



УКРАЇНА

(19) UA (11) 93130 (13) C2
(51) МПК
G01N 33/12 (2006.01)МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ КІСТКОВИХ ВКЛЮЧЕНЬ В М'ЯСНИХ ПРОДУКТАХ, ВИГОТОВЛЕНИХ З ПОДРІБНЕНОЇ М'ЯСНОЇ СИРОВИНИ

1

2

(21) а200906902

(22) 01.07.2009

(24) 10.01.2011

(46) 10.01.2011, Бюл.№ 1, 2011 р.

(72) ЄРЕСЬКО ГЕОРГІЙ ОЛЕКСІЙОВИЧ, УСАТЕНКО НіНА ФЕДОРІВНА, ОХРИМЕНКО ЮРІЙ ІВАНОВИЧ

(73) ТЕХНОЛОГІЧНИЙ ІНСТИТУТ МОЛОКА ТА М'ЯСА УКРАЇНСЬКОЇ АКАДЕМІЇ АГРАРНИХ НАУК

(56) ГОСТ Р 52417-2005 Мясо птицы механической обвалки. Методы определения массовой доли костных включений и кальция [он-лайн], дата введения в действие 01.01.2007[знайдено 22.11.2010]. Знайдено в Інтернет: <URL: <http://www.complexdoc.ru>>

ГОСТ 23042-86 Мясо и мясные продукты. Методы определения жира [он-лайн], дата введения в действие 08.08.1986 [знайдено 22.11.2010]. Знай-

дено в Інтернет: <URL: <http://docs.cntd.ru/document/1200021649>>(57) Спосіб визначення вмісту кісткових включень в м'ясних продуктах, виготовлених з подрібненої м'ясної сировини, що передбачає подрібнення м'ясного продукту, обробку його лужним розчином, осаджування, декантацію розчину, промивання осаду, висушування його до постійної маси, зважування, обчислення результатів, який **відрізняється** тим, що передбачає після підсушування осаду повне його знежирення за допомогою розчинника жиру, підсушування осаду в сушильній шафі до постійної маси, обробку розчинником клітковини, декантацію розчину, сушіння осаду в сушильній шафі до постійної маси, обробку осаду розчинником, питома вага якого від 0,62 до 2,0 г/см³, відстоювання, декантацію розчину, сушіння осаду в сушильній шафі до постійної маси, обчислення вмісту кісткових включень.

Винахід відноситься до м'ясо- та птахопереробної промисловості, а саме до фізико-хімічних методів аналізу м'ясних продуктів, виготовлених з подрібненої м'ясної сировини (далі за текстом «м'ясні продукти»), призначений для визначення в них вмісту кісткових включень.

Під час сертифікаційних випробувань продуктів, як правило, оцінюють ступінь їх безпечності за показниками, які передбачені медико-біологічними вимогами. Відсутність методів контролю за вмістом компонентів, які використовували при виробництві м'ясних продуктів, призводить до фальсифікації цих продуктів за рахунок використання непередбачених рецептурою, або перевищення норми використання передбачених рецептурою складових компонентів. Так, у переважній більшості, вироблена в Україні м'ясна продукція фальсифікована за рахунок використання під час її виробництва у недозволеній кількості м'яса птиці механічного обвалювання, або м'яса механічного дообвалювання. Ця м'ясна сировина представляє собою пастоподібну м'ясну масу з наявністю кісткових включень, що є технічно неминучим під час

механічного відокремлення м'язової тканини від кісток. Вміст кісткових включень у такому м'ясі та їх розмір суворо регламентовано діючою нормативною документацією: ГСТУ 46.070-2003 «М'ясо птиці механічного обвалювання. Загальні технічні умови» та СОУ 15.1-37-108:2004 «М'ясо механічного дообвалювання (м'ясна маса). Технічні умови». При застосуванні недосконалого обладнання, або обладнання в неналежному стані, вироблене м'ясо птиці механічного обвалювання або м'ясо механічного дообвалювання містить кісткові включення у великій кількості та гострої форми, що є небезпечним для здоров'я людини. На цей час, завдяки відсутності доступних та достовірних методів контролю за кількістю кісткових включень в м'ясних продуктах, підприємства фальсифікують м'ясні продукти негласною заміною у рецептурі обваленого вручну та знежиленого м'яса на м'ясо птиці механічного обвалювання або м'ясо механічного дообвалювання.

Відомо гістологічний метод ідентифікації складу м'яса та м'ясних продуктів, викладений у державному стандарті Російської Федерації «Мясо и

(13) C2

(11) 93130

(19) UA

мясные продукты». Метод гистологической идентификации состава», в основу якого покладено виготовлення гістологічних препаратів, їх забарвлення з використанням гематоксилін-еозина (загальне забарвлення), Судана III, IV (для виявлення жиру), розчину Люголя (для виявлення крохмалю) та дослідження отриманих після забарвлення зразків під світловим мікроскопом.

Недоліком цього способу є довготривалість та складність визначення загальної кількості кісткових включень в продукті завдяки ідентичному забарвленню гематоксиліном-еозином в зразках продукту і кісткових включень, і сухожилів.

Відомо мікроструктурний спосіб контролю якості м'ясної сировини у фаршах для пельменів (Патент України №77580 кл.С2, опубл. 15.12.2006, Бюл. №12), який передбачає забарвлення гістологічних зрізів гематоксиліном-еозином та за Ван-Гізеном, проведення мікроскопічного аналізу гістологічних препаратів, визначення гістоструктурних показників тканинних складових м'ясного фаршу і наповнювачів, визначають кількісне співвідношення структурних компонентів на ескізі, виготовленому з кожного гістологічного препарату, за допомогою інтеграційного окуляра.

Недоліком цього способу є довготривалість, складність визначення загальної кількості кісткових включень в фаршах для пельменів та технічна неможливість використання цього способу для визначення загальної кількості кісткових включень в ковбасних виробках.

Найбільш близьким по суті до способу, що залягає є гравіметричний спосіб визначення кількості кісткових включень у м'ясі птиці механічного обвалювання, викладений в ТУ 49 861-83 «Блоки из мяса птицы механической обвалки замороженные. Технические условия» та [Красюков Ю.Н., Громов И.Ю., Савинкова И.П., Павленко Н.М., Даньшова Л.Л. Определение костных включений в и кальция в мясе птицы механической обвалки. // Мясные технологи. - М.: 2007. - №9, - С.22-24.], які передбачає такі дії:

- приготування 2%-го розчину гідроксиду калію;

- від зразка м'яса птиці механічного обвалювання беруть наважку масою 100г з похибкою не більше ніж 0,05г, розміщують у хімічному скляному стакані місткістю 500см³;

- до наважки доливають 300см³ 2%-го розчину гідроксиду калію і нагрівають на киплячій водяній бані, періодично перемішуючи скляною паличкою;

- одержаний лужний розчин з наявними в ньому шматочками м'якушевих тканин зливають (декантують), повторюючи процес до повного розчинення м'якушевих тканин;

- розчин фільтрують через паперовий фільтр (попередньо висушений разом з скляним стаканом до постійної маси);

- осад переносять на фільтр, розміщують разом з фільтром в бюксі і висушують до постійної маси за температури 103°C±2°C;

- масову частку кісткових включень (X) в відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

де: m₁ - маса скляного стакану з висушеними фільтром і осадом, г;

m₂ - маса скляного стакану з фільтром, г;

m - маса наважки, г;

100 - коефіцієнт перерахування;

- за остаточний результат випробувань приймають середнє арифметичне результатів трьох паралельних визначень, допустима розбіжність яких не повинна перевищувати ±5%;

- обчислення проводять з точністю до 0,01%.

Недоліком цього гравіметричного способу є обмеженість сфери його застосування: кількість кісткових включень визначається у м'ясній сировині та м'ясних продуктах, до компонентного стану яких входять тільки м'язова та кісткова тканини. Присутні ж у м'ясних продуктах спеції, крохмаль та клітковина випадають у осад разом з кісточками і відокремити їх неможливо.

Завданням винаходу, що пропонується є розробка способу визначення вмісту кісткових включень в м'ясних продуктах, виготовлених з подрібненої м'ясної сировини, фізико-хімічним методом аналізу, який є достовірним, не вимагає складної апаратури та реактивів, що мають високу вартість.

Поставлене завдання досягається тим, що навагу м'ясного продукту масою m подрібнюють, розчиняють в лужному розчині м'язову, з'єднують та жирову тканини, відстоюють. В процесі відстоювання розчину відбувається розшарування рідинної дисперсної системи на складові фази: дисперсне середовище та дисперговану речовину, яке відбувається під дією сил тяжіння. На поверхню колоїдного розчину, утвореного за рахунок набухання крохмалю, спливає шар нерозчинної з'єднувальної тканини та жиру, а на дно осідають: у вигляді осаду - кісткові включення та спеції, а у вигляді суспензії - клітковина. Розчин з плаваючими в ньому шматочками нерозчинної з'єднувальної тканини та розтопленої жирової тканин декантують. А до осаду додають чистий 2% розчин гідроокису калію так, щоб рівень розчину в хімічному стакані співпадав з рівнем розчину до декантації, і знову поміщають в киплячу водяну баню. Додавання розчину гідроокису калію, нагрівання, відстоювання і декантацію повторюють до повного розчинення та видалення крохмалю, м'язової і жирової тканин та видалення з'єднувальної тканини. Після цього осад промивають не менше 3-х раз дистильованою водою у кількості (кожен раз) від 10 до 15см³, фільтрують, висушують у сушильній шафі за температури не нижче ніж 100°C до постійної маси, сухий осад знежирюють за допомогою розчинника жиру, яким може бути петролейний або етиловий ефіри. Під час знежирювання до суміші кісткових включень та інших нерозчинних часток додають від 10 до 15мл розчинника і періодично помішують скляною паличкою протягом 3-4 хвилин. Розчинник з видаленим жиром кожен раз зливають. Процес повторюють до повного знежирення. Після останнього зливу залишки розчинника випарюють. Хімічний стакан із знежиреним осадом підсушують за температури не менше ніж 100°C до постійної маси. Суха суміш кісткових включень і нерозчинних часток повинна бути сухою і розсипчастою, зверху якої, за наявності кліт-

ковини, повинна бути пухнаста маса. Осад, за наявності у м'ясному продукті клітковини, обробляють у магнітній мішалці її розчинником, наприклад, реактивом Швейцера або хлоридом цинка $ZnCl_2$. Процес проводять до повного розчинення клітковини. Після відстоювання та декантації розчину осад висушують за температури не нижче ніж $100^\circ C$ до постійної маси. Виділення з осаду кісткових включень, питома вага яких дорівнює від $1,8\text{г/см}^3$ до 2г/см^3 , та відділення їх від спецій, питома вага яких складає від $0,5\text{г/см}^3$ до $0,62\text{г/см}^3$, здійснюють у розчинниках, питома вага яких має значення від $0,62\text{г/см}^3$ до $2,0\text{г/см}^3$. Таким розчинником може бути хлороформ з питомою вагою $1,489\text{г/см}^3$. Для цього до осаду, який поміщають в хімічний скляний стакан місткістю не менше ніж 70см^3 та масою m_2 додають 50мл розчинника. В процесі відстоювання та осаджування розчину легкі спеції спливають на поверхню хлороформу, а кісткові включення осідають на дні хімічного стакана. Спеції обережно декантують і відкидають. Залишки розчинника з скляного стакана, в якому осіли кісткові включення, випарюють за температури не менше ніж $100^\circ C$ до повного випаровування розчинника. Скляний стакан з кістковими включеннями негайно поміщають в ексикатор, охолоджують до кімнатної температури і зважують з записом результату до $0,001\text{г}$. Потім скляний стакан знову поміщають в сушильну шафу, витримують 30 хвилин, охолоджують і зважують з записом результату до $0,001\text{г}$. Якщо зменшення маси після першого та другого висушувань не перевищує $0,005\text{г}$, то висушування закінчують, а якщо зменшення маси перевищує $0,005\text{г}$, то стакан знову поміщають в сушильну шафу. Висушування продовжують до тих пір, поки різниця маси між двома наступними зважуваннями не буде меншою ніж $0,005\text{г}$. Остаточну масу скляного стакана з кістковими включеннями (m_1) визначають з точністю до $0,001\text{г}$.

Масову частку кісткових включень (X) в відсотках обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

де: m_1 - маса скляного стакана з осадом, г;

m_2 - маса скляного стакана, г;

m - маса наваги м'ясного продукту, г;

100 - коефіцієнт перерахунку;

- за остаточний результат випробувань приймають середнє арифметичне результатів трьох паралельних визначень, допустима розбіжність яких не повинна перевищувати $\pm 5\%$;

- обчислення проводять з точністю до $0,01\%$.

Спосіб визначення вмісту кісткових включень в м'ясних продуктах, виготовлених з подрібненої м'ясної сировини, для точності вимірів та обчислення виконують в трьох паралельних дослідах.

Дія способу:

Приклад 1.

Визначення вмісту кісткових включень в ковбасі вареній 2-го сорту, виготовленої з використанням 20% м'яса птиці механічного обвалювання, спецій, клітковини та крохмалю.

Для правильності вибору реактивів, точності вимірів та обчислень паралельно досліджують три проби.

Підготовка проби.

Пробу ковбаси вареної ретельно подрібнюють, зважують навагу проби масою $m=50,0\pm 0,5\text{г}$ і поміщають в хімічний стакан місткістю 500см^3 , додають 2% водний розчин гідроокису калію в такій кількості, щоб консистенція наваги під час помішування була рідкою, без згустків.

Проведення вимірювань.

Хімічний стакан з пробой що досліджують поміщають в гарячу водяну баню, поступово доводять до кипіння, весь час при цьому періодично помішуючи, протягом від 1 год. до 1,5 год. до зникнення в розчині шматочків м'язових тканин. Хімічний стакан виймають з водяної бані, відстоюють декілька хвилин. В процесі відстоювання розчину відбувається розшарування рідинної дисперсної системи на складові фази: дисперсне середовище та дисперговану речовину, яке відбувається під дією сил тяжіння. На поверхню колоїдного розчину, утвореного за рахунок набухання крохмалю, спливає шар нерозчинної з'єднувальної тканини та жиру, а на дно осідають: у вигляді осаду - кісткові включення та спеції, а у вигляді суспензії - клітковина.

Розчин з плаваючими в ньому шматочками нерозчинної з'єднувальної тканини та розтопленої жирової тканин обережно декантують. А до осаду додають чистий 2% розчин гідроокису калію так, щоб рівень розчину в хімічному стакані співпадав з рівнем розчину до декантації, і знову поміщають в киплячу водяну баню. Додавання розчину гідроокису калію, нагрівання, відстоювання і декантацію повторюють до повного розчинення та видалення крохмалю, м'язової і жирової тканин та видалення з'єднувальної тканини. Кінцевий розчин повинен бути прозорим або злегка каламутним і не містити видимих нерозчинних часток.

Останню порцію розчину гідроокису калію обережно зливають, не допускаючи потрапляння кісткових включень та нерозчинних часток на стінки хімічного стакана. Потім осад промивають в хімічному стакані дистильованою водою 3-4 рази порціями по $10\text{-}15\text{см}^3$.

Промитий осад переносять змиванням дистильованою водою в попередньо висушений і зважений до постійної маси хімічний стакан місткістю 50мл з записом результату зважування до $0,001\text{г}$.

Перенесений осад у зваженому хімічному стакані висушують в сушильній шафі за температури $103^\circ C \pm 2^\circ C$ до постійної маси, а після цього знежирюють за допомогою розчинника - петролейного ефіру. Під час знежирювання до осаду додають $10\text{-}15\text{мл}$ розчинника і періодично помішують скляною паличкою протягом 3-4 хвилин. Розчинник з видаленим жиром кожен раз зливають.

Процес повторюють 4-5 разів до повного знежирення осаду. Після останнього зливу залишки розчинника випарюють: спочатку під витяжкою шафою на повітрі, а потім в сушильній шафі за температури $103^\circ C \pm 2^\circ C$ протягом не менше ніж 10 хвилин.

Осад має вигляд пухнастої маси зверху - клітковина та розсипчастої знизу кісткові вclusions та спеції.

Осад, за наявності у м'ясному продукті клітковини, переносять в колбу з притертою пробкою, додають 100 мл свіжого реактива Швейцера і обробляють розчин на магнітній мішалці до повного розчинення клітковини. Після відстоювання та декантації розчину, осад промивають дистильованою водою, переносять в скляний стакан (бюкса) місткістю 70 см³ та масою m_2 і висушують в сушильній шафі за температури $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ до постійної маси.

Процес відділення кісткових вclusions від нерозчинних часток здійснюють за допомогою розчину хлороформу. При цьому до досліджуваної проби, що знаходиться в скляному стакані, додають 50 мл хлороформу. Нерозчинні частки з питомою вагою меншою ніж у хлороформі спливають на поверхню, а кісткові вclusions осідають на дні стакана.

Розчин з часточками, які сплили, обережно декантують і відкидають.

Залишки розчину хлороформу з стакана випарюють спочатку під витяжною шафою на повітрі, а потім в сушильній шафі за температури $103^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ до повного випаровування хлороформу.

Скляний стакан з кістковими вclusions після висушування виймають з сушильної шафи, негайно поміщають в екзикатор, охолоджують до кімнатної температури і зважують з записом результату до 0,001г. Потім хімічний стакан знову поміщають в сушильну шафу, витримують 30 хвилин, охолоджують і зважують з записом результату до 0,001г. Якщо зменшення маси після першого та другого висушувань не перевищує 0,005г, то висушування закінчують, а якщо зменшення маси перевищує 0,005г, то бюксу знову поміщають в сушильну шафу. Висушування продовжують до тих пір, поки різниця маси між двома наступними зважуваннями не буде меншою ніж 0,005г. Остаточну масу скляного стакана з кістковими вclusions (m_1) визначають з точністю до 0,001г.

Масову частку кісткових вclusions (X) в відсотках обчислюють за формулою:

Обробка результатів вимірювань

Масову частку кісткових вclusions X, %, обчислюють за формулою:

$$X = \frac{m_1 - m_2}{m} \cdot 100,$$

де: m_1 - маса скляного стакана з осадом, г;

m_2 - маса скляного стакана, г;

m - маса наваги масного продукту, г;

100 - коефіцієнт перерахування;

За остаточний результат випробувань приймають середнє арифметичне значення трьох паралельних визначень, допустима розбіжність яких не повинна перевищувати $\pm 5\%$ відносно абсолютного значення.

Обчислення проводять до 0,01%.

Результати обчислень наведено в таблиці.

Приклад 2.

Визначення вмісту кісткових вclusions в ковбасі вареній 2-го сорту, виготовленій з використанням 20% м'яса птиці механічного обвалювання, спецій, клітковини та крохмалю.

Для правильності вибору реактивів, точності вимірів та обчислень паралельно досліджують три проби.

Підготовку проби, проведення вимірювань та обробку результатів вимірювань проводять аналогічно прикладу 1 за виключенням: для знежирення осаду проводять його обробку етиловим ефіром - замість петролейного, а розчинення клітковини здійснюють гарячим концентрованим розчином хлориду цинка ZnCl_2 - замість обробки реактивом Швейцера.

Результати обчислень наведено в таблиці.

Приклад 3.

Визначення вмісту кісткових вclusions в фарші, виготовленому з використанням 10% м'яса птиці механічного обвалювання, спецій та клітковини. Для точності вимірів та обчислень паралельно досліджують три проби. Дослідження з визначення вмісту кісткових вclusions в зразках фаршів, виготовлених з використанням м'яса птиці механічного обвалювання, спецій, та клітковини проводять аналогічно прикладу 1.

Результати обчислень наведено в таблиці.

Приклад 4.

Визначення вмісту кісткових вclusions в консервах фаршевих, виготовлених з використанням 10% м'яса птиці механічного обвалювання, спецій та крохмалю.

Для точності вимірів та обчислень паралельно досліджують три проби. Дослідження з визначення вмісту кісткових вclusions в зразках консервів фаршевих, виготовлених з використанням м'яса птиці механічного обвалювання, спецій, клітковини та крохмалю проводять аналогічно прикладу 2 за виключенням: не проводять обробку осаду гарячим концентрованим розчином хлориду цинка ZnCl_2 .

Результати обчислень наведено в таблиці.

Таким чином, заявлений спосіб визначення вмісту кісткових вclusions в м'ясних продуктах, виготовлених з подрібненої м'ясної сировини є ефективним та зручним. Цей спосіб дозволяє проводити визначення вмісту кісткових вclusions в багатокомпонентних м'ясних продуктах без складної апаратури та реактивів, що мають високу вартість. Відносна похибка визначення не більше ніж 5%, що задовольняє вимогам метрологічних характеристик гравіметричних аналізів з діапазоном вимірювань масової частки кісткових вclusions в м'ясних продуктах від 0,1% до 1,5% при довірчій вірогідності 0,95.

Таблиця

Результати визначень масової частки кісткових включень
в ковбасних виробках, виготовлених з використанням м'яса птиці
механічного обвалювання, спецій, клітковини та крохмалю

№ при- кладу	Масова част- ка м'яса пти- ці механічно- го обвалювання в продукті за рецептурою, %	Масова част- ка кісткових включень в м'ясі птиці механічного обвалювання X_m , %	Теоретично визначена масова частка кіст- кових включень в продукті X_n , %	Масова час- тка кістко- вих вклю- чень 1-ї паралельної проби зраз- ка продукту X_1 , %	Масова час- тка кістко- вих вклю- чень 2-ї паралельної проби зраз- ка продукту X_2 , %	Масова час- тка кістко- вих вклю- чень 3-ї паралельної проби зраз- ка продукту X_3 , %	Середнє значення масової частки кісткових включень у продук- ті X_c , %	Відносна похибка вимірювань $\bar{X} =$ $(X_n - X_c) \cdot 100$, %
Приклад 1	20	0,425	0,085	0,083	0,082	0,083	0,083	2,0
Приклад 2	20	0,425	0,085	0,083	0,082	0,083	0,082	3,0
Приклад 3	10	0,551	0,055	0,053	0,055	0,052	0,054	3,0
Приклад 4	10	0,470	0,047	0,050	0,049	0,050	0,050	3,0