ISSN 2074-9414 (Print)
ISSN 2313-1748 (Online)

https://doi.org/10.21603/2074-9414-2024-4-2547
https://elibrary.ru/XXMHSY

Оригинальная статья
https://fptt.ru

Ультразвуковое ускорение отстаивания жира в молоке

В. Г. Блиадзе[1,*], В. Ю. Ярышев[1,2], А. Л. Николаев[2]

[1] *Всероссийский научно-исследовательский институт молочной промышленности, Москва, Россия*

[2] *Московский государственный университет имени М. В. Ломоносова, Москва, Россия*

Поступила в редакцию: 23.07.2024
Принята после рецензирования: 17.09.2024
Принята к публикации: 01.10.2024

**В. Г. Блиадзе: v_bliadze@vnimi.org, https://orcid.org/0000-0001-9300-3267*
В. Ю. Ярышев: https://orcid.org/0009-0007-7848-4606
А. Л. Николаев: https://orcid.org/0000-0003-1377-8404

© В. Г. Блиадзе, В. Ю. Ярышев, А. Л. Николаев, 2024

Аннотация.
Применение ультразвука высокой частоты (0,4–3 МГц) позволяет осуществить сепарирование молока без использования центробежных сепараторов, что представляет интерес для молочной промышленности. Цель настоящего исследования – подбор характеристик ультразвука и конфигурации излучателей, а также температурного режима озвучивания при сепарировании негомогенизированного пастеризованного молока.
Основной объект исследования – негомогенизированное пастеризованное молоко. Озвучивание молока проводилось аппаратом для ультразвуковой терапии серии УЗТ-1 на частоте 0,88 МГц. Анализ содержания жира во фракциях молока осуществляли с помощью ультразвукового анализатора «Эксперт Профи» (ООО «НПП Лабораторика»).
Исследованы зависимости расслоения молока при температурах 10 и 40 °С от времени воздействия ультразвука с частотой 880 кГц в непрерывном и импульсном режимах. При обеих температурах предложены режимы, позволяющие ускорить расслоение относительно неозвученного образца. При температуре 10 °С и непрерывном озвучивании зависимость градиента жирности между верхней и нижней фракциями молока после расслоения немонотонна. Применение импульсного режима озвучивания (1 мин озвучивания, 1 мин выдержки при заданном количестве таких циклов) позволяет достичь линейной зависимости. Времени озвучивания 10 мин соответствует градиент 4,74 мас.% при выдержке в течение суток в холодильнике. Жирность исходного молока – 3,8 %. При 40 °С происходит расплавление молочного жира, в связи с чем изменяется характер рассматриваемой зависимости: градиент жирности линейно зависит от времени озвучивания, а скорость расслаивания после окончания озвучивания постоянна. Поскольку длительная выдержка молока при повышенной температуре нежелательна, максимальное время расслоения – 1 ч при комнатной температуре. Градиент жирности при этом равен 0,90 мас.% при жирности исходного молока 2,8 %.
Ультразвук частоты 880 кГц способствует ускоренному расслоению негомогенизированного молока. В случае температурного режима 10 °С оптимален импульсный режим, а в случае 40 °С – непрерывное озвучивание.

Ключевые слова: Молоко, эмульсия, жирность, ультразвук, сепарирование, коагуляция, стоячая волна

Для цитирования: Блиадзе В. Г., Ярышев В. Ю., Николаев А. Л. Ультразвуковое ускорение отстаивания жира в молоке // Техника и технология пищевых производств. 2024. Т. 54. № 4. С. 745–755. https://doi.org/10.21603/2074-9414-2024-4-2547

https://doi.org/10.21603/2074-9414-2024-4-2547
https://elibrary.ru/XXMHSY

Original article
Available online at https://fptt.ru/en

Ultrasound Acceleration of Milk Fat Separation

Vladimir G. Bliadze[1,*], Vladislav Yu. Yaryshev[1,2], Alexander L. Nikolaev[2]

[1] All-Russian Scientific Research Institute of Dairy Industry, Moscow, Russia

[2] Lomonosov Moscow State University, Moscow, Russia

Received: 23.07.2024
Revised: 17.09.2024
Accepted: 01.10.2024

*Vladimir G. Bliadze: v_bliadze@vnimi.org, https://orcid.org/0000-0001-9300-3267
Vladislav Yu. Yaryshev: https://orcid.org/0009-0007-7848-4606
Alexander L. Nikolaev: https://orcid.org/0000-0003-1377-8404

©V.G. Bliadze, V.Yu. Yaryshev, A.L. Nikolaev, 2024

Abstract.
Ultrasonic separation of milk with high-frequency ultrasound (0.4–3 MHz) is a subject of interest for the dairy industry since it separates milk without centrifugal separators. The article introduces the optimal sonication modes for separation of non-homogenized pasteurized milk.
The research featured non-homogenized pasteurized milk sonicated at 0.88 MHz. The fat content analysis involved an Expert Profi ultrasonic analyzer (NPP Laboratorika, LLC).
The experiments focused on the correlation between the milk fractionation and the processing time. The conditions were as follows: 880 kHz at continuous and pulsed sonication at 10 and 40°C. Both temperatures made it possible to accelerate the fractionation process. At 10°C, the fat content gradient between the upper and lower fractions was non-monotonic at continuous sonication. The pulse sonication (1 min sonication, 1 min exposure) made it possible to achieve a linear dependence. Ten minutes of sonication corresponded to a gradient of 4.74 wt.% after 24 h of refrigeration. The fat content of the original milk was 3.8%. Milk fat melted at 40°C, changing the correlation: the dependence of the fat content gradient on the sonication time became linear, and the separation rate was constant after sonication. To minimize the exposure to high temperatures, the longest separation time was 1 h at room temperature. The fat content gradient equaled 0.90 wt.% with the fat content of the original milk being 2.8%.
In this study, sonication with 880 kHz accelerated the separation of homogenized milk. Pulse sonication was optimal at 10°C while continuous sonication was most effective at 40°C.

Keywords: Milk, emulsion, fat content, ultrasound, separation, coagulation, standing wave

For citation: Bliadze VG, Yaryshev VYu, Nikolaev AL. Ultrasound Acceleration of Milk Fat Separation. Food Processing: Techniques and Technology. 2024;54(4):745–755. (In Russ.). https://doi.org/10.21603/2074-9414-2024-4-2547

Введение

Ультразвук, представляющий собой акустические волны с частотой при диапазоне 20 кГц–10 МГц, находит применение при решении многих промышленных задач [1, 2]. Указанный диапазон частот можно разделить на три поддиапазона: низкочастотный (200–100 кГц), среднечастотный (100 кГц–1 МГц) и высокочастотный (> 1 МГц).

При достижении определенного порогового значения интенсивности ультразвук вызывает в озвучиваемой среде кавитационные эффекты, что проявляется в образовании, росте и последующем схлопывании газовых пузырьков. При коллапсе образующихся пузырьков имеет место локальный нагрев до температур порядка 5000 K и рост давления до нескольких сотен атмосфер [1, 3]. В случае, если озвучиваемая система состоит из несмешивающихся жидкостей, в результате кавитационных эффектов происходит эмульгирование системы [3–8]. Пороговое значение интенсивности ультразвука, которое приводит к кавитации, зависит как от частоты звуковой волны (возрастает вместе с частотой ультразвука), так и от свойств среды: плотности, поверхностного натяжения, давления паров жидкости, наличия примесных газов.

Низкочастотный ультразвук способствует гомогенизации эмульсий, т. е. уменьшению среднего размера капель дисперсной фазы [8–10] вплоть до получения наноэмульсий [11]. Известны примеры приготовления нанодисперсных суспензий с помощью низкочастотного ультразвука [12]. В пищевой промышленности, в числе прочего, возможно применение ультразвука для размораживания, сушки, стерилизации и экстракции биологически активных веществ из растительного сырья [13, 14]. Было показано [1, 15], что ультразвуковая гомогенизация молока уменьшает средний диаметр капель до 1 мкм. Кроме того, этот метод гомогенизации

позволяет снизить содержание микроорганизмов в гомогенизированном молоке [15–17].

Инактивация микроорганизмов в озвучиваемых системах исследовалась в ряде работ [1, 18, 19]. Как и в случае эмульгирования, основной механизм инактивации – кавитация, вызывающая повреждения клеточных стенок микроорганизмов. Кроме того, возможны и внутриклеточные кавитационные эффекты, повреждающие цепи ДНК и другие составляющие клеток.

Наиболее эффективное обеззараживание молочных продуктов обычно достигается при комбинированном действии нагрева и низкочастотного ультразвука [1]. Даже умеренный нагрев (60 °С) в совокупности с ультразвуковой обработкой на частоте 20 кГц позволяет уменьшить содержание аэробных бактерий в сыром молоке на 5 порядков, а содержание бактерий *Listeria Monocytogenes* в пастеризованном молоке – на 5 порядков [20, 21]. Было показано, что увеличение амплитуды ультразвука повышает его эффективность по отношению к инактивации бактерий *Enterobacteriae* в сыром молоке [22].

В случае, когда волны ультразвука распространяются в противоположных направлениях и конструктивно интерферируют, образуется стоячая волна [8]. Области с максимальным значением какого-либо параметра стоячей волны называются пучностями, а области с минимальным его значением – узлами. Если стоячая волна высокочастотного ультразвука (400 кГц–3 МГц) распространяется в эмульсии или суспензии, то частицы дисперсной фазы концентрируются в пучностях или узлах волны в зависимости от плотностей и сжимаемостей фаз [8, 23–25].

На частицы в поле стоячей ультразвуковой волны действуют силы Бьеркнеса. Первичная сила Бьеркнеса (сила акустического давления) F_{ac} на сферическую частицу радиуса R в поле стоячей ультразвуковой волны длины λ, $R \ll \lambda$, задается выражением (1):

$$F_{ac} = -\frac{8\pi^2}{3\lambda} R^3 E_{ac} \Phi sin\left(\frac{4\pi}{\lambda} x\right) \quad (1)$$

где E_{ac} – средняя плотность акустической энергии, x – расстояние от узла стоячей волны, Φ – фактор акустического контраста, который определяется в соответствии с выражением [8, 23, 24] (2):

$$\Phi = \frac{5\rho_p - 2\rho_m}{2\rho_p + \rho_m} - \frac{\beta_p}{\beta_m} \quad (2)$$

где ρ_m, ρ_ρ – плотности дисперсионной среды и дисперсной фазы; β_m, β_ρ – сжимаемость дисперсионной среды и дисперсной фазы. При $\Phi < 0$ частицы дисперсной фазы смещаются к пучностям стоячей волны, тогда как при $\Phi > 0$ – к узлам.

Оценить сжимаемость частиц дисперсной фазы можно в соответствии с выражением (3):

$$\beta_p = \frac{1}{\rho_p c^2} \quad (3)$$

где c – скорость распространения звуковой волны в дисперсионной среде.

Вторичная сила Бьеркнеса описывает взаимодействие частицы с волнами, рассеянными на соседних частицах, и приводит к флокуляции и коалесценции частиц [24, 26]. Вторичная сила Бьеркнеса быстро убывает с ростом расстояния между частицами, поэтому применима только в случае концентрирования частиц в пучностях или узлах волны. Обычно вторичная сила на 1–2 порядка меньше, чем первичная [8].

Роль концентрирования частиц дисперсной фазы в узлах или пучностях волны заключается в упрощении их коалесценции или коагуляции, в результате чего имеет место увеличение размера частиц. Согласно закону Стокса, скорость оседания или всплытия частиц дисперсной фазы пропорциональна квадрату их радиуса:

$$v = \frac{2r^2\left(\rho_p - \rho_m\right)g}{9\eta} \quad (4)$$

где r – радиус частиц, g – ускорение свободного падения, η – вязкость дисперсионной среды. Закон Стокса справедлив в случае жидкой дисперсной фазы.

Применимость высокочастотного ультразвука для сепарирования различных систем продемонстрирована в ряде работ. Красные кровяные тельца могут быть отделены от плазмы крови ультразвуковым методом [27, 28]. Разделение водных суспензий с различными твердыми фазами может применяться при очистке воды от взвешенных примесей [25, 26]. Применительно к задачам пищевой промышленности ультразвук высокой частоты позволяет разрушать водные эмульсии рапсового масла и сепарировать молоко на фракцию сливок и обезжиренное молоко [25, 29–31].

В настоящее время промышленное сепарирование молока осуществляется с помощью сепараторов, действие которых основано на центробежной силе, и основано на различии плотностей фракций [30].

Ультразвуковое сепарирование молока позволяет добиться «мягкого» разделения фракций, при котором нарушение целостности жировых капель молочной эмульсии минимизировано [26]. Сопутствующее образование свободных радикалов под действием ультразвука не влияет на целостность капель и потребительские качества молока [30].

Ультразвуковое сепарирование дает возможность ускорять отстаивание жира в молоке-сырье, что может положительно сказаться на технологическом процессе сыродельных предприятий. Соотношение массовых долей казеина и жира в молоке, используемом для приготовления сыра с содержанием жира в сухом веществе 48–53 %, должно находиться в определенных пределах – от 0,67 до 0,72, или, соответственно, соотношение массовых долей общего белка и жира – в интервале от 0,90 до 0,96 [32, 33]. В сыром коровьем молоке соотношение массовых долей белка и жира находится в интервале от 0,8 до 0,9, т. е. смесь незначительно пере-

обогащена по жиру и нуждается в нормализации, которую можно осуществить или снятием излишка жира, или обогащением по белку. В связи с этим ультразвуковое сепарирование молока до требуемых значений может быть востребовано на сыродельных предприятиях и позволит отказаться от не всегда приемлемого варианта использования центрифужных сепараторов.

Было показано, что для наиболее эффективного сепарирования эмульсий масло-вода необходим прямой контакт излучателя с эмульсией [24]. Применимость ультразвука частоты 400 кГц и 1,6 МГц к сепарированию сырого молока продемонстрирована как на малых (7 мл), так и на средних (6 л) объемах [26, 31]. Оказалось, что сепарирование сырого молока при частоте ультразвука 1,6 МГц более эффективно, чем при 400 кГц. Ультразвук с частотой 1 и 2 МГц оказался эффективен при сепарировании сырого молока [30, 34]. Показано, что с ростом температуры озвучиваемого молока от 5 до 40 °С эффективность сепарирования возрастает, что связано с увеличением абсолютной величины фактора акустического контраста (формула 2).

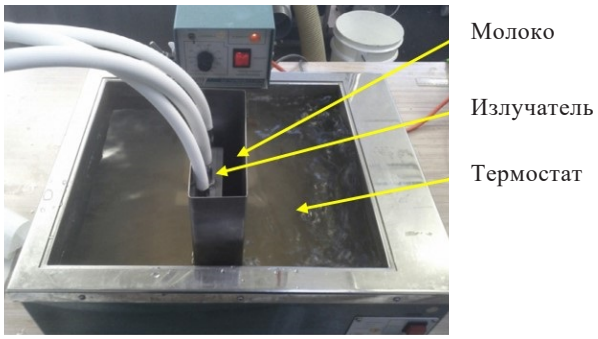

Рисунок 1. Установка, использованная в работе при ультразвуковом сепарировании молока [30]. Реализована горизонтальная конфигурация излучателя, озвучивание осуществляется по всей площади боковой стенки емкости с молоком

Figure 1. Experimental ultrasonic separation setup [30]: horizontal emitter, side wall sonication.

Если при 5 °С ультразвук с частотой 1 МГц при озвучивании в течение 5 мин и мощности ультразвука 343 Вт вызывает убыль концентрации жира в объеме молока с 3,58 до 3,56 %, то при 40 °С концентрация жира падает с 3,4 до 2,9 % [30]. Установка, используемая в описанном эксперименте, приведена на рисунке 1. Объем озвучиваемого молока составлял 1,1 л. Исследовалась частота ультразвука 600 кГц при мощности 700 Вт, которая показала меньшую эффективность при сепарировании при температурах 25 и 40 °С, однако при охлаждении озвучиваемого молока до 5 °С, напротив, сепарирование происходило только при ультразвуке частотой 600 кГц (в объеме молока содержание жира убывало с 3,4 до 3,3 %).

Для демонстрации наличия коалесценции и коагуляции при озвучивании измеряли средневзвешенный диаметр капель эмульсии сначала в контрольной пробе, а затем в верхнем и нижнем слоях молока после озвучивания. Исходно измеренные величины средневзвешенного диаметра составили 4,4, 4,5 и 4,3 мкм для молока при температурах 5, 25 и 40 °С. Озвучивание при 5 °С и 600 кГц позволило добиться изменения этой величины до 4,36 и 4,70 мкм для верхней и нижней частей пробы соответственно. Наиболее эффективного разделения удалось добиться при озвучивании молока ультразвуком с частотой 1 МГц при 25 °С: средневзвешенный диаметр изменился с 4,5 мкм до 4,0 и 4,9 мкм в верхней и нижней частях пробы соответственно. Таким образом, имеет место коалесценция и последующая седиментация капель молочного жира [30].

Исследовалось сепарирование молока литровых масштабов на частотах 400 кГц и 2 МГц [31]. С учетом того, что сепарирование сильно зависит от расположения и количества излучателей и отражателей, был предложен ряд схем акустической ячейки (рис. 2).

Размеры пластин излучателей – 100×100 мм, энергия, выдаваемая излучателем, составила 620 Вт

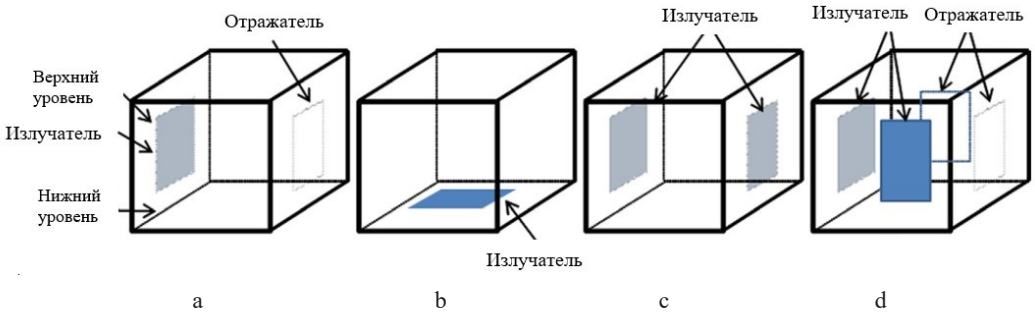

Рисунок 2. Акустические ячейки, предложенные для сепарирования молока в работе [28]: a – один горизонтальный излучатель, b – вертикальный излучатель, c – пара параллельных горизонтальных излучателей, d – пара перпендикулярных горизонтальных излучателей

Figure 2. Acoustic cells for milk separation [28]: a – one horizontal radiator; b – vertical radiator; c – paired parallel horizontal radiators; d – paired perpendicular horizontal radiators

(18,6 кДж/кг). Объем молока в ячейке – 1 л. В случае использования одного излучателя в вертикальной геометрии (рис. 2b) наиболее эффективное сепарирование обеспечивает ультразвук с частотой 400 кГц. Тем не менее при переходе к горизонтальной геометрии (рис. 2a) только ультразвук с частотой 2 МГц позволяет добиться значимого прироста скорости сепарирования по сравнению с контрольным образцом.

Использование двух излучателей оказалось малоэффективным как для частоты 400 кГц, так и для 2 МГц. Схема с перпендикулярными излучателями (рис. 2d) на частоте 400 кГц привела к результату, аналогичному схеме b на той же частоте ультразвука. Излучатели действуют несинхронно, что не позволяет эффективно увеличить амплитуду стоячей волны, и, как следствие, не ускоряет сепарирование.

В случае с ультразвуковой частотой 2 МГц основное влияние на сепарирование оказывает формирование потоковых эффектов в озвучиваемой среде, приводящее к коалесценции частиц [35]. Однако эффективность потоковых эффектов значительно ниже, чем укрупнение частиц под действием сил Бьеркнеса. Таким образом, ультразвук с частотой 2 МГц оказывается эффективным только в горизонтальной геометрии (рис. 2a).

Во всех описанных экспериментах отсутствует ток молока через озвучиваемую ячейку. Тем не менее интерес представляет именно проточный эксперимент, поскольку он может увеличить производительность сепарирования.

Цель настоящего исследования – разработка подходов к оптимизации параметров излучения, конфигурации излучателей и температурного режима при ультразвуковом сепарировании негомогенизированного пастеризованного молока.

Объекты и методы исследования

Основной объект исследования – молоко пастеризованное негомогенизированное (ООО «Итальянские традиции», г. Москва). В качестве консерванта к молоку добавляли азид натрия квалификации «ч».

Кроме того, проводились исследования влияния ультразвука на эмульсии дистиллированной воды с толуолом различного состава, стабилизированные эмульгаторами. Для приготовления эмульсий использовали толуол квалификации «ч.д.а.», в качестве эмульгатора применяли ПАВ Steareth-21 (ГЛБ 15.4).

Оборудование и процедура исследования. Для взвешивания всех образцов использовали аналитические весы Shimadzu AX200 (Япония, точность 0,0002 г) или весы OWA Labor Nagema (ГДР, точность 0,1 г).

Эмульсия вода-толуол. Приготовление эмульсий дистиллированная вода-толуол осуществляли следующим образом: известные массы воды и толуола добавляли в химический стакан объемом 50 мл, затем эмульгировали ультразвуком низкой частоты (генератор УЗГ-3, частота ультразвука 44 кГц) в течение 1 мин.

Затем полученную эмульсию разделяли на 2 равные части и переливали в стеклянные кюветы (внешние размеры 55×24×46 мм). Одна из кювет использовалась в качестве контрольной, а в другой кювете озвучивали эмульсию высокочастотным ультразвуком (аппараты УЗТ-1, частота ультразвука 0,88 или 2,64 МГц, интенсивность 1 Вт/см^2, рабочая часть излучателя – круг диаметром 1 см) в течение заданного промежутка времени. При озвучивании производилось термостатирование водой комнатной температуры (23 ± 1 °С). Контроль за расслоением эмульсии осуществляли путем измерения высоты толуольной фазы.

При озвучивании эмульсии в описанной ячейке излучатель располагали вплотную к одной из граней кюветы так, чтобы звуковая волна распространялась вдоль ее длинной стороны. Схема ячейки приведена на рисунке 3.

Помимо описанной ячейки с горизонтальным распространением волны, использовали ячейку с вертикальной конфигурацией излучателя (рис. 4). В данном случае рабочий объем эмульсии составляет 50 мл, а термостатирование осуществляется с помощью перистальтического насоса Elpan 372.C (Польша) при прокачивании воды заданной температуры через внешний контур ячейки. Интенсивность ультразвука, как и ранее, составляет 1 Вт/см^2.

Молоко. Негомогенизированное молоко консервировали путем добавления сухого азида натрия до концентрации 0,4 г/л. Затем молоко хранили при температуре 4 °С. Перед каждым экспериментом молоко перемешивали.

Озвучивание молока ультразвуком высокой частоты осуществлялось в ячейке, конфигурация которой изображена на рисунке 4. 250 мл молока нагревали до температуры эксперимента, затем мерным цилиндром отмеряли 50 мл и вносили в термостатируемую ячейку для озвучивания. Озвучивание проводилось в двух температурных режимах: 10 и 40 °С (аппарат УЗТ-1, частота ультразвука 0,88 МГц, интенсивность 1 Вт/см^2, рабочая часть излучателя – круг диаметром 1 см).

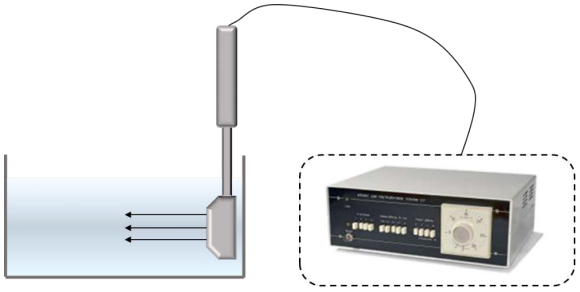

Рисунок 3. Схема горизонтальной ячейки, используемой в настоящей работе. Направление распространения ультразвуковых волн показано стрелками

Figure 3. Horizontal cells with wave lines indicated by arrows

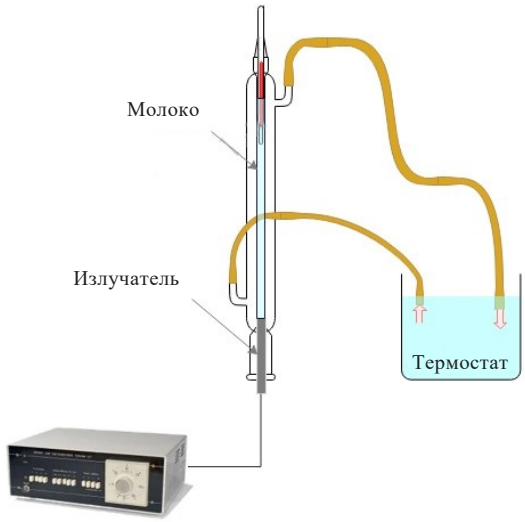

Рисунок 4. Схема вертикальной ячейки, используемой в настоящей работе. Термостатируемая жидкость (вода) циркулирует по системе с помощью перистальтического насоса

Figure 4. Vertical cells with a peristaltic pump for water

Озвучивание молока в статической ячейке осуществляли в течение 5 и 10 мин при заданной температуре. Затем молоко переносили в делительную воронку объемом 100 мл и выдерживали заданное время для расслоения.

При температуре озвучивания 10 °C время выдержки составляло 30 мин при комнатной температуре (23 ± 1 °C) или 24 ч в холодильнике (4 °C).

В случае озвучивания при 40 °C выдержка осуществлялась при комнатной температуре в течение 15, 30 и 60 мин.

По окончании выдержки разделяли молоко на две фракции в массовом соотношении 1:1 с помощью делительной воронки, сливая фракции в заранее взвешенные центрифужные пробирки объемом 50 мл, контролируя объем фракции по нанесённым на пробирку делениям. Затем пробирки взвешивали и фиксировали массу фракций молока.

Полученные фракции перемешивали и анализировали на содержание жира с помощью ультразвукового анализатора молока "Эксперт-Профи" (ООО НПП «Лабораторика»). Для каждого анализа отбирали по 2 независимые пробы объемом 5 мл: первую использовали для промывания анализатора, а вторую – непосредственно для анализа. Проводили 3 измерения жирности, результаты усредняли.

Проводили озвучивание в импульсном режиме при температуре 10 °C в течение 1 мин, затем отстаивание без озвучивания в течение 1 мин. Режим подбирали таким образом, чтобы общее время озвучивания составляло 5 и 10 мин. Полученные образцы выдерживали 30 мин или 24 ч и разделяли с помощью делительной воронки, как описано выше.

Анализ данных. Обработку полученных данных выполняли в программных средах Microsoft Office Excel 2016 и OriginPro 2018.

Результаты и их обсуждение

Эмульсия вода-толуол. При работе с эмульсией вода-толуол основной целью стал подбор частоты ультразвука, которая обеспечивает наиболее эффективную коалесценцию капель эмульсии и, как следствие, наиболее быстрое ее расслоение. Состав эмульсии: 10 мас.% толуол, 90 мас.% дистиллированной воды. Наиболее эффективную стабилизацию эмульсии обеспечивает ПАВ Steareth-21 (ГЛБ 15.4), что коррелирует с известными данными [36].

При концентрации эмульгатора 0,0025 масс. % время расслоения данной системы при комнатной температуре в ячейке, показанной на рисунке 1, составляет 180–200 мин. Озвучивание ультразвуком с частотой 2,64 МГц при интенсивности 1 Вт/см^2 даже в течение 20 мин не приводит к значимому ускорению расслаивания эмульсии, что, по-видимому, связано с ключевым ограничением ($R \ll \lambda$) первичной силы Бьеркнеса.

При этом ультразвук с частотой 0,88 МГц и той же интенсивности обеспечивает полное расслоение эмульсии в течение 20 мин озвучивания. Кроме того, можно наблюдать локальные уплотнения толуольной фазы, соответствующие пучностям стоячей волны. Таким образом, эффективность ультразвука с частотой 0,88 МГц для коалесценции жировых капель превышает таковую для частоты 2,64 МГц.

В случае вертикальной ячейки, изображенной на рисунке 6, при частоте 0,88 МГц можно наблюдать структурирование эмульсии и образование уплотнений толуольной фазы в пучностях стоячей волны.

Молоко. ***Температура 10 °C.*** При температуре 10 °C молочный жир находится в твердом агрегатном состоянии, в связи с чем основной механизм укрупнения частиц дисперсной фазы – коагуляционный, сопровождающийся образованием разветвленных коагулятов.

Результаты, полученные при разделении фракций молока с использованием делительной воронки и сравнении непрерывного режима с импульсным, приведены в таблице 1.

Сравнение градиента жирности между импульсным и непрерывным режимом приведено на рисунке 5.

Из рисунка 5 видно, что в случае непрерывного озвучивания при температуре 10 °C градиент жирности превосходит контрольный показатель (точка 0 мин). Однако в случаях быстрого (30 мин) и медленного (24 ч) расслаивания эффективность 5-минутного озвучивания превосходит эффективность 10-минутного. Это может быть связано, в частности, с разбиением жировых коагулятов при длительном озвучивании.

По этой причине в качестве альтернативы непрерывному озвучиванию был предложен импульсный режим – чередование озвучивания и отстаивания по 1 мин. Из рисунка 5 следует, что импульсный режим

Таблица 1. Жирность фракций молока, предварительно озвученного при температуре 10 °С в статической ячейке: (жирность исходного молока – 3,8 %)

Table 1. Fat content in fractions, preliminarily identified at 10 °C in a static milk cell: continuous vs. pulse sonication with 3.8% original fat content

Время выдержки	Время озвучивания, мин	Режим	Содержание жира, мас.%		Градиент содержания жира, мас.%
			Нижняя фракция	Верхняя фракция	
30 мин	0	Непрерывный	3,77	3,90	0,13
	5		3,68	3,99	0,32
	10		3,77	4,03	0,26
	0	Импульсный	3,79	3,91	0,12
	5		3,84	4,07	0,23
	10		3,71	4,07	0,36
24 ч	0	Непрерывный	1,76	5,44	3,68
	5		1,28	6,22	4,94
	10		1,51	6,10	4,59
	0	Импульсный	1,76	5,44	3,68
	5		1,54	5,98	4,44
	10		1,44	6,14	4,70

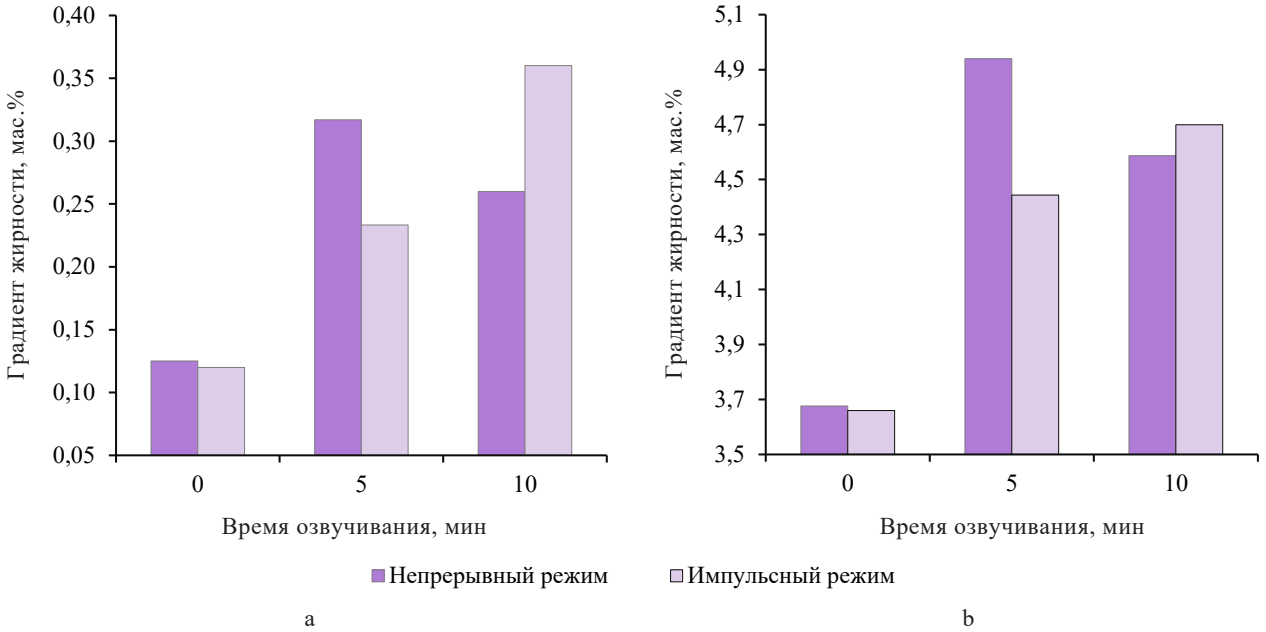

Рисунок 5. Градиент жирности при озвучивании при температуре 10 °С в непрерывном и импульсном режимах при расслаивании в течение 30 мин (a) и 24 ч (b)

Figure 5. Fat gradient during continuous vs. pulse sonication; 30 min (a) and 24 h (b) of fractionation, 10 °C; non-sonicated control – 0 min of sonication

изменяет характер зависимости градиента жирности от времени озвучивания: теперь градиент в точке 10 мин превосходит таковой для точки 5 мин, и зависимость становится монотонной.

Температура 40 °С. При температуре 40 °С жир в жировых шариках в молоке изменяет агрегатное состояние, становясь полностью жидким. По этой причине можно ожидать изменения режима укрупнения капель с коагуляции (образование разветвленных жировых агрегатов) на коалесценцию (укрупнение капель).

Результаты определения жирности фракций молока, разделенных после озвучивания при 40 °С, приведены в таблице 2.

На рисунке 6 приведена диаграмма, демонстрирующая зависимость градиента жирности при озвучивании при 40 °С от времени расслаивания.

Имеет место устойчивый тренд на возрастание градиента жирности с ростом времени озвучивания.

На рисунке 7 приведена зависимость градиента жирности от времени отстаивания молока после озву-

Таблица 2. Жирность фракций молока, полученных при озвучивании при температуре 40 °С (жирность исходного молока – 2,8 %)

Table 2. Fat content in fractions obtained by sonication at 40 °C with 2.8% original fat content.

Время выдержки, мин	Время озвучивания, мин	Содержание жира, мас. %		Градиент содержания жира, мас. %
		Нижняя фракция	Верхняя фракция	
15	0	2,77	2,86	0,09
	5	2,73	2,88	0,15
	10	2,73	2,95	0,22
30	0	2,55	2,85	0,30
	5	2,57	2,95	0,38
	10	2,49	3,11	0,62
60	0	2,48	3,07	0,59
	5	2,47	3,24	0,77
	10	2,43	3,32	0,90

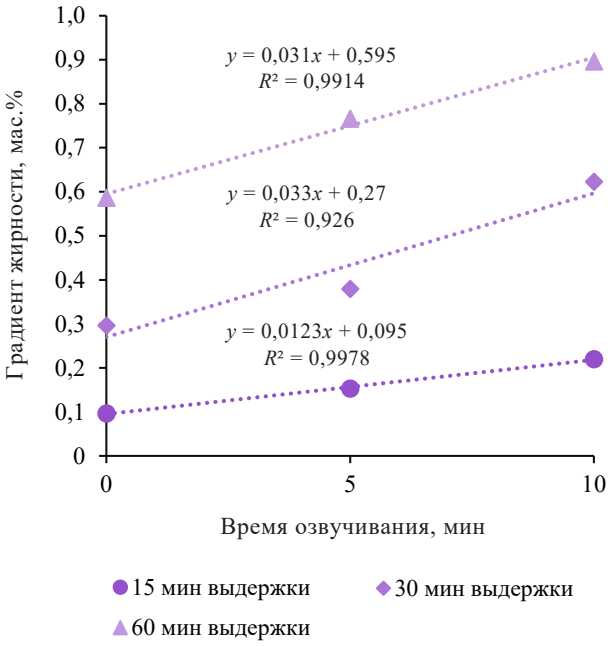

Рисунок 6. Зависимость градиента жирности от времени озвучивания. Температура озвучивания 40 °С (жирность исходного молока – 2,8 %)

Figure 6. Effect of sonication time on fat gradient; 40 °C, 2.8% original fat content; exposure time

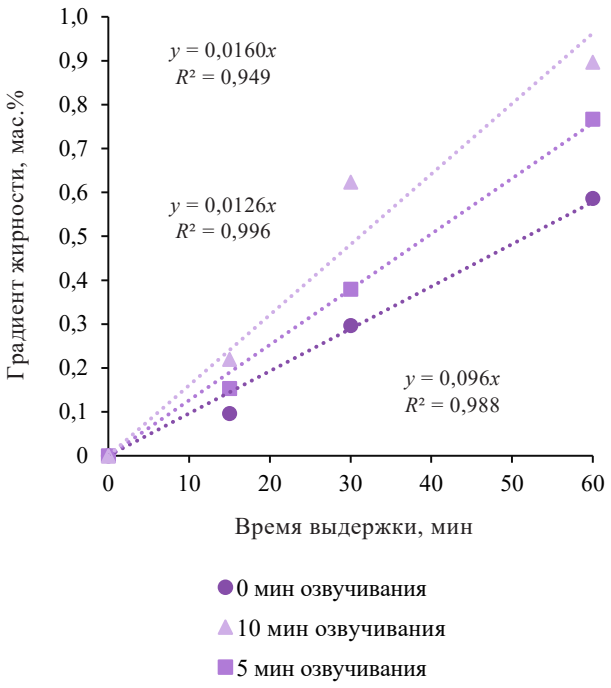

Рисунок 7. Расслаивание молока при отстаивании после озвучивания при 40 °С

Figure 7. Milk fractionation during settling after sonication at 40 °C

чивания. Линейная аппроксимация этих зависимостей позволяет определить скорость расслаивания при озвучивании в течение различного времени.

На рисунке 8 приведена зависимость скорости расслаивания (скорость роста градиента жирности) от времени озвучивания при температуре 40 °С. Ультразвуковое воздействие в течение 5 мин позволяет ускорить расслаивание на 30 %, а в течение 10 мин – на 66 % относительно неозвученного образца. Оказывается, что данная зависимость линейна с высоким коэффициентом корреляции.

Таким образом, в случае озвучивания при 10 °С оптимальным является импульсный режим, а в случае 40 °С – непрерывный.

Попытки применить указанные методы к ультрапастеризованному гомогенизированному молоку (Parmalat, массовая доля жира 3,8 %) результатов не принесли: расслоения не наблюдается, что, по-видимому, связано с уменьшением силы Бьеркнеса (формула 1) из-за минимизации градиента плотностей дисперсионной среды, дисперсной фазы и, соответственно, фактора акустического контраста, а также

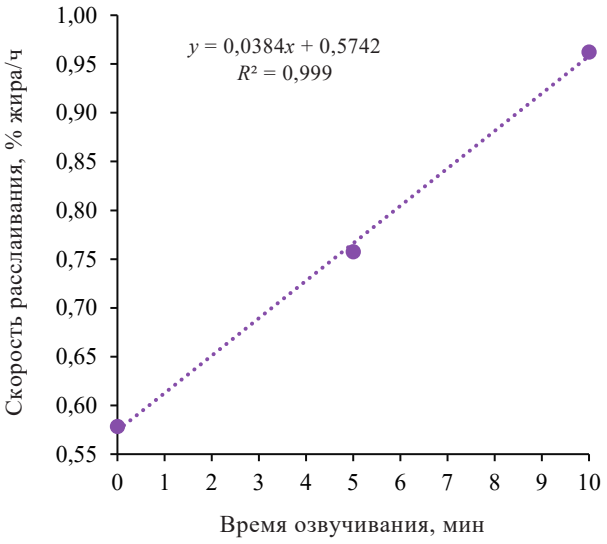

Рисунок 8. Зависимость скорости расслаивания от времени озвучивания при температуре 40 °С.

Figure 8. Effect of sonication time on fractionation rate at 40 °C

критической зависимости этой силы от радиуса частиц в третьей степени.

Выводы

Исследовали влияние ультразвука высокой частоты (0,88 МГц) на негомогенизированное пастеризованное молоко. Основной контролируемый параметр – градиент жирности между фракциями, полученными при расслаивании анализируемой пробы молока.

Полученные результаты позволяют утверждать, что при температурах озвучивания 10 и 40 °С возможно подобрать режим озвучивания и конфигурацию оборудования, при котором расслаивание озвученного молока будет происходить быстрее, чем контрольного.

При температуре молока 10 °С наиболее оптимальным режимом с точки зрения достижения максимального градиента жирности является импульсный, т. е. чередование стадий озвучивания и отстаивания молока, длительность каждой из стадий – 1 мин. Таким образом удается достичь градиента жирности 0,36 масс.% при расслоении в течение 30 мин при комнатной температуре или 4,74 масс.% при расслоении в течение суток в холодильнике (4 °С).

Непрерывное озвучивание при 10 °С приводит к немонотонному росту градиента жирности в зависимости от времени эксперимента, что может быть связано с разбиением жировых коагулятов при длительном озвучивании.

При температуре 40 °С нет необходимости применять импульсный режим, поскольку в этом случае зависимость градиента жирности от времени озвучивания линейна, что может быть связано с изменением режима укрупнения жировых частиц с коагуляции на коалесценцию.

Кроме того, зависимость градиента от времени выдержки (времени расслоения) также линейна, т. е. скорость этого процесса постоянна в исследуемом интервале времени выдержки (от 15 мин до 1 ч при комнатной температуре).

Таким образом, наиболее эффективного расслоения фракций молока следует ожидать при температуре 40 °С при продолжительности озвучивания не менее 10 мин. Однако при 10 °С хороших результатов позволяет добиться применение импульсного режима озвучивания.

Критерии авторства

В. Г. Блиадзе – концепция и методология исследования, руководство работой, обсуждение полученных результатов. В. Ю. Ярышев – выполнение экспериментов, написание и редактирование рукописи, обработка данных. А. Л. Николаев – научное консультирование, обсуждение результатов, формулировка выводов.

Конфликт интересов

Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.

Contribution

V.G. Bliadze developed the research concept and methodology, supervised the research, and formulated the results. V.Yu. Yaryshev conducted the experiments, wrote the manuscript, and processed the data. A.L. Nikolaev provided scientific consulting and formulated the conclusions.

Conflict of interest

The authors declared no conflict of interests regarding the publication of this article.

References/Список литературы

1. Chandrapala J, Leong T. Ultrasonic Processing for Dairy Applications: Recent Advances. Food Engineering Reviews. 2015;7:143–158. https://doi.org/10.1007/s12393-014-9105-8

2. Ashokkumar M, Mason TJ. Sonochemistry. Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 2004. https://doi.org/10.1002/0471238961.1915141519211912.a01.pub2

3. Thi Hong Bui A, Cozzolino D, Zisu B, Chandrapala J. Effects of high and low frequency ultrasound on the production of volatile compounds in milk and milk products – a review. Journal of Dairy Research. 2020; 87(4):501–512. https://doi.org/10.1017/s0022029920001107

4. Mason TJ, Lorimer JP. Sonochemistry, Theory, Applications and Uses of Ultrasound in Chemistry. Ellis Horwood, New York. 1989.

5. Freitas S, Hielscher G, Merkle HP, Gander B. Continuous contact- and contamination-free ultrasonic emulsification–a useful tool for pharmaceutical development and production. Ultrasonics Sonochemistry. 2006; 13(1):76–85. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2004.10.004

6. Abismail B, Conselier JP, Wilhelm AM, Delmas H, Gourdon C. Emulsification by ultrasound: droplet size distribution and stability. Ultrasonics Sonochemistry. 1999;6(1-2):75–83. https://doi.org/10.1016/s1350-4177(98)00027-3

7. Abismai B, Canselier JP, Wilhelm AM, Delmas H, Gourdon C. Emulsification processes: on-line study by multiple light scattering measurements. Ultrasonics Sonochemistry. 2000;7(4):187–192. https://doi.org/10.1016/s1350-4177(00)00040-7

8. Leong T, Johansson L, Juliano P, McArthur SL, Manasseh R. Ultrasonic Separation of Particulate Fluids in Small- and Large-Scale Systems: A Review. Industrial and Engineering Chemistry Research. 2013;52(47):16555–16576. https://doi.org/10.1021/ie402295r

9. Al-Hilphy ARS, Niamah AK, Al-Temimi AB. Effect of ultrasonic treatment on buffalo milk homogenization and numbers of bacteria. International Journal of Food Science and Nutrition Engineering. 2012;2(6):113–118. https://doi.org/10.5923/j.food.20120206.03

10. Koh LLA, Chandrapala J, Zisu B, Martin GJO, Kentish SE, Ashokkumar M. A comparison of the effectiveness of sonication, high shear mixing and homogenization on improving the heat stability of whey proteins solutions. Food and Bioprocess Technology. 2014;7:556–566. https://doi.org/10.1007/s11947-013-1072-1

11. Prasad J, Dixit A, Sharma SP, Mwakosya AW, Petkoska AT, Upadhyay A, *et al.* Nanoemulsion-based active packaging for food products. Foods and Raw Materials. 2024;12(1):22–36. https://doi.org/10.21603/2308-4057-2024-1-585

12. Gmoshinski IV, Ananyan MA, Shipelin VA, Riger NA, Trushina EN, Mustafina OK, *et al.* Effect of dihydroquercetin on the toxic properties of nickel nanoparticles. Foods and Raw Materials. 2023;11(2):232–242. https://doi.org/10.21603/2308-4057-2023-2-572

13. Burak LCh, Zavaley AP. Combined Ultrasound and Microwave Food Processing: Efficiency Review. Food Processing: Techniques and Technology. 2024;54(2):342–357. (In Russ.). https://doi.org/10.21603/2074-9414-2024-2-2510

14. Kozlova OV, Velichkovich NS, Faskhutdinova ER, Neverova OA, Petrov AN. Methods for Extracting Immune-Response Modulating Agents of Plant Origin. Food Processing: Techniques and Technology. 2023;53(4):680–688. (In Russ.). https://doi.org/10.21603/2074-9414-2023-4-2468

15. Zverev SV, Lobanov AV. Ultrasound technology in the dairy industry. Milk Processing. 2005;(1):10. (In Russ.). [Зверев С. В., Лобанов А. В. Ультразвуковая техника в молочной промышленности // Переработка молока. 2005. № 1. С. 10.]. https://elibrary.ru/UZDYXT

16. Berezovskii YuM, Dergachev PP, Bliadze VG. Possibilities of milk ultrasonic treatment. Dairy Industry. 2009;(5): 46–47. (In Russ.). [Березовский Ю. М., Дергачев П. П., Блиадзе В. Г. Возможности ультразвуковой обработки молока // Молочная промышленность. 2005. № 5. С. 46–47.]. https://elibrary.ru/KZQKTJ

17. Kanina KA, Krasulya ON, Zhizhin NA., Semenova ES. Study of the effect of high-frequency acoustic cavitation on the quality of raw milk and dairy products based on it. Proceedings of the Voronezh State University of Engineering Technologies. 2019;81(3):145–150. (In Russ.). https://doi.org/10.20914/2310-1202-2019-3-145-150; https://www.elibrary.ru/ORQIKV

18. Hughes DE, Nyborg WL. Cell Disruption by Ultrasound. Science. 1962;138(3537):108–114. https://doi.org/10.1126/science.138.3537.108

19. Bermúdez-Aguirre D, Mobbs T, Barbosa-Cánovas GV. Ultrasound Applications in Food Processing. In: Feng H, Barbosa-Canovas G, Weiss J, editors. Ultrasound Technologies for Food and Bioprocessing. New York: Springer; 2010. pp. 65–105. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-7472-3_3

20. D'Amico DJ, Silk TM, Wu J, Guo M. Inactivation of Microorganisms in Milk and Apple Cider Treated with Ultrasound. Journal of Food Protection. 2006;69(3):556–563. https://doi.org/10.4315/0362-028x-69.3.556

21. Gera N, Doores S. Kinetics and Mechanism of Bacterial Inactivation by Ultrasound Waves and Sonoprotective Effect of Milk Components. Journal of Food Science. 2011;76(2):M111–M119. https://doi.org/10.1111/j.1750-3841.2010.02007.x

22. Juraga E, Šalamon B, Herceg Z, Režek J. Application of high intensity ultrasound treatment on Enterobacteriae count in milk. Mljekarstvo.2011;61(2):125–134.

23. Tolt TL, Feke DL. Separation of dispersed phases from liquids in acoustically driven chambers. Chemical Engineering Science. 1993;48(3)527–540. https://doi.org/10.1016/0009-2509(93)80307-c

24. Johnson DA, Feke DL. Methodology for fractionating suspended particles using ultrasonic standing wave and divided flow fields. Separations Technology. 1995;5(4):251–258. https://doi.org/10.1016/0956-9618(95)00130-1

25. Benes E, Groschl M, Nowotny H, Trampler F, Keijzer T, Bohm H, et al. Ultrasonic separation of suspended particles. 2001 IEEE Ultrasonics Symposium. Proceedings. An International Symposium. 2001;1:649 – 659. https://doi.org/10.1109/ULTSYM.2001.991812

26. Juliano P, Kutter A, Cheng LJ, Swiergon P, Mawson R, Augustin MA. Enhanced creaming of milk fat globules in milk emulsions by the application of ultrasound and detection by means of optical methods. Ultrasonics Sonochemistry. 2011;18(5):963–973. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2011.03.003

27. Kapishnikov S, Kantsler V, Steinberg V. Continuous particle size separation and size sorting using ultrasound in a microchannel. Journal of Statistical Mechanics: Theory and Experiment. 2006;01:P01012. https://doi.org/10.1088/1742-5468/2006/01/p01012

28. Petersson F, Nilsson A, Holm C, Jönsson H, Laurell T. Separation of lipids from blood utilizing ultrasonic standing waves in microfluidic channels. The Analyst. 2004;129(10):938–943. https://doi.org/10.1039/b409139f

29. Nii S, Kikumoto S, Tokuyama H. Quantitative approach to ultrasonic emulsion separation. Ultrasonics Sonochemistry. 2009;16(1):145–149. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2008.07.005

30. Leong T, Juliano P, Johansson L, Mawson R, McArthur SL, Manasseh R. Temperature effects on the ultrasonic separation of fat from natural whole milk. Ultrasonics Sonochemistry. 2014;21(6):2092–2098. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2014.02.003

31. Juliano P, Temmel S, Rou M, Swiergon P, Mawson R, Knoerzer K. Creaming enhancement in a liter scale ultrasonic reactor at selected transducer configurations and frequencies. Ultrasonics Sonochemistry. 2013;20(1):52–62. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2012.07.018

32. Kerrigan GL, Norback JP. Linear Programming in the Allocation of Milk Resources for Cheese Making. Journal of Dairy Science. 1986;69(5):1432–1440. https://doi.org/10.3168/jds.s0022-0302(86)80552-5

33. Bliadze VG, Bigaeva AV. Development of the raw materials' consumption rates for the cheese and cottage cheese production. Dairy Industry. 2021:(10):59–62. (In Russ.). https://doi.org/10.31515/1019-8946-2021-10-59-62; httpss://elibrary.ru/UJOYJH

34. Leong T, Johansson L, Juliano P, Mawson R, McArthur S, Manasseh R. Design parameters for the separation of fat from natural whole milk in an ultrasonic litre-scale vessel. Ultrasonics Sonochemistry. 2014;21(4):1289–1298. https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2014.01.007

35. Frampton KD, Martin SE, Minor K. The scaling of acoustic streaming for application in micro-fluidic devices. Applied Acoustics. 2003;64(7):681–692. https://doi.org/10.1016/s0003-682x(03)00005-7

36. Tsymbalov AS. Influence of surface-active substances on dispersion and stability of water oil emulsions. Modern High Technology. Regional Application. 2018;(3):108–119. (In Russ.). [Цымбалов А. С. Влияние поверхностно-активных веществ на диспергирование и стабильность водомасляных эмульсий // Современные наукоемкие технологии. Региональное приложение. 2018. № 3. С. 108–119.]. https:// elibrary.ru/YLVEWD