

倍,回流浸提 1h。

2.2.3 水浸泡 10 倍叶重的水在室温下浸泡过夜。

2.2.4 酒精回流提取 90% 的酒精 60℃ 回流浸提 3 次,每次 3h,用量:第 1 次为叶重 10 倍;第 2 次为叶重 8 倍;第 3 次为叶重 6 倍。

2.2.5 回收酒精 抽真空,温度控制在 60℃ 左右,补充适量的水。

2.2.6 上树脂柱 采用 HZ—841 型大孔吸附树脂,黄酮粗提液上柱至接近饱和,用水洗至流出液无色。

2.2.7 采用 70% 酒精洗脱黄酮,真空浓缩,回收酒精,温度在 60℃ 左右,喷雾干燥即可获得较纯的银杏叶黄酮。

3 结果与讨论

3.1 上述工艺提取的银杏叶总黄酮,为黄色粉末,得率达 2.67%,参照文献[5]以硝酸铝—亚硝酸钠为显色剂,芦丁为对照品,用紫外分光光度计在 510nm 波长处测定,得纯度为 28.6%。

3.2 省略石油醚回流浸提工序,则得率为 2.44%,相对降低了 8.61%,这可能是因为石油醚可以破坏和部分消除叶面的蜡质,浸提出一些易溶于醚类的物质,有利于提取黄酮类化合物。

3.3 省略水浸泡过夜工序,则得率为 2.98%,相对高出 11.61%,但纯度为 24.6%,降低 13.99%,这可能是由于水可浸出易溶于水的成份,减少其它杂质对 HZ—841 树脂的影响,有利于纯度的提高;同时也有少量黄酮类化合物溶于水而弃去,得率相对低些。从两个相对百分率看,采用水浸泡过夜是有意义的。

3.4 采用水煮沸法提取,得率为 2.31%,纯度为 26.4%,相对酒精提取得率低 13.48%,纯度低 7.69%,这可能与蛋白质等杂质在醇中不溶或难溶以及黄酮类化合物在水及醇中的溶解性有关。另外,水煮沸提取成品颜色偏深,可能与温度太高有关。且水提取不易存放,易霉变,故以醇提取较好,在操作中注意酒精的回收即可提高效益。

3.5 采用常压 60℃ 烘干,成品颜色较深,为红褐色。可能在烘干过程中被氧化所致,故采用喷雾干燥为宜。

参考文献

- 1 全国中草药汇编(上册). 801.
- 2 李兆龙. 中成药. 1992, 14(6): 5.
- 3 江苏新医学院. 中药大辞典(上册). 上海科学技术出版社, 1986.
- 4 游松. 沈阳药学院学报, 1988, 5(3): 142.
- 5 中国科学院植物研究所等. 中草药通讯, 1972, (4), 15.

α -Al₂O₃ 陶瓷膜在低度白酒生产中的应用

刘兴照 江苏泗洪双洋酒厂 223907

低度白酒的生产,除了基酒质量的提高以外,除浊方法及降度用水的处理便成了关键技术。为了提高低度白酒内在质量,增强其稳定性,我们与安徽箭川无机膜设备有限公司合作,将 α -Al₂O₃ 陶瓷膜分离技术应用于低度白

酒的生产,作了一些有益地尝试。

1 α -Al₂O₃ 陶瓷膜的特点及性能

各种分离膜与相应的膜技术是 60 年代后陆续发展起来的高新技术,主要包括透析、

电渗析、超滤、反渗透、气体分离和渗透汽化等。作为一种有效的分离手段,膜分离已广泛应用于食品与发酵工业、制药、冶金、纺织等各个领域。

膜分离技术的主体是膜,有很多种类,现在食品化工行业应用较多的为聚合物分离膜即有机膜,如用于白酒超滤的聚氨酯、中空纤维等。而无机膜的研究与应用在我国才刚刚起步, $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷膜是一种无机膜,由陶瓷材料经特殊工艺制备的不对称半透膜,呈管状,管壁密布微孔。作为膜家族中的新成员,在工业领域中的应用日益引起重视。

1.1 分离过程简单,分离效率高。陶瓷膜是机械式的物理过滤,在压力作用下,原液中小分子物质透过膜成滤液,而大分子物质被膜截留,从而达到分离、净化之目的。

1.2 陶瓷膜具有独特的耐酸碱、耐有机溶剂性能。因而不会轻易与所处理的带酸性或碱性物料起反应。

1.3 陶瓷膜本身无热源、无毒性、抗微生物能力强,不与微生物和矿物质发生作用。不存在二次污染,过滤安全可靠。

1.4 陶瓷膜能耐高温高压。因为陶瓷膜是由 1600°C 的高温烧制而成,因此它可在高温下操作清洗;陶瓷膜烧结在陶瓷支撑体上,能承受几十个大气压的外压。有利于反冲再生,从而使陶瓷膜设备使用寿命变长(一般在5年以上)。

1.5 陶瓷膜使用条件宽、环节少、操作维护方便。陶瓷膜对所处理的水或酒没有特殊要求,适应能力强,使用条件宽,配套设备少,而且操作维护方便,一次投入,永久受益。

2 管式 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷膜及膜组件主要性能指标(表1)

3 低度白酒稀释降度用水的选择及处理

稀释降度用水的质量标准首先应符合我国生活饮用水的标准(GB5749—85)。

表1 膜产品性能

性能指标	规 格		
平均孔径(μm)	0.15~0.25	0.5~0.7	0.7~0.9
膜厚(μm)	10~15	10~15	10~15
孔隙率(%)	30~40	30~40	30~40
纯水通量($\text{L}/\text{m}^2\cdot\text{h}\cdot\text{bar}$)	>600	>900	>1200
细菌截留率(%)	>99.99		

表2 膜组件性能

规 格	列管式	管束式
膜面积(m^2)	0.45~0.50	0.15~0.2
泡 点(bar)	0.5	0.5
耐 压(bar)	4.5~5.0	4.5~5.0

表3 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 陶瓷膜过滤前后比较(mg/L)

项 目	源 水	净化水
色度(度)	15	<5
浑浊度(度)	30	<1
臭和味	有异味	无异臭味
肉眼可见物	有悬浮物	无肉眼可见物
氟化物	0.4	0.4
总硬度	186	130
氨氮	0.4	0.14
亚硝酸盐氮	0.18	0.16
硝酸盐氮	0.4	0.7
硫酸盐	60	40
氰化物	<0.002	<0.002
挥发酚	<0.002	<0.002
阴离子合成洗涤剂	0.143	0.114
氯化物	44.28	37.39
铁	0.2	0.05
锰	0.08	<0.05
汞	<0.0002	<0.0002
铜	<0.01	<0.01
铅	0.03	0.02
镉	<0.01	<0.01
铬	<0.004	<0.004
硒	<0.01	<0.01
砷	<0.01	<0.01
锌	<0.01	<0.01
六六六($\mu\text{g}/\text{L}$)	0.0366	0.02
DDT($\mu\text{g}/\text{L}$)	0.0959	0.0496
氯仿($\mu\text{g}/\text{L}$)	16.6	10
四氯化碳($\mu\text{g}/\text{L}$)	1.14	0.14
细菌总数(个/mL)	7.4×10^{-4}	<10
滤菌率 (%)		99.99
总大肠菌群(个/mL)	3	<3
滤菌率(%)		99.99

由安徽省卫生防疫站检测

自然水源一般有雨水、地面水和地下水等。若选择前两者,虽然硬度较低,但由于各种污染卫生理化指标均达不到标准要求,必须进行处理。

α - Al_2O_3 陶瓷膜设备对河塘雨水进行过滤, 并分析水质指标, 结果如表 3。

在高度原酒加水降度时, 若使用硬度大的地下水, 水中的钙、镁离子及盐类大量带入酒中, 就会出现白色沉淀。有时在使用未除尽洗瓶水的新玻璃瓶装酒后, 由于瓶中残水的硅酸盐与酒中的酸起作用, 也会出现白色硅酸盐沉淀。这类沉淀往往在产品包装出厂后的贮藏过程中重现, 形成外观质量问题。因此选择地下水作为降度用水时, 还必须进行软化处理。

4 α - Al_2O_3 陶瓷膜应用于白酒降度除杂

由于白酒中高级脂肪酸乙酯的存在, 高度白酒降度后便会出现白色絮状物沉淀。

4.1 α - Al_2O_3 陶瓷膜过滤器直接对降度白酒进行过滤, 将酒精体积比为 60% 的原酒降度为 39%, 选择膜平均孔径 0.5 ~ 0.7 μm , 膜厚 12 μm , 流量约 100 L/h. m^2 , 结果如表 4。

表 4 陶瓷膜处理低度白酒 (g/L)

项 目	对 照 样	处 理 样
总酸(以乙酸计)	0.432	0.425
总酯(以乙酸乙酯计)	2.875	0.487
固形物	0.16	0.12
己酸乙酯	1.564	1.453
乳酸乙酯	1.123	1.105
丁酸乙酯	0.125	0.116
抗冻力(-15℃)	浑	清

试验表明, α - Al_2O_3 陶瓷膜过滤, 对低度白酒主要理化指标影响不大, 滤液能够满足低度白酒质量要求。但是, 直接过滤低度白酒, 由于被截留滤物多, 过滤速度会逐渐变慢, 膜也容易饱和。估计, 选择不同孔径和厚度的膜, 经试验可以彻底解决这个问题。

4.2 白酒降度后, 首先进行活性炭、硅藻土等传统常规处理。最终在包装前, 使用 α -

Al_2O_3 陶瓷膜过滤器进行一次保安过滤。冷冻试验, 未进行保安过滤的出现轻微的浑浊, 而经 α - Al_2O_3 陶瓷膜保安过滤的, 清澈透明, 不出现浑浊。

5 结果讨论

5.1 α - Al_2O_3 陶瓷膜对水的净化能力较强, 是理想的白酒降度用水处理设备, 水的纯度提高, 可以使酒更纯、更净、更安全, 这也是消费潮流所趋。

5.2 α - Al_2O_3 陶瓷膜过滤器应用于低度白酒的除浊澄清, 操作简单, 维护方便, 使用时间长。经过滤的低度白酒, 去杂增香, 改善了原酒的风味。通过核磁共振谱分析表明膜过滤对酒中醇水分子间缔合有明显影响, 使酒变得幽雅、细腻, 口味醇厚绵甜。但最好应用作保安过滤, 可以保证产品的货架期, 使低度白酒即使北方寒冷的季节, 也不会出现浑浊。

5.3 α - Al_2O_3 陶瓷膜虽然使用时间长, 但终会被污染饱和, 可以采用反洗、酸碱液清洗的办法, 使其再生。

5.4 无机膜则是膜技术的尖端前沿, 将 α - Al_2O_3 陶瓷膜应用于低度白酒生产, 无疑会加大白酒的技术含量, 使古老传统的白酒产业焕发青春。但目前与有机膜相比, 一次性投资较大。

参考文献

- 1 揭广川, 贡汉坤. 食品工业新技术及应用. 中国轻工业出版社, 1995.
- 2 沈怡方, 李大和. 低度白酒生产技术. 中国轻工业出版社, 1996.
- 3 刘明. 膜与膜技术研究现状及应用. 食品工业科技, 1996(1).

欢迎订阅 1998 年《食品科学》月刊