

啤酒花浸膏液态 CO₂ 萃取及应用试验研究

朱恩俊 吴守一 李国文 陈 钧

(江苏理工大学)

摘 要 开发生产国产液态 CO₂ 酒花浸膏具有重要意义。该文系统地进行了酒花浸膏的液态 CO₂ 萃取试验研究,通过啤酒发酵试验,研究并确认了在啤酒酿造中以自制酒花浸膏取代进口酒花浸膏的可行性结论。

关键词 啤酒花 液态 二氧化碳 萃取 发酵

啤酒花简称酒花(学名 *Humulus Lupulus L.*),是啤酒工业的一种重要原料,它能赋予啤酒爽口的苦味和清新的酒花香气。我国是世界上生产酒花的第四大国,年产酒花 2 万余吨,产地主要分布在新疆、甘肃等高纬度地区的边远省分。近年来,国外的酒花制品,尤其是液态 CO₂ 酒花浸膏,已进入中国市场,尽管价格昂贵,但给中国的酒花业造成了不小的压力。应用液态 CO₂ 酒花浸膏是提高啤酒品质的有效途径之一,并可大大提高酒花利用率,逐渐被越来越多的啤酒企业所采纳,是啤酒工业的发展趋势。将啤酒花制备成酒花浸膏还有利于保存,运输费用也低得多,使用也非常方便。

我国从事超临界 CO₂ 萃取技术的研究起步较晚,目前已开始从试验研究进入工业化应用阶段。利用我国丰富的酒花资源,制备优质的液态 CO₂ 酒花浸膏,不仅能填补我国在酒花深加工方面的空白,促进我国酒花业的发展,推进我国中西部的经济建设,也能更好地促进我国啤酒工业的发展,还能推动我国超临界(液态)CO₂ 萃取技术工业化应用的进程。

1 液态 CO₂ 萃取试验研究

本试验研究采用自行研制的超临界(液态)CO₂ 萃取试验装置,该装置不仅适用于超临界 CO₂ 萃取,也适用于液态 CO₂ 萃取;既能带压分离,也可常压分离;既能对 CO₂ 实现循环使用,也可对 CO₂ 实现排空操作。本文所提供的数据至少是 3 个数据(非奇异)的平均值。

1.1 酒花浸膏在 CO₂ 中的溶解度测定

酒花浸膏组成非常复杂,故本研究测定了在不同压力和温度条件下,酒花浸膏(混合物)在 CO₂ 中的溶解度。

图 1 所示为在不同的压力和温度条件下,酒花浸膏在 CO₂ 中的溶解度测定结果。虚线左侧为液态 CO₂ 区域,虚线右侧为超临界 CO₂ 区域。从图中可以看出,采用液态 CO₂ 萃取工艺时,萃取压力对酒花浸膏的溶解度没有太大的影响;而采用超临界 CO₂ 萃取工艺时,萃取压力对酒花浸膏的溶解度却有较大的影响。图示还表明,在实验温度范围内(0~80℃),当萃取压力在 20 MPa 左右时,酒花浸膏在两种状态 CO₂ 中的溶解度相当;当萃取压力较低时,酒花浸膏在超临界 CO₂ 中的溶解度明显比其在液态 CO₂ 中的溶解度低,而当萃取压力较高时,情况

收稿日期: 1998-04-03

朱恩俊, 讲师, 镇江市丹徒路 301 号 江苏理工大学生物与环境工程学院, 212013

© 1995-2005 Tsinghua Tongfang Optical Disc Co., Ltd. All rights reserved.

恰好相反。

超临界 CO₂ 会同时萃取出酒花原料中除 α 酸和 β 酸等软树脂之外的硬树脂组分, 只有追求较高的浸膏得率时才采用, 而且往往采取较高的萃取压力和较高的萃取温度。萃取物有一股煮熟的蔬菜味, 原本具有清香味的香味物质遭受到一定程度的破坏。液态 CO₂ 萃取工艺, 不仅运行费用低、能耗小, 萃取物的品质也较高, 且符合我国国情(酒花资源丰富, 价格相对便宜, 对制备酒花浸膏得率要求不高)。本研究建议采用液态 CO₂ 萃取工艺, 萃取温度在 0 ~ 20 范围内, 萃取压力不必高于 15 MPa。

1.2 原料含水率对液态 CO₂ 萃取效果的影响

萃取工艺参数如下: 萃取压力 10 MPa, 萃取温度 7 °C, 分离压力 4 MPa, 分离温度 40 °C, 相对单位质量(kg) 酒花原料的 CO₂ 相对流量为 3.185 kg/h。所用酒花原料为酒花粉(颗粒酒花压制前的产品), α 酸和 β 酸含量分别为 6.1% 和 4.3%, 含水率为 6.84%。原料含水率的调节方法如下: 用鼓风干燥机将酒花粉 50 °C 恒温烘干至含水率为 4.00%; 将酒花粉置潮湿空气中回潮, 使含水率分别达 8.00% 和 12.70%。

酒花原料含水率的高低对酒花浸膏得率的影响如图 2 所示。当原料含水率较高时, 萃取物中含有较多水分, 因此图 2 中含水率为 12.7% 的得率曲线明显位于较低含水率的得率曲线的下方。当原料含水率低于 8% 时, 仅凭肉眼已观察不到萃取物中水分的存在, 图中含水率低于 8% 的三条得率曲线紧挨在一起, 表明低于 8% 的原料含水率对酒花浸膏的得率已几乎不存在影响。

1.3 原料类型对液态 CO₂ 萃取效果的影响

萃取工艺参数同上, 所用原料共有三种: 一种是颗粒酒花, 一种是酒花粉(颗粒酒花压制前的产品), 另一种是在试验前将上述酒花粉进一步粉碎而得到的产品(称为粉碎酒花)。经测定, 这三种类型原料的 α 酸、β 酸和水分含量没有太大的差异。酒花粉和粉碎酒花的粒度分布如表 1 所示。

三种不同类型原料对酒花浸膏得率的影响如图 3 所示。从图中可以看出, 采用酒花粉原料时浸膏得率较大, 萃取效果较好。采用粉碎酒花原料, 虽然因颗粒直径减小而增大了传质面积, 但由于原料的堆积密度变大, 通透性变差而

导致传质系数减小, 故传质速率反而有所降低, 因而得率曲线位于最下方。采用颗粒酒花原料时, 在萃取过程前期其得率曲线与酒花粉原料的得率曲线基本重合, 而在萃取过程后期则位于酒花粉原料得率曲线下方。这是因为在萃取过程前期, 液态 CO₂ 主要是对颗粒酒花的表层进行萃取操作, 因而传质系数较大, 传质速率较高, 而在萃取过程后期, 由于颗粒酒花本身密度较大, 萃取物从颗粒内部扩散至液态 CO₂ 中必须克服较大的传质阻力, 传质系数较小, 因而传质

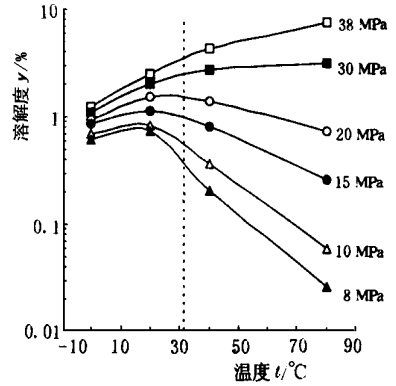


图 1 酒花浸膏在 CO₂ 中的溶解度
Fig 1 Solubility of hop concrete in CO₂

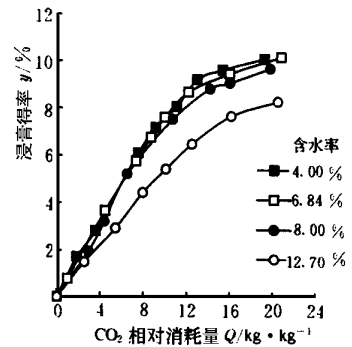


图 2 原料含水率对浸膏得率的影响
Fig 2 Effect of moisture content in raw materials on the yield of hop concrete

表 1 酒花原料的粒度分布

颗粒直径 /mm	重量百分率/%	
	酒花粉	粉碎酒花
< 0.3	15.7	36.4
0.3~0.6	25.2	33.6
0.6~1.0	28.1	21.3
1.0~2.0	18.5	8.2
> 2.0	12.5	0.5



速率逐渐降低。由于酒花粉原料使用不方便,批处理量少,且易损失,故对酒花浸膏得率要求不太高时,采用颗粒酒花原料较为适宜。

1.4 液态 CO₂ 相对流量对萃取效果的影响

萃取工艺参数同上,所用原料为颗粒酒花。试验结果表明,大流量萃取得率曲线在小流量萃取得率曲线下方,说明采取小流量萃取时,液态 CO₂ 中酒花浸膏的浓度比采取大流量萃取时大。当达到相同的浸膏得率时,大流量萃取所消耗的 CO₂ 的量必然大于小流量萃取所消耗的 CO₂ 的量。同时还发现,在得率相同的前提下,小流量萃取尽管所耗费的 CO₂ 的量少,但萃取所需的时间较长,生产效率低;大流量萃取尽管萃取所需的时间较短,但要耗费较多的 CO₂,功率消耗较大,经济上未必合算。而且,太大的流量不利于萃取物的分离和沉降。本研究结论为:实际生产中采取 3 ~ 20 kg/h 的 CO₂ 相对流量较为合适,具体选用多大数值与酒花原料的价格、装置的功率消耗等经济指标有密切关系。

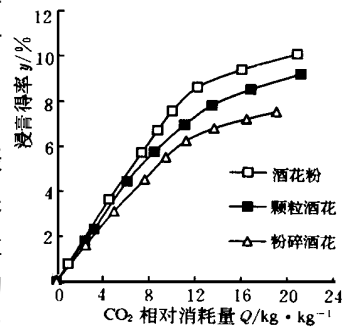


图3 原料类型对浸膏得率的影响

Fig. 3 Effect of type of raw materials on the yield of hop concrete

2 添加酒花浸膏的发酵试验研究

分别以颗粒酒花、自制 CO₂ 酒花浸膏、进口 CO₂ 酒花浸膏添加到煮沸的麦汁中进行实验室规模的啤酒发酵试验。首先根据麦汁应控制的苦味值以及酒花和酒花浸膏中 α-酸的含量,计算酒花或酒花浸膏的添加量,再分别分三批添加:第一批在麦汁初沸时,加入全量的 10%;第二批在煮沸中途,添加全量的 75%;第三批在煮沸终了前 10 min,加入全量的 15%。

分批添加酒花对提高酒花利用率而言并不合理,但从苦味、香味兼顾的角度考虑是必要的,因此在进行发酵试验时采用了这种添加方法,与实际啤酒生产过程相比,同样是采用颗粒酒花添加在煮沸的麦汁中,由于煮沸方式和煮沸强度的差异,实验室规模小试中的酒花利用率要比前者高得多;由于 CO₂ 酒花浸膏中不含或仅含少量多酚物质,不能很好地凝固蛋白质,易造成成品啤酒口味淡薄,故一般不宜 100% 使用,本研究在进行发酵试验时,为了增强可比性,采用了 100% 取代颗粒酒花的方式。

发酵试验结果如表 2 所示。从表中可看出,在实验室规模的小试中,以自制 CO₂ 酒花浸膏代替颗粒酒花添加在煮沸的麦汁中所得到的啤酒产品,与采用进口 CO₂ 酒花浸膏所得到的啤酒产品相比,没有明显的差别。

表 2 啤酒发酵试验结果

Tab. 2 Experimental results of fermentation

指 标	颗粒酒花	液态 CO ₂ 酒花浸膏	
		自 制	进 口
α-酸/%	6.10	44.22	55.98
β-酸/%	4.30	33.33	16.71
添加量/%	0.08	0.011	0.0087
α-酸添加量/%	0.00488	0.00488	0.00488
麦汁苦味值/BU	19.10	20.84	19.57
麦汁色度/EBC	6.8	6.5	6.8
啤酒色度/EBC	5.3	5.2	5.7
啤酒双乙酰/mg · L ⁻¹	0.256	0.232	0.148
外观发酵度/%	70.2	70.5	71.0
啤酒品尝结果	正常	正常	正常

4 结 论

1) 在我国开发生产酒花浸膏,适宜采用液态 CO₂ 萃取工艺,且萃取温度在 0 ~ 20 范围

内, 萃取压力不必高于 15 MPa;

2) 原料含水率高时, 萃取物含水量大, 酒花浸膏得率低, 当原料含水率低于 8%, 原料含水率对酒花浸膏得率影响不大;

3) 对浸膏得率要求不太高时, 适宜采用颗粒酒花作为液态 CO₂ 萃取原料;

4) 实际生产中采取 3 ~ 20 kg/h 的 CO₂ 相对流量较为合适, 具体选用多大数值与对得率的大小要求、酒花原料的价格、装置的功率消耗等经济指标有密切关系。

参 考 文 献

- 1 M crae J B, Wheldon A G Solubility of hop α -acids and β - acids in liquid carbon dioxide J Inst Brew, 1980, 86(6): 296~ 298
- 2 Daoud I S, Kusinski S Process aspects of the extraction of hops with liquid carbon dioxide J Inst Brew, 1986, 92(6): 559~ 567
- 3 Daoud I S, Kusinski S Liquid CO₂ and ethanol extraction of hops J Inst Brew, 1993, 99(1): 39~ 41
- 4 顾国贤 酿造酒工艺学 北京: 中国轻工业出版社, 1996 354p

Experimental Study on Extraction of Hops With Liquid CO₂ and Its Application

Zhu Enjun Wu Shouyi Li Guowen Chen Jun

(Jiangsu University of Science & Technology, Zhenjiang)

Abstract It is important to develop homemade hop concrete with liquid CO₂. The experimental researches were made systematically on the extraction of hop concrete using liquid CO₂. With the help of beer fermentation experiment, it is feasible to substitute homemade hop extracts for imported ones in beer production.

Key words humulus lupulus, liquids, carbon dioxide, extraction, fermentation