

АНАЛІЗ МЕТОДІВ ОЦІНЮВАННЯ ЯКОСТІ ГОМОГЕНІЗАЦІЇ МОЛОКА

Самойчук К.О., к.т.н.,

Ковальов О.О., аспірант*,

Івженко А.О., інженер

Таврійський державний агротехнологічний університет

Тел.(06192) 42-13-06

Анотація – у статті проведено аналіз існуючих методів оцінювання якості гомогенізації та обґрунтовано оптимальний метод для оцінки якості роботи нових типів гомогенізаторів.

Ключові слова – аналіз, жирова кулька, якість гомогенізації, метод.

Постановка проблеми. Гомогенізація є одним з найбільш енерговитратних нормативних процесів технологічних схем переробки молока та виробництва молочних продуктів. Виробництво високоякісної молочної продукції можливе за умови забезпечення високої засвоюваності поживних речовин продукту багатокomпонентного складу. Це можливо при отриманні молочної емульсії з дуже малими розмірами часток, наближеними до розміру хіломікронів, що або повністю засвоюються організмом, або трансформуються в енергію. Тому в процесі розробки дослідниками нових, більш ефективних конструктивних рішень важливо приділяти увагу не тільки зниженню енергоємності, але й підвищенню якості готового продукту. Отже важливою задачею, що постає перед дослідниками процесів гомогенізації та диспергування молочної емульсії, є оцінювання якості процесу. Для її вирішення необхідно провести аналіз відомих методів оцінювання якості емульсій у харчовій промисловості та обґрунтувати найбільш раціональний, технологічний та універсальний.

Аналіз останніх досліджень. Більшість емульсій є термодинамічно нестійкими системами, які часто розшаровуються одразу після закінчення диспергуючих впливів. Гомогенізація обумовлює додатковий вплив на емульсію, що обумовлює не тільки підвищення дисперсності та однорідності, але й підвищення стійкості емульсії.

До основних показників якості дисперсних продуктів багатокomпонентного складу відносяться: розподіл дисперсної фази за фракціями різних розмірів, однорідність, стійкість, структурно–механічні властивості продукту, що визначаються як фізико – хімічні властивості компонентів та технологій обробки. Оскільки емульсії являють собою дисперсні системи з розвиненою поверхнею розділу фаз, актуальним є

питання забезпечення їх фізичної стабільності. Підвищення ж рівномірності розподілу диспергованої фази в суцільній середі потребує пропонування більш ефективних конструктивних рішень [1]. Тому виникає потреба у точному, швидкому методі оцінки якості емульсії за умови відсутності руйнування часток. Методи дослідження якості можна поділити на:

- дослідження якості на етапі виробництва у потоковій лінії;
- на етапі розробки нової технології або нової конструкції.

Зрозуміло, що способи дещо відрізняються за вимогами, наприклад, до методів оцінювання у виробництві висуваються вимоги експресності, високої чутливості приладів, можливості локального аналізу та висока селективність результатів. У даному випадку інтерес являє другий спосіб.

Відомі способи оцінювання якості гомогенізації можна поділити на наступні групи [2].

1. Механічне розділення, що являє собою розшарування двох фаз.
2. Седиментаційний аналіз – виділення окремих груп зразків за вагою.
3. Метод центрифугування, що заключається у фракціонуванні шляхом впливу відцентрових зусиль.
4. Аналітичний метод оцінювання стійкості жирової фази, заснований на розгляді процесу седиментації жирової фази (Петров А.М.).
5. Оптичні методи.
6. Вимірювання під мікроскопом.
7. Метод аналізу дисперсного стану на базі комп'ютерного аналізу мікрофотографій.

Основна частина. З вказаних методів перші п'ять є узагальненими способами оцінки якості гомогенізації, а останні – диференційними. Перший спосіб заснований на визначенні розмірів часток у дисперсних системах шляхом аналізу їх фракційного складу. Цей спосіб не може бути застосовано для визначення якості гомогенізації з огляду на великий розмір часток від 1,5 до 100 мкм, яким обмежено його застосування.

Другий спосіб заснований на залежності швидкості седиментації жирової фази внаслідок підйому до поверхні часток жиру від їх розміру, згідно залежності, запропонованої Стоксом, та перевіреної К.М.Раном та П.Ф.Шарпом. Для цього 250 см³ молока наливають у циліндр та витримують 24 год. при температурі 4...8⁰С. Для емульсій більш високої стабільності, ніж гомогенізоване молоко, термін витримки становить 48 год. Після цього зразки поділяють на два шари та визначають масову концентрацію жиру c_n у нижніх 60% емульсії в циліндрі. Показник стабільності жирової молочної емульсії визначають з виразу [2, 3]

$$\chi = (C_o - C_n) / (C_o - 3C_n / 5) \quad (1)$$

де C_o - концентрація жирової фази в початковій емульсії, відсотки.

Жирова емульсія має високу стабільність за умови, що в циліндрі об'ємом 250 мл кількість жиру в нижніх 150 мл не перевищує 10%. До

недоліків седиментаційного аналізу належать: обмеженість його застосування, невисока точність, низька відтворюваність результатів.

Метод центрифугування полягає у визначенні відсотку отриманої у жиромірі відсоткового відношення величин діаметром кульок менш 2 мкм до масової частки диспергованої жирової фази після центрифугування протягом 30 хвилин у спеціальній піпетці при температурі 38...40 °С та частоті обертання, що дорівнює 18,3 с⁻¹. При цьому в нижній частині піпетки знаходяться залишки, в яких розмір жирових кульок менше 2 мкм. Ефективність гомогенізації E_G визначається за формулою [4,5]

$$E_G = (Ж_n/Ж_n)/100, \quad (2)$$

де $Ж_n$ – масова частка жиру в нижньому шарі продукту з піпетки, %;
 $Ж_n$ – масова частка жиру в продукті, %.

Слід відзначити ще один метод визначення ефективності гомогенізації за допомогою жиромірів, який заключається в встановленні відношення наявної в жиромірі недостатньо диспергованої жирової фази гомогенізованого та негомогенізованого молока за ТУ 49-986-83. Для підготовки зразків беруть молоко з масовою часткою жиру більше 3% та вершки до та після гомогенізації і нормалізують знежиреним молоком або дистильованою водою за жирністю до 2,5%.

Підготовлені зразки робочого розчину препарату для визначення ефективності гомогенізації жиру за ТУ 49-986-83 розводять у відношенні 1:3 та перемішують. Відбирають 20 см³ отриманого розчину і вносять до жироміру. Залишок заповнюють дистильованою водою у кількості 1 – 1,5 см³ та закривають пробкою. Жироміри у перевернутому стані ставлять на 10 хв у водяну баню, після чого центрифугують протягом 5 хв [6]. Після цього жироміри виймають та за шкалою відраховують кількість недостатньо диспергованої жирової фази

$$E_G = \left[1 - \left(\frac{V_G}{V_{HG}} \right) \right], \quad (3)$$

де V_G та V_{HG} – кількість отриманої у жиромірі недостатньо диспергованої жирової фази для гомогенізованого та не гомогенізованого молока.

При показнику E_G вище 75% вважається, що жирові кульки діаметром більше 2 мкм у продукті відсутні [5].

Недоліками методу центрифугування є його висока трудомісткість, низька продуктивність та великі похибки вимірювання.

Однією з найважливіших проблем при виготовленні емульсій є

забезпечення її стабільності. У зв'язку з цим виділяють три види нестабільності. Визначенням термодинамічної нестабільності є оцінка здатності емульсії зберігати сталими розміри крапель жирової фази. Агрегативна нестабільність виражається у коагуляції жирових кульок для запобігання чого використовують емульгатори. Другим видом є седиментаційна стійкість, що заключається у збереженні розподілу дисперсної фази в об'ємі системи. Молоко, яке за класифікацією є розбавленою емульсією є тонкодисперсною та седиментаційно стійкою завдяки наявності броунівського руху та дифузії електричних шарів. Останнім видом нестабільності є інверсія, тобто зміна типу емульсії, на що може впливати: співвідношення та вид фаз, концентрація емульгатора, спосіб виготовлення емульсії. Враховуючи вищенаведене, оцінювання стійкості емульсій є важливою складовою оцінювання якості гомогенізації.

Петровим А.М. запропоновано аналітичний метод оцінювання стійкості жирової фази, що заснований на розгляді процесу седиментації жирової фази. Порушення консистенції пов'язане з седиментацією жирових кульок, поставленою у відповідність з кількісним критерієм - "коефіцієнтом стійкості жирової фази". Значення цього коефіцієнту визначається як середньоквадратична похибка середньозваженого значення (вміст жиру в продукті в початковий період часу) масової частки жирової фази, скорегованої на коефіцієнт віднесення [7].

$$K_{CT} = \frac{1}{K_B} \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (g_i - g)}{n - 1}}, \quad (4)$$

де K_B – коефіцієнт віднесення, %; K_{CT} – коефіцієнт стійкості жирової фази; g_i – масова частка жиру в i – ому шарі, %; g – середньозважена масова частка жиру в продукті, %; n – кількість шарів розділу.

Коефіцієнт стійкості є інтегральним показником однорідності, що враховує зміни в агрегатній та кінетичній стійкості жирової фази. Заміна молочного жиру рослинним різко (у 2 – 3 рази) знижує коефіцієнт стійкості жирової фази [7].

На підставі результатів аналізу пошарового відображення зразків розраховується K_{CT} та по його значенню дається характеристика рівномірності розподілу жирової фази за об'ємом продукту. Недоліками методу є: його вузьке призначення - для визначення дисперсних характеристик молочних консервів і K_{CT} відрізняється за рівномірністю зміни молочної частки жиру у шарах, що може негативно впливати на відтворенні їхньої консистенції [7]. Проте головною задачею гомогенізації є подрібнення жирових кульок, а забезпечення стійкості є супутньою, вторинною метою процесу.

Оптичним методом досліджують молоко з масовою часткою жиру 2 – 6%. Цей метод засновано на визначенні оптичної щільності зразку при двох

довжинах хвиль: 400 та 1000 нм . Ефективність гомогенізації (ступінь диспергування жирової фази) продукту визначається відношенням значень щільностей за двох довжин хвиль D_{400}/D_{1000} . Відмінну глибину диспергування має молочна суміш, для якої відношення D_{400}/D_{1000} коливається у діапазоні значень 4...6, при цьому середнє значення діаметру жирової кульки дорівнює 1,2 мкм [3]. Недоліками цього методу є обмеженість використання за жирністю зразку, досить великий розмір вимірюваних часток, невисока точність вимірів.

Метод аналізу дисперсного стану емульсії на основі комп'ютерного аналізу мікрофотографій був розроблений Чеботарьовим С.А. Метод, що дозволяє автоматизувати аналіз мікрофотографій емульсій, заключається у визначенні розмірів часток, дисперсності, а також у вирішенні завдань, обов'язкових при дослідженні будь – якої дисперсної системи -будування статистичного та емпіричного розподілу. Для вирішення вищезначених завдань використовують технічні та інженерні розрахунки в програмному середовищі MATLAB [8]. Для цього, відкривши зображення відповідним додатком, фото зразка перетворюється у чорний (дисперсійна середа) та білий (дисперсна фаза) кольори. Відтінки сірого при віднесенні до білого або чорного кольорів регулюються переміщенням повзунка випадаючого меню, шляхом зміни яскравості малюнку. Після автоматичного підрахунку розмірів часток у комп'ютера формується масив, що містить площі пухирців у пікселях. Побудова значень площин пухирців дозволяє визначити найбільші, найменші та середні розміри часток за допомогою Data Statistic.

Недоліком методу є необхідність наявності певних навичок програмування при роботі з ним, а звідси – обмежене застосування [8].

Метод мікрофотографування має два варіанти: за першим підрахунок ведеться за проекцією негативу на спеціально градуйовану сітку з відомою ціною поділу. За другим варіантом кількість жирових кульок рахують за фотографією, а їх діаметр вимірюють за допомогою спеціально градуйованої лінійки [8].

При здійсненні мікрофотографування молоко після гомогенізації ретельно перемішують, багаторазово переливаючи його з ємності у ємність. За допомогою спеціальної піпетки беруть 8 см³ та переносять до мірної колби на 200 см³. Колбу з розчином перемішують, перегортаючи 6 – 10 разів, після чого вміст доводять розведенням водою до мітки та перемішують. З кожного зразка виробляють два розведення, а з кожного розведення зразків готують декілька препаратів для мікроскопування та фотографують [9].

Для підвищення контрастності зображення пропонуємо використовувати жиророзчинну фарбу темно – рожевого кольору типу Судан – 3 за ТУ6 – 09 – 3234 – 78. Краплю з кожного розведення зразків молока скляною паличкою наносять на центральну частину лічильної камери (Горяєва, Розенфельда та інш.), закривають та придавлюють покривним склом. Перед фотографуванням лічильну камеру витримують у горизонтальному положенні, що необхідно для спливання до одного рівня жирових кульок перед фотографуванням [9]. Фотографують не менш 4 полів зору на кожне розведення, зміщуючи камеру "змійкою". На фото рахують кількість жирових кульок, та, враховуючи розведення молока, визначають їх

вміст у 1 мм^3 . У тих же умовах фотографують стандартну лінійку об'єктмікрометра з ціною поділу $0,01 \text{ мм}$. З негативу зразка та лінійки об'єктмікрометра за умови однакового збільшення роблять фотокартки. Накладаючи плівку з лінійкою на фотокартку молока, визначають діаметр жирових кульок [10].

Враховуючи постійний рух жирової фази в емульсії вважається доцільним для вимірювань та аналізу застосовувати фотографування. Більш точні висновки необхідно робити шляхом вимірювання та підрахунку не менше $1000 - 1200$ жирових кульок з проби [11].

Відповідно до належності дисперсної фази кожного розмірного класу діаметра кульок у відсотковому відношенні до загальної кількості будують графічні зображення розподілу. При збільшенні розміру генеральної сукупності гістограми розподілу випадкових величин будуть наближені до логарифмічного виразу закону розподілу Гауса.

Перші п'ять методів оцінки якості гомогенізації не є досконалими та дають приблизні значення. На похибку, що дають методи відстоювання та центрифугування впливають: стабільність жирової фази, розміри жирових кульок та їх здатність утворювати скупчення, температура, в'язкість, різниця густини плазми молока та жиру та велика кількість інших факторів [11]. До оптичного методу помилку вносять білкові частки молока, розміри яких досягають $0,1 - 1,0 \text{ мкм}$ [12]. Цей спосіб не можна вважати точним, бо він здатен фіксувати одночасно обидва основних компонента дисперсної фази. З іншого боку, використання мікрофотографування з подальшою комп'ютерною обробкою даних сприяє підвищенню точності підрахунків, зменшує похибку і значно скорочує трудомісткість і час обробки одержаних даних.

Висновки. Якість гомогенізації молока та молочних продуктів включає показник дисперсності та стабільності емульсії, причому останній – є другорядним при оцінюванні роботи нових диспергуючих пристроїв. У результаті проведеного аналізу виділені 7 способів оцінювання якості диспергованої емульсії, що використовуються у молочній промисловості. Серед них за показниками універсальності, точності та трудомісткості виділений метод мікрофотографування та подальшого комп'ютерного аналізу отриманих фотографій емульсії. Для отримання мікрофотографій немає необхідності у використанні коштовного спеціалізованого обладнання, достатньо мати оптичний мікроскоп зі збільшенням у $1000-1500$ разів і веб-камеру або цифровий фотоапарат, під'єднану до персонального комп'ютера зі встановленим програмним забезпеченням (наприклад MATLAB).

Література:

1. *Старичков А. И.* Структурообразование дисперсных систем / А.И. Старичков // Пищевая промышленность. - 2000. - №11. - С. 38-40.
2. *Артемасов В.В.* Интенсификация процессов гомогенизации и диспергирования при получении жидких комбинированных продуктов / В.В. Артемасов : Дис. ... канд. техн. наук : 05.18.12 : -Кемерово, 2004 - 218 с.
3. *Долинский А.А.* Анализ эффективности гомогенизации эмульсии различными диспергирующими устройствами / А.А. Долинский, Б.И. Басок, Ю.А. Шурчкова // Экотехнологии и ресурсосбережение. – 1995. – № 6. – С.40

– 43.

4. Соколова Т.В. Определение эффективности гомогенизации при помощи специальной пипетки / Т.В. Соколова, И.М. Гущина // Молочная промышленность. – 1972. – №3 – С.12–13.

5. Чекулаева Л.В. Сгущённые молочные консервы / Л.В. Чекулаева, Н.М. Чекулаев – М.: Лёгкая и пищ. пром–сть, 1982. – 264 с.

6. Бредихин С.А. Технология и техника переработки молока / С.А. Бредихин, Ю.В. Космодемьянский, В.Н. Юрин. – М.: Колос, 2003. – 400 с.

7. Петров А.Н. Теория и практика повышения устойчивости жировой фазы консервов на молочной основе общего и специального назначения : диссертация ... доктора технических наук : 05.18.04 / Петров Андрей Николаевич; - Москва, 2010.- 280 с.

8. Ядута А.З. Интенсификация процесса получения комбинированных продуктов в роторно-пульсационном аппарате : диссертация ... кандидата технических наук : 05.18.12 /А.З. Ядута - Кемерово, 2009 – 173 с.

9. Кугенев П.В. Практикум по молочному делу /П.В. Кугенев Н.В. Барабанщиков [6–е изд.]. – М.: Агропромиздат, 1988. – 224 с.

10. Фридман Р.А. Технология косметики/Р.А. Фридман 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Изд-во пищ. пром-сти, 1984. – 488.

11. Вайткус В.В. Гомогенизация молока / В.В. Вайткус. – М.: Пищ. пром–сть, 1967. – 218 с.

12. Амбросимов В.М. Определение дисперсных характеристик молока / В.М. Амбросимов, М.О. Буркитбаев // Техника в сельском хозяйстве. – 1993. – № 4. – С. 28–30.

АНАЛИЗ МЕТОДОВ ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА ГОМОГЕНИЗАЦИИ МОЛОКА

Самойчук К.А., Ковалев А.А., Ивженко А.А.

Аннотация - в статье проведён анализ существующих методов оценки качества гомогенизации и обоснован оптимальный метод для оценки качества работы новых типов гомогенизаторов.

ANALYSIS OF METHODS OF ESTIMATION OF QUALITY OF HOMOGENIZATION OF MILK

K. Samoichuk, A Kovalov, A. Ivzhenko

Summary

The analysis of existent methods of estimation of quality of homogenization is conducted and an optimal method is reasonable for the estimation of quality of work of new types of homogenizators are represented in the article.