УДК 637.073
DOI: 10.31515/1019-8946-2023-02-31-33

Ультразвуковые и инфракрасные анализаторы
особенности применения

Ольга Валентиновна Лепилкина, д-р техн. наук, главный научный сотрудник, заведующая отделом физической химии
Ирина Вячеславовна Логинова, канд. техн. наук, старший научный сотрудник
ВНИИМС – филиал ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В.М.Горбатова» РАН
E-mail: lepilkina_vniims@mail.ru

Рассмотрены особенности использования инфракрасных и ультразвуковых анализаторов состава молока и молочных продуктов. Подчеркнута необходимость проведения корректировки заводских градуировок приборов путем сравнения с результатами измерения арбитражными (контрольными) методами или с использованием контрольных проб (стандартных образцов) молока с известными значениями измеряемых показателей. Рассмотрены проблемы, связанные с условностью установленного значения контрольной температуры замерзания молока, равного минус 0,520 °С, единого для всех регионов России. Во избежание получения ложноположительных результатов при определении наличия в молоке добавленной воды рекомендовано каждому предприятию установить реальную среднюю температуру замерзания молока для своей сырьевой зоны.

Ключевые слова: *анализаторы, состав молока, ультразвуковые колебания, инфракрасный спектр, градуировка, корректировка показаний, температура замерзания.*

Lepilkina O.V., Loginova I.B. Ultrasonic and infrared analyzers: application features
All-Russian Scientific Research Institute of Buttermaking and Cheesemaking – Branch of V.M.Gorbatov Federal Research Center for Food Systems RAS

The features of the use of infrared and ultrasonic analyzers of the composition of milk and dairy products are considered. The necessity of adjusting the factory calibrations of instruments by comparing them with the results of measurement by arbitration (control) methods or using control samples (standard samples) of milk with known values of the measured indicators is emphasized. The problems associated with the conditionality of the established value of the control freezing temperature of milk equal to minus 0,520 °C, which is the same for all regions of Russia, are considered. In order to avoid obtaining false positive results of determining the presence of added water in milk, it is recommended that each enterprise establish a real average milk freezing temperature for its raw material zone.
Key words: *analyzers, milk composition, ultrasonic vibrations, infrared spectrum, graduation, correction of readings, freezing point.*

Ультразвуковые (УЗ) и инфракрасные (ИК) анализаторы состава молока получили широкое распространение в молочной промышленности. Они позволяют проводить измерения в экспресс-режиме, что важно при приемке молока на молокоперерабатывающем предприятии, когда нужно быстро определить его пригодность для переработки [1–3].

Методы измерения массовых долей основных компонентов молока и молочных продуктов, заложенные в основу УЗ- и ИК-анализаторов, не являются прямыми. В УЗ-анализаторах измеряется скорость распространения ультразвуковых колебаний в молоке, которая зависит от его состава. Действие ИК-анализаторов основано на свойстве разных компонентов молока (жира, белка, лактозы и воды) избирательно поглощать (или пропускать, или отражать) инфракрасное излучение на определенных, присущих только этому компоненту длинах волн. По сравнению с УЗ-анализаторами эти приборы более сложные, а потому и более дорогие. Если УЗ-анализаторы предназначены только для контроля молока (сырого, пастеризованного, восстановленного, некоторые модели — еще и сливок), то с помощью ИК-анализаторов можно проводить измерения на различных объектах, в том числе твердообразных (сырах, плавленых сырах, твороге), после подготовки проб, обеспечивающей их гомогенность.

По сути ИК-анализаторы являются инфракрасными спектрометрами — приборами для регистрации и записи инфракрасного спектра поглощения, или спектра пропускания, или спектра отражения веществ. Снятые спектры нужно расшифровать, чтобы определить, какие вещества и в каком количестве находятся в продукте. Это осуществляется с помощью программы, которая анализирует характеристики спектров и переводит полученные результаты в процентное содержание измеряемых компонентов. Для того чтобы провести такой пересчет, нужно знать коэффициенты, связывающие состав исследуемого продукта с его спектром. Процедуру определения коэффициентов и набор полученных значений называют градуировкой ИК-анализатора.

Градуировку проводят, соотнося характеристики снятых спектров с результатами анализов, выполненных контрольными (арбитражными) методами. Для этого используют или набор проб продукта, отличающихся друг от друга по тому или иному компоненту в широком диапазоне массовых долей, или стандартные образцы с аттестованными значениями массовых долей жира, белка, сухих веществ, лактозы [4]. После этого строится градуировочная зависимость, по которой определяются коэффициенты пересчета, вводимые затем в программу прибора.

Изготовители ИК-анализаторов эту функцию берут на себя и предоставляют вместе с прибором базовые градуировки, которые являются частью программного обеспечения прибора. В приобретенном приборе пользователю необходимо проверить базовые градуировки и в случае необходимости выполнить их корректировку по контрольным пробам продукта (стандартным образцам) с известными значениями измеряемых показателей. Если будут обнаружены отклонения от этих значений, превышающие предел повторяемости и пределы абсолютной погрешности метода, в градуировочную модель следует внести поправочные коэффициенты. Точность результатов последующих измерений будет напрямую связана с

качеством проведенной градуировки, а также ее корректировки, если это требуется.

Стоит отметить, что метод инфракрасной спектроскопии, положенный в основу работы ИК-анализаторов, считается одним из наиболее точных экспресс-методов анализа состава продуктов. Он используется не только в молочной промышленности. ИК-спектрометры применяются для анализа зерна, мясных продуктов и другой продукции пищевых производств. По отзывам предприятий, которые пользуются этими приборами, сотрудники лаборатории довольны скоростью и точностью результатов, а также возможностью одновременного измерения комплекса показателей состава продукта.

Если раньше сдерживающим фактором внедрения ИК-анализаторов была высокая стоимость импортных приборов, то с появлением отечественных анализаторов этот фактор перестал быть критическим. В настоящее время многие молокоперерабатывающие предприятия могут оснастить свою лабораторию ИК-анализатором состава продукта. Тем более что на этот метод имеется межгосударственный стандарт — ГОСТ 32255–2013 «Молоко и молочная продукция. Инструментальный экспресс-метод определения физико-химических показателей идентификации с применением инфракрасного анализатора», который действует с 1 июля 2015 г.

Кроме показателей состава молока некоторые модели ИК-анализаторов имеют в составе программного обеспечения градуировки на отдельные виды фальсифицирующих добавок (меламина, мочевины, сульфата аммония, глюкозы, крахмала, растительных жиров и др.).

Ультразвуковые анализаторы не обладают столь широкими возможностями, как инфракрасные. Их основная задача состоит в определении массовых долей жира, белка, лактозы и СОМО в молоке. Ультразвуковой метод исследования реализуется в этих приборах следующим образом. Электрические высокочастотные колебания или импульсы с генератора поступают на пьезоизлучатель, преобразующий их в ультразвуковые колебания, которые распространяются в молоке в направлении пьезоприемника, который преобразует их снова в электрические колебания. Пройдя через усилитель, они попадают на индикатор и соответствующее регистрирующее устройство [5]. Так как молоко является гетерогенной системой, содержащей различные вещества, отличающиеся плотностью, вязкостью, дисперсностью, то при прохождении через молоко происходит затухание ультразвуковых колебаний, вызванное процессами рассеяния и поглощения. Изменение параметров ультразвукового сигнала анализируется с помощью программы, которая рассчитывает содержание искомых компонентов молока по заложенным математическим моделям. Сначала вычисляются значения массовых долей жира, белка, суммы лактозы и солей. Затем рассчитываются массовые доли сухих веществ и обезжиренных сухих веществ (СОМО). После этого делается пересчет на плотность на основе корреляционной зависимости между плотностью молока, количеством жира и сухого вещества.

Во многих моделях УЗ-анализаторов предусмотрено определение температуры замерзания молока, по которой рассчитывается массовая доля добавленной воды. Этой опции, на наш взгляд, не стоит безоговорочно доверять по следующим причинам.

Во-первых, этот показатель вычисляется расчетным путем, исходя из предварительно полученных результатов измерения обезжиренных компонентов молока. В частности, в формуле расчета присутствует массовая доля СОМО, которая, в свою очередь, тоже рассчитывается по количеству белка, лактозы и солей. Расчетный метод имеет существенную долю условности, так как с его помощью невозможно точно определить концентрацию истинно растворимых компонентов, от которых (и только от них!) зависит температура замерзания молока. Это — лактоза, растворимые соли, небелковые соединения, прежде всего мочевина, а также свободные низкомолекулярные жирные кислоты и углекислый газ.

Во-вторых, в программу прибора должно быть введено контрольное значение температуры замерзания натурального, нефальсифицированного водой молока, относительно которого делается вывод о присутствии или отсутствии в молоке добавленной воды. Задача осложняется тем, что температура замерзания молока не постоянна, а колеблется в широких пределах в зависимости от многих факторов: сезона года, породы скота, периода лактации, кормовых рационов и условий содержания коров, состояния здоровья и индивидуальных особенностей животных, природно-географических условий конкретного региона.

На территории бывшего СССР температура замерзания молока варьировала в очень широком диапазоне: от минус 0,505 °С до минус 0,575 °С. В отдельно взятых регионах диапазоны изменения точки замерзания молока были у́же и отличались граничными значениями. Мировой опыт также свидетельствует о широкой вариабельности этого показателя в разных странах. Так, в Чехии температура замерзания молока колеблется в диапазоне минус 0,512 °С до минус 0,550 °С и очень редко выходит за его пределы. Средние значения температуры замерзания образцов коровьего молока в Польше и Италии — минус 0,528 °С, Нидерландах — минус 0,521 °С, Швейцарии — минус 0,526 °С, Великобритании — минус 0,539 °С [6].

Тем не менее Директивой Совета ЕЭС 46/92 в 1992 г. определено предельно допустимое значение температуры замерзания натурального коровьего молока на уровне минус 0,520 °С. Россия присоединилась к международной практике оценки посторонней воды в молоке в 2004 г., введя в национальный ГОСТ Р 52054–2003 «Молоко коровье сырое. Технические условия» показатель температуры замерзания натурального сырого молока «не выше минус 0,520 °С». Эта же норма была продублирована в межгосударственном ГОСТ 31449–2013 «Молоко коровье сырое. Технические условия». Однако в ТР ТС 033/2013 регламентированы гораздо менее жесткие требования, а именно: температура замерзания молока должна быть не выше минус 0,505 °С. Это наибольшая граничная температура диапазона, установленного ранее для территории СССР.

Таким образом, в настоящее время существуют разночтения в отношении контрольной температуры замерзания молока, обозначенной в ГОСТах на сырое молоко и ТР ТС 033/2013. Это может стать причиной недоразумений между поставщиками молока-сырья и молокоперерабатывающими предприятиями.

Ориентируясь на вышеуказанные ГОСТы, предприятие может предъявить претензии поставщику молока, если прибор, в программу которого введена контрольная температура замерзания минус 0,520 °С, показывает превышение этого значения, а следовательно, наличие в молоке добавленной воды. Но поставщик молока может оспорить эти претензии, сославшись на ТР ТС 033/2013.

Чтобы избежать таких недоразумений, молокоперерабатывающее предприятие в заключаемом с поставщиком молока договоре должно обозначить, что при оценке молока будет пользоваться ГОСТом на сырое молоко (ГОСТ Р 52054–2003 или ГОСТ 31449–2013) и, следовательно, ориентироваться на контрольное значение температуры замерзания молока, равное минус 0,520 °С. Если поставщик с этим соглашается, значит он не будет иметь права предъявлять молокоперерабатывающему предприятию претензии о том, что результаты измерений, превышающие это значение, ложноположительны.

Но при этом проблема получения ложноположительных результатов остается по причине использования контрольной температуры замерзания молока, равной минус 0,520 °С, общей для всей обширной территории России с разными климатическими зонами и различным составом молока. К сожалению, в настоящее время ничего другого не остается, так как региональные температуры замерзания молока в России не определены. Правильнее было бы каждому предприятию определять реальную среднюю температуру замерзания молока для своей сырьевой зоны. Именно эта температура замерзания должна быть внесена в программу экспресс-анализатора молока, которым пользуется перерабатывающее предприятие. То есть купленный прибор с заводскими настройками должен быть откорректирован по «своему молоку» для того, чтобы получать достоверные результаты измерения. Периодически в течение года корректировку следует повторять, так как с изменением состава молока меняется нулевая точка отсчета количества добавленной воды. Кроме того, со временем или при неправильной эксплуатации УЗ-анализаторов геометрия и материал измерительной ячейки может меняться, что непременно отрицательно скажется на точности измерений. В данном случае проверка правильности показаний и их корректировка по контрольным пробам обязательна.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В условиях современного производства нельзя обойтись без экспресс-методов контроля состава и качества молока и молочной продукции, реализуемых УЗ- и ИК-анализаторами. Но для обеспечения гарантии правильности проводимых на этих приборах измерений и достоверности получаемых результатов важно учитывать особенности их использования, а именно: регулярно проверять правильность показаний по стандартным образцам и проводить при необходимости корректировку базовых градуировок.

Для получения корректных результатов по определению температуры замерзания молока, используемой для оценки его натуральности, необходимо знание температуры замерзания молока в сырьевой зоне предприятия.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. ***Хлыстун, О.В.*** *Современный метод инфракрасного анализа качества молочной продукции/ О.В.Хлыстун// Молочная промышленность. 2007. № 2. С. 34–36.*
2. ***Анисимов, С.В.*** *Использование метода инфракрасной спектрометрии в работе приемной лаборатории/ С.В.Анисимов, Т.Н.Герасюта// Молочная промышленность. 2007. №. 2. С. 36–37.*
3. ***Mohammadi, V.*** *Ultrasonic techniques for the milk production industry/ V.Mohammadi [et al.]// Measurement. 2014. № 58. P. 93–102.*
4. ***Медведевских, М.Ю.*** *Стандартные образцы состава молочных продуктов для поверки ИК-анализаторов молока/ М.Ю.Медведевских [и др.]// Пищевая промышленность. 2021. № 1. С. 16–19.*
5. ***Буклагин, Д.С.*** *Ультразвуковые приборы контроля качества молока и молочной продукции/ Д.С.Буклагин// Вестник Всероссийского научно-исследовательского института механизации животноводства. 2019. №1(33). С. 63–70.*
6. ***Navrátilová, P.*** *Freezing point of heat-treated drinking milk in the Czech Republic/ P.Navrátilová [et al.]// Czech Journal of Food Sciences. 2006. № 24 (4). P. 156–163.*