

## ВЫВОДЫ

Получен ацетонлигнин из мискантуса китайского экстракцией ацетоном из лигно-целлюлозного материала, предварительно обработанного водой при температуре 185 °С (1,0 МПа). Данный способ является нейтральным, что обуславливает его экологическую безопасность. Полученный ацетонлигнин обладает свойствами термопластичного материала.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Митрофанов Р.Ю., Будаева В.В., Денисова М.Н., Сакович Г.В. Гидротропный метод получения целлюлозы из мискантуса // Химия растительного сырья. – 2011. – № 1 – С. 25-32.
2. Jones M.B., Walsh M. Miscanthus // For Energy and Fibre. – 2001. – P. 192.
3. Shumny V. K. A new form of Miscanthus (Chinese silver grass, Miscanthus sinensis -Anderson) as a promising source of cellulosic biomass / V. K. Shumny., S. G.Veprev, N. N. Nechiporenko, T. N. Goryachkovskaya, N. M. Slynko, N. A. Kolchanov, S. E. Peltek // Advances in Bioscience and Biotechnology. – 2010. – Vol. 1. – P.167-170.

4. Sannigrahi P., Ragauskas A. J., Miller S. J. Lignin Structural Modifications Resulting from Ethanol Organosolv Treatment of Loblolly Pine // Energy Fuels. – 2010. – № 24. – P. 683.

5. Villaverde J.J., Li J.B., Ek M., Ligeró P., Vega A. Native Lignin Structure of Miscanthus x giganteus and Its Changes during Acetic and Formic Acid Fractionation // J. Agric. Food Chem. – 2009. – № 57. – P. 6262.

6. Wang K., Bauer S., Sun R. Structural Transformation of Miscanthus giganteus Lignin Fractionated under Mild Formosolv, Basic Organosolv, and Cellulolytic Enzyme Conditions // J. Agric. Food Chem. – 2012. – № 60. – P. 144-152.

7. Inone-Kauffmann E., Eisenreich N., Eckl W., Plitzko Y. Bio-composites based on a lignin matrix from high-pressure hydrolysis. Proceedings of the 23rd Annual Meeting of the Polymer Processing Society (PPS-23), Salvador, Brazil, May 28-31, 2007.

8. Freudenberg K., Heimbürger W. // Chem. Ber. – 1950. – № 83. – P. 519.

9. Wacek A., Hlava J. // Monatsh. Chem. – 1951. – № 82. – P. 1046.

УДК 664.002.33;664.002.38; 664.002.3:658.562

## ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ОБРАЗЦОВ СЛИВОЧНОГО МАСЛА МЕТОДАМИ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИИ И ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

А.Л.Верещагин, Н.В.Бычин, Л.Н.Афанасьева, Е.О.Волкова

*Разработана методика идентификации сливочного масла методами дифференциальной сканирующей калориметрии и термомеханического анализа. Проведен анализ подлинности образцов, реализуемых в розничной торговле Алтайского края на присутствие растительных жиров.*

*Ключевые слова: сливочное масло, дифференциальная сканирующая калориметрия, термомеханический анализ.*

### Введение

В последнее время в РФ широко применяется в производстве масложировой продукции пальмовое масло. Создавшаяся ситуация вызывает негативную реакцию у специалистов и технологов масложировой промышленности [1-3]. Недобросовестные российские производители, как правило, не указывают наличие растительных жиров тропического происхождения на этикетке.

Целью данной работы является оценка качества образцов сливочного масла, реализуемого на рынке Алтайского края с массовой долей молочного жира (мдмж) 72,5 – 82,5 %

на наличие растительных жиров инструментальными методами анализа.

### Объекты и методы исследований

Объектами исследования были 13 образцов импортного, отечественного (ГОСТ Р 52969-2008) и индивидуального производства масла сливочного, приобретенные в розничной торговле Алтайского края.

Образцы были разбиты на три следующие группы:

1) внешний эталон – импортные (1 – «FIN» (Valio, Финляндия), мдмж 79%.

2.– «ВАЛИО»(Valio, Финляндия), м.д.м.ж. 82%.,8. «Anchor» сладко-сливочное несоленое (Фонтерра Лимитед, Окленд, Новая Зеландия), мдмж 82%.),

II) внутренний эталон – образцы

9. «Брюкке» – сливочное натуральное, (ООО "Брюкке", Немецкий национальный район, Алтайский край), м.д.м.ж. 82,5%.

10. Масло самодельное, сладкосливочное, полученное методом сбивания (Бийский район Алтайского края, август 2011 г.),

12. Масло сливочное из с. Петропавловское (Алтайский край, ноябрь 2011 г.).

13. Масло топленое (ОАО Заринский маслосыркомбинат, г. Заринск, Алтайского края). ГОСТ Р 52971-2008. Масло топленое и жир молочный. Технические условия.

III) образцы с возможным наличием заменителей молочного жира, поскольку их цена была существенно ниже образцов первой и второй групп при той же самой заявленной массовой доле молочного жира. состав образцов 3-7 требовал особого внимания

3. «ПРОСТОКВАШИНО» (г. Москва), м.д.м.ж. 72,5%.

4. «ЛЮБИТЕЛЬСКОЕ» сладко-сливочное («Алтайская буренка», с. Буланиха, Алтайского края.), м.д.м.ж. 80%.

5. «СОЛОНЕШНОЕ» крестьянское несоленое (Компания «Солонешенский маслосырродельный завод, ООО», с. Солонешное, Алтайский край), м.д.м.ж. 72,5%.

6. ДЕРЕВЕНСКОЕ сливочное отборное (Домик в деревне, г. Москва), м.д.м.ж. 82,5%.

7. СЛИВОЧНОЕ масло крестьянское (Веселый молочник, г. Москва), м.д.м.ж. 72,5%.

В качестве эталона был взят и образец пальмового масла - Жир Союз 107Э. (жир-заменитель) для производства масла, жиров, майонеза. Массовая доля жира 99,7%. Поставщик ЗАО «Союзснаб» и компания Intercontinental Special Fats (Малайзия).

Известно, что глицериды молочного жира в зависимости от глубины и скорости охлаждения способны кристаллизоваться в трех полиморфных формах:  $\alpha$ ,  $\beta'$  и  $\beta$ , (трех конфигурациях молекул - вилки, кресла и стержни.) а при охлаждении до минус 80 °С образовывать стекловидную  $\gamma$ -форму. Так, для молочного жира, первый фазовый переход наблюдается при 0-2 градуса С, второй – при 10-15 °С, третий – при 18-23 °С. [4, 5]

Температуры фазовых переходов зависят от состава триглицеридов, который определяется породой скота, временем года, составом кормов и технологическими режимами

переработки сырья. Температуры фазовых переходов растительных масел отличаются от температур фазовых переходов молочного жира, что позволяет использовать метод определения температур фазовых переходов для установления подлинности продукта.

Для этих целей наиболее востребован метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), например [6]. Исследование проводилось на дифференциальный сканирующем калориметре модели DSC-60 (Shimadzu, Япония ) в диапазоне температур от –70° С до +65° С.

Нагревание образцов со скоростью 10 град/мин производилось в атмосфере азота с расходом газа 40 см<sup>3</sup>/мин, масса навески составляла 10–15 мг. Образцом сравнения являлся  $\alpha$ -кварц.

Исследование механических свойств проводился методом пенетрации на термомеханическом анализаторе модели TMA-60 (фирма «Shimadzu», Япония). Исследуемый образец помещался в чашечку диаметром 15 мм высотой 2 мм. Пенетрация проводилась индентором диаметром 5 мм со скоростью нагружения индентора 10 г/мин до максимальной нагрузки 150 г. Опыты проводились в атмосфере азота, расход газа 40 см<sup>3</sup>/мин, при температуре 20±0,3 С.

Определение никеля проводили методом атомно-адсорбционной спектроскопии на приборе Shimadzu AA-6300 с электротермической атомизацией (GFA-EX7). Подготовка проб осуществлялась согласно [7]. Определение концентраций элементов проводилось по [8]

**Дифференциальная сканирующая калориметрия.** Данные по дифференциальной сканирующей калориметрии образцов сливочного масла группы 1,2 и 3 представлены на рисунке 1.

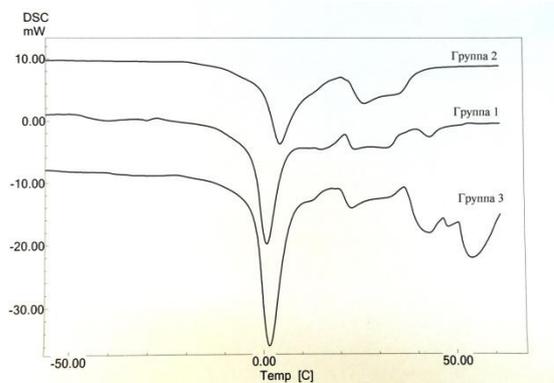


Рисунок 1 - Кривые ДСК образцов сливочного масла

Из анализа представленных данных следует, что кривые ДСК образцов масла первой и второй групп характеризуются наличием трех эндозффектов, характеризующими фазовый переход от  $\gamma$  модификации триглицеридов в  $\alpha$ , затем  $\beta'$  и наконец  $\beta$ .

Переход  $\gamma \rightarrow \alpha$  происходит при температуре около 0,6 С- ;

Переход  $\alpha \rightarrow \beta'$  при температуре 8,2 С;

Переход  $\beta' \rightarrow \beta$  при температуре 16,1° С.

Для образцов третьей группы наблюдаются дополнительные эндозффекты в области 43, 48 и 54 °С, что можно связать с наличием растительных жиров.

**Термомеханический анализ.** На рис. 2 показаны характерные кривые деформации  $\epsilon_n$  образцов группы №1, 2 и 3 от времени (приложенного усилия). На кривой деформации можно выделить три характерных участка: начальный участок  $\epsilon_n = 0 \dots 30\%$ , участок линейной зависимости деформации от приложенной нагрузки  $\epsilon_n = 30 \dots 80\%$ , и нелинейный участок деформации образца при котором индентор опускается до основания образца на дно чашечки  $\epsilon_n = 80 \dots 100\%$ . Линейный участок кривой наиболее полно отражает физико-механические характеристики исследованных образцов. Поэтому на линейном участке кривой для относительной деформации  $\epsilon_n = 50\%$  измерено усилие сжатия  $\delta$  исследованных образцов. Ниже приведены полученные результаты.

**Группа внешний эталон**

Образец №1  $\delta = 0,18 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №2  $\delta = 0,16 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №8  $\delta = 0,12 \text{ кг/см}^2$ ;

**Группа внутренний эталон**

Образец №9  $\delta = 0,08 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №10  $\delta = 0,20 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №11  $\delta = 0,13 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №12  $\delta = 0,760 \text{ кг/см}^2$ ;

**Группа 3**

Образец №3  $\delta = 0,12 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №4  $\delta = 0,032 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №5  $\delta = 0,28 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №6  $\delta = 0,05 \text{ кг/см}^2$ ;

Образец №7  $\delta = 0,11 \text{ кг/см}^2$ ;

**Определение никеля**

С целью определения наличия маргарина было проведено определение никеля (катализатора гидрирования никеля Ренея) в ряде образцов первой и третьей группы. Результаты представлены в таблице 1

Анализируя данные таблицы можно отметить следующее. Самое низкое содержание никеля обнаружено у образцов, состоящих из молочного жира (FIN, Valio) и с добавлением

пальмового масла (Солонешное и любительское). Максимальное количество никеля в образцах (Простоквашино, Домик в деревне и Веселый молочник) может быть связано с добавлением маргарина (полученного каталитическим гидрированием растительных масел на никеле Ренея) в массовой доле 15-40%.

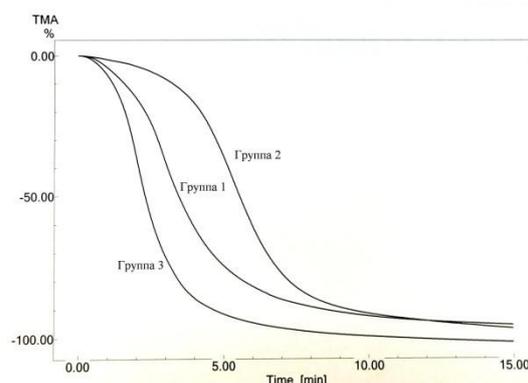


Рисунок 2 – Термомеханические кривые образцов сливочного масла

Таблица 1 – Содержание никеля в образцах сливочного масла

Образец	Содержание Ni, мг/кг
FIN	0,085
Valio	0,031
Простоквашино	0,275
Солонешное	0,072
Деревенское (Домик в деревне)	0,122
Сливочное (Веселый молочник)	0,173
Любительское (Алтайская буренка)	0,085

\*норма Ni для маргарина 0,7 мг/кг [9].

Таким образом, инструментальными методами анализа было установлено, что среди изученных образцов представлены как образцы с одним молочным жиром, так и с добавлением пальмового масла или маргарина.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Барышева О.С. Технические масла в пищевой промышленности - преступление. // Сыроделие и маслоделие, 2011; N 6. - С. 49-50.  
 2. Павлова И.В.; Черникова Н.Л.; Доценко Е.В.; Долганова Н.В.; Кравченко Е.В. Проблемы технического регулирования в области производства и применения тропических масел // Масложивая пром-сть, 2010; N 3. - С. 6-8.

3. Остапов В.В. Доктрина продовольственной безопасности и здоровье человека (в части обеспечения необходимыми растительными жирами) // Масложировая пром-сть, 2011; N 1. - С. 24-26

4. Вологодское маслоделие. История развития: Монография / Г.В. Твердохлеб, В.О. Шемякин, Г.Ю. Сажин, П.В. Никифоров. СПб.: СПбГУ-НиПТ, 2002. - 245 с.

5. Serpil Metin and Richard W. Hartel /Crystallization of Fats and Oils //Bailey's Industrial Oil and Fat Products, Sixth Edition, Six Volume Set. Edited by Fereidoon Shahidi. Copyright # 2005 John Wiley & Sons, Inc. V.1, p.45-76.

6. E. ten Grotenhuis, G.A. van Aken, K.F. van Malssen and H. Schenk / Polymorphism of milk fat

studied by differential scanning calorimetry and real-time X-ray powder diffraction// Journal American Oil Chemical Society, Vol. 76, no. 9 (1999), p.1031-1039.

7. ГОСТ 26929-94 «Сырье и продукты пищевые. Подготовка проб. Минерализация для определения содержания токсичных элементов». 12 с. Введен 01.01.1996.

8. ГОСТ 30178-96 «Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов». 11 с. Введен 01.01.1998.

9. ГОСТ Р 52179-2003 «Маргарины, жиры для кулинарии, кондитерской, хлебопекарной и молочной промышленности. Правила приемки и методы контроля». 39 с. Введен 01.01.2005.

УДК 663.81 (045)

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ УСЛОВИЙ РАЗДЕЛЕНИЯ ИНВЕРТНОГО СИРОПА И ПОЛУЧЕНИЯ ОБОГАЩЕННЫХ ФРУКТОЗОЙ СИРОПОВ НА СОДЕРЖАНИЕ ПРОДУКТОВ ДЕГРАДАЦИИ САХАРОВ

Л.А. Бахолдина, В.И. Шестернин, А.Л. Верещагин

*Исследовалось влияние условий разделения инвертного сиропа и получения обогащенных фруктозой сиропов на содержание в них 5-гидроксиметилфурфурола.*

*Ключевые слова: 5-гидроксиметилфурфурол, инвертный сироп, изопропанол, ацетон.*

### ВВЕДЕНИЕ

Сахароза может служить исходным сырьем для производства глюкозно-фруктозных сиропов (ГФС) в тех странах, где возделывается сахарная свекла или другие сахаросодержащие культуры. В настоящее время глюкозно-фруктозные сиропы широко используются в качестве заменителей сахара в пищевых продуктах, как для здорового, так и для диетического питания.

Исходя из условий сельскохозяйственного производства в Российской Федерации и существующей технологической базы, реальным представляется производство ГФС, высокофруктозных сиропов (ВФС) и фруктозы из свекловичного сахара и картофельного или зернового крахмала. Применяемые за рубежом технологии не могут быть перенесены в российскую производственную практику. Высокая стоимость производства ВФС обусловлена необходимостью использования дорогостоящего хроматографического оборудования на стадиях предварительной очистки и непосредственного обогащения фруктозой углеводных сиропов (ГФС или инвертного сиропа) [1].

Накопленный научный и технологический мировой опыт по производству ВФС и фруктозы позволяет усовершенствовать и упростить соответствующее производство до уровня, приемлемого в условиях РФ, сохраняя при этом высокую эффективность и рентабельность. В частности, обогащение фруктозой низкосодержащих (до 50 % фруктозы) глюкозно-фруктозных сиропов, получаемых обычным кислотным гидролизом сахарозы (инвертного сиропа), можно произвести за счет избирательной (специфической) экстракции химических компонентов сиропов в присутствии таких органических растворителей, как ацетон [2], без использования ферментов и хроматографического разделения [1].

Недостатки этого известного способа заключаются в недостаточно высоком выходе обогащенного фруктозой сиропа и не высоком относительном содержании фруктозы в нем. Технический результат предложенного позднее способа с использованием изопропанола заключается в увеличении выхода обогащенного фруктозой сиропа и относительного содержания фруктозы в нем [3].