

Vplyv technologických parametrov frakcionácie mliečného tuku na fyzikálne vlastnosti frakcií

B. KRKOŠKOVÁ — T. VACOVÁ

Mliečny tuk sa v posledných rokoch spracúva netradičnými metódami separácie a frakcionačnými metódami izolácie jednotlivých frakcií so špecifickými vlastnosťami. Priemyselnou frakcionáciou možno oddeliť tuhé podiely topiace sa pri vyšších teplotách od podielov olejovitých, topiacich sa pri nižších teplotách [1—3]. Zvyšovaním alebo znižovaním podielu určitej frakcie získame tuk s požadovanými modifikovanými vlastnosťami. Kryštalizačné frakcionovanie možno uskutočniť dvoma metódami:

- kryštalizáciou z rozpúšťadla,
- priamou kryštalizáciou z roztopeného tuku [4].

Povaha získaných frakcií závisí od experimentálnych podmienok. Z faktorov, ktoré ovplyvňujú povahu frakcií, je najdôležitejšia kryštalizačná teplota, teplotný rozdiel medzi za sebou nasledujúcimi kryštalizačnými stupňami, rýchlosť chladenia a v prípade kryštalizácie z rozpúšťadla aj koncentrácia tuku [1].

Ako prvú etapu výskumu modifikácie mliečného tuku postupmi frakcionácie sme v laboratórnych podmienkach uskutočnili frakcionačné pokusy zamerané na štúdium fyzikálnych vlastností a chemického zloženia získaných frakcií. Na pokusy sme použili filtrovaný mliečny tuk zo zimného masla vyrobeného zo sladkej smotany. Použili sme metódu kryštalizácie z roztaveného tuku pri teplotách kryštalizácie 25 a 15 °C [5].

V nadväznosti na práce, v ktorých podmienky frakcionácie mliečného tuku boli podobné ako pri frakcionácii v priemysle, rozšírili sme v ďalších experimentoch paletu sledovaných technologických parametrov, a to z aspektu určenia možností ovplyvnenia výťažku pevných frakcií a ich zloženia. V laboratórnych pokusoch sme sledovali vplyv rýchlosti chladenia a teplotného rozdielu medzi dvoma za sebou nasledujúcimi kryštalizačnými stupňami na výťažok a zloženie frakcií, vplyv teploty kryštalizácie na fyzikálne vlastnosti a chemické zloženie frakcií a kinetiku kryštalizácie vzhľadom na dobu kryštalizácie.

Materiál a usporiadanie pokusov

Na pokusy sme použili filtrovaný tuk zo zimného masia vyrobeného zo sladkej smotany, na frakcionáciu sme použili metódu kryštalizácie priamo z roztopeného tuku, bez použitia rozpúšťadla. Filtrovaný tuk sme zohriali na 60 °C a potom chladili na teplotu prvej kryštalizácie (25 °C) rýchlosťami 0,4, 0,8 a 1,5 °C/min. Doba kryštalizácie bola 24 hodín. Vylúčenú pevnú frakciu sme odfiltrovali pomocou vákua. Kvapalný zvyšok po I. kryštalizácii sme opäť zohriali na 60 °C a potom chladili na teplotu II. kryštalizácie rýchlosťami 0,4 a 1,5 °C/min.

Teplotu II. kryštalizácie sme v jednotlivých sériách kryštalizačných pokusov variovali. V prvých pokusoch sme II. kryštalizáciu robili pri teplote 15 °C, v ďalších sme II. kryštalizačný stupeň realizovali pri kryštalizačnej teplote 20 °C.

Vykryštalizovanú pevnú frakciu po II. kryštalizácii sme odfiltrovali rovnako ako I. frakciu. Kvapalný podiel po II. kryštalizácii bol treťou získanou frakciou.

Na získanie poznatkov o priebehu kryštalizácie vzhľadom na trvanie kryštalizácie a výťažkoch pevnej frakcie sme urobili sériu pokusov pri kryštalizačnej teplote 25 °C. Filtrovaný tuk, zahriaty na 60 °C, sme chladili na teplotu kryštalizácie rýchlosťami chladenia 1,5 a 0,4 °C/min. Po jednej hodine kryštalizácie sme odseparovali pevnú frakciu a kvapalný zvyšok sme pri tej istej teplote nechali kryštalizovať 24 hodín. Potom sme oddelili ďalšiu časť pevnej frakcie.

Pre jednotlivé frakcie sme určili hodnoty bodov topenia metódou pozorovania priebehu topenia vzorky pod mikroskopom s výhrevným preparačným stolíkom [5].

Vlastnosti konzistencie získaných frakcií sme merali penetračnou metódou. Na meranie sme použili automatický penetrometer AP 4/2 za týchto podmienok:

- nosný upevňovací hriadeľ kónusu hmotnosti 33,5 g,
- penetračný kónus hmotnosti 102,5 g,
- doba vniku 20 s.

Hodnoty penetrácie pre jednotlivé frakcie sme merali v závislosti od teploty vzorky v určenom teplotnom rozsahu. Teplotný rozsah sledovania penetrácie sa pre jednotlivé frakcie zvolil podľa bodov topenia tak, aby sa zachytila oblasť premeny skupenstva. Teplota vzoriek sa merala termistorovým dotýkovým teplomerom.

Výsledky pokusov a diskusia

Z hľadiska ovplyvnenia množstva získanej pevnej frakcie sme sledovali rozhodujúce parametre kryštalizačného postupu, najmä:

- rýchlosť chladenia na teplotu kryštalizácie,
- kryštalizačnú teplotu,
- teplotný rozdiel medzi za sebou nasledujúcimi kryštalizačnými stupňami,
- dobu kryštalizácie,
- izolovanie podielu vykryštalizovanej pevnej frakcie.

Tabuľka 1 zahŕňa výsledky sledovania výťažkov pevných frakcií. Množstvo pevnej frakcie vyjadrujú hmotnostné percentá vzhľadom na základné množstvo filtrovaného tuku.

Tabuľka 1. Výťažky pevných frakcií

Kryštalizačný stupeň	Teplota a doba kryštalizácie	Rýchlosť chladenia (°C/min)	Výťažky pevnej frakcie (%)		
			min.	max.	Ø
I	25 °C 24 h	1,5	27	31	29
		0,8	29	35	32
		0,4	18	26	23
II	15 °C 24 h	1,5	46	58	52
		0,4	26	57	41
II	20 °C 24 h	1,5			47
		0,5			59
I	25 °C 1 h	1,5	12	35	23
		0,4	1,1	14,5	6
II	25 °C 24 h	1,5			47
		0,4			40

Výťažok pevnej frakcie na prvom kryštalizačnom stupni (pri teplote 25 °C) sa menil vplyvom rýchlosti chladenia roztopeného tuku na teplotu kryštalizácie. Výťažok stúpa s rýchlosťou chladenia, tento vplyv však nie je výrazný. Pri najvyššej rýchlosti chladenia 1,5 °C/min sa výťažok pohyboval v rozmedzí 27—31 %. Pri najnižšej rýchlosti chladenia sa menil v rozsahu 18—26 %.

Pri sledovaní kinetiky kryštalizácie sme v jednej sérii pokusov prerušili kryštalizáciu po 1 hodine. Zistili sme, že v priebehu prvej hodiny vykryštalizuje v prípade vzorky chladenej rýchlosťou 1,5 °C/min 12—35 % tuku (v priemere 23 %), t. j. 79 % podielu množstva pevnej frakcie vykryštalizovanej v predchádzajúcich sériách pokusov za 24 hodín.

Pri rýchlosti ochladenia 0,4 °C/min vykryštalizovalo počas prvej hodiny 1—14,5 % pevnej frakcie (v priemere 6 %), t. j. 26 % podiel množstva pevnej frakcie získanej po 24 hodinách. Z týchto výsledkov je zrejmé, že vplyv rýchlosti chladenia vzorky na teplotu kryštalizácie sa veľmi výrazne prejavil na začiatku kryštalizačného procesu, a to masovou kryštalizáciou vzorky chladenej pri vysokej rýchlosti.

Odstránením vykryštalizovanej pevnej fázy po 1 hodine sa zvýšil priemerný výťažok frakcie po 24 hodinách kryštalizácie pri teplote 25 °C z 29 na 70 % pri rýchlo chladenej vzorke a z 23 na 46 % pri vzorke chladenej pomaly. Všeobecne možno konštatovať, že výťažky pevnej fázy sa zdvojnásobili.

Výťažky pevnej frakcie v druhom kryštalizačnom stupni pri teplote 15 °C sa pohybovali od 46 do 58 % (v priemere 52 %) pri vzorke chladenej rýchlo a od 26 do 57 % (v priemere 41 %) pri vzorke chladenej pomaly. Vplyv rých-

losti chladenia na zvýšenie podielu pevnej frakcie je výraznejší ako na prvom frakci onáčnom stupni. Keď sa druhý kryštalizačný stupeň realizoval pri teplote 20 °C, výťažok pevnej frakcie sa pri rýchlo chladenej vzorke pohyboval na spodnej hranici rozsahu a pri pomaly chladenej vzorke na hornej hranici rozsahu výťažkov získaných pri teplote 15 °C.

Pri meraní bodov topenia frakcií sa určujú teploty charakterizujúce priebeh topenia, čo má empirický charakter. Spravidla sa zaznamenáva ako začiatočná teplota topenia tá teplota, pri ktorej vzorka začína mäknúť. Túto teplotu sme v našich meraniach zaznamenávali ako spodnú hranicu teplotného rozsahu topenia. Proces topenia skončí pri teplote, pri ktorej celá vzorka prejde do kvapalného stavu a vyčirí sa. Túto teplotu sme zaznamenávali ako hornú hranicu teplotného rozsahu topenia.

V tabuľke 2 uvádzame zistené rozsahy topenia pevných frakcií a kvapalných zvyškov pri kryštalizačných teplotách 25, 15 a 20 °C. Uvádzajú sa priemerné hodnoty charakteristík topenia získaných na podklade troch meraní pri každom type vzorky.

Tabuľka 2. Teplotné rozsahy topenia frakcií

Vzorka	Rýchlosť kryštalizácie (°C/min)	Priemerný teplotný rozsah topenia (°C)
Pevná frakcia pri 25 °C	0,5 1,5	51,4—54,2 47,5—50,2
Pevná frakcia pri 15 °C	0,5 1,5	30,6—32,4 27,7—29,9
Kvapalný zvyšok pri 15 °C	0,5 1,5	9,7—12,7 12,8—14,5
Pevná frakcia pri 20 °C	0,5 1,5	33,3—34,9 31,1—32,9
Kvapalný zvyšok pri 20 °C	0,5 1,5	17,4—20,9 21,4—22,9

Veľkosť teplotného rozsahu topenia pevných frakcií i kvapalných zvyškov sa pohybuje v rozmedzí od 1,5 do 3,5 °C.

Charakteristické teploty topenia jednotlivých frakcií sa znižujú s klesajúcou teplotou kryštalizácie. Pevná frakcia pri 25 °C sa topí pri najvyšších teplotách. Pevné frakcie pri 20, resp. 15 °C majú charakteristiky topenia podobné a ich rozsahy topenia sú v porovnaní s prvou frakciou pri teplotách nižších približne o 20 °C.

Kvapalné zvyšky po druhom kryštalizačnom stupni majú charakteristiky topenia značne odlišné. Kvapalný podiel po druhej kryštalizácii pri 20 °C sa topí pri teplotách okolo 17—23 °C. Kvapalný podiel získaný po druhej kryštalizácii pri 15 °C sa topí nižšie, pri teplotách okolo 10—14 °C.

Vplyv rýchlosti chladenia na teplotu kryštalizácie sa výrazne prejavil na charakteristikách topenia získaných frakcií. Pevné frakcie, chladené rýchlejšie, topia sa pri nižších teplotách. Najväčší rozdiel v rozsahu topenia medzi pomaly a rýchlo chladenou vzorkou sa zistil v prípade pevnej frakcie pri 25 °C. V prípade pevných frakcií pri 20 a 15 °C je rozdiel medzi charakteristickými teplotami topenia rôzne chladených vzoriek menší. Pri kvapalných zvyškoch sa zistila opačná tendencia. Vzorky chladené rýchlejšie majú charakteristiky topenia pri vyšších teplotách.

Pri porovnaní použitých postupov frakcionácie v dvoch za sebou nasledujúcich kryštalizačných stupňoch pri teplotách 25 a 15 °C, resp. 25 a 20 °C sa ako výhodnejší ukázal prvý postup. Jeho aplikáciou na filtrovaný maslový tuk sa získali tri frakcie s výrazne odlišnými charakteristikami topenia.

Tabuľka 3 uvádza výsledky sledovania konzistencie frakcií na základe závislosti hodnoty penetrácie od teploty.

Pri prvej frakcii sme sledovali závislosť hodnôt penetrácie od teploty v teplot-

Tabuľka 3. Hodnoty penetrácie frakcií

Frakcia	Kryštalizačná rýchlosť			
	0,5 °C/min		1,5 °C/min	
	teplota (°C)	penetrácia (°P)	teplota (°C)	penetrácia (°P)
Pevná frakcia pri 25 °C	10	18,3	10	16,0
	18	17,6	18	21,3
	26	26,3	26	27,3
	30	32,6	30	38,0
	32	37,6	34	57,6
	34	55,6	36	141,0
	36	114,0	38	169,6
	38	133,6		
Pevná frakcia pri 15 °C	8	38,7	10	36,0
	10	36,3	12	52,3
	12	48,0	14	50,7
	14	50,7	16	61,7
	16	67,0	18	59,0
	18	70,3	20	121,6
	20	83,6	22	126,0
	22	108,0		
Kvapalný zvyšok pri 15 °C	—10	51,0	—20	30,3
	— 8	57,0	—16	38,7
	— 6	66,0	—10	60,0
	— 2	70,7	— 6	69,7
	0	75,0	0	81,0
	2	86,3	10	116,3
	4	99,0	12	117,7
	6	99,7		

nom rozsahu od 10 do 38 °C. Zvyšovanie hodnôt penetrácie so stúpajúcou teplotou vzorky je v rozsahu teplôt od 10 do 34 °C v prípade pomaly chladenej vzorky veľmi mierne. Pri teplote 36 °C sa zistil prudký vzostup hodnoty penetrácie, charakterizujúci začiatok topenia. Pri rýchlo chladenej vzorke sa prejavila taká istá tendencia; vzostup hodnoty penetrácie pri teplote 36 °C je oveľa výraznejší. Hodnoty penetrácie v teplotnom rozsahu do 34 °C sa pre rýchlo a pomaly chladené vzorky líšia iba nepatrne.

V druhej frakcii (pevnej pri 15 °C) sa závislosť hodnoty penetrácie od teploty sledovala v rozsahu teplôt od 8 do 24 °C. Zistené hodnoty penetrácie pre pomaly chladenú vzorku stúpajú v teplotnom rozsahu od 8 do 20 °C takmer pravidelne. Výrazný vzostup hodnoty penetrácie sa zistil pri teplotách 22–24 °C. Rýchlo chladená vzorka prejavuje výrazný vzostup hodnoty penetrácie už pri 20 °C.

Hodnoty penetrácie kvapalného zvyšku po druhej kryštalizácii pri teplote 15 °C sa sledovali v teplotnom rozsahu od –20 do 12 °C. Hodnoty penetrácie sú aj pri veľmi nízkych teplotách vysoké. So stúpajúcou teplotou vzorky sa hodnoty penetrácie menia v menšom rozsahu ako pri pevných frakciách. Výraznejšie zvýšenie hodnoty penetrácie sa zistilo pri pomaly chladenej vzorke pri teplote 4 °C a pri rýchlo chladenej vzorke pri teplote 10 °C.

V prípade realizovania druhého frakčionálneho stupňa pri teplote 20 °C sa v získanej pevnej frakcii závislosť hodnôt penetrácie od teploty sledovala v rozsahu teplôt od 8 do 20 °C. Zistené hodnoty penetrácie boli v priemere o 10 °P vyššie ako pri vzorke pevnej pri 15 °C. Hodnoty penetrácie kvapalného zvyšku sa sledovali v rozsahu teplôt od –20 do 12 °C, a to iba pre rýchlo chladenú vzorku. Zistené hodnoty penetrácie sú v porovnaní s kvapalným zvyškom pri teplote 15 °C priemerne o 20–30 °P nižšie.

Celkovo možno výsledky meraní konzistencie frakcií pomocou sledovania závislosti hodnôt penetrácie od teploty zhrnúť takto:

— Penetrácia vyjadruje predovšetkým tvrdosť frakcií. Jej najnižšie hodnoty sa zistili pre frakciu pevnú pri 25 °C, ktorá je najtvrdšia a má najvyšší bod topenia.

— Prudké zmeny hodnôt penetrácie, menovite jej stúpnutie, charakterizujú začínajúci proces fázových premien.

— Rozsah zmien hodnôt penetrácie v závislosti od teploty je najväčší vo frakcii s najvyšším bodom topenia a so znižujúcim sa bodom topenia frakcie sa znižuje.

Súhrn

Študoval sa vplyv technologických parametrov frakcionácie mliečneho tuku na fyzikálne vlastnosti frakcií. Frakcionáciu z roztopeného tuku v dvoch za sebou nasledujúcich kryštalizačných stupňoch pri teplotách 25 a 15 °C, resp. 25 a 20 °C bol pôvodný tuk rozdelený na tri frakcie.

Výťažok kryštalizácie stúpá rýchlosťou chladenia. Vplyv rýchlosti chladenia vzorky na teplotu kryštalizácie sa veľmi výrazne prejavil na začiatku kryštalizačného procesu.

Získané frakcie sa výrazne líšili fyzikálnymi vlastnosťami charakterizovanými bodmi topenia a hodnotami penetrácie.

Literatúra

1. SHERBON, J. W.: J. Amer. Oil Chem. Soc., 51, 1974, č. 2, s. 22—25.
2. NORRIS, R.: J. Dairy Res., 38, 1971, s. 179.
3. WILSON, B. W.: J. Dairy Technol., 30, 1975, č. 1, s. 10—13.
4. SCHAAP, J. E., BERESTEYN, E.: Voedingsmidtechn., 2, 1970, č. 46, s. 553—554.
5. KRKOŠKOVÁ, B.: Výskum možností lepšieho zhodnotenia mliečného tuku. Čiast. záverečná správa P 11-529-264-03, VE 3, Bratislava, VÚP 1977.

Кркошкова, Б., Вацова, Т.

Влияние технологических параметров фракционирования молочного жира на физические свойства фракций

Выводы

Исследовано было влияние технологических параметров фракционирования молочного жира на физические свойства фракций. Фракционированием из расплавленного жира в двух кристаллизационных степенях следующих один за другим при температуре 35 °C и 15 °C, или же 25 °C и 20 °C, был исходный жир распределен в 3 фракции.

Экстракт кристаллизации повышался со скоростью охлаждения. Влияние скорости охлаждения образца на температуру кристаллизации очень выразительно проявилось в начале кристаллизационного процесса.

Полученные фракции выразительно отличались в физических свойствах характеризованных точками плавления и величинами пенетрации.

Krkošková, B., Vacová, T.

The technological parametres influence of milk fat fractionation on the physical qualities of fractions

Summary

The technological parameters influence of milk fat fractionation on physical qualities of fractions was studied. With fractionation from melted fat in two subsequent following crystallization stages at temperatures of 25 °C and 15 °C, resp. 25 °C and 20 °C the original fat in three fractions was separated.

The crystallization yield increased with cooling speed. The influence of speed of sample on crystallization temperature appeared very expressive in the beginning of crystallization process.

The obtained fractions differed expressive in physical qualities characterized through melting points and penetration values.