

牡蛎壳超微粉碎工艺及粉体性质

王 亮¹, 张 慇¹, 孙金才², 杜卫华²

(1. 江南大学 食品学院, 江苏 无锡 214036; 2. 海通食品集团股份有限公司, 浙江 宁波 315300)

摘 要: 为了探索钙添加剂的超微粉碎加工工艺及粉体性质, 将牡蛎壳清洗、干燥、初步粉碎后进行超微粉碎. 确定牡蛎壳超微粉碎的最佳工艺参数为: 进料速度 0.062 5 g/s, 气流压力: 进料压力、粉碎压力为 0.56 MPa, 进料粒度 150 μm , 粉碎一次. 由超微粉碎得到的粉体, 更易溶解于水, 而且在水中的分散速度更快.

关键词: 超微粉碎; 粉体; 粒度

中图分类号: S 985.3⁺4

文献标识码: A

The Process of Super Micron-Milling of Oyster Shells and the Powder Property

WANG Liang¹, ZHANG Min¹, SUN Jin-cai², DU Wei-hua²

(1. School of Food Science and Technology, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China; 2. Haitong Food Group Company, Ningbo 315300, China)

Abstract: The oyster shells were processed by super micron-milling after being washed, dried and preliminary milling, to explore the super micro-milling techniques and the powder's property. The best process parameters for shell's super micron-milling were determined by the experiments as: feeding speed, 0.062 5 g/s; air press (feeding-press, milling-press), 0.56 MPa; feeding particle size, 150 μm , and milling time, one. The powder produced by super micron-milling can be dissolved and dispersed in water easily and fastly.

Key words: super micron-milling; powder; powder size

超微粉碎一般是指将 3 mm 以上的物料颗粒粉碎至 10~25 μm ^[1] 以下的过程. 已经进行的研究表明^[2~5], 由于颗粒大小向微细化发展, 所以会导致表面积和孔隙率极大幅度的增加. 因此超微粉体具有独特的物理和化学性质, 例如具有良好的溶解性、分散性、吸附性、化学活性等, 应用领域十分广泛^[6].

目前, 我国对于牡蛎等海产品的加工仅仅局限于其可食用的肉部分, 但是, 对于占牡蛎质量 60%

以上的牡蛎壳的加工却很少. 贝壳中含有极其丰富的钙, 在牡蛎的贝壳中, 碳酸钙质量分数超过 90% 以上. 如果能够充分利用这些钙, 将是对资源的再次利用, 具有重要意义.

本实验采用物理方法对牡蛎壳进行加工, 基本不添加任何化学成分, 保证了产品的天然特征. 利用超微粉碎技术, 将牡蛎壳粉碎至很细小的粉粒, 促使粉粒的表面性质发生变化, 以达到贝壳更好地被人体吸收利用的目的^[7].

收稿日期: 2003-05-05; 修回日期: 2003-09-12.

基金项目: 宁波市农业攻关项目(200C10018)资助课题.

作者简介: 王亮(1977-), 男, 新疆乌鲁木齐人, 食品科学与工程硕士研究生.

1 材料与方法

1.1 原料与试剂

1.1.1 原料 牡蛎:产自浙江慈溪(由浙江海通食品集团股份公司提供)。

1.1.2 试剂 盐酸(分析纯):上海振兴化工二厂生产;乙醇(分析纯):上海振兴化工一厂生产;氯化钠注射液(0.9 g/dL):张家港市制药厂生产。

1.2 主要设备

AO 台式微型气流粉碎机:宜兴清新粉体机械有限公司生产;DELTA320-S 型数显 pH 计:梅特勒-托列多(上海)有限公司生产;101-1-BS 型电热恒温鼓风干燥箱:上海跃进医疗器械厂生产;HH-2 型数显恒温水浴锅:常州国华电器有限公司生产;HJ-3 型恒温磁力搅拌器:江苏金坛市荣华仪器有限公司生产;FA1104 型电子天平:上海天平仪器厂生产;LMS-24 型激光粒度仪:日本清新公司生产;S×2-4-10 型马弗炉:上海市实验仪器总厂生产;DDS-11AT 型电导率仪:上海雷磁新泾仪器有限公司生产。

1.3 实验方法

1.3.1 牡蛎壳超微粉碎的工艺流程 牡蛎壳→清洗→烘干→脆化→粗粉碎→细粉碎→超微粉碎

1.3.2 粒度、出粉率、溶解率、电导率的测定

1) 粒度的测定:采用激光粒度仪测定超微粉体的粒度。

2) 出粉率的计算:

$$\text{出粉率} = \frac{\text{粉碎后得到超微粉体的质量}}{\text{被粉碎原料的质量}} \times 100\%$$

3) 溶解率的计算:

$$\text{溶解率} = 1 - \frac{\text{烘干后残渣质量}}{\text{放入溶液原料的质量}} \times 100\%$$

4) 电导率的测定:采用电导率仪进行测定,用光亮电极。

1.3.3 牡蛎壳超微粉碎工艺的确定 称取 20 g 经过细粉碎的牡蛎壳原料进行超微粉碎,以此为基准计算出粉率。

影响超微粉碎的主要因素主要有:进料速度、气流压力、进料粒度、粉碎次数等 4 个因素,测试指标为出粉率和粒度。分别进行针对进料速度、气流压力、进料粒度、粉碎次数的单因素试验,得出牡蛎壳超微粉碎的最佳工艺。

1.3.4 牡蛎壳超微粉体的性质

1) 溶解性:由于牡蛎壳中的钙为碳酸钙水难溶物,针对碳酸钙溶解度可以定义为:称取 1 g 碳酸

钙放入 100 mL 水溶液中,搅拌 30 min,取沉淀称重,得到溶解率的数值就是此时碳酸钙的溶解度。

比较了粒度分别为 1 000,150,5 μm 不同粉体在不同温度(30,40,50,60,65 $^{\circ}\text{C}$)的溶解度,以发现超微粉体溶解度的变化。

2) 分散性:比较了粒度分别为 1 000,150,5 μm 不同粉体在不同温度(30,40,50,60,65 $^{\circ}\text{C}$)、不同时间间隔(15,30,45,60 min)的溶解率,从溶解率变化上,以发现超微粉体在分散性方面的优势。

2 结果与讨论

2.1 牡蛎壳超微粉碎工艺的确定

2.1.1 进料速度对粉碎效果的影响 称取 20 g 经过细粉碎粒度为 150 μm 的牡蛎壳原料,在气流压力为:进料压力、粉碎压力为 0.56 MPa,粉碎一次的条件,采取不同的进料速度,分别为 0.031 25, 0.062 5,0.125 00,0.250 00,0.500 00 g/s,进行超微粉碎,比较不同进料速度对粉碎效果的影响,结果见图 1。由图 1 可以看出,随着进料速度的提高,物料反喷减少,出粉率提高,但进料速度提高后,物料粉碎时间减少,所以产品粒度增大。实验要求在粒度降低的同时必须保证出粉率尽量提高。可以看出,进料速度在 0.031 25 g/s 和 0.062 5 g/s 时,粒度变化不大,但是出粉率却得到了极大提高。所以,选择进料速度为 0.062 5 g/s。

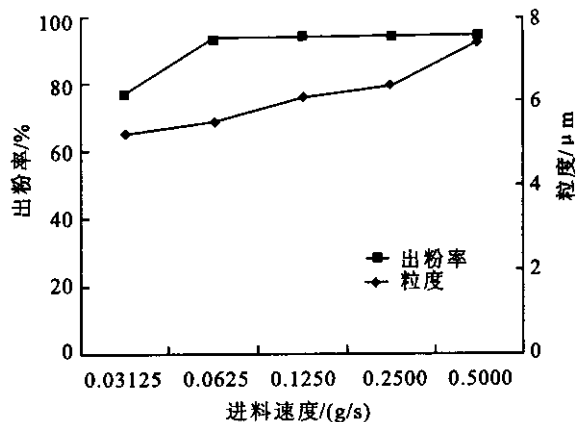


图 1 进料速度对粉碎效果的影响

Fig. 1 The effect of feeding speed on milling

2.1.2 气流压力对粉碎效果的影响 实验中,气流压力可以分为进料压力和粉碎压力,而两者有着依赖关系,所以要分成几种情况进行讨论。将实验气流压力分为 3 种情况:(1)进料压力等于粉碎压力;(2)粉碎压力减进料压力为 0.07 MPa;(3)粉碎压力减进料压力为 0.14 MPa。

由图 2,3 可以看出,当压力越高,则产品粒度越低,但是粉碎压力大于进料压力时,就会出现反

喷现象,出粉率就会降低.所以,在粉碎压力等于进料压力为 0.56 MPa 时,出粉率和粒度都可以得到较为满意的数值,所以选择气流压力为:粉碎压力等于进料压力等于 0.56 MPa.

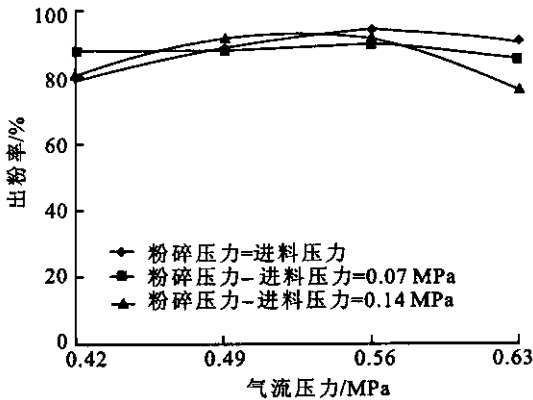


图 2 气流压力对出粉率的影响

Fig. 2 The effect of air press on the productivity

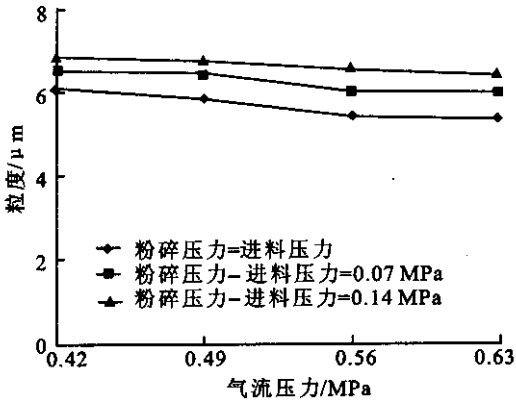


图 3 气流压力对粒度的影响

Fig. 3 The effect of air press on particle size

2.1.3 进料粒度对粉碎效果的影响 在气流压力为:进料压力等于粉碎压力等于 0.56 MPa,进料速度为 0.062 5 g/s,粉碎一次的条件下,分别称取经过细粉碎粒度为 150,260,1 000 μm 的牡蛎壳原料进行超微粉碎,比较不同进料粒度对粉碎效果的影响,结果见图 4.

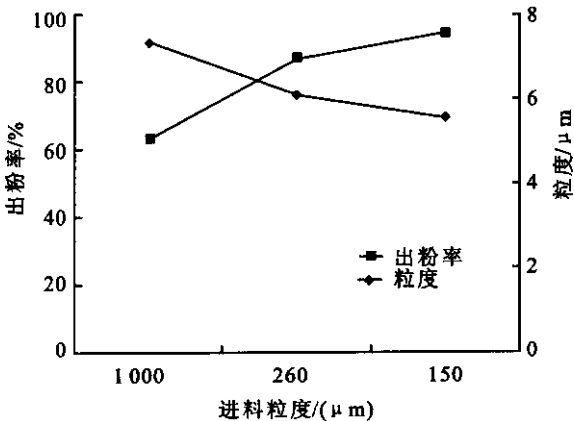


图 4 进料粒度对粉碎效果的影响

Fig. 4 The effect of the material size on the milling

由图 4 可以看出,随着进料粒度的减小,出粉率得以提高,产品粒度也在降低,所以选择进料粒度为 150 μm.

2.1.4 粉碎次数对粉碎效果的影响 称取 20 g 经过细粉碎粒度为 150 μm 的牡蛎壳原料,在气流压力为:进料压力等于粉碎压力等于 0.56 MPa,进料速度为 0.062 5 g/s 的条件下,分别进行 1 次、2 次、3 次超微粉碎.比较不同粉碎次数对粉碎效果的影响,结果见图 5.由图 5 可以看出,随着粉碎次数的增加,出粉率降低明显,粒度降低不是太明显,考虑到经济效益,即选择粉碎一次.

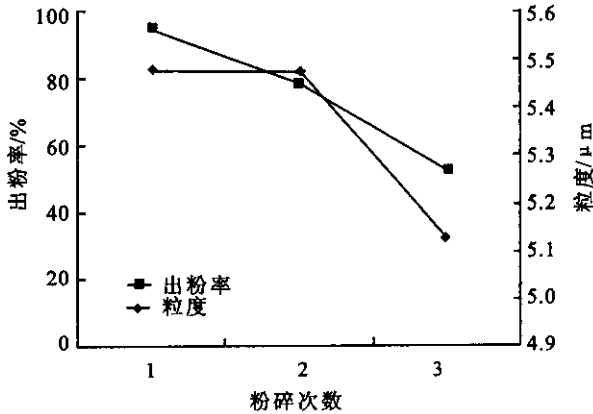


图 5 不同粉碎次数对粉碎效果的影响

Fig. 5 The effect of milling times on the milling

综上所述,牡蛎壳超微粉碎的最佳工艺为:进料速度 0.062 5 g/s;气流压力:进料压力等于粉碎压力等于 0.56 MPa;进料粒度为 150 μm,粉碎一次.

2.2 牡蛎壳超微粉体的性质

2.2.1 溶解性 称取粒度分别为 1 000,150,5 μm 的牡蛎壳粉体各 1 g,放入 100 mL 的去离子水中,磁力搅拌,分别测定在 30,40,50,60,65 ℃ 下溶解度的变化,结果见图 6.

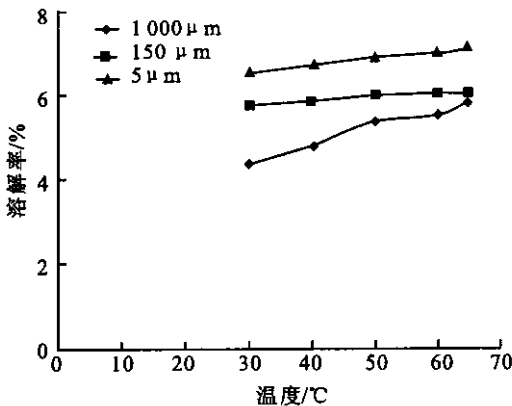


图 6 不同粒度粉体溶解度的比较

Fig. 6 The comparison of solubility of different particle size

由图 6 可以看出,随着温度的升高,不同粒度粉体的溶解度都在升高,但是,粒度为 $5\mu\text{m}$ 的超微粉体的溶解度明显高于其他粒度粉体的溶解度.这是因为超微粉体比表面积很大,表面能较大,单个颗粒的性质十分活跃,更容易溶解于水,这即是超微粉体的优势所在.

2.2.2 分散性 称取粒度分别为 $1\,000$, 150 , $5\mu\text{m}$ 的牡蛎壳粉体各 1 g ,放入 100 mL 的去离子水中,磁力搅拌,在 30 , 40 , 50 , 60 , $65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下,于不同时间间隔(15 , 30 , 45 , 60 min)分别测定溶解度和电导率的变化.以 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的变化为例,结果见图 7, 8.

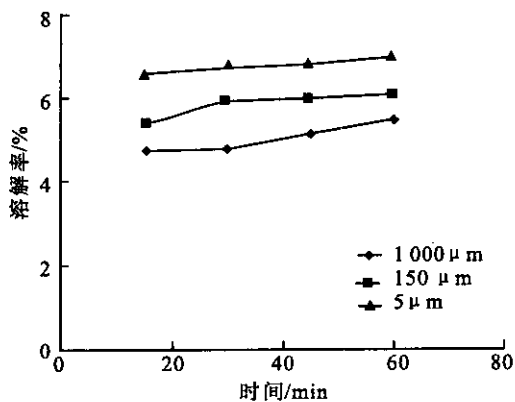


图 7 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 溶解率的变化

Fig. 7 The change of solubility at $40\text{ }^{\circ}\text{C}$

由图 7 可以看出,随着时间的延长,不同粒度的溶解率都会提高.但从图 7 可以明显看出,粒度为 $5\mu\text{m}$ 的超微粉体的溶解率变化曲线更为平滑,溶解率曲线的斜率更小,这说明,粒度为 $5\mu\text{m}$ 的超微粉体在水中更容易分散,而且分散的更加均匀.所以,粒度为 $5\mu\text{m}$ 的超微粉体的分散性要好于粒度为 $1\,000\mu\text{m}$ 和 $150\mu\text{m}$ 的粉体.

参考文献:

- [1] Howard G B. Modern Methods of Particle Size Analysis [M]. John Wiley & Sons, 1984: 5—10.
- [2] 张立德. 超微粉碎制备与应用技术[M]. 北京:中国石化出版社,2001. 23—77.
- [3] 郑水林. 超细粉碎原理、工艺设备及应用[M]. 北京:中国建材工业出版社,1993. 142—292.
- [4] 陆厚根. 粉体工程导论[M]. 上海:同济大学出版社,1992. 43—78.
- [5] 郑水林. 粉体表面改性[M]. 北京:中国建材工业出版社,1995. 9—18.
- [6] Young B D, Bryson A W, Van vliet B M. An evaluation of the technique of polygonal harmonics for the characterization of particle shape[J]. Powder Technol, 1990, (63): 157—159.
- [7] 董文彦,张东平,孙元智. 超微颗粒钙在大鼠体内的吸收和利用[J]. 营养学报,1998, (1): 31—34.

(责任编辑:杨 勇)

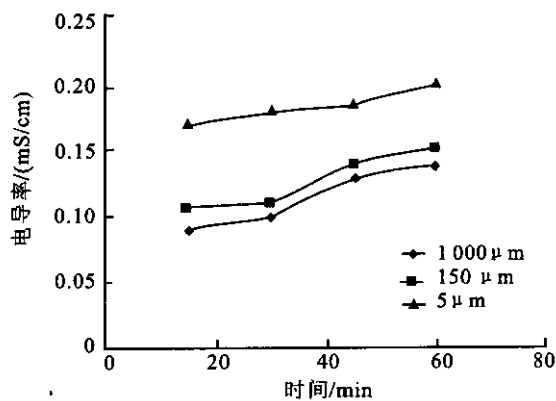


图 8 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电导率的变化

Fig. 8 The change of conductivity at $40\text{ }^{\circ}\text{C}$

由图 8 看出,随着时间的延长,不同粒度的电导率都会提高.很明显,粒度为 $5\mu\text{m}$ 的超微粉体的电导率变化曲线更为平滑,电导率曲线的斜率更小.这表明,粒度为 $5\mu\text{m}$ 的超微粉体在水中更容易分散,而且分散的更加均匀.所以,粒度为 $5\mu\text{m}$ 的超微粉体的分散性要好于粒度为 $1\,000\mu\text{m}$ 和 $150\mu\text{m}$ 的粉体.

综合以上溶解率和电导率的变化,可以得出超微粉体的分散性要好于一般粒度粉体的分散性.这是由于超微粉体的表面能很大,性质活跃,能够更好的与水结合,分散于水项中,而且这种分散的速度十分快.

3 结 论

1) 牡蛎壳超微粉碎的最佳工艺:进料速度为 0.0625 g/s ;气流压力为:进料压力等于粉碎压力等于 0.56 MPa ;进料粒度为 $150\mu\text{m}$,粉碎一次.

2) 超微粉体易溶解于水,而且在水中的分散速度更快.