

# 高剪切分散乳化技术对大豆分离蛋白凝胶中水分状态的影响

刘俊梅<sup>1</sup>, 王丹<sup>1</sup>, 李琢伟<sup>2</sup>, 于立梅<sup>3</sup>, 王庆<sup>1</sup>, 张岚<sup>4</sup>, 杨盼盼<sup>1</sup>, 王辉<sup>1</sup>, 王璐<sup>1</sup>, 于寒松<sup>1</sup>, 胡耀辉<sup>1</sup>

(1. 吉林农业大学食品科学与工程学院, 吉林长春 130118) (2. 长春职业技术学院, 吉林长春 130033)

(3. 仲恺农业工程学院轻工与食品学院, 广东广州 510225) (4. 吉林医药学院公共卫生系, 吉林吉林 132113)

**摘要:** 为了探讨高剪切分散乳化技术(High shear dispersing emulsification technology, HSDE)对TG酶诱导的大豆分离蛋白(Soy protein isolate, SPI)凝胶中水分状态的影响, 本文采用低场核磁共振技术从水分分布、水分迁移、持水能力三个方面研究高剪切分散乳化技术对大豆分离蛋白凝胶体系中水分状态影响机制。结果表明: HSDE技术处理后制成的凝胶, 其结合水的流动性增加了, 但是自由水的流动性是降低的, 剪切后凝胶中的自由水和结合水会发生向不易流动水迁移的现象。从成像图中可以看出剪切处理能使凝胶中水分分布均匀。从相关性角度分析, 剪切与T<sub>21</sub>、T<sub>22</sub>、T<sub>23</sub>表现为极显著负相关, 与凝胶的持水性呈正相关。在持水性探索过程中发现, HSDE技术能够提高TG酶诱导的大豆蛋白凝胶持水能力, 在贮存过程中, HSDE技术能显著提高凝胶持水性。

**关键词:** 低场核磁共振技术; 高剪切分散乳化技术; 水分状态; 持水性; 大豆蛋白凝胶

文章编号: 1673-9078(2014)8-131-137

## Effect of High Shear Dispersing Emulsification Technology on the Water Status in Soy Protein Isolate Gel

LIU Jun-mei<sup>1</sup>, WANG Dan<sup>1</sup>, LI Zhuo-wei<sup>2</sup>, YU Li-mei<sup>3</sup>, WANG Qing<sup>1</sup>, ZHANG Lan<sup>4</sup>, YANG Pan-pan<sup>1</sup>, WANG Hui<sup>1</sup>, WANG Lu<sup>1</sup>, YU Han-song<sup>1</sup>, HU Yao-hui<sup>1</sup>

(1. College of Food Science and Engineering, Jilin Agriculture University, Changchun 130118, China) (2. Changchun Vocational Institute of Technology, Changchun 130033, China) (3. College of Light Industry and Food Science, Zhongkai University of Agricultural and Engineering, Guangzhou 510225, China) (4. Department of Public and Health, Jilin Medical College, Jilin, 132113, China)

**Abstract:** In this study, the effects of high shear dispersing emulsification (HSDE) technology on the water status of transglutaminase-induced soy protein isolate (SPI) gel were investigated. Low-field nuclear magnetic resonance (LF-NMR) technology was used to study the effect of HSDE technology on the water status in SPI gels, in terms of water distribution, water mobility, and water holding capability (WHC). The results indicated that the mobility of bound water increased whereas that of free water decreased in the HSDE-treated gel. Additionally, bound and free water in HSDE-treated samples could be immobilized. Magnetic resonance imaging (MRI) revealed that water was distributed evenly in the gel treated with HSDE. According to the correlation analysis, HSDE showed a significant negative correlation with T<sub>21</sub>, T<sub>22</sub>, and T<sub>23</sub>, but it positively correlated with the WHC of the gel. Analysis of WHC showed that HSDE technology could improve the WHC of transglutaminase-induced SPI gel, which improved significantly during storage.

**Key words:** low field-nuclear magnetic resonance; high shear dispersing emulsification technology; water Status; water holding capability; soy protein isolate gel

### 高剪切分散乳化 (high shear dispersing emulsification)

收稿日期: 2014-03-27

基金项目: 现代农业产业技术体系建设专项资金资助 (s240-4)

作者简介: 刘俊梅 (1973-), 女, 博士, 副教授, 研究方向为功能性食品与食品生物化学

通讯作者: 胡耀辉 (1951-), 男, 教授, 研究方向为功能性食品与食品生物化学

ion, HSDE) 技术是近几年迅速发展的一种新型纳米、微米的均质化技术, 广泛的应用到食品、化工、药物研究等诸多领域<sup>[1]</sup>。高剪切分散乳化机实现高效、快速、均匀地将一个相或多个相分布到另一个连续相中, 而在通常情况下各个相是互不相溶的。由于转子高速旋转所产生的高圆周线速度和高频机械效应带来的强劲功能, 使物料在定、转子狭窄的间隙中受到强烈的

机械及液力剪切、离心挤压、液层摩擦、撞击撕裂和湍流等综合作用,从而使不相溶的固相、液相、气相在相应成熟工艺和适量添加剂的共同作用下,瞬间均匀精细地分散乳化,经过高频的循环往复,最终得到稳定的高品质产品。高剪切分散乳化机工作原理示意图 1。HSDE 技术不仅是天然产物有效成分提取的重要方法,在食品行业中也是提高产品品质的重要工艺环节,在食品加工过程中起着重要的作用。

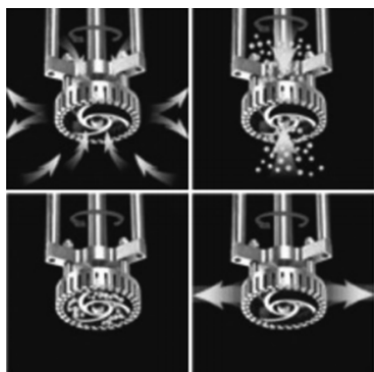


图 1 高剪切分散乳化机工作原理

Fig.1 Principle of high shear dispersing emulsifier

具有非零自旋量子数 ( $I \neq 0$ ) 的任何核子放置到磁场中,都能够以电磁波的形式吸收或释放能量,发生原子核的跃迁,同时产生核磁共振信号,这种核射频段电磁波的吸收称为核磁共振 (Nuclear Magnetic Resonance, 简称 NMR) [2]。其中磁场强度在 0.5 T 以下的核磁共振,检测对象一般针对的是样品的物理性质,称之为低场核磁共振技术 (LF-NMR)。它是利用氢原子核在磁场中的自旋弛豫特征,通过弛豫时间的变化分析研究物质的含水量、水分分布、水分迁移以及与之相关的其他性质 [3]。在食品的加工和贮存过程中,食品内部水分分布状态及水分含量的变化是影响食品品质重要的因素。有些水具有不同的流动性,而水的流动性受化学成分、机械处理以及贮存条件的影响,同时,水分在食品中的存在状态不同,食品的理化及感官特性也会有较大的差异。因此,本文探索 HSDE 技术对大豆蛋白凝胶的水分分布,水分迁移及凝胶的持水能力的影响,分析大豆蛋白凝胶体系中水分状态,为高剪切分散乳化技术在大豆分离蛋白凝胶中的作用提供理论依据,同时对于大豆蛋白制品的品质研究及其加工贮存中水分状态的变化具有实践意义。

## 1 材料与方法

### 1.1 原料与设备

HGK-A807 凝胶型大豆分离蛋白 (SPI), 购于哈

高科大豆食品有限公司, 蛋白质量分数为 92.28%, 水分质量分数为 7.26%; 谷氨酰胺转氨酶 (Transglutaminase, 简称 TGase 或 TG, 酶活力单位为 120), 由东圣科技有限公司提供; NMR PQ001 弛豫时间测定仪、MiniMR-60 成像仪, 均来自上海纽迈电子有限公司; FA25, FLUKO 高剪切分散乳化机, 中国上海依肯机械设备有限公司。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 转谷氨酰胺酶催化制备大豆分离蛋白凝胶

将大豆分离蛋白分散于含有转谷氨酰胺酶的水溶液中, 制备成 15% ( $m/m$ ) 乳液, 转谷氨酰胺酶的添加量为乳液总量的 0.35% ( $m/m$ )。大豆蛋白乳液在 10000 r/min 下处理 0、5、10、15、20 min 来考察时间的影响; 大豆蛋白乳液在 0、10000、13000、16000、19000 r/min 下处理 10 min 来考察转速的影响; 将处理后乳液取 200 g 于 200 mL 烧杯中, 水浴锅保温 60 °C, 45 min, 之后取出平衡至常温, 于 4 °C 下贮存, 第 4 d 测定其低场核磁共振指标。大豆蛋白乳液选用 13000 r/min 处理 10 min, 凝胶方法同上, 制备后的凝胶于 4 °C 下贮存, 按贮存时间 4、5、6、7、8 d 取样测定, 考察贮存过程中低场核磁各项指标的变化。

#### 1.2.2 NMR 自旋-自旋弛豫时间 ( $T_2$ ) 测量

NMR 弛豫测量在纽迈台式脉冲 NMR 分析仪 PQ001 上进行, 测量条件: 共振频率 23.137 MHz, 磁体强度 0.55 T, 线圈直径为 25 mm, 磁体温度为 32 °C; 将凝胶样品切成 3.5×1×1 cm 规格放入直径为 25 mm 的核磁管, 而后放入磁体腔中心处测试。自旋-自旋弛豫时间  $T_2$  用 Carr-Purcell-Mebiboom-Gill (CPMG) 序列进行测量。所使用参数为: 回波时间 (180° 脉冲和 180° 脉冲之间的时间) 为 210 us, 8000 个回波个数。重复扫描 32 次, 重复扫描间隔时间为 5000 ms, 得到的信号衰减曲线为指数衰减曲线每个测试 6 个重复。样品测定结束后需要对不同样品的幅度值对质量进行归一化处理。

#### 1.2.3 MSE 成像实验

NMR 弛豫测量在纽迈台式脉冲 NMR 分析仪 MiniMR-60 上进行, 测量条件: 共振频率 23.318 MHz, 磁体强度 0.55 T, 线圈直径为 60 mm, 磁体温度为 32 °C; 将凝胶样品切成规格为 3.5×1×1 cm 放入直径为 60 mm 的核磁管, 而后放入磁体腔中心处测试。使用 MSE (multi-spin-echo) 序列进行成像扫描测量, 测试质子密度像。所使用参数为: 成像框的尺寸是 100×100 mm<sup>2</sup>, 重复等待时间=800 ms, 回波时间=20

ms, 层厚=2.0 mm, 层间距=0.8 mm, NS 重复累加次数=8, 空间大小 256×196。成像时可采集完整样品的图像(选层厚度 2.0 mm, 共 6 层, 从 6 副图片中选取最中间 1 副图片)。

### 1.2.4 数据处理

采用 SPSS 16.0 统计分析软件的 One-way ANOVA 程序进行方差分析  $p < 0.05$ 。相关性分析采用 Pearson 方法。

## 2 结果与讨论

### 2.1 HSDE 技术对低场核磁 NMR $T_2$ 弛豫时间的影响

$T_2$  弛豫时间反映了样品内部氢质子所处的化学环境, 与氢质子所受的束缚力及其自由度有关, 而氢质子的束缚程度又与样品的内部结构有密不可分的关系。弛豫时间图纵坐标幅度表示处于各弛豫时间下的水分的信号强度,  $T_{21}$  表示与大分子紧密结合的水分, 这部分的水分的弛豫时间在 0~10 ms, 其中时间在 0~1 ms 的水分表示与蛋白质等氨基、羰基以氢键相结合的单层水, 结合紧密, 流动性很差, 时间在 1~10 ms 的水分表示与蛋白质中的酰胺基形成键能较小的氢键, 其结合强度比单分子层水要略差些;  $T_{22}$  则表示三、四级结构蛋白质和其他具有高密度蛋白中的水, 弛豫时间在 10~100 ms;  $T_{23}$  表示自由水, 弛豫时间在 100~1000 ms<sup>[4]</sup>。A<sub>1</sub>、A<sub>2</sub> 以及 A<sub>3</sub> 分别代表自旋-自旋弛豫时间分别是  $T_{21}$ 、 $T_{22}$  以及  $T_{23}$  所对应的三种状态水的质子信号密度(信号量)。

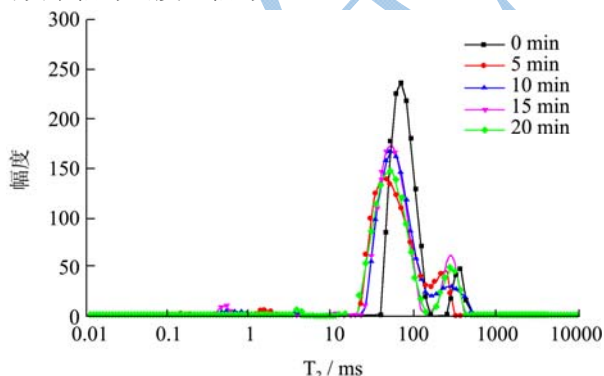


图2 剪切时间对凝胶影响的  $T_2$  弛豫图

Fig.2  $T_2$  relaxation times of gel affected by shear time

由图2可以看出没有经过 HSDE 技术处理的样品在 0.1~10 ms 之间没有信号出现, 说明未处理的样品中氢质子不受束缚。但是, 处理后的样品信号出现顺序依次是 5 min、10 min、15 min、20 min、5~15 min 的样品信号均出现在 0.1~1 ms 之间, 这说明水分向

$T_{21}$  弛豫时间迁移, 而处理 20 min 的样品信号出现在 1~10 ms 之间, 说明过度剪切处理使得向  $T_{21}$  弛豫时间迁移的水分流动性增加。但是与未处理样品相比, HSDE 技术处理后凝胶的结合水束缚得更紧密, 但此部分水含量比较低。弛豫时间在 10~100 ms 之间的不易流动水, 处理后样品中不易流动水向低弛豫时间迁移, 说明处理后此部分水的流动性降低, 同时, 从图 2 中也可以看出未处理样品的幅度值较处理的样品高, 但是横坐标跨度小; 弛豫时间在 100~1000 ms 之间表示自由水, 处理前后样品的弛豫时间相近。

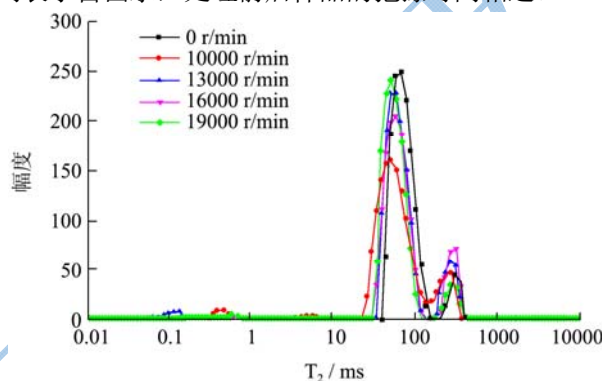


图3 剪切速度对凝胶影响的  $T_2$  弛豫图

Fig.3  $T_2$  relaxation times of gel affected by shear speed

由图3可以看出未经过 HSDE 技术处理的样品在 0.1~10 ms 之间也没有信号出现。处理后的样品信号出现顺序依次是 13000、10000、19000、16000 (r/min), 其中前三者样品信号出现在 0.1~1 ms 之间, 同样水分向低弛豫时间迁移, 结合水的流动性降低, 经过 16000 r/min 处理后的样品信号出现在 1~10 ms 之间, 水分也向高弛豫时间迁移, 与未处理样品相比, 凝胶水分束缚紧密, 而且结合水含量比较低。弛豫时间在 10~100 ms 的不易流动水, 未处理样品的幅度值较处理后样品稍高; 弛豫时间在 100~1000 ms 之间的自由水, 未处理样品和处理样品弛豫时间也很相近。说明 HSDE 技术处理后凝胶中结合水变化比较大。

由图4和图5分析可知, 随着剪切时间的延长, 剪切速度的增加,  $T_{21}$  也是增加的, 说明这个范围内的水也就是结合水在剪切过程中流动性增强。在结合水里水分子的流动性又决定于水分子与蛋白质分子的联接能力, 凝胶的流动性增强说明剪切处理后水分子和蛋白质分子之间形成氢键的自由能较低, 氢质子的自由度变强。 $T_{21}$  对应的质子信号密度百分比先增加后降低, 剪切处理使凝胶中的结合水含量增加, 而此部分水比例低于 5%。但是剪切处理后的凝胶样品的  $T_{22}$ 、 $T_{23}$  降低, 剪切时间的长短对  $T_{22}$  和  $T_{23}$  的影响程度不明显, 而剪切速度在较低的情况下(10000 r/min)时,  $T_{22}$  和  $T_{23}$  增加, 剪切速度较高时, 会降低。



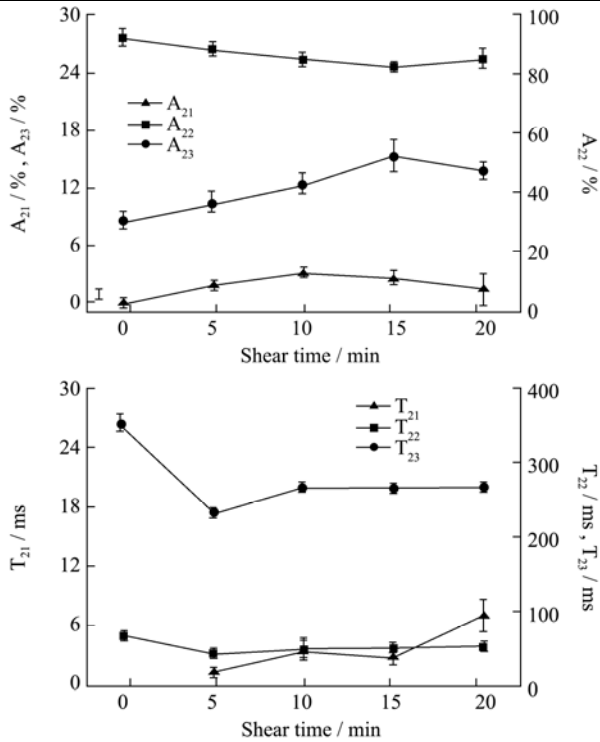


图4 剪切时间对凝胶的  $T_{21}$ ,  $T_{22}$ ,  $T_{23}$  弛豫时间及其对应峰面积百分数的影响

Fig.4 Effect of shear time on relaxation times  $T_{21}$ ,  $T_{22}$ ,  $T_{23}$  and the corresponding peak area percentage of gels

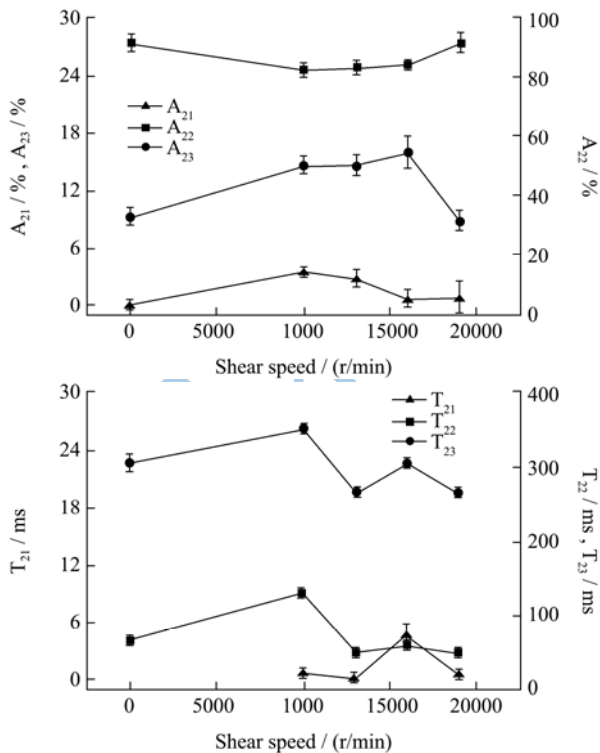


图5 剪切速度对凝胶的  $T_{21}$ ,  $T_{22}$ ,  $T_{23}$  弛豫时间及其对应峰面积百分数的影响

Fig.5 Effect of shear speed on relaxation times  $T_{21}$ ,  $T_{22}$ ,  $T_{23}$  and the corresponding peak area percentage of gels

$T_{22}$  降低, 说明这部分水分的流动性逐渐变差, 体

现出不易流动水的特性。同时此部分水在凝胶体系中占 80%以上, 是凝胶体系中主要水分。 $T_{23}$  对应凝胶中的自由水,  $T_{23}$  的值随着剪切时间的延长先降低后平缓增加, 自由水的移动性下降原因可能是因为凝胶孔径变小, 水分在凝胶网络中自由流动空间减小<sup>[5]</sup>。随着剪切时间的延长和剪切速度的增加,  $T_{22}$  所对应的不易流动水百分比逐渐降低,  $T_{23}$  所对应的水分自由水百分比逐渐增加。可能是由于不同部分的水之间发生快速的转换<sup>[6]</sup>,  $T_{22}$  状态的水分发生波动, 会导致  $T_{21}$  和  $T_{23}$  水的变化。也有可能是样品中的含水量重新分布, 含移动水少的部分和含移动水多的部分水的流动性也发生重新分布, 使得一个水的流动性小些, 另外的水的流动性就大些<sup>[7]</sup>。

## 2.2 HSDE 技术在凝胶贮存过程中的作用

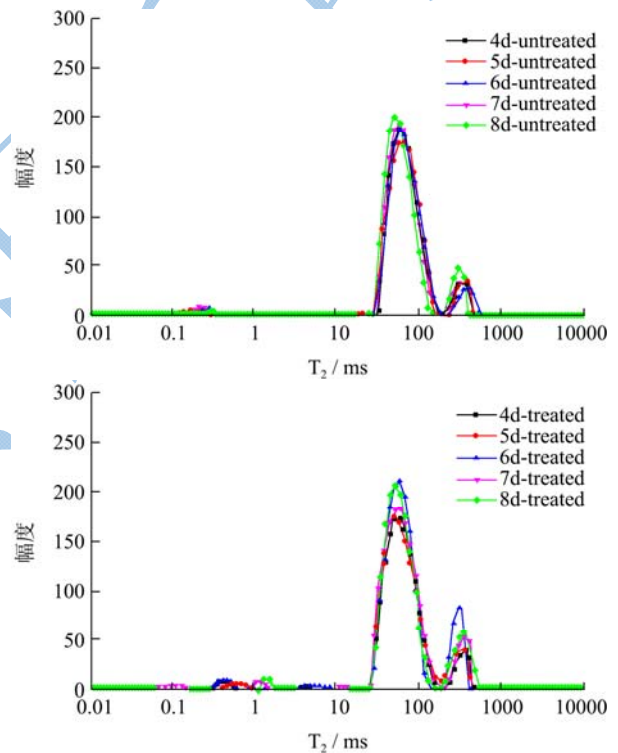


图6 凝胶贮存过程中  $T_2$  的弛豫图

Fig.6  $T_2$  relaxation times of gel during storage time

由图 6 中  $T_2$  的 CMPG 图可以看出, 未剪切凝胶样品在短期贮存过程中各个水分弛豫时间范围变化不大, 也就是短期贮存对各个水分的流动性影响较小; 但是经过剪切处理后的凝胶样品在短期贮存过程中结合水发生迁移, 流动性逐渐变差。

由图 7 可以看出剪切和未剪切的样品各个水分迁移情况, 剪切后样品在贮存过程中  $T_{21}$  增加, 说明结合水会向不易流动水转换, 但是  $T_{22}$ ,  $T_{23}$  减少, 说明剪切处理使凝胶中的水分被束缚的更紧密, 水分的流动性降低。自由水的流动性降低, 就降低了微生物生

存的几率,在贮存过程中发生霉变的几率也就降低<sup>[8]</sup>。大分子可能由于分子结构的变化而排出一些水分子,从而引起水分增加,同时结晶将一些水分子包含到晶体结构中,导致水流动性降低<sup>[9]</sup>。剪切后的不易流动水的百分比降低,结合水和自由水的百分比升高。

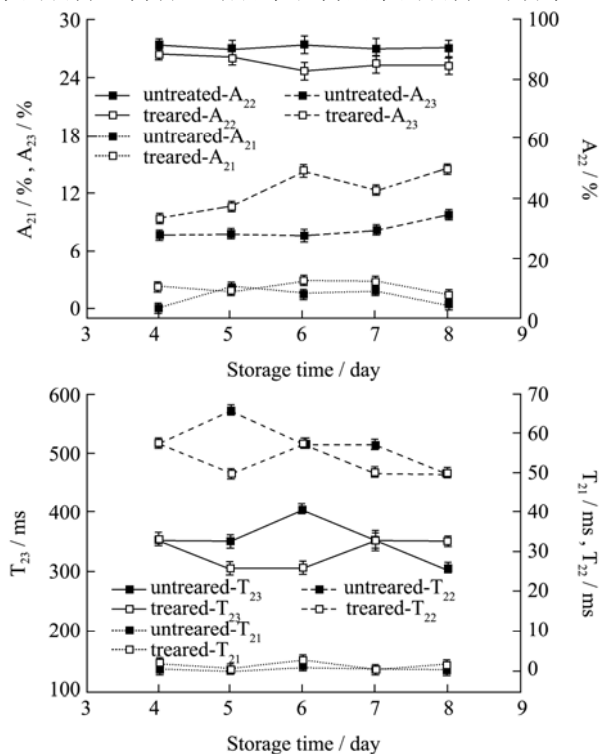


图7 HSDE 技术在凝胶贮存过程中  $T_{21}$ ,  $T_{22}$ ,  $T_{23}$  弛豫时间及其对应峰面积百分比的影响

Fig.7 Effect of HSDE on relaxation time  $T_{21}$ ,  $T_{22}$ ,  $T_{23}$  and the corresponding peak areas of gels during storage time

### 2.3 HSDE 技术对大豆蛋白凝胶的持水性作用

横坐标为范围从  $10^{-2}$  ms 到  $10^4$  ms 对数分布的 100 个横向弛豫时间分量  $T_2$ , 纵坐标为各弛豫时间对应的信号分量  $A_i$ , 已知信号量与其组分含量成正比关系, 积分面积  $A$  即为样品的信号量。已经有报道  $T_2$  弛豫时间所占的峰面积和凝胶的持水性 (water holding capacity, WHC) 呈现一致的趋势, 能够说明凝胶持水力主要依赖于  $T_2$  弛豫时间对应的所有信号量  $A$ <sup>[10]</sup>。WHC 表示蛋白与水结合的能力, 是评价蛋白凝胶质量的指标<sup>[11]</sup>。而且 NMR 通过测量  $T_2$  值可以表征凝胶的持水性。因此可以用  $T_2$  的峰面积来表征蛋白凝胶持水力的强弱, 就是结合水, 不易流动水及自由水质子密度的总和来表征凝胶的持水能力。

由图 8a 可以看出, 剪切时间在 10 min 时, 凝胶持水力最高, 而时间过短或过长, 都不利于凝胶的持水性, 但适当的剪切可以提高其持水能力。由图 8b 可以看出, 随着剪切速度增加, 凝胶持水力先增高,

在 13000 r/min 处开始大幅度降低, 说明剪切速度过高对 TG 酶致凝胶的持水力有反作用影响。有报道 TG 酶的添加本身就能够形成多孔的微观结构, 提高凝胶的持水能力<sup>[12]</sup>, 由图 8c 可以看出 HSDE 技术处理后的凝胶在短期贮存过程中持水能力高于未处理样品。本研究中贮存时间设定为 8 d, 时间较短, 处理后的 TG 酶凝胶在短期贮存过程中持水性是上升的, 与他人实验结论不同, 凝胶的持水性随着贮存时间延长, 其持水性可能会呈现波动性变化, 品质也可能会下降, 因此有必要根据产品加工方向及产品类型进一步研究 HSDE 技术在大豆凝胶制品, 比如豆腐, 豆干, 午餐肉等产品的长期贮存过程中的作用, 为产品的保质期实验提供一些理论依据。另外从 HSDE 技术对 TG 酶诱导形成凝胶的过程中所起到抑制或是增强的作用或者 TG 酶凝胶形成过程的影响做进一步探索, 对大豆蛋白凝胶制品的加工及应用有重要意义。

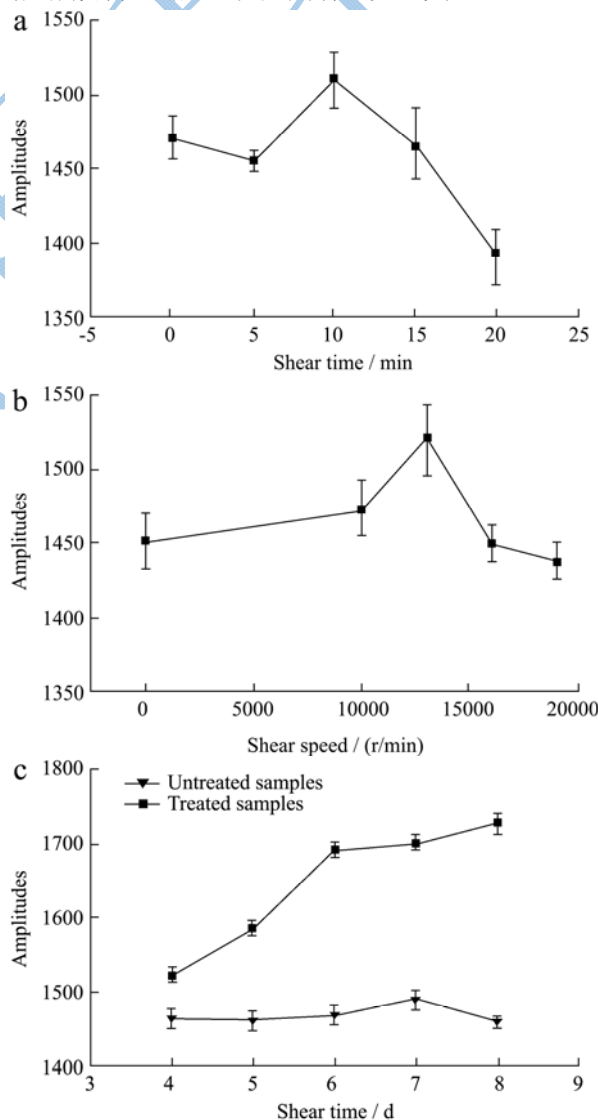


图8 HSDE 技术对凝胶的持水力影响

Fig.8 Effect of HSDE on WHC of gels

## 2.4 MRI 成像

在不同加权成像的图形中，可以突出组织中不同相态水分的信号。其中质子密度像是单纯反映样品中氢质子的多少，某一区域氢质子越多则红色区域面积越大，则表示水分含量越高，通过质子密度像可以直观的看到样品在空间上的水分分布情况。各处理凝胶样品的 MRI 质子密度图谱见图 9。

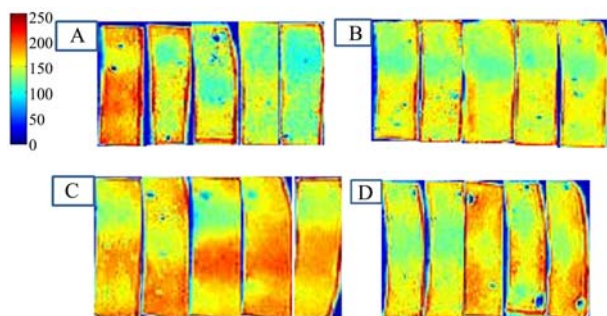


图 9 成像图

Fig.9 Imaging of MRI

注：A 图表示剪切时间依次分别是 0、5、10、15、20 min 时的大豆蛋白凝胶的成像图；B 图表示剪切速度依次分别是 0、10000、13000、16000、19000 r/min 时的大豆蛋白凝胶的成像

图；C 图表示贮存时间依次在 4、5、6、7、8 d 时，大豆蛋白凝胶的成像图；D 图表示在相同的贮存时间下，经过 HSDE 技术处理后形成的大豆蛋白凝胶的成像图。

由图 A 看出，剪切处理时间为 0 和 20 min 的凝胶样品水分分布很均匀且固形物分布也较均匀；且采集同样厚度的样品信号，发现未处理样品最亮即水量较大，其次为 5 min 处理的样品，与图 8a 中不同凝胶的持水性大小结果不一致，说明凝胶中某一层面的水分含量不能代表凝胶整体持水性。由图 B 看出，13000 r/min 号凝胶样品水分分布较均匀且固形物分布也较均匀。水分含量这 5 个样品未有明显差别。由图 C 看出，随着储存时间的增加，样品亮度呈现先增加后降低即水量先增加后减少的趋势；这与弛豫分析结果一致。而经过 HSDE 技术处理后，凝胶样品亮度也在逐渐变亮，即水分也在逐渐增加，这与弛豫分析结果一致（图 D）。

## 2.5 剪切条件及 NMR 相关参数的相关性分析

剪切条件及 NMR 相关参数的相关性如表 1 所示，HSDE 技术处理各个 NMR 指标之间相关性分析见表 1 所示。

表 1 剪切条件及 NMR 相关参数的相关性

Table 1 Correlation between NMR populations and HSDE conditions

	SS	ST	T21	T22	T23	A21	A22	A23	WHC
SST	0.58**	-0.28**	0.71**	-0.54**	-0.61**	0.36**	-0.38**	0.71**	0.13
SS		-0.18	0.18	-0.39**	-0.42**	0.08	0.02	0.46**	0.27**
ST			-0.29**	0.03	0.46**	0.10	0.62**	0.04	0.57**
T21				-0.21*	-0.36**	0.07	-0.61**	48**	-0.23*
T22					0.70**	-0.30**	0.20*	-0.39**	-0.09
T23						-0.23*	0.56**	-0.47**	0.18
A21							0.13	0.48**	0.53**
A22								-0.17	0.76**
A23									0.49**

注：SST，剪切时间；SS，转速；ST，贮存时间；T<sub>21</sub>，大豆蛋白凝胶结合水的弛豫时间；T<sub>22</sub>，大豆蛋白凝胶不易流动水的弛豫时间；T<sub>23</sub>，大豆蛋白凝胶自由水的弛豫时间；A<sub>21</sub>，结合水含量；A<sub>22</sub>，不易流动水含量；A<sub>23</sub>，自由水含量；WHC，大豆蛋白凝胶的持水能力 N=6，\* P<0.05，\*\* P<0.01。

弛豫时间方面，剪切时间对三种水分的弛豫时间影响呈极显著负相关 (P<0.01)；剪切速度与 T<sub>22</sub> 和 T<sub>23</sub> 呈极显著负相关 (P<0.01)，与 T<sub>21</sub> 相关性不显著；贮存时间与 T<sub>21</sub> 呈现极显著负相关 (P<0.01)，与 T<sub>23</sub> 呈现极显著正相关 (P<0.01)。水分分布方面，剪切时间与 A<sub>21</sub> 和 A<sub>23</sub> 呈极显著正相关 (P<0.01)，与 A<sub>22</sub> 呈极显著负相关 (P<0.01)；剪切速度只与 A<sub>23</sub> 呈极显著正相关 (P<0.01)；贮存时间和剪切速度对凝胶的持水性呈极显著正相关 (P<0.01)。

## 3 结论

本文通过利用 TG 酶作为凝固剂而制成大豆蛋白凝胶，基于低场核磁共振技术探讨了高剪切分散乳化技术对凝胶中水分的影响机制。研究结果表明：HSDE 技术处理而制成的凝胶结合水的流动性增加了，但是自由水的流动性是降低的。剪切后凝胶中的自由水和结合水向不易流动水迁移。从 MRI 图上可以看出剪切处理后的凝胶中水分分布均匀。剪切与三种水分的弛



豫时间的相关性表现为极负相关,与凝胶的持水性呈正相关。在持水性探索过程中发现,HSDE 技术能够提高 TG 酶诱导的大豆蛋白凝胶持水能力,在贮存过程中,HSDE 技术对凝胶的持水性也起到积极的作用。另外,针对热凝胶是否也有作用可进一步探讨。

致谢:衷心感谢上海纽曼科技杨培强总经理、黄柏林工程师、高美连技师对本论文试验、数据分析过程中提供的帮助。

### 参考文献

- [1] 滑聚娜,冯祖飞,刘永峰,等.基于高剪切分散乳化技术的黄芪中黄酮类化合物提取方法及动力学研究[J].分析化学, 2012, 40(5):752-756  
HUA Ju-na, FENG Zu-fei, LIU Yong-feng, et al. Extraction method and kinetics research of flavonoids in astragalus membranaceus based on high shear dispersing emulsification technology [J]. Analytical Chemistry, 2012, 40(5): 752-756
- [2] Anja Hullberg, Hanne C Bertram. Relationships between sensory perception and water distribution determined by low-field NMR T2 relaxation in processed pork-impact of tumbling and RN allele [J]. Meat Science 2005: 709-720
- [3] Hanne C Bertram, Henrik J Andersen, Anders H Karlsson. Comparative study of low-field NMR relaxation measurements and two traditional methods in the determination of water holding capacity of pork [J]. Meat Science 2001, 57: 125-132
- [4] Chunbao Li, Dengyong Liu, Guanghong Zhou. Meat quality and cooking attributes of thawed pork with different lowfield NMR T<sub>21</sub> [J]. Meat Science, 2012: 79-83
- [5] 吴焯,许柯,徐幸莲,等.低场核磁共振研究pH值对兔肌球蛋白热凝胶特性的影响[J].食品科学,2010,31(9):6-11  
WU Ye, XU Ke, XU Xing-lian, et al. Effect of pH on gelation properties of rabbit myosin [J]. Food Science, 2010, 31(9): 6-11
- [6] SCHMIDT S J, LAI H-M. Use of NMR and MRI to study water relations in foods [M]. Water relationships in foods. Springer, 1991
- [7] 阮榕生.核磁共振技术在食品和生物体系中的应用[M].中国轻工业出版社,2009  
RUAN Rong-sheng. Application in food and the of the biological system of Nuclear magnetic resonance (NMR) technology [M]. China Light Industry Press, 2009
- [8] 李资玲,刘成梅,万婕,等.核磁共振研究膳食纤维面包制作过程的水分迁移行为[J].食品科学,2007,28(10):127-130  
LI Zi-ling, LIU Cheng-mei, WAN Jie, et al. Study on molecular mobility in dietary fiber bread by NMR [J]. Food Science, 2007, 28(10): 127-130
- [9] MALINSKI E, DANIEL J R, ZHANG X X, et al. Isolation of small starch granules and determination of their fat mimic characteristics [J]. Cereal Chemistry, 2003, 80(1): 1-4
- [10] S RLAND G H, LARSEN P M, LUNDBY F, et al. Determination of total fat and moisture content in meat using low field NMR [J]. Meat Science, 2004, 66(3): 543-550
- [11] SUN J, LI X, XU X, et al. Influence of various levels of flaxseed gum addition on the water-holding capacities of heat-induced porcine myofibrillar protein [J]. Journal of Food Science, 2011, 76(3): C472-C478
- [12] HAN M, ZHANG Y, FEI Y, et al. Effect of microbial transglutaminase on NMR relaxometry and microstructure of pork myofibrillar protein gel [J]. European Food Research and Technology, 2009, 228(4): 665-670