



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114835667 B

(45) 授权公告日 2024.03.22

(21) 申请号 202210416464.5

CN 103468020 A, 2013.12.25

(22) 申请日 2022.04.20

CN 107095123 A, 2017.08.29

(65) 同一申请的已公布的文献号

CN 110731982 A, 2020.01.31

申请公布号 CN 114835667 A

CN 110477084 A, 2019.11.22

(43) 申请公布日 2022.08.02

CN 104256801 A, 2015.01.07

(73) 专利权人 浙江蓝美生物技术有限公司

CN 106133448 A, 2016.11.16

地址 311800 浙江省绍兴市诸暨市暨阳街  
道新阳光路20号

CN 107549288 A, 2018.01.09

AU 2020102047 A4, 2020.10.08

CN 101715807 A, 2010.06.02

(72) 发明人 杨雪峰

章宁瑛 等. “不同解冻方式对速冻蓝莓果实品质的影响”.《食品工业科技》.2017,第38卷(第7期),第320-324,339页.

(74) 专利代理机构 杭州中利知识产权代理事务  
所(普通合伙) 33301

吕春茂 等. “不同解冻方式对树莓抗氧化成分及其活性的影响”.《沈阳农业大学学报》.2018,第49卷(第6期),第661-670页.

专利代理师 韩洪

姚蓓 等. “蓝莓果实花色苷色素提取工艺研究”.《江西农业学报》.2015,第27卷(第9期),第109-113页.

(51) Int. Cl.

C07D 311/62 (2006.01)

C09B 61/00 (2006.01)

C09B 67/54 (2006.01)

审查员 邱李

(56) 对比文件

CN 101925303 A, 2010.12.22

权利要求书2页 说明书10页 附图2页

(54) 发明名称

产全过程三废零排放。

一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,包括a)冻果解冻:对蓝莓冻果进行三段式微波处理,且第一段为预热段,第二段为解冻段,第三段为升温段,所述预热段和解冻段同步除湿处理而升温段不同步除湿处理;b)压榨破碎;c)酶解与灭酶;d)粗滤与离心分离;e)果渣预处理;f)分离纯化与制粉:分别采用吸附树脂色谱柱吸附步骤d)之中所得到的果汁以及步骤e)之中所述得到的果渣处理液,在洗柱之后分别进行解吸附,再分别对解吸附液先后进行浓缩、杀菌和喷雾干燥,分别得到果汁花色苷粉末和果渣花色苷粉末;g)后处理。本发明实现了安全化、清洁化、智能化、工业化生产蓝莓花色苷,产品的总花色苷含量 $\geq 40\%$ ,生



CN 114835667 B

1. 一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,其特征在于包括如下步骤:

a) 冻果解冻:对蓝莓冻果进行三段式微波处理,且第一段为预热段,第二段为解冻段,第三段为升温段,所述预热段和解冻段同步除湿处理而升温段不同步除湿处理,所述解冻段后的蓝莓果实表面温度为4~6℃,所述升温段后的蓝莓果实表面温度为10~20℃,得到解冻蓝莓;

在步骤a)之中,利用隧道式微波机组实现蓝莓冻果的三段式微波处理,所述隧道式微波机组每段均含2~5节微波机,所述预热段的微波功率为0.25~0.5Kw/节,所述解冻段的微波功率为1~2Kw/节,所述升温段的微波功率为2.5~5Kw/节,所述隧道式微波机组的微波频率为2300~2600MHz,所述蓝莓冻果的输送速度为500~1000Kg/h且每段行程均为2~5min;

b) 压榨破碎:破碎步骤a)之中所得到的解冻蓝莓,并保持果籽完整,得到蓝莓果浆;

在步骤b)之中,采用气囊履带式压榨机进行解冻蓝莓的破碎,所述气囊履带式压榨机的气囊压力为0.5~1Mpa,所述蓝莓冻果的输送速度为500~1000Kg/h;

c) 酶解与灭酶:在步骤b)之中所得到的蓝莓果浆内加入酶以进行酶解,再在灭酶后迅速冷却,得到酶解液;

在步骤c)之中,所述酶为果胶酶:纤维素酶:木瓜蛋白酶按质量比1:1:1混合的复合酶,所述复合酶与蓝莓果浆按质量:体积为0.2~0.3%添加,所述果胶酶、纤维素酶和木瓜蛋白酶的活性均为2.5~3.5万IU/g,所述酶解的pH为3.0~5.0,温度为45~55℃,时间为1.5~2.5h,所述灭酶的温度为75~85℃,时间为5~15min,所述冷却直至温度为10~20℃;

d) 粗滤与离心分离:将步骤c)所得到的酶解液先后经过过滤和离心,分别得到果汁和果渣;

e) 果渣预处理:对步骤d)之中所得到的果渣先后进行提取、过滤、浓缩和除杂,分别得到果渣处理液和滤渣;

在步骤e)之中,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩;

f) 分离纯化与制粉:分别采用吸附树脂色谱柱吸附步骤d)之中所得到的果汁以及步骤e)之中所述得到的果渣处理液,在洗柱之后分别进行解吸附,再分别对解吸附液先后进行浓缩、杀菌和喷雾干燥,分别得到果汁花色苷粉末和果渣花色苷粉末;

在步骤f)之中,所述吸附树脂色谱柱的径高比为1:6~7,所填充的吸附树脂的每克的比上样量 $\leq 20.6\text{mg/g}$ ,所述吸附树脂色谱柱之中所填充的吸附树脂是同时具有羟基和酰胺基的双功能基团吸附树脂或者同时具有酯基和酰胺基的双功能基团吸附树脂;采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩;

g) 后处理:将步骤f)之中所得到的果汁花色苷粉末与果渣花色苷粉末相混合,再在先后经过粉碎、筛分和除金属异物之后,得到产品。

2. 如权利要求1所述的一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,其特征在于:在步骤d)之中,所述过滤的目数为30~50目,所述离心的转速为13000~18000r/min。

3. 如权利要求1所述的一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,其特征在于:在步骤e)之中,采用pH为3.0~4.0的酸水或乙醇体积分数为50~80%的酒精进行

提取,所述提取的料液比按质量:体积为1:8.5~9.5添加,温度为30~50℃,时间为6~8h,所述过滤的目数为50~70目,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至相对密度达到1.09~1.12g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点,采用离心的方式进行除杂,所述离心的转速为13000~18000r/min。

4.如权利要求1所述的一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,其特征在于:在步骤f)之中,所述果汁和果渣处理液的流动线速度为2~3cm/min,所述吸附的温度为10~20℃,采用2~5倍柱体积的温度为10~20℃且pH为3.0~4.0的酸水进行洗柱,采用4~8倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为20~80%的酒精以7~9cm/min的流动线速度进行解吸附,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至质量:体积≤1%且浓缩液的相对密度达到1.13~1.16g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点。

5.如权利要求1所述的一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,其特征在于:在步骤g)之中,所述混合的时间为2~4h,所述筛分的目数为80~120目。

6.如权利要求1至5中任一项所述的一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,其特征在于:还包括步骤h)环保处理:将步骤e)所得到的滤渣中的果籽与皮渣相分离,萃取经过粉碎破壁之后的所述果籽,得到蓝莓果籽油副产品和果籽渣,再将所述果籽渣、皮渣以及步骤f)的洗柱期间所产生的洗柱液共同经过高压酶促裂解产生腐殖酸之后作为有机肥料,收集步骤e)和f)的浓缩期间蒸发产生的水和/或酒精,并在经过冷凝回收之后循环利用。

## 一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法

### 【技术领域】

[0001] 本发明涉及花色苷提取的技术领域,特别是一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法的技术领域。

### 【背景技术】

[0002] 蓝莓富含花色苷,而花色苷具有抗氧化、抗癌、保护视力、抗氧、抗辐射、保护角质形成细胞、抑制血管紧张素转化酶活性、保护神经、抗菌、减少血管生成、保护肝肾、预防动脉粥样硬化、防治糖尿病以及减轻慢性疲劳综合征等多种生理活性功能,且纯度越高,生理活性越强。因此,建立以蓝莓为原料生产高含量花色苷粉末的工艺具有很高的应用价值。

[0003] 由于蓝莓鲜果难以长时间保存以及长途运输,因而蓝莓通常需要在原产地直接进行活性物质的提取,存在一定的局限性。若以蓝莓冻果作为原料,则需要采用自然解冻法、水浴解冻法、微波解冻法和超声波解冻法等解冻方法预先进行蓝莓冻果的解冻。其中,微波解冻法的花色苷及其它营养成分损失率最低,解冻时间最短,解冻后果实硬度最高,解冻后可滴定酸与鲜果相同,解冻后pH与鲜果相同,是最佳的解冻方式。然而,由于采用微波炉进行冷冻蓝莓的微波解冻存在解冻不均,局部过热导致破损流汁,生产不连续以及处理量太小等缺陷,无法实现工业化规模生产,因此工业化生产所广泛采用的冷冻蓝莓的解冻方法依然是水浴解冻法。

[0004] 解冻后的蓝莓需要进行破碎处理。目前,常用的蓝莓的破碎方式为采用粉碎机、打浆机或磨切机等机械进行破碎处理。但是,采用此种方式容易导致其内富含油脂、脂肪酸和单宁等类物质的蓝莓籽同时被破碎,既降低了产品中的花色苷含量,增加了产品的苦涩感,又导致了蓝莓籽的浪费。

[0005] 在现有工艺中,经过破碎处理得到的蓝莓果浆在进行过滤后通常会被直接用于花色苷的提取。但是,蓝莓果浆中所含有的丰富的果胶、纤维素类物质以及蛋白质会引起果汁黏稠度增高,一方面在后续色谱柱吸附洗脱时容易发生堵塞现象,在浓缩时容易发生挂壁糊化现象,另一方面也会导致果渣的花色苷的提取率较低的问题。

[0006] 目前,常用的蓝莓的花色苷的提取方法主要有溶剂提取法、超临界萃取法、微波辅助提取法、酶解辅助提取法和超声波辅助提取法等。其中,溶剂提取法虽然是最广泛采用的方法,但是提取剂不好挑选,难以既保证对有效成分有较大的溶解度,又有效避免残留物对提取物安全性和后续工艺过程造成影响,并且回收成本也较高。并且,现有的溶剂提取法均采用提取罐间歇提取,存在溶剂用量大、人工操作繁琐、占用工时长、产量低以及难以实现自动化连续控制等问题。

[0007] 花色苷的分离纯化方法主要有大孔树脂吸附柱色谱法、有机溶剂萃取法、高速逆流色谱法和膜分离法等。与其它方法相比较,大孔树脂吸附柱色谱法具有吸附量大、解吸附率高、可再生重复使用、洗脱溶液可用食用酒精以及适合于大规模生产等优点,是目前工业化分离纯化蓝莓花色苷所普遍采用的方法。此外,国内外纯化蓝莓花色苷多采用XAD-4、XAD-6、XAD-7HP、D101、DM130、AB-8、HPD-300、NKA-2、S-8和D301等树脂,其功能结构主要是

苯乙烯-二乙烯苯非极性类、丙烯酸酯弱极性类、酚醛强极性类和胺基弱碱性离子交换类等。然而,采用这些树脂生产总花色苷含量 $\geq 40\%$ 的产品时,存在吸附量大时解吸附率低或者解吸附率高时吸附量小的缺陷,而且分离度均偏小,因此导致收率低,合格品产量小,生产成本很高,尤其不适合于水提取蓝莓粗提物的分离纯化。

[0008] 经过分离纯化后的蓝莓粗产品需要进行浓缩和喷雾干燥处理。目前,市场上常用的浓缩设备通常为单效或多效外循环加热蒸发器、多效降膜或升膜蒸发器以及闪蒸蒸发器等,存在蒸发效率高和能耗低的优点。其中,蓝莓花色苷浓缩液在喷雾干燥前的相对密度需要达到 $1.13 \sim 1.16 \text{g/cm}^3$ ,否则产出花色苷粉末的乙醇残留偏高且松密度偏低。然而,由于该相对密度的浓缩液的黏度较高,若采用上述浓缩设备,则在浓缩液的体积进一步变小后无法实现循环加热。同时,一方面物料在蒸发列管上的挂壁糊化损失严重,另一方面也未达到浓缩终点,进而导致花色苷的收率低,产品指标不合格。

[0009] 综上所述,虽然现有的以蓝莓为原料生产花色苷的工艺较多,但通常不以蓝莓冻果为原料,生产过程所产生的大量废液和废渣没有得到充分再利用,容易对环境造成污染,工业化生产工段不连接,工序操作间歇,以人工操作为自主,跑、冒、滴、漏、撒时有发生,且各步骤本身也均需要得到优化。因此,如何在同一条全过程连续化、管道化、机械化、自动化、规模化的生产线上实现蓝莓全果加工利用,亟待解决。

### 【发明内容】

[0010] 本发明的目的就是解决现有技术中的问题,提出一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,从人工投料之后的生产全过程连续化、管道化、机械化、自动化,所生产的总花色苷含量高。

[0011] 为实现上述目的,本发明通过以下技术方案来实现:

[0012] 一种以蓝莓冻果为原料清洁生产高含量花色苷粉末的方法,包括如下步骤:

[0013] a) 冻果解冻:对蓝莓冻果进行三段式微波处理,且第一段为预热段,第二段为解冻段,第三段为升温段,所述预热段和解冻段同步除湿处理而升温段不同步除湿处理,所述解冻段后的蓝莓果实表面温度为 $4 \sim 6^\circ\text{C}$ ,所述升温段后的蓝莓果实表面温度为 $10 \sim 20^\circ\text{C}$ ,得到解冻蓝莓;

[0014] b) 压榨破碎:破碎步骤a)之中所得到的解冻蓝莓,并保持果籽完整,得到蓝莓果浆;

[0015] c) 酶解与灭酶:在步骤b)之中所得到的蓝莓果浆内加入酶以进行酶解,再在灭酶后迅速冷却,得到酶解液;

[0016] d) 粗滤与离心分离:将步骤c)所得到的酶解液先后经过过滤和离心,分别得到果汁和果渣;

[0017] e) 果渣预处理:对步骤d)之中所得到的果渣先后进行提取、过滤、浓缩和除杂,分别得到果渣处理液和滤渣;

[0018] f) 分离纯化与制粉:分别采用吸附树脂色谱柱吸附步骤d)之中所得到的果汁以及步骤e)之中所述得到的果渣处理液,在洗柱之后分别进行解吸附,再分别对解吸附液先后进行浓缩、杀菌和喷雾干燥,分别得到果汁花色苷粉末和果渣花色苷粉末;

[0019] g) 后处理:将步骤f)之中所得到的果汁花色苷粉末与果渣花色苷粉末相混合,再

在先后经过粉碎、筛分和除金属异物之后,得到产品。

[0020] 作为优选,在步骤a)之中,利用隧道式微波机组实现蓝莓冻果的三段式微波处理,所述隧道式微波机组每段均含2~5节微波机,所述预热段的微波功率为0.25~0.5Kw/节,所述解冻段的微波功率为1~2Kw/节,所述升温段的微波功率为2.5~5Kw/节,所述隧道式微波机组的微波频率为2300~2600MHz,所述蓝莓冻果的输送速度为500~1000Kg/h且每段行程均为2~5min。

[0021] 更进一步的,所述隧道式微波机组每段均含3节微波机;蓝莓冻果的温度为-18℃,并利用震动布料器平铺于传送带之上而实现输送;所述预热段和解冻段均通过除湿风机进行除湿;所述隧道式微波机组的微波频率为2450MHz;所述蓝莓冻果的每段行程均为3min。

[0022] 采用此种方式,蓝莓解冻均匀,不破损流汁,连续投料及出料,处理量大,实现了工业化规模生产。

[0023] 作为优选,在步骤b)之中,采用气囊履带式压榨机进行解冻蓝莓的破碎,所述气囊履带式压榨机的气囊压力为0.5~1Mpa,所述蓝莓冻果的输送速度为500~1000Kg/h。

[0024] 更进一步的,采用链板提升机将步骤a)之中所得到的解冻蓝莓投入气囊履带式压榨机内进行破碎,且所述气囊履带式压榨机的气囊压力为0.7Mpa。

[0025] 采用此种方式,果实破碎而果籽完整不破碎,产品品质提升,口感改善,连续投料及出料,处理量大,实现了工业化规模生产。

[0026] 作为优选,在步骤c)之中,所述酶为果胶酶:纤维素酶:木瓜蛋白酶=1:1:1(W/W)的复合酶且添加量为0.2~0.3%(W/V),所述果胶酶、纤维素酶和木瓜蛋白酶的活性均为2.5~3.5万IU/g,所述酶解的pH为3.0~5.0,温度为45~55℃,时间为1.5~2.5h,所述灭酶的温度为75~85℃,时间为5~15min,所述冷却直至温度为10~20℃。

[0027] 更进一步的,利用酶解罐进行酶解与灭酶处理;复合酶的添加量为0.25%(W/V),酶解的温度为50℃,时间为2h;所述果胶酶、纤维素酶和木瓜蛋白酶的活性均为3万IU/g;利用苹果酸和柠檬酸进行PH调节;采用盘管式换热器于80℃灭酶10min;采用列管式换热器进行冷却。

[0028] 采用此种方式,可将冻果原料中的果胶、纤维素和蛋白质等同时酶解成水溶性小分子,有助于后续增加花色苷的提取率,减小料液粘稠度及色谱柱阻力。

[0029] 作为优选,在步骤d)之中,所述过滤的目数为30~50目,所述离心的转速为13000~18000r/min。

[0030] 更进一步的,利用40目震动筛对步骤c)所得到的酶解液进行过滤,再经过蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除细碎果渣和絮凝物;所述果汁的可溶性固形物浓度为8~10%。

[0031] 采用此种方式,实现了管道化连续进出料,产量大,卫生,可以在线清洁。

[0032] 作为优选,在步骤e)之中,采用pH为3.0~4.0的酸水或乙醇体积分数为50~80%的酒精进行提取,所述提取的料液比为1:8.5~9.5(W/V),温度为30~50℃,时间为6~8h,所述过滤的目数为50~70目,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,使得花色苷不受热分解,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至相对密度达到1.09~1.12g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点,采用离心的方式进行除杂,所述离心的转速为13000~18000r/min。

[0033] 其中,对于单效三级刮板浓缩器而言,通过在浓缩前期采用外循环加热三效蒸发,蒸发效率高,能耗低,在浓缩末期,采用球形刮板蒸发,尽管此时浓缩液的黏度很高,物料也不会产生挂壁糊化损失,提高了花色苷收率,同时确保产品的乙醇残留、松密度、水溶性等指标均合格。

[0034] 更进一步的,利用连续逆流提取工艺并采用pH为3.0~4.0的酸水或乙醇体积分数为65%的酒精对步骤d)之中所得到的果渣进行提取,且提取的料液比为1:9(W/V),时间为7h;所述酸水为苹果酸和/或柠檬酸的水溶液;所述过滤的目数为60目,滤渣挤压收集备用;浓缩液泵入蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除絮凝物。

[0035] 作为优选,在步骤f)之中,所述吸附树脂色谱柱的径高比为1:6~7,所填充的吸附树脂的每克的比上样量 $\leq 20.6\text{mg/g}$ ,所述果汁和果渣处理液的流动线速度为2~3cm/min,所述吸附的温度为10~20℃,采用2~5倍柱体积的温度为10~20℃且pH为3.0~4.0的酸水进行洗柱,采用4~8倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为20~80%的酒精以7~9cm/min的流动线速度进行解吸附,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,使得花色苷不受热分解,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至 $\leq 1\%$ (W/V)且浓缩液的相对密度达到1.13~1.16g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点。

[0036] 其中,对于单效三级刮板浓缩器而言,通过在浓缩前期采用外循环加热三效蒸发,蒸发效率高,能耗低,在浓缩末期,采用球形刮板蒸发,尽管此时浓缩液的黏度很高,物料也不会产生挂壁糊化损失,提高了花色苷收率,同时确保产品的乙醇残留、松密度、水溶性等指标均合格。

[0037] 更进一步的,酸水洗柱体积为3倍柱体积;所述酸水为苹果酸和/或柠檬酸的水溶液;解吸附液体积为6倍柱体积;采用巴士杀菌机进行杀菌;解吸附剂以8cm/min的流动线速度进行解吸附;所得到的果汁花色苷粉末的总花色苷含量 $\geq 35\%$ ,所得到的果渣花色苷粉末的总花色苷含量 $\geq 55\%$ 。

[0038] 作为优选,在步骤f)之中,所述吸附树脂色谱柱之中所填充的吸附树脂是同时具有羟基和酰胺基的双功能基团吸附树脂或者同时具有酯基和酰胺基的双功能基团吸附树脂。

[0039] 更进一步的,所述同时具有羟基和酰胺基的双功能基团吸附树脂为SYD-701食品工业用吸附树脂,对水溶液中的花色苷吸附量大,解吸附率高,分离度高,使得产品中的花色苷含量高,收率高;所述SYD-701食品工业用吸附树脂为以苯乙烯和1,4-丁烯二醇为单体,以N,N'-亚甲基双丙烯酰胺为交联剂,以甲酰胺和正庚烷为致孔剂,以偶氮二异丁腈为引发剂,以食用明胶为分散剂,以十二烷基苯磺酸钠为乳化剂,以水溶解食盐溶液为水相,经乳液悬浮聚合,再先后经过蒸煮、洗净和筛分而成的吸附树脂;所述同时具有酯基和酰胺基的双功能基团吸附树脂为SYD-702食品工业用吸附树脂,对食用酒精中的花色苷有良好的选择性吸附,吸附量大,解吸附率高,分离度高,使得产品中的花色苷含量高,收率高;所述SYD-702食品工业用吸附树脂为以苯乙烯和甲基丙烯酸甲酯为单体,以N,N'-亚甲基双丙烯酰胺为交联剂,以二甲苯及正庚烷为致孔剂,以过氧化苯甲酰为引发剂,以食用明胶为分散剂,以十二烷基苯磺酸钠为乳化剂,以水溶解食盐溶液为水相,经乳液悬浮聚合,再先后经过蒸煮、洗净和筛分而成的吸附树脂;所述SYD-701食品工业用吸附树脂和SYD-702食品工业用吸附树脂均呈球状颗粒,粒径范围为50~90目,比表面积 $\geq 700\text{m}^2/\text{g}$ ,平均孔径为7~

9nm, 优选为8nm, 孔隙率为50~70%, 优选为60%。

[0040] 此外, 在步骤e) 之中, 若采用pH为3.0~4.0的酸水进行提取, 则将除杂后的浓缩液泵入SYD-701食品工业用吸附树脂之中进行吸附; 若采用乙醇体积分数为50~80%的酒精进行提取, 则将除杂后的浓缩液泵入SYD-702食品工业用吸附树脂之中进行吸附; 在步骤f) 中, 采用SYD-701食品工业用吸附树脂吸附步骤d) 之中所得到的果汁以及步骤e) 之中所述得到的果渣处理液。

[0041] 作为优选, 在步骤g) 之中, 所述混合的时间为2~4h, 所述筛分的目数为80~120目。

[0042] 更进一步的, 采用三维混合机将步骤f) 之中所得到的果汁花色苷粉末与果渣花色苷粉末相混合3h, 利用多功能无尘粉碎机进行粉碎, 利用超声振动筛进行筛分, 再利用除铁器除金属异物, 最后可利用粉体自动包装机进行包装。这期间, 各步骤物料的传输和进出料均采用真空上料机封闭运行, 得到花色苷粉末产品, 且总花色苷含量 $\geq 45\%$ , 总花色苷收率 $\geq 80\%$ , 同时花色苷成分保持完整。

[0043] 作为优选, 还包括步骤h) 环保处理: 将步骤e) 所得到的滤渣中的果籽与皮渣相分离, 萃取经过粉碎破壁之后的所述果籽, 得到蓝莓果籽油副产品和果籽渣, 再将所述果籽渣、皮渣以及步骤f) 的洗柱期间所产生的洗柱液共同经过高压酶促裂解产生腐殖酸之后作为有机肥料, 收集步骤e) 和f) 的浓缩期间蒸发产生的水和/或酒精, 并在经过冷凝回收之后循环利用。

[0044] 更进一步的, 采用脱籽机对步骤e) 所得到的滤渣进行脱籽, 利用超微粉碎机和CO<sub>2</sub>超临界流体分别对果籽进行粉碎破壁和萃取。其中, 所得到的蓝莓果籽油副产品富含对健康有益的不饱和脂肪酸。

[0045] 采用此种方式, 在同一条生产线上实现了蓝莓的全果加工利用, 生产过程无三废排放, 是环境友好型清洁生产。

[0046] 本发明的有益效果: 本发明生产工序连续, 过程物料全封闭, 可由中央控制, 全过程自动化, 实现了安全化、清洁化、智能化、工业化生产蓝莓花色苷, 产品的总花色苷含量 $\geq 40\%$ , 超过了欧洲药典、美国药典和中国医药保健品进出口商会团体标准等规定的野生蓝莓(Bilberry) 总花色苷含量 $\geq 36\%$ 的水平, 花色苷的总收率 $\geq 80\%$ , 且生产全过程三废零排放; 通过全过程控制低温和pH3.0~4.0范围, 有效避免了花色苷成分的不稳定分解, 完整地保留了蓝莓冻果原料中的所有花色苷成分。

[0047] 本发明的特征及优点将通过实施例结合附图进行详细说明。

#### 【附图说明】

[0048] 图1是本发明的冻果解冻的工作示意图;

[0049] 图2是本发明的单效三级刮板浓缩器的结构示意图;

[0050] 图3是本发明工艺流程图。

[0051] 图中: 1- 传送带、2- 震动布料器、3- 下料系统、4- 微波控制系统、5- 除湿风机、6- 换热器、7- I效分离器、8- II效分离器、9- III效分离刮板蒸发器、91- 刮板、10- 冷凝器、A- 预热段、B- 解冻段、C- 升温段、D- 蒸汽进口、E- 冷凝水出口、F- 物料进口、G- 物料出口、H- 至真空泵。

**【具体实施方式】**

[0052] 实施例一：

[0053] 冻果解冻：

[0054] 参阅图1,取6410Kg的-18℃的冷冻蓝莓果实(人工种的植蓝美1号蓝莓果实,花色苷含量为0.21%),利用震动布料器2将冷冻蓝莓果实平铺于传送带1之上,以1000Kg/h的速度进行输送,从而利用三段九节式隧道式微波机组进行微波处理,每段行程均为3min。其中,隧道式微波机组的微波频率为2450MHz,第一段为预热段A,微波功率为0.5Kw/节,第二段为解冻段B,微波功率为2Kw/节,第三段为升温段C,微波功率为5Kw/节,仅预热段和解冻段通过除湿风机5同步除湿处理。解冻段后的蓝莓果实表面温度为5℃,所述升温段后的蓝莓果实表面温度为15℃,得到解冻蓝莓。

[0055] 压榨破碎：

[0056] 采用链板提升机将解冻蓝莓投入气囊压力为0.7Mpa的气囊履带式压榨机之中进行破碎,保持果籽完整,得到蓝莓果浆。其中,蓝莓冻果的输送速度为1000Kg/h。

[0057] 酶解与灭酶：

[0058] 将蓝莓果浆倒入酶解罐之中,加入果胶酶:纤维素酶:木瓜蛋白酶=1:1:1(W/W)的复合酶且添加量为0.25%(W/V),利用苹果酸和柠檬酸调节PH为4.0,在50℃之下酶解时间为2h,采用盘管式换热器于80℃灭酶10min,再采用列管式换热器冷却至15℃,得到酶解液。其中,果胶酶、纤维素酶和木瓜蛋白酶的活性均为3万IU/g。

[0059] 粗滤与离心分离：

[0060] 利用40目震动筛对酶解液进行过滤,再经过蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除细碎果渣和絮凝物,分别得到果汁和果渣。

[0061] 果渣预处理：

[0062] 将果渣通过料斗提升机投入连续逆流提取机组,利用连续逆流提取工艺并采用pH为3.5的酸水对果渣进行提取。其中,酸水为苹果酸和/或柠檬酸的水溶液,进料速度为185Kg/h,进液速度为1700L/h,提取温度为40℃,时间为7h。接着,60目在线过滤,而滤渣挤压收集备用。滤液泵入单效三级刮板浓缩器进行浓缩,浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至相对密度达到1.09~1.12g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点。随后,将浓缩液泵入蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除絮凝物,得到果渣处理液。

[0063] 分离纯化与制粉：

[0064] 将果汁于15℃泵入1根SYD-701食品工业用吸附树脂(树脂床层为40cm直径x240cm高,柱状树脂量为196Kg)之中进行吸附,果汁的流动线速度为3.8L/min。接着,采用3倍柱体积的温度为15℃的pH为3.5苹果酸和/或柠檬酸的水溶液作为酸水以12L/min的流动线速度进行洗柱,同时收集洗柱液。随后,采用6倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为20%的酒精以12L/min的流动线速度进行解吸附。然后,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至≤1%(W/V)且浓缩液的相对密度达到1.13~1.16g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点,同时回收酒精。接下来,采用巴士杀菌机在90℃杀菌30s。最后,喷雾干燥,得到果汁花色苷粉末。其中,果汁花色苷粉末重量9.43Kg,总花色苷含量为35.12%。

[0065] 将果渣处理液于15℃泵入2根SYD-701食品工业用吸附树脂(树脂床层为40cm直径x240cm高,每根柱状树脂量为228Kg)之中进行吸附,果渣处理液的流动线速度为3.8L/min。接着,采用3倍柱体积的温度为15℃的pH为3.5苹果酸和/或柠檬酸的水溶液作为酸水以12L/min的流动线速度进行洗柱,同时收集洗柱液。随后,采用6倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为20%的酒精以12L/min的流动线速度进行解吸附。然后,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至≤1%(W/V)且浓缩液的相对密度达到1.13~1.16g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点,同时回收酒精。接下来,采用巴士杀菌机在90℃杀菌30s。最后,喷雾干燥,得到果渣花色苷粉末。其中,果渣花色苷粉末重量13.98Kg,总花色苷含量为55.28%。

[0066] 后处理:

[0067] 采用三维混合机将步骤f)之中所得到的果汁花色苷粉末与果渣花色苷粉末相混合3h,利用多功能无尘粉碎机进行粉碎,100%通过80目超声振动筛,再利用1万高斯磁力棒×4根/层×5层除铁器除金属异物,最后可利用粉体自动包装机进行包装。这期间,各步骤物料的传输和进出料均采用真空上料机封闭运行,最终得到花色苷粉末产品23.18Kg。其中,总花色苷含量46.97%,总花色苷收率80%。总花色苷含量的检测方法依照欧洲药典(EP)9.0版第1361~1363页《Fresh bilberry fruit dry extract, refined and standardised》进行。

[0068] 环保处理:

[0069] 采用脱籽机将滤渣中的果籽与皮渣相分离,利用超微粉碎机和CO<sub>2</sub>超临界流体分别对果籽进行粉碎破壁和萃取,得到蓝莓果籽油副产品和果籽渣,再将所述果籽渣、皮渣以及洗柱期间所产生的洗柱液共同经过高压酶促裂解产生腐殖酸之后作为有机肥料,收集浓缩期间蒸发产生的水和/或酒精,并在经过冷凝回收之后循环利用。

[0070] 实施例二:

[0071] 冻果解冻:

[0072] 参阅图1,取6410Kg的-18℃的冷冻蓝莓果实(人工种的植蓝美1号蓝莓果实,花色苷含量为0.21%),利用震动布料器2将冷冻蓝莓果实平铺于传送带1之上,以1000Kg/h的速度进行输送,从而利用三段九节式隧道式微波机组进行微波处理,每段行程均为3min。其中,隧道式微波机组的微波频率为2450MHz,第一段为预热段A,微波功率为0.5Kw/节,第二段为解冻段B,微波功率为2Kw/节,第三段为升温段C,微波功率为5Kw/节,仅预热段和解冻段通过除湿风机5同步除湿处理。解冻段后的蓝莓果实表面温度为5℃,所述升温段后的蓝莓果实表面温度为15℃,得到解冻蓝莓。

[0073] 压榨破碎:

[0074] 采用链板提升机将解冻蓝莓投入气囊压力为0.7Mpa的气囊履带式压榨机之中进行破碎,保持果籽完整,得到蓝莓果浆。其中,蓝莓冻果的输送速度为1000Kg/h。

[0075] 酶解与灭酶:

[0076] 将蓝莓果浆倒入酶解罐之中,加入果胶酶:纤维素酶:木瓜蛋白酶=1:1:1(W/W)的复合酶且添加量为0.25%(W/V),利用苹果酸和柠檬酸调节PH为4.0,在50℃之下酶解时间为2h,采用盘管式换热器于80℃灭酶10min,再采用列管式换热器冷却至15℃,得到酶解液。其中,果胶酶、纤维素酶和木瓜蛋白酶的活性均为3万IU/g。

[0077] 粗滤与离心分离:

[0078] 利用40目震动筛对酶解液进行过滤,再经过蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除细碎果渣和絮凝物,分别得到果汁和果渣。

[0079] 果渣预处理:

[0080] 将果渣通过料斗提升机投入连续逆流提取机组,利用连续逆流提取工艺并采用乙醇体积分数为65%的食用酒精对果渣进行提取。其中,酸水为苹果酸和/或柠檬酸的水溶液,进料速度为185Kg/h,进液速度为1700L/h,提取温度为30℃,时间为7h。接着,60目在线过滤,而滤渣挤压收集备用。滤液泵入单效三级刮板浓缩器进行浓缩,浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至相对密度达到1.09~1.12g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点。随后,将浓缩液泵入蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除絮凝物,得到果渣处理液。

[0081] 分离纯化与制粉:

[0082] 将果汁于18℃泵入1根SYD-701食品工业用吸附树脂(树脂床层为40cm直径x240cm高,柱状树脂量为196Kg)之中进行吸附,果汁的流动线速度为3.8L/min。接着,采用3倍柱体积的温度为18℃的pH为3.5苹果酸和/或柠檬酸的水溶液作为酸水以12L/min的流动线速度进行洗柱,同时收集洗柱液。随后,采用6倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为30%的酒精以12L/min的流动线速度进行解吸附。然后,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至≤1%(W/V)且浓缩液的相对密度达到1.13~1.16g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点,同时回收酒精。接下来,采用巴士杀菌机在90℃杀菌30s。最后,喷雾干燥,得到果汁花色苷粉末。其中,果汁花色苷粉末重量9.39Kg,总花色苷含量为36.03%。

[0083] 将果渣处理液于18℃泵入2根SYD-702食品工业用吸附树脂(树脂床层为40cm直径x240cm高,每根柱状树脂量为228Kg)之中进行吸附,果渣处理液的流动线速度为3.8L/min。接着,采用3倍柱体积的温度为18℃的pH为4.0苹果酸和/或柠檬酸的水溶液作为酸水以12L/min的流动线速度进行洗柱,同时收集洗柱液。随后,采用6倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为30%的酒精以12L/min的流动线速度进行解吸附。然后,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至≤1%(W/V)且浓缩液的相对密度达到1.13~1.16g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点,同时回收酒精。接下来,采用巴士杀菌机在90℃杀菌35s。最后,喷雾干燥,得到果渣花色苷粉末。其中,果渣花色苷粉末重量14.02Kg,总花色苷含量为56.35%。

[0084] 后处理:

[0085] 采用三维混合机将步骤f)之中所得到的果汁花色苷粉末与果渣花色苷粉末相混合3h,利用多功能无尘粉碎机进行粉碎,100%通过80目超声振动筛,再利用1万高斯磁力棒×4根/层×5层除铁器除金属异物,最后可利用粉体自动包装机进行包装。这期间,各步骤物料的传输和进出料均采用真空上料机封闭运行,最终得到花色苷粉末产品23.25Kg。其中,总花色苷含量48.55%,总花色苷收率83.84%。总花色苷含量的检测方法依照欧洲药典(EP)9.0版第1361~1363页《Fresh bilberry fruit dry extract,refined and standardised》进行。

[0086] 环保处理:

[0087] 采用脱籽机将滤渣中的果籽与皮渣相分离,利用超微粉碎机和CO<sub>2</sub>超临界流体分别对果籽进行粉碎破壁和萃取,得到蓝莓果籽油副产品和果籽渣,再将所述果籽渣、皮渣以及洗柱期间所产生的洗柱液共同经过高压酶促裂解产生腐殖酸之后作为有机肥料,收集浓缩期间蒸发产生的水和/或酒精,并在经过冷凝回收之后循环利用。

[0088] 实施例三:

[0089] 冻果解冻:

[0090] 参阅图1,取3210Kg的-18℃的冷冻蓝莓果实(笃斯越橘野生蓝莓果实,花色苷含量为0.50%),利用震动布料器2将冷冻蓝莓果实平铺于传送带1之上,以500Kg/h的速度进行输送,从而利用三段九节式隧道式微波机组进行微波处理,每段行程均为3min。其中,隧道式微波机组的微波频率为2450MHz,第一段为预热段A,微波功率为0.25Kw/节,第二段为解冻段B,微波功率为1Kw/节,第三段为升温段C,微波功率为2.5Kw/节,仅预热段和解冻段通过除湿风机5同步除湿处理。解冻段后的蓝莓果实表面温度为5℃,所述升温段后的蓝莓果实表面温度为15℃,得到解冻蓝莓。

[0091] 压榨破碎:

[0092] 采用链板提升机将解冻蓝莓投入气囊压力为0.7Mpa的气囊履带式压榨机之中进行破碎,保持果籽完整,得到蓝莓果浆。其中,蓝莓冻果的输送速度为500Kg/h。

[0093] 酶解与灭酶:

[0094] 将蓝莓果浆倒入酶解罐之中,加入果胶酶:纤维素酶:木瓜蛋白酶=1:1:1(W/W)的复合酶且添加量为0.25%(W/V),利用苹果酸和柠檬酸调节PH为5.0,在50℃之下酶解时间为2h,采用盘管式换热器于80℃灭酶10min,再采用列管式换热器冷却至20℃,得到酶解液。其中,果胶酶、纤维素酶和木瓜蛋白酶的活性均为3万IU/g。

[0095] 粗滤与离心分离:

[0096] 利用40目震动筛对酶解液进行过滤,再经过蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除细碎果渣和絮凝物,分别得到果汁和果渣。

[0097] 果渣预处理:

[0098] 将果渣通过料斗提升机投入连续逆流提取机组,利用连续逆流提取工艺并采用乙醇体积分数为65%的食用酒精对果渣进行提取。其中,酸水为苹果酸和/或柠檬酸的水溶液,进料速度为185Kg/h,进液速度为1700L/h,提取温度为30℃,时间为7h。接着,60目在线过滤,而滤渣挤压收集备用。滤液泵入单效三级刮板浓缩器进行浓缩,浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至相对密度达到1.09~1.12g/cm<sup>3</sup>时为浓缩终点。随后,将浓缩液泵入蝶式离心机以15000r/min的速度离心去除絮凝物,得到果渣处理液。

[0099] 分离纯化与制粉:

[0100] 将果汁于18℃泵入2根SYD-701食品工业用吸附树脂(树脂床层为40cm直径x240cm高,柱状树脂量为196Kg)之中进行吸附,果汁的流动线速度为3.8L/min。接着,采用3倍柱体积的温度为18℃的pH为3.5苹果酸和/或柠檬酸的水溶液作为酸水以12L/min的流动线速度进行洗柱,同时收集洗柱液。随后,采用6倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为30%的酒精以12L/min的流动线速度进行解吸附。然后,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为30~46℃,真空度为-0.04~-0.095Mpa,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至≤1%

(W/V)且浓缩液的相对密度达到 $1.13 \sim 1.16\text{g}/\text{cm}^3$ 时为浓缩终点,同时回收酒精。接下来,采用巴士杀菌机在 $90^\circ\text{C}$ 杀菌30s。最后,喷雾干燥,得到果汁花色苷粉末。其中,果汁花色苷粉末重量15.61Kg,总花色苷含量为36.73%。

[0101] 将果渣处理液于 $18^\circ\text{C}$ 泵入2根SYD-702食品工业用吸附树脂(树脂床层为40cm直径x240cm高,每根柱状树脂量为228Kg)之中进行吸附,果渣处理液的流动线速度为 $3.8\text{L}/\text{min}$ 。接着,采用3倍柱体积的温度为 $18^\circ\text{C}$ 的pH为4.0苹果酸和/或柠檬酸的水溶液作为酸水以 $12\text{L}/\text{min}$ 的流动线速度进行洗柱,同时收集洗柱液。随后,采用6倍柱体积的常温的且乙醇体积分数为50%的酒精以 $12\text{L}/\text{min}$ 的流动线速度进行解吸附。然后,采用单效三级刮板浓缩器进行浓缩,所述浓缩的温度为 $30 \sim 46^\circ\text{C}$ ,真空度为 $-0.04 \sim -0.095\text{Mpa}$ ,实施监测浓缩液的乙醇浓度直至 $\leq 1\%$  (W/V)且浓缩液的相对密度达到 $1.13 \sim 1.16\text{g}/\text{cm}^3$ 时为浓缩终点,同时回收酒精。接下来,采用巴士杀菌机在 $90^\circ\text{C}$ 杀菌35s。最后,喷雾干燥,得到果渣花色苷粉末。其中,果渣花色苷粉末重量17.32Kg,总花色苷含量为48.42%。

[0102] 后处理:

[0103] 采用三维混合机将步骤f)之中所得到的果汁花色苷粉末与果渣花色苷粉末相混合3h,利用多功能无尘粉碎机进行粉碎,100%通过80目超声振动筛,再利用1万高斯磁力棒 $\times 4$ 根/层 $\times 5$ 层除铁器除金属异物,最后可利用粉体自动包装机进行包装。这期间,各步骤物料的传输和进出料均采用真空上料机封闭运行,最终得到花色苷粉末产品32.60Kg。其中,总花色苷含量42.88%,总花色苷收率87.10%。总花色苷含量的检测方法依照欧洲药典(EP)9.0版第1361~1363页《Fresh bilberry fruit dry extract, refined and standardised》进行。

[0104] 环保处理:

[0105] 采用脱籽机将滤渣中的果籽与皮渣相分离,利用超微粉碎机和 $\text{CO}_2$ 超临界流体分别对果籽进行粉碎破壁和萃取,得到蓝莓果籽油副产品和果籽渣,再将所述果籽渣、皮渣以及洗柱期间所产生的洗柱液共同经过高压酶促裂解产生腐殖酸之后作为有机肥料,收集浓缩期间蒸发产生的水和/或酒精,并在经过冷凝回收之后循环利用。

[0106] 上述实施例是对本发明的说明,不是对本发明的限定,任何对本发明简单变换后的方案均属于本发明的保护范围。

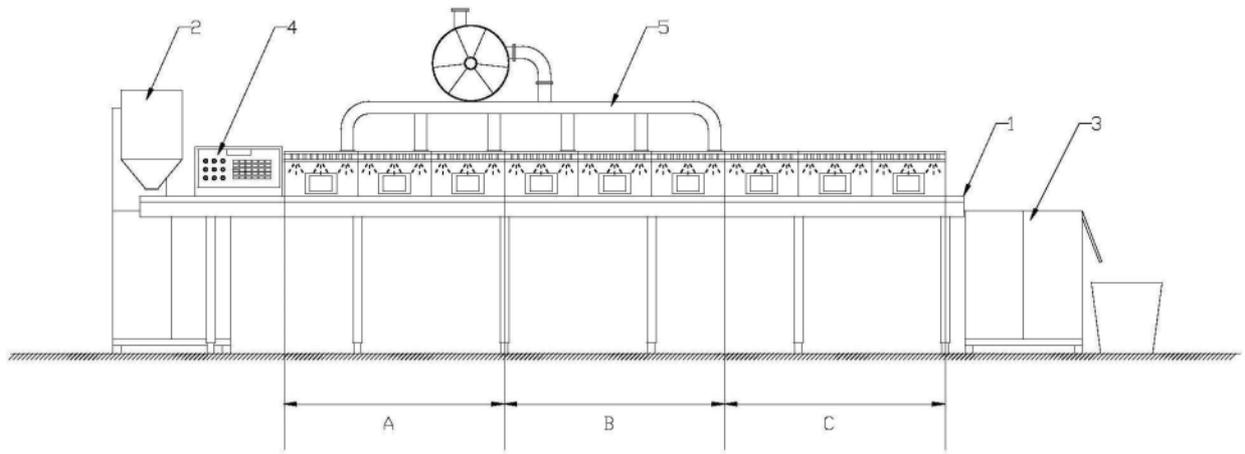


图1

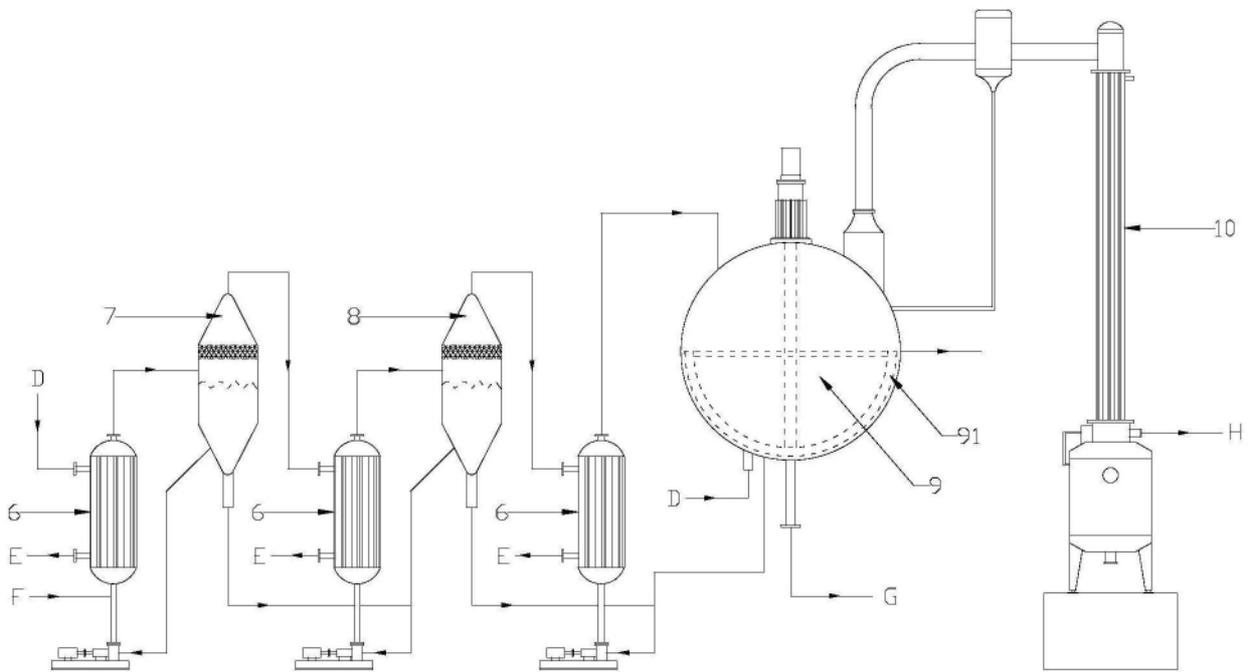


图2

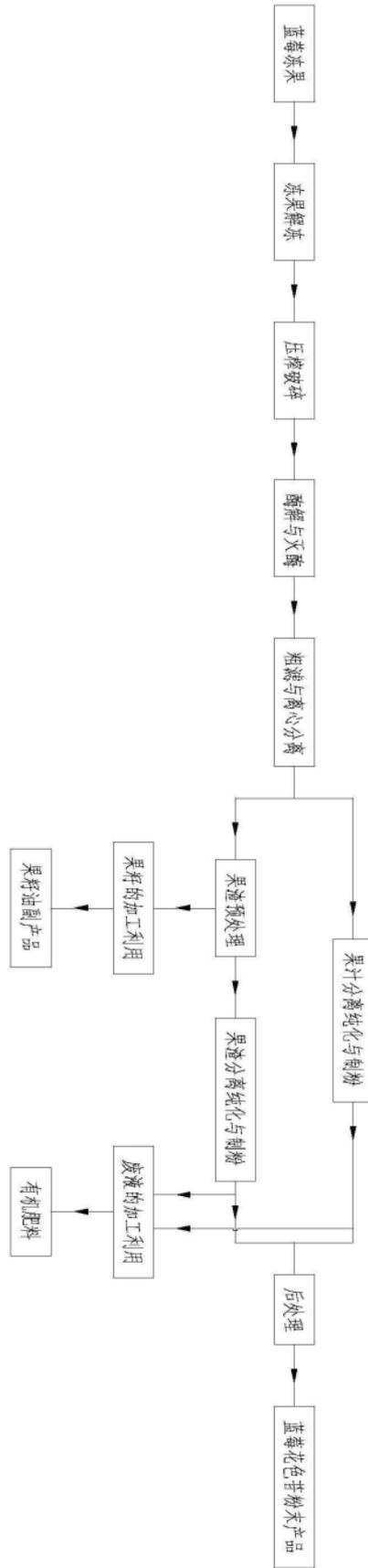


图3