



На правах рукописи

ГРИДИН АЛЕКСАНДР СЕРГЕЕВИЧ

**РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ НИЗКОГИГРОСКОПИЧНОГО
СЫВОРОТОЧНОГО ПЕРМЕАТА РАСПЫЛИТЕЛЬНОЙ СУШКИ**

4.3.3. Пищевые системы

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата технических наук

Ставрополь – 2024

Работа выполнена в федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Северо-Кавказский федеральный университет»

Научный руководитель:

Евдокимов Иван Алексеевич

доктор технических наук, профессор,
член-корреспондент Российской
академии наук

Официальные оппоненты:

Богданова Екатерина Викторовна

доктор технических наук, доцент,
профессор кафедры технологии
продуктов животного происхождения
ФГБОУ ВО «Воронежский
государственный университет
инженерных технологий»

Фиалкова Евгения Александровна

доктор технических наук, профессор,
профессор кафедры технологического
оборудования ФГБОУ ВО «Вологодская
государственная молочнохозяйственная
академия имени Н.В. Верещагина»

Ведущая организация:

ФГБОУ ВО «Омский государственный
аграрный университет имени
П.А. Столыпина»

Защита состоится «13» февраля 2025 г. в 12-00 на заседании диссертационного совета 24.2.398.07 при ФГАОУ ВО «Северо-Кавказский федеральный университет» по адресу: 355017, г. Ставрополь, ул. Пушкина, 1, корп. 20 ауд. 309.

С диссертацией можно ознакомиться в научной библиотеке ФГАОУ ВО «СКФУ» по адресу: 355017, г. Ставрополь, ул. Пушкина, 1 и на сайте <https://ncfu.ru/upload/medialibrary/bda/d31mv03xsmjljy3961hptgorn82mff5z4/Dissertatsiya-Gridin-A.S..pdf>

С авторефератом можно ознакомиться по адресу: <https://ncfu.ru/nauka/dissertatsionnye-sovety/obyavleniya-o-zashchite-dissertatsiy/29898/>

Автореферат разослан «__» _____ 2024 г.

Ученый секретарь

диссертационного совета 24.2.398.07,
кандидат технических наук, доцент

Д.С. Мамай

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования. Повышение эффективности производства является ключевым фактором не только нормального функционирования предприятий молочной отрасли России, но и фактором их эффективного и долгосрочного развития, что обеспечит как конкурентоспособность российских предприятий, так и продовольственную безопасность, как элемент национальной безопасности государства, в целом.

Действенной мерой в направлении решения проблемы дефицита сырья в России стало использование молочной сыворотки, ресурсы которой на период широкомасштабной переработки составляли около 3,5 млн т в год. Совместно с популяризацией продуктов из сыворотки её объем (более 220 млн т/год в мире; 7,6 млн т/год в России) оказался не только максимально востребованным, но и в определенных направлениях недостаточным.

Одной из обеспечивающих данный процесс тенденций в развитии молочной промышленности в нашей стране и за рубежом является широкое использование мембранных методов обработки. При использовании метода ультрафильтрации при обработке молочного сырья в качестве побочного продукта образуется ультрафильтрат (пермеат). Использование пермеата, как сухого ингредиента, в технологии хлебобулочных изделий, мороженого, молочных и пищевых продуктов имеет положительную тенденцию.

При этом одной из проблем при использовании пермеата является его повышенная гигроскопичность. В сухом пермеате, полученном путем распылительной сушки, лактоза присутствует в аморфном, стеклообразном состоянии, которая чрезвычайно гигроскопична, поэтому поглощает водяные пары, образуя α - моногидрат лактозы. Поэтому разработка технологии сухого сывороточного пермеата с кристаллизацией лактозы, обеспечивающей получение низкогигроскопичного продукта, является актуальной.

Степень разработанности темы исследования. Вопросами переработки вторичного молочного сырья, в т.ч. лактозосодержащего, в России активно занимаются несколько научных коллективов. Во Всероссийском НИИ молочной

промышленности (ВНИМИ) основной акцент делается на получение сгущенных и сухих молочных консервов (академик РАН Галстян А.Г., академик РАН Петров А.Н.). В Кемеровском государственном университете уделяется внимание получению напитков из молочной сыворотки и нанобиотехнологиям получения белков из молочного сырья (чл.-корр. РАН Просеков А.Ю.). В Воронежском государственном университете инженерных технологий проводятся исследования по получению продуктов из молочной сыворотки с модификацией состава и по созданию низкоаллергенных продуктов, содержащих сывороточные белки (профессор Мельникова Е.И.). В Ярославском государственном институте качества сырья и пищевых продуктов занимаются вопросами контроля качества продуктов из молочной сыворотки и получением пребиотика лактулозы (профессор Гаврилов Г.Б.). Технологиями молочной сыворотки, особенно белковой составляющей, занимаются в Мюнхенском техническом университете (Германия), в институте Альберта (Канада), в институте молочной промышленности Висконсин (США) и других научных институтах.

Цель и задачи исследования. Целью исследований является разработка технологии низкогигроскопичного сывороточного пермеата распылительной сушки с направленным регулированием функционально-технологических свойств продукта.

Для достижения поставленной цели определены следующие задачи:

- провести анализ научно-технической и патентной информации и систематизировать факторы, оказывающие критическое влияние на функционально-технологические свойства сухих лактозосодержащих продуктов, получаемых распылительной сушкой;
- сформировать концептуальную диаграмму управления технологическим процессом получения сухого пермеата;
- исследовать компонентный состав и функционально-технологические свойства продуктов распылительной сушки на основе лактозосодержащего сырья;

- провести сравнительный анализ состава и структурно-механических свойств отдельных фракций сухого сывороточного пермеата распылительной сушки;
- изучить особенности и установить оптимальные параметры кристаллизации лактозы в сгущенном сывороточном пермеате в лабораторных и промышленных условиях;
- исследовать гранулометрический состав затравочного материала - мелкокристаллической лактозы, сахарной пудры и жидкого кристаллообразователя на основе сахарозы;
- теоретически обосновать выбор гранулометрического состава жидкого кристаллообразователя на основе сывороточного пермеата и поверхностно-активного вещества (ПАВ);
- разработать технологию жидкого кристаллообразователя на основе кристаллизации лактозы пермеата и ПАВ, провести опытные выработки кристаллообразователя;
- разработать технологию и техническую документацию на производство низкогигроскопичного пермеата распылительной сушки, провести внедрение и оценку экономической эффективности разработанной технологии.

Научная новизна. Предложена концептуальная диаграмма управления технологическим процессом получения сухих порошков пермеата с прогнозируемыми функционально-технологическими свойствами. Установлено влияние компонентного состава сухих лактозосодержащих порошков на уменьшение степени кристаллизации лактозы от $(85,01 \pm 0,20) \%$ до $(66,8 \pm 0,12) \%$ в ряду: сухой пермеат/ сухая сыворотка/ сухая деминерализованная сыворотка/ сухой деминерализованный пермеат. Впервые рассчитаны индексы Хауснера $(1,1811 \pm 0,019)$ и Карра $(15,32 \pm 0,02)$ для сухого сывороточного пермеата, характеризующие продукт как сыпучий, нормальной слеживаемости. Выявлена взаимосвязь физико-химических явлений и закономерностей кристаллизации лактозы в концентрированном пермеате в присутствии остаточных количеств небелкового азота и минеральных веществ. Установлено, что для достижения

высокой степени кристаллизации лактозы в сгущенном пермеате (свыше 80,0 %) необходимо применять затравочный материал с определённым размером кристаллов (до 50,0 мкм). Теоретически обосновано соотношение пермеата и ПАВ в жидком кристаллообразователе, обеспечивающее максимальную степень кристаллизации лактозы ($84,0 \pm 0,34$) %.

Теоретическая и практическая значимость работы. Теоретическую значимость представляет массив экспериментальных данных о составе и свойствах сухих порошков из лактозосодержащего сырья и параметры процесса направленной кристаллизации лактозы в сывороточном пермеате с применением жидкого кристаллообразователя. С практической точки зрения, апробация импортозамещающей технологии жидкого кристаллообразователя и внедрение технологии низкогигроскопичного сывороточного пермеата позволяют создать условия для рационального дизайна (технического регламента) ряда функциональных продуктов питания, основанных на фундаментальных знаниях о структурно-механических свойствах сухих порошков пермеата с кристаллизованной лактозой.

Методология и методы исследования. Предлагаемые подходы и методы получения сухих порошков с высоким содержанием лактозы базируются на фундаментальных положениях процессов фильтрации, сгущения и кристаллизации. В основу методологии переработки лактозосодержащего сырья положены методы мембранной очистки, фракционирования, концентрирования, деминерализации и распылительной сушки с получением сухого подсырного пермеата.

Комплекс используемых научных подходов базируется на сочетании основных технологических принципов, позволяющих исключить потери сырья, обеспечить низкотемпературную очистку от высокомолекулярных веществ, минимизировать содержание остаточных соединений небелкового азота и минеральных веществ в пермеате, обеспечить максимальное содержание лактозы в сухих ингредиентах, полученных из пермеата.

Выбор рационального подхода к глубокой очистке лактозосодержащего сырья оценивается комплексом физико-химических показателей и функционально-технологических свойств полученных сухих порошков.

Основные положения, выносимые на защиту:

- теоретическое обоснование выбора пермеата как объекта исследования;
- концептуальная диаграмма управления технологическими факторами, критически влияющими на функционально-технические характеристики сухого пермеата распылительной сушки;
- результаты исследований физико-химических и структурно-механических показателей сухого пермеата распылительной сушки;
- массив данных по изучению параметров процесса кристаллизации лактозы в пермеате в присутствии ПАВ в лабораторных и промышленных условиях;
- научно-практические основы и промышленная апробация технологии сухого низкогигроскопичного сывороточного пермеата, полученного распылительной сушкой, с применением импортозамещающего кристаллообразователя.

Степень достоверности и апробация результатов. Степень достоверности результатов подтверждается трех-пятикратной повторностью экспериментов. Для исследований и статистической обработки данных применялись стандартные методы. Использовано современное поверенное оборудование и приборы, имеющие установленный предел отклонений. Одним из основных критериев непротиворечивости полученных результатов исследования является анализ сопоставимости с теоретическими и экспериментальными данными, представленными в открытой печати.

Основные результаты диссертационной работы были представлены на научно-практическом семинаре «Эффективные технологии производства сухих молочных продуктов в современных условиях России» (г. Киров, 2019); на Международной научно-практической конференции «Биотехнологические основы

получения и применения природных биологически активных веществ» (г. Минск, 2020); на VII и VIII Международных научно-практических конференциях: «Современные достижения биотехнологии. Техника, технологии и упаковка для реализации инновационных проектов на предприятиях пищевой и биотехнологической промышленности» (г. Пятигорск, 2020) и «Современные достижения биотехнологии. Глобальные вызовы и актуальные проблемы переработки и использования вторичных сырьевых ресурсов агропромышленного комплекса России» (г. Ставрополь, 2021); на Международной научно-практической конференции «Инновационные технологии в агропромышленном, лесном и химическом комплексах и рациональное природопользование» (г. Нижний Новгород, 2021); на IX и X научно-практических конференциях «Университетская наука – региону» (г. Ставрополь, 2022, 2023); на II Международной научно-исследовательской конференции по продовольственной безопасности и сельскому хозяйству (г. Орёл, 2022).

Диссертационные исследования выполнены в рамках гранта Российского фонда фундаментальных исследований (РФФИ) № 20-316-90024 по теме: «Разработка технологии сухих негигроскопичных продуктов на основе лактозосодержащего сырья» в период (2020 – 2022) гг.

Результаты диссертационного исследования опубликованы в 21 научной работе, в том числе в 9 статьях в изданиях, рекомендованных ВАК РФ, и в 1 публикации, входящей в базу цитирования Scopus.

Структура и объем работы. Диссертация изложена на 179 страницах, состоит из введения, 5 глав, заключения, списка использованной литературы, состоящего из 160 источников, включает 39 рисунков, 17 таблиц и 13 приложений.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении представлена актуальность выбранного направления. Описана теоретическая и практическая значимость работы. Описаны основные представленные положения. Определены цель и задачи диссертационного исследования.

В первой главе приведены сведения о сухих молочных продуктах на основе лактозосодержащего сырья и проведен анализ механизма влияния лактозы на их свойства в рамках применяемых технологий производства сухих продуктов. Сформированы и описаны цели и задачи исследования по разработке технологии низкогигроскопичного сухого сывороточного пермеата.

Во второй главе описаны материалы, методы исследований и организационная структура проведения исследования (Рисунок 1).

В третьей главе проведены исследования влияния степени кристаллизации лактозы на функционально-технологические характеристики сухих продуктов на основе лактозосодержащего сырья. Согласно действующей нормативной, «вторичное молочное сырье» обозначает побочный продукт, получаемый при переработке молока. В 90-х годах была предложена классификация, выделяющая лактозосодержащее сырье на традиционное и нетрадиционное. Традиционно, молочная сыворотка относилась к первому типу. Внедрение ультрафильтрации сделало коммерчески важными пермеаты, воспринимаемые сегодня как традиционное сырье для высоколактозных продуктов.

В качестве объектов исследования выбраны сухая деминерализованная молочная сыворотка и сухой пермеат. Образцы формировались как смеси, отобранные в равных объемах, и подвергались физико-химическому анализу. Определяли содержание сухих веществ, белка, лактозы, жира и влаги. Обобщенные результаты исследований представлены в Таблице 1.

В исследованных образцах сыворотки массовая доля жира не превышает 0,1 % из-за этапов нанофильтрации и электродиализа, удаляющих жир. Ультрафильтрация с мембранами, задерживающими частицы размером 0,003 мкм, также минимизирует содержание жира. Содержание белка варьировалось от 10,05 % до 13,32 %, причём истинный белок в пермеате преимущественно представлен гликомакропептидами. Минералы, такие как калий и кальций, были оценены по массе золы, демонстрируя разные уровни деминерализации.

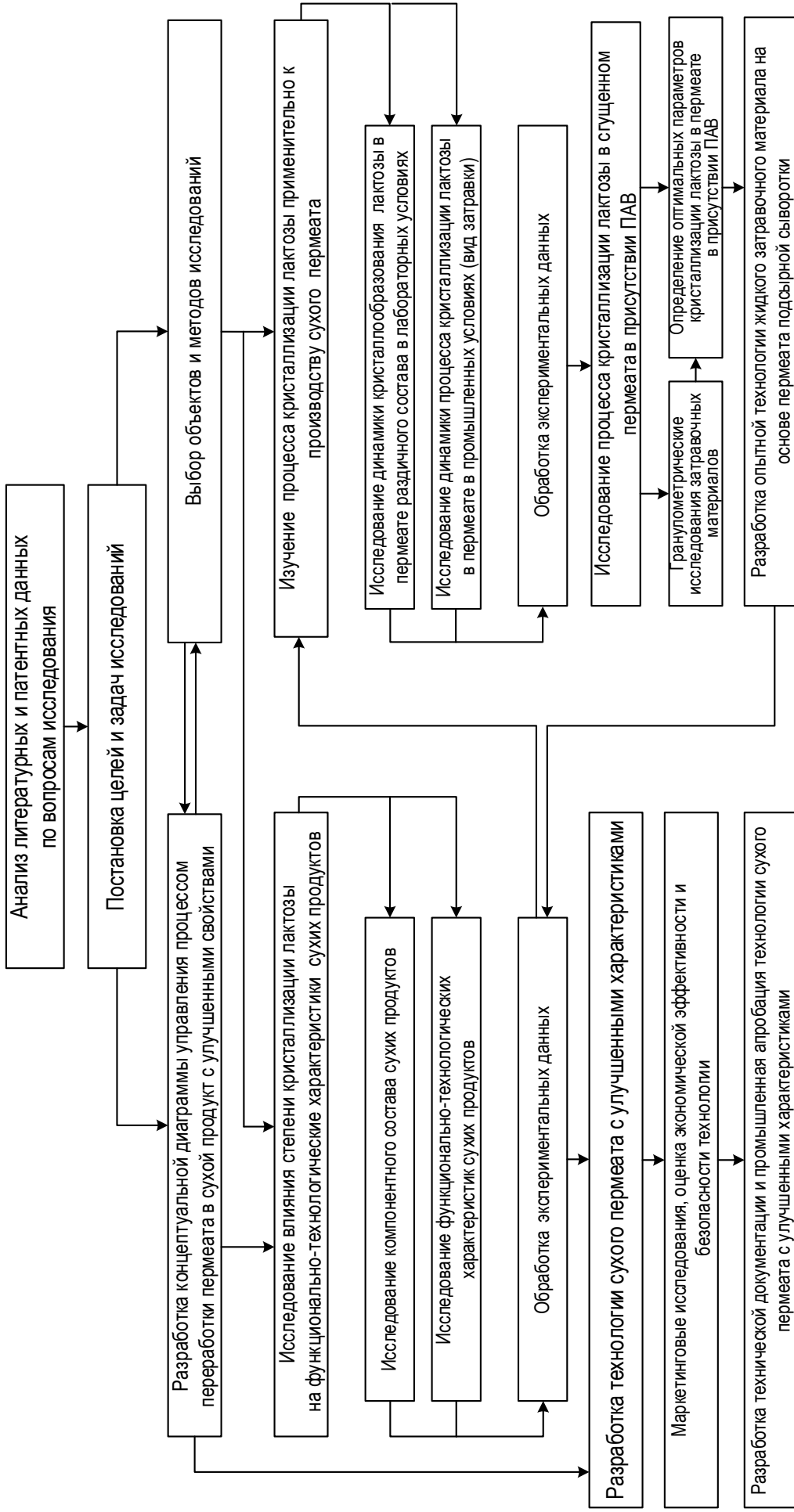


Рисунок 1 – Структура проведения экспериментальных исследований

Основная часть сухого остатка состоит из кристаллической α -лактозы, что положительно влияет на качество продукта. Аморфная лактоза менее желательна из-за кристаллизации при влажности. Влияние на функциональные свойства, такие как растворимость и рН, обусловлено как качественными, так и дополнительными параметрами, находящимися в рамках нормативных требований.

Таблица 1 – Компонентный состав сухой сыворотки и пермеата

Параметр	Сухая подсырная сыворотка		Сухой пермеат подсырной сыворотки	
	Серия № 1	Серия № 2	Серия № 3	Серия № 4
Массовая доля сухих веществ, %	96,67 ± 0,50	97,72 ± 0,35	97,02 ± 0,50	98,32 ± 0,50
Массовая доля общего белка, %	11,02 ± 0,15	13,12 ± 0,22	3,86 ± 0,22	3,06 ± 0,17
Массовая доля небелкового азота, %	2,24 ± 0,07	1,8 ± 0,15	3,26 ± 0,18	2,46 ± 0,15
Массовая доля лактозы, %	77,30 ± 0,80	83,90 ± 0,15	88,2 ± 0,80	94,6 ± 0,70
Массовая доля жира, %	0,10 ± 0,05	0,05 ± 0,04	менее 0,1	менее 0,1
Массовая доля золы, %	4,63 ± 0,04	0,67 ± 0,05	4,60 ± 0,05	0,53 ± 0,05
Массовая доля свободной влаги, %	3,32 ± 0,20	2,27 ± 0,21	2,96 ± 0,16	1,89 ± 0,18
Массовая доля влаги, %	6,52 ± 0,29	5,59 ± 0,21	6,96 ± 0,16	4,89 ± 0,18

Функционально-технологические свойства образцов, приведенные в Таблице 2, несмотря на схожий компонентный состав, обладали отличиями. Индекс растворимости связан с нерастворимыми компонентами, такими как казеинат кальция и образуемые им гидрофобные сети. Лактоза может как улучшать растворимость, способствуя проникновению влаги, так и уменьшать её из-за образования труднорастворимых продуктов реакции Майяра.

В исследуемых образцах наличие нерастворимого осадка связано с образованием нерастворимых солей кальция, что подтверждается высокой минеральной составляющей осадка. Особую роль играет рН, влияющий на растворимость белков. В сериях образцов №3 и №4 осадок практически не образовывается, за исключением условий с повышенной температурой и рН выше 7,0, где наблюдается образование белого осадка фосфата кальция.

Таблица 2 – Функционально-технологические свойства образцов сухой молочной сыворотки и сухого сывороточного пермеата

Параметр	Сухая подсырная сыворотка		Сухой пермеат подсырной сыворотки	
	Серия № 1	Серия № 2	Серия № 3	Серия № 4
Индекс растворимости, см ³	0,1±0,02	0,05±0,01	≥ 0,05	≥ 0,05
pH, 6% раствора	6,73±0,13	6,98±0,06	6,25±0,10	6,59±0,16
Смачиваемость, с	40,2±0,1	36,3±0,5	15,0±0,3	6,0±0,1
Адсорбция воды, %	10,52±0,35	11,18±0,61	14,33±0,10	15,16±0,13
Гигроскопичность, %	6,68 ± 0,22	7,04 ± 0,13	7,60 ± 0,31	8,26± 0,10
Объемная насыпная плотность, г/ см ³	0,534±0,01	0,489±0,32	0,791±0,27	0,759±0,33
Рыхлая насыпная плотность, г/ см ³	0,660±0,01	0,560±0,27	0,939±0,61	0,911±0,24
Насыпная плотность, г/ см ³	0,697±0,01	0,683±0,33	0,969±0,23	0,982±0,53

Анализ гистограмм, описывающих распределение размеров частиц сухих продуктов, показал, что, несмотря на сопоставимость интегральных и дифференциальных распределений по размерам для всех серий, медианные значения частиц (D50) варьировались в пределах 94-112 мкм. Значение D90 для всех, кроме образца № 3, было около 200 мкм. Коэффициенты неоднородности (Кн) и сортировки (Кс) указывали на различия в гомогенности и размерном распределении частиц: для образца № 1 эти коэффициенты были самыми низкими, а для образца № 4 - самыми высокими. Это указывает на влияние массовой доли и кристаллизации лактозы на распределение частиц. Однако фракционный состав не оказал значительного влияния на растворимость продуктов, несмотря на различия в соотношении белка и лактозы.

Определение влагопоглощающей способности образцов показало, что образцы серии № 1 адсорбировали наименьшее количество влаги, тогда как пермеаты из серий № 3 и № 4 демонстрировали более высокую адсорбцию, особенно серия № 4 (деминерализованный пермеат) – 15,1 ± 0,3 %. Это согласуется с данными, указывающими, что мелкие частицы и аморфная лактоза увеличивают влагопоглощение.

Показатели смачиваемости (Таблица 2) также подтверждают различия: для серии № 1 смачиваемость была 40,2 сек, тогда как для серии № 4 – только 6,0 сек. Различия можно объяснить не только высоким содержанием лактозы в пермеатах, но и присутствием белковых и жировых компонентов в молочной сыворотке, что влияет на молекулярное взаимодействие с водой.

Большее влияние гранулометрического состава выявлено на показатели объемной, рыхлой и насыпной плотности, а также свойства сыпучести исследуемых образцов сухих продуктов. Эти показатели важны при характеристике сухих продуктов, поскольку влияют на перемещение их пневмотранспортом, заполнение и опорожнение бункеров, дозировку продуктов при фасовке и смешивании и т. д.

Насыпная плотность сухих молочных продуктов зависит от множества параметров, таких как состав сырья, условия сушки и гранулометрический состав. Она отражает, насколько плотно могут укладываться частицы в объеме, и влияет на свойства, которые включаются в стандартные спецификации продуктов. В соответствие с данными, приведёнными в Таблице 3, для образцов № 1 и № 2 ($0,697$ и $0,683$ г/см³) плотность была ниже, чем для № 3 и № 4 ($0,969$ и $0,982$ г/см³), что связано с высокой долей лактозы, способствующей более высокой плотности.

Таблица 3 – Показатели сыпучести и слеживаемости образцов сухой сыворотки и пермеата

Параметр	Сухая подсырная сыворотка		Сухой пермеат подсырной сыворотки	
	Серия № 1	Серия № 2	Серия № 3	Серия № 4
Объемная насыпная плотность, г/ см ³	0,534±0,01	0,489±0,32	0,791±0,27	0,759±0,33
Рыхлая насыпная плотность, г/ см ³	0,660±0,01	0,560±0,27	0,939±0,61	0,911±0,24
Насыпная плотность, г/ см ³	0,697±0,01	0,683±0,33	0,969±0,23	0,982±0,53
Индекс Хауснера (HR) (100 уд.)	1,24±0,02	1,36±0,03	1,19±0,03	1,20±0,06
Индекс Карра (100 уд.)	19,09±0,01	19,09±0,52	15,76±0,37	16,69±0,15

Плотность частицы зависит от её состава, в частности плотности лактозы, которая обычно выше плотности белков. Продукты с повышенным содержанием лактозы имеют высокий удельный вес, что подтверждается данными исследований на белковых концентратах. Мелкие частицы могут содержать больше окклюдированного воздуха, снижая общую насыпную плотность. Образец деминерализованного пермеата продемонстрировал наибольшее снижение плотности после уплотнения и высокие коэффициенты неоднородности, что связано с неоднородностью частиц, обеспечивающих такое их «укладывание».

Оценка сыпучести и когезионной способности образцов сухих продуктов проводилась через индексы Хауснера и Карра. Эти показатели демонстрируют, насколько хорошо порошок может течь и насколько устойчив к агломерации.

Индекс Хауснера (HR) позволяет определить степень сыпучести: образцы № 3 и № 4 находятся в диапазоне HR 1,19–1,20, что является показателем средне сыпучих порошков. Они подверглись минимальной перегруппировке, сохраняя свою структуру при механическом воздействии. Образец № 2, с HR 1,36, попадает в категорию трудно сыпучих материалов, что указывает на более высокую склонность к когезии и нежелательным агломератам.

Индекс Карра свидетельствует об отличной текучести и сжимаемости порошков (15,76% для образца № 3 и 16,69% для образца № 4), что позволяет их использовать в производственных процессах с контролируемым движением частиц. Однако деминерализованная сыворотка проявила меньшую сжимаемость, требуя более тщательного обращения для успешной транспортировки и использования.

Исследования компонентного состава и физико-химических свойств сухого пермеата и деминерализованной сыворотки показали, что внутри одного типа продукта вариации компонентного состава не были статистически значимыми ($p > 0,05$). Однако деминерализованные продукты содержали меньше связанной влаги. Физико-химические показатели, такие как кислотность, рН восстановленных продуктов и индекс растворимости, были схожи.

Существенные различия ($p \geq 0,05$) наблюдались при сравнении функционально-технологических свойств между сывороткой и пермеатом. Сухой пермеат, не содержащий белковую фракцию, обладает более высокой насыпной плотностью и адсорбцией влаги, а также меньшими индексами Хауснера и Карра, что указывает на лучшую сыпучесть и меньшую склонность к слеживанию.

Сухие продукты на основе лактозосодержащего сырья представляют собой полукристаллические материалы, содержащие как кристаллы, так и аморфную лактозу (около 15–35%). Эти компоненты, наряду с белком, небелковым азотом и минеральными веществами, влияют на функциональные свойства продуктов.

Различия в составе и физических свойствах компонентов, связанные с их диффузионной способностью и молекулярной массой, могут вызывать неравномерное распределение между фракциями с разными размерами частиц, что приводит к вариабельности функциональных свойств в рамках одной партии.

Фракционирование сухого пермеата подсырной сыворотки позволило выделить три основных фракции с разными размерами частиц. Фракция № 1 с частицами менее 50 мкм составила около 20 % от общей массы. Фракция № 2, содержащая частицы размером от 50 до 100 мкм, составляет около 70% продукции. Фракция №3 с частицами более 100 мкм составляет лишь около 10% всей массы.

Результаты лазерного дифракционного анализа демонстрируют различия в распределении частиц по размерам для различных фракций сухого пермеата.

Коэффициенты неоднородности (K_n) и сортировки (K_c) для фракций показывают, что фракция № 1 обладает наибольшими значениями, что указывает на её значительное влияние на асимметрию и неоднородность всего образца. Фракция с размером частиц до 50 мкм выступает причиной асимметричного распределения для общего сухого продукта. Значения K_n равны 3,8 и 4,0 для фракций № 1 и № 2, соответственно, и 1,7 для фракции № 3. Коэффициент сортировки для фракции № 1 (10,8) значительно выше, чем для фракции № 3 (2,4).

Исследование фракций сухого пермеата выявило существенные различия в составе и размере фракций. Фракция № 3 характеризуется наибольшим содержанием сухих веществ и минимальным содержанием белка. Наибольшая

степень кристаллизации лактозы достигнута в фракциях № 2 и № 3, что обеспечивает низкую гигроскопичность и высокую кристаллизацию. Фракция № 1 имеет больше белка и меньше кристаллизованной лактозы, что влияет на её функциональные свойства, такие как насыпная плотность и сыпучесть. Оптимальные гранулометрические характеристики достигаются при размере частиц D50 - 117-120 мкм и D90 - 180-200 мкм, а также степени кристаллизации лактозы не ниже 80%.

Вторая часть исследований была направлена на изучение процесса кристаллизации лактозы в пермеате подсырной сыворотки, поскольку именно условия кристаллизации главным образом определяют степень кристаллизации и размер частиц. Исследования проводились в лабораторных и промышленных условиях.

В четвертой главе приведены результаты лабораторных исследований процесса кристаллизации лактозы в сывороточном пермеате с разными уровнями деминерализации: D₀ (без деминерализации), D₂₅ (25 % деминерализация), и D₉₀ (90 % деминерализация). Исследования показали, что уровень деминерализации существенно влияет на кристаллизацию лактозы: при 90% деминерализации достигается более 80% кристаллизации с крупными кристаллами, тогда как при 25% деминерализации преобладают мелкие кристаллы. Затравочный материал способствует формированию мелких кристаллов. Моносахара, такие как глюкоза и галактоза, замедляют кристаллизацию, снижая её степень в гидролизованном пермеате (от 78–80% без гидролиза до 24–30% при 50% гидролиза). На производственной линии проводились эксперименты по выработке сухого пермеата подсырной сыворотки, включая этапы, описанные на технологической схеме. В качестве затравочных материалов использовались мелкокристаллическая лактоза (K1), сахароза (K2) и суспензия мелкокристаллической сахарозы (K3) с разными дозировками. Результаты приведены в Таблице 4.

Исследование показало, что при кристаллизации сгущенного пермеата без затравки размер кристаллов варьировался от 10 мкм до 450 мкм, при этом степень кристаллизации достигала 70 – 75 %. Использование затравочных материалов (K1,

K2, K3) сузило диапазон размеров кристаллов до 35 – 140 мкм и увеличило степень кристаллизации до 80 – 84%, с меньшим максимальным размером кристаллов до 250 мкм.

Таблица 4 – Состав и свойства опытных выработок пермеата распылительной сушки

Параметр	Кристаллообразователь			
	Без затравки	Мелкокр. лактоза	Сахарная пудра	Эстер (сахароза)
Массовая доля сухих веществ сгущенного сырья, %	55,0 ± 0,2	55,2 ± 0,3	55,0 ± 0,2	54,8 ± 0,4
Степень кристаллизации лактозы, %	69,3 ± 0,2	83,8 ± 0,2	81,2 ± 0,3	82,5 ± 0,2
Гранулометрические характеристики сухого продукта	D ₅₀ = 35 D ₉₀ = 72 КН=7,6	D ₅₀ = 72 D ₉₀ = 177 КН=2,96	D ₅₀ = 59 D ₉₀ = 160 КН=3,3	D ₅₀ = 82 D ₉₀ = 200 КН=2,3
Объемная насыпная плотность сухого продукта, %	0,63±0,04	0,69±0,03	0,70±0,14	0,68±0,04
Доля легко сыпучей фракции, % от сухого продукта	12,0 - 25,0	1,2 – 2,2	5,2 – 6,0	1,5 – 2,3
Объемная насыпная плотность легко сыпучей фракции продукта, %	0,53±0,10	0,52±0,03	0,52±0,08	0,50±0,06

Цель исследования — установить взаимосвязь между количеством и размером затравочных кристаллов лактозы и технологическими параметрами кристаллизации. После внесения затравки кристаллизация происходит на поверхности затравочных кристаллов. Выведены формулы для выражения массы выкристаллизовавшейся лактозы и затравки через параметры процесса. Основное уравнение связывает концентрацию, степень выкристаллизации и соотношение размеров затравочных и конечных кристаллов (Рисунок 2). Важную роль играет форм-фактор кристаллов F , определяемый эксперимента. Он позволяет управлять кристаллизацией для оптимизации процесса сушки.



Рисунок 2 – Схема оптимизации гранулометрического состава затравочного материала

Исследования показали, что наиболее эффективная кристаллизация достигается при использовании микрокристаллической лактозы (2 – 3 мкм) в качестве затравки в количестве не менее 0,02 % от массы продукта. Температура введения затравки должна соответствовать условиям усиленной кристаллизации. Для предотвращения дальнейшего роста кристаллов при хранении эффективны поверхностно активные вещества (ПАВ), которые создают новые центры кристаллизации, а не способствуют росту. В настоящих исследованиях был использован стабилизатор E471, который способствует множественной кристаллизации, предотвращая рост кристаллов благодаря своей структуре из моно- и диглицеридов жирных кислот.

Проводился двухфакторный эксперимент для оптимизации условий кристаллизации. Входные параметры: массовая доля сухих веществ в пермеате и доза ПАВ. Выходные параметры: размеры кристаллов и степень кристаллизации.

Результаты эксперимента определили оптимальные параметры для кристаллизации: массовая доля сухих веществ в пермеате 40 – 45 %, доля ПАВ (E471) 0,6 – 0,8 %, степень кристаллизации лактозы около 40 %, размеры кристаллов D_{90} 28 – 38 мкм.

На основании полученных данных была разработана опытная технология кристаллообразователя на основе пермеата подсырной сыворотки (Рисунок 3).

Путем проведения серии экспериментов была установлена доза внесения кристаллообразователя, которая составила 10,0 – 15,0 мл кристаллизатора на 1 л сгущенного продукта с массовой долей сухих веществ (55 – 60) %.

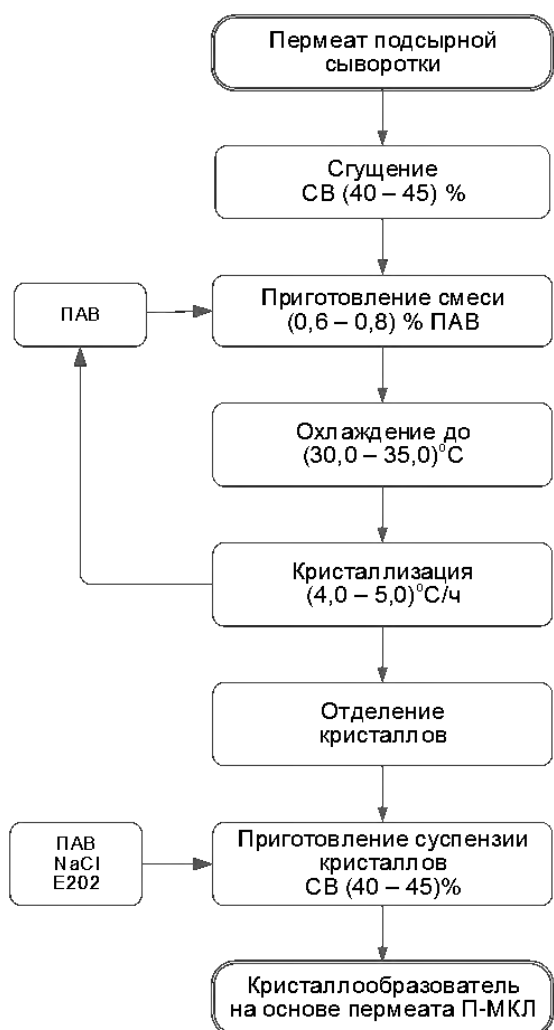


Рисунок 3 – Схема выработки кристаллообразователя на основе пермеата подсырной сыворотки

Наименование показателя	Значения
Массовая доля сухих веществ, %	97,2 ± 0,21
Массовая доля общего белка, %	3,07 ± 0,13
Массовая доля лактозы, %	89,6 ± 0,27
Массовая доля золы, %	4,24 ± 0,04
Активная кислотность (6% раствор)	6,0 – 6,2
Индекс растворимости сырого осадка, см ³	0,1
Адсорбция влаги при 85% вл. воздуха	16,9 ± 0,6

Таблица 5 – Состав и свойства сухого пермеата, полученного с использованием жидкого кристаллообразователя П-МКЛ.

Для апробации кристаллообразователя была проведена опытно-промышленная выработка. Состав и свойства продукта представлены в Таблице 5.

В пятой главе представлена аппаратурно-технологическая схема выработки сухого пермеата распылительной сушки с учётом требования ХАССП. Аппаратурно – технологическая линия получения сухого сывороточного пермеата приведена на рисунке 4.

Экономический расчет показывает, что внедрение разработанной технологии прибыль от реализации 1 т сухого сывороточного пермеата в размере 3 199,80 рублей, что обеспечивает конкурентное преимущество перед использованием традиционной технологии.

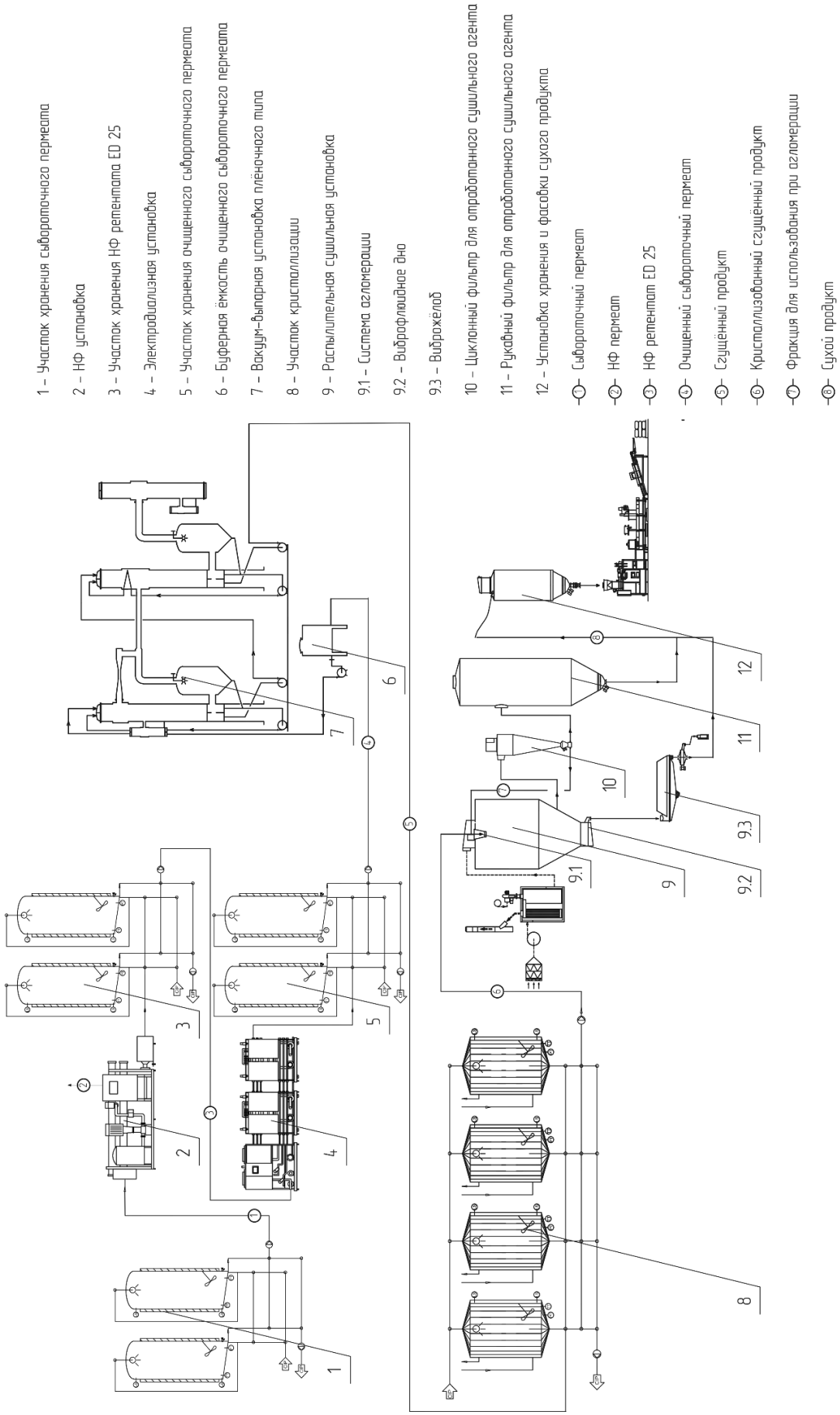


Рисунок 4 – Аппаратурно – технологическая линия получения сухого сыровоточного пермеата

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Проведена систематизация физико-химических и структурно-механических характеристик лактозосодержащих порошков распылительной сушки и определены технологические факторы, оказывающие критическое влияние на их формирование.

2. Сформирована концептуальная диаграмма управления технологическим процессом получения сухого сывороточного пермеата методом распылительной сушки.

3. Исследован компонентный состав и функционально-технологические свойства сухого сывороточного пермеата распылительной сушки в сравнении с сухой подсырной сывороткой. Установлено, что гигроскопичность сухого пермеата ниже, чем сухой сыворотки, соответственно, $(6,68 \pm 0,22) \%$ и $(7,60 \pm 0,31) \%$, и она увеличивалась в деминерализованных продуктах при снижении степени кристаллизации лактозы.

4. Проведен сравнительный анализ состава и структурно-механических свойств фракций сухого сывороточного пермеата распылительной сушки и установлено, что фракция (50 – 100) мкм имеет самые высокие значения индекса Хауснера ($1,1811 \pm 0,019$) и Карра ($15,32 \pm 0,02$) и минимальную гигроскопичность ($5,88 \pm 0,17$) %, что характеризует порошок как сыпучий, с нормальной слеживаемостью.

5. Изучена кристаллизации лактозы в пермеате и доказано, что максимальная степень кристаллизации лактозы при концентрациях сухих веществ (59,0 – 60,0) % возможно только при использовании затравочного материала: мелкокристаллической лактозы - $(83,8 \pm 0,2) \%$, сахарной пудры - $(81,2 \pm 0,3) \%$, жидкого кристаллообразователя на основе сахарозы ($82,5 \pm 0,2$) %, контроль - без затравки ($69,3 \pm 0,2$) %.

6. Исследован гранулометрический состава различных затравочных материалов, теоретически обоснован состав жидкого кристаллообразователя и определены оптимальные параметры кристаллизации лактозы в присутствии ПАВ:

массовая доля сухих веществ в сгущенном пермеате (40 – 45) %; доля ПАВ (0,6 – 0,8) %; размер кристаллов D90 (28 – 38) мкм.

7. Разработана импортозамещающая технология жидкого кристаллообразователя на основе сухого сывороточного пермеата и ПАВ, проведены опытные выработки кристаллообразователя и сухого пермеата распылительной сушки с его использованием.

8. Разработана технология низкогигроскопичного пермеата распылительной сушки и техническая документация на «Продукт переработки молока обезжиренный «Пермеат сухой» (ТУ 10.51.56-001-21986117-2018 и ТИ ТУ 10.51.56-001-21986117-2018). Апробация и внедрение технологии низкогигроскопичного сывороточного пермеата распылительной сушки осуществлены на ПАО «Молочный комбинат «Воронежский», рентабельность продукта 10,1%.

СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

Статьи в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК при Минобрнауки России:

1. Володин Д.Н. Использование сывороточных ингредиентов в производстве продуктов питания/ Д.Н. Володин, М.С. Золоторева, А.В. Костюк...**А.С. Гридин**//Молочная промышленность. – 2017. – №2.-С.65-67.

2. **Гридин А.С.**, Мертин П. Актуальные решения модернизации сушильных производств/ А.С. Гридин, П. Мертин//Молочная промышленность. – 2017. – №3.- С. 31-32.

3. Золоторёва М.С. Технологическая и экономическая безопасность сыродельных предприятий/ М.С. Золоторева, Д.Н. Володин, В.К. Топалов, **А.С. Гридин** и др./ Сыроделие и маслоделие. – 2018. – №3.- С.8-10.

4. Володин Д.Н., Современный сыродельный завод: масштаб предприятия и масштаб модернизации/ Д.Н. Володин, **А.С. Гридин**, В.К. Топалов и др.// Сыроделие и маслоделие. – 2018. – №6.-С.32-33.

5. Золоторева М.С. Мембранные процессы в технологии молочных концентратов/М.С. Золоторева, Д.Н. Володин, **А.С. Гридин** и др.// Молочная промышленность. – 2018. – №7.-С.36-37.

6. Володин Д.Н. Современное оборудование для сгущения молочного сырья/ Д.Н. Володин, **А.С. Гридин**, И.А. Евдокимов и др.// Молочная промышленность. – 2018. – №10.-С.11-13.

7. Володин Д.Н., Топалов В.К., Бессонов А.С., **Гридин А.С.**, Евдокимов И.А. Мембранное оборудование: современные технологические решения для производства валоризируемых ингредиентов молочного сырья/Д.Н. Володин, В.К. Топалов, А.С. Бессонов, А.С. Гридин, И.А. Евдокимов// Молочная промышленность. – 2018. – №11.-С.52-53.

8. Володин Д.Н., **Гридин А.С.**, Евдокимов И.А. Перспективы производства сухих белковых ингредиентов на основе молочного сырья/ Д.Н. Володин, А.С. Гридин, И.А. Евдокимов// Молочная промышленность. – 2020. – №1.-С.28-30.

9. Евдокимов И.А., Володин Д.Н., **Гридин А.С.**, Куликова И.К., Анисимов Г.С. Современные подходы к классификации лактозосодержащего сырья/ И.А. Евдокимов, Д.Н. Володин, А.С. Гридин, И.К. Куликова, Г.С. Анисимов// Сыроделие и маслоделие. – 2022. – №4.-С.34-37.

Статья, проиндексированная в базе Scopus:

10. Evdokimov I.A., **Gridin A.S.**, Volodin D.N., Kulikova I.K., Slozhenkina M.I. Investigation of crystallization process of lactose in milk serum permeate / I. A. Evdokimov, A.S. Gridin, D. N. Volodin, I. K. Kulikova, M. I. Slozhenkina// IOP Conference Series: Earth and Environmental Science. 852(2021) 012031. doi:10.1088/1755-1315/852/1/012031.

Статьи в журналах и сборниках, индексируемых в РИНЦ

11. **Гридин А.С.** Современные решения для производства сухих молочных продуктов // Переработка молока. – 2017. – №2.–С.54-57.

12. Володин Д.Н. Модернизация оборудования для производства сухих молочных консервов/Д.Н. Володин, М.С. Золоторева, **А.С. Гридин** и др.// Переработка молока. – 2018. – №7.-С.12-15.

13. Володин Д.Н. Эффективная технология переработки лактозосодержащего сырья: пути повышения качества пермеата распылительной сушки/ Д.Н. Володин, И.К. Куликова, **А.С. Гридин** и др.// Переработка молока. – 2018. – №8.-С.14-16.

14. Евдокимов И.А., Шрамко М.И., **Гридин А.С.** Безопасность и качество продукции из лактозосодержащего сырья/ И.А. Евдокимов, М.И. Шрамко, А.С. Гридин// Материалы Всероссийской научно-практической конференции «Безопасность и качество сельскохозяйственного сырья и продовольствия». – М.: Изд-во «ЭйПиСи Пабблишинг», 2020.-С.169-171.

15. Евдокимов И.А., **Гридин А.С.**, Анисимов Г.С., Мартак А.А., Шрамко М.И. Биомембранные способы получения лактозосодержащего сырья для производства сухих негигроскопичных продуктов/И.А. Евдокимов, А.С. Гридин, Г.С. Анисимов, А.А. Мартак, М.И. Шрамко//Материалы Международной научно-практической конференции «Биотехнологические основы получения и применения природных биологически активных веществ». – Ставрополь: Изд-во «Бюро новостей». – 2020.-С.72-77.

16. Мартак А.А., Евдокимов И.А., Анисимов Г.С., **Гридин А.С.** Профиль охлаждения как центр улучшения кристаллизации лактозы из очищенного мембранными методами лактозосодержащего сырья/А.А. Мартак, И.А. Евдокимов, Г.С. Анисимов, А.С. Гридин// Материалы VII МНПК «Современные достижения биотехнологии. Техника, технологии и упаковка для реализации инновационных проектов на предприятиях пищевой и биотехнологической промышленности». – Пятигорск: Изд-во ПФ СКФУ. – 2020. – Т.2.-С.29-32.

17. Володин Д.Н., **Гридин А.С.**, Топалов В.К., Евдокимов И.А. Функционально-технологические свойства ингредиентов, получаемых путем распылительной сушки молочного сырья/ Д.Н. Володин, А.С. Гридин, В.К. Топалов, И.А. Евдокимов// Переработка молока. – 2020. – №7.-С.24-25.

18. Битко Д.А., **Гридин А.С.**, Куликова И.К. Исследование кристаллизации лактозы в присутствии моносахаров/ Д.Н. Битко, А.С. Гридин, И.К. Куликова// Материалы IX ежегодной научно-практической конференции «Университетская наука – региону». – Ставрополь: Изд-во СКФУ. – 2022. – Т.2.- С.57-61.

19. Евдокимов И.А., **Гридин А.С.**, Шрамко М.И., Назаренко Д.М. Сухие негигроскопичные порошки пермеатов молочного сырья/ И.А. Евдокимов, А.С. Гридин, М.И. Шрамко, Д.М. Назаренко// Молочная река. – 2022. – №3.-С.66-69.

20. Куликова И.К., **Гридин А.С.**, Сорокин К.Ю. Исследование функционально-технологических свойств сухих продуктов на основе лактозосодержащего сырья/ И.К. Куликова, А.С. Гридин, К.Ю. Сорокин // Материалы X ежегодной научно-практической конференции Северо-Кавказского федерального университета. Ставрополь, 2023.- С.110-114.

21. Lodygin A., Evdokimov I., Kulikova I., **Gridin A.**, Sorokin K. Study of technological properties of commercial sweet whey and whey permeate powders / Alexey Lodygin, Ivan Evdokimov, Irina Kulikova, Alexander Gridin, Kirill Sorokin//Journal of Hygienic Engineering & Design. – 2024. - Vol 46.- pp.61-65.