



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103124586 B

(45) 授权公告日 2016. 03. 30

(21) 申请号 201180040701. 2

(22) 申请日 2011. 07. 18

(30) 优先权数据

10170417. 9 2010. 07. 22 EP

(85) PCT国际申请进入国家阶段日

2013. 02. 22

(86) PCT国际申请的申请数据

PCT/NL2011/050524 2011. 07. 18

(87) PCT国际申请的公布数据

W02012/011808 EN 2012. 01. 26

(73) 专利权人 海内肯供应连锁公司

地址 荷兰祖特沃德

(72) 发明人 T·R·努尔德曼 M·范德努尔特

A·里克特

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

72002

代理人 苗征 于辉

(51) Int. Cl.

B01D 39/02(2006. 01)

B01D 41/02(2006. 01)

B01J 20/26(2006. 01)

C12H 1/04(2006. 01)

C12H 1/06(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101516498 A, 2009. 08. 26,

CN 1185754 A, 1998. 06. 24,

WO 99/16531 A1, 1999. 04. 08,

审查员 贾宁

权利要求书2页 说明书8页

(54) 发明名称

用于在酵母发酵的饮料澄清和稳定化之后从膜过滤器的截留物再生 PVPP 的方法

(57) 摘要

本发明涉及制备酵母发酵的饮料的方法,所述方法包括以下步骤:a. 使用生物活性的酵母使麦芽汁发酵而产生发酵液体;b. 任选地从所述发酵液体中除去酵母;c. 将所述发酵液体与聚乙烯基聚吡咯烷酮(PVPP)颗粒混合;d. 在第一膜过滤器上过滤含有PVPP颗粒的所述发酵液体,不采用助滤剂;e. 将第一截留物与水性再生液体合并以使多酚和/或蛋白质从PVPP颗粒脱吸附,所述水性再生液体的pH为至少10.0;f. 将第一截留物和再生液体的合并物在第二膜过滤器上过滤,不采用助滤剂;和g. 在任选进一步提炼第二截留物中含有的再生PVPP颗粒之后,将再生PVPP颗粒循环至步骤c;其中使用能够分解蛋白质和/或多酚的分解剂分解步骤d的第一截留物中含有的大分子组分和/或截留在步骤f的第二过滤器上的大分子组分,所述分解剂选自氧化剂、酶及它们的组合。根据本发明的方法可使用单次使用的PVPP和可再生的PVPP进行操作。此外,所述方法非常可靠,并且不需要用于再生PVPP的复杂、庞大的过

滤硬件。

1. 制备酵母发酵的饮料的方法,所述方法包括以下步骤:

a. 使用生物活性的酵母使麦芽汁发酵而产生发酵液体,所述发酵液体含有酵母、酒精、多酚和蛋白质;

b. 任选地从所述发酵液体中除去酵母;

c. 将所述发酵液体与聚乙烯基聚吡咯烷酮(PVPP)颗粒混合以使所述发酵液体中含有的所述多酚和/或所述蛋白质的至少一部分与所述PVPP颗粒结合,至少80重量%的所述PVPP颗粒的直径在5-150 μm 的范围内;

d. 在孔径在0.1-5 μm 范围内的第一膜过滤器上过滤含有PVPP颗粒的所述发酵液体,不采用助滤剂,由此产生澄清的发酵液体和含有PVPP颗粒的第一截留物;

e. 将第一截留物与水性再生液体合并以使多酚和/或蛋白质从PVPP颗粒脱吸附,所述水性再生液体的pH为至少10.0;

f. 将第一截留物和水性再生液体的合并物在孔径在0.1-10 μm 的范围内的第二膜过滤器上过滤,不采用助滤剂,由此产生含有再生PVPP颗粒的第二截留物;和

g. 在任选进一步提炼第二截留物中含有的再生PVPP颗粒之后,将再生PVPP颗粒循环至步骤c;

其中使用能够分解蛋白质和/或多酚的氧化剂分解步骤d的第一截留物中含有的大分子组分和/或截留在步骤f的第二过滤器上的大分子组分。

2. 权利要求1的方法,其中采用步骤d的第一膜过滤器作为步骤f的第二膜过滤器。

3. 权利要求2的方法,其中同时进行步骤e和f。

4. 权利要求1的方法,其中连续进行步骤e和f。

5. 权利要求4的方法,其中步骤e包括将第一截留物转移至混合容器中,在所述混合容器中所述第一截留物与所述水性再生液体混合。

6. 前述权利要求中任一项的方法,其中第一膜过滤器的孔径在0.2-1 μm 的范围内。

7. 权利要求1-5中任一项的方法,其中所述方法中使用的至少80重量%的PVPP颗粒在第二截留物中被回收。

8. 权利要求7的方法,其中所述方法中使用的至少95重量%的PVPP颗粒在第二截留物中被回收。

9. 权利要求1-5中任一项的方法,其中步骤e包括将第一截留物与氧化剂合并。

10. 权利要求9的方法,其中所述水性再生液体包含所述氧化剂。

11. 权利要求1-5中任一项的方法,其中所述氧化剂是选自过硫酸盐、次卤酸盐、过氧化物及它们的组合的氧化剂。

12. 权利要求1-5中任一项的方法,其中通过将发酵液体与PVPP颗粒混合而实现所述发酵液体与PVPP颗粒的合并。

13. 权利要求1-5中任一项的方法,其中所述PVPP颗粒与发酵液体以1:100000-1:100的重量比合并。

14. 权利要求13的方法,其中所述PVPP颗粒与发酵液体以1:30000-1:1000的重量比合并。

15. 权利要求1-5中任一项的方法,其中第一截留物含有至少0.5g/L的PVPP颗粒。

16. 权利要求15的方法,其中第一截留物含有1-200g/L的PVPP颗粒。

17. 权利要求 1-5 中任一项的方法,其中通过对所述第一截留物或第一截留物和水性再生液体的合并物进行沉降分离,在第一截留物与水性再生液体合并之前或之后从第一截留物中除去酵母。

18. 权利要求 1-5 中任一项的方法,其中利用沉降分离,通过从所述第二截留物除去酵母而在再生 PVPP 颗粒循环之前进一步提炼第二截留物。

19. 权利要求 17 的方法,其中所使用的沉降分离技术选自浮选分离和利用旋液分离器的分离。

用于在酵母发酵的饮料澄清和稳定化之后从膜过滤器的截留物再生 PVPP 的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及使酵母发酵的饮料稳定的方法。更具体地,本发明提供使酵母发酵的饮料稳定的方法,其通过将酵母发酵的液体与聚乙烯基聚吡咯烷酮(PVPP)颗粒合并而使至少部分所述发酵液体中含有的多酚和/或蛋白质的至少一部分与所述PVPP颗粒结合;从所述发酵液体除去含有所述PVPP颗粒的浆料;和再生所述PVPP颗粒。

背景技术

[0002] 使酵母发酵的饮料,例如啤酒稳定以确保饮料的口感,并在它的保存期结束时使饮料看上去如它在包装之后一样良好。由于消费者的第一评价是视觉评价,清澈度被当作是啤酒质量的一项决定性因素。一些明显的例外之外,消费者期待清澈诱人而不混浊的产品。

[0003] 啤酒中的胶体混浊来源于储存期间多酚-蛋白质络合物的形成。新鲜啤酒含有酸性蛋白质和各种多酚。当这些物质可通过疏松的氢键形成络合物时,它们的低分子量意味着它们小至肉眼不可见。由于这些被称为黄酮的小多酚聚合并氧化,它们产生被称为 tannoids 的短链(缩合)多酚。这些 tannoids 能够通过氢键桥接多个蛋白质而形成可逆的冷混浊。在继续储存后,在 tannoids 和蛋白质之间形成较强的离子键和共价键,造成不可逆的永久性混浊。其发生的速率和程度受酿造材料、工艺和储存条件的影响,并可通过使用稳定助剂大幅改善(降低)。

[0004] 由于在混浊的形成中决定速率的因素是多酚含量的变化,所以降低这些混浊前体的含量是确保啤酒的胶体稳定性的非常有效的方法。聚乙烯基聚吡咯烷酮(PVPP)是不溶于水的(聚)乙烯基吡咯烷酮的交联聚合物。高度多孔性的PVPP颗粒被用于酿造工业以吸附混浊的多酚。PVPP选择性地络合混浊的多酚,其主要通过非常强的氢键,并具有对于混浊的多酚的多个连接位点。PVPP聚合物的分子结构限制内部的氢键,使可利用的反应位点的数量最大化。

[0005] PVPP稳定剂用于单次使用最佳,其中将它们添加至啤酒料流中,并在硅藻土过滤器上将它们除去,或对于再生级别,使用专用的过滤单元将它们添加至清澈的啤酒中并回收用于再利用。在任一模式中,许多初始操作的性质是常规的。在投料槽中,使用软化的脱气水,在约8-12%(重量/体积)的浓度下使PVPP粉末浆化。材料必须搅拌至少15分钟以使颗粒溶胀并水化。然后应使浆料在匀速搅拌下放置以避免沉积。在再生级别的情况中,通常将稳定剂投料槽维持在80°C以确保长期的微生物稳定性。

[0006] 添加单次使用的PVPP的最常规方法是使用配比泵向啤酒料流中连续投料。尽管PVPP可以在短接触时间下非常有效,但是为了最大效率,推荐在添加的时间点和在硅藻土过滤器上移除耗费的PVPP之间为5-10分钟的接触时间。PVPP应添加至0°C或低于0°C的冷啤酒中以避免那些已形成的多酚-蛋白质络合物再次溶解。

[0007] 可再生PVPP的原理是通过使用苛性碱(NaOH)溶液洗涤材料而破坏PVPP-多酚

键。如果酿酒厂稳定大产量体积 (output volume) 和 / 或被稳定的啤酒具有极高的多酚含量而将需要高 PVPP 添加速率用于有效的胶体稳定性, 则再生被认为是经济的。特别制备再生级别的 PVPP 以产生较大粒径和较大机械强度的颗粒, 其仍会带来有效的多酚减少。水平叶片过滤器是用于使用并再生 PVPP 的最初设计, 但烛式过滤器目前也开始使用。

[0008] 再生级别的 PVPP 的初始制备与单次使用的产品非常相似。需要通常配有加热夹套的专用浆料槽。首先将空过滤器用 CO_2 吹扫, 并将约 1-2mm 厚度的可再生 PVPP 的预涂层沉积在过滤器筛网上。稳定剂浆料在过滤器周围循环, 直至窥镜或检测点处的水澄清。使用配比泵将 PVPP 投料入到来的啤酒料流。当过滤器板之间的空间被 PVPP 填充时完成有效的稳定化操作。经稳定的啤酒的最终体积取决于过滤器的尺寸、PVPP 物料和添加至啤酒的速度, 并可操作达到数千 hl。

[0009] 在过滤和稳定化结束时, 将残余的啤酒返回至啤酒再生槽中。通过循环苛性碱 (1-2% 重量 / 重量) 溶液, 在 60-80° C 下经过 PVPP 过滤床, 持续 15-30 分钟之间而再生已使用的 PVPP。有时使用第二苛性碱清洗液, 第一次循环操作用于用于排空, 为了再利用而将第二次循环操作节约作为下一次再生时的第一苛性碱清洗液。离开过滤器的苛性碱的颜色非常暗, 证明强的 PVPP- 多酚络合物的破坏。然后使用 80° C 下的热水冲洗 PVPP 滤饼以除去苛性碱溶液, 并降低 pH。其后使用稀酸进行清洗循环, 直至离开过滤器的溶液经过 20 分钟达到约 pH4。将来自啤酒的残余物和水有效除去, 并通过将稀酸预热至约 60° C 而达到最佳结果。然后用冷水冲洗过滤器, 直至洗出酸, 并且出口处的 pH 为中性。最后使用 CO_2 、水和旋转过滤器元件的离心力将再生 PVPP 从过滤器筛网移至投料槽中。检查投料槽中的固体物 (PVPP) 含量, 并加入新物料以补充工艺损失。这些损失通常为每次再生 0.5-1% 之间。但是, 对 PVPP 再生的经济性具有更显著影响的是庞大的过滤器硬件的成本, 而非 PVPP 稳定剂的成本。

[0010] 由此, 虽然单次使用的 PVPP 具有产生大量的废料流的缺点, 但是可再生 PVPP 的缺点在于它需要在复杂过滤器硬件上的大量前期投资。

[0011] US2009/0291164 描述了用于再生含 PVPP 的助滤剂的方法, 其包括:

[0012] (i) 提供助滤剂, 其包含 PVPP 和热塑性聚合物的共挤出物;

[0013] (ii) 使用碱水液处理助滤剂;

[0014] (iii) 然后使用酶处理助滤剂; 和

[0015] (iv) 然后使用碱水液实施第二次处理。

[0016] US6, 117, 459 描述了将包含合成性聚合物或天然颗粒的助滤剂再生的方法, 所述助剂带有包括酵母的有机杂质, 并且在过滤带有所述杂质的液体之后, 有机杂质被捕集在助剂颗粒之间的孔中, 并且沉积在过滤装置的过滤载体上, 所述方法包括以下步骤:

[0017] • 用苏打溶液, 在至少 80° C 的温度下洗涤助滤剂 60-120 分钟;

[0018] • 通过将苏打溶液以与待过滤的液体相同的方向通过过滤装置而使用所述苏打溶液原位地进行洗涤步骤;

[0019] • 将酶组合在 40-60° C 之间的温度下以洗涤方向通过过滤装置 100-200 分钟之间, 所述酶组合包括能够裂解酵母的试剂;

[0020] • 洗涤所述助滤剂以从其消除有机杂质废物, 所述洗涤步骤是使用苏打溶液的第二洗涤, 其为了消除由酶组合通过步骤产生的废物; 和

[0021] • 将在过滤载体上聚集的助剂颗粒除去以清理所述过滤载体和在新过滤操作中使用所述助剂颗粒。

发明内容

[0022] 本发明人已开发了使酵母发酵的饮料稳定的可替代方法,所述方法通过使用 PVPP 颗粒处理和将所述已使用的 PVPP 颗粒再生以再利用。本发明方法可使用单次使用的 PVPP 和可再生 PVPP 进行操作。此外,本方法非常可靠,并且不需要用于再生 PVPP 的复杂、庞大的过滤器硬件。

[0023] 在本发明方法中,在澄清之前将 PVPP 颗粒添加入酵母发酵的液体中。然后,在孔径在 0.1–5 μm 范围内的第一膜过滤器上过滤含有 PVPP 颗粒的发酵液体以产生含有 PVPP 颗粒的第一截留物。然后,将第一截留物与再生液体合并以使多酚和 / 或蛋白质从 PVPP 颗粒脱吸附,并使所述截留物中含有的大分子组分分解,并将所得液体在孔径在 0.1–10 μm 范围内的第二膜过滤器上过滤以产生含有再生 PVPP 颗粒的第二截留物。最后,在再生 PVPP 颗粒的任选进一步提炼(refining)之后,将再生的颗粒再利用于所述方法中。

[0024] 更具体地,本发明提供制备酵母发酵的饮料的方法,所述方法包括以下步骤:

[0025] a) 使用生物活性的酵母使麦芽汁发酵而产生发酵液体;

[0026] b) 任选地从所述发酵液体除去酵母(例如通过离心);

[0027] c) 将所述发酵液体与聚乙烯基聚吡咯烷酮(PVPP)颗粒混合,至少 80 重量%的所述 PVPP 颗粒的直径在 5–150 μm 的范围内;

[0028] d) 在孔径在 0.1–5 μm 范围内的第一膜过滤器上过滤含有 PVPP 颗粒的发酵液体,不采用助滤剂,由此产生澄清的发酵液体和含有 PVPP 颗粒的第一截留物;

[0029] e) 将第一截留物与水性再生液体合并以使多酚和 / 或蛋白质从 PVPP 颗粒脱吸附,所述水性再生液体的 pH 为至少 10.0;

[0030] f) 将第一截留物和再生液体的合并物在孔径在 0.1–10 μm 的范围内的第二膜过滤器上过滤,不采用助滤剂,由此产生含有再生 PVPP 颗粒的第二截留物;和

[0031] g) 在任选进一步提炼第二截留物中含有的再生 PVPP 颗粒之后,将再生 PVPP 颗粒循环至步骤 c;

[0032] 其中使用能够分解蛋白质和 / 或多酚的分解剂分解步骤 d 的第一截留物中含有的大分子组分和 / 或截留在步骤 f 的第二过滤器上的大分子组分,所述分解剂选自氧化剂、酶及它们的组合。

[0033] 本发明方法提供以下益处:它能够有效地回收包括单次使用的 PVPP 颗粒在内的 PVPP 颗粒以便在同一方法中再利用。第二,所述方法提供以下益处:PVPP 颗粒的循环可使用与用于澄清发酵液体如啤酒的相同膜过滤器实施。

具体实施方式

[0034] 由此,本发明涉及制备酵母发酵的饮料的方法,所述方法包括以下步骤:

[0035] a. 使用生物活性的酵母使麦芽汁发酵而产生含有酵母、酒精、多酚和蛋白质的发酵液体;

[0036] b. 任选地从所述发酵液体中除去酵母;

[0037] c. 将所述发酵液体与聚乙烯基聚吡咯烷酮 (PVPP) 颗粒混合以使所述发酵液体中含有的所述多酚和 / 或所述蛋白质的至少一部分与所述 PVPP 颗粒结合, 至少 80 重量 % 的所述 PVPP 颗粒的直径在 5-150 μm 的范围内;

[0038] d. 在孔径在 0.1-5 μm 范围内的第一膜过滤器上过滤含有 PVPP 颗粒的所述发酵液体, 不采用助滤剂 (除了 PVPP 颗粒之外), 由此产生澄清的发酵液体和含有 PVPP 颗粒的第一截留物;

[0039] e. 将第一截留物与水性再生液体合并以使多酚和 / 或蛋白质从 PVPP 颗粒脱吸附, 所述水性再生液体的 pH 为至少 10.0;

[0040] 其中所述分解剂可在所述再生液体之前、之后或与其一起添加至第一截留物中;

[0041] f. 将第一截留物和再生液体的合并物在孔径在 0.1-10 μm 的范围内的第二膜过滤器上过滤, 不采用助滤剂 (除了 PVPP 颗粒之外), 由此产生含有再生 PVPP 颗粒的第二截留物; 和

[0042] g. 在任选进一步提炼第二截留物中含有的再生 PVPP 颗粒之后, 将再生 PVPP 颗粒循环至步骤 c;

[0043] 其中使用能够分解蛋白质和 / 或多酚的分解剂分解步骤 d 的第一截留物中含有的大分子组分和 / 或截留在步骤 f 的第二过滤器上的大分子组分, 所述分解剂选自氧化剂、酶及它们的组合。

[0044] 本文使用的术语“麦芽汁”是指在例如啤酒或威士忌的酿造过程中从捣碎工艺中提取的液体。麦芽汁含有衍生自谷物来源如麦芽的糖类, 其通过酿造酵母发酵而产生酒精、香味等。

[0045] 术语“澄清的发酵液体 (clarified fermented liquid)”是指包括酵母在内的形成混浊的组分已被除去的液体。

[0046] 本发明提及多酚和 / 或蛋白质与 PVPP 颗粒结合 / 脱附之处是指多酚或蛋白质本身与 PVPP 颗粒结合或脱附, 或作为例如 (聚合的) 多酚和蛋白质的络合物的部分与 PVPP 颗粒结合或脱附。

[0047] 术语“大分子组分的分解”是指大分子组分 (例如分子量超过 1kDa 的组分) 分解成较小的分子。

[0048] 本文使用的术语“分解剂”是指能够造成第一截留物中含有的大分子组分分解的试剂。

[0049] 在本发明方法的一个实施方案中, 酵母在它 PVPP 颗粒合并之前未从发酵液体中除去。根据该实施方案, 含有 PVPP 颗粒的发酵液体通常包含浓度为至少 5mg 湿酵母 /kg 发酵液体的酵母。更优选地, 所述酵母浓度在 10-10000mg 湿酵母 /kg 发酵液体的范围, 最优选在 50-10000mg 湿酵母 /kg 发酵液体的范围。如下将更详细说明地, 通过下游处理, 例如沉积、浮选、通过旋液分离器的分离或在具有 10-80 μm 较大孔径的小型过滤器上的过滤可将酵母适当地与 PVPP 颗粒分离。

[0050] 在本发明方法的一个可选的实施方案中, 酵母在所述液体与 PVPP 颗粒合并之前从发酵液体中除去。通过悬液分离器、沉积或离心, 在所述方法的该阶段可适当地除去酵母, 优选离心。根据该实施方案, 酵母除去之后的发酵液体的酵母含量不大于 50mg 湿酵母 /kg 发酵液体, 更优选不大于 5mg 湿酵母 /kg 发酵液体。发酵液体中含有的湿酵母的量可适

当地通过标准稠度测量确定,标准稠度测量即为:从所述发酵液体中取称重的样品,然后将其离心,倒出上清液,并最后测量经离心的丸料的重量。

[0051] 通常,在本发明中,PVPP 颗粒以 1:100000-1:100 的重量比,更优选以 1:30000-1:1000 的重量比与发酵液体合并。

[0052] 如本文之前说明的,本发明可使用单次使用的 PVPP 颗粒和可再生 PVPP 颗粒实施。通常,这些 PVPP 颗粒的质量加权平均直径为 10-300 μm 。根据本发明的一个实施方案,所述方法采用质量加权平均直径为 10-60 μm ,更优选 12-50 μm 的单次使用的 PVPP 颗粒。根据另一个实施方案,本方法采用质量加权平均直径为 30-300 μm ,更优选 40-200 μm 的可再生 PVPP 颗粒。

[0053] 本方法中使用的 PVPP 颗粒优选具有大于 0.1 m^2/g 的比表面积。通常,PVPP 颗粒的比表面积在 0.15-5 m^2/g 的范围内。

[0054] 根据另一个优选实施方案,本方法中采用的 PVPP 颗粒不是 PVPP 与其他聚合物的共挤出物,特别不是 PVPP 和热塑性聚合物的共挤出物。

[0055] 通过过滤含有添加的 PVPP 颗粒的发酵液体而得到的第一截留物优选含有至少 0.1 g/l ,更优选 1-200 g/l 的所述 PVPP 颗粒。

[0056] 另外优选地是第一截留物中含有的湿 PVPP 颗粒的至少 95 重量 % 的密度小于 1.2 g/ml ,优选为 1.0-1.1 g/ml 。

[0057] 第一截留物与水性再生液体的合并可适当地通过使用所述再生液体清洗第一截留物,同时第一截留物与第一膜过滤器直接接触,并通过过滤器除去含有脱附并分解的组分的液体而实现。

[0058] 根据本发明的一个特别优选的实施方案,第一膜过滤器也用作步骤 e 中的第二膜过滤器。由此,可避免使用另外的过滤单元。

[0059] 脱附 / 再生步骤 e 和过滤步骤 f 可同时或连续地实施,每种选择具有其自身的益处和缺点。在一个实施方案中,步骤 e 包括将第一截留物转移至混合容器中,在所述混合容器中第一截留物与再生液体混合。如果第二膜过滤器是与第一膜过滤器相同的过滤器,这提供的益处是所述膜过滤器可用于过滤另一批含有 PVPP 颗粒的发酵液体,而前一批中产生的第一截留物在混合容器中被再生。由此,第一膜过滤器可以非常有效的方式使用。此外,该实施方案提供的益处是第一截留物中含有的 PVPP 颗粒的再生可通过在混合物容器中采用最佳的再生条件,例如通过连续搅拌容器内容物和 / 或通过加热所述内容物 (例如加热至不高于 80 $^{\circ}\text{C}$) 而最大化。

[0060] 本方法中使用的第一膜过滤器优选具有至少 0.2 μm 的孔径。所述膜过滤器的孔径优选不大于 2 μm ,最优选不大于 1 μm 。

[0061] 在本方法中,在第二膜过滤器上过滤的第一截留物和再生液体的合并物的优选固含量不大于 300 g/l ,更优选为 1-200 g/l ,并且最优选为 10-200 g/l 。

[0062] 本发明提供以下的益处:PVPP 颗粒可以非常高的收率在第二截留物中被回收。容易达到 80 重量 % 的收率,并且甚至 95 重量 % 或以上的收率也是可行的。

[0063] PVPP 颗粒再生的关键点是与 PVPP 颗粒结合的多酚和 / 或蛋白质的脱附。优选地,通过采用 pH 至少为 11.0 的再生液体将多酚和 / 或蛋白质从 PVPP 颗粒脱吸附。

[0064] 根据本发明,使第一截留物中含有的和 / 或从 PVPP 颗粒脱附的大分子组分 (其部

分可被第二膜过滤器截留) 分解以避免所述第二膜过滤器的反向堵塞, 并避免压力累积。为此, 采用能够分解多酚和 / 或蛋白质的分解剂, 所述分解剂选自氧化剂、酶及它们的组合。在本发明的一个实施方案中, 再生液体含有分解剂。在一个可选的实施方案中, 分解剂可包含在单独的组合物中, 通常是水性液体中, 水性液体可在再生液体之前、之后或与其一起添加至第一截留物中。在另一个实施方案中, 在步骤 f 之后使用含有分解剂的水性液体清洗第二过滤器。

[0065] 根据优选实施方案, 分解剂包含氧化剂。氧化剂通常以水性液体使用, 优选是再生液体, 其浓度为至少 0.1g/l, 更优选为至少 0.5g/l, 并且最优选为至少 1g/l。优选的氧化剂包括过硫酸盐、次卤酸盐、过氧化物及它们的组合。

[0066] 根据一个可选的实施方案, 分解剂是酶, 优选是选自蛋白酶、碳水化合物分解酶 (例如葡聚糖酶)、多酚氧化酶及它们的组合的酶。发酵液的过滤和 PVPP 颗粒的后续再生适于在 2 小时内完成。更优选地, 这些步骤在 0.2-1 小时完成。

[0067] 在一个特别有利的实施方案中, 将采用步骤 d 的第一膜过滤器作为步骤 f 的第二膜过滤器, 并且步骤 e 中采用的再生液体包含分解剂。

[0068] 有利地, 在将再生 PVPP 颗粒循环至步骤 b 之前, 使用酸水性液体清洗第二截留物, 然后用水清洗。有利地是, 通过将清洗液通过第二截留物, 同时第二截留物与第二膜过滤器接触, 并通过过滤器除去清洗液进行这些清洗操作。

[0069] 为了除去第一截留物中含有的残余酵母, 特别是如果在将发酵液体与 PVPP 颗粒合并之前没有除去酵母, 有利地是通过将第一截留物或第一截留物和水性再生液体的合并物进行沉降分离, 在第一截留物与水性再生液体合并之前或之后减少第一截留物的酵母含量。

[0070] 在一个特别有利的可选实施方案中, 如果第一膜过滤器和第二膜过滤器相同, 则在循环之前从第二截留物除去残余酵母。由此, 优选地是, 利用沉降分离, 通过从所述第二截留物除去酵母而在再生 PVPP 颗粒循环之前进一步提炼 (refine) 第二截留物。

[0071] 本文使用的术语“沉降分离”是指一种分离技术, 其中悬浮在液体中的固体颗粒基于密度的差异而被分离。沉降是悬浮液中的颗粒因重力和 / 或离心加速而从包含它们的流体中下降的趋势。

[0072] 可用于除去酵母的沉降分离技术的实例包括沉积、浮选和在旋液分离器中的分离; 优选浮选和通过旋液分离器的分离。最优选地, 本方法采用浮选将残余酵母与第二截留物中含有的 PVPP 颗粒分离。术语“沉积”用于表示仅用重力用于进行分离的分离。

[0073] 颗粒的浮选通过与沉积相同的力平衡控制。当在悬浮体中存在不同密度的颗粒混合物时, 浮选可用于固体分级。本发明人已发现浮选可有利地用于将 PVPP 颗粒与酵母细胞分离, 由于酵母细胞的沉降速度倾向于显著地高于 PVPP 颗粒的沉降速度。

[0074] 因此, 根据特别优选的实施方案, 从第一截留物或第二截留物中除去酵母优选包括使所述截留物以向上的层流通过分离容器, 并通过分别除去富含酵母的部分和富含 PVPP 的部分, 所述富含 PVPP 的部分在除去富含酵母的部分之处的下游 (和上方) 被除去。应理解本文所使用的术语“分离容器”不应作狭义理解, 因为该容器可适当地采取例如直立管的形状。

[0075] 为了实现 PVPP 颗粒和酵母细胞的有效分离, 优选将含有第二截留物的液体以

0.01-10mm/s,更优选 0.04-3mm/s 的垂直流速通过分离容器。

[0076] 旋液分离器可适当地用于用于分离残余酵母与第二截留物中含有的 PVPP 颗粒。旋液分离器是基于颗粒密度而将液体悬浮体中的颗粒分级、分离或分类的装置。旋液分离器通常在顶部具有液体切向进料的圆柱形部分和圆锥形底部。旋液分离器在轴上具有两个出口:底部较小的出口(下部液流(underflow)或排出物)和顶部的较大出口(上部液流(overflow)或接收物(accept))。下部液流通常是较致密或较稠的部分,而上部液流是较轻或流动性较大的部分。

[0077] 在本方法中,通过第一截留物的沉降分离产生的富含 PVPP 的部分随后在第二膜过滤器上过滤。将通过第二截留物的沉降分离得到的富含 PVPP 的部分再循环至步骤 b。

[0078] 本发明中采用的沉降分离技术优选产生富含 PVPP 的部分,其中 PVPP 颗粒与酵母的重量比显著高于富含酵母的部分中的相同重量比。由此,在一个优选实施方案中,富含 PVPP 的部分的 PVPP 颗粒与酵母的重量比比富含酵母的部分中的相同重量比高至少 3 倍,更优选至少 5 倍。

[0079] 同样地,富含酵母部分的酵母浓度比富含 PVPP 部分中的相同浓度高至少 3 倍,更优选至少 5 倍。

[0080] 本方法可作为间歇过程、半连续过程或连续过程实施。优选地,所述过程作为间歇过程实施。

[0081] 本发明通过以下非限制性的实施例进一步说明。

[0082] 实施例

[0083] 在膜过滤(孔径 0.5 μm)之前将单次使用的 PVPP 颗粒(Polyclar® 10,由 ISP 供应)的新制浆料投入 Heineken® 未稳定化的啤酒中。在膜过滤器(具有 10m² 的过滤面积)上以 8hl/hr 过滤 3 小时之后,用水清洗截留物中的浆料以除去啤酒。

[0084] 然后,在 40° C 下,用 2% 的 NaOH 溶液与作为氧化剂的 0.2% 的次氯酸钠清洗截留物 20min 以再生 PVPP。当滤液变澄清时,用水、酸和水清洗的步骤清洗含有 PVPP 的截留物。使用 0.5% 的过硫酸钠替代次氯酸钠作为氧化剂,并使用可再生 PVPP(D Divergan® RS, 由 BASF 供应)替代单次使用的级别(Polyclar® 10)而重复测试。

[0085] 表 1 显示了在膜过滤器上进行的 PVPP 再生之前和之后,在啤酒过滤过程中的初始压力(start up pressures)(ΔP)和时间性压力累积($d\Delta P/dt$)。结果显示当仅使用苛性碱再生 PVPP 时,时间性压力累积和下一次过滤的初始压力比使用氧化剂(次氯酸盐与 Polyclar® 10,过硫酸盐与 Divergan® RS)高得多。这可解释为是因为从 PVPP 脱附的碎渣堵塞膜过滤器。氧化剂与苛性碱的再生使膜过滤器的结垢最少。

[0086]

表 1. 在相同过滤器上实施的在 PVPP 再生步骤之前和之后，在膜过滤器上过滤啤酒期间的压力累积

用仅 2%的苛性碱再生 Polyclar® 10 的测试					
	开始时间 (hr:min)	$\Delta P_{\text{开始}}$ (bar)	结束时间 (hr:min)	$\Delta P_{\text{最终}}$ (bar)	$d\Delta P/dt$ (bar/hr)
再生之前	0:00	0.290	3:13	0.82	0.16
再生之后	0:00	0.737	0:40	1.02	0.42
用 2%的苛性碱和 0.2%的次氯酸钠再生 Polyclar® 10 的测试					
	开始时间 (hr:min)	ΔP (bar)	结束时间 (hr:min)	ΔP (bar)	$d\Delta P/dt$ (bar/hr)
再生之前	0:00	0.229	3:19	0.423	0.06
再生之后	0:00	0.269	1:29	0.504	0.16
用 2%的苛性碱和 0.5%的次氯酸钠再生 Divergan® RS 的测试					
	开始时间 (hr:min)	ΔP (bar)	结束时间 (hr:min)	ΔP (bar)	$d\Delta P/dt$ (bar/hr)
再生之前	0:00	0.310	2:42	0.420	0.04
再生之后	0:00	0.369	0:59	0.456	0.09

[0087] 取新制、未使用的 PVPP 浆料和再生后含有 PVPP 的截留物的样品测量吸附容量。如通过标准分析测量的，新制、未使用的单次使用级别的 PVPP (Polyclar® 10) 的吸附容量为 63.8%，所述标准分析中将儿茶素溶液与设定量的 PVPP 接触，并将该溶液中儿茶素的减少作为吸附容量的量度。通过上述步骤，使用次氯酸钠再生 PVPP 的吸附容量为 58.9%。经使用的 PVPP 的吸附容量为约 5-8%。

[0088] 对于可再生级别的 PVPP (Divergan® RS)，新制 PVPP 和使用过硫酸钠再生的 PVPP 的吸附容量分别为 44.4% 和 42.4%。经使用的 PVPP 的吸附容量为 14%。