

文章编号 :1009-038X(2003)05-0061-05

# 果蔬香精回收装置和技术

杨寿清

(江南大学 食品学院,江苏 无锡 214036)

**摘要**:设计了一种改进的天然香精回收装置,该装置可用于果蔬汁生产中挥发性芳香物质的回收.对该装置的设计原理、操作方法、回收天然香精的工艺条件和回收率分别进行了探讨.结果表明,在该工艺条件下,以丁酸乙酯和乙酸乙酯为内标物,其回收率分别为 90.1% 和 98.7%.脱香果汁加入质量分数 1% 的 100 倍香精复香,感官评定与新鲜果汁比较无显著差异.

**关键词**:香精回收装置;挥发性芳香物质;回收技术;复香

中图分类号:TS 264.3

文献标识码:A

## A Preliminary Study on Essence Recovery Equipment and Technique for Fruit and Vegetable

YANG Shou-qing

(School of Food Science and Technology, Southern Yangtze University, Wuxi 214036, China)

**Abstract**: A modified, nature essence recovering equipment was designed in this paper. The device can be applied for recovering the volatilizable fragrant substances occurred in the fruit and vegetable juice productions. The design concept, manipulation method, recovery conditions and recovery rate of the device were discussed in this paper. The results showed that the recovery rate reached 90.1% and 98.7% under the optimum condition when using ethyl butyrate and ethyl acetate as the internal standard, respectively. The defragranted fruit juice could be restored to the same essence level, and the sensory score was the same as that of the original juice.

**Key words**: the essence recovery equipment; volatilizable fragrant mater; recovery technique; restore fragrance

水果蔬菜汁是最受消费者欢迎的饮料之一,它保留了水果蔬菜中绝大部分营养成分,且利于人体消化,并且有一定的药物疗效作用<sup>[1~3]</sup>.但是,水果蔬菜汁在加工和浓缩过程中,其风味极易消失,影响产品的质量.因此,在果蔬汁浓缩前,必须回收这些风味物质,最后回加到产品中去,以改善产品的

质量.在水果蔬菜产地生产果蔬汁,不仅可以减少水果蔬菜的耗损,同时可以节省大量的包装贮运费,减轻运输压力.因此,在产地进行水果蔬菜芳香物质的回收,有着特别重要的意义.这些回收的芳香物,除了用于回加外,还可作为食品工业的添加剂.作者根据文献<sup>[4~7]</sup>提供的香精回收基本原理

收稿日期 2003-02-20; 修回日期 2003-04-21.

作者简介:杨寿清(1954-)男,江苏无锡人,高级工程师,工学硕士.

万方数据

和实际可能,设计并组装了水果蔬菜汁香精回收装置,并就该装置对水果蔬菜汁香精回收的工艺条件、回收率和复香效果进行了研究。

## 1 香精回收装置的设计原理及其结构

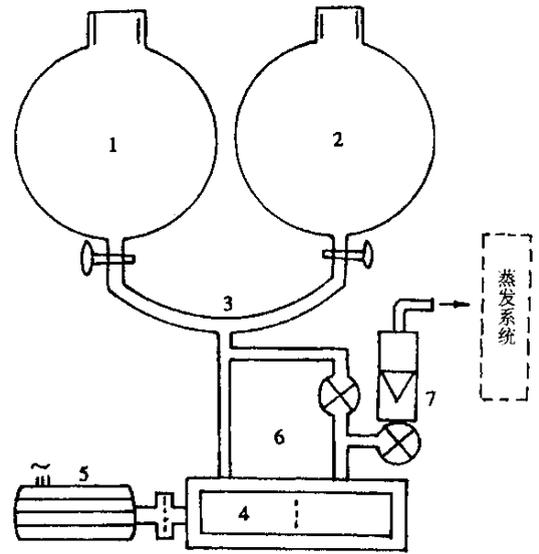
### 1.1 设计原理

水果蔬菜香精物质是由许多微量的、不同结构、不同种类的物质组成。这些芳香物质大多数沸点比水高,但它们的挥发性都很强。大多数天然芳香物质可以通过蒸馏法提取出来并进行回收。因此,只需蒸出果蔬汁中少量液体,就足以把大部分芳香物质收回<sup>[1,4]</sup>。本装置的工作原理就是从果蔬汁中蒸馏出挥发性芳香物质,然后把水蒸气和芳香性物质的混合物导入分馏柱进行浓缩,最后的浓缩液即为天然水果蔬菜香精。

### 1.2 香精回收装置结构

果蔬汁天然香精回收装置<sup>[3]</sup>,是在参考了国内外文献<sup>[3-8]</sup>,并根据国内实际情况设计而成,图1为果蔬汁天然香精回收装置结构示意图。本装置可分为供料系统、加热蒸发系统、分馏系统和收集系统4个部分。

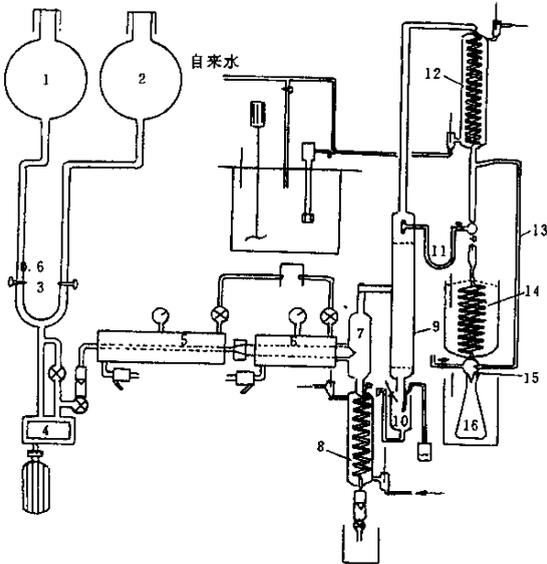
和试验开始时调控装置正常运转及试验结束后清洗装置的去离子水。下部为两臂有控制阀门的U型三通管(3),藉以控制果蔬汁或去离子水的供应。果蔬汁或去离子水由连接在U型管下面的不锈钢齿轮泵(4)输送,液体输送的速度则由回流装置(6)和转子流量计(7)结合调整。



1.2. 贮料罐;3. U型三通管;4. 齿轮泵;  
5. 电动机;6. 回流装置;7. 流量计

图2 果蔬汁天然香精回收装置供料系统示意图

Fig. 2 Sketch of the material supply system of the essence recovery equipment



1.2. 贮料罐;3. U型三通管;4. 齿轮泵;5. 预热器;  
6. 蒸发器;7. 分离器;8. 冷却器;9. 分馏柱;10. 再沸器;  
11. 毛细管;12. 冷凝器;13. 不凝气管;14. 冷阱;15. 淋洗装置;16. 收集器

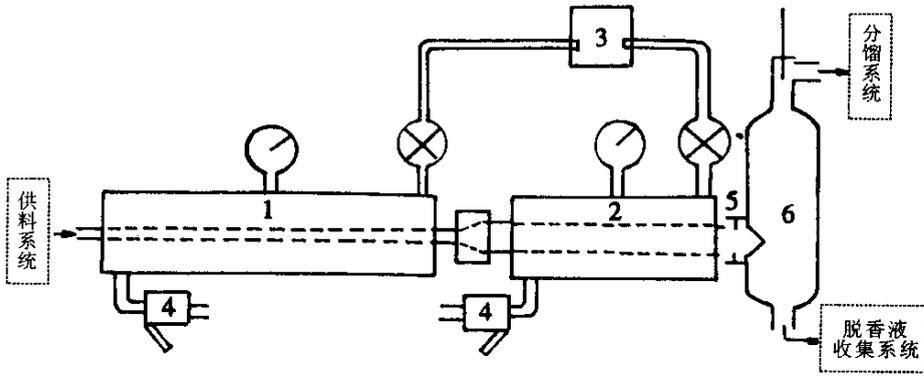
图1 果蔬汁天然香精回收装置示意图

Fig. 1 Sketch of the essence recovery equipment

1.2.1 供料系统 供料系统(见图2)上部为2只贮料罐(1、2),分别存放待回收天然香精的果蔬汁

1.2.2 加热蒸发系统 加热蒸发系统见图3。预热器(1)和蒸发器(2)为本系统主要组成部分,两者均为不锈钢制成。加热蒸汽由蒸汽发生器(3)供给,蒸汽冷凝水由疏水器(4)排除。蒸发器末端和汽液分离器(6)成切线方式相接,以便汽液混合物以回旋状进入分离器,提高汽液分离效果。它们连接处采用聚四氟乙烯接头(5),以减少径向膨胀,并可进行纵向调节,以免损坏装置。果蔬汁或去离子水由齿轮泵输送到预热器预热,再经蒸发器继续加热并蒸发,汽液混合物进入汽液分离器进行汽液分离。

1.2.3 分馏系统 分馏系统(见图4)主要组成部分是分馏柱(1),柱内随机装满填充料(2),分馏柱底部为再沸器(3),用连接调压器(4)的加热器(5)加热。再沸器内的液面高度可通过调整连接在底部的溢流管(6)的高度来调节。分馏柱上部的芳香性蒸汽由盘管式冷凝器(8)冷凝。冷凝的芳香性液体一部分由U型毛细管(7)回流到分馏柱内,一部分则送往收集系统。



1. 预热器; 2. 蒸发器; 3. 蒸汽发生器; 4. 疏水器; 5. 聚四氟乙烯接头; 6. 汽液分离器

图3 果蔬汁天然香精回收装置加热蒸发系统示意图

Fig.3 Sketch of the heating and evaporating system of the essence recovery equipment

### 1.2.4 收集系统

1) 天然香精收集系统:天然香精收集系统在回流装置下部(见图4),由收集阀(9)根据芳香物质的浓缩倍数控制,回流阀(10)则用来控制芳香性液体高度,保证天然香精收集速度恒定.收集的天然香精经冷阱(11)冷却,再经过冷凝器中设有的不凝气体淋洗装置,吸附掉可能存在的芳香性物质,流入天然香精收集器(17).不凝气体由导管(12)导出,送入置于冷阱下部的淋洗装置(13)内,经直径小于1mm的毛细管出口,与缓慢下滴的天然香精液滴相遇.毛细管出口与天然香精液滴相距约1mm,经淋洗的不凝气体由另一导管导出.经检查出口阀(18)处嗅不到有芳香性物质存在.不凝气体淋洗装置的结构见图5.

2) 脱香汁收集系统:脱香汁收集系统在汽液分离器下面(见图4),汽液分离后的液体经冷却器(14)冷却后,流入接收器(16).在冷却器后面装有流量计(15),藉以控制体积流量,使汽液分离器内保持一定液位.

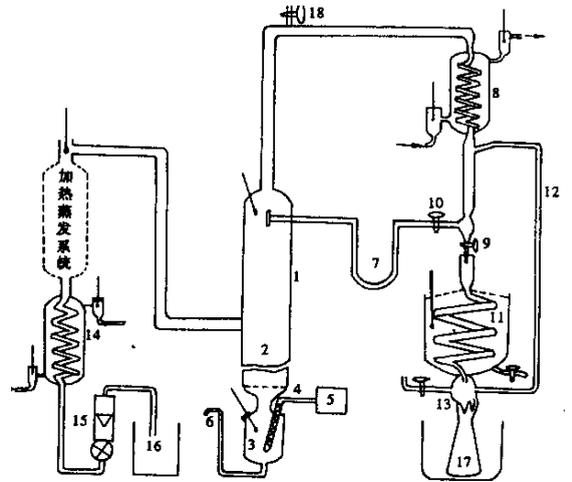
汽液分离器、再沸器、分馏柱顶部、冷阱都配有温度计,冷凝器和冷却器的冷却水进出口也都装有水温测定装置,便于在试验中测量、调节和控制.

### 1.3 香精回收装置的操作

在贮料罐中分别装入果蔬汁和去离子水.调节汽液分离器、再沸器内的液面高度,接通电源,调节调压器到预定电压,将再沸器内水加热至沸,调节聚四氟乙烯接头,使其处于松开状态.

打开去离子水贮料罐下的控制阀,开启齿轮泵,向装置内供应去离子水.调节回流装置针形阀和流量计,使去离子水稳定在所需流量.打开蒸

气阀,预热器和蒸发器到达预定压力并稳定后,慢慢调节聚四氟乙烯接头,使汽液分离器进口接头封面配合不漏水.调节调压器,使再沸器内蒸发量(再沸量)达到所需水平.再次调节溢流管高度,确保整个香精回收过程再沸器内液面保持所需高度,打出口阀,检查出口处有无芳香气味和其它异味.待出口处闻不到任何气味后,关闭出口阀.



1. 分馏柱; 2. 填料; 3. 再沸器; 4. 加热器; 5. 调压器; 6. 溢流管; 7. U型毛细管; 8. 冷凝器; 9. 收集阀; 10. 回流阀; 11. 冷阱; 12. 气体导管; 13. 淋洗装置; 14. 冷却管; 15. 流量计; 16. 接收器; 17. 收集器; 18. 出口阀

图4 果蔬汁天然香精回收装置分馏和收集系统示意图

Fig.4 Sketch of the fractional and collect system of the essence recovery equipment

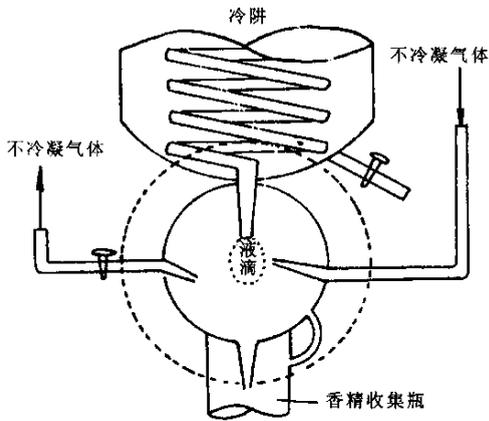


图5 不凝气体淋洗装置结构

Fig. 5 Structure of the drip washing system of the essence recovery equipment

调节冷却器和冷凝器冷却水温到所需温度,调节冷阱温度,调节芳香性液体回流阀,控制一定的液面高度,使其处于全回流状态.调节控制脱香液流量的流量计阀,保持汽液分离器内脱香液液面达到所需水平,以防液面进入冷却器盘管内,引起芳香物质的损失.

装置运转正常并稳定后,关闭去离子水供料阀,同时供应果蔬汁,开始记录操作时间.在分馏平衡后,打开收集阀,根据所需香精浓缩倍数,调节收集流量,收集果蔬汁天然香精,并记录收集时间.再次调节回流阀,使冷凝的芳香性液体保持一定的液面高度,确保收集速度的恒定.回收结束后,记录收集终止时间,关闭果蔬汁供料阀,同时供应去离子水,清洗整个装置.清洗完毕,打开所有阀,关闭电源、蒸汽和冷却水,同时使聚四氟乙烯接头处于松开状态,备用.

## 2 天然香精回收技术

### 2.1 试验原料

苹果、红香蕉和国光苹果,产于山东烟台地区.

### 2.2 试验方法

2.2.1 香精回收工艺条件 试验时用同一批果蔬(苹果)汁,以消除品种、产地、成熟度、贮藏期等因素的影响.试验时进料量为10 L/h,冷阱温度0℃.试验结束后,按下式计算蒸发量和香精浓缩倍数:

$$E_v = 100 G_1 \times \frac{S_2 - S_1}{S_2} \quad (1)$$

$$F_v = \frac{V_1 - J_r(T_1 - T_2)}{V_a} \quad (2)$$

式中: $E_v$ 为水蒸发量体积分数,%; $G_1$ 为果蔬汁

20℃时的密度; $S_1$ 为果蔬汁可溶性固形物质量分数,%; $S_2$ 为脱香汁可溶性固形物质量分数,%; $F_v$ 为体积香精浓缩倍数; $V_1$ 为果蔬汁试验总体积,L; $J_r$ 为果蔬汁进料速度,L/h; $T_1$ 为操作总时间,h; $T_2$ 为香精收集时间,h; $V_a$ 为香精体积,L.

1) 蒸发量试验:芳香性气体冷凝温度0℃,再沸量0.22 kg/h,调节果蔬汁体积蒸发量体积分数分别为4.5%、10.3%、15.1%.

2) 再沸量试验:果蔬汁体积蒸发量体积分数10.3%,芳香性气体冷凝温度0℃,调节再沸量分别为0.14、0.22、0.32 kg/h.

3) 冷凝温度试验:果蔬汁体积蒸发量体积分数10.3%,再沸量0.22 kg/h,控制芳香性气体冷凝温度分别为11.5、0、-5、-10℃.

2.2.2 香精回收装置回收率 控制果蔬汁蒸发量体积分数10%,再沸量0.22 kg/h,芳香性气体冷凝温度和冷阱温度0℃.在果蔬汁中分别加入一定量的丁酸乙酯和乙酸乙酯,在上述条件下进行对比试验.

回收香精用标准曲线法进行气相色谱分析,测出香精中内标物质量浓度的增量,按下式估算回收率:

$$R = 100 \times \frac{\rho_2 - \rho_1}{\rho F_v} \quad (3)$$

式中: $R$ 为香精回收装置回收率,%; $\rho_2$ 为加入内标物香精中同一物质质量浓度; $\rho_1$ 为未加内标物香精中同一物质质量浓度; $\rho$ 为加入果蔬汁中内标物质量浓度; $F_v$ 为体积香精浓缩倍数.

2.2.3 香精复香比较试验 上述条件下回收的100倍香精按体积分数0.9%、1.0%、1.1%加回同一试验的脱香果蔬汁中,进行感官评定和气相色谱分析.

### 2.3 香精质量评定方法

2.3.1 感官评定 感官评定是目前合理确定香精质量的一种重要手段.为了保证感官评定的可靠性,作者按赵大生等<sup>[2]</sup>提出的比较法对评定人员进行筛选,确定能保证评定质量的评定人员.在评定中,香精相对强度采用阈值法,果蔬汁复香效果采用顺序法<sup>[1,8,10]</sup>.

2.3.2 气相色谱分析 用气相色谱分析作为评定香精质量的另一个指标.在分析中,香精溶液采用直接进样法,果蔬汁则采用顶空取样法<sup>[11]</sup>.

### 2.4 结果与讨论

2.4.1 香精回收工艺对香精质量的影响 表1~3分别为不同蒸发量、再沸量和芳香性气体冷凝温度

时回收香精感官评定结果 ,气相色谱图峰高变化的趋势与感官评定结果基本一致。结果表明 ,果蔬汁中蒸出体积分数约 10% 的水 ,能够把果蔬汁中绝大部分芳香性物质带出 ,增加蒸发量 ,回收香精强度并不增加 ,较适宜的再沸量为 0.22 kg/h ,再沸量过高或过低 ,都会影响回收香精的强度 ;同样 ,回收香精强度随芳香性气体冷凝温度的下降而增加 ,到 0℃ 后达到最大 ,然后略有下降 ,这可能是部分高沸点芳香性物质在冷凝管壁凝结的缘故。因此 ,较为适宜的回收条件为 ,果蔬汁蒸发量体积分数 10% 左右 ,再沸量 0.22 kg/h ,芳香性气体冷凝温度以 0℃ 左右为宜。

表 1 不同蒸发量回收香精强度

Tab.1 The essence recovery intensity at different evaporating capacity

| 蒸发量体积分数/% | 阈值对数值 | 相对强度 |
|-----------|-------|------|
| 4.5       | 4.60  | 0.89 |
| 10.3      | 5.15  | 1.00 |
| 15.1      | 5.14  | 1.00 |

表 2 不同再沸量回收香精强度

Tab.2 The essence recovery intensity at different reboiling capacity

| 再沸量/( kg/h) | 阈值对数值 | 相对强度 |
|-------------|-------|------|
| 0.14        | 4.10  | 0.80 |
| 0.22        | 5.10  | 1.00 |
| 0.32        | 4.60  | 0.90 |

表 3 不同冷凝温度回收香精强度

Tab.3 The essence recovery intensity at different condensation temperature

| 温度/℃ | 阈值对数值 | 相对强度 |
|------|-------|------|
| 11.5 | 4.12  | 0.80 |
| 5.0  | 4.60  | 0.89 |
| 0    | 5.15  | 1.00 |
| -5   | 5.15  | 1.00 |
| -10  | 5.10  | 1.99 |

2.4.2 回收率估测 果蔬汁中普遍存在丁酸乙酯和乙酸乙酯这类低分子酯类 ,丁酸乙酯的沸点 120~121℃ ,乙酸乙酯的沸点 77.1℃ ,用它们分别代表沸点高于水和沸点低于水的挥发性芳香性物质的回收情况具有一定的代表意义。

果蔬汁中芳香性物质的高挥发性是其重要特

性 ,否则 , $10^{-6}$ 和  $10^{-9}$ 的质量浓度 ,在常温下就不能被人们的嗅觉系统所觉察<sup>[9]</sup>。丁酸乙酯和乙酸乙酯的回收率分别为 90.1%和 98.7%。

2.4.3 复香效果 表 4 为果蔬汁及其不同水平复香汁感官评定结果。结果表明 ,果蔬汁、脱香汁和 3 种复香汁的顺序总和分别为 41、68、42、43、46。查感官评定顺序鉴定表<sup>[1]</sup> ,在 5% 水平 ,16 个品评员 5 个样品的顺序总和范围为 35~61 ,对果蔬汁和 3 种复香汁来讲 ,它们的顺序总和都在 35~61 范围内 ,它们之间无显著差异 ;而脱香汁的顺序总和为 68 ,大于上限 61 ,它与其它样品间有显著差异。因此 ,回收香精按原有比例添加到脱香果蔬汁中 ,可大大改善脱香果蔬汁的质量 ,其风味接近于新鲜果蔬汁。

表 4 顺序法感官评定复香效果

Tab.4 The fragrance restoring effect on sensory judge with order method

| 样 品           | 顺 序 号 |     |     |     |      | 顺序总和 |
|---------------|-------|-----|-----|-----|------|------|
|               | 1     | 2   | 3   | 4   | 5    |      |
| 果蔬汁           | 1×4   | 2×3 | 3×5 | 4×4 | 5×0  | 41   |
| 脱香汁           | 1×1   | 2×2 | 3×0 | 4×2 | 5×11 | 68   |
| 复香汁体积分数(0.9%) | 1×3   | 2×4 | 3×6 | 4×2 | 5×1  | 42   |
| 复香汁体积分数(1.0%) | 1×5   | 2×2 | 3×3 | 4×5 | 5×1  | 43   |
| 复香汁体积分数(1.1%) | 1×3   | 2×5 | 3×2 | 4×3 | 5×3  | 46   |

### 3 结 论

1) 设计和组装的香精回收装置 ,适合于回收果蔬汁中的挥发性芳香物质。在适宜的工艺条件下 ,能回收果蔬汁中绝大部分芳香物质。不冷凝气体经冷阱冷却的产品淋洗后 ,出口处嗅觉觉察不到有芳香物质的存在。

2) 在用该装置回收果蔬汁香精过程中 ,适宜的工艺条件为 ,果蔬汁蒸发量体积分数 10% 左右 ,再沸量 0.22 kg/h ,芳香性气体冷凝温度 0℃ ,冷阱温度 0℃ ,此时回收的香精强度最大。冷阱和冷凝温度低于 0℃ 没有必要 ,可能引起香精中高沸点馏分凝结 ,严重时甚至堵塞管道。

3) 用丁酸乙酯和乙酸乙酯作为内标物进行回收 ,其回收率分别为 90.1%和 98.7%。

4) 回收香精按果蔬汁原有比例回加到脱香汁中 ,可基本恢复原来果蔬汁的芳香。

(下转第 75 页)

结果总体稍低,可能是部分结合  $\text{SO}_2$  未检出所致.回收率试验显示本方法的回收水平符合仪器分析的要求.

### 2.3 讨论

1)采用本方法测定样品中  $\text{SO}_2$  质量分数时,为确保准确度以及操作方便,其取样量应使底液中  $\text{SO}_2$  质量分数尽量在 20~50 mg/kg 为好.

2)在夏季平均气温超过 28 °C 时,为防止样品蒸馏时吸收液中  $\text{SO}_2$  逸出,吸收装置应置入冰水浴或循环自来水浴中,其它季节则无必要.

3)测定含气液体样品中  $\text{SO}_2$  质量分数时,可先将样品液调成碱性后再除气,以防  $\text{SO}_2$  损失.

4)在测定高糖食品中  $\text{SO}_2$  时,蒸馏瓶中的加水

量可增加至 100 mL 并滴加硅油,以防糖炭化或泡沫逸出.

### 3 结论

$\text{SO}_2$  在 pH 4.5 的磷酸酸性介质中在滴汞电极上有良好的吸附波, $\text{SO}_2$  质量分数在 5.0~100 mg/kg 范围内,与波高有良好的线性关系.添加 50  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的  $\text{Fe}^{3+}$  可抑制氧波对  $\text{SO}_2$  测定的干扰.用此法测定了 10 个试样中的  $\text{SO}_2$  质量分数,RSD 为 1.11%,回收率在 93.2%~101.2%.与国家标准分析方法副玫瑰苯胺比色法进行了对照,结果显示无显著性差异( $\alpha=0.05$ ).该方法操作简便,测定速度快,结果重现性好.

### 参考文献:

- [1]凌关庭,王亦芸,唐述潮,等.食品添加剂手册[M].北京:化学工业出版社,1998.311-316.
- [2]中国预防医学科学院标准处.食品卫生国家标准汇编(4)[M].北京:中国标准出版社,1997.342-343.
- [3]中国预防医学科学院标准处.食品卫生国家标准汇编(5)[M].北京:中国标准出版社,1999.19-21.
- [4]孙成均,刘纪艳,王崧,等.示波极谱法测定血清和组织中的亚硝酸盐[J].华西医科大学学报,1999,30(2):945-946.
- [5]张军,黎拒难.单扫描示波极谱法测定安乃近含量[J].分析科学学报,2000,16(1):234-236.

(责任编辑:朱明)

(上接第 65 页)

### 参考文献:

- [1]绪方邦安.水果蔬菜贮藏概论[M].陈祖绒,李克志,高燕,等译.北京:农业出版社,1982.
- [2]赵大生,吴全龙,郭树滋.食品感官检查方法浅探[J].食品科学,1984(3):35-37.
- [3]杨寿清,陈舜祖.苹果香精回收技术[J].无锡轻工业学院学报,1987(4):28-37.
- [4]Walker L H, Nimmo C C, Patterson D C. Preparation of a frozen apple juice concentrate[J]. **Food Technol**, 1951(5):148-150.
- [5]Mannheim C H, Passy N. Aroma recovery and retention in fruit juice[J]. **Int Flavors Food Additives**, 1975(6):323-327.
- [6]Herz K O, Chang S S. An apparatus for the isolation of volatile compounds from food[J]. **J Food Sci**, 1966(31):397-402.
- [7]Williams A A, Lewis M J, Tucknott O G. The neutral volatile components of cider apple juice[J]. **Food Chem**, 1980(6):139-141.
- [8]Hachenbery H, Schmidt A P. Gas Chromatographic Headspace Analysis[M]. London:Heyden, 1977.
- [9]Tressler D J, Joslyn M J. Fruit and Vegetable Juice Processing Technology. 3rd ed[M]. Westport, Connecticut:AVI Publishing Company, 1980.
- [10]Bennet G B, Spahr M, Dodds M L. The value of training a sensory test panel[J]. **Food Technol**, 1956(10):205-208.
- [11]Tigner D J. Dilution test for odor and flavor analysis[J]. **Food Technol**, 1962(2):26-29.

(责任编辑:杨勇)