



DOI: 10.31388/2220-8674-2022-1-13

УДК 637.134

К. О. Самойчук, д.т.н. проф.

ORCID: 0000-0002-3423-3510

*Таврійський державний агротехнологічний університет
імені Дмитра Моторного*

e-mail: kyrylo.samoichuk@tsatu.edu.ua, тел.: 0619421306

МЕТОДИКА ОЦІНЮВАННЯ ЯКОСТІ ГОМОГЕНІЗАЦІЇ МОЛОЧНОЇ ЕМУЛЬСІЇ

Анотація. При дослідженні змін дисперсних характеристик мікроемульсій під час обробки в диспергаторах, емульсаторах та гомогенізаторах використовують непрямі методи, які призводять до появи суттєвих похибок. Здійснено короткий аналіз основних методів визначення дисперсних характеристик мікроемульсій. Найбільш перспективним визначено метод прямого вимірювання жирових кульок в оптичному мікроскопі. Для визначення дисперсних характеристик молочних (або інших мікроемульсій) необхідні: оптичний мікроскоп з вбудованою цифровою камерою і комп'ютер. Розроблена методика визначення основних дисперсних характеристик мікроемульсій (середній діаметр, середньоквадратичне відхилення розмірів, коефіцієнт варіації з побудовою гістограм розподілу), придатну до застосування при оцінюванні якості гомогенізації молока.

Ключові слова. Молочна емульсія, молоко, дисперсність, жирова кулька, діаметр жирової кульки, методика.

Постановка проблеми. При дослідженні змін дисперсних характеристик мікроемульсій під час обробки в диспергаторах, емульсаторах та гомогенізаторах використовують непрямі методи, які призводять до появи суттєвих похибок. Наприклад, для визначення ступеня диспергування молочного жиру після гомогенізації часто використовують показник відстоювання жиру протягом певного часу після обробки. Для прискорення отримання результату проби молока центрифугують та вимірюють вміст жиру у верхній та нижніх частинах пробірки. Але при цьому не враховують стан білкових фракцій молока, які можуть мати високу здатність до агломерації (злипання) жирових часток (кульок молока) та суттєвого спотворення точності такого методу. Особливо значні розбіжності результатів таких методів визначення дисперсності з дійсними значеннями наявні при розробці нових конструкцій гомогенізаторів та диспергаторів [1, 2]. Вирішенням



проблеми могла б бути розробка державного стандарту з визначення якості гомогенізації молока, якого наразі не існує [3, 4]. В зв'язку з цим виникає необхідність знаходження простого, надійного і прямого методу вимірювання дисперсних характеристик мікроемульсій, придатного для використання у невеликих дослідницьких центрах, учбових закладах та у виробничих умовах (молокопереробних підприємствах).

Аналіз останніх досліджень. Виходячи з визначення терміну "гомогенізація", під якістю гомогенізації слід розуміти три показника:

- показник зменшення розмірів жирових кульок;
- показник рівномірності розподілу жирових кульок по об'єму дисперсійного середовища (гомогенності);
- показник стабільності знов утворених більш дрібних жирових кульок, відсутність їх коалесценції та утворення агломератів протягом певного часу, після диспергування [5, 6].

Перший з них характеризує "ступінь гомогенізації", другий "гомогенність" і третій – "стабільність емульсії". Дуже часто ці вирази ототожнюють.

Комплексним показником якості емульсії служить стійкість емульсії. Стійкість характеризується часом, протягом якого емульсія руйнується, і обсягом дисперсної фази, що відокремилася в процесі коалесценції на фоні емульсії. Комплексність показника якості емульсії полягає в тому, що стійкість емульсії залежить не тільки від ступеня диспергування фази, вона також визначається складом і структурно-механічними властивостями сорбційного шару на межі розділу фаз, котрий запобігає подальшій коалесценції дисперсної фази.

Не зупиняючись детально на існуючих методах оцінки якості гомогенізації та способах їх здійснення, перелічимо їх і вкажемо основні їх властивості [1, 3, 7].

Електричні: (кондуктометричні - вимірювання опору електроліту в мікроотворах при проходженні через них непровідних, наприклад, масляних часток; діелькометричні - вимірювання тривалості імпульсів струму внаслідок зміни ємності плоского конденсатора при русі частинок між обкладками плоского конденсатора).

Оптичні, в тому числі: мікроскопічний, електронно-мікроскопічний, телевізійний, ультрамікроскопічний, дифракційний, нефелометричний, за характером розсіяного світла [4, 8];

Акустичні: по вимірюванню коефіцієнта поглинання ультразвуку, за резонансною кривою поглинання на необхідному інтервалі частоти ультразвуку, які дозволяють визначити експериментально криву розподілу частинок [9, 10].

Седиментаційні – вимірювання швидкості розшарування емульсії на складові компоненти.



З перерахованих способів практично всі визначають характеристики дисперсійного складу емульсій опосередковано, що призводить до неточностей та похибок. Безпосереднім способом визначення розмірів жирових кульок є оптичний спосіб – вимірювання під мікроскопом, або «мікроскопування». Цей спосіб завдяки високій точності і було використано як найбільш перспективний.

Формування мети статті. Розробити методику визначення дисперсних характеристик мікроемульсій, придатну до застосування при оцінюванні якості гомогенізації молока.

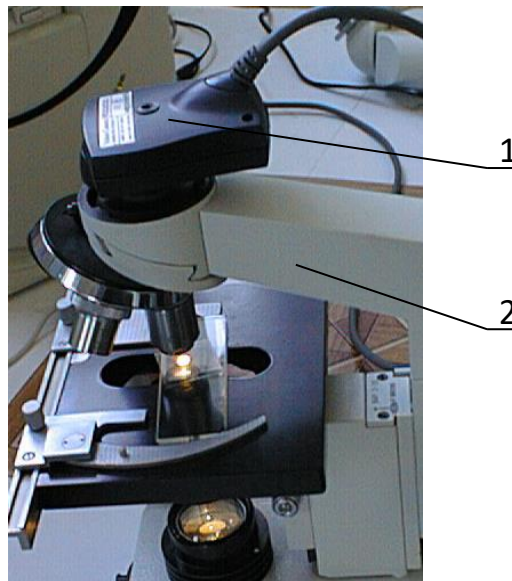
Основна частина. Для створення мікрофотографій жирових кульок використовується цифрова камера з пристосуванням для з'єднання з окуляром мікроскопа (або замість нього). Цифрові дані (поля зору мікроскопа зі зразками емульсії) передаються на комп'ютер, де зберігаються та можуть бути в зручний час (вже після проведення досліджень) оброблені за допомогою програмного забезпечення (в т.ч. безкоштовних версій комп'ютерних програм). Таким чином для визначення дисперсних характеристик молочних (або інших мікроемульсій) необхідні: оптичний мікроскоп з вбудованою цифровою камерою (або окрема цифрова камера з можливістю кріплення на окуляр мікроскопа) і комп'ютер.

При мікроскопуванні емульсію після гомогенізації ретельно перемішують, неодноразово переливаючи із судини в судину, уникаючи піноутворення [3, 6]. У мірну колбу ємністю 250 мл наливали до половини дистильовану воду, потім 1 мл емульсії. Вміст колби перемішували, доводячи водою до мітки, та знову перемішували. З кожного зразка емульсії готували 3 розведення, а з кожного розведення – 2 препарати. З кожної проби емульсії отримували 6 препаратів. Для збільшення контрастності жирових кульок використовували мочевину. При нанесенні краплі розбавленого молока на предметне скло її покривали покривним склом, краї якого тонко змащували. При накриванні препарату покривне скло легко придавлювали, утворюючи закритий об'єм препарату, товщина якого складала близько 70 мкм.

При мікроскопуванні можна отримати чітке зображення тільки верхнього шару жирових кульок, тому після приготування препарат залишали стояти протягом 20–30 хвилин, щоб жирові кульки сплили. Заміри проводили за допомогою мірного окуляра та об'єктмікрометра.

Так як жирові кульки постійно знаходяться у русі під дією Броунівських сил, для їх фіксації і подальших підрахунків використовували лічильну камеру Горяєва. Для підвищення продуктивності, полегшення вимірювань і підрахунків та зменшення похибок використовували мікрофотографування з комп'ютерним аналізом отриманих зображень [5]. Для отримання мікрофотографій використовували оптичний мікроскоп МИКРОМЕД-1 з пристосованою

веб-камерою, яку було під'єднано до персонального комп'ютера (рис. 1).



1 – цифрова камера (Web камера), 2 – оптичний мікроскоп

Рисунок 1. Загальний вигляд мікроскопа з під'єднаною цифровою камерою.

Для того, щоб отримати оптимальне поле зору та більш якісне зображення, об'єktiv веб-камери прикріплювали до місця на мікроскопі, яке призначене для приєднання фотонасадки. Кратність збільшення становила 640 разів при отриманні фотографії розмірами 10,8×8,1 см (при розрішальній здатності камери мінімально 640×480 пікселів).

Крім ступеня подрібнення та рівномірності розподілу дисперсних часток по об'єму емульсії, якість гомогенізації визначається здатністю жирової фази залишатись стабільною протягом певного часу після гомогенізації. Стабільність жирової фази перевіряли способом седиментаційного аналізу [2]. Сутність способу заснована на залежності швидкості відстоювання жирової фази внаслідок спливання часток жиру від їх розміру [1]. Для цього 250 см³ молока наливали у циліндр та вистоювали 24 або 48 год. при температурі 4...8 °С. Визначали масову концентрацію жиру c_H у нижніх шарах емульсії об'ємом 150 см³ в циліндрі.

Показник стабільності жирової молочної емульсії або показник відстоювання жиру визначали з виразу

$$\chi = \frac{c_0 - c_H}{c_0 - \frac{3c_H}{5}}, \quad (1)$$

де: c_0 - концентрація жирової фази в початковій емульсії, %.



Вміст жиру у молоці визначався за ДСТУ ISO 488:2007 "Молоко. Визначання масової частки жиру", ДСТУ ISO 11870:2007 "Молоко і молочні продукти. Визначення масової частки жиру. Загальні рекомендації щодо використання методів із застосуванням жиромірів". Жирова емульсія має високу стабільність, якщо відсоток відстоювання жиру в ній не перевищує 10%, тобто $\chi \leq 0,1$.

Для визначення дисперсних характеристик молочної емульсії з отриманих мікрофотографій застосовувана методика аналізу геометричних характеристик жирових кульок на основі технологій аналізу цифрових зображень. З цією метою розроблено програмного модуль, який реалізовано в середовищі Microsoft Visual Studio на базі С# з застосуванням набору бібліотек OpenCV Sharp. Експорт отриманих числових даних у Microsoft Office Excel та розрахунок статистичних даних вибірки.

В результаті проведеної обробки був отриманий розподіл розмірів жирових кульок молока за їх кількістю шляхом обробки вибірки даних. Підрахунок основних параметрів вибірки, здійснювали за допомогою засобів програми Microsoft Office Excel. У ході обробки визначали: середній діаметр жирових кульок, середньоквадратичне відхилення, коефіцієнт варіації.

Як правило, для поглибленого оцінювання дисперсних характеристик мікроемульсій, які вивчаються на етапі розробки нових гомогенізаторів або диспергаторів, цих характеристик достатньою.

Висновок. Розроблена методика визначення основних дисперсних характеристик мікроемульсій (середній діаметр, середньоквадратичне відхилення розмірів, коефіцієнт варіації з побудовою гістограм розподілу), придатну до застосування при оцінюванні якості гомогенізації молока. Ця методика відрізняється простотою, надійністю і достатньою точністю прямого методу вимірювання дисперсних характеристик мікроемульсій і придатна для використання у невеликих дослідницьких центрах, учбових закладах та у виробничих умовах (молокопереробних підприємствах).

Список використаних джерел

1. Крუსь Г. Н., Шалыгина З. В., Волокитина З. В. Методы исследования молока и молочных продуктов / под ред. А.М. Шалыгиной. М.: Колос. 2002. 368 с. ISBN 5-10-003440-8.
2. Липатов Н. Н., Сажинов Г. Ю., Башкиров О. И. Совокупное качество технологических процессов молочной промышленности и количественные критерии его оценки. *Хранение и переработка сельхозсырья*. 2001. №4. С. 33–34.
3. Самойчук К. О., Ковальов О. О., Івженко А. О. Аналіз методів



оцінювання якості гомогенізації молока. *Праці Таврійського державного агротехнологічного університету*. 2012. Вип.12, Т.4. С. 222–229. <http://elar.tsatu.edu.ua/bitstream/123456789/873/1>

4. Бобицький Я., Клімкевич Р. Порівняльний аналіз оптичних методів вимірювання розмірів мікрочастинок. *Вимірювальна техніка та метрологія*. 2007. № 67. С. 48–55. <https://ena.lpnu.ua/bitstream/ntb/6470/1/09.pdf>

5. Иванов С. В., Рыжкова Т. М., Васильев В. С. Научно-практическое значение разработанной нами методики по проведению оценки жировых шариков молока. *Научные труды SWorld*. 2014. Т.8 №3. С. 7–14. <https://www.sworld.com.ua/konfer36/147.pdf>

6. Самойчук К. О., Ковальов О. О., Левченко Л. В. Методика розрахунку дисперсності молочної емульсії в пульсаційному і струминному гомогенізаторах. *Матеріали Міжнародної науково-практичної конференції «Соціально-економічний розвиток аграрної сфери: інженерно-економічне забезпечення»*. 2018. С. 314–316.

7. Самойчук К. О. Методика расчёта степени дисперсности эмульсий. *MOTROL. Commission of Motorization and Energetics in Agriculture*. 2016. Vol.18. No.2. P. 97–102.

8. Banach J. K., Zywica R., Kielczewska K. Effect of homogenization on milk conductance properties. *Polish Journal of Food and Nutrition Sciences*. 2008. Vol. 58, No. 1, pp. 107–111. <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0022030207715953>

9. J. Pereda V. et al. Effects of Ultra-High Pressure Homogenization on Microbial and Physicochemical Shelf Life of Milk. *Journal of Dairy Science*. 2007. Vol. 90, issue 3. P. 1081–1093. [https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302\(07\)71595-3](https://doi.org/10.3168/jds.S0022-0302(07)71595-3)

10. BiaoYanga, et al. A portable detector on main compositions of raw and homogenized milk. *Computers and Electronics in Agriculture*. 2020. Vol. 177. 105668. <https://doi.org/10.1016/j.compag.2020.105668>

Стаття надійшла до редакції 23.03.2022 р.

K. Samoichuk

Dmytro Motorny Tavria State Agrotechnological University

METHOD OF EVALUATION OF QUALITY OF HOMOGENIZATION OF MILK EMULSION

Summary

In the study of changes in the dispersed characteristics of microemulsions during processing in dispersants, emulsifiers and homogenizers use indirect methods that lead to significant errors. A solution to the problem could be the development of a state standard for determining the quality of homogenization of milk, which does not currently exist. A



brief analysis of the main methods for determining the dispersed characteristics of microemulsions: electrical (conductometric, dielectric), optical (microscopic, electron microscopic, television, ultramicroscopic, diffraction, nephelometric, scattered light), acoustic, sedimentary. The most promising method is the direct measurement of fat globules in an optical microscope. A digital camera with a device for connection to the microscope eyepiece (or instead) is used to create microphotographs of fat globules. Digital data (field of view of the microscope with emulsion samples) is transmitted to a computer, where it is stored and can be conveniently processed (already after research) using software (including free versions of computer programs). Thus, to determine the dispersed characteristics of milk (or other microemulsions) you need: an optical microscope with a built-in digital camera (or a separate digital camera that can be mounted on the eyepiece of the microscope) and a computer. A method for determining the main dispersed characteristics of microemulsions (mean diameter, standard deviation of dimensions, coefficient of variation with the construction of distribution histograms), developed for use in assessing the quality of homogenization of milk. This technique is simple, reliable and sufficiently accurate direct method of measuring the dispersed characteristics of microemulsions and is suitable for use in small research centers, educational institutions and in production conditions (dairy plants).

Key words: Milk emulsion, milk, dispersion, fat ball, fat globule, diameter, method.