УДК 637.345

В.Ф. Долганюк, Б.Г. Гаврилов, А.И. Пискаева, О.В. Козлова

ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ ПОЛУЧЕНИЯ СУХОЙ ЛАКТУЛОЗЫ

Рассмотрен процесс получения сухой лактулозы методом распылительной сушки. Определены оптимальные параметры, влияющие на выход готового продукта, такие как массовая доля лактулозы в растворе, температура сушки, скорость подачи раствора и скорость подачи воздуха. Показано, что для получения порошков лактулозы оптимальным является раствор с массовой долей лактулозы (40±1) %. Наибольший выход продукта получен при температуре сушки, равной (140±1) °С, скорости подачи раствора 0,0003–0,00042 $м^3$/ч и скорости потока воздуха 15 $м^3$/ч.

Лактулоза, пребиотик, распылительная сушка, углеводы, гигроскопичность, температура, размер частиц.

Введение

Лактулоза представляет собой белое кристаллическое вещество, не имеющее запаха, хорошо растворимое в воде. Данный пребиотик слаще, чем лактоза, но является менее сладким по сравнению с сахарозой. Лактулоза подвергается перекристаллизации из раствора с массовой долей метанола 50 % в виде гексагональных бесцветных пластин, при этом получается ангидридная форма [2]. На сегодняшний день с помощью кристаллизации лактулозы в водном растворе удалось получить углевод в тригидратной форме, обладающий целым рядом отличий от ангидридной по физико-химическим свойствам. Так, например, ангидридная форма очень гигроскопична – при 30 °С и влажности 81 % уже через 24 ч влажность кристаллов повышается до 7 %, а через 48 ч – до 20 %. Тригидратная форма лактулозы обладает еще одним важным отличием – при соблюдении тех же условий кристаллы данной формы не меняют основных своих свойств, хотя при нагревании более 37 °С возможна потеря кристаллизационной воды. Поэтому их хранят при относительно низких температурах [1, 4].

Считается, что сухие порошки лактулозы являются более технологичными в использовании. Значительный вклад в изучение вопроса сушки внесли такие известные ученые, как А.Г. Храмцов, Г.Б. Гаврилов, Д.В. Харитонов, однако проблема производства кристаллической лактулозы еще не решена в полной мере. Основным недостатком существующих технологий распылительной сушки растворов лактулозы является наличие дорогостоящих связующих компонентов – катализаторов и стабилизаторов, которые используются с целью уменьшения гигроскопичности и влажности готового продукта, а также для ускорения процесса сушки [3].

Освоение отечественной промышленностью технологии получения сухой лактулозы способом распылительной сушки позволит получать безопасную, высококачественную и, соответственно, конкурентоспособную на мировом рынке продукцию.

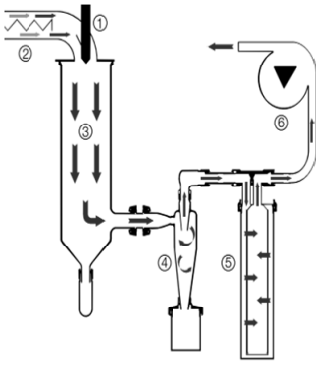
В связи с этим разработка новых технологий получения лактулозы является актуальным и перспективным научным направлением.

Объект и методы исследования

Экспериментальные исследования выполнены в лаборатории научно-исследовательского института биотехнологии при ФГБОУ ВПО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности».

Объектом исследования явился растворы с массовой долей лактулозы 20–60 %, предоставленные фирмой ООО «Шехонь-Л» (г. Ярославль, Россия).

Образцы сушили на распылительной сушке MiniSprayDryer (Buchi, Sweden), позволяющей получать готовый продукт с размером частиц 1–25 мкм. Схема экспериментальной установки представлена на рис. 1.



а)

б)

Рис. 1. Схема установки распылительной сушки
а) принципиальная схема:
1 – форсунка; 2 – нагреватель; 3 – распылительная камера (цилиндр); 4 – циклон; 5 – фильтр; 6 – аспиратор.
б) внешний вид

Массовую долю сухих веществ в растворах лактулозы определяли рефрактометрически по ГОСТ 24908-84.

Массовую долю лактулозы и других углеводов в растворах и сухой лактулозе определяли методом газожидкостной хроматографии (ГЖХ) с помощью хроматографа GCMS-QP2010 Ultra (Shimadzu, Japan).

Качество готового продукта оценивалось по таким показателям, как размер частиц, влажность, индекс растворимости и гигроскопичность.

Индекс растворимости определяли по ГОСТ 30305.4.95.

Размер частиц определяли микроскопированием образца лактулозы на инверсионном микроскопе – AxioVert.A1 (Carl Zeiss AG, German) с увеличением x40, массовую долю влаги – на приборе Чижовой.

Результаты и их обсуждение

Основным фактором, определяющим процесс сушки, является температура. На рис. 2 представлены кривые зависимости выхода продукта от температуры сушки. Выход продукта – количество готового продукта в процентах от массовой доли сухих веществ в исходном растворе.

Анализ кривых, представленных на рис. 2, показал, что выход продукта увеличивается в диапазоне температур от 40–140 °С. При температуре нагрева выше (140±1) °С происходит снижение выхода продукта, что связано со способностью лактулозы к карамелизации. При значениях температур (150±1) °С и выше высушенные кристаллы налипают на стенки аппарата, образуя слой, который препятствует накоплению готового продукта.

Установлено, что при сушке растворов с массовой долей лактулозы 40–60 % выход готового продукта возрастает в 2 раза по сравнению с сушкой растворов с массовой долей лактулозы 20 и 30 %.

Еще одним фактором, влияющим на выход продукта, является скорость подачи раствора. На рис. 3 представлены кривые изменения выхода готового продукта в зависимости от скорости подачи.

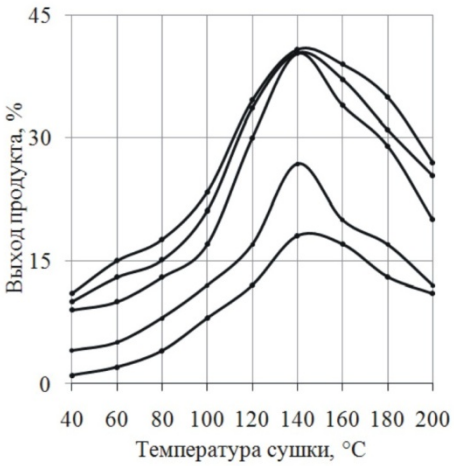


Рис. 2. Изменение выхода продукта в зависимости от температуры сушки (°С) и массовой доли лактулозы (%): 1–20; 2–30; 3–40; 4–50; 5–60

Зависимости, приведенные на рис. 3, показывают увеличение выхода готового продукта при увеличении скорости подачи раствора до 0,0003–0,000 42 м^3/ч раствора. Скорость подачи 0,00006–0,00018 м^3/ч оптимальна для растворов с массовой долей лактулозы 20 и 30 %, однако выход продукта при этом составляет всего (21±2) % и (27±2) %, соответственно, что почти в 2 раза меньше, чем при использовании растворов с массовой долей лактулозы 40–60 %. Оптимальная скорость подачи для них составляет 0,0003–0,00042 м^3/ч. Чем выше скорость подачи раствора, тем меньше времени затрачивается на процесс сушки, следовательно, оптимальным соотношением является скорость подачи раствора 0,0003–0,00042 м^3/ч и массовая доля лактулозы в растворе 40–60 %.

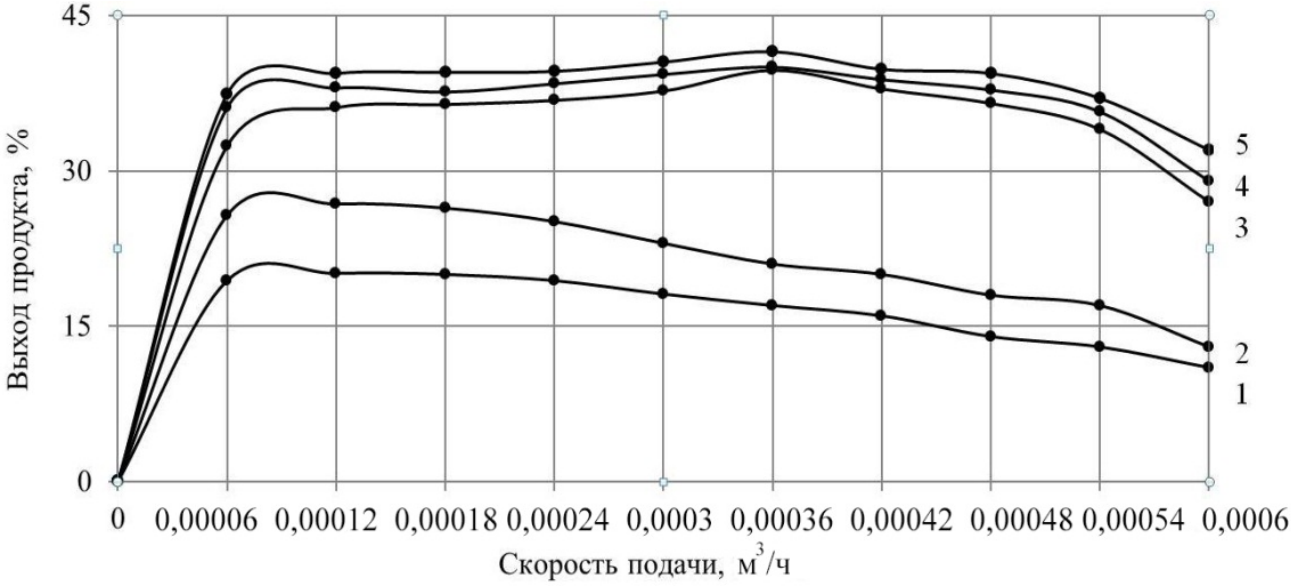


Рис. 3. Изменение выхода продукта в зависимости от скорости подачи (м^3/ч) и массовой доли лактулозы (%): 1 – 20; 2 – 30; 3 – 40; 4 – 50; 5 – 60

Еще одним важным фактором, влияющим на процесс сушки лактулозы, является скорость потока воздуха, которую обеспечивает аспиратор. На рис. 4 приведена зависимость выхода готового продукта от скорости подачи воздуха.

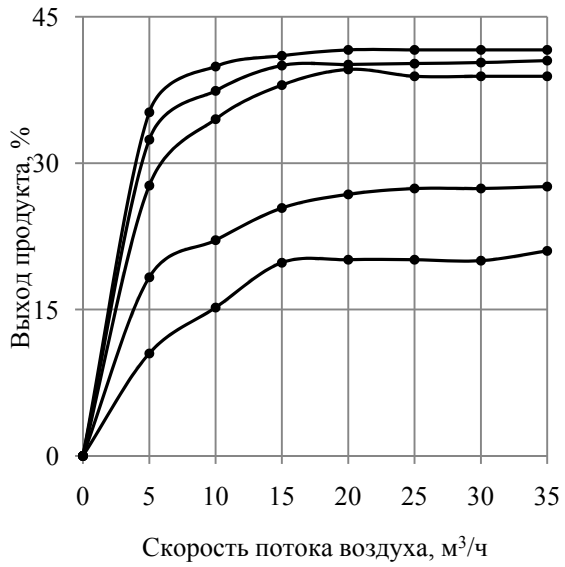


Рис. 4. Изменение выхода продукта в зависимости от скорости потока воздуха ($м^3$/ч) и массовой доли лактулозы (%): 1 – 20; 2 – 30; 3 – 40; 4 – 50; 5 – 60

Кривые, приведенные на рис. 4, показывают увеличение выхода продукта с возрастанием скорости потока воздуха до 15 $м^3$/ч. Это связано с тем, что частицы, захваченные потоком воздуха, который обеспечивает аспиратор, будут тем быстрее попадать в уловитель, чем выше будет его скорость. Оптимальными значениями скорости потока воздуха для всех растворов является не менее 15 $м^3$/ч. При сушке растворов с массовой долей лактулозы 40–60 % выход продукта увеличивается, по сравнению с растворами, содержащими 20 и 30 м% лактулозы (40,3 и 20,1–26,8 % соответственно).

Анализируя данные, полученные при исследовании зависимости выхода готового продукта от основных параметров процесса сушки, установлено, что максимальная производительность установки обеспечивается при сушке растворов с массовой долей лактулозы 40–60 %.

Важными факторами, определяющими производительность сушки, являются выход продукта и продолжительность процесса (табл. 1).

Таблица 1

Выход и средняя продолжительность сушки растворов с различной массовой долей лактулозы

Массовая доля лактулозы в растворе, %	Максимальный выход продукта (теоретический), %	Экспериментальный выход продукта (в % от теоретического)	Удельное время сушки, мл/мин
20	24,8	20,1±1,2	0,45±0,02
30	37,2	26,8±1,2	0,55±0,02
40	49,6	40,3±1,2	0,65±0,02
50	62,0	40,3±1,2	0,75±0,02
60	74,4	40,3±1,2	0,85±0,02

Данные, приведенные в табл. 1, показывают увеличение выхода готового продукта с возрастанием массовой доли лактулозы в растворах, продолжительность процесса сушки при этом также возрастает.

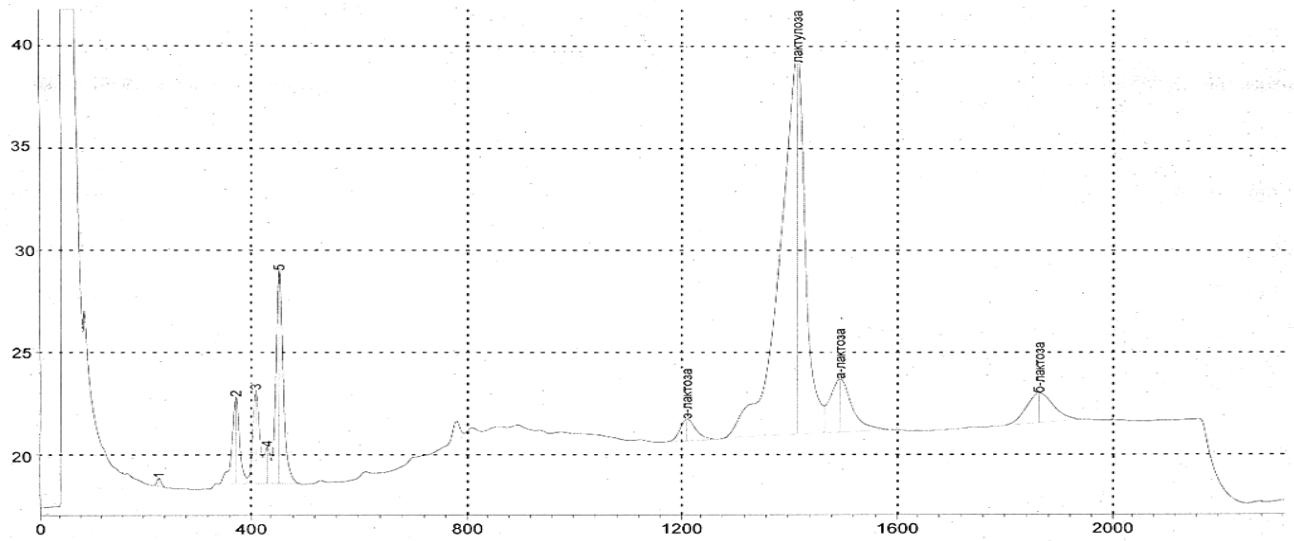


Рис. 5. *Начало*. Газожидкостные хроматограммы лактулозы: раствор с массовой долей лактулозы 40 %

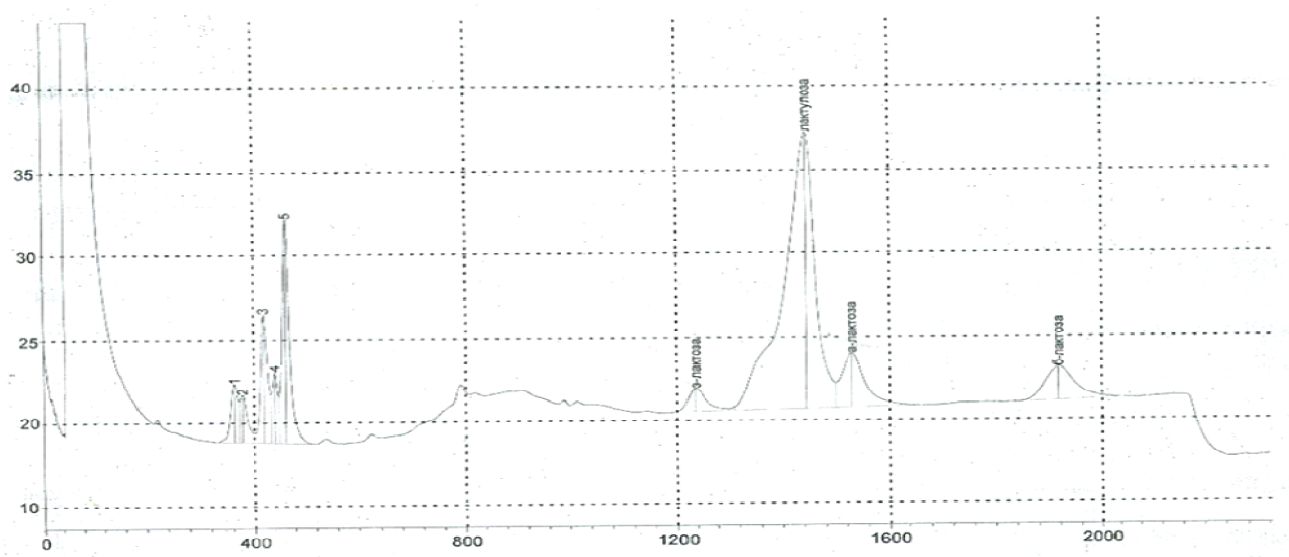


Рис. 5. *Окончание*. Газожидкостные хроматограммы лактулозы: сухая лактулоза

По данным, приведенным на рис. 5, можно установить, что концентрация лактулозы в исходном сиропе составляет 40 %, а в высушенном готовом продукте – 38,5 %. Таким образом, в результате химических превращений потери лактулозы при высушивании составляют 3,5 %, что является допустимым значением при использовании распылительной сушки.

Таким образом, в ходе проведения исследования по определению оптимальных параметров кристаллизации сиропов лактулозы методом распылительной сушки установили, что оптимальным для получения сухих порошков является раствор с массовой долей лактулозы 40 %. Наибольший выход продукта был получен при температуре сушки, равной 140 °С, скорости подачи раствора 0,0003–0,00042 $м^3$/ч и скорости потока воздуха 15 $м^3$/ч.

Список литературы

1. Развитие пробиотической микрофлоры в продукте с лактулозой / Г.Б. Гаврилов, А.А. Макарушин, Б.Г. Гаврилов и др. // Молочная промышленность. – 2006. – № 6. – С. 61.

2. Просеков, А.Ю. Подбор остаточного давления для вакуумного концентрирования жидких молочных продуктов / А.Ю. Просеков, В.А. Ермолаев // Достижения науки и техники АПК. – 2010. № 6. – С. 69–70.

3. Харитонов, Д. В. Изучение специфической активности молочнокислой микрофлоры и лактулозы на постинтоксикационный синдром / Д.В. Харитонов, В.Ф. Семенихина, И В. Рожкова и др. // Сборник материалов симпозиума Международной молочной федерации «Лактоза и её производные». – М.,2007. – С. 345.

4. Биотрансформация лактозы в лактулозу / А.Г. Храмцов, С.А. Рябцева, В.К. Топалов // Сборник научных трудов СевКавГТУ. – 2007. – № 3. – (Сер. Продовольствие).

ФГБОУВПО «Кемеровскийтехнологическийинститут
пищевой промышленности»,
650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47.
Тел/факс: (3842)73-40-40,
e-mail: office@kemtipp.ru

SUMMURY

V.F. Dolganyuk, B.G. Gavrilov, A.I. Piskaeva, O.V. Koslova

OPTIMIZATION OF THE DRY LACTULOSE PARAMETERS

The process of dry lactulose obtaining using the spray-drying method is considered. The optimum parameters influencing the finished product output, such as the weight fraction in the lactulose solution, the temperature of drying, the solution feed rate and the air flow rate are determined. It is shown that the solution having a weight fraction of 40±1% is optimal for obtaining of lactulose powders. The highest product yield was obtained at the drying temperature of 140±1 ° C, the solution feed rate of 0.0003 - 0.00042 m^3 /h and the air flow rate of 15 m^3 /h.

Lactulose, prebiotic, spray drying, carbohydrates, hygroscopicity, temperature, particle size

Kemerovo Institute of Food Science and Technology,
650056, Russia, Kemerovo, Boulevard Stroiteley, 47.
Phone/fax: +7(3842) 73-40-40,
e-mail: office@kemtipp.ru

Дата поступления: 23.10.2013