

К.В. Объедков, С.И. Чаевский
 РУП «Институт мясо-молочной промышленности»

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССА КРИСТАЛЛИЗАЦИИ α -ЛАКТОЗЫ В КОНЦЕНТРАТЕ ЛАКТО-ЛАКТУЛОЗЫ

(Поступила в редакцию 04.03.2011)

В статье приведены особенности использования лактулозы как бифидогенного фактора, а также, в рамках проведения мероприятий по повышению качества концентрата лакто-лактuloзы, в производственных условиях были определены оптимальные температурные параметры кристаллизации α -лактозы в данном концентрате.

Введение. Лактулоза – углевод, относящийся к классу олигосахаридов и подклассу дисахаридов, так как его молекула состоит из остатков галактозы и фруктозы, соединенных 1–4 гликозидной (рис. 1) связью [1, 2]. Химическое название лактулозы по современной номенклатуре – 4-О- β -D-галактопиранозил-D-фруктоза.

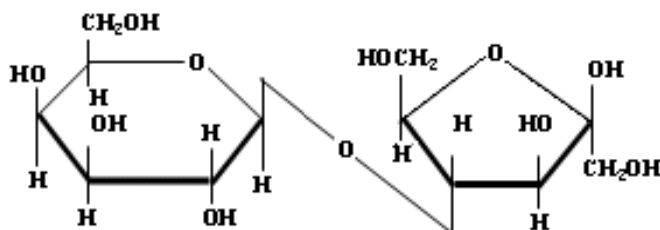


Рисунок 1 – Структурная формула лактулозы

В настоящее время лактулоза является признанным бифидогенным фактором, благодаря чему широко используется во многих странах как профилактическое и терапевтическое средство при различных заболеваниях, особенно в случае формирования дисбактериоза [3].

Данный углевод не расщепляется в верхнем отделе желудочно-кишечного тракта из-за отсутствия необходимых для этого ферментов и проходит транзитом в толстый кишечник, где и используется бифидобактериями как источник энергии и углерода [4–6].

В Республике Беларусь впервые начали производить лактулозу с 2009 г. на ОАО «Городской молочный завод №2» г. Минска. Промыш-

ленное получение лактулозы основано на щелочной изомеризации лактозы, обработки и нейтрализации раствором лимонной кислоты, деминерализации электродиализом до уровня 80–90% с последующим сгущением полученного лакто-лактоулозного раствора [6]. В процессе производства лактулозы возникают определенные трудности, связанные с выходом готового продукта, качественными показателями, такими как процентное содержание лактулозы, высокое содержание лактозы, наличие небольшого количества кристаллов лактозы в готовом продукте. Было выявлено [7], что для получения более качественного концентрата лактулозы необходимо повысить содержание сухих веществ до 60% с последующей кристаллизацией непроеизомеризовавшейся лактозы (до 25–30% от массовой доли сухих веществ) и ее отделение. Таким образом, исследования, направленные на оптимизацию процесса кристаллизации лактозы в концентрате лакто-лактоулозы, являются актуальными.

Материалы (объекты) и методы исследования. В рамках проведенных испытаний по повышению качества концентрата лакто-лактоулозы в производственных условиях была исследована кинетика и определены оптимальные температурные параметры кристаллизации лактозы в концентрате лакто-лактоулозы.

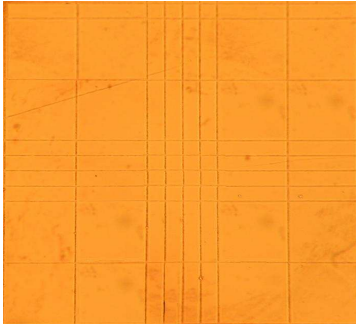
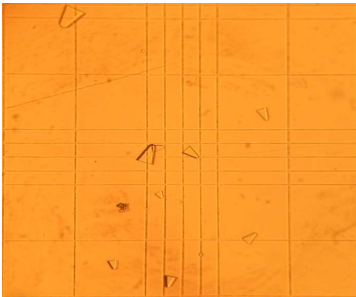
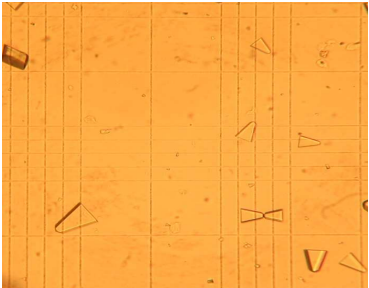
После щелочной изомеризации, электродиализа, упаривания концентрата лакто-лактоулозы до концентрации сухих веществ $(60 \pm 2)\%$ и дополнительного нагрева до $(70–73)^\circ\text{C}$ была проведена кристаллизация лактозы при следующем режиме: медленное самопроизвольное охлаждение концентрата в кристаллизационной ванне до 35°C в течении 15 ч, затем охлаждение с 35 до 26°C в течение 4 ч при подаче ледяной воды в рубашку при постоянном перемешивании (частота вращения мешалки 30–40 об/мин), далее концентрат охлаждали до $10 \pm 2^\circ\text{C}$ в течение 17 ч с периодическим перемешиванием в течение 3 мин каждые 2 ч.

Кинетику роста кристаллов α -лактозы из водных растворов изучали микроскопическим методом [8] с использованием камеры Горяева. Расстояние между линиями решётки камеры Горяева составляет 50 мкм. Для первого режима при медленном охлаждении с 70 до 35°C массовой кристаллизации не наблюдалось. Под микроскопом при увеличении в 40 раз в поле зрения можно было увидеть только единичные кристаллы. При охлаждении с 35 до 26°C через определенные временные интервалы

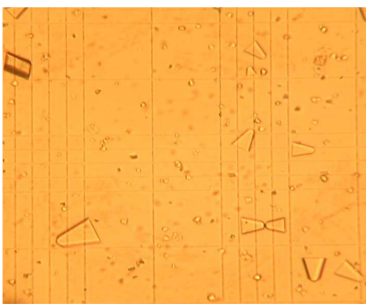
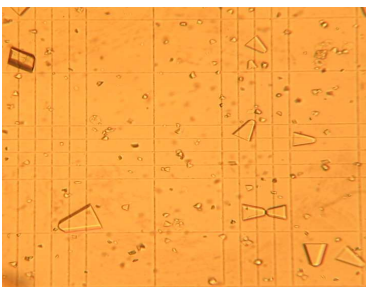
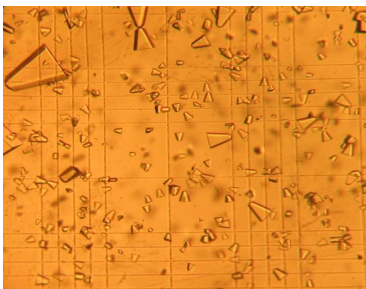
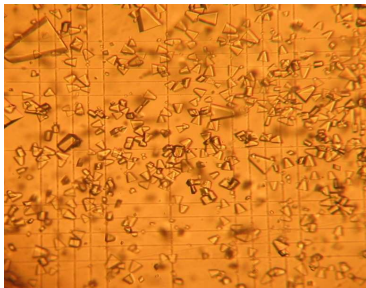
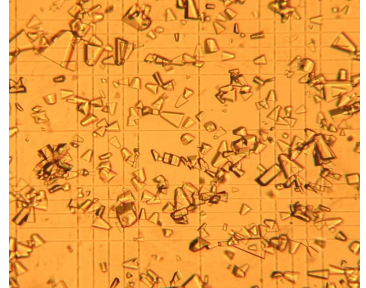
(30 мин) производили отбор проб, измеряли температуру кристаллизата и на поверхность камеры Горяева наносили концентрат лакто-лактоулозы в количестве 30 мкл. Далее с использованием микроскопа, на сетке производили подсчет кристаллов и визуально оценивали размеры образующихся кристаллов лактозы в процессе массовой кристаллизации. Для более наглядного показа результатов, внешний вид кристаллов фотографировали (табл. 1).

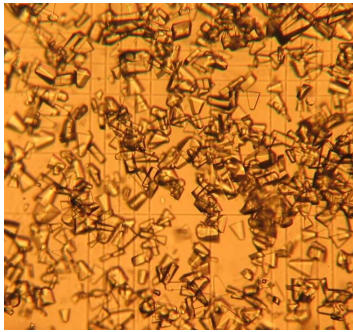
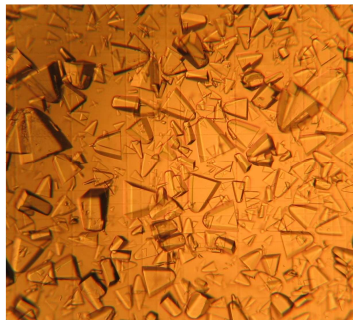
Результаты и их обсуждение.

Таблица 1 – Оценка роста кристаллов лактозы в концентрате лакто-лактоулозы

Продолжительность кристаллизации, ч	Внешний вид кристаллов	Температура концентрата лакто-лактоулозы, °С	Среднее количество кристаллов в концентрате (N), 10 ³ шт/мл	Концентрация сухих веществ (ω), %
1	2	3	4	5
0		70,0	0	60,0
15		35,0	4,5	59,0
15,5		33,0	5,7	58,0

Продолжение табл. 1

1	2	3	4	5
16,0		31,1	9,0	57,5
16,5		29,8	45,0	57,0
17,0		28,2	75,0	55,0
17,5		28,0	90,0	53,0
18,0		27,0	93,0	52,0

1	2	3	4	5
18,5		26,0	130,0	51,5
40		10,0	135,0	51,0

Как видно из табл. 1, после возникновения зародышей, размером больше критического, начинается их рост, в результате чего получают стабильные кристаллы.

Поскольку рост кристаллов является гетерогенным процессом, его массовая скорость пропорциональна доступной поверхности кристаллов [9]. Однако в работе [10] отмечается, что при двукратном увеличении поверхности скорость роста кристаллов лактозы (измерявшаяся по падению пересыщения) возрастает менее чем в два раза, это отклонение, по-видимому, связано со вторичным зародышеобразованием, которое относительно больше увеличивает меньшую кристаллическую поверхность. Перемешивание кристаллизата увеличивает доступную поверхность, поднимая кристаллы со дна кристаллизационной ванны, тем самым также может ускорить их рост.

Как следует из рис. 2, характер кинетической кривой имеет S-образную форму. Точки излома на кривой фиксируют моменты фазовых превращений. Участок *AB* характеризует индукционный период. Для него характерны скрытые процессы образования зародышей кристаллов

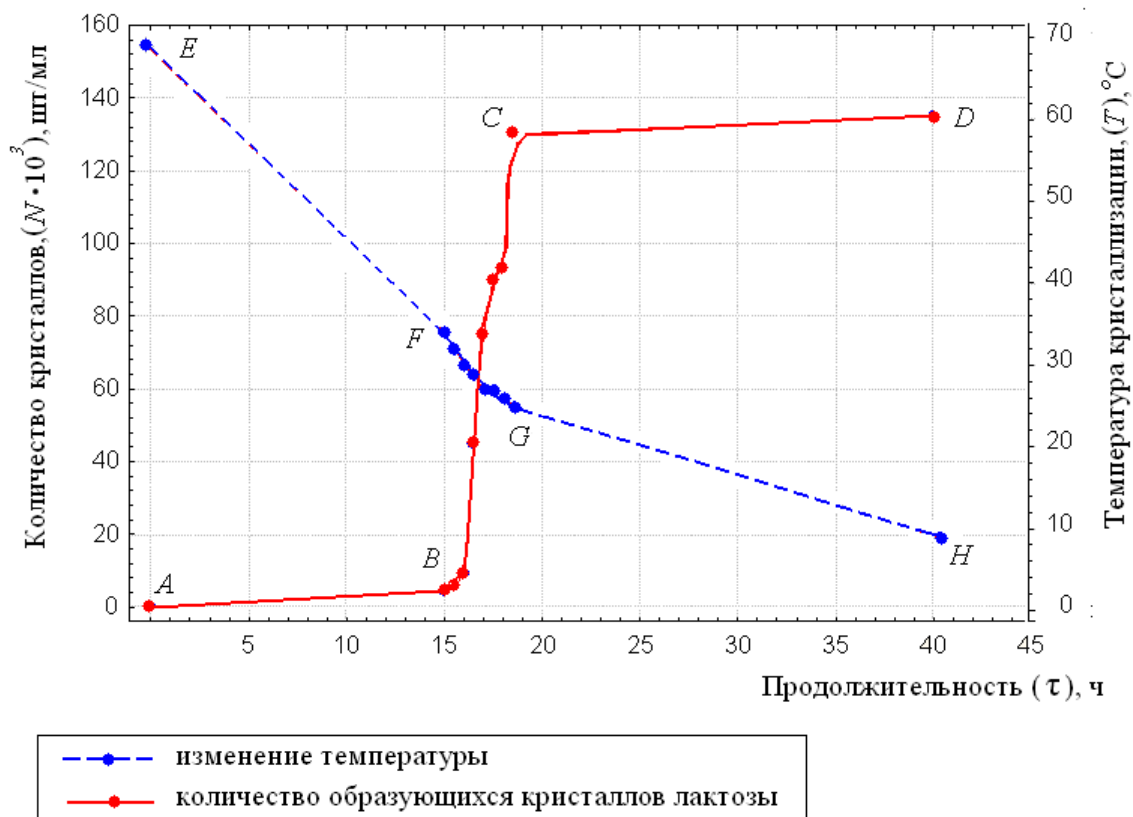


Рисунок 2 – Влияние температуры на кинетику кристаллизации лактозы в концентрате лакто-лактоулозы

лактозы и их роста до критического размера. Затем на участке BC происходит массовая кристаллизация лактозы.

Следует отметить, что на этом участке преобладающим является рост кристаллов, хотя не исключены процессы зародышеобразования. Однако на этом процесс кристаллизации не завершается. Интенсивное снятие пересыщения на участке BC приводит к замедлению процессов образования кристаллов. Период CD более продолжительный. На этом участке идет процесс вторичного зародышеобразования и рост кристаллов лактозы. Механическое перемешивание в наибольшей степени интенсифицирует процесс зародышеобразования, чем рост. Влияние температуры на продолжительность кинетического процесса обусловлено прежде всего тем, что при уменьшении температуры увеличивается вязкость и увеличивается энергия активации зародышеобразования и роста кристаллов. Как видно из табл. 1 при массовой кристаллизации в течение 2,5 ч кристаллы лактозы достигают размеров 50–80 мкм. При последующем охлаждении размеры кристаллов увеличиваются в среднем в два

раза (до 150–180 мкм), в последствии количество кристаллов изменяется незначительно.

Заключение. На основе анализа полученной кинетической зависимости (рис. 2) можно сделать вывод о том, что массовая кристаллизация лактозы в концентрате лакто-лактоулозы протекает при охлаждении в температурном интервале от 35 до 26 °С (участок *FG*) в течении 3,5 ч. При дальнейшем охлаждении наблюдается рост кристаллов и вторичное зародышеобразование. Анализ результатов исследований показал, что средние размеры кристаллов лактозы при последующем охлаждении с 26 до 10 °С (участок *GH*) составили 150–180 мкм, что позволяет эффективно отделить кристаллы из полученного концентрата с помощью установки вакуум-фильтрации, тем самым повысить качество концентрата, увеличив содержание лактулозы.

Литература

1. Синельников, Б.М. Лактоза и её производные / Б.М. Синельников [и др.]. – СПб.: Профессия, 2007. – 768 с.
2. Рябцева, С.А. Технология лактулозы / С.А. Рябцева – М.: ДеЛи принт, 2003. – 230 с.
3. Oligosaccharides and probiotic bacteria / H. Modler [et al.] // Bull. of the IDF. – 1996. – N313. – 58 p.
4. Tamura, Y. Lactulose and its application to the food and pharmaceutical industries / Y. Tamura, T. Mizota, S. Schimamura // Bull. of the IDF. – 1994. – E-doc 289. – P.43–53.
5. Mizota, T. Lactulose as a sugar with physiological significance / T. Mizota, Y. Tamura, M. Tomita // Bull. of the IDF. – 1987, N212. – P. 69–76.
6. Храпцов, А.Г. Закономерности процесса изомеризации лактозы в лактулозу в подсырной сыворотке / А.Г. Храпцов, С.А. Рябцева, Л.Н. Журба // Вест. СевКавГТУ, серия «Продовольствие». – 2003. – №1(6). – С. 25–30.
8. Mitzner, R. Beitrage zyr Katalyse der Mutarotation von Zuckem durch Ni. / R. Mitzner, E. Behrenwald // Z.Phys. Chem. (Leipzig). – 1971. – Bd. 247. – N1–2. – S. 78.

9. Roetman, K. Temperature dependence of the equilibrium ratio of lactose in aqueous solution / K. Roetman, T.J. Bume. – Ned. Melk-Zuiveltijdschr., 1974. – Jrg.28. – №.3–4. – S. 155.

10. Twieg, W.C. Kinetics of lactose crystallization./ W.C. Twieg, T.A. Nickerson J. // Dairy Sci., 1968. – Vol. 51, N11. – P. 1720–1724.

7. Обьедков, К.В. Совершенствование технологии получения концентрата лактулозы с повышенным содержанием основного компонента/ К.В. Обьедков, И.Б.Фролов, С.И. Чаевский // Комплексное использование биоресурсов: малоотходные технологии: материалы междунар. науч.-практ. конф. – Краснодар, 2010. – С. 153–156.

K. Obiedkov, S. Chayevskiy

**RESEARCH OF PROCESS OF CRYSTALLIZATION
 α -LACTOSES IN CONCENTRATE OF LAKTO-LACTULOSES**

Summary

In article features of use lactulose as bifidus factor are resulted. Within the limits of carrying out of actions for improvement of quality of concentrate lacto-lactulose, optimum temperature parameters of crystallization α -lactoses in the given concentrate under production conditions have been defined.