

- 19 Klevens H. B. Solubilization. Chemical Reviews, 1950, 1, 1 ~ 69.
- 20 余乾伟. 低度白酒速效增溶剂的研究, 广州食品工业科技, 1989, 2, 13 ~ 15.
- 邹光友. TZ 增溶剂解决低度白酒混浊、沉淀的试验. 食品科学, 1982, 3, 12 ~ 19.

海藻糖提取工艺的研究

葛文光 于晓雨 唐传核 无锡轻工大学食品学院 214036

摘要 研究从面包干酵母中提取海藻糖。经多次实验, 最佳工艺条件为: 乙醇浓度为 50%、提取温度为 80℃、时间为 1.5h、固液比为 1:15。提取液经超滤后再经活性碳、离子交换及脱色除杂。精制后糖液用 95% 工业酒精结晶, 条件为: 温度 40℃, 料液比为 1:4(V/V)同时不断搅拌。

关键词 海藻糖 活性干酵母 提取

Abstract The conditions of the Treharoses extraction from the bakers active dried yeast were studied. With experiments the following conditions were selected: alcohol concentration 50%, temperature 80℃, the ratio between yeast and alcohol 1:15. After this the solution were modified with ultrathin, decolourizing carbon, ion exchange. Then treharoses is crystallized with 95% alcohol, and the crystallized conditions were: temperature 40℃, the ratio between solution and alcohol 1:4.

Key words Treharose Active dried yeast Extraction

海藻糖是一类非还原性双糖, 广泛存在于海藻、酵母、霉菌、食用菌、虾、昆虫及生物体内, 学名为 2-D-吡喃葡萄糖基-2-D-吡喃葡萄糖, 是蔗糖的同分异构体。海藻糖的基本性质同其它双糖, 引起研究者最大的兴趣的是其自身的非特异性保护作用。生物体干燥脱水后, 海藻糖能使其以极低乃至停止新陈代谢的形式将其保护, 一旦环境许可生物体即能复活, 但不损坏生命物质; 对生物大分子物质同样具有良好的非特异性保护作用。为此对于海藻糖的提取及开发具有较高的现实意义。

1 材料与方法

1.1 实验材料

高活性干酵母(广东省东莞糖厂酵母分厂生产)

乙醇、中性醋酸铅、蒽酮、葡萄糖、草酸

钠、717 型强碱性大孔阴离子交换树脂、732 型强酸性大孔阳离子交换树脂、强酸树脂、强酸大孔树脂、弱酸性吸附树脂、活性碳

1.2 仪器

H. H. S 电热恒温水浴锅 LXJ-II 离心沉淀机 HL-2 恒流泵 ZFQ85A 旋转蒸发器 TPW-20 超滤装置 721 分光光度计 分析天平

1.3 方法

1.3.1 提取方法

干酵母 → 水提取(或乙醇提取) → 离心分离 → 滤液浓缩 → 加足量醋酸铅溶液 → 定容 → 过滤 → 滤液加足量固体草酸钠除铅 → 测旋光度计算提取率

1.3.2 精制方法

除铅提取液 → 脱色 → 离子交换 → 结晶

1.3.3 分析方法

旋光法 还原糖法 蕤酮法

2 实验结果与讨论

2.1 提取剂的选择

通常活性干酵母中海藻糖含量在 20% 以上, 但在一般的情况下, 酵母中同时存在海藻糖酶, 当条件适宜时, 海藻糖会迅速被水解, 为抑制酶的水解以及防止蛋白质及多糖的溶出, 可以选用乙醇提取, 预先将干酵母灭酶, 则比较经济。

2.2 提取工艺正交试验及工艺条件的优选

根据单因素试验结果, 选定 4 因素 3 水平作正交试验: 即因素 A 为乙醇浓度, 水平为 40, 50, 60%; 因素 B 为提取温度, 水平为 40 ± 1 , 60 ± 1 , $80 \pm 1^\circ\text{C}$; 因素 C 为提取时间, 水平为 0.5, 1.0, 1.5h; 因素 D 为料液比, 水平为 1:10, 1:15, 1:20, 正交表见表 1。

表 1 正交试验表

因素	A	B	C	D
水平	乙醇浓度(%)	提取温度(℃)	提取时间(h)	料液比
1	40	40 ± 1	0.5	1:10
2	50	60 ± 1	1.0	1:15
3	60	80 ± 1	1.5	1:20

分别取离子交换前后糖液旋光度为指标得实验结果见表 2, 极差分析见表 3。

表 2 正交试验结果

	A	B	C	D	离交前旋光度	离交后旋光度
1	1	1	1	1	4.0	4.10
2	2	1	2	3	5.4	5.45
3	3	1	3	2	5.3	5.35
4	1	2	2	2	5.0	5.05
5	2	2	3	1	5.25	5.30
6	3	2	1	3	5.10	5.10
7	1	3	3	3	5.25	5.25
8	2	3	1	2	5.60	5.70
9	3	3	2	1	4.80	4.90

比较 4 个因素的极差 R 值知道, $R_A > R_D > R_C > R_B$, 因素的主次顺序为: 乙醇浓度为主要

表 3 以离交后旋光度为准计算的极差分析

K ₁	14.40	14.90	14.90	14.30
K ₂	16.45	15.45	15.40	16.10
K ₃	15.35	15.85	15.90	15.80
k ₁	4.80	4.97	4.97	4.77
k ₂	5.48	5.15	5.13	5.37
k ₃	5.12	5.28	5.30	5.27
R	0.08	0.31	0.33	0.60

因素, 料液比居中, 而提取温度和时间是次要因素。最佳工艺条件为 $A_2B_3C_3D_2$, 即乙醇浓度为 50%, 温度为 80°C , 时间为 1.5h, 料液比为 1:15。

3 海藻糖的精制

进一步除去大分子干扰物质以及脱色脱盐, 工艺流程为:

提取液 → 超滤 → 脱色 → 离子交换 → 纯糖液 → 结晶

3.1 糖液的超滤

除去大分子物质和胶体粒子, 本试验采用 TCA 1 万的超滤膜。超滤后, 大于 1 万分子量的大分子物质都被截留。

3.2 超滤液的脱色

采用活性碳和离子交换相结合的脱色工艺, 其效果较好; 可以除去离子型及非离子型色素物质, 使糖液纯度进一步提高。脱色方法为:

海藻糖提取液 → 恒温活性碳脱色(不断搅拌) → 热抽滤 → 冷却至 20°C → 微滤 → 测色值

脱色率的计算

需测出脱色前的色值以及脱色后的色值, 色值可按下列计算式求得:

$$\text{色值} = \frac{-\lg T_s}{bc}$$

式中 T_s : 样液的透光率

b : 比色皿长度(1cm)

c : 样液在 20°C 时的固形物含量

$$\text{脱色率} = \frac{\text{脱色前色值} - \text{脱色后色值}}{\text{脱色前色值}} \times 100\%$$

3.2.1 活性碳脱色工艺参数的正交试验及优选

根据单因素试验结果，选取 5 因素 2 水平进行正交试验，其正交试验安排表见表 4。

表 4 正交试验安排表

因素	A	B	C	D	E
水平	活性碳用量(%)	样液 pH 值	脱色温度(℃)	脱色时间(min)	样液浓度(%)
1	0.5	4.0	60	20	5.8
2	1.0	6.0	70	40	3.1

以糖液的脱色率为指标，正交试验结果见表 5。

表 5 活性碳脱色，正交试验结果

	A	B	C	D	E	脱色率(%)
1	1	1	1	1	1	27.2
2	1	1	1	2	2	46.0
3	1	2	2	1	1	10.5
4	1	2	2	2	2	22.5
5	2	1	2	1	2	67.2
6	2	1	2	2	1	44.6
7	2	2	1	1	2	25.3
8	2	2	1	2	1	74.3

以脱色率为指标的极差分析见表 6

表 6 极差分析表

K ₁	106.2	185.0	122.8	130.2	106.6
K ₂	161.4	82.6	144.8	137.4	161.0
k ₁	53.1	92.5	61.4	65.1	53.3
k ₂	80.7	41.3	72.4	68.7	80.5
R	27.6	51.2	11.0	3.6	27.2

比较 5 个因素的极差 R 值可知，R_B>R_A>R_E>R_C>R_D，决定因素的主次顺序为：糖液 pH 值是主要因素，居中的是活性碳用量和样液浓度，而温度和时间是次要因素。最佳工艺条件为 A₂B₁CDE₂，即活性碳用量为样液的 1.0%，样液 pH 值控制在 4.0，样液浓度为 3.1%，温度在 60~70℃ 之间，时间为 20~40min。

3.2.2 离子交换脱色和脱盐

由于活性碳脱色后的糖液中仍残留色素物质和盐类等杂质，仍需用离子交换除掉这

些杂质。

目前用于脱色的离子交换树脂主要有以下几种：717 型强碱性大孔阴离子树脂、732 型强酸性大孔阳离子树脂、弱酸性吸附树脂、强酸性大孔树脂、强酸性树脂，要从中选出一种脱色效果最佳的阳离子树脂，然后和阴离子树脂组成混合床，效果将更佳。其选择步骤：首先将上述各离子交换树脂按常规方法预处理及装柱，然后各取 50ml 活性碳脱色后的样液，样液 pH 值为 6.1，色值为 2627.0，控制恒流泵的流速为 2.5ml/min，样液经过离子交换后用 20ml 超净水冲洗交换柱，收集流出液，调整 pH 至 6.1，经微滤后测定色值，结果见表 7。

表 7 不同种类树脂的离交效果

树脂种类	732 型强酸阳离子	强酸树脂	强酸大孔树脂	弱酸性树脂
脱色率(%)	29.7	41.3	73.9	73.3

由试验可知，酸性大孔树脂和弱酸性树脂脱色效果最佳，而且相差无几，但由于弱酸性树脂不易用清水冲洗且易流失，因而选用强酸大孔树脂。并和 717 型强碱性大孔阴离子树脂以 2:1 组成混合床进行离子交换。

3.3 海藻糖的结晶

采用比例添加法结晶，即在提纯的海藻糖溶液中添加一定比例的乙醇溶液，搅拌下使用其结晶。

具体条件为：海藻糖溶液的浓度为 30~50g/100ml，乙醇添加体积为糖液体积的 2~5 倍；晶析温度保持 40℃，晶析过程中加以搅拌。

4 结论

从干酵母中提取海藻糖，最佳工艺条件为，乙醇浓度 50%，提取温度 80℃，提取时间 1.5h，料液比 1:15。

糖液的精制工艺选用活性碳脱色和离子交换脱色、脱盐相结合的方法。其中活性碳脱色的最佳条件为：样液 pH 4.0，活性碳用量为糖液体积 1.0%，样液浓度为 3.1%，脱色时间

为 20~40min, 脱色温度为 60~70℃。

海藻糖的结晶条件为糖液浓度为 30~50g/100ml, 乙醇添加量为糖液体积的 4 倍, 晶析温度保持 40℃, 晶析过程保持不断搅拌。

参考文献

- 1 George Kidd et al. Bio/Technology 1994, 12(13): 1328~1329.
- 2 Liz Tuley reports. Food Manufacture 65(4), 23.
- 3 Michall J, Holland, et al. J. of Biochemistry. 1981, 1385~1395.
- 4 K. Fujimura. J. of chromatography 1982, 242, 299~304.
- 5 林原, 冈田睦秀, 杉本利行. 食品と开発, 1995, 30(9): 49~52.
- 6 日本公开特许 N050-154485.
- 7 大谷睦, 白井直規, フードクシカル, 1994(2), 91~95.
- 8 JP06319-578.
- 9 JP06170-221.
- 10 JP08089-273

浅谈啤酒中双乙酰回升的原因及对策

左永泉 山东省博兴县啤酒厂 256500

摘要 双乙酰对啤酒的风味影响较大, 控制双乙酰在啤酒中的回升对保证啤酒质量有重要意义。本文对双乙酰回升的原因进行了分析, 并针对性地提出解决双乙酰回升问题的方法。

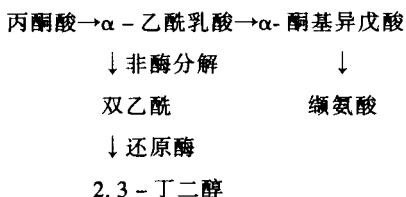
关键词 双乙酰 还原 回升 前驱体 α -乙酰乳酸

双乙酰是啤酒发酵过程中的重要代谢产物之一。它对啤酒的风味有较大的影响, 其含量的高低被看作是评价啤酒成熟与否的标志。双乙酰在淡色啤酒中的口味阈值为 0.15~0.20mg/L, 超过这一界限就能给啤酒带来不良口味, 严重时会产生“馊饭味”。因此, 啤酒酿造师们都加强了对双乙酰的监测和控制, 使成品出厂时的双乙酰含量都低于国标优级标准(0.13mg/L 以下)。然而, 我们发现, 经过一段时间的贮存或流通, 啤酒中的双乙酰会发生不同程度的回升, 有的还相当严重, 以致在保质期内, 其含量超过了国家标准。1994年下半年, 质检部门对我厂在外地销售的某批啤酒抽查时, 发现: 双乙酰高达 0.23mg/L, 而出厂时的成品报告单上双乙酰仅为 0.10mg/L。针对这种情况, 我们进行了大量的分析研究和实验, 基本查清了双乙酰回升的原因, 通

过采取相应的技术措施, 取得了一定成效和经验, 现就此问题谈几点看法与同行们商榷。

1 双乙酰的形成与还原机理

实验证明, 双乙酰是 α -乙酰乳酸的分解产物, 其简要代谢过程如下:



双乙酰是由 α -乙酰乳酸经非酶氧化脱羧形成的。 α -乙酰乳酸是双乙酰的前驱体。双乙酰形成后, 在酵母体内还原酶的催化下, 还原为 2.3-丁二醇。由于 2.3-丁二醇的口味阈值远远大于双乙酰, 对啤酒的风味没有影响。