

Mikrofiltracija ugušćene sirutke

Anica Borović, Ljerka Kršev

Izvorni znanstveni rad - Original scientific paper

UDK: 637.344

Sažetak

Istraživan je utjecaj svojstava ugušćene sirutke (kisela, slatka) na protok permeata tijekom mikrofiltracije preko pločastih membrana II. generacije tipa GRM 2,0 PP.

Određeni su sastav i bakteriološka kakvoća ugušćene sirutke i zatim permeata (mikrofiltrat) i retentata nakon procesa mikrofiltracije.

Utvrđeno je da je povoljnije mikrofiltrirati kiselu ugušćenu sirutku, jer je protok stalan, mada niži u odnosu na slatku UF-sirutku.

Uočena je promjena količine sastojaka u suhoj tvari permeata u odnosu na suhu tvar ugušćene sirutke. Smanjio se udjel proteina (posebice pri mikrofiltraciji slatke UF-sirutke), a povećao se udjel laktoze u suhoj tvari.

Ustanovljeno je, također, da se membranama tipa GRM 2,0 PP iz ugušćene sirutke može ukloniti oko 97,4% živih bakterija, ali ovaj tip membrana potpuno zadržava samo kvasce i plijesni.

Riječi natuknice: mikrofiltracija ugušćene sirutke (kisele, slatke) procesne vrijednosti MF, sastav permeata i retentata, redukcija broja živih bakterija.

Uvod

Sirutka je sekundarni proizvod mljekarske industrije. Kako je svjetska proizvodnja sira svakim danom sve veća, povećava se i količina sirutke. Sirutka se vrlo često odbacuje, čime se ne gube samo vrlo vrijedni sastojci (proteini, vitamini) koji se mogu koristiti u prehrani ljudi i životinja, već nastaju i velike ekološke štete.

Kemijski sastav sirutke ovisi o sastavu korištenog mlijeka, a bakteriološka kakvoća o broju mikroorganizama zaostalih u sirutki nakon dodatka kulture mikroorganizama koji ne samo da mijenjaju kakvoću i trajnost, već stvaraju neprimjereni okus i miris sirutke (Pearce i Marshall, 1991.).

Poznato je da su proteini sirutke vrlo osjetljivi na djelovanje topline, pa obrada sirutke nije moguća pri višim temperaturama. Stoga se za "hladnu" sterilizaciju sirutke, umjesto toplinske obrade, odnedavno primjenjuje mikrofiltracija (Pearce i Marshall, 1991.).

Mikrofiltracija je membranski postupak koji koristi membrane veličine pora od 0,1 do 10 μm , a na membranama se zaustavljaju molekule veće molekularne mase kao što su, primjerice mikroorganizmi (Kosikowsky; Mistry, 1990). Za uspješnost procesa MF važno je poznavati karakteristike procesa, primjerice, tlak i temperaturu.

Budući da proces mikrofiltracije teče pri temperaturama nižim od 50°C, nema nepovoljnog djelovanja topline na sastojke tekućine koja se obrađuje (Cohen - Maurel, 1990). Te se prednosti mikrofiltracije posebno cijene pri obradi sirutke.

Svrha ovog rada bila je istražiti utjecaj svojstava ugušćene sirutke (kisela, slatka) na protok i sastav permeata tijekom mikrofiltracije preko membrana tipa GRM 2,0 PP, te utjecaj mikrofiltracije na poboljšanje bakteriološke kakvoće ugušćene sirutke.

Materijal i metode rada

Za pokuse mikrofiltracije uzeta je slatka i kisela, ultrafiltracijom ugušćena sirutka iz proizvodnog pogona "Dukat" d.d. Zagreb.

Mikrobiološka kakvoća sirutke i mikrofiltrata (permeata) određena je na slijedećim podlogama za izolaciju i namnožavanje bakterija, kvasaca i plijesni:

broj živih bakterija određivao se na kompleksnoj podlozi, hranjivom agaru pH 6,5-7,0

za dokazivanje koliformnih bakterija poslužili su:

- briljant-zeleni-laktoza žučni bujon pH 7,2
- ljubičasto crveni žučni agar
- kosi hranjivi agar

za određivanje koagulaza pozitivnih stafilokoka poslužio je agar (Baird-Parker) pH 7,0

za određivanje vrste *Proteus* poslužili su:

- briljant zeleni agar
- Klingerov željezni agar
- kosi agar s urejom (Cristensen), pH 6,9

za određivanje kvasaca i plijesni poslužio je Sabaurand maltozni agar: pH 5,6

Mikrofiltracija (MF) ugušćene sirutke provedena je na laboratorijskom modulu DDS-20-1-LAB s pločastim membranama za mikrofiltraciju II. generacije tipa GRM 2,0 PP, površine 0,36 m².

Provedene su dvije serije istraživanja. U prvoj seriji protoci permeata slatke i kisele ugušćene sirutke određeni su pri temperaturi procesa 30°C i ulaznom tlaku 2 bar. U drugoj seriji istraživanja promjena protoka permeata pratila se pri temperaturi 30°C i ulaznom tlaku 3 bar. U svim pokusima UF-sirutka je ugušćena mikrofiltracijom u omjeru 1:7.

Sastav ugušćene sirutke, permeata i retentata pripremljenih tijekom istraživanja određen je standardnim analitičkim metodama, a mikrobiološka kakvoća uzoraka određena je po Pravilniku i propisima IDF-a:

- suhá tvar - metodom sušenja pri 105°C do konstantne težine (Sl. list br. 32/1983.)
- laktoza - Schoorl - Lufforom metodom (IDF No 28/1974.)
- proteini - formol-titracijom (Sl. list br. 32/1988.)

- kiselost - a) titracijom - metoda Soxhlet-Henkel (Sl. list br. 32/1983.)
- b) pH-metrom M-61 "Laboratory"
- broj živih bakterija određen je metodom iz Pravilnika (Sl. list br. 25/1980.)
- izoliranje i identifikacija bakterija vrste *Proteus* provedeni su metodama IDF (IDF - Standard 73A:1985.)
- izoliranje kvasaca i plijesni provedeno je metodama koje predlaže IDF (IDF - standard 73A:1985.)
- izoliranje i identifikacija koagulaza pozitivnih stafilokoka i sulfitoreduksijskih klostridija provedeni su metodama Pravilnika (Sl. list br. 25/1980.)
- dokazivanje koliformnih bakterija obavljeno je metodom Pravilnika (Sl. list br. 25/1980.).

Obrada podataka

Podaci o broju živih bakterija prikazani su u logaritamskom obliku. Aritmetička sredina (\bar{x}), standardna devijacija (s) i koeficijent varijacije (CV %) izračunati su statističkim metodama (S n e d e k o r, 1956.):

$$\bar{x} = \sum x_i / n \quad n = 1, 2, \dots, n$$

$$s = \sqrt{[\sum (x_i - \bar{x})^2] / (n - 1)} \quad i = 1, \dots, n$$

$$CV (\%) = (s/\bar{x}) \cdot 100$$

Rezultati i rasprava

Minimalne, maksimalne i prosječne vrijednosti fizikalno-kemijskog sastava ugušćene (UF)-sirutke, zatim permeata i retentata nakon mikrofiltracije kisele UF-sirutke prikazuje tablica 1. a slatke UF-sirutke tablica 2.

Na pločastim mikrofiltrima pojavljuje se tijekom mikrofiltracije fenomen stvaranja sloja na membranama (B r u n, 1988.). Retencija ovisi o veličini pora membrana deformaciji membrana tijekom procesa, a i o sklonosti membrana apsorpciji i stvaranju membranskog tlaka, pa mogu biti zadržane i čestice veličinom manje od pora membrana (M a r s h a l l, 1983.).

Rezultati istraživanja pokazali su da mikrofiltracijom kisele UF-sirutke permeat sadrži za oko 2% manje proteina u odnosu na UF-sirutku, tj. da je toliko proteina zadržano na korištenim membranama. Gotovo iste količine laktoze sadržali su permeat i UF sirutka u odnosu na ukupnu suhu tvar (tablica 1.).

Količina proteina u permeatu slatke UF-sirutke bila je oko 3,5% manja u ukupnoj suhoj tvari, dok se količina laktoze u permeatu povećala za oko 2,2% (tablica 2.). To znači da mikrofiltracijom slatke sirutke laktoza bolje prelazi u permeat. Protok permeata kisele UF-sirutke pri tlaku od 2 bar bio je malen (sl. 1.), ali tijekom gotovo čitavog procesa stalan - oko 15 l/h m². Početni protok slatke UF-sirutke, pri istim uvjetima procesa, bio je dosta velik (sl. 1), ali već nakon 10 minuta smanjio se za oko 50% i još se smanjivao. Vjerojatan razlog je jače prljanje membrana, a rezultat je i izraženija retencija proteina tijekom mikrofiltracije slatke UF-sirutke.

Tablica 1. Min., max i srednje vrijednosti fizikalno kemijskog sastava uzoraka ugušćene (UF) kisele sirutke, permeata i retentata (n = 41)

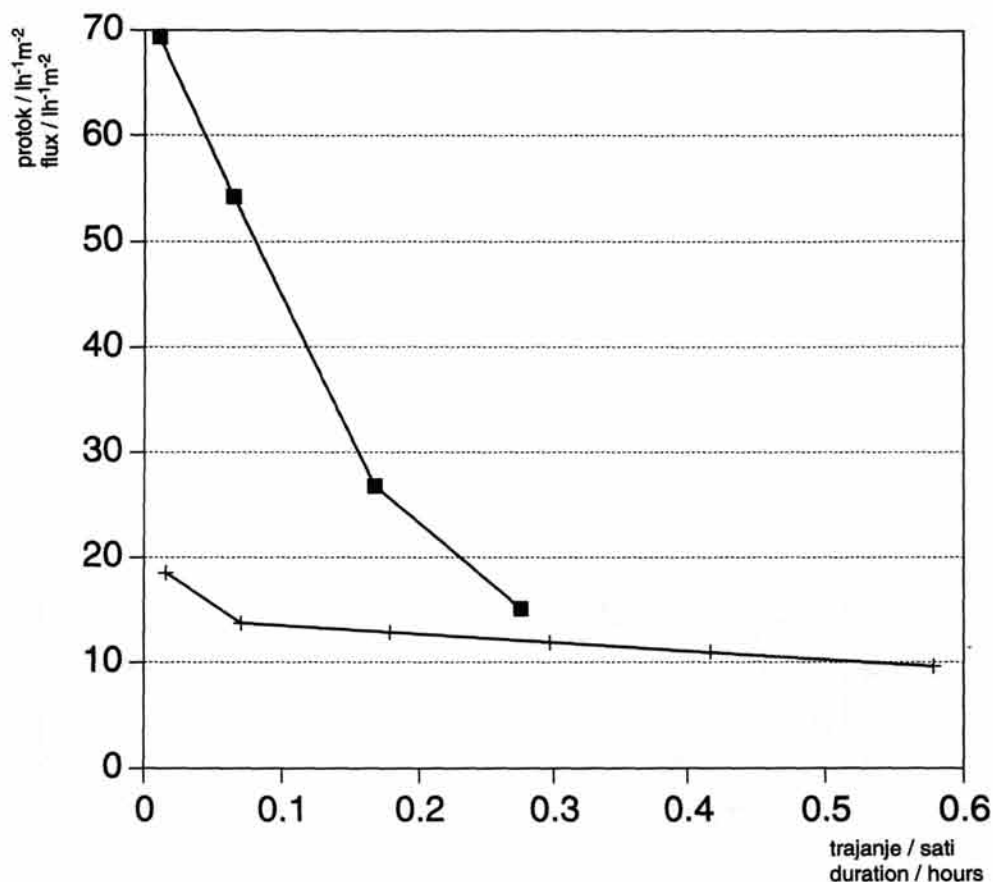
Table 1. Min., max and average value of physico-chemical composition of acid UF-whey, permeate and retentate samples (n = 41)

Sastojak Component	Uzorak Sample	Min.	Max.	\bar{x}
Ukupna suha tvar (%) Total solids (%)	sirutka - whey	11,20	11,55	11,4
	permeate-permeate	8,83	9,28	9,0
	retentat-retentate	12,10	12,41	12,2
Proteini (%) ukupna suha tvar Proteins (%) total solids	sirutka-whey	39,13	40,15	39,62
	permeate-permeate	37,24	37,92	37,66
	retentat-retentate	48,98	48,05	47,13
Laktoza (%) ukupna suha tvar Lactose (%) total solids	sirutka-whey	52,03	52,38	52,16
	permeate-permeate	51,97	52,67	52,28
	retentat-retentate	43,15	43,42	43,26
pH vrijednost pH value	sirutka-whey	4,79	4,91	4,85
	permeate-permeate	4,80	5,00	4,92
	retentat-retentate	4,80	4,96	4,89
Titracijska kiselost (°SH) Titratable acidity	sirutka-whey	22,14	24,20	23,21
	permeate-permeate	18,80	20,92	20,68
	retentat-retentate	20,20	21,10	20,85

Tablica 2. Min., max i srednje vrijednosti fizikalno-kemijskog sastava uzoraka ugušćene (UF) slatke sirutke, permeata i retentata (n = 41)

Table 2. Min., max and average value of physico-chemical composition of sweet UF whey, permeate and retentate samples (n = 41)

Sastojak Component	Uzorak Sample	Min.	Max.	\bar{x}
Ukupna suha tvar (%) Total solids (%)	sirutka - whey	10,75	10,91	10,81
	permeate-permeate	10,47	10,72	10,60
	retentat-retentate	11,23	12,06	11,40
Proteini (%) / ukupna suha tvar Proteins (%) / total solids	sirutka-whey	37,71	38,95	38,25
	permeate-permeate	34,06	35,13	34,83
	retentat-retentate	40,84	42,22	41,43
Laktoza (%) / ukupna suha tvar Lactose (%) / total solids	sirutka-whey	51,18	51,97	51,67
	permeate-permeate	53,14	53,99	53,86
	retentat-retentate	45,63	46,31	45,82
pH-vrijednost pH-value	sirutka-whey	6,0	6,35	6,28
	permeate-permeate	6,52	6,57	6,54
	retentat-retentate	6,30	6,35	6,31
Titracijska kiselost Titratable acidity	sirutka-whey	12,8	15,60	14,4
	permeate-permeate	7,8	9,65	8,0
	retentat-retentate	9,4	12,8	10,0



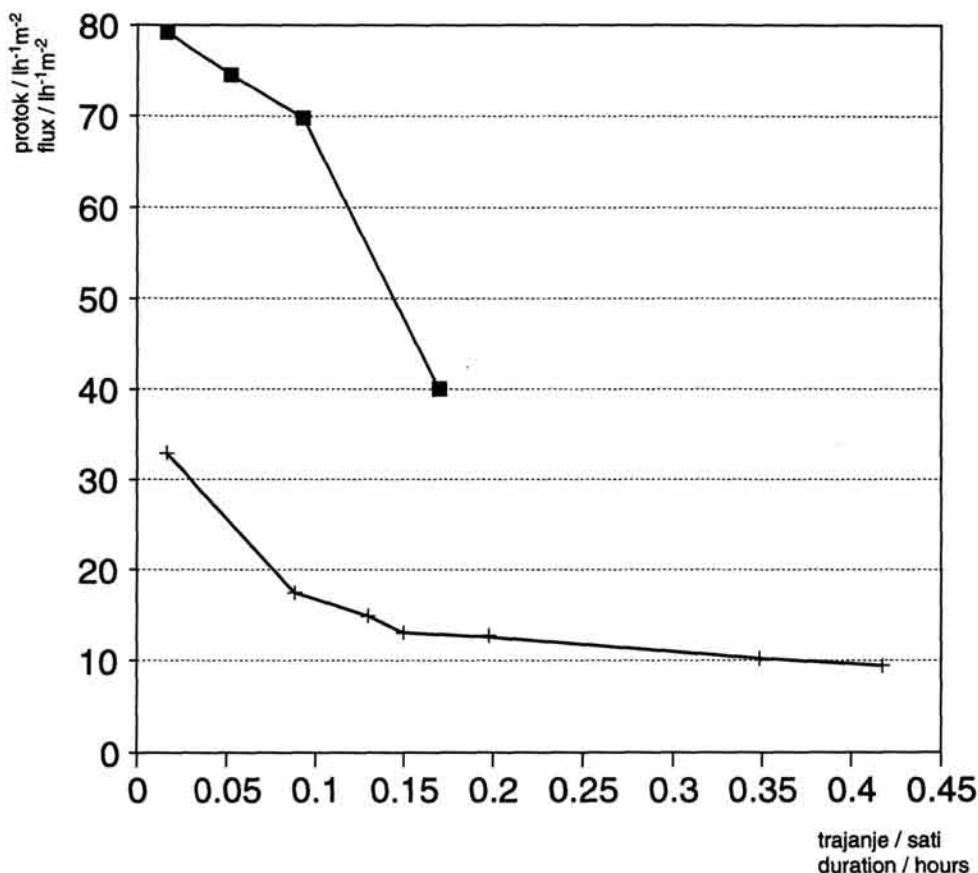
Slika 1. Utjecaj svojstava ugušćene (UF) sirutke na protok tijekom mikrofiltracije (membrane GRM 2,0 PP)

$t = 30^{\circ}\text{C}$, $P = 2 \text{ bar}$

Fig. 1. Influence of UF-whey's characteristics on the permeate flux during the microfiltration at 30°C and pressure of 2 bar

- ■ - slatka UF-sirutka, sweet UF-whey
- + - kisela UF-sirutka, acid UF-whey

Ako se za mikrofiltraciju ugušćene sirutke koristi viši tlak (3 bar), početni protok je nešto veći za oba tipa UF-sirutke (sl. 2), ali pada brže, naročito pri mikrofiltraciji slatke UF-sirutke.



Slika 2. Utjecaj svojstava ugušćene (UF) sirutke na protok tijekom mikrofiltracije (membrane GRM 2,0 PP)

$t = 30^{\circ}\text{C}$, $P = 2$ bar

Fig. 2. Influence of UF-whey's characteristics on the permeate flux during the microfiltration at 30°C and pressure of 3 bar

- ■ - slatka UF-sirutka, sweet UF-whey
- + - kisela UF-sirutka, acid UF-whey

Protok kisele UF-sirutke stabilizira se nakon 15-tak minuta rada, ali je niži nego pri nižem ulaznom tlaku (2 bar, sl. 1). Zbog toga je za mikrofiltraciju UF-sirutke povoljnije koristiti niži ulazni tlak.

Tablica 3. prikazuje prosječne logaritamske vrijednosti \bar{x} , s i CV za broj živih bakterija u 1 ml uzorka slatke i kisele UF-sirutke i permeata UF-sirutke nakon procesa mikrofiltracije (tablica 3).

Broj živih bakterija/ml ugušćene sirutke iznosio je od $5,4 \times 10^7$ do $2,2 \times 10^8$, a u permeatu ugušćene sirutke od 8×10^2 do 1×10^4 bakt./ml, odnosno prosječna redukcija broja živih bakterija/ml u slatkoj ugušćenoj sirutki bila je 97,03%, a za kiselu UF-sirutku 97,44% (tabl. 3.).

Membrane tipa GRM 2,0 PP, korištene za mikrofiltraciju UF-sirutke, potpuno su zadržale samo kvasce i plijesni (slika 3.), dok je redukcija stafilokoka bila 18% u slatkoj UF-sirutki i 36% u kiselj UF-sirutki.

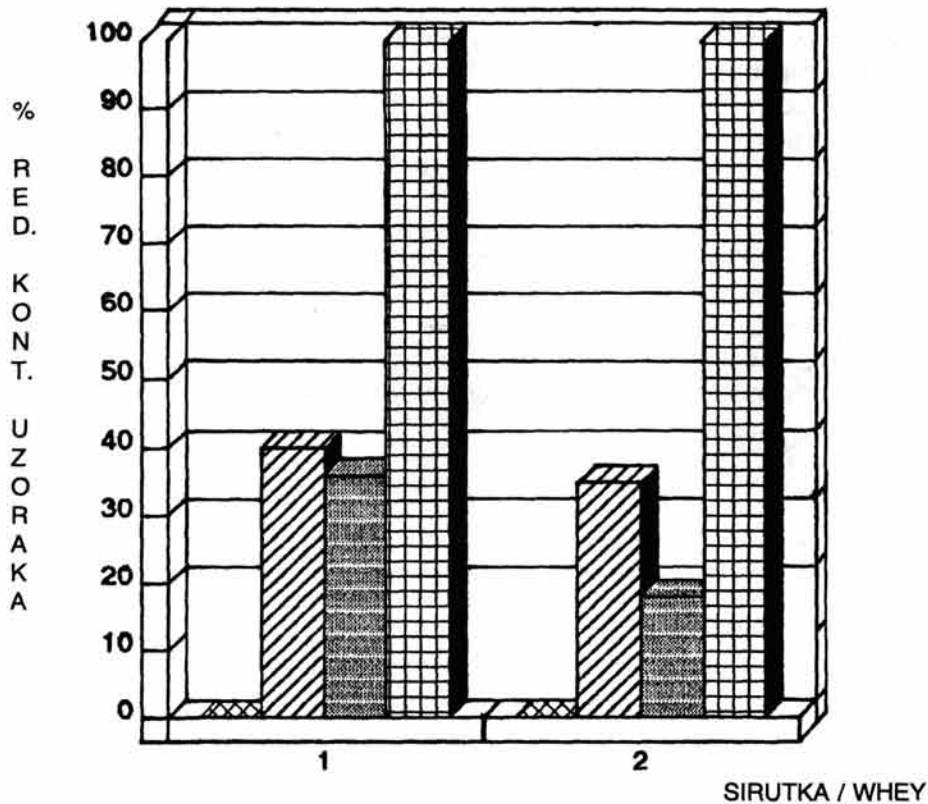
Bakterije *Proteus* vrste reducirane su samo djelomično, 40% (sl. 3). Koliformne bakterije nisu zadržane.

Njihova prisutnost dokazana je u uzorcima permeata.

Tablica 3. Prosječne log vrijednosti \bar{x} , s i CV (%) za broj živih bakterija u uzorcima ugušćene (UF) sirutke i permeata UF-sirutke

Table 3. Average logarithmic values \bar{x} , s and CV (%) of colony forming Bacteria in samples of UF-whey and in its permeate

Uzorak Sample	Broj uzoraka No of samples	Membrane GRM 2,0 PP			Prosječna redukcija broja živih bakterija Average reduction of colony forming Bacteria
		Broj živih bakterija/ml Colony forming Bacteria/ml	\bar{x}	s	
	n				
Slatka UF- sirutka Sweet UF- whey	41	8,002	0,245	3,066	
Permeat slatke UF-sirutke Permeate of UF sweet whey	41	6,564	0,615	9,37	97,034
Kisela UF- sirutka Acid UF-whey	39	8,08	0,801	9,91	
Permeat UF- kisele sirutke Permeate of UF acid whey	39	6,431	0,508	7,89	97,447



Slika 3. Utjecaj membrana za mikrofiltraciju tipa GRM 2,0 PP na redukciju broja uzoraka u kojima je dokazana prisutnost koliformnih bakterija, bakterija vrste *Proteus*, stafilokoka, kvasaca i plijesni

Fig. 3. Influence of membranous type GRM 2,0 PP on number reduction of samples containing after microfiltration coliform Bacteria, *Proteus* genus, *Staphylococci*, yeasts and moulds.

1 - slatka UF-sirutka - sweet UF-whey

2 - kisela UF-sirutka - acid UF-whey

Koliformne bakterije - Coliform bacteria

Proteus - *Proteus*

Stafilokoki - *Staphylococci*

Kvasci i plijesni - Yeasts and moulds

 KOLIFORM. BAKTERIJE

 PROTEUS

 STAFILOKOKI

 KVASCI I PLIJESNI

Zaključak

Na temelju rezultata istraživanja moguće je zaključiti:

Povoljnije je mikrofiltrirati kiselu ugušćenu sirutku, jer je protok permeata gotovo stalan, a retencija proteina manja u odnosu na mikrofiltraciju slatke ugušćene sirutke.

Redukcija broja živih bakterija/ml u kiseloj UF-sirutki bila je 97,44%, a u slatkoj UF-sirutki 97%.

Membrane za mikrofiltraciju tipa GRM 2,0 PP tijekom mikrofiltracije ugušćene sirutke (kisele, slatke) potpuno zadržavaju samo kvasce i plijesni, a redukcija stafilokoka je samo djelomična (do 36% - kiselu UF-sirutku).

Bakterije *Proteus* vrste smanjene su također samo djelomično, do 40%.

Ovaj tip membrana ne zadržava koliformne bakterije.

MICROFILTRATION OF ULTRAFILTERED WHEY

Summary

The influence of ultrafiltered whey characteristics (sweet, acid) on the permeate flux during the microfiltration was studied using membrane type GRM 2,0 PP.

General parameters as well as bacteriological quality of all samples were determined.

The results indicated microfiltration of acid ultrafiltered whey as better process owing to the fact that the retention of proteins was minimum and permeate flux good.

Also, whey and permeate compositions were changing.

Permeate contained more lactose than protein.

The results indicated that membranes type GRM 2,0 PP can eliminate from UF-whey 97,4% of viable bacteria. This type of membranes completely retained merely yeasts and moulds.

Additional index words: ultrafiltered whey microfiltration (sweet, acid) values of microfiltration process, composition of permeate and retentate, viable bacteria counts reduction

Literatura

BRUN, J.P. (1988): Procédés de séparation par membranes, transport, techniques membranaires, applications, Edité chez Masson.

COHEN-MEUREL, E. (1990): L' utilisation de la microfiltration tangentielle dans le traitement des liquides. Alimentaires, **Process Magazine** br. 1054, 42 - 49.

International Dairy Federation, International Standard 73A : 1985.

International Dairy Federation, International Standard 28 : 1974.

- KOSIKOWSKI, F. V. i MISTRY, V. V. (1990): Microfiltration, Ultrafiltration and Centrifugation Separation and Sterilization Processes for Improving Milk and Cheese Quality, **J. Dairy Sci.** **73** (6) 1411-1419.
- MARSHALL, S. C. (1983): Reverse Osmosis Plant Operation, **Australian J. of Dairy Tec.**, **40**, 88-90.
- PEARCE, R. J. i MARSHALL, S. C. (1991): New ways with whey components, **The Australian J. of Dairy Tec.**, November 105 - 107.
- Pravilnik o metodama mikrobioloških analiza i superanaliza namirnica, Službeni list br. 26/1980.
- SNEDEKOR, G. W. (1956): Statistical Methods Applied in Experiments and Biology, Ames, Iowa.

Adrese autora - Author's addresses:

Mr. Anica Borović
Prof. dr. Ljerka Kršev
Mljekara "Dukat" d.d. Zagreb
M. Čavića 9

Primljeno - Received:

25. 4. 1995.