



УДК 543.544 : 664.36

Газохроматографическое определение жирнокислотного состава заменителей молочного жира и других специализированных жиров

Нифталиев С.И., Мельникова Е.И., Селиванова А.А.

Воронежская государственная технологическая академия, Воронеж

Поступила в редакцию 6.04.2009 г.

Аннотация

Проведен газохроматографический анализ жирнокислотного состава специализированных жировых смесей, применяемых в пищевой промышленности. Идентифицированы растительные масла, использованные для производства спецжиров – соевое, пальмовое, пальмоядровое, кокосовое и подсолнечное. Определены жировые композиции, наиболее полно соответствующие формуле гипотетически идеального жира.

Ключевые слова: жирнокислотный состав, газовая хроматография, пищевые жиры, заменители молочного жира, растительные масла, эталонный жир

Analyses of the fatty-acid compound in the specialized mixed fats applied in the food industry were carried out by the gas chromatography. The vegetable oils used for the manufacture of specialized fatty mixes were identified. It was established that fatty compositions consisted of soybean, palm, palm-kernel, coconut, sunflower-seed oils. The fatty compositions mostly corresponding to the formula of hypothetically perfect fat were determined.

Key words: fatty-acid compound, gas chromatography, food fats, substitutes of dairy fat, vegetable oils, hypothetically perfect fat

Введение

Ввиду сложности разделения жиров и масел на индивидуальные триглицериды, их химические особенности принято характеризовать жирнокислотным составом. Жирнокислотный состав индивидуальных растительных масел, применяемых в молочной промышленности, хорошо изучен. Однако, в последнее время при получении жиросодержащих продуктов все чаще применяют специализированные смеси растительных жиров, качественный и количественный состав которых неизвестен.

Нижний предел массовой доли молочного жира в жировой фазе спредов должен составлять 15 % [1], поэтому жирнокислотный состав заменителей молочного жира имеет весьма существенное значение для получения качественного продукта. Подбор немолочных жиров в производстве спредов осуществляют с учетом органолептических, структурно-механических и функционально-

технологических показателей, пищевой ценности и биологической эффективности таким образом, чтобы они наиболее полно соответствовали эталонному жиру.

Идентификация жирнокислотного состава заменителей молочного жира с последующим подбором рецептур спредов позволит вырабатывать продукт с улучшенными технологическими и функциональными характеристиками.

Фальсификация животных жиров, в т.ч. молочного, – одна из актуальных проблем масложировой отрасли. Замена какого-либо ингредиента приводит к изменению вкуса, аромата, текстуры, срока годности, биологической эффективности и других показателей продукта, нормируемых техническим регламентом [1]. Несмотря на многообразие технологий производства масложировой продукции с заменой жирами растительного происхождения, рецептуры и способы выработки подбираются, как правило, эмпирически, без учета требований современной науки о питании. Это определяет ряд отрицательных моментов: отклонения от традиционных органолептических свойств продукции и более низкая биологическая и питательная ценность аналогов.

Таблица 1. Жирнокислотный состав молочного жира и растительных масел, применяемых в молочной промышленности.

Жирные кислоты	Массовая доля жирных кислот, %						
	Молочный жир	Кокосовое	Пальмоядровое	Пальмовое	Подсолнечное низкоолеиновое	Кукурузное	Соевое
1	2	3	4	5	6	7	8
Масляная (C _{4:0})	2,0 – 5,0	–	–	–	–	–	–
Капроновая (C _{6:0})	1,0 – 3,5	0,4 – 0,6	до 0,8	–	–	–	–
Каприловая (C _{8:0})	0,4 – 2,0	5,8 – 10,2	2,4 – 6,2	–	–	–	–
Каприновая (C _{10:0})	0,8 – 6,5	4,5 – 7,8	2,0 – 5,0	–	–	–	–
Лауриновая (C _{12:0})	0,8 – 4,0	43,0 – 51,0	41,0 – 55,0	0,1 – 0,4	–	до 0,3	–

1	2	3	4	5	6	7	8
Миристиновая (C _{14:0})	7,6 – 14,6	16,0 – 21,0	14,0 – 18,6	0,5 – 2,0	до 0,2	до 0,3	до 0,2
Пальмитиновая (C _{16:0})	20,0 – 38,0	7,5 – 10,0	6,5 – 10,0	39,0 – 47,0	5,6 – 7,6	8,0 – 19,0	8,0 – 13,3
Пальмитолеиновая (C _{16:1})	1,5 – 4,0	0,2 – 1,5	до 0,1	до 0,6	до 0,3	до 0,5	до 0,2
Стеариновая (C _{18:0})	5,5 – 13,7	2,3 – 4,0	1,0 – 3,5	3,5 – 6,0	2,7 – 6,5	0,5 – 4,0	2,4 – 5,4
Олеиновая (C _{18:1})	16,7 – 37,6	5,0 – 10,0	12,0 – 19,0	36,7 – 43,0	14,0 – 39,4	19,0 – 50,0	17,7 – 26,1
Линолевая (C _{18:2})	1,0 – 5,2	1,0 – 2,5	0,8 – 3,4	6,5 – 12,0	18,3 – 75,0	34,0 – 62,0	49,8 – 57,1
Линоленовая (C _{18:3})	0,1 – 2,1	до 0,5	до 0,1	до 0,5	до 0,2	до 2,0	5,5 – 9,5
Арахидиновая (C _{20:0})	0,3 – 1,3	до 0,5	до 0,1	до 1,0	0,2 – 0,4	до 1,0	0,1 – 0,6
Гадолеиновая (C _{20:1})	–	до 0,5	до 0,1	–	до 0,2	до 0,5	до 0,3
Арахидоновая (C _{20:4})	0,2 – 1,7	–	–	–	–	–	–

1	2	3	4	5	6	7	8
Бегеновая (C _{22:0})	до 0,1	до 0,5	до 0,1	–	0,5 – 1,3	до 0,5	0,3 – 0,7
Лигноцериновая (C _{24:0})	–	до 0,5	до 0,1	–	0,2 – 0,3	до 0,5	до 0,4

Из всех природных жиров молочный по химическому составу является самым сложным и уникальным (табл. 1). Особенность жирнокислотного состава молочного жира – наличие низкомолекулярных короткоцепочечных жирных кислот (ЖК). Жиры немолочного происхождения в основном состоят из высокомолекулярных ЖК (табл. 1), поэтому для выбора оптимальной композиции заменителей жира, близкой по составу и свойствам к молочному, целесообразно использовать смесь жиров немолочного происхождения.

При производстве спредов используют подсолнечное, соевое, арахисовое, кукурузное, рапсовое, кокосовое, оливковое, пальмоядровое, пальмовое масла. Сравнительный жирнокислотный состав растительных масел, наиболее часто применяемых в молочной промышленности, приведен в табл. 1 [2 – 5].

Эксперимент

Объекты анализа – специализированные растительные жиры для молочной и кондитерской промышленности СОЮЗ 71, СОЮЗ 103, ЭКОНАТ 1203-34.

Пробоподготовку и определение жирнокислотного состава осуществляли в соответствии с ГОСТ 51483-99 «Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров индивидуальных жирных кислот к их сумме», основанном на превращении триглицеридов жирных кислот в их метиловые эфиры и газохроматографическом анализе последних [6]. Метиловые эфиры имеют более низкую температуру кипения по сравнению с исходными кислотами, что значительно облегчает хроматографирование.

В колбу помещали навеску исследуемого образца жира массой 1 г и добавляли 10 см³ 1 % раствора метилата натрия в метаноле. Присоединяли к колбе обратный холодильник и нагревали до кипения на водяной бане в течение 15 мин, затем в колбу добавляли 13 см³ 1 М раствора серной кислоты в метаноле и нагревали еще 15 мин. После охлаждения под струей воды добавляли 25 см³ дистиллированной воды и содержимое колбы переносили в делительную воронку, экстрагировали 10 см³ гексана 2 раза. Объединенные экстракты промывали дистиллированной водой порциями по 7 см³ до полного удаления кислоты (контролировали метиловым оранжевым). Экстракт сушили фильтрованием через слой безводного сульфата натрия и использовали для испытания. В качестве стандартной применяли смесь метиловых эфиров индивидуальных жирных кислот.

Разделение и идентификацию компонентов заменителей молочного жира СОЮЗ проводили на газовом хроматографе HP 6890 Plus с пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой DB-5ms размером 30 м × 0,25

мм (неподвижная фаза состоит из 5 % дифенила и 95 % диметилполисилоксана, толщина фазы 0,25 мкм). Газ-носитель – гелий (расход 1 см³/мин); программирование температуры: температура T₁ колонки 40 °С (выдержка 1 мин), T₂ от 40 до 210 °С, скорость 15 град/мин, T₃ от 210 до 280 °С, скорость 5 град/мин (20 мин); температура испарителя и интерфейса детектора 280 °С. Объем вводимой пробы составлял 0,2 мкл без деления потока (лайнер HP 5062-3587 splitless).

Анализ жировой композиции ЭКОНАТ 1203-34 выполняли на газовом хроматографе GC AGILENT Technology с пламенно-ионизационным детектором и капиллярной колонкой Supelka размером 100 м × 0,25 мм. В качестве газа-носителя использовали гелий; осуществляли программирование температуры колонки (температура T₁ колонки 50 °С (выдержка 2 мин), T₂ от 50 до 150 °С (4 мин), T₃ 150 °С (4 мин), T₄ от 150 до 250 °С (7 мин), T₅ 250 °С (15 мин); температура испарения и детектора 230 °С; объем вводимой пробы – 1 мкл.

Обсуждение результатов

В исследуемых жировых композициях идентифицированы масляная, капроновая, каприловая, каприновая, капролеиновая, лауриновая, миристиновая, миристолеиновая, пальмитиновая, пальмитолеиновая, стеариновая, олеиновая, линолевая, линоленовая, арахидиновая, бегеновая кислоты (табл. 2). Количественное определение проводили методом внутренней нормировки.

Таблица 2. Жирнокислотный состав исследуемых образцов

Жирные кислоты	Концентрация в образцах, % мас.		
	СОЮЗ 103	СОЮЗ 71	ЭКОНАТ 1203-34
1	2	3	4
Масляная (C _{4:0})	0,74	0,99	–
Капроновая (C _{6:0})	1,42	2,15	–
Каприловая (C _{8:0})	2,39	2,84	0,03
Каприновая (C _{10:0})	5,20	9,81	0,03
Капролеиновая (C _{10:1})	5,74	–	–
Лауриновая (C _{12:0})	12,44	6,31	0,27
Миристиновая (C _{14:0})	12,95	7,68	1,19
Миристолеиновая (C _{14:1})	5,46	4,05	–
Пальмитиновая (C _{16:0})	8,22	3,60	44,95
Пальмитолеиновая (C _{16:1})	–	5,74	0,15
Стеариновая (C _{18:0})	8,26	5,32	4,21
Олеиновая (C _{18:1})	10,69	18,93	37,99
Линолевая (C _{18:2})	9,29	24,87	9,52
Линоленовая (C _{18:3})	10,68	7,72	0,40
Арахидиновая (C _{20:0})	6,51	–	0,42
Бегеновая (C _{22:0})	–	–	0,17
Σ	100,00	100,00	100,00

В результате исследований были получены хроматограммы жировых смесей (рис. 1 – 3).

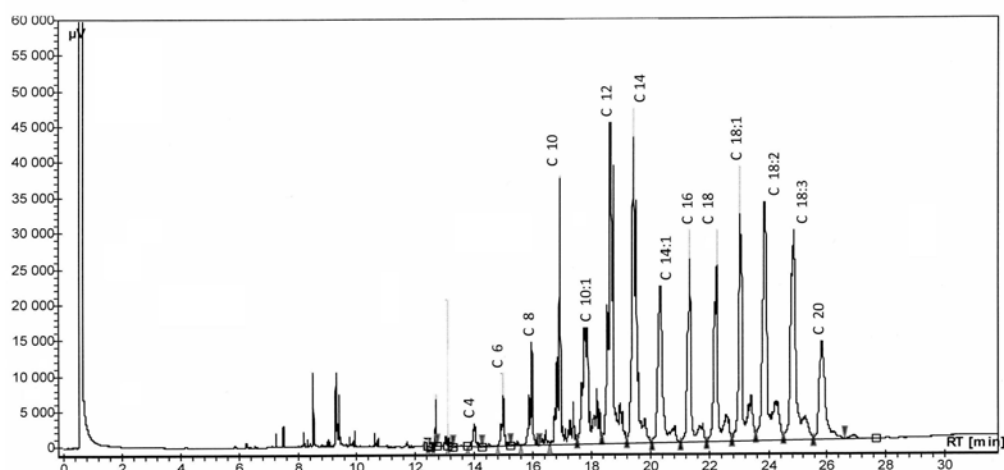


Рис. 1. Хроматограмма заменителя молочного жира СОЮЗ 103

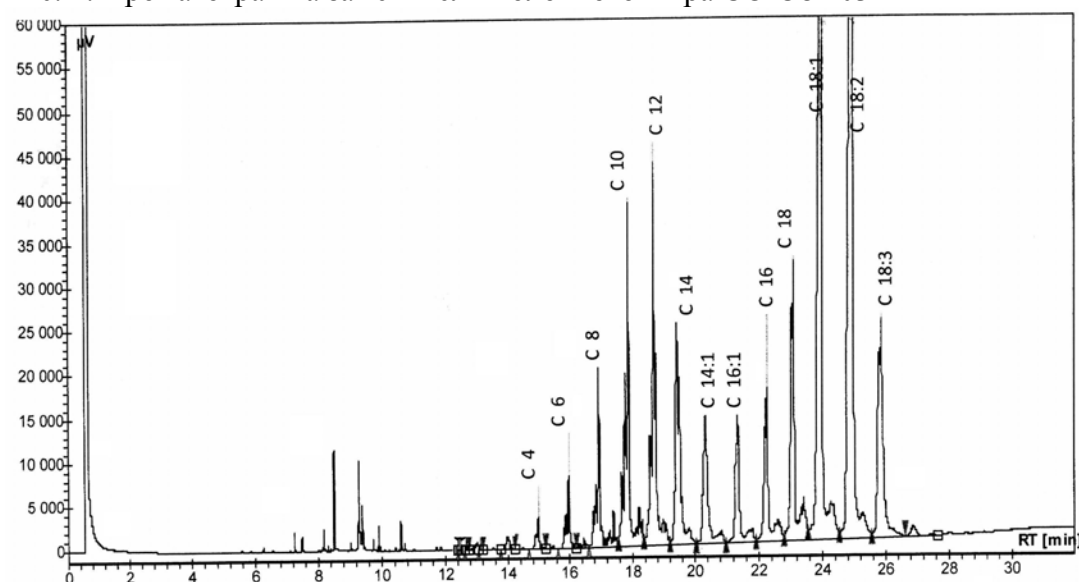


Рис. 2. Хроматограмма заменителя молочного жира СОЮЗ 71

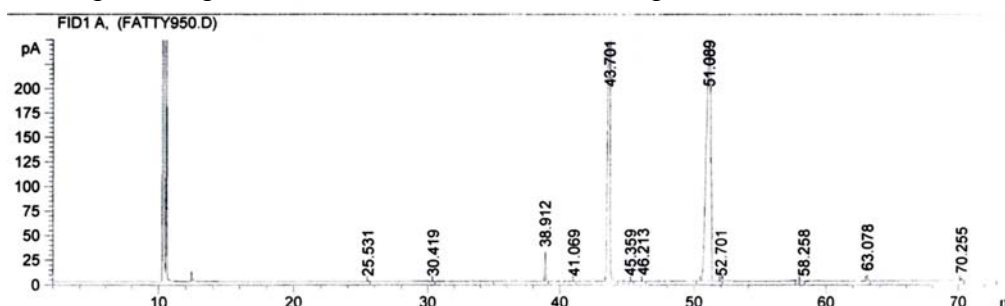


Рис. 3. Хроматограмма кондитерского жира ЭКОНАТ 1203-34

По результатам газохроматографического определения может быть установлена принадлежность исследуемой продукции к одной или нескольким группам растительных масел [7].

Образец жировой смеси СОЮЗ 103 отличается высоким содержанием лауриновой, миристиновой, олеиновой и линоленовой кислот. Довольно большое

количество арахидиновой кислоты (6,51 %) среди рассмотренных образцов наблюдается только в составе композиции СОЮЗ 103.

В жировой смеси СОЮЗ 71 присутствуют каприновая, лауриновая, миристиновая, пальмитолеиновая, стеариновая, олеиновая, линолевая, линоленовая. Образец характеризуется высоким содержанием линолевой (24,87 %) и олеиновой (18,93 %) кислот, такое содержание кислот присуще соевому маслу (табл. 1).

В исследуемых жирах СОЮЗ наблюдается содержание низкомолекулярных жирных кислот $C_6 - C_{12}$ в больших количествах, что свидетельствует о наличии в их рецептурах кокосового, пальмоядрового масел. Причем в спецжире СОЮЗ 71 содержание каприновой кислоты (9,81 %) почти в два раза больше, чем в спецжире СОЮЗ 103; такое количество ЖК не свойственно для пальмоядрового масла. В жировой смеси ЭКОНАТ 1203-34 отсутствуют низкомолекулярные ЖК, что свидетельствует об отсутствии кокосового и пальмоядрового масел.

Для специализированного жира ЭКОНАТ 1203-34 характерно самое высокое среди анализируемых образцов содержание пальмитиновой кислоты (44,95 %), это позволяет сделать вывод о том, что в его рецептуре основным компонентом является пальмовое масло (табл. 1). Жирнокислотный состав этого образца существенно отличается от других (содержание насыщенных и ненасыщенных ЖК практически в равных соотношениях (табл. 3)), данная особенность также является характерным признаком пальмового масла. Олеиновая кислота присутствует в жировой смеси ЭКОНАТ 1203-34 в большом количестве (37,99 %), такое содержание ЖК свойственно подсолнечному маслу.

Количественным выражением биологической эффективности продукта является его соответствие формуле гипотетически идеального жира, разработанной Институтом питания РАМН. Исследуемые жировые смеси были проанализированы по степени их соответствия формуле гипотетически идеального жира (табл. 3).

Таблица 3. Основные показатели гипотетически идеального жира и специализированных жиров

№ показателя	Соотношение содержания жирных кислот	Продукт			
		Идеальный жир	СОЮЗ 103	СОЮЗ 71	ЭКОНАТ 1203-34
1	Отношение ненасыщенных к насыщенным	0,60 – 0,90	0,72	1,58	0,94
2	Отношение линолевой к линоленовой	7,00 – 40,00	0,87	3,22	23,80
3	Отношение линолевой к олеиновой	0,25 – 4,00	0,87	1,31	0,25
4	Отношение суммы олеиновой и линолевой к сумме пентадекановой и стеариновой	0,90 – 1,40	2,42	8,23	11,29

Составом, наиболее полно соответствующим идеальному жиру, среди объектов исследования обладает СОЮЗ 103 (совпадает по первому и третьему показателям, наиболее близок к четвертому).

Заключение

Широкий ассортимент заменителей молочного и других пищевых жиров позволяет сделать выбор в пользу композиций, наиболее полно отвечающих требованиям здорового питания и технологии производства. Для некоторых жировых смесей, применяемых в пищевой промышленности, получены данные о жирнокислотном составе, являющемся исходным критерием качества масложировой продукции. Данные о количестве жирных кислот в образцах была рассмотрена с целью идентификации растительных масел, использованных для производства специализированных жиров. Установлено, что в рецептуры жировых смесей входят соевое, пальмовое, пальмоядровое, кокосовое и подсолнечное масла.

Список литературы

1. Федеральный закон № 90-ФЗ от 24.06.2008 «Технический регламент на масложировую продукцию» // Собрание законодательства РФ, 2008. – № 26. – С. 7875 – 7900.
2. ГОСТ 30623-98 «Масла растительные и маргариновая продукция. Метод обнаружения фальсификации». Масла растительные. Методы анализа. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. – С. 117 – 133.
3. Скурихин И.М., Тутельян В.А. Таблицы химического состава и калорийности российских продуктов питания. М.: ДеЛи принт, 2007. – 276 с.
4. О'Брайен Р. Жиры и масла. Производство, состав и применение. СПб: Профессия, 2007. – 752 с.
5. Касторных М.С., Кузьмина В.А., Пучкова Ю.С. Товароведение и экспертиза пищевых жиров, молока и молочных продуктов. М.: Академия, 2003. – 288 с.
6. ГОСТ 51483-99 «Масла растительные и жиры животные. Определение методом газовой хроматографии массовой доли метиловых эфиров индивидуальных жирных кислот к их сумме». Масла растительные. Методы анализа. М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. – С. 151 – 159.
7. Корнена Е.П., Калманович С.А., Мартовщук Е.В., Терещук Л.В., Мартовщук В.И., Позняковский В.М. Экспертиза масел, жиров и продуктов их переработки. Качество и безопасность. Новосибирск: Сиб. унив. изд-во, 2007. – 272 с.

Нифталиев Сабухи Ильич – д.х.н., проф. зав. кафедрой общей и неорганической химии ВГТА, Воронеж

Мельникова Елена Ивановна – д.т.н., доц., проф. кафедры технологии молока и молочных продуктов, ВГТА тел. (4732) 53-13-09

Селиванова Анна Александровна – асп. кафедры общей и неорганической химии, ВГТА

Niftaliev Sabukhi I. – head of chair of the general and inorganic chemistry, Doctor of Chemistry, Voronezh State Technological Academy, Voronezh, e-mail: sabukhi@gmail.com

Melnikova Elena I. – Doctor of Technical Science, professor of chair of technology of milk and dairy products, Voronezh State Technological Academy, Voronezh

Selivanova Anna A. – post-graduate student of chair of the general and inorganic chemistry, Voronezh State Technological Academy, Voronezh, e-mail: sanna130485@rambler.ru