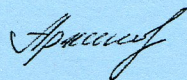


На правах рукописи



Архипов Леонид Олегович

**РАЗРАБОТКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА
УСКОРЕННОЙ ИДЕНТИФИКАЦИИ ТЕРМИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ
МЯСА ДЛЯ ОБОСНОВАНИЯ ВЫБОРА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ
РЕЖИМОВ ЕГО РАЗМОРАЖИВАНИЯ**

Специальность – **05.18.04** – технология мясных, молочных и рыбных
продуктов и холодильных производств

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

МОСКВА – 2016

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном научном учреждении «Всероссийский научно-исследовательский институт холодильной промышленности» (ФГБНУ «ВНИИХИ») в лаборатории холодильной технологии продуктов животного происхождения

Научный руководитель: доктор технических наук,
старший научный сотрудник
Дибирасулаев Магомед Абдулмаликович

Официальные оппоненты: **Кудряшов Леонид Сергеевич**, доктор технических наук, профессор, главный научный сотрудник ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова»

Маковеев Иван Иванович, кандидат технических наук, заведующий лабораторией технологии переработки птицы и качества продукции ВНИИПП

Ведущая организация: ФГБУ «Научно-исследовательский институт проблем хранения» Федерального агентства по государственным резервам

Защита диссертации состоится «16» февраля 2017 г в 14:00 ч на заседании диссертационного совета Д 307.004.03 при Федеральном государственном бюджетном научном учреждении «Всероссийский научно-исследовательский институт рыбного хозяйства и океанографии» по адресу:

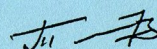
107140, г. Москва, ул. В. Красносельская, 17.

Факс (499) 264-91-87, e-mail: fishing@vniro.ru

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке ФГБНУ «ВНИРО» и на сайте <http://vniro.ru>.

Автореферат разослан «13» января 2017 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета

 Татарников Вячеслав Александрович

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Замораживание - один из наиболее распространенных способов сохранения качества мяса и продления его срока годности. В настоящее время на предприятиях РФ перерабатывается 41 тыс. т/год поставляемой в замороженном виде говядины отечественного производства и 550 тыс. т/год импортной замороженной бескостной говядины.

Исходное термическое состояние сырья перед замораживанием оказывает существенное влияние на качество мяса и потери его массы при размораживании. Потери при размораживании мяса, замороженного в парном состоянии на 23% выше, чем для мяса, замороженного после охлаждения. В России выработку замороженных блоков из жилованного мяса осуществляют из охлажденного сырья. За рубежом, например, в Новой Зеландии 40% всего производимого мяса замораживается в парном состоянии в виде бескостных мясных отрубов.

С целью сохранения качества и снижения потерь массы при размораживании мяса, замороженного в парном виде, следует применять дифференцированные технологии размораживания с применением предварительного темперирования сырья. Однако до настоящего времени нет метода идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, приемлемого для производственного контроля.

Разработке методов идентификации термического состояния и дифференциации мясного сырья различных качественных групп на основе исследования состава и содержания свободных нуклеотидов посвящены работы ряда отечественных и зарубежных ученых: Белозеров Г.А., Головкин Н.А., Дибирасулаев М.А., Кузин А.М.,

Павловский П.Е., Пискарев А.И., Соловьев В.И., Цыренов В.Ж., Aristov C, Ballin N., Batlle M., Honikel K., Toldra F.

Разработанный ранее во ВНИХИ способ определения количества стадий, которым было подвергнуто мясо при замораживании, основанный на определении количественного отношения свободных нуклеотидов мяса АТФ/ИМФ, имеет ряд недостатков: сложность проведения анализа, длительность получения результатов, необходимость использования дорогостоящего оборудования, что создает трудности его применения для производственного контроля.

В связи с этим разработана методика ускоренной идентификации термического состояния мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, является актуальной.

Целью работы является разработка спектрофотометрического метода ускоренной идентификации термического состояния мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, для обоснования выбора технологических режимов его размораживания.

Для достижения поставленной цели решались следующие **задачи**:

- определить методом высокоэффективной жидкостной хроматографии качественный состав и количественное содержание свободных нуклеотидов мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения;
- выявить характерные признаки отличия оптических свойств растворов эталонных компонентов свободных нуклеотидов, идентичных по их содержанию в мясе, замороженном в парном виде или после охлаждения, позволяющие идентифицировать их;
- обосновать метод идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, на основе измерения отношения оптической

плотности, характеризующей содержание свободных нуклеотидов и термическое состояние сырья;

- исследовать изменение содержания свободных нуклеотидов в процессе хранения мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения, по показателю оптической плотности;

- провести сравнительные экспериментальные исследования по идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, с применением спектрофотометрического метода (СФ-метода) и метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), производственную проверку и апробацию СФ-метода в условиях аккредитованных лабораторий.

Научная новизна

- установлена связь изменения оптической плотности экстрактов свободных нуклеотидов замороженной говядины и исходного термического состояния сырья до замораживания;

- предложен и научно обоснован показатель М для ускоренной идентификации термического состояния мяса, определяемого как отношение оптических плотностей экстрактов свободных нуклеотидов и нуклеозидов, измеряемых при характерных для АТФ и ИМФ длинах волн;

- впервые экспериментально подтверждена и научно обоснована возможность применения СФ-метода для идентификации говядины, замороженной в парном виде или после охлаждения для обоснования выбора технологических режимов его размораживания.

Практическая значимость работы

Разработан метод идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, позволяющий внедрить эффективную дифференцированную технологию размораживания мяса,

замороженного в парном виде, обеспечивающую сохранение его качества и снижение потерь массы на 23%.

Проведена апробация метода в условиях аккредитованных лабораторий ФГБНУ «ВНИИМП им. В.М. Горбатова» и ФГБНУ «ВНИТеК» и производственная проверка СФ-метода идентификации термического состояния мяса для обоснования выбора технологических режимов размораживания, обеспечивающих сохранение качества и снижение потерь бескостных мясных отрубов в опытно-промышленных условиях ОАО «Мясокомбинат Клинский». Комиссией рекомендован разработанный СФ-метод для использования в производственных условиях предприятия.

Разработан проект ГОСТа «Метод идентификации термического состояния мяса. Спектрофотометрический метод определения термического состояния мяса».

Получены: патент на «Способ размораживания мяса» №2529915 и подана заявка на патент: «Способ определения состояния мяса перед замораживанием» входящий регистр - № 2015117728 от 13.05.15 г.

Методология и методы исследования

Методологическая основа диссертационного исследования включает в себя комплекс общенаучных и специальных методов. Основой исследования является изучение состава и содержания свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса различного термического состояния для разработки ускоренного метода идентификации мясного сырья, замороженного в парном виде или после охлаждения. Для анализа теоретических данных использовались методы систематизации и обобщения материалов научно-методических изданий, нормативных документов и периодической печати, а для проведения экспериментальной части работ – спектрофотометрические, хроматографические и физико-химические методы исследования.

Положения, выносимые на защиту:

-экспериментальные данные, полученные методом ВЭЖХ, по качественному составу и количественному содержанию свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения;

-результаты экспериментальных исследований оптических свойств растворов свободных нуклеотидов, идентичных по их содержанию в мясе, замороженном в парном виде или после охлаждения;

-экспериментальные данные по обоснованию показателя М для ускоренной идентификации термического состояния мяса, определяемого как отношение оптической плотности экстрактов свободных нуклеотидов, измеряемой при характерных максимумах спектров поглощения;

-метод идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения для обоснования выбора технологических режимов его размораживания.

Апробация работы

Основные результаты диссертационной работы представлены и обсуждены на: 7-ой ежегодной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов институтов отделения «Хранения и переработки сельскохозяйственной продукции» ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии «Научный вклад молодых ученых в развитие пищевой и перерабатывающей промышленности АПК», Москва, октябрь 2013 г.; 4-ой Международной научно-практической конференции Санкт-Петербург, декабрь 2013 г.; на 17-ой Международной научно-практической конференции, посвященной памяти Горбатова В. М., ВНИИМП, Москва, декабрь 2014 г.; Международной научной конференции, молодых ученых и специалистов, посвященной созданию объединенного аграрного вуза в

Москве, МСХА им. К.А. Тимирязева, Москва, июнь 2014 г.; Юбилейной конференции посвященной 85-летию ФГБНУ ВНИХИ, Москва, май 2015 г.; 4-ой Международной научно-практической конференции «Инновационные пищевые технологии в области хранения и переработки сельскохозяйственного сырья» май 2015 г. Краснодар, VII-ой Международной научно-технической конференции «Низкотемпературные и пищевые технологии в 21 веке» 17–20 ноября 2015 г. Санкт-Петербург -2015 г.

Результаты работы удостоены: золотой медали в категории лучшая научно-исследовательская работа на 7-ой ежегодной научно-технической конференции молодых ученых и специалистов институтов отделения «Хранения и переработки сельскохозяйственной продукции» ГНУ ВНИМИ Россельхозакадемии «Научный вклад молодых ученых в развитие пищевой и перерабатывающей промышленности АПК», Москва, октябрь 2013 г; диплома РАСХН за лучшую завершённую научную разработку 2013 г. «Усовершенствованная технология размораживания паровоздушным способом бескостных мясных отрубов».

Личное участие соискателя

Диссертационная работа выполнена соискателем лично, включая анализ научной литературы по теме диссертации, разработку методик проведения исследований, выполнение экспериментальной части работ, анализ и обобщение полученных результатов, формулировку выводов. При участии соискателя проведена производственная проверка разработанного метода на предприятии ОАО «Мясокомбинат Клинский». Соавторство по отдельным этапам работы отражены в списке публикаций.

Публикации

По материалам выполненных исследований опубликовано 10 печатных работ, в том числе 2 статьи в журналах, рекомендуемых ВАК, получен 1 патент.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, трех глав, включающих обзор литературы, методы исследований, экспериментальную часть, заключения, списка литературы, включающего 129 отечественных и 80 зарубежных источников информации. Работа изложена на 137 страницах машинописного текста, содержит 23 таблицы и 24 рисунков и 5 приложений.

Диссертационная работа выполнена в ФГБНУ ВНИХИ.

Степень достоверности результатов работы подтверждается проведением экспериментов в 5-кратной повторности, с применением современных приборов и методов исследований, статистической обработкой данных при доверительной вероятности 0,95 и 0,99.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснованы актуальность темы диссертации, научная новизна, практическая значимость работы, сформулированы цель и задачи исследований, положения, выносимые на защиту.

В первой главе проведен аналитический обзор отечественной и зарубежной литературы. Проанализировано состояние рынка говядины в России. Проведен анализ данных биохимических изменений, происходящих при хранении и размораживании мяса, замороженного однофазным и двухфазным способом. Установлено влияние этих способов на степень созревания мяса после размораживания. Показана роль свободных нуклеотидов и нуклеозидов в формировании вкуса и аромата мяса и в определении его структурно-механических свойств. Обобщена информация о методах в области идентификации мяса по

качественным и количественным параметрам. Проведенный анализ позволил обосновать цель и сформулировать задачи исследования.

Во второй главе изложены организация, объекты и методы проведения экспериментов. Структурная схема исследований представлена на рисунке 1.

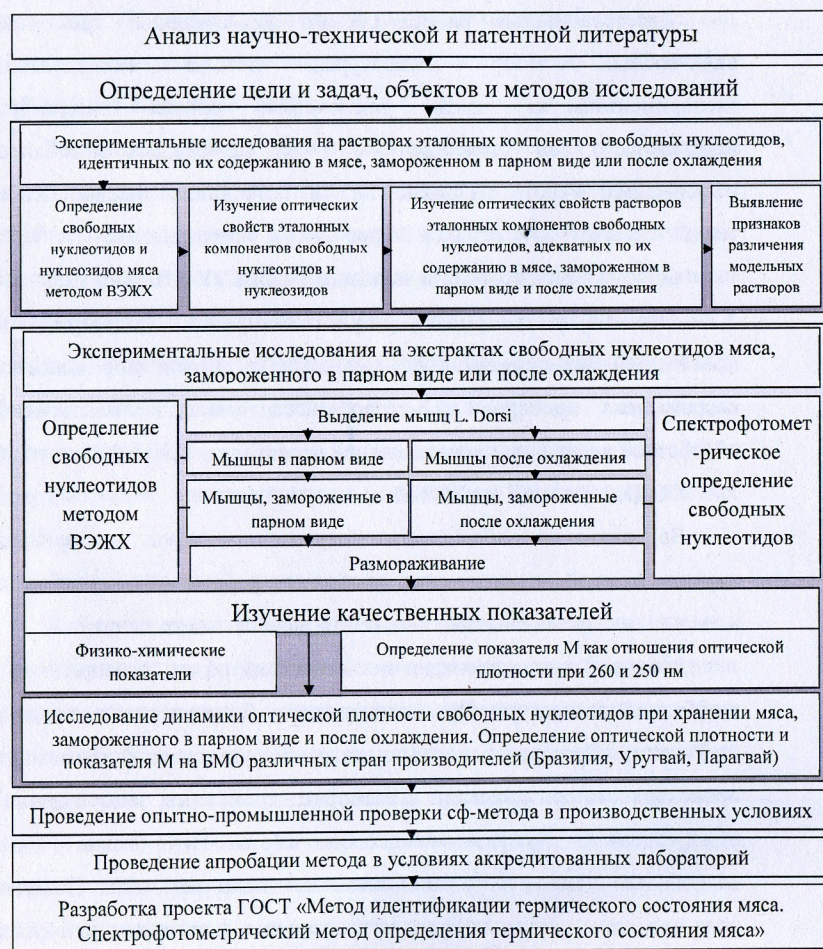


Рисунок 1 - Структурная схема постановки эксперимента

Исследования проводились в ФГБНУ «ВНИИХИ» в рамках плана НИР по программе ФНИ государственных академий наук - «Научные основы управления биохимическими и технологическими процессами хранения продовольственного сырья и пищевых продуктов с целью сокращения потерь, стабилизации качества и повышения хранимоспособности продукции».

Определение состава и содержания свободных нуклеотидов в мясе методом ВЭЖХ выполнялось на базе лаборатории ИБХ РАН им. академиков М.М. Шемякина и Ю.А. Овчинникова.

Промышленная апробация СФ-метода проводилась в условиях ОАО "Мясокомбинат Клинский". Лабораторная апробация метода проводилась в аккредитованной лаборатории научно-методических работ, биологических и аналитических исследований ФГБНУ «ВНИИМП им. В. М. Горбатова» и в испытательном центре ФГБНУ «ВНИИТеК».

Объектом исследования служили: свободные нуклеотиды – АТФ, АДФ, АМФ, ИМФ и нуклеозиды – инозин и гипоксантин (препараты высокой степени чистоты 99,96%, «SIGMA», США). Мышцы крупного рогатого скота (L. Dorsi) в парном виде, полученные непосредственно после убоя, охлажденном – через 24 ч после убоя и замороженные в парном виде и после охлаждения. Бескостные мясные отруба производства Бразилии, Парагвай, Уругвай.

Выбор методов исследований обоснован возможностью максимального отражения влияния условий холодильной обработки мяса и его термического состояния в момент замораживания на его физико-химические, биохимические и структурно-механические изменения.

При проведении исследований определяли комплекс показателей: активную кислотность среды ГОСТ Р 51478-99; потери мышечного

сока; качественный состав и количественное содержание свободных нуклеотидов мяса методом ВЭЖХ, оптическую плотность их растворов – спектрофотометрически; параметры замораживания и размораживания мясного сырья термографическим способом.

Экстракцию аденинсодержащих свободных нуклеотидов осуществляли по методике Северина Г.А., 1989.

Качественный состав и количественное содержание свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса определяли на универсальном жидкостном хроматографе "agilent-1200" Agilent Technologies (США) на колонке Phenomenex Sphere Clone ODS (2) 250*4/6,5 мкм.

Определение оптической плотности эталонных растворов и экстрактов свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса спектрофотометрическим путем проводили с применением спектрофотометров Spekol-1500 «AnalytikJENA» (Германия), Cary-50Bio «AgilentTechnologies» (США), UV-3600 Shimadzu (Япония).

Контроль параметров замораживания и размораживания мясного сырья осуществляли с применением современных электронных записывающих приборов: измерителя регистратора температуры «ИС-203.2»; термогигрометра «ДВ2ТСМ»; термоанометра «ТТМ-2-01М»; продолжительность размораживания фиксировали с помощью таймера.

ГЛАВА 3 Экспериментальная часть

Результаты исследований состава и содержания свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса методом ВЭЖХ

Данные по определению качественного состава и количественного содержания свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения, представлены на рисунке 2 и в таблице 1.

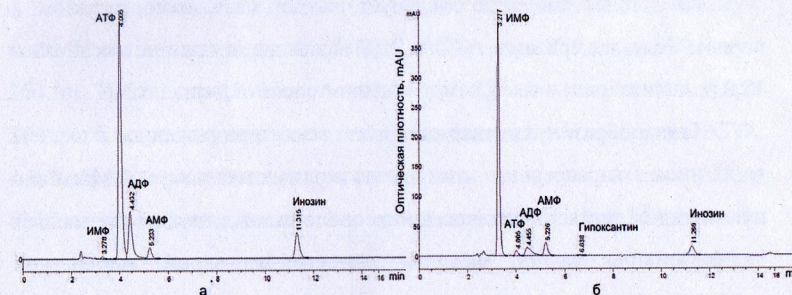


Рисунок 2 – Хроматограммы разделения свободных нуклеотидов и нуклеозидов мышечной ткани

а – мясо, замороженное в парном виде; б – мясо, замороженное после охлаждения; ИМФ – инозинмонофосфорная кислота (инозиновая кислота); АТФ – аденозинтрифосфорная кислота; АДФ – аденозиндифосфорная кислота; АМФ – аденозинмонофосфорная кислота;

Таблица 1 – Содержание свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения

Свободные нуклеотиды и нуклеозиды мяса	Содержание свободных нуклеотидов и нуклеозидов в мясе замороженном, $\mu\text{моль} / \text{г}$	
	в парном виде ($x \pm s$)	после охлаждения ($x \pm s$)
АТФ	$3,48 \pm 0,54$	$0,16 \pm 0,14$
АДФ	$1,40 \pm 0,55$	$0,25 \pm 0,21$
АМФ	$0,32 \pm 0,22$	$0,18 \pm 0,15$
ИМФ	$0,44 \pm 0,29$	$5,39 \pm 1,26$
Инозин	$0,22 \pm 0,19$	$0,15 \pm 0,12$
Гипоксантин	0	$0,05 \pm 0,02$

Из хроматограммы (рисунок 2а) следует, что основное содержание свободных нуклеотидов мяса, замороженного в парном виде, приходится на АТФ. В процессе охлаждения АТФ почти полностью переходит в ИМФ, что видно из хроматограммы для мяса, замороженного после охлаждения (рисунок 2б). Поэтому, для идентификации мясного сырья различных способов замораживания было предложено использовать количественное отношение нуклеотидов АТФ к ИМФ.

Из данных таблицы 1 следует, что в мясе, замороженном в парном виде, содержание АТФ в 21,8 раз выше, а количество ИМФ в 12,3 раза ниже, чем в мясе, замороженном после охлаждения.

Таким образом, подтверждено, что мясо, замороженное в парном виде, имеет характерные отличия по количественному содержанию нуклеотидов от мяса, замороженного после охлаждения, что позволяет дифференцировать их методом высокоэффективной жидкостной хроматографии на основе использования отношения концентрации АТФ к ИМФ. Однако данный метод не применим для производственного контроля, требует длительного времени проведения анализа, высококвалифицированного персонала и значительных материальных затрат.

Результаты спектрофотометрических исследований растворов эталонных веществ свободных нуклеотидов и нуклеозидов

Спектрофотометрические данные исследований монорастворов веществ АТФ, АДФ, АМФ, ИМФ, инозина и гипоксантина (зависимость показателя оптической плотности χ от длины волны λ) приведены на рисунке 3.

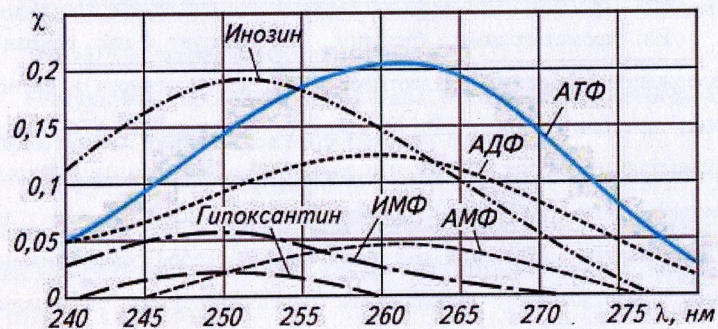


Рисунок 3 - Характерные спектры поглощения монорастворов свободных нуклеотидов и нуклеозидов

Установлено, что раствор АТФ имеет характерный максимум поглощения при длине волны 260 нм, АДФ – при 259 нм, АМФ – при 260 нм, ИМФ – при 250 нм, инозин – при 250 нм, гипоксантин – при 249 нм. Следует отметить, что вещества, содержащие аденозин - АТФ, АДФ, АМФ имеют максимум поглощения в диапазоне длин волн 259–260 нм, а инозиновая кислота, инозин и гипоксантин – при 249–250 нм.

Результаты исследований смесей растворов свободных нуклеотидов и нуклеозидов в концентрациях, идентичных по их содержанию для мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения, показаны на рисунке 4.

Данные по количественному содержанию отдельных компонентов для приготовления растворов были получены на основе проведенных исследований с помощью метода ВЭЖХ (таблица 1).

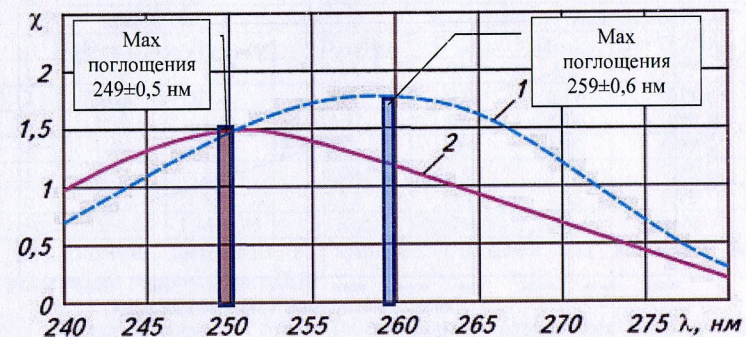


Рисунок 4 – Спектры поглощения смесей свободных нуклеотидов и нуклеозидов в концентрациях, идентичных по их содержанию мясе, замороженном в парном виде (1) и после охлаждения (2)

Определено, что максимум спектра поглощения смеси свободных нуклеотидов и нуклеозидов, идентичных по их содержанию мясу, замороженному в парном виде, наблюдается в диапазоне длин волн 259±0,6 нм, характерном для аденозиновых нуклеотидов - АТФ, АДФ, АМФ, в то время как, высота максимума спектра поглощения смеси

свободных нуклеотидов и нуклеозидов, идентичных по их содержанию мясу, замороженному после охлаждения, приходится к области длин волн $249 \pm 0,5$ нм (рисунок 4), характерной для инозиновой кислоты и нуклеозидов.

Максимумы спектров поглощения смесей свободных нуклеотидов и нуклеозидов, адекватных по их содержанию в мясе, замороженном в парном виде или после охлаждения достоверно отличны друг от друга при $p < 0,01$, $n = 20$.

Результаты исследований и обработки полученных данных по определению влияния изменения отношения концентрации АТФ к ИМФ на отношение их оптической плотности при характерных длинах волн 260 и 250 нм (по сходному принципу определения кратности замораживания мяса методом ВЭЖХ) приведены на рисунке 5.

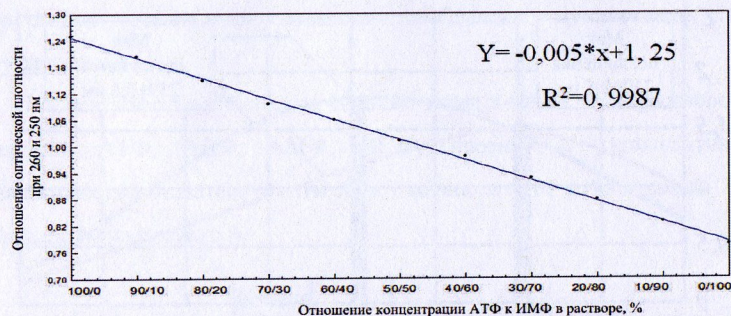


Рисунок 5 – Зависимость отношения оптической плотности при 260 к 250 нм от процентного отношения концентраций АТФ к ИМФ в растворе.

Анализ данных рисунка 5 показывает, что между отношением оптической плотности АТФ при 260 нм к оптической плотности ИМФ при 250 нм и переходом АТФ в ИМФ установлена линейная зависимость. Для концентрации раствора со 100% содержанием АТФ характерное значение отношения оптической плотности составляет 1,25, а для раствора со 100% содержанием ИМФ – 0,77.

Результаты исследований растворов смеси АТФ и ИМФ показывают, что определяемое отношение оптической плотности при 260 к 250 нм может быть использовано для оценки перехода АТФ в ИМФ.

Данные измерений оптической плотности при длинах волн, соответствующих максимумам поглощения растворов свободных нуклеотидов и нуклеозидов, идентичных по их содержанию в мясе, замороженном в парном виде и после охлаждения (таблица 2), подтверждают возможность применения показателя М - отношения D_{260}/D_{250} для дифференцирования исследуемых растворов.

Таблица 2 - Значения оптической плотности растворов свободных нуклеотидов и нуклеозидов, идентичных по их содержанию в мясе, замороженном в парном виде и после охлаждения и показателя М

№	Растворы свободных нуклеотидов и нуклеозидов, идентичных по их содержанию в мясе					
	замороженном в парном виде			замороженном после охлаждения		
	$D_{260 \text{ нм}}$	$D_{250 \text{ нм}}$	$M = D_{260}/D_{250}$	$D_{260 \text{ нм}}$	$D_{250 \text{ нм}}$	$M = D_{260}/D_{250}$
1	1,47	1,27	1,16	0,87	1,2	0,73
2	1,43	1,3	1,1	0,85	1,17	0,73
3	1,57	1,43	1,1	0,85	1,19	0,71
4	1,56	1,41	1,11	0,9	1,21	0,74
5	1,52	1,39	1,09	0,89	1,19	0,75
6	1,53	1,38	1,11	0,97	1,35	0,72
$\bar{x} \pm s$	$1,51 \pm 0,05$	$1,36 \pm 0,06$	$1,11 \pm 0,02^*$	$0,89 \pm 0,04$	$1,22 \pm 0,07$	$0,73 \pm 0,01^*$

*Различия достоверны по критерию Стьюдента для показателя М сравниваемых растворов при $p < 0,01$

Установлено, что значения показателя отношения оптической плотности $M = D_{260}/D_{250}$, для растворов, идентичных по содержанию свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса, замороженного в парном виде, больше единицы и составляют от 1,09 до 1,16, а для растворов, идентичных по их содержанию мясу, замороженному после охлаждения, величина М меньше единицы и находится в пределах от 0,71 до 0,75.

Таким образом, установленные значения показателя М для исследуемых растворов, достоверно различны, при уровне значимости $p < 0,01$, что позволяет обосновать выбор этого показателя для характеристики термического состояния мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения.

Результаты спектрофотометрических исследований экстрактов свободных нуклеотидов мяса

Данные исследований по определению спектров поглощения экстрактов свободных нуклеотидов мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения, представлены на рисунке 6.

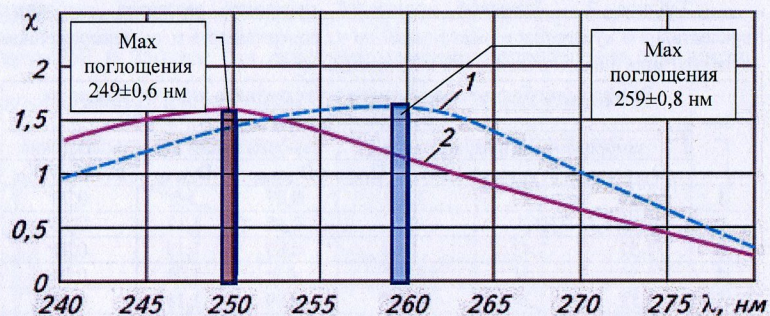


Рисунок 6 – Спектры поглощения экстрактов растворов свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса, замороженного в парном виде (1) и после охлаждения (2)

Экспериментально установлено, что характерные пики спектров поглощения для экстрактов свободных нуклеотидов мяса, замороженного в парном виде ($259 \pm 0,8$) и после охлаждения ($249 \pm 0,6$) нм, отличаются друг от друга. Разница достоверна при $p < 0,01$, ($n=20$). Полученные результаты на экстрактах мяса аналогичны данным исследований на растворах свободных нуклеотидов и нуклеозидов.

Результаты исследований по идентификации термического состояния замороженных мышц L. Dorsi и бескостных мясных отрубов производства различных стран, определяемых по величине оптической

плотности при характерных длинах волн и значению показателя М, приведены в таблицах 3 и 4.

Таблица 3 - Значения оптической плотности экстрактов свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения и показателя М

№	Мясо, замороженное в парном виде			Мясо, замороженное после охлаждения		
	D _{260 нм}	D _{250 нм}	М	D _{260 нм}	D _{250 нм}	М
1	1,61	1,45	1,11	0,87	1,20	0,72
2	1,43	1,30	1,10	0,85	1,17	0,72
3	1,57	1,43	1,10	0,85	1,19	0,71
4	1,56	1,41	1,10	0,90	1,21	0,75
5	1,62	1,49	1,08	1,12	1,54	0,73
6	1,63	1,48	1,10	1,11	1,47	0,76
x±s	1,57±0,07	1,43±0,07	1,10±0,01*	0,95±0,13	1,30±0,16	0,73±0,02*

*Различия достоверны по критерию Стьюдента для показателя М сравниваемых экстрактов свободных нуклеотидов и нуклеозидов мяса при $p < 0,01$

Значение показателя М для экстрактов свободных нуклеотидов, полученных из мяса, замороженного в парном виде ($1,10 \pm 0,01$), в 1,5 больше значений показателя М для мяса, замороженного после охлаждения ($0,73 \pm 0,02$). Разница между определяемыми показателями достоверна при уровне значимости $p < 0,01$, что позволяет идентифицировать исследуемое мясное сырье.

Таблица 4 - Значения показателя М экстрактов свободных нуклеотидов и нуклеозидов замороженных БМО различных стран производства

№	Бразилия	Парагвай	Уругвай
	М	М	М
1	0,78	0,71	0,78
2	0,72	0,78	0,77
3	0,71	0,76	0,75
4	0,73	0,77	0,73
5	0,71	0,75	0,75
6	0,73	0,76	0,78
x±s	0,73±0,03	0,76±0,02	0,76±0,02

Сравнительный анализ замороженных бескостных отрубов производства Бразилии, Парагвая и Уругвая по величине показателя М показал, что для всех образцов средние значения М находятся в пределах от 0,73 до 0,78 при максимальных отклонениях от 0,71 до

0,78, что является доказательством их замораживания после охлаждения.

Исследование динамики оптической плотности экстрактов свободных нуклеотидов при хранении мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения

Проведены исследования по определению изменений значения показателя М для мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения, в процессе хранения. Определение значения показателя М проводили с интервалом в 3 месяца и в течение 12 месяцев, рисунок 7.

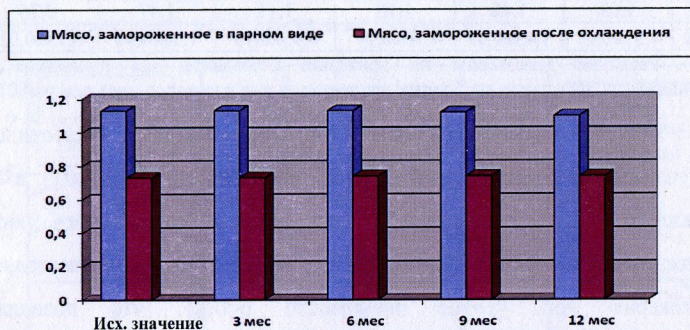


Рисунок 7– Значения показателя М при хранении мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения (температура хранения минус 18°С)

Установлено, что значение показателя М для мяса, замороженного в парном виде, составило - 1,10±0,02, а для мяса, замороженного после охлаждения - 0,73±0,03, и практически не изменялось на протяжении одного года хранения.

Диапазон значений показателя М для мяса, замороженного в парном виде – больше или равен единице ($M \geq 1$), и для мяса, замороженного после охлаждения -меньше единицы ($M < 1$).

Оценка достоверности данных по идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, полученных методом ВЭЖХ и СФ-методом

Результаты исследований мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения, с применением метода ВЭЖХ и разработанного СФ-метода (таблица 5) показывают сопоставимость полученных данных обоими методами.

Таблица 5 - Сравнительный анализ сопоставимости данных, полученных методом ВЭЖХ и СФ-методом

№	Метод ВЭЖХ		СФ-метод	
	Отношение концентраций, $\mu\text{моль/г}$ АТФ/ИМФ		Отношение оптической плотности $D_{260\text{ATF}}/D_{250\text{ИМФ}}$	
	Мясо замороженное			
	в парном виде	после охлаждения	в парном виде	после охлаждения
1	13,92	0,06	1,11	0,72
2	10,64	0,02	1,10	0,72
3	11,92	0,04	1,10	0,71
4	15,58	0,03	1,10	0,75
5	22,11	0,06	1,08	0,73
$\bar{x} \pm s$	$14,84 \pm 4,48^*$	$0,04 \pm 0,02^*$	$1,10 \pm 0,01^{**}$	$0,73 \pm 0,02^{**}$

Различия достоверны по критерию Стьюдента между отношениями концентраций для сравниваемых образцов при $p < 0,01$; **достоверны по критерию Стьюдента между показателем М для сравниваемых образцов $p < 0,01$

Экономическая эффективность

Экономический эффект за счет снижения потерь массы при размораживании мясного сырья, замороженного в парном виде, составит 3,9 тыс. руб./т. Применительно к мясокомбинату мощностью по размораживанию мяса 20 т/сут. годовой экономический эффект составит 9,36 млн. руб.

Технико-экономическая оценка СФ-метода и метода ВЭЖХ показывает, что: стоимость оборудования, необходимого для внедрения СФ-метода в 11 раз ниже, а время проведения анализа меньше в 6 раз. Сф-метод является более простым и не требует подготовки высококвалифицированного персонала, а результаты измерения имеют сопоставимую точность в оценке термического состояния мяса.

Основные результаты работы и выводы

1. Экспериментально установлены качественный состав и количественное содержание свободных нуклеотидов мяса, замороженного в парном виде и после охлаждения методом ВЭЖХ. Определено, что в мясе, замороженном в парном виде, содержание АТФ в 21,8 раз выше, а количество ИМФ в 12,3 раза ниже, чем в мясе, замороженном после охлаждения.

2. Установлены характерные признаки отличия растворов свободных нуклеотидов и нуклеозидов, идентичных по их содержанию в мясе, замороженном в парном виде или после охлаждения, по длине волн максимумов спектров поглощения (250 и 260 нм) отдельных компонентов в моно растворах и их смесях.

3. Обоснована возможность идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, по величине показателя M , определяемого как отношение оптической плотности $D_{\text{АТФ}}$ при длине волны 260 нм к оптической плотности $D_{\text{ИМФ}}$ при длине волны 250 нм. Определены значения M , характерные для мяса, замороженного в парном виде ($M \geq 1$) и после охлаждения ($M < 1$).

4. Показано, что значение исследуемого показателя M существенно не изменяется в течение 12 месяцев хранения мяса при температуре минус 18°C (не более 10%) и может быть использовано для идентификации термического состояния мяса в процессе хранения.

5. Разработан спектрофотометрический метод идентификации мяса для обоснования выбора технологических режимов его размораживания:

- проведены сравнительные экспериментальные исследования по идентификации мяса, замороженного в парном виде или после охлаждения, с применением СФ-метода и метода ВЭЖХ:

- осуществлена проверка метода в аккредитованных лабораториях ФГБНУ «ВНИИМП им. В. М. Горбатова» и ФГБНУ «ВНИТЭК»;

- метод апробирован на предприятии ОАО «Мясокомбинат Клинский» и рекомендован для использования в промышленных условиях.

Список опубликованных работ по теме диссертационного исследования

Статьи в изданиях из перечня рецензируемых ВАК

1. Дибирасулаев, М.А. Разработка быстрого спектрофотометрического метода идентификации мяса, замороженного в парном состоянии или после охлаждения / М.А. Дибирасулаев, Г. А. Белозеров, Л.О. Архипов // Холодильная техника.– 2015.– №7.– С. 44-48.

2. Дибирасулаев, М.А. Исследование состава и содержания свободных нуклеотидов мяса КРС на различных этапах холодильной обработки и хранения / М.А. Дибирасулаев, Г.А. Белозеров, Л.О. Архипов, Е.Д. Шибанова, И.В. Беляничкова // Холодильная техника.– 2016.– №4.– С. 58-61.

Патенты

3. Пат. №2529915. РФ. Способ размораживания мяса./ Дибирасулаев М.А., Белозёров Г.А., Архипов Л. О. и др. Заявитель и патентообладатель ГНУ ВНИИХИ РАСХН. Бюл. № 28., заяв.: 2013134502/13, 24.07.2013, опубл.: 10.10.2014.

Статьи в прочих изданиях

4. Архипов, Л.О. О разработке метода идентификации термического состояния мяса перед замораживанием / Л.О. Архипов, М.А. Дибирасулаев // Сборник материалов 4-ой Международной научно-практической конференции, т.1. - С-П.–2013.–С. 157-160.

5. Архипов, Л. О. Разработка метода идентификации термического состояния мяса перед замораживанием / Л.О. Архипов, М.А. Дибирасулаев // Сборник материалов 7-ой научно-технической конференции молодых ученых и специалистов институтов отделения «Хранения и переработки с/х продукции» ГНУ ВНИИМ «Научный вклад молодых ученых в развитие пищевой и перерабатывающей промышленности АПК». – ГНУ ВНИИМ Россельхозакадемии. – М.– 2013.– С. 25-27.

6. Дибирасулаев, М.А. К разработке спектрофотометрического метода идентификации термического состояния мяса перед

замораживанием / М.А. Дибирасулаев, Г.А. Белозеров, Л.О. Архипов // Сборник материалов 17-ой Международной научно-практической конференции, посвященной памяти Горбатова В. М.– ВНИИМП. –М. – 2014.–С. 64-66.

7. Дибирасулаев, М.А. Разработка метода идентификации термического состояния мяса перед замораживанием / М.А. Дибирасулаев, Г.А. Белозеров, Л.О. Архипов // Сборник материалов Международной научной конференции, молодых ученых и специалистов, посвященной созданию объединенного вуза в Москве. – Издательство РГАУ-МСХА им. К.А. Тимирязева. –2014. – С. 290-292.

8. Дибирасулаев, М.А. Разработка быстрого метода идентификации термического состояния мяса перед замораживанием / М.А. Дибирасулаев, Г.А. Белозеров, Л.О. Архипов // К 85-летию ФГБНУ ВНИХИ: сб. науч. тр. ВНИХИ.– М.–2015. – С. 170-177.

9. Дибирасулаев, М.А. Разработка метода идентификации термического состояния мяса перед замораживанием на основе определения состава и количества свободных нуклеотидов / М.А. Дибирасулаев, Г.А. Белозеров, Л.О. Архипов, А.Н. Билецкий // Сборник трудов 4-ой Международной научно-практической конференции «Инновационные пищевые технологии в области хранения и переработки сельскохозяйственного сырья». – К. –2015.– С. 264-268.

10. Дибирасулаев, М.А. Разработка спектрофотометрического метода идентификации термического состояния мяса, основанного на изменении состава и содержания свободных нуклеотидов / М.А. Дибирасулаев, Г.А. Белозеров, Л.О. Архипов //Сборник трудов VII Международной конференции «Низкотемпературные и пищевые технологии в 21 веке» – С-П. –2015. – С. 85-88.

Список сокращений, приведенных в работе

АДФ – аденозиндифосфат;

АМФ – аденозинмонофосфат;

АТФ – аденозинтрифосфат;

БМО – бескостные мясные отруба;

ВЭЖХ – высокоэффективная жидкостная хроматография;

ИМФ – инозинмонофосфат;

СФ–метод – спектрофотометрический метод.

Подписано к печати:
29.12.2016

Формат: 60×84 ¹/₁₆
Объем: 1,5 п. л.

ФГБНУ «ВНИРО»
Копировально-множительное бюро
107140, г. Москва,
ул. В.Красносельская, 17

Заказ № 1185
Тираж: 100