

УДК: 542.2:543.54:665.12

EDN: LDOYOH

DOI: <https://doi.org/10.47813/2782-2818-2024-4-2-0101-0110>



## Оптимизация пробоподготовки при определении жирнокислотного состава ультрапастеризованного молока

Э. А. Аухадиева, Д. Э. Мусабилов, Е. Е. Зеленковская, М. В. Курилов,  
Э. Н. Усманова

*ФБУН «Уфимский научно-исследовательский институт медицины труда и экологии  
человека», Уфа, Россия*

**Аннотация.** С целью удешевления себестоимости молока некоторые недобросовестные производители изготавливают фальсифицированные молочные продукты, потребление которых может привести к нарушениям в питании: человек получает чувство насыщения, но недополучает макро- и микронутриенты, на которые рассчитывает. Определение жирно-кислотного состава молочной продукции является эффективным методом выявления фальсификации. При ультрапастеризации молоко гомогенизируется под давлением и подвергается обработке при сверхвысокой температуре с последующей асептической упаковкой. Из-за гомогенности ультрапастеризованного молока возникают проблемы с экстракцией жира при проведении хроматографического анализа по определению жирно-кислотного состава. В статье приводятся результаты эксперимента, которые подтверждают, что при предварительном нагревании ультрапастеризованного молока до 45 °С жировая фракция при центрифугировании хорошо разделяется. Для проверки работоспособности методики проведена оценка показателей качества результатов анализа на примере пальмитиновой кислоты, которая показала, что ее метрологические характеристики ниже, чем в базовом нормативном документе (ГОСТ 32915), что позволяет рекомендовать ее к применению на практике.

**Ключевые слова:** метиловые эфиры жирных кислот, жирнокислотный состав, экстракция жира, хроматография, ультрапастеризованное молоко.

**Для цитирования:** Аухадиева, Э. А., Мусабилов, Д. Э., Зеленковская, Е. Е., Курилов, М. В., & Усманова, Э. Н. (2024). Оптимизация пробоподготовки при определении жирнокислотного состава ультрапастеризованного молока. Современные инновации, системы и технологии - Modern Innovations, Systems and Technologies, 4(2), 0101–0110. <https://doi.org/10.47813/2782-2818-2024-4-2-0101-0110>

## Optimization of sample preparation when determining the fatty acid composition of ultra-pasteurized milk

E. A. Aukhadieva, D. E. Musabirov, E. E. Zelenkovskaya, M. V. Kurilov,  
E. N. Usmanova

*Ufa Research Institute of Occupational Health and Human Ecology, Ufa, Russian Federation*

**Abstract.** In order to reduce the cost of milk, some unscrupulous manufacturers produce counterfeit dairy products, the consumption of which can lead to nutritional disorders: a person gets a feeling of fullness, but does not receive the macro- and micronutrients that he expects. Determining the fatty acid composition of dairy products is an effective method for identifying falsification. In ultra-pasteurization, milk is homogenized under pressure and processed at ultra-high temperatures, followed by aseptic packaging. Due to the homogeneity of UHT milk, problems arise with fat extraction when performing chromatographic analysis to determine the fatty acid composition. The article presents the results of an experiment that confirm that when UHT milk is preheated to 45 °C, the fat fraction is well separated during centrifugation. To check the performance of the method, the quality indicators of the analysis results were assessed using the example of palmitic acid, which showed that its metrological characteristics are lower than in the basic regulatory document (GOST 32915), which makes it possible to recommend it for use in practice.

**Keywords:** methyl esters of fatty acids, fatty acid composition, fat extraction, chromatography, UHT milk.

**For citation:** Aukhadieva, E. A., Musabirov, D. E., Zelenkovskaya, E. E., Kurilov, M. V., & Usmanova, E. N. (2024). Optimization of sample preparation when determining the fatty acid composition of ultra-pasteurized milk. *Modern Innovations, Systems and Technologies*, 4(2), 0101–0110. <https://doi.org/10.47813/2782-2818-2024-4-2-0101-0110>

---

### ВВЕДЕНИЕ

Молоко представляет собой легкоусвояемый и энергетически ценный продукт, содержит в своем составе белки, жиры, лактозу, витамины, минеральные вещества, фосфолипиды, органические кислоты, ферменты. Улучшает аппетит и помогает в поддержании кислотно-щелочного баланса в желудке. Молочный белок является источником незаменимых аминокислот [1].

С целью удешевления себестоимости молока некоторые недобросовестные производители изготавливают фальсифицированные молочные продукты, потребление которых может привести к нарушениям в питании: человек получает чувство насыщения, но недополучит те макро- и микронутриенты, на которые рассчитывает [2]. Жирные кислоты, входящие в состав животных и растительных жиров, по химической структуре относятся к органическим карбоновым кислотам и содержат от 12 до 24

углеродных атомов [3]. Определение жирно-кислотного состава (ЖКС) молочной продукции является эффективным методом выявления фальсификации [4, 5].

Существуют различные способы увеличения срока годности молока. Например, пастеризация, стерилизация, ультрапастеризация. При ультрапастеризации молоко гомогенизируется под давлением и подвергается обработке при сверхвысокой температуре до 135-150 °С с последующей асептической упаковкой. При этом получается коммерчески стерильный продукт, который не требует хранения в холодильнике. Во время хранения в липидной фракции ультрапастеризованного молока происходят некоторые химические и биохимические изменения: уменьшается содержание коротко- и среднецепочечных жирных кислот, фолиевой кислоты, витаминов С и группы В, увеличивается концентрация молочной, уксусной, лимонной, пировиноградной, муравьиной, янтарной и щавелевой кислот, частично снижаются показатели цвета, вкуса и запаха [6].

Из-за гомогенности ультрапастеризованного молока возникают проблемы с экстракцией жира при проведении анализа по определению жирно-кислотного состава. В связи с чем целью исследования является оптимизация способа пробоподготовки при определении жирнокислотного состава ультрапастеризованного молока.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Эксперимент проведен на базе ФБУН «Уфимский НИИ медицины труда и экологии человека» с применением хроматографа «Хроматэк-Кристалл 5000». Для идентификации метиловых эфиров жирных кислот (МЭЖК) применена 37-компонентная смесь. Согласно ГОСТ 32915 [7], выделения жировой фазы из молока осуществляется следующим способом: наливают в 2 центрифужные пробирки по 50 мл пробы, помещают в центрифугу и центрифугируют при 10000 оборотах в минуту. Затем, для сокращения трудовых и временных затрат, исходя из литературных источников [8], переносят в пробирку около 0,1 г жира, отстоявшегося в центрифужных пробирках, растворяют в 2 мл гексана, далее наливают в раствор жира в гексане 0,1 мл раствора метилата натрия, закрывают крышку, в течение 2 минут интенсивно перемешивают, спустя 5 минут верхний слой, содержащий МЭЖК, переливают в виалу для дальнейшего анализа на хроматографе.

Экспериментально установлено, что при проведении пробоподготовки ультрапастеризованного молока (с массовой долей жира 3,2%) жировая фаза при центрифугировании практически не выделяется или выделяется в недостаточном количестве. Причиной этого является гомогенизация молока при ультрапастеризации, вследствие чего стабилизируется жировая эмульсия и уменьшается объём жировых шариков и скорость их всплывания. Этот метод применяется для повышения однородности и улучшения стойкости молока при хранении.

Применив общеизвестный принцип сепарирования молока, при осуществлении которого молочное сырьё прогревают до 40-45 °С, перед центрифугированием образец ультрапастеризованного молока в центрифужных пробирках был прогрет в лабораторной электропечи до 45 °С, что позволило эффективному разделению жировой фракции.

## РЕЗУЛЬТАТЫ

Экспериментально установлено, что при предварительном нагревании ультрапастеризованного молока до 45 °С жировая фракция при центрифугировании хорошо разделяется.

Определены концентрации МЭЖК в жировой фазе исследуемого образца ультрапастеризованного молока. Хромотограмма представлена на рисунке.

Исследование проведено в 16 параллельных измерениях, результаты одной параллели представлены в таблице 1. Выявлено, что образец молока соответствует требованиям нормативного документа [9].

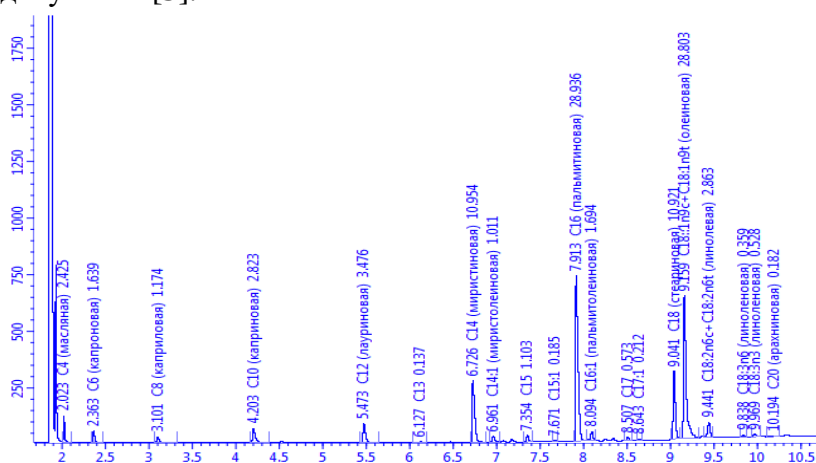


Рисунок 1. Хромотограмма МЭЖК жировой фазы исследуемого образца молока.

Figure 1. FAME chromatogram of the fat phase of the milk sample under study.

Таблица 1. Жирнокислотный состав исследуемого образца молока.

Table 1. Fatty acid composition of the studied milk sample.

| Наименование<br>жирной кислоты | Массовая доля жирной кислоты,<br>% от суммы жирных кислот |                     |                     | Нормативы по<br>ГОСТ Р 58340-<br>2019 [7] |
|--------------------------------|-----------------------------------------------------------|---------------------|---------------------|-------------------------------------------|
|                                | Первое<br>измерение                                       | Второе<br>измерение | Среднее<br>значение |                                           |
| Масляная                       | 2,43                                                      | 2,43                | 2,43±0,40           | 2,4-4,2                                   |
| Капроновая                     | 1,64                                                      | 1,54                | 1,59±0,40           | 1,5-3,0                                   |
| Каприловая                     | 1,17                                                      | 1,10                | 1,14±0,40           | 1,0-2,0                                   |
| Каприновая                     | 2,82                                                      | 2,71                | 2,77±0,40           | 2,0-3,8                                   |
| Лауриновая                     | 3,48                                                      | 3,39                | 3,44±0,40           | 2,0-4,4                                   |
| Миристиновая                   | 10,95                                                     | 10,90               | 10,93±2,20          | 8,0-13,0                                  |
| Миристолеиновая                | 1,01                                                      | 1,01                | 1,01±0,40           | 0,6-1,5                                   |
| Пальмитиновая                  | 28,94                                                     | 28,89               | 28,92±2,20          | 21,0-32,0                                 |
| Пальмитолеиновая               | 1,69                                                      | 1,73                | 1,71±0,40           | 1,3-2,4                                   |
| Стеариновая                    | 10,92                                                     | 11,05               | 10,99±2,20          | 8,0-13,5                                  |
| Олеиновая                      | 28,80                                                     | 28,97               | 28,89±2,20          | 20,0-32,0                                 |
| Линолевая                      | 2,86                                                      | 2,92                | 2,89±0,40           | 2,4-5,0                                   |
| Линоленовая                    | 0,89                                                      | 0,88                | 0,89±0,20           | До 1,5                                    |
| Арахидовая                     | 0,18                                                      | 0,16                | 0,17±0,40           | До 0,3                                    |
| Бегеновая                      | Менее 0,10                                                | Менее 0,10          | Менее 0,10          | До 0,1                                    |
| Прочие                         | 2,57                                                      | 2,63                | 2,60±0,40           | 2,5-6,5                                   |

## ОБСУЖДЕНИЕ

Для проверки работоспособности методики проведена оценка показателей качества результатов анализа на примере пальмитиновой кислоты (таблица 2) согласно РМГ 76-2014 [8]. Условные обозначения:  $X$  – результат единичного анализа, результат контрольного определения;  $\bar{X}$  – результат анализа, результат контрольного измерения;  $\overline{\bar{X}}$  – среднеарифметическое значение;  $n$  – количество параллельных измерений;  $t_n$  – предел повторяемости;  $\sigma_t$  – среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа, полученных по методике в условиях повторяемости;  $\sigma_{tл}$  – среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа, полученных в условиях повторяемости, в конкретной лаборатории;  $u_{gl}$  – стандартная неопределенность;  $R$  – предел воспроизводимости;  $\sigma_R$  – среднее квадратическое отклонение всех результатов анализа;  $R_l$  – предел внутрилабораторной прецизионности;  $\sigma_{Rл}$  – среднее квадратическое отклонение результатов анализа, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности; СКО – среднее квадратическое отклонение;  $S_r$  – СКО повторяемости [10].

Подставив полученные значения в формулу, производим расчет среднего арифметического значения, а также выборочную дисперсию (таблица 2):

$$S_l^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (X_{li} - \bar{X}_l)^2}{n-1}$$

Теперь, с применением критерий Кохрена, на базе полученных значений выборочных дисперсий проверяем гипотезу о равенстве генеральных дисперсий. Итак, получается,  $G_{\text{расч}}=0,151$ ,  $G_{\text{табл}}=0,452$ . Значит, дисперсии однородны ( $G_{\text{расч}} < G_{\text{табл}}$ ). Это дает возможность оценить  $S_r$  (среднеквадратическое отклонение повторяемости) с применением формулы:

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{l=1}^L S_l^2}{L}}$$

Расчеты показывают, что  $S_r=0,32$ . Исходя из РМГ 76-2014,  $\sigma_{r,l} = S_r$ , из чего следует, что  $\sigma_{r,l}=0,32$ . Значение показателя повторяемости равно:  $r=2,77 \cdot S_r=2,77 \cdot 0,32=0,89\%$ . Полученная приписанная характеристика расхождения значений параллельных измерений (0,89%), а приписанная характеристика расхождения (по ГОСТ 32915) в диапазоне от 5,00% и более составляет 1,00%.  $0,89 < 1,00$ .

Таблица 2. Средние арифметические значения и выборочная дисперсия результатов анализа.

Table 2. Arithmetic means and sample variance of analysis results.

| Номер<br>серии<br>( $l=1,..., L$ ) | Результаты<br>параллельных<br>измерений $X_{li}$ |       | Среднее<br>арифметическое<br>результатов<br>определений<br>$\bar{X}_l$ | Выборочная<br>дисперсия<br>результатов<br>параллельных<br>определений<br>$S_l^2$ | $(\bar{X}_l - \bar{\bar{X}})^2$ |
|------------------------------------|--------------------------------------------------|-------|------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------|
|                                    | $X_1$                                            | $X_2$ |                                                                        |                                                                                  |                                 |
| 1                                  | 28,94                                            | 28,89 | 28,92                                                                  | 0,0013                                                                           | 0,0001                          |
| 2                                  | 29,20                                            | 28,70 | 28,95                                                                  | 0,1250                                                                           | 0,0019                          |
| 3                                  | 28,91                                            | 28,82 | 28,87                                                                  | 0,0040                                                                           | 0,0017                          |
| 4                                  | 29,00                                            | 28,63 | 28,82                                                                  | 0,0685                                                                           | 0,0084                          |
| 5                                  | 29,13                                            | 28,78 | 28,96                                                                  | 0,0612                                                                           | 0,0023                          |
| 6                                  | 29,15                                            | 29,49 | 29,32                                                                  | 0,0578                                                                           | 0,1709                          |
| 7                                  | 28,92                                            | 28,41 | 28,67                                                                  | 0,1301                                                                           | 0,0584                          |
| 8                                  | 29,15                                            | 28,81 | 28,98                                                                  | 0,0578                                                                           | 0,0054                          |
| 9                                  | 29,00                                            | 28,46 | 28,73                                                                  | 0,1458                                                                           | 0,0312                          |

|    |       |       |       |        |        |
|----|-------|-------|-------|--------|--------|
| 10 | 28,92 | 28,67 | 28,80 | 0,0313 | 0,0124 |
| 11 | 29,14 | 28,74 | 28,94 | 0,0800 | 0,0011 |
| 12 | 28,19 | 28,89 | 28,54 | 0,2450 | 0,1344 |
| 13 | 29,44 | 28,76 | 29,10 | 0,2312 | 0,0374 |
| 14 | 29,05 | 28,76 | 28,91 | 0,0420 | 0,0000 |
| 15 | 28,84 | 29,48 | 29,16 | 0,2048 | 0,0642 |
| 16 | 29,13 | 28,61 | 28,87 | 0,1352 | 0,0013 |

$S_R=0,32$ . Проверка средних значений на наличие выбросов по критерию Граббса производится по формулам:

$$GR_{\max} = \frac{\bar{X}_{\max} - \bar{\bar{X}}}{S_R} \quad GR_{\min} = \frac{\bar{\bar{X}} - \bar{X}_{\min}}{S_R}$$

$GR_{\max}=2,197$ ,  $GR_{\min}=1,948$ ,  $GR_{\text{табл}}=2,585$ .  $GR < GR_{\text{табл}}$ , что говорит об отсутствии выбросов.

$СКО_{\sigma_{RЛ}}=S_R$  (исходя из РМГ 76-2014). Исходя из вычислений,  $\sigma_{RЛ}=0,19$ .  $R_{Л}=2,77 \cdot \sigma_{RЛ}=2,77 \cdot 0,19=0,52\%$ . Предел воспроизводимости (по ГОСТ 32915) в диапазоне от 5,00% и более составляет 3,00%.  $0,52 < 3,00$ .

Для расчета границы абсолютной погрешности применяем формулу:  $\Delta_{Л}=1,96 \cdot \sigma_{RЛ}=1,96 \cdot 0,19=0,37\%$ . Приписанная характеристика погрешности испытаний (по ГОСТ 32915) в определяемом диапазоне составляет 2,20%.  $0,37 < 2,20$ .

Исходя из результатов вычислений,  $r < r_{Л}$  ( $0,89 < 1,00$ ),  $R < R_{Л}$  ( $0,52 < 3,00$ ),  $\Delta_{Л} < \Delta$  ( $0,37 < 2,20$ ), прогревание ультрапастеризованного молока до 45 °С перед центрифугированием можно рекомендовать как эффективный способ для отделения жировой фракции при определении жирнокислотного состава.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предлагается эффективный способ отделения жировой фракции ультрапастеризованного молока при определении жирнокислотного состава. Проведенная оценка показателей качества результатов анализа при реализации методики показала, что ее метрологические характеристики ниже, чем в ГОСТ 32915, что позволяет рекомендовать ее к применению на практике.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- [1] Касторных М.С., Кузьмина В.А., Пучкова Ю.С. и др. Товароведение и экспертиза пищевых жиров, молока и молочных продуктов. М.: ИЦ «Академия». 2003; 168-169.
- [2] Комин А.Э., Ким И.Н., Бородин И.И. О распространенных способах фальсификации молочных продуктов. Технологии пищевой и перерабатывающей промышленности АПК – продукты здорового питания. 2021; 2: 18-25.
- [3] Степычева Н.В., Фудько А.А. Купажированные растительные масла с оптимизированным жирно-кислотным составом. Химия растительного сырья. 2011; 2: 27-33.
- [4] Дунин С.А., Пивоваров Ю.В., Зенин В.А., Вьюнсковская О.В. Контроль качества молочной продукции по жирнокислотному составу. Контроль качества продукции. 2012; 5: 18-23.
- [5] Святкина Л.И., Андрухова В.Я. О фальсификации молочной продукции. Молочная промышленность. 2011; 10: 39-40.
- [6] Muhammad Ajmal, Muhammad Nadeem<sup>1</sup>, Muhammad Imran and Muhammad Junaid. Lipid compositional changes and oxidation status of ultra-high temperature treated Milk. Lipids in Health and Disease. 2018; 17:227. <https://doi.org/10.1186/s12944-018-0869-3>
- [7] ГОСТ 32915-2014. Молоко и молочная продукция. Определение жирнокислотного состава жировой фазы методом газовой хроматографии.
- [8] Аухадиева Э.А., Зеленковская Е.Е., Даукаев Р.А., Афонькина С.Р., Аллаярова Г.Р., Мусабилов Д.Э. Оптимизация методики определения жирнокислотного состава молочной продукции. Современные инновации, системы и технологии - Modern Innovations, Systems and Technologies. 2023; 3 (3): 0401-0410. <https://doi.org/10.47813/2782-2818-2023-3-3-0401-0410>
- [9] ГОСТ Р 58340-2019. Молоко и молочная продукция. Метод отбора проб с торговой полки и доставки проб в лабораторию.
- [10] РМГ 76-2014. Рекомендации по межгосударственной стандартизации. Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов химического анализа.

## REFERENCES

- [1] Kastorny`kh M.S., Kuz`mina V.A., Puchkova YU.S. i dr. Tovarovedenie i e`kspertiza

pishhevy`kh zhirov, moloka i molochny`kh produktov. M.: IC «Akademiya». 2003; 168-169 (in Russian).

[2] Komin A.E., Kim I.N., Borodin I.I. O rasprostranenny`x sposobax fal`sifikacii molochny`x produktov. Tekhnologii pishhevoj i pererabaty`vayushhej promy`shlennosti APK – produkty` zdorovogo pitaniya. 2021; 2: 18-25.

[3] Stepy`cheva N.V., Fud`ko A.A. Kupazhirovanny`e rastitel`ny`e masla s optimizirovanny`m zhirno-kislotny`m sostavom. Ximiya rastitel`nogo sy`r`ya. 2011; 2: 27-33.

[4] Dunin S.A., Pivovarov YU.V., Zenin V.A., V'yunskovskaya O.V. Kontrol' kachestva molochnoj produktsii po zhirokislotnomu sostavu. Kontrol' kachestva produktsii. 2012; 5: 18-23 (in Russian).

[5] Svyatkina L.I., Andrukhova V.YA. O fal`sifikatsii molochnoj produktsii. Molochnaya promyshlennost'. 2011; 10: 39-40 (in Russian).

[6] Muhammad Ajmal, Muhammad Nadeem<sup>1</sup>, Muhammad Imran and Muhammad Junaid. Lipid compositional changes and oxidation status of ultra-high temperature treated Milk. Lipids in Health and Disease. 2018; 17:227. <https://doi.org/10.1186/s12944-018-0869-3>

[7] GOST 32915-2014. Moloko i molochnaya produktsiya. Opredelenie zhirokislotnogo sostava zhirovoj fazy metodom gazovoj khromatografii.

[8] Aukhadieva E.A., Zelenkovskaya E.E., Daukaev R.A., Afon`kina S.R., Allayarova G.R., Musabirov D.E. Optimizatsiya metodiki opredeleniya zhirokislotnogo sostava molochnoj produktsii. Sovremenny`e innovatsii, sistemy` i tekhnologii - Modern Innovations, Systems and Technologies. 2023; 3 (3): 0401-0410. <https://doi.org/10.47813/2782-2818-2023-3-3-0401-0410>

[9] GOST R 58340-2019. Moloko i molochnaya produktsiya. Metod otbora prob s torgovoj polki i dostavki prob v laboratoriyu.

[10] RMG 76-2014. Rekomendatsii po mezhgosudarstvennoj standartizatsii. Gosudarstvennaya sistema obespecheniya edinstva izmerenij. Vnutrennij kontrol' kachestva rezul'tatov khimicheskogo analiza.

#### ИНФОРМАЦИЯ ОБ АВТОРАХ / INFORMATION ABOUT THE AUTHORS

**Аухадиева Эльвира Ахатовна**, младший научный сотрудник ФБУН «Уфимский НИИ медицины труда и экологии человека», Уфа, Россия

**Elvira Aukhadieva**, Junior Researcher, Ufa Research Institute of Occupational Health and Human Ecology, Ufa, Russia

**Мусабилов Дмитрий Эдуардович**, младший научный сотрудник ФБУН «Уфимский НИИ медицины труда и экологии человека», Уфа, Россия

**Dmitry Musabirov**, Junior Researcher, Ufa Research Institute of Occupational Health and Human Ecology, Ufa, Russia

**Зеленковская Евгения Евгеньевна**, младший научный сотрудник ФБУН «Уфимский НИИ медицины труда и экологии человека», Уфа, Россия

**Evgenia Zelenkovskaya**, Junior Researcher, Ufa Research Institute of Occupational Health and Human Ecology, Ufa, Russia

**Курилов Михаил Викторович**, младший научный сотрудник ФБУН «Уфимский НИИ медицины труда и экологии человека», Уфа, Россия

**Mikhail Kurilov**, Junior Researcher, Ufa Research Institute of Occupational Health and Human Ecology, Ufa, Russia

**Усманова Эльза Наилевна**, младший научный сотрудник ФБУН «Уфимский НИИ медицины труда и экологии человека», Уфа, Россия

**Elsa Usmanova**, Junior Researcher, Ufa Research Institute of Occupational Health and Human Ecology, Ufa, Russia

*Статья поступила в редакцию 02.04.2024; одобрена после рецензирования 10.04.2024; принята к публикации 13.04.2024.*

*The article was submitted 02.04.2024; approved after reviewing 10.04.2024; accepted for publication 13.04.2024.*