

超滤在覆盆子发酵酒中的应用研究

孙金旭

(衡水学院生命科学系, 河北衡水 053000)

摘要: 为澄清覆盆子发酵酒, 采用超滤法对覆盆子发酵酒进行处理, 研究了超滤条件对覆盆子发酵酒澄清的影响, 研究发现, 操作压力 0.3 MPa、温度 45 °C~50 °C、料液流速(主泵功率) 45 Hz 较为适合, 超滤时间不能超过 40 min; 超滤前后成分对比可知, 超滤后酒体澄清金黄, 超滤对覆盆子发酵酒的风味和功能性无影响。

关键词: 覆盆子; 超滤; 膜通量

文章编号: 1673-9078(2012)10-1356-1358

The Application Study in Clarifying for Fermented Wine of Raspberry by Ultrafiltration

SUN Jin-xu

(Department of Biology, Hengshui College, Hengshui 053000, China)

Abstract: In order to clarify the fermented wine of raspberry, it was treated by ultrafiltration. The conditions of ultrafiltration was studied, the results showed that the optimum pressure 0.3 MPa, temperature 45~50 °C and the velocity of materials (the power for pump) 45 Hz were suitable to fermented wine of raspberry, the time for ultrafiltration could not be more than 40 min at the same time. The flavor and function for fermented wine of raspberry was not affected by contrast of components changing for fermented wine of raspberry So the ultrafiltration is one of the feasible methods.

Key words: raspberry; ultrafiltration; membrane flux

覆盆子干果为药食两用果实, 2005 年被《中华药典》收录, 味甘, 略带涩味, 覆盆子干果中含有的有机酸, 糖类, 维生素, 鞣花酸, β -谷甾醇及微量元素等^[1]具有抗衰老^[2]、调节生殖系统、促进细胞免疫功能、减肥之功效有助阳缩尿、补肾固精功能, 用于治疗阳痿、肾虚遗精、尿频和遗尿等病症^[3,4]。覆盆子发酵酒是以覆盆子干果为原料经酵母菌发酵而成的一种发酵保健酒。

超滤是根据被分离物质分子直径大小进行筛分的过程^[5], 以压力差为动力, 以膜为介质, 将大分子物质和溶剂及小分子物质进行分离, 从而达到分离、纯化目的。

本研究利用超滤法对覆盆子发酵酒进行澄清处理, 研究超滤条件对覆盆子发酵酒超滤膜通量的影响, 探索覆盆子发酵酒超滤的工艺条件。

1 材料与方法

收稿日期: 2012-05-15

基金项目: 河北省科技厅计划项目资助 (11215645)

基金项目: 孙金旭, 男, 博士, 副教授, 主要从事发酵工程, 功能性食品等方面的研究

1.1 材料

覆盆子干果(一级品 购于衡水市中医院药店)。

1.2 仪器

组织捣碎机 XA-1 (金坛市开发区吉特实验仪器厂); 分光光度计 UV-250 (日本岛津); 超声波清洗机 JL-60DTH (上海天普分析仪器有限公司); 超滤设备 (密理博上海贸易有限公司 MS-003-CL; 滤膜 (Membrane Type:PBGC; Membrane Area:0.1m²); 药酒酒过滤机 (绍兴海纳膜技术有限公司)。

1.3 方法

1.3.1 覆盆子发酵酒的生产工艺

覆盆子干果→挑选去杂→粉碎过 60 目筛→成分配比→接菌前酵→抽滤→陈酿→粗滤→超滤→装瓶→灭菌→成品

1.3.2 总黄酮测定方法^[7]

准确吸取的山奈酚标准溶液 0、1、2、3、4、5、6 mL 于 10 mL 容量瓶中, 加 2 mL 1% 的三氯化铝溶液, 用 70% 乙醇定容, 利用紫外分光光度计测定在 290 nm 下吸光度值, 根据吸光度和浓度, 制定标准曲线, 得到回归方程 $A=3.17C$, $R^2=0.9998$ 其中 C 为覆盆子黄酮的浓度, 单位 mg/mL。

1.3.3 酒精度测定方法

比重-酒精测量仪进行测定。

1.3.4 覆盆子发酵酒的成分测定

覆盆子发酵酒质量指标测定采用GB/T 15038-2006葡萄酒、果酒通用分析方法进行测定^[6]。

1.3.5 超滤膜预处理

超滤膜在使用前,因其有保护液保护,分别用浓度为0.1 mol/L的NaOH和HCL进行冲洗30 min,用去离子水清洗至中性待用。

1.3.6 膜通量计算方法^[7]

膜通量计算公式如下:

$$Z = \frac{V}{S \cdot t}$$

Z: 膜通量 mL/(cm²·min); V: 设定时间内通量滤膜的液体体积 (mL); S: 有效膜面积 (cm²); t: 超滤时间 (min)。

2 结果与讨论

2.1 操作压力对覆盆子发酵酒超滤膜通量的影响

覆盆子发酵酒发酵结束后经粗滤后,因其含有的杂质较多,酒体混浊,不澄清,因此需进一步进行超滤处理,以期得到澄清的覆盆子发酵酒,超滤时设定超滤压力分别为0.1、0.2、0.3、0.4、0.5、0.6 MPa 流速主泵频率40 Hz,温度为室温条件下测定的膜通量如图2所示。

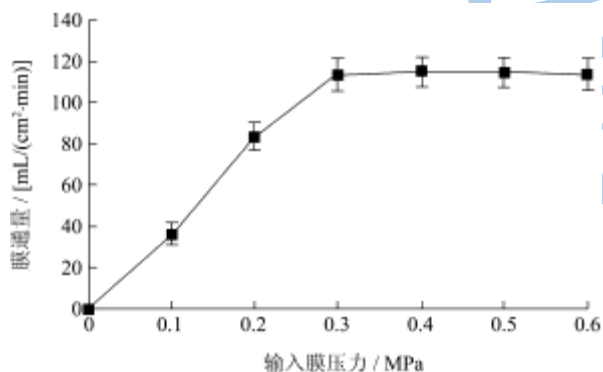


图2 操作压力对覆盆子发酵酒膜通量的影响

Fig.2 The optimum pressure effect for the membrane flux of fermented wine of raspberry

超滤膜通量与操作压力在一定的压力范围内呈正比,超过压力范围,随操作压力的加大膜通量反而降低,覆盆子发酵酒超滤过程中,在0.1~0.3 MPa下,膜通量随压力的增加而增大,0.3 MPa以上,随操作压力的增加,膜通量变化不大,且有降低的趋势,表明0.3 MPa为覆盆子发酵酒超滤操作压力的临界点。

2.2 温度对覆盆子发酵酒超滤膜通量的影响

温度对超滤膜通量有一定的影响,温度对膜通量的影响主要取决于原料的理化性质,一般情况下,温度升高,液体原料的黏度、传质效率随之增加,膜通

量随之增大^[8],但过高温会缩短膜的寿命,因此,超滤温度必须在一定的范围内进行。在操作压力0.3 MPa,流速主泵频率40 Hz的条件下,分别设定20、25、30、35、40、45、50、55 °C的超滤温度,膜通量变化情况如图3所示。

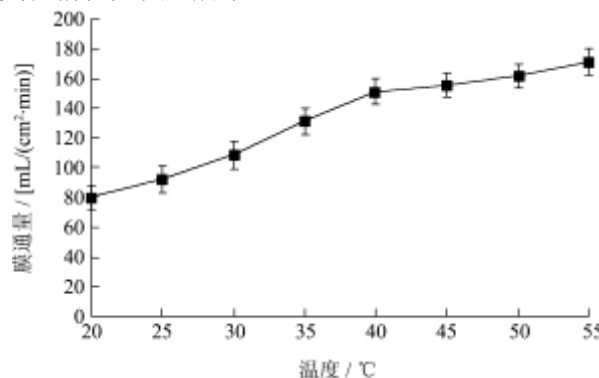


图2 温度对覆盆子发酵酒膜通量的影响

Fig.2 The temperature effect for the membrane flux of fermented wine of raspberry

如图3所示,在所选的温度范围内,覆盆子发酵酒的膜通量随温度的增加而增大,原因为溶液黏度随温度的升高而降低,覆盆子发酵酒在膜上的黏着时间缩短,通量增大,理论上讲,温度越高膜通量越大,但受到原料热敏性及膜材料耐热性的限制,超滤温度不宜太高,因此覆盆子发酵酒超滤温度控制在45 °C~50 °C为宜。

2.3 超滤时间对覆盆子发酵酒膜通量的影响

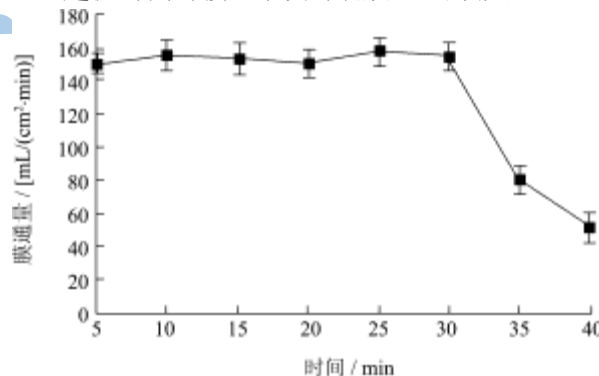


图4 超滤时间对覆盆子发酵酒膜通量的影响

Fig.4 The ultrafiltration time effect for the membrane flux of fermented wine of raspberry

超滤时间对膜通量的影响主要体现在随超滤时间的延长,膜表面形成凝胶层,降低了膜的通透性,从而使膜通量降低,当膜通量降至某一特定数值,必须停止超滤,进行膜清洗。膜开始超滤到膜通量降至某一特定数值的这一段时间称之为膜的运行周期,膜的运行周期与超滤物质的理化性质、操作环境有很大关系。在操作压力0.3 MPa,流速主泵频率40 Hz,超滤温度45 °C的条件下,在5~40 min范围内每隔5 min

设定一测定点, 结果如图 4 所示。

由图 4 可知, 开始阶段, 随超滤时间的延长, 覆盆子发酵酒膜通量稍有起伏, 但变化不大, 超滤时间超过 30 min, 膜通量骤然下降, 当超滤时间为 40 min 时, 膜通量降至最大膜通量的 35% 以下, 表明超滤时间 40 min 为覆盆子发酵酒超滤的运行周期。

2.4 覆盆子发酵酒流速对膜通量的影响

提高料液流速能够减轻浓差极化, 提高膜通透性, 增大膜通量, 超滤过程中, 料液流速由主泵控制, 主泵频率越大, 流速越大。在操作压力 0.3 MPa, 超滤温度 45 °C, 超滤时间 30 min 的条件下, 主泵频率在 15~55 Hz 范围内每隔 5 min 设定一测定点, 结果如图 5 所示。

由图 5 可知, 料液流速对覆盆子发酵酒的膜通量影响较大, 随料液流速的增加, 膜通量迅速增大, 当料液流速增加至 45Hz 之后, 膜通量增加趋于平缓,

表明超滤主泵频率 45 Hz 为适宜频率。

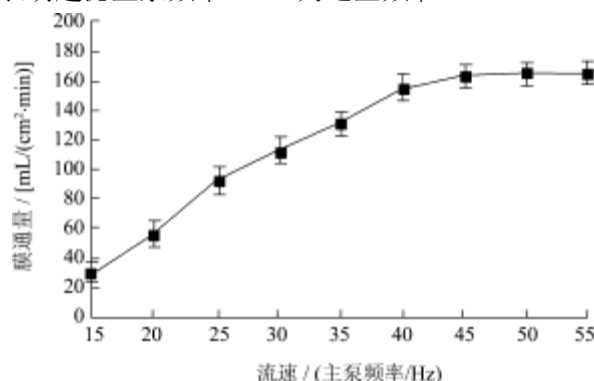


图 5 料液流速对覆盆子发酵酒膜通量的影响

Fig.5 The velocity of materials effect for the membrane flux of fermented wine of raspberry

2.5 超滤前后覆盆子发酵酒成分变化

超滤前后覆盆子发酵酒中成分的变化情况如表 1 所示。

表 1 不同过滤方式下覆盆子发酵酒成分对比

Table 1 The contrast of components changing for fermented wine of raspberry for filtering way

| 过滤方式 | 可溶性固形物/% | 乙醇/(V/V) | 总黄酮/(mg/mL) | 总糖(以葡萄糖计)/g/L | 挥发酸(以乙酸计) 浊度 | 游离 SO ₂ /(mg/L) |
|-------|----------|----------|-------------|---------------|--------------|----------------------------|
| 超滤前 | 22.56 | 13.22 | 2.62 | 8.32 | 0.43 | 3150 |
| 药酒过滤器 | 22.43 | 13.22 | 2.61 | 8.11 | 0.42 | 163 |
| 超滤后 | 22.38 | 13.21 | 2.60 | 8.03 | 0.41 | 10 |

由表 1 可知, 经超滤处理后, 和超滤前及经药酒过滤器过滤相比, 覆盆子发酵酒中的诸多大分子物质被截留, 酒精度、总黄酮等成分有所降低, 但降低的幅度都很小, 不会影响到酒体的风味和功能, 经超滤处理后, 浊度为超滤前的 0.315%, 是经药酒过滤器过滤的 6.13%, 酒体澄清金黄, 说明超滤制备覆盆子发酵酒澄清效果明显。

2.6 滤膜的清洗及维护

经过超滤处理后, 滤膜上会残留大量的大分子物质、糖、微生物, 极易导致膜的污染, 从而堵塞膜孔, 导致膜的分离效果下降, 因此膜经使用完成后必须进行清洗处理, 效用去离子水超滤清洗膜 30min, 再用 0.1 mol/L 的 NaOH 稀碱液清洗 30min, 去除膜上碱溶性杂质, 用去离子水清洗至中性, 再用 0.1 mol/L 的 HCL 稀酸液清洗 30 min, 去除酸溶性物质, 用去离子水清洗至中性, 清洗完成后, 膜加入保护液, 放入 4 °C 冰箱中冷藏保存。

3 结论

3.1 本试验主要研究了超滤条件(操作压力、温度、超滤时间、料液流速)对覆盆子发酵酒澄清的影响, 研究发现, 操作压力 0.3 MPa、温度 45~50 °C、料液流速(主泵功率) 45 Hz 较为适合, 因超滤时间越长、

膜通透性越差, 当超滤 40 min 时, 膜通量降至最高通量的 35% 以下, 因此, 覆盆子发酵酒的超滤时间不能超过 40 min, 超滤完成后, 应立即对膜进行清洗和维护。

3.2 经对比超滤前后及经药酒过滤器过滤覆盆子发酵酒成分变化, 发现经超滤处理后, 覆盆子发酵酒中的诸多大分子物质被截留, 酒精度、总黄酮等成分有所降低, 但降低的幅度都很小, 不会影响到酒体的风味和功能, 经超滤处理后, 超滤后浊度为原浊度的 0.3%, 是经药酒过滤器过滤的 6.13%, 酒体澄清金黄, 说明超滤制备覆盆子发酵酒澄清效果明显。

参考文献

- [1] 李继仁,何冰.覆盆子类 22 种生药中微量元素的含量分析[J].微量元素与健康研究,1999,16(3):29-31
- [2] Masao H, Kue P K, Yue Z S, et al. Atriterpene from the fruits of *rubus chingii* [J]. Phytochemistry, 1988, 27 (12): 3975
- [3] Takashi T, et al. Ent-Labdane-type diterpene glucosides from leaves of *rubus chingii* [J]. Phytochemistry, 1984, 23(3): 615-621
- [4] Kazuhiro O. Labdane type diterpene glycosides from *rubus foliolosus* [J]. Chem. Pharm. Bull, 1991, 39(9): 2443-2445
- [5] 杨祖金,江燕斌.超滤膜技术分离灵芝多糖的研究[J].中药

- 材,2009,23(1):126-129
- [6] 周瑶,徐怀德,米林峰,等.响应面法优化黄芪酒发酵工艺[J].食品科学,2011,32(4):293-296
- [7] 王瑞芳,陈发河.超滤法提纯茶多酚的研究[J].膜科学与技
- 术,2009,29(4):112-115
- [8] 念保义,陈铭.超滤膜分离香菇多糖的研究[J].化学工业与工程技术,2003,24(4):27-28

现代食品科技