

鲜榨苹果汁陶瓷膜超滤澄清与除菌的中试试验研究

李 军¹, 汪政富², 张振华³, 葛毅强², 胡小松²

(1 河北科技师范学院食品工程系, 秦皇岛 066000; 2 中国农业大学食品与营养工程学院, 北京 100083; 3 中国农业科学院科技管理局, 北京 100081)

摘 要: 该研究应用膜孔径为 100 nm 的陶瓷膜错流超滤中试系统(MEMBRALOX[®], Pall)对果胶酶酶解后的鲜榨苹果原汁进行了过滤澄清与除菌效果研究。结果表明, 100 nm 陶瓷膜错流超滤的最佳操作条件为: 跨膜压力为 0.85×10^5 Pa, 温度为 50 ℃, 膜面流速为 5 m/s; 以 0.5% 次氯酸钠和 4% NaOH 溶液作为清洗剂, 膜通量的恢复率可以达到 98%。过滤后果汁中的悬浮颗粒和引起浊度升高的大分子胶体物质大部分被滤除, 而果汁的各项质量指标如 pH 值、总酸、糖度等却未发生明显变化。细菌挑战试验以及贮藏试验证明了鲜榨苹果汁过滤后的无菌状态和生物学稳定性。因此, 应用 100 nm 的陶瓷膜错流超滤系统过滤鲜榨苹果汁具有很好的商业应用前景。

关键词: 陶瓷膜; 超滤; 苹果汁; 澄清; 除菌

中图分类号: TS201.1; TS201.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-6819(2005)01-0136-06

0 引言

近年来鲜榨苹果汁已成为未来苹果汁发展的主要方向, 由于技术条件的限制大规模工业化生产还处于试验阶段, 风味与营养的保持技术和杀菌工艺是制约鲜榨苹果汁技术发展的瓶颈。膜过滤工艺在常温条件下进行, 不涉及加热过程, 不改变苹果汁的风味和营养成分, 尤其是热敏性成分, 是极具发展前景的鲜榨苹果汁除菌与澄清新技术。

虽然有机膜在果汁的澄清工艺中已经得到了广泛应用, 但是由于其结构和制造材料的限制, 不能在膜通量下降后使用强酸、强碱或强氧化剂作为清洗剂使其恢复, 而陶瓷膜对强酸、强碱或强氧化剂具有极强的稳定性, 其应用的温度范围可高达 500 ℃, pH 值范围为 0~14, 可以使用各种腐蚀性化学试剂、有机溶剂或高热蒸汽去除膜内污染物, 保证了膜通量可以维持在高水平。

理论上讲, 利用陶瓷膜可以生产出浊度低、生物稳定性好的高品质鲜榨苹果汁, 国外在这方面已经开展了一些研究。Johannes de Bruijna 等人^[1]对 1.5×10^4 u 和 5.0×10^4 u 的氧化锆超滤陶瓷膜过滤苹果汁过程中的膜污染情况和滤后果汁质量进行了研究, 发现较高膜面流速(7 m/s)和较低跨膜压力(150 kPa)下膜污染程度较低, 超滤可以制得满足商业要求的高质量的苹果汁。Bruijn 等人^[2]对 1.5×10^4 u 和 5.0×10^4 u 的 Carbo sep 陶瓷膜超滤苹果汁过程的膜污染情况、过滤通量和滤后果汁质量进行了研究, 确定了膜过滤的最佳操作条件, 果汁经过贮藏试验后质量符合要求。Vladislavljjevic^[3]利用 TechSep Carbo sep 的 30Q 50 和 30 u 的陶瓷膜在跨膜压力为 100~400 kPa, 温度为 20~55 ℃, 膜面流量为 100~900 mL/m in 的范围内对苹果汁进行了过滤试

验, 确定了稳态通量下的最大压力和其它操作条件, 制得了澄清度和色度都较好的高质量果汁。但是从目前的研究结果看, 浊度高、褐变严重和难以保证滤后无菌是利用膜过滤生产鲜榨苹果汁出现的主要问题, 而且大多数研究属于实验室规模的小型试验, 果汁通量较低, 不能满足大规模工业化生产的要求, 利用高通量高精度超滤陶瓷膜生产鲜榨苹果汁的研究还未见报道^[4]。本研究的目的是采用高精度的无机陶瓷膜, 在中试规模层面上通过研究跨膜压力、膜面流速、过滤温度对膜通量的影响规律, 优化陶瓷膜过滤过程的操作条件, 通过考察陶瓷膜过滤后果汁的澄清和除菌效果, 以期生产出符合国家果汁的质量标准的高质量鲜榨苹果汁。

1 材料与方法

1.1 苹果汁的制备

本研究所用鲜榨苹果原汁由陕西海生果业发展有限公司提供, 选择成熟的乔纳金、富士、粉红女士等品种进行混合榨汁, 超滤前按果汁质量加入 0.1% 果胶酶在 55 ℃ 条件下酶解 1 h, 以降低果汁粘度和固形物含量, 减小过滤过程中胶体物质对膜的污染, 然后再经过 2800 r/min 离心 15 min 去除酶蛋白和大分子胶体物质, 所得果汁的固形物含量为 15.0%~16.6%, pH 值为 3.9~4.1。果汁在过滤试验前贮存于充入 CO₂ 不锈钢贮罐中, 压力保持在 2×10^5 Pa, 维持 4 ℃ 低温。

1.2 陶瓷膜错流过滤中试系统

果胶酶酶解后的鲜榨苹果原汁经过 0.5 μm 的陶瓷膜预过滤后, 进入陶瓷膜错流超滤系统(Pall Corporation)。该系统配有一个 100 L 的贮液罐, 装备 MEMBRALOX[®] 100 nm 陶瓷膜和膜壳(type Series-3P19-60), 并配有 BF 700 型反冲洗装置(系统原理如图 1 所示)。系统的跨膜压力操作范围为 $0.8 \sim 5.5 \times 10^5$ Pa, 温度范围为 0~95 ℃, pH 值范围为 0~14, 主要操作参数如进口压力、循环次数和膜面流速都由程序控制器自动控制, 由控制器操作面板上的液晶屏显示。过滤温度由通入冷媒或热媒的盘管式热交换器进行控制。每

收稿日期: 2004-08-09 修订日期: 2004-12-01

基金项目: 国家“十五”重大科技专项(2001BA501A 21)

作者简介: 李 军(1971-), 男, 汉族, 河北秦皇岛人, 副教授, 博士后, 主要从事农产品贮藏与加工研究。河北科技师范学院(昌黎校区)食品工程系, 066600, Email: spgxc@163.net



个运行周期结束后,使用 0.5% 次氯酸钠和 2% NaOH 对膜及管路进行清洗,用反渗透水浸泡,如此循环几次,直至通量恢复到起始水平为止。

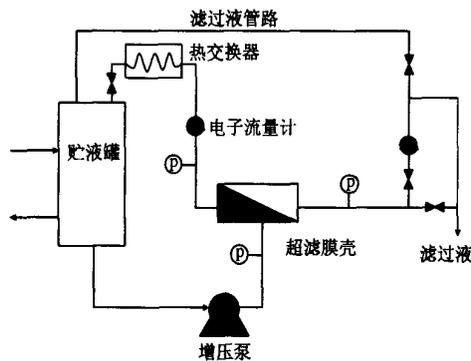


图 1 陶瓷膜超滤中试系统原理图

Fig. 1 Schematic view of the ultrafine ceramic membrane filtration pilot plant used in this study

浓缩比 (VCF) 以任一时刻的滞留体积与起始体积比表示。滞留体积为起始体积与滤过体积的差值。

1.3 灌装与贮藏

果汁的灌装操作在净化层流罩内进行,果汁通过 $0.45\ \mu\text{m}$ 的死端 (dead end) 过滤器灌入 250 mL 无菌玻璃瓶中,塞上已灭菌的胶塞,以保证灌装过程无菌。然后果汁分别于 35、25、8 和 4 ℃ 暗处贮存。每隔一周取出样品对其理化与微生物指标进行测定。

1.4 细菌挑战试验

100 nm 陶瓷膜的过滤除菌效果以黄色微球菌 *Micrococcus flavus* NCIB 8166 (中国科学院微生物研究所菌种保藏中心提供) 作为指示菌进行试验测定。先将菌种接入肉汤培养基在 37 ℃ 条件下增菌培养 24 h 后,取适量菌悬液在 4 ℃ 条件下 12000 r/min 离心 30 s,收集菌体悬浮于 100 L 0.1 g/(100 mL) 蛋白胨液体培养基中,然后转入系统的贮液罐中,使过滤膜内细菌的浓度分布为 $1 \times 10^7\ \text{cfu}/\text{cm}^2$,对系统进行细菌挑战试验。具体测定方法如下:在 25 ℃,输液泵流量为 6 L/min,膜面流速为 2 m/s 和 $0.85 \times 10^5\ \text{Pa}$ 跨膜压力下在膜内循环 60 min 后取膜内滞留物和滤过物样品,检验细菌总数。膜内滞留物样品用不同体积比的 0.1 g/(100 mL) 蛋白胨培养基稀释后,采用平板计数法,25 ℃ 条件下培养 72 h。取 1000 mL 滤过物样品通过 $0.45\ \mu\text{m}$ 无菌滤膜后,将滤膜放于浸有肉汤培养基的吸湿垫上,25 ℃ 条件下培养 72 h,平行测定 2 次。

1.5 果汁质量指标的分析测定

主要对陶瓷膜过滤后的果汁样品的透光率、色值、浊度、粘度、可溶性固形物、总酸、pH 值、果胶和淀粉等果汁质量的重要指标进行测定。色值与澄清度测定采用分光光度法,使用 UV-2201 紫外可见分光光度计 (Shimadzu, Japan) 分别测定果汁在 420 nm 和 625 nm 下的吸光度和透光率。浊度测定采用 LP-2000 型浊度计 (HANNA, Italy)。果汁粘度采用 Viscobasic+L 型粘度计 (Fungilab. S.A., Spain) 在 6 m/s 的剪切速度下

测定。可溶性固形物使用数字式折光仪测定 (Shimadzu, Japan)。可滴定酸使用 686 型自动滴定仪 (Metrohm Ltd Switzerland),取 10 g 果汁样品用 0.1 mol/L NaOH 滴定至 pH=8.1,总酸以苹果酸计。淀粉的定性方法采用碘量法,果胶的定性方法采用酒精沉淀测定法。以上测定指标均平行测定 3 次。

2 结果与分析

2.1 操作条件对膜通量的影响

图 2 显示温度为 50 ℃,膜面流速为 5 m/s,跨膜压力为 $0.85 \times 10^5\ \text{Pa}$ 时鲜榨苹果原汁陶瓷膜超滤过程的膜通量变化情况。由图中膜通量与时间的关系曲线呈对数趋势,表现出典型的错流过滤规律,膜通量随时间延长而呈逐渐下降趋势。过滤过程可以分为两个阶段,第一阶段膜通量在较短时间内快速下降,随后下降速度趋缓,进入相对稳定的第二阶段,最终达到恒定。以上结果与 G. T. Vladislavjevic 等人^[7]在相近条件下所得到的苹果汁澄清过滤过程中膜通量的变化规律基本相符。在过滤的初始阶段,膜通量的最大值为 $107\ \text{L}/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$,60 min 时为 $85.74\ \text{L}/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$,只下降了 20%,膜通量经过 160 min 趋于稳定此时膜通量仍然保持在 $80\ \text{L}/(\text{h} \cdot \text{m}^2)$,而有机膜在过滤的初始阶段(约几分钟)膜通量即下降 50% 左右^[9],通过以上结果表明,本试验采用的 100 nm 陶瓷膜对鲜榨苹果汁过滤通量较高,过滤性能优良。

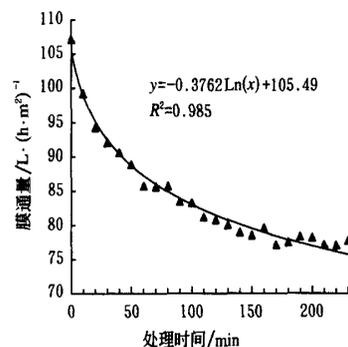


图 2 鲜榨苹果汁过滤通量随时间的变化情况

Fig. 2 Changes of permeate flux with time during a ultrafiltration process of fresh apple juice

分析膜通量变化的原因,引起膜通量下降的主要因素是浓缩极化现象。随着浓缩因子的提高,颗粒物和 大分子胶体物质的浓度逐渐提高,果汁粘度上升,膜孔阻塞加大,而使膜污染程度加剧,膜通透阻力变大。从本试验所使用的陶瓷膜的膜通量的变化情况看,其抗污染能力较强。

图 3 显示不同跨膜压力下膜通量的变化情况。从图中可以看出,总体上膜通量随跨膜压力增大而上升,但是这种趋势并非线性的,当压力增大到一定值时膜通量变化减小,而后趋于稳定。以膜面流速为 3 m/s 时的膜通量变化情况为例,跨膜压力由 $0.25 \times 10^5\ \text{Pa}$ 提高至 $0.85 \times 10^5\ \text{Pa}$ 膜通量提高了 45%,而从 $0.85 \times 10^5\ \text{Pa}$

提高至 1.75×10^5 Pa 膜通量只增加了 8%。

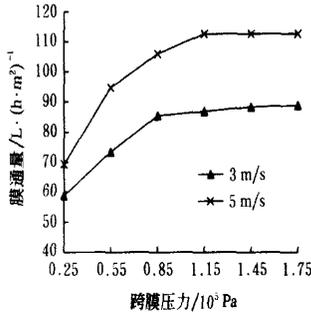


图3 跨膜压力对过滤通量的影响

Fig 3 Effect of trans membrane pressure on permeate flux

上述现象可以解释为,较高压力下,膜面滤层受到挤压而变得更为紧密,失去了低压条件下松散的滤层结构,膜的渗透阻力加大,膜通量减小。较高的膜面流速下跨膜压力对膜通量的影响更为显著,膜面流速为 5 m/s 时,跨膜压力从 0.25×10^5 Pa 提高至 0.85×10^5 Pa 膜通量提高 50%。膜面流速为 5 m/s 时,跨膜压力变化的拐点大于 0.85×10^5 Pa, 3 m/s 时,拐点接近于 0.85×10^5 Pa,而后增大压力膜通量不再显著上升。由不同流速下膜通量变化趋势可以看出,降低膜面流速使跨膜压力拐点降低,提高了曲线的曲率,其原因显而易见,主要是因为低速条件下膜表面更易形成滤层,膜面阻力提高的缘故。

图 4 是温度为 50 ,跨膜压力为 0.85×10^5 Pa 时,膜面流速对膜通量变化的影响。从图中可以看出,膜面流速是影响膜通量的又一个重要因素。膜面流速由 1 m/s,上升至 6 m/s 时,膜通量呈现明显的上升趋势,但当达到 7m/s 时膜通量不再升高,出现了小幅度下降。

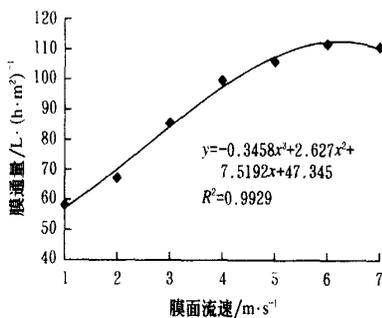


图4 膜面流速对过滤通量的影响

(操作条件: 温度 $T = 50$; 跨膜压力 $TM P = 0.85 \times 10^5$ Pa)
Fig 4 Effect of axial feed flow rate on permeate flux
(operating conditions: $T = 50$; $TM P = 0.85 \times 10^5$ Pa)

分析以上现象,根据雷诺公式,提高膜面流速可以加剧流体流动过程中的湍流程度,因此,提高膜面流速可以减少颗粒物质在膜面沉积的机会,从而减少膜孔阻塞,减弱膜面滤层的形成。但是这并不意味着增大膜面流速可以无限度提高膜通量,当流速增大到一定程度时,膜通量反而会出现下降的趋势,这可能是因为膜面流速过高降低了果汁通过膜孔的效率。

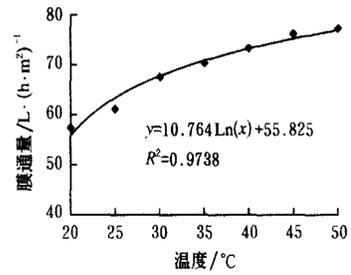


图5 过滤温度对膜通量的影响(操作条件:

膜面流速 $v = 5$ m/s; 跨膜压力 $TM P = 0.85 \times 10^5$ Pa)

Fig 5 Effect of feed temperature on permeate flux
(operating conditions: $v = 5$ m/s; $TM P = 0.85 \times 10^5$ Pa)

从图 5 可看出,过滤温度提高,分子扩散系数变大,果汁粘度下降,提高了膜的过滤通量。20 时果汁的粘度范围为 1.4~ 1.6 cp, 50 时果汁的粘度下降为 1.0~ 1.1 cp,因此过滤通量由 57.4 L/(h·m²) 提高到了 77.1 L/(h·m²),过滤效率提高了 30%。鲜榨苹果汁的酶解温度为 50 ,很显然在此操作温度下过滤是经济而高效的。

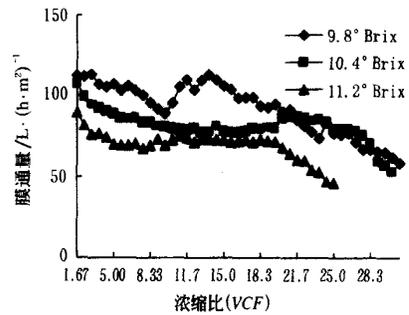


图6 膜通量与浓缩比(VCF)之间的关系

Fig 6 Relationship between permeate flux and the volume concentration factor (VCF)

图 6 表示过滤温度为 50 ,跨膜压力为 0.85×10^5 pa,膜面流速为 5 m/s 时,浓缩比与过滤通量的关系。图中数据曲线是由一个生产周期(10~ 12 h)统计得到的,曲线出现波动的主要原因是果汁的浓度和固形物含量有较大的差别,从而使过滤阻力变化较大,引起通量的变化出现不稳定现象。膜的最大初始通量为 107 L·(h·m²)⁻¹,最终浓缩比达到 25 时的通量为初始通量的 50%,而后进入膜通量的恢复清洗阶段。

2.2 细菌挑战试验结果

表 1 是应用黄色微球菌 (*Micrococcus flavus*) 作为指示菌对 100 nm 陶瓷膜进行细菌挑战试验的结果。膜内滞留物的细菌数量有微小降低,这可能主要是细菌受到膜面的吸附作用而有一部分吸附在膜的表面。滤液未发现细菌,这说明陶瓷膜可以过滤除去所有黄色微球菌。因为黄色微球菌是已知体积最小的细菌之一,直径只有 $0.2 \mu\text{m}$ 左右,100 nm 陶瓷膜可以有效完全去除上述细菌,除菌率可以达到 9 个对数值。随膜面流速和跨膜压力的提高,未发现滤过液中有细菌出现。生产中经酶解的原果汁的含菌量很高,通常在 $10^5 \sim 10^6$ cfu/mL,

有机管式膜很难达到美国食品与药品管理局(FDA)规定的 5 个对数值除菌率的要求, 而 100 nm 陶瓷膜可以满足鲜榨苹果汁生产中过滤除菌的要求。

表 1 黄色微球菌对 100 nm 陶瓷膜在不同操作条件下的细菌挑战试验结果

Table 1 Challenge tests of 100 nm tubular ceramic membrane with *Micrococcus flavus*

取样时间与操作条件	微生物总数	
	膜内 /cfu · L ⁻¹	滤液 /cfu · L ⁻¹
初始值	15.0 × 10 ⁹	
50 , CFV = 2 m/s, TMP = 0.85 × 10 ⁵ Pa, 1 h	14.3 × 10 ⁹	< 1
50 , CFV = 3 m/s, TMP = 1.70 × 10 ⁵ Pa, 1 h	14.6 × 10 ⁹	< 1
50 , CFV = 4 m/s, TMP = 2.50 × 10 ⁵ Pa, 1 h	12.0 × 10 ⁹	< 1
50 , CFV = 5 m/s, TMP = 3.30 × 10 ⁵ Pa, 1 h	13.5 × 10 ⁹	< 1

注: CFV 为膜面流速; TMP 为跨膜压力。

2.3 清洗后膜通量恢复

表 2 是膜经过不同方法清洗后膜通量的恢复情况。膜处理果汁的浓缩比越大, 膜的清洗恢复越困难, 试验证明浓缩因子为 25 时以 0.5% 次氯酸钠和 4% (w/w) NaOH 溶液作为清洗剂, 在 50 条件下, 以纯水通量为标准, 对膜进行恢复清洗膜通量的恢复率可以达到 98%。这表明, 100 nm 陶瓷膜过滤鲜榨苹果汁后经过清洗其恢复率可以达到很高程度, 可以在鲜榨苹果汁生产中使用。

2.4 陶瓷膜过滤对苹果汁质量的影响

表 3 是鲜榨苹果汁经陶瓷膜过滤后对果汁质量的变化情况。从表中数据可以反应出, 陶瓷膜超滤后果汁总酸的浓度大约为 20%, 可溶性固形物的浓度约为 10 Brix, 说明过滤对果汁的糖酸并未产生影响。所有处理样品的澄清度达到了欧洲的苹果汁标准 (澄清度 (T625) > 80%), 而且果汁的色值、浊度等指标都远远优于未经过滤处理的苹果汁。

表 3 不同清洗方法对膜通量恢复率的影响

Table 3 Flux recovery rate after different cleaning methods

果胶酶处理后的苹果汁固形物含量/Brix	浓缩因子 (VCF)	清洗方法	清洗时间 (上游/下游)/min	膜恢复率 /%
11	31	50 , 0.5% NaClO + 2.0% NaOH	30/10	76
11	30	50 , 0.5% NaClO + 4.0% NaOH	50/10	83
11	25	50 , 0.5% NaClO + 4.0% NaOH	50/10	98
11	25	50 , 0.5% NaClO + 2.0% NaOH	50/10	93

表 4 不同批次滤后苹果汁质量变化

Table 4 Quality attributes of ultrafiltered apple juice

批次	色值(A 420)	澄清度(T625) /%	浊度(NTU)	可溶性固形物/Brix	总酸/%	pH 值	果胶	淀粉
1	0.325 ± 0.008	97.9 ± 1.5	0.23 ± 0.12	9.9 ± 0.2	0.20 ± 0.02	3.86 ± 0.02	未检出	未检出
2	0.315 ± 0.008	98.1 ± 1.2	0.17 ± 0.32	10.0 ± 0.3	0.21 ± 0.03	3.99 ± 0.01	未检出	未检出
3	0.332 ± 0.007	97.9 ± 1.8	0.20 ± 0.26	10.0 ± 0.4	0.21 ± 0.03	3.97 ± 0.03	未检出	未检出
4	0.332 ± 0.006	98.3 ± 1.2	0.20 ± 0.11	10.0 ± 0.3	0.21 ± 0.04	3.98 ± 0.05	未检出	未检出
5	0.344 ± 0.010	98.4 ± 0.8	0.20 ± 0.22	11.2 ± 0.1	0.22 ± 0.02	3.87 ± 0.02	未检出	未检出
6	0.338 ± 0.011	98.6 ± 1.4	0.27 ± 0.12	10.9 ± 0.2	0.21 ± 0.04	3.94 ± 0.06	未检出	未检出
7	0.348 ± 0.008	98.4 ± 1.2	0.20 ± 0.24	10.9 ± 0.2	0.22 ± 0.03	3.84 ± 0.02	未检出	未检出
8	0.330 ± 0.009	98.1 ± 1.1	0.20 ± 0.12	11.0 ± 0.1	0.23 ± 0.02	3.78 ± 0.02	未检出	未检出
9	0.326 ± 0.006	98.7 ± 1.1	0.18 ± 0.18	11.2 ± 0.3	0.24 ± 0.03	3.76 ± 0.02	未检出	未检出
10	0.329 ± 0.010	97.3 ± 0.8	0.13 ± 0.46	9.9 ± 0.1	0.22 ± 0.02	3.83 ± 0.09	未检出	未检出
对照	0.478 ± 0.012	73.3 ± 2.6	> 10.0	10.0 ± 0.2	0.21 ± 0.02	3.86 ± 0.06	未检出	未检出

2.5 贮存后果汁质量变化

贮藏期间果汁中没有微生物检出。在较高的贮藏温度(25 和 35)下, 果汁随贮存时间延长, 浊度上升较快。浊度上升是超滤澄清尚未解决的问题, 多酚类物质的聚合或与其它化合物反应可能是造成浊度提高的主要原因。

果汁浊度随贮藏温度的提高而上升, 因为化学反应速度随温度的提高而上升, 35 时浊度升高最为明显, 为使果汁浊度变化控制在较低范围, 对于膜过滤果汁必须保持低温贮存。

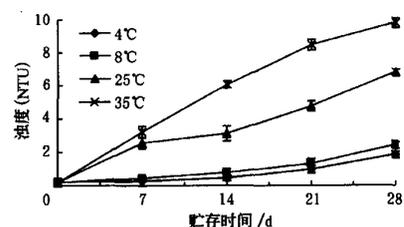


图 7 贮存温度和时间对滤后苹果汁浊度的影响
Fig. 7 Effect of storage temperature and time on turbidity of filtered apple juice

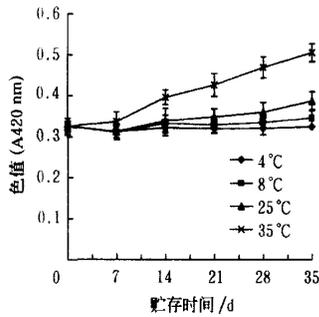


图8 贮存温度和时间对滤后苹果汁色值的影响

Fig 8 Effect of storage temperature and time on browning (A 420 nm) of filtered apple juice

不同温度下贮藏的膜过滤果汁色度变化呈现出较为一致的规律,但各贮藏温度下的色值上升趋势不同。贮存第一周时果汁色值上升都小于0.01,之后在25和35条件下贮存的果汁其色值上升都大于0.01。低温条件下色值上升速度较慢,而在较高温度条件下,色值上升速度较快,35℃下色值的上升速度大约是25℃下的时的5~10倍。在贮藏的前期阶段酚类物质由氧化反应或聚合反应形成较高分子量的聚合物中间体,在420 nm下产生微弱吸收,这一阶段时间长短主要依赖于贮藏温度。4℃条件下贮藏的果汁其色值有较低程度的下降,但经过4周的贮存无继续下降的趋势。

表5 8 贮存28 d后超滤除菌鲜榨苹果汁的卫生质量变化情况

Table 5 Microbiological characteristics of the fresh apple juice sterilized by ultrafiltration stored at 8℃ for 28 d

贮存期	总菌数 /cfu·mL ⁻¹	霉菌、酵母菌总数 /cfu·mL ⁻¹	大肠杆菌群 /MPN·mL ⁻¹
0 d	< 1.0	< 10	< 3×10 ⁻¹
7 d	< 1.0	< 10	< 3×10 ⁻¹
14 d	< 1.0	< 10	< 3×10 ⁻¹
21 d	< 1.0	< 10	< 3×10 ⁻¹
28 d	< 1.0	< 10	< 3×10 ⁻¹
国标规定*	100	20	3×10 ⁻¹

注: * 中华人民共和国国家标准 GB 17325-1998。

陶瓷膜过滤后的果汁可以达到商品果汁的卫生要求,符合国家果汁卫生标准。霉菌酵母和嗜温菌的细菌总数都小于10 cfu/mL,大肠杆菌总数小于0.3 MPN/mL,无致病菌检出。这些指标在贮藏期间无明显变化(表5)。以上结果显示,陶瓷膜超滤除菌可以替代热杀菌而成为果汁加工新技术。

3 结论

1) 经过多项质量指标的试验测定表明,100 nm的MEMBRALOX[®]陶瓷膜可以用于鲜榨苹果汁的过滤除菌与澄清,能够生产出高品质的鲜榨果汁,该技术有望成为替代果汁热加工工艺的新方法。

2) 由陶瓷膜错流超滤中试结果得出,100 nm陶瓷膜错流超滤的最佳操作条件为:跨膜压力为0.85×10⁵ Pa,温度为50℃,膜面流速为5 m/s,生产果汁通量高,

适合于大规模生产应用。

3) 由细菌挑战试验表明,100 nm陶瓷膜对鲜榨苹果汁的过滤除菌效果可达到9个对数值,随后的无菌灌装贮藏试验表明,经过4和8下28天的储藏后可以保证过滤后果汁的无菌状态与生物学的稳定性,完全可以达到商品果汁的卫生安全以及质量的要求;

4) 试验表明,陶瓷膜清洗后膜通量恢复率可达98%,能够保证生产过程中持续保持高通量。

致谢: 在本课题研究得到了陕西海生果业发展有限公司和颇尔(北京)过滤器有限公司的大力支持在此表示感谢!

[参 考 文 献]

- [1] Johannes de Bruijna, Alejandro Venegas, Rodrigo Borquez. Influence of crossflow ultrafiltration on membrane fouling and apple juice quality [J]. Desalination, 2002, 148: 131- 136
- [2] J P F de Bruijn, Venegas A, Martinez J A, et al. Ultrafiltration performance of Carbosep membranes for the clarification of apple juice [J]. Lebensmittel-Technol, 2003, 36: 397- 406
- [3] Vladislavjevic G T, Vukosavljevic P, Bukvic B. Permeate flux and fouling resistance in ultrafiltration of depectinized apple juice using ceramic membranes [J]. Journal of Food Engineering, 2003, 60: 241- 247.
- [4] 曾庆梅, 潘见, 谢慧明, 等. 无机陶瓷膜对梨汁的澄清和除菌效果研究 [J]. 农业工程学报, 2004, 20(5): 211- 214
- [5] Girard, Fukumoto L R. Apple juice clarification using microfiltration and ultrafiltration polymeric membranes [J]. Lebensmittel-Technol, 1999, 32: 290- 298
- [6] Came Guell, Davis R H. Membrane fouling during microfiltration of protein mixtures [J]. Journal of Membrane Science, 1996, 119: 269- 284
- [7] Denise Carvalho Pereira Campos, Anglica Sabino Santos, Daisy Blumenberg Wolkoff et al. Cashew apple juice stabilization by microfiltration [J]. Desalination, 2002, 148: 61- 65
- [8] Vaillant F, Millan A, Dormier M, et al. Strategy for economical optimisation of the clarification of pulpy fruit juices using crossflow microfiltration [J]. Journal of Food Engineering, 2001, 48: 83- 90
- [9] Florence Lutin, Mathieu Bailly, Daniel. Process improvements with innovative technologies in the starch and sugar industries [J]. Desalination, 2002, 148: 121- 124
- [10] Giampiero Sacchetti, Andrea Gianotti, Marco Dalla Rosa. Sucrose-salt combined effects on mass transfer kinetics and product acceptability-Study on apple osmotic treatments [J]. Journal of Food Engineering, 2001, 49: 163- 173
- [11] Ken Riedl, Benoit Girard, Lencki R W. Influence of membrane structure on fouling layer morphology during apple juice clarification [J]. Journal of Membrane

- Science, 1998, 139: 155- 166
- [12] Petrotos K B, Quantick P C, Heracles Petropakis Direct osmotic concentration of tomato juice in tubular membrane module configuration, II the effect of using clarified tomato juice on the process performance [J] Journal of Membrane Science, 1999, 160: 171- 177.
- [13] Lucia Carneiro, Iralla dos Santos Sa, Flhã dos Santos Gomes, et al Cold sterilization and clarification of pineapple juice by tangential microfiltration [J] Desalination, 2002, 148: 93- 98
- [14] Mohd Zaki Sulaiman, Nik Meriam Sulaiman, Liew Shyue Yih Limiting permeate flux in the clarification of untreated starfruit juice by membrane ultrafiltration [J] Chemical Engineering Journal, 1998, 69: 145- 148
- [15] Lukanin O S, Gunko S M, Bryk M T, et al The effect of content of apple juice biopolymers on the concentration by membrane distillation [J] Journal of Food Engineering, 2003, 60: 275- 280
- [16] Alvarez S, Riera F A, Alvarez R, et al A new integrated membrane process for producing clarified apple juice and apple juice aroma concentrate [J] Journal of Food Engineering, 2000, 46: 109- 125
- [17] S T. D. de Barros, Andrade C M G, Mendes E S Study of fouling mechanism in pineapple juice clarification by ultrafiltration [J] Journal of Membrane Science, 2003, 215: 213- 224
- [18] Matta V M, Moretti R H, Cabral L M C Microfiltration and reverse osmosis for clarification and concentration of acerola juice [J] Journal of Food Engineering, 2004, 61: 477- 482
- [19] Cassano, Drioli E, Galaverna G, et al Clarification and concentration of citrus and carrot juices by integrated membrane processes [J] Journal of Food Engineering, 2003, 57: 153- 163

Pilot-plant-scale test of clarification and sterilization of apple juice using ultrafiltration ceramic membranes

Li Jun¹, Wang Zhengfu², Zhang Zhenhua³, Ge Yiqiang², Hu Xiaosong²

(1. Department of Food Engineering, Hebei Normal University of Science & Technology, Qinhuangdao 066600, China;

2. College of Food Science & Nutritional Engineering, China Agricultural University, Beijing 100083, China;

3. Bureau of Science and Technology Management, China Agricultural Science Academies, Beijing 100081, China)

Abstracts: Raw depectinized apple juice was clarified and sterilized in a cross-flow pilot-plant-scale ultrafiltration system using ceramic tubular membranes (MEMBRALOX[®], Pall) with mean pore size of 100 nm. The experiment showed that the optimum operation conditions were as follows: the transmembrane pressure was 0.85×10^5 pa, the temperature was 50 °C, and the feed flow velocity was 5 m/s. The flux recovery rate could be kept at 98% with the mixed solution of 0.5% hypochlorite sodium solution and 4% NaOH solution as the cleaning agent. Analytical results showed that: suspended solids and large molecules could be mostly removed, but pH, acidity, sugar and soluble solid content of the juices didn't change significantly. The bacteria challenge tests and the storage tests testified the asepsis state and biological stability of the filtrated fruit juice. Therefore, the cross-flow system equipped with the 100 nm ceramic ultrafiltration membrane had a great potential to the commercial prospect.

Key words: ceramic membrane; ultrafiltration; apple juice; clarification; sterilization

李 军, 汪致富, 张振华, 等 鲜榨苹果汁陶瓷膜超滤澄清与除菌的中试试验研究 [J]. 农业工程学报, 2005, 21(1): 136- 141.

Li Jun, Wang Zhengfu, Zhang Zhenhua, et al Pilot-plant-scale test of clarification and sterilization of apple juice using ultrafiltration ceramic membranes [J]. Transactions of the CSAE, 2005, 21(1): 136- 141. (in Chinese with English abstract)