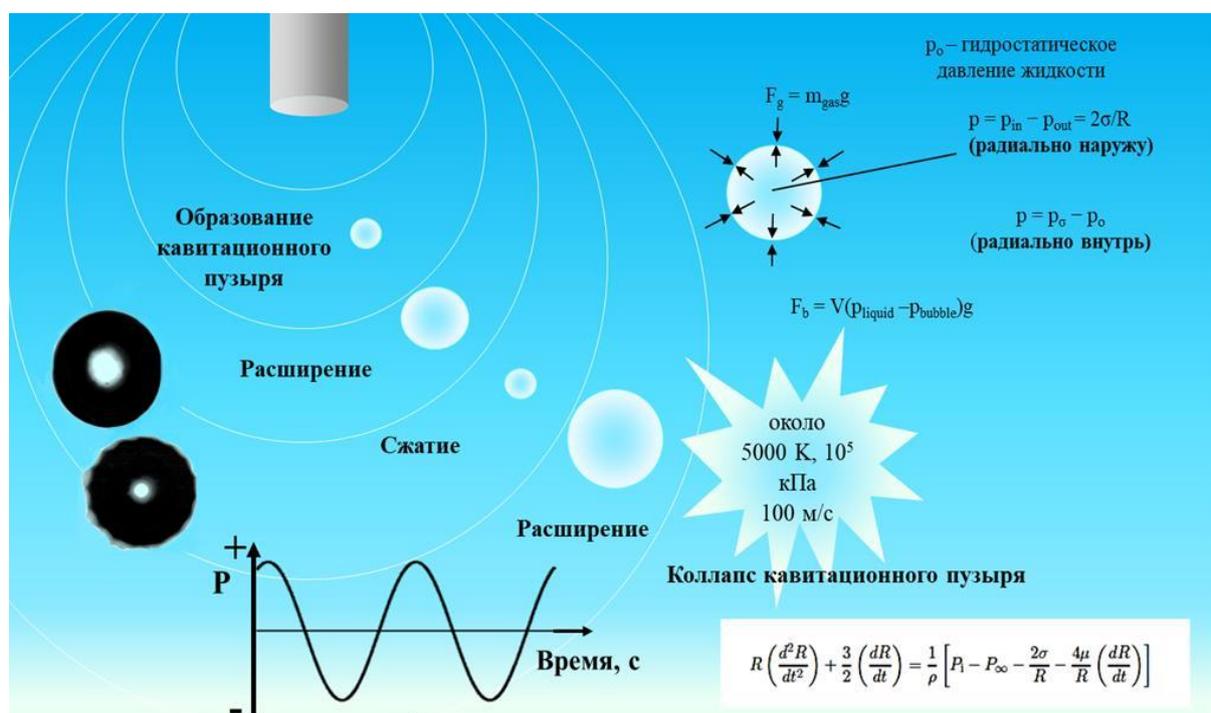


С.А. Уласевич
 Н.В. Яковченко
 О.Ю. Орлова
 Е.В. Скорб

СОНОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

**С.А. Уласевич, Н.В. Яковченко, О.Ю. Орлова,
Е.В. Скорб**
**СОНОХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ В ПИЩЕВОЙ
ПРОМЫШЛЕННОСТИ**

УЧЕБНО-МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ РЕКОМЕНДОВАНО К
ИСПОЛЬЗОВАНИЮ В УНИВЕРСИТЕТЕ
ИТМО

по направлениям подготовки 18.03.01, 18.03.01 «Химическая технология» и
19.04.01 «Биотехнология»

в качестве учебно-методического пособия для реализации основных
профессиональных образовательных программ высшего образования
бакалавриата и магистратуры

 УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Санкт-Петербург
2020

УДК 544.57 + 637

Уласевич С.А., Яковченко Н.В., Орлова О.Ю., Скорб Е.В. Сонохимические методы в пищевой промышленности – СПб: Университет ИТМО, 2020. – 65 с.

Рецензент(ы):

Николаев Константин Геннадьевич, кандидат химических наук, научный сотрудник научно-образовательного центра инфохимии, Университета ИТМО.

Известно, что ультразвук оказывает значительное влияние на скорость различных процессов в пищевой промышленности. В данном учебно-методическом пособии основной акцент будет сделан на воздействие ультразвука на технологию получения пищевых продуктов. В этом пособии представлена полная картина современных знаний о применении ультразвука в пищевой технологии, включая обработку, консервацию и экстракцию. Это обеспечивает необходимую теоретическую основу и некоторые подробности об ультразвуковой технологии, технике и мерах предосторожности. Мы также обсудим некоторые факторы, которые делают сочетание обработки пищевых продуктов и ультразвука одним из наиболее перспективных направлений исследований в области современной пищевой инженерии.

 УНИВЕРСИТЕТ ИТМО

Университет ИТМО – ведущий вуз России в области информационных и фотонных технологий, один из немногих российских вузов, получивших в 2009 году статус национального исследовательского университета. С 2013 года Университет ИТМО – участник программы повышения конкурентоспособности российских университетов среди ведущих мировых научно-образовательных центров, известной как проект «5 в 100». Цель Университета ИТМО – становление исследовательского университета мирового уровня, предпринимательского по типу, ориентированного на интернационализацию всех направлений деятельности.

© Университет ИТМО, 2020

© Уласевич С.А., Яковченко Н.В., Орлова О.Ю., Скорб Е.В., 2020

Содержание

| | |
|---|----|
| Введение..... | 4 |
| Раздел 1. Общие принципы взаимодействия ультразвука с веществом | 5 |
| Раздел 2. Схема сонохимической ячейки. Повышение эффективности воздействия ультразвука..... | 10 |
| Лабораторная работа № 1 Измерение кавитационной активности в различных средах в зависимости от природы электролита, температуры и объема сонохимической ячейки..... | 13 |
| Раздел 3. Ускорение технологических процессов с использованием ультразвука | 16 |
| Лабораторная работа № 2 Влияние сонохимической обработки молочного сырья на процесс сквашивания и показатели качества йогурта из обезжиренного молока..... | 16 |
| Раздел 4. Сонохимическая интенсификация процессов экстракции..... | 20 |
| Лабораторная работа № 3 Исследование влияния ультразвуковой обработки на процесс экстракции и устойчивость красящих веществ из Hibiscus sabdariffa с использованием ультразвука | 24 |
| Лабораторная № 4 Влияние сонохимической обработки на экстракцию β-каротина из каротинсодержащего сырья | 28 |
| Лабораторная работа № 5 Исследование процессов экстракции бетанинов из свеклы с использованием ультразвука ... | 31 |
| Раздел 5. Ультразвуковое получение эмульсий/гомогенизация. Использование ультразвука в молочной промышленности и при производстве продуктов на основе молока | 33 |
| Лабораторная работа № 6 Исследование влияния сонохимической обработки на длительность хранения молока | 34 |
| Лабораторная работа № 7 Исследование влияния сонохимической обработки на показатели качества мягкого мороженого | 35 |
| Раздел 6. Использование ультразвука для стерилизации пищевых продуктов | 40 |
| Лабораторная работа № 8 Снижение концентрации посторонних микроорганизмов в жидких пищевых продуктах после ультразвуковой обработки | 42 |
| Лабораторная работа №9 Исследование влияния сонохимической обработки на процесс распылительной сушки растительных экстрактов или (жидких продуктов) | 43 |
| Лабораторная работа № 10 Изучение влияния влияния сонохимической обработки на процесс получения эмульсии | 54 |
| СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ..... | 63 |

Введение

Существование в природе неслышимых высокочастотных звуковых волн известно со времен Спалланцани, который продемонстрировал эхолокацию у летучих мышей в начале 19 века. Вскоре было разработано первое поколение устройств, способных генерировать ультразвук, таких как колесо Саванта (1830) и свист Гальтона (1876) [1, 2]. Предполагают, что на развитие применения ультразвука повлияли два наиболее важных события: открытие братьями Кюри в 1880 году пьезоэлектрического эффекта, который позволил развиваться кварцевым генераторам как преобразователям, и физические и математические основы, предоставленные лордом Рэлеем (Джон Уильям Струтт) в его оригинальном трактате «Теория звука» [3]. В 1912 году трагедия Титаника показала острую необходимость в разработке систем обнаружения айсбергов и подводных лодок [4]. В 1915 году во Франции было продемонстрировано ультразвуковое эхо, звучащее сначала с использованием электрострикционных преобразователей, затем стали использовать пьезоэлектрики в виде сэндвича с пьезоэлектрическими кварцевыми преобразователями и пластиной стали (первый рабочий гидрофон). В последние десятилетия принципы ультразвука были заложены в разработку различных медицинских, военных и промышленных приборов [2]. В 1926 году впервые были продемонстрированы такие эффекты как кавитация [5, 6] и сонолюминесценция в 1933 году [7]. В настоящее время искусственно созданная пьезокерамика, как например, титанат бария и титанат цирконата свинца являются наиболее распространенными материалами, используемыми для генерации ультразвука. Таким образом, ультразвук был разработан и доказал, что является чрезвычайно универсальной технологией в множестве отраслей таких, как медицина, пищевые технологии, аналитика, терапия, диагностика, структурирования и др.

Известно, что ультразвук оказывает значительное влияние на скорость различных процессов в пищевой промышленности. С помощью ультразвука полностью воспроизводимые пищевые процессы теперь могут быть завершены за считанные секунды или минуты с высокой воспроизводимостью, снижая стоимость обработки, упрощая манипуляции и обработку, обеспечивая более высокую чистоту конечного продукта, исключая последующую обработку сточных вод и потребляя только долю времени и энергии, обычно необходимых для обычных процессов. Несколько процессов, таких как замораживание, резка, сушка, отпуск, отбеливание, стерилизация и экстракция, эффективно применяются в пищевой промышленности. Преимущества использования ультразвука для обработки пищевых продуктов включают в себя: более эффективное перемешивание и микросмеси, более быстрый перенос энергии и массы, пониженные температурные и концентрационные градиенты, пониженная температура, селективное извлечение, уменьшенный размер оборудования, более быстрая реакция на контроль извлечения процесса, более быстрый запуск, увеличение производства и устранение технологических

этапов. Считается, что пищевые процессы, выполняемые под действием ультразвука, частично подвержены явлениям кавитации и усилению массопереноса.

В данном учебно-методическом пособии основной акцент будет сделан на воздействие ультразвука на пищевые продукты. В этом учебно-методическом пособии представлена полная картина современных знаний о применении ультразвука в пищевой технологии, включая обработку, консервацию и экстракцию. Это обеспечивает необходимую теоретическую основу и некоторые подробности об ультразвуковой технологии, технике и мерах предосторожности. Мы также обсудим некоторые факторы, которые делают сочетание обработки пищевых продуктов и ультразвука одним из наиболее перспективных направлений исследований в области современной пищевой инженерии.

Учебно-методическое пособие предназначено для работы бакалавров направления обучения 18.03.01 «Химическая технология», обучающихся по дисциплине «Сонохимия и фотохимические методы в химии» и 18.04.01 «Химическая технология», обучающихся по дисциплине «Сонохимия» и магистрантов направления обучения 19.04.01 «Биотехнология», обучающихся по дисциплине «Современные средства и методы экспериментальных исследований в пищевой биотехнологии» и дисциплине «Сонохимия и фотохимические методы в химии», и включает теоретический материал для освоения курса и методические указания к выполнению лабораторных работ. Данное пособие охватывает круг вопросов, связанных с теоретическими и практическими аспектами применения ультразвука в пищевой промышленности и позволяет сформировать у студента комплексное представление о сонохимической обработке и возможность применить свои знания на практике.

Раздел 1. Общие принципы взаимодействия ультразвука с веществом

Ультразвук является частным случаем звука, физического явления, представляющего собой распространение в виде упругих волн механических колебаний в твёрдой, жидкой или газообразной среде. Человеческое ухо воспринимает распространяющиеся в среде упругие волны частотой приблизительно от 16 Гц до 20 кГц [1–4]. Колебания с более высокой частотой, за пределом слышимости, представляют собой ультразвук.

Как и любая волна, ультразвук характеризуется амплитудой и частотой. Амплитуда характеризует громкость ультразвука, в то время как частота определяет тон, высоту (субъективное качество слухового ощущения человека, наряду с громкостью и тембром, позволяющее располагать все звуки по шкале от низких к высоким). Звук ниже диапазона слышимости человека (ниже 16 Гц) называют инфразвуком; выше (от 20 кГц до 1 ГГц) – ультразвуком, свыше 1 ГГц – гиперзвуком.

Звуковые волны могут служить примером колебательного процесса, который характеризуется отклонением состояния системы от равновесного и последующим ее возвращением к исходному значению. Характеристикой отклонения системы для звуковых колебаний является давление в точке среды, а её отклонение – звуковым давлением.

Ультразвук, проходя через среду, вызывает резкое смещение частиц упругой среды в одном месте, приводя к увеличению давления в этом месте. Наличие упругих связей между частицами приводит к тому, что возникшее давление передаётся на соседние частицы, а те, в свою очередь, воздействуют на следующие частицы.

Таким образом, область повышенного давления как бы перемещается в упругой среде, и за областью повышенного давления возникает область пониженного давления. В результате этих взаимодействий возникает ряд чередующихся областей сжатия и разрежения, причем эти области распространяются в среде в виде волны. Каждая частица упругой среды в этом случае будет совершать колебательные движения.

В жидких и газообразных средах, где отсутствуют значительные колебания плотности, акустические волны имеют продольный характер, и направление колебания частиц совпадает с направлением движения волны. В твёрдых телах, кроме продольных деформаций, возникают также упругие деформации сдвига, определяющие возбуждение поперечных (сдвиговых) волн. В последнем случае частицы совершают колебания перпендикулярно направлению распространения волны. Скорость распространения продольных волн значительно больше скорости распространения сдвиговых волн [8, 9].

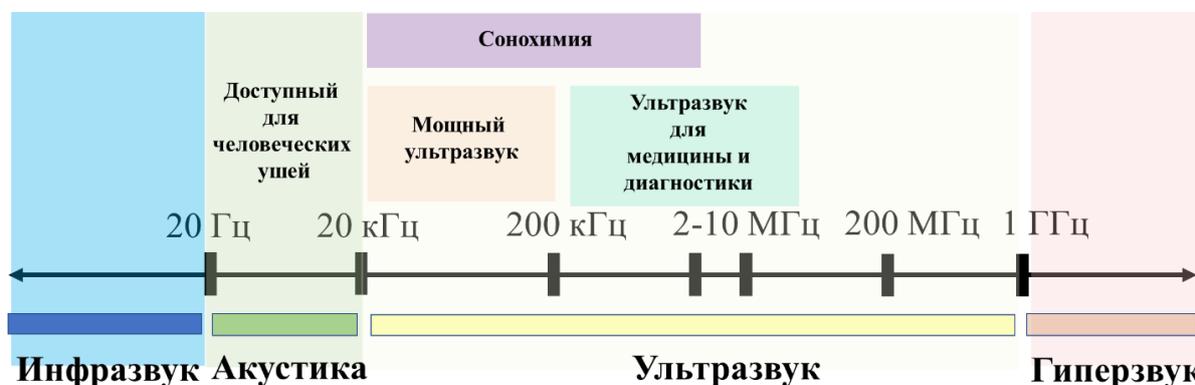


Рисунок 1 – Классификация различных режимов звукового спектра (следует отметить, что подразделения ультразвукового спектра не так четко очерчены, как указано здесь и эти определения немного различаются между литературными источниками).

Ультразвук по определению относится к высокочастотным звуковым волнам за пределами верхнего порога человеческого слуха, обычно около 20 кГц. Ультразвук может быть дополнительно подразделен в соответствии с его частотой (и общими принципами применения) на мощный ультразвук (20–200

кГц), сонохимический ультразвук (20–2000 кГц) или диагностический ультразвук (1–10 МГц), как показано на рисунке. Диапазоны частот ультразвука обычно принято считать от 20 кГц до 1 ГГц, звук с частотами выше называется гиперзвуком [2]. Сонохимией (звукохимией) называется раздел химии, изучающий взаимодействие мощных акустических волн и возникающие при этом химические и физико-химические эффекты. Сонохимия исследует кинетику и механизм сонохимических реакций, происходящих в объеме звукового поля.

К сонохимии относятся также некоторые физико-химические процессы в звуковом поле, такие как сонолюминесценция, диспергирование вещества при действии звука, эмульгирование и другие коллоидно-химические процессы. Когда ультразвук проходит через толщу жидкости, газы, растворенные в жидкости, формируют кавитационный пузырь. Рассмотрим свободный пузырь газа в статической жидкости, как показано на рисунке 2. Этот пузырь находится в неравновесном состоянии, по закону Архимеда на него действуют следующие силы:

$$F_b = (\rho_{liquid} - \rho_{bubble}) \times V_{bubbles} \times g$$

где F_b – сила плавучести, Н;

$V_{bubbles}$ – объем пузырька, м³;

g – ускорение свободного падения, равное 9,80665 м/с²;

$\rho_{liquid}, \rho_{bubbles}$, – плотность среды и газового пузырька соответственно, кг/м³.

Величина этой силы прямо пропорциональна объему. Вторая сила, действующая на пузырек в жидкости, обусловлена поверхностным натяжением, которое оказывает внутреннее направленное давление на поверхность, как показано на рисунке 2 а. Как следствие поверхностного натяжения, внутреннее давление пузырька превышает давление окружающей жидкости в соответствии с уравнением Лапласа:

$$p_\sigma = p_{in} - p_{out} = \frac{2\sigma}{R}$$

где p_σ – это так называемое давление Лапласа,

p_{in} и p_{out} – давление внутри и снаружи пузыря, σ – поверхностное натяжение, R – радиус пузырька.

Силы, действующие на кавитационный пузырь извне, приводят к его сжатию с уменьшением радиуса. Однако радиус сжимается до тех пор, пока газы, находящиеся внутри пузырька, не начнут отталкивать друг друга и воздействовать на стенки пузыря изнутри, приводя к увеличению его радиуса. В результате попеременного действия этих сил радиус кавитационного пузыря осциллирует во времени (Рисунок 2 б). Существуют и моменты, когда кавитационный пузырь будет уничтожаться в результате разности давлений,

может возникнуть поток газа из пузырька в жидкость, что еще больше уменьшит его радиус, увеличивая давление Лапласа, и в конечном итоге приводит к полному растворению. Таким образом, свободный пузырь газа не является стабильным в жидкости. Однако как же пузырек стабилизируется в жидкости?

В настоящее время существуют две принятые модели: стабилизация через проницаемую органическую оболочку, окружающую газы, и улавливание газовых карманов в расщелинах или во вмещающем сосуде. Из всех теорий наиболее убедительной представляется модель Йонта [8], в которой поверхностно-активная органическая примесь покрывает газовый пузырь, образуя полупроницаемую оболочку (Рисунок 2 в). Когда пузырь уменьшается в размере, поверхностная концентрация органических примесей увеличивается, и проницаемость оболочки пузыря уменьшается, пока в конечном итоге не становится непроницаемой, стабилизируя пузырь по отношению к растворению.

После зарождения пузырьки будут реагировать на приложенное ультразвуковое поле периодическими радиальными колебаниями, который сопровождается ростом и возможным коллапсом. Рост пузырьков в звуковом поле может достигаться с помощью любого из двух механизмов: слияние с соседними пузырьками или посредством притока газа из жидкости в пузырь по мере его колебания.

Когда осциллирующий кавитационный пузырек достигает критического размера, происходит его адиабатический коллапс, приводящий к локальному повышению температуры до 5000 К и давления до 105 кПа. Кроме того, коллапс кавитационных пузырей приводит к формированию ударных волн со скоростью 100 м/с. Помимо механических и физических эффектов кавитации, существуют также химические эффекты, обусловленные формированием активных кислородных соединений в результате сонолиза воды. Эти активные кислородные соединения способны вступать в реакции с находящимися в электролите веществами, приводя к их окислению, восстановлению, либо разрушению.

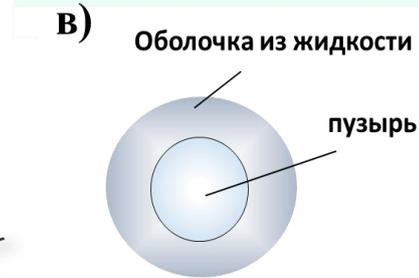
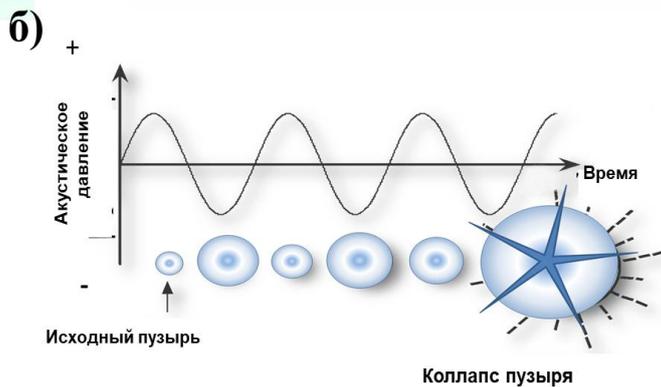
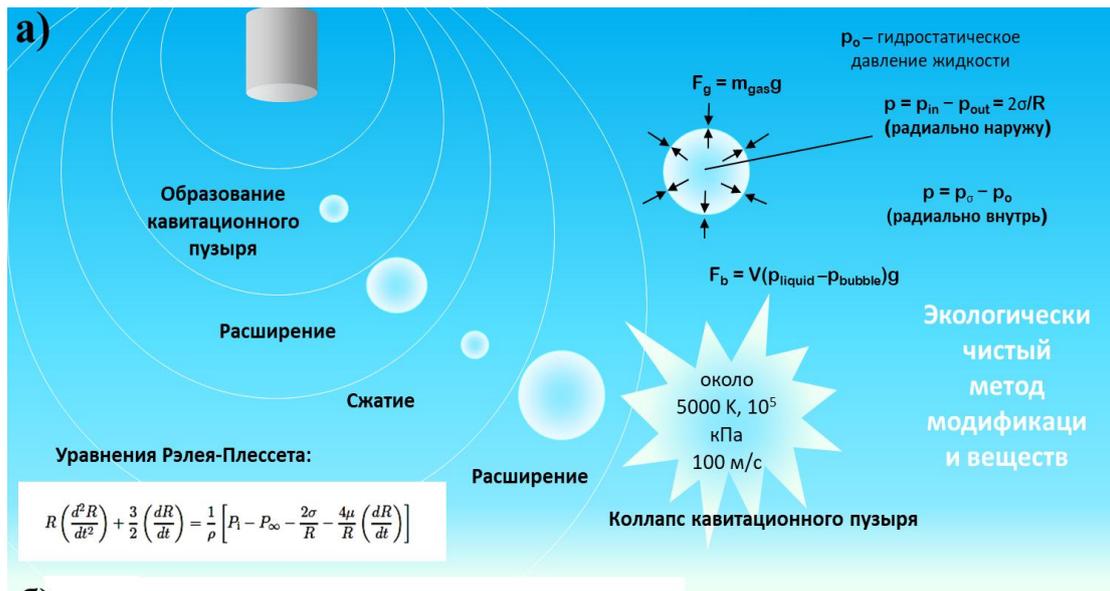


Рисунок 2 – а) Представление сил и давлений, действующих на свободный пузырь в жидкости. F_g – сила гравитации, которой можно пренебречь из-за большой разницы в плотности воздуха и жидкости; F_b – сила Архимеда. Внутреннее давление, p_{in} превышает внешнее давление жидкости p_{out} на величину $(2\sigma / R)$, где R – радиус пузырьков; б) Схематическое изображение эволюции радиуса кавитационного пузырька во времени. При расширении радиус пузырька имеет относительно большую площадь поверхности и внутреннее давление падает ниже равновесного давления, в результате чего происходит диффузия газа в пузырь. При сжатии площадь поверхности относительно мала и давление выше, чем в равновесном значении, что приводит к диффузии газа из пузырька. Установлено, что диффузия пропорционально площади поверхности, пузырь растет в течение повторяющихся циклов; в) Схематическое изображение эффекта оболочки, участвующей в выпрямленной диффузии. Изначально пузырь имеет равновесный размер и окружен жидкой оболочкой, пропорциональной по толщине длине диффузии массы растворенного газа. Во время расширения жидкая оболочка сжимается в толщине, и газ диффундирует из оболочки в пузырь; во время сжатия пузыря жидкость оболочки расширяется, и газ диффундирует из пузырька в жидкость

Раздел 2. Схема сонохимической ячейки. Повышение эффективности воздействия ультразвука

На протяжении человеческой истории конкуренция пищевых продуктов побуждала развивать способы их переработки и длительного хранения. В настоящее время огромное количество продуктов на прилавках в супермаркетах должны удовлетворять именно этим требованиям. В связи с этим основными целями технологий являются сокращение времени обработки, экономия энергии, улучшение срока годности и качества продуктов питания. Тепловые технологии (радиочастотный и микроволновый нагрев), технология вакуумного охлаждения, обработка под высоким давлением и технология импульсного электрического поля представляют огромный интерес, однако имеют ограничения, связанные с высокими инвестиционными затратами, полным контролем переменных, связанными с эксплуатацией процесса, отсутствием одобрения регулирующих органов и, что важно, признание потребителей задерживает более широкое внедрение этих технологий в промышленных масштабах. В последнее время в пищевой промышленности предметом исследований и разработок становится ультразвук, особенно в США [10]. Повышенный интерес к этому методу может быть связан с тем, что пищевые отрасли могут быть обеспечены практически надежным ультразвуковым оборудованием. Кроме того, ультразвук является «зеленой» технологией, которая не вредит окружающей среде.

Применение ультразвука в основном основывается на использовании трех разных методов:

- прямое применение к продукту (обычно используются сонотроды погружного типа);
- погружение в ультразвуковую баню (косвенная обработка, так как здесь между материалом и источником ультразвука есть ещё одна среда, обычно вода);
- в сопряжении с другими методами (одновременное воздействие двух методов может приводить к синергетическому эффекту. Например, ультразвуковая обработка, сопряженная с шоквым охлаждением).

В основном ультразвуковые установки состоят из трех основных элементов:

- источник ультразвуковых колебаний;
- акустический трансформатор скорости (концентратор);
- детали крепления.

Источники ультразвука могут быть двух видов: механические и электрические. Механические преобразуют механическую энергию, например, скорость движения жидкости или газа. Примерами таких источников являются ультразвуковые сирены или свистки.

Электрические источники ультразвука преобразуют электрическую энергию в механические упругие колебания соответствующей частоты.

Преобразователи бывают электродинамические, магнитострикционные и пьезоэлектрические. Наибольшее распространение получили магнитострикционные и пьезоэлектрические преобразователи.

Принцип действия магнитострикционных преобразователей основан на продольном магнитострикционном эффекте, который проявляется в изменении длины металлического тела из ферромагнитных материалов (без изменения их объёма) под действием магнитного поля.

Пакет магнитострикционного преобразователя представляет собой сердечник из тонких пластин, на котором размещена обмотка для возбуждения в нём переменного электромагнитного поля высокой частоты.

Принцип действия пьезоэлектрических преобразователей основан на способности некоторых веществ изменять свои геометрические параметры (толщину и объём) в электрическом поле. Если пластину из пьезоматериала подвергнуть деформации сжатия или растяжения, то на её гранях появятся электрические заряды. Если пьезоэлемент поместить в переменное электрическое поле, то он будет деформироваться, возбуждая в окружающей среде ультразвуковые колебания. Колеблущаяся пластинка из пьезоэлектрического материала является электромеханическим преобразователем.

В промышленности ультразвук используется по трём основным направлениям: силовое воздействие на материал, интенсификация и ультразвуковой контроль процессов.

Силовое воздействие на материал применяется для механической обработки твёрдых и сверхтвёрдых сплавов, получения стойких эмульсий и т. п. Наиболее часто применяются две разновидности ультразвуковой обработки на характерных частотах 16–30 кГц.

На рисунке изображена фотография ультразвуковой установки UIP1000hdT (Hielscher, Германия), состоящая из генератора ультразвука, пьезокерамического преобразователя, бустера, сонотрода, термостатируемой ячейки. Вся установка дополнительно изолирована специальным звукозащитным шкафом (Рисунок 3 а). В процессе обработки образца ультразвуком записываются параметры о мощности, задаваемой прибором, и мощности по факту, амплитуде, частоте, энергии (рисунок 3 б).

Сонохимическое воздействие оценивается с помощью следующих параметров: длина волны, интенсивность, мощность, период колебаний и др. Частота характеризуется количеством циклов, происходящих за одну секунду, и измеряется в герцах ($1 \text{ Гц} = 1 / \text{с}$). Частота важна в ультразвуке из-за ее влияния на разрешение и проникновение сонографических изображений [9–13].

Период отображает время, которое требуется для совершения одного цикла колебаний, и он обратно пропорционален частоте. Если частота увеличивается, период уменьшается. Например, период для ультразвука 5 МГц (5 миллионов герц) составляет $1/5\,000\,000 = 0,0000002 = 0,2 \text{ мкс}$. Период является важной концепцией для импульсного ультразвука.

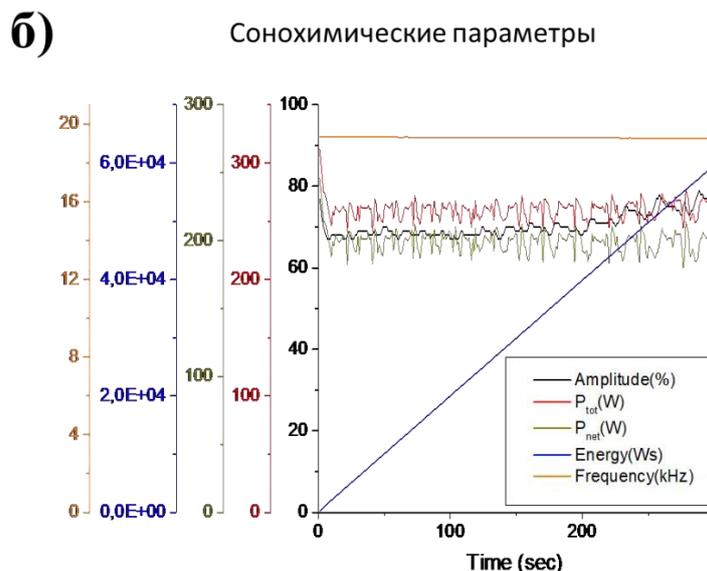


Рисунок 3 – а) Фотография ультразвуковой установки UIP1000hdT (Hielscher, Германия), установленной в звукозащитном шкафу; б) фотография выводимых на экран при сонохимической обработке

Длина волны – длина пространства, на котором происходит один цикл колебаний. Обычно выражается в миллиметрах. Один миллиметр, 1 мм, составляет одну тысячную метра (0,001 м). Длина волны важна при рассмотрении разрешения изображений [11, 12].

Скорость распространения – скорость, с которой волна проходит через среду. Измеряется в метрах в секунду или миллиметрах/микросекундах. Длина волны зависит от частоты и скорости распространения:

$$\lambda = \frac{v}{f}$$

где λ – длина волны, мм;

v – скорость распространения звука в среде, мм / мкс; f – частота звукового колебания, МГц.

Если частота увеличивается, длина волны уменьшается. Следует отметить, что скорость распространения звука зависит от среды. В мягких тканях это в среднем 1540 м/с, или 1,54 мм / мкс.

Плотность и жесткость среды определяют скорость распространения звука. Плотность – это концентрация вещества (масса на единицу объема: кг / м³). Твердость – это сопротивление материала сжатию (обратное сжатию). Твердость обычно является доминирующим фактором скорости распространения. В частности, для газа характерна низкая скорость распространения, в жидкости скорость распространения растет, и максимальная скорость распространения достигается в твердых телах.

Скорость распространения изображения – это то, что инструменты визуализации используют для правильного определения местоположения эхо-сигналов на дисплее.

Расчеты энергии, соответствующей каждой ультразвуковой интенсивности и длительности сонохимической обработки, приведены ниже. Согласно инструкции по эксплуатации UIP1000hdT, максимальная механическая амплитуда при 100% для сонотрода BS2d18 без усилителя составляет 85 мкм. С улучшающим усилителем B2-2.2 максимальная механическая амплитуда была увеличена на коэффициент 2,2 и $A_{100} = 187$ мкм, что соответствует максимальной интенсивности ультразвука при интенсивности 100% – 250 Вт см^{-2} . Общая выходная мощность – важный параметр ультразвука, равный произведению фронтальной площади сонотрода S на интенсивность ультразвука согласно уравнению:

$$P = I \times S$$

где P – выходная мощность ультразвука, Вт;

I – интенсивность ультразвука, $\text{Вт} \cdot \text{см}^{-2}$;

S – фронтальная площадь сонотрода, см^2 .

Энергия E является произведением соответствующей выходной мощности P на время воздействия t :

$$E = P \times t$$

где E – это энергия, $\text{Вт} \cdot \text{с}$; P – выходная мощность, Вт; t – время, с.

После подстановки (5) в (4), получаем:

$$E = I \times S \times t$$

где E – это энергия, $\text{Вт} \cdot \text{с}$; I – интенсивность ультразвука, $\text{Вт} \cdot \text{см}^{-2}$; S – фронтальная площадь сонотрода, см^2 ; t – время, с.

Таким образом, выводятся значения энергии, соответствующие интенсивности ультразвука и продолжительности обработки [13].

Лабораторная работа № 1

Измерение кавитационной активности в различных средах в зависимости от природы электролита, температуры и объема сонохимической ячейки

Теоретическая часть

Для оценки эффективности ультразвука используется кавитометр – это прибор, который предназначен для измерения и контроля активности кавитации в мощных ультразвуковых полях и гидродинамических кавитаторах

(Рисунок 4). Прибор может использоваться для оптимизации ультразвуковых технологических процессов, определения наличия и интенсивности кавитации в гидравлических системах, измерения порогов кавитации.



Рисунок 4 – Фотография кавитометра

Принцип работы кавитометра основан на том, что акустический сигнал, который генерируется кавитационной областью (кавитационный шум), принимается датчиком прибора и преобразуется в электрический. Электрический сигнал обрабатывается электронным блоком, и значение активности кавитации выводится на индикатор. Полученное значение является исходным параметром для контроля и управления технологическими процессами или степенью воздействия ультразвука на биологические структуры. Кавитометр находит свое применение в разных областях промышленности, где используется ультразвук. В частности, с помощью кавитометра производится контроль и оптимизация режимов в технологиях очистки, пропитки, получения и обработки суспензий (например, суспензий наночастиц; получения и обработки эмульсий; кристаллизации; дегазации жидкостей).

В связи с тем, что ультразвуковые волны могут распространяться не всегда однородно, значения кавитометра могут варьироваться в зависимости от положения акустического концентратора в электролите.

Цель работы: ознакомиться с принципами измерения кавитационной активности и выявить закономерности кавитационной активности в различных средах в зависимости от положения датчика, температуры и объема сонохимической ячейки.

Порядок выполнения работы

- 1) Соберите установку, как показано на рисунке 5.
- 2) Залейте в стакан 100 мл дистиллированной воды и поставьте его в ультразвуковую ванну.
- 3) Включите мощность приблизительно 50 Вт, установите время – 10 мин ультразвуковой обработки и опустите датчик кавитометра в стакан, как показано на рисунке.
- 4) Измерьте эффективность кавитации в центре стакана и около

его краев. Как изменилась кавитационная активность?

5) После измерения кавитационной активности в воде замените электролит и измеряйте кавитацию в пяти различных точках.

6) Проведите такие же исследования для ультразвуковой кавитации в емкостях на 200 мл и 500 мл.

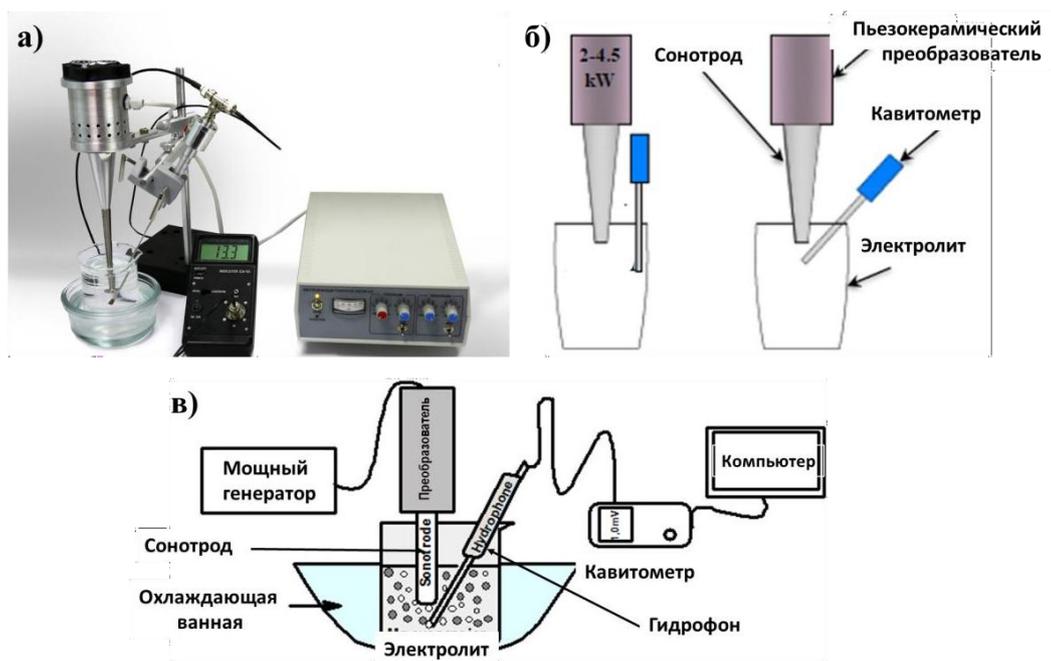


Рисунок 5 – а) Фотография портативного ультразвукового диспергатора и подключенного к нему кавитометра; б) различные положения кавитометра и сонотрода в процессе ультразвуковой обработки жидкости; в) Схема подключения кавитометра к ультразвуковому диспергатору и расположения акустического концентратора кавитометра относительно сонотрода

7) Проведите точно такое же исследование с погружным сонотродом. Поместите датчик кавитационной активности на один уровень с сонотродом на расстоянии 1 см от сонотрода, измерьте кавитационную активность в воде, а затем переместите датчик на большее расстояние от сонотрода (2 см, 5 см и 10 см).

Порядок оформления отчета

Отчет должен содержать: цель работы, краткое описание хода работы и выводы.

Вопросы:

1. Как изменилась кавитационная активность в разных точках сонохимической ячейки?

2. Как изменилась эффективность кавитации при использовании погружного сонотрода? Как вы думаете, с чем это может быть связано?

3. Постройте графики и гистограммы зависимости эффективности кавитации от состава электролита, растворителя, положения и расстояния гидрофона относительно сонотрода и его положения. Какие наблюдаются зависимости?

Раздел 3. Ускорение технологических процессов с использованием ультразвука

В большинстве случаев ультразвук используется для интенсификация технологических процессов. Ультразвуковые колебания существенно изменяют ход некоторых химических процессов. Например, полимеризация при определённой силе звука идёт более интенсивно. При снижении силы звука возможен обратный процесс – деполимеризации. Изменяя частоту и интенсивность ультразвуковых колебаний, можно обеспечить требуемую скорость реакции.

В металлургии введение упругих колебаний ультразвуковой частоты в расплавы приводит к существенному измельчению кристаллов и ускорению образования наростов в процессе кристаллизации, уменьшению пористости, повышению механических свойств затвердевших расплавов и снижению содержания газов в металлах.

В пищевой промышленности использование ультразвука зачастую используется для ускорения ферментации брожения при производстве пив. Кроме того, ультразвук используется для ускорения ферментации чая.

Лабораторная работа № 2

Влияние сонохимической обработки молочного сырья на процесс сквашивания и показатели качества йогурта из обезжиренного молока

Теоретическая часть

Согласно Техническому регламенту Таможенного союза "О безопасности молока и молочной продукции" (ТР ТС 033/2013), йогурт [14] – это кисломолочный продукт с повышенным содержанием сухих обезжиренных веществ молока, произведенный с использованием заквасочных микроорганизмов (термофильных молочнокислых стрептококков и болгарской молочнокислой палочки). Сырье для производства йогурта и показатели качества готового продукта должны соответствовать ГОСТ 31981-2013 и Техническому регламенту.

Содержание потенциально опасных веществ в йогурте не должно превышать допустимые уровни, установленные ТР ТС 021/2011 (Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции»).

Различают резервуарный и термостатный способы производства кисломолочных напитков, включая йогурт. При первом способе такие

операции, как заквашивание, сквашивание молока, образование и формирование молочно-белкового сгустка, происходят в одной емкости. Готовый сгусток самотеком или с помощью насосов подают на фасовку, что вызывает нарушение его структуры, и он становится более жидким. Однако при таком способе производства, по сравнению с термостатным, количество продукции, получаемой с 1 м² производственной площади, увеличивается в 1,5 раза. Также повышается производительность труда, в большей степени гарантируется однородность качества продукта.

При термостатном способе производства заквашенную смесь перемешивают и расфасовывают в потребительскую тару и сквашивают в термостатной камере. Последующее охлаждение продукта проводят в холодильной камере. При таком способе производства структура сгустка не нарушается, и сгусток имеет более вязкую консистенцию.

Технологический процесс производства йогурта при термостатном способе производства на предприятии осуществляют в следующей последовательности: приемка сырья и приготовление нормализованной смеси; гомогенизация, пастеризация и охлаждение смеси; заквашивание; розлив; упаковка, маркировка, сквашивание и охлаждение.

Согласно результатам многих исследований, употребление йогурта позволяет повысить плотность костной ткани, снизить риски возникновения диабета, высокого систолического и диастолического артериального давления, недостатка кальция и витамина Д в рационе, увеличения уровня липопротеинов низкой плотности.

Цель работы: Практически ознакомиться с технологическим процессом производства йогурта термостатным способом и изучить влияние ультразвука на показатели качества готового продукта.

Методы исследования:

Активную кислотность определяют потенциометрическим методом с помощью рН-метра. Титруемую кислотность молочного сырья и готового продукта определяют титрованием с применением индикатора фенолфталеина согласно ГОСТ 3624-92. Активную и титруемую кислотность определяют в образцах восстановленного молока, перед заквашиванием и каждый час в прочесе сквашивания.

Реологические характеристики измеряют с учетом оборудования в наличии.

Реологические измерения готового продукта проводят при контролируемой температуре 20,0±0,2°С или 4,0±2,0°С с использованием ротационного реометра Rheotest RN 4.1 (RHEOTEST Medingen GmbH, Германия). Измерения проводят согласно инструкции к реотесту, используя шпиндель Н. Перед измерениями образцы йогурта осторожно перемешивают шпателем в течение 30 секунд для обеспечения однородности.

Эффективную вязкость готовых сгустков изучают посредством определения предельного напряжения сдвига на вискозиметре Brookfield в диапазоне скоростей от 0 до 250 об/мин.

Массовую долю сухого молочного остатка рассчитывают как разность между массовой долей сухих веществ и массовой долей жира.

Определение степени синерезиса в йогурте проводят путем измерения количества сыворотки, выделившейся за 1 ч свободного фильтрования 100 см³ продукта. Замер выделившейся сыворотки проводят каждые 15 мин.

Влагоудерживающую способность полученных сгустков определяют методом центрифугирования по методике ВНИМИ. Пипеткой отмеривают 10 см³ разрушенного сгустка, вносят в центрифужную пробирку вместимостью 15 см³ и центрифугируют при частоте вращения ротора 1000 об/мин в течение 5 мин. После остановки центрифуги в образце измеряют объем выделившейся сыворотки путем декантации ее в градуированную стеклянную центрифужную пробирку на 10 см³ или мензурку. По количеству выделившейся сыворотки судят о способности сгустков к влагоотдаче. Результаты выражают в количестве миллилитров сыворотки, полученной из 10 см³ сгустков.

Активность воды определяют с помощью прибора для определения активности воды согласно инструкции по использованию прибора.

Порядок выполнения работы:

Работа выполняется двумя звеньями студентов и отличается наличием или отсутствием ультразвуковой обработки молочного сырья.

Подготовка сырья: Йогурт вырабатывают из восстановленного обезжиренного молока. Массовую долю белка в смеси и массу продукта задает преподаватель.

Для расчета количества сухого обезжиренного молока для восстановления используют формулу:

$$M_{\text{см}} * B_{\text{см}} = M_{\text{СОМ}} * B_{\text{СОМ}}$$

где $M_{\text{см}}$ – масса смеси, кг;

$B_{\text{см}}$ – массовая доля белка в смеси, %;

$M_{\text{СОМ}}$ – масса сухого обезжиренного молока, кг;

$B_{\text{СОМ}}$ – массовая доля белка в сухом обезжиренном молоке, %.

Для расчета количества вносимой воды используют формулу:

$$V = M_{\text{см}} - M_{\text{СОМрасч}}$$

Учитывая потери на растворимость сухого обезжиренного молока, расчет ведут согласно формуле:

$$M_{\text{СОМ расч}} = 100 * \frac{M_{\text{СОМ}}}{P}$$

где $P=98\%$ – растворимость СОМ

Массу нормализованного молока определяют по разности между массой нормализованной смеси и массой закваски.

Для йогурта с фруктовым наполнителем массовую долю белка в молочной основе рассчитывают по формуле:

$$M_{\text{б.м.о.}} = \frac{M_{\text{б}} \times 100}{M_{\text{м.к.}}}$$

где $M_{\text{б.м.о.}}$ – массовая доля белка в молочной основе, %; $M_{\text{б}}$ – массовая доля белка в продукте, %;

$M_{\text{м.к.}}$ – массовая доля молочных компонентов, % (в соответствии с рецептурой).

Для обеспечения гомогенизации и высокой степени диспергирования используют ультразвуковую обработку. В ходе работы ультразвуковое воздействие применяют для суспензии сухого обезжиренного молока в воде.

Для работы применяют следующие режимы диспергирования:

Режим 1 – выходная мощность УЗВ – 50 Вт; продолжительность – 10 минут.

Режим 2 – выходная мощность УЗВ – 50 Вт, продолжительность – 20 минут.

Готовят следующие образцы:

Образец 1 – молоко, восстановленное с использованием ультразвуковой обработки воды в режиме 1; ультразвуковая обработка суспензии сухого молока в воде; выдержка в течение 1–1,5 ч.

Образец 2 – молоко, восстановленное по следующей технологии: ультразвуковая обработка водной суспензии сухого молока в режиме 2; выдержка молока – в течение 1–1,5 ч.

Образец 3 – молоко, восстановленное по двухступенчатой технологии: ультразвуковая обработка воды в режиме 1; растворение сухого молока в кавитированной воде; обработка молока в режиме 1, выдержка восстановленного молока в течение 1–1,5 ч.

В качестве контрольного образца используют обезжиренное молоко, восстановленное по традиционной технологии: нагревание воды до 38–42°C; растворение сухого молока в воде с использованием перемешивающего устройства; выдержка в течение 3–4 ч.

Тепловую обработку полученных смесей проводят либо при температуре 85–87 °С, выдержку в течение 5–10 мин, либо при температуре 90–92 °С, выдержку 2–3 мин.

Образцы охлаждают до температуры 40–45 °С и вносят закваску на чистых культурах термофильного стрептококка и болгарской палочки.

Закваску, приготовленную на стерилизованном молоке, вносят в количестве от 1% до 3%, а на пастеризованном – от 3% до 5%. Если используют закваску прямого внесения, то, в соответствии с инструкцией, при этом рекомендуется активизировать закваску в небольшом количестве обезжиренного молока в течение 20–30 мин. После внесения закваски смесь перемешивают в течение 10–15 мин.

Скваживание проводят при температуре 40–42 °С в течение 3–4 ч до образования сгустка. Измерение значений рН и кислотности проводят после внесения закваски и каждый час в процессе сквашивания до образования сгустка.

Порядок оформления отчета

Описать технологический процесс производства йогурта термостатным способом. Привести расчеты и графики, краткое описание хода экспериментов, выводы. Результаты опытов оформить в виде таблиц.

Результаты оценки физико-химических показателей качества образцов восстановленного молока в Таблицу 1.

Таблица 1. Физико-химические показатели образцов восстановленного молока

| Наименование образца | Наименование показателя | | |
|----------------------|-------------------------|---------------------------|------------------------------|
| | Температура, °С | Титруемая кислотность, °Т | Активная кислотность, ед. РН |
| Контроль | | | |
| Образец 1 | | | |
| Образец 2 | | | |
| Образец 3 | | | |

Вопросы:

1. Какой документ регламентирует требования к сырью и готовому продукту?
2. Какую закваску используют для производства йогурта?
3. Каковы температурные режимы тепловой обработки?
4. Какие существуют способы производства йогурта?
5. Какова роль ультразвука в данной методике?

Раздел 4. Сонохимическая интенсификация процессов экстракции

Недостатками существующих технологий экстракции являются увеличение потребления энергии (более 70% всего процесса экстракции требует энергии), высокий выброс CO₂ и большее потребление вредных химических веществ. Все эти недостатки заставили пищевую и химическую

промышленности найти новые методы разделения и экстракции веществ. "Зеленые" методы обычно используют меньшее количество растворителя при более низких затратах энергии. Это, в частности, микроволновая экстракция с использованием сверхкритической жидкости, ультразвуковая экстракция, ультрафильтрация, флэш-дистилляция и др. Экстракция в неравновесных или неклассических условиях в настоящее время является динамично развивающейся областью прикладных исследований в промышленности.

Ультразвуковая экстракция и дистилляция гораздо быстрее существующих аналогов. В частности, экстракция и дистилляция могут быть завершены с высокой воспроизводимостью в течение нескольких минут, а не часов. Это влечет снижение расхода растворителя, упрощение процесса получения и обработки, давая более высокую чистоту конечного продукта.

Несколько классов соединений, таких как эфирные масла, ароматы, пигменты, антиоксиданты и другие органические соединения были эффективно извлечены из разнообразных матриц. Преимущества использования микроволновой энергии, которая является бесконтактным источником тепла, включают в себя: более эффективный нагрев, более быструю передачу энергии, пониженные температурные градиенты, селективный нагрев, уменьшенный размер оборудования, более быстрая реакция на управление нагревом процесса, более быстрый запуск, увеличенное производство и устранение этапов процесса [10].

Микроволновая экстракция привлекает растущий интерес, поскольку она позволяет эффективно использовать микроволновую энергию для извлечения ценных соединений из твердых образцов. Установлено, что микроволновая экстракция повышает эффективность извлечения полифенолов и кофеина из листьев зеленого чая. Однако содержание влаги в образцах является определяющим параметром для восстановления урожая. При использовании высушенных образцов выход восстановления резко падает. Кроме того, Molins et al. [15] обнаружили, что использование гексана в качестве единственного растворителя в присутствии полностью сухого образца не было удовлетворительным. Действительно, эффективность микроволновой экстракции обычно низкая, в то время как в растворителе отсутствует значительный дипольный момент для поглощения микроволновой энергии, что ограничивает способы экстракции с точки зрения растворителей и природы твердого материала.

Экстракция с помощью сверхкритической жидкости – это инновационный «зеленый» метод, в основе которого лежит экстракция вещества с использованием сверхкритической жидкости. Наиболее широко используемый растворитель – углекислый газ – нетоксичный, негорючий, дешевый, легко удаляется после экстракции и наделен высокой сольватирующей способностью для неполярных молекул. Другими возможными растворителями являются фреон, аммиак и некоторые органические растворители [16].

В типичной процедуре экстракции сверхкритическая жидкость непрерывно входит в твердую матрицу, где она растворяет интересующий материал. Экстракция может быть достигнута с удивительно высокой селективностью, регулируя сольватирующую способность сверхкритической жидкости с помощью изменения давления или температуры. Основные преимущества экстракции сверхкритической жидкостью включают эффекты предварительной концентрации, чистоту, безопасность и простоту.

Ультразвуковая экстракция является новой потенциальной технологией, которая может ускорить тепломассоперенос и может последовательно использоваться в области добычи. Ультразвуковые волны после взаимодействия с растительным материалом изменяют его физико-химический состав. Кавитационный эффект облегчает высвобождение извлекаемых соединений и увеличивает транспорт массы, разрушая клеточные стенки растений.

Ультразвуковая экстракция является чистым методом, который избегает использования большого количества растворителя наряду с сокращением длительности процесса. Хорошо известно, что ультразвук оказывает значительное влияние на скорость различных процессов в химии и пищевой промышленности. Большое внимание уделяется применению ультразвука для извлечения натуральных продуктов, на экстракцию которых обычно необходимы часы или дни, чтобы достичь завершения с обычными методами. Используя ультразвук, полное извлечение может быть завершено в считанные минуты с высокой воспроизводимостью, снижая потребление растворителя, упрощая манипулирование и обработку, обеспечивая более высокую чистоту конечного продукта, исключая последующую очистку сточных вод и потребляя только часть ископаемой энергии, обычно необходимой для обычного метода экстракции, такого как экстракция Сокслета, мацерация или перегонка с водяным паром.

Несколько классов пищевых компонентов, таких как ароматы, пигменты, антиоксиданты и другие органические и минеральные соединения, были извлечены и проанализированы эффективно из различных матриц (в основном животных тканей, продуктов питания и растительные материалы).

К достоинству метода можно отнести, что ультразвуковая экстракция не ограничена ни растворителем, ни типом используемой матрицы, ни содержанием влаги. Использование мощного ультразвука представляет собой потенциально эффективный способ активизации процессов массообмена. Кроме того, это, вероятно, единственный практический способ произвести перемешивание в сверхкритической жидкости, потому что использование механических мешалок невозможно.

Риера и соавт. [17] исследовали влияние ультразвука (20 кГц и 50 Вт) на кинетику экстракции частиц миндального масла с использованием сверхкритического CO₂. В результате испытаний (при 280 бар и 55°C) при окончании времени экстракции (8 ч 30 мин) выход масла значительно

увеличился (20%), когда сверхкритической жидкости помогли с помощью ультразвука. При этом массовый перенос был ускорен до такой степени, что выходы, сравнимые с теми, которые получены только одним сверхкритической жидкости, могут быть достигнуты примерно на 30% быстрее при использовании ультразвука. Кроме того, по сравнению с другими методами, ультразвуковая экстракция позволяет значительно сократить время экстракции, объем растворителя и манипуляции с образцом.

Механизмы извлечения могут быть следующими: ультразвук – это механические волны, которые распространяются в упругой среде, при этом они имеют частоты за пределами человеческого слуха, но ниже частот микроволн (от 20 кГц до 10 МГц). Когда звуковая волна проходит через упругую среду, она вызывает продольное смещение частиц. На самом деле, источник звуковой волны действует как поршень на поверхность среды [6–9].

Это приводит к последовательности сжатия и разрежения фазы в среде. Когда поршень находится в открытом положении, это вызывает сжатие среды, в то время как в сокращенном (тянущем) положении поршень создает фазу разрежения. Каждая среда имеет критическое молекулярное расстояние: ниже этого критического значения жидкость остается неповрежденной, но выше этого расстояния в жидкости будет возникать разрыв сплошности жидкости, и кавитационные пузырьки способны сформироваться. Когда размер этих пузырьков достигает критической точки, они взрываются во время цикла сжатия/расширения с выпуском большого количества энергии. Температура и давление в момент коллапса кавитационного пузыря, согласно оценкам, составляет до 5000 К и 2000 атм в ультразвуковой ванне при комнатной температуре. Это создает горячие точки, которые способны резко ускорить химическую реактивность в среде. Когда эти пузырьки попадают на поверхность твердого материала, высокое давление и температура высвобождаются, генерируя микроструи, направленные к твердой поверхности. Эти микроструи отвечают за обезжиривающий эффект ультразвуком неметаллических поверхностей, которые широко используются для очистки материалов. Другое применение микроструй в пищевой промышленности – экстракция растительных соединений. Кавитационный пузырь может образовываться вблизи поверхности растительного материала, затем во время цикла сжатия этот пузырь разрушается с образованием микроструй, направленных на растительную матрицу. Высокие давление и температура, вовлеченные в этот процесс, разрушают клеточные стенки растительной матрицы, и ее содержание может быть экстрагировано в среду.

Лабораторная работа № 3

Исследование влияния ультразвуковой обработки на процесс экстракции и устойчивость красящих веществ из *Hibiscus sabdariffa* с использованием ультразвука

Теоретическая часть

Антоцианины – это водорастворимые растительные пигменты, обуславливающие красную, синюю и фиолетовую окраску фруктов, относящиеся к классу флавоноидов и представляющие собой гликозиды антоцианидинов [18]. Дифференциация антоцианинов связана с количеством гидроксильных групп, природой, расположением и количеством сахаров (например, D-глюкоза и D-галактоза), присоединенных к молекуле, и количеством алифатических кислот (например, уксусной, яблочной и малоновой) или ароматических кислот (например, кофеиновая и кислота), связанных с сахарами.

Существует около 550 различных антоцианинов. Антоцианины являются вторичными метаболитами растений, которые, попадая в организм человека, проявляют биологическую активность, а именно оказывают антиоксидантное, противовоспалительное, ангипротекторное, противоопухолевое и бактерицидное действие.

Представлены исследования на животных и человеке, подтверждающие профилактическое действие антоцианинов, включая улучшение липидного спектра и ингибирование функции тромбоцитов.

Антоцианины каркаде *Hibiscus sabdariffa* представлены главным образом дельфинидин-3-самбубиозидом, дельфинидин-3-глюкозидом, цианидин-3-самбубиозидом, цианидин-3-глюкозидом. Голубой (синий) цвет имеет дельфинидин и его производные, красно-оранжевую окраску имеют производные пеларгонидина, а пурпурно-красную — цианидина. При этом голубой цвет обуславливают гидроксильные группы, метилирование которых (присоединение группы – CH_3) приводит к «покраснению». Следует учитывать, что одно и то же антоциановое соединение в зависимости от сдвига в величине кислотности может приобретать различные оттенки.

Спектральные и технологические характеристики антоциановых пигментов зависят не только от природы растворителя и кислотности среды, но и во многом связаны с наличием в растворе соединений с высокой химической активностью (полифенолы, кислород воздуха и перекиси, катионы металлов, альдегиды и другие соединения).

Метод дифференциального pH широко используется не только для оценки качества свежих и обработанные фруктов и овощей, но также для определения общего содержания мономерных антоцианов. Данный метод основан на структурном изменении хромофоров, участков, отвечающих за появление окраски, при изменении значений pH от 1,0 до 4,5.

Цель работы: Установить влияние ультразвуковой обработки на содержание красящих веществ (антоцианинов).

Методы исследования

Определение массовой концентрации суммы антоцианинов методом рН-дифференциальной спектрофотометрии – ГОСТ 32709-2014.

В две мерные колбы, вместимостью по 50 см³, помещают по 2,5 см³ аликвоты пробы и доводят до метки буферными растворами с 1,0 и 4,5 ед. рН. Далее содержимое в двух колбах перемешивают, выдерживают в течение 15 мин и проводят измерение оптической плотности каждого раствора при длинах волн 510 и 700 нм соответственно. Измерение оптической плотности растворов при 700 нм проводят для установления величины поглощения света посторонними примесями. Если аликвота концентрирована, то измерения проводят после предварительного разбавления водой весовым методом.

Полученные значения оптической плотности растворов должны находиться в пределах 0,2–1,0. Если значения оптической плотности растворов более 1, то при разбавлении в мерной колбе уменьшают объем аликвоты. Для растворов, имеющих значения оптической плотности менее 0,2, увеличивают объем аликвоты.

Разность оптической плотности ΔA вычисляют как разность оптических плотностей растворов при разных длинах волн и соответствующих значениях рН по следующей формуле:

$$\Delta A = (A_{510} - A_{700})_{\text{pH}1} - (A_{510} - A_{700})_{\text{pH}4,5}$$

где A_{510} – оптическая плотность раствора пробы при длине волны 510 нм, е. о. п.; A_{700} – оптическая плотность раствора пробы при длине волны 700 нм, е. о. п.

Антоциановый состав принято пересчитывать на условное содержание некоторого соединения, например, на наиболее часто встречающийся в природе цианидин-3-глюкозид. Поэтому в качестве величины коэффициента молярного поглощения принимают значение $\varepsilon = 26900 \text{ дм}^3 \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$.

Массовую концентрацию антоцианинов C мг/дм³ в пересчете на цианидин-3-глюкозид, вычисляют по формуле:

$$C = \frac{\Delta A * M * V_1 * 10^3}{V_2 * \varepsilon * l}$$

где ΔA – разность оптической плотности раствора, е. о. п.;
 M – молекулярная масса цианидин-3-глюкозида, равная 449,2 г/моль; V_1 – вместимость мерной колбы, взятой для разбавления, см³;

V_2 – объем аликвоты, взятой на определение, см³;
 ε – молярный коэффициент экстинкции цианидин-3-глюкозида, $\varepsilon = 26900 \text{ дм}^3 \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$; l – длина оптического пути кюветы, см.

Массовую долю антоцианинов в концентрированной продукции X , млн⁻¹ в пересчете на цианидин-3-глюкозид рассчитывают по следующей формуле:

$$X = \frac{\Delta A * M * V_1 * F * 10^3}{\varepsilon * l * V_2 * m}$$

где ΔA – разность оптической плотности раствора, е. о. п;
 M – молекулярная масса цианидин-3-глюкозида, равная 449,2 г/моль;
 V_1 – вместимость мерной колбы, взятой для разбавления, см³;
 F – величина фактора разбавления;
 ε – молярный коэффициент экстинкции цианидин-3-глюкозида, $\varepsilon = 26900 \text{ дм}^3 \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$;
 l – длина оптического пути кюветы, см;
 V_2 – объем аликвоты, взятой на определение, см³;
 m – масса пробы, взятой для определения, г.

Расчеты также можно вести по следующей формуле:

Антоцианы (А) – в пересчете на цианидин-3-глюкозид, мг/л:

$$A = \frac{\Delta A * MW * DF * 10^3}{\varepsilon * l}$$

где ΔA – разность оптической плотности раствора, е. о. п;
 MW – молекулярная масса цианидин-3-глюкозида, равная 449,2 г/моль;
 DF – фактор разбавления;
 l – длина оптического пути кюветы, см;
 ε – молярный коэффициент экстинкции цианидин-3-глюкозида, $\varepsilon = 26900 \text{ л} \cdot \text{моль}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$;
 10^3 – фактор для перевода г в мг.

Все вычисления проводят с точностью до третьего десятичного знака. За окончательный результат определения принимают среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений. Значение активной кислотности измеряют с помощью рН-метра.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа проводится группами по два–четыре человека. Задания для групп различаются способом экстрагирования антоцианинов. Каждая группа проводит экстрагирование согласно нижеприведенным методикам как с применением ультразвуковой обработки, так и без нее. Ультразвуковую обработку проводят в ультразвуковой бане при тех же

параметрах, что и экстракцию без сонохимической обработки.

Лабораторную экстракцию антоцианинов из сушеных цветков гибискуса проводят следующими методами:

1) **Экстракция водой.** Навеску цветков гибискуса в количестве 30 г помещают в термостойкую колбу. Далее в каждую колбу прилить по 200 мл дистиллированной воды. Экстракцию проводят при температуре 50°C в течение 30 мин.

2) **Экстракция кислотой.** На аналитических весах взвешивают навеску исследуемых образцов растительного сырья (1,0 г) с точностью до 0,001 г, заливают 100 мл 0,1 М HCl, перемешивают и проводят экстракцию в течение 30 мин.

3) **Спиртовая экстракция.** Взвешивают 2,5 г сырья и смешивают его со 100 мл 96% этанола при комнатной температуре. Продолжительность экстракции составляет 40 мин.

4) **Ультразвуковая экстракция.** Взвешивают заданную преподавателем навеску сырья (г) и заливают 100 мл растворителя (в качестве растворителя можно использовать: дистиллированную воду, спирт, водно-спиртовой раствор с различным объемным содержанием спирта-воды), затем стакан опускают в ультразвуковую ванну и обрабатывают в течение 5–60 мин ультразвуком с мощностью 50 Вт.

Полученные экстракты отфильтровывают через бумажный фильтр и используют для определения концентрации красящих веществ.

Порядок оформления отчета

Отчет должен содержать: цель работы, краткое описание методики эксперимента, необходимые расчеты по приведенным формулам, расчет погрешности определения содержания антоцианинов, анализ данных и выводы. Результаты расчетов оформляют в виде таблицы.

Вопросы:

1. Каковы источники антоцианинов?
2. В пересчете на какое вещество проводят расчет количества антоцианинов?
3. Какова окраска антоцианинов?
4. Какова сущность метода дифференциального pH?

Лабораторная № 4

Влияние сонохимической обработки на экстракцию β -каротина из каротинсодержащего сырья

Теоретическая часть

Каротиноиды – биологически активные вещества, представляющие собой производные изопрена, которые классифицируют на две подгруппы: каротины – углеводородные производные изопрена (ζ -каротин, ликопин, β -каротин, γ -каротин, δ -каротин, α -каротин) и ксантофиллы – кислородсодержащие производные каротинов (лютеин, криптоксантин, зеаксантин и др.).

С функциональной пищевой точки зрения существует другая классификация каротиноидов, а именно, наличие или отсутствие у каротиноидов активности провитамина А. Каротиноиды, обладающие такой активностью, могут превращаться в витамин А (ретинол) в кишечнике или печени. Витамин А является важным для здоровья человека. Он помогает поддерживать здоровье глаз, слизистых оболочек и иммунитет. Альфа-каротин, бета-каротин и бета-криптоксантин являются каротиноидами с провитаминной активностью, в то время как лютеин, зеаксантин и ликопин – нет.

Каротиноиды помогают растениям поглощать световую энергию для использования ее в фотосинтезе. Основными растительными источниками каротиноидов являются корнеплоды моркови, плоды помидоров, ягоды паслена и ландыша, цветки календулы, желтые зерна кукурузы, кожура мандаринов, плоды дынного дерева и зародыши пшеницы, плоды шиповника, стручковый перец, шпинат. Каротиноиды также синтезируются бактериями, водорослями, лишайниками.

Как правило, каротиноиды идентифицируют по положениям максимумов светопоглощения, которые варьируют в зависимости от длины полиенового фрагмента, наличия в структуре циклических концевых групп, стерических эффектов, природы используемого растворителя и др. Полиеновая структура каротиноидов обуславливает интенсивное поглощение электромагнитного излучения в интервале от 400 до 500 нм, что соответствует окраске, присущей этим соединениям, – желтой, оранжевой, красной или их сочетанию.

Животные и люди не могут сами синтезировать каротиноиды и должны получать их с пищей. Для лучшего усваивания каротиноидов их рекомендуется употреблять вместе с жиром.

Каротиноиды наравне с антоцианами являются наиболее распространенным классом растительных пигментов, который применяется для профилактики заболеваний. Физиологическая роль каротиноидов достаточно разнообразна. Они обладают широким спектром фармакологических свойств, таких как антиоксидантной, радиопротекторной, провитаминной, антиканцерогенной и другими.

Из каротиноидов, обладающих провитаминной активностью, наиболее

эффективным является β -каротин. При превращении β -каротина образуется в два раза больше витамина А, чем при трансформации альфа-каротина или бета-криптоксантина. Бета-каротин является первым и наиболее широко изученным каротиноидом.

Бета-каротин помогает защитить кожу от солнечных ожогов и снизить риск возникновения метаболического синдрома, по крайней мере, у мужчин среднего и пожилого возраста, а также снизить риск возникновения рака легких.

Цель работы: Провести сравнительный количественный анализ экстрагированного β -каротина из каротинсодержащего сырья.

Методы исследования

Для выделения каротиноидов из сырья применяют метод жидкостной экстракции. В качестве растворителя используют гексан. Содержание β -каротина в гексановом экстракте определяют оптическим методом.

Порядок выполнения работы

Лабораторная работа проводится фронтальным методом группами по два-четыре человека. Каждая группа получает экстракты различными методами.

В качестве источника β -каротина могут быть предложены морковь, облепиха, плоды рябины, тыква и другие.

Метод 1. Растительное сырье вымыть, обсушить фильтровальной бумагой, растереть на терке или растереть в фарфоровой ступке до получения кашицеобразной массы, тщательно перемешать. При необходимости очистить от кожуры.

В стеклянные стаканы на 50 мл взять навески исследуемого растительного сырья по 3 г, отвешенные с точностью до 0,01 г.

Перенести навески в фарфоровые ступки и растереть с небольшим количеством песка в течение 3–5 мин. Добавить немного Na_2CO_3 (гидрокарбоната натрия) с целью нейтрализации органических кислот, затем добавить Na_2SO_4 (сульфата натрия) и растереть все не более 15 мин до достижения порошкообразной консистенции. Поместить ступки с растертым растительным сырьем в темное место на 30 мин.

ВАЖНО: На всех этапах изолирования β -каротина воздействие света сводят к минимуму, оборачивая колбы и делительные воронки фольгой, а промежуточные продукты хранят в банках из темного стекла. Это связано с тем, что каротиноиды являются светочувствительными соединениями.

В воронку Бюхнера поместить бумажный фильтр и закрепить ее в колбе Бунзена. Перенести на фильтр обезвоженную массу из ступки. Ополоснуть ступку небольшим количеством гексана и вылить на фильтр. Чистым гексаном залить растительную массу так, чтобы она полностью покрылась

растворителем. С помощью вакуума экстракт отделяют, добавляя небольшие порции гексана до его полного обесцвечивания (общий объем растворителя не должен превышать 100 мл). Экстракт переносят в мерную колбу на 100 мл, доводят объем экстракта до метки гексаном.

Оптическую плотность экстракта определяют на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны – 440 нм, используя кювету толщиной 10 мм. В качестве стандартного раствора используют гексан. Рассчитать содержание β -каротина по формуле:

$$X = \frac{0,626VD}{m}$$

где X – содержание β -каротина в продукте, мг/100 г; 0,626 – коэффициент пересчета;

V – объем экстракта (100 мл);

D – оптическая плотность экстракта, отн. ед.;

m – навеска продукта, мг.

Метод 2. Растительное сырье предварительно измельчают, добавляя гидрокарбонат натрия в массовом соотношении 1:10. Экстракцию проводят при смешивании сырья и растворителя в соотношении 1:5. Отвешивают навеску 5 г измельченного сырья (с точностью 0,01 г.). Экстрагирование проводят трижды при постоянном перемешивании в делительной воронке при комнатной температуре до обесцвечивания сырья. Полученные порции экстрактов объединяют и подвергают анализу. По 1 мл гексанового извлечения помещают в мерные колбы вместимостью 25 мл и доводят объемы растворов до метки гексаном. Для полученных растворов регистрируют спектры поглощения на спектрофотометре в диапазоне от 250 до 700 нм в кюветах с длиной оптического пути – 10 мм. В качестве растворов сравнения используют гексан.

Порядок оформления отчета

Отчет должен содержать цель работы, краткое описание методики эксперимента, необходимые расчеты по приведенным формулам, расчет погрешности анализ данных и выводы. Результаты расчетов оформляют в виде таблицы.

Вопросы:

1. Каковы источники β -каротина?
2. Какова роль β -каротина в организме человека?
3. Какова классификация каротиноидов?
4. Каким образом идентифицируются каротиноиды?
5. Какие каротиноиды обладают провитаминной активностью?
6. Каким методом наблюдается наиболее полное извлечение β -каротина?

Лабораторная работа № 5

Исследование процессов экстракции бетанинов из свеклы с использованием ультразвука

Теоретическая часть

Беталаины являются группой водорастворимых пигментов высших растений и, подобно антоцианам, находятся в вакуолях клеток цветков, плодов и листьев.

По своей химической структуре они представляют собой алкалоиды. Это единственная группа алкалоидов, имеющих яркую окраску. В столовой свекле они в больших количествах накапливаются и в подземных частях растения, однако это является результатом длительной селекционной работы. К настоящему времени не найдены растения, где эти две группы пигментов – антоцианы и беталаины – встречаются одновременно [18].

Беталаины разделяются на бетацианины и бетаксантины. Красящими веществами свеклы являются красно-фиолетовые пигменты – бетацианины и желтые – бетаксантины [19]. Как и антоцианы, они изменяют свою окраску в зависимости от pH среды: в кислой среде они краснеют, а при понижении кислотности синеют. В очень кислой или сильнощелочной среде, а также при длительном нагреве он разрушается, и раствор буреет.

Бетацианины – азотсодержащие, гетероциклические соединения, состоящие из восстановленных индольного и пиридинового колец. Бетацианины могут быть монозидами или биозидами. Углеводный компонент чаще всего представлен глюкозой или глюконовой кислотой.

Бетацианины, помимо красящей способности, проявляют бактерицидное, антифунгицидное, антиоксидантное, а также общеукрепляющее действие на организм человека. Они предотвращают окислительные процессы, вызывающие у человека дегенеративные болезни, оказывают положительное влияние на работу желудочно-кишечного тракта. Они также активно участвуют в образовании холина, повышающего жизнедеятельность клеток печени, ингибируют процессы пролиферации раковых клеток, препятствуя возникновению злокачественных опухолей [20].

Корнеплоды красной столовой свеклы содержат в качестве основного бетацианина бетанин. Кроме бетанина, в небольшом количестве содержатся изобетанин и пребетанин. Спектральный анализ показал, что бетанин и его производные имеют максимум поглощения при длине волны $\lambda = 530\text{--}536$ нм, бетаксантин – $\lambda = 480$ нм.

Содержание красящих веществ в столовой свеклы зависит прежде всего от сорта, зрелости корнеплодов, их размеров, условий и длительности хранения. По мере роста корнеплодов общее содержание красящих веществ в пересчете на средний вес одного корнеплода равномерно возрастает, качественный состав пигментов не изменяется. Содержание пигментов выше в

корнеплодах, которые растут медленнее. Чем крупнее корнеплод, тем меньше в нем процентное содержание красящих веществ.

Аэрация свежего свекольного сока приводит к снижению интенсивности окраски на 20%. Свет также оказывает разрушающее воздействие на красящие вещества свекольного сока.

Цель работы: освоить методику ультразвуковой экстракции и извлечь с помощью данных методов красящие вещества из экстрактах красной столовой свеклы, полученных с применением ультразвуковой обработки.

Методы исследования

Содержание бетацианинов в корнеплодах свеклы столовой определяют по величине оптического поглощения на спектрофотометре экстрактов и сравнивают полученные значения с оптической плотностью стандартного раствора – 1% водного раствора серноокислого кобальта.

Порядок выполнения работы

- 1) Корнеплоды свеклы вымыть, обсушить фильтровальной бумагой, очистить от кожицы, натереть на терке и тщательно перемешать.
- 2) В стеклянные стаканчики вместимостью 50 мл отвесить навески исследуемых образцов свеклы по 1 г (с точностью до 0,001 г) в каждый стакан.
- 3) Перенести навески в мерные колбы на 250 мл. Стаканчики ополоснуть небольшим количеством дистиллированной воды и перелить содержимое в мерные колбы.
- 4) В каждую колбу прилить по 10 мл концентрированной соляной кислоты, довести объем до метки дистиллированной водой. Тщательно перемешать.
- 5) Отфильтровать полученные экстракты с помощью бумажных фильтров и использовать далее для определения концентрации красящих веществ.
- 6) Определить оптическую плотность полученных экстрактов и стандартного раствора сульфата кобальта, используя кювету толщиной 10 мм, на спектрофотометре при длинах волн 480 нм (для бетаксантина) и 535 нм (для бетанина) и рассчитать их концентрацию по формуле:

$$X = \frac{0,022D_1}{4mD_2} * 100$$

где X – содержание бетанина (бетаксантина), г/100 г;

0,022 – масса красящих веществ, которые по окраске соответствуют 1 дм³ стандартного раствора, г;

D_1 – оптическая плотность исследуемого раствора, отн. ед.;

D_2 – оптическая плотность стандартного раствора, отн. ед.;

m – масса навески, взятой для эксперимента, г.

Порядок оформления отчета

Отчет о проделанной работе должен содержать цель работы, краткое описание хода работы, необходимые расчеты. Полученные экспериментальные данные свести в таблицу.

Вопросы:

1. Что такое беталаины?
2. Какие основные красящие вещества свеклы?
3. Каковы свойства бетацианинов?
4. От чего зависит содержание красящих веществ в свекле?
5. Какие факторы негативно влияют на интенсивность окраски?
6. Как параметры ультразвука влияют на степень экстракции?

Раздел 5. Ультразвуковое получение эмульсий/гомогенизация. Использование ультразвука в молочной промышленности и при производстве продуктов на основе молока

Эмульгирование является важным средством доставки гидрофобных биоактивных соединений в ассортименте пищевых продуктов. Ультразвуковое получение эмульсий предлагает следующие преимущества по сравнению с обычными методами [10]:

- 1) Полученная эмульсия имеет частицы в субмикронном диапазоне с чрезвычайно узким распределением частиц по размерам;
- 2) Эмульсии более стабильны;
- 3) Добавление поверхностно-активного вещества для получения и стабилизации эмульсии не обязательно.
- 4) Энергия, необходимая для ультразвукового получения эмульсии, меньше, чем требуется в обычных методах.

В связи с вышеперечисленным, ультразвуковое эмульгирование вызывает интерес для обработки молочных продуктов. В пищевой промышленности ультразвуковое эмульгирование привлекает интерес к таким продуктам, как фруктовые соки, майонез и томатный кетчуп, при гомогенизации молока и в капсуляции аромата. Это сравнимо с микрофлюидизацией с точки зрения генерации субмикронных дисперсий, но есть признаки того, что эмульгирование пищевых масел может привести к некоторому ухудшению качества [10].

Лабораторная работа № 6

Исследование влияния сонохимической обработки на длительность хранения молока

Теоретическая часть

Широкий ассортимент промежуточных и потребительских товаров, таких как косметические средства и лосьоны для кожи, фармацевтические мази, лаки, краски и смазки и топливо, основан полностью или частично на эмульсиях. В лаборатории ультразвук применялся для получения эмульсии давно. Эмульсии представляют собой дисперсии двух или более несмешивающихся жидкостей. Высокоинтенсивный ультразвук обеспечивает мощность, необходимую для диспергирования жидкой фазы (дисперсная фаза) в виде мелких капель во второй фазе (непрерывная фаза). В зоне диспергирования взрывающиеся кавитационные пузырьки вызывают интенсивные ударные волны в окружающей жидкости и приводят к образованию струй жидкости с высокой скоростью жидкости [2–4]. Для стабилизации вновь образовавшихся капель дисперсной фазы от коалесценции, в эмульсию добавляют эмульгаторы (поверхностно-активные вещества, поверхностно-активные вещества) и стабилизаторы. Поскольку коалесценция капель после разрушения влияет на конечное распределение капель по размерам, эффективно стабилизирующие эмульгаторы используются для поддержания конечного распределения размеров капель на уровне, равном распределению сразу после разрушения капель в зоне ультразвукового диспергирования. Стабилизаторы фактически приводят к улучшению разрушения капель при постоянной плотности энергии.

Исследования эмульсий масла в воде (водная фаза) и воды-в-масле (масляная фаза) показали корреляцию между плотностью энергии и размером капель (например, диаметром Саутера). Существует четкая тенденция к уменьшению размера капель при увеличении плотности энергии. При соответствующих уровнях плотности энергии ультразвук может достигать среднего размера капель ниже 1 микрона (микроэмульсия).

Известно, что уменьшение размера жировых капель способствует не только формированию более устойчивых эмульсий, но также удлиняет их срок годности.

Цель работы: изучить влияние сонохимической обработки молочных продуктов на величину их жировых капель, а также на длительность хранения молока

Порядок выполнения работы

- 1) Налейте в шесть стаканов по 30 мл молока.
- 2) Обработайте молоко с использованием погружного соноэлектрода на мощности (по усмотрению преподавателя), в течение 5 мин, 10 мин, 20 мин, 30

мин и 60 мин.

3) Возьмите аликвоты из полученных образцов по 10 мкл и перенесите их на камеру Горяева. С помощью микроскопа оцените размер жировых капель в молоке до и после обработки ультразвуком.

4) Повторите эксперимент с использованием ультразвуковой ванны.

5) Оставьте образцы на несколько суток и понаблюдайте начало расслоения молочно-жировой фазы.

6) Исследуйте стабильность водно-жировых эмульсий (см. Лабораторную работу 10).

Порядок оформления отчета

Отчет о проделанной работе должен содержать цель работы, краткое описание хода работы, необходимые расчеты. Полученные экспериментальные данные свести в таблицу.

Вопросы:

1. Как изменился размер жировых капель в молоке с увеличением времени сонохимической обработки?

2. Как влияет тип сонохимической обработки на размер жировых капель в молоке?

3. Постройте графики зависимостей размера жировых капель от времени и типа обработки.

Лабораторная работа № 7

Исследование влияния сонохимической обработки на показатели качества мягкого мороженого

Теоретическая часть

Согласно Техническому регламенту Таможенного союза "О безопасности молока и молочной продукции" (ТР ТС 033/2013) [20], мороженое – это взбитые, замороженные и потребляемые в замороженном виде сладкие молочные продукты, молочные составные продукты, молочносодержащие продукты.

Сырье для изготовления мороженого закаленного молочного, сливочного и пломбира, а также показатели качества готового продукта должны соответствовать требованиям ГОСТ 31457-2012, для мороженого кисломолочного – ГОСТ 32929-2014 и изготавливаться по рецептурам и технологической инструкции с соблюдением требований санитарного законодательства государства, принявшего стандарт.

Различают мороженое закаленное, мороженое мягкое, мороженое с заменителем молочного жира. Мороженое закаленное – мороженое, подвергнутое замораживанию до температуры не выше минус 18 °С после

обработки во фризере и сохраняющее указанную температуру при его хранении, перевозке и реализации. Мороженое мягкое – мороженое, которое имеет температуру от минус 5 °С до минус 7 °С и реализуется потребителям непосредственно после обработки во фризере. Мороженое с заменителем молочного жира – мороженое (молокосодержащий продукт) с массовой долей жира не более 12 процентов.

Содержание потенциально опасных веществ в продукте не должно превышать допустимые уровни, установленные ТР ТС 021/2011 [21].

Технологический процесс производства мягкого мороженого включает приемку и подготовку сырья, расчет рецептуры и составление смеси, фильтрование смеси, пастеризацию, гомогенизацию, охлаждение, созревание, фризерование, фасование, закалывание (закаленное мороженое), упаковывание и хранение.

Смеси для мороженого готовят, пользуясь специальными рецептурами, которые рассчитывают, учитывая химический состав готового продукта, и при отсутствии того или иного сырья делают перерасчет рецептур. При расчете рецептуры учитываются массовые доли жира, сахарозы и сухого обезжиренного молочного остатка или сухих веществ и заданный вес [22].

Сырье для производства мороженого должно соответствовать действующей нормативно-технической документации.

Для создания и сохранения структуры и консистенции используют стабилизаторы или стабилизационные системы, которые включают несколько компонентов. Они связывают часть свободной воды, увеличивают вязкость и взбиваемость, повышают дисперсность воздушных пузырьков, что способствует формированию в мороженом более мелких кристаллов льда, лучшему сохранению структуры при хранении, увеличивает сопротивляемость мороженого таянию. В качестве стабилизаторов могут быть использованы агар, альгинат натрия, желатин, крахмалы, каррагинаны, камеди и другие.

Цель работы: Практически ознакомиться с технологией мягкого мороженого и изучить влияние сонохимической обработки на показатели качества готового продукта.

Методы исследования

Внешний вид и цвет мороженого определяют визуально. Консистенцию, структуру и вкус определяют органолептически. Взбитость определяют по ГОСТ 31457-2012.

Определение размера воздушных пузырьков проводят в соответствии с микроскопическим методом. Просматривают 10 полей зрения и вычисляют средний размер воздушных пузырьков.

Определение сопротивления таянию проводят по методике измерения продолжительности таяния. Образец мороженого отбирают специальным пробником в виде пустотелого цилиндра диаметром 35 мм и высотой 50 мм и

помещают в бумажный с полимерным покрытием стаканчик с отверстиями по краю дна для свободного стекания оттаявшей смеси. Сопротивляемость мороженого таянию характеризуется продолжительностью накопления 10 мл смеси, полученной при расплавлении мороженого в термостате при температуре 25 °С [24].

Порядок выполнения работы

Задание 1. Рассчитать рецептуру и приготовить смеси для мороженого с применением различных режимов сонохимической обработки и без нее.

Рецептуры смесей мороженого рассчитывают арифметическим, алгебраическим и нормативным методами.

1. Арифметический метод расчета смесей мороженого основанный на применении графических расчетов (квадрат Пирсона).

Строят квадрат и проводят в нем диагонали. В центре квадрата на пересечении диагоналей ставят требуемое содержание рассматриваемого ингредиента X (жир, СОМО, сахароза), в левых углах квадрата – массовая доля рассматриваемого ингредиента в продукте (сырье) X_1 и продукте (сырье) X_2 . Далее находят разности $(X-X_2)$ и (X_1-X) и записывают их в правых углах квадрата. Отношение величин, расположенных в правых углах квадрата, представляет требуемое соотношение количества смешиваемых продуктов K_1 и K_2 . Величины, выражающие долю одного из продуктов в смеси и содержание в нем рассматриваемого ингредиента, располагается при этом по горизонтали [22].

2. Алгебраический метод расчета смесей мороженого состоит в использовании системы уравнений для расчета количества компонентов мороженого.

При известном наборе компонентов для расчета рецептуры составляют несколько уравнений материального баланса по числу видов молочного сырья.

Первое уравнение составляют по количеству смеси и сырья, остальные – по балансу составных частей:

$$\begin{aligned} M_1 + M_2 + M_3 + \dots &= M_{см} - M_{н.с.} \\ M_1Ж_1 + M_2Ж_2 + M_3Ж_3 + \dots &= M_{см}Ж_{см} \\ M_1СОМО_1 + M_2СОМО_2 + M_3СОМО_3 + \dots &= M_{см}СОМО_{см} \\ M_1C_1 + M_2C_2 + M_3C_3 + \dots &= M_{см}C_{см} \end{aligned}$$

где M_1, M_2, M_3 – неизвестная масса различных видов молочного сырья, кг; $M_{см}$ – заданная масса смеси, кг; $M_{н.с.}$ – масса немолочных видов сырья, кг; $Ж_1, Ж_2, Ж_3, Ж_{см}$ – массовая доля жира в соответствующих видах сырья и смеси, %;

СОМО1, СОМО2, СОМО3, СОМОсм – массовая доля сухого обезжиренного молочного остатка в соответствующих видах сырья и смеси, %;

С1, С2, С3, Ссм – массовая доля сахара в соответствующих видах сырья и смеси, %.

3. Нормативный метод расчета смесей мороженого.

Для этого метода расчета необходимо иметь основную рецептуру и нормативы к ней. Использование нормативов для преобразования основной рецептуры позволяет получить различное число новых рецептов мороженого, различающихся между собой количественным соотношением сырья. При этом химический состав мороженого и номенклатура сырья основной рецептуры полностью сохраняются.

4. Метод произвольного выбора.

Задают определенную массу нескольких или одного из основных содержащего жиры компонента. После расчета массовой доли вносимого в смесь компонента с заданным содержанием жира, определяется дополнительная массовая доля жира, необходимая для получения стандартной смеси. Недостаточную массовую долю жира вносят с иными составляющими смеси с учетом необходимой массовой доли жира в них и определяют массу каждого из вводимых компонентов. После определяют количество СОМО, внесенного с жиросодержащими компонентами, и пополняют его нехватку за счет молочных продуктов, которые не содержат жир. Затем высчитывают массу сахара-песка, предусматривая при этом массовую долю сахарозы, добавленную ранее с другими компонентами сырья. Расчеты завершаются подсчетом количества воды по разности между нужной массой смеси и суммарной массой выбранных компонентов.

Если содержание жира и сухих веществ отклоняется от значений, указанных в принятой рецептуре, смесь следует нормализовать. Составление смеси желательно осуществлять строго по рецептуре. В тех случаях, когда это невозможно, лучше применять более высокое содержание сухих веществ [22].

До смешивания компоненты необходимо подготовить. Сухие компоненты смешиваются отдельно. Слежавшиеся сухие молочные продукты дробят перед использованием. Сухие молочные и яичные продукты для более полного и быстрого растворения рекомендуется тщательно перемешивать с предварительно просеянным сахаром-песком. Сливочное масло, даже при малых химических изменениях в верхнем слое, зачищают, режут и расплавляют. Стабилизатор подготавливают в соответствии с инструкцией.

В первую очередь вносят жидкие компоненты, подогревают до температуры 40–45°C для наиболее полного и быстрого растворения. Затем добавляют сгущенные молочные компоненты. Последними вносят сухие компоненты. Из-за вероятности заварки белка и топления жира нельзя допускать растворения компонентов при температуре свыше 60°C.

Для удаления механических примесей смесь фильтруют после растворения компонентов и после пастеризации, используя два слоя марли.

В случае если мороженое вырабатывают с использованием растительного жира или заменителем молочного жира, то необходимо провести эмульгирование при температуре 60–65 °С с целью его равномерного распределения по всему объему. Для этого используют эмульгаторы или диспергаторы.

Смесь пастеризуют в емкости при одном из следующих режимов: при температуре 68–72 °С с выдержкой 25–30 мин, при 73–77 °С в течение 15–20 мин или при 83–87 °С в течение 3–5 мин.

Режимы гомогенизации выбирают в зависимости от вида мороженого, а именно, для молочного мороженого – 12,5–15,0 МПа, для сливочного мороженого – 10,0–12,0 МПа, для пломбира – при 7,5–9,0 МПа. При двухступенчатой гомогенизации на первой ступени осуществляется дробление жировых шариков под давлением от 7 до 12,5 МПа, на второй ступени при 4,5–5,0 МПа. Процесс гомогенизации проводят с целью стабилизации эмульсии, дробления крупных шариков жира на более мелкие и повышения однородности смеси. При созревании смеси после гомогенизации жир не отстаивается, смесь лучше взбивается при фризеровании, а при ее закаливании влага замерзает в виде мельчайших кристаллов, и мороженое приобретает лучшую консистенцию и пластичность. Смеси для плодово-ягодного и ароматического мороженого гомогенизации не требуют.

После гомогенизации смесь быстро охлаждают до температуры 2–6 °С. После охлаждения смесь рекомендуется выдерживать для созревания при температуре не выше 6 °С от 2 до 24 ч или не более 48 ч при температуре 0 – 4°С. Целью созревания является повышение взбиваемости смеси при фризеровании и улучшение консистенции готового продукта [22].

Задание 2. *Ознакомиться с принципом работы фризера. Выработать мягкое мороженое, изучить влияние сонохимической обработки на показатель взбитости в процессе фризирования, размер кристаллов льда и воздуха, сопротивление таянию. Провести органолептическую оценку полученных образцов мороженого.*

В процессе фризирования происходит одновременное частичное замораживание смеси и непрерывное насыщение ее воздухом в виде мельчайших пузырьков. Во фризер смесь поступает с температурой в диапазоне от 2 до 6 °С, при этом температура мороженого на выходе из фризера не должна превышать от –3,5°до –6 °С.

На первой стадии фризирования происходит дальнейшее охлаждение смеси. После достижения криоскопической температуры вода в смеси мороженого начинает превращаться в мельчайшие кристаллы льда. В незамороженной части влаги повышается концентрация растворенных веществ (сахарозы, лактозы, минеральных веществ) и понижается температура замораживания. Таким образом, процесс фризирования происходит при постепенно понижающейся температуре продукта. В результате фризирования вымораживается до 30–60 % воды. Одновременно с замораживанием смеси во

фризере происходит ее насыщение воздухом. Формирующиеся в мороженом воздушные пузырьки, их размеры, равномерность распределения, объемная доля воздуха в продукте также оказывают значительное влияние на структуру и вкусовые качества мороженого [10]. Взбитость мороженого характеризуется отношением разности масс смеси и мороженого одного и того же объема, выраженным в процентах.

Чем выше концентрация сухих веществ, степень дисперсности жира и скорость замораживания, тем мельче кристаллы и нежнее структура готового мороженого.

Порядок оформления отчета

В отчете необходимо указать цель работы, краткое описание хода эксперимента. Следует привести расчеты рецептуры для составления смеси. Результаты по определению показателей качества оформить в виде таблицы. Сделать выводы об изменении качества выработанного мягкого мороженого при использовании ультразвуковой обработки.

Вопросы:

1. Что такое мягкое и закаленное мороженое?
2. Какой документ регламентирует показатели качества готового продукта?
3. Каковы основные этапы производства мороженого?
4. Кратко охарактеризуйте способы нормализации смеси для мороженого.
5. От чего зависит выбор режимов гомогенизации смеси?
6. Каковы основные показатели качества мороженого?

Раздел 6. Использование ультразвука для стерилизации пищевых продуктов

Микроорганизмы и ферменты являются основными факторами, ответственными за ухудшение качества пищи. Микроорганизмам, таким как бактерии и споры, для роста требуется среда, богатая питательными веществами и водой, чтобы они могли размножаться. В связи с этим, пища является подходящей средой для их обитания. Кроме того, ферменты, присутствующие естественным образом в пище, расщепляются до питательных веществ, например расщепление жиров с помощью липаз или белков протеазами. Обычно термическая обработка убивает растительные микроорганизмы и некоторые споры, инактивирует ферменты. Однако время и температура процесса пропорциональны количеству потери питательных веществ, а также вызывают развитие нежелательных ароматов и ухудшение функциональных свойств продуктов питания.

Обычная термическая пастеризация и стерилизация являются наиболее распространенными методами, используемыми в настоящее время для инактивации микроорганизмов и ферментов в пищевых продуктах. К несчастью, интенсивность обработки, время и температура процесса также пропорциональны количеству потери питательных веществ, развитию нежелательных ароматов и ухудшению функциональных свойств пищи и товаров.

Ультразвук предоставляет метод улучшения таких процессов благодаря эффектам кавитации. Использование ультразвука в пастеризации вызывает интерес особенно применимо к молочной промышленности. Ультразвуковая обработка оказалась эффективной для разрушения *E. coli*, *Pseudomonas fluorescens* и *Listeria monocytogenes* без вредного воздействия на общий белок или казеин, содержащийся в пастеризованном молоке [10]. Механизм уничтожения микробов в основном обусловлен истончением клеточных мембран, локальным нагревом и выработкой свободных радикалов. Ультразвук также оказался эффективным в инактивации ферментов, таких как пектинметилэстеразы, полифенолоксидазы и пероксидазы, ответственных за порчу фруктовых и овощных соков и различных ферментов, относящиеся к качеству молока [20]. В сочетании с термической обработкой ультразвук может ускорить скорость стерилизации продуктов питания, уменьшая, таким образом, как продолжительность, так и интенсивность термической обработки и результирующий ущерб продукту. Преимущества ультразвуковой пастеризации заключаются в минимизации потери вкуса (что обычно случается при перегреве молока), большая однородность обработки и значительная экономия энергии.

Ультразвук является одним из новых методов сохранения продуктов, который может устранить микробную активность и разрушать биологические клетки. Известно, что при достаточно высоких значениях акустической мощности ультразвук разрушает клетки [1–4].

Клетка может быть инактивирована с меньшей интенсивностью ультразвука, чем необходимо, чтобы вызвать нарушение мембраны. Механизм уничтожения микробов в основном обусловлен истончением клеточных мембран, локальным нагревом и производством свободных радикалов [10].

Акустическую кавитацию можно разделить на два типа: переходную и стабильную [9]. Первый тип кавитации происходит, когда кавитационные пузырьки, заполненные газом или паром, подвергаются нерегулярным колебаниям и, наконец, взрываются. Это производит высокие местные температуры и давления, которые разрушают биологические клетки и денатурируют ферменты. Взрывающийся пузырь также создает большие сдвиговые силы и струи жидкости в используемом растворителе, который может иметь достаточно энергии, чтобы физически повредить клеточную стенку или клеточную мембрану. Стабильная кавитация, с другой стороны, относится к пузырькам, которые колеблются в регулярной манере для многих

акустических циклов. Пузырьки вызывают микроструи в окружающей жидкости, которая также может вызывать стресс у микробиологических видов. Эффект инактивации ультразвуком также приписывают к явлению внутриклеточной кавитации, и эти механические потрясения могут нарушить клеточные структурные и функциональные компоненты до точки лизиса клеток.

Споры кажутся более устойчивыми, чем вегетативные формы, в то время как сообщается, что ферменты инактивируются ультразвуком из-за деполимеризационного эффекта. Критическими факторами обработки являются природа ультразвуковых волн, время экспозиции с микроорганизмами, тип микроорганизмов, объем обработанной пищи, состав пищи и температура. Эффекты, однако, не являются достаточно серьезными для достаточного уничтожения микроорганизмов при использовании только ультразвука [10]. Это может достигаться путем сочетания ультразвука с нагревом или давлением или обоими.

Лабораторная работа № 8

Снижение концентрации посторонних микроорганизмов в жидких пищевых продуктах после ультразвуковой обработки

Теоретическая часть

Ультразвуковая обработка способствует также дополнительной стерилизации получаемого продукта. Среди новых нетепловых технологий применение ультразвука приобретает все большее значение, поскольку оно повышает микробную безопасность и продлевает срок годности, особенно в чувствительных к нагреванию пищевых продуктах. Ультразвуковые волны имеют то преимущество, что они экологичны и нетоксичны, в отличие от других методов, применяемых в пищевой промышленности для увеличения срока хранения фруктов и овощей [10].

Например, известно, что ультразвук может инактивировать *B. subtilis* [4, 5].

Механизм инактивации обработки ультразвуком против бактериальных спор все еще остается предметом обсуждения. Одним из возможных механизмов инактивации является локальный градиент температуры, который инактивирует споры, повреждая структуры спор.

Ультразвуковая обработка также может уменьшить микробную нагрузку из-за кавитации, которая повреждает биологические виды из-за повышения локальной температуры и давления продукта. Ультразвуковая обработка создает ударные волны и гидроксильные радикалы, что в конечном итоге усиливает биоцидный эффект [10].

Цель работы: изучить влияние ультразвуковой обработки на концентрацию посторонних микроорганизмов в жидких пищевых продуктах.

Порядок выполнения работы

- 1) Налейте в шесть стаканов по 30 мл молока.
- 2) Обработайте молоко с использованием погружного сонотрода на мощности (по усмотрению преподавателя), в течение 5 мин, 10 мин, 20 мин, 30 мин и 60 мин.
- 3) Возьмите аликвоты из полученных образцов по 10 мкл и рассыйте их на среду питательного агара с последующей культивацией в течение 24 ч.
- 4) На следующее утро подсчитайте количество сформировавшихся колоний.
- 5) Повторите эксперимент с использованием ультразвуковой ванны.

Вопросы:

1. Как изменилась концентрация КОЕ после сонохимической обработки?
2. Какая зависимость между временем обработки и концентрацией КОЕ в чашке? Как вы думаете, почему зависимость выглядит таким образом?
3. Есть ли разница между количеством КОЕ после сонохимической обработки молока в ванне и с погружным соноотродом в течение одинакового промежутка времени? Чем может быть обусловлена схожесть/отличие?

Лабораторная работа №9

Исследование влияния сонохимической обработки на процесс распылительной сушки растительных экстрактов или (жидких продуктов)

Теоретическая часть

В промышленности распылительная сушка обычно применяется в производстве сухого порошка из растворов, суспензий или эмульсии. При распылительной сушке происходит испарение растворителя из высушиваемого продукта. В результате получают сухие порошкообразные продукты, которые отличаются высоким качеством получаемого продукта вследствие малого термического воздействия на материал в процессе сушки, возможностью регулирования конечных свойств термостойких материалов, технологической простотой ввиду отсутствия таких промежуточных стадий, как кристаллизация, фильтрация, центрифугирование, размол [25].

Насыщенные продукты или прошедшие предварительную гигротермическую обработку высушиваются быстрее, позволяя экономить ресурс времени, а также энергию. Сырье перекачивается из резервуара подачи продукта в распылитель, расположенный вместе с воздухораспределителем в

верхней части сушильной камеры. Высушиваемый продукт с помощью форсунок или вращающихся дисков распыляется (диспергируется) в сушильную камеру. Сушильный воздух забирается подающим вентилятором из атмосферы и направляется через фильтр и через нагреватель в воздухораспределитель. Распыленные капли контактируют с горячим воздухом и испаряются, воздух при этом охлаждается. Здесь он контактирует с сушильным агентом. Благодаря распылению достигается значительное увеличение поверхности испарения. При этом происходит интенсивный массо- и теплообмен между высушиваемым продуктом и сушильным агентом. Диспергированные частицы подаваемого продукта теряют влагу за довольно небольшой промежуток времени. Высыхая, продукт под действием силы тяжести опускается на дно сушильной камеры. Здесь он собирается и непрерывно выводится из зоны сушки. Часть сухих частиц продукта не опустится на дно камеры. Она осядет на пылеотделителях, через которые проходит сушильный агент.

Качество высушенных распылением продуктов зависит от таких факторов, как температура на входе, скорость осушения воздуха, скорость подачи сырья, скорость распыления, концентрация сухих веществ.

В зависимости от молекулярной структуры высушиваемого продукта и заданного режима сушки структура высушенных частиц продукта может быть различной: монолитной, пустотелой или губчатой. Это зависит от режима сушки и изначальной структуры самого продукта.

В зависимости от конструкции распылительной сушилки возможно получать гомогенные или матричные частицы размером от 200 нм до 60 мкм. Для безопасной работы с органическими растворителями используют «ловушку» или инертный контур, что обеспечивает работу в атмосфере инертного газа.

Наличие большого диапазона температур для сушки дает возможность обрабатывать сложные продукты липкой структуры. В результате полного высыхания камеры отсутствуют коррозионные процессы на внутренней поверхности сушильной камеры [26].

Преимущества использования распылительной сушки

- Легкость регулировки показателей качества высушенного продукта путём изменения параметров режима сушки.
- Высокая интенсивность испарения влаги достигается за счёт дисперсного распределения материала в рабочей камере, через которую движется сушильный агент, при этом удельная поверхность испарения значительно увеличивается. При контакте с горячим воздухом может быть мгновенно испарено 95–98% воды, и процесс сушки занимает всего несколько секунд.
- В процессе распылительной сушки капли жидкости движутся в одном направлении с горячим воздухом, обеспечивая оптимальное

смешивание с распыленным сырьем. Несмотря на то, что температура входящего горячего воздуха высокая, она мгновенно понижается при контакте с распыленной жидкостью в сушильной камере. Таким образом, сырье не будет перегрето, что является преимуществом при работе с термочувствительными материалами.

- Метод распылительной сушки в большинстве случаев позволяет упростить технологию получения сухого порошка и полностью её механизировать.

- Нет необходимости проводить измельчение высушенного продукта.

- Высокая производительность сушильных установок распылительного типа требует небольшого количества обслуживающего персонала.

- Широкий диапазон возможных температур в зоне сушки.

- Сушка распылением исключает попадание пыли из частиц высушиваемого продукта в производственные помещения, что является важным фактором при сушке вредных для человека веществ.

- Распылительная сушка позволяет легко получить сухой продукт, состоящий из нескольких компонентов.

Для этого их смешивают в жидком состоянии перед распылением в сушильной камере или производят их одновременное распыление.

- Распылительная сушка позволяет получить порошкообразный продукт с заданными структурными, дисперсными и показателями качества.

Метод распылительной сушки успешно применяется не только в пищевой, но и в химической, а также в фармацевтической промышленности. Этот процесс является непрерывным, что обеспечивает постоянную температуру сушки и скорость потока продукта.

В фармацевтической промышленности распылительную сушку применяют для производства активных фармацевтических ингредиентов; в пищевой промышленности применяют для производства порошков злаковых культур, порошков куриного мяса, мясных приправ, сухого молока и его заменителей, какао, быстрорастворимого чая и кофе, соевого и арахисового белка, белковых гидролизатов, заменителей яичного белка (желтка), сахара из кукурузной вытяжки, кукурузного крахмала, глюкозы, пектина и т.д. В химической промышленности распылительную сушку применяют для производства фторидов щелочных металлов, формальдегида кремниевой кислоты, катализаторов, аминокислот, удобрения и т.д. Установки для распылительной сушки также используют при производстве пластмасс, смол и при производстве керамики.

Распылительную сушку также можно использовать для инкапсуляции для удержания активного компонента внутри оболочки. Активное вещество может быть летучим соединением, маслом, витаминами, ароматизаторами и др. В качестве капсулирующего агента используют сахар, крахмалы, целлюлозу,

мальтодекстрины, полимеры, сухую кукурузную патоку, камеди, полимеры, воск или белки.

Цель работы: Практически ознакомиться с принципом работы лабораторной распылительной сушилки. Исследовать влияние сонохимической обработки на выход и показатели качества сухого молочного сыря.

Методы исследования

Кислотность молока по ГОСТ Р 54669

В колбу емкостью 100 см³ отмеряют 10 см³ молока и 20 см³ дистиллированной воды. В смесь добавляют 3 капли 1 %-го спиртового раствора фенолфталеина и тщательно перемешивают. Отметив уровень щелочи из бюретки, по каплям прибавляют в колбу при постоянном помешивании 0,1 н. раствор едкого натра (или КОН) до появления слабо-розового окрашивания, соответствующего приготовленному эталону, не исчезающего в течение 1 мин.

Для приготовления контрольного эталона в колбу вместимостью 100 см³ отмеряют пипеткой 10 см³ молока, 20 см³ воды, 1 см³ 2,5 %-го раствора сернокислого кобальта, перемешивают.

Отсчитать количество щелочи (см³), пошедшее на титрование 10 см³ молока. Для выражения кислотности молока в градусах Тернера количество щелочи (см³), израсходованной на титрование 10 см³ молока, умножают на 10, таким образом, делая перерасчет на 100 см³ молока. Расхождение между параллельными определениями должно быть не более 1 °Т. Для выражения кислотности в градусах молочной кислоты значение градусов титрования умножают на 0,009 (количество молочной кислоты в граммах, эквивалентное 1 см³ 0,1 н. щелочи). Для титрования возможно взять 5, 10, 20 см³ молока, но в любом случае необходимо сделать перерасчет на 100 частей молока.

Определение активной кислотности проводят с помощью рН-метра

В стаканчик отбирают 40 ± 5 см³ молока температурой 20 ± 2 °С и погружают электрод. Электроды не должны касаться стенок и дна стакана. Через 15–20 с снимают показания по шкале прибора. Если термокомпенсатор не встроен в конструкцию электрода, то его тоже погружают в стакан с пробой.

Определение массовой доли жира в молоке по ГОСТ Р ИСО 2446

Сущность метода Гербера – молочный жир в бутирометре отделяют путем центрифугирования после растворения белков молока серной кислотой, вследствие чего оболочки жировых шариков разрушаются и образуется единый жировой слой. Ускорению и полному отделению жира от плазмы способствует

добавление изоамилового спирта.

Для определения массовой доли жира в чистый молочный жирометр (бутирометр), помещенный в штатив, стараясь не смочить горлышко, приливают 10 мл серной кислоты плотностью 1810–1820 кг/м³. Затем пипеткой вместимостью 10,77 мл медленно добавляют в бутирометр молоко так, чтобы жидкости не смешивались. Выдувание молока из пипетки не допускается. Затем в бутирометр добавляют 1 мл изоамилового спирта и закрывают сухой резиновой пробкой. Жирометр обертывают полотенцем и переворачивают 4–5 раз до полного растворения белковых веществ и для полного перемешивания. После этого бутирометры ставят пробкой вниз в водяную баню с температурой 65±2 °С на 5 мин. Вынув из бани, жирометры помещают в центрифугу, располагая их симметрично один против другого. При нечетном количестве жирометров в центрифугу помещают бутирометр, наполненный водой. Центрифугирование проводят в течение 5 мин. Бутирометры вынимают из центрифуги и движением резиновой пробки регулируют столбик жира так, чтобы он находился в трубке со шкалой. Затем жирометры помещают в водяную баню с температурой 65±2 °С на 5 мин, вынимают из нее и быстро производят отсчет жира.

Движением пробки вверх или вниз устанавливают нижнюю границу столбика жира на целом делении шкалы жирометра и от него отсчитывают число делений до нижней точки мениска столбика жира. Показание жирометра соответствует содержанию жира в молоке в процентах. Граница раздела жира и кислоты должна быть резкой, а столбик жира прозрачным (светло-желтого цвета).

Определение белка формальным титрованием по ГОСТ 25179

Метод основан на нейтрализации карбоксильных групп моноаминодикарбоновых кислот белков раствором гидроксида натрия, количество которого, затраченное на нейтрализацию, пропорционально массовой доле белка в молоке.

В колбу пипеткой отмеривают 20 см³ (мл) молока, добавляют 0,25 см³ (мл) 2 %-го спиртового раствора фенолфталеина, перемешивают содержимое колбы и титруют 0,1 н. раствором гидроокиси натрия (гидроксидом калия) до слабо-розового окрашивания, соответствующего эталону и не исчезающего в течение 30 с. После первого титрования к образцу добавляют 4 см³ (мл) 30–40 %-го раствора нейтрализованного щелочью формалина, перемешивают и снова титруют 0,1 н. раствором щелочи до бледно-розового окрашивания, соответствующего окраске эталона. Массовую долю белка получают умножением количества гидроокиси натрия (калия), пошедшей на нейтрализацию образца после добавления 30–40 %-го раствора формалина 0,959.

Приготовление эталона окраски: В колбу отмеривают 20 см³ (мл) молока, прибавляют 0,5 см³ (мл) 2,5% раствора сернокислого кобальта и перемешивают круговыми движениями.

Определение сухих веществ ускоренным методом по ГОСТ 3626-73

В бюксу на дно укладывают два кружка марли и высушивают с открытой крышкой при 105 °С в сушильном шкафу в течение 30 мин. Затем бюксы закрывают крышкой и охлаждают в эксикаторе 20 мин и взвешивают.

В подготовленную бюксу пипеткой вносят 3 см³ молока, равномерно распределяя его по всей поверхности марли и, закрыв крышкой, взвешивают. Затем открытую бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф при 105 °С на 60 мин, после чего бюксу закрывают, охлаждают в эксикаторе и взвешивают.

Высушивание и взвешивание продолжают через 20–30 мин до получения разницы в результатах между последовательными взвешиваниями не более 0,001 г. Массовую долю сухого вещества (СВ) в процентах определяют по формуле:

$$СВ = \frac{M_1 - M_0}{M - M_0} * 100$$

где M_0 – масса бюксы с марлей, г; M – масса бюксы с навеской до высушивания, г; M_1 – масса бюксы с навеской после высушивания, г

При наличии в лаборатории анализатора молока все вышеуказанные параметры измеряют автоматическим способом.

Выход сухого порошка

Выход продукта из образцов после распылительной сушки рассчитывают согласно формуле:

$$\text{Выход продукта(\%)} = \frac{\text{Масса высушенного порошка (г)}}{\text{Масса молока перед высушиванием (г)}} * 100$$

Определение кислотности сухого молока по ГОСТ 30305.3

В фарфоровую ступку отвесить 1,25 г сухого молока. Небольшими порциями при тщательном растирании комочков добавить 10 см³ воды (температура 60–65 °С). Раствор охладить и влить еще 20 см³ воды (температура 20 °С) и добавить 3 капли фенолфталеина. Содержимое ступки оттитровать 0,1 н. раствором NaOH до получения слабо-розового окрашивания. Количество щелочи (см³), пошедшей на титрование, умножить на 10.

Полученное число покажет кислотность молока в градусах Тернера

Определение массовой доли молочной кислоты осуществляют расчетным путем, умножая численное значение показателя титруемой кислотности на 0,009.

Определение размера частиц

Размер частиц полученного порошка определяют с помощью микроскопа или анализатора размера частиц.

Определение массовой доли влаги сухого молока по ГОСТ 29246

Метод 1: Бюксу и крышку помещают в сушильный шкаф и выдерживают при температуре 125 ± 2 °С в течение 20 мин. Затем бюксу с крышкой охлаждают в эксикаторе в течение 40 мин.

В бюксу взвешивают 4–5 г сухого молока с 0,005 г, равномерно распределяя продукт по дну бюксы.

Открытую бюксу с пробой и крышку помещают в сушильный шкаф и сушат при температуре 125 ± 2 °С.

Сухое молоко от 1 до 30% высушивают в течение 25 мин. Затем бюксу закрывают крышкой, охлаждают в эксикаторе в течение 15–20 мин и взвешивают с отсчетом показаний до 0,005 г.

Массовую долю влаги (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m - m_1}{m_0} * 100$$

где m – масса бюксы с крышкой и пробой анализируемого продукта до высушивания, г; m_1 – масса бюксы с крышкой и пробой анализируемого продукта после высушивания, г; m_0 – масса пробы анализируемого продукта до высушивания, г.

Метод 2: Метод высушивания на приборе Чижовой

Для определения массовой доли влаги с помощью влагомера Чижовой применяют пакеты из газетной бумаги размером 150 на 150 мм. Лист бумаги складывают по диагонали, загибают углы, а затем края, примерно на 15 мм. Бумажный пакет вкладывают в листок пергамента несколько большего размера, чем пакет, не загибая краев. Готовые пакеты высушивают в приборе в течение 3 мин при температуре 140–142 °С, охлаждают и хранят в эксикаторе.

Подготовленный пакет взвешивают, помещают в него 4,00 г сухого молока, распределяя пробу равномерно по внутренней поверхности пакета, и быстро взвешивают. Массу пустого пакета и пакета с пробой записывают. Пакет с пробой закрывают, помещают в прибор, нагретый до температуры 140–142 °С и выдерживают необходимое время при данной температуре.

Продолжительность сушки сухого обезжиренного молока составляет 2 мин, сухого цельного – 3 мин. Одновременно можно высушить два пакета. Пакеты с высушенными пробами охлаждают в эксикаторе 3–5 мин и взвешивают. Массовую долю влаги (W) в процентах вычисляют по формуле:

$$W = 25\Delta m$$

где Δm – разница значений масс пакета с пробой анализируемого продукта до и после высушивания, г; 25 – коэффициент пересчета результата анализа в проценты, %/г.

Определение массовой доли жира сухого молока по ГОСТ 29247

В два стакана вместимостью 25 см³ взвешивают с точностью до 0,005 г по 5 г сухого молока. Приливают по 10 см³ серной кислоты плотностью 1550 кг/м³, тщательно перемешивают стеклянной палочкой для полного растворения продукта. Пробы из стаканов через воронку переносят в два бутирометра, помещенные в штатив. Затем небольшим объемом (5–6 см³) кислоты той же плотности из прибора для дозирования ополаскивают стакан и палочку и через воронку выливают в бутирометры, смывая остатки продукта со стенок воронки. Добавляют по 1 см³ изоамилового спирта. Далее анализ проводят, как указано выше (см. Определение массовой доли жира в молоке по ГОСТ Р ИСО 2446).

Массовую долю жира в сухом молоке определяют в % по шкале жиромера. За окончательный результат анализа принимают значение результатов двух параллельных определений.

Индекс растворимости сухого молока по ГОСТ 30305.4

9 г сухого обезжиренного молока или 12,5 г сухого цельного молока 25%-ной жирности или 12,0 г сухого цельного молока 20%-ной жирности или 10,5 г сухого молока 15%-ной жирности, тщательно перемешивают в 100 мл воды при температуре 40±2 °С. Молоко оставляют на 15 минут при температуре 18–25 °С, затем перемешивают шпателем. Восстановленное молоко в количестве 10 мл наливают в центрифужную пробирку, закрывают пробкой и центрифугируют в течение 5 мин. По окончании центрифугирования, при отсутствии четкой границы, надосадочную жидкость сливают, оставляя над осадком ее слой высотой около 5 мм. Доливают в пробирки воду температурой 18–25 °С до метки, перемешивают содержимое пробирок, закрывают пробками и центрифугируют в течение 5 мин.

Количество осадка выражается в мл и называется индексом растворимости. Обычно он составляет 0,2 мл (см³) для сухого молока, полученного на современных хорошо спроектированных выпарных аппаратах и

сушилках из высококачественного молочного сырья.

Определение смачиваемости сухого молока

Смачиваемость – это способность порошка смачиваться водой при данной температуре. Для определения данного показателя 10 г сухого обезжиренного молока или 13 г сухого цельного молока насыпают в 100 мл воды с температурой 20 ± 2 °С. Время, необходимое для смачивания всего порошка, определяют с помощью секундомера и выражают в секундах.

Важно: Международная федерация по молочному животноводству (IDF) предписывает вводить 10 г сухого обезжиренного или цельного молока в 250 мл воды при температуре 25 °С.

Определение степени гидратации сухого молока

0,5 г сухого молока переносят в стакан с 50 мл воды, тщательно перемешивают и переносят в пробирку. Пробирку переворачивают 8 раз, а затем центрифугируют 5 минут. По количеству осадка определяют степень гидратации:

Степень гидратации = (мл осадка x 12) – показатель растворимости

Определение плотности частиц сухого молока

Плотность частиц (г / мл) определяется как масса частиц, имеющих общий объем 1 мл. 25 г сухого молока отвешивают в цилиндр и добавляют к нему 50 мл петролейного эфира, перемешивают до полного суспендирования молока. Используя резиновый шпатель, соскребают все частицы порошка со стенок цилиндра и смывают их еще 10 мл эфир.

Плотность частиц рассчитывают по формуле:

$$D_{\text{частиц}} = \frac{\text{Вес порошка (г)}}{\text{Общий объем петролейного эфира и взвешенных частиц (мл)} - 60}$$

Определение дисперсности сухого молока

Диспергируемость порошка в воде определяется его способностью распадаться на частицы, проходящие через сито с размером ячеек 150 мкм. Взвешивают $26 \pm 0,1$ г сухого обезжиренного молока (СОМ) или $34 \pm 0,1$ г сухого цельного молока (СЦМ). Отмеряют $250 \pm 0,1$ г деионизированной воды с температурой $25 \pm 0,2$ °С в сухой стеклянный стакан, следя за тем, чтобы внутренняя часть стакана выше уровня воды оставалась сухой. Высыпают навеску молока на поверхность воды и включают секундомер. Медленно

погружают шпатель в стакан, пока он не коснется дна (5 с). В течение следующих 5 с содержимое перемешивают, совершая одно полное перемешивающее движение в секунду, то есть плавное и непрерывное движение шпателя назад и вперед по диаметру стакана. При этом конец шпателя находится в постоянном контакте с дном стакана и слегка отклоняется от боковой части стакана, что минимизирует накопление сухого молока на боковой стороне стакана. Не останавливаясь, продолжают перемешивание таким же образом в течение последующих 15 секунд, но шпатель держат в вертикальном положении. Таким образом, за 20 секунд совершают 20 полных перемешивающих движений. Полученный раствор фильтруют через сито с диаметром ячеек 150 мкм (Рисунок 6). Массовую долю сухих веществ в фильтрате определяют высушиванием в бюксах 8–12 г фильтрата в сушильном шкафу при температуре 102 °С, аналогично методике определения сухих веществ в молоке.

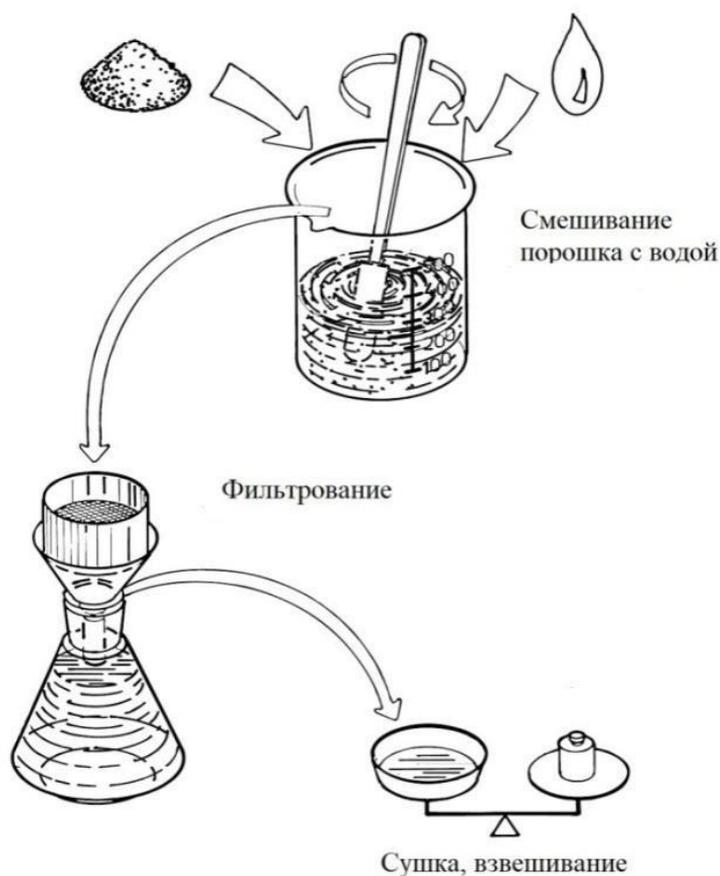


Рисунок 6 – Определение диспергируемости

Диспергируемость рассчитывают по одной из следующих формул:

$$D_{\text{СОМ}} (\%) = \frac{СВ * 962}{100 - (СВ + Вл)}$$

$$D_{\text{СЦМ}} (\%) = \frac{СВ * 735}{100 - (СВ - Вл)}$$

$D_{\text{СОМ}}$ – диспергируемость сухого обезжиренного молока, %;

$D_{\text{СЦМ}}$ – диспергируемость сухого обезжиренного молока, %;

СВ – содержание сухих веществ в фильтрате, %;

Вл – массовая доля влаги в молоке, %

Порядок выполнения работы

Преподаватель задает наименование сырья, предназначенного для сушки. При работе на лабораторной распылительной сушилке сушку можно осуществлять без предварительного сгущения сырья. Сушке может быть подвергнуто сырье с массовой долей влаги 40–90 %. При необходимости молочное сырье подвергают сгущению на ротационном испарителе или ультрафильтрационной установке до желаемого содержания сухих веществ.

В качестве контрольного образца используют образец без ультразвуковой обработки. Опытный образец подвергают ультразвуковой обработке при режимах, указанных преподавателем.

В зависимости от вида сырья, данные заносят в Таблицу 1.

Таблица 1. Показатели молочного сырья

| | Концентрация сухих веществ, % | Количество сырья для сушки, г | Массовая доля жира | Массовая доля белка | Активная кислотность, рН | Титруемая кислотность, °Т |
|--------------------------------------|-------------------------------|-------------------------------|--------------------|---------------------|--------------------------|---------------------------|
| Обезжиренное молоко (цельное молоко) | | | | | | |

Перед подачей раствора для высушивания, после регулировки температуры воздуха на входе и выходе из распылительной сушилки, через подающую трубку пропустить дистиллированную воду, что позволит стабилизировать температуру сушки.

При сушке молочных продуктов в сушильную камеру нагнетается горячий воздух с температурой от 175 °С до 200 °С.

Результаты исследований полученных сухих порошков вносят в таблицу 2.

Таблица 2. Показатели готового сухого порошка

| | Выход, % | Кислотность, °Т/ед. рН | Размер частиц, мкм | Массовая доля влаги, % | Массовая доля жира, % | Индекс растворимости | Степень гидратации/Смачиваемость | Плотность частиц | Диспергируемость |
|--------------|----------|------------------------|--------------------|------------------------|-----------------------|----------------------|----------------------------------|------------------|------------------|
| Сухое молоко | | | | | | | | | |

Требования к готовому продукту должны соответствовать ГОСТ 33629-2015 Консервы молочные. Молоко сухое. Технические условия и Техническому регламенту Таможенного союза "О безопасности молока и молочной продукции" (ТР ТС 033/2013).

Порядок оформления отчета

Излагают сущность каждого из методов определения показателей качества. Кратко описывают ход работы и выбранные режимы сушки. Заполняют таблицы и делают выводы.

Вопросы:

1. Какова сущность распылительной сушки?
2. Где применяют распылительную сушку?
3. Каковы размеры высушенных частиц?
4. Каковы преимущества использования распылительной сушки?
5. Какие основные показатели контролируют в готовом продукте?
6. Какие параметры влияют на характеристики порошка?

Лабораторная работа № 10

Изучение влияния влияния сонохимической обработки на процесс получения эмульсии

Теоретическая часть

Эмульсии – это дисперсные системы двух взаимно несмешивающихся жидкостей, одна из которых распределена в другой в виде мелких капель. Получают эмульсии из жидкостей, сильно отличающихся по полярности. Полярную жидкость в эмульсиях называют «вода» (В), неполярную – «масло» (М), независимо от их природы. Различают два основных типа эмульсий – дисперсии типа «масло в воде» (М/В) или прямые эмульсии и дисперсии типа «вода в масле» (В/М) или обратные эмульсии.

Следует учитывать, что в некоторых пищевых эмульсиях одна из жидкостей может находиться не в жидком, а в жидкокристаллическом состоянии, а дисперсионная среда отлична от простой воды. Таким примером могут служить мясные эмульгированные продукты, молоко и молочные

продукты. В результате приготовления фарша образуется сложная полидисперсная гетерофазная пищевая система – мясная эмульсия. Дисперсной фазой в данном случае является эмульгированный жир, а дисперсионной средой – вязкий коллоидный раствор саркоплазматических и миофибриллярных белков, в котором распределены набухшие частицы мышечных волокон и волокон соединительной ткани.

В зависимости от содержания дисперсной фазы эмульсии классифицируют на разбавленные (содержание дисперсной фазы – менее 1 %), концентрированные (содержание дисперсной фазы до 74 %) и высококонцентрированные (содержание дисперсной фазы свыше 74%).

Примером разбавленных является молоко. Этот тип эмульсий – высокодисперсный (в отличие от концентрированных систем), размер частиц не превышает 100–300 нм, они обнаруживают электрофоретическую подвижность и, следовательно, несут электрический заряд, что повышает их агрегативную устойчивость. К такому типу эмульсий относят различные водные системы, например напитки, где роль ароматизирующего вещества играют эфирные масла или молоко. К концентрированным эмульсиям относятся эмульсии, которые имеют размер частиц от 1 мкм и более. Концентрированные эмульсии легко седиментируют (оседают), причем процесс происходит тем легче, чем больше разность плотностей дисперсной фазы и дисперсионной среды. Агрегативная устойчивость концентрированных эмульсий может быть обусловлена различными факторами и зависит от природы эмульгатора. В пищевой промышленности примером концентрированных эмульсий могут служить молочные продукты, мороженое и кремы.

В высококонцентрированных эмульсиях частицы разделены тонкими прослойками дисперсионной среды и имеют форму многогранников.

Вследствие плотной упаковки капелек высококонцентрированные эмульсии не способны к седиментации и обладают механическими свойствами, сходными со свойствами гелей. К высококонцентрированным эмульсиям второго рода принадлежат майонезы, маргарины и комбинированные масла.

Эмульсии с содержанием дисперсной фазы не более 2% устойчивы без введения стабилизатора. С повышением количества дисперсной фазы приготовленные без эмульгаторов эмульсии становятся термодинамически и кинетически неустойчивы (Рисунок 7). Для повышения стабильности эмульсии при их получении добавляют эмульгаторы (поверхностно-активные вещества и высокомолекулярные соединения) и стабилизаторы.

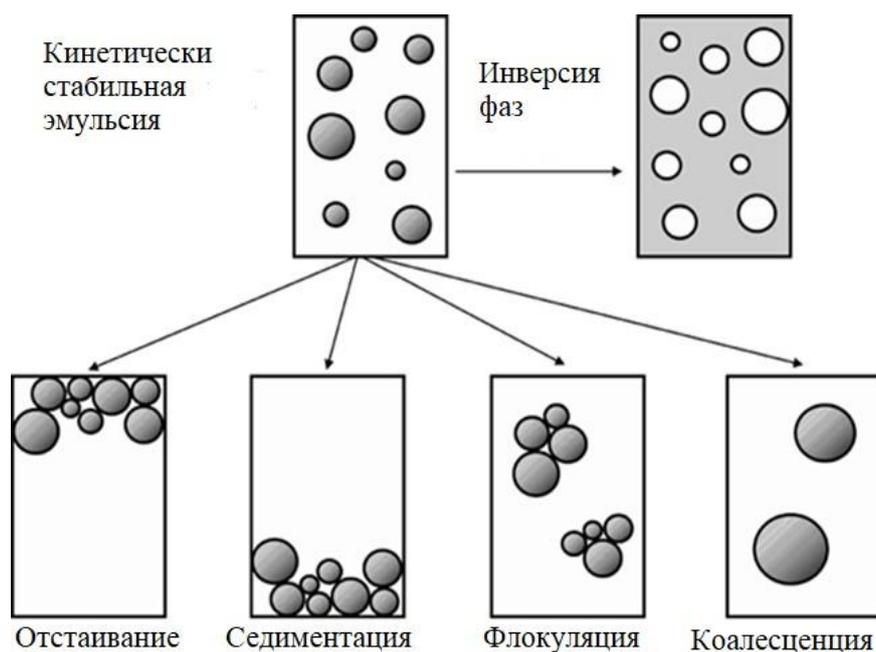


Рисунок 7 – Изменения стабильности эмульсии

Высокомолекулярные соединения и коллоидные ПАВ образуют на поверхности капелек дисперсной фазы структурированные адсорбционные слои, которые обладают упругостью и механической прочностью, и их разрушение требует определенной энергии и времени. Адсорбция таких веществ приводит также к уменьшению межфазного натяжения. Короткоцепочечные ПАВ способны адсорбироваться на поверхности частиц эмульсии, но не образуют механически прочных адсорбционных пленок. Способность эмульгатора обеспечивать устойчивость эмульсии того или иного типа определяется показателем гидрофильно-липофильного баланса (ГЛБ).

С точки зрения аппаратного оформления существует три основных способа получения эмульсий: механический, акустический или с помощью электрического эмульгирования (диспергирования).

В первом случае используют роторно-статорный вариант диспергатора, который обеспечивает только механическое воздействие, и диспергаторы плунжерные, обеспечивающие соединение элементов в единую смесь с помощью воздействия повышенного давления. Этот способ получил наибольшее распространение.

Во втором – ультразвук высокой интенсивности подаёт мощность, необходимую для диспергирования жидкой фазы (дисперсной фазы) в небольшие капли (непрерывная фаза). В зоне диспергирования взрывающиеся кавитационные пузырьки вызывают образование интенсивно сталкивающихся волн в окружающей жидкости и приводят к образованию струй жидкости, обладающих высокой скоростью.

В третьем – эмульсии получают за счет сил электрического поля, при котором диспергирование жидкостей друг в друге осуществляется электромагнитными частицами, перемещающимися турбулентно в переменном

магнитном поле.

Упрощенная технологическая схема получения пищевых эмульсий состоит из четырех этапов:

- 1) подготовка водной фазы;
- 2) подготовка жировой фазы;
- 3) создание грубой эмульсии (с размером частиц до 3 мкм);
- 4) гомогенизации и приготовление собственно эмульсии (с размером частиц дисперсной фазы 0,1–1,0 мкм).

Основными параметрами, которые необходимо контролировать в процессе производства, являются температурные режимы подготовки эмульгаторов и фаз; скорость и интенсивность смешивания компонентов при выработке грубой эмульсии; давление в гомогенизаторе, с помощью которого регулируется размер частиц.

В готовой эмульсии обязательному контролю подлежат такие показатели, как размер частиц, стабильность эмульсии и вязкость.

Цель работы: Ознакомиться с устройством и принципом работы лабораторного диспергатора, получить эмульсию и определить эффективность диспергирования.

Методы исследования

Эффективность диспергирования определяют следующими методами:

Метод отстаивания (ускоренный)

Стабильность эмульсии определяют экспериментально путем измерения показателя расслоения (creaming index – CI). Эмульсию в количестве 30 мл помещают в центробежную пластиковую пробирку на 50 мл и центрифугируют при 2500 об / мин в течение 15 минут при 25 °С.

Значения CI получают из отношения между высотой слоя отделившегося жира (ОЖ) и общей высотой слоя эмульсии (СЭ).

$$CI(\%) = \frac{ОЖ}{СЭ} * 100$$

Метод отстаивания жира

Молочно-растительную эмульсию выдерживают в течение 48 ч при температуре 6 ± 2 °С без перемешивания в мерном цилиндре объемом 250 мл. Верхние 100 мл эмульсии аккуратно сливают и определяют содержание жира в оставшейся эмульсии в цилиндре. Отстаивание жира (О_ж, %) рассчитывают по следующей формуле:

$$O_{\text{ж}} = 100(\text{Ж}_{\text{э}} - \text{Ж}_{\text{н}})/(\text{Ж}_{\text{э}} - K * \text{Ж}_{\text{н}})$$

где $\text{Ж}_{\text{э}}$ – массовая доля жира в молочно-растительной эмульсии, %, $\text{Ж}_{\text{н}}$ – массовая доля жира в нижнем слое эмульсии, %; K – отношение объема слоя эмульсии в цилиндре к общему объему эмульсии ($K = 0,6$).

Метод центрифугирования ВНИМИ

Эксперимент проводят с использованием специальной пипетки (Рисунок 8).

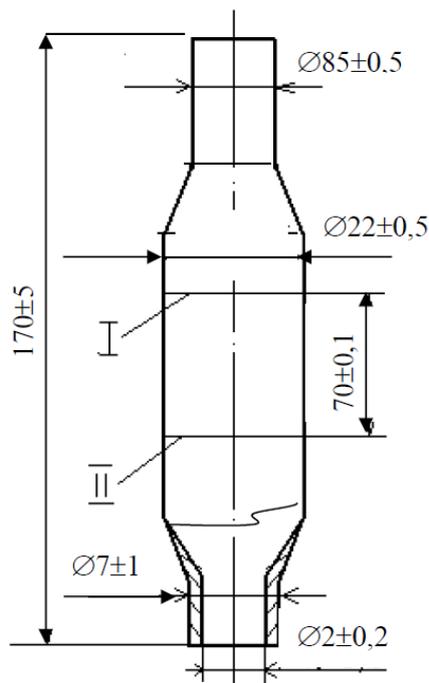


Рисунок 8 – пипетка для центрифугирования

Исследуемый образец используют сразу после диспергирования.

Пипетку через нижний капиллярный конец заполняют исследуемой гомогенизированной эмульсией до верхней черты. Верхний конец пипетки закрывают пальцем, а на нижний конец надевают резиновую пробку. Заполненные эмульсией пипетки вставляют симметрично в патроны центрифуги, пробками к периферии, и центрифугируют в течение 30 мин при температуре 38–40 °С и скорости вращения центрифуги 1100 об/мин. После центрифугирования пипетки помещают в штатив пробками вниз. Затем из пипетки осторожно, не переворачивая и не встряхивая, сливают нижнюю часть эмульсии в стакан от верхней до нижней метки на пипетке. В слитой части образца определяют массовую долю жира. Степень гомогенизации ($C_{\text{г}}$, %) рассчитывают по нижеприведенной формуле:

$$C_{\text{г}} = \frac{\text{Ж}_{\text{н}}}{\text{Ж}_{\text{п}}}$$

где S_g – степень гомогенизации, %; $Ж_n$ – массовая доля жира в нижнем слое продукта, слитом из пипетки, %; $Ж_m$ – массовая доля жира в исходном молоке, %.

Определение линейных размеров жировых шариков в молочно-жировой эмульсии

На предметный столик микроскопа помещают объект-микрометр таким образом, чтобы его линейка, нанесенная в центре круглого стекла, совпала с оптической осью микроскопа при помощи слабого увеличения микроскопа. Затем, не изменяя ее положения, устанавливают требуемый объектив.

Окулярная сетка, которая представляет собой стеклянный кружок, на котором размещается квадрат, разделенный на 250 маленьких квадратов, помещается внутрь окуляра поверх диафрагмы поля. Изображения линейки и квадрата окулярной сетки совмещают. Выбирают отрезок на линейке объекта микрометра, целое число делений которого совпадает с целым числом делений (квадратов) окулярной сетки. Подсчитывают число делений объекта микрометра (a) и сетки (b), уместающихся на этом отрезке (Рисунок 9).



Рисунок 9 – Совмещение линейки объектмикрометра и делений окулярной сетки

Цену деления окулярной сетки (X , мкм) вычисляют по следующей формуле:

$$X = \frac{a * 10}{b}$$

где a – число делений объектмикрометра; b – число делений окулярной сетки; 10 – цена деления объектмикрометра, мкм (0,01мм).

При использовании иммерсионного объектива на поверхность объект-микрометра помещают каплю иммерсионного масла.

Для определения среднего диаметра жировых шариков эмульсию разбавляют водой в мерной колбе в соотношении 1:100 или 1:250 в зависимости от жирности эмульсии, одну каплю разведенной смеси помещают на предметное стекло и накрывают покровным стеклом. Подсчитывают число и определяют диаметр не менее чем в 10 полях зрения на площади, ограниченной размерами окулярной сетки.

Средний диаметр жировых шариков рассчитывают по формуле:

$$d_{\text{ср}} = \sqrt[3]{\frac{\sum_1^n d^3}{n}}$$

где d – размер жирового шарика; n – количество жировых шариков.

Определение количества жировых шариков с помощью камеры Горяева

Камера Горяева (Рисунок 10) представляет собой толстое предметное стекло, на котором отшлифованы три площадки. Средняя площадка на 0,1 мм ниже, чем боковые. Она также разделена каналом на две одинаковые половинки. Вертикальными и горизонтальными линиями средняя площадка разделена на 25 крупных квадратов, в каждом из которых имеется 16 мелких квадратиков. Площадь каждого квадратика со стороной 1/20 мм равна 1/400 мм², глубина – 0,1 мм, тогда объем молока в этом квадратике составляет:

$$\frac{1}{400} * 0,1\text{мм}^3 = 25 * 10^{-5}\text{мм} = 25 * 10^{-8}\text{мл}$$

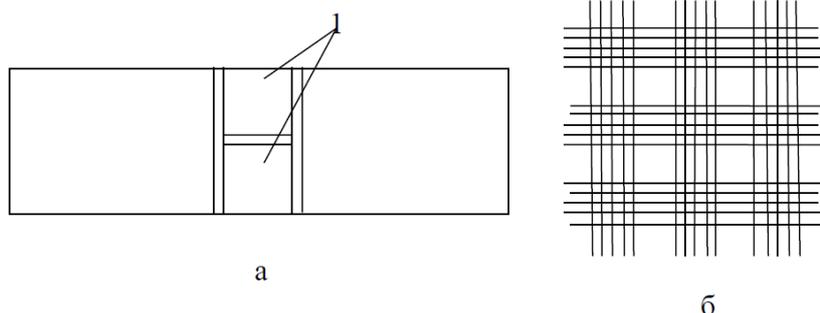


Рисунок 10 – Камера Горяева а – общий вид камеры , б – вид сетки в углубленной части камеры

Рассматривая камеру Горяева под различным углом зрения, можно различить среднюю площадку с нанесенной сеткой. Камеру Горяева поместить на предметный столик микроскопа, расположив центр сетки как можно ближе к оптической оси микроскопа, заранее закрепив ее зажимом на предметном столике. Рассмотреть сетку при малом увеличении микроскопа, а затем при рабочем увеличении. Эмульсию предварительно развести водой в 100 или 200 раз в зависимости от жирности эмульсии и тщательно перемешать. Одну каплю разведенной эмульсии поместить в центр счетной камеры и накрыть покровным стеклом. Оставить в покое на 5–10 мин. Настроить микроскоп на четкое изображение жировых шариков и сетки камеры. Подсчитать количество жировых шариков в пяти больших квадратах или 80 малых, расположенных в

различных частях препарата.

Если жировой шарик большей своей частью лежит вне границ квадрата, то его не считают. Количество шариков, подсчитанное в пяти больших квадратах, суммируют, вычисляют среднее их количество X , которое содержится в 1 мм^3 молока, при этом учитывают степень разведения, по формуле:

$$X = \frac{10^5 * 100 * M}{25 * 80}$$

где M – количество жировых шариков в 80 квадратиках; 100 или 200 – степень разведения; 80 – количество квадратиков, в которых проведен подсчет количества жировых шариков; $25 \cdot 10^{-5}$ – емкость квадратика, мм^3 .

Для более точного определения количества жировых шариков в эмульсии подсчет производят 2–3 раза, заправляя каждый раз камеру Горяева новой каплей той же пробы. После выполнения работы необходимо протереть камеру Горяева чистой фланелью, а затем спиртом-ректификатом.

Порядок выполнения работы

Количество эмульсии, массовую долю жира в эмульсии устанавливает преподаватель. Расчет количества жира (на 1000 г молочно-жировой смеси) проводят по формуле:

$$1000 * Ж_{см} = M_{ж*} Ж_{д}$$

где, $Ж_{см}$ – массовая доля жира в смеси, %; $Ж_{д}$ – массовая доля жира в исходном жировом компоненте, % (для композиции растительных жиров 99,7 %, для растительного масла 99,9 %); $M_{ж*}$ – масса навески жирового компонента, г. При необходимости дозу эмульгатора вносят в соответствии рекомендациям производителя.

Массу обезжиренного молока $M_{об}$ рассчитывают по формуле:

$$M_{об} = 1000 - M_{э} - M_{ж}$$

где $M_{э}$ – масса эмульгатора, г

$M_{ж}$ – масса жирового компонента, г

Обезжиренное молоко нагревают до 50 ± 2 °С, вносят при перемешивании расчетное количество жирового компонента, необходимое для обеспечения заданной массовой доли жира. Затем смесь нагревают до температуры 65 ± 2 °С и подают на диспергирующее устройство.

Каждая группа студентов проводит диспергирование при одном из заданных преподавателем режиме в течение 5 мин на каждой ступени. Параметры

ультразвуковой обработки для получения эмульсии также задает преподаватель.

Образцы, подверженные сонохимической обработке, готовят следующим образом: погружной соноотрод помещаем в ёмкость со смесью и проводят диспергирование посредством ультразвуковой обработки. Режимы обработки задает преподаватель.

В полученных образцах после отбора проб определяют приведенные в разделе методы исследования показатели.

Порядок оформления работы

Отчет о работе должен содержать цель работы, краткое описание методик экспериментов, необходимые расчеты, отчетные таблицы, анализ данных и выводы.

Вопросы:

1. Что такое эмульсии?
2. Какие виды эмульсий существуют?
3. Для чего применяют эмульгаторы и каков принцип их действия?
4. Какие существуют способы получения эмульсий?
5. Каковы этапы получения эмульсий?

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. D. R. Raichel, *The Science and Applications of Acoustics*; Springer, New York, 2006.
2. Маргулис М. А. Основы звукохимии (химические реакции в звуковых полях) //М.: Высш. шк. – 1984.
3. J. W. Strutt, *The Theory of Sound*; MacMillan & Co., London, 1877.
4. Фадеев Г. Н., Болдырев В. С., Кузнецов Н. Н. Акустическая резонансная частота химических реакций //Инженерный журнал: наука и инновации. – 2013. – №. 6. – С. 57.
5. Маргулис М. А., Маргулис И. М. Современное состояние теории локальной электризации кавитационных пузырьков //Журнал физической химии. – 2007. – Т. 81. – №. 1. – С. 136–147.
6. Sonochemistry: Science and Engineering/ L.H. Thompson, L.K. Doraiswamy// Ind. Eng. Chem. Res., 1999.
7. Suslick K.S., Crum L.A. *Encyclopedia of Acoustics* N.Y.: Wiley & Sons. Inc., 1995.
8. Yount D. E. On the evolution, generation, and regeneration of gas cavitation nuclei //The Journal of the Acoustical Society of America. – 1982. – Т. 71. – №. 6. – С. 1473–1481.
9. J. R. Blake, J. M. Boulton-Stone, N. H. Thomas, *Bubble dynamics and interface phenomena*. Kluwer Academic Publishers, 1994.
10. Chemat F. et al. Applications of ultrasound in food technology: processing, preservation and extraction //Ultrasonics sonochemistry. – 2011. – Т. 18. – №. 4. – С. 813–835.
11. Brennen C.E., *Cavitation and bubble dynamics*, Oxford University Press, 1995.
12. Экспериментальные методы химии высоких энергий (под ред. М.Я.Мельникова). – М.: МГУ, 2009.
13. Zhukova Y. et al. Ultrasound-driven titanium modification with formation of titania based nanofoam surfaces //Ultrasonics Sonochemistry. – 2017. – Т. 36. – С. 146–154.
14. Технический регламент Таможенного союза «О безопасности молока и молочной продукции» (ТР ТС 033/2013). Принят Решением Комиссии Таможенного союза от 09.10.2013 № 67.
15. Paré J. R. J., Bélanger J. M. R. Microwave-assisted process (MAP™) principles and applications //Techniques and Instrumentation in Analytical Chemistry. – Elsevier, 1997. – Т. 18. – С. 395–420.
16. F. Sahena, I.S.M. Zaidul, S. Jinap, A.A. Karim, K.A. Abbas, N.A.N. Norulaini, A.K.M. Omar, Application of supercritical CO₂ in lipid extraction – A review, *J. Food Eng.* 95 (2009) 240–253.
17. E. Riera, Y. Golás, A. Blanco, J.A. Gallego, M. Blasco, A. Mulet, Mass transfer enhancement in supercritical fluids extraction by means of power ultrasound, *Ultrason. Sonochem.* 11 (2004) 241–244.
18. Основы биохимии вторичного обмена растений : [учеб.- метод. пособие] / [Г. Г. Борисова, А. А. Ермошин, М. Г. Малева, Н. В. Чукина; под общ. ред. Г. Г. Борисовой] ; М-во образования и науки Рос. Федерации, Урал. федер. ун-т. – Екатеринбург : Изд во Урал. ун-та, 2014. – 128 с.

19. Анна Спектор: Химия для каждого образованного человека. М.: Издательство АСТ, 2019. – 210 с.
20. Henriette M.C. Betalains: properties, sources, applications, and stability // Intern. J. Food Sci. Technol. – 2009. – V. 44. – P. 2365–2376.
21. Технический регламент Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции» (ТР ТС 021/2011). Принят Решением Комиссии Таможенного союза от 09.12.2011 г. № 880.
22. Арсеньева Т.П. Справочник технолога молочного производства. Технология и рецептуры. Том 4. Мороженое – СПб: ГИОРД, 2003. – 184 с.
23. Арсеньева Т.П. Справочник технолога молочного производства. Технология и рецептуры. Том 4. Мороженое – СПб: ГИОРД, 2003. – 184 с.
24. Мартинчик, А. Н. Физиология питания: учебник для среднего проф. обр. по спец. "Технология продукции общественного питания"; рек. ФИРО / А.Н. Мартинчик. – М.: Академия, 2013. – 240 с.
25. Лыков М.В., Леончик Б.И. Распылительные сушилки. М.: Машиностроение, 1966. 332с.
26. Долинский А.А., Малецкая К.Д. Распылительная сушка. М.: Теплотехнологии и оборудование для получения порошковых материалов, 2015. 390с.

Уласевич Светлана Александровна
Яковченко Наталья Владимировна
Орлова Ольга Юрьевна
Скорб Екатерина Владимировна

Сонохимические методы в пищевой промышленности

Учебно-методическое пособие

В авторской редакции

Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО

Зав. РИО

Н.Ф. Гусарова

Подписано к печати Заказ №

Тираж

Отпечатано на ризографе

Редакционно-издательский отдел Университета ИТМО
197101, Санкт-Петербург, Кронверский пр., 49