

Дослідження ультразвукової кавітаційної обробки молока. Експериментальний підхід

О.Ф. Луговський¹ • Т.М. Желяскова¹ • А.І. Зілінський¹ • В.П. Желясков¹

Received: 6 February 2024 / Revised: 11 March 2024 / Accepted: 19 March 2024

Анотація. Гомогенізація є стандартним процесом обробки молока, який використовується для стабілізації жирової емульсії від гравітаційного осадження. У молочній промисловості зазвичай застосовується гомогенізація під високим тиском, що вимагає значних енерговитрат для досягнення оптимальних умов обробки. Розмір і склад мембрани жирових кульок впливають на сенсорні та реологічні властивості вторинних молочних продуктів [1]. Останнім часом для гомогенізації молока часто використовують ультразвук [2]. На відміну від ультразвуку, механічне змішування не забезпечує стабільності емульсії навіть після тривалої обробки, що підкреслює відмінності між цими двома технологіями. Ці відмінності виникають через різний ступінь руйнування жирових кульок та мембран. Проте, молочні продукти з різними фізико-хімічними та функціональними властивостями можуть бути виготовлені як за допомогою ультразвукової обробки, так і в поєднанні з іншими традиційними методами гомогенізації.

Дослідження впливу параметрів ультразвукової обробки молока, а саме різних їх значень, на розмір жирових включень та стабільність молочної емульсії протягом певного часу після обробки.

В роботі було використано дослідний метод обробки молока за допомогою ультразвукової кавітаційної установки.

Досліджено вплив ультразвукової кавітації на якість гомогенізації молока в сталому об'ємі. Експериментальним шляхом визначено оптимальні параметри процесу, а саме потужність ультразвукового поля та час обробки. Встановлено недоцільність використання частоти ультразвуку більшої за 33 кГц.

Експериментальним шляхом було доведено надзвичайну ефективність ультразвукової кавітаційної обробки молока для отримання однорідних емульсій. З огляду на те, що надмірне нагрівання (> 65 °C) є небажаним при виробництві молочних продуктів з технологічної точки зору, безумовною перевагою цього методу, є низькотемпературний (50 °C), у порівнянні з традиційними способами обробки (75–80 °C), режим, що також позитивно впливає на збереження поживних речовин.

Ключові слова: гомогенізація, ультразвук, кавітація, жирові кульки, температура, інтенсивність, кавітаційний пухирець, енергія схлопування.

Вступ

Емульгування молока – це процес створення стабільної емульсії, в якій молочний жир розподіляється у вигляді дрібних крапель у водному розчині [3]. Молочна емульсія складається з двох фаз: водної, що містить розчинені білки, лактозу та мінерали, і жирової, представленої молочним жиром у вигляді мікроскопічних крапель.

Емульгування молока є важливим процесом у молочній промисловості, оскільки саме воно визначає консистенцію, структуру та стабільність молочних продуктів, таких як молоко, вершки, масло, сир та йогурт. В процесі емульгування молочний жир, який є неліпким і нерозчинним у воді, розподіляється у водній фазі у вигляді крапель завдяки взаємодії з білками молока. Емульгування молока може відбуватися природним шляхом, як, наприклад, під час приготування свіжого молока, але також може бути здійснено штучно, використовуючи емульгатори або застосовуючи механічні методи, такі як гомогенізація тиском або ультразвукова кавітаційна обробка. Емульговані молочні продукти мають кращу текстуру, стабільність та смакові властивості, що сприяє підвищенню якості та споживчого задоволення продуктами на основі молока.

✉ О.Ф. Луговський
atoll-sonic@ukr.net

¹ КПІ ім. Ігоря Сікорського, Київ, Україна

Шляхом додавання емульгаторів та застосування ефективних методів емульгування можна досягти кінетичної стабільності термодинамічно нестійких молочних емульсій. У цьому контексті ультразвукова технологія виявляється чудовим варіантом завдяки своїм численним перевагам. Вона дозволяє створювати краплі меншого розміру з вузьким розподілом розмірів, використовувати меншу кількість емульгатора, забезпечувати підвищену стабільність емульсії, а також відзначається простотою використання та очищення. Крім того, ультразвукова технологія характеризується низькими виробничими витратами завдяки енергоефективності. Зокрема, для отримання стабільних емульсій широко використовуються низькочастотні ультразвукові хвилі з частотою менше 100 кГц та високою потужністю понад 10 Вт/см².

Ударні хвилі, що виникають в результаті колапсу бульбашки біля межі розділу двох незмішуваних рідин, сприяють ефективному змішуванню цих рідин. Процес емульгування може бути описаний як двоетапний процес [4]. Перший етап полягає у розриві крапель дисперсної фази в неперервну фазу, що призводить до утворення менших крапель за допомогою турбулентності, що виникає від механічних вібрацій. Другий етап полягає в розпаді крапель через сили зсуву, що виникають внаслідок кавітації на межі розділу, що сприяє коалесценції крапель. Остаточний розподіл розмірів крапель, отриманий під час емульгування, є результатом конкуренції між цими двома протилежними процесами [5].

Постановка проблеми

Було проведено багато лабораторних досліджень, проте приготування молочних емульсій на промисловому рівні все ще обмежене багатьма перешкодами. Промислове застосування вимагає безперервного потоку, низьких експлуатаційних витрат і мінімальних витрат на обслуговування. Однією з основних проблем, пов'язаних з ультразвуковою стабілізацією емульсій, є велика потреба в енергії для проходження процесу. Крім того, необхідне спеціальне обладнання. Зокрема, високоінтенсивна ультразвукова обробка може призвести до небажаного підвищення температури, що без належного контролю може погіршити сенсорну та поживну якість кінцевого продукту. Таким чином, зниження операційної енергії та витрат на обробку при мінімальному порушенні стабільності продукту і розширеній функціональності стало актуальною темою в молочній промисловості.

Аналіз досліджень і публікацій

Певні дослідження підтверджують, що параметри ультразвукової обробки, такі як частота, амплітуда, діаметр випромінювача та час обробки, мають значний

вплив на фізичні властивості молока. Ультразвукова гомогенізація молока може призводити до зменшення розміру жирових включень і руйнування молочно-жирової мембрани, яка захищає жирові кульки. Використання високої інтенсивності ультразвуку сприяє зменшенню розміру жирових кульок і зернистості їх поверхні через взаємодію з міцелами казеїну.

Температура обробки також впливає на розмір і розподіл жирових кульок у молоці. Було виявлено, що при вищих температурах спостерігається мономодальний розподіл розміру жирових кульок, тоді як при нижчих температурах – бімодальний. Параметри амплітуди і часу обробки впливають на ступінь гомогенізації молока, регулюючи розмір жирових кульок і зберігаючи їх стабільність. Під час ультразвукової обробки молока утворюються мікробульбашки, які при колапсі створюють локальні сили зсуву, що призводять до руйнування і подрібнення жирових кульок.

Ці дослідження підкреслюють важливість оптимізації параметрів ультразвукової обробки молока для досягнення бажаних фізичних властивостей продукту. Встановлення оптимальних умов може сприяти покращенню стабільності, текстури та інших характеристик молочних продуктів.

В одному з досліджень [6] порівнювали ефективність гомогенізації ультразвуком (20 кГц) з гомогенізацією під високим тиском (80 бар) для різних типів молока, включаючи сире молоко та різні зразки вершків. Дослідники також оцінили властивості сичужного ферменту та кислотного гелеутворення оброблених зразків. Це дослідження виявило, що ультразвукова обробка все ж таки впливає на розмір жирових кульок у різних типах молока. Наприклад, ультразвукова обробка зменшила розмір жирових кульок у сирому молоці, але при обробці зразків вершків при низькій температурі спостерігалися більші за розміром структурні елементи, ніж при обробці ультразвуком при вищій температурі. Для порівняння, гомогенізація високим тиском при вищій температурі спричинила утворення крупних структур, але не призводила до агрегації при низькій температурі. Дослідники також виявили, що ультразвукова обробка призводила до скорочення часу гелеутворення та формування гелів з низьким синерезисом.

Основна частина

Процес гомогенізації є популярним методом зменшення розмірів частинок у рідких і напіврідких харчових продуктах. Таким чином, гомогенізація збільшує кількість молекул речовини. Весь процес відбувається під дією сил зсуву. Ці сили значно підвищують стійкість дисперсної системи, яка складається з двох незмішуваних речовин. Гомогенізація спрямована на фрагментацію великих жирових кульок у менші – до 2 мкм, щоб усунути явище накопичення вершків – застою жиру у молоці. Сам процес гомогенізації, зазвичай, проводять при температурі 70–75 °С.

В основному існує чотири типи гомогенізаторів [7]. До перших відносяться швидкісні змішувачі, обладнані високошвидкісними турбінами або змішувачами типу пропелера, які використовуються для початкового емульгування малов'язких рідин.

Другий тип – гомогенізатори, що працюють під дією високого тиску, в яких поршневі насоси прокачують рідкі продукти з високою швидкістю під тиском від 10 до 70 МПа через вузький відкалібрований зазор, ширина якого не перевищує 0,3 мм. Цей тип обладнання дозволяє досягти розміру жирової кульки близько 1 мкм.

Колоїдні млини, що представляють собою так звані дискові машини різних конфігурацій, відносять до третього типу гомогенізаційних апаратів. Це агрегати, в яких між вертикальними дисками є невеликий зазор 0,05–1,3 мм. При цьому один з дисків обертається з великою швидкістю (від трьох тисяч до п'ятнадцяти тисяч обертів в хвилину), а інший нерухомий. Існують конфігурації з двома обертаючими в різних напрямках дисками. В процесі роботи створюються високі зсувні сили. Ці млини особливо корисні для гомогенізації рідин з високою в'язкістю.

Четвертий тип – ультразвукові кавітаційні гомогенізатори, в яких високочастотні (в діапазоні від 18 до 44 кГц) механічні хвилі генеруються вібраційною пластиною. Ці хвилі викликають циклічні напруження і кавітацію в рідинах з відносно низькою в'язкістю, що призводить до утворення емульсії з розміром крапель приблизно 0,7–2 мкм.

Експериментальне дослідження

Для проведення експерименту використовувалася стендова установка, що дозволила проаналізувати ефект від обробки молока ультразвуковим полем (рис. 1). Ця установка забезпечувала введення у технологічну суміш ультразвукових коливань з інтенсивністю, що перевищувала поріг кавітації.



Рис. 1. Зовнішній вигляд експериментальної установки

Колівання трубчастого кавітатора забезпечувались за допомогою чотирьох п'єзоелектричних приводів осьових переміщень, які мали ступінчасті трансформатори коливної швидкості (рис. 2). Приводи, що постачали ультразвукову енергію до трубчастого

вібратора, були розміщені на зовнішній циліндричній поверхні вібратора. Для уникнення спотворень форми коливань вібратора при впливі зовнішньої ультразвукової енергії, секції з меншою площею трансформаторів коливної швидкості були виготовлені у ножеподібній геометрії та розташовані вздовж зовнішньої об'їчної циліндричної поверхні вібратора. Вібратор, який виконує ці коливання, спрямовує ультразвукову енергію в область вздовж поздовжньої осі трубчастого профілю. Щоб уникнути радіально-згинальних хвиль вздовж поверхні трубчастого профілю, його довжину обирають меншою за половину довжини хвилі цих коливань.

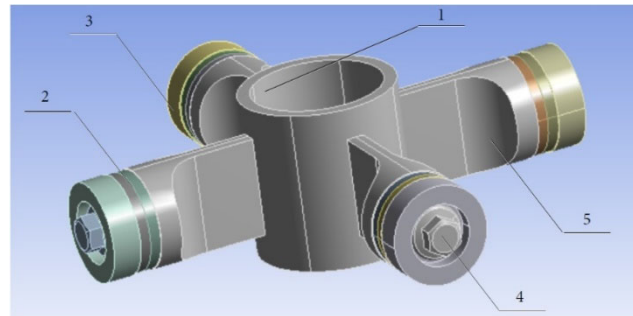


Рис. 2. Ультразвукова проточна кавітаційна камера: 1 – камера кавітатора; 2 – пакет з двох п'єзокерамічних кілець; 3 – демпфер; 4 – стягуюча шпилька та гайка; 5 – ступінчастий $\frac{1}{2}$ – хвильовий концентратор

За допомогою потужного генератора змінної напруги здійснювалось живлення п'єзокерамічних перетворювачів [8]. Оскільки п'єзоелектричні приводи-випромінювачі є резонансними системами, то для забезпечення певного рівня споживаної потужності та постійної резонансної частоти в електричних генераторах використовуються зворотні зв'язки за струмом і напругою, що подаються до приводу.

Дослідження були проведені за наступною методикою: спочатку камеру заповнювали молоком, потім, через систему керування, встановлювали різні потужності ультразвукового поля (200, 300 та 400 Вт) при робочій частоті 33 кГц. Після встановлення необхідних параметрів ультразвукових коливань проводили обробку середовища з вказаними частотою та потужністю. Проби для проведення аналізу забиралися з камери через різні інтервали часу (1, 3 та 5 хв.). При цьому також фіксувалась температура молока.

Зі збільшенням потужності також спостерігалось стрімке збільшення температури молока всередині камери, що носить негативний характер з технологічної точки зору (нагрівання вище 65 °С негативно впливає на збереження вітаміну С та інших поживних речовин молока). Збільшення температури було зумовлено кавітаційними процесами, що виникали за рахунок передачі ультразвукової енергії в об'ємі досліджуваного молока. В результаті були отримані проби молока, які використовувались для подальшого аналізу якості обробки (рис. 3).

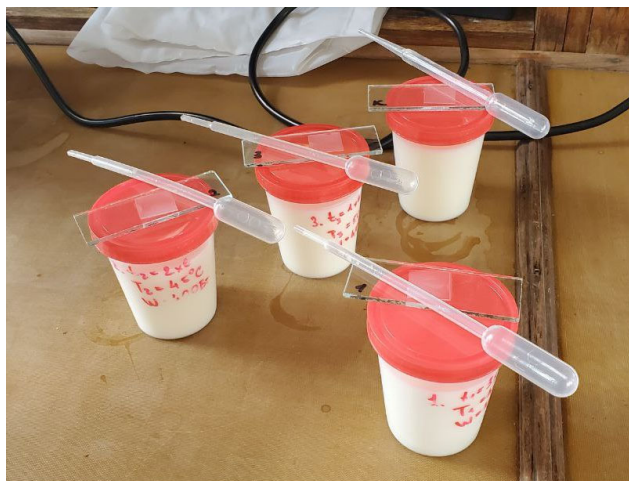


Рис. 3. Отримані для аналізу проби молока

Для визначення оптимальних режимів ультразвукової обробки молока, де якість та ефективність визначаються за розміром жирових кульок, були використані вказані показники інтенсивності та частоти ультразвукових хвиль.

Визначення “гомогенізація” включає два аспекти: зменшення розмірів жирових кульок та рівномірний розподіл їх по об’єму дисперсійного середовища (гомогенність). Перший аспект саме і відображає ступінь гомогенізації. Таким чином, терміни “якість гомогенізації” і “ступінь гомогенізації” вважаються еквівалентними. Підтвердження цього можна знайти в дослідженні, де оцінювалась гомогенність молока до та після гомогенізації, і зроблено висновок, що після гомогенізації частки дисперсної фази стають більш рівномірно розподіленими по об’єму молока.

Для оцінки ефективності гомогенізації застосовуються наступні методи [9]: аналіз седиментації, центрифугування, оптичні техніки, мікроскопічне вимірювання.

Седиментаційний аналіз ґрунтується на вимірюванні швидкості осідання жирової фази через спливання жирних часток в залежності від їхнього розміру. Показник стабільності молочної емульсії або відстоювання жиру обчислюють за формулою:

$$\chi = \frac{c_0 - c_H}{c_0 - \frac{3c_H}{5}},$$

де c_0 – частка жирової фази вихідного зразка (відсотки).

Емульсія вважається стабільною, якщо відсоток осідання жиру в ній не перевищує 10 %, тобто $\chi \leq 0,1$.

Суть методу центрифугування полягає у порівнянні концентрації жирової фази між початковою пробою емульсії та пробєю після центрифугування протягом 30 хвилин у спеціальній піпетці за температури 38–40 °С. Ефективність гомогенізації (E_T) визначається за певною формулою:

$$E_T = \frac{C}{A} \cdot 100\%,$$

де C – середній вміст жиру у молоці (%), A – вміст жиру у верхній частині піпетки (%).

Метод оптичної спектрофотометрії представляє собою вимірювання оптичної щільності зразка при двох довжинах хвиль – 400 та 1000 нм. Шляхом обчислення відношення оптичних щільностей D_{400}/D_{1000} , визначається середній розмір жирових кульок D_0 за певним виразом:

$$D_0 = 2,82 - 2,58 \cdot \left(\lg \frac{D_{400}}{D_{1000}} \right).$$

Для отримання більш точного результату оптимальним є метод вимірювань під мікроскопом з мікрофотографуванням та комп’ютерним аналізом зображень. Ефективність гомогенізації оцінюється за седиментаційними показниками молока, які визначаються скупченням жирових кульок за наявності евглобуліну. Оцінка якості гомогенізації проводилась за допомогою аналізу мікрофотографій проб молока, отриманих за допомогою оптичного мікроскопу Sigeta MB-401 (рис. 4) та фотокамери.



Рис. 4. Мікроскоп SIGETA MB-401 Dual-View

Процес підготовки проб молока включав кілька етапів для досягнення точних та надійних результатів. Спочатку, після гомогенізації, пробу молока ретельно перемішували, уникаючи утворення піни. Потім відбирали 1 мл молока з центральної частини. З отриманих зразків готували два розведення, а з кожного розведення – два препарати для подальшого аналізу.

Для отримання найкращого зображення об’єктив камери був закріплений на штативі перед мікроскопом, що дозволило зняти зображення зі збільшенням в 400 разів та забезпечувало оптимальну якість і деталізацію для подальшого аналізу.

Аналіз отриманих проб проводився в два етапи:

- 1) одразу після обробки (рис. 5);
- 2) через шість днів після обробки (рис. 6).

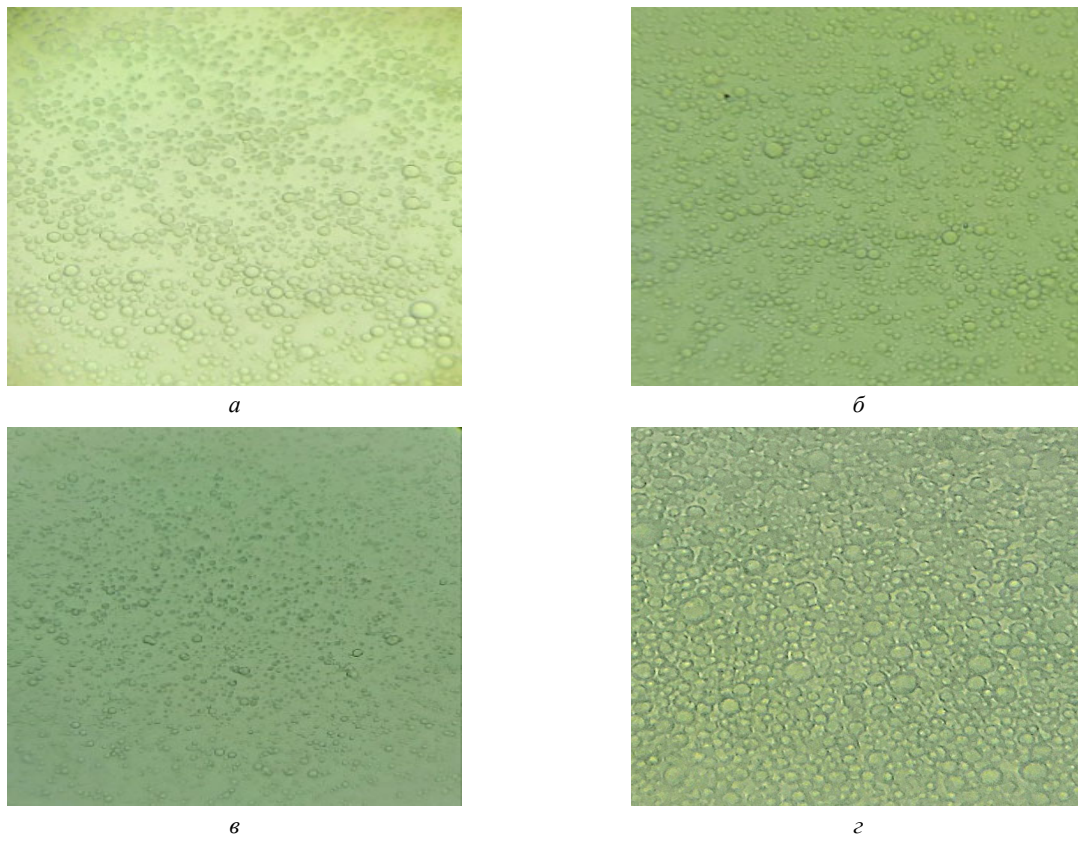


Рис. 5. Мікроскопічні зображення проб молока одразу після обробки: *а* – 1 хв; *б* – 3 хв; *в* – 5 хв; *г* – без обробки

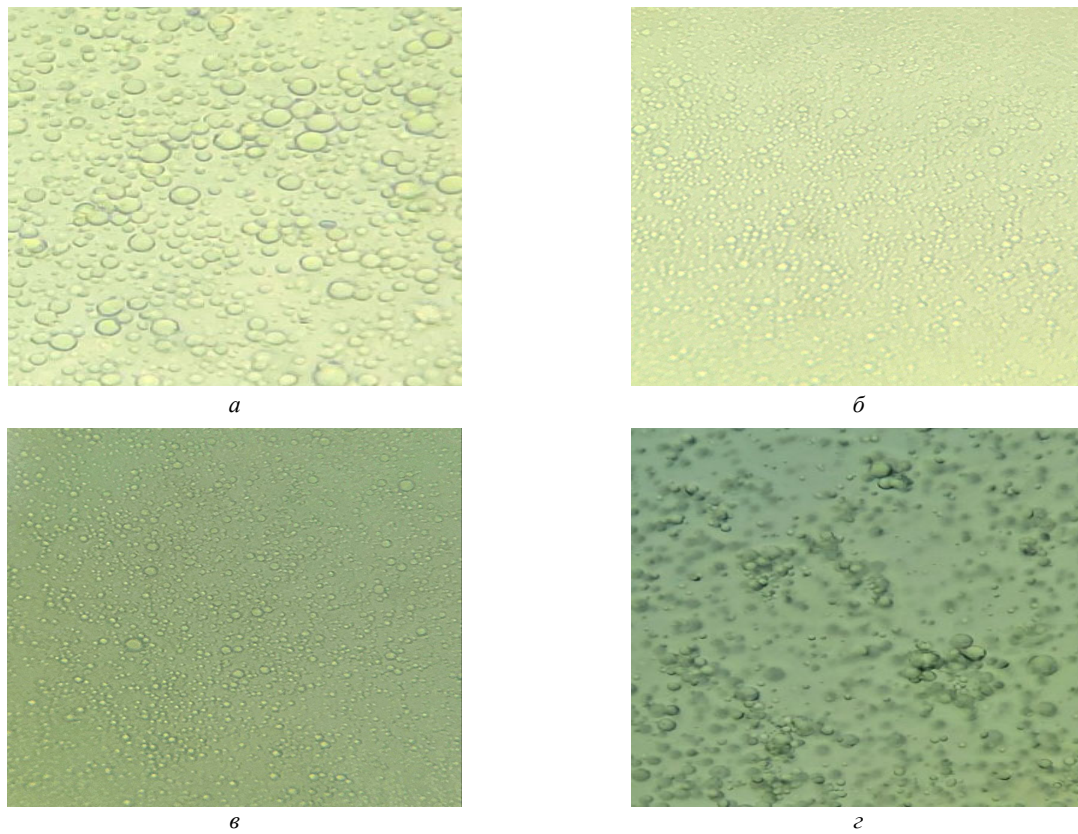


Рис. 6. Мікроскопічні зображення проб молока через шість днів після обробки: *а* – 1 хв; *б* – 3 хв; *в* – 5 хв; *г* – без обробки

Аналізуючи отримані зображення можна зробити висновок, що тривалість обробки має суттєвий вплив на стан жирових включень, розмір яких значно зменшувався зі збільшенням часу обробки. Після першої хвилини середній діаметр жирової кульки складав від 3 до 5 після 3-ї та 5-ї від 1 до 1,5 мкм.

Також з отриманих зображень видно, що стан обробленого молока зразу після обробки і через шість днів після обробки майже не змінився. Розмір жирових кульок та їх розподіл в об'ємі залишилися майже на тому ж рівні (спостерігалось несуттєве їх спливання), що й були одразу після обробки.

Ще одним показником було утворення на поверхні необробленого молока шару вершків, чого не спостерігалось на зразках, оброблених ультразвуком. Це говорить про утворення однорідної емульсії та ефективність процесу ультразвукової гомогенізації в цілому на лабораторному рівні, і залишає за собою перспективу для подальших досліджень в промислових масштабах.

Висновки

В результаті виконання даного експерименту було доведено ефективність кавітаційної обробки молока, що, в свою чергу, свідчить про великий потенціал

ультразвукової технології в галузі молочного виробництва. Слід звернути увагу на те, що під час кавітації відбувається руйнування поверхні випромінювача, що може стати джерелом забруднення сировини металевими частинками, але при цьому рівень забруднення не перевищує допустимі санітарні норми. Альтернативою можуть стати сучасні безконтактні системи з безперервним потоком, які знижують ризики забруднення та дають перспективу їх використання в промислових масштабах. Для успішного впровадження ультразвукових технологій у великомасштабне виробництво необхідно чітко розуміти вимоги до кінцевого продукту та процесу обробки, враховуючи енергетичні потреби та геометрію виробничих систем.

Наступним етапом дослідження може бути проведення експериментів у промислових умовах для оцінки стабільності та ефективності процесу при обробці більших об'ємів молока. Важливо буде дослідити, чи зберігаються отримані лабораторні результати на промисловому обладнанні, а також визначити оптимальні параметри процесу для досягнення найвищої якості кінцевого продукту. Це дозволить адаптувати технологію ультразвукової гомогенізації для широкого використання в молочній промисловості, забезпечуючи покращену структуру та стабільність продуктів.

References

- [1] Y. H. Cho, J. A. Lucey and H. Singh, "Rheological properties of acid milk gels affected by the nature of the fat globule surface material and heat treatment of milk," *Int Dairy J.*, Vol. 9, pp. 537–546, 1999, doi: 10.1016/S0958-6946(99)00123-5.
- [2] M. F. Ertugay, M. Şengül and M. Şengül, "Effect of ultrasound treatment on milk homogenization and particle size distribution of fat," *Turkish J Vet Anim Sci*, Vol. 28, No. 2, pp. 303–308, 2004. Available: <https://journals.tubitak.gov.tr/veterinary/vol28/iss2/9>.
- [3] J. P. Canselier, H. Delmas, A. M. Wilhelm and B. Abismaïl, "Ultrasound Emulsification—An Overview," *Journal of Dispersion Science and Technology*, Vol. 23(1–3), pp. 333–349, 2002, doi: 10.1080/01932690208984209.
- [4] Z. Zhi, R. Liu, W. Wang, K. Dewettinck and F. Van Bockstaele, "Recent progress in oil-in-water-in-oil (O/W/O) double emulsions," *Crit Rev Food Sci Nutr.*, Vol. 63(23), pp. 6196–6207, 2023, doi: 10.1080/10408398.2022.2029346.
- [5] N. Vankova et al., "Emulsification in turbulent flow: 1. Mean and maximum drop diameter in inertial and viscous regimes", *J ColloidInt Sci.*, Vol. 312, No. 2, pp. 363–380, 2007, doi: 10.1016/j.jcis.2007.03.059.
- [6] A. Shanmugam and M. Ashokkumar, "Ultrasonic preparation of stable flax seed oil emulsions in dairy systems—physicochemical characterization," *Food Hydrocolloids*, Vol. 39, pp. 151–162, 2014, doi: 10.1016/j.foodhyd.2014.01.006.
- [7] T. Huppertz, "Homogenization of Milk | Other Types of Homogenizer (High-Speed Mixing, Ultrasonics, Microfluidizers, Membrane Emulsification)," *John W. Fuquay, Encyclopedia of Dairy Sciences* (Second Ed.), Academic Press, pp. 761–764, 2011, doi: 10.1016/B978-0-12-374407-4.00226-0.
- [8] A. A. Novosad, "Osoblyvosti zastosuvannya ultrazvukovykh rezonansnykh piezoelektrychnykh pryvodiv-vyprominiuvachiv v systemakh mekhatroniky," *Visnyk NTUU "KPI" Seriya – Radiotekhnika, Radioaparotobuduvannia*, Kyiv, 2012, Vol. 49. p. 231.
- [9] K. O. Samoichuk, O. O. Kovalev and A. O. Ivzhenko, "Analiz metodiv otsiniuvannia yakosti homohemizatsii moloka," *Tavriiskyi derzhavnyi ahrotekhnolohichniy universytet, Melitopol: TGATU*, 2012. Available: <http://elar.tsatu.edu.ua/handle/123456789/873>.

Research on Ultrasonic Cavitation Treatment of Milk. An Experimental Approach

O. Luhovskyi¹ • T. Zheliaskova¹ • A. Zilinskyi¹ • V. Zheliaskov¹

¹ Igor Sikorsky Kyiv Polytechnic Institute, Kyiv, Ukraine

Abstract. Homogenization is a standard milk processing method used to stabilize fat emulsions against gravitational separation. In the dairy industry, high-pressure homogenization is commonly applied, which requires significant energy input to achieve optimal processing conditions. The size and composition of fat globule membranes affect the sensory and rheological properties of secondary dairy products [1]. Recently, ultrasound has been frequently used for milk homogenization [2]. Unlike ultrasound, mechanical mixing does not provide emulsion stability even after prolonged treatment, highlighting the differences between these two technologies. These differences arise due to the varying degrees of fat globule and membrane disruption. However, dairy products with different physicochemical and functional properties can be produced using both ultrasonic treatment and in combination with other traditional homogenization methods.

To study the impact of ultrasonic treatment parameters of milk, specifically their different values, on the size of fat inclusions and the stability of milk emulsion over a certain period after treatment.

The study employed an experimental method of milk processing using an ultrasonic cavitation unit.

The impact of ultrasonic cavitation on the quality of milk homogenization in a steady volume was investigated. Optimal process parameters, specifically the power of the ultrasonic field and treatment time, were experimentally determined. The use of ultrasonic frequency greater than 33 kHz was found to be impractical.

It was experimentally proven that ultrasonic cavitation treatment of milk is extremely effective for obtaining homogeneous emulsions. Given that excessive heating ($> 65\text{ }^{\circ}\text{C}$) is undesirable in the production of dairy products from a technological standpoint, a definite advantage of this method is the low-temperature ($50\text{ }^{\circ}\text{C}$) mode compared to traditional processing methods ($75\text{--}80\text{ }^{\circ}\text{C}$), which also positively affects the preservation of nutrients.

Keywords: homogenization; ultrasound; cavitation; fat globules; temperature; intensity; cavitation bubble; collapse energy.