УДК 637.5.07

И.В. Буянова, А.К. Какимов, Б.Б. Кабулов, А.К. Мустафаева, Л.А. Остроумов

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СИСТЕМЫ РЕНТГЕНОВСКОГО МИКРОАНАЛИЗА ДЛЯ ИЗУЧЕНИЯ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ И МИКРОСТРУКТУРЫ МЯСОКОСТНОГО СЫРЬЯ

Статья посвящена использованию эффективных методов рентгеновского микроанализа на базе низковакуумного аналитического растрового электронного микроскопа «JSM-6390LV JEOL» для изучения химических элементов и микроструктуры мясокостного сырья. Разработанная методика работы на микроскопе позволила определить процентное соотношение различных элементов в костях КРС и лошадей и сделать рациональный выбор для дальнейшей переработки костей в целях получения пищевой добавки.

Мясокостное сырье, реберная кость, микроструктура, электронный микроскоп, химические элементы, гранулометрический состав.

Введение

Перед пищевой промышленностью всегда стоят задачи повышения эффективности использования сырья, сокращения отходов производства, расширения ассортимента и повышения качества выпускаемой продукции.

Кость, получаемая при переработке мяса и субпродуктов (голов, ног и т.д.), является ценным видом сырья, так как высокое содержание в ней жира, белка и фосфорно-кальциевых солей обусловливает выработку широкого ассортимента пищевой, кормовой и технической продукции. Химический состав кости, получаемый в результате обвалки, весьма разнообразен и зависит от вида, породы, пола, упитанности скота, а также ее анатомического расположения [1].

Применение костного сырья для производства различной продукции обусловлено содержанием в ней высокоусвояемых белков, жиров, витаминов, аминокислот и т.д. В традиционной технологии переработка костного сырья предусматривает в основном выработку из него костного жира, бульона, кормовой муки, а также с помощью кислотной и щелочной обработки извлечение белковых и минеральных компонентов для выработки пищевой продукции.

Кость – богатый источник минеральных биологически активных веществ. В ней содержатся макро- и микроэлементы, в основном фосфорнокислые и углекислые соли кальция, соли натрия, железа и калия. Кроме того, этот вид сырья содержит физиологически оптимальное для организма соотношение кальция и фосфора. Современная практика использования в колбасных изделиях фосфатов, казеината натрия и молочной сыворотки усугубляет недостаточность кальция в организме, поэтому оно должно сочетаться с обогащением колбас препаратами кальция, лучше из кости [2].

Костное сырье относится к коллаген-содержащему, соединительная ткань которого содержит неполноценный белок коллаген (в нем отсутствует незаменимая аминокислота – триптофан). Хотя вторичное сырье с повышенным содержанием коллагена уступает мышечной ткани по сбалансированности аминокислот и переваримости ферментами желудочно-кишечного тракта, оно обладают рядом положительных свойств. Безотходное использование кости позволяет вырабатывать биологически полноценные продукты питания. Этими вопросами занимались ученые многих стран. Ими было отмечено, что препараты из костей животных положительно влияют на организм человека [3]. Поэтому проблема наиболее полного использования костного сырья приобретает особое значение.

Научно обоснованный подход к использованию сырья и продуктов его переработки обусловливает получение продуктов питания повышенной пищевой ценности со сложным сырьевым составом. Проведенный анализ научно-технической информации по этому вопросу указывает на целесообразность разработки пищевых добавок на основе костного сырья и дальнейшее их применение в производстве комбинированных мясных продуктов (мясные начинки, паштеты, рубленые полуфабрикаты и т.д.).

Биологическая ценность кости для питания человека основана на том, что она является не только опорной частью организма человека, но и тканью, выполняющей важные биохимические функции при обмене веществ, росте, кроветворении. Для определения ее состава применяют химические методы исследования. К ним можно отнести методы аналитической, органической, физической и биологической химии. Исследователи с помощью химических методов определяют в сырье животного и растительного происхождения такие питательные вещества, как: белок, углеводы, минеральные вещества, витамины и др.

На сегодняшний день существуют различные методы микроструктурного анализа, которые являются трудоемкими и требуют значительных затрат времени. Поэтому целесообразно изучить принцип действия и разаработать методику наиболее эффективного метода определения химического состава и микроструктуры с использованием низковакуумного аналитического растрового электронного микроскопа «JSM-6390LV JEOL».

Объект и методы исследования

В испытательной региональной лаборатории инженерного профиля «Научный центр радиоэкологических исследований» при Государственном университете имени Шакарима города Семей была разработана методика определения химических элементов, микроструктуры реберных костей крупного рогатого скота (КРС) и лошадей с использованием низковакуумного аналитического растрового электронного микроскопа (РЭМ) «JSM-6390LV JEOL» (Япония) [4, 5]. Внешний вид этого микроскопа показан на рис. 1, в котором исследуемый образец сканируется сфокусированным электронным пучком в условиях промышленного вакуума. Сканирующий электронный микроскоп позволяет получать изображение поверхности образца с разрешением в высоком вакууме до 3 нм. Полностью настраиваемый интерфейс программного обеспечения делает работу с прибором интуитивно понятной, а программа SmileShot™ гарантирует оптимальные рабочие установки. Низковакуумный режим в модели JSM-6390LV включается одним щелчком мыши, позволяя изучать влажные или непроводящие образцы без напыления. Максимальный размер образцов для этих приборов ограничен 6 дюймами.

Рис. 1. Экспериментальный стенд для микроскопических исследований:
1 – низковакуумный аналитический растровый электронный микроскоп (РЭМ) «JSM-6390LV JEOL»; 2 – система рентгеновского микроанализа «INCA ENERGY 250, OXFORD INSTRUMENTS»; 3 – компьютер для обработки данных микроскопического исследования; 4 – компьютер для обработки данных, полученных в системе рентгеновского микроанализа; 5 – управляющие блоки системой рентгеновского микроанализа; 6 – блок питания; 7 – водяной охладитель

В качестве объекта исследования использовалась реберная и позвонковая кость лошадей, выращенных в Семейском регионе Восточно-Казахстанской области. Использовали кости лошадей, полученных после обвалки здорового животного. Из костного остатка после специальной обработки получали мясокостную пасту, которую в дальнейших исследованиях использовали в качестве пищевой добавки в мясных продуктах.

Подготовка объекта исследования заключалась в специальной обработке. Для определения микроструктуры, гранулометрического состава готовят образцы мясокостного сырья размером не более 10х10 мм. Затем их обезжиривают путем обработки 2 %-ным раствором едкого калия, нагревая на кипящей водяной бане в течение 10–15 мин. После растворения образцов раствор сливают через высушенный фильтр. Оставшиеся частицы вместе с фильтром высушивают при комнатной температуре.

Затем костный остаток измельчали в силовых измельчителях: волчок-дробилка и машина «Masskolloider MKZA 10-15J» для получения более тонкого помола. В результате получено костное сырье светло-коричневого цвета в виде тонкодисперсного порошка. Для исследования брали определенное количество костного порошка и клали на углеродный скотч предметного столика и под микроскоп. Исследуемый образец в условиях высокого вакуума сканируется сфокусированным электронным пучком средних энергий и подвергается воздействию глубокого вакуума и интенсивной бомбардировке ускоренными электронами. Предлагаемый метод микроструктурного анализа позволяет за небольшой промежуток времени с высокой точностью определять как микроструктуру, так и гранулометрический состав пищевых продуктов.

Методика определения химического состава.

Образец для исследования устанавливался на поверхность держателя. Затем проводилась настройка прибора, и на экран выводилось изображение образца (рис. 2). Камера для него вентилировалась, и держатель с образцом ставился на предметный столик. С помощью мыши нажимаются пиктограммы ACB, AF и AS и исследуется изображение. Преимущество данного метода заключается в быстром и точном определении всех химических элементов, содержащихся в изучаемом продукте.

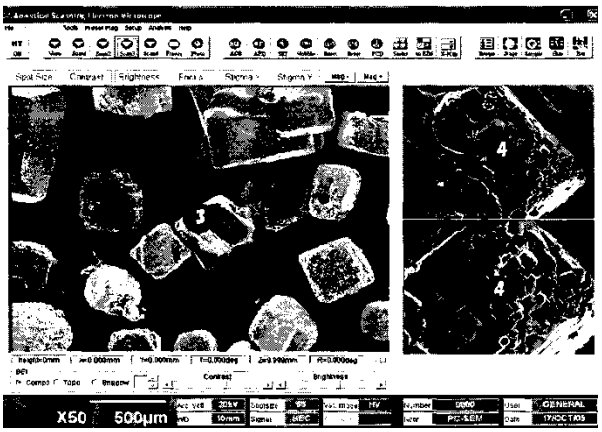

Рис. 2. Вид программы «Windows Start=> =>Program=>JEOL SEM=>SEM Main Menu» на мониторе

Данное оборудование позволяет исследовать микроструктуру различных материалов в большом диапазоне увеличения.

Результаты и их обсуждение

Разработанные методики позволяют исследовать не только свойства поверхности образца, но и получать и визуализировать информацию о свойствах подповерхностных структур. Разрешающая способность растрового электронного микроскопа в значи-

тельно большей степени зависит от выбранного режима работы микроскопа и способа подготовки образца, чем при просвечивающей микроскопии. Обычно для получения информации о структуре поверхности используются вторичные (отраженные) электроны.

Проведены многочисленные исследования гранулометрического состава мясокостного сырья, влияния механической обработки на структурно-механические характеристики и микроструктуру мясокостного сырья.

Для обеспечения точности и достоверности результатов исследования с каждого образца взято по 5 проб и с каждой пробы проведено по три измерения. Обработка экспериментальных данных проводилась в компьютерной программе «Microsoft Excel».

Микроструктура мясокостного фарша после измельчения представлена на рис. 3–5.

Разрешающая способность растрового электронного микроскопа позволяет сделать вывод о микроструктурных элементах изучаемых объектов и определить количественно содержание химических элементов (табл. 2, рис. 3–6). На рис. 3–6 отмечаем, что кость в основном состоит из промежуточного вещества и клеточных элементов. Источником ее развития, как и других соединительных тканей, является мезенхима. В определенные моменты эмбриогенеза мезенхимные клетки на основе усиленного миотического деления и мутационного процесса создают так называемые клетки – остеоциты. Форма остеоцитов чаще вытянутая, овальная или веретеновидная с множеством ветвящихся отростков.

В указанных точках сделан рентгеноспектральный анализ содержания химических элементов, которые приведены в табл. 1. Измерения производились в 3-кратной повторности, и в таблице представлен средний химический состав.

В ходе обработки полученных данных выявлено, что в костях КРС содержание химического элемента кальция в весовом соотношении больше, чем в костях лошадей и свиней.

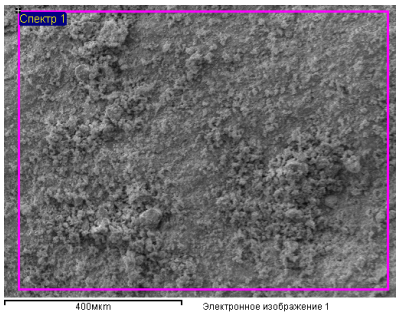

Рис. 3. Микроструктура мясокостного фарша после измельчения на волчке-дробилке

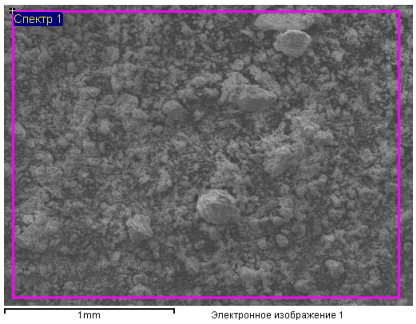

Рис. 4. Микроструктура мясокостного фарша после измельчения на установке для тонкого измельчения мясного и мясокостного сырья со шнековым питателем

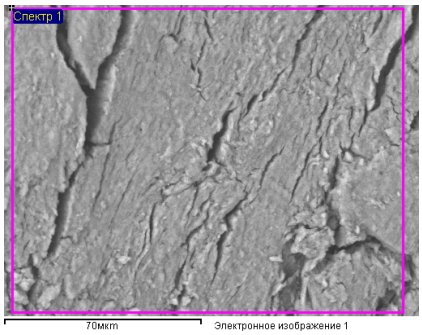

Рис. 5. Микроструктура мясокостного фарша после измельчения на машине «Masskolloider MKZA 10-15J»

Таблица 1

Минеральный состав костей КРС (средние значения)

Исследуемый спектр	Обнаруженные химические элементы, в весовых %									Итого
	O	Na	Mg	Si	P	S	Cl	K	Ca	
Спектр 1 (рис. 6)	38,98	1,31	0,59	–	19,06	–	1,24	0,71	38,12	100,00
Спектр 1 (рис. 7)	63,57	2,58	–	0,89	10,11	2,22	2,84	1,18	16,62	100,00
Спектр 1 (рис. 8)	43,78	1,62	0,81	–	18,38	–	0,90	0,77	33,73	100,00

Химический анализ костей КРС выявил наличие в них таких химических элементов, как натрий (Na), магний (Mg), фосфор (P), кальций (Ca). В результате обработки полученных данных выявлено, что в костях лошадей содержание химических элементов в весовом соотношении превосходит содержание этих элементов в костях КРС.

Химический состав костей лошадей, получаемых

в результате обвалки мяса, весьма разнообразен и зависит от вида, породы, пола, упитанности, а также ее анатомического расположения. Анализ результатов показал, что по содержанию минеральных веществ ребра и лопатка лошадей превосходят другие виды костей.

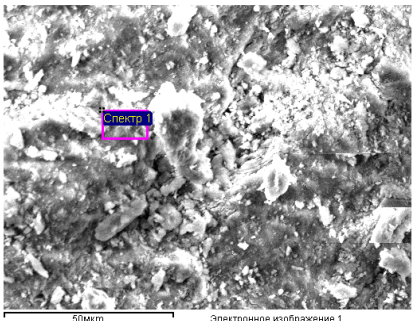

Рис. 6. Микроструктура костной ткани КРС

Гранулометрический состав частиц костных включений в мясокостном фарше представлен на рис. 7–8.

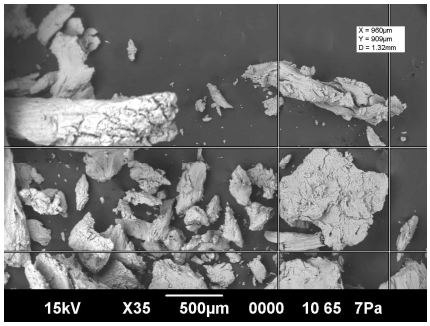

Рис. 7. Образцы костей КРС после измельчения на установке для тонкого измельчения мясного и мясокостного сырья со шнековым питателем

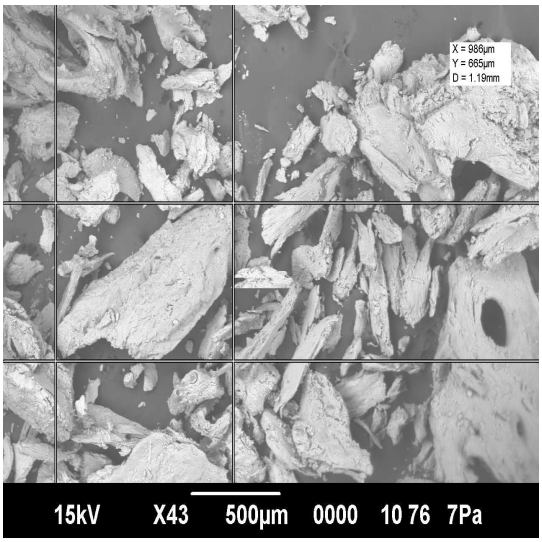

Рис. 8. Образцы костей КРС после измельчения на машине «Masskolloider MKZA 10-15J»

Анализ структурных элементов показал, что при распределении частиц кости по крупности в зависимости от типа машин и величины размера измельчаемых частиц до нуля получили более 80 % частиц размером меньше 100 мкм после измельчения на машине «Masskolloider MKZA 10-15J».

Таким образом, проведенные микроскопические исследования с использованием современного аналитического растрового электронного микроскопа JSM-6390LV JEOL и разработанной методики работы на нем позволили точно, быстро и достоверно определять химические элементы и микроструктуру мясокостного сырья, которое после соответствующей обработки может быть использовано в качестве пищевой добавки для производства комбинированных мясных продуктов, обогащенных функциональными компонентами и полезными для человека.

Список литературы

1. Какимов, А.К. Переработка мясокостного сырья на пищевые цели / А.К. Какимов, Е.Т. Тулеуов, Н.А. Кудеринова. – Семипалатинск: Тенгри, 2006. – 130 с.

2. Какимов, А.К. Механическая обработка и технология комбинированных мясных продуктов / А.К. Какимов. – Семипалатинск: Семипалатинский государственный университет имени Шакарима, 2006. – 144 с.

3. Механическая обработка мясного и мясокостного сырья: монография / В.П. Дорохов, В.Д. Косой, С.А. Рыжов, А.К. Какимов, Б.Б. Кабулов, Н.Г. Азарова – под ред. В.Д. Косого. – М.: Изд-во «ДеЛи плюс», 2011. – 470 с.

4. Инструкция по эксплуатации растровых электронных микроскопов «JSM-6390LV JEOL». – Япония, 2008.

5. Режим доступа: www.ostec-smt.ru.

ФГБОУ ВПО «Кемеровский технологический институт пищевой промышленности»,
650056, Россия, г. Кемерово, б-р Строителей, 47.
Тел/факс: (3842) 73-40-40,
e-mail: office@kemtipp.ru

Государственный университет имени Шакарима города Семей
071412, Республика Казахстан, Восточно-Казахстанская область,
г. Семей, ул. Глинки, 20 «А».
Тел/ факс: +7(7222) 35-05-90/+7(7222) 35-94-65,
e-mail: bolatkabylov@mail.ru

SUMMARY

I.V. Buyanova, A.K. Kakimov, B.B. Kabulov, A.K. Mustafaeva, L.A. Ostroumov

USE OF X-RAY MICROANALYSIS TO STUDY CHEMICAL ELEMENTS AND THE MICROSTRUCTURE OF SHREDDED MEAT AND BONE RAW MATERIAL

The article describes how to use effective methods of X-ray microanalysis on the base of analytical low-vacuum raster electron microscope, JSM-6390LV «JEOL» to study the chemical elements and the microstructure of shredded meat and bone raw materials. The developed method of work using the microscope has allowed to determine the percentage of different elements in the bones of cattle and horses and make the rational choice for their further processing in order to obtain a food additive.

Shredded meat and bone raw material, rib bone, microstructure, electron microscope, chemical elements, particle-size distribution.

FSBEI HVE «Kemerovo Institute of Food Science and Technology»,
47, Boulevard Stroiteley, Kemerovo, 650056 Russia.
Phone/fax: +7 (3842) 73-40-40,
e-mail: office@kemtipp.ru

Semey State University named after Shakarim
20A, Glinka street, Semey,
East-Kazakhstan region, 071412 Republic of Kazakhstan.
Phone/fax: +7(7222) 35-05-90/+7(7222) 34-94-65,
e-mail: bolatkabylov@mail.ru

Дата поступления: 26.01.2014