

МЕТРОЛОГІЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДИК КОНТРОЛЮВАННЯ ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ СУХИХ ТА ЗГУЩЕНИХ ПРОДУКТІВ ПЕРЕРОБКИ МОЛОКА

*I.О. Романчук, к.т.н., с.н.с.,
А.В. Мінорова, к.т.н., с.н.с.,
Н.Л. Крушельницька, пров.фах.*

Інститут продовольчих ресурсів НААН України

В статті наведено результати оцінювання методик виконання вимірювань фізико-хімічних показників продуктів переробки молока. Для обраних об'єктів досліджень встановлені критерії, що підтверджують відповідність застосованих методик чинним метрологічним вимогам. Визначені послідовність процедур та показники точності опрацьованих методів досліджень. Розроблені методики можна використовувати для лабораторних досліджень, що здійснюються підприємствами в рамках контролю якості сировини та готової продукції.

Ключові слова: сухі молочні продукти, згущені молочні продукти, методи контролю, збіжність, відтворюваність, точність вимірювань.

METROLOGICAL CHARACTERISTICS OF THE METHODS TO CONTROL QUALITY INDICATORS OF DRY AND CONCENTRATED PRODUCTS OF MILK PROCESSING

*I. Romanchuk, Ph. D. Technics, senior research fellow
A. Minorova, Ph. D. Technics, senior research fellow
N. Krushelnitskaya, head researcher
The Institute of Food Resources of NAAS*

Methods for performing measurements of physical and chemical indicators of milk processing products are estimated and the results are given in the article. For the objects criteria are established to prove the correspondence of under investigation to metrological ones. Sequence of procedures and indicators of the accuracy of the methods used are established. The developed methods can be used for production quality control of raw materials and finished products.

Key words: dry milk products, condensed milk products, control methods, convergence, reproducibility, measurement results.

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МЕТОДИК КОНТРОЛИРОВАНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА СУХИХ И СГУЩЕННЫХ ПРОДУКТОВ ПЕРЕРАБОТКИ МОЛОКА

*И.О. Романчук к.т.н., с.н.с.,
А.В. Минорова к.т.н., с.н.с.,
Н.Л. Крушельницкая вед.спец.*

Институт продовольственных ресурсов НААН Украины

В статье приведены результаты оценки методик выполнения измерений физико-химических показателей продуктов переработки молока. Для исследуемых объектов установлены критерии, подтверждающие их соответствие метрологическим требованиям. Установлены последовательность процедур и показатели точности применяемых методов исследований. Отработанные методики можно применять для производственного контроля качества сырья и готовой продукции.

Ключевые слова: сухие молочные продукты, сгущенные молочные продукты, методы контроля, сходимость, воспроизводимость, результаты измерений.

Харчова продукція виробляється згідно з нормативним документами, що містять вимоги до сировини, умов її транспортування, технологічного процесу, показників якості та безпечності готової продукції та інші показники, які необхідно контролювати на всіх етапах виробництва. Невід'ємною частиною комплексу заходів з контролювання показників якості харчових продуктів, є відповідне метрологічне забезпечення [1]. Отримана за допомогою засобів вимірювальної техніки інформація повинна з необхідною точністю і достовірністю відображати характер технологічних процесів та властивості продукції. Точність, достовірність, збіжність і відтворюваність одержаних даних є критично важливими для об'єктивного оцінювання якості харчової продукції. Нормовані застарілими міждержавними стандартами методи визначення показників якості харчових продуктів за метрологічними вимогами не завжди відповідають сучасним підходам та нормам законодавства. Зважаючи на підвищення вимог до інформації, яка містить результати вимірювань будь-якої величини, що застосовується для оцінювання продукції, актуальним завданням є забезпечення належного рівня точності (правильності та прецизійності) методик виконання вимірювань. Методики виконання вимірювань визначають сукупність методів та засобів вимірювань, процедур та умов підготовки і проведення вимірювань, а також правила обробки та інтерпретації одержаних даних, необхідних для встановлення вимірюваної фізичної величини. Більшість методик виконання вимірювань, наведених в стандартах, поширюються на традиційні види молочних консервів та сухого молока. Нині асортимент продукції розширено за рахунок нових видів продукції переробки молока та сироватки, що одержують за допомогою мембранних технологій. Тому, використання існуючих методів для дослідження нових видів продукції потребує дотримання комплексу усіх методичних вимог, що застосовуються у метрології для оцінювання методик виконання вимірювань [2].

Мета роботи - застосування сучасних підходів до метрологічного оцінювання методик вимірювання нових об'єктів, зокрема - сухих і згущених продуктів переробки молока та сироватки.

Методика досліджень. Відповідно до [2] було застосовано наступну послідовність операцій для розрахунку метрологічних характеристик:

- Відповідно до методик аналізу напрацювати базу експериментальні даних для відповідних об'єктів досліджень;
- Визначити діапазони масивів отриманих результатів аналізу;
- Розрахувати середнє арифметичне X_{ml} і вибірккову дисперсію S^2_{ml} результатів одиничних аналізів, отриманих в умовах збіжності;
- Розрахувати значення критерію Кохрена $G_{m(max)}$;
- Розрахувати показник збіжності (у вигляді межі збіжності), r_{nm} ;
- Розрахувати вибірккову дисперсію, S^2_{ml} ;
- Розрахувати середнє квадратичне відхилення, S_{rm} ;
- Розрахувати показник відтворюваності (у вигляді межі відтворюваності), R_m ;
- Розрахувати показник правильності, $\pm \Delta m$;
- Розрахувати показник точності, $\pm \Delta m$.

Об'єктом досліджень були чинні методики визначення фізико-хімічних показників різних видів продуктів переробки молока - сироватки підсирної сухої; сироватки демінералізованої підсирної сухої (СД-НФ), отриманої методом нанофільтрації; концентрату сироваткового білкового сухого (КСБ-УФ), отриманого методом нанофільтрації; концентрату молочного білкового сухого (КМБ-УФ), отриманого методом ультрафільтрації; пермеату молочного сухого (ПМ-УФ), отриманого методом ультрафільтрації; молока незбираного згущеного з цукром; вершків згущених з цукром;

молока нежирного згущеного з цукром; продукту молоковмісного згущеного з цукром; молока згущеного з цукром та какао; молока згущеного з цукром та кавою. За напрацьованою базою даних обраховано значення критерію Кохрена, середнє квадратичне відхилення, показник збіжності (у вигляді межі збіжності), показник відтворюваності (у вигляді межі відтворюваності). Показники відтворюваності результатів вимірювань перевірено в п'яти інших лабораторіях.

Результати досліджень. Було проаналізовано та опрацьовано чинні методики контролювання фізико-хімічних показників для сухих та згущених продуктів переробки молока, а саме: масової частки золи, лактози жиру, активної та титрованої кислотності та індексу розчинності - для сухих продуктів переробки молока; вмісту сахарози, активної та титрованої кислотності - для згущених молочних консервів [3-7].

Відомо, що точність результату вимірювань залежить від багатьох факторів вимірювального процесу, в більшості випадків похибку результату вимірювання неможливо оцінити виходячи лише з похибки використаних для цього засобів вимірювань без урахування інших факторів. Взагалі, визначання складу харчових продуктів, і молочних зокрема, належать до, так званих, методик опосередкованих вимірювань, які визначають процедуру використання, як правило, кількох різнотипних засобів вимірювання, допоміжної апаратури, реактивів тощо. У цих випадках похибка результату значною мірою залежить від методичних чинників: ступеня адекватності об'єкта вимірювань і відібраної для аналізу проби, підготовки проби до аналізу (подрібнення, розчинення, фільтрації і т.д.), ходу аналізу (випаровування, осаджування, нейтралізація і т.д.) та багатьох інших [1]. Для кожного об'єкту досліджень похибки встановлювали на підставі сукупності результатів аналізів, одержаних за умов виконання відповідних вимог і правил чинних методик. Значення похибки встановлювали для всього діапазону, на який розповсюджується методика аналізу.

Оцінювання збіжності, відтворюваності та точності результатів вимірювань масової частки загальної золи в сухих молочних продуктах проведено для 12 діапазонів масиву отриманих даних результатів аналізу. Характеристики похибки, її складових при $P=0,95$ та норми збіжності і відтворюваності наведено в таблиці 1.

Таблиця 1

Метрологічні характеристики методики визначення масової частки загальної золи в сухих молочних продуктах

Назва продукту	Діапазон визначення масової частки загальної золи, %	Межа збіжності, г	Межа відтворюваності, R	Межа абсолютної похибки, %
Сухі молочні продукти	Від 0 до 10 включно	0,15	0,3	± 0,15

Оцінювання збіжності, відтворюваності та точності результатів вимірювань активної кислотності частки в сухих молочних продуктах та згущених молочних консервах проведено для 12 діапазонів масиву отриманих даних результатів аналізу. Характеристики похибки, її складових при $P=0,95$ та норми збіжності і відтворюваності наведено в таблиці 2.

Таблиця 2

Метрологічні характеристики методики вимірювань активної кислотності в сухих молочних продуктах та згущених молочних консервах

Назва продукту	Діапазон вимірювання, рН	Межа збіжності, г	Межа відтворюваності, R	Межа абсолютної похибки, %
Сухі молочні продукти	Від 0 до 12 включно	0,02	0,01	0,02
Згущені молочні консерви	Від 0 до 12 включно	0,01	0,02	0,02

Оцінювання збіжності, відтворюваності та точності результатів вимірювань титрованої кислотності частки в сухих молочних продуктах та згущених молочних консервах проведено для 6 діапазонів масиву отриманих даних результатів аналізу. Характеристики похибки, її складових при $P=0,95$ та норми збіжності і відтворюваності наведено в таблиці 3.

Таблиця 3

Метрологічні характеристики методики вимірювань титрованої кислотності в сухих молочних продуктах та згущених молочних консервах

Назва продукту	Діапазон вимірювання, °Т,	Межа збіжності, г	Межа відтворюваності, R	Межа абсолютної похибки, %
Сухі молочні продукти	Від 0 до 20 включно	0,96	1,10	1,0
Згущені молочні консерви	Від 0 до 20 включно	1,22	1,61	1,5

Оцінювання збіжності, відтворюваності та точності результатів вимірювань масової частки лактози в сухих молочних продуктах проведено для 12 діапазонів масиву отриманих даних результатів аналізу. Характеристики похибки, її складових при $P=0,95$ та норми збіжності і відтворюваності наведено в таблиці 4.

Таблиця 4

Метрологічні характеристики методики масової частки лактози в сухих молочних продуктах

Назва продукту	Діапазон визначення масової частки лактози, %	Межа збіжності, г	Межа відтворюваності, R	Межа абсолютної похибки, %
Сухі молочні продукти	Від 0 до 80 включно	0,21	0,50	0,5

Оцінювання збіжності, відтворюваності та точності результатів вимірювань масової частки жиру в сухих молочних продуктах проведено для 12 діапазонів масиву отриманих даних результатів аналізу. Характеристики похибки, її складових при $P=0,95$ та норми збіжності і відтворюваності наведено в таблиці.

Таблиця 5

Метрологічні характеристики методики вимірювань масової частки жиру в сухих молочних продуктах

Назва продукту	Діапазон визначення масової частки жиру, %	Межа збіжності, r	Межа відтворюваності, R	Межа абсолютної похибки, %
Сухі молочні продукти	Від 0 до 40 включно	1,06	0,81	0,7

Оцінювання збіжності, відтворюваності та точності результатів вимірювань індексу розчинності в сухих молочних продуктах проведено для 6 діапазонів масиву отриманих даних результатів аналізу. Характеристики похибки, її складових при $P=0,95$ та норми збіжності і відтворюваності наведено в таблиці 6.

Таблиця 6

Метрологічні характеристики методики вимірювань індексу розчинності в сухих молочних продуктах

Назва продукту	Діапазон визначення індексу розчинності, см ³ сирого осаду	Межа збіжності, r	Межа відтворюваності, R	Межа абсолютної похибки, %
Сухі молочні продукти	Від 0 до 1,0 включно	0,15	0,5	0,25

Оцінювання збіжності, відтворюваності та точності результатів вимірювань масової частки сахарози в згущених молочних консервах проведено для 6 діапазонів масиву отриманих даних результатів аналізу. Характеристики похибки, її складових при $P=0,95$ та норми збіжності і відтворюваності наведено в таблиці 7.

Таблиця 7

Метрологічні характеристики методики вимірювань масової частки сахарози в згущених молочних консервах

Назва продукту	Діапазон визначення масової частки сахарози	Межа збіжності, r	Межа відтворюваності, R	Межа абсолютної похибки, %
Згущені молочні консерви	Від 0 до 50 включно	0,09	0,41	1,5

Висновки

За результатами проведених досліджень опрацьовано методики контролювання масової частки золи, масової частки жиру, масової частки лактози, масової частки сахарози, індексу розчинності, активної та титрованої кислотності для нових видів сухих і згущених молочних продуктів та накопичено базу експериментальних даних щодо обраних об'єктів досліджень.

Виконано оцінювання метрологічних вимог до опрацьованих методів визначення показників якості молочних продуктів: розраховано точність результатів вимірювань.

Встановлено, що для сухих молочних продуктів показник точності методу при визначенні масової частки золи становить $\pm 0,2$ %, активної кислотності - $\pm 0,02$ %, масової частки лактози - $\pm 0,5$ %, титрованої кислотності - ± 1 %, масової частки жиру - $\pm 0,7$ %, індексу розчинності - $\pm 0,25$ %. Для згущених молочних продуктів зазначений показник при визначенні активної кислотності становить - $\pm 0,03$ %, титрованої кислотності - $\pm 1,5$ %, масової частки сахарози - $\pm 1,5$ %.

Встановлено, що застосування зазначених методик досліджень забезпечує належний рівень точності вимірювань в реальних умовах профільних лабораторій.

Література

1. Бегунов А.А. Метрология в пищевой и перерабатывающей промышленности / Бегунов А.А. – М.: Росельхозакадемии, 2005. – 450 с. – (Учебно-справочная книга: у 2 т.)
2. Показники точності, правильності, прицезійності методик кількісного хімічного аналізу. Методи оцінювання : ДСТУ-Н РМГ 61:2006. – [Чинний від 2007-02-01]. – К. – Держспоживстандарт України, 2006. - 43 с. – (Національний стандарт України)
3. ТУ У 15.5-00419880-089:2009 зі змінами №1 та №2 «Сироватка молочна демінералізована суха (СД-НФ). Технічні умови».
4. ДСТУ 8551-2015 Консерви молочні згущені та продукти молочні сухі. Визначання кислотності потенціометричним та титрометричним методами. Технічні умови.
5. ДСТУ 7381-2013 Консерви молочні. Визначення сахарів йодометричним методом. Технічні умови.
6. ГОСТ 29247-91 Консервы молочные. Методы определения жира. Технические условия.
7. ГОСТ 30305.4-95 Продукты молочные сухие. Методика выполнения измерений индекса растворимости.