

СОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ ПРОЦЕССА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЛАКТОЗЫ В ПРОИЗВОДСТВЕ МОЛОЧНОГО САХАРА

ОРИГИНАЛЬНАЯ СТАТЬЯ

Владимир Алексеевич Шохалов¹, канд. техн. наук, доцент кафедры
E-mail: v_shohalov@mail.ru

Анна Ивановна Гнездилова¹, д-р. техн. наук, профессор

Вероника Николаевна Шохалова², канд. техн. наук, начальник отдела обеспечения лабораторной деятельности

¹Вологодская государственная молочнохозяйственная академия им. Н. В. Верещагина, г. Вологда

²Центр гигиены и эпидемиологии в Вологодской области, г. Вологда

Целью данной работы является разработка технологии производства молочного сахара повышенного качества за счет совершенствования процессов очистки сырья и кристаллизации лактозы. Технология предусматривает ультрафильтрацию обезжиренного молока, нанофильтрацию УФ-пермеата, электродиализ, сгущение, кристаллизацию лактозы и сушку. Для обессоливания до уровня 70–90 % проводят нанофильтрацию с последующим электродиализом. Сгущение осуществляют до концентрации сухих веществ 53–55 % и затем сироп нагревают до 75 °С. Кристаллизацию лактозы проводят в две стадии: на первой стадии сироп охлаждают со скоростью 4–5 °С/мин до температуры усиленной кристаллизации лактозы 27–33 °С, вносят затравку мелкокристаллической лактозы в количестве 0,01–0,02 %, на второй стадии кристаллизат охлаждают со скоростью 1–2 °С/мин до 10–15 °С, затем, для завершения процесса, кристаллизат выдерживают при этой температуре 5–10 минут. В готовом продукте микроскопическим методом была проведена оценка гранулометрического состава полученных кристаллов и определен коэффициент однородности. Установлено повышение качества готового продукта за счет повышения однородности кристаллов. Разработанный режим охлаждения кристаллизата был апробирован в экспериментальном цехе АО «Учебно-опытный молочный завод» ВГМХА им. Н. В. Верещагина.

Ключевые слова: ультрафильтрация, нанофильтрация, пермеат, лактоза, кристаллизация, молочный сахар

Для цитирования: Шохалов, В. А. Совершенствование процесса кристаллизации лактозы в производстве молочного сахара / В. А. Шохалов, А. И. Гнездилова, В. Н. Шохалова // Молочная промышленность, 2024. № 2. С. 48–52. <https://doi.org/10.21603/1019-8946-2024-2-7>

ВВЕДЕНИЕ

Ежегодная потребность в пищевом молочном сахаре в нашей стране составляет порядка 20 тысяч тонн. При этом ежегодно Россия для обеспечения пищевой и фармацевтической промышленности импортирует около 17 тысяч тонн лактозы на сумму около 3,2 млрд. рублей¹.

В настоящее время разработаны различные технологии производства молочного сахара, повышенного качества² (Патент 2008359 РФ, Патент 1454347 РФ, Патент 2128710 РФ, Патент 2407803 РФ, Патент 2658441 РФ, Патент 2683868 РФ, Патент 2735304 РФ) [1, 2]. Это так называемые интенсивные технологии, предусматривающие высокоэффективные мембранные способы очистки сырья: ультрафильтрацию, нанофильтрацию, электродиализ. Например, известен способ производства молочного сахара, предусматривающий ультрафильтрацию обезжиренного молока, нанофильтрацию УФ-пер-

меата, сгущение, кристаллизацию лактозы, отделение кристаллов лактозы, сушку. Особенностью данного способа является отсутствие энергозатратного процесса – электродиализа, а для достижения требуемого уровня деминерализации используют диафильтрацию. Сгущение осуществляют в вакуум-выпарном аппарате до содержания сухих веществ 59–61 %, кристаллизацию лактозы проводят с темпом охлаждения 2–5 °С/час до температуры 10–12 °С в течение 18–22 часов (Патент 2735304 РФ). Основным недостатком способа является довольно высокие потери лактозы с мелассой (межкристалльным раствором).

Одним из ведущих технологических процессов, наряду с очисткой сырья, является кристаллизация лактозы [3, 4, 5].

Как правило, кристаллизация осуществляется в многокомпонентных растворах, в которых наряду с основным компонентом – лактозой присутствуют и другие,

¹Как создавался первый цех лактозы в России [Электронный ресурс]. Режим доступа: <https://www.dairynews.ru/news/kak-sozdavalsya-pervyy-tsekh-laktozy-v-rossii.html> (дата обращения 15.12.2023)

²Храмцов, А. Г. Производство высококачественного молочного сахара. Обзорная информация / А. Г. Храмцов, С. В. Василисин, А. А. Горохов [и др.]. – Сер. Молочная промышленность. – М.: ЦНИИТЭИММП, 1985. – С. 10–11.



Источник изображения: Freerik.com

такие как органические кислоты, соли и белки, которые могут влиять на процесс кристаллизации лактозы [6]. Эти компоненты могут препятствовать кристаллизации лактозы, влияя как на зародышеобразование, так и на рост кристаллов, например, при производстве лактозы из молочной сыворотки [7]. Некоторые пищевые компоненты могут приводить к образованию кристаллов неправильной формы [8]. Присутствие белков в растворе лактозы может создавать условия для зарождения и образования большого количества мелких кристаллов. Кроме того, на рост кристаллов лактозы значительно влияет степень пересыщения, pH раствора, температура и вязкость [9]. Особенностью процесса кристаллизации является реакция мутаротации [10]. Установлено, что pH влияет на скорость мутаротации. Например, минимальная скорость мутаротации была отмечена при pH 5, в то время как pH ниже 2 и выше 7 приводит к быстрой скорости мутаротации [11], что подтверждает важность pH раствора при кристаллизации лактозы [8, 10].

Очевидно, что эти условия кристаллизации влияют на характеристики кристаллов, включая форму и размер, которые важны для получения молочного сахара высокого качества [12, 13]. Поэтому дальнейшая перспектива совершенствования технологий производства молочного сахара заключается в разработке новых способов проведения кристаллизации лактозы для повышения качественных параметров готового продукта.

Целью настоящей работы является разработка технологии производства молочного сахара повышенного качества за счет совершенствования процессов очистки сырья и кристаллизации лактозы.

ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В работе предлагается способ, который исключает кристаллизацию с отделением кристаллов от межкристального раствора, что уменьшает потери лактозы в сравнении с известными способами (Патент 2008359 РФ, Патент 2658441 РФ, Патент 2683868 РФ, Патент 2735304 РФ).

Технология предусматривает ультрафильтрацию обезжиренного молока, нанофильтрацию УФ-пермеата, электродиализ, сгущение, кристаллизацию лактозы и сушку. Для обессоливания до уровня 70–90 % проводят нанофильтрацию с последующим электродиализом. Сгущение осуществляют до концентрации сухих веществ 53–55 % и затем сироп нагревают до 75 °С. Целесообразность такой концентрации и температуры обусловлена необходимостью полностью растворить лактозу и не допустить спонтанной неуправляемой кристаллизации лактозы.

Кристаллизацию лактозы проводят в две стадии: на первой стадии сироп охлаждают со скоростью 4–5 °С/мин до температуры усиленной кристаллизации лактозы 27–33 °С, вносят затравку мелкокристаллической лактозы в количестве 0,01–0,02 %, на второй стадии кристаллизат охлаждают со скоростью 1–2 °С/мин до 10–15 °С, затем для завершения процесса кристаллизат выдерживают при этой температуре 5–10 минут.



Источник изображения: Freerik.com

Высокая скорость охлаждения на 1 стадии способствует интенсивному росту коэффициента пересыщения от 1,2 до 4 и интенсифицирует процесс зародышеобразования. Продолжительность этой стадии составляет 10 минут. Снижение скорости охлаждения и коэффициента пересыщения на второй стадии приводит к замедлению скорости зародышеобразования и ускорению скорости роста образовавшихся центров кристаллизации. При скорости охлаждения 1 °С/мин, продолжительность этой стадии также составляет 10 минут. Последующая выдержка кристаллизата в течение 5–10 минут при постоянной температуре позволяет завершить процесс.

Перед сушкой для регулирования гранулометрического состава кристаллов раствор подогревают на 5-10°С. При этом, мелкие кристаллы растворяются, в результате коэффициент однородности кристаллов повышается и слеживаемость их снижается. Сушат кристаллы до содержания влаги 1,8–1,9 % (ГОСТ 33567-2015).



Источник изображения: Freerik.com

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В исходном УФ-пермеате, продуктах мембранной обработки и готовом продукте исследовали физико-химические показатели с применением стандартных методов анализа (табл. 1, 2).

Как следует из таблицы 2, данная технология позволяет получить пищевой молочный сахар влажностью 1,9 %.

Разработанный режим охлаждения кристаллизата был апробирован в экспериментальном цехе АО «Учебно-опытный молочный завод» ВГМХА им. Н.В. Верещагина. Исходным сырьем являлся УФ-пермеат, полученный ультрафильтрацией обезжиренного молока на пилотной установке производительностью по пермеату 100 л/ч при температуре 37 ± 2 °С и давлении 7 бар. Затем УФ-пермеат концентрировали нанофиль-

Таблица 1
Методы исследования физико-химических показателей продуктов

Наименование показателя	Наименование метода	Нормативный документ на метод
Отбор образцов (проб)	–	ГОСТ 26809.1-2014
Электропроводность	Кондуктометрический	ГОСТ 33569-2015
Массовая доля лактозы	Титриметрический	ГОСТ 29248-91
Массовая доля лактозы	Расчетный	ГОСТ 33567-2015
Массовая доля сухих веществ	Гравиметрический	ГОСТ Р 54668-2011
Массовая доли влаги	Гравиметрический	ГОСТ 33567-2015
Массовая доля белка	Титриметрический	ГОСТ 33567-2015
Массовая доля золы	Метод минерализации	ГОСТ Р 51463-99 ГОСТ 33567-2015

Таблица 2
Физико-химические параметры продуктов

Наименование продуктов	Массовая доля СВ, %	Массовая доля альфа-моногидрата лактозы, %	Массовая доля золы, %	Доброкачественность, %
1. УФ-пермеат	5,1 ± 0,3	4,3 ± 1	0,37 ± 0,1	85,3
2. НФ-концентрат УФ-пермеата	22,0 ± 0,3	20,02 ± 1	0,32 ± 0,1	91,0
3. НФ-концентрат УФ-пермеата после электродиализа	21,5 ± 0,3	20,96 ± 1	0,05 ± 0,1	97,5
4. Лактоза пищевая мелкокристаллическая	98,1 ± 0,3	95,6 ± 0,3	1,5 ± 0,05	97,5

Источник изображения: Freepik.com



трацией на пилотной НФ-установке производительностью 50 л/ч, оснащенной полимерной мембраной с молекулярной массой отсеки 200 Да и площадью 2 м² при давлении 20 бар до массовой доли СВ 22 %. Концентрирование проводилось путем ее циркуляции через мембранный элемент в течение 35 минут.

Деминерализацию проводили на пилотной установке фирмы ЕВРОДИА. Степень деминерализации контролировали с помощью кондуктометра, она составила 87 %.

Деминерализованный НФ-концентрат сгущали на пилотной вакуум-выпарной установке пленочного типа фирмы CPS. Далее сироп нагревали до 75 °С для гарантированного растворения кристаллов лактозы.

Кристаллизат охлаждали до 15 °С в две стадии с внесением кристаллической затравки при 30 °С в количестве 0,02 %. Продолжительность каждой стадии составила 10 минут. После этого кристаллизат нагревали на 10 °С и направляли на сушильную установку с форсуночным распылением.

В готовом продукте микроскопическим методом была проведена оценка гранулометрического состава полученных кристаллов до и после растворения

перед сушкой из выборки 100. Величина коэффициента однородности кристаллов до и после растворения определялась по кривым интегрального распределения³ (см. рис., табл. 3). Численное значение коэффициента однородности соответству-

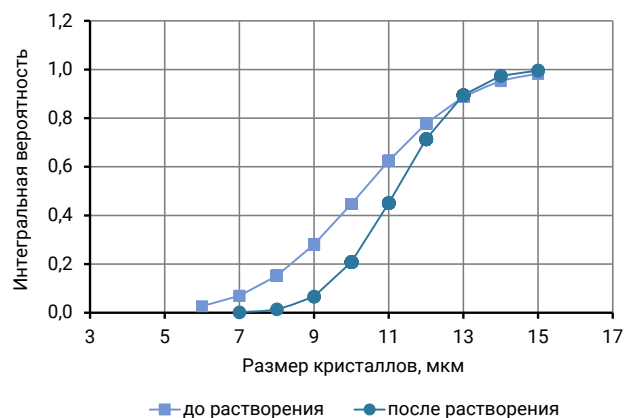


Рисунок. Интегральные кривые вероятностей

Таблица 3
Гранулометрический состав кристаллов лактозы

Параметры	До растворения	После растворения
Средний размер, мкм	18,53	20,12
Коэффициент однородности	0,80	0,85

³Коузов, П. А. Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов / Коузов П. А. – Л.: Химия, 1987. – 264 с.

ет отношению размера кристалла с вероятностью реализации 50 %, к размеру кристалла с вероятностью реализации 84 %. Соответствие фактического закона распределения конкретной физической величины теоретическому (нормальному) оценивалось критерием согласия Пирсона⁴.

В результате растворения кристаллов за счет подогрева перед сушкой происходит растворение мелких кристаллов. За счет этого увеличи-

вается средний размер кристаллов и коэффициент однородности, что способствует повышению качества и сохранности готового продукта.

ВЫВОДЫ

Таким образом, доказано, что разработанный способ очистки сырья и проведения кристаллизации лактозы является перспективным и может быть реализован в производственных условиях. ■

IMPROVING LACTOSE CRYSTALLIZATION IN MILK SUGAR PRODUCTION

Vladimir A. Shokhalov¹, Anna I. Gnezdilova¹, Veronika N. Shokhalova²

¹Vologda state dairy farming academy named after N. V. Vereshchagin, Vologda

²Vologda Regional Centre for Hygiene and Epidemiology, Vologda

ORIGINAL ARTICLE

This article introduces a new milk sugar technology with improved purification and lactose crystallization. The technology consisted of ultrafiltration of skim milk, nanofiltration of UV-permeate, electrodialysis, condensing, lactose crystallization, and drying. Nanofiltration followed by electrodialysis provided 70–90 % desalting. After condensing to 53–55 % solids, the resulting syrup was heated to 75 °C. The lactose crystallization included two stages. During the first stage, the syrup was cooled by 4–5 °C per 1 min until it dropped down to 27–33 °C, i.e., the temperature of enhanced lactose crystallization. At that moment, 0.01–0.02 % fine crystalline lactose entered the syrup. At the second stage, the crystallized substance continued to cool down at a rate of 1–2 °C per 1 min until the temperature was 10–15 °C. To complete the process, the crystalline lactose remained at this temperature for 5–10 min. The finished product was subjected to granulometric microscopy to determine the homogeneity coefficient. The homogeneity of crystals increased, which means that the quality of the finished product improved. The cooling method was tested on the premises of the Scientific and Experimental Dairy Plant, N. V. Vereshchagin Vologda State Dairy Academy.

Keywords: ultrafiltration, nanofiltration, permeate, lactose, crystallization, milk sugar

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Храмцов, А. Г. Эволюция переработки молочной сыворотки: прошлое, настоящее, будущее (часть 1) / А. Г. Храмцов, А. А. Борисенко, И. А. Евдокимов [и др.] // Современная наука и инновации. 2021. № 2 (34). С. 129–139. <https://doi.org/10.37493/2307-910X.2021.2.12>; <https://elibrary.ru/cckoaj>
2. Khrantsov, A. G. The evolution of whey processing: past, present, future (part 2) / A. G. Khrantsov [et al.] // Modern Science and Innovations. 2021. №3 (35). P. 126–139. <https://doi.org/10.37493/2307-910X.2021.3.12>; <https://elibrary.ru/tzswwo>
3. Гнездилова, А. И. Теоретические и практические аспекты процесса кристаллизации лактозы в производстве молочного сахара / А. И. Гнездилова, В. А. Шохалов, Ю. В. Виноградова, В. Н. Шохалова // Молочнохозяйственный вестник. 2023. № 2. С. 128–140. https://doi.org/10.52231/2225-4269_2023_2_128; <https://elibrary.ru/ioutfq>
4. Smykov, I. T. Cooling curve in production sweetened concentrated milk supplemented with whey: influence on the size and microstructure of lactose crystals / I. T. Smykov [et al.] // Food Science and Technology International. 2019. Т. 25. № 6. P. 451–461. <https://doi.org/10.1177/1082013219830494>
5. Храмцов, А. Г. Компьютерная конвергенция технологических решений производства лактозы. Традиционный способ / А. Г. Храмцов, В. А. Ермаков, С. А. Рябцева [и др.] // Вестник Северо-Кавказского федерального университета. 2018. Т. 64, № 1. С. 44–49. <https://elibrary.ru/ywehbi>
6. Nijdam, J. An X-ray diffraction analysis of crystallised whey and whey-permeate powders / J. Nijdam, A. Ibach, K. Eichhorn, M. Kind // Carbohydrate Research. 2007. Vol. 342, Iss. 16. P. 2354–2364. <https://doi.org/10.1016/j.carres.2007.08.001>
7. Wijayasinghe, R. Crystallization behavior and crystal properties of lactose as affected by lactic, citric, or phosphoric acid / R. Wijayasinghe, D. Bogahawaththa, J. Chandrapala, T. Vasiljevic // Journal Dairy Science. 2020. Vol. 103, Iss.12. P.11050–11061. <https://doi.org/10.3168/jds.2020-18375>
8. Gänzle, M. G. Lactose: Crystallization, hydrolysis and value-added derivatives / M. G. Gänzle, G. Haase, P. Jelen // International Dairy Journal. 2008. Vol. 18, Iss.7. P. 685–694. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2008.03.003>
9. Bhargava, A. Lactose solubility and crystal growth as affected by mineral impurities / A. Bhargava, P. Jelen // Journal Food Science. 1996. Vol. 61, Iss.1. P.180–184. <http://doi.org/10.1111/j.1365-2621.1996.tb14754.x>
10. Wong, S. Y. Crystallization in lactose refining. A review / S. Y. Wong, R. W. Hartel // Journal Food Science. 2014. Vol. 79, Iss. 3. P. 257–272. <https://doi.org/10.1111/1750-3841.12349>
11. Huppertz, T. Lactose in dairy ingredients: Effect on processing and storage stability / T. Huppertz, I. Gazi // Journal Dairy Science. 2016. Vol. 99, Iss. 8. P. 6842–6851. <https://doi.org/10.3168/jds.2015-10033>
12. Raghavan, S. Morphology of crystals of α -lactose hydrate grown from aqueous solution / S. Raghavan [et al.] // The Journal of Physical Chemistry B. 2000. Vol. 104, Iss. 51. P. 12256–12262. <http://doi.org/10.1021/jp002051o>
13. Parimaladevi, P. Influence of supersaturation level on the morphology of α -lactose monohydrate crystals / P. Parimaladevi, K. Srinivasan // International Dairy Journal. 2014. –Vol. 39, Iss. 2. P. 301–311. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2014.08.007>

⁴Вентцель, Е. С. Теория вероятности и ее инженерные приложения. Учебное пособие для вузов / Е. С. Вентцель, Овчаров Л. А. – М.: Высшая школа, 2000. – 480 с.