

DOI: <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2023-6-3-424-430>



Поступила 23.07.2023

<https://www.fsjour.com/jour>

Поступила после рецензирования 23.09.2023

Научная статья

Принята в печать 29.09.2023

Open access

© Топникова Е. В., Афанасьева А. А., Гурский И. А., Грызунов А. А., 2023

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ЗАМОРАЖИВАНИЯ И ХРАНЕНИЯ НА СТАБИЛЬНОСТЬ ЖИРОВОЙ ЭМУЛЬСИИ В СЛИВКАХ

Топникова Е. В.<sup>1</sup>, Афанасьева А. А.<sup>1,\*</sup>, Гурский И. А.<sup>2</sup>, Грызунов А. А.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия, Углич, Россия

<sup>2</sup> Всероссийский научно-исследовательский институт холодильной промышленности, Москва, Россия

### КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА: АННОТАЦИЯ

*замороженные сливки, дестабилизация жировой фазы, микроструктура, кристаллы льда*

В статью представлены результаты исследования замороженных сливок, целью которого была оценка целесообразности применения различных режимов замораживания и хранения для получения продукта со стабильной жировой фазой. Объектами исследования являлись сливки различной жирности — 30%, 40% и 50%. Замораживание проводили при трех температурных режимах (минус 50 °С, минус 25 °С и минус 18 °С) с последующим хранением в течение 4 месяцев в холодильных камерах с поддержанием температур минус 18 °С, 25 °С и 50 °С. До и после низкотемпературной обработки оценивали состояние жировой фазы сливок и размер кристаллов льда микроскопическим методом. Дестабилизацию жировой дисперсии определяли по содержанию дестабилизированного жира. Было подтверждено, что с увеличением массовой доли жира в сливках степень дестабилизации возрастает. Количество дестабилизированного жира в сливках 30, 40 и 50%-ной жирности до замораживания составляло 14,3%, 20,0% и 32,0% соответственно. По результатам исследований было выявлено, что при снижении температуры замораживания с минус 18 °С до минус 50 °С не происходит заметного сокращения количества дестабилизированного жира. Степень дестабилизации уменьшалась при перемещении сливок с более низких в более щадящие температурные условия. При температуре хранения минус 18 °С сливок, предварительно замороженных при минус 50 °С и минус 25 °С, количество дестабилизированного жира в сливках было меньше соответственно на 8,0–14,0% и 20,0–25,0% в сравнении с образцами, замороженными и хранимыми при одной и той же температуре. При проведении микроструктурных исследований было выявлено, что замораживание при более низкой температуре с изменением температурного режима хранения позволяет получить кристаллы льда с более гладкой поверхностью, которые вызывают меньшее повреждение оболочек жировых шариков.

Received 23.07.2023

Available online at <https://www.fsjour.com/jour>

Accepted in revised 23.09.2023

Original scientific article

Accepted for publication 29.09.2023

Open access

© Топникова Е. В., Афанасьева А. А., Гурский И. А., Грызунов А. А., 2023

## THE EFFECT OF FREEZING AND STORAGE TEMPERATURE ON THE STABILITY OF THE FAT EMULSION IN CREAM

Topnikova E. V.<sup>1</sup>, Afanasyeva A. A.<sup>1,\*</sup>, Gursky I. A.<sup>2</sup>, Gryzunov A. A.<sup>2</sup>

<sup>1</sup> All-Russian Scientific Research Institute of Butter- and Cheesemaking, Uglich, Russia

<sup>2</sup> All-Russian Scientific Research Institute of the Refrigeration Industry, Moscow, Russia

### KEY WORDS:

*frozen cream, fat phase destabilization, microstructure, ice crystals*

### ABSTRACT

The article presents the results of a study of frozen cream, the purpose of which was to assess the feasibility of using various freezing and storage modes to obtain a product with a stable fat phase. The objects of the study were cream samples of various fat contents (30%, 40% and 50%). Freezing was carried out at three temperature conditions (–50 °C, –25 °C and –18 °C) followed by storage for 4 months in refrigerators maintaining temperatures of –18 °C, –25 °C and –50 °C. Before and after low-temperature treatment, the state of the fat phase of the cream and the size of ice crystals were assessed using a microscopic method. Destabilization of fat dispersion was determined by the content of destabilized fat. It has been confirmed that with increasing mass fraction of fat in cream, the degree of destabilization increases. The amount of destabilized fat in cream samples with 30, 40 and 50% fat content before freezing was 14.3%, 20.0% and 32.0%, respectively. According to the research results, it has been revealed that when the freezing temperature decreases from –18 °C to –50 °C, there is no noticeable reduction in the amount of destabilized fat. The degree of destabilization decreased when cream was moved from lower to more gentle temperature conditions. At a storage temperature of –18 °C for cream previously frozen at –50 °C and –25 °C, the amount of destabilized fat in the cream was lower by 8.0–14.0% and 20.0–25.0%, respectively, in comparison with samples frozen and stored at the same temperature. When conducting microstructural studies, it has been revealed that freezing at a lower temperature with a change in storage temperature allows obtaining ice crystals with a smoother surface, which cause less damage to the membranes of fat globules.

### 1. Введение

На современном этапе переработки молочного сырья одним из насущных вопросов является его рациональное использование, гарантированное и устойчивое снабжение населения страны безопасными и качественными продуктами независимо от сезонности<sup>1</sup>. Одним из

путей решения поставленного вопроса является разработка и широкое применение технологий замораживания молочных продуктов.

Замораживание как метод консервирования считается одним из лучших способов сохранения качества пищевых продуктов. Производители подвергают низкотемпературной обработке большой ассортимент скоропортящихся продуктов питания и сырья для их изготовления, чтобы создать долгосрочные запасы сырья и преобразовать систему поставок пищевых продуктов на рынок в течение года, преодолевая сезонность производства и потребления отдельных видов продуктов.

<sup>1</sup> Стратегия повышения качества пищевой продукции в Российской Федерации до 2030 года, утвержденная распоряжением Правительства Российской Федерации от 29 июня 2016 г. № 1364-р.

ДЛЯ ЦИТИРОВАНИЯ: Топникова, Е. В., Афанасьева, А. А., Гурский, И. А., Грызунов, А. А. (2023). Влияние температуры замораживания и хранения на стабильность жировой эмульсии в сливках. *Пищевые системы*, 6(3), 424–430. <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2023-6-3-424-430>

FOR CITATION: Topnikova, E. V., Afanasyeva, A. A., Gursky, I. A., Gryzunov, A. A. (2023). The effect of freezing and storage temperature on the stability of the fat emulsion in cream. *Food Systems*, 6(3), 424–430. <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2023-6-3-424-430>

Для осуществления данных целей применяются различные технологии замораживания. Известные технологии замораживания пищевых продуктов включают системы воздушной заморозки, контактную/пластинчатую, погружную и распылительную заморозку [1,2]. Также используются способы замораживания на основе магнитного и электрического возмущений, микроволн, высокого давления и др. [3,4]. Независимо от используемого метода, замораживание позволяет продлить срок годности продуктов. При этом важно учитывать особенности замораживаемого продукта (тип, размер и форма, начальная температура и др.), так как это может оказать влияние на конечное качество продукта [5,6]. Исследователями были отмечены заметные изменения физико-химических и биохимических показателей в пищевых продуктах [7,8].

В первую очередь это связано с морфологией кристаллов льда, которая влияет на микроструктуру замороженных продуктов. Изменения обусловлены процессами кристаллизации воды, перераспределением влаги между структурными образованиями компонентов, повышением концентрации растворенных в жидкой фазе веществ [9].

В молочных продуктах замораживание происходит неравномерно: сначала замерзает слой чистой воды на границе раздела фаз (на стенках, на поверхности и на дне емкости), а в оставшейся части концентрируются компоненты молока [10,11]. Таким образом, замораживание представляет собой процесс расслоения. Однако в сливках вследствие меньшего содержания влаги это не так ярко выражено, как в молоке.

Исследователями было обнаружено, что сливки, содержащие 25–30% или более молочного жира, замерзают однородно по отношению к содержанию жира. В сливках с низкой жирностью жир имеет тенденцию подниматься к поверхности и концентрироваться в верхней части, но это свойство становилось менее выраженным по мере увеличения содержания жира и снижения температуры. Если сливки с низким содержанием жира замерзают без перемешивания, происходит аналогичный подъем молочного жира на поверхность до тех пор, пока количество жира в сливках не достигнет 25%. Когда такая диффузия молочного жира предотвращается, то сливки замерзают однородно [12].

Однако основные изменения в сливках наблюдаются при оттаивании. При нагревании жир переходит в жидкую форму и выделяется на поверхность размороженных сливок. Физические изменения, наблюдаемые при оттаивании, указывают на дестабилизацию жировой эмульсии. Это вызвано тем, что давление льда вызывает деформацию и повреждение оболочек жировых шариков. Последние после оттаивания сливок образуют конгломераты, в результате чего и появляется «свободный» жир [13].

Существует мнение, что одним из методов снижения степени дестабилизации является правильный подбор скоростей замораживания. Как зарубежными, так и отечественными учеными были проведены исследования в данной области [14,15,16].

Для получения более качественного продукта исследователи рекомендуют применять высокие скорости замораживания. Данный прием способствует более равномерному распределению мелких кристаллов льда, тогда как медленное замораживание обычно приводит к образованию крупных игольчатых кристаллов льда [17]. При быстром замораживании вся свободная влага переходит в лед, невымороженной остается 3–4% влаги. Оставшаяся связанная влага не обладает свойством растворять соли, поэтому денатурационных изменений белков не происходит. Не нарушается также стабильность оболочек жировых шариков и, как следствие, предотвращается дестабилизация жировой эмульсии.

При медленном замораживании (температура минус 10 °С) образуются крупные игольчатые кристаллы льда, которые своими острыми гранями повреждают клеточную оболочку жировых шариков. Быстрое замораживание (температура ниже минус 22 °С) предотвращает значительное перераспределение влаги и растворенных веществ и способствует образованию мелких, равномерно распределенных кристаллов льда. В соответствии с изменением скорости замораживания по мере перемещения границ фазового перехода от периферии к центру продукта меняются размер и характер распределения кристаллов льда. Наиболее мелкие кристаллы образуются в поверхностных слоях продукта [18,19].

Максимальное кристаллообразование происходит при температурах от минус 2 °С до минус 8 °С, поэтому, чтобы предотвратить образование крупных кристаллов льда при замораживании, обеспечивают быстрое понижение температур в этом интервале. Кроме того, из-за максимального кристаллообразования в этом интервале температур повышается содержание в невымороженной влаге растворенных веществ, увеличивается скорость некоторых реакций,

в частности из-за нарушения структурных клеточных образований высвобождаются ферменты и окисляются липиды.

Дальнейшее понижение температуры не сопровождается значительным возрастанием концентрации веществ в жидкой фазе, происходит снижение скорости физико-химических и биохимических реакций.

Существует также мнение, что если замораживание не является чрезмерно медленным (дни или недели), то большинство продуктов сравнительно нечувствительны к скорости замораживания [20]. Кроме того, первоначальное преимущество, полученное при быстром замораживании, теряется при хранении из-за перекристаллизации [21]. Хотя быстрая заморозка имеет немало достоинств, некоторые продукты трескаются или даже разрушаются, если их подвергать воздействию очень низкой температуры в течение длительного периода времени. Symons [20] отметил, что скорость замораживания не так важна для качества продукта, как поддержание достаточно низких температур (минус 18 °С или ниже) во время хранения.

Цель данной работы заключается в изучении влияния различных температур замораживания и низкотемпературного хранения на структурные характеристики сливок с разной массовой долей жира.

## 2. Объекты и методы

### 2.1. Объекты

Исследования проводились на базе лабораторий отдела маслоделия Всероссийского научно-исследовательского института маслоделия и сыроделия (ВНИИМС) — филиала Федерального научного центра пищевых систем им. В. М. Горбатова РАН; лабораторий мороженого и замороженных и обезжиренных пищевых продуктов Всероссийского научно-исследовательского холодильной промышленности (ВНИХИ) — филиала ФГБНУ «ФНЦ пищевых систем им. В. М. Горбатова» РАН.

Объектами исследований являлись пастеризованные, замороженные и дефростированные сливки с массовой долей жира 30%, 40%, 50%.

Для проведения исследований была взята партия сливок с массовой долей жира 57% и обезжиренное молоко от производителя ООО «Углицкий сыродельно-молочный завод» (Ярославская область, Углич). Сливки нормализовали обезжиренным молоком до массовой доли жира в них 30%, 40%, 50%. Каждую партию сливок пастеризовали при  $(85 \pm 2)$  °С с выдержкой 15 минут, охлаждали до температуры  $(25 \pm 2)$  °С и разливали в упаковки Pure-Pak (объемом 1 литр).

После фасования образцы доохлаждали до температуры  $(10 \pm 5)$  °С, замораживали и закладывали на хранение в течение 4 месяцев на базе лаборатории технологии замороженных и обезжиренных пищевых продуктов ВНИХИ по следующим схемам:

- схема 1 — замораживание при минус 50 °С, хранение при минус 50 °С;
- схема 2 — замораживание при минус 50 °С, хранение при минус 18 °С;
- схема 3 — замораживание при минус 25 °С, хранение при минус 25 °С;
- схема 4 — замораживание при минус 25 °С, хранение при минус 18 °С;
- схема 5 — замораживание при минус 18 °С, хранение при минус 18 °С.

После хранения сливки дефростировали при комнатной температуре  $(20 \pm 2)$  °С в течение 22 часов.

### 2.2. Методы

#### 2.2.1. Физико-химические показатели

В сливках определяли массовую долю жира методом центрифугирования по ГОСТ 5867–90<sup>2</sup>. Определение кислотности сливок выполняли согласно ГОСТ Р 54669–2011<sup>3</sup> методом титрования с применением индикатора фенолфталеина, кислотность жировой фазы и молочной плазмы по ГОСТ Р 55361–2012<sup>4</sup>.

Количество эмульгированного жира определяли по описанной далее методике: в химический стакан с навеской сливок 10 г приливали 90 мл дистиллированной воды ( $t_{\text{воды}} = 65$  °С); смесь тщательно перемешивали и помещали на водяную баню ( $t_{\text{воды}} = 65$  °С) на

<sup>2</sup> ГОСТ 5867–90 «Молоко и молочные продукты. Методы определения жира». — М.: Стандартинформ, 2009. — 13 с.

<sup>3</sup> ГОСТ Р 54669–2011 «Молоко и продукты переработки молока. Методы определения кислотности». — М.: Стандартинформ, 2019. — 10 с.

<sup>4</sup> ГОСТ Р 55361–2012 «Жир молочный, масло и паста масляная из коровьего молока. Правила приемки, отбор проб и методы контроля». — М.: Стандартинформ, 2014. — 45 с.

5 минут; далее содержимое стакана перемещали в делительную воронку и оставляли в покое на 5 минут. Затем сливали 80 мл жидкости в мерную колбу и охлаждали до 20 °С, в которой определяли показатель массовой доли жира согласно ГОСТ 5867–90<sup>2</sup> с помощью молочного жиромера. Количество эмульгированного жира вычисляли по формуле:

$$D = \frac{P \times 10}{100 - Ж} \times 100\% \quad (1),$$

где  $P$  — показатель массовой доли жира в отделенной жидкости, %;  
 $Ж$  — массовая доля жира в исследуемых сливках.

Для определения количества дестабилизированного жира в стеклянный химический стакан помещали навеску сливок массой 3 г и по стенке осторожно добавляли 60 мл дистиллированной воды ( $t_{\text{воды}} = 65$  °С). Подготовленный образец помещали в холодную воду ( $t = (10 \pm 2)$  °С) и выдерживали 2 часа. Затем фильтровали через стеклянный фильтр № 1 и определяли массовую долю жира в фильтрате согласно ГОСТ 5867–90<sup>2</sup> с помощью молочного жиромера. Показатель дестабилизированного жира вычисляли по формуле:

$$D = \frac{Ж_{\text{прод}} - 20 \times Ж_{\text{фильтр}}}{Ж_{\text{прод}}} \times 100\% \quad (2),$$

где  $Ж_{\text{прод}}$  — массовая доля жира в исследуемом продукте, %;  
 $Ж_{\text{фильтр}}$  — массовая доля жира в фильтрате, %.

### 2.2.2. Микроскопические исследования

#### 2.2.2.1. Определение состояния и дисперсности жировой фазы

Метод основан на визуальной оценке микрофотографий сливок, на определении диаметров жировых шариков, а также на распределении их по размерам.

Исследования сливок проводили с помощью микроскопа МБИ-6 («ЛОМО», Россия) при увеличении в 280 раз в проходящем свете с применением оранжевого светофильтра по принципу «раздавленная капля». На поверхность сухого чистого предметного стекла наносят петлей небольшое количество сливок, накрывая покровным стеклом и раздавливая исследуемый продукт гиришкой весом 10 г. Далее объект фиксировали в течение 1 минуты — на покровное стекло помещали гиришку весом 20 г, выдержанную не менее 3 минут на поверхности льда. Подготовленный препарат переносили на предметный столик микроскопа. Фотографирование осуществляли с помощью погружной электронной камеры (Samsung, Вьетнам) (параметры камеры 7,9 МП (18,5:9), разрешение 4032 x 1960) в 3-кратной повторности со съемкой не менее 5 кадров.

Полученные микрофотографии обрабатывали с помощью программы ImageJ, определяли площадь жировых шариков минимум на трех фотографиях и рассчитывали их диаметр.

#### 2.2.2.2. Определение состояния и дисперсности кристаллов льда

Метод изложен в «Методике определения кристаллов льда в мороженом и замороженных взбитых продуктах», усовершенствованной и утвержденной во ВНИИХ.

Данный способ включает подготовку пробы и микрофотографирование объектов исследования встроенной фотокамерой светового микроскопа при температуре не выше минус 18 °С с последующим определением размеров кристаллов льда и математическим расчетом распределения кристаллов льда по размерам. Подготовка пробы предполагает смешивание небольшого количества образца со спиртом при температуре не выше минус 18 °С. Исследования проводили с использованием светового микроскопа Olympus CX 41 (Olympus Corp., Япония) с термостолком PE120 (Linkam, Англия) при увеличении в 200 раз.

Образец исследовался в 3-кратной повторности со съемкой не менее 5 кадров. Полученные микрофотографии обрабатывали с помощью программы ImageScoreM путем определения среднего размера кристаллов (по большому расстоянию между двумя вершинами) минимум на трех фотографиях. Средний размер выявляли математическим методом.

Пример определения размеров кристаллов льда с помощью программного обеспечения ImageScoreM представлен на Рисунке 1.

### 2.3. Математическая обработка данных

Исследования проводили в 3–5-кратной повторности. Обработку полученных данных и построение графиков осуществляли с использованием компьютерной программы Microsoft Excel 2016. Для оценки статистически значимых различий между образцами применяли однофакторный дисперсионный анализ ANOVA. Для проведения парного сравнения выборок используются апостериорные критерии Тьюки. Статистически значимый результат оценивали при  $p \leq 0,05$ .

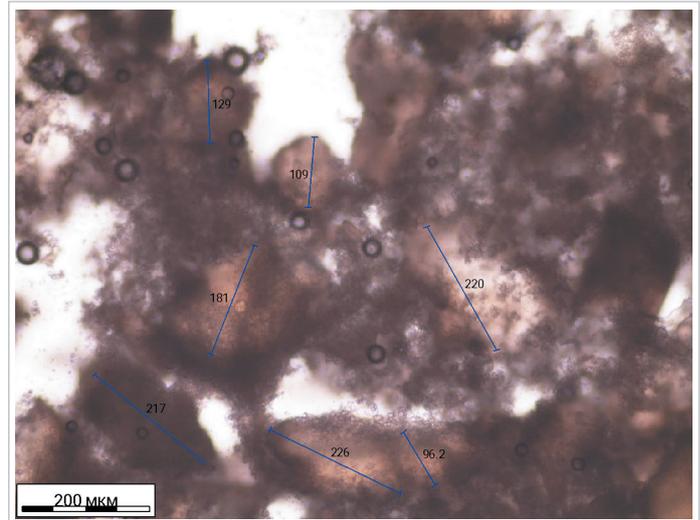


Рисунок 1. Пример подсчета размеров кристаллов льда  
 Figure 1. Example of counting ice crystals

### 3. Результаты и обсуждение

Результаты исследований физико-химических показателей нормализованных пастеризованных сливок представлены в Таблице 1.

Таблица 1. Физико-химические показатели пастеризованных сливок

Table 1. Physico-chemical parameters of pasteurized cream

Массовая доля жира в сливках, %	Титруемая кислотность сливок, °Т	Кислотность жировой фазы, °К	Титруемая кислотность молочной плазмы, °Т	* Количество эмульгированного жира, %	* Количество дестабилизированного жира, %
30	12,5 ± 1,9	0,6 ± 0,1	13,0 ± 0,5	89,3 ± 1,2	13,9 ± 2,3
40	10,5 ± 1,9	0,6 ± 0,1	12,5 ± 0,5	77,5 ± 1,2	20,0 ± 2,3
50	10,5 ± 1,9	0,6 ± 0,1	13,5 ± 0,5	60,0 ± 1,2	32,0 ± 2,3

Примечание: данные приведены в форме «среднее значение ± стандартное отклонение».

Данные в столбцах существенно не различаются ( $p > 0,05$ ), кроме столбцов со значком «\*», где ( $p < 0,05$ ).

Как видно из Таблицы 1, несколько большая кислотность (на 2,0 °Т) отмечена в сливках с 30%-ной жирностью. Но статистически значимой разницы в показателях кислотности сливок выявлено не было.

Устойчивость жировой фазы оценивали по показателю дестабилизированного жира. По полученным данным можно сделать вывод, что с увеличением массовой доли жира в сливках наблюдается тенденция к повышению данного показателя. Количество деэмульгированного жира было больше в сливках 50%-ной жирности и составляло 32,0%.

Для оценки состояния жировой фазы были проведены микроструктурные исследования образцов (Рисунок 2). Данные касательно размера и характера распределения микроструктурных элементов в образцах сливок представлены на Рисунке 3.

Размеры жировых шариков в сливках колеблются от 0,2 до 35,3 мкм (Рисунок 3). Средний диаметр жировых шариков увеличивается по мере повышения жирности с 3,56 до 4,98 мкм. В сливках 30%-ной жирности преобладали жировые шарики размером от 2 до 4 мкм, их количество составило 36,67% от общего содержания частиц. Агломератов жира практически не наблюдалось. В сливках 40%-ной жирности преобладали жировые шарики размерного ряда от 2,0 до 4,0 мкм (50,41% от общего количества), но уже появились единичные агломераты жира размером до 27,0 мкм. В сливках 50%-ной жирности количественно преобладали жировые частицы размером от 4,0 до 6,0 мкм (37,67% от общего количества), но в силу более плотной упаковки жировых шариков наблюдалось более частое образование крупных агломератов жира размером от 14,0 до 35,2 мкм, которые могут быть более подвержены дестабилизации при последующем замораживании сливок.

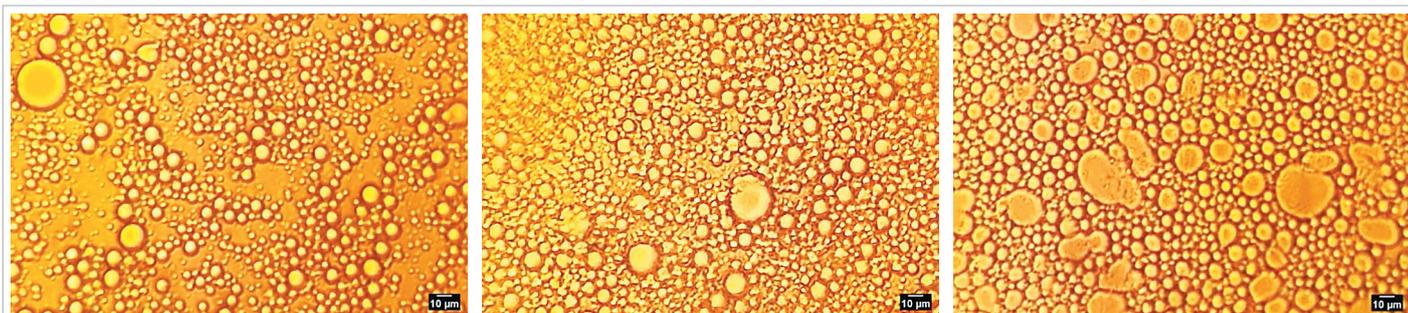


Рисунок 2. Микроструктура пастеризованных сливок с массовой долей жира 30% (а), 40% (b) и 50% (с)  
Figure 2. Microstructure of pasteurized cream with a fat mass fraction of 30% (a), 40% (b) and 50% (c)

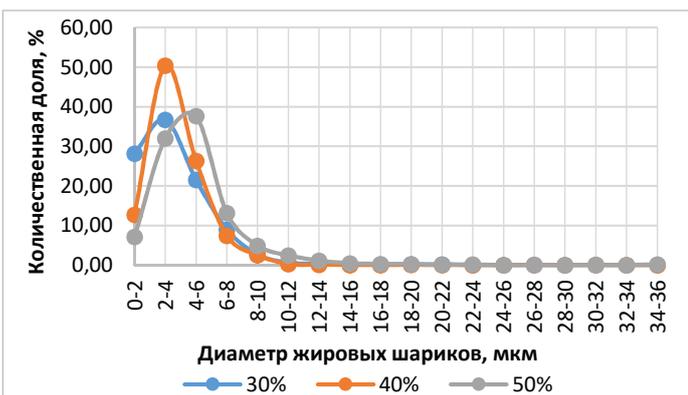


Рисунок 3. Распределение жировых шариков в анализируемых образцах сливок

Figure 3. Distribution of fat globules in the analyzed cream samples

После замораживания и низкотемпературного хранения образцов в течение 4 месяцев осуществлялся контроль физико-химических показателей. При исследовании не было обнаружено значимых различий в показателях кислотности сливок после замораживания по сравнению с результатами до обработки.

При оценке влияния замораживания важным вопросом является изучение стабильности жировой эмульсии. На Рисунке 4 приведены данные, характеризующие состояние жировой эмульсии в сливках после замораживания и хранения при различных температурных режимах.

Как следует из приведенных на Рисунке 4 данных, при замораживании сливок в исследуемом диапазоне жирности происходит значительная дестабилизация жира. Было подтверждено, что с увеличением содержания жира в сливках степень дестабилизации возрастает. В сливках жирностью 30% наибольшая дестабилизация была отмечена в образцах, замороженных при минус 25 °С – 85,7% и при минус 18 °С – 71,4%. В сливках с массовой долей жира 40% и 50% большое выделение дестабилизированного жира наблюдалось при замораживании в температурных режимах минус 25 °С и минус 50 °С. Полученные данные не согласуются с мнением о том, что применение более низких температур замораживания позволяет получить продукт с более устойчивой структурой.

Было обнаружено, что замораживание в условиях более низких температур с дальнейшим перемещением для хранения при минус 18 °С оказывает меньшее разрушающее воздействие на оболочки жировых шариков. При изменении температуры хранения с минус 50 °С до минус 18 °С количество дестабилизированного жира во всех образцах сливок уменьшилось на 8,0–14,0% соответственно. При перемещении из камеры минус 25 °С в камеру с температурой 18 °С данный показатель уменьшился на 20,0–25,0%.

По полученным результатам была сформулирована гипотеза о том, что при перемещении сливок из одних температурных условий в другие происходят меньшие структурные изменения на микроскопическом уровне. Для подтверждения данной гипотезы необходимо было исследовать состояние кристаллов льда и жировой фазы в сливках.

Установлено, что в исследуемых образцах наблюдалась общая тенденция образования кристаллов льда. На Рисунке 5 и в Таблице 2 представлены данные по оценке морфологии и размеров кристаллов льда в 40%-ных сливках.

Таблица 2. Характеристика размеров (L) кристаллов льда

Table 2. Characteristics of the size (L) of ice crystals

№ схемы замораживания/ хранения	L <sub>ср</sub> , МКМ	L <sub>min</sub> , МКМ	L <sub>max</sub> , МКМ	Содержание кристаллов льда, %		
				до 70 мкм	от 71 до 100 мкм	более 101 мкм
1	61,9±3,18 <sup>b</sup>	14,6	265,0	67,1	19,6	13,3
2	104,5±5,29 <sup>a</sup>	44,8	216,0	14,6	29,3	56,1
3	104,6±3,85 <sup>a</sup>	44,4	221,0	15,7	33,7	50,6
4	112,3±2,82 <sup>a</sup>	59,4	163,0	15,4	23,1	61,5
5	159,9±7,90 <sup>c</sup>	83,8	281,0	0,0	5,3	94,7

Примечание: значения с одинаковой буквой в одной столбце существенно не различаются (p > 0,05), для остальных показателей значения существенно различаются (p < 0,05).

Согласно литературным данным [17], применение более низких температур замораживания способствует более равномерному распределению мелких кристаллов льда в матрице сливок, тогда как

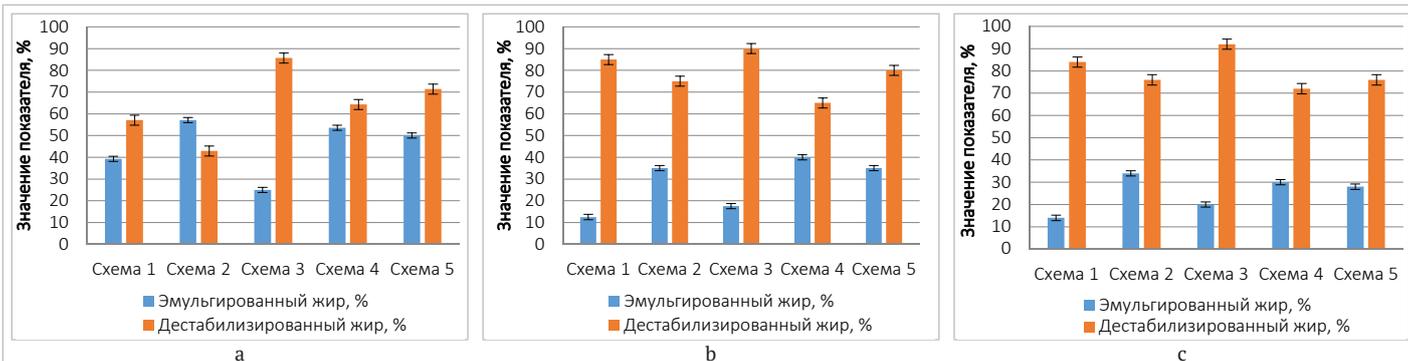


Рисунок 4. Показатели дестабилизированного и эмульгированного жира в сливках жирностью 30% (а), 40% (b) и 50% (с) после замораживания и хранения

Figure 4. Indicators of destabilized and emulsified fat in cream with a fat content of 30% (a), 40% (b) and 50% (c) after freezing and storage

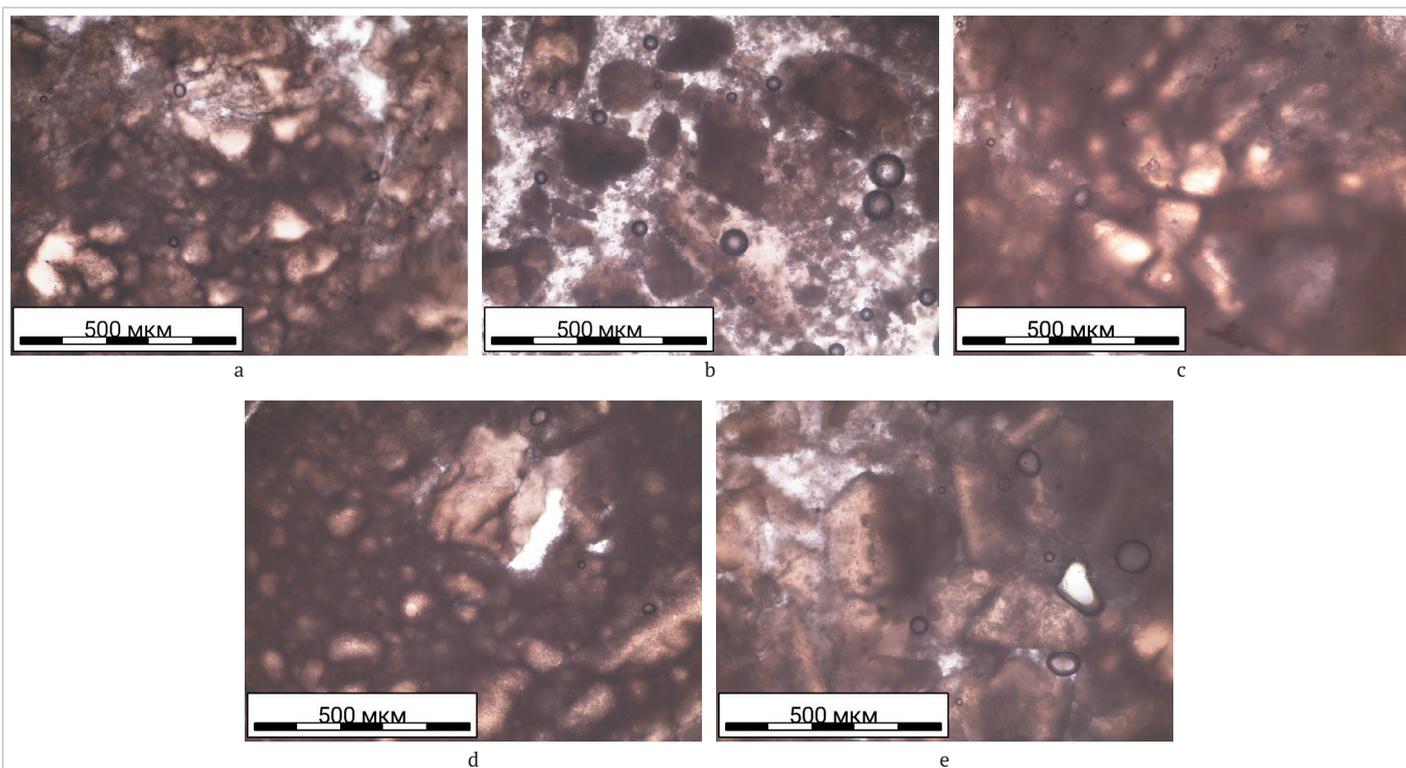


Рисунок 5. Микрофотографии кристаллов льда в сливках с массовой долей жира 40%, замороженных и хранимых по схемам 1(a); 2(b); 3(c); 4(d); 5(e)

Figure 5. Micrographs of ice crystals in cream with a mass fraction of fat of 40%, frozen and stored according to schemes 1(a); 2(b); 3(c); 4(d); 5(e)

замораживание при минус 18 °С обычно приводит к образованию крупных кристаллов льда. По полученным нами сведениям, средний размер кристаллов в сливках, замороженных по схемам 1 и 5, составлял 61,9 и 159,9 мкм соответственно. Содержание мелких кристаллов льда (до 70 мкм) в матрице сливок, замороженных по схеме 1, достигало 67,1%, тогда как в образцах, замороженных по схеме 5, мелкие кристаллы отсутствовали. В сливках, обработанных при температуре минус 18 °С, количественно преобладают кристаллы льда размером более 101 мкм. Полученные нами результаты согласуются с данным источником.

При обработке сливок по схеме 2 и схеме 3 образуются крупные кристаллы льда (более 101 мкм), на их долю приходилось 56,1% и 50,6% соответственно от общего числа кристаллов льда. Было отмечено, что их средний размер составлял около 104,5 мкм ( $p > 0,05$ ). Это позволяет предположить, что образование кристаллов приводит к разрушению мембраны жировых глобул и, в результате, к большому отделению свободного жира. Это подтверждается показателем дестабилизированного жира, который представлен на Рисунке 4.

По Рисунку 5 видно, что при обработке по схеме 4 (замораживание при минус 25 °С и хранение при минус 18 °С) образуются кристаллы льда более округлой формы, которые приводят к меньшему разрыву оболочек жировых шариков, а значит, и к меньшему выделению свободного жира. Такой вывод согласуется с полученными результатами показателя дестабилизированного жира (Рисунок 4б). Анализ данных, приведенных в Таблице 2, показывает, что в данном образце количественно преобладают (61,5%) кристаллы льда размерами более 101 мкм, средний их размер составлял 112,3 мкм.

Таким образом, установлено, что замораживание по схеме 4 способствует образованию по морфологии округлых кристаллов льда, которые оказывают меньшее воздействие на оболочки жировых шариков.

На Рисунке 6 представлены микрофотографии состояния жировой фазы сливок на примере 40%-ных замороженных сливок. В результате исследования микроструктуры установлено, что в образцах сливок, замороженных и хранимых по схемам 1 (Рисунок 6а), 2 (Рисунок 6б), 4 (Рисунок 6д) и 5 (Рисунок 6е), произошло существенное изменение формы и размеров жировых частиц, проявившееся в слиянии разрушенных жировых шариков в крупные глобулы. Размеры образовавшихся конгломератов достигали 33,6 мкм. Средний диаметр жировых шариков в сливках, обработанных по вышеперечисленным схемам, колеблется от 3,33 мкм до 4,97 мкм. На их долю приходится 48,9%, 41,9%, 50,7% и 51,2% от общего объема частиц со-

ответственно. Было установлено, что при обработке сливок в матрице сохраняются жировые шарики размерами до 4,0 мкм.

При обработке по схеме 3 отмечена высокая степень дестабилизации жировой эмульсии. В структуре (Рисунок 6с) преобладали жировые шарики с разрушенными оболочками, которые образовывали конгломераты жира. Жировые частицы с неразрушенными мембранами имели размеры от 3,4 до 11,2 мкм. Наличие в структуре большого количества жировых частиц с разрушенными оболочками при дальнейшей дефростации приведет к выделению свободного жира на поверхность сливок, что в дальнейшем может оказать негативное влияние на показатели качества продукта, изготовленного из замороженных сливок — сливочного масла.

Таким образом, доказано, что замораживание способствует сохранению жировых шариков диаметром до 4,0 мкм. Крупные жировые шарики (более 4 мкм) при обработке разрушаются, и при дальнейшей дефростации выделяются на поверхность сливок в виде свободного жира. Аналогичная тенденция была отмечена в 30%-ных и 50%-ных сливках.

При оценке влияния различных режимов обработки сливок было выявлено, что при образовании кристаллов льда происходит перераспределение жировых частиц в структуре сливок. Это более заметно на Рисунке 6е. Жировые частицы скапливаются в свободных от кристаллов льда промежутках. Как известно [22], в процессе хранения не происходит роста количества кристаллов льда, изменяется лишь их размер. При увеличении их размеров происходит сдавливание уже скопившихся жировых частиц, что в результате приводит к разрушению мембран жировых глобул и к выделению жира.

#### 4. Выводы

В результате исследований установлена зависимость между показателями дестабилизированного жира и содержанием массовой доли жира в сливках до и после замораживания.

Установлено, что замораживание в условиях более низких температур с дальнейшим перемещением для хранения при минус 18 °С оказывает меньшее разрушающее воздействие на оболочки жировых шариков. Обработка при минус 50 °С и хранение сливок при этой температуре не оказала существенного стабилизирующего эффекта на структуру сливок. Применение данного режима для замораживания и хранения сливок в промышленных условиях подразумевает под собой наличие специальных холодильных камер и приводит к большому энергозатратам, поэтому данный режим использовать не рекомендуется.

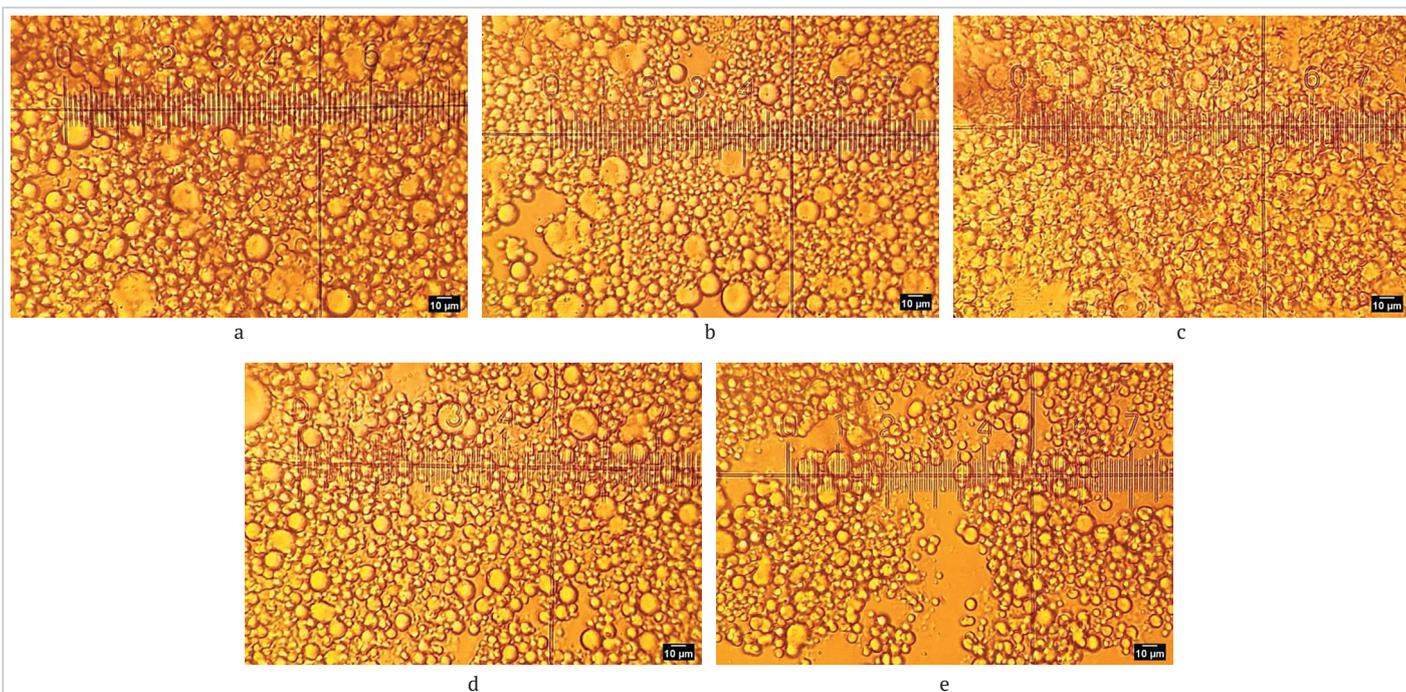


Рисунок 6. Микрофотографии жировой фазы в сливках с массовой долей жира 40%, замороженных и хранимых по схемам 1(а); 2(б); 3(с); 4(д); 5(е)

Figure 6. Micrographs of the fat phase in cream with a fat mass fraction of 40%, frozen and stored according to schemes 1(a); 2(b); 3(c); 4(d); 5(e)

Выявлено, что низкие температуры замораживания способствуют образованию мелких кристаллов льда, тогда как замораживание при более высоких температурах приводит к преобладанию в структуре крупных кристаллов льда.

Обработка сливок по схеме 4 (замораживание при минус 25 °С и хранение при минус 18 °С) позволяет получить продукт с более устойчивой жировой фазой. При использовании данной схемы образуются более округлые кристаллы льда, которые оказывают меньшее воздействие на оболочки жировых шариков.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- Fellows, P. J. (2022). Food processing technology: Principles and practice. Woodhead publishing: Cambridge, 2022.
- Ojha, K. S., Kerry, J. P., Tiwari, B. K., O'Donnell, C. (2016). Freezing for Food Preservation. Chapter in a book: Reference Module in Food Science. Elsevier: Amsterdam, Netherlands, 2016. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100596-5.03108-5>
- James, C., Purnell, G., James, S. J. (2015). A review of novel and innovative food freezing technologies. *Food and Bioprocess Technology*, 8, 1616–1634. <https://doi.org/10.1007/s11947-015-1542-8>
- Hu, R., Zhang, M., Liu, W., Mujumdar, A. S., Bai, B. (2022). Novel synergistic freezing methods and technologies for enhanced food product quality: A critical review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 21(2), 1979–2001. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12919>
- James, S. J., James, C. (2023). Chilling and freezing. Chapter in a book: Food Safety Management. Academic Press, 2023. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-820013-1.00005-X>
- Kutz, M. (2019). Handbook of Farm, Dairy and Food Machinery Engineering. Academic press: Cambridge, MA, USA, 2019.
- Dalvi-Isfahan, M., Jha, P. K., Tavakoli, J., Daraei-Garmakhany, A., Xanthakis, E., Le-Bail, A. (2019). Review on identification, underlying mechanisms and evaluation of freezing damage. *Journal of Food Engineering*, 255, 50–60. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2019.03.011>
- Degner, B. M., Olson, K. M., Rose, D., Schlegel, V., Hutkins, R., McClements, D. J. (2013). Influence of freezing rate variation on the microstructure and physicochemical properties of food emulsions. *Journal of Food Engineering*, 119(2), 244–253. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.05.034>
- Mahato, S., Zhu, Z., Sun, D.-W. (2019). Glass transitions as affected by food compositions and by conventional and novel freezing technologies: A review. *Trends in Food Science and Technology*, 94, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.09.010>
- Кручинин, А. Г., Туровская, С. Н., Илларионова, Е. Е., Бигаева, А. В. (2020). К вопросу влияния замораживания на технологические свойства молока. *Вестник Международной академии холода*, 3, 58–63. <https://doi.org/10.17586/1606-4313-2020-19-3-58-63>
- Ефимова Л. В., Зазнобина Т. В., Гатилова Е. В., Иванова О. В. (2020). Влияние замораживания на качество молока коров. *Аграрный научный журнал*, 9, 54–57. <https://doi.org/10.28983/asj.y2020i9pp54-57>
- Афанасьева, А. А. (2021). Влияние замораживания, низкотемпературного хранения и дефростации на качество сливок. *Пищевые системы*, 4(3S), 12–16. <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2021-4-3S-12-16>
- Tribst, A. A. L., Falcade, L. T. P., Ribeiro, L. R., Leite Júnior, B. R. de C., de Oliveira, M. M. (2019). Impact of extended refrigerated storage and freezing/thawing storage combination on physicochemical and microstructural characteristics of raw whole and skimmed sheep milk. *International Dairy Journal*, 94, 29–37. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2019.02.013>
- Alinovi, M., Mucchetti, G., Wiking, L., Corredig, M. (2021). Freezing as a solution to preserve the quality of dairy products: The case of milk, curds and cheese. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(20), 3340–3360. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1798348>
- Evers, J. M. (2004). The milk fat globule membrane – compositional and structural changes post secretion by the mammary secretory cell. *International Dairy Journal*, 14(8), 661–674. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2004.01.005>
- Ишевский, А. Л., Давыдов И. А. (2017). Замораживание как метод консервирования пищевых продуктов. *Теория и практика переработки мяса*, 2(2), 43–59. <https://doi.org/10.21323/2414-438X-2017-2-2-43-59>
- Bronfenbrener, L., Rabee, M. A. (2015). Kinetic approach to modeling the freezing porous media: application to the food freezing. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 87, 110–123. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2014.11.008>
- Bøgh-Sørensen, L. (2006). Recommendations for the Processing and Handling of Frozen Foods. IIR, France, 2006.
- Tribst, A. A. L., Falcade, L. T. P., Carvalho, N. S., Cristianini, M., Leite Junior B. R. C., de Oliveira, M. M. (2020). Using physical processes to improve physicochemical and structural characteristics of fresh and frozen/thawed sheep milk. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 59, Article 102247. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2019.102247>
- Symons, H. (1994). Frozen foods. Chapter in a book: Shelf Life Evaluation of Foods. London: Blackie Academic and Professional, 1994.
- Короткий, И. А., Васильев, К. И. (15 октября, 2020). К вопросу о необходимом уровне температур при хранении пищевых продуктов в замороженном состоянии и стабильности температурного режима хранения. Тезисы конференции: Актуальные вопросы науки и техники: проблемы, прогнозы, перспективы. Кемерово, Россия, 2020.
- Goff, H. D., Hartel, R. W. (2013). Ice cream. Springer New York, NY, 2013. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-6096-1>

REFERENCES

- Fellows, P. J. (2022). Food processing technology: Principles and practice. Woodhead publishing: Cambridge, 2022.
- Ojha, K. S., Kerry, J. P., Tiwari, B. K., O'Donnell, C. (2016). Freezing for Food Preservation. Chapter in a book: Reference Module in Food Science. Elsevier: Amsterdam, Netherlands, 2016. <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-100596-5.03108-5>
- James, C., Purnell, G., James, S. J. (2015). A review of novel and innovative food freezing technologies. *Food and Bioprocess Technology*, 8, 1616–1634. <https://doi.org/10.1007/s11947-015-1542-8>
- Hu, R., Zhang, M., Liu, W., Mujumdar, A. S., Bai, B. (2022). Novel synergistic freezing methods and technologies for enhanced food product quality: A critical review. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 21(2), 1979–2001. <https://doi.org/10.1111/1541-4337.12919>
- James, S. J., James, C. (2023). Chilling and freezing. Chapter in a book: Food Safety Management. Academic Press, 2023. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-820013-1.00005-X>
- Kutz, M. (2019). Handbook of Farm, Dairy and Food Machinery Engineering. Academic press: Cambridge, MA, USA, 2019.
- Dalvi-Isfahan, M., Jha, P. K., Daraei-Garmakhany, A., Xanthakis, E., Le-Bail, A. (2019). Review on identification, underlying mechanisms and evaluation of freezing damage. *Journal of Food Engineering*, 255, 50–60. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2019.03.011>
- Degner, B. M., Olson, K. M., Rose, D., Schlegel, V., Hutkins, R., McClements, D. J. (2013). Influence of freezing rate variation on the microstructure and physicochemical properties of food emulsions. *Journal of Food Engineering*, 119(2), 244–253. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.05.034>
- Mahato, S., Zhu, Z., Sun, D.-W. (2019). Glass transitions as affected by food compositions and by conventional and novel freezing technologies: A review. *Trends in Food Science and Technology*, 94, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.tifs.2019.09.010>
- Kruchinin, A. G., Turovskaya, S. N., Illarionova, E. E., Bigaeva, A. V. (2020). The effect of freezing on the technological properties of milk. *Journal of International Academy of Refrigeration*, (3), 58–63. <https://doi.org/10.17586/1606-4313-2020-19-3-58-63> (In Russian)
- Efimova, L. V., Zaznobina, T. V., Gatilova, E. V., Ivanova, O. V. (2020). Effect of freezing on the milk quality of cows. *The Agrarian Scientific Journal*, 9, 54–57. <https://doi.org/10.28983/asj.y2020i9pp54-57> (In Russian)
- Afanasyeva, A. A. (2021). The effect of freezing, low-temperature storage and defrosting on the quality of cream. *Food Systems*, 4(3S), 12–16. <https://doi.org/10.21323/2618-9771-2021-4-3S-12-16> (In Russian)
- Tribst, A. A. L., Falcade, L. T. P., Ribeiro, L. R., Leite Júnior, B. R. de C., de Oliveira, M. M. (2019). Impact of extended refrigerated storage and freezing/thawing storage combination on physicochemical and microstructural characteristics of raw whole and skimmed sheep milk. *International Dairy Journal*, 94, 29–37. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2019.02.013>
- Alinovi, M., Mucchetti, G., Wiking, L., Corredig, M. (2021). Freezing as a solution to preserve the quality of dairy products: The case of milk, curds and cheese. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 61(20), 3340–3360. <https://doi.org/10.1080/10408398.2020.1798348>
- Evers, J. M. (2004). The milk fat globule membrane — compositional and structural changes post secretion by the mammary secretory cell. *International Dairy Journal*, 14(8), 661–674. <https://doi.org/10.1016/j.idairyj.2004.01.005>
- Ishevsky, A. L., Davydov I. A. (2017). Freezing as a method of food preservation. *Theory and Practice of Meat processing*, 2(2), 43–59. <https://doi.org/10.21323/2414-438X-2017-2-2-43-59> (In Russian)
- Bronfenbrener, L., Rabee, M. A. (2015). Kinetic approach to modeling the freezing porous media: application to the food freezing. *Chemical Engineering and Processing: Process Intensification*, 87, 110–123. <https://doi.org/10.1016/j.cep.2014.11.008>
- Bogh-Sørensen, L. (2006). Recommendations for the Processing and Handling of Frozen Foods. IIR, France, 2006.
- Tribst, A. A. L., Falcade, L. T. P., Carvalho, N. S., Cristianini, M., Leite Junior B. R. C., de Oliveira, M. M. (2020). Using physical processes to improve physicochemical and structural characteristics of fresh and frozen/thawed sheep milk. *Innovative Food Science and Emerging Technologies*, 59, Article 102247. <https://doi.org/10.1016/j.ifset.2019.102247>
- Symons, H. (1994). Frozen foods. Chapter in a book: Shelf Life Evaluation of Foods. London: Blackie Academic and Professional, 1994.
- Korotkiy, I. A., Vasiliev, K. I. (October 15, 2020). *To the question of the necessary temperature level during the storage of food products in a frozen state and the stability of the temperature regime of storage*. Conference abstracts: Topical issues of science and technology: problems, forecasts, prospects. Kemerovo, Russia, 2020. (In Russian)
- Goff, H. D., Hartel, R. W. (2013). Ice cream. Springer New York, NY, 2013. <https://doi.org/10.1007/978-1-4614-6096-1>



СВЕДЕНИЯ ОБ АВТОРАХ	AUTHOR INFORMATION
<b>Принадлежность к организации</b>	<b>Affiliation</b>
<p><b>Топникова Елена Васильевна</b> — доктор технических наук, заместитель директора по научной работе, Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия 152613, Ярославская область, Углич, Красноармейский бульвар, 19 Тел.: +7-910-666-93-93 E-mail: e.topnikova@fncps.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0003-0225-6870">https://orcid.org/0000-0003-0225-6870</a></p>	<p><b>Elena V. Topnikova</b>, Doctor of Technical Sciences, Deputy Director for Scientific Work, All-Russian Scientific Research Institute of Butter- and Cheesemaking 19, Krasnoarmeysky Boulevard, Uglich, 152613, Yaroslavl Region, Russia Tel.: +7-910-666-93-93 E-mail: e.topnikova@fncps.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0003-0225-6870">https://orcid.org/0000-0003-0225-6870</a></p>
<p><b>Афанасьева Анастасия Андреевна</b> — младший научный сотрудник, Всероссийский научно-исследовательский институт маслоделия и сыроделия 152613, Ярославская область, Углич, Красноармейский бульвар, 19 Тел.: +7-901-040-48-34 E-mail: a.afanasyeva@fncps.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0002-0323-2507">https://orcid.org/0000-0002-0323-2507</a> * автор для контактов</p>	<p><b>Anastasia A. Afanasyeva</b>, Junior Researcher, All-Russian Scientific Research Institute of Butter- and Cheesemaking 19, Krasnoarmeysky Boulevard, Uglich, 152613, Yaroslavl Region, Russia Tel.: +7-901-040-48-34 E-mail: a.afanasyeva@fncps.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0002-0323-2507">https://orcid.org/0000-0002-0323-2507</a> * corresponding author</p>
<p><b>Грызунов Алексей Алексеевич</b> — научный сотрудник, Всероссийский научно-исследовательский институт холодильной промышленности 127422, г. Москва, ул. Костякова, 12 Тел.: +7-495-610-80-92 E-mail: grizu-nov@rambler.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0003-4591-5688">https://orcid.org/0000-0003-4591-5688</a></p>	<p><b>Aleksei A. Gryzunov</b>, Researcher, All-Russian Scientific Research Institute of Refrigeration Industry 12, Kostykova str., 127422, Moscow, Russia Tel.: +7-495-610-80-92 E-mail: grizu-nov@rambler.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0003-4591-5688">https://orcid.org/0000-0003-4591-5688</a></p>
<p><b>Гурский Игорь Алексеевич</b> — младший научный сотрудник, Всероссийский научно-исследовательский институт холодильной промышленности 127422, г. Москва, ул. Костякова, 12 Тел.: +7-495-610-83-85 E-mail: iixrug@yandex.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0002-8177-3472">https://orcid.org/0000-0002-8177-3472</a></p>	<p><b>Igor A. Gurskiy</b>, Junior Researcher, All-Russian Scientific Research Institute of Refrigeration Industry 12, Kostykova str., 127422, Moscow, Russia Tel.: +7-495-610-83-85 E-mail: iixrug@yandex.ru ORCID: <a href="https://orcid.org/0000-0002-8177-3472">https://orcid.org/0000-0002-8177-3472</a></p>
<b>Критерии авторства</b>	<b>Contribution</b>
<p>Авторы в равных долях имеют отношение к написанию рукописи и одинаково несут ответственность за плагиат.</p>	<p>Authors equally relevant to the writing of the manuscript, and equally responsible for plagiarism.</p>
<b>Конфликт интересов</b>	<b>Conflict of interest</b>
<p>Авторы заявляют об отсутствии конфликта интересов.</p>	<p>The authors declare no conflict of interest.</p>