

© Воробець М. М., Кобаса І. М., Головата К. Я., 2016

Чернівецький національний університет імені Юрія Федьковича

УДОСКОНАЛЕННЯ МЕТОДИКИ ГРАВІМЕТРИЧНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ЖИРУ У ТВЕРДОМУ СИРІ

Модифіковано методику гравіметричного визначення вмісту жиру у твердому сирі заміною традиційного екстрагенту молочного жиру – діетилового етеру на дихлорметан, як більш безпечного, доступного та економічно доцільного. Апробовано модифіковану методику на конкретних зразках твердого сиру вітчизняних виробників залежно від умісту в них жиру. Показано, що заміна діетилового етеру на дихлорметан не впливає на точність результатів визначення: отримані значення вмісту жиру за стандартною та модифікованою методиками відрізняються в межах похибки.

Ключові слова: вміст жиру, діетиловий етер, дихлорметан, твердий сир, екстрагент.

Вступ

Проблема харчування – одна з найважливіших сьогодення, оскільки життя людини, її здоров'я і праця неможливі без повноцінного, раціонального харчування. В організації здорового харчування молочним продуктам, враховуючи їх біологічну повноцінність, відводиться першорядне місце. До певної міри, це стосується і до твердого сиру, харчова цінність якого зумовлена високою концентрацією у ньому молочних білків і жирів, наявністю незамінних амінокислот, мінеральних солей, вітамінів тощо. Немає іншого такого повноцінного продукту, як молоко, який людина отримувала б у готовому вигляді. Майже всі складові молока переходять у сир, причому в концентрованому вигляді. Сир називають білково-жирним концентратом молока. Молочний жир містить фосфатиди, головню лецитин, який відіграє важливу роль у перетравлюванні та правильному обміні жирів в організмі [1, 2]. Молочний жир легко, швидко і майже повністю засвоюється, містить низку жиророзчинних вітамінів. Засвоюваність білків і жирів, які містяться в сирі, дорівнює 95÷97 % [3]. Сир – найважливіше джерело кальцію та фосфору, одне з найважливіших джерел вітамінів А, Е, В₂ (рибофлавін), В₁₂ [3, 4, 5].

Найліпшими смаковими властивостями володіють тверді сири з підвищеним вмістом жиру. Встановлено, що чим більше в сирі жиру, тим він ніжніший, маслянистіший, калорійніший [4]. Отже, вміст жиру у твердому сирі – один з головних показників його якості. Тому розробка та удосконалення методів визначення вмісту жиру у сирах – актуальна проблема.

Для визначення вмісту жиру у молочних і кисломолочних продуктах використовують гравіметричний метод аналізу, який проводять згідно з ДСТУ ISO 1211:2002, ДСТУ ISO 1737:2002, ДСТУ ISO 7208:2002, ДСТУ ISO 1735:2005. Суть цього методу полягає у розщепленні досліджуваної проби сиру хлоридною кислотою, додаванні етилового спирту й екстрагуванні амоніачно-спиртового або кислотного-спиртового розчину діетиловим і петролейним етерами, з наступним їх вилученням дистиляцією або випаровуванням і визначенні маси екстрагованих речовин. Однак у кожному з названих нормативних документів є примітка: “Використання діетилового етеру може призвести до небезпечної ситуації. Враховуючи вимоги безпеки проводять дослідження щодо заміни діетилового етеру іншим реактивом, за умови, що це не вплине на кінцевий результат визначення” [6, 7, 8].

Діетиловий етер при контакті з повітрям утворює пероксиди. Під час випаровування та перегонки концентрація пероксидних сполук зростає, що може призвести до вибухового розкладу. Тому перед використанням етер завжди необхідно перевіряти на наявність пероксидів, що вимагає додаткового часу та реактивів. Діетиловий етер легко займається. Його пари важчі за повітря і мають тенденцію накопичуватися за відсутності достатньої вентиляції. Розкладається під дією світла, тепла, повітря і вологи з утворенням токсичних альдегідів, пероксидів і кетонів, подразнює дихальні шляхи. Крім того, діетиловий етер – прекурсор (речовина, яку використовують при виготовленні, виробництві чи переробці наркотичних засобів і психо-

тропних речовин). Його використання та придбання пов'язано з певним обмеженням.

Аналогічна проблема існує під час визначення кислотного числа рослинних і тваринних жирів [9], у якому перед титруванням калій або натрій гідроксидом до підготовленої проби додають екстрагент – етанольно-етеру суміш. Автори [10] розв'язали цю задачу шляхом заміни діетилового етеру на гексан. Однак, температура кипіння гексану дорівнює 68 °С, і він не може бути використаний як екстрагент під час визначення жиру у твердих і плавлених сирах, який потім вилучають випаровуванням, оскільки температура топлення молочного жиру через порівняно високий вміст летких жирних кислот порівняно низька – 28÷39 °С.

Мета роботи – модифікувати методику гравіметричного визначення вмісту жиру у твердому сирі шляхом заміни діетилового етеру на інший реактив з метою підвищення безпечності проведення дослідження та використання доступного екстрагента за умови, що це не вплине на кінцевий результат визначення.

Методика експерименту

Об'єкти досліджень – зразки твердих сирів різної жирності (табл. 1) вітчизняних виробників. Наведений вміст жиру для кожного зразка відповідає зазначеному у супровідних документах.

Таблиця 1

Зразки твердих сирів

№ зразка	Вміст жиру, %	Торгова марка виробника
1	50	ПАТ “Дубномолоко” ТМ “Комо”
2	50	ВАТ “Вапнярський молокозавод” ТМ “Вапнярка”
3	20	Сир твердий ТМ “Славія”

Визначення вмісту жиру проводили гравіметричним методом згідно з ДСТУ ISO 1735:2005 [11] (як контрольне вимірювання) і модифікованою методикою, у якій замість діетилового етеру використовували як екстрагент дихлорметан. До 3,000 г порібною проби твердого сиру додавали 10 см³ хлоридної кислоти ($\rho=1,125$ г/см³), нагрівали на водяній бані до повного розчинення.

Витримували 20÷30 хв на киплячій бані, потім охолоджували під проточною водою і послідовно додавали 10 см³ етанолу, 25 см³ діетилового етеру (або дихлорметану) та 25 см³ петролейного етеру, струшували й залишали на 25÷30 хв для екстракції. Після екстрагування утворені шари розділяли: нижній – розчин хлоридної кислоти і сиру – у колбу, верхній – суміш розчинників з екстрагованим жиром, прозорий – у заздалегідь приготовану склянку для збирання жиру. Друге екстрагування виконували з додаванням 10 см³ етанолу, 15 см³ діетилового етеру (або дихлорметану) і 15 см³ петролейного етеру, третє – без етанолу, використовуючи 15 см³ діетилового етеру (або дихлорметану) та 15 см³ петролейного етеру. Розчинники видаляли випаровуванням на водяній бані; для повного видалення склянку витримували у сушильній шафі за температури 102±2 °С протягом 1 год. Охолоджували і зважували на аналітичних терезах. Процедуру повторювали до тих пір, поки маса склянки з жиром стане постійною. Вміст жиру (W, %) розраховували за формулою: $W = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \cdot 100\%$, де m_1 – маса

склянки з жиром, г; m_2 – маса порожньої склянки, г; m_3 – маса досліджуваної проби твердого сиру, взятого для аналізу, г.

Результати та їх обговорення

Згідно з методикою гравіметричного визначення вмісту жиру, масу екстрагованих речовин визначають після видалення розчинників дистиляцією або випаровуванням. Часто, щоб з'ясувати, який розчинник ліпший, його вибирають експериментально. Використовують найчастіше такі розчинники: диметилсульфоксид (CH₃SOCH₃), температура кипіння (ТК) ТК=189 °С; метанол (CH₃OH), ТК=64,7 °С; ацетон (CH₃COCH₃), ТК=56 °С; 2-Бутанон (CH₃COCH₂CH₃), ТК=79,6 °С; етил-ацетат (CH₃COOC₂H₅, ТК=77,1 °С; дихлорметан (CH₂Cl₂), ТК=39,6 °С; діетиловий етер (CH₃CH₂OCH₂CH₃), ТК=34,6 °С; метил-трет-бутиловий етер (CH₃OC(CH₃)₃) – дешевий, замітник діетилового етеру; ТК=55,2 °С; діоксан (C₄H₈O₂), ТК=101 °С; толуол (C₆H₅CH₃), ТК=110,6 °С; пентан (C₅H₁₂), ТК=36,1 °С; гексан (C₆H₁₄), ТК=68 °С; циклогексан (C₆H₁₂), ТК=80,7 °С; петролейний етер – суміш насичених вуглеводнів, головний компонент якої – пентан; ТК=30÷60 °С [3].

Як зазначалося вище, температура топлення молочного жиру невисока. Тому одна з

вимог до екстрагента – низька температура кипіння. З наведених розчинників, які подібні за властивостями до діетилового етеру, є дихлорметан і метил-трет-бутиловий етер. В останнього температура кипіння ($T_K=52\text{ }^\circ\text{C}$) порівняно з дихлорметаном ($T_K=39,6\text{ }^\circ\text{C}$) значно більша. Пентан має низьку температуру кипіння ($36,1\text{ }^\circ\text{C}$), але у суміші з повітрям – вибухонебезпечний. Замість діетилового етеру нами обрано дихлорметан, виходячи з таких міркувань: низька температура кипіння, легколетка рідина; в цілому найбезпечніший серед галогеналканів; не є прекурсором; майже у 2 рази дешевший порівняно з діетиловим етером; цей реагент використовують як розчинник під час виготовлення фармацевтичних препаратів і плівкових покриттів. Дихлорметан здатний екстрагувати різноманітні органічні речовини з рослинної сировини. Його застосовують у харчових технологіях при виробництві кави та чаю без кофеїну, при підготовці хмелю для пивоваріння, під час приготування ароматизаторів для продуктів харчування та напоїв, а також для знежирення цитрусових. Дихлорметан схвалений для використання як фумігант для зернових і полуниці.

Визначення вмісту жиру у твердих сирах з жирністю 50 % та 20 % проводили гравіметричним методом за стандартною методикою, модифікованою заміною екстрагента – діетилового етеру на дихлорметан. Для перевірки достовірності отриманих результатів провели визначення вмісту жирів у тих самих зразках за стандартною методикою згідно з ДСТУ ISO 1735:2005, тобто з використанням традиційного екстрагента – діетилового етеру.

Порівняльний аналіз результатів, отриманих за модифікованою і стандартною методикою [11], засвідчує, що значення вмісту жиру у твердих сирах з великою та малою жирністю корелюють між собою і відрізняються тільки в межах похибки (табл. 2).

Таблиця 2

Вміст жиру у твердому сирі, визначений за стандартною та модифікованою методиками

Зразок сиру	Вміст жиру, %	
	стандартна методика	модифікована методика
1	48,2±0,16	47,7±0,33
2	49,0±0,13	48,8±0,20
3	19,4±0,19	19,3±0,16

Висновки

Отже, заміна екстрагента – діетилового етеру на дихлорметан у методиці гравіметричного визначення вмісту жиру у твердих сирах згідно з ДСТУ ISO 1735:2005 цілком можлива, оскільки не впливає на кінцевий результат дослідження, не вимагає додаткового обладнання, підвищує безпеку під час виконання експерименту; економічно доцільна: дихлорметан майже у два рази дешевший порівняно з діетиловим етером та не є прекурсором.

Список літератури

1. Сирохман І.В. Товарознавство харчових продуктів функціонального призначення. – К. : Центр учбової літератури, 2009. – 544 с.
2. Вплив харчування на здоров'я людини / [В.П. Пішак, М.М. Радько, А.В. Баб'юк та ін.] за ред. Радька М.М. – Чернівці : Книги – XXI, 2006. – 500 с.
3. Безпека продуктів харчування: сучасні проблеми : посібник-довідник / [А.В. Баб'юк, О.В. Макарова, М.С. Рогозинський та ін.] – Чернівці : Книги – XXI, 2005. – 456 с.
4. Харчова хімія: навч. посібник / [Л.В. Дуленко, Ю.А. Горайнова, А.В. Полякова та ін.] – К. : Кондор, 2012. – 248 с.
5. Vorobets M., Kobasa I., Cheban A. Application of titrimetric technique for determination of phosphates in cheeses / Food and Environment Safety - Journal of Faculty of Food Engineering, Ștefan cel Mare University – Suceava Vol. XIII, Issue 4. – 2014. – P.372–375.
6. Молоко. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру. (Контрольний метод) (ISO 1211:1999, IDT) : ДСТУ ISO 1211:2002. – [Чинний від 2003-10-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2004. – 92 с. – (Національні стандарти України).
7. Молоко згущене без цукру та молоко згущене з цукром. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру. (Контрольний метод) (ISO 1737:1999, IDT): ДСТУ ISO 1737:2002. – [Чинний від 2003-10-01]. – К.: Держспоживстандарт України, 2004. – 92 с. – (Національні стандарти України).
8. Молоко знежирене, сироватка та маслянка. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру. (Контрольний метод) (ISO 7208:1999, IDT) : ДСТУ ISO 7208:2002 – [Чинний від 2003-10-01]. – К.: Держспо-

- живстандарт України, 2004. – 92 с. – (Національні стандарти України).
9. Олії. Методи визначення кислотного числа (ISO 660:1996, NEQ) : ДСТУ 4350:2004. – [Чинний від 2004-11-28]. – К.: Держспоживстандарт України, 2005. – 12 с. – (Національний стандарт України).
10. Патент на корисну модель UA №107906, G01N33/03. – опубл. 24.06.2016. Бюл. № 12. Спосіб визначення кислотного числа / Є.О. Котляр, О.А. Топчій, Н.А. Ткаченко, О.В. Севастьянова, Т.В. Маковська.
11. Сир і плавлений сир. Гравіметричний метод визначення вмісту жиру (Контрольний метод) (ISO 1735:1987, IDT) : ДСТУ ISO 1735:2005. – [Чинний від 2006-10-01]. – К. : Держспоживстандарт України, 2007. – 16 с. – (Національний стандарт України).

Summary

Vorobets M.M., Kobasa I.M, Holovata K.Ya.

IMPROVED METHODS GRAVIMETRIC DETERMINATION FAT OF HARD CHEESE

Modified technique gravimetric determination fat of hard cheese by substitute traditional extractant of milk fat - diethyl ether in dichloromethane, which does not cause danger while performing research, not is precursor and almost twice cheaper. Modified technique was tested on concrete samples of cheese with different fat content of the Ukrainian producers. It is shown that the replacement of diethyl ether on the dichloromethane does not affect the final result of the definition: the values of content fat for standard and modified methods correlated and differ only within the margin of error.

Keywords: fat content, diethyl ether, dichloromethane, hard cheese, extractant.