with different

- particle sizes [J]. Science and Technology of Food Industry, 2016, 37(22): 164-167
- [15] 张丽媛,陈如,田昊,等.超微粉碎对苹果膳食纤维理化性质及羟自由基清除能力的影响[J].食品科学,2018,39(15):139-144
ZHANG Liyuan, CHEN Ru, TIAN Hao, et al. Effect of superfine grinding on physicochemical properties and hydroxyl radical scavenging capacity of apple dietary fiber [J]. Food Science, 2018, 39(15): 139-144
- [16] Yang J, Zhou L, Han X, et al. Research on ultrasound-assisted extraction of water soluble dietary fiber from bayberry pomace [J]. Hans Journal of Chemical Engineering and Technology, 2012, 2(2): 29-36
- [17] 陈如,何玲.超微粉碎对苹果全粉物化性质的影响[J].食品科学,2017,38(13):150-154
CHEN Ru, HE Ling. Effect of superfine grinding on physicochemical properties of apple powder [J]. Food Science, 2017, 38(13): 150-154
- [18] 金晖,孟怡璠,陈萍,等.不同颗粒度南瓜不溶性膳食纤维的功能性质研究[J].中国食品报,2013,13(9):15-21
JIN Hui, MENG Yifan, CHENG Ping, et al. Studies on functional properties of the dietary fiber prepared from pumpkin with different granularity [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2013, 13(9): 15-21
- [19] 谭力铭,裴海生,赵丹丹,等.超微冷冻粉碎处理下酸枣仁蛋白提取工艺优化[J].食品工业科技,2020,41(23):122-128
TAN Liming, PEI Haisheng, ZHAO Dandan, et al. Optimization of extracting jujube kernel protein by ultramicro freezing grinding [J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(23): 122-128
- [20] 赵萌萌,张文刚,党斌,等.超微粉碎对青稞麸皮粉多酚组成及抗氧化活性的影响[J].农业工程学报,2020,36(15):291-298
ZHAO Mengmeng, ZHANG Wengang, DANG Bin, et al. Effects of ultra-micro-crushing on composition of polyphenols and antioxidant activity of barley bran powder [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering, 2020, 36(15): 291-298
- [21] Nhi T T Y, Phat D T, Quyen N N, et al. Effects of vacuum concentration on color, polyphenol and flavonoid contents and antioxidant activity of pomelo *Citrus maxima* (Burm. F.) Merr. juice [J]. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 2020, 991: 1-7
- [22] Hussain S, Sharma M, Bhat R. Valorisation of sea buckthorn pomace by optimization of ultrasonic-assisted extraction of soluble dietary fibre using response surface methodology [J]. Foods, 2021, 10(6): 1-11
- [23] 王萍,陈芹芹,毕金峰,等.超微粉碎对菠萝蜜超微全粉品质的影响[J].食品工业科技,2015,36(1):144-148
WANG Ping, CHEN Qinqin, BI Jinfeng, et al. Influence of superfine grinding on quality characteristic of jackfruit powder [J]. Science and Technology of Food Industry, 2015, 36(1): 144-148
- [24] 贾牛群,张名位,唐小俊,等.低温超微粉碎对龙眼果肉全粉物理性质的影响[J].广东农业科学,2012,39(12):96-100
JIA Niuqun, ZHANG Mingwei, TANG Xiaojun, et al. Effects of micro-comminution on physical properties of longan flour [J]. Guangdong Agricultural Sciences, 2012, 39(12): 96-100
- [25] Meng Q R, Fan H R, Xu D, et al. Superfine grinding improves the bioaccessibility and antioxidant properties of *Dendrobium officinale* powders [J]. International Journal of Food Science & Technology, 2017, 52: 1440-1451
- [26] 邵宜添.枳椇子和山茱萸果渣膳食纤维的制备及其理化性质研究[D].咸阳:西北农林科技大学,2011
SHAO Yitian. Extraction and physicochemical properties of dietary fiber from *Cornus* and *Hovenia dulcis* residue [D]. Xianyang: Northwest A & F University, 2011
- [27] 余青,陈嘉浩,王寅竹,等.超微粉碎处理对麦麸粉功能及结构特性的影响[J].粮食科技与经济,2020,45(2):56-62
YU Qing, CHEN Jiahao, WANG Yinzhu, et al. Effect of superfine grinding on functional and structural properties of wheat bran [J]. Grain Science and Technology and Economy, 2020, 45(2): 56-62
- [28] 金俐延.超微粉碎对寒富苹果渣理化性质的影响及高纤片剂的研制[D].沈阳:沈阳农业大学,2020
JIN Liyan. Effect of ultrafine grinding on the physicochemical properties of Hanfu apple pomace and preparation of high-fiber tablets [D]. Shenyang: Shenyang Agricultural University, 2020
- [29] Xiao W H, Zhang Y, Fan C X, et al. A method for producing superfine black tea powder with enhanced infusion and dispersion property [J]. Food Chemistry, 2017, 214: 242-247
- [30] 吕金顺,韦长梅,徐继明,等.马铃薯膳食纤维的结构特征分析[J].分析化学,2007,3:443-446
LYU Jinshun, WEI Changmei, XU Jiming, et al. Feature analysis of structure of potato dietary fibre [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2007, 3: 443-446
- [31] Soni B, Hassan E B, Mahmoud B. Chemical isolation and characterization of different cellulose nanofibers from cotton stalks [J]. Carbohydrate Polymers, 2015, 134: 581-589

