

МЕТОДОЛОГІЧНІ АСПЕКТИ ОЦІНЮВАННЯ ЯКОСТІ ТОВАРІВ

УДК 006.015.5:637.23

**Світлана ШАПОВАЛ,
Нінель ФОРОСТЯНА,
Раміс РАСУЛОВ**

ЕКСПРЕС-МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ СКЛАДУ МАСЛА ВЕРШКОВОГО

Досліджено склад жирів і вміст води в чотирьох зразках масла вершкового українського виробництва із вмістом жиру 82.5 % фізичними методами. Підготовлено рекомендації щодо розроблення системи датчиків для проведення експрес-діагностики складу масла вершкового та кореляції результатів з оцінкою за стандартними методиками.

Ключові слова: масло вершкове, спред, теплофізичні методи дослідження, електрофізичні методи дослідження, оптичні методи дослідження, пенетрація, цифрові методи дослідження.

Шаповал С., Форостяна Н., Расулов Р. Экспресс-методы исследования состава масла сливочного. Исследованы жировой состав и содержание воды в четырех образцах масла сливочного украинского производства с содержанием жира 82.5 % физическими методами. Подготовлены рекомендации для разработки системы датчиков для проведения экспресс-диагностики состава масла сливочного и корреляции результатов с оценкой по стандартным методикам.

Ключевые слова: масло сливочное, спред, теплофизические методы исследования, электрофизические методы исследования, оптические методы исследования, пенетрация, цифровые методы исследования.

Постановка проблеми. Останнім часом стало актуальним виявлення фальсифікованої продукції в торговельній мережі. Щодо фальсифікату масла вершкового, то він негативно впливає на здоров'я споживачів як при безпосередньому вживанні, так і в складі кондитерської, пекарської та кулінарної продукції.

За кордоном і в нашій країні активно ведуться технологічні розробки щодо створення аналогів масла вершкового – спредів із

жирами немолочного походження, переважно природними та модифікованими рослинними жирами. Для виготовлення 1 кг масла вершкового необхідно переробити 20–25 кг якісного молока (з кислотністю не вище 19 °Т, густиною 1.027 г/см³). Із зменшенням поголів'я великої рогатої худоби та кількості натурального коров'ячого молока, що переробляється в Україні, молочна промисловість модифікує рецептури масла вершкового. Так, на вітчизняному ринку з'явився новий продукт – спред. При його виготовленні використовують замітники молочного жиру на рослинній основі, завдяки чому забезпечується стандартний вміст жиру та розширюється жирнокислотний склад продукту [1; 2].

Комбіноване масло створювалось як здоровий продукт нового покоління, що за своїм складом наближався до ідеального жиру. Немолочні інгредієнти при цьому були призначені не для часткової чи повної заміни молочного жиру, а для спрямованого регулювання складу та властивостей продукту.

На сучасному етапі українські виробники вершкового масла все частіше включають до рецептур харчові добавки-замінники з головною метою – отримати прибуток за рахунок дешевших компонентів. Приховуючи істинну назву та склад продукту, ціна спредів, таких як "легке", "м'яке", "ніжне" масло, лише на 15–20 % нижче за натуральне вершкове. Для створення звичної консистенції частина ненасичених жирних кислот у рослинних жирах гідрогенізована й містить транс-ізомери, які підвищують ризик розвитку серцево-судинних і онкологічних захворювань. Для запобігання окиснення залишку ненасичених жирних кислот до спредів і маргаринів додаються антиоксиданти Е 321 і Е 320 [4].

Сьогодні дослідники приділяють значну увагу методам виявлення фальсифікації продукції. Н. О. Могилянська, Т. А. Лисогор, Н. А. Дідух [5] запропонували визначати наявність немолочних жирів за числами омилення, йодним, Рейхерта-Мейссля і дійшли висновку, що значні зміни за останніми двома показниками відбуваються вже при 40-процентній заміні молочного жиру рослинними оліями.

В. В. Кухарчук зі співавторами [6] звернули увагу на значне зростання вологості вершкового масла, що не є фальсифікацією, проте дуже впливає на теплофізичні властивості масла. Автори запропонували використовувати оптичні методи дослідження (інфрачервоний метод відбитої хвилі). Вони переконані, що це дасть змогу оптимізувати та автоматизувати управління висушуванням продукту для визначення вологості, здійснювати експрес-контроль цього показника та вимірювати його в потоці з урахуванням динаміки процесу.

Однак, проаналізувавши праці науковців, встановлено, що недостатньо досліджено закономірності змін показника теплопровідності масла вершкового під впливом теплового поля та його реологічні властивості.

Мета роботи – провести дослідження складу масла вершкового фізичними методами й надати рекомендації щодо визначення його натуральності.

Матеріали та методи. Для дослідження вибрано зразки масла вершкового екстра, які за вимогами ДСТУ 4399:2005 не повинні мати заміників молочного жиру: *Яготинське* (82.5 % жиру, виробник ВАТ "Яготинський маслозавод"); *Тульчинка* (82.5 % жиру (виробник ПАТ "Тульчинський маслосирзавод"); *Gold* (82 % жиру (виробник ПАТ "Житомирський маслозавод")); *масло ручного збивання* молочних вершків.

За методом ВНДІСМП та УкрНІММП [7] визначено коефіцієнт термостійкості – здатність масла вершкового зберігати форму (не деформуватися під дією власної маси) при температурі 30 ± 2 °С. Спостереження за температурою поверхні здійснено безконтактним способом інфрачервоним лазерним пірометром DT-8855a із безпроводним модулем DT-EM (межі вимірювання мінус 35 – плюс 450 °С, ціна поділки 0.025 °С). Зняття показників проведено із періодом 0.25 с, що пов'язано із можливостями безпроводної передачі даних модулем DT-EM.

Визначено зернистість водяних вкраплень цифровим мікроскопом із USB-інтерфейсом BW-400X (оптичне збільшення 25–65х, цифрове – до 4х, розподільча здатність камери 2048x1536 px). Аналіз і обробку фотографій проведено з програмним забезпеченням (ПЗ) *Micro-Measure 1.2*. Перед визначенням розмірів об'єктів на фотографії проводилося перекалібрування цього ПЗ після кожної зміни фокусної відстані. При переходах між розподільчими здатностями камери чи цифрового збільшення ПЗ перекалібрувалось автоматично.

Динаміку коефіцієнта теплопровідності від зміни теплового поля методом охолодження визначено за методом Христіансена [7]; показник заломлення – рефрактометричним методом [8]; пружних властивостей – пенетраційним методом із використанням цифрового обладнання ІТМ [9].

Результати дослідження. На термостійкість вершкового масла впливає перш за все якість і кількість молочного жиру. За результатами досліджень встановлено, що найбільший коефіцієнт термостійкості (0.97) має масло ручного збивання; у зразка *Gold* – коефіцієнт 0.87, *Яготинське* – 0.78, *Тульчинка* – 0.75.

Аналіз фотографій зразків дав змогу встановити, що причиною відхилень значень термостійкості є краплі води й коричневі вкраплення невідомої природи.

Одним із основних параметрів, які вагомо впливають на якість масла вершкового, є ступінь дисперсності водяної фази (розподіл вкраплень вологи за розмірами) [8]. За результатами досліджень і класифікацією дисперсності водяної фази, масло, виготовлене вручну, і масло *Gold* відносяться до першого класу (діаметр крапель вологи до 10 мкм), *Яготинське* й *Тульчинка* – до другого (діаметр крапель до 20 мкм), хоча вони не повинні суттєво відрізнятися, бо належать до групи екстра за масовою часткою жиру.

Наявність води в складі продуктів істотно впливає на їхні фізико-хімічні й електричні властивості. Для води характерна висока

діелектрична проникність і здатність вибірково поглинати електромагнітне й оптичне випромінювання. На сьогодні найпоширенішими методами визначення вологості є електричні, оскільки вони проводяться миттєво. Методи засновані на прямому вимірюванні електричних параметрів матеріалу, які залежать від вмісту в ньому води.

Однак вимірювання діелектричної проникності продукту, який має значну провідність, пов'язане з великими технічними складнощами, що зумовлені змінами напруги на обкладинках конденсатора за різної провідності дослідних зразків в одних випадках або зривом коливальних резонансних контурів – в інших.

Наявність різних форм зв'язків між водою та речовиною вносить значні похибки в кінцевий результат вимірювань. Крім того, на визначення електроємності масла вершкового впливають усі присутні в ньому компоненти: сіль, кислоти, рослинні олії, смакові добавки тощо. Саме тому доцільно провести комплексне дослідження, щоб з'ясувати вплив різних факторів на електропровідність масла вершкового.

Для вимірювання електроємності конденсаторів у діапазоні середніх радіочастот швидким і точним є метод урівноваженого моста. Цей метод прямих вимірювань вдосконалено та впроваджено у виробництво професором КНТЕУ І. Я. Романовським. Принципову схему роботи моста наведено на *рис. 1*.

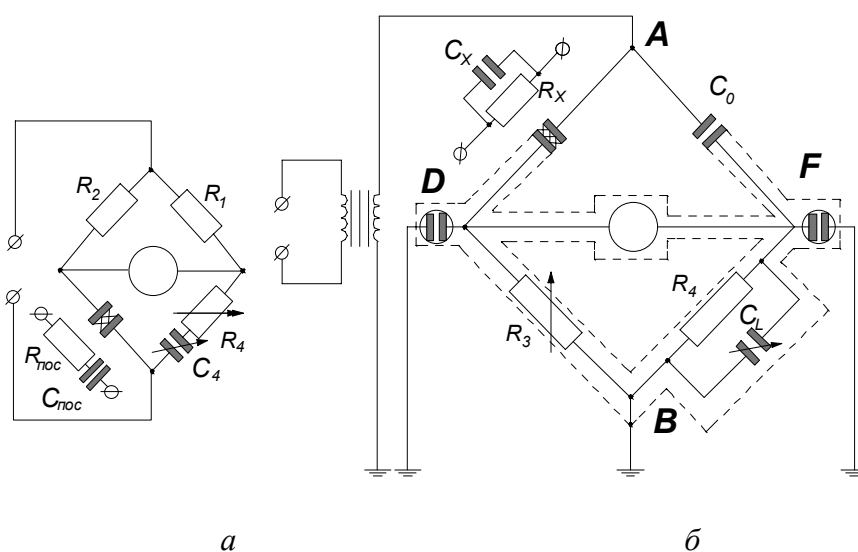


Рис. 1. Принципова схема моста:

а, б – відповідно з послідовним і паралельним з'єднанням R_4 і C_4

За результатами дослідження, найбільшу електропровідність має масло *Яготинське*, найменшу – масло, виготовлене вручну, і *Gold*, що є свідченням найнижчого в них вмісту води.

До непрямих методів вимірювання вологості належать також і теплофізичні. Вони засновані на залежності теплофізичних властивостей

матеріалу (коефіцієнта теплопровідності, питомої та об'ємної теплоємності, енергії фазового перетворення) від його вологості. Саме тому визначено зміни коефіцієнта теплопровідності й теплового поля методом охолодження. Температуру в камері та зразку визначено контактним способом за допомогою універсального вимірювального комп'ютерного приладу (УВКП) "ІТМ", спеціально модифікованого виробником для наукових досліджень. Прилад оснащено 16-розрядним аналогово-цифровим перетворювачем, ціна поділки УВКП становить 1/65535 діапазону вимірювання датчика. Датчиками слугували електронні термометри "ІТМ", межі вимірювання мінус 30 – плюс 80 °С, ціна поділки – 0.025 °С.

Для характеристики теплових властивостей зразків масла вершкового використано лінійну залежність між тепловим потоком і температурним градієнтом згідно закону Фур'є, який справедливий лише для стаціонарного теплового поля. У нашому досліді поле було стаціонарним – температура камери підтримувалась на рівні мінус 18±1 °С. Отриманий масив експериментальних даних опрацьовано та побудовано залежності коефіцієнту теплопровідності від зміни температури тіла (масла вершкового) під час охолодження (рис. 2).

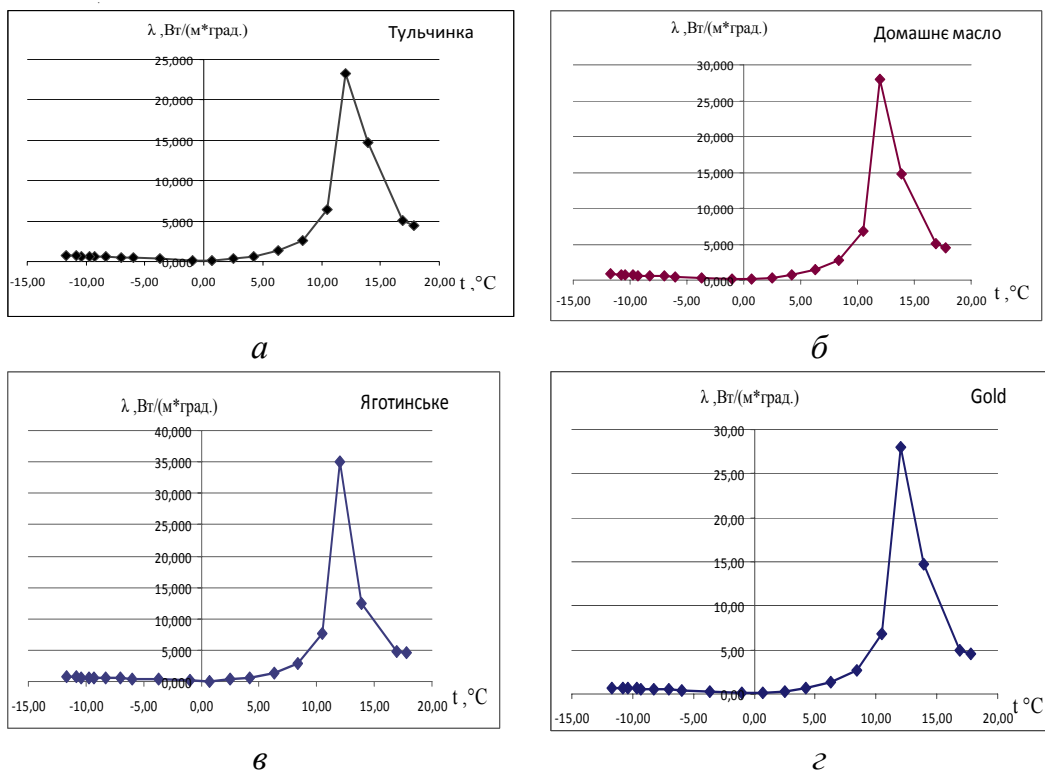


Рис. 2. Залежність коефіцієнта теплопровідності масла вершкового від температури охолодження

Дослідження проведено для чотирьох зразків одночасно, в загальній камері й за однакових умов. Для всіх зразків у температурному інтервалі 12–13 °С фіксується різке зростання коефіцієнта теплопровідності (стрибок). За даними О. С. Гінзбурга [10] таке явище викликане

фазовим переходом першого роду за фундаментальної перебудови структури речовини (перехід на молекулярному рівні) із ближнього порядку в дальній. Саме це явище й спричиняє зміни об'єму, в'язкості, теплоємності та інших характеристик об'єкта дослідження. При фазовому переході першого роду стрибкоподібно змінюється й ентропія, а молярна теплоємність має нескінченно велике значення. Різку зміну теплопровідності можуть викликати також перегрупування жирних кислот. Вміст ненасичених жирних кислот у молочному жирі масла вершкового вітчизняного виробництва в середньому становить 30.9 % із коливаннями від 26.08 до 33.73 % [1].

Згідно досліджень О. С. Гінзбурга [10], чим вищий пік, тим більший вплив має фазовий перехід води у твердий стан. Фотографіями зафіксовано перенасичення продукту вологою, а графік зміни коефіцієнта теплопровідності лише підтвердив, що *Яготинське* масло має надлишок води.

Наближене значення коефіцієнта теплопровідності за даних умов отримано за формулою:

$$\lambda = ac\rho,$$

де a – коефіцієнт температуропровідності;

c – питома теплоємність;

ρ – густина продукту.

Висота піків може свідчити також про різницю в хімічному складі масла, особливо, що стосується вмісту кислот, жирів, води. Добре узгоджуються між собою результати дослідження зразків масла *Gold* і виготовленого вручну. Масло *Яготинське*, крім збільшеного вмісту води, можливо, містить і компоненти-замінники молочного жиру. Щодо масла *Тульчинка*, то коефіцієнт теплопровідності нижче контрольного зразка, тому в ньому також можна передбачити присутність замінників молочного жиру, які на 14 % зменшують коефіцієнт його теплопровідності.

Для підтвердження цього передбачення проведено рефрактометричне дослідження зразків, оскільки чим більше в складі жиру ненасичених і високомолекулярних жирних кислот, тим вищий показник заломлення. За ним можна встановити природу жиру. Зміна показника заломлення жирів чи масел під час технологічної обробки може дати уявлення про зміну складу внаслідок окиснення, гідрогенізації, ізомеризації, полімеризації. Особливої актуальності набуває використання цього методу при контролі виготовлення комбінованих жирів.

Показник заломлення для молочного жиру лежить в межах 1.4539–1.4559 (середній – 1.4549). Рослинні олії мають показник заломлення 1.4645–1.4712. Заміна молочного жиру на рослинні олії приводить до зростання коефіцієнта заломлення за рахунок ненасичених жирних кислот.

За результатами досліджень визначено, що в масло *Яготинське* (коефіцієнт заломлення 1.4715 ± 0.01) в незначній кількості додано саломас орієнтовно із соняшникової олії, а в маслі *Тульчинка* (коефіцієнт заломлення 1.4696 ± 0.01) присутня рафінована соняшникова олія.

Для визначення реологічних властивостей зразків масла вершкового проведено дослідження пенетраційним методом, який не є новим. Проте в комплексі з цифровим вимірювальним приладом "ІТМ" дає змогу визначити не лише пружні властивості масла вершкового (верхні піки), а й зафіксувати адгезивні властивості (нижні піки) (рис. 3).

Наукові дослідження структурно-механічних властивостей масла вершкового доволі нечисленні. Характер нижніх піків свідчить, що вони є комплексною характеристикою продукту. Глибина "піку" пов'язана з конкретною локальною областю дослідного зразка. Числові значення відмінні для одного й того ж об'єкта. Логічно припустити, що неоднорідний розподіл вологи, утворення зв'язків вологи із молочним жиром чи його заміником приводять до зміни характеру в'язкості продукту. Результати досліджень такої специфіки властивостей масла вершкового буде висвітлено нами в наступній публікації.

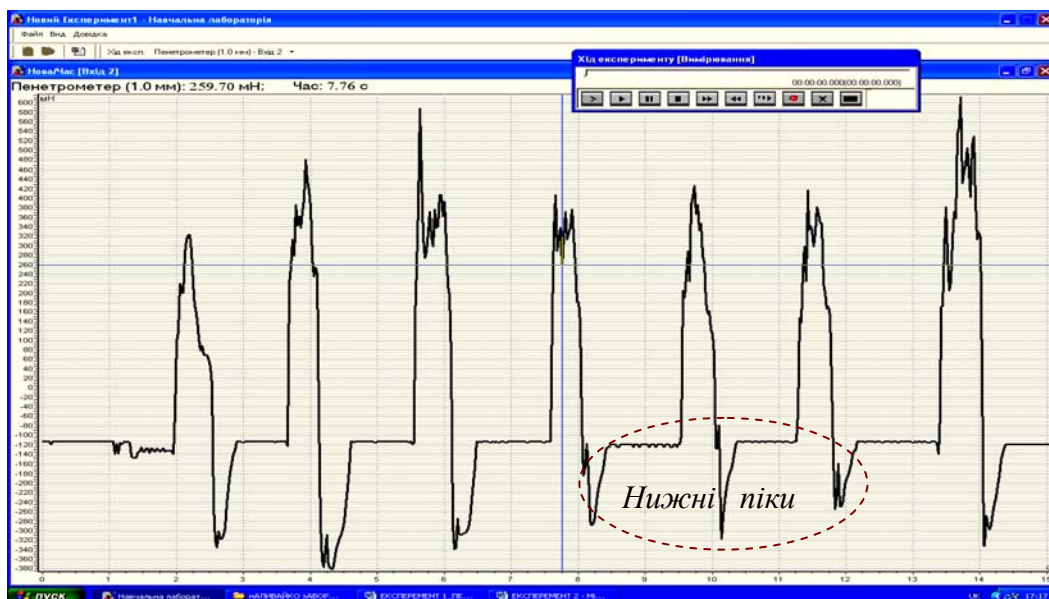


Рис. 3. Пенетраційна діаграма дослідження масла вершкового на цифровому приладі "ІТМ"

Під час аналізу верхніх піків отримано такий самий розподіл, як і в дослідженнях термостійкості масла вершкового. Найбільше зусилля потрібно прикласти для масла, виготовленого вручну, для *Яготинського* та *Тульчинки* зусиль необхідно в 1.3 раза менше за *Gold*.

Висновки. Комплексним дослідженням масла вершкового виявлено відхилення від вимог стандарту зразків *Яготинського* та *Тульчинка* – використання саломасу із соняшникової олії. Частку доданих заміників

молочного жиру встановлено визначенням термостійкості масла вершкового; стан вологи – пенетраційним методом; кількість води та наявність і кількість заміників молочного жиру додатково встановлено за фазовим переходом першого роду.

За результатами комплексного дослідження підготовлено рекомендації щодо розроблення системи датчиків для проведення експрес-діагностики складу масла вершкового та кореляції результатів з оцінкою за стандартними методиками.

Підготовлено методичні рекомендації щодо впровадження методики проведення комплексних досліджень жирових харчових продуктів студентами КНТЕУ в навчальний процес.

Стаття надійшла до редакції 01.04.2013.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Дунаев А. К. Актуальность и особенности производства комбинированного масла / А. К. Дунаев // Молочное дело. — 2005. — № 4. — С. 8—9.
2. Вышемирский Ф. А. Если спредаы – то только улучшенного качества / Вышемирский Ф. А., Дунаев А. В., Караваева Е. Ю. // Сыроделие и маслоделие. — 2008. — № 2. — С. 50—51.
3. О растительно-жировых спредах / [Стеценко А. В., Тагиев Т. Г., Тарасова Л. И., Лисицын А. Н.] // Масложировая пром-сть. — 2006. — № 1. — С. 29—31.
4. Павлов И. В. Получение и применение заменителей молочного жира / И. В. Павлов, Н. В. Долгунова] // Молочная пром-сть. — 2006. — № 2. — С. 54—55.
5. Могилянська Н. О. Визначення рослинних жирів у вершковому маслі / Могилянська Н. О., Лисогор Т. А., Дідух Н. А. // Наук. пр. ОНАХТ, вип. 38, Т. 2. — 2011. — С. 268—274.
6. Аналіз методів не руйнівного контролю вологості гетерогенних дисперсних діелектриків / [Кухарчук В. В., Богачук В. В., Говор І. К., Граняк В. Ф.] // Автоматика та інформаційно-вимірвальна техніка. Вісн. Вінницького політехнічного ін-ту. — 2009. — № 5. — С. 7—14.
7. Бажанов В. А. Зависимость относительной диэлектрической проницаемости сливочного масла от степени дисперсности водяной фазы / В. А. Бажанов, Б. В. Корнелюк. — Ярославль : ТФИ-Пресс, 1970. — 10 с.
8. Инихов Г. С. Методы анализа молока и молочных продуктов / Г. С. Инихов, Н. П. Брио. — М. : Пищевая пром-сть, 1971. — 71 с.
9. Форостяна Н. П. Методичні вказівки до виконання студентських науководослідних робіт на УВКП / Н. П. Форостяна, Р. П. Романенко. — К. : Київ. нац. торг.-екон. ун-т, 2013. — 92 с.
10. Гинзбург А. С. Теплофизические характеристики пищевых продуктов : справочник / Гинзбург А. С., Громов М. А., Красовская Г. И. — М. : Агропромиздат, 1990. — 287 с.

Shapoval S., Forostiana N., Rasulov R. Express methods of studying butter composition.

Background. The identification of counterfeit products in the distribution network is relevant. An important aspect of the problem is the need for rapid methods of detecting fraud, and in particular butter. Having analyzed the work of scientists it was found that patterns of heat change indicator of butter under the influence of thermal field and its rheological properties had not been studied enough, and that defined purpose of the study.

Material and methods. The test specimen – extra butter with 82.5%fat, which according to the requirements ISO 4399:2005 must not be substituted with milk fat replacer: TM Yahotynske, Tulchynka, Gold; hand churned butter.

Coefficient of thermal proof was determined by the VNDISMP method and UkrNIMMP [7] Surface temperature was observed non-contact by means of infrared laser pyrometer DT-8855 with wireless module DT-EM.

Grain of water inclusions was determined with digital microscope with USB-interface BW-400X (optical zoom 25-65h, digital – to 4, camera resolution 2048x1536 px). Analysis and processing of images was done with the software (SW) Micro-Measure 1.2. The change of thermal conductivity on the thermal field changes by cooling was determined by the Hrystiansen method [7], the refractive index – by refractometric method [8], electrical conductivity – using a balanced bridge technique after I. Romanovsky [9], elastic properties – penetration method by using digital equipment ITM [9].

Results. The highest thermal coefficient (0.97) has a hand churned butter, in a sample Gold coefficient is 0.87, Yahotynske – 0.78, Tulchynka – 0.75. The reason for deviation of thermal index defined by microscopic method is water drops and brown inclusions of unknown nature. Thermal conductivity depending on temperature changes of butter during cooling was designed. Uneven heat wave peaks may indicate differences in the chemical composition of samples of butter, such as content of acids, fat, moisture. The difference of moisture content was also confirmed by electro conductivity (the highest is in the sample TM Yahotynske). Refractometric studies have shown the presence of fat in Yahotynske of non-dairy origin (approximately – salomas from sunflower oil), and in butter Tulchynka – refined sunflower oil. The lack of uniformity in the structure of the butter samples was identified by penetration research.

The complex study by physical methods may indicate the content in samples of butter Yahotynske and Tulchynka water added artificially.

Conclusion. We can quickly identify the chemical ingredients of butter and make a conclusion about the presence of fraud due to a set of physical methods. Recommendations for the development of sensors for the express diagnosis of butter and correlation of results with the assessment by standard methods have been prepared.

Key words: butter, spreads, thermal methods of studying, electrical methods, optical methods, penetration, digital methods.

REFERENCES

1. Dunaev A. K. Aktual'nost' i osobennosti proizvodstva kombinirovannogo masla / A. K. Dunaev // Molochnoe delo. — 2005. — № 4. — S. 8—9.
2. Vyshemirskij F. A. Esli spredy – to tol'ko uluchshennogo kachestva / Vyshemirskij F. A., Dunaev A. V., Karavaeva E. Ju. // Syrodelie i maslodolie. — 2008. — № 2. — S. 50—51.
3. Rastitel'no-zhirovyyh spredah / [Stecenko A. V., Tagiev T. G., Tarasova L. I., Lisicyan A. N.] // Maslozhirovaja prom-st'. — 2006. — № 1. — S. 29—31.

4. Pavlov I. V. Poluchenie i primenenie zamenitelej molochnogo zhira / I. V. Pavlov, N. V. Dolgunova] // Molochnaja prom-st'. — 2006. — № 2. — S. 54—55.
5. Mogyljans'ka N. O. Vyznachennja roslynnyh zhyriv v vershkovomu masli / Mogyljans'ka N. O., Lysogor T. A., Diduh N. A. // nauk. pr. ONAHT, vyp. 38, T. 2. — 2011. — S. 268—274.
6. Analiz metodiv ne rujnivnogo kontrolju vologosti geterogennyh dyspersnyh dielektrykiv / [Kuharchuk V. V., Bogachuk V. V., Govor I. K., Granjak V. F.] // Avtomatyka ta informacijno-vymirjuval'na tehnika. Visnyk Vinnyckogo politehničnogo instytutu. — 2009. — № 5. — S. 7—14.
7. Bazhanov V. A. Zavisimost' odnositel'noj dijelektričeskoj pronicaemosti slivochnogo masla ot stepeni dispersnosti vodjanoj fazy / V. A. Bazhanov, B. V. Korneljuk. — Jaroslavl' : TFI-Press, 1970. — 10 s.
8. Inihov G. S. Metody analiza moloka i molochnyh produktov / G. S. Inihov, N. P. Brio. — M. : Pishhevaja prom-st', 1971. — 71 s.
9. Forostjana N. P. Metodichni vkazivky do vykonannja students'kyh naukovodoslidnyh robit na UVKP / N. P. Forostjana, R. P. Romanenko. — K. : Kyi'v. nac. torg.-ekon. un-t, 2013. — 92 s.
10. Ginzburg A. S. Teplofizicheskie harakteristiki pishhevyh produktov / Ginzburg A. S., Gromov M. A., Krasovskaja G. I. : spravochnik. — M. : Agropromizdat, 1990. — 287 s.