

УДК 637.2.04

Е.С. Данилова, Е.Н. Пирогова, Е.В. Топникова, А.А. Афанасьева

ВНИИМС – филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М. Горбатова» РАН, г. Углич

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ВЛАГИ В СЛИВОЧНОМ МАСЛЕ: НАРУШЕНИЯ В ПРОВЕДЕНИИ АНАЛИЗА И РЕКОМЕНДАЦИИ ПО ИХ УСТРАНЕНИЮ

Анализ содержания влаги в сливочном масле является важным этапом контроля качества на производстве. Влага существенно влияет на физико-химические свойства масла, срок хранения, органолептические характеристики и безопасность для потребителя. Точное определение уровня влаги позволяет своевременно выявлять отклонения технологического процесса и предотвращать возможные дефекты продукции. В данной статье рассматриваются основные проблемы, возникающие при проведении анализа в условиях промышленного производства, а также предлагаются пути их решения для повышения точности и надежности измерений.

Ключевые слова: сливочное масло, влага, анализ

Массовая доля влаги в сливочном масле является ключевым показателем его идентификации. Этот параметр характеризует стабильность качества, экономическую эффективность и соблюдение нормативных требований в производстве.

Согласно действующим стандартам массовая доля влаги в сливочном масле должна соответствовать определенным значениям. Она нормируется в виде показателя «не более» [1, 2]. Например, для классических видов несоленого сливочного

масла, таких как Традиционное, Любительское и Крестьянское, содержание влаги по ГОСТ 32261-2013 должно быть на уровне не более 16,0; 18,0 и 25 % соответственно. Для Шоколадного масла – самого распространенного вида из масел с вкусовыми компонентами – на уровне не более 16,0 %. При этом отклонение в большую сторону не должно превышать погрешности метода. Отклонение в меньшую сторону свыше допустимой погрешности метода возможно, но нежелательно, т.к. это приводит к повышению расхода сырья на производство масла, изменению состава продукта и искажает информацию о пищевой ценности, приводимой на его упаковке.

В ГОСТ Р 55361-2012 «Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбор проб и методы контроля» предусмотрено три метода определения влаги:

- высушиванием при постоянной температуре с границами абсолютной погрешности $\pm 0,1$ % для высокожирных видов масла (от 80 % и выше); $\pm 0,4$ % – для масла пониженной жирности; $\pm 0,7$ % – для масла с вкусовыми компонентами;
- выпариванием пробы (ускоренный метод) с границами абсолютной погрешности $\pm 0,3$ % для масла жирностью от 70 % и выше; $\pm 0,5$ % – для масла меньшей жирности и $\pm 1,4$ % – для масла с вкусовыми компонентами;
- экспресс-метод с границами абсолютной погрешности $\pm 0,5$ % для масла жирностью от 70 % и выше; $\pm 0,6$ % – для масла меньшей жирности и $\pm 1,3$ % – для масла с вкусовыми компонентами.

Первый метод имеет более высокую точность измерения, но не приемлем в условиях оперативного контроля производства, поэтому в арсенале предприятий для целей производственного контроля остается два последних метода.

При производстве и переработке масла контроль влаги важен для достижения нужной консистенции и стабильности состава продукта, поэтому его проводят в каждой партии. В зависимости от используемого метода производства масла объем партии для внутрипроизводственного контроля формируется по-разному: в методе преобразования высокожирных сливок он привязан к нормализационной ванне, в методе периодического сбивания – к конкретной сбойке перерабатываемых сливок.

При выработке масла методом непрерывного сбивания при отсутствии автоматического регулирования влаги в масле аналитикам приходится чаще контролировать массовую долю влаги в масле на выходе из аппарата и часто дробить партию продукта, вырабатываемого из одной емкости исходного сырья на более мелкие партии. Это связано со сложностью регулирования процесса и увеличения рисков получения нестандартной влаги в масле.

Часть предприятий закупает сливочное масло в качестве сырья, используя его для фасования или изготовления рекомбинированного продукта. При этом важен правильный входной контроль масла по влаге, поскольку от состава продукта зависит его закладка в рецептуру. При использовании масла, закупаемого извне, важно знать условия его производства у поставщика.

Известно, что распределение влаги в масле зависит от метода производства. И если для метода преобразования высокожирных сливок (ПВЖС) характерна высокая дисперсность и однородность распределения влаги, то для масла, изготовленного методом сбивания, особенно в маслоизготовителях периодического действия,

наоборот, капли молочной плазмы имеют более крупный размер и менее равномерно распределены по объему. Масло, закупаемое от других предприятий, может изначально иметь отклонения по влаге в случае нарушения контроля отдельных партий, объединяемых в крупную партию, предназначенную для приемо-сдаточных испытаний. Если масло подвергалось длительному хранению, возможна частичная потеря влаги, связанная с естественной убылью. Интенсивность этой потери зависит от продолжительности и температуры хранения, а также от используемого упаковочного материала [3, 4]. Однако многолетние исследования показали, что такие потери являются незначительными и оказывают меньшее влияние на состав готового продукта, нежели нарушения в порядке выполнения измерений.

Если масло вырабатывается методом ПВЖС, производителю важно правильно оценить еще и состав высокожирных сливок и предотвратить потерю влаги при их длительной выдержке в нормализационных ваннах, обеспечить максимально возможную герметичность процесса. Если этого невозможно избежать, то производитель должен учитывать изменение состава сливок (или нормализованной смеси) из-за частичного выпаривания влаги. Такие потери возможны по причине того, что большинство операций, таких как сепарирование и нормализация, выполняются при высоких температурах, что может привести к незначительному снижению массовой доли влаги как в смеси, так и в готовом продукте.

Чтобы избежать нарушения состава готового масла, в рецептурах учитывается показатель недоиспаренной влаги, который составляет от 0,2 до 1,2 % и зависит от сезона года. Недоиспаренной влаги, как правило, больше в высокожирных сливках с высоким содержанием сухих обезжиренных веществ. Перед отбором пробы сливок их тщательно перемешивают в течение 5 минут, а пробу отбирают из разных частей нормализационной ванны.

Если в высокожирных сливках, нормализованной смеси или готовом продукте обнаруживаются повышенные значения массовой доли влаги, необходимо помимо регулировки работы сепаратора проверить правильность выполнения пробоподготовки и соблюдения методики анализа для ее определения.

В случае контроля масла непосредственно в процессе выработки следует учитывать метод производства. Масло, вытекающее из-под рожка малообразователя, имеет мягкую и текучую консистенцию, поэтому его достаточно просто перемешать, отобрав две параллельные пробы для анализа. Среднее из двух параллельных определений считается окончательным результатом, если соблюдаются условия повторяемости.

При контроле масла, выработанного методом сбивания сливок, помня о возможной неоднородности распределения влаги, необходимо осуществить пробоподготовку для усреднения состава продукта. При контроле масла с хранения важно учитывать температуру пробы исследуемого продукта, которая также может повлиять на точность измерения. При низкой температуре сложно получить гомогенную среднюю пробу продукта.

Пробоподготовку сливочного масла для проведения анализа в данном случае проводят по ГОСТ 26809.2-2014 «Молоко и молочная продукция. Правила приемки, методы отбора и подготовка проб к анализу. Часть 2. Масло из коровьего молока, спреды, сыры и сырные продукты, плавленые сыры и плавленые сырные продукты»,

в пункте 5.2.10.1 которого указано, что: *Емкость с продуктом, предназначенным для испытаний, помещают в водяную баню температурой от 28 до 30 °С. При постоянном перемешивании шпателем пробу нагревают до получения однородной размягченной массы, которую охлаждают до комнатной температуры и используют как лабораторную пробу. Влияет пробоподготовка, а для этого нужна определенная температура.*

Далее в пункте 5.2.10.2 сказано: *«Если объединенная проба отобрана от продукта температурой ниже 0 °С, то ее отепляют при комнатной температуре до 5–10 °С и готовят лабораторную пробу по 5.2.10.1».*

Таким же образом должны поступать аналитики при внешнем контроле партий масла, находящихся в обороте, независимо от метода его изготовления. При этом отбираются точечные пробы и составляется усредненная проба, часть из которой используется для анализа. Необходимо отметить, что чем сложнее состав нормализованной смеси (масло пониженной жирности, с вкусовыми компонентами, рекомбинированное), тем менее равномерным может быть распределение влаги. Поэтому соблюдение правил отбора проб и подготовки их к анализу приобретает еще большую значимость.

При использовании рекомбинированной схемы производства сливочного масла пониженной жирности, в т.ч. с вкусовыми компонентами, промежуточная эмульсия перед преобразованием может быть неоднородной по составу, что обуславливает риск получения нестандартного по влаге и жиру продукта. Для таких видов масла в технологических инструкциях рекомендовано для повышения гомогенности молочно-жировой дисперсии, стабилизации процесса маслообразования и улучшения консистенции использовать эмульгатор, который повышает устойчивость смеси и ее связанность. Обычно для таких продуктов погрешность метода выше, что предусмотрено стандартом.

В производственной лаборатории существует необходимость высокой скорости принятия решений и выполнения анализа, в частности, по определению массовой доли влаги. Для того чтобы избежать нарушений при проведении анализа, необходимо соблюдать следующие рекомендации:

1. Обратит внимание на выполнение анализа по определению влаги в высокожирных сливках, нормализованной смеси и готовом продукте. Анализ проводят по ГОСТ Р 55361-2012 пункт 7.7. В случае определения массовой доли влаги в масле *с вкусовыми компонентами* навеска продукта составляет 5,00 г, тогда как в сливочном масле *без вкусовых компонентов* – 10 г. Недопустимо уменьшение навески пробы масла для ускорения процесса выпаривания, поскольку это приводит к повышению погрешности измерения.

2. При определении навески необходимо применение поверенных весов с указанным в стандарте классом точности и поверенных гирь соответствующей массой 5 или 10 г. Условия внешней среды и установки весов должны соответствовать требованиям к их эксплуатации.

3. В случае использования весов СМП-84 необходимо провести их поверку следующим образом:

1) на подвеску весов ставят выпаривательную чашку (стакан), оба рейтера помещают на 20-м делении шкалы;

2) весы уравнивают тарировочным грузом;
3) затем один рейтер переносят на 10 деление, в чашку весов помещают поверенную гирию массой 1 г – весы должны остаться в равновесии;

4) далее один рейтер переносят на деление 0, в чашку весов помещают поверенную гирию массой 2 г – весы должны остаться в равновесии.

Примечание: передвигают только один рейтер, второй все время стоит на 20 делении, в этом случае 10 делений по шкале равны 1 г, 20 делений по шкале – 2 г;

5) при взвешивании продукта используют гирию 5 г, которая также должна быть поверена. Это исключает систематическую ошибку при взвешивании [5].

4. При выпаривании влаги из пробы масла исключают разбрызгивание расплава продукта и обеспечивают постоянное перемешивание пробы. Недопустимо выпаривание масла при излишне высоких температурах, приводящее к «пережиганию» сухих веществ продукта с удалением части летучих вещества, иногда с дымообразованием. Это приводит к занижению результата испытаний и чаще наблюдается при анализе масла с вкусовыми компонентами.

5. Момент завершения выпаривания устанавливают по окончании отпотевания контрольного стекла.

6. Недопустимо принудительное охлаждение пробы масла после выпаривания влаги с использованием водной или ледяной среды, т.к. это приводит к отпотеванию чашки для выпаривания и искажению результата испытаний, даже в случае, когда эту влагу удаляют путем вытирания наружной поверхности чашки, визуальную оценивая полноту очистки от конденсата.

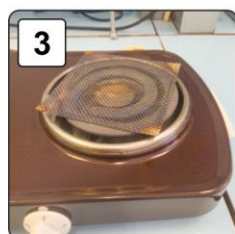
Порядок выполнения анализа по определению влаги по ГОСТ Р 55361 п. 7.7 на примере масла Шоколадного проиллюстрирован нижеприведенными рисунками.



1 Взвешиваем чашку



2 Затем берем навеску масла



3 Разогреваем плитку на среднем режиме. Для равномерного нагрева рекомендуется использовать специальную асбестовую сетку



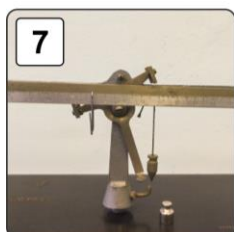
4 Нагреваем масло, постоянно помешивая, **не допуская пригорания сухих веществ!!!**



5 После окончания активного кипения и прекращения потрескивания (окончание процесса проверяем при помощи стекла: запотело или нет) стаканчик с содержимым необходимо охладить. Для охлаждения рекомендуется использовать металлический лист



Взвешиваем чашку после выпаривания и охлаждения.
Из массы пустой взвешенной чашки + массы навески вычитаем массу чашки с содержимым после выпаривания влаги и охлаждения.
Полученный результат умножаем на 2 (пересчет на 10 г масла) и на 10 (пересчет на 100 г масла).
Если масло без вкусовых компонентов, то полученный результат умножаем только на 10



При использовании весов СМП-84 манипуляции производят те же, умножив полученный конечный результат на 2

При определении массовой доли влаги в масле по п. 7.8 ГОСТ Р 55361 (с использованием анализаторов влажности) соблюдаются те же принципы подготовки пробы, а при измерении, кроме всего прочего, учитывают рекомендации изготовителя анализатора в части подготовки и параметров его работы, включая:

- прогрев перед проведением анализа;
- использование дополнительных расходных материалов заданного качества (если это предусмотрено эксплуатационными характеристиками);
- использование оптимальной массы продукта;
- применение заданной температуры выпаривания влаги и временных параметров сравнения текущего результата с предыдущим;
- периодический контроль работы анализатора со стандартным методом высушивания пробы масла при постоянной температуре.

Точное определение показателя массовой доли влаги в сливочном масле с соблюдением стандартов пробоподготовки и анализа является необходимым условием для стабильного качества готового продукта и контроля его производства.

Список использованной литературы:

1. **Лепилкина, О.В.** Методы и приборы для контроля массовой доли влаги в сливочном масле / О.В. Лепилкина, Е.В. Топникова, Г.Б. Бухарина // Сыроделие и маслоделие. 2021. № 1. С. 48–50. <https://doi.org/10.31515/2073-4018-2021-48-50>
2. **Инихов, Г.С.** Методы анализа молока и молочных продуктов / Г.С. Инихов, Н.П. Брио. М.: Пищевая промышленность, 1971. – 423 с.
3. **Смирнова, О.И.** Упаковка для продукции маслоделия / О.И. Смирнова // Молочная река. 2012. № 1. С. 26–28. <https://elibrary.ru/qxdhkg>
4. **Вышемирский, Ф.А.** Комбинированный материал на основе алюминиевой фольги для сливочного масла / Ф. А. Вышемирский, О. И. Смирнова, Г. М. Свириденко, М. Э. Дергунова // Сыроделие и маслоделие. 2009. № 5. С. 39–41. <https://elibrary.ru/kzwssv>
5. Инструкция по техническому контролю на предприятиях молочной промышленности. Москва. 1988. 114 с.