



Élelmiszertudományi Kar

**INTEGRÁLT MEMBRÁN MŰVELETEK ALKALMAZÁSA EGÉSZSÉGES
FÉLKÉSZ TERMÉKEK ELŐÁLLÍTÁSÁBAN**

Doktori (Ph.D.) értekezés tézisei

VAS-VINCZE IVETTA

Budapest

2010.

A doktori iskola

megnevezése: Élelmiszertudományi Doktori Iskola

tudományága: Élelmiszertudományok

vezetője: Dr. Fodor Péter
Egyetemi tanár, DSc
BCE, Élelmiszertudományi Kar,
Alkalmazott Kémia Tanszék

Témavezető: Dr. Vatai Gyula
Egyetemi tanár
BCE, Élelmiszertudományi Kar
Élelmiszeripari Műveletek és Gépek Tanszék

A jelölt a Budapesti Corvinus Egyetem Doktori Szabályzatában előírt valamennyi feltételnek eleget tett, az értekezés műhelyvitájában elhangzott észrevételeket és javaslatokat az értekezés átdolgozásakor figyelembe vette, ezért az értekezés nyilvános vitára bocsátható.

.....
Az iskolavezető jóváhagyása

.....
A témavezető jóváhagyása

A munka előzményei, a kitűzött célok

Napjainkban egyre nagyobb az igény a természetes anyagok, a gyógyhatású összetevők, a kiváló minőségű, természetes alapanyagokból készült és értékes komponensekben gazdag termékek fogyasztása iránt. Ez a tendencia a fogyasztói társadalom, valamint az élelmiszeripar szemléletváltását egyaránt tükrözi. A bioélelmiszerek forgalmazására szakosodott cégek, boltok száma megsokszorozódott. Szinte minden magyarországi településen található biobolt.

A népi gyógyászatban számos újra felfedezett növényfaj ismeretes, közöttük jelentős évezredek gyógyító hatású növény a homoktövis, amelynek beltartalmi összetevői különösen értékesek, egyes elemeket, antioxidánsokat, vitaminokat, a hagyományos gyümölcsfélékhez képest, többszörös mennyiségben tartalmaz. Kelet-Ázsiában már 2000 éve gyógynövényként használják, csak Kínában 700 000 hektáron termesztik.

A kávé, mint élvezeti cikk ismert a világban, azonban számos pozitív élettani hatása is van. Egyre több bioboltban található ökológiai termesztésből kikerült biokávé, sőt ezek instant változata is. Fontos, hogy az előírászerűen termesztett kávébab a későbbi, esetleges feldolgozás során is megőrizze a termesztése, és pörkölése során kialakított ízeket, zamatokat.

Az élelmiszeriparban is, mint minden más termelő iparágban, nagy az energia felhasználás a termékek előállítása során; emellett a berendezések költségei is magasak. Lényeges ezen tényezők csökkentése, hogy a félkész és késztermék árát is megfelelő szinten tudjuk tartani. Alternatív megoldást jelenthet a már az élelmiszeriparban egyre jobban elterjedő membránszűrés alkalmazása a besűrítési eljárások során is, kiváltva az jelenleg alkalmazott vákuumbepárlást. Ezzel nem csak a késztermékek minősége javítható, de az előállítási költségek is jelentősen csökkenthetők.

A környezettudatosság kialakítása, fenntartása, a környezet védelme mindannyiunk kötelessége. A membránműveletek alkalmazása környezetkímélő módszer. Az energiafelhasználás mértéke, a kibocsájtott, és újrahasznosítható melléktermékek miatt kisebb a környezetterhelés.

Méréseimet két nagy témakörben végeztem. Célom egyrészt egy nagyon közkedvelt ital, az instant kávépor gyártásához egy alternatív, gazdaságosabb módszer kidolgozása nanoszűrés és fordított ozmózis alkalmazásával, mely során az instant kávé alapját adó kávé sűrítmenyt állítom elő, mivel a membránszűrés kíméletesebb, mint a jelenleg alkalmazott bepárlás.

Továbbá feladatomból tűztem ki a homoktövis lé besűrítését, mely sűrítmeny adja a további feldolgozás alapját. A homoktövis értékes komponenseit szintén membránszűrés segítségével szeretném megőrizni és feldúsítani a végsűrítmenyben. Mivel a homoktövis lé olajos, sűrű anyag,

Így kísérleteim során megpróbálkozom az előszűrés nélküli, és az előszűrt lé besűrítésével több lépcsőben. A méréseim során előszűrésre mikro- és ultraszűrést, elősűrítésre nanoszűrést és fordított ozmózist, míg végsűrítésre ozmotikus desztillációt alkalmazok. A membránszűréssel gazdaságosabb módon állíthatjuk elő a végsűrítményt, mint az iparban használt vákuum bepárlás. Céлом még a folyamatok matematikai modellezésének elvégzése, illetve fontosnak tekintem a fentiek alapján a membránszűrések gazdaságosságának bizonyítását.

Anyagok és módszerek

A kávé extraktummal (Thcibo Family fantázia nevű kávé) végzett méréseket először 64 %-os sóvisszatartású nanoszűrő membránon végeztem el, majd a kísérleteket megismételtem egy 99,8 % sóvisszatartású fordított ozmózis membránon, mivel a nanoszűrés során keletkezett szűrlet tartalmazott aromakomponenseket. A nanoszűrő membrán aktív membrán felülete 0,047 m², míg a fordított ozmózis membráné 0,3 m² volt. A mérések során vizsgáltam a különböző műveleti paraméterek (hőmérséklet, transzmembrán nyomás különbség, recirkulációs térfogatáram) hatását. A minták szárazanyag tartalmát szárítószekrény, ill. refraktométer segítségével határoztam meg. A vízoldható szárazanyag tartalmát a Magyar Élelmiszertankönyv 3-1-558/93 előírásai szerint Zeiss-Abbé-féle refraktométeren mértem, az értékeket a műszer skálájáról %-ban olvastam le. Mérés előtt a műszert desztillált vízzel kalibráltam. A szárításon alapuló nedvességtartalom-meghatározás közvetett módszer, mivel a minta tömegcsökkenése alapján következtetünk a távozó nedvesség tömegére.

A homoktövis esetében a méréseket fagyasztott bogyóból enyhe hőkezeléssel készült lével és friss bogyóból préselt lével is elvégeztem. A levek tartalmazták a rostanyagokat, de egyéb lebegő anyagokat (héj, mag maradékok) nem. Ezeket durva előszűréssel távolítottam el az általam préselt léből, illetve hasonlóan jártak el a Bio-Drog-Berta Kft-nél is.

Méréseim során kísérletet tettem a levek előszűrésére mikroszűrő- (0,45 µm pórusméretű) és 100 kDa vágási értékű ultraszűrő membránokkal, így eltávolítva a léből a lebegő anyagokat, rostokat, és az előszűrés után végeztem el a levek besűrítését nanoszűrő (85% NaCl visszatartású) és fordított ozmózis (99,8 % NaCl visszatartású) membránokon. A frissen préselt lé esetében elvégeztem a lé végsűrítését is ozmotikus desztilláció (0,2 µm pórusméretű) segítségével.

A homoktövis lé esetében elvégeztem a következő analitikai vizsgálatokat: víz oldható szárazanyag tartalom, viszkozitás, titrálható savtartalom, pH érték, összesfenol tartalom, antioxidáns kapacitás.

Az eredmények

A jó minőségű élelmiszeripari termékek előállítását megköveteli a gazdasági verseny. Munkám során egészséges, magas beltartalmi értékekkel rendelkező félkész termékek, sűrítmények gazdaságos előállítását tűztem ki célomul.

A kávé sűrítmény előállításához nanoszűrést és fordított ozmózist használtam. Megállapítottam, hogy a mindkét típusú membránszűrési eljárás alkalmas a kávé extraktum hatékony besűrítésére, azonban a költségbecslés alapján a nanoszűrést javaslom, mint lehetséges alkalmazási forma.

A homoktövis lével végzett kísérleteim során megpróbáltam a lé előszűrés nélküli besűrítését nanoszűréssel és fordított ozmózissal, melyek nem hoztak eredményt, mivel a membránok gyorsan eltömődtek, tisztításuk az egyéb esetekben használt eljárással nem volt megfelelő, nem tiszta membrán vízfluxusa nem volt visszaállítható. Ugyanez mondható el a 0,45 µm-es kerámia mikroszűrő csőmembránnal végzett előszűrésről is. Az előszűrt lé tükrös lett, alkalmas volt a további kísérletekre, azonban a membrán tisztítása nem hozott megnyugtató eredmény.

A kísérleteket elvégeztem friss bogyóból és fagyasztott bogyóból préselt levekkel is, melyek alapján a friss bogyóból készült lé volt alkalmasabb a besűrítésre.

Az ultraszűréssel (100 kDa vágási értékű kapillár csőmembrán) végzett előszűrési kísérleteknél a permeátum fluxusa alacsony volt, azonban a membrán könnyen tisztítható volt, így ezt az előszűrést sikeresnek tekintettem. Az előszűrt levet nanoszűréssel és fordított ozmózissal sűrítettem tovább. Mindkét módszer megfelelőnek bizonyult, így tovább folytattam a kísérleteket, és ozmotikus desztillációval 60 ref % feletti szárazanyag tartalomra sűrítettem be a homoktövis levet. A fordított ozmózissal elősűrített lé végső szárazanyag tartalma 65 ref % lett, így ezzel dolgoztam ki egy komplex eljárást a homoktövis lé besűrítésére, és végeztem el a folyamat költségbecslését.

Elvégeztem az analitikai vizsgálatokat is, amely alapján a polifenol tartalom 9-szeresére, míg az antioxidáns kapacitása 15-szörösére növekedett a kiindulási léhez képest a komplex eljárás során.

Új tudományos eredmények

I. Kávé extraktum besűrítése céljából végzett kísérletek

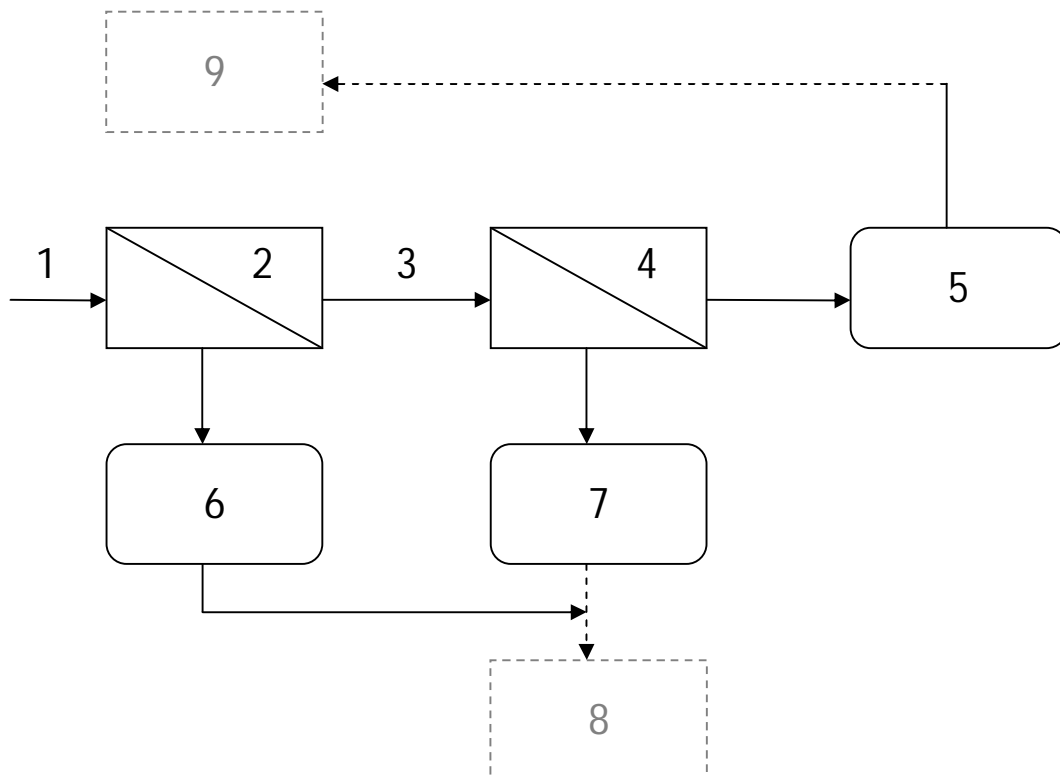
1. A nanoszűrés és a fordított ozmózis is alkalmas a kávé extraktum besűrítésre.

A besűrítéshez lap és spiráltekerics membránt is alkalmaztam. A nanoszűrő membrán NaCl visszatartása 64%, míg a fordított ozmózis membráné 99,8 % volt. Mindkét membrán megfelelő mértékben növelte a kávé szárazanyag tartalmát; NF esetében 45 g/l, míg RO esetében 60 g/l értéket értem el.

2. A gazdasági számítások alapján elmondható, hogy a nanoszűrő membrán esetében az összes költség 5 761 eFt/év, míg RO membrán beépítésével a rendszerbe ez az összeg 8 547 eFt/év. A fordított ozmózis membrán üzemeltetési költsége 10% magasabb, mint a nanoszűrő membráné.

II. Homoktövis lével végzett kísérletek

1. A homoktövis lé a benne lévő olajok és rostok miatt nehezen sűríthető be előszűrés nélkül, azonban nanoszűréssel és fordított ozmózissal is elértem szárazanyagtartalom növekedést; mindkét alkalmazott membrán esetében négyszeres növekedést értem el 4 ref %-ról 16 ref %-ra
2. Az előszűrést elvégeztem fagyasztott és hőkezelt, valamint friss bogyóból készült lével mikroszűrő membrán alkalmazásával. A MF membrán 0,45 μm pórusméretű kerámia csőmembrán volt. Mind a friss, mind a fagyasztott bogyóból készült lé gyorsan eltömítette a membránt, a membrán nem lehetett tisztítani, azonban a frissen préselt lével (40 l/(m²h)) négyszer magasabb permeátum fluxus értéket értem el a besűrítés alatt, mint a fagyasztott bogyóból készült lével (10 l/(m²h)).
3. Az előszűrést friss bogyóból préselt lével és ultraszűréssel végeztem el. Az UF membrán 100 kDa vágási értékű, PAEK (poliariléterketon) üreges csőmembrán volt. A UF membrán alkalmazásával tükrös levet kaptam, melynek szárazanyag tartalma 3,65 ref% lett.
4. Az előszűrés után elvégeztem a levek elősűrítését NF- (85 % NaCl visszatartású spiráltekercs membrán) és RO (99,8 % NaCl visszatartású spiráltekercs membrán) membránokkal. A nanoszűrt sűrítmény szárazanyag tartalma 16 brix° lett, míg a szűrlet szárazanyag tartalma 3 Brix°-ra emelkedett, így a visszatartás 86 % volt. RO esetében a szárazanyag tartalom 20,8 Brix°-ra nőtt a besűrítés során. Az RO membrán visszatartása 94,23% lett szárazanyag tartalomra vonatkoztatva.
5. Az elősűrítés után elvégeztem a levek végsűrítését ozmotikus desztilláció (0,2 μm pórusméretű kapillárcső membrán) alkalmazásával. A nanoszűrt lé szárazanyag tartalma 62 ref%, míg a fordított ozmózissal besűrített lénél ez az érték 64,3 ref% lett a végsűrítés után.
6. Az elvégzett analitikai vizsgálatok alapján elmondható, hogy a besűrített homoktövis lé (UF-RO-OD) polifenol tartalma a kiindulási léhez képest kilencszeresére növekedett (2,5 mg/ml → 22,5 mg/ml), míg az antioxidáns kapacitása tizenötször (20 mMAs/l → 300 mMAs/l) lett magasabb.
7. A kísérletek alapján az alábbi komplex rendszert dolgoztam ki a homoktövis lé besűrítésére:



1. homoktövis préselé
2. mikroszűrő berendezés
3. előszűrt homoktövis lé
4. fordított ozmózis berendezés
5. szűrlet/víz
6. lebegő anyagok
7. homoktövis sűrítmény
8. porlasztva szárítás
9. mosás

8. A gazdasági számítások alapján elmondható, hogy komplex rendszer összes költsége 1 204 eFt/év, ahol az üzemeltetési költségek az összes költség 28,6%-át teszik ki, míg a maradék 72,4% a beruházási költség.

III. Matematikai modellt állítottam fel mind a kávéval, mind a homoktövissel végzett kísérletekre.

1. A van't Hoff egyenlettel leírhatók a folyamatok mindkét vizsgált anyag esetében. A modell segítségével az következő egyenletet határoztam meg a számított permeátum fluxus kifejezésére.

$$J_{\text{számított}} = \frac{\Delta p_{TM} - \Delta \pi_{\text{számított}}}{\eta \cdot R_T}$$

2. A modell segítségével meghatároztam mindkét vizsgált anyag esetében, minden felhasznált membrán ellenállását. Megállapítottam, hogy minden esetben a membránok összes ellenállása a legmagasabb, míg a tiszta membrán ellenállása a legalacsonyabb. Szintén megállapítottam, hogy a nanoszűrő membrán ellenállása minden esetben alacsonyabb, mint a fordított ozmózis membráné.

Következtetések és javaslatok

A kávéextraktum besűrítésére alkalmas a membránszűrés. A költségbecslés alapján a nanoszűrés tűnik gazdaságosnak a megfelelő fluxusértékek mellett. Az elérhető kihozatal 87,5 % volt nanoszűrés esetében. A költségbecslés alapján elmondható, hogy a nanoszűrés alkalmazása a kávéextraktum besűrítésére, 44 %-kal alacsonyabb költséggel jár, mint a fordított ozmózis.

A homoktövislé besűrítésére végzett membrános kísérletek biztatóak. A homoktövis előszűrés nélkül és előszűréssel is besűríthető.

Előszűrés nélkül a homoktövis lé nehezen sűríthető be. A besűrítési kísérletek során a fluxus értékek időben gyorsan csökkentek, a membrán eltömődés nagy mértékű volt mind a nanoszűrés, mind a fordított ozmózis esetében. A homoktövis előszűrésére az ultraszűrés a megfelelő membránszűrés módszer. Ezzel a tükrösített lével elvégezhetőek a további besűrítési kísérletek, melyek kihozatala < 80 %. Fordított ozmózissal és ozmotikus desztillációval a homoktövis lé esetében elérhető szárazanyag tartalom 65 ref %, amely biztató a további vízelvonás szempontjából. A komplex eljárással a homoktövis értékes komponenseinek koncentrációja 10-12-szeresére növekedett (polifenol tartalom és antioxidáns kapacitás)

A homoktövissel besűrítésére felállított komplex rendszer összes költsége 1 204 eFt/év, melyből nagyobb részt, a költségek 60%-át a beruházási költségek adják, míg a maradék 40 %-ot az üzemeltetési költségek.

A kávé extraktummal végzett kísérletek tovább gondolásaként érdemes elvégezni az ozmotikus desztillációs és vízelvonási kísérleteket (porlasztva- vagy fagyasztva szárítás). A homoktövissel végzett kísérletek folytatásaként a vízelvonási kísérletek (porlasztva- vagy fagyasztva szárítás) elvégzését tartom szükségesnek.

Tézisekhez kapcsolódó közleményeimIF-es folyóiratcikk

- [1] **I. Vincze**, Gy. Vatai (2004): Application of nanofiltration for coffee extract concentration; Desalination, 162, p. 287-294.
- [2] **I. Vincze**, É. Stefanovits-Bányai, Gy. Vatai (2006): Concentration of sea-buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) juice with membrane separation; Separation and Purification Technology. 57, p. 455–460. ISSN 1383-5866.
- [3] **I. Vincze**, É. Stefanovits-Bányai, Gy. Vatai (2006): Using nanofiltration and reverse osmosis for the concentration of seabuckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) juice; Desalination, Volume 200, Issues 1-3, p 528-53
- [4] Á. Kozák, Sz. Bánvölgyi, **I. Vincze**, I. Kiss, E. Békássy Molnár, Gy. Vatai (2008): Comparison of integrated large-scale and laboratory-scale membrane processes for the production of black currant juice concentrate, Chemical Engineering and Processing, 47:1171-1177

Lektorált cikk

- [5] **Vincze I.**, Vatai Gy.(2005): Homoktövis (*Hippophae rhamnoides* L.) lé besűrítése membránszűréssel; Membrántechnika, 2005. október, 38-47. o.
- [6] **Vincze I.**, Bányainé Stefanovits É., Vatai Gy. (2006): Homoktövis (*Hippophae rhamnoides* L.) lé sűrítvény előállítása membránszűréssel; Olaj, Szappan, Kozmetika, 2006. LV. Évfolyam, 3. szám; 2006. július-szeptember; p. 90-94. HU ISSN 0472-8602

Teljes anyag hazai konferencia kiadásban

- [7] **Vincze I.**, Vatai Gy.(2004): Kávéextraktum besűrítése nanoszűréssel: modellezés és gazdaságossági vizsgálatok; XII. Membrántechnikai Konferencia, Budapest, 2004. szeptember 2. 61-66. o. ISBN 963-9319-42-2

Teljes anyag nemzetközi konferencia kiadványban

- [8] **I. Vincze, É. Stefanovits-Bányai, Gy. Vatai (2005):** Concentration of sea-buckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) juice with membrane separation; PERMEA, Lengyelország, Polanica Zdrój; (CDROM)
- [9] **I. Vincze, É. Stefanovits-Bányai, Gy. Vatai (2006):** Element composition of seabuckthorn (*Hippophae rhamnoides* L.) juice concentrated by membrane filtration, 7 th International Symposium on Metal elements in environment, medicine and biology, 06-08. 11. 2006. Proceedings, p. 339-342. ISBN (13) 978-973-620-238-4
- [10] **I. Vincze, É. Bánfi, Á. Kozák, Gy. Vatai (2007):** From the plantation to the table: using complex membrane process for the concentration of sea buckthorn (*Hippophaea rhamnoides* L.) juice, PERMEA 2007, Membrane Science and Technology Conference of Visegrad Countries, Siófok, Magyarország, konferencia-kiadvány (CD) ISBN 978-963-9319-69-1