

УДК 543: 1.06:637.344

МУЛЬТИСЕНСОРНЫЙ АНАЛИЗ ОСМОФОРИЧЕСКИХ ВЕЩЕСТВ ТВОРОЖНОЙ СЫВОРОТКИ

Боева С.Е., Коренман Я.И., Мельникова Е.И., Нифталиев С.И.

Государственная технологическая академия, Воронеж

Подробная информация об авторах размещена на сайте

«Учёные России» - <http://www.famous-scientists.ru>

Газохроматографически идентифицированы индивидуальные осмофорические вещества творожной сыворотки, формирующие ее специфический запах. Анализ газовой фазы проводили с применением мультисенсорной системы на основе 9 модифицированных пьезокварцевых резонаторов с последующей обработкой аналитических сигналов цифровым измерительным комплексом.

Перспективное направление в создании функциональных пищевых продуктов нового поколения связано с применением творожной сыворотки, что обусловлено ее составом, биологической и пищевой ценностью. Кроме того, реализация данного направления позволяет повысить уровень ресурсосбережения и экологической безопасности производства молочно-белковой продукции. Решение задачи затруднено негативными органолептическими показателями сыворотки (специфический вкус и запах), которые формируются в результате сложных ферментативных процессов, протекающих при производстве творога [1].

Запах, вкус и аромат молока и молочных продуктов обуславливают различные группы химических соединений, образующихся в результате превращений углеводов, аминокислот и жира молока при технологической обработке и хранении. Сведения об осмофорических веществах, обуславливающих специфический вкус и запах творожной сыворотки, отсутствуют.

Индивидуальные осмофорические соединения творожной сыворотки идентифицировали газохроматографическим методом. Пробоподготовка при определении состава смеси жирных кислот сыворотки заключалась в приготовлении из анализируемой пробы раствора метиловых эфиров жирных кислот, стандарт – смеси метиловых эфиров определяемых кислот (ос.ч).

Условия хроматографирования: газовый хроматограф «Цвет-500»; детектор пламенно-ионизационный; капиллярная колонка SCOT, длина 60 м; неподвижная

фаза SE - 30 (силоксановый эластомер – слабополярная высокотемпературная кремнийорганическая фаза); температуры детектора 250 °С, инжектора 200 °С, колонки от 60 до 150 °С (программирование); скорость воздуха 300 см³/мин, газаносителя (гелий) 30 см³/мин, водорода 30 см³/мин; объем вводимой пробы 1 мкл. Хроматограммы обрабатывали с применением программного обеспечения «Цвет-Аналитик».

Идентифицированы масляная, миристиновая, миристиновая, пальмитиновая, стеариновая и олеиновая кислоты, этанол, бутанол-1, бутанол-2, а также ацетон, метилэтилкетон, ацетальдегид, этилацетат. Для количественного определения идентифицированных осмофорических соединений сыворотки применяли метод внутренней нормализации [6].

Присутствие в сыворотке масляной кислоты в определенных концентрациях вызывает формирование липолизного (прогорклого) запаха; миристиновая, миристиновая, пальмитиновая, стеариновая и олеиновая кислоты обуславливают липолизный (затхлый) вяжущий запах, ацетон – сладкий силосный; этанол – сладкий ванильный; бутанол – 1 и бутанол – 2 – сладкий эфирный; этилацетат – сладкий фруктовый запах [5].

Наибольшим содержанием в ряду жирных кислот характеризуется масляная кислота, среди других осмофорических компонентов – ацетальдегид и этилацетат. Эти соединения отличаются различными пороговыми концентрациями, которые оп-

ределяет органолептические показатели сыворотки.

Ацетальдегид, этилацетат и масляная кислота характеризуются наиболее низкими пороговыми концентрациями среди идентифицированных осмофорических соединений творожной сыворотки [5]. Анализ данных о количественном содержании и пороговых концентрациях осмофорических веществ приводит к выводу, что эти соединения относятся к важнейшим компонентам, формирующим специфический запах сыворотки.

Анализ газовой фазы осмофорических компонентов сыворотки проводили с применением мультисенсорной системы на основе 9 масс-метрических пьезорезонансных сенсоров. Для измерения и обработки аналитических сигналов применяли 9-канальный цифровой измерительный комплекс, интервал между фиксированием сигналов 1 с. Устройство подключали к компьютеру через последовательный интерфейс RS-232 C. В качестве модификаторов электродов пьезосенсоров применяли полиэтиленгликоль-2000 и его эфиры (сукцинат, себацинат, адипинат), полистирол, тритон X-100, апиезон-L, бис (2-цианэтиловый) эфир, дициклогексано-18-краун-6.

Мультисенсорная ячейка детектирования изготовлена из нержавеющей стали в виде цилиндрического сосуда с герметично завинчивающейся крышкой (по кругу расположены панели для 9 сенсоров) и съемным основанием. Для обеспечения герметичности резьбового соединения крышки и основания с цилиндром имеются два резиновых кольца. Корпус ячейки снабжен тремя патрубками: один предназначен для ввода анализируемой пробы, второй – для ввода газа-носителя (воздух) при регенерации сорбента (приведение сенсоров в рабочее состояние), третий – для вывода газа-носителя. Патрубки герметично закрываются полиуретановыми прокладками и прижимными заглушками.

Для осушки и улавливания паров примесей органических и неорганических веществ разных классов из лабораторного воздуха применяли трубку с зернами силикагеля (0,25 – 0,50 мм). Силикагель (1 г) почти полностью насыщается парами воды

после пропускания 10 – 20 л воздуха. Силикагель регенерировали прокаливанием при 600 °С.

Индивидуальные датчики мультисенсорной системы характеризуются перекрестной чувствительностью по отношению к различным осмофорическим веществам и воспроизводимостью аналитических сигналов пьезосенсоров. В ряду единичных сенсоров при экспонировании в парах равновесной газовой фазы ацетальдегида максимальным откликом (аналитический сигнал ΔF , Гц) характеризуются *b*-аланин, полиэтиленгликоль себацинат и тритон X-100; для изученных кетонов и спиртов – полиэтиленгликоль себацинат и тритон X-100; для масляной кислоты – *b*-аланин; для этилацетата – апиезон-L, полиэтиленгликоль себацинат, тритон X-100 и дициклогексано-18-краун-6 [4].

Масса модификатора относится к наиболее значимым параметрам, влияющим на чувствительность, надежность и стабильность работы пьезосенсора в статических условиях сорбции [2]. Оптимальные массы модификаторов ($m_{\text{опт}}$), обеспечивающие значимый аналитический сигнал и минимальную погрешность определения для каждой системы сорбат – сорбент, устанавливали экспериментально, для изученных систем $m_{\text{опт}} = 10 - 20$ мкг [3].

Для удаления растворителя (ацетон, хлороформ, этанол, вода) пьезосенсоры выдерживали в сушильном шкафу (40 – 45 °С, 20 – 30 мин [2]) с последующим охлаждением в эксикаторе. Полноту удаления растворителя контролировали по стабильности работы сенсора. Показатель стабильности – сдвиг частоты колебаний в течение 1 мин, не превышающий 2 Гц [2].

По результатам анализа в идентичных условиях построены визуальные «образы» равновесных газовых фаз осмофорических компонентов творожной сыворотки. Форма визуального «образа» каждого компонента индивидуальна и не зависит от его концентрации. При сорбции геометрия визуального «образа» меняется в соответствии с изменением сигналов модифицированных пьезокварцевых резонаторов.

Дальнейшие исследования связаны с мультисенсорным анализом многокомпонентной газовой смеси осмофорических веществ сыворотки с целью обоснованного выбора ингредиентов, образующих системы с заданными органолептическими показателями, а также для разработки экспрессного способа прогнозирования храноспособности творожной сыворотки.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Жидков В.Е. Научно-технические основы биотехнологии альтернативных вариантов напитков из молочной сыворотки. Ростов - на - Дону: Изд-во СКНЦ ВШ. 2000. 144 с.
2. Коренман Я.И., Кочетова Ж.Ю.,

Кучменко Т.А. // Журн. прикл. химии. 2002. Т. 75. № 11. С. 1869.

3. Коренман Я.И., Мельникова Е.И., Нифталиев С.И., Чубирко М.И., Светолунова С.Е. // Изв. вузов. Химия и хим. технология. 2004. Т. 47. № 10. С.140.

4. Коренман Я.И., Мельникова Е.И., Светолунова С.Е., Нифталиев С.И. // Хим. технология. 2006. № 2. С. 41.

5. Шидловская В.П. Органолептические свойства молока и молочных продуктов. М.: Колос. 2002. 280 с.

6. Korenman Ya.I., Melnikova E.I., Niftaliev S.I., Bueva S.E., Dunchenko N.I. // Int. Congress Anal. Sci. Moscow, 2006. V. 2. P. 422.

THE MULTISENSOR ANALYSIS OF AROMAFORMING SUBSTANCES OF DIARY WHEY

Bueva S.E., Korenman Ya.I., Melnikova E.I., Niftaliev S.I.
State Academy of Technology, Voronezh

Aromaforming substances of diary whey by gas chromatography was identified. For analysis of gas phase the multisensor system based on 9 modified piezoquartz resonators was applied. For measuring and treatment of sensor analytical signals figuring measuring complex was applied.