



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101597341 B

(45) 授权公告日 2011. 10. 26

(21) 申请号 200910158367. 5

CN 1056106 A, 1991. 11. 13, 实施例 .

(22) 申请日 2009. 07. 09

CN 1069738 A, 1993. 03. 10, 实施例 .

(73) 专利权人 浙江帝斯曼中肯生物科技有限公司
地址 314515 浙江省桐乡市高桥镇经济园区

审查员 任卫华

(72) 发明人 吴荣明 钟燕飞 郭琪 沈月强
沈丽萍 邹海娇

(74) 专利代理机构 北京驰纳智财知识产权代理
事务所 (普通合伙) 11367
代理人 谢亮

(51) Int. Cl.

C08B 37/00 (2006. 01)

C12S 3/02 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1635133 A, 2005. 07. 06, 说明书第 1 页第
4 段至第 2 页第 10 段 .

WO 98/41544 A1, 1998. 09. 24, 实施例 .

CN 1071170 A, 1993. 04. 21, 实施例 .

权利要求书 3 页 说明书 7 页

(54) 发明名称

一种具备高溶解性能的低酰基结冷胶的后提
取方法

(57) 摘要

本发明涉及一种具备高溶解性能的低酰基结
冷胶的后提取方法, 其包括步骤 : (1) 发酵液的酶
处理 ; (2) 发酵液的絮凝 ; (3) 脱酰基处理 ; (4) 脱
酰溶液澄清处理 ; (5) 澄清脱酰基结冷胶溶液脱
水处理 ; (6) 离子交换及脱色处理 ; (7) 干燥粉碎。
根据本发明的方法得到的产品溶解性大幅度提
升, 产品质量大为改善, 产品外观好、透光度高、产
品凝胶强度高。

1. 一种具备高溶解性能的低酰基结冷胶的后提取方法,其包括步骤:
 - (1) 发酵液的酶处理:依次向发酵液中加入纤维素酶、溶菌酶和蛋白酶,保温酶解;
 - (2) 发酵液的絮凝:在步骤(1)酶处理后的发酵液中,加入酸/螯合剂/低级醇混合体系絮凝,然后固液分离;
 - (3) 脱酰基处理:将步骤(2)得到的絮凝产物重新溶解,并通过高温碱处理脱酰基;
 - (4) 脱酰溶液澄清处理:将步骤(3)得到的脱酰基溶液通过过滤处理,得到澄清的低酰基结冷胶溶液;
 - (5) 澄清脱酰基结冷胶溶液脱水处理:在步骤(4)得到的结冷胶脱酰基澄清溶液中,通过加入碱金属盐形成凝胶,并压榨脱水;
 - (6) 离子交换及脱色处理:将步骤(5)得到的结冷胶切碎成细小颗粒,通过离子交换工艺将结冷胶中的二价阳离子大部分去除;将处理后的溶液压榨脱水,脱水后的结冷胶再用低级醇浸泡并搅拌、过滤;
 - (7) 干燥粉碎:将步骤(6)中获得的结冷胶固体物料干燥并粉碎、造粒。
2. 根据权利要求1的方法,其中纤维素酶浓度为500~2000ppm,酶解温度为40~50℃,酶解时间为4到8小时;溶菌酶浓度为50~300ppm,酶解温度为30~40℃,酶解时间为2到4小时;蛋白酶浓度为100~1000ppm,酶解温度为30~40℃,酶解时间为1到5小时。
3. 根据权利要求2的方法,其中纤维素酶浓度为1000~1500ppm,酶解温度为43~45℃,酶解时间为5到6小时;溶菌酶浓度为100~200ppm,酶解温度为35~37℃,酶解时间为2.5到3.5小时;蛋白酶浓度为300~500ppm,酶解温度为30~35℃,酶解时间为2到3小时。
4. 权利要求2或3的方法,其中蛋白酶为中性蛋白酶或碱性蛋白酶。
5. 权利要求1的方法,其中步骤(2)中所用的酸/螯合剂/低级醇混合体系中的酸为无机酸或有机酸。
6. 权利要求5的方法,其中酸为无机酸。
7. 权利要求6的方法,其中无机酸选自盐酸、硫酸或磷酸中的一种或多种。
8. 权利要求7的方法,其中酸为盐酸。
9. 权利要求5的方法,其中有机酸选自甲酸、醋酸、柠檬酸、苹果酸或酒石酸中的一种或多种。
10. 权利要求5的方法,其中所用的酸/螯合剂/低级醇混合体系中的螯合剂选自柠檬酸钠、柠檬酸三钾、六偏磷酸钠、六偏磷酸钾、焦磷酸钠、聚磷酸钾中的一种或多种。
11. 权利要求10的方法,其中螯合剂选自柠檬酸钠和六偏磷酸钠。
12. 权利要求11的方法,其中螯合剂为柠檬酸钠。
13. 权利要求5的方法,其中所用的酸/螯合剂/低级醇混合体系中的低级醇选自乙醇、异丙醇和正丁醇中的一种或多种。
14. 权利要求13的方法,其中所用的低级醇选自乙醇和异丙醇。
15. 权利要求14的方法,其中所用的低级醇是异丙醇。
16. 权利要求1的方法,其中步骤(2)中使用厢式聚丙烯板框压滤机或布袋压榨机进行固液分离。

17. 权利要求 16 的方法,其中使用厢式聚丙烯板框压滤机进行固液分离。
18. 权利要求 1 的方法,其中步骤(3)脱酰基处理分为:
 - (3.1) 将步骤(2)中制得的絮凝产物,打散后用 10 ~ 20 倍重量的去离子水溶解,升温到 80 ~ 90℃,充分搅拌以达到完全溶解;
 - (3.2) 通过在步骤(3.1)得到的结冷胶溶液中加入碱,调节 pH 值在 9.5 ~ 11 范围之内,保持温度 85 ~ 90℃之间,时间 10 ~ 15 分钟;(3.3) 在步骤(3.2)得到的脱酰基结冷胶溶液中加入酸,调节 pH 值到中性。
19. 权利要求 18 的方法,其中(3.1)中使用 15 ~ 20 倍重量的去离子水,升温至 85 ~ 90℃;(3.2)中调节 pH 值为 10,保持温度 86 ~ 88℃,时间 10 分钟。
20. 权利要求 18 的方法,其中(3.2)中调整 pH 所用的碱为 NaOH、KOH、Na₂CO₃、K₂CO₃中的一种或多种。
21. 权利要求 20 的方法,其中所用碱为 NaOH、KOH。
22. 权利要求 21 的方法,其中所用碱为 NaOH。
23. 权利要求 18 的方法,其中(3.3)中所用酸为无机酸或有机酸。
24. 权利要求 23 的方法,其中酸为无机酸。
25. 权利要求 24 的方法,其中无机酸选自盐酸、硫酸或磷酸中的一种或多种。
26. 权利要求 25 的方法,其中酸为盐酸。
27. 权利要求 23 的方法,其中有机酸选自甲酸、醋酸、柠檬酸、苹果酸或酒石酸中的一种或多种。
28. 权利要求 1 的方法,其中步骤(4)采用板框或厢式压滤,高速离心或微孔滤膜过滤,将步骤(3)中得到的脱酰基结冷胶溶液澄清处理。
29. 权利要求 28 的方法,其中采用板框或厢式压滤进行脱酰基结冷胶溶液澄清处理。
30. 权利要求 28 或 29 的方法,其中步骤(4)中澄清处理时的温度在 65℃以上。
31. 权利要求 30 的方法,其中步骤(4)中澄清处理时的温度为 75℃。
32. 权利要求 1 的方法,其中步骤(5)中所用的碱金属盐选自一价碱金属、二价碱金属和多价碱金属。
33. 权利要求 32 的方法,其中碱金属盐选自一价和二价碱金属盐。
34. 权利要求 32 或 33 的方法,其中碱金属盐为二价碱金属盐。
35. 权利要求 32 或 33 的方法,其中一价碱金属选自氯化钾、氯化钠、硫酸钾、硫酸钠中的一种或多种。
36. 权利要求 34 的方法,其中二价碱金属选自氯化钙、氯化镁。
37. 权利要求 32 的方法,其中多价碱金属为氯化铁。
38. 权利要求 1 或 32 的方法,其中步骤(5)中使用厢式聚丙烯板框压滤机或布袋压榨机进行压榨脱水。
39. 权利要求 38 的方法,其中使用厢式聚丙烯板框压滤机进行压榨脱水。
40. 权利要求 1 的方法,其中步骤(6)中使用切胶机,将低酰基结冷胶切碎为柱状小颗粒,颗粒直径小于 3 毫米,长度小于 12 毫米。
41. 权利要求 1 的方法,其中步骤(6)中所用的一价金属盐为可溶性一价碱金属盐,用量为在溶液中浓度达到 5000 ~ 10000ppm。

42. 权利要求 41 的方法,其中一价金属盐用量为溶液中浓度达到 6000 ~ 8000ppm。
43. 权利要求 41 或 42 方法,其中可溶性一价碱金属盐选自氯化钾、氯化钠、硫酸钾、硫酸钠中的一种或多种。
44. 权利要求 41 的方法,其中步骤 (6) 中使用的脱水压榨设备选用布袋压榨机。
45. 权利要求 40 的方法,其中步骤 (6) 中使用的低级醇选自乙醇、异丙醇和正丁醇中的一种或多种。
46. 权利要求 45 的方法,其中低级醇选自乙醇和异丙醇。
47. 权利要求 46 的方法,其中低级醇为异丙醇。
48. 权利要求 40 或 45 的方法,其中低级醇的用量为结冷胶湿颗粒重量的 2 ~ 4 倍。
49. 权利要求 48 的方法,其中低级醇的用量为结冷胶湿颗粒重量的 2.5 ~ 3.5 倍。
50. 权利要求 1 的方法,其中步骤 (7) 干燥粉碎为将步骤 (6) 中制得的产物于 75 ~ 80℃下进行干燥,并粉碎,然后造粒。
51. 权利要求 50 的方法,其中干燥设备选自真空干燥和沸腾干燥,干燥时间控制在 1 到 1.5 小时之间。

一种具备高溶解性能的低酰基结冷胶的后提取方法

技术领域

[0001] 本发明涉及微生物发酵物质的提取领域,特别是一种具备高溶解性能的低酰基结冷胶的后提取方法。

背景技术

[0002] 结冷胶是一种分子量高达 $2 \sim 3 \times 10^5$ 道尔顿的阴离子线型微生物多糖。结冷胶的产生菌原来称为伊乐藻假单胞杆菌 (*Pseudomonas elodea*),后来基于 r-RNA 特征及含有鞘氨醇糖脂被进一步确认为一种革兰氏阴性好氧杆状菌——少动鞘氨醇单胞菌 (*Sphingomonas paucimobilis*)。

[0003] 结冷胶可以说是目前性能最为优异的增稠剂、稳定剂之一,并具有优良的凝胶特性。结冷胶凝胶易于使用、有良好的风味释放性、较高的热稳定性、在口中易融化、透明度高、凝胶的时间及温度可调控、凝胶不易受 pH 影响、产品稳定、具有多样的质构特性等。结冷胶有两种形式。一种是低酰基结冷胶,即结冷胶分子主链上的酰基通过热碱处理被完全或部分脱除;另一种是天然的结冷胶,即高酰基结冷胶。高酰基型结冷胶可以产生柔软、富有弹性和不具有脆性的凝胶,而低酰基结冷胶产生的是坚实、不具有弹性,但是很脆的凝胶。结冷胶要发挥凝胶作用,首先必须保证胶体在水溶液中得到充分的溶解。

[0004] 很多亲水性胶体由于溶解不充分而影响了胶体性能的发挥,实际生产中,不少用户因为不了解结冷胶的溶解特性而无法正确使用结冷胶。因此结冷胶的凝胶性能影响因素中首先要注意的就是胶体的溶解。

[0005] 结冷胶的溶解过程包括两个步骤,首先是均匀分散在冷水中,接着是在加热的条件下与水分子发生水合形成结冷胶溶液,从而达到充分的溶解。

[0006] 在食品工业中,亲水性胶体的均匀分散是非常重要的,生产中有时候需要大量的搅拌处理以避免由于胶体抱团、结块溶胀导致水合不充分而产生的“鱼眼”。在目前食品工业操作中,要使得低酰基结冷胶有好的分散性,在配方和生产工艺允许的情况下,可以将结冷胶与螯合剂、白糖或其他配料干粉、植物油、丙二醇等先行混合起来,再一并投入到冷水中。这种处理可以将结冷胶细小颗粒分隔开来,达到在水中均匀分散的效果,但有些特殊的食品中不会用到其他配料,这就会显著影响到低酰基结冷胶的分散性能。

[0007] 低酰基结冷胶的水合温度对于离子环境非常敏感,特别是对于二价阳离子。低酰基结冷胶中混有盐类,只能在冷的去离子水中部分水合。胶体的水合会进一步在其它的水质环境,如在硬水中被二价阳离子所阻碍。此时胶体必须通过加入螯合剂,加热或者同时使用上述两方法而达到充分水合。

[0008] 由此,我们可以看出,低酰基结冷胶在溶解过程中必须保证其充分的分散及水合。如果以上两个条件都不能满足或只能满足一个,则会出现凝胶效能大大下降、凝胶质构达不到理想要求等情况。

[0009] 而目前大规模工业生产食品级低酰基结冷胶在溶解性能上存在很大不足,主要体现在:1. 分散性很差,单独溶解在冷水中容易发生抱团,必须通过高速搅拌或干混入其

他粉状配料才能改善分散性能。如果配方中不存在其他粉状配料或操作过程中不允许高速搅拌,则产品的低分散性会严重影响到后期的处理。2. 产品水合性能差。要保证充分的水合,0.5%浓度低酰基结冷胶产品水溶液必须加热到80℃以上并保持5分钟。如果食品配方中存在热不稳定性配料,则会严重影响该配料的性能。另外还有一些特殊食品,在生产加工过程中要一直保持常温,加工温度维持在35℃以下,对于这种食品,一般性能的低酰基结冷胶将无法使用。因此,生产提供出一种具备高溶解性能的低酰基结冷胶对结冷胶在食品工业中的应用具有很大的推动作用。

发明内容

[0010] 本发明的目的在于提供一种具有高分散性及水合性能,即高溶解性能的低酰基结冷胶的提取方法。

[0011] 本发明的具备高溶解性能的低酰基结冷胶的提取方法包括结冷胶发酵液的酶处理、酸/螯合剂/低级醇混合体系絮凝处理、脱酰基处理、脱酰基结冷胶溶液澄清处理、离子交换处理、脱酰基结冷胶溶液脱水处理、干燥及造粒,其具体步骤为:

[0012] (1) 发酵液的酶处理;

[0013] 依此向发酵液中加入不同酶制剂,保温酶解,以尽可能地除去发酵液中不溶性的杂质和菌体碎片。更具体地为,加入一种酶制剂保温酶解后,再加入另一种酶保温酶解,依此类推。

[0014] (2) 发酵液的絮凝;

[0015] 在步骤(1)酶处理后的发酵液中,加入酸/螯合剂/低级醇混合体系絮凝,然后固液分离;以除去发酵液中大部分水以及色素,得到浓缩的结冷胶粗品;

[0016] (3) 脱酰基处理

[0017] 将步骤(2)得到的絮凝产物重新溶解,并通过高温碱处理脱酰基;

[0018] (4) 脱酰溶液澄清处理

[0019] 将步骤(3)得到的脱酰基溶液通过过滤处理,得到澄清的低酰基结冷胶溶液;

[0020] (5) 澄清脱酰基结冷胶溶液脱水处理

[0021] 在步骤(4)得到的结冷胶脱酰基澄清溶液中,通过加入碱金属盐形成凝胶,并压榨脱水;

[0022] (6) 离子交换及脱色处理

[0023] 将步骤(5)得到的结冷胶切碎成细小颗粒,通过离子交换工艺将结冷胶中的二价阳离子大部分去除;将处理后的溶液压榨脱水,脱水后的结冷胶再用低级醇浸泡并搅拌、过滤以达到彻底脱色效果;

[0024] (7) 干燥粉碎;

[0025] 将步骤(6)中获得的结冷胶固体物料干燥并粉碎、造粒,得到高透明度低酰基结冷胶产品。

[0026] 本发明的后提取方法更具体地为:

[0027] 1. 发酵液的酶处理;

[0028] 依此向发酵液中加入不同浓度已经用少量水溶解分散的纤维素酶、溶菌酶及蛋白酶,保温酶解,维持不同时间。其中蛋白酶为中性蛋白酶或酸性蛋白酶。

[0029] 2. 发酵液絮凝处理

[0030] 将步骤 (1) 酶处理后的发酵液降温至 30℃ 以下, 加入酸 / 螯合剂 / 低级醇混合体系形成纤维状絮凝, 通过压榨法固液分离。其中酸 / 螯合剂、低级醇中的酸、螯合剂和低级醇可以先混合后加入, 也可以依次加入。

[0031] 3. 脱酰基处理

[0032] (3.1) 将步骤 (2) 中制得的絮凝产物, 打散后用 10 ~ 20 倍重量的去离子水溶解, 升温到 80 ~ 90℃, 充分搅拌以达到完全溶解;

[0033] (3.2) 通过在步骤 (3.1) 得到的结冷胶溶液中加入碱, 调节 pH 值在 9.5 ~ 11 范围之内, 保持温度 85 ~ 90℃ 之间, 时间 10 ~ 15 分钟, 以脱除结冷胶主链上的甘油酰基及乙酰基;

[0034] (3.3) 在步骤 (3.2) 得到的脱酰基结冷胶溶液中加入酸, 调节 pH 值到中性。

[0035] 4. 脱酰溶液澄清处理

[0036] 采用板框或厢式压滤, 高速离心或微孔滤膜过滤, 将步骤 (3.3) 中得到的脱酰基结冷胶溶液澄清处理, 澄清处理时的温度优选在 60℃ 以上, 以防止溶液形成凝胶, 得到的澄清溶液透光度应在 92% 以上。

[0037] 5. 脱酰基结冷胶溶液脱水处理

[0038] 向步骤 (4) 得到的脱酰基澄清结冷胶溶液中加入适当质量的碱金属阳离子盐类, 形成的凝胶通过压榨脱水, 得到含水量 80% 左右的低酰基结冷胶胶块或胶片。

[0039] 6. 离子交换及脱色处理

[0040] 将步骤 (5) 得到的含水量 80% 左右的低酰基结冷胶切碎为小颗粒, 投入到 3 ~ 5 倍重量的加入适当一价金属盐处理的水中, 浸泡并高速搅拌, 以离子交换的方式将胶体由二价阳离子盐形式转化成为一价阳离子盐形式; 处理后的结冷胶溶液压榨脱水, 再加入 2 倍重量的低级醇溶液中, 浸泡并高速搅拌, 之后再过滤以达到彻底去除色素的效果。

[0041] 7. 干燥粉碎; 将步骤 (6) 中制得的产物于 75 ~ 80℃ 下进行干燥, 并粉碎, 然后造粒, 使其 95% 通过 40 目筛网。

[0042] 本发明各步骤更具体的工艺条件是:

[0043] 步骤 1 中加入的酶及条件分别为: 纤维素酶浓度较佳地为 500 ~ 2000ppm, 更佳的为 1000 ~ 1500ppm; 酶解温度较佳的为 40 ~ 50℃, 更佳的为 43 ~ 45℃; 酶解时间较佳的为 4 到 8 小时, 更佳的为 5 到 6 小时。溶菌酶浓度较佳的为 50 ~ 300ppm, 更佳的为 100 ~ 200ppm; 酶解温度较佳的为 30 ~ 40℃, 更佳的为 35 ~ 37℃; 酶解时间较佳的为 2 到 4 小时, 更佳的为 2.5 到 3.5 小时。蛋白酶浓度较佳为 100 ~ 1000ppm, 更佳的为 300 ~ 500ppm; 酶解温度较佳的为 30 ~ 40℃, 更佳的为 30 ~ 35℃; 酶解时间较佳的为 1 到 5 小时, 更佳的为 2 到 3 小时。其中蛋白酶是中性蛋白酶或碱性蛋白酶, 浓度以发酵液为基准。

[0044] 步骤 2 中所用的酸 / 螯合剂 / 低级醇混合体系中的酸可以选自无机酸或有机酸。无机酸可以选自但不限于盐酸、硫酸或磷酸中的一种或多种; 有机酸可以选自但不限于甲酸、醋酸、柠檬酸、苹果酸或酒石酸中的一种或多种。实际生产中, 较佳使用的酸为无机酸, 更佳的为盐酸。酸的用量为能将发酵液体系 pH 调节到 2.5 ~ 3.5。

[0045] 步骤 2 中所用的酸优选先配成浓度为 10% 的溶液。

[0046] 步骤 2 中所用的酸 / 螯合剂 / 低级醇混合体系中的螯合剂可以选自但不只限于柠

柠檬酸钠、柠檬酸三钾、六偏磷酸钠、六偏磷酸钾、焦磷酸钠、聚磷酸钾中的一种或多种。较佳使用的螯合剂选自柠檬酸钠和六偏磷酸钠,更佳的为柠檬酸钠。所加入的螯合剂用量较佳的为在发酵液中浓度 200 ~ 1000ppm,更佳的为 500 ~ 700ppm。

[0047] 步骤 2 中使用的酸 / 螯合剂 / 低级醇混合体系中的低级醇可以选自乙醇、异丙醇和正丁醇中的一种或多种,较佳的选自乙醇和异丙醇,更佳的为异丙醇。用量较佳的为发酵液体积的 2 ~ 4 倍,更佳的为 2.5 ~ 3.5 倍。

[0048] 步骤 2 中使用的固液分离的设备可以选用但不只限于厢式聚丙烯板框压滤机或布袋压榨机,优选厢式聚丙烯板框压滤机。

[0049] 步骤 3.1 中打散后的结冷胶纤维长度优选为不超过 10 厘米,纤维中水份含量在 80% 左右。

[0050] 步骤 3.1 打散的结冷胶纤维用 10 到 20 倍重量的去离子水溶解,更佳的为 15 ~ 20 倍去离子水。加热溶液使之升温至 80 ~ 95℃,更佳的为 85 ~ 90℃。

[0051] 步骤 3.2 中,用于调整 pH 的碱选用但不只限于 NaOH、KOH、Na₂CO₃、K₂CO₃ 中的一种或多种,较佳的选用 NaOH、KOH,更佳的选用 NaOH。

[0052] 步骤 3.2 中,使用碱将 pH 值调节到 9.5 ~ 11 范围之内,更佳的 pH 值为 10 左右。

[0053] 步骤 3.2 中,保持温度 85 ~ 90℃ 之间,更佳的保持温度在 86 ~ 88℃ 之间。

[0054] 步骤 3.2 中,保持时间 10 ~ 15 分钟,更佳的保持时间在 10 分钟左右。

[0055] 步骤 3.2 中,调整 pH 的碱优选先配成浓度为 10% 的溶液。

[0056] 步骤 3.3 中,调整 pH 的酸可以是无机酸,也可以是有机酸。其中无机酸包括但不限于盐酸、硫酸及磷酸中的一种或多种;有机酸可以选自但不限于甲酸、醋酸、柠檬酸、苹果酸或酒石酸中的一种或多种。实际生产中,较佳使用的酸为无机酸,更佳的为盐酸。酸的用量为能将发酵液体系 pH 调节到 7 左右。

[0057] 步骤 3.3 中,调整 pH 的酸优选先配成浓度为 10% 的溶液。

[0058] 步骤 4 中,澄清设备可以采用但不限于板框或厢式压滤,高速离心或微孔滤膜过滤,优选板框或厢式压滤。

[0059] 步骤 4 中,澄清处理时的温度优选在 65℃ 以上,以防止溶液形成凝胶,更佳的温度为 75℃ 左右。

[0060] 步骤 5 中,形成凝胶时加入的碱金属盐包括但不限于一价碱金属(如,选自氯化钾、氯化钠、硫酸钾、硫酸钠中的一种或多种)、二价碱金属(如,选自氯化钙、氯化镁中的一种或多种)及多价碱金属(如,氯化铁)等。优选一价和二价碱金属盐类;考虑到成本因素,可以更优选二价碱金属盐类。

[0061] 步骤 5 中,形成凝胶时加入一价碱金属盐时,为澄清胶液的 0.8 ~ 1.2% (重量百分比),加入二价金属盐时,为澄清胶液的 0.05 ~ 0.1% (重量百分比)。

[0062] 步骤 5 中,形成凝胶时加入的金属盐优选先配成 30% 浓度的溶液。

[0063] 步骤 5 中压榨脱水中使用的固液分离设备可以选用但不只限于厢式聚丙烯板框压滤机或布袋压榨机,优选厢式聚丙烯板框压滤机。

[0064] 步骤 6 中使用切胶机,将低酰基结冷胶切碎为柱状小颗粒,颗粒直径小于 3 毫米,长度小于 12 毫米。

[0065] 步骤 6 中所用的一价金属盐包括但不限于可溶性一价碱金属盐(如,选自氯化

钾、氯化钠、硫酸钾、硫酸钠中的一种或多种),用量较佳的为在溶液中浓度达到 5000 ~ 10000ppm,更佳的为 6000 ~ 8000ppm。

[0066] 步骤 6 中使用的脱水压榨设备选用布袋压榨机。

[0067] 步骤 6 中使用的低级醇可以选自乙醇、异丙醇和正丁醇中的一种或多种,较佳的选自乙醇和异丙醇,更佳的为异丙醇。用量较佳的为结冷胶湿颗粒重量的 2 ~ 4 倍,更佳的为 2.5 ~ 3.5 倍。

[0068] 步骤 7 中使用的干燥设备可以选自但不限于真空干燥和沸腾干燥,温度控制在 75 ~ 80℃之间,时间控制在 1 到 1.5 小时之间。

[0069] 步骤 7 中造粒后的颗粒需使其 95%通过 40 目筛网。

[0070] 结合以下实施例来具体说明,以更好地理解本发明,但这些实施例为非限制性的,仅用于说明本发明而不适用于限制本发明的范围。

[0071] 实施例 1

[0072] A. 在装有 10m³ 结冷胶发酵液的絮凝罐中,搅拌下加入 15kg 纤维素酶,温度 45℃,缓慢搅拌 5.5 小时;之后再加入 2kg 溶菌酶,温度 35℃,缓慢搅拌 3 小时;之后再加入 4kg 中性蛋白酶,温度 33℃,缓慢搅拌 2.5 小时。

[0073] B. 向上述料液中缓慢加入盐酸(10%溶液)/六偏磷酸钠/乙醇溶液体系,至料液 pH2.5,搅拌维持 10min,将料通过泵打入厢式板框压滤机进行过滤,滤液进入废水处理站,得到 850kg 滤饼待用。

[0074] C. 由 B 得到的滤饼先用打散机打散为短纤维,按重量的 15 倍量加入去离子水,加热溶液使之升温至 90℃。加入 10%浓度的 KOH 调整 pH 至 10.0,在 90℃条件下缓慢搅拌 10 分钟。再加入 10%浓度的盐酸,回调 pH 至 7.0,得到的溶液进入下一步骤。D. 由 C 得到的溶液中加入适量硅藻土,搅拌均匀,温度控制在 75℃,用预涂硅藻土助滤剂的厢式聚丙烯板框压滤机循环过滤结冷胶溶液,直至得到的澄清结冷胶溶液用分光光度计测定透光度大于 92%,澄清后溶液接入凝胶罐。

[0075] E. 由 D 得到的澄清结冷胶溶液温度应维持在 65℃以上以防止凝胶形成,再向溶液中加入 30%浓度的氯化钾溶液 400L,缓慢搅拌 5 分钟后强制降温到 50℃以下。形成坚硬脆性凝胶的胶体用厢式聚丙烯板框压滤机压榨,得到含水量 80%左右的结冷胶胶片或胶块 450kg。

[0076] F. 由 E 得到的结冷胶胶块或胶片通过切胶机切碎成柱状小颗粒,颗粒直径小于 3 毫米,长度小于 12 毫米。将结冷胶小颗粒投入到 3 倍质量的去离子水中,同时加入氯化钾溶液其浓度达到 5000ppm,缓慢搅拌溶液 10 分钟后用滤布过滤;滤渣再用 2.5 倍重量的乙醇溶液浸泡并快速搅拌 30 分钟;用布袋压榨机脱去乙醇溶液,得到湿的结冷胶松散颗粒 450kg。

[0077] G. 由 F 得到的产物通过沸腾干燥机,于 75℃下进行干燥,粉碎后造粒,使其 95%通过 40 目筛网。得到的低酰基结冷胶产品 90kg。

[0078] 实施例 2

[0079] A. 在装有 10m³ 结冷胶发酵液的絮凝罐中,搅拌下加入 10kg 纤维素酶,温度 43℃,缓慢搅拌 5 小时;之后再加入 1kg 溶菌酶,温度 37℃,缓慢搅拌 2.5 小时;之后再加入 4kg 碱性蛋白酶,温度 35℃,缓慢搅拌 3.0 小时。

[0080] B. 向上述料液中缓慢加入醋酸(10%溶液)/柠檬酸钠/异丙醇溶液体系,至料液 pH2.5,搅拌维持 10min,将料通过泵打入厢式板框压滤机进行过滤,滤液进入废水处理站,得到 850kg 滤饼待用。

[0081] C. 由 B 得到的滤饼先用打散机打散为短纤维,按重量的 15 倍量加入去离子水,加热溶液使之升温至 90℃。加入 10%浓度的 NaOH 调整 pH 至 10.0,在 90℃条件下缓慢搅拌 10 分钟。再加入 10%浓度的醋酸,回调 pH 至 7.0,得到的溶液进入下一步骤。

[0082] D. 由 C 得到的溶液采用高速离心进行澄清操作,直至得到的澄清结冷胶溶液用分光光度计测定透光度大于 92%,澄清后溶液接入凝胶罐。

[0083] E. 由 D 得到的澄清结冷胶溶液温度应维持在 65℃以上以防止凝胶形成,再向溶液中加入 30%浓度的氯化钠溶液 400L,缓慢搅拌 5 分钟后强制降温到 50℃以下。形成坚硬脆性凝胶的胶体用布袋式压榨机压榨,得到含水量 80%左右的结冷胶胶片或胶块 500kg。

[0084] F. 由 E 得到的结冷胶胶块或胶片通过切胶机切碎成柱状小颗粒,颗粒直径小于 3 毫米,长度小于 12 毫米。将结冷胶小颗粒投入到 3 倍质量的去离子水中,同时加入氯化钠使其浓度达到 7000ppm,缓慢搅拌溶液 10 分钟后用滤布过滤;滤渣再用 2.5 倍重量的异丙醇溶液浸泡并快速搅拌 30 分钟;用布袋压榨机脱去异丙醇溶液,得到湿的结冷胶松散颗粒 450kg。

[0085] G. 由 F 得到的产物通过沸腾干燥机,于 75℃下进行干燥,粉碎后造粒,使其 95%通过 40 目筛网。得到的低酰基结冷胶产品 90kg。

[0086] 实施例 3

[0087] A. 在装有 10m³ 结冷胶发酵液的絮凝罐中,搅拌下加入 10kg 纤维素酶,温度 43℃,缓慢搅拌 5 小时;之后再加入 1kg 溶菌酶,温度 37℃,缓慢搅拌 2.5 小时;之后再加入 4kg 碱性蛋白酶,温度 35℃,缓慢搅拌 3.0 小时。

[0088] B. 向上述料液中缓慢加入磷酸(10%溶液)/焦磷酸钠/乙醇溶液体系,至料液 pH3.0,搅拌维持 10min,将料通过泵打入厢式板框压滤机进行过滤,滤液进入废水处理站,得到 850kg 滤饼待用。

[0089] C. 由 B 得到的滤饼先用打散机打散为短纤维,按重量的 15 倍量加入去离子水,加热溶液使之升温至 90℃。加入 10%浓度的 NaOH 调整 pH 至 10.0,在 90℃条件下缓慢搅拌 10 分钟。再加入 10%浓度的磷酸,回调 pH 至 7.0,得到的溶液进入下一步骤。

[0090] D. 由 C 得到的溶液采用微孔滤膜过滤,直至得到的澄清结冷胶溶液用分光光度计测定透光度大于 92%,澄清后溶液接入凝胶罐。

[0091] E. 由 D 得到的澄清结冷胶溶液温度应维持在 65℃以上以防止凝胶形成,再向溶液中加入 30%浓度的氯化钠溶液 400L,缓慢搅拌 5 分钟后强制降温到 50℃以下。形成坚硬脆性凝胶的胶体用厢式聚丙烯板框压滤机压榨,得到含水量 80%左右的结冷胶胶片或胶块 500kg。

F. 由 E 得到的结冷胶胶块或胶片通过切胶机切碎成柱状小颗粒,颗粒直径小于 3 毫米,长度小于 12 毫米。将结冷胶小颗粒投入到 3 倍质量的去离子水中,同时加入硫酸钾使其浓度达到 8000ppm,缓慢搅拌溶液 10 分钟后用滤布过滤;滤渣再用 2.5 倍重量的乙醇溶液浸泡并快速搅拌 30 分钟;用布袋压榨机脱去乙醇溶液,得到湿的结冷胶松散颗粒 450kg。

[0092] G. 由 F 得到的产物通过真空干燥机,于 75℃下进行干燥,粉碎后造粒,使其 95%通过 40 目筛网。得到的低酰基结冷胶产品 90kg。

[0093] 采用本发明的工艺相对于现有的低酰基结冷胶的后提取方法,优势之处在于:

[0094] 1. 产品溶解性大幅度提升,在 30℃左右即能有良好的分散及溶解,而一般结冷胶产品很容易抱团且必须在 80℃以上才能完全溶解。

[0095] 2. 产品质量大为改善,达到国外先进水平。产品外观好、透光度高、产品凝胶强度高。具体表现在色度大于 83%,透光度在 87%以上,同时凝胶强度大于 1000g/cm²。

[0096] 3. 通过后期的螯合工艺除去绝大部分二价金属阳离子,使得形成的凝胶略微发白现象消失,提升了产品的质量。