

研磨加工大豆粕粒径及集聚状态观察

吴志华^{1,2}, 林巧慧², 毛慧玲³, 杨安树², 陈红兵^{1,2}

(1.南昌大学 食品科学与技术国家重点实验室, 江西 南昌 330047; 2.南昌大学中德联合研究院, 江西 南昌 330047; 3.南昌大学生命学院, 江西 南昌 330031)

摘要: 为提高豆粕的利用率, 本实验通过球磨研磨制备不同粒径豆粕粉体, 研究其粒径及其集聚特性。超微粉碎机粉碎后的豆粕, 经球磨机研磨不同时间(6、7、8、9、10h)后, 对大豆粕微粉体粒径及集聚特性影响。采用激光粒度分析仪测定不同研磨时间的大豆粕微粉体的粒度分布, 利用光学显微镜观察其集聚特性。实验结果显示, 豆粕粉体研磨 6~8h 粒径分布峰值均在 530nm 左右, 有一个停滞期。球磨研磨 10h 后, 豆粕微粉体的最小粒径峰值接近 100nm。研磨后的大豆粕微粉体会出现集聚现象, 大豆粕微粉体集聚颗粒直径多在 3 μ m 以下。不同粒径大豆粕微粉体集聚情况的差异不显著, 但当粒径达到或者小于 100nm, 集聚性质变化较为明显。

关键词: 豆粕; 球磨; 集聚; 粒径

Particle Size and Aggregation of Powder of Milled Soybean Meal

WU Zhi-hua^{1,2}, LIN Qiao-hui², MAO Hui-lin³, YANG An-shu^{1,2}, CHEN Hong-bing^{1,2}

(1.State Key Laboratory on Food Science and Technology, Nanchang University, Nanchang 330047, China;

2.Jiangxi-OAI Joint Research Institute, Nanchang University, Nanchang 330047, China;

3. School of Life Science, Nanchang University, Nanchang 330031, China)

Abstract: To broaden its utilization, the defatted soybean meal was milled by ball mill. The particle size distribution and aggregation of soybean powder after different times (lasting 6, 7, 8, 9, 10 h) milling were analyzed. Then the particle sizes of the powder were measured by photon correlation spectroscopy (PCS), and their aggregation was observed by microscopy. The results showed that milling from 6h to 8h, little difference was found in the size distributions of soybean powder, and all their peak lie on about 530 nm. After 10 h milling, the minimal particle size of soybean powder reaches around 100 nm. Most aggregation particles of soybean powder are below 3 μ m, and the aggregations of soybean powder with different sizes seem quite similar. The aggregation property of the powder changes obviously, when the particle size of soybean powder decreases to about 100 nm.

Key words: defatted soybean meal; ball mill; aggregation; particle size

中图分类号: TS210.9

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2008)09-0315-03

大豆营养非常丰富, 1kg 大豆所含蛋白质相当于 2 kg 牛肉或 4.5kg 猪肉, 且大豆蛋白几乎是完全蛋白质, 含有 8 种人体不能合成且必需的氨基酸、大豆还含有 VE 和皂甙, 是人体天然保健品。

但大豆同时也是重要致敏原食物之一, 在美国、欧盟等制定的容易致敏食物清单中均有大豆。敏感人群在食用或吸入大豆后, 会引起胃部不适或过敏性皮炎等不良反应, 极少数甚至威胁生命安全。随着人们对食物过敏认识程度的提高, 食物过敏已被认为是一

种严重的公共卫生问题^[1]。人们对过敏病症还未有特效的诊疗手段, 从食品中直接避免过敏原是现行唯一有效的措施^[2]。而经大豆粕加工得到的大豆蛋白在食品工业中有广泛应用, 这给大豆敏感人群带来了严重的食品安全问题^[3]。因此, 如何对大豆粕进行加工, 改善其营养性质, 实现其高效利用非常值得研究。

粉碎是食品加工中经常用到的操作单元, 球磨采用行星运转原理产生强大的离心力配合合理的研磨介质和球磨罐对物料进行粉碎, 可以取得较好的研磨效果。球

收稿日期: 2008-05-21

基金项目: 江西省教育厅项目(赣教技字[GJJ08052]号)

作者简介: 吴志华(1976-), 男, 副教授, 博士, 研究方向为食品纳米加工。E-mail: wuzhiahua@ncu.edu.cn

磨研磨过程中, 研磨罐围绕着轴自转, 并在相反的方向上环绕着公共的太阳轴运转, 研磨罐内壁上的离心力带动研磨球按罐转动的方向运动。由于研磨罐内壁和球的速度不同而产生强摩擦力作用在罐内样品上, 研磨球运动产生很高的粉碎能量, 这种冲击动量和摩擦力的组合使得球磨能够对大豆粕进行精细研磨。

已有研究显示, 加工过程中的精细研磨有利于降低食物的致敏性^[4]。本研究利用球磨研磨, 将大豆粕加工成微粉体, 测定其粒径, 观察其集聚形态, 为探索研磨加工与食品致敏性研究奠定基础。

1 材料与方法

1.1 材料

研究所用大豆粕为市售, 经超微粉碎机粉碎, 过120目网筛。

1.2 仪器与设备

PULVERISETE 614 球磨机 德国 Fritsch GmbH 公司; PSA NANO2590 激光粒度分析仪 英国马尔文公司; BX51 光学显微镜 日本 Olympus 公司。

1.3 实验条件

大豆粕粉体直接加入球磨机中进行干法研磨, 研磨时间分别为 6、7、8、9、10h 后, 将大豆粕微粉体取出, 进行粒径测定及集聚状态观察。研磨条件, 研磨罐为玛瑙材质, 容积 500ml, 与其相配的磨球为玛瑙球, 玛瑙球的直径分别为 1cm 和 2cm, 大球与小球的比为 1:1, 使用转速为 800r/min, 球料比为 3:1。

经球磨研磨的大豆粕微粉采用激光粒度分析仪测定粒径。首先将豆粕分散于水中, 用超声发生器使样品充分分散后, 对粒径进行测定。

大豆粕微粉的集聚形态, 采用显微拍照法观察, 用无水乙醇润湿盖玻片沾取少量豆粕微粉体, 置于载玻片上, 利用光学显微镜摄像系统进行拍照。

1.4 数据分析

利用 Image J 图像处理软件对图像进行分析, 求得不同直径聚集颗粒的数量分布, 统计结果利用 MS Excel 分析, 绘制直径分布曲线图, 比较其分布特征。

2 结果与分析

对不同研磨时间的大豆粕微粉体粒径测定结果如图 1 所示。从图 1 中可以看出, 球磨研磨 6~8h, 大豆粕的粒径分布变化不大, 其粒径分布峰值均在 530nm 左右, 而继续研磨后, 大豆粕微粉体最小粒径峰值减小。研磨 9h 后, 大豆粕粒径可以下降到 220nm 左右, 研磨到 10h 后, 最小粒径峰值达 140nm 左右。研磨 6、7、8h 豆粕微粉体粒径峰值均在 530nm 左右, 这说明在研磨过程中, 会出现一个停滞期, 此时粒径随时间的变化

不明显。但随着时间的进一步延长, 粒径又会有较快的减小。已有研究也表明, 球磨研磨一定时间后物料的粒径变化会出现一个停滞期^[5-6]。

在粒度分布图上, 还可以看到在研磨 8、9、10h 的粒径分布有两个峰, 其中研磨 8h 的样品在 5mm 处有一个小峰, 而研磨 9、10h 后的样品, 分别在其最小峰值的 3 倍左右处有另一个较大分布峰, 即波 700nm 处和 450nm 处左右。形成两个峰, 可能是因为使用激光粒度分析仪测粒径时, 超声波未能将样品充分分散, 有部分粉体聚集。

研究中还利用光学显微镜观察了大豆粕的集聚形态。在显微观察前, 豆粕粉体未经过超声波振荡处理。直接将大豆粕置于载玻片上进行显微摄影, 运用 ImageJ 图像处理软件进行分析, 可以得到大豆粕聚集颗粒的粒径分布, 将数据输入 MS Excel 表格, 即可绘制出其分布曲线(图 2)。研究结果显示, 研磨 6h 后, 豆粕聚集颗粒直径主要分布在 50~1500nm。比较研磨 6h 与 7h 后聚集颗粒直径分布曲线, 研磨 7h 后, 直径在 500~1000nm 颗粒增多明显, 1001~1500nm 颗粒数减少近 10%。研磨 8、9h, 直径分布曲线图越来越平坦, 粗颗粒数增

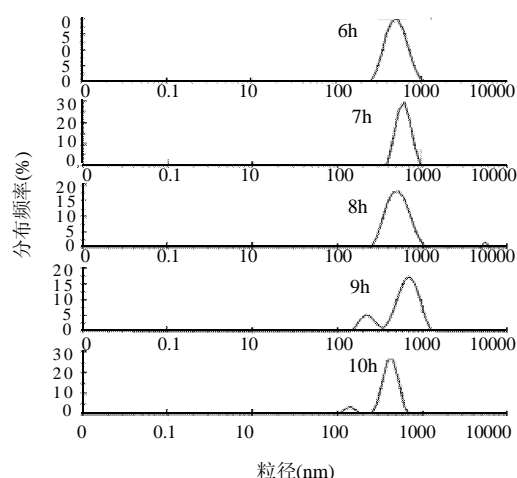


图 1 经不同时间球磨研磨后大豆粕微粉的粒径分布
Fig.1 Distribution of particle size of powder of milled soybean meal

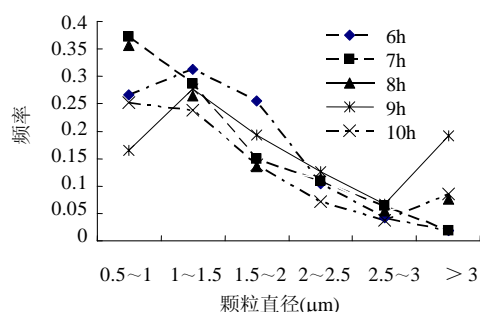


图 2 经不同时间研磨后, 大豆粕微粉体聚集颗粒的直径分布
Fig.2 Distribution of aggregation size of powder of milled soybean meal

多即在 1501~3000 nm 聚集颗粒数明显上升。研磨 10h 后, 颗粒直径 56% 分布在 500~1000nm, 在 1001~1500nm 聚集率也上升, 10h 小颗粒聚集现象增多, 在 1501~3000nm 颗粒聚集很低。

研磨 6h, 聚集颗粒直径 73% 分布在 500~1500nm, 考虑到其粒径分布峰值在 530nm, 聚集颗粒的直径大约相当于自身粒径的 1~3 倍。随时间延长, 研磨 7h 后, 颗粒直径偏向集中在 501~1000nm, 聚集直径大约为自身粒径的 1~2 倍。研磨 8h 后, 聚集颗粒直径分布曲线变平坦, 聚集颗粒直径大约是自身粒径的 1~4 倍。研磨 9h 后, 大豆粕微粉体粒径降至 220nm 时, 聚集颗粒直径分布曲线更为平坦, 较为分散, 聚集团直径大约是自身粒径的 2~9 倍。研磨 10h 后粒径减小到 140nm 时, 聚集颗粒直径分布曲线变倾斜, 87% 集中于 500~1500nm, 其中一半集中于 500~1000nm, 聚集颗粒直径大约是自身粒径的 3~10 倍。

表 1 不同研磨时间, 聚集颗粒的直径分布的 t 检验结果

Table 1 T test results between distributions of aggregation size and those of powder particle at different milling

时间(h)	7	8	9	10
6	1	1	0.94	0.31
7		1	0.95	0.29
8			0.94	0.14
9				0.27

将不同研磨时间, 大豆粕聚集颗粒两两对比, 进行 t 检验, 可得表 1。从统计数据上看, 各组之间大豆粕微粉体的聚集颗粒直径分布没有显著差异。尤其是经 6、7、8h 研磨的三组样品, 其 t 检验结果为 1, 显示它们三者间的聚集分布具有高度的一致性。这个结果与三组研磨样品粒径检测数据是相符合的, 由于各组微粉体的粒径相同, 故其集聚特性也相似。这三组数据与球磨研磨 9h 的样品数据相比, 一致性仍然很高。虽然研磨 9h 后, 大豆粕为粉体的粒径仅为前三组数值的一半以下, t 检验结果返回数值依然高达 0.94~0.95。当大豆粕为粉体颗粒接近 100nm 后, t 检验返回的数值骤然减小。表中可以看到, 与其他各组相比, 经 10h 研磨后, 豆粕聚集颗粒直径的分布出现明显差异。在 t 检验结果中, 各组比较数值都较小, 最大为 0.31, 最小

仅为 0.14。由此可见, 随着大豆粕为粉体粒径的降低, 在 200nm 以上时, 其集聚特性的变化不大, 而一旦其粒径降低到 100nm 左右, 其集聚特性出现较大变化。

3 讨论

精细研磨降低食物过敏性的主要原因之一在于, 颗粒细小的食物进入体内后与消化液接触充分, 体内的酶能够在较短时间内消解过敏原的致敏表位。因此通过将大豆粕研磨加工成为足够细小的颗粒, 降低其致敏性, 拓展其应有范围理论上是可行的。探索研磨加工大豆粕的粒径及集聚特性, 可以为大豆粕的深加工应用, 以及大豆制品致敏性降低或消除提供参考。

在研磨过程中一段时间内 (6~8h) 出现豆粕粒径基本上没有改变, 出现一个停滞阶段。此后大豆粕微粉体粒径迅速减小, 研磨 9h, 粒径降低为 220nm, 研磨 10h 后, 其最小粒径接近 100nm。如继续研磨, 大豆粕微粉体粒径有望下降到 100nm 以下。

一般而言, 粉体都会出现聚集现象。这主要是因为颗粒越小, 但单位体积或质量的颗粒, 其总表面积越大, 其团聚的趋势也越大。研究中发现, 总体而言, 随着粒径的减小, 大豆粕微粉体的集聚现象变得更加明显, 且在粒径接近 100nm 时, 集聚特性会出现明显变化。在粒径峰值同为 530nm 的三组样品, 它们的集聚特性也基本相同。而当粉体的粒径峰值下降到 530nm 的一半以下, 即 220nm 时, 其集聚特性仍然为发现大的变化。粉体的粒径峰值再下降 80nm, 达到 140nm 时, 其集聚特性发生了较大变化。由此可以推断, 当粉体的粒径峰值下降到 100nm 左右或者 100nm 以下时, 有望发现大豆粕微粉体的新的集聚特性。

参考文献:

- [1] 郑武飞. 医学免疫学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 1989.
- [2] PONS L, BURKS W. Novel treatments for food allergy[J]. Expert Opinion on Investigational Drugs, 2005, 14(7): 829-834.
- [3] HERMAN E. Soybean allergenicity and suppression of the immunodominant allergen[J]. Crop Science, 2005, 45(2): 462-467.
- [4] HEFLE S L. Impact of Processing on Food Allergens[M]. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 1999.
- [5] 黄智勇, 王翔, 刘学建, 等. 氮化硅粉体的行星式球磨工艺研究[J]. 陶瓷科学与艺术, 2003, 37(6): 21-25.
- [5] 简铭. 在超细粉碎过程中研磨时间与粒度的关系初探[J]. 矿业研究与开发, 1999, 19(4): 44-45.