

**федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования
«Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»
Высшая школа биотехнологии и пищевых технологий**

На правах рукописи

Рогозин Илья Павлович

специальность 19.00.00 – Промышленная экология и биотехнология

05.18.07 – Биотехнология пищевых продуктов и биологически активных веществ

НАУЧНЫЙ ДОКЛАД

об основных результатах научно-квалификационной работы (диссертации)

**«РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ И ОБЕСПЕЧЕНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ
ИЗДЕЛИЙ ИЗ ДРОЖЖЕВОГО ТЕСТА, ЖАРЕННЫХ ВО ФРИТЮРЕ»**

Научный руководитель:

д.т.н., профессор Перкель Р.Л.

Санкт-Петербург – 2019 г.

Научно-квалификационная работа выполнена в ВШБТиПТ федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого»

Директор ВШБТиПТ:

*Базарнова Юлия Генриховна,
доктор техн. наук, профессор*

Научный руководитель:

*Перкель Роман Львович,
доктор техн. наук, профессор*

Рецензент:

*Закревский Виктор Вениаминович,
доктор мед. наук, доцент
зав.кафедрой гигиены питания Северо-
Западного государственного
медицинского университета им.
И.И.Мечникова*

С научным докладом можно ознакомиться в библиотеке ФГАОУ ВО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого» и на сайте Электронной библиотеки СПбПУ по адресу: <http://elib.spbstu.ru>

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность работы

За последние 10-15 лет объем мирового производства продукции, жаренной во фритюре, возрос примерно в 10 раз. В России годовой объем производства продукции фаст-фуд достигает более 200 тыс. тонн в год и продолжает достаточно быстро расти. Жарить или готовить во фритюре можно ряд продуктов, среди которых выделяются сладкие кушанья из теста (творожные шарики, пончики, пышки, фрукты и овощи в кляре).

Обжаренные во фритюре продукты остаются востребованными как в развитых, так и в развивающихся странах из-за особого вкуса, аромата и хрустящей текстуры. Вместе с тем накапливаются факты, свидетельствующие, что потребление блюд, жаренных во фритюре, небезопасно для потребителей, причем отрицательное влияние связывают с накоплением продуктов термо-окислительной деструкции жира.

На предприятиях питания в России фактически отсутствует оперативный контроль содержания токсичных продуктов окисления во фритюрном жире, а существующие экспресс-методы не показывают реальной картины его безопасности, не соблюдаются допустимые сроки использования фритюрного жира.

В технической документации на продукцию быстрого питания отсутствуют нормы, обосновывающие контроль безопасности и сроки годности продукции в зависимости от степени окисления жирового компонента. Реальный контроль степени окисления фритюрного жира должен включать определение токсичных продуктов окисления. Для обеспечения безопасности продукции, жареной во фритюре, необходимо производить контроль показателей безопасности жира непосредственно в готовых изделиях.

Исследования, проведенные в Институте питания АМН СССР М.А. Бренц еще в шестидесятых годах прошлого века, показали близкую корреляцию между содержанием продуктов распада жиров, нерастворимых в петролейном эфире, и воздействием термо-окисленных жиров на организм. Нормативными документами Роспотребнадзора установлено предельное содержание во фритюрном жире термостабильных продуктов окисления не более 1 % от массы жира.

Германское общество по исследованию жиров указывает, что используемый фритюрный жир следует считать непригодным, если он имеет неприятный вкус и запах. В случае удовлетворительных органолептических показателей, жир непригоден, если содержание в нем нерастворимых в петролейном эфире сополимеров жирных кислот (СНПЭ) достигает 0,7% или выше и одновременно температура дымообразования ниже 170°C, либо если концентрация нерастворимых в петролейном эфире СНПЭ выше 1% .

Эти данные подтверждены результатами современных исследований, выполненных И.В. Симаковой в Саратовском ГАУ им. Н.И. Вавилова. В клинических экспериментах на животных (белых крысах) показано, что потребление термически окисленного фритюрного жира оказывает отрицательное воздействие на органы пищеварительного тракта, изменяет в худшую сторону результаты биохимического и клинического анализов крови экспериментальных животных. Так, при кормлении животных в течение 8 недель экспериментальными рационами, в которых жировая фаза была представлена фритюрным жиром, даже при достаточном содержании в нем незаменимой линолевой кислоты, было установлено, что уже при содержании во фритюрном жире 0,88 % СНПЭ от массы жира отмечались нарушения в структуре печени. При концентрации СНПЭ в пределах 1,3-1,6 % и более содержание в крови лейкоцитов и эритроцитов снизилось почти на 50 %, резко возросло содержание холестерина и билирубина, что свидетельствует о хронической токсичности жирового компонента исследуемых рационов.

Полученные результаты вызывают серьезное беспокойство и настоятельно требуют проведения работ по уточнению перечня показателей и усилению производственного контроля показателей безопасности фритюрного жира и готовой продукции фаст-фуд.

Цель и задачи исследования

Целью диссертационного исследования являлась разработка научных основ и практическая реализация технологии изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре, с пониженным содержанием токсичных продуктов окисления жира.

Для достижения поставленной цели были сформулированы следующие задачи:

- a) оценка современных научных данных по особенностям высокотемпературного окисления фритюрных жиров и обоснование предельно допустимого уровня токсичных продуктов окисления жира во фритюрном жире и в готовых изделиях из дрожжевого теста, жаренных во фритюре;
- b) разработка экспресс-метода определения эпоксидов в готовой продукции из дрожжевого теста;
- c) разработка модифицированной методики определения соединений, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), во фритюрном жире; расшифровка молекулярного состава СНПЭ;
- d) исследование кинетики накопления СНПЭ и эпоксидов во фритюрных жирах при изготовлении продукции из дрожжевого теста, жаренной во фритюре;
- e) разработка модели корреляции между накоплением СНПЭ и эпоксидов при изготовлении продукции из дрожжевого теста, жаренной во фритюре;

- f) разработка рекомендуемого норматива максимального содержания эпоксидов в продукции из дрожжевого теста, жаренной во фритюре;
- g) исследование интенсивности впитывания фритюрного жира готовыми изделиями;
- h) разработка технологии продукции из дрожжевого теста с добавлением пищевых добавок (гидроколлоидов и антиоксидантов), обеспечивающей пониженное впитывание жира;
- i) разработка схемы производственного контроля производства продукции из дрожжевого теста на этапах: входной контроль фритюрных жиров; контроль степени окисления фритюрного жира в технологическом процессе; заключительный контроль содержания эпоксидов в готовой продукции;
- j) разработка проекта НТД на продукцию из дрожжевого теста с пониженным содержанием жира и эпоксидов.
- k) оценка экономической эффективности реализации новой технологии на предприятиях общественного питания.

Научная концепция работы. В основу исследований положена научная гипотеза, заключающаяся в обеспечении минимального поглощения фритюрного жира изделиями из дрожжевого теста, жаренными во фритюре, оценке безопасности продукции и технологических процессов ее производства по уровню содержания токсичных продуктов окисления.

Научная новизна. Диссертационная работа содержит элементы научной новизны в рамках пунктов 3, 5, 13 и 15 паспорта специальности 05.18.07.

Научно обоснована и экспериментально доказана необходимость определения продуктов окислительного распада фритюрного жира при жарке во фритюре изделий из дрожжевого теста.

Разработана модифицированная методика и установлен молекулярный состав СНПЭ.

Установлена корреляция между содержанием СНПЭ и эпоксидов. Определен предельно допустимый уровень содержания эпоксидов в готовой продукции.

Экспериментально подтверждена целесообразность применения пищевых добавок - гидроколлоидов в технологии производства продукции, жаренной во фритюре, для значительного уменьшения впитывания жира. Установлена корреляция между содержанием пищевых добавок - гидроколлоидов и содержанием жира в готовых изделиях из дрожжевого теста.

Разработан экспресс-метод определения эпоксидов в готовой продукции.

Предложен способ контроля термической стабильности фритюрного жира в технологическом процессе по результатам ускоренного окисления (методом рансиметрии). Установлена корреляция между устойчивостью фритюрного жира к окислению и допустимой продолжительностью использования фритюрного жира в технологическом процессе.

Впервые предложена схема производственного контроля продукции из дрожжевого теста, жаренной во фритюре, по содержанию эпоксисоединений.

Теоретическая и практическая значимость. Теоретическая значимость заключается в систематизации и расширении научных знаний в следующих областях:

изменение свойств дрожжевого теста при применении пищевых добавок - гидроколлоидов;

глубина изменений фритюрного жира и жирового компонента продукции в процессе высокотемпературной обработки;

зависимость между накоплением вторичных продуктов окисления, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), и содержанием эпоксидов;

методы оценки показателей безопасности продукции, жаренной во фритюре, базирующиеся на физико-химических и биологических исследованиях.

Обобщения и выводы исследования будут способствовать формированию теоретической базы для дальнейшего развития представлений об обеспечении безопасности продукции.

На основании проведенных исследований разработаны рецептуры и технология производства пышек, пончиков из дрожжевого теста с применением пищевых добавок - гидроколлоидов, обеспечивающая пониженное поглощение фритюрного жира и пониженный уровень содержания эпоксидов в готовых изделиях.

Разработана НТД (ТТК, технологическая инструкция) на производство по новой технологии изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре.

Определена экономическая эффективность реализации разработанной технологии на предприятиях общественного питания.

Степень достоверности и апробация результатов работы. Достоверность выводов подтверждается выбором современных методов анализа, проведением исследований в аккредитованных лабораториях на сертифицированном оборудовании с установленными метрологическими характеристиками, использованием методов статистической обработки полученных экспериментальных данных.

Промышленная апробация работы подтверждается актами и протоколами внедрения разработанной технологии на предприятиях общественного питания.

Публикации. По результатам исследования опубликовано 9 работ, в том числе 3 статьи в изданиях, рекомендуемых ВАК РФ. В список публикаций включены тезисы докладов и статьи, опубликованные в сборниках Международных научных конференций.

Основные результаты работы опубликованы в трудах, доложены и обсуждены на следующих Международных и Российских форумах и конференциях:

X Международная научно-практическая конференция, посвященная 20-летию кафедры «Технологии продуктов питания», 100 –летию факультета ветеринарной медицины пищевых и биотехнологий (Саратов, 2018);

VI Международная научно-практическая конференция «Биотехнология: наука и практика» (Ялта, 17-21.09.2018);

XIII Российский форум «Здоровое питание с рождения: медицина, образование, пищевые технологии» (Санкт-Петербург, 9-10.11.2018);

Неделя науки СПбПУ: материалы научной конференции с международным участием (Санкт-Петербург, 19-24 ноября 2018).

XVI Всероссийская конференция молодых ученых, аспирантов и студентов с международным участием «Пищевые технологии и биотехнологии», посвященная 150-летию Периодической таблицы химических элементов (Казань, 16-19.04.2019).

II международный симпозиум «Инновации в пищевой биотехнологии» (Кемерово, 13-17.05.2019)

Представление научного доклада: основные положения

На защиту выносятся следующие научные положения:

1. Технологическая схема производства кулинарной продукции из дрожжевого теста, жаренной во фритюре, с применением комплексной пищевой добавки, содержащей гидроколлоиды и антиоксиданты.
2. Результаты теоретических и практических исследований содержания и состава продуктов гидролитического и термо-окислительного распада фритюрного жира.
3. Модель корреляционной зависимости между содержанием соединений, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), и эпоксидов.
4. Модель корреляционной зависимости между устойчивостью фритюрного жира к окислению и допустимым временем использования его в технологическом процессе.
5. Технологическая схема производственного контроля показателей безопасности изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре.

Диссертационная работа является обобщением научных исследований, проведенных в 2015-2019 г.г. лично автором и/или при непосредственном участии научного руководителя.

Личное участие автора на всех стадиях работы состояло в выборе объектов и предметов исследования, постановке цели и задач исследования, самостоятельном выполнении экспериментов, статистической обработке результатов, формулировании выводов и заключения, проведении апробации результатов исследований в производственных условиях, подготовке публикаций по данным научных исследований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Структура и объём диссертации. Диссертация состоит из введения, обзора литературы, главы, посвященной материалам и методам исследования и 4-х глав, в которых приведены результаты исследований и их анализ, выводов, списка литературы и приложений с нормативной документацией на готовую продукцию. Работа изложена на 115 страницах основного текста, содержит 20 рисунков и 16 таблиц. Список литературы включает 99 наименования, в том числе 27 иностранных источников.

Во введении сформулированы актуальность, цель и задачи исследований, их научная новизна, теоретическая и практическая значимость, положения, выносимые на защиту.

В главе 1 приведены обобщенные данные по состоянию потребительского спроса на продукцию, жаренную во фритюре. Оценены перспективы сокращения доли этой продукции в рационе отечественных потребителей, особенно молодежи. Рассмотрены современные представления об окислении жиров и методах контроля их безопасности, включая последние достижения зарубежных и отечественных исследователей.

Показано, что актуальными являются исследования, направленные на повышение безопасности продукции, жаренной во фритюре. Перспективным решением является внесение в состав изделий из дрожжевого теста барьерных ингредиентов, препятствующих поглощению окисленного фритюрного жира, и контроль безопасности готовой продукции по количественному составу токсичных продуктов окислительного распада жирового компонента.

Глава 2 содержит описание организации и постановки экспериментов, применяемых методик исследований.

Объекты, предмет и методы исследования

Объектами исследования явились:

изделия из дрожжевого теста, жаренные во фритюре, такие как пышки, пончики (донатсы);

экстрагированный жировой компонент из продукции, жаренной во фритюре;

фритюрные жиры, используемые индустрией питания;

разрешенные пищевые добавки – гидроколлоиды и антиоксиданты.

Предметом исследования были физико-химические изменения жирового компонента готовой продукции и жиров, используемых для ее производства, в процессе высокотемпературной обработки;

физико-химические изменения готовых изделий при внесении в состав дрожжевого теста определенных пищевых добавок-гидроколлоидов;

методы контроля и оценки безопасности продукции на этапе производства и обращения,

антиоксидантная стабилизация жирового компонента продукции.

В работе использовали стандартные и общепринятые методы исследования: физико-химические, органолептические.

Основными объектами исследования служили промышленно выпускаемые фритюрные жиры, стабилизированные добавками антиоксидантов:

Фритюрные жиры «Sunny Gold» и «Вегафрай 05» производства ООО «Каргилл Россия» (г. Ефремово, Тульской обл.) по ТУ 9142-018-00365617-2006 «Жиры специального назначения».

Жир «Sunny Gold» изготовлен из рафинированного дезодорированного подсолнечного масла с высоким содержанием линолевой кислоты и содержит разрешенные пищевые добавки антиоксидантов и стабилизаторов (Е319-трет-бутилгидрохинон, Е330 – лимонная кислота, Е900 –полидиметилсилоксан).

Жир «Вегафрай 05» изготовлен из смеси дезодорированного подсолнечного масла с рафинированным дезодорированным пальмовым маслом и содержит аналогичные пищевые добавки антиоксидантов и стабилизаторов.

Фритюрный жир «Rainbow» производства Rucola JSC Eurasian Conformity (Литва). Состав: подсолнечное масло – 25%, рапсовое масло – 75%. Содержание в жире насыщенных жирных кислот 14 %, мононенасыщенных 48 %, полиненасыщенных 38 % (в том числе линоленовой кислоты 4-5 %).

Термическую стабильность фритюрных жиров оценивали в процессе окисления при жарке полуфабрикатов из теста (пышки, пончики) при температуре 180 °С. В промежутках между изготовлением отдельных партий продукта поддерживали температуру жира не ниже 170 °С.

Жарку продуктов во фритюре проводили в течение 8-12 ч, отбор проб фритюрного жира осуществляли каждые 2-4 ч. В исследуемых образцах фритюрного жира определяли кислотное число, степень термической стабильности, содержание сопряженных диенов,

эпоксидов, соединений, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), приведенными ниже методами.

Перекисное число определяли по ГОСТ Р 51487-99.

Кислотное число жира определяли по ГОСТ 31933-2012.

Определение степени термического окисления растительного масла производили по отраслевой методике, изложенной в «Методических указаниях по лабораторному контролю качества продукции общественного питания», утвержденных Минздравом СССР в 1991 г. Метод основан на образовании темноокрашенных хиноидных производных при действии спиртовых растворов щелочи на дикарбонильные соединения, образующиеся в процессе термического окисления жиров. Фритюрный жир непригоден для дальнейшего использования, когда содержание вторичных продуктов окисления превышает 1 %.

Определение вторичных продуктов окисления, содержащих сопряженные двойные связи, производили по ГОСТ 54607.3-2014. Оптическую плотность раствора жира в гексане «D» определяли при длине волны 232 нм в кювете толщиной 10 мм на спектрофотометре СФ-26. Исследуемый раствор готовили растворением навески жира 0,05- 0,1 г в мерной колбе вместимостью 100 см³. По результатам измерения рассчитывали удельное поглощение «E» по формуле:

$$E = D/P,$$

где P- навеска исследуемого жира, г.

При удельном поглощении менее 15 фритюрный жир считается пригодным для дальнейшего использования, то есть содержание в нем термостабильных вторичных продуктов окисления (СНПЭ) не превышает 1 %. Исходя из полученных результатов, определяли расчетное содержание СНПЭ в исследуемом жире в % по формуле:

$$\text{СНПЭ} = E/15 \text{ \%}.$$

Содержание эпоксидов определяли по авторскому свидетельству СССР №1040914, МПК7 G 01 N 33/02, G 01N 31/02. Анализируемый образец жира обрабатывали 82-87 %-ной фосфорной кислотой с последующим осаждением непрореагировавшей кислоты неполярным углеводородным растворителем (например, гексаном). После удаления осадка непрореагировавшей кислоты центрифугированием и удаления растворителя под вакуумом в анализируемой пробе определяли количество фосфорной кислоты, вступившей в реакцию с эпоксидами, и рассчитывали количество эпоксидов в жире.

Фактическое содержание вторичных термостабильных продуктов окисления, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), определяли по методике, изложенной в «Руководстве» ВНИИжиров (1967 г.), в авторской модификации. Смесь продуктов

окисления, нерастворимых в петролейном эфире, растворяли горячим этиловым спиртом, концентрировали на водяной бане до небольшого объема, переносили количественно в мерную колбу вместимостью 50 см³, доводили до метки этиловым спиртом и хорошо перемешивали. Полученный раствор, содержащий СНПЭ из 5 г фритюрного жира, делили на 2 равные части. Одну часть высушивали до постоянного веса, а затем прокаливали для определения золы, как описано в базовой методике. По полученным данным рассчитывали массовую долю СНПЭ в окисленном жире, учитывая, что в обработанном растворе содержатся СНПЭ из 2,5 г жира. Во второй части раствора определяли содержание жирных кислот титрованием 0,1 моль/дм³ раствором щелочи. По полученным результатам рассчитывали содержание СНПЭ в окисленном жире в ммоль/кг жира и среднюю молекулярную массу СНПЭ.

Молекулярный состав окисленных жирных кислот во фракции СНПЭ определяли методом газо-жидкостной хроматографии после превращения жирных кислот в метиловые эфиры и обработки пробы гексаметилдисилазаном для получения триметилсилильных производных оксикислот.

Устойчивость к окислению фритюрных жиров оценивали методом рансиметрии (методом ускоренного окисления) в соответствии с ГОСТ Р 51481-99 (ИСО 6886-96).

Выделение жира из продукта производили по ГОСТ Р 54607.8-2016 и разработанным автором экспресс-методом твердофазной экстракции.

Корреляционную зависимость рассчитывали для различных показателей при помощи программы Microsoft Excel.

Работа выполнялась в технологических и научно-исследовательских лабораториях Высшей школы биотехнологии и пищевых технологий ФГАОУ ВПО «Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого».

В последующих главах изложены результаты экспериментальных исследований, выполненных в диссертационной работе.

Глава 3. Исследование кинетики высокотемпературного окисления фритюрного жира. Определение предельно допустимого уровня токсичных продуктов окисления жира

В нормативно-технической документации на продукцию, жаренную во фритюре, отсутствуют конкретные показатели безопасности жирового компонента этой продукции, гарантирующие безопасность потребителя. Осуществляется только органолептический контроль качества продукции и определяются показатели микробиологической безопасности.

С 2016 года введен в действие ГОСТ Р 54607.3-2014, в котором регламентирован контроль качества фритюрных жиров. В соответствии с этим нормативным документом фритюрный жир следует оценивать по истечении 7 ч кулинарного использования. Если при проведении органолептической оценки фритюрный жир получает оценку «хорошо» или «отлично», он пригоден для дальнейшего использования. При получении оценки «удовлетворительно» следует определять степень термического окисления фритюрного жира приведенными в указанном ГОСТ Р физико-химическими методами. В число этих методов включены:

- качественная проба на степень термического окисления фритюрных жиров;
- определение степени термического окисления растительного масла по показателю преломления;
- спектрофотометрический метод определения степени термического окисления фритюрных жиров по поглощению в УФ-области;
- метод определения гидролитической порчи фритюрного жира путем определения кислотного числа;
- определение свободных жирных кислот с использованием индикаторных полосок;
- определение общего содержания полярных веществ методом измерения диэлектрической проницаемости.

В ГОСТ Р 54607.3-2014 не указано, результаты испытаний по какому методу являются определяющими для оценки безопасности и качества жира. Кроме того, в новом ГОСТ Р не приведены хорошо себя зарекомендовавшие метод определения продуктов окисления, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), и метод определения термической стабильности жира по накоплению дикарбонильных соединений.

Исследование кинетики накопления продуктов окисления и гидролиза фритюрного жира проводили на образцах фритюрных жиров марки «Sunny Gold» и марки «Rainbow» (см. табл. 1 и 2).

Таблица 1 – Кинетика накопления продуктов гидролиза и окисления фритюрного жира марки «Rainbow»

Продолжительность термического окисления жира, ч	Перекисное число, мэкв активного кислорода / кг	Кислотное число, мг КОН / г	Содержание сопряженных диенов, %	Степень термического окисления, %	Эпоксиды, ммоль/кг
1	2	3	4	5	6
0	0	0	0,60	0	5,97
1	1	0,1	0,53	0,33	11,05

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4	5	6
2	1	0,2	0,80	0,47	31,20
3	5	0,2	0,93	0,64	40,10
4	5	0,3	1,06	0,69	54,30
5	5	0,4	-	0,75	-
6	5	0,4	1,53	0,79	-
7	4	0,4	1,60	0,87	-
8	6	0,5	1,70	1,11	64,50
Характеристика по нормативной документации	Не более 10,0	Не более 4,0	Не более 1,6	Не более 1,0	-

Как видно из данных таблицы 1, в исследованных образцах содержание перекисных соединений не превышает значений, указанных в нормативной документации, что связано с термическим разрушением перекисных соединений при высоких температурах жарки во фритюре. На низком уровне остается и кислотное число, то есть интенсивность гидролитических изменений жира также не высока. Таким образом, определение кислотного числа как методом титрования раствором щелочи, так и с применением специальных индикаторных полосок, которое нормировано в ГОСТ Р 54607.3-2014, не отражает степени окисления фритюрного жира и непригодно для контроля реального накопления токсичных продуктов окисления жира в технологическом процессе.

Содержание сопряженных диенов достигает предельного уровня уже к 7 часам тепловой обработки, степень термического окисления достигает тех же значений через 7,5 часов. Несмотря на это, органолептические свойства фритюрного жира остаются высокими.

Результаты исследования кинетики окисления фритюрного жира «Sunny Gold» приведены в табл. 2.

Таблица 2. Кинетика накопления продуктов окисления и гидролиза фритюрного жира марки «Sunny Gold»

Продолжительность термического воздействия, ч	Кислотное число, мг КОН/г жира	Сопряженные диены		Эпоксиды, ммоль/кг жира	Фактическое содержание СНПЭ	
		Удельное поглощение Е	Расчетное содержание СНПЭ, %		% от массы жира	ммоль/кг жира
0	0,22	7,9	0,52	9,8	0,17	7,5
4	0,34	12,8	0,85	44,9	0,82	37
8	0,56	18,0	1,20	108,1	1,46	59
12	1,01	31,3	2,09	215,5	2,25	105
Допустимая величина показателя		15,0	1,0	65	1,0	45

Как следует из данных табл. 2, фритюрный жир «Sunny Gold» сохраняет достаточную термическую стабильность при использовании его для жарки полуфабрикатов из теста в течение 5-5,5 часов. При этом наблюдаются определенные различия при определении СНПЭ корреляционным методом расчета по содержанию сопряженных диенов и при непосредственном экспериментальном определении СНПЭ по оригинальной методике.

Несмотря на то, что показатели исследуемого масла через 6 ч использования фактически уже не соответствуют требованиям безопасности, органолептические показатели качества масла остаются высокими. Поэтому крайне важно контролировать качество фритюрного жира не столько органолептическими, но объективными инструментальными методами.

В последних двух столбцах табл. 2 приведена массовая доля СНПЭ в % и новые данные по содержанию СНПЭ, полученные нами по модифицированной методике выделения этой фракции. Из полученных данных рассчитана средняя молекулярная масса жирных кислот фракции СНПЭ, которая составляет 222-225 в расчете на одну карбоксильную группу.

После превращения выделенной фракции в метиловые эфиры и получения производных оксикислот по реакции с гексаметилдисилазаном выполнен анализ полученных производных методом высокотемпературной газо-жидкостной хроматографии. Полученные результаты позволяют полагать, что эта высоко окисленная фракция жирных кислот содержит смесь монокарбоновых диоксикислот

(диоксиолеиновой, диоксилауриновой, диоксинонановой) и, возможно, также примеси монооксидикарбоновых кислот C_9 и C_{12} .

Учитывая, что предельно допустимый уровень СНПЭ при замене использованного фритюрного жира свежим принят равным 1,0 %, из приведенных данных можно также рассчитать корреляционное соотношение между предельно допустимым содержанием эпоксидов и СНПЭ.

Корреляция между концентрацией СНПЭ и концентрацией эпоксидов в жировой фазе может быть приближенно описана следующим выражением:

$$y = 1,53 x$$

где y – массовая доля эпоксидов, ммоль/кг жира;

x – массовая доля СНПЭ, ммоль/кг жира.

При выражении концентрации СНПЭ « x » в % от массы жира, корреляционное уравнение принимает вид:

$$y = 68,2 x$$

Соответственно, *при нормированной предельной концентрации СНПЭ 1,0 % от массы жира, предельно допустимая концентрация эпоксидов составляет 65 ммоль/кг.*

Учитывая, что метод определения СНПЭ является трудоемким и длительным, для практического контроля степени окисления фритюрного жира рекомендуется метод определения эпоксидов, метод расчета концентрации СНПЭ по содержанию сопряженных диенов и метод определения степени термического окисления по содержанию дикарбонильных соединений по реакции со спиртовым раствором щелочи.

Глава 4. Входной контроль фритюрных жиров. Определение устойчивости фритюрного жира к окислению

Цель работы по разделу: Исследовать термическую стабильность некоторых промышленно выпускаемых фритюрных жиров отечественного и зарубежного производства, используемых при производстве продукции фаст-фуд из дрожжевого теста методом жарки во фритюре.

Задачи работы: 1. Исследовать методом рансиметрии устойчивость к окислению некоторых промышленно выпускаемых фритюрных жиров.

2. Установить соотношение между устойчивостью к окислению фритюрных жиров и предельно допустимым временем использования жира в технологическом процессе.

Объектами исследования служили:

Фритюрные жиры «Sunny Gold» и «Вегафрай 05» производства ООО «Каргилл Россия».

Фритюрный жир «Rainbow» производства Rucola JSC (Литва).

Устойчивость к окислению фритюрных жиров оценивали методом рансиметрии (методом ускоренного окисления) в соответствии с ГОСТ Р 51481-99 (ИСО 6886-96). Окисление жира кислородом воздуха проводили при 110 °С в кинетическом режиме по кислороду. Интенсивность окисления оценивали по накоплению летучих низкомолекулярных жирных кислот, которое контролировали кондуктометрическим методом по увеличению проводимости раствора в измерительной ячейке. Изменение проводимости раствора в измерительной ячейке записывали автоматически в зависимости от продолжительности окисления в форме кривой проводимости. Продолжительность индукционного периода определяли по максимуму на второй производной кривой проводимости.

Термическую стабильность фритюрных жиров в реальном технологическом процессе исследовали в процессе окисления при жарке полуфабрикатов из теста (пышки, пончики, фрукты и овощи в кляре) при температуре 180 °С. Окисление жира проходило в диффузионном режиме по кислороду.

Жарку продуктов во фритюре проводили в течение 8 ч с отбором проб фритюрного жира через каждые 1-2 ч. В исследуемых образцах фритюрного жира определяли содержание сопряженных диенов, содержание соединений, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), и содержание эпоксидов приведенными выше методами.

В соответствии с действующими СП 2.3.6.1079-01 и результатами наших предварительных исследований, изложенных в предыдущей главе 3, предельно допустимый срок использования фритюрного жира заканчивался, когда в жире накапливалось не менее 1,0 % соединений, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), и 65 ммоль/кг эпоксидов.

Кривая проводимости раствора в измерительной ячейке при ускоренном окислении жира «Rainbow» приведена на рис. 1. Устойчивость этого жира к окислению по данным рансиметрии составляет 6,1 час.

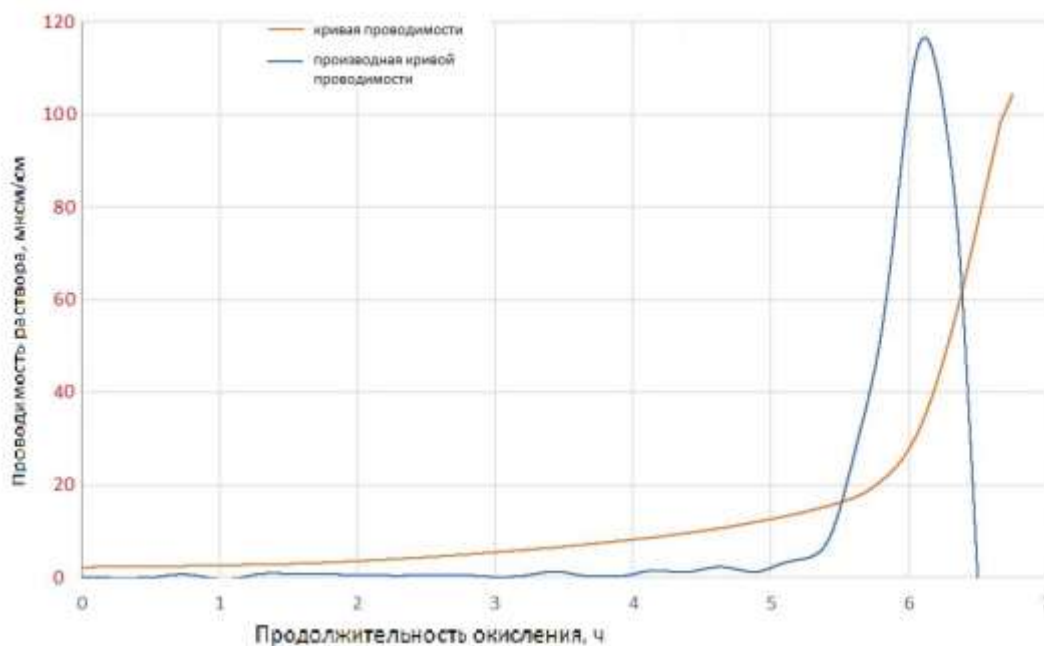


Рис. 1. Кривая проводимости раствора в измерительной ячейке при ускоренном окислении фритюрного жира «Rainbow» и ее вторая производная. Устойчивость жира к окислению 6,1 ч.

В табл. 3 приведены результаты определения устойчивости жира к окислению для исходных образцов фритюрных жиров «Sunny Gold», «Вегафрай 05» и «Rainbow», а также устойчивость к окислению образцов этих жиров после их продолжительного использования в технологическом процессе.

Параллельно в той же таблице приведены результаты определения термической устойчивости жиров по накоплению продуктов термо-окислительной деструкции фритюрного жира. Например, термическая стабильность исследуемого образца фритюрного жира «Sunny Gold» составила около 5,5 ч, термическая стабильность жира «Rainbow» 7 ч. Термическая стабильность жира «Вегафрай 05» после его использования в течение 8 ч составляет примерно еще 5 ч, то есть предполагаемая термическая стабильность этого жира составляет около 13 ч.

Устойчивость к окислению фритюрного жира «Sunny Gold» после его окисления в течение 16 ч составила всего 0,2 ч, что свидетельствует о накоплении в жире за этот период низкомолекулярных продуктов окисления и практическом отсутствии термической стабильности.

Таблица 3. Устойчивость к окислению и реальная термическая стабильность фритюрных жиров при жарке во фритюре изделий из дрожжевого теста

Характеристика фритюрных жиров	Устойчивость фритюрных жиров к окислению по данным рансиметрии, ч	Реальная термическая стабильность фритюрных жиров при жарке изделий во фритюре			
		Массовая доля диенов в жире, %	Массовая доля СНПЭ в жире по расчету, %	Массовая доля СНПЭ в жире по анализу, %	Массовая доля эпоксидов, ммоль/кг жира
Жир «Sunny Gold» исходный	4,4	0,85	0,52	0,17	9,8
Жир «Sunny Gold» после использования в течение 6 ч	-	1,66	1,03	1,14	76
Жир «Sunny Gold» после использования в течение 16 ч	0,2	-	-	-	-
Жир «Вегафрай 05» исходный	11,1	-	-	-	-
Жир «Вегафрай 05» после использования в течение 8 ч	4,1	-	-	-	-
Жир «Rainbow» исходный	6,1	0,6	0,37	-	6
Жир «Rainbow» после использования в течение 7 ч	-	1,6	1,0	-	65

Оценка полученных результатов позволяет сделать вывод, что между устойчивостью фритюрного жира к окислению, определяемой методом рансиметрии, и термической стабильностью жира по накоплению в нем продуктов окисления существует корреляционная зависимость, которая выражена уравнением:

$$T = 1,2T_p,$$

где T – термическая стабильность фритюрного жира, ч

T_p - устойчивость жира к окислению по данным рансиметрии, ч.

Коэффициент 1,2 отражает различные условия окисления жира кислородом воздуха и контроль процесса окисления по накоплению различных конечных продуктов. При исследовании методом рансиметрии окисление жира происходит при 110 °С в кинетическом режиме, а в реальном технологическом процессе – при 180 °С в диффузионном режиме по кислороду.

При расчете по результатам рансиметрии допустимое время использования фритюрного жира «Sunny Gold» в технологическом процессе $T_\phi = 1,2 \cdot 4,4 = 5,28$ ч, что прекрасно совпадает с ранее приведенными данными.

Предварительное тестирование каждой новой партии фритюрного жира методом рансиметрии позволяет рассчитать допустимую продолжительность использования этого

жира в технологическом процессе без проведения дополнительных физико-химических анализов.

Для верификации результатов, контроль содержания продуктов окисления при замене использованного фритюрного жира свежим может проводиться периодически в соответствии с утвержденной схемой контроля, особенно при переходе на использование новой партии фритюрного жира.

Обязательный входной контроль термической устойчивости каждой партии фритюрных жиров методом ускоренного окисления позволит четко контролировать допустимый срок использования этих жиров в технологическом процессе производства продукции из дрожжевого теста. Для использования в промышленном процессе рекомендуются фритюрные жиры с устойчивостью к окислению не менее 4 ч.

Глава 5. Совершенствование технологии изготовления изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре

Цель работы по разделу: Исследование технологии и рецептур изделий из дрожжевого теста с использованием разрешенных пищевых добавок – гидроколлоидов для уменьшения поглощения жира готовыми изделиями.

Постановка эксперимента.

Вначале подготавливали тестовые заготовки для пышек и пончиков. По традиционной технологии готовят два основных вида теста для пышек и пончиков. Пышки изготавливаются на основе жидкого теста, а пончики из густого теста.

В состав жидкого теста входят: мука, вода или молоко (1:1), сахар, дрожжи, соль, жир. В состав густого теста входят: мука, вода или молоко (1,7:1), сахар, дрожжи, яйцо, соль, жир.

При изготовлении жидкого теста по экспериментальным рецептурам в его состав вводили разрешенные ТР ТС 029/2012 пищевые добавки-загустители в количестве 1,2 % от массы муки. При изготовлении полуфабрикатов пончиков из густого теста на поверхность полуфабрикатов наносили защитное покрытие – смесь разрешенных пищевых добавок, содержащую гидроколлоиды и антиоксиданты.

Объектами исследования служили:

Пышки из жидкого теста по традиционной рецептуре:

Пышки из жидкого теста по экспериментальным рецептурам с введением пищевых добавок в количестве 1,2 % от массы муки.

Пончики из плотного теста с внесением пищевых добавок в тесто или с нанесением на поверхность пончиков защитного покрытия из смеси гидроколлоида и антиоксиданта.

Органолептическую оценку готовой продукции производили общепринятым методом с использованием разработанной шкалы оценок.

Влажность готового продукта определяли по ГОСТ 21094-75.

Содержание жира в готовой продукции определяли ускоренным экстракционно-весовым методом по действующему стандарту - ГОСТ Р 54607.8-2016.

Для определения показателей безопасности готовой продукции жир из некоторых экспериментальных образцов выделяли специально разработанным экспресс-методом твердофазной экстракции.

Для выделения жира тщательно измельчали 10-30 г средней пробы готового изделия (на гомогенизаторе или кофемолке). Смешивали измельченный продукт с подготовленным осушителем (прокаленным измельченным порошком карбоната натрия, сернокислого натрия или хлористого кальция) в соотношении от 4:1 до 2:1 для возможно более полного поглощения влаги. Полученную подсушенную массу помещали в полиэтиленовый патрон для твердофазной экстракции и осторожно уплотняли поршнем для обеспечения однородного заполнения патрона. Сверху приливали небольшими порциями хлороформ (трихлорметан) в количестве 10-30 см³ для экстрагирования жира. Скорость элюирования поддерживали, пропуская через пробу примерно 1 см³/мин растворителя. Конец выделения жира отмечали по исчезновению жирного следа от элюата на фильтровальной бумаге. Элюат собирали в предварительно взвешенную колбочку роторного испарителя. По окончании элюирования жира хлороформ удаляли из экстракта на роторном испарителе до исчезновения запаха. Массу выделенного жира в колбе испарителя определяли по разности.

Исследования показали, что метод твердофазной экстракции позволяет определять содержание жира с систематической относительной погрешностью около минус (3 – 5) % относительных от содержания жира в исследуемом образце. Продолжительность подготовки и элюирования образца жира составляет 60-70 мин в зависимости от массы исследуемого образца.

В выделенном жире определяли содержание сопряженных диенов по ГОСТ Р 54607.3-2014, п. 6.4 и рассчитывали содержание в этом жире продуктов окисления, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ). Содержание эпоксидов определяли по методике, приведенной в главе 2.

При органолептической оценке готовые изделия по традиционным и опытным рецептурам были оценены на «хорошо» и «отлично».

Результаты определения содержания жира в изделиях из дрожжевого теста приведены в табл. 4. и 5. Массовая доля жира в пышках меньше в образце с добавлением

смеси на основе камеди ксантана, по отношению к образцам, изготовленных по традиционной технологии и образцам с добавлением камеди гуара и комплексной смеси гидроколлоида и антиоксиданта.

Таблица 4 - Массовая доля жира в исследуемых продуктах (пышках)

Наименование образца	Массовая доля жира, %
Пышка классическая	30,5
Пышка классическая с добавлением 1,2 % смеси на основе камеди ксантана	23,7
Пышка классическая с добавлением 1,2 % смеси на основе камеди гуара	24,1
Пышка классическая с добавлением 1,2 % комплексной пищевой добавки	24,3

Таблица 5 - Массовая доля жира в исследуемых продуктах (пончиках)

Наименование образца	Массовая доля жира, %
Пончик классический	17,4
Пончик классический с добавлением комплексной пищевой добавки 1,0 %	11,5
Пончик классический с нанесением комплексной пищевой добавки 0,3 %	12,3
Пончик классический с нанесением комплексной пищевой добавки 0,8%	7,7
Пончик классический с нанесением комплексной пищевой добавки 1%	7,1
Пончик классический с нанесением комплексной пищевой добавки 1,2%	6,9
Пончик классический с нанесением комплексной пищевой добавки 1,5%	7,2
Пончик классический с нанесением комплексной пищевой добавки 2%	7,5

Массовая доля жира в пончиках меньше в образце с нанесением комплексной пищевой добавки в количестве 1,2 % по отношению к образцам, изготовленным по традиционной технологии и с разным количеством пищевой добавки.

Таким образом, применение гидроколлоидов в изделиях, жаренных во фритюре, способствует снижению впитываемости жира.

Зависимость между количеством введенной в тесто комплексной добавки и снижением массовой доли жира в изделии из дрожжевого теста (пончиках) может быть описана следующим корреляционным уравнением:

$$y = 2,9x^3 - 14x^2 + 21,4x$$

$$R^2 = 0,9996,$$

где y – снижение массовой доли жира в изделиях, %

x – массовая доля пищевой добавки в растворе, %

R – величина достоверности аппроксимации

Корреляционное уравнение (график полинома третьей степени) действительно в пределах массовой доли пищевой добавки от 0 до 2 %.

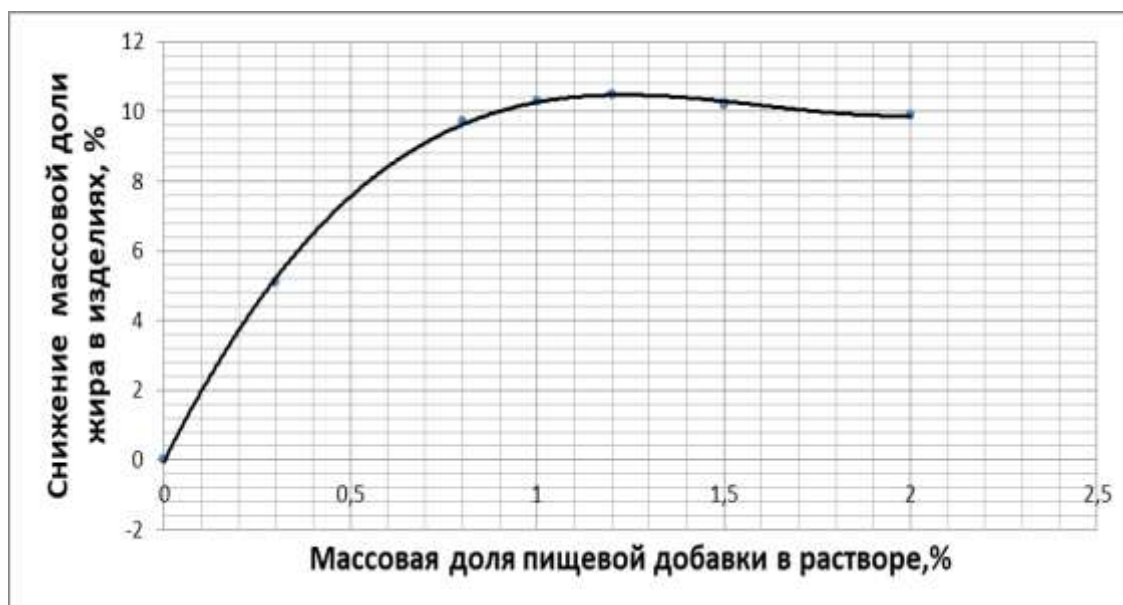


Рис. 2. Зависимость снижения массовой доли жира в изделиях от массовой доли пищевой добавки-гидроколлоида в растворе.

Исследована также интенсивность впитывания жира продуктом, показавшая, что с увеличением степени окисления фритюрного жира возрастает интенсивность его впитывания в обжариваемый продукт.

Как следует из приведенных данных, использование добавок камеди гуара или камеди ксантана в количестве 1,2 % к массе жидкого теста при изготовлении пышек позволяет уменьшить содержание жира в готовых изделиях на 21- 22 % по сравнению с традиционной технологией. Использование защитного покрытия по разработанной рецептуре при изготовлении пончиков из густого теста позволяет снизить содержание жира в готовых изделиях с 17,4 % по традиционной технологии до 6,9 %, то есть почти в 2,5 раза.

При исследовании жира, выделенного из готовых изделий экспресс-методом твердофазной экстракции, было установлено, что массовая доля в готовой продукции

соединений, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ), не превышает 0,3 % .
Массовая доля эпоксидов в этой продукции не превышает 18 ммоль/кг продукта.

На основании проведенных исследований разработаны рецептуры и технология производства пышек, пончиков из дрожжевого теста с применением пищевых добавок - гидроколлоидов, обеспечивающая пониженное поглощение фритюрного жира и пониженный уровень содержания эпоксидов в готовых изделиях.

Разработана НТД (ТТК, технологическая инструкция) на производство по новой технологии изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре.

Технологические схемы производства изделий из дрожжевого теста по новой технологии приведены в тексте диссертационной работы.

Улучшенная технология производства позволяет не только значительно уменьшить расход фритюрного жира при изготовлении изделий, но, главное, повысить их безопасность в результате снижения попадания в изделия продуктов окислительной порчи жира.

Определена экономическая эффективность реализации разработанной технологии на предприятиях общественного питания. На основании проведенного расчета для предприятий целесообразно использовать технологию приготовления изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре с использованием пищевой добавки, указанной концентрации. Так, за счет использования комплексной пищевой добавки предприятие получает доход от реализации пончиков в размере 6,34 тыс. рублей за тонну продукции, а от реализации пышек 630 рублей за тонну изделий.

Глава 6. Разработка схемы производственного контроля и комплекта технической документации на продукцию из дрожжевого теста, жаренную во фритюре

На основании полученных результатов разработана принципиально новая схема производственного контроля показателей безопасности продукции из дрожжевого теста, жаренной во фритюре:

- Для каждой новой партии фритюрного жира определяют методом рансиметрии устойчивость к окислению.
- Рассчитывают максимально допустимую продолжительность использования фритюрного жира до его замены.
- Проводят органолептическую оценку готовой продукции.
- Определяют экспресс-методом массовую долю жира в готовой продукции.

- Рассчитывают максимально возможное содержание токсичных продуктов окисления жира (СНПЭ и эпоксидов) в готовой продукции.

Оценку готовой продукции вначале производят органолептическим методом. Для контроля показателей безопасности жир из готовых изделий выделяют трихлорметаном (хлороформом) по методу ускоренной экстракции по ГОСТ Р 54607.8-2016 или специальным методом твердофазной экстракции (ТФЭ).

После удаления растворителя в роторном испарителе определяют массовую долю жира в готовых изделиях. Расчет массовой доли жира в готовых изделиях $C_{ж}$ в % производят по формуле:

$$C_{ж} = M_{ж} \cdot 100 / M_{п} ,$$

где $M_{ж}$ – масса выделенного жира в г;

$M_{п}$ – масса готового изделия, из которого выделен жир, г.

Максимально возможное содержание токсичных продуктов окисления жира в готовых изделиях определяют, умножая массовую долю жира в изделиях на максимально допустимую концентрацию СНПЭ и эпоксидов в использованном фритюрном жире (массовая доля СНПЭ 1 %, концентрация эпоксидов 65 ммоль/кг продукта).

Контроль фактического содержания в готовой продукции токсичных продуктов окисления фритюрного жира (СНПЭ и эпоксидов) может производиться периодически для верификации результатов в соответствии с утвержденной схемой контроля.

Заключение:

1. Обоснован выбор показателей безопасности фритюрного жира при производстве продукции из дрожжевого теста. Максимально допустимая массовая доля СНПЭ в использованном фритюрном жире при его замене свежим составляет 1,0 %, максимальная концентрация эпоксидов 65 ммоль/кг жира.
2. Определение устойчивости фритюрного жира к окислению методом рансиметрии для каждой партии фритюрного жира позволяет рассчитать максимально допустимый срок использования фритюрного жира в технологическом процессе до его замены.
3. Определение экспресс-методом массовой доли жира в готовой продукции позволяет рассчитать максимально возможные концентрации токсичных продуктов окисления жира в готовых изделиях.
4. На основании полученных данных разработана принципиально новая эффективная схема производственного контроля показателей безопасности продукции из дрожжевого теста, жаренной во фритюре.

Список работ, опубликованных по теме научно-квалификационной работы (диссертации)

1. Рогозин И.П. Совершенствование технологии получения изделий из дрожжевого теста, жареных во фритюре.// XXI век: итоги прошлого и проблемы настоящего плюс, Том 8 №2(46).- 2019, с. 174-177.
2. Рогозин И.П. Входной контроль устойчивости к окислению фритюрных жиров при производстве продукции фаст-фуд из дрожжевого теста./ И.П. Рогозин, Р.Л. Перкель, И.В. Кручина-Богданов // Вестник КрасГАУ.-2019.- №4 (145).-с.138-145.
2. Рогозин И.П. Нормирование и экспериментальное определение показателей безопасности изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре./ Р.Л. Перкель, И.П. Рогозин, И.В. Симакова// Журнал «Техника и технология пищевых производств», вып. ,2019, с. (в печати)

Публикации в других изданиях

4. Рогозин И.П. Кинетика изменения показателей безопасности жира при жарке во фритюре фруктов и овощей в кляре./ И.П. Рогозин, Н.С. Елисеева, Р.Л. Перкель, И.В. Симакова// Технология и продукты здорового питания. Материалы X Международной научно-практической конференции, посвященной 20-летию кафедры «Технологии продуктов питания», 100-летию факультета ветеринарной медицины, пищевых и биотехнологий»/ Под ред. И.В. Симаковой, Саратов, 2018, с. 73-81.
5. Рогозин И.П. Кинетика изменения показателей безопасности жира при жарке во фритюре полуфабрикатов из теста./ И.П. Рогозин , Р.Л. Перкель, И.В. Симакова // Актуальная биотехнология, №3 (26), 2018, с. 466-470.
6. Рогозин И.П. Оценка безопасности фритюрного жира по содержанию продуктов окисления, нерастворимых в петролейном эфире (СНПЭ)/ И.П. Рогозин, Р.Л. Перкель// Неделя науки СПбПУ: материалы научной конференции с международным участием. Высшая школа биотехнологии и пищевых технологий, 19-24 ноября 2018 г. СПб.: ПОЛИТЕХ-ПРЕСС, 2018, с. 163-165.
7. Рогозин И.П. Контроль показателей безопасности продукции быстрого питания из тестовых полуфабрикатов, жаренных во фритюре / И.П. Рогозин, Р.Л. Перкель.// Материалы XIII Российского форума «Здоровое питание с рождения: медицина, образование, пищевые технологии», Посвящается Дню матери. Санкт-Петербург, 9-10 ноября 2018 г., с. 81-87.
8. Перкель Р.Л. Особенности производственного контроля показателей безопасности продукции фаст-фуд из дрожжевого теста, жаренной во фритюре. / Р.Л.Перкель, И.П.Рогозин, И.В.Симакова// Материалы XVI Всероссийской конференции молодых

ученых, аспирантов и студентов с международным участием «Пищевые технологии и биотехнологии», посвященной 150-летию Периодической таблицы химических элементов (Казань, 16-19.04.2019).

9. Рогозин И.П. Нормирование и экспериментальное определение показателей безопасности изделий из дрожжевого теста, жаренных во фритюре./ Р.Л. Перкель, И.П. Рогозин, И.В. Симакова// II международный симпозиум «Пищевые инновации и биотехнологии» Том 1. Технологии пищевых производств, качество и безопасность/ под общ. ред. А. Ю. Просекова; ФГБОУ ВО «Кемеровский государственный университет». – Кемерово. – 2019. – с. 360-362.

Аспирант _____ Рогозин И.П.

(подпись)