

大麦苗粉的超微粉碎及其特性研究

王丽萍¹, 张 慜^{*1}, 黄少波², 何玲飞²

(1. 食品科学与技术国家重点实验室, 江南大学, 江苏 无锡 214122; 2. 海通食品集团股份有限公司, 浙江 慈溪 315300)

摘要: 以干燥的大麦苗粗粉为原料, 进行不同程度的超微粉碎, 比较粒径大小对麦苗微粉一些特性的影响, 并采用热分析系统观测对热敏性成分的损失。结果表明: 麦苗超微粉粒度分布窄, 均匀度高, 质量易控。制备超微粉的过程会对麦苗粉的热敏性成分造成一定的损失。通过研究麦苗微粉休止角、堆密度及其粒径大小对色泽以及浸出物含量的影响, 确定麦苗微粉粒度在 80~90 μm 时综合品质较好, 利于产品的生产应用。

关键词: 麦苗微粉; 超微粉碎; 粒径; 特性

中图分类号: TS 255.2 文献标志码: A 文章编号: 1673—1689(2014)01—0080—06

Ultra-Fine Pulverization of Barley Plant Powders and the Study of Characteristics

WANG Liping¹, ZHANG Min^{*1}, HUANG Shaobo², HE Lingfei²

(1. State Key Laboratory of Food Science and Technology, Jiangnan University, Wuxi 214122, China; 2. Haitong Food Group Company, Cixi 315300, China)

Abstract: This manuscript investigated the ultra-fine pulverization of barley plant powders, then the characteristics and thermosensitive compositions were determined by TGA. The results showed that the barley plant micropowders exhibited a narrower size distribution, higher uniformity and easier quality control. The thermosensitive composition would cause a certain losses when the barley plant meal was pulverized. By study the repose angle and bulk density of barley plant micropowders and its effect on color and extract content, these experiments demonstrated that the average particle size of barley plant micropowders ranging from 80 to 90 μm possessed better quality in comprehensive utilization and had an advantage in the product application.

Keywords: barley plant micropowders, ultra-fine pulverization, particle size, properties

超微粉碎技术是近年来国际上发展起来的一项应用现代物理或化学方法对材料进行微粉化的新技术, 已经广泛应用于食品、化工、医药、化妆品、

染料、涂料、电子和航空航天等许多技术领域^[1]。目前, 工业上制备超微粉的方法包括化学法和机械法。机械超微粉碎是一项比较容易实现工业化的实

收稿日期: 2013-06-05

基金项目: 江苏省科技厅产学研项目(BY2012063)。

* 通信作者: 张 慜(1962—), 男, 浙江平湖人, 工学博士, 教授, 博士研究生导师, 主要从事农产品贮藏加工研究。E-mail: min@jiangnan.edu.cn

用技术,也是食品加工中应用最广泛的制备超微粉体的手段^[2]。超微粉碎技术在食品工业中拥有广阔的发展前景,它为富含纤维功能性食品的发展构想带来了新的机遇^[3]。近年来,伴随着纳米技术的兴起,超微粉碎技术的应用得到了迅速的发展。超微粉碎技术被用于生产产品,以此探索食品、药品的新特性。研究发现,一些中药的物理和功能性在超微粉碎期间会随着粒径的变化而发生改变^[4]。超微粉碎技术具有的特点是速度快、时间短,可低温粉碎,粒径细且分布均匀,节省原料、提高利用率,减少污染,提高发酵、酶解过程的化学反应速度,利于机体对营养成分的吸收^[5]。

据研究,麦嫩苗汁液是世界上单项资源中营养物质含量丰富、分布均衡、适合人体细胞需要的保健品资源,是营养细胞、修复细胞创伤的最佳选择^[6]。麦苗粉是以小麦或大麦嫩叶加工而成,富含蛋白质、氨基酸、活性酶、叶绿素、维生素、矿物质等^[7]。尤其,麦苗是超氧化物歧化酶和过氧化氢酶的丰富来源^[8]。日常口服适量麦苗粉对维护人体健康有明确效果,且长期服用未发现不良的毒副作用^[9]。随着麦苗保健功能的研究,对麦苗干燥、杀菌的研究也取得了明显的进展^[10]。但是目前关于麦苗粉超微粉碎对麦苗粉特性影响的研究还较少。作者旨在考察麦苗粉的超微粉碎及粉碎程度对麦苗粉一些特性的影响,通过对其主要参数的统计分析,为麦苗粉在食品加工中的应用提供理论依据。

1 材料与方法

1.1 实验原料

大麦麦苗粗粉:海通食品集团提供。

1.2 主要仪器与设备

Q-250A3 型高速多功能粉碎机:上海冰都电器有限公司产品;PM100 型行星式球磨机:德国 RETSCH 公司产品;ZM200 型超离心研磨仪:德国 RETSCH 公司产品;S3500 型激光粒度分析仪:美国 Microtrac 公司产品;Cryomill 型全自动低温冷冻球磨机:德国 RETSCH 公司产品;TGA/SDTA851e 型热分析系统:瑞士梅特勒-托利多仪器有限公司产品;CR-400 型色度计:日本 KONICA MINOLTA 公司产品;SHB-ⅢA 型循环水式多用真空泵:上海豫康科教仪器设备有限公司产品;102-2-BS 型电热恒温鼓风干燥箱:上海跃进医疗器械厂产品。

1.3 实验方法

1.3.1 麦苗粉的粉碎及粒径分析 取一定量的大麦苗粗粉进行微粉化。粉碎过程参数如下:Q-250A3 型高速多功能粉碎机粉碎 5 mins,PM100 型行星式球磨机采用 6 个 3 cm 的研磨球和 250 mL 的不锈钢罐在 600 r/min 下粉碎 10mins,ZM200 型超离心研磨仪采用 12 齿转刀 16 000 r/min 条件下粉碎,分别过 250 μm 和 500 μm 的筛子。取以上条件得到的样品进行粒径分析。

1.3.2 粒径大小对热敏性成分的影响 待测试样为 PM100 型球磨机粉碎的微粉和 Cryomill 全自动冷冻球磨机粉碎的微粉,坩埚恒重,取待测试样大约 10 mg 置于坩埚中,设置程序,初始温度 30 $^{\circ}\text{C}$,升温速率 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,终止温度 300 $^{\circ}\text{C}$ 。

1.3.3 粒径大小对休止角和堆密度的影响 漏斗固定于铁架台上,铁架台水平放置于固定好的坐标纸上,其下口距离坐标纸的高度为 H ,整个操作过程中 H 不变(由于 H 不同,休止角也会有所不同,从而减少系统误差),将样品缓缓倒入漏斗中,一直到漏斗下形成的圆锥体的尖端接触到漏斗的下口为止,测量圆锥底部的直径 D ,由 $\text{tg}\alpha=2H/D$,可得休止角^[11]。堆密度是指粉体的质量除以该粉体所占容器的体积 V 求得的密度。将粉体装入容器中所测得的体积包括粉体真体积、粒子内空隙、粒子间空隙等,因此测量容器的形状、大小、物料的装填速度及装填的方式等影响粉体体积。

1.3.4 粒径大小对色泽的影响 色泽的测定是通过感官测定和色差测定共同完成的。

1.3.5 粒径大小对浸出物质量分数的影响^[11] 实验共测定了 5 个粒度分布的 4 种方式浸出物的含量,分别为冷水浸法、热水浸法、冷醇浸法和热醇浸法。冷水浸法:分别取粒度为 $d \leq 180 \mu\text{m}$ 原样和 $d > 180 \mu\text{m}$ 、 $106 \mu\text{m} < d \leq 180 \mu\text{m}$ 、 $75 \mu\text{m} \leq d < 106 \mu\text{m}$ 、 $d \leq 75 \mu\text{m}$ 麦苗微粉供试品各 4 g,分别置于编号 A、B、C、D、E 的 250 mL 的锥形瓶中,各加入 100 g 冷蒸馏水,密闭、冷浸。前 6 h 内震摇,再静置 18 h,用真空抽滤器迅速抽滤,精密量取滤液 20 mL,置已经干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干后,于 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 3 h,移至干燥器中,冷却 30 min,迅速精密称定,以干燥品计算供试品中水溶性浸出物的含量(%)。热水浸法:分别取粒度 $d \leq 180 \mu\text{m}$ 原样和 $d > 180 \mu\text{m}$ 、 $106 \mu\text{m} < d \leq 180 \mu\text{m}$ 、 $75 \mu\text{m} \leq d < 106 \mu\text{m}$ 、 $d \leq 75 \mu\text{m}$

μm 麦苗微粉供试品各 4 g, 分别置编号为 A、B、C、D、E 的 250 mL 的锥形瓶中, 各加入 100 g 蒸馏水, 密闭, 称定, 静置 1 h 后, 连接回流冷凝管, 加热至沸腾, 并保持微沸 1 h。放冷后, 取下锥形瓶, 密塞, 称定, 用水补足减失的重量, 摇匀, 用真空抽滤机抽滤。精密量取滤液 20 mL, 置已经干燥至恒重的蒸发皿中, 在水浴上蒸干后, 于 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 3 h, 移至干燥器中, 冷却 30 min, 迅速精密称定, 以干燥样品计算供试品中水溶性浸出物的质量分数(%)。冷醇浸法: 按照水溶性浸出物的测定方法冷水浸法测定。以同体积体积分数 95% 乙醇代替水为溶剂。热醇浸法: 按照水溶性浸出物的测定方法热水浸法测定。以同体积体积分数 95% 乙醇代替水为溶剂。

2 结果与分析

2.1 麦苗粉的粉碎及其粒径分析

麦苗粉的粒度分布参数图如表 1 所示, 粒径分布图如图 1 所示。统计分析表明, 经过处理的微粉存在的共同点是, 一类微粉趋向小于 50 μm , 达到破壁的范围, 另一部分微粉大于 100 μm 。随着不断的处理, 较粗的粉体不断的细化, 有达到融合的趋势。同时反映出麦苗粉经过普通粉碎存在着大量的微细颗粒和少量的大颗粒, 其存在方式是大量的微细颗粒吸附在少量的大颗粒上, 这是造成麦苗粉不均匀的主要原因, 也是过筛之后会有一部分粒径远远大于筛孔的原因。分析可知, 选择 PM100 对麦苗粉进行超微粉碎的效果是最好的。超微粉体与麦苗细粉在粒度分布方面有很大不同, 超微粉体粒度分布窄, 均匀度高, 质量易控; 麦苗细粉粒度分布宽, 均匀度差, 难以控制其质量。从团聚机理方面来看, 超微粉体由于表面积急剧增大, 其微细颗粒间相互作用力也增大, 其主要作用力为微细颗粒分子间作用力, 静电作用力及毛细作用力, 其中又以分子间作用力起最主要作用, 这些相互作用力的存在, 使粒度大小均匀的超微粉体原级颗粒组合成凝聚体和复聚体的形式, 因此, 超微粉体在外观上常常呈团聚状。而麦苗细粉存在大量微细颗粒和少量较大颗粒, 其团聚原因是由较大颗粒的重力、静电力在内的所有质量力对其周围的微细颗粒产生吸附作用。因此, 从外观上可以看到麦苗细粉呈粉末与颗粒相互夹杂状^[1]。

表 1 麦苗粉的粒度分布参数

Table 1 Grain size distribution parameters of the Barley Plant Powders

类别	$D_{10}/\mu\text{m}$	$D_{50}/\mu\text{m}$	$D_{90}/\mu\text{m}$
PM100	9.36	103.6	36.34
ZM200-500 μm Sieves	33.37	267.2	118.9
ZM200-250 μm Sieves	17.59	178.7	80.41
Q-250A3-75 μm Sieves	14.03	95.20	47.28
Q-250A3-106 μm Sieves	45.63	179.4	95.01

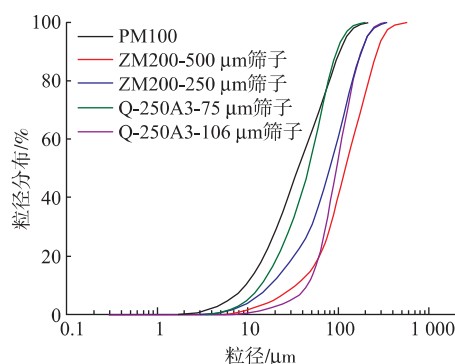


图 1 麦苗微粉的粒径分布图

Fig. 1 Cumulative distribution of the Barley Plant Powders

2.2 粒径大小对热敏性成分的影响

图 3 曲折线中显示的细微折线最多, 也就是说随着温度的变化不同的热敏性成分在逐渐发生一些变化, 图 3 比图 2 的细微折线少, 也就是说一部分热敏性成分在超微粉碎过程中损失了, PM100 粉碎后的样品测试仅有几个小的折线和两个较大凹陷, 因此 Cryo-mill 全自动低温冷冻研磨仪的效果最理想, 可以用作基准物质; 每个图中第一条线表示的是质量随着温度或时间的变化情况, 第二条线表示的是质量的变化率随着温度或时间的变化, 第三条线表示的是样品的升温速率随着温度或时间的变化, 从图上观测到在大于 40 $^{\circ}\text{C}$ 时, 麦苗粉的质量就会开始减少, 在 110 $^{\circ}\text{C}$ 时完成第一次大的质量变化, 这个过程中 Cryo-mill 低温冷冻研磨仪处理麦苗粉的损失率大约为 4.8957%, 相对于 PM100 是多的, 但是具体是哪些物质损失了, 还需要结合其他分析手段进一步分析, 这个过程相对于较复杂, 因为不但有热敏性成分的损失, 还有水分的损失; 从图中的第三条曲线中可以看到都有一个样品升温速率突然增大又下降的的转折点, 猜想首先是麦苗粉在坩埚内表面易吸热导致升温速率突然提高, 样品内部的吸热需要一个过程, 因此温度又下降, 最终又升温, 达到内外温度一致。

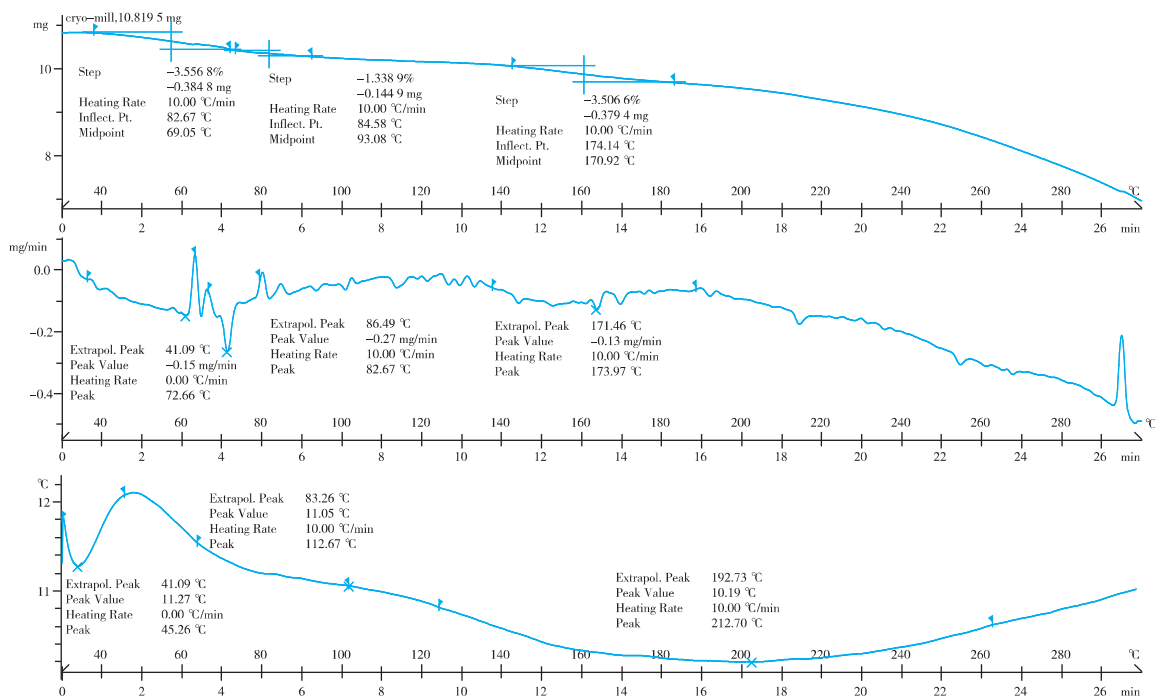


图 2 Cryomill 处理的麦苗微粉的 TGA 图

Fig. 2 TGA graph of Barley Plant for Cryomill

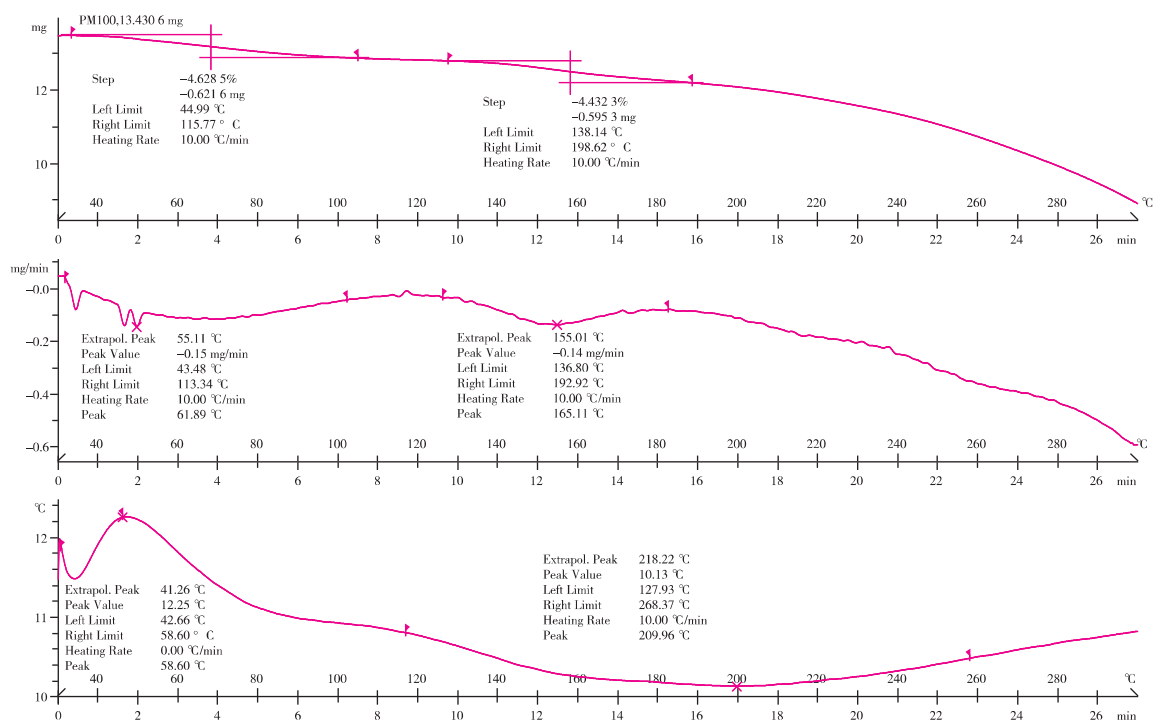


图 3 PM100 处理的麦苗微粉的 TGA 图

Fig. 3 TGA graph of Barley Plant for PM100

2.3 粒径大小对休止角和堆密度的影响

休止角 (θ) 是评价粉末流动性的一个重要参

数, $\theta \leq 30^\circ$ 流动性好, $\theta \leq 40^\circ$ 可以满足生产过程中流动性的需求, $\theta > 40^\circ$ 流动性不好。堆密度 (ρ_b) 是反应

粉体充填性的指标之一,在片剂、胶囊剂的装填过程中具有重要的意义,堆密度大有利于粉末的充填。由表2看出, $d>180\ \mu\text{m}$ 粉体的流动性最差,且堆密度最小;5个样品中有3个样品的休止角小于40度,其中 $106\ \mu\text{m}<d\leq 180\ \mu\text{m}$ 和 $75\ \mu\text{m}\leq d<106\ \mu\text{m}$ 粉体的休止角比较接近; $75\ \mu\text{m}\leq d<106\ \mu\text{m}$ 粉体的堆密度最大,充填性最好。实验说明,麦苗粉粉碎的粒度对产品的加工有一定的影响。

表2 不同粒径麦苗粉的休止角和堆密度

Table 2 Repose angle and bulk density for the different particle size of barley plant powder

粒径	休止角(θ)/(°)	堆密度(ρ_b)/(g/cm ³)
$d>180\ \mu\text{m}$	48.64	0.2698
$d<180\ \mu\text{m}$	36.58	0.3658
$106\ \mu\text{m}<d\leq 180\ \mu\text{m}$	38.97	0.3864
$75\ \mu\text{m}\leq d<106\ \mu\text{m}$	38.89	0.3882
$d\leq 75\ \mu\text{m}$	44.59	0.3464

2.4 粒径大小对色泽的影响

粒径的大小对感官指标有一定的影响,结果如

表3所示。不同的粒径范围对外观、色泽和触感有不同的效果,由结果分析可知,粒径在 $d<106\ \mu\text{m}$ 时麦苗粉的外观、色泽和触感是较好的。同样,不同粒径对色差也有一定的影响,结果如表4所示。 $+\Delta L$ 表示明亮, $-\Delta L$ 表示较暗的; $+\Delta a$ 表示较红的(少绿的), $-\Delta a$ 表示较绿的(少红的); $+\Delta b$ 表示较黄的(少蓝的); $-\Delta b$ 表示较蓝的(少黄的)。在表4中,可看到随着颗粒的减小,亮度有增加的趋势,色泽也有明显的提高。其中 $75\ \mu\text{m}<d<106\ \mu\text{m}$ 和 $d<75\ \mu\text{m}$ 麦苗粉的色泽较为理想。

表3 不同粒径麦苗粉的感官指标

Table 3 Sensory index for the different particle size of Barley Plant Powders

粒径	外观	色泽	触感
$d>180\ \mu\text{m}$	粉状,夹杂丝状	绿色,略带黄色	粉末感
$d<180\ \mu\text{m}$	细小片状	绿色泛黄	无粉末感
$106\ \mu\text{m}<d\leq 180\ \mu\text{m}$	粉末状	深绿泛黄	粉末感
$75\ \mu\text{m}\leq d<106\ \mu\text{m}$	粉末状	绿色	粉末感
$d\leq 75\ \mu\text{m}$	粉末状	淡绿色	细腻粉末感

表4 不同粒径麦苗粉的色度

Table 4 Chroma for the different particle size of Barley Plant Powders

粒径	L^*	a^*	b^*	ΔL^*	Δa^*	Δb^*	ΔE^*
$d>180\ \mu\text{m}$	39.56	-8.53	12.87	-57.15	-3.38	5.98	57.56
$d<180\ \mu\text{m}$	42.17	-8.76	13.17	-54.54	-3.61	6.28	55.02
$106\ \mu\text{m}<d\leq 180\ \mu\text{m}$	38.93	-8.39	11.67	-57.78	-3.24	4.78	58.06
$75\ \mu\text{m}\leq d<106\ \mu\text{m}$	42.48	-10.14	14.14	-54.23	-4.99	7.24	54.94
$d\leq 75\ \mu\text{m}$	49.69	-12.40	17.76	-47.03	-7.26	10.87	48.81

2.5 粒径大小对浸出物含量的影响

粒径大小对浸出物含量的影响结果如图4和5所示。由图4可知,麦苗微粉的水溶性浸出物含量均大于醇溶性浸出物的含量,因此选择以水为溶剂;随着麦苗微粉粒径的减小,水溶性浸出物的含量增加,醇溶性浸出物的含量没有发生很大的变化,粒径在 $75\sim 106\ \mu\text{m}$ 较为合适,此时水溶性浸出物的含量最大;热水浸出物含量和冷水浸出物的含量差异不是很大,考虑到经济性和对热敏性成分的影响,选择冷水为溶剂。由图5可知,4种处理方式对浸出物的含量的影响中,前两组水溶性浸出物的含量明显高于后两组醇溶性浸出物的含量;有3组随着麦苗微粉粒径的减小而增大,在达到 $75\ \mu\text{m}$ 左

右浸出物的含量不再发生改变,因此微粉的粒径确定为 $75\sim 106\ \mu\text{m}$ 较为合适;在小于 $180\ \mu\text{m}$ 的原始样品中,浸出物的含量明显高于经过粉碎后的微粉,因此,选择使用全麦苗微粉的营养价值较高,在粉碎过程可以采取粉碎一段时间后过 $106\ \mu\text{m}$ 的筛子,残渣继续进行粉碎。

3 结 语

1)麦苗微粉的粒度分布窄,均匀度高,质量易控;麦苗细粉粒度分布宽,均匀度差,难以控制其质量。两者相比较,麦苗微粉更适合于加工纤维功能性食品。其中,选择PM100型行星式球磨仪粉碎效果较好。

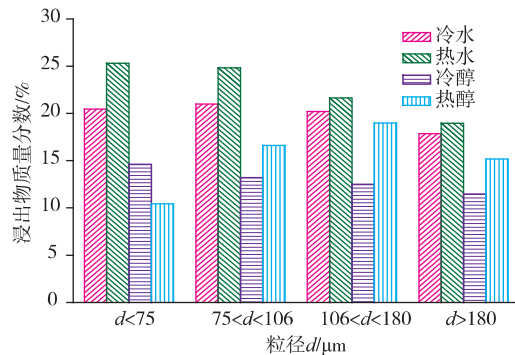


图4 粒径变化对麦苗粉浸提方法的浸出物质量分数影响

Fig. 4 Particle size on the extract contents from different methods for the Barley Plant Powders

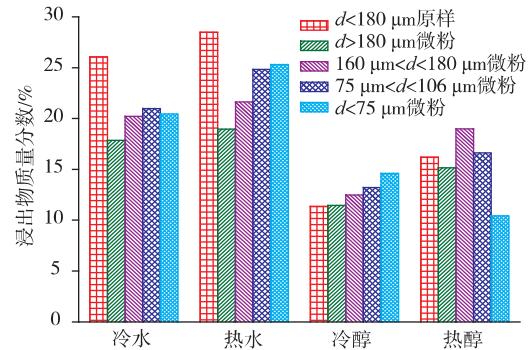


图5 不同浸提方法对不同粒径麦苗粉的浸出物质量分数影响

Fig. 5 Different methods on the extract contents from different particle size Barely Plant Powders

2)通过 TGA 分析,麦苗粗粉在制备超微粉的过程中会对其中的热敏性成分造成一定的损失。但是这些热敏性成分还有待于进一步研究和分析,从而降低在制备超微粉过程中营养成分的损失。

3)通过研究麦苗微粉休止角、堆密度及其粒径大小对色泽以及浸出物含量的影响,确定麦苗微粉粒度在 80~90 μm 综合品质较好,利于产品的生产应用。

参考文献:

- [1] 刘迎,史万玉,车淑芬,等. 超微粉碎技术在中药生产中的应用[J]. 河南畜牧兽,2005(12):9-10.
LIU Ying,SHI Wanyu,CHE Shufen,et al. Ultra-fine pulverization technology on the application of Chinese Medicine[J]. **Henan Journal of Husbandry and Veterinary Medicine**,2005(12):9-10.(in Chinese)
- [2] 黄建蓉,李琳,李冰. 超微粉碎对食品物料的影响[J]. 粮食与饲料工业,2007(7):25-27.
HUANG Jianrong,LI Lin,LI Bing. The effect of ultra-fine pulverizing on the quality of food products [J]. **Cereal & Feed Industry**,2007(7):25-27.(in Chinese)
- [3] Wu S C,Chien P J,Lee M H,et al. Particle size reduction effectively enhances the Intestinal health-promotion ability of an orange insoluble fiber in hamsters[J]. **Journal of Food Science**,2007,72(8):S618-S621.
- [4] Zhang L H ,Xu H D,Li S F. Effects of micronization on properties of Chaenomeles sinensis (Thouin) Koehne fruit powder[J]. **Innovative Food Science & Emerging Technologies**,2009,10(4):633-637.
- [5] 谢瑞红,王顺喜,谢建新,等. 超微粉碎技术的应用现状与发展趋势[J]. 中国粉体技术,2009,15(3):64-67.
XIE Ruihong,WANG Shunxi,XIE Jianxin,et al. Application and development trend of superfine comminution technology[J]. **China Powder Science and Technology**,2009,15(3):64-67.(in Chinese)
- [6] 黄相国,沈裕虎. 麦绿素及麦绿素产品的开发前景[J]. 麦类作物学报,2003,23(1):79-80.
HUANG Xiangguo,SHEN Yuhu. Advances on the development of Barley Green and its products[J]. **Journal of Triticeae Crops**,2003,23(1):79-80.(in Chinese)
- [7] 王芳. 大小麦苗粉营养品质分析及其保存的研究[D]. 福州:福建农林大学,2009.
- [8] Ehrenbergerova J N. Brezinova Belcredi,J. Kopacek,L. Melisova,P. Hrstkova,S. Macuchova,K. Vaculova,I. Paulickova. Antioxidant enzymes in barley green biomass[J]. **Plant Foods Hum Nutr**,2009,64(2):122-128.
- [9] 张秋英,陈剑锋,庄宝华. 口服麦苗粉对人体健康效应的观察[J]. 中国农学通报,2009,25(18):106-109.
ZHANG Qiuying,CHEN Jianfeng,ZHUANG Baohua. Observation of effects of taking barley grass powder orally on human health [J]. **Chinese Agricultural Science Bulletin**,2009,25(18):106-109.(in Chinese)
- [10] 王瑞,张懋,范柳萍,等. 麦苗粉的微波杀菌[J]. 食品与生物技术学报,2009,28(2):150-155.
WANG Rui,ZHANG Min,FAN Liu-ping,et al. Study on barley grass powder sterilization by microwave heating [J]. **Journal of Food Science and Biotechnology**,2009,28(2):150-155.(in Chinese)
- [11] 邓雯. 三七、西洋参两味中药材超微粉的制备工艺与质量评价研究[D]. 广州:广州中医药大学,2008.