

利用高温脱脂豆粕制备 脱脂豆浆工艺的研究

车康¹, 谢微¹, 汪春¹, 张丽萍^{1,2}, 崔丽琴¹, 崔素萍^{1,2,*}

(1. 黑龙江八一农垦大学, 黑龙江大庆 163319;

2. 农业部农产品加工质量监督检验测试中心(大庆), 黑龙江大庆 163319)

摘要: 实验以高温脱脂豆粕蛋白溶出率为指标, 通过单因素与正交实验比较加热搅拌法与超声波法两种方法处理脱脂豆粕粉制备豆浆的工艺, 得到了脱脂豆粕制备脱脂豆浆的最佳工艺参数。加热搅拌法最佳工艺参数为: 提取温度 60℃, 提取时间 60min, 料液比 1:18, 蛋白溶出率为 80.9%; 超声波法最佳工艺参数为: 提取温度 50℃, 提取时间 30min, 料液比 1:16, 蛋白溶出率为 81.8%。从节能角度考虑, 选取超声波法为高温脱脂豆粕制备脱脂豆浆的最佳方法。

关键词: 高温豆粕, 加热搅拌提取, 超声波法, 脱脂豆浆

Study on defatted soybean milk produced by high temperature soybean meal

CHE Kang¹, XIE Wei¹, WANG Chun¹, ZHANG Li-ping^{1,2}, CUI Li-qin¹, CUI Su-ping^{1,2,*}

(1. Heilongjiang Bayi Agricultural University, Daqing 163319, China; 2. The Ministry of Agriculture of Agricultural Products Quality Supervision and Testing Center(Daqing), Daqing 163319, China)

Abstract: High temperature soybean meal was treated in two ways which was stirring extraction and ultrasonic. This study got the optimal processing conditions of defatted soybean milk produced by high temperature soybean meal by the single factor and orthogonal test. The optimal processing conditions of stirring extraction were as follows: extraction temperature 60℃, extraction time 60min, material to water ratio 1:18, protein leaching rate 80.9%. The optimal processing conditions of ultrasonication were as follows: ultrasonic temperature 50℃, ultrasonic time 30min, material to water ratio 1:16, protein leaching rate 81.8%. In order to save energy, ultrasonic had been chosen as the best way to produce skim milk by high-temperature soybean meal.

Key words: high temperature soybean meal; stirring extraction; ultrasonication; defatted soybean milk

中图分类号: TS214.2

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2012)17-0204-04

豆粕是大豆以压榨法或浸出法提取油脂后的产物, 与新鲜大豆相比, 仍约含 45%~52% 的蛋白质、10%~15% 的低聚糖、20%~25% 的多糖和纤维素, 富含人体所必需的 8 种氨基酸, 其氨基酸模式接近于动物蛋白^[1-3]。根据脱溶温度的不同, 豆粕可分为低温豆粕和高温豆粕^[4]。低温豆粕由于蛋白变性程度低, 是目前制备大豆蛋白的主要原料, 但其产量较低, 价格昂贵; 高温豆粕经历了高温, 其蛋白质变性严重, 若用传统的碱溶酸沉法提取蛋白质, 其得率较低, 目前主要用作饲料, 在食品上的应用极少, 而且只限于酿造食品^[5]。因此, 以豆粕为原料制备豆浆, 高温豆粕有较高的开发和利用价值。豆浆中的主要营养物质为蛋白质。目前, 豆粕中蛋白质的提取方

法主要有利用高温高压的水溶液的水热法^[6]、利用大豆蛋白碱溶性的碱溶法^[7]以及最近得到广泛应用的超声波法^[8]和微波法^[9]等。其中水热法安全性差; 碱溶法有机溶剂使用量大、成本高, 且引入了碱, 需调节豆浆 pH; 微波法中微波仪器操作使用不方便。因此, 这三种方法都不适于制备豆浆。超声在食品工业体系中物质的提取方面有广泛应用^[10]。超声处理可有效提高蛋白质和固形物的萃取率^[11], 明显提高其亲水性和溶解性^[12]。本研究是以高温脱脂豆粕为原料, 研制适合于痛风病人食用的低嘌呤脱脂豆腐粉工艺的第一步, 即制浆过程。如何提高蛋白溶出率, 制备出蛋白质含量较高的豆浆是低嘌呤脱脂豆腐粉生产工艺的关键。本实验以水为溶剂, 不引入任何有机溶剂, 通过对比加热搅拌法与超声波法两种方法, 以蛋白溶出率为指标, 研究高温豆粕制备脱脂豆浆的最佳工艺方法及其参数。

1 材料与方法

1.1 材料与设备

收稿日期: 2012-02-06 * 通讯联系人

作者简介: 车康(1985-), 男, 硕士研究生, 研究方向: 食品营养与安全。

基金项目: 黑龙江八一农垦大学博士启动基金(校启 B2005-14); 黑龙江八一农垦大学博士后科研启动金; 黑龙江省研究生创新科研项目资金(YJSCX2011-261HLJ)。

高温脱脂豆粕 购于大庆日月星公司;牛血清蛋白 BSA scientific research special。

高速组织捣碎器 FK-A 江苏金坛市金城国胜实验仪器厂;AB204-N 分析天平 梅特勒-托利多仪器上海有限公司;JJ-1 电动搅拌器 江苏省金坛市荣华仪器制造有限公司;超声波药品处理机 济宁金百特电子有限责任公司;T6 紫外可见分光光度计 北京普析通用仪器有限责任公司;2300 全自动凯氏定氮仪 FOSS 公司。

1.2 实验方法

1.2.1 原料预处理 将高温脱脂豆粕用粉碎机粉碎制粉,过 120 目筛,备用。

1.2.2 加热搅拌法制备脱脂豆浆 取 10g 高温豆粕粉,以水为溶剂,电动搅拌机转速 500r/min,研究在不同浸提温度、浸提时间和料液比的条件下浸提高温脱脂豆粕。其中浸提温度分别为 55、60、65、70、75℃,浸提时间 15、30、60、90、120min,料液比 1:12、1:14、1:16、1:18、1:20。测定某一因素时其他因素为非测定因素,由预实验选择非测定因素的水平为浸提温度 65℃,浸提时间 60min,料液比 1:14。浸提结束后 4000r/min 离心 15min,收取上清液即为脱脂豆浆。测定脱脂豆浆中蛋白质含量,计算蛋白质溶出率,并根据单因素实验结果选定正交实验因素与水平。正交实验的因素水平表见表 1。单因素实验与正交实验均做 4 次平行。

表 1 加热搅拌法正交实验因素与水平表

Table 1 Factors and levels of orthogonal experiment about stirring condition

水平	因素		
	A 浸提温度 (℃)	B 浸提时间 (min)	C 料液比 (m/v)
1	55	30	1:14
2	60	60	1:16
3	65	90	1:18

1.2.3 超声波法制备脱脂豆浆 取 10g 高温脱脂豆粕粉,在超声波功率 500W,超声频率 70kHz 的条件下,研究在不同超声波温度、超声波时间和料液比的条件下制备豆浆。其中超声温度分别为 30、35、40、45、50℃,超声时间 20、30、40、50、60min,料液比 1:10、1:12、1:14、1:16、1:18。测定某一因素时其他因素为非测定因素,由预实验选择非测定因素的水平为超声温度 40℃,超声时间 40min,料液比 1:14。提取结束后 4000r/min 离心 15min,收取上清液即为脱脂豆浆。测定脱脂豆浆中蛋白质含量,计算蛋白质溶出率,并根据单因素实验结果选定正交实验因素与水平。正交实验的因素水平表见表 2。单因素实验与正交实验均做 4 次平行。

1.2.4 脱脂豆浆中蛋白质含量测定 单因素实验蛋白质含量测定采用双缩尿法^[13],正交实验蛋白质含量采用 GB/T 5009.5-2003 凯氏定氮法^[14]。蛋白质溶出率计算公式如下:

$$\text{蛋白质溶出率}(\%) = \frac{\text{脱脂豆浆中蛋白质总量}(\text{g})}{\text{高温豆粕粉中蛋白质总量}(\text{g})} \times 100$$

表 2 超声波法正交实验因素与水平表

Table 2 Factors and levels of orthogonal experiment about ultrasonic condition

水平	因素		
	A 超声处理温度(℃)	B 超声处理时间(min)	C 料液比 (m/v)
1	40	30	1:12
2	45	40	1:14
3	50	50	1:16

2 结果与分析

2.1 加热搅拌法制备脱脂豆浆

2.1.1 加热搅拌法单因素实验

2.1.1.1 浸提温度对蛋白溶出率的影响 温度对蛋白溶出率的影响如图 1 所示。当浸提温度较低时,随着浸提温度的增加,蛋白溶出率逐渐增加,当浸提温度达到 65℃时蛋白溶出率达到最大值 74.2%。继续增加浸提温度,蛋白溶出率开始下降。出现这种现象的原因主要是当浸提温度较低时,增加温度可以促进分子运动,加速蛋白质的溶出,当温度达到 65℃时,分子运动最大,溶出率达到最大值,继续增加温度,由于水分蒸发增多,导致料液比下降,溶出率出现下降。因此,适宜的浸提温度为 65℃。

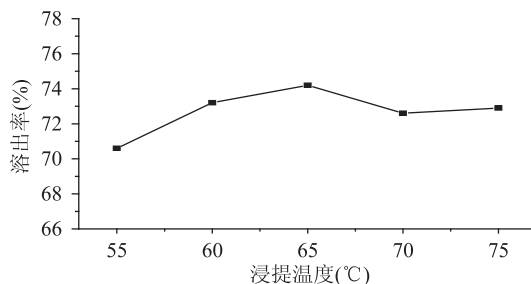


图 1 浸提温度对蛋白质溶出率的影响

Fig.1 Effect of stirring temperature on extraction of protein

2.1.1.2 浸提时间对蛋白溶出率的影响 浸提时间对蛋白溶出率的影响如图 2 所示,由于大豆蛋白需要充分的时间和溶剂水接触进而溶出,蛋白质溶出率随浸提时间增加而增加。浸提时间较短时,蛋白与溶剂水接触不完全,溶出率低。当浸提时间达到 60min 时蛋白溶出率为 74.2%,且已趋于稳定,继续增加时间对蛋白溶出率的影响不大。因此,浸提时间以 60min 为宜。

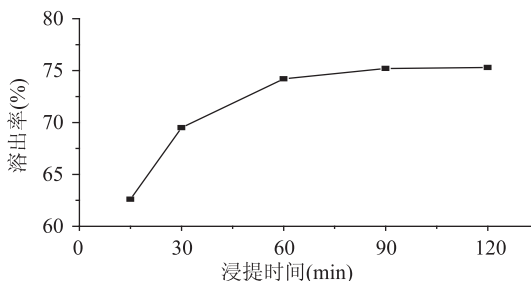


图 2 浸提时间对蛋白质溶出率的影响

Fig.2 Effect of stirring time on extraction of protein

2.1.1.3 料液比对蛋白溶出率的影响 料液比对蛋白溶出率的影响如图 3 所示。当料液比较小时,蛋

白溶出率随料液比的增加而增加,当料液比达到1:16时,溶出率达到78.7%且趋于稳定,继续增加料液对蛋白质溶出率影响不大。这是由于当料液比较小即溶剂水少时,蛋白质与水接触不充分使溶出不充分,且会导致部分蛋白残留在豆粕渣上而损失掉。随着料液比的增加,蛋白质与水充分接触、溶出,并将残留在豆粕渣上的蛋白质溶入浆液中,损失减少,提高蛋白溶出率。当料液比达到一定比例后,蛋白溶出趋于完全,不再随料液比增加而增加。料液比过高也会增大操作难度,增加浓缩成本。因此适宜的料液比为1:16。

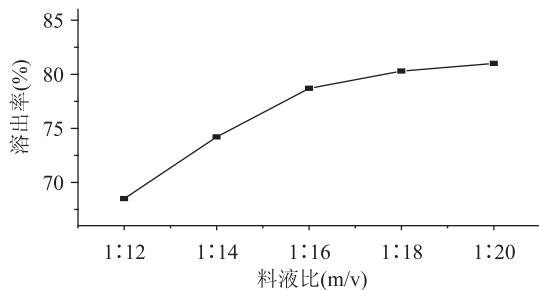


图3 料液比对蛋白质溶出率的影响

Fig.3 Effect of material to water ratio on extraction of protein

2.1.2 加热搅拌法正交实验 综合以上单因素实验的结果进行正交实验,结果见表3。

表3 正交实验结果

Table 3 Orthogonal test of stirring

实验号	A	B	C	溶出率(%)
1	1	1	1	68.1
2	1	2	2	77.4
3	1	3	3	80.0
4	2	1	2	71.9
5	2	2	3	80.9
6	2	3	1	75.0
7	3	1	3	78.3
8	3	2	1	74.2
9	3	3	2	77.8
k_1	75.400	73.700	72.433	
k_2	76.300	77.867	75.700	
k_3	77.700	77.833	81.267	
R	2.300	4.163	8.834	

通过极差分析得出,影响蛋白溶出率的因素主次顺序是料液比 > 浸提时间 > 浸提温度,优化后的组合为 $A_3B_2C_3$,即加热搅拌法最优工艺参数为浸提温度 65°C ,浸提时间 60min,料液比 1:18,此时蛋白溶出率 80.3%;正交结果中蛋白溶出率最高的组合为 $A_2B_2C_3$,蛋白溶出率 80.9%,二者溶出率没有显著差异,由于浸提温度对蛋白溶出率影响最小,且从能耗角度考虑,确定加热搅拌法最优组合为 $A_2B_2C_3$,即浸提温度 60°C ,浸提时间 60min,料液比 1:18。

2.2 超声波法制备脱脂豆浆

2.2.1 超声波法单因素实验

2.2.1.1 超声处理温度对蛋白溶出率的影响 超声处理温度对蛋白溶出率的影响如图4所示,超声处

理温度对蛋白溶出率的影响与搅拌提取是不一致的,超声波处理时溶出率随温度的升高而增加,且当温度达到 45°C 时蛋白溶出率达到 80% 且趋于稳定。这是由于超声波处理时反应体系处于密闭容器内,且超声处理温度相对搅拌提取要低很多,作为溶剂的水不会由于蒸发而损失。因此,超声处理温度以 45°C 为宜。

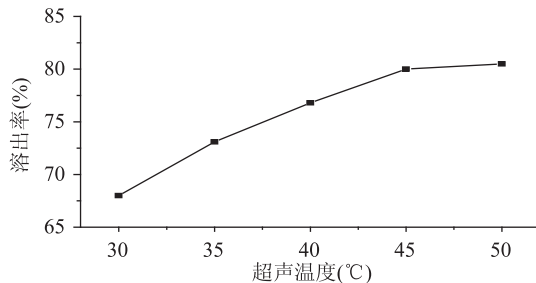


图4 超声处理温度对蛋白质溶出率的影响

Fig.4 Effect of ultrasonic temperature on extraction of protein

2.2.1.2 超声波时间对蛋白溶出率的影响 超声处理时间对蛋白溶出率的影响如图5所示。

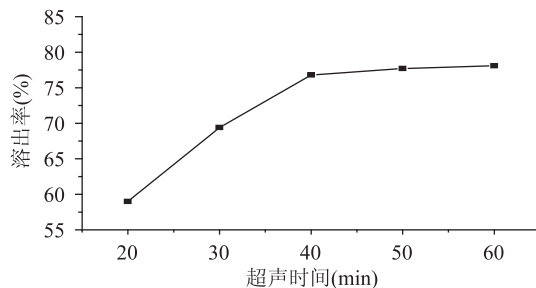


图5 超声处理时间对蛋白质溶出率的影响

Fig.5 Effect of ultrasonic time on extraction of protein

如图5所示,超声处理时间对蛋白溶出率的影响与搅拌提取时间是一致的,都是随着处理时间的增加而增加,当超声处理时间达到 40min 时,蛋白溶出率达到 76.8% 且趋于稳定。超声处理时间较搅拌提取缩短了很多,这主要是由于超声波具有波动与能量两种属性^[15]。除了机械作用外,对浸提体系还形成空化作用,较加热搅拌浸提法使细胞破碎更快更完全,蛋白质更迅速与充分地溶解到浸提体系中;同时,超声波具有的能量使浸提体系的温度升高,相当于提高了超声处理温度,因此提取时间大大缩短。综上,取 40min 为最佳提取时间。

2.2.1.3 料液比对蛋白溶出率的影响 料液比对蛋白溶出率的影响如图6所示,料液比对蛋白溶出率的影响与搅拌提取也是一致的,在料液比较低时,溶出率随料液比的增加而增加,当料液比达到 1:14 时,溶剂的溶出能力达到饱和,溶出率趋达到 76.8% 于稳定。在相同的料液比时,超声波法的蛋白溶出率高于加热搅拌法,这仍是与超声波所形成的空化效应有关,因此选取料液比为 1:14。

2.2.2 超声波法正交实验 综合以上单因素实验的结果进行正交实验,结果见表4。

通过极差分析得出,超声波法影响蛋白溶出率的因素主次顺序是超声温度 > 超声时间 > 料液比,

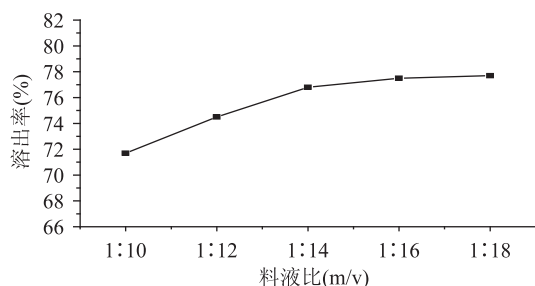


图6 料液比对蛋白质溶出率的影响

Fig.6 Effect of material to water ratio on extraction of protein

由k值分析得出的最佳组合为A₃B₃C₃,即超声温度50℃,搅拌时间50min,料液比1:16;由于超声时间中k₃与k₁非常接近,并且可以大大缩短超声时间,因此以B₁代替B₃,这与正交结果中蛋白溶出率最高的组合A₃B₁C₃一致。综上确定搅拌提取最优组合为A₃B₁C₃,即超声温度50℃,超声时间30min,料液比1:16。

表4 超声波法正交实验结果
Table 4 Orthogonal test of ultrasonic

实验号	因素			溶出率 (%)
	A	B	C	
1	1	1	1	77.4
2	1	2	2	76.8
3	1	3	3	78.0
4	2	1	2	79.3
5	2	2	3	78.0
6	2	3	1	80.4
7	3	1	3	81.8
8	3	2	1	77.6
9	3	3	2	80.9
k ₁	77.400	79.530	78.467	
k ₂	79.233	77.467	79.000	
k ₃	80.100	79.767	79.467	
R	2.700	2.300	1.000	

3 结论与讨论

加热搅拌法与超声波法制备脱脂豆浆的最佳工艺条件分别为浸提温度60℃,浸提时间60min,料液比1:18;超声温度50℃,超声时间30min,料液比1:16。以蛋白溶出率为指标,溶出率分别为80.9%与81.8%,二者基本一致,超声波法略高。但是超声波法较加热搅拌法处理温度低、处理时间短、料液比低,从而极大地降低了能耗。因此,选择超声波法作为以高温豆粕为原料制备脱脂豆浆的最佳工艺。

低温豆粕的蛋白溶出率一般都在90%以上,而高温豆粕由于蛋白质受热变性严重,蛋白溶出率由于提取方法的不同,一般在50%~70%。本研究中超声波法最佳工艺条件下的高温豆粕中的蛋白溶出率为81.8%,高于郑田要^[5]热压法的59.03%,这主要是由于超声波的空化、粉碎等特殊作用使细胞在溶剂中瞬时产生的空化泡的崩溃而破裂,溶剂易渗透到细胞内部,使蛋白质溶于溶剂中,以加速相互渗透溶解,大大提高提取率^[16]。同时较杨晓泉^[17]低频超声

法的73.4%仍高出近10%,这是由于杨晓泉采用的超声参数为超声功率300W,超声频率12kHz,超声时间仅为8min。而本实验的超声功率为500W,超声频率70kHz,较高的超声功率使超声波的震荡作用具有更高能量,能更好地破坏细胞壁,释放蛋白质等物质;较高的频率使超声波的波长更短,更利于溶剂的渗透。且超声时间为更长的30min,因此可以得到的更高的蛋白溶出率。

由于实验条件的限制,本实验仅研究了固定超声功率与频率下制备脱脂豆浆的工艺参数。超声功率与频率对于高温豆粕蛋白溶出率的影响及其对蛋白性质的改变还有待进一步的研究,以便使超声波法更好地应用于高温豆粕的综合利用。

参考文献

[1] 谢显华,李国基.响应面法研究脱脂豆粕渣膳食纤维提取工艺[J].食品工业科技,2010,31(2):220-223.
 [2] 宋春丽,王文侠,曾凤彩,等.超声波和微波辅助提取大豆低聚糖的工艺比较[J].食品与机械,2011,27(2):47-50.
 [3] 王宏平,王志晖.去皮豆粕的生产与应用[J].中国油脂,2005,30(6):10-12.
 [4] 周瑞宝,周兵.脱脂豆粕的加工和利用[J].中国油脂,2001,26(6):75-78.
 [5] 郑田要,杨晓泉.热压法提取高温大豆粕中的大豆蛋白[J].食品与发酵工业,2009,35(8):175-178.
 [6] Wang H, Johnson L A, Wang T. Preparation of soyprote in concentrate and isolate from extruded expelled soybean meals [J]. J Am Oil Chem Soc, 2004, 81: 713-717.
 [7] 李大鹏,赵睿.低温脱脂豆粕中大豆分离蛋白提取工艺的研究[J].农产品加工·学刊,2007(12):22-24.
 [8] 郑田要,杨晓泉.不同物理法提取高温大豆粕中蛋白的比较研究[J].中国油脂,2009,34(12):22-26.
 [9] 刘中华,曾维丽.微波辅助提取低温豆粕中的大豆蛋白[J].油脂工程,2011(6):58-61.
 [10] 石秀东.超声作用在食品加工的应用[J].食品与包装机械,1998,16(1):10-13.
 [11] 梁汉华,杨汝德,郭乾初.超声处理大豆浆体对提高蛋白质和固形物萃取率的作用[J].食品工业科技,1998(5):4-6.
 [12] Wang L C. Soybean protein agglomeration: promotion by ultrasonic treatment [J]. J Agric Food Chem, 1982, 29: 177.
 [13] 张立娟,姜瞻梅,姚雪琳,等.双缩脲法检测大豆分离蛋白中蛋白质的研究[J].食品工业科技,2008,29(7):241-242.
 [14] 中华人民共和国卫生部.GB/T5009.5-2010 食品中蛋白质的测定[S].北京:中国标准出版社,2010.
 [15] 李宝山,王际英,张利民,等.超声波对大豆分离蛋白提取率及性质的影响[J].饲料研究,2008(5):1-3.
 [16] 韩国军,孙艳娟,韩丽娟.超声波对豆粕的影响[J].长春师范学院学报,2002,21(2):55-56.
 [17] 杨晓泉,熊健,陈中,等.低频超声对豆粕蛋白浸出率及SPI功能特性的影响[J].华南理工大学学报:自然科学版,2003,31(11):30-32,36.