– АВТОМАТИЗАЦИЯ И ИНФОРМАТИЗАЦИЯ ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ПРОЦЕССОВ –

УДК 637.073

РАЗРАБОТКА КОМБИНИРОВАННОГО ОПТИЧЕСКОГО МЕТОДА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КОАГУЛЯЦИИ МОЛОКА

И.В. Акулинин*, А.М. Осинцев, В.И. Брагинский

ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47

**e-mail: iliaakulinin@yandex.ru*

Дата поступления в редакцию: 20.03.2016
Дата принятия в печать: 30.04.2016

Разработка новых методов и систем контроля физических свойств молочных продуктов является перспективным направлением в пищевой отрасли. Использование новых способов контроля и улучшение существующих способствует повышению качества выпускаемой продукции, а также уменьшению доли ручного труда на предприятиях молочной отрасли. Целью исследования была разработка метода контроля коагуляции молока с использованием комбинированного инфракрасного коагулографа. Объектом исследования являлось цельное непастеризованное молоко. В качестве коагулянта использовался готовый раствор химозина под маркой CHY-MAX активностью 8000 единиц. Для контроля процесса сычужной коагуляции применялся комбинированный нефелометр-турбидиметр собственной конструкции. Методика мониторинга коагуляции основана на одновременном получении турбидиметрических и нефелометрических данных с нескольких оптических датчиков, работающих в ближней инфракрасной области спектра. Данные регистрировались с помощью лабораторного комплекса на базе универсального многоканального устройства сбора данных ZET210. Полученные с датчиков показания о величие потока излучения записывались в базу данных и отображались с помощью прикладного программного обеспечения KoaguMilk собственной разработки. В работе описана также возможная схема компоновки фотоячейки коагулографа. В качестве демонстрации возможностей разработанного метода проведен анализ зависимости процесса коагуляции от концентрации сычужного фермента. В процессе исследования получены данные о влиянии концентрации сычужного фермента на скорость структурообразования молочного коагулята, соответствующие общепринятым. Тем самым доказана прикладная эффективность оптического метода исследования структурообразования молочного сгустка под действием сычужного фермента. Получены диаграммы зависимости величины потока излучения от времени в ходе сычужной коагуляции, демонстрирующие уменьшение степени пропускания потока излучения при прямом и боковом рассеянии и его увеличение при обратном рассеянии на стадии активной коагуляции молока.

Коагуляция молока, нефелометрия, турбидиметрия, инфракрасный датчик, коагулограф

Введение

Коагуляция молочных белков является важным технологическим этапом при выработке молочных продуктов, таких, например, как сыры [1–3]. Несмотря на достаточно интенсивное развитие методов контроля коагуляции молока [4, 5], для мониторинга этапов формирования молочного сгустка при производстве сыра технологи обычно используют традиционный способ проверки его готовности к резке путем приподнимания сгустка специальным шпателем. В то же время для анализа сырья на сыропригодность и рецептурных расчетов в лабораториях применяют способ с использованием специальной кружки ВНИИМС. Данный метод является простым, не требует больших финансовых затрат. Подобные качества полезны на малых предприятиях или частных фермерских хозяйствах с небольшим притоком исходного сырья. Однако современные темпы и объемы продукции требуют повышенной производительности от предприятий. В соответствии с этим на заводах с высоким объемом выпускаемой продукции важными требованиями являются обеспечение максимального уровня автоматизации производства, уменьшение доли ручного труда, обеспечение надлежащего контроля за качеством выпускаемого товара.

При производстве сыра или творога важным технологическим параметром является сыропригодность молока. От степени сыропригодности и концентрации коагулянта зависит интенсивность структурообразования молочного сгустка. Данный показатель можно определить с помощью специальных приборов контроля наличия сгустка в молочном сырье при коагуляции белка. Подобные устройства называются коагулометры, коагулографы, формографы, оптиграфы [6–9]. Они обычно применяются в лабораторных исследованиях на сыропригодность молока, а также при рецептурных расчетах. Их использование в поточном производстве часто затруднено из-за технических особенностей устройств.

Перечисленные выше устройства основаны на изменении реологических или оптических свойств молока в процессе коагуляции. Реологические устройства используют в своем составе точную механику. Оптические анализаторы не имеют по-

движных частей в своей конструкции, что является существенным преимуществом при выборе системы контроля коагуляции. Они работают по принципу количественного измерения проходящих сквозь эмульсию потоков монохромного излучения и имеют меньшую стоимость по сравнению с точными механическими или пьезодатчиками. Разработка оптических систем контроля коагуляции молочного белка является, на наш взгляд, актуальным направлением.

Целью данного исследования является изучение возможности мониторинга коагуляции молока с использованием комбинированного оптического сенсора при одновременном получении турбидиметрических и нефелометрических данных в ближней инфракрасной области с нескольких датчиков.

Объекты и методы исследований

Объектом исследования являлось цельное непастеризованное молоко, приобретенное в одном из молочных хозяйств Кемеровской области. Заявленная поставщиком пищевая ценность в расчете на 100 г продукта составляла: белки – 2,6 г, жиры – 3,3 г, углеводы – 4,3 г. В качестве сычужного фермента использовался химозин под торговой маркой CHY-MAX (Chr. Hansen) в виде раствора активностью 8000 единиц.

Время свертывания молока после внесения необходимой концентрации сычужного фермента изучалось с помощью оптической инфракрасной системы (оптического коагулографа) собственного изготовления (рис. 1).

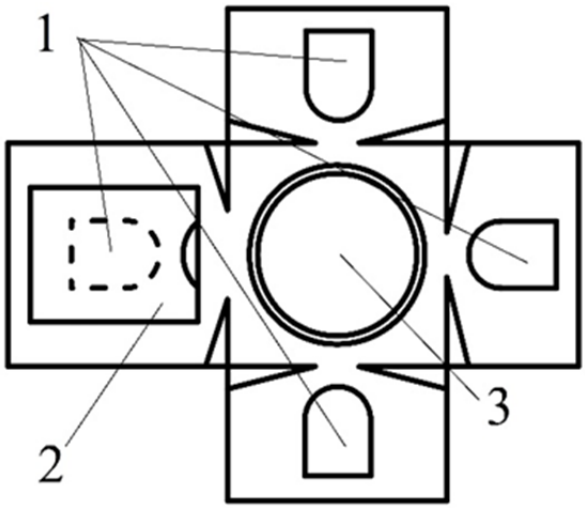

Рис. 1. Общая схема фотоячейки комбинированного оптического коагулографа:
1 – фотодиоды; 2 – источник излучения;
3 – пробирка для исследуемого образца

Фотоячейка коагулографа содержит фотодиодные приемники (1), расположенные под углами 0°, 90°, 180° (указан пунктиром) и 270° к оси потока инфракрасного излучения. В качестве источника излучения использовался полупроводниковый лазерный модуль, работающий на длине волны 940 нм.

Исследования коагуляции осуществлялись следующим образом. Подготовленный образец цельного молока объемом 100 мл предварительно нагревали до 40 °С и перемешивали 1 мин на магнитной мешалке для получения более однородного распределения жира. Далее термостатировали образец при температуре (34±1) °С и вносили раствор химозина в количестве 0,01 мл, 0,02 мл или 0,03 мл. После перемешивания в течение 30 с часть молока объемом примерно 12 мл сливали в пробирку коагулографа. Пробирку с образцом помещали в фотоячейку устройства (рис. 1) и производили запись значений потоков излучения, регистрируемых фотодиодами.

Для первичной обработки токового сигнала с фотодатчиков собрана электронная схема преобразователя. Блок фотодиодов и преобразователь подключались к персональному компьютеру с помощью модуля сбора данных ZET210 (ZetLAB). Сбор данных производился непрерывно на частоте опроса датчиков 10 кГц. Усредненные за 0,1 с значения фиксировали в базе данных MSSQL.

Для каждой концентрации фермента выполняли по десять экспериментов и усредняли полученные результаты. Готовность сгустка определяли, используя виртуальный график, построенный в реальном времени с помощью прикладного программного обеспечения собственной разработки KoaguMilk. Оставшееся после отливания в пробирку молоко с внесенным ферментом использовалось для параллельного визуального контроля процесса коагуляции.

Результаты исследования и обсуждение

Одним из основных критериев оценки работоспособности метода является хорошая воспроизводимость результатов. Десять измерений, проведенных для каждой концентрации фермента, показали отклонение от средних значений, не превышающее 10 %. Однако эти отклонения, на наш взгляд, обусловлены не качеством измерений, а в основном погрешностью приготовления растворов ферментных препаратов. Усредненный результат представлен на рис. 2, 3 и 4 в виде коагулограмм, отражающих зависимость величины потока излучения, регистрируемого фотодатчиком, от времени, прошедшего после внесения фермента.

Процесс сычужного свертывания молока принято условно делить на несколько стадий [10, 11]. Первая – индукционный период, включающий ферментативную стадию и стадию скрытой коагуляции, в течение которого эмульсия практически не меняет реологических и оптических параметров. Более точные измерения показывают небольшое уменьшение вязкости молока во время ферментативной стадии [12]. Вторая стадия – массовая коагуляция и образование структуры молочного геля. Она характеризуется резким увеличением вязкости и оптической плотности молока [12, 13] и завершается возникновением сгустка. Третья стадия характеризуется упрочнением сгустка и, как следствие, увеличением его вязкоупругих модулей [14]. Четвертой стадией можно условно считать синерезис.

Продолжительность перечисленных стадий является определяющим фактором при постановке

зерна и напрямую влияет на технологию производства сыра. Далее рассмотрим, как анализ динамики изменения оптических свойств молока позволяет следить за интенсивностью процесса и определять степень готовности сгустка к дальнейшей технологической обработке.

Коагулограммы на рис. 2, 3 и 4 выглядят качественно одинаково. Кривые, соответствующие прямому (0°) и боковому рассеянию (90° и 270°), показывают уменьшение интенсивности рассеянного света в течение процесса коагуляции, при этом интенсивность обратного рассеяния (180°) увеличивается.

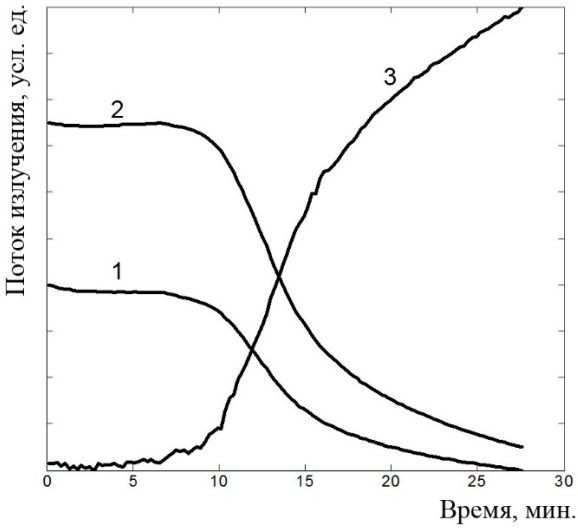

Рис. 2. Коагулограммы, полученные при концентрации раствора химозина 0,01 мл на 100 мл молока: 1 – сигнал с датчика 0°; 2 – усредненный сигнал с датчиков 90° и 270°; 3 – сигнал с датчика 180°

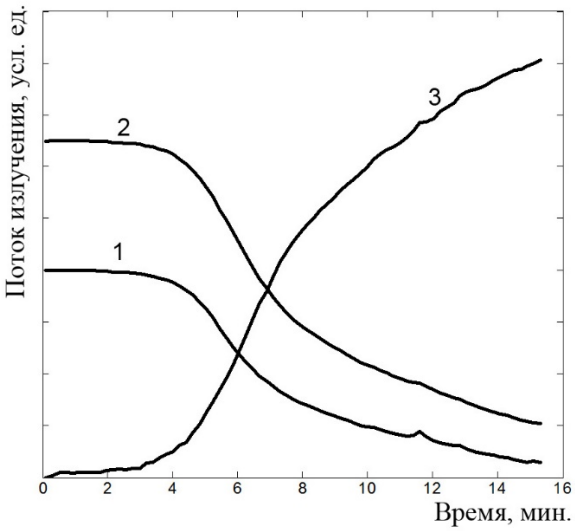

Рис. 3. Коагулограммы, полученные при концентрации раствора химозина 0,02 мл на 100 мл молока: 1 – сигнал с датчика 0°; 2 – усредненный сигнал с датчиков 90° и 270°; 3 – сигнал с датчика 180°

Поток излучения на рисунках представлен в условных единицах, так как рассеянное в различных направлениях излучение имеет различную интенсивность. Интенсивность бокового рассеяния превышает интенсивность прямого рассеяния, поэтому для их нормализации необходим подбор коэффициентов усиления. Для компенсации существенно большей интенсивности обратного рассеяния использовался дополнительный аттенюатор. Таким образом, значения потоков излучения, рассеянного под различными углами, отражены в условных масштабах для наглядности.

Как видно из анализа кривых на рисунках, уменьшение прямого и бокового рассеяния в процессе коагуляции молока следует, по-видимому, связывать не с уменьшением прозрачности молока в результате увеличения поглощения потока излучения, а скорее, с усилением обратного рассеяния. Диффузное отражение за счет увеличения эффективной отражающей поверхности, связанной с ростом хлопьев и образованием стационарной структуры, уменьшает поток излучения внутрь объема молока и, как следствие, снижает интенсивность прямого и бокового рассеяния.

На рис. 2 индукционная стадия коагуляции продолжается 7–8 мин. Явная коагуляция характеризуется максимальной скоростью изменения регистрируемого потока излучения и заканчивается примерно в районе 15–17 мин. Дальнейшее более медленное изменение потока излучения соответствует стадии упрочнения сгустка.

Индукционный период коагуляции молока с добавлением двойной концентрации фермента (рис. 3) составляет примерно 3–4 мин, что соответствует обратной зависимостью продолжительности индукционной стадии от концентрации молокосвертывающего фермента. Стадия массовой коагуляции продолжается до 7–8 мин.

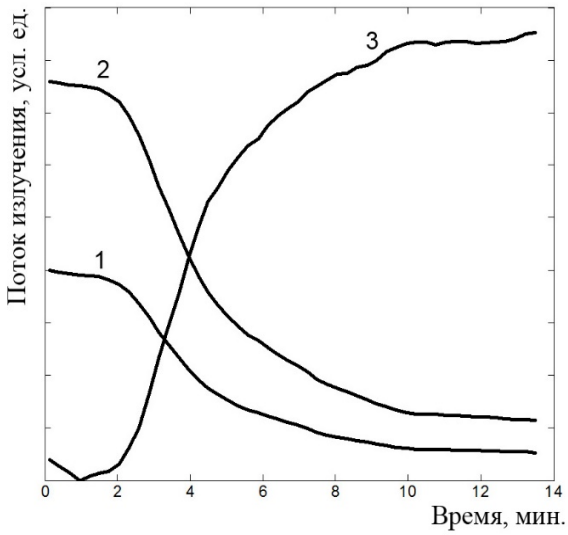

Рис. 4. Коагулограммы, полученные при концентрации раствора химозина 0,03 мл на 100 мл молока: 1 – сигнал с датчика 0°; 2 – усредненный сигнал с датчиков 90° и 270°; 3 – сигнал с датчика 180°

На рис. 4 представлены коагулограммы свертывания молока с тройной концентрацией фермента, индукционная стадия уменьшается примерно до 2,5

мин, что также неплохо согласуется с обратной зависимостью продолжительности этой стадии от концентрации фермента, особенно с учетом примерно минутной задержки для перемешивания молока с раствором фермента и заполнения колбы для образца. Явная коагуляция продолжается примерно до 5–6 мин, после чего начинается упрочнение сгустка. К моменту времени примерно 10–11 мин упрочнение практически завершается и устанавливается метастабильное равновесие, которое может быть разрушено механическим воздействием и должно сопровождаться выделением сыворотки. Таким образом, на рис. 4 представлены, в принципе, все четыре перечисленные выше стадии сычужной коагуляции молока.

Стоит отметить, что для трех изученных образцов продолжительность индукционной стадии близка к продолжительности стадии явной коагуляции.

Заключение

Разработан комбинированный оптический метод, позволяющий проводить надежный объективный мониторинг процесса коагуляции молока. Наличие нескольких датчиков, регистрирующих интенсивность рассеянного излучения под различными углами, позволяет получить более достоверные результаты.

Предварительные эксперименты показали, что оптический коагулограф позволяет определить скорость агрегации казеина и наглядно отобразить процесс коагуляции, а в перспективе рассчитать необходимое количество вносимого сычужного фермента для производства сыра. Стоит отметить возможность достаточно простой модернизации устройства до погружного исполнения в сырную ванну.

На основе анализа полученных данных сделан вывод о том, что уменьшение интенсивности прямого рассеяния инфракрасного излучения при коагуляции молока связано не с увеличением коэффициента поглощения излучения или ростом мутности среды, а с усилением обратного рассеяния излучения из-за увеличения коэффициента диффузного отражения вследствие роста размеров отражающих частиц.

Список литературы

1. Fox P. F., Guinee T. P., Cogan T. M. and McSweeney P. L. H. Fundamentals of Cheese Science. Aspen Publishers, Inc., 2000, 639 p.

2. Britz T.J., Robinson R.K. Advanced Dairy Science and Technology. Wiley-Blackwell, 2008, 312 p.

3. Остроумов, Л.А. Развитие фундаментальных основ технологий сыроделия / Л.А. Остроумов, А.М. Осинцев, В.И. Брагинский // Известия Армянской сельскохозяйственной академии. – 2003. – № 3/4. – С. 150–153.

4. O'Callaghan D.J., O'Donnell C.P., Payne F.A. Review of systems for monitoring curd setting during cheesemaking. International Journal of Dairy Technology, 2002, v. 55(2), pp. 65-74.

5. Lucey J.A. Formation and physical properties of milk protein gels. Journal of Dairy Science, 2002, v. 85, pp. 281-294.

6. O'Callaghan D. J., Mulholland E. P., Duffy A. P., O'Donnell C. P., Payne F. A. Evaluation of hot wire and optical sensors for on-line monitoring of curd firmness during milk coagulation. Irish Journal of Agricultural and Food Research, 2001, v. 40(2), pp. 227-238.

7. Cecchinato A, Cipolat-Gotet C, Casellas J, Penasa M, Rossoni A, Bittante G. Genetic analysis of rennet coagulation time, curd-firming rate, and curd firmness assessed over an extended testing period using mechanical and near-infrared instruments. Journal of Dairy Science, 2013, v 96(1), pp 50–62.

8. Динамический формограф для реологических исследований в пищевой промышленности / А.М. Осинцев [и др.] // Техника и технология пищевых производств. – 2014. – № 2. – С. 20–24.

9. Pais V.F., Veríssimo M.I.S., Oliveira J.A.B.P., Gomes M.S.R. Using acoustic wave sensors to follow milk coagulation and to separate the cheeses according to the milk origin. Sensors and Actuators B: Chemical, 2015, v. 207(B), pp. 1121–1128.

10. Bittantea G., Contierob B., Cecchinato A. Prolonged observation and modelling of milk coagulation, curd firming, and syneresis. International Dairy Journal, 2013, v 29(2), pp 115–123.

11. Osintsev A. Theoretical and practical aspects of the thermographic method for milk coagulation research. Food and Raw Materials, 2014, v. 2(2), pp. 147-155.

12. de Kruif C. G. Supra-aggregates of casein micelles as a prelude to coagulation. Journal of Dairy Science, 1998, v. 81, pp. 3019–3028.

13. Lomholt S. B., Worning P., Øgendal L., Qvist K. B., Hyslop D. B., Bauer R.. Kinetics of the renneting reaction followed by measurement of turbidity as a function of wavelength. Journal of Dairy Research, 1998, v. 65, pp. 545-554.

14. Зависимость вязкоупругих свойств сычужных гелей от концентраций молочного жира и сухих веществ / А.М Осинцев [и др.] // Техника и технология пищевых производств. – 2015. – № 2. – С. 53–61.

DEVELOPMENT OF COMBINED OPTICAL METHOD FOR MILK COAGULATION RESEARCH

I.V. Akulinin*, A.M. Osintsev, V.I. Braginsky

Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia

**e-mail: iliaakulinin@yandex.ru*

Received: 20.03.2016
Accepted: 30.04.2016

Development of new methods and systems for control of physical properties of dairy products is a promising trend in the food industry. Using new methods of control improves product quality and helps to reduce manual labor at dairy plants. The aim of this study was to develop a methodology for monitoring of milk coagulation with combined infrared koagulograph. Whole unpasteurized milk was the object of our study. Chymosin solution with activity of 8,000 units under the CHY_MAX trademark was used as a coagulant. To control the process of rennet coagulation we used a combined nephelometer-turbidimeter of our own design. The technique of coagulation monitoring is based on receiving turbidimetric and nephelometric data from multiple optical sensors operating in the near infrared region of the spectrum. Data were recorded using a laboratory complex based on universal multichannel ZET210 data collection device. The flux data from the sensors were recorded in the database and displayed using the applied KoaguMilk software of our own design. Possible photocell set for the coagulograph is also described in the paper. As a demonstration of the method possibilities the dependence of coagulation on chymosin concentration has been analysed. The data on the effect of the rennet concentration on coagulation rate obtained under this study are found to be corresponding to the conventional data. This proves applied effectiveness of our optical method for milk clot structuring under the rennet coagulation. We obtained diagrams for dependence of the IR radiation flow on time under the rennet coagulation, showing a decrease in the degree of flux transmission in direct and sidewise scattering and increase in backscattering at the active stage of milk coagulation.

Milk coagulation, nephelometry, turbidimetry, infrared sensor, coagulograph

References

1. Fox P.F., Guinee T.P., Cogan T.M., McSweeney P.L.H. *Fundamentals of Cheese Science*. Aspen Publishers, Inc., 2000. 639 p.
2. Britz T.J., Robinson R.K. *Advanced Dairy Science and Technology*. Wiley-Blackwell Publ., 2008. 312 p.
3. Ostroumov L.A., Osintsev A.M., Braginsky V.I. Razvitie fundamental'nykh osnov tekhnologiy syrodeliya [Development of fundamentals of cheese making technology]. *Izvestiya Armyanskoy sel'skokhozyaystvennoy akademii* [Proceedings of the Armenian Agricultural Academy], 2003, nos 3/4, pp. 150–153.
4. O'Callaghan D.J., O'Donnell C.P., Payne F.A. Review of systems for monitoring curd setting during cheesemaking. *International Journal of Dairy Technology*, 2002, vol. 55, no. 2, pp. 65–74.
5. Lucey J.A. Formation and physical properties of milk protein gels. *Journal of Dairy Science*, 2002, vol. 85, pp. 281–294.
6. O'Callaghan D.J., Mulholland E.P., Duffy A.P., O'Donnell C.P., Payne F.A. Evaluation of hot wire and optical sensors for on-line monitoring of curd firmness during milk coagulation. *Irish Journal of Agricultural and Food Research*, 2001, vol. 40, no. 2, pp. 227–238.
7. Cecchinato A., Cipolat-Gotet C., Casellas J., Penasa M., Rossoni A., Bittante G. Genetic analysis of rennet coagulation time, curd-firming rate, and curd firmness assessed over an extended testing period using mechanical and near-infrared instruments. *Journal of Dairy Science*, 2013, vol. 96, no. 1, pp 50–62.
8. Osintsev A.M, Braginsky V.I., Baburchin D.S., Pirogov A.N. Dinamicheskiy formograf dlya reologicheskikh issledovaniy v pishchevoy promyshlennosti [Dynamic formograf for rheological studies in the food industry]. *Tekhnika i tekhnologiya pishchevykh proizvodstv* [Food Processing: Techniques and Technology], 2014, no. 2, pp. 20–24.
9. Pais V.F., Veríssimo M.I.S., Oliveira J.A.B.P., Gomes M.S.R. Using acoustic wave sensors to follow milk coagulation and to separate the cheeses according to the milk origin. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2015, vol. 207(B), pp. 1121–1128.
10. Bittantea G., Contierob B., Cecchinato A. Prolonged observation and modelling of milk coagulation, curd firming, and syneresis. *International Dairy Journal*, 2013, vol. 29, no. 2, pp. 115–123.
11. Osintsev A. Theoretical and practical aspects of the thermographic method for milk coagulation research. *Food and Raw Materials*, 2014, vol. 2, no. 2, pp. 147–155. DOI: 10.12737/547.
12. de Kruif C. G. Supra-aggregates of casein micelles as a prelude to coagulation. *Journal of Dairy Science*, 1998, vol. 81, pp. 3019–3028.
13. Lomholt S. B., Worning P., Øgendal L., Qvist K. B., Hyslop D. B., Bauer R.. Kinetics of the renneting reaction followed by measurement of turbidity as a function of wavelength. *Journal of Dairy Research*, 1998, vol. 65, pp. 545–554.
14. Osintsev A.M, Braginsky V.I., Baburchin D.S., Rink V.V. Zavisimost' vyazkouprugikh svoystv sychuzhnykh geley ot kontsentratsiy molochnogo zhira i sukhikh veshchestv [The dependence of the viscoelastic properties of the gels rennet milk fat concentration and solids]. *Tekhnika i tekhnologiya pishchevykh proizvodstv* [Food Processing: Techniques and Technology], 2015, no. 2, pp. 53–61.

Дополнительная информация / Additional Information

Акулинин, И.В. Разработка комбинированного оптического метода для исследования коагуляции молока / И.В. Акулинин, А.М. Осинцев, В.И. Брагинский // Техника и технология пищевых производств. – 2016. – Т. 41. – № 2. – С. 164–169.

Akulinin I.V., Osintsev A.M., Braginsky V.I. Development of combined optical method for milk coagulation research. *Food Processing: Techniques and Technology,* 2016, vol. 41, no. 2, pp. 164–169 (in Russ.).

Акулинин Илья Владимирович
аспирант кафедры физики, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47

Осинцев Алексей Михайлович
д-р техн. наук, профессор, заведующий кафедрой физики, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47,
тел.: +7 (3842) 39-68-32, e-mail: osintsev@kemtipp.ru

Брагинский Владимир Ильич
канд. техн. наук, доцент, профессор кафедры автоматизации производственных процессов и автоматизированных систем управления, ФГБОУ ВО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности (университет)», 650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47, тел.: +7 (3842) 39-68-79, e-mail: brag1303@yandex.ru

Ilya V. Akulinin
Postgraduate of the Department of Physics, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia

Aleksey M. Osintsev
Dr. Sci. (Eng.), Professor, Head of the Department of Physics, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia,
phone: +7 (3842) 39-68-32, e-mail: osintsev@kemtipp.ru

Vladimir I. Braginsky
Cand.Tech.Sci., Associate Professor, Professor of the Department of Production Processes Automation and Automation Systems, Kemerovo Institute of Food Science and Technology (University), 47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056, Russia,
phone: +7 (3842) 39-68-79, e-mail: brag1303@yandex.ru