

文章编号: 1673-9620(2007)01-0023-03

桦木提取液的利用研究^{*}

徐 鸽¹, 严光宇²

(1. 江苏工业学院 化学工程系, 江苏 常州 213164; 2. 常州信息职业技术学院 自动控制工程系)

摘要: 桦木加碱蒸煮得到提取液, 采用膜电解工艺回收部分碱, 然后对除碱液进行脱木质素后, 经浓缩、喷雾干燥得到焦糖色素产品; 对该产品进行性能测试, 同时在不同 pH 下, 考察其色率和红色指数的变化。结果表明: 通过膜电解 4~5 h, 可以回收 70% 以上的碱; 焦糖色素的色率随 pH 的增大而增大, 色率最大相差 3.5 万个 EBC 单位, 但 pH=3.0~7.5 时, 色率均符合国家标准, 红色指数随 pH 的增大而减小, 红色指数最大相差 1.78。自制焦糖色素产品性能符合国家标准。

关键词: 桦木提取液; 膜电解; 碱回收; 木质素; 焦糖色素

中图分类号: TS 264.4

文献标识码: A

Investigation of Birch Extracts Utilization

XU Ge¹, YAN Guang-yu²

(1. Department of Chemical Engineering, Jiangsu Polytechnic University, Changzhou 213164; 2. Department of Automatic Control Engineering, Changzhou College of Information Technology)

Abstract: The material partly recovered alkali with a membrane-electrolysis, which is extracted from birch by adding alkali and steam-digestion. Then treatments were carried out to recover alkali liquid, remove the lignin, condense and spray drying process to obtain caramel pigment. As a result, alkali was recovered over 70% by membrane-electrolysis about 4-5 h. For caramel pigment with pH value increasing, the change of color ratio rising, too, and the biggest D-value of color ratio was 35 thousand EBC. But to pH value in the range of 3.0-7.5, color ratio met the national standard, so obtained caramel could adapt better. However, red index decreased with pH value increasing, and the biggest D-value was 1.78. The quality of prepared caramel colorant met the national standard.

Key words: birch extracts; membrane-electrolysis; alkali recovery; lignin; caramel pigment

本研究对桦木片模拟碱法制浆蒸煮过程, 对产生的造纸黑液——植物提取液进行综合利用。而目前, 对造纸黑液中的木质素、碱回收的报道较多^[1~3], 而对回收木质素后的母液无再利用的报道。本研究对植物提取液进行部分碱回收以外, 对该母液进行综合利用——即制备焦糖色素。

1 实验部分

1.1 主要仪器

蒸煮转炉、膜电解装置、721 型分光光度计。

* 收稿日期: 2006-05-06

作者简介: 徐鸽(1966-), 女, 江苏金坛人, 博士生, 副研究员。

1.2 主要原料、药品

主要原料：东北的桦木碎片；阳离子膜。
药品：氢氧化钠，分析纯；盐酸，分析纯。

1.3 本研究的工艺路线

对桦木碎片加碱蒸煮得到的提取液，进行利用。即首先在常温下采用膜电解至 pH 为 5，回收部分碱，并对碱液（浓度为 2 mol/L）进行回收利用；然后经酸析脱木质素，滤液（主要是植物多糖）经过浓缩，喷雾干燥得到焦糖色素产品。

1.4 实验内容

1.4.1 提取液的制备

在蒸煮转炉中加入 3 kg 桦木碎片，加入 13 % 2 000 mL 碱溶液，通入压力为 0.8 MPa，168 ℃ 的水蒸汽，反应 2.5 h 后，出料。

1.4.2 膜电解回收部分碱

在膜电解装置的原料槽中加入 3 000 mL 上述提取液，回收碱槽中加入 2 000 mL 自来水，打开电源开始电解。定时取样测定碱槽中的碱浓度，并测原料槽中的 pH，当 pH 为 5 时，关闭电源，停止膜电解。把原料槽中的提取液放出，作为脱木质素的原料。而当碱液槽中的碱浓度达到 2 mol/L 时，停止电解，回收碱液循环利用。

1.4.3 除碱液的脱木质素过程及焦糖色素的制备

将上述除碱后的提取液进行木质素提取，采用盐酸酸析法，在 70 ℃ 下，pH 调至 3，经抽滤得到木质素，滤液经浓缩、喷雾干燥得到焦糖色素。

1.4.4 焦糖色素的性能分析

按照 GB8817-88 分析焦糖色素产品的性能。考察焦糖色素的色率、红色指数随 pH 的变化。

色率的测定：将焦糖色素配成 1 % 溶液，倒入 1 cm 的比色皿中，用分光光度计测其 610 nm 处的吸光值，按下式计算其色率：

$$X=\frac{A_{610} \cdot 20\,000}{0.076}$$

式中： A_{610} 为 610 nm 的吸光值。

红色指数的测定^[4]：上述溶液测其 510 nm 处的吸光值，按下式计算其红色指数：

$$X=10\lg \frac{A_{510}}{A_{610}}$$

式中： A_{510} 为 510 nm 处的吸光值。

2.1 提取液的制备

经碱蒸煮得到的提取液性质为：pH 11~12，呈深褐色。

2.2 膜电解回收部分碱

上述植物提取液经膜电解回收碱，随着时间的推移，膜电压和碱液槽中的浓度变化见图 1、图 2。

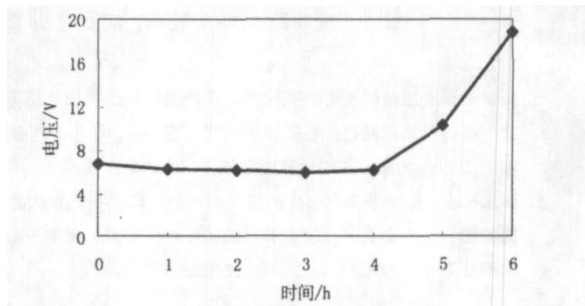


图1 膜电压随膜电解时间的变化

Fig 1 Variation of membrane voltage with electrolytic time

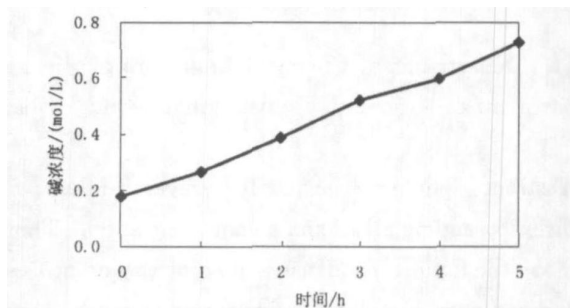


图2 碱浓度随膜电解时间的变化

Fig 2 Variation of alkali concentration with electrolytic time

从图 1 可以看出：膜电压随着时间的变化先平缓后突变，即在 4 h 前，电压变化不大，但到 4 h 以后，电压增加很快，这是因为此时提取液中 Na^+ 已经很少了，要使其分离出来就需要更多的能量，即需要更大的膜电压，基于经济方面的考虑，膜电解时间最好控制在 4~5 h。

从图 2 可以看出：随着时间的推移，回收的碱浓度逐渐上升，上升趋势接近一条直线，这说明通过膜分离回收碱液过程较平稳，易于控制。一般碱回收可达到 70 % 以上。

2.3 脱木质素过程及焦糖色素的制备

将 2.2 中除碱后的提取液（pH 约为 5）进行脱木质素，得到的木质素产品，经研磨、筛分，几乎全部 < 300 目，此木质素产品可作为橡胶添加剂。

去木质素的滤液呈深红棕色透明液，经浓缩，

进行喷雾干燥，干燥室的温度控制在 125 ℃左右，进料速度控制在 10 mL/s，得到焦糖色素产品。

2.4 焦糖色素的性能分析

上述焦糖色素产品外观为棕色粉末状固体，易溶于水，水溶液呈红棕色，透明无浑浊，具有特殊的焦糖气味，无异味。其主要性能指标见表 1。

表 1 焦糖色素产品的主要性能

Table 1 Main properties of the product for caramel colorant		
指标项目	自制焦糖色素	国标
色率 (EBC 单位) ≥	100 000	46 000
水分 /% ≤	3.0	3.0
氨氮 (以 NH ₃ 计) /% ≤	0.01	0.20
二氧化硫 (以 SO ₂ 计) /% ≤	-	0.10
砷 (以 AS 计) /% ≤	0.000 01	0.000 03
铅 (以 Pb 计) /% ≤	0.000 01	0.000 05
重金属 /% ≤	0.000 3	0.001
4-甲基咪唑 /% ≤	无	0.02

由表 1 可以看出：自制焦糖色素产品的性能指标符合国家标准。此外，因为在制备焦糖色素过程中仅使用了氢氧化钠（分析纯）和盐酸（分析纯），因而自制产品拟作为食用色素是安全的。

2.4.1 焦糖色素色率随 pH 的变化

将焦糖色素产品配制成 pH 为 3.0、3.5、5.5、6.5 和 7.5 的溶液，然后测定它们的色率。结果见图 3。

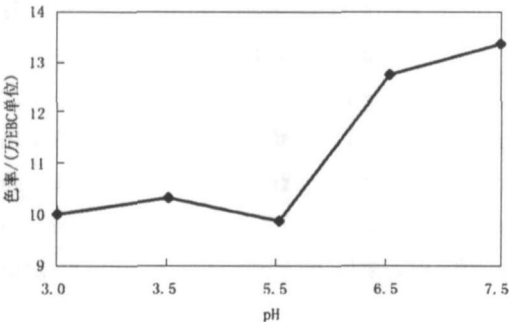


图 3 色率与 pH 的关系

Fig 3 The relation of color ratio and pH value

从图 3 可以看出，焦糖色素产品的色率随 pH 的增大而增加。最大与最低色率相差 3.5 万 EBC（图中第一个点为原溶液，未调过 pH，下同）。并且在 pH 在 3.0~7.5 的范围内其色率均符合国家标准，说明自制焦糖色素的适用面较宽。

2.4.2 焦糖色素红色指数随 pH 的变化

尽管国标中对红色指数无明确要求，但是随着消费倾向的转变，消费者越来越关心调味品的色泽，如酱油的色率和红色指数，焦糖色素是改善酱油等产品色泽最主要且用量最大的一种天然着色

剂。
将焦糖色素产品配制成 pH 为 3.0、3.5、5.5、6.5 和 7.5 的溶液，然后测定它们的红色指数。结果见图 4。

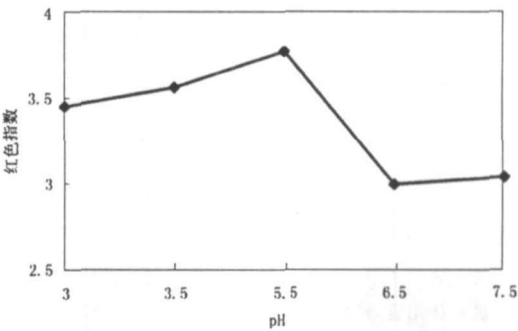


图 4 红色指数与 pH 的关系

Fig 4 The relation of red index and pH value

由图 4 可以看出，随着 pH 的增加，红色指数呈减小趋势，最大相差 1.78。

综合图 3、图 4 在 pH 3.0~7.5 之间，色率有一最小值，红色指数有一最大值，两个极值点 pH 均在 5.0~6.0 之间。主要原因是焦糖色素是一种复杂物质组成的混合物，由于 pH 的变化，改变了其中呈色物质的官能团，而使 610 nm 及 510 nm 波长下的吸光值产生了变化。

3 结 论

①对桦木提取液进行利用，采用膜电解法回收碱 4~5 h，回收超过 70% 的碱，可再利用。②自制焦糖色素的性能指标符合国家标准。③自制焦糖色素的色率随 pH 的增大呈上升趋势，色率最大相差 3.5 万 EBC，但 pH 在 3.0~7.5 之间的色率均符合国家标准，此色素的适用范围较宽。④自制焦糖色素的红色指数随 pH 的增大呈下降趋势，最大相差 1.78。

参考文献:

[1] 汤青文，文瑞明. 从造纸厂制浆黑液中提取木质素并回收碱的研究 [J]. 衡阳师专学报（自然科学版），1998，19（6）：11-15.
[2] 张小勇，张建安，韩润林，等. 碱法造纸黑液木质素生物酸析法 [J]. 应用与环境生物学报，1999，5（6）：618-622.
[3] 文志军，杜煜，张安龙. 碱法制浆黑液木素的综合利用新进展 [J]. 纸和造纸，2002，（4）：50-52.
[4] 秦祖赠，龙明贵. 焦糖色素的色率及红色指数与 pH 值关系的研究 [J]. 中国调味品，2003，（1）：27-29.