



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
G01N 5/00 (2020.08)

(21)(22) Заявка: 2019138777, 29.11.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
29.11.2019

Дата регистрации:
28.01.2021

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 29.11.2019

(45) Опубликовано: 28.01.2021 Бюл. № 4

Адрес для переписки:

308015, Белгородская обл., г. Белгород, ул.
Победы, 85, НИУ "БелГУ", ОИС, Токтаревой
Т.М.

(72) Автор(ы):

Нгуен Ван Ань (VN),
Дейнека Виктор Иванович (RU),
Дейнека Людмила Александровна (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Белгородский государственный
национальный исследовательский
университет" (НИУ "БелГУ") (RU),
Университет имени Тон Дык Тханга (VN)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: CN 107462490 A, 12.12.2017. RU
2527675 C1, 10.09.2014. RU 2439555 C2,
10.01.2012. CN 106483166 B, 15.03.2019.

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МАССОВОЙ ДОЛИ ЖИРА В МОЛОКЕ

(57) Реферат:

Изобретение относится к молочной промышленности, а именно, к области технического контроля, и может быть использовано для определения массовой доли жира в молоке или в жидких продуктах на молочной основе прямым способом без гидролиза масла. Способ определения массовой доли жира в молоке или в жидких продуктах на молочной основе, включающий экстракцию жира петролейным эфиром и расчет процентного содержания жира в молоке по формуле, отличающийся тем, что навеску молока массой «а» выдерживают в течение трех часов в морозильной камере, затем подвергают лиофильной сушке в бюксе массой M_1 при минус 40°C и 0,02 Ваг в течение не менее 8 часов, после достижения бюксы с сухим остатком навески молока постоянной массы M_2 , проводят экстракцию жиров при комнатной температуре, для чего помещают сухой остаток от навески молока в фарфоровую ступку, пятькратно

заливают навеску петролейным эфиром порциями по 10 мл, тщательно растирают смесь фарфоровым пестиком, отстаивают и отделяют экстракт от осадка при помощи шприца, после чего все 5 последовательно полученных экстрактов объединяют в одной колбе с массой M_3 объемом 100 см^3 , удаляют петролейный эфирна вакуумном ротационном испарителе и определяют массу колбы с жиром M_4 , амассовую долю свободного жира и долю воды рассчитывают по формулам:

$$M_{\text{ж}} = \frac{M_4 - M_3}{a} \times 100$$

$$M_{\text{в}} = \frac{a - (M_2 - M_1)}{a} \times 100$$

где $M_{\text{ж}}$ - массовая доля жира в продукте, %;
 $M_{\text{в}}$ - массовая доля воды в продукте, %; M_1 -

масса исходной бюксы, г; M_2 - масса бюксы с сухим остатком навески молока, г; M_3 - масса колбы объемом 100 см^3 , г; M_4 - масса колбы с жиром, г; a - масса навески молока, г; 100

-коэффициент пересчета массовой доли жира на 100 г продукта. Техническим результатом является расширение арсенала способов определения жира в молоке. 1 з.п. ф-лы, 3 пр., 1 табл.

RU 2741749 C1

RU 2741749 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
G01N 5/00 (2020.08)

(21)(22) Application: **2019138777, 29.11.2019**

(24) Effective date for property rights:
29.11.2019

Registration date:
28.01.2021

Priority:

(22) Date of filing: **29.11.2019**

(45) Date of publication: **28.01.2021** Bull. № 4

Mail address:

**308015, Belgorodskaya obl., g. Belgorod, ul.
Pobedy, 85, NIU "BelGU", OIS, Toktarevoj T.M.**

(72) Inventor(s):

**Nguyen Van Anh (VN),
Dejneka Viktor Ivanovich (RU),
Dejneka Lyudmila Aleksandrovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Belgorodskij gosudarstvennyj
natsionalnyj issledovatel'skij universitet" (NIU
"BelGU") (RU),
Ton Duc Thang University (VN)**

(54) **METHOD FOR DETERMINING WEIGHT FRACTION OF FAT IN MILK**

(57) Abstract:

FIELD: food industry.

SUBSTANCE: invention relates to dairy industry, namely, to the field of technical control, and can be used for determination of fat weight fraction in milk or in milk-based liquid products by direct method without oil hydrolysis. Method for determination of weight fraction of fat in milk or in milk-based liquid products, including extraction of fat with petroleum ether and calculation of percentage of fat in milk by formula, characterized by that weighed portion of milk with weight "a" is held for three hours in a freezing chamber, then subjected to lyophilic drying in weighing pans of weight M_1 at minus 40 °C and 0.02 Bar for not less than 8 hours, after reaching the dry milk remainder portion of the constant weight weighing M_2 , method includes extracting fats at room temperature by placing a dry residue from a weighed portion of milk into a porcelain mortar, pouring the weight portion with petroleum ether in portions of 10 ml five times, the mixture is thoroughly ground with a porcelain pestle, settled and the extract is separated from the sediment by means of a syringe, after which all 5 successively obtained extracts are combined in one flask with weight

M_3 with volume of 100 cm³, removing petroleum etheron vacuum rotary evaporator and weight of bulb with fat M_4 is determined, and weight fraction of free fat and water fraction is calculated by formulas:

$$M_F = \frac{M_4 - M_3}{a} \times 100$$

$$M_W = \frac{a - (M_2 - M_1)}{a} \times 100$$

where M_F is mass fraction of fat in product, %; the M_W is mass fraction of water in the product, %; M_1 is mass of initial bucks, g; M_2 is weight of weighing bottles with dry milk sample, g; M_3 is mass flask of 100 cm³; M_4 is bulb weight with fat, g; a is weight of a portion of milk, g; 100 is conversion coefficient of fat weight fraction per 100 g of product.

EFFECT: technical result is a wider range of methods for determining fat in milk.

1 cl, 3 ex, 1 tbl

Настоящее изобретение относится к молочной промышленности, а именно, к области технического контроля, и может быть использовано для определения массовой доли жира в молоке или в жидких продуктах на молочной основе прямым способом без гидролиза масла.

5 Известен способ быстрого определения содержания жира в коровьем молоке на основе метода диэлектрического спектра (CN106483166 от 2017-03-08). Способ включает определение диэлектрических спектров (относительных спектров диэлектрической проницаемости и спектров коэффициента диэлектрических потерь) в определенном
10 одном радиочастотном/ микроволновом диапазоне одной партии коровьего молока с использованием сетевого анализатора (или анализатора импеданса) и коаксиального зонда; извлечение из диэлектрических спектров характерных диэлектрических переменных, которые выражают содержание жира в молоке; затем на основе диэлектрических спектров во всем радиочастотном/микроволновом диапазоне или
15 извлеченных характеристических диэлектрических переменных устанавливают линейные или нелинейные модели обнаружения содержания жира в молоке; модели проверяют и модель, для которой среднеквадратичная ошибка установленного прогнозирования минимальна, используется в качестве оптимальной модели для определения содержания жира в бычьем молоке. Затем измеряют диэлектрический спектр образца молока, содержание жира в котором неизвестно; числовые значения характеристических
20 диэлектрических переменных подставляют в оптимальную модель, чтобы можно было рассчитать содержание жира в образце. Способ быстрого определения содержания жира в коровьем молоке на основе метода диэлектрического спектра имеет преимущества, заключающиеся в том, что обнаружение является удобным и быстрым, операция проста, точность высока, и может быть реализовано обнаружение в режиме
25 онлайн и в режиме реального времени.

Известен способ определения содержания жира в молоке по национальному стандарту Российской Федерации ГОСТ – «Р ИСО 2446-2011 Молоко. Метод определения содержания жира».

Настоящий стандарт за основу использует метод Гербера - эмпирический метод,
30 который дает значение содержания жира, выраженное или как массовая доля, или как массовая концентрация - в зависимости от вместимости используемой пипетки для молока - т.е. такое же значение, которое получено при использовании контрольного метода, указанного в ИСО 1211. Способ осуществляют путем отделения молочного жира в бутирометре с помощью центрифугирования после предварительного
35 растворения белка серной кислотой, отделению способствует добавление небольшого количества изоамилового спирта. Градуировка бутирометра позволяет сразу же считывать показатель содержания жира. Метод применим для определения содержания жира в молоке, цельном или частично обезжиренном, сыром или пастеризованном.

Главным недостатком метода является длительность процесса и субъективная оценка
40 результатов анализа (показание должны оценить не менее двух человек), а также трудностью собирания жиров для следующих анализов, например, для анализа состава триацилглицеринов или жирных кислот в молоке методом хроматографии.

Молочный жир в цельном молоке присутствует в форме глобул, которые окружены липопротеиновой мембраной. Молочный жир состоит на 99% из нейтральных липидов:
45 среди них преобладающая группа триацилглицерины (триглицериды), диацилглицерины (1-2%) и очень небольшое количество моноацилглицеринов (<0,1%) вместе с некоторыми стеринами и свободными жирными кислотами. [Rolf Jost "Milk and Dairy Products" Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Wiley-VCH, Weinheim, 2002].

Известно, что есть способы для определения жира в молоке или молочных продуктах, которые заключаются в экстрагировании жиров тем или иным растворителем без проведения гидролиза до получения жирных кислот. Но и при этом необходимо предварительное освобождение жировых шариков от белковых веществ действием сильных кислот, щелочей или раствором натриевых солей.

Альтернатива способу экстракции жиров - удаление влаги в сырье.

Известен способ определения свободного жира в твердообразных продуктах на молочной основе [Патент на изобретение №2527675 С1, МПК G01N 33/06. Способ определения массовой доли свободного жира в твердообразных продуктах на молочной основе с применением вакуумной сушки/ Лепилкина О.В., Смыков И.Т. и др. - заявл. 03.09.2013, опубл. 10.09.2014, Бюл. №25] пробы продукта в бюксе высушивают в вакуумной камере до получения пористой капиллярной структуры, и пятикратно экстрагируют свободной жир в течение одного часа органическим растворителем, сливают экстракт свободного жира после каждой экстракции, выпаривают органический растворитель на водяной бане и определяют массовую долю свободного жира в продукте.

К недостаткам способа относятся:

- невозможность его применения для определения жира в молоке или жидких продуктах, имеющих более 50% влаги, поскольку при процессе высушивания сырья в вакуумной камере невозможно контролировать потери сырья, что приведет к неверным результатам.

Известен способ определения жира в молоке [Авт. свид. СССР №92701, Кл. 42I/5a. Способ весового определения содержания жира в молоке и других продуктах/ Андреевская Л.В., Мулярчук М.Д. - заявл. 04.9.1950]. Согласно этому способу к 5 мл молока добавляют 12-15 г безводного углекислого натрия, затем растирают до состояния сухого порошка и сухой порошок экстрагируют 50 мл бензина. Недостатком указанного способа является применение большого количества соды и трудность полной экстракции жира из образца, поскольку мелкие частицы соды остаются во взвешенном состоянии, и получается мутный, плохо фильтрующийся раствор.

Известен способ определения содержания жира в молоке, описанный в патенте CN107462490 от 2017-12-12. Способ включает следующие этапы: выливают молоко с массой М грамм в емкость, добавляют аммиачную воду в объемном соотношении аммиачной воды и молока равном (1:10) - (1:15), равномерно перемешивают, нагревают на водяной бане в течение 2-10 минут до постоянной температуры 50-70°C, добавляют диэтиловый эфир в соотношении эфира к молоку (3:1) - (4:1), выполняя равномерное перемешивание, добавляют петролейный эфир в объемном соотношении петролейного эфира и диэтилового эфира 1:1, затем выдерживают в течение 30-50 минут, пока надосадочная жидкость не осветлится. Из эфирного слоя объемом V миллилитров отбирают объем эфирного слоя V₁ миллилитров и помещают в колбу с массой М₁ грамм, сушат колбу при 100-105°C, взвешивают, и по полученной массе М₂ грамм вычисляют процентное содержание жира в молоке по формуле $(M_2 - M_1) * V * 100 / M * V_1$.

Задачей изобретения является расширение арсенала способов определения жира в молоке, а именно разработка способа для определения жира в молоке или жидких молочных продуктах с применением лиофильной сушки.

Технический результат заключается в решении поставленной задачи.

Способ определения массовой доли жира в молоке или в жидких продуктах на молочной основе, включающий экстракцию жира петролейным эфиром и расчет

процентного содержания жира в молоке по формуле, в который внесены следующие новые признаки:

- навеску молока массой «а» в бюксе массой M_1 после выдержки в течение трех часов в морозильной камере подвергают лиофильной сушке при минус 40°C и $0,02\text{ Bar}$ в течение не менее 8 часов. При этом перед лиофильной сушкой для предотвращения потерь сырья бюкс с навеской молока желательнее закрывать перфорированной пленкой с размером отверстий не более $0,5\text{ мм}$, что позволит предотвратить потери навески и повысить точность определения массовой доли жира;

- после достижения бюксы с сухим остатком навески молока постоянной массы M_2 проводят при комнатной температуре экстракцию жиров, для чего помещают сухой остаток от навески молока в фарфоровую ступку, пятикратно заливают навеску петролейным эфиром порциями по 10 мл , тщательно растирают смесь фарфоровым пестиком, отстаивают и отделяют экстракт от осадка при помощи шприца;

- все 5 последовательно полученных экстрактов объединяют в одной колбе с массой M_3 объемом 100 см^3 , удаляют петролейный эфир на вакуумном ротационном испарителе и определяют массу колбы с жиром M_4 ;

- массовую долю свободного жира и долю воды рассчитывают по формулам:

$$M_{\text{ж}} = \frac{M_4 - M_3}{a} \times 100$$

$$M_{\text{в}} = \frac{a - (M_2 - M_1)}{a} \times 100$$

где

$M_{\text{ж}}$ - массовая доля жира в продукте, %;

$M_{\text{в}}$ - массовая доля воды в продукте, %;

M_1 - масса исходной бюксы, г;

M_2 - масса бюксы с сухим остатком навески молока, г;

M_3 - масса колбы объемом 100 см^3 , г;

M_4 - масса колбы с жиром, г;

a - масса навески молока, г;

100 - коэффициент пересчета массовой доли жира на 100 г продукта.

Пример 1

Определение массовой доли жира в коровьем молоке.

Масса стеклянного бюкса объемом 40 см^3 после взвешивания на аналитических весах с точностью до четвертого знака после запятой составила $M_1=40,1241\text{ г}$.

Точная масса навески молока «а», помещенная в бюкс, составила $10,0930\text{ г}$. Поместили бюкс в морозильную камеру на 3 часа. Бюкс закрыли перфорированной пленкой с размером отверстий $0,5\text{ мм}$ и лиофильно сушили при минус 40°C и $0,02\text{ Bar}$ в течение 8 часов до получения постоянной массы.

Масса бюксы с высушенной пробой на аналитических весах с точностью до четвертого знака после запятой составила $M_2=41,3004\text{ г}$.

Полностью сухой образец поместили в ступку, пятикратно провели экстракцию жиров в фарфоровой ступке при комнатной температуре путем добавления 10 мл

петролейного эфира, каждый раз тщательно растирая фарфоровым пестиком, и после отстаивания экстракт отделяли от осадка при помощи шприца. Все 5 последовательно полученных экстрактов объединили в одной колбе объемом 100 см³ массой $M_3 = 37.3884$ г.

5 Масса колбы с экстрагированным жиром была определена гравиметрическим способом после отгонки растворителя из объединенного экстракта на вакуумном ротационном испарителе при температуре термостата 30°C и составила $M_4=37.6501$ г.

10 Определили массовую долю жира и воды, подставляя значения M_1, M_2, M_3, M_4 и «а» по формулам:

$$M_{Ж} = \frac{37.6501 - 37.3884}{10.0930} \times 100 = 2.59\%$$

$$15 M_{В} = \frac{10.0930 - (41.3004 - 40.1241)}{10.0930} \times 100 = 88.33\%$$

Жирность коровьего молока составила 2.59 %.

Пример 2

Определение массовой доли жира в козьем молоке.

20 Масса стеклянного бюкса объемом 40 см³ после взвешивания на аналитических весах с точностью до четвертого знака после запятой составила $M_1=42.8126$ г.

Точная масса навески молока «а», помещенная в бюкс, составила 11.3135 г. Бюкс закрыли перфорированной пленкой. Поместили бюкс в морозильную камеру на 3 часа, лиофильно сушили при минус 40°C и 0,02 Ваг в течение 8 часов до получения постоянной

25 массы. Масса бюксы с высушенной пробой на аналитических весах с точностью до четвертого знака после запятой составила $M_2=44.6561$ г

30 Полностью сухой образец поместили в ступку, пятикратно провели экстракцию жиров в фарфоровой ступке при комнатной температуре путем добавления 10 мл петролейного эфира, каждый раз тщательно растирая фарфоровым пестиком, и после отстаивания экстракт отделяли от осадка при помощи шприца. Все 5 последовательно полученных экстрактов объединили в одной колбе объемом 100 см³ массой $M_3 = 36.9842$ г.

35 Масса колбы с экстрагированным жиром была определена гравиметрическим способом после отгонки растворителя из объединенного экстракта на вакуумном ротационном испарителе при температуре термостата 30°C и составила $M_4=37.7361$ г.

Определили массовую долю жира и воды, подставляя значения M_1, M_2, M_3, M_4 и «а» по формулам:

$$40 M_{Ж} = \frac{37.7361 - 36.9842}{11.3135} \times 100 = 6.65\%$$

$$M_{В} = \frac{11.3135 - (44.6561 - 42.8126)}{11.3135} \times 100 = 83.71\%$$

45 Жирность коровьего молока составила 6.65 %.

Пример 3

Аналогичный анализ провели с образцами некоторых производителей молока. Результаты исследований представлены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты определения массовой доли жира и воды в образцах молока

| № | Сорт молока | Жирность (%) | Масса, г | | | Массовая доля, % | |
|---|--------------|--------------|----------|---------------|---------|------------------|-------|
| | | | молока | сухого сырья* | жиров** | жира | воды |
| 1 | Алексеевское | 2.5 | 12.4322 | 1.4910 | 0.3120 | 2.51 | 88.01 |
| 2 | Пармалат | 2.5 | 13.3398 | 1.7454 | 0.2908 | 2.18 | 86.92 |
| 3 | Богдаша | 3.2 | 10.2388 | 1.2987 | 0.3000 | 2.93 | 87.32 |
| 4 | Вологодское | 3.2 | 12.2211 | 1.4978 | 0.3935 | 3.22 | 87.74 |
| 5 | Тема | 3.2 | 10.5546 | 1.3028 | 0.2976 | 2.82 | 87.66 |
| 6 | Крепыш | 3.2 | 10.5574 | 1.2606 | 0.3347 | 3.17 | 88.06 |

* масса сухого сырья = $M_2 - M_1$ (г) и ** масса жира = $M_4 - M_3$ (г).

Как видно из таблицы, способ обеспечивает достаточно высокую точность определения массовой доли жира в молоке, а следовательно, и в жидких продуктах на молочной основе прямым способом без гидролиза масла.

(57) Формула изобретения

1. Способ определения массовой доли жира в молоке или в жидких продуктах на молочной основе, включающий экстракцию жира петролейным эфиром и расчет процентного содержания жира в молоке по формуле, отличающийся тем, что навеску молока массой «а» выдерживают в течение трех часов в морозильной камере, затем подвергают лиофильной сушке в бюксе массой M_1 при минус 40°C и 0,02 Bar в течение не менее 8 часов, после достижения бюксы с сухим остатком навески молока постоянной массы M_2 проводят экстракцию жиров при комнатной температуре, для чего помещают сухой остаток от навески молока в фарфоровую ступку, пятикратно заливают навеску петролейным эфиром порциями по 10 мл, тщательно растирают смесь фарфоровым пестиком, отстаивают и отделяют экстракт от осадка при помощи шприца, после чего все 5 последовательно полученных экстрактов объединяют в одной колбе с массой M_3 объемом 100 см^3 , удаляют петролейный эфирна вакуумном ротационном испарителе и определяют массу колбы с жиром M_4 , амассовую долю свободного жира и долю воды рассчитывают по формулам:

$$M_{\text{Ж}} = \frac{M_4 - M_3}{a} \times 100$$

$$M_{\text{В}} = \frac{a - (M_2 - M_1)}{a} \times 100$$

где

$M_{\text{Ж}}$ - массовая доля жира в продукте, %;

$M_{\text{В}}$ - массовая доля воды в продукте, %;

M_1 - масса исходной бюксы, г;

M_2 - масса бюксы с сухим остатком навески молока, г;

M_3 - масса колбы объемом 100 см^3 , г;

M_4 - масса колбы с жиром, г;

5 а – масса навески молока, г;

100 - коэффициент пересчета массовой доли жира на 100 г продукта.

2. Способ определения массовой доли жира в молоке или в жидких продуктах на
молочной основе по п.1, отличающийся тем, что перед лиофильной сушкой бюкс с
навеской молока закрывают перфорированной пленкой с размером отверстий не более
10 0,5 мм.

15

20

25

30

35

40

45