

Дніпровський державний аграрно-економічний університет



Півоваров О.А., Ковальова О.С., Кошулько В.С.

**ІННОВАЦІЙНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ
ПОКАЗНИКІВ ЯКОСТІ ЗЕРНА**
Навчальний посібник



Дніпро

2023

УДК 664.7 (075.8)

П 32

Рекомендовано до видання вченою радою ДДАЕУ
протокол № 8 від «25» травня 2023 р.

Рецензенти:

Самойчук К.О. – доктор технічних наук, професор, завідувач кафедри обладнання переробних і харчових виробництв імені професора Ф.Ю. Ялпачика Таврійського державного агротехнологічного університету імені Дмитра Моторного

Чурсінов Ю.О. – доктор технічних наук, професор кафедри харчових технологій Дніпровського аграрно-економічного університету

Кондратюк Н.В. – кандидатка технічних наук, доцентка, завідувачка кафедри харчових технологій Дніпровського національного університету ім. Олеся Гончара

Півоваров О.А., Ковальова О.С., Кошулько В.С. Інноваційні методи визначення показників якості зерна: Навчальний посібник / О.А. Півоваров, О.С. Ковальова, В.С. Кошулько. Дніпро: ДДАЕУ, 2023. 325 с.

Навчальний посібник присвячено висвітленню інноваційних методів оцінки якості зерна. Викладені найрозповсюдженіші та новітні методики аналізу зерна різних видів, наведений опис найбільш сучасного лабораторного обладнання. Представлені перспективні інноваційні методики оцінки якісних показників зернової та бобової сировини різного призначення.

Посібник призначено для здобувачів вищої освіти, які навчаються за спеціальністю 181 Харчові технології, ступінь вищої освіти Магістр, а також для наукових працівників, аспірантів та фахівців лабораторій підприємств, які займаються зберіганням та переробкою зерна.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	7
Розділ 1. ТЕХНОЛОГІЧНА ОЦІНКА ЗЕРНА	10
1.1. Основні терміни на заготівельне і постачальне зерно та на показники якості зерна.....	10
1.2. Аналіз зернових видів. Основне обладнання.....	18
1.3. Визначення вологості	35
1.4. Визначення показників якості зерна за допомогою аналізатора «Infratec 1225».....	42
1.5. Визначення числа падіння за Хагбергом-Пертеном	44
1.6. Розмелювання зерна	55
1.7. Кількість та якість клейковини	64
1.8. Визначення фізичних властивостей тіста на фаринографі Брабендера	77
1.9. Визначення фізичних властивостей тіста на альвеографі Шопена	86
1.10. Визначення хлібопекарських властивостей зерна пшениці, тритикале та жита методом пробних випічок	97
1.11. Безопарний метод лабораторної випічки хліба з інтенсивним замісом тіста з пшеничного борошна методом пробних випічок	101
1.12. Безопарний метод лабораторної випічки хліба з інтенсивним замісом тіста з житнього борошна методом пробних випічок	105
1.13. Лабораторна випічка хліба з борошна тритикале	105
1.14. Визначення макаронних якостей пшениці твердої	106
1.15. Аналіз круп'яних і зернобобових культур	113
1.16. Визначення крупності та вирівняності зерна	119
1.17. Визначення типового складу зерна круп'яних і зернобобових видів та аналіз зерна	123

1.18. Методики визначення виходу крупів	128
1.19. Оцінка товарної якості крупів	143
1.20. Кулінарна оцінка крупів і зерна бобових видів	145
1.21. Визначення екстрактивності зерна ячменю	152
1.22. Визначення енергії проростання і здатності до проростання зерна пивоварного ячменю	154
Питання для самоконтролю.....	155
Розділ 2. ХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ ЗЕРНОВОЇ СИРОВИНИ	156
2.1. Зернові та зернобобові культури	156
2.1.1. Визначення загального азоту.....	157
2.1.2. Визначення вмісту білка (сирого протеїну) на приладі системи «Kjeltec Auto 1030 Analyzer» (фірми «Tecator», Швеція)	172
2.1.3. Визначення білка або протеїну	185
2.1.4. Визначення жиру в сировині та готовій продукції	188
2.1.5. Визначення вмісту крохмалю поляриметричним методом (за Еверсом)	189
2.1.6. Визначення вмісту сирі клітковини	192
2.1.7. Визначення зольності	198
2.1.8. Визначення вмісту гігроскопічної води (прискорений метод)	202
2.1.9. Визначення амінокислотного складу зерна методом іонообмінної рідинно-колоночної хроматографії	203
2.2. Олійні культури	210
2.2.1. Визначення лушпинності сім'янок соняшника гідротермічним методом	210
2.2.2. Визначення вмісту жиру (за Рушковським)	211
2.2.3. Порядок виконання аналізу олійності та вологості насіння олійних видів	217
2.2.4. Обчислення збору олії з гектара посіву	218
2.2.5. Визначення йодного числа олії (рефрактометричний метод)	220
2.2.6. Метод визначення масової частки ізотіоціанатів (ІТЦ) і	

вінілтіооксазолідонів у ріпаковому насінні, макусі, шроті	223
2.2.7. Газохроматографічний метод визначення жирнокислотного складу олії у насінні ріпаку, гірчиці, суріпиці, соняшника	233
2.2.8. Експрес-метод оцінки насіння ріпаку і свиріпи на еруковість ..	235
2.2.9. Експрес-метод відбирання насіння ріпаку й свиріпи, придатної для переробки на харчову олію	236
Питання для самоконтролю	237
Розділ 3. ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКІВ БЕЗПЕЧНОСТІ ЗЕРНОВОЇ СИРОВИНИ.....	238
3.1. Визначення вмісту радіонуклідів в зерні.....	238
3.2. Визначення токсичних елементів в зерні.....	240
3.3. Визначення пестицидів в зерні.....	245
Питання для самоконтролю.....	251
Розділ 4. МЕТОДИКИ ЕЛЕКТРОФОРЕЗУ ЗАПАСНИХ БІЛКІВ	252
4.1. Методика електрофоретичного розділення гордеїнів ячменю (<i>Hordeum vulgare</i> L.)	252
4.2. Методика електрофоретичного розділення геліантинів соняшнику (<i>Helianthus annuus</i> L.)	258
4.3. Методика електрофоретичного розділення зеїнів кукурудзи (<i>Zea mays</i> L.)	263
4.4. Методика електрофоретичного розділення високомолекулярних глютенінів пшениці (<i>Triticum</i> L.)	267
4.5. Методика проведення електрофорезу проламінів злаків (гордеїнів, гліадинів, авенінів)	270
Питання для самоконтролю	275
Розділ 5. МОЛЕКУЛЯРНО-ГЕНЕТИЧНИЙ АНАЛІЗ	276
5.1. Методика виділення ДНК із рослинного матеріалу за допомогою СТАВ-методу	278
5.2. Визначення кількості та якості виділеної ДНК	282
5.2.1. Визначення кількості та оцінювання якості ДНК за допомогою	

спектрофотометрії	282
5.2.2. Оцінка якості та кількості виділеної ДНК методом електрофорезу в агарозному гелі з фарбуванням бромистим етидієм ...	283
5.3. Методика використання мікросателітних маркерів (SSR) для ідентифікації сортів сої	284
5.4. Методика якісного аналізу чужорідного генетичного матеріалу у сортах сої за допомогою методу ПЛР у реальному часі з використанням тест-системи «ГМО-соя» (35S/NOS скринінг)	291
5.5. Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для вивчення молекулярно-генетичного поліморфізму сортів рослин за допомогою ISSR і SSR маркерів та візуалізації продуктів ампліфікації. Сфера застосування	296
5.6. Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для визначення генетичних модифікацій у геномах сортів рослин. Сфера застосування	298
Питання для самоконтролю.....	299
Розділ 6. ВИЗНАЧЕННЯ МІКОТОКСИНІВ В ЗЕРНІ	301
6.1. Імуноферментний метод	305
6.2. Визначення мікотоксинів методом ВЕРХ	308
6.3. Твердофазна екстракція	309
6.4 Методика визначення НТ-2 токсину в зерні методом високоефективної рідинної хроматографії з флюорометричним детектуванням (ВЕРХ/ФЛД)	310
6.5. Визначення спор сажки методом мікологічної експертизи зерна пшениці.....	316
Питання для самоконтролю.....	321
СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ТА РЕКОМЕНДОВАНИХ ДЖЕРЕЛ	322

ВСТУП

Одержання харчової сировини і харчових продуктів високої якості потребує вирішення економічних, політичних, соціальних, технічних і ряду інших питань. У зв'язку з цим на формування якості рослинницької продукції впливає комплекс чинників фізичної, хімічної та біологічної природи. Однак в Україні якість сировини та продуктів, які використовуються для переробки в харчовій промисловості та харчуванні, гарантується цілим рядом законодавчих і нормативних актів, що зобов'язують виробника і переробника випускати високоякісну продукцію.

Якість продуктів харчування значною мірою залежить від стандартів, технології виробництва, доброякісності сировини, технічних умов на саму продукцію та компонентів, необхідних для її виробництва.

Якість продукції – це комплекс властивостей, які визначають ступінь придатності продукту для харчування населення. Це поняття включає, перш за все, властивості, що характеризують харчову, в тому числі біологічну повноцінність – органолептичні, фізико-хімічні, вміст білків, рослинних жирів, вуглеводів, вітамінів, макро- та мікроелементів, засвоєння харчових речовин та інше.

Проте не тільки висока харчова цінність їжі забезпечує нормальну життєдіяльність організму людини. Продукція рослинництва, яка вживається, повинна бути бездоганна в санітарно-епідеміологічному відношенні. Вона не повинна мати ознак псування (гноїння, бродіння, окислення, прогіркання тощо) та контамінантів біологічної, хімічної й механічної природи. Забрудненість харчових продуктів природними хімічними речовинами, патогенними мікроорганізмами та їх токсинами, можлива за обставин недотримання санітарних правил і гігієнічних нормативів одержання та переробки продовольчої сировини, виробництва харчових продуктів, приготуванні їжі, а також при порушенні умов і термінів зберігання та реалізації готової продукції.

Шляхи забруднення харчових продуктів рослинного походження чужорідними речовинами різноманітні. Так розвиток сільського господарства і

харчової промисловості тісно пов'язаний із широким використанням різних хімічних сполук, включаючи пестициди, мінеральні добрива, а також харчові технологічні домішки. Всі зазначенні сполуки, без сумніву, можуть бути корисними й необхідними в народному господарстві. Проте вони за певних умов можуть накопичуватись у продовольчій сировині та готовій продукції, негативно впливаючи на якість кінцевого продукту, а при застосуванні останнього в їжу – на організм людини.

Якість харчової продукції забезпечується чіткою організацією лабораторного контролю за сировиною, напівфабрикатами, технологічним процесом та санітарним режимом. Важливе значення мають умови зберігання, транспортування, а для окремих груп продуктів - термін реалізації.

Якість харчових продуктів – це сукупність властивостей, які забезпечують фізіологічні потреби людини в харчових і смакових речовинах та дають змогу розрізняти продукти одне від одного.

Під забрудненням харчових продуктів необхідно розуміти вміст у них сторонніх речовин у кількостях, які перевищують встановлені гігієнічні нормативи. Застосування нових хімічних сполук, засобів і методів для виробництва і переробки продуктів харчування, а також стимуляторів росту та хімічних засобів захисту сільськогосподарських рослин, які використовуються в харчуванні, допускається тільки з дозволу МОЗ України. Постійний контроль за виконанням правил застосування в сільському господарстві засобів хімічного і біологічного захисту рослин забезпечує якість і безпеку для здоров'я населення продуктів харчування рослинного походження.

Дослідження з вивчення технологічних якостей зерна сортів пшениці, жита і тритикале, технологічних і споживчих якостей круп'яних та зернобобових культур проводять у лабораторіях спеціалізованих підприємств. Аналізи виконують за єдиними чинними методиками на однотипному обладнанні.

Якість зерна – це сукупність властивостей та ознак (біологічних, фізико-хімічних, технологічних, споживчих), які визначають придатність зерна до вживання за призначенням.

Під показниками якості зерна розуміють характеристику його властивостей, які формують якість. Розрізняють базисну і граничну норми якості зерна. Базисною є норма показника якості зерна, відповідно до якої проводять розрахунок при його прийманні. Гранична – це норма показника якості зерна, яка встановлює гранично допустимі вимоги до якості заготівельного і постачального зерна. Система визначення якості зернових продуктів включає стандарти на зерно і продукти його перероблення, методи контролю показників якості, мережу акредитованих лабораторій хлібоприймальних підприємств, державну систему інспектування та контролю якості зерна.

Основні методи оцінки технологічних якостей зерна, які викладено в цьому посібнику, впродовж багатьох років застосовують у провідних спеціалізованих лабораторіях, а впровадження нового обладнання дозволило підвищити продуктивність праці в лабораторіях, збільшити точність дослідів, розширити перелік показників якості зерна.

В посібнику наведені сучасні методи оцінки якості зерна. Викладені найрозповсюдженіші аналізи зерна різних видів. Представлені найбільш перспективні інноваційні методики оцінки якісних показників зернової сировини різного призначення. Посібник призначений для вивчення дисципліни «Інноваційні методи визначення показників якості зерна» та може бути використаний для роботи на аудиторних заняттях та для самостійної підготовки студентів денної і заочної форм навчання спеціальності 181 Харчові технології, ступінь вищої освіти Магістр. Крім того його буде доцільно використовувати для підготовки, перепідготовки та підвищення кваліфікації фахівців лабораторій підприємств, що займаються зберіганням та переробкою зерна.

Розділ 1. ТЕХНОЛОГІЧНА ОЦІНКА ЗЕРНА

Товарна цінність партії зерна залежить не тільки від ринкової ситуації, а також від умов попиту і пропозиції, і, особливо, від якості зерна. Про якість судять за багатьма характеристиками, які можна об'єднати в дві групи:

– оцінка за зовнішнім виглядом, включаючи чистоту, блиск, виповненість, однорідність і відсутність розчавлених, пророслих або битих зерен; також важливі колір і запах;

– оцінка з аналізу з метою визначення таких характеристик, як твердість, схожість, вміст борошнистої частини, скловидність, вологість, температура і натура.

У міжнародній торгівлі зазвичай показники якості партії зерна досить добре відомі власнику і підтверджуються офіційним сертифікатом. Якщо партія поставляється (по морю або суші) в нормальних умовах, то можна припустити, що показники якості зерна не змінюються при доставці його в місце призначення. При транспортуванні вантаж страхується власником відповідно до загальноприйнятої страхової політики на випадок різних небезпек і можливого пошкодження.

1.1. Основні терміни на заготівельне і постачальне зерно та на показники якості зерна

Стандарт ДСТУ 2422-94 установлює основні терміни на зерно заготівельне і постачальне, на показники якості зерна та подає пояснення термінів, внесених до стандарту.

Стандартизовані терміни є обов'язковими для використання в усіх видах документації, а також в науково-технічній, навчальній, довідковій літературі та в комп'ютерних інформаційних системах.

Для кожного поняття встановлено один стандартизований термін. тому використання синонімів до стандартизованих термінів і тих термінів, що подані у стандарті з позначкою «Нд», недопустимо.

Загальні терміни системи контролю якості продукції наведено у додатку.

Терміни та визначення і загальні поняття

1. **Зерно.** Плоди зернових культур і гречки, насіння зернобобових, яке використовуються для харчових, кормових і технічних цілей.
2. **Заготівельне зерно.** Зерно, яке заготовляється для переробки.
3. **Постачальне зерно.** Зерно, призначене для продовольчих, кормових і технічних потреб після певної обробки.
4. **Слабка пшениця.** Пшениця, яка не забезпечує одержання хліба задовільної якості і потребує покращення її хлібопекарських властивостей.
5. **Сильна пшениця.** М'які сорти пшениці, здатні ефективно покращувати якість інших слабких пшениць з низькими хлібопекарськими властивостями.
6. **Клас зерна.** Комплексний показник якості зерна, який характеризує його харчові і технологічні властивості.
7. **Тип зерна.** Класифікаційна характеристика зерна за стійкими природними ознаками, пов'язаними з його технологічними, харчовими і товарними якостями.
Примітка. Природними ознаками зерна вважається ботанічний вигляд, ферма, колір.
8. **Підтип зерна.** Класифікаційна характеристика, яка визначається в межах типу і відображає зміни природних ознак зерна.
9. **Зерно сортової культури.**
10. **Категорія зерна.** Класифікація зерна ячменю та вівса за показником його натури.
11. **Стан зерна** Класифікація зерна за вологістю, засміченістю та натурою (для рису також – за наявністю пожовтілих зерен, для гречки за крупністю зерен).
12. **Властивість зерна.** Об'єктивна характерна ознака зерна, яка виявляється при збиранні, зберіганні, переробці та споживанні

13. **Плівчастість зерна.** Виражений у процентах вміст оболонки відносно маси необлущеного зерна.
14. **Лузжистість зерна.** Виражений у процентах вміст оболонки у плодкових (соняшник, арахіс) або насінневих (соя, рицина) культур.
15. **Твердозерність.** Структурно-механічні властивості і зерна, які характеризують ступінь його твердості.
16. **Мікротвердість рису.** Твердість поверхневого та внутрішнього шару зерна рису.
17. **Щільність рису.** Відношення маси зерна рису до його об'єму.

Показники якості зерна

18. **Зернова домішка.** Домішка неповноцінних зерен основної культури, а також інших культурних рослин, яка допускається при прийманні зерна.
19. **Засміченість зерна.** Домішка органічного і неорганічного походження, яка підлягає видаленню при використанні зерна за цільовим призначенням.

Примітка. Такими домішками є мінеральна, органічна, шкідлива, насіння бур'янів, пошкоджене зерно та інші враховувані домішки

20. **Органічна домішка в зерні.** Домішка рослинного і тваринного походження.

Примітка. Органічними домішками вважаються: частини стеблин, листків, стержні колосся, остюки, плівки, рештки шкідників та ін.

21. **Мінеральна домішка в зерні.** Обмежено допустима домішка мінерального походження.

Примітка. Мінеральними домішками вважаються: пісок, грудочки землі, галька та ін.

22. **Шкідлива домішка в зерні.** Домішки рослинного походження, шкідливі для здоров'я людини і тварин.

Примітка. Шкідливими домішками вважаються: сажка, різки, гірчак повзучий, в'язіль різнокольоровий, софора листохвоста, пажитниця п'янка, геліотроп опушеноплідний, зерна, ушкоджені нематодом, триходесма сива.

23. **Металомагнітна домішка в зерні.** Домішка, яка має магнітні властивості.
24. **Важковідокремлювана домішка в зерні.** Домішка, яка за своїми фізичними ознаками близька до зерна основної культури і яку важко від нього відокремити.
25. **Ушкоджене зерно.** Зерно зі зміненим кольором оболонки та ендосперму внаслідок самозігрівання, сушіння і ураження хворобами.
26. **Зіпсоване зерно.** Зерно з явно зіпсованим ендоспермом.
27. **Потемніле зерно.**
28. **Щупле зерно.** Зерно ненаповнене, зморщене, легковаге, деформоване внаслідок несприятливих умов розвитку і визрівання.
29. **Бите зерно.** Частки зерна, утворені в результаті механічної дії.
30. **Давлене зерно.** Зерно деформоване, сплюснене в результаті механічної дії.
31. **Морозобійне зерно.** Зерно, ушкоджене заморозками в період визрівання, зі зміненим кольором (білувате або потемніле).
32. **Знебарвлене зерно.** Зерно, яке втратило природний блиск і колір під впливом несприятливих умов розвитку, збирання та зберігання.
33. **Проросле зерно.** Зерно з коріннями або ростками, які вийшли за межі оболонок.
34. **Недозріле зерно.** Зерно, яке не досягло повної зрілості, із зеленуватим відтінком, легко деформується при натискуванні.
35. **Сажкове зерно** Зерно, у якого забруднена спорами сажки борідка або частина поверхні.
36. **Мішечки сажки.** Оболонки зерна, наповнені темною масою спор сажки.
37. **Фузаріозне зерно.** Зерно, уражене грибами роду фузаріум, білувате, іноді з плямами оранжево-рожевого кольору.
38. **Рожево забарвлене зерно.** Зерно виповнене, блискуче, з рожевою пігментацією оболонок переважно в зоні зародка.

39. **Червоне зерно рису.** Зерно рису, яке має забарвлення поверхні насінневих і плодових оболонок від червоного до бурого кольору.
40. **Глютинозне зерно рису.** Зерно рису щільної консистенції, у розрізі стеариноподібне, однорідне за кольором, без мучнистих або склоподібних вкраплень.
41. **Пожовтіле зерно рису.** Зерно рису із ендоспермом жовтого кольору різної інтенсивності.
42. **Тріщинувате зерно рису.** Зерно рису з надломленим і надтріснутим ядром.
43. **Обрушене зерно.** Зерно з видаленими повністю або частково оболонками при обмолоті та інших механічних діях.
44. **Зараженість зерна шкідниками.** Наявність у міжзерновому просторі, всередині окремих зернин живих шкідників хлібних запасів – комах або кліщів на різних стадіях розвитку.
45. **Зараженість зерна шкідниками в явній формі.** Наявність у міжзерновому просторі живих шкідників хлібних запасів – комах або кліщів на різних стадіях їх розвитку.
46. **Зараженість зерна шкідниками в прихованій формі.** Наявність усередині окремих зерен живих шкідників хлібних запасів на різних стадіях їх розвитку.
47. **Зерно, ушкоджене шкідниками.** Зерно з ознаками іншого або часткового ушкодження зародків, оболонок, ендосперму шкідниками.
48. **Сажковий запах зерна.** Запах, який нагадує оселедцевий і з'являється внаслідок забруднення зерна спорами або мішечками сажки.
49. **Пліснявий запах зерна.** Запах, який з'являється внаслідок розвитку на поверхні та усередині зерна пліснявих грибів.
50. **Полиновий запах зерна.** Запах, який з'являється внаслідок контакту зерна з кошиками полину.
51. **Затхлий запах зерна.** Запах, який з'являється при розпаді тканин зерна під дією мікроорганізмів.

52. **Солодовий шпал зерна.** Запах, який з'являється при проростанні зерна
53. **Сторонній запах зерна** Запах, який з'являється внаслідок сорбції зерном пахучих сторонніх речовин.
- Примітка.* Сторонніми вважаються: запах нафтопродуктів, фумигантів та інше.
53. **Гнилісний запах зерна.** Запах, який з'являється внаслідок розпаду білків і жирів під дією пліснявих грибів, сильно розвинутого бактеріозу або самозігрівання.
54. **Життєздатність зерна.** Виражений у процентах вміст живих зерен у досліджуваній пробі.
55. **Здатність зерна до проростання.** Виражене у процентах відношення кількості пророслих зерен в оптимальних умовах за певний відрізок часу до загальної кількості висіяних зерен.
56. **Енергія проростання зерна.** Дружність проростання зерна (виражений у процентах вміст пророслого зерна в пробі за короткий час у процесі визначення лабораторної схожості).
57. **Чистота зерна.** Виражений у процентах вміст зерна основної культури у досліджуваній пробі.
58. **Схожість зерна.** Виражений у процентах вміст пророслого зерна у досліджуваній пробі.
59. **Екстрактивність ячменю.** Кількість сухих речовин, здатних розчинюватися у воді під впливом ферментів солоду.
60. **Білість рису.** Яскравість забарвлення зерна рису відносно стандартних пластин приладу.
61. **Вихід зерна із качанів кукурудзи.** Виражене у процентах відношення маси зерна кукурудзи до маси необмолочених качанів.
62. **Склоподібне.** Зерно щільної структури з гладкою і блискучою поверхнею розрізу ендосперму, яке просвічується на спеціальному пристрої.
63. **Мучнисте зерно.** Зерно крихкої, мучнистої структури з ендоспермом, який не просвічується на спеціальному пристрої.

64. **Частково склоподібне зерно.** Зерно з частково склоподібною і мучнистою структурою ендосперму.
65. **Клейковина зерна.** Комплекс білкових речовин зерна, здатних при набуханні у воді утворювати зв'язну еластичну масу.
66. **Якість клейковини.** Сукупність фізичних властивостей клейковини; тягучість, пружність, еластичність.
67. **Натура.** Маса 1 л зерна, виражена в грамах (Нд натурна вага, натурна маса).
68. **Маса 1000 зерен.**
69. **Фізична калорійність зерна.** Кількість тепла, виділена при згорянні у кисні органічних речовин аналізованого зерна.
70. **Вологість зерна.** Вміст вільної і частково зв'язаної води, яка визначається висушуванням зерна стандартними методами.
71. **Зольність зерна.** Виражений у процентах вміст мінеральних речовин у зерні.
72. **Олійність зерна.** Виражений у процентах вміст у зерні жиру та жироподібних речовин.
73. **Число падіння.** Тривалість падіння шток-мішалки в клейстеризованій водно-борошняній суспензії.
- Примітка.* Показник хлібопекарських властивостей зерна
74. **Кислотність зерна.** Вміст кислотних речовин в зерні, якому відповідає кількість їдкого луку, необхідного для їх нейтралізації.
75. **Кислотне число жиру зерна.** Умовна величина, яка характеризує вміст в 1 г жиру зерна вільних жирних кислот.
76. **Мікотоксини зерна.** Група низькомолекулярних токсичних метаболітів, продукованих мікроскопічними (пліснявими) грибами, що розвиваються у зерні.
77. **Токсичність зерна.** Наявність в зерні отруйних речовин, здатних викликати патологічні зміни в організмі людини і тварин.
78. **Залишкові пестициди в зерні.** Пестициди, які накопичуються в зерні внаслідок застосування отрутохімікатів при його вирощуванні.

79. **Токсичні елементи в зерні.** Хімічні елементи (миш'як, ртуть, олово, кадмій, свинець, цинк, залізо, мідь), які здатні накопичуватись в організмі людини та тварин, і при певних концентраціях викликати токсикози різного ступеню.

80. **Алкалоїдне зерно.** Зерно, яке містить алкалоїди, отруйні для людини і тварин (люпинін, люпанін, люпнідон).

81. **Залишкові фумиганти в зерні.** Фумиганти (отруйні хімічні речовини), які накопичуються в зерні після застосування їх для знищення шкідників, знезаражування продовольчого та посівного зерна, складських приміщень, елеваторів, тощо.

Додаткова термінологія

1. **Якість зерна.** Сукупність властивостей зерна, які визначають його придатність для використання.

2. **Показник якості зерна.** Дані, які визначають якість зерна.

3. **Норма показника якості зерна.** Кількісний показник якості зерна, встановлений нормативно-технічною документацією.

4. **Колір зерна.** Показник, що характеризує забарвлення поверхні зерна.

5. **Запах зерна.** Органолептичний показник, що характеризує свіжість зерна.

6. **Оперативна доба.** Відраховані з визначеного проміжку часу 24 години, протягом яких формують середньодобову пробу.

7. **Партія зерна.** Певна кількість однорідного за якістю зерна, оформлена одним документом про якість.

8. **Проба зерна.** Певна кількість зерна, відібрана з партії для визначення якості.

9. **Точкова проба зерна.** Одноразова проба зерна, відібрана з партії з одного місця (Нд виїмка, разова проба).

10. **З'єднана проба зерна.** Проба зерна, складена зі сукупності точкових проб (Нд початковий зразок, загальна проба).

11. **Середньодобова проба зерна.** Проба зерна, сформована зі з'єднаних проб, відібраних із декількох однакових за якістю партій зерна, прийнятих від одного постачальника протягом оперативної доби.
12. **Середня проба зерна.** Частина з'єднаної або середньодобової проби, виділена для визначення якості зерна.
13. **Наважка зерна.** Зважена частина середньої проби, виділена для визначення показників якості зерна.
14. **Базисна норма зерна.** Нормативний показник якості зерна, який встановлює гранично допустимі вимоги до якості зерна.

1.2. Аналіз зернових видів. Основне обладнання

З очищеного за допомогою машини для попереднього очищення зерна МПО-50 (рис. 1) беруть наважки для проведення аналізу (100 г), визначення вмісту білка (50 г), стану його вуглеводно-амілазного комплексу за числом падіння (300 г) і для лабораторного помелу (2000 г).



Рис. 1. Машина для попереднього очищення зерна МПО-50.

Засміченість, зараженість шкідниками

Засміченість визначається наявністю зернової, сміттевої та шкідливої домішок. До зернової домішки належить: пошкоджені або биті зерна основної та інших культур, а також щуплі, хворі, поїдені, пророслі, пошкоджені тощо. До сміттевої домішки відносять будь-яку домішку, яка погіршує якість зерна і продуктів його переробки. До цієї групи входять насіння бур'янів, земля, пісок, металеві та кам'яні включення і т.д. Шкідлива домішка становить небезпеку для здоров'я людини: сажкові утворення, насіння гірчака, куколю і т.д.

Зараженість визначається наявністю в міжзерновому просторі або всередині окремих зерен живих шкідників хлібних запасів – комах або кліщів в будь-якій їх стадії розвитку. Характеризує стійкість зерна при зберіганні та можливість його подальшого псування. Наявність зараженості в продуктах переробки зерна може завдати непоправної шкоди здоров'ю людини.

Засміченість і зараженість зерна зазвичай оцінюються за допомогою розсівів – систем сит із різним розміром отворів, які здійснюють поступальні, обертальні, коливальні та струшувальні рухи.

Лабораторний розсів

За допомогою розсіву РЛУ-3 (рис. 2) можна визначити зараженість сировини комахами і коморними шкідниками в явній формі, сміттєві та зернові домішки, фракційний склад зерна, а також якість помелу борошна, що теж нерідко визначає вартість кожної партії продукції. Прилад відрізняється низьким рівнем шуму, а також має систему захисту від пилу і повітря, що виходить від самого пристрою. Розсів РЛУ-3 використовується в лабораторіях елеваторів, хлібоприймальних і зернопереробних підприємств, на хлібозаводах, в кондитерській, харчовій, комбікормовій й тютюновій промисловості, у сільському господарстві, фармакології та хімічній промисловості.



Рис. 2. Прилад для розсіву лабораторний універсальний РЛУ-3

Прилад складається з: корпусу, робочого столу з пристроєм для установки і кріплення сит, механізму приводу робочого столу, панелі управління на торцевій стінці корпусу розсівання (табл. 1). Конструкція опор, розташованих на робочому столі, передбачає установку одного або трьох комплектів сит діаметром обичайки 200 мм, що включає три сита, піддон і кришку, або одного комплекту сит діаметром обичайки 300 мм. Вдосконалене кріплення сит в розсіві РЛУ-3 дозволяє швидше і простіше робити заміну сит на відміну від аналогічних лабораторних розсівів. Розсів значно полегшує працю лабораторних досліджень. Його доцільно провести при великій кількості аналізів зерна, особливо в період заготівельної компанії.

Таблиця 1

Технічні характеристики

Модель	РЛУ-3 універсальний
Частота коливань, 1/хв.	120/200±10%
Амплітуда коливань, мм	25
Споживана потужність, Вт	15
Сита лабораторні	

Сита лабораторні. Використовуються в процесі пробопідготовки зразків для лабораторних досліджень, пов'язаних із визначенням хімічного складу і фізичних властивостей зерна і зернопродуктів (рис. 3).



Рис. 3. Сита лабораторні

Матеріал обичайки – нержавіюча сталь. Основні діаметри – 120, 200, 300 мм. Поліамідні, ГОСТ 4403-91. Металотканні, ГОСТ 6613-86. Металоткані (сітка н/ж), ГОСТ 3826-82, 3306-88, ТУ 14-4-507-99. Металопробивні (круглі відп.), У 23.2.2068-94. Металопробивні (щілиновидні відп.), ТУ 5.897-11722-95, ТУ 23.2.2068-94.

Допоміжні інструменти та обладнання. Дошка розбірна (аналізна) (рис. 4) і комплект приладдя. Використовується при проведенні аналізів якості борошна, крупи, зерна і т.д.



Рис. 4. Дошка розбірна (аналізна)

Має білий і чорний скляні боки з виїмкою для висипання продукту. Розмір робочої поверхні – 335x235 мм. Габаритні розміри – 405x305 мм.

Шпатель зерновий металевий. Призначений для розбору зразків зерна, відділення домішок та ін. Має два скошені боки різної ширини.



Рис. 5. Шпатель зерновий металевий

Совочки лабораторні. Призначені для відбору проб (рис. 6) і необхідні в більшості аналізів, що проводяться за ГОСТами, при визначенні якості й стану борошна, крупи і зерна.

Основне призначення: Совочок №1 – для визначення засміченості зерна.
Совочок №2 – для висипання наважок розмеленого зерна (борошна) в бюкси.
Совочок №3 – для заповнення склянки вологоміра



Рис. 6. Совочки лабораторні

Чашечки лабораторні. Призначені для тимчасового розміщення та зважування проб і наважок (рис. 7). Застосовуються в більшості аналізів, що проводяться за ГОСТами, при визначенні якості борошна, крупи, зерна.



Рис. 7. Чашечки лабораторні

Основне призначення: Чашечка №1 – для визначення засміченості зерна ($V = 50 \text{ см}^3$). Чашечка №2 – для просушування проб зерна ($V = 120 \text{ см}^3$). Чашечка №3 – для просушування проб зерна ($V = 280 \text{ см}^3$).

Магніт підковоподібний. Призначений для вилучення металомагнітних домішок із зерна, борошна, крупи, висівок, комбікормів і визначення їх вмісту (рис. 8).



Рис. 8. Магніт підковоподібний

Лупа зернова. Дозволяє ретельно проводити аналіз зараженості зерна (рис. 9) шкідниками і визначати його якість. Спеціальний обідок не дає розсипатися об'єктам, які розглядаються.



Рис. 9. Лупа зернова

Хід аналізу. Аналіз зерна здійснюють за основними показниками, що визначають сортову належність та придатність проби для технологічної оцінки сорту.

Визначають: типовий склад зерна, запах, зараженість шкідниками, зернову домішку, склоподібність, вологість.

В закладах експертизи масу, натуру зерна визначають відповідно до вимог ДСТУ 10840 2019, масу 1000 зерен – за ДСТУ ISO 520:2015. Результати зазначають на супровідних зовнішніх та внутрішніх етикетках, якими маркують мішки з зерном, що надсилають до лабораторії.

Вміст сміттевої і зернової домішок, а саме: пророслих, недостиглих, морозобійних, ушкоджених клопом шкідливою черепашкою, а також уражених сажкою (забруднених, синьогузних) зерен та ріжків, визначають у наважці зерна 50 г. Зараженість зерна амбарними шкідниками недопустима. Запах зерна визначають органолептично: зерно повинно бути без стороннього запаху.

До пророслих належать зерна з корінцями або паростками, що вийшли за межі оболонки, або зерна з утраченими корінцями та паростками, деформовані, з явно зміненим забарвленням оболонки внаслідок проростання. Відібрані пророслі зерна зважують і визначають їх уміст у наважці у відсотках з точністю до 0,1.

Синьогузними називають зерна пшениці, в яких забруднені спорами сажки тільки борідки, забрудненими (мараними) – зерна, в яких забруднена спорами не тільки борідка, а й частина поверхні та борозенка. Синьогузні та марані зерна об'єднують під спільною назвою «сажкові». Наявність сажкових зерен, а також ріжків та інших шкідливих домішок у пробах зерна не допускається. Морозобійні зерна визначають за стиснутою, зморщеною, зі зміненим забарвленням поверхні зернівкою. При цьому необхідно вказати кліматичну зону вирощування. Пошкодження зерна клопом шкідливою черепашкою визначають у пробах пшениці, яка вирощувалась у зонах його поширення.

За зовнішнім виглядом розрізняють три ознаки пошкоженості зерна клопом шкідливою черепашкою:

– наявність на поверхні зерна слідів від уколів, що мають вигляд темних крапок, навколо яких утворюється різко окреслена світло-жовта пляма округлої чи неправильної форми;

– наявність на поверхні зерна такої ж плями, в межах якої є вдавненості або зморшки без сліду від уколу;

– наявність на поверхні зерна поруч із зародком такої ж плями без вдавленостей або зморшок без сліду від уколу.

В усіх випадках консистенція зерна під плямою пухка та борошниста. Зерна пшениці з жовтими плямами не поруч із зародком, без слідів від уколу, вдавленостей або зморщень в межах цих плям за аналізу не відносять до зерен, що мають зовнішні ознаки пошкоджень клопом шкідливою черепашкою.

Для встановлення кількості зерен, пошкоджених клопом шкідливою черепашкою з наважки 50 г, звільненої від домішок, відбирають наважку 10 г цілих зерен. З цієї наважки виділяють пошкоджені зерна, оглядаючи їх з боку борозенки та спинки.

Пошкоджені зерна зважують з точністю до 0,01 г на технічних вагах; їх уміст виражають у відсотках до взятої наважки з точністю до 0,1. Визначення здійснюють у двох паралельних наважках.

Типовий склад пшениці (кількість м'якої і твердої, червонозерної та білозерної) визначають методом ручного перебирання наважки 20 г зерна. У пшениці м'якої (*Triticum aestivum* L.) верхній, протилежний зародку кінець зернівки, вкритий волосками, що утворюють борідку, легко помітити неозброєним оком. У пшениці твердої (*Triticum durum* Desf.) борідка зерна або зовсім відсутня, або настільки слабо виражена, що неозброєному оку зерно здається зовсім позбавленим волосків. За формою зерно пшениці м'якої, на відміну від твердої, коротке та округле. Зерно пшениці твердої зазвичай видовжене, кутасто-ребристе, має забарвлення від світло- до темно-бурштинового. Зерно пшениці м'якої червонозерної та білозерної розрізняють за забарвленням. Зерно з неясно вираженим забарвленням спеціально обробляють 5 % розчином їдкого натрію (5 г їдкого натрію на 100 мл води). Усі зерна з неясно вираженим забарвленням підраховують і зважують. Потім кладуть їх у склянку і заливають розчином їдкого натрію так, щоб зерна цілком перебували у розчині. Через 15 хв. пшениця білозерна набуває чіткого світло-кремового забарвлення, червонозерна – червоно-бурого. Допускається обробка зерна кип'ятінням у воді. Для цього всі виділені зерна з неясно вираженим забарвленням кладуть у хімічну

склянку або фарфорову чашку з окропом у кількості трохи більше, ніж потрібно для повного занурення зерна, і кип'ятять протягом 20 хв., у результаті чого пшениця білозерна залишається світлою, а червонозерна буріє. Виділені зерна м'якої або твердої, червонозерної чи білозерної пшениці зважують і їх вміст виражають у відсотках до взятої наважки (20 г).

Норми відхилення за контрольних аналізів типового складу пшениці наступні:

2 % – за вмісту в пшениці основного типу домішок пшениці інших типів до 10 %;

3 % – за вмісту домішок пшениці інших типів 10–15 %;

5 % – за вмісту домішок пшениці інших типів > 15 %.

Натура

Натура зерна – це вага певного обсягу зерна. Її також називають об'ємною вагою зерна. Різні домішки, які зазвичай легше зерна, погіршують якість і знижують натуру зерна. Підвищена вологість також знижує натуру. Чим вища натура, тим кращі сумарні показники якості зерна, і навпаки. Натура побічно характеризує виповненість зерна.

Пурки

Пурки – мірні прилади, призначені для визначення насипної щільності (натури) зерна (рис. 10), що затребувано при розрахунку завантаження як стаціонарних ємностей – силосів, елеваторів, так і транспорту для переміщення зерна – автомобілів, залізничних вагонів, морських контейнерів. Знаючи натуру зерна в обсязі 1 літр, легко перерахувати насипну щільність в кубометри та інші кратні одиниці об'єму. Пурка ПХ-3 об'ємом 1 літр призначена для визначення насипної щільності (натури) зерна, що затребувано при розрахунку завантаження як стаціонарних ємностей – силосів, елеваторів, так і транспорту для переміщення зерна – автомобілів, залізничних вагонів, морських контейнерів.

Знаючи натуру зерна в обсязі 1 літр, легко перерахувати насипну щільність в кубометри та інші кратні одиниці об'єму. Крім аналізу якості зерна необхідно визначати й кількісні характеристики, зокрема натуру, тому пурка ПХ-3 затребувана в зернових лабораторіях, транспортних терміналах, при прийманні аграрних культур.



Рис. 10. Пурка ПХ-3

Літрова пурка – мірний циліндр для підрахунку в лабораторних умовах кількості зерна в 1 л об'єму шляхом відсікання потоку з наступним зважуванням на лабораторних вагах. ПХ-3 – механічний лабораторний прилад (Табл. 2), в комплект якого входить:

- ✓ мірний циліндр;
- ✓ наповнювач;
- ✓ циліндр насипання;
- ✓ падаючий вантаж;
- ✓ ніж;
- ✓ стіл;
- ✓ сумка для перенесення (з відділенням для електронних ваг).

Таблиця 2

Технічні характеристики

Модель	Пурка ПХ-3
Похибка показань, м, не більше	4
Варіація з шести вимірювань, м, не більше	2,10
Габаритні розміри, мм, не більше: - в робочому стані - в зібраному вигляді для транспортування	270x340x725 230x370x290
Маса в комплекті, кг, не більше	6

Сама літрова пурка складається із трьох циліндрів, розташованих один на одному. Пурка ПХ-3 повинна вміщуватись у фланець в строго вертикальному положенні, а сам лабораторний стіл розміщується на рівній горизонтальній площині, щоб ніж відтинав площину падіння зерна по горизонталі.

ІЧ-Аналізатори

Аналізатори цільного зерна, що використовують технологію пропускання в ближньому ІЧ-діапазоні, призначені для вимірювання одразу декількох параметрів (вологи, білка, жиру, крохмалю і т.д.) в широкому асортименті зерна і олійного насіння. Для деяких моделей опціонально є модулі для аналізу борошна, натурної ваги і меленого соняшнику.

Аналізатор цільного зерна infratec 1241. Третє покоління Infratec 1241 – це найбільш широко використовуваний у світі аналізатор зерна. Аналізатор Infratec 1241 (рис. 11) – наймасовіший аналізатор якості зерна в Україні. Його висока надійність у поєднанні з простотою і невисокою вартістю роблять його найбільш затребуваним приладом у лабораторіях елеваторів, зернових терміналів, ХПП, КХП, переробних підприємств.



Рис. 11. Аналізатор Infratec 1241

Infratec 1241 вимірює цільне зерно пшениці, жито, ячмінь, овес, кукурудзу, сою, рапс, соняшник тощо; всі без винятків злакові, олійні та бобові культури; цільне зерно, без розмелювання проби (насіння соняшнику треба молоти як виняток). При будь-якій температурі зерен Ви отримуете точний істинний результат.

Параметри: волога, білок, олійність, натурна вага, крохмаль, сира клейковина, клітковина, зольність та ін.

Величезна база даних Infratec™ включає понад 50 000 перехресно перевічених зразків, калібрувань на базі PLS і надійних ANN-калібрувань, побудованих на широкому асортименті зразків із багаторічних врожаїв. Це забезпечує точність і стабільність, що дозволяє Infratec™ контролювати навіть найбільш незвичні зразки по всьому світу. Технологічні рішення дозволяють за 1 хвилину проводити оцінку якості цільного зерна в широкому діапазоні температур для пшениці, жита, вівса, ячменю, кукурудзи, сої, ріпаку, рису,

гречки та інших культур. За цей час прилад 10 разів швидко вимірює зерно і обчислює усереднений результат.

Обробка зразків і представлення результатів: Час аналізу: 50 секунд для 10 субзразків. Довжина шляху: осередок змінної довжини, автоматично регулюється в межах 6–33 мм. Результати: виводяться на дисплей за замовчуванням. Можуть бути відправлені на ПК і порт принтера

Функція нестандартних зразків: попередження і варіанти для представлення результату. Програмне забезпечення: управління через меню. Програми регресії. ANN (штучна нейронна мережа); PLS (часткові найменші квадрати).

Кількість субзразків: 1–20

Програмна підтримка: Infratec™ File Tool, 1241. WinISI™ 4, програмне забезпечення для розробки калібрувань. Infratec™ Scan Predictor. Infratec™ DataLogger (входить до комплекту поставки приладу). FOSS DataLink. Мережеве програмне забезпечення MOSAIC.

Інтерфейс: Принтер: 25-контактний паралельний порт. Модем: 9-контактний послідовний порт. Зовнішній ПК: 9-контактний послідовний порт LAN: RJ45. Клавіатура / Сканер штрих-коду: PS/2. USB-порти: 2 шт. Віддалене введення/виведення: 15-контактний DSUB із високою щільністю. Діагностика: самотестування внутрішніх комунікацій. Монохроматор і детектор (зміщення, посилення і шум). Захист системи: захищена від пилу і вологи.

Склоподібність

Певна консистенція зерна, що визначається при зламі або розрізі зерна. Склоподібність зерна вказує на відносно високий вміст білка, клейковини й гарні хлібопекарські якості в ньому, а мучнистість, навпаки, – на низький відсоток білка й переважання крохмалю. Борошно з такого зерна краще використовувати для хлібопечення шляхом додавання до іншої багатшої білками пшениці. Цей показник має велике значення на світовому хлібному ринку.

Загальну склоподібність зерна визначають у наважці зернівок пшениці масою 50 г, звільненої від сміттевої та зернової домішок. Під показником загальної склоподібності розуміють суму повністю склоподібних і половини частково склоподібних зерен. Аналіз здійснюють за допомогою діафаноскопа або за результатами огляду зрізів зерен.

Діафаноскоп ДСЗ-3 (рис. 12) призначений для визначення склоподібності зерна за його оптичними властивостями. Застосовується в лабораторіях хлібоприймальних, борошномельних, хлібопекарських підприємств, а також у науково-дослідних організаціях та інших лабораторіях, які займаються оцінкою якості зерна та зернопродуктів (Табл. 3).



Рис. 12. Діафаноскоп ДСЗ-3

Переваги: Рівномірне освітлення зерен. Відсутність нагріву приладу. Довговічність. Низький рівень споживання енергії

Таблиця 3

Технічні характеристики

Модель	Діафаноскоп ДСЗ-3
Електроживлення, В	220
Споживана потужність, Вт	5
Ємність касети, зерен шт.	100
Габаритні розміри, мм	260x120x260
Вага, кг	4

Принцип дії діафаноскопа ґрунтується на неоднаковій здатності склоподібних і борошнистих зерен пропускати світловий потік, тобто на відмінності їх оптичних властивостей.

Діафаноскоп ДСЗ-3 складається з корпусу, касети на 100 зерен, механізму переміщення касети, джерела світла – світлодіодів, збільшувальних лінз. Досліджувані зразки зерна масою 50-70г висипають на ґрати касети і, похитуючи, заповнюють гнізда решітки зернами по одному в гнізді. Укладаються зерна в 10 рядів по 10 зерен у сто осередків касети, яка вставляється у вхідний отвір вузла протяжки до зачеплення з роликми подачі.

За допомогою гвинта подачі касета переміщається в зону візуального спостереження кожного ряду зерен, освітлену світловим потоком, для послідовного перегляду ряду за всіма 100 зерен. Підраховують повністю склоподібні та повністю борошністі зерна та визначають відсоток загальної склоподібності, та вміст повністю склоподібних зерен у відсотках. До повністю склоподібних відносять зерна, що повністю просвічуються, а до борошнистих-з ендоспермом, що повністю не просвічується. Зерна з ендоспермом, що частково просвічується або частково не просвічується, відносять до частково склоподібних зерен і не враховують.

За використання діафаноскопа на касеті приладу розташовують наважку зерна і, здійснюючи кругові рухи касети у горизонтальній площині, досягають

заповнення всіх 100 комірок решітки цілими зернами (по одному в кожній комірці). Надлишок зерен обережно зсипають, злегка нахилиючи касету, після чого її вставляють у проріз приладу і вмикають джерело світла. За допомогою ручки управління касету встановлюють у корпусі так, щоб у полі зору був перший ряд комірок із зерном. Лічильник налаштовують обертом ручки скидання відліку так, щоб на верхньому табло були цифри 00, а на нижньому – 50. Після встановлення лічильника переглядають крізь окуляр діафаноскопа перший ряд зерен, підраховують кількість повністю склоподібних і борошнистих. При цьому до повністю склоподібних відносять зерна, що просвічуються, а до борошнистих – ті, що не просвічуються. Зерна з частково просвічуванним або частково непросвічуванним ендоспермом відносять до частково склоподібних і не підраховують.

Обертом ручки за годинниковою стрілкою відкладають на лічильнику кількість повністю склоподібних зерен, а обертом ручки проти годинникової стрілки – кількість борошнистих зерен. Після огляду всіх зерен першого ряду касету переміщують так, щоб у полі зору був другий ряд зерен, переглядають їх і результати підрахунку повністю склоподібних і борошнистих зерен відкладають на лічильнику і т. д. Після перегляду останнього десятого ряду зерен, про що попереджує червона смуга на касеті, на нижньому табло лічильника буде вказано відсоток загальної склоподібності, а на верхньому – вміст повністю склоподібних зерен у відсотках.

За визначення загальної склоподібності за результатами огляду зрізу зерна з наважки пшениці поспіль виділяють 100 цілих зерен і розрізають їх упоперек посередині. Зріз кожного зерна переглядають і відповідно до характеру зрізу зерно відносять до однієї із трьох груп: склоподібні, борошністі, частково склоподібні за наступною характеристикою:

- склоподібне зерно – з повністю склоподібним ендоспермом;
- борошністе зерно – з повністю борошністим ендоспермом;
- частково склоподібне зерно – з частково борошністим або частково склоподібним ендоспермом.

Зерна пшениці з чітко вираженими борошністими плямами – «жовтобочки» – за зовнішнім виглядом без розрізання відносять до частково склоподібних зерен.

Загальну склоподібність зерна (Z_c) у відсотках обчислюють за формулою:

$$Z_c = P_c + \frac{Ч_c}{2},$$

де: P_c – кількість повністю склоподібних зерен, шт.;

$Ч_c$ – кількість частково склоподібних зерен, шт.

Обчислюють загальну склоподібність до десятих часток відсотка з подальшим заокругленням результату до цілого числа: якщо десяті частки слідує за непарною цифрою, то останню збільшують на одиницю, коли за парною або нулем – її залишають без зміни.

Оформлення даних. У документі про якість зерна вказують результат визначення загальної склоподібності у цілих цифрах у відсотках, а також метод визначення склоподібності (на діафаноскопі або по зрізу зерна). Розбіжність між результатами первісного і контрольного аналізів не повинна перевищувати $\pm 5 \%$ абсолютного значення.

1.3.Визначення вологості

Показник якості, який визначають одразу після приймання продукту. Впливає на умови і час зберігання. Навіть незначне перевищення цього показника призводить до неминучого псування зернової маси.

Сушильні шафи

Сушильні шафи – спеціальне обладнання для широкого спектру завдань. Вони служать для визначення вологості в зернових і олійних культурах та продуктах їх переробки відповідно до вітчизняних та міжнародних стандартів. Використовуються для налаштування та калібрування приладів для експрес-аналізу вологості (ІЧ-аналізаторів якості зерна, вологомірів зернових) та

термічної обробки різних речовин та матеріалів. Сушильні шафи Labexpert призначені для широкого спектру завдань:

- ✓ нагрівання та термічна обробка різних виробів і матеріалів;
- ✓ підготовка досліджуваних зразків в лабораторіях будь-якої спрямованості;
- ✓ забезпечення температурних умов для різноманітних випробувань.



Рис. 13. Сушильна шафа Labexpert

Шафи виготовленні із високоякісної нержавіючої сталі, можуть бути оснащені непрограмованим контролером OptiControl або програмованим контролером MultiControl для більш зручної та автоматизованої роботи приладу. Робочий об'єм – від 15 до 150 л.

Особливості:

- ✓ електронне управління процесом нагрівання та підтримки температури;
- ✓ робочий діапазон температур: кімнатна температура +5 °C ... +300 °C;

- ✓ програмований контролер власної розробки дозволяє працювати з п'ятьма програмами по п'ять сегментів в кожній, обладнаний РК-дисплеєм і ергономічним енкодером, який спрощує роботу оператора;
- ✓ регульована швидкість нагріву (контролер дозволяє регулювати швидкість нагріву при роботі в програмному режимі);
- ✓ дискретність встановлення температури: 0,1 °С;
- ✓ вентиляційна засувка робочої камери з електромеханічним приводом (для моделей, обладнаних контролером типу MultiControl);
- ✓ візуальний індикатор небезпечної температури в камері;
- ✓ система обмеження несанкціонованого доступу до органів управління і нагрівальної камери (MultiControl);
- ✓ двошарова мінеральна термоізоляція з відображаючим шаром;
- ✓ конструкція нагрівального відсіку з подвійними стінками для більш рівномірного розподілу температури в об'ємі.

Переваги:

- ✓ контролери власної розробки зі зручною системою навігації;
- ✓ використання прецизійних датчиків температури типу Pt100;
- ✓ система примусового перемішування повітря нагрівальної камери з можливістю регулювання швидкості перемішування (MultiControl);
- ✓ спеціальна форма нагрівального елемента та його розташування;
- ✓ регульований, незалежний термостат для захисту від перегріву;
- ✓ система примусового охолодження зовнішніх стінок сушильної шафи;
- ✓ матеріал стінок нагрівальної камери – сталь AISI 304;
- ✓ система примусового охолодження зовнішніх стінок сушильної шафи;
- ✓ можливість комплектації сушильних шаф (починаючи з обсягу камери 30 л і вище) двома полицями для зразків;
- ✓ можливість комплектації всіх сушильних шаф лінійки більш доступним, непрограмованим контролером власного виробництва OptiControl;

- ✓ наявність фірмового програмного забезпечення LabExpert Oven для дистанційного керування і збору даних (для моделей, обладнаних контролером типу MultiControl).

Аналізатори вологості

Це ваги-вологоміри, які представляють собою альтернативу сушильним шафам. Та на відміну від останніх використовуються, коли вологу зразка необхідно перевірити дуже швидко (скорочують час дослідження до десяти разів). Вбудовані ваги та нагрівальний елемент такого аналізатора вологості дозволяють впоратися із задачею швидко та якісно в будь-якій лабораторії.

Аналізатори вологості (ваги-вологоміри), Ohaus. Завдяки сучасній технології нагріву та вбудованим високоточним вагам аналізатори вологості серії MB (рис.14), проводять швидкий і точний аналіз вологості. Визначення вологості здійснюється шляхом постійного вимірювання ваги досліджуваного зразку. При цьому волога з наважки випаровується внаслідок нагрівання і відводиться через отвір у кришці вологоміра.

Оснащені галогенною системою нагріву (гарантує швидкість роботи та повторюваність результатів до 0,01%), крім моделі MB23 – оснащені інфрачервоною лампою.

Міцний корпус і конструкція з литих елементів – це довговічність і можливість очищати прилад без додаткових інструментів. Інтуїтивно зрозуміле меню на дисплеї допомагає оператору на всіх етапах робочого процесу. Прилади виключно прості та зручні в управлінні.

Основні особливості: Висока точність і відтворюваність результатів. Просте управління процесом. Великий дисплей з інформацією про масу, температуру та вологість у режимі реального часу. Широкий температурний діапазон. Зміна температури з кроком в 1–5 °С.



Рис. 14. Аналізатори вологості серії MB

Вологість зерна і борошна визначають за допомогою автоматичного вологоміра **SuperPro** (рис. 15), виробництва Данія або напівавтоматичної сушильної шафи Брабендера.



Рис. 15. Вологомір SuperPro

Вологомір **SuperPro** – портативний електронний вологомір, принцип роботи якого заснований на вимірюванні ємності і високої частоти разом із стискуванням і автоматичною температурною компенсацією. Вологомір SuperPro застосовується для експрес-аналізу вологості зерна в лабораторних та польових умовах, при збиранні, зберіганні та переробці зерна, при післязбиральній обробці і сушіння зерна, на токах, при розміщенні зерна в сховищах; при зволоженні зерна перед помелом. Показання вмісту вологи відображаються у відсотках на електронному русифікованому дисплеї. Прилад – універсальний і може працювати з багатьма видами зерна, насіння трав без попереднього подрібнення, а також борошна в широкому діапазоні вологості і з високою точністю. Для вимірювання вологості зерна необхідно включити прилад, вибрати на дисплеї назву шкали відповідної вимірюваної культури або продукту, відібрати необхідну пробу, засипати її в прилад, закрутити кришку пресу до упору, натиснути на кнопку «ТЕСТ» і через 20 секунд отримати результат вимірювань вологості у %. Прилад має наступні калібрування: овес, пшениця, ячмінь, жито, конюшина, сорго, кукурудза, рапс, горох, соняшник, соя, гречка, рис, просо, льон, борошно пшеничне, костриця червона, костриця лучна, манка/макарони. Можливе градування приладу на інші культури і харчову сировину.

Визначають вологість зерна та борошна також методом висушування 10 г розмеленого на млині (ЛЗМ, ЛЗМК, ЛМТ-2 (рис. 16), «Пірует» або іншої марки) зерна або борошна в електричній напівавтоматичній сушильній шафі Брабендера (рис. 17) за 130°C протягом 40 хв. Шафа для швидкого визначення вологості обладнана 10 гніздами для розміщення 10 проб, нагрівальними елементами, біметалевим і контактним термометрами, торсіонними терезами. Наважку 10 г зважують у бюксах на технічних вагах.



Рис. 16. Лабораторний млин ЛМТ-2



Рис. 17. Електрична напівавтоматична сушильна шафа Брабендера

Після встановлення заданої температури бюкс з пробєю поміщають у камеру напівавтомата. Потім за допомогою ручки-колеса 10-гніздову тарілку повертають так, щоб можна було поставити другу пробу, за нею третю і т. д. Тарілку можна повертати тільки у тому разі, коли важіль вбудованих терезів піднятий, тобто терези не працюють. Надалі можна опускати важіль терезів лише за правильного положення тарілки, у цьому разі чітко чути клацання.

1.4.Визначення показників якості зерна за допомогою аналізатора «Infratec 1225»

За допомогою аналізатора «Infratec 1225» (рис. 11) (фірма «Tecator», Швеція) визначають показники якості зерна пшениці, ячменю, кукурудзи, гороху, вівса, рису, жита, тритикале, сої, насіння ріпаку. Принцип роботи приладу ґрунтується на вимірюванні поглинання пробєю електромагнітного випромінювання. Під час проведення аналізу основні компоненти зерна (протеїн, вода, жир тощо) поглинають електромагнітне випромінювання в області ближнього інфрачервоного діапазону, тому не виникає потреби у підготовці зерна. Для аналізу використовують неподрібнене, необроблене протруйниками, регуляторами росту та іншими хімічними препаратами зерно.

Метод відбирання проб. Відбирають проби для аналізу зерна відповідно до вимог ДСТУ 4117:2007. Маса наважки взятої для аналізу близько 250–350 г.

Підготовка приладу. «Infratec 1225» встановлюють у приміщенні, прилад вмикають в електромережу за 30 хв. до початку аналізу.

До аналізатора приєднують принтер із завантаженим папером. Після вмикання приладу проводиться автоматичне тестування його комп'ютерної системи і на дисплеї з'являється головне меню, яке дозволяє вибрати режим роботи:

Infratec main menu. Select: Analyze Set up Support Cancel f₁ f₂ f₃ f₄ confirm

Analyze – це функція, що використовується за стандартної експлуатації приладу «Infratec 1225». Вона дозволяє за вже існуючими прикладними моделями визначати концентрації різних компонентів у пробах невідомого складу.

Для того, щоб виконати аналіз, натискають клавішу «f₁», розташовану під надписом «Analyze» у головному меню. При цьому на дисплеї з'явиться наступне:

CALID: WH 00003 (Wheat) або CALID: Ba 00003 Barley

Select: next prev search

Cancel f₁ f₂ f₃ f₄ confirm

Для відбирання необхідної зразкової моделі переглядають список встановлених зразкових моделей, натискаючи клавіші «f₁» та «f₂». Коли на екрані з'явиться модель, для виконання аналізу натискають «confirm».

Хід аналізу. Наважку (250–350 г) засипають у приймальну воронку. На початку аналізу виконується контрольне сканування порожньої комірки. Потім відчиняються дверцята і комірка заповнюється дослідною пробою. Після цього проводиться сканування першої субпроби і, обладнане щіточками, розподільне колесо повертається, звільняючи комірку від першої субпроби і подаючи наступні. Після аналізу останньої колесо обертається до тих пір, поки все зерно не опиниться у висувному ящику. Потім дверцята зачиняються й у приймальну воронку можна засипати наступну пробу. Кількість субпроб (частин), на які поділяють пробу зерна, можна змінювати за допомогою клавіатури та через центральний комп'ютер. Процес триває близько 1 хв. Результати аналізу з'являються на дисплеї і виводяться одночасно на принтер.

Результати аналізу. Protein Moisture Gluten (протеїн, вологість, клейковина) 12,4; 11,5; 25,1 Cancel f₁ f₂ f₃ f₄ confirm. Confirm: натискання цієї клавіші ініціює початок нового аналізу, на екран знову виводиться меню «Analyze». У приймальну воронку засипають нову пробу. Важливо використовувати комірку, що підходить для об'єму певної проби. Комірка

завширшки 18 мм використовується для ячменю, вівса, рису, жита, тритикале, пшениці, 30 мм – для гороху, кукурудзи, сої, 6 мм – для насіння ріпаку.

Калібрування. Процес калібрування – це математична процедура, що дозволяє отримати модельні дані для одного конкретного компонента, тобто калібровочну модель. Прикладна модель (пакет калібровочних моделей) може бути використана системою «Infratec 1225» для визначення вмісту одного або кількох компонентів. Для досягнення цієї мети необхідно визначити початкові дані щодо хімічної будови проби, що аналізується. До початку сканування необхідно ввести назву компонентів та хімічні значення для проб, які треба зв'язати зі спектром, після чого виконати сканування. Проб із відомими хімічними значеннями для створення калібровочної моделі має бути близько 100. За допомогою програмного забезпечення «Infratec 1225» потрібно опрацювати отримані спектри, одночасно пов'язуючи їх із хімічними даними.

Догляд за приладом. Очищуючи прилад зсередини не можна використовувати рідину, тільки щітки. Обдувати прилад стиснутим повітрям можна тільки зовні. За використання обдуву всередині існує ризик пошкодження оптичних лінз. Їх можна протирати лише спеціальним папером, зволоженим дистильованою водою.

1.5. Визначення числа падіння за Хагбергом-Пертеном

Метод базується на швидкій клейстеризації водяної суспензії борошна на киплячій водяній бані з подальшим вимірюванням ступеня розрідження крохмального гелю під дією альфа-амілази.

Число падіння – це час у секундах, необхідний для змішування і падіння на певну відстань віскозиметра-мішалки в гарячій суспензії із борошна та води, яка розріджується.

Обладнання та підготовка проби для аналізу. Визначають число падіння на приладі «Falling Number» (фірма «Falling Number», Швеція) (рис. 18), який складається з водяної бані діаметром 15 см з кришкою і тримачем для пробірок, віскозиметра із затискувачем, який закріплює стрижень віскозиметра у тримачі,

і конденсатора для зниження паровиділення. Нагрівання бані здійснюється електричним нагрівачем потужністю 600 W. Пробірки віскозиметра виготовляються зі спеціального скла і забезпечені стандартними гумовими корками. Внутрішній діаметр пробірок $21 \pm 0,02$ мм, зовнішній – $23,8 \pm 0,25$ мм, довжина – $220 \pm 0,3$ мм. Піпетка ($25 \pm 0,2$ мл) слугує для вимірювання об'єму дистильованої води, необхідного для приготування суспензії. Точність вагів, що використовують для зважування наважки, $\pm 0,01$ г.

Час процесу регулюється автоматично, але можливе використання секундоміра. Зерно, що аналізують, подрібнюють на лабораторному молоткового типу млинку 3170 (фірма «Falling Number», Швеція) (рис. 19).



Рис. 18. Прилад для визначення числа падіння



Рис. 19. Лабораторний молоткового типу млинок 3170 (фірма «Falling Number», Швеція)

Принцип його дії базується на високошвидкісному подрібненні і просіюванні продукту, що потрапляє на сито з отворами 0,8 мм. Допустима межа вологості для зерна – 25 %. За розмелювання різних проб проміжної очистки не потрібно, тому що млин обладнано циклонним колектором, який забезпечує самоочищення. Для розмелювання беруть 300 г зерна, якщо маса менша, ніж 200 г, то отрмують недостатньо чіткі результати. Зерно обережно засипають у дробарку, щоб уникнути перевантаження за нагрівання. Подрібнення триває 30–40 с після засипання останньої порції зерна у дробарку. Залишок оболонок на ситі (близько 1 % від засипаного зерна) до розрахунку не беруть. Подрібнене зерно ретельно перемішують і відбирають наважку.

На число падіння впливає розмір часток подрібненого зерна. Тому розмір часток отриманого борошна має відповідати наступній специфікації:

Прохід сита, %	Отвори сита
100	710 мікрон
94–98	500 мікрон
55–70	210 мікрон

Ситовий аналіз виконують таким чином: 100 г подрібненого і перемішаного зерна просівають крізь кругле сито діаметром близько 22 см. Сито струшують вручну в горизонтальному напрямку протягом 3 хв., постукуючи ним кожні 15 с по столу.

Число падіння визначають у наважці шроту або борошна 7 г за вологості 15 %. У разі відхилення вологості від 15 % наважку беруть з урахуванням вологості проби (Табл. 4). Кількість води, що додається в ході аналізу, незмінна.

Для швидкого визначення вологості подрібненого зерна і борошна можна використовувати спеціальні прилади.

Перед визначенням числа падіння у борошні його попередньо просівають крізь сито 0,8 мм для відокремлення грудочок.

Хід аналізу. У водяну баню наливають дистильовану воду на 2–3 см нижче верхнього краю посудини і доводять її до кипіння. Під час визначення числа падіння вода має кипіти. Охолоджуючу кришку щільно встановлюють на місце і приєднують вбудований в неї холодильник до холодної водяної системи. Холодна вода має текти безперервно протягом усього часу роботи апарату.

Таблиця 4

Наважка розмеленого зерна або борошна залежно від вологості для визначення числа падіння

Вологість, %	Наважка, г	Вологість, %	Наважка, г	Вологість, %	Наважка, г
1	2	3	4	5	6
9,0	6,40	12,0	6,70	15,0	7,00
9,2	6,45	12,2	6,70	15,2	7,00
9,4	6,45	12,4	6,75	15,4	7,05
9,6	6,45	12,6	6,75	15,6	7,05
9,8	6,50	12,8	6,80	15,8	7,10
10,0	6,50	13,0	6,80	16,0	7,10
10,2	6,55	13,2	6,80	16,2	7,15
10,4	6,55	13,4	6,85	16,4	7,15
10,6	6,55	13,6	6,85	16,6	7,15
10,8	6,60	13,8	6,90	16,8	7,20
11,0	6,60	14,0	6,90	17,0	7,20

1	2	3	4	5	6
11,2	6,60	14,2	6,90	17,2	7,25
11,4	6,65	14,4	6,95	17,4	7,25
11,6	6,65	14,6	6,95	17,6	7,30
11,8	6,70	14,8	7,00	17,8	7,30

У пробірку віскозиметра кладуть наважку $7,0 \pm 0,01$ г подрібненого зерна або борошна 15 % вологості, потім доливають 25 мл дистильованої води температурою 20°C . Пробірку закупорюють чистим гумовим корком і струшують 20–30 разів для отримання однорідної суспензії. Потім виймають корок і за допомогою віскозиметра-мішалки частки борошна, що прилипли, переміщують донизу.

Пробірку з віскозиметром-мішалкою через отвір у кришці поміщають на киплячу водяну баню, одразу ж висунувши тримач вперед. Пробірка віскозиметра має бути встановлена у прилад і закріплена протягом 30 с після змішування. Як тільки тримач поставлено на місце, вмикається автомат часу й апарат починає працювати, здійснюючи при цьому два перемішуючих рухи в секунду (один перемішуючий рух = рух догори і донизу). Довжина перемішуючого руху регулюється нижнім обмежувачем мішалки і дном пробірки віскозиметра, мішалка при цьому має легко рухатися. Важливо дотримуватися певної швидкості перемішування.

Через 59 с мішалка зупиняється в найвищому положенні, тобто нижня обмежуюча частина її стикається з корком, котрий за допомогою затискача тісно прикріплений до пробірки приладу. Мішалка залишається 0,5 с у найвищій позиції, рівно через 60 с після вимикання регулятора часу вона відключається і починає під дією власної ваги опускатися в суспензії. Коли нижній кінець верхнього обмежувального пристрою опуститься до верхнього кінця пробірки, автомат часу вимикається і подає сигнал про закінчення аналізу. У випадку застосування секундоміра його вимикають вручну.

По закінченні аналізу, натиснувши відповідну кнопку на панелі, відпускають тримач і виймають пробірку з поршнем. Зафіксована зупинкою приладу цифра на табло показує число падіння в секундах. Знявши показники

приладу, їх скидають натисканням відповідної кнопки. Число падіння визначають як середнє між паралельними вимірюваннями.

За повторних визначень однієї проби відхилення результатів повинні знаходитись у межах $\pm 5\%$ середнього значення числа падіння. За числом падіння визначають стан вуглеводно-амілазного комплексу зерна чи борошна, судячи (опосередковано) про активність альфа-амілази (табл. 5).

Таблиця 5

Умовна характеристика активності альфа-амілази в зерні різних видів залежно від числа падіння

Активність альфа-амілази	Число падіння, с		
	пшениця	жито	тритикале
Висока	<150	<80	<100
Середня	150–300	80–200	100–250
Низька	>300	>200	>250

Прилад FN1000 для визначення Числа Падіння

Perten Instrumens була заснована в 1962 році Харальдом Пертенем, який першим і розробив метод визначення активності альфа-амілази в борошні, який отримав назву Falling Number — Число Падіння. У червні 2015 компанія Perten Instrumens випустила новий вдосконалений прилад для визначення числа падіння FN 1000. Двоканальний прилад FN1000 (рис. 21) зберіг всі переваги попередньої моделі FN1700, але при цьому став більш надійним, швидким і зручним у використанні. Автоматичний контроль рівня води в водяній бані. Прогумована кришка водяної бані оберігає від можливості дотику до гарячої поверхні. Великий сенсорний екран. Може використовуватися також для визначення числа падіння з додаванням грибової альфа-амілази. Скорочення часу аналізу — Ви можете заздалегідь задати мінімально необхідне число падіння, при досягненні якого аналіз припиняється. 4 USB-порту, підключення до мережі Internet для перенесення даних забезпечують виконання вимог GPL до простежуваності даних. Всі ці вдосконалення дозволяють легко і швидко отримувати достовірні результати визначень числа падіння. Для невеликих

лабораторій компанія Perten Instruments пропонує одноканальні прилади для визначення «числа падіння» FN1310 і FN 1500.



Рис. 20. Прилад FN1000 (Perten Instrumens, Швеція)

Число падіння пшениці, жита і продуктів їх переробки (борошна) є показником активності амілолітичних ферментів — в основному, альфа-амілази, які впливають на крохмаль, розщеплюючи його.

Зерно проростає в несприятливих умовах зберігання в період післязбирального дозрівання. Також зерно може прорости ще до збору врожаю, якщо цьому сприятимуть атмосферні умови — дощі, висока вологість повітря, тумани. У зв'язку з проростанням зерна, різко підвищується активність ферменту альфа-амілази, в результаті чого молекули крохмалю розщеплюються, що в подальшому призводить до зміни водопоглинальної здатності борошна, газоутворюючої здатності, а також впливає на вихід хліба і інші хлібопекарські властивості борошна в процесі випічки.

Показник числа падіння дійсно дуже важливий в технології переробки зерна, тому що його контроль дозволяє отримувати борошно зі стабільними

характеристиками активності альфа-амілази. Наприклад, висока активність альфа-амілази (низьке ЧП) позначається на якості м'якушки — вона стає липкою, її вологість підвищується, об'ємний вихід хліба знижується. Однак, з іншого боку, при високих значеннях ЧП хліб буде забитим, необ'ємний з блідою кіркою і сухим м'якушем, який швидко черствіє. Тому для отримання якісного хліба з максимальним виходом і кращими смаковими якостями встановлено оптимальне значення ЧП в межах 240-270 с.

Методика визначення числа падіння (схема, принцип)

1. Підготовка зразків. При аналізі зерна беруть 300 г зразка і подрібнюють у лабораторному млині LM 3100 або LM 120 з ситом 0,8 мм. При аналізі борошна береться репрезентативна вибірка.



Рис. 21. Принцип роботи приладу FN1000

2. Зважування. $7,0 \pm 0,05$ г розмеленого зерна або борошна зважують і поміщають в віскозіметричні пробірки. Кількість борошна може коригуватися,

враховуючи вологість зразка і вимоги конкретного стандарту на метод визначення ПП.

3. Дозування. $25 \pm 0,2$ мл дистильованої води додають в пробірку. Оптимальне дозування здійснюється за допомогою автоматичної бюретки, яка може бути додатково включена в поставку приладу.

4. Струшування. Зразок і воду змішують за допомогою енергійного струшуванні пробірок до отримання гомогенної суспензії. Для нівелювання похибки, вноситься різними операторами («людський фактор»), рекомендується проводити струшування за допомогою приладу Шейкматик (Shakematic).

5. Перемішування. Віскозиметричні пробірки зі вставленими шток-мішалками, поміщають в баню з киплячою водою і прилад запускається. Через 5 секунд автоматично починається перемішування утворюваної в пробірках суспензії.

6. Вимірювання. Мішалки автоматично звільнюються в верхньому положенні через 60 (5 + 55) секунд і падають вниз під власною вагою.

7. Число падіння. Загальний час (в секундах) від початку роботи приладу до моменту поки мішалка не впала на встановлену відстань, що реєструється приладом, — це і є «число падіння».

Технічні характеристики приладів для визначення числа падіння

Область застосування приладів для вимірювання числа падіння:

- ✓ вирощування і заготівля зерна;
- ✓ торговельні операції на зерновому ринку;
- ✓ борошномельне виробництво;
- ✓ випічка хлібобулочних виробів;
- ✓ виробництво макаронних виробів і локшини;
- ✓ пивоваріння.




Метод визначення числа падіння - є всесвітньо визнаним стандартом для вимірювання активності альфа-амілази в борошні, продовольчої пшениці, житі, ячмені і використовується для непрямой оцінки кількості пророслих зерен, для

оптимізації складання помольних партій зерна, гарантує правильність оцінки якості зерна.

В даний час ступінь пророслого зерна (активність альфа-амілази) визначається згідно з методом Хагберга-Пертена. Метод полягає в клейстеризації водної суспензії борошна або розмеленого зерна в пробірці, зануреної в киплячу водяну баню, і наступним визначенням віскозиметричним методом ступеня «розрідження» амілолітичними ферментами крохмалю, що міститься в пробі. Числом падіння називається загальний час в секундах з моменту поміщення віскозиметричної пробірки з борошняної суспензією і спеціальної шток-мішалки в киплячу водяну баню до занурення штока-мішалки в пробірку на глибину 68 мм після певного часу перемішування.

Таблиця 6

Технічні характеристики

Параметр	FN 1310	FN1500	NEW FN 1000
			
Кількість одночасно вимірюваних зразків	Один	Один	Два
Принтер	Немає	Вбудований в алфавітно-цифровий модуль	Не потрібен, є USB-порти
Розрахунок сумішей	Немає	Так	Так

Підключення комп'ютера	Немає	Немає	Так
Необхідна кількість води для охолодження, л / год	25		
Габаритні розміри, мм Принтер, мм	525x370x223	500x290x360	570x370x225
Вага, кг	8	12	17,5
Додаткова інформація			Прогумована кришка водяної бані, сенсорний екран, захисний кожух на водяній бані, автоматичне повідомлення про зниження рівня води в водяній бані і автоматичне додавання води у водяну баню, розрахунок сумішей.

Показник «число падіння» нормується як для пшениці, так і для жита, причому є ціноутворюючим показником. Як при низькому показнику, так і при високому показнику ЧП, борошно не пускають в технологічний процес в чистому вигляді. Відповідність стандартам: ДСТУ ISO 3093: 2009 - Визначення числа падіння методом Хагберга-Пертена; ГОСТ 30498-97 «Зернові культури. Визначення «числа падіння»; ICC107 / 1 «Визначення «числа падіння»; ААСС 56-81.03; ISO 3093.

1.6. Розмелювання зерна

Обладнання: млин «МЛУ-202 Бюлер» (Швейцарія) (рис. 22), лабораторний розсіювач з набором сит, ваги торгові, банки з кришками, лоток для замочування зерна, мірні циліндри, совки, щітки-змітки, щіточки та йоржики для сит.

Пшениця м'яка

Для оцінки технологічних якостей сортів пшениці м'якої використовують борошно, отримане за односортного помелу, вихід 70 %.

Підготовка до аналізу. Спосіб підготовки зерна до розмелювання залежить від твердозерності сортів. Вологість зерна, спрямованого на першу драпу систему, залежно від твердозерності пшениці, має бути 13,5 % для м'якозерних сортів, 15,5 % – для середньотвердозерних та 16,5 % – для твердозерних.



Рис. 22. Млин «МЛУ-202 Бюлер»

Відволожування м'якої пшениці триває 16–24 год. (табл. 7). Потім проба надходить на розмелювання.

Таблиця 7

**Режим холодного кондиціювання зерна
пшениці твердої і м'якої, тритикале**

Пшениця	Тверда	М'яка			Тритикал е
		твердозерн а	середньо- твердозерна	м'якозерн а	
Тривалість відволожування, год.	24–30	24	20	16	16
Вологість зерна, що надходить на першу драну систему, %	17,0	16,5	15,5	13,5	13,5

Для розмелювання беруть однакову наважку зерна – 2000 г.

Необхідну кількість води (X) для зволоження взятої наважки знаходять за табл. 7 або вираховують за формулою:

$$X = A \frac{b - a}{100 - b},$$

де: A – маса зерна, г;

a – вологість зерна до замочування, %;

b – потрібна вологість зерна після замочування, %.

Наприклад, початкова вологість зерна до замочування складала 9,5 %, потрібна вологість зерна пшениці середньотвердозерної після замочування – 15,5 %, маса зерна 2000 г, тоді:

$$X = 2000 \frac{15,5 - 9,5}{100 - 15,5} = 142 \text{ мл}$$

Якщо початкова вологість зерна м'якозерної пшениці перевищує 12,5 %, а середньо- і твердозерної – 13,5 %, то зерно підсушують у лабораторній сушарці. Температура зерна за сушіння не повинна перевищувати 50°C.

Зволожують зерно, рівномірно змочуючи водою і старанно перемішуючи. Якщо кількість води не перевищує 25–50 мл, для зволоження використовують ручний пульверизатор. Роблять це в оцинкованому лотку. Змочене зерно

висипають у банку, закривають кришкою і залишають за кімнатної температури до наступного дня.

Таблиця 8

Кількість води, необхідна для холодного кондиціювання зерна пшениці м'якої і тритикале, залежно від твердозерності і вологості

Початкова вологість зерна, %	Кількість води, необхідна для зволоження зерна, мл		
	твердозерна	середньотвердозерна	м'якозерна і тритикале
1	2	3	4
9,0	180	154	104
9,1	177	151	102
9,2	175	149	99
9,3	172	147	97
9,4	170	144	95
9,5	168	142	92
9,6	165	140	90
9,7	163	137	88
9,8	160	135	86
9,9	158	132	83
10,0	156	130	81
10,1	153	128	79
10,2	151	125	76
10,3	148	123	74
10,4	146	121	72
10,5	144	118	69
10,6	141	116	67
10,7	139	114	65
10,8	136	111	62
10,9	134	109	60
11,0	132	106	58
11,1	129	104	56
11,2	127	102	53
11,3	123	99	51
11,4	122	97	49
11,5	120	95	46
11,6	117	92	44
11,7	115	90	42
11,8	113	88	39
11,9	110	85	37
12,0	108	83	35
12,1	105	80	32
12,2	103	78	30

1	2	3	4
12,3	101	76	28
12,4	98	73	25
12,5	96	71	23
12,6	93	69	–
12,7	91	66	–
12,8	89	64	–
12,9	86	62	–
13,0	84	59	–
13,1	81	57	–
13,2	79	54	–
13,3	77	52	–
13,4	74	50	–
13,5	72	47	–

Хід аналізу. Розмелюють зерно на лабораторному автоматичному млині «МЛУ-202» (рис. 23), приладі завдовжки 120, завширшки 90 і заввишки 140 см, який обладнаний пневматичною подачею продуктів помелу, вальцями завдовжки 20 см. Млин має три драних і три розмелювальних системи. Кожна пара вальців поділена на три секції. Вальці драної системи обертаються спинка до спинки, на кожному дюймі нарізано відповідно 15, 20 і 25 рифлів. Розмелювальні вальці мають гладку матову поверхню, диференціал 2:1.



Рис. 23. Млин лабораторний автоматичний ЛМУ – 202 з охолодженням

Поверхня сит приблизно дорівнює розмелювальній поверхні вальців і за розмірами достатня для більшості типів пшениці. Млин має два розсіювачі, що забезпечені дротяними і тканинними ситами.

Схема розмелювання зерна на млині «ЛМУ-202» дозволяє отримувати 68–75 % борошна зольністю до 0,75 %. Основне призначення млина-автомата полягає в порівняльній оцінці борошномельних властивостей сортів пшениці, тритикале і жита за встановлених параметрів помелу. Кількість отриманого борошна регулюють навантаженням подачі зерна і робочим зазором між розмелювальними вальцями. Нормальне навантаження на вальці в дослідних помелах для середньотвердозерної пшениці 6–8 кг/год., твердозерної – 5–6 і м'якозерної – 4–5.

Номери сит драних (Д) і розмелювальних (Р) систем (за швейцарською системою) такі:

Д1	Д2	Д3	Р1	Р2	Р3
30	36	40	40	50	–
9	10	10	10	10	11
–	–	–	10	10	11

Робочий зазор між вальцями встановлюють після того, як вони набудуть нормальної температури у процесі розмелу, що досягається пропусканням проби протягом 30 хв. Повертаючи регулюючі гвинти (попередньо звільнивши гайки), вальцям надають паралельність за допомогою щупа завтовшки 0,1 мм. Зазор між рифленими вальцями перевіряють по другій і третій драній системах, так як перша система має діаметр вальців на 0,4 мм менший. Як тільки досягнута паралельність вальців, гайки затягують, а стрілку покажчика встановлюють на позначку 10, яка відповідає зазору 0,1 мм, і теж фіксують гайками.

Поворотом гвинта можна встановити будь-яку величину зазору між вальцями за стрілкою покажчика на шкалі. Рекомендовані зазори: друга драна система – 0,12 мм, третя – 0,1 мм; перша розмелювальна система – 0,07 мм, третя розмелювальна система – 0,03 мм.

Живильні клапани регулюють грузилами так, щоб вони злегка стикалися з вальцями. За розмелювання на живильних вальцях має бути невеликий запас продукту, що сприяє рівномірному вистиланню по всій поверхні вальців. Передбачено очищення гладких вальців щітками, що кріпляться гайками і гвинтами. Слід уникати сильного притискання щіток до вальців, тому що при цьому вальці нагріваються, а щітки зношуються.

Після проходу продукту крізь розмелювальні системи та їхнього очищення млин має працювати протягом 10 хв., щоб повністю звільнитись від продуктів помелу. Після цього сита старанно чистять щіткою, збирають продукти помелу і зважують. Вихід борошна визначають за відношенням до маси фактично отриманої продукції (борошно + висівки). Якщо отриманого борошна недостатньо для забезпечення заданого виходу (70 %), додатково просівають вихідні продукти з розмелювальних систем на лабораторному розсіювачі. Кількість борошна, що додається після цього просіювання, не повинна перевищувати 2 %. Якщо вихід борошна буде понад 70 %, то надмірну його кількість з останньої розмелювальної і драної систем відкидають. Орієнтовні показники отримання борошна по системах у % від маси зерна пшениці за розмелювання:

- драна – 14–18,
- розмелювальна – 50–56.

Контролюють тонкість помелу просіюванням 100 г борошна крізь капронові сита №№ 35 і 43. При цьому залишок на ситі № 35 має бути не більше 2 %, прохід крізь сито № 43 – щонайменше 75 %. Зольність борошна у перерахунку на суху речовину має не перевищувати 0,75 %.

Борошно старанно перемішують і після просіювання крізь шовкове сито № 38 відбирають наважки для аналізів на вміст клейковини, для визначення фізичних властивостей тіста на альвеографі і фаринографі. Борошно, що залишилось, використовують для пробної випічки хліба. Всі аналізи та випічку хліба виконують після двотижневого відлежування борошна.

Обслуговування млина. Мастило підшипників поновлюють повністю один-два рази на рік. Ущільнюючі кільця мають бути добре змащені для уникнення потрапляння в них борошна. Повністю заповнювати мастилом корпус підшипника не варто. Розмелювальні вальці мають радіально-сферичні кулькопідшипники, корпуси яких забезпечені ніпелями для наповнення мастилом.

Зубчасті колеса злегка змащують для зменшення шуму. Натяжний ролик ланцюгового приводу обертається в голчастому підшипнику. Змащують цей підшипник кожні два місяці. Дві змащувальні точки – спереду і ззаду на шківі поливальника-розсіювача необхідно змащувати частіше. Двічі на рік мастило в корпусі поливальника повністю замінюють. Вали шлюзових затворів розміщені в самозмащувальних буксах.

Пшениця тверда

Підготовка до аналізу. Розмелюють зерно пшениці твердої на лабораторному млині «МЛУ-202 Бюлера», використовуючи тільки драну систему млина, що забезпечена дротяними ситами №№ 30, 36 і 40 та ситом для борошна 10 (за швейцарською системою). Для збагачення крупок призначена електромеханічна ситовійка з набором сит №№ 130, 150, 190 і 210 (ГОСТ 4403-91).

Перед розмелюванням від'єднують гнучкий трубопровід, що проходить від третьої драної системи до першого розмелювального циклу. Потім перевіряють паралельність вальців, після чого встановлюють розмір робочого зазору: на другій драній системі 0,15, на третій – 0,13 мм.

В очищеній пробі визначають вологість зерна. Якщо початкова вологість вище 13,5–14,0 %, зерно підсушують на повітрі чи у лабораторній сушарці, уникаючи перегріву зерна понад 50°C. Перед розмелом зерно зволожують. Вологість зерна, що спрямовується на першу драну систему, повинна бути 17,0 %.

Наважка зерна 2000 г. За різної початкової вологості зерна потрібну для зволоження кількість води знаходять за табл. 8 чи вираховують за формулами, наведеними у правилах розмелювання пшениці м'якої.

Таблиця 9

Кількість води, необхідної для холодного кондиціювання зерна пшениці твердої залежно від початкової вологості

Початкова вологість зерна, %	Кількість води, необхідної для зволоження, мл	Початкова вологість зерна, %	Кількість води, необхідної для зволоження, мл
1	2	3	4
9,0	193	11,6	130
9,1	190	11,7	128
9,2	188	11,8	125
9,3	186	11,9	123
9,4	183	12,0	120
9,5	181	12,1	118
9,6	178	12,2	116
9,7	176	12,3	113
9,8	174	12,4	111
9,9	171	12,5	108
10,0	169	12,6	106
10,1	166	12,7	104
10,2	164	12,8	101
10,3	161	12,9	99
10,4	159	13,0	96
10,5	157	13,1	94
10,6	154	13,2	92
10,7	152	13,3	89
10,8	149	13,4	87
10,9	147	13,5	84
11,0	145	13,6	82
11,1	142	13,7	80
11,2	140	13,8	77
11,3	137	13,9	75
11,4	135	14,0	72
11,5	132		

Зерно рівномірно зволожують водою і перемішують. Змочене зерно кладуть у банку, закривають кришкою і залишають за кімнатної температури для відволожування. Зволожують зерно у два заходи. Тривалість відволожування

після першого заходу складає 24–30 годин. За 30 хв. до розмелу зерно додатково зволожують на 0,5 %, доводячи вологість до 17 % додаванням 12 мл води, залишених із призначеної для зволоження кількості.

Крупку, отриману на драній системі, збирають у посудину, розміщену поряд з посудиною для висівок.

Отриману крупку розсівають на ситовійці з набором сит №№ 210, 190, 150 і 130. Прохід крізь сита №№ 150 і 130 об'єднують і повторно пропускають крізь вальці млина з тим же робочим зазором. При цьому змінюють сита №№ 30 і 36 першої драної системи на сито для борошна № 10. Крупку, отриману після повторного розмелу, знову просівають на ситовійці. Проходи крізь сита №№ 210 і 190 об'єднують і використовують для подальших аналізів. Загальний вихід крупки становить 50 %.

Хід аналізу. Контроль за тонкістю помелу здійснюють просіванням 100 г крупки вищого сорту крізь сита №№ 140 і 260 або 27. При цьому схід на ситі № 140 має бути не більше, ніж 3 %, прохід крізь сито № 260 або 27 – не перевищувати 12 %. Крупку першого сорту (напівкрупка) пропускають крізь сита №№ 190, 43, схід на ситі № 190 має бути не більше, ніж 3 %, прохід крізь сито № 43 – не більше, ніж 40 % (ГОСТ 12307-66). Зольність крупки вищого сорту не має перевищувати 0,75 %, першого сорту – 1,1 % (ГОСТ 12307-66).

Жито

Підготовка до аналізу. В очищеному зерні жита визначають вологість. За вологості понад 13,5 % зерно не зволожують, за вологості менше, ніж 13,5 % зерно зволожують перед розмелом за 30 хв на 0,5 %. Наважка зерна 1500 г.

Хід аналізу. Розмел здійснюють за тією ж схемою, що і пшениці. Навантаження на вальці – 3 кг/год, середній вихід борошна – 63 % із зольністю до 0,75 %. Якщо отриманого борошна недостатньо для забезпечення заданого виходу 63 %, дрібні висівки просіюють крізь сито № 38 і отримане при цьому борошно додають до загальної кількості. Борошно старанно перемішують і використовують для подальших аналізів.

1.7. Кількість та якість клейковини

Показник, який об'єднує групу білків, нерозчинних у воді, виявлених в насінні злакових рослин. Впливає на хлібопекарські властивості борошна. Від наявності та властивостей клейковини залежить якість готового виробу.

Система для визначення кількості та якості клейковини Maxwell Pro Glutomaks (Туреччина) Кількість та якість клейковини є важливими показниками, що впливають на якість кінцевого продукту при виробництві хліба, печива, крекерів та макаронних виробів. Пшениця з однаковим вмістом білку та скловидністю може мати різний вміст та характеристики клейковини. Якість клейковини визначається значенням показника «індекс клейковини», який дозволяє оцінити ступінь пошкодження зерна погодними умовами, шкідниками, неправильним сушінням тощо. Дане обладнання дозволяє проводити аналіз кількості та якості клейковини механічним методом відповідно до ДСТУ ISO 21415-2 «Пшениця і пшеничне борошно. Вміст клейковини. Частина 2. Визначення сирої клейковини механічним способом», а також відповідно до міжнародних стандартів.

Система складається із:

- ✓ приладу для відмивання клейковини;
- ✓ приладу для визначення індексу клейковини (центрифуга);
- ✓ приладу для визначення вмісту сухої клейковини.

Система дозволяє визначати:

- ✓ вміст сирої клейковини;
- ✓ індекс клейковини;
- ✓ вміст сухої клейковини.

Прилад для відмивання клейковини Maxwell Pro Glutomaks (рис. 24) використовується для визначення кількості сирої клейковини у зразках пшениці та борошна. Помістивши зразок в прилад, усі операції виконуються автоматично. Час замісу та промивання можна також задати самостійно.

Використовується для визначення кількості сирої клейковини в зразках пшениці та борошна. Відповідає міжнародним стандартам (AACC, 38-12, ICC 137/1, ISO 7495). Дає можливість працювати одночасно із двома зразками. Два канали відмивки, окремий водяний насос для кожного каналу. Оснащений зручним сенсорним екраном 4.3". Джерело живлення SMPS із захистом від змінної напруги.



Рис. 24. Прилад для відмивання клейковини Maxwell Pro Glutomaks

Прилад для визначення індексу клейковини Santrimaks (центрифуга).

У процесі центрифугування видаляється залишкова волога із відмитої клейковини, а також в результаті дії відцентрових сил одна частина клейковини проходить через сітку касети, а друга частина залишається на її поверхні. Співвідношення цих частин визначається «силою» клейковини. Одночасно прилад здатний виконувати аналіз двох зразків і таким чином економити час і витрати на персонал (рис. 25). Характеристики:

- ✓ використовується для визначення міцності сирі клейковини;
- ✓ сенсорний кольоровий екран 4.3";
- ✓ швидкість роботи – 6000 об./хв;
- ✓ замок дверей, датчики балансу та дверей для безпеки оператора;



Рис. 25. Прилад для визначення індексу клейковини Santrimaks (центрифуга)

- ✓ програмне забезпечення Santrimaks: регульована швидкість та тривалість роботи двигуна, відображення на екрані температури, система визначення несправностей, регульовані час, дата та яскравість дисплею.

Прилад для визначення вмісту сухої клейковини Drymaks. Прилад (рис. 26) використовується для висушування відмитої клейковини. Цей показник дозволяє оцінити водопоглинальну здатність муки.



Рис. 26. Прилад для визначення вмісту сухої клейковини Drymaks

Характеристики:

- ✓ використовується для визначення сухої клейковини;
- ✓ вміст глютену отримують шляхом повного випаровування води із вологого зразку;
- ✓ аналіз двох зразків;
- ✓ програма автоматичного нагрівання;
- ✓ цифровий таймер.

Реактиви: дистильована вода і розчин хлористого натрію, буферний розчин, за значення рН 5,95. Для приготування розчину 200 г хлористого натрію розчиняють у воді, потім додають 7,54 г KH_2PO_4 і 2,46 г $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 12\text{H}_2\text{O}$, об'єм розчину доводять до 10 літрів. Цей розчин використовують свіжовиготовленим.

Обладнання: прилад «Glutomatic» (фірма «Falling Number», Швеція) зі вбудованим дозатором розчину, обладнанням для замішування та відмивною камерою з електронним контролем за автоматичним виконанням операцій

замішування та відмивання клейковини, центрифуга зі швидкістю обертання 6000 об/хв. і запрограмованим часом відтискання клейковини протягом 1 хв., забезпечена двома центрифужними піддонами з круглими отворами діаметром 500 ммк; ваги з точністю до 0,01 г; ємність для розчину хлористого натрію, яку розміщують на підставці за приладом для підтримання постійного тиску потоку розчину під час відмивання; термометр від 0 до 50°C та інше звичайне лабораторне обладнання.

Хід аналізу. Клейковину відмивають паралельно у двох повтореннях. Для одного визначення зважують 10 г борошна з точністю до 0,01 г. Наважку борошна переносять у відмивальну камеру приладу, сито якої попередньо змочують буферним розчином. Після кожного визначення його ретельно промивають під сильним струменем води. За щоденного використання «Glutomatic» сито на ніч бажано поміщати у ферментативний розчин.

Кількість 2 % сольового розчину, що додається до замісу, контролюють дозуючим обладнанням приладу «Glutomatic». Зазвичай вона коливається від 4,9 до 5,2 мл, але може бути іншою, якщо вміст клейковини у борошні набагато вищий чи нижчий за середню кількість. Відмивну камеру приладу з наважкою борошна та необхідною для замісу клейковини кількістю сольового розчину встановлюють у тримачі приладу. Натисканням кнопки «пуск» починається заміс тіста у відмивній камері, а потім електронний пристрій приладу через 20 с перемикає його на режим відмивання. Процес відмивання триває 300 с, при цьому витрачається 200–270 мл сольового розчину, температура якого має підтримуватися в межах 22–24°C. Після відмивання сиру клейковину виймають пінцетом із відмивної камери, ділять на 2 рівні частини, кожну з яких насаджують на штир центрифуги і злегка притискають її до піддону. Центрифугування триває 60 с. Після зупинки центрифуги клейковину знімають пінцетом і зважують з точністю до 0,01 г.

Опрацювання результатів. Уміст сирої клейковини (K) виражають у відсотках до маси наважки борошна:

$$K = \frac{M \times 100}{A},$$

де: M – маса сирієї клейковини у наважці за фактичної вологості борошна, г;

A – маса борошна, взятого для відмивання клейковини, г.

Уміст сирієї клейковини, скорегованої на вологість 14 % (K_c) розраховують за наступною формулою:

$$K_c = \frac{K(100 - 14)}{100 - v},$$

де: v – фактична вологість борошна, г.

Різниця між двома визначеннями, виконаними одночасно чи у швидкій послідовності одним і тим же аналітиком, може перевищувати 0,5 % щонайбільше в одному випадку з 20 за нормального і правильного дотримання методики.

За кінцевий результат беруть середнє значення з двох повторень. За значного розходження даних з двох повторень необхідно провести третє визначення, і за кінцевий результат приймати середнє арифметичне всіх трьох визначень. Достовірність результатів встановлюють за різницею між найбільшою та найменшою величиною, яка не повинна перевищувати 1 %. Якщо це не дотримано, потрібно провести додаткове визначення і розрахувати середнє з чотирьох. Відтворюваність методу, що визначається як різниця між двома поодинокими і незалежними результатами, отриманими двома операторами, що працюють у різних лабораторіях на одному й тому ж досліджуваному матеріалі, може перевищувати 2,5 % сирієї клейковини щонайбільше в одному випадку з 20 за нормального і правильного дотримання методики.

Ручний метод

Обладнання: ваги технічні до 0,1 г, термометр від 0 до 50°C, мірний циліндр на 25 мл, фарфорова ступка або чашка з кришкою, бутель із тубусом, густе сито (капронове або шовкове), таз ємністю 2 л.

Хід аналізу. Пробу борошна ретельно перемішують, з нього виділяють наважку 25 г з точністю до 0,1 г, висипають у фарфорову чашку чи ступку, додають 13 мл проточної води температурою $18 \pm 2^\circ\text{C}$, і за допомогою товкачика

чи шпателя замішують тісто до однорідної маси. Часточки тіста, що прилипли до товкачика і ступки, приєднують до загальної маси. Після замісу тісто добре проминають руками, скатують у кульку і кладуть у чашку, прикривають склом (від обвітрювання) і залишають на 20 хв. у спокої за температури $18 \pm 2^\circ\text{C}$.

Відмивають клейковину проточною водою під слабким струменем над густим ситом чи в тазу ємністю 2 л. Температура води для відмивання $18 \pm 2^\circ\text{C}$. Починають відмивання крохмалю та оболонок, розминаючи тісто у воді пальцями таким чином, щоб разом з крохмалем не відривались частки клейковини. Проточну воду за мірою накопичення в ній відмитого крохмалю і часток оболонок міняють, проціджуючи кожного разу крізь густе сито для уловлювання відірваних шматочків клейковини. Останні збирають із сита і приєднують до загальної маси.

Коли більшу частину крохмалю відмито і клейковина, яка спочатку була м'якою і рвалася, стане більш в'язкою і пружною, розминання і промивання здійснюють енергійніше. Відмивають, доки оболонки не будуть повністю відмиті, і вода, що стікає за відтискування клейковини, стане прозорою (без каламуті). Для того, щоб встановити чи повністю відмилась клейковина, застосовують такі методи:

1) у чисту воду, налиту в добре вимиту склянку, витискають із клейковини 2–3 краплі води. Відсутність помутніння вказує на повне видалення крохмалю з клейковини;

2) до краплини води, витиснутої з відмитої клейковини, додають краплю розчину йоду в йодистому калії (0,2 г йодистого калію і 0,1 г кристалічного йоду розчиняють у 100 мл дистильованої води) – відсутність синього забарвлення вказує на повне видалення крохмалю.

Відмиту клейковину добре стискають між долонями, витираючи їх час від часу сухим рушником, доки вона не почне злегка прилипати до рук. Відтиснуту клейковину зважують на технічних вагах з точністю до 0,1 г. Після першого зважування клейковину ще раз промивають протягом 5 хв. під струменем води,

знову відтискають і зважують. Якщо різниця між двома зважуваннями не перевищує 0,1 г, то відмивання вважають завершеним.

Опрацювання результатів. Кількість клейковини виражають у відсотках до наважки борошна 25 г, для чого отриману масу клейковини множать на 4.

Норма допустимого відхилення за контрольних та арбітражних визначень кількості клейковини $\pm 2\%$. Отриману клейковину характеризують за забарвленням, визначаючи візуально перед зважуванням, – «світла», «сіра», «темна» та індексом деформації, що визначають на приладі для вимірювання індексу деформації клейковини «ВДК-1».

Визначення вмісту клейковини в зерні пшениці і тритикале.

Обладнання: ваги технічні I чи II класу, лабораторний млин, що забезпечує необхідну крупність помелу, дротяне сито № 067 по ГОСТ 3826-82, шовкове сито № 38 за ГОСТ 4403-91 (чи відповідне йому капронове сито № 43), термометр від 0 до 50°C, мірний циліндр на 25 мл, фарфорова ступка або чашка з кришкою, шпатель, густе сито (капронове або шовкове), бутель із тубусом, таз ємністю 2 л.

Підготовка до аналізу. Наважку очищеного від сміттєвої домішки зерна 30–50 г розмелюють на лабораторному млині так, щоб за просіювання крізь дротяне сито № 067 залишок на ньому не перевищував 2 %, а прохід крізь шовкове сито № 38 або відповідне йому капронове складав не менше, ніж 40 %. Якщо залишок на ситі № 067 перевищує 2 % чи прохід через шовкове сито № 38 складає менше, ніж 40 % шроту, то продукти, що залишилися на цих ситах, розмелюють додатково. Просіювання триває не менше 1 хв.

Для очищення шовкових (капронових) сит під час просіювання застосовують гумові кільця (4–5 шт.) діаметром близько 1 см, завтовшки 0,3 см, які поміщають на сито. За дослідження зерна вологістю понад 18 % наважку перед помелом слід підсушити до вологості не більше, ніж 18 % за кімнатної температури або у термостаті за температури не вище 50°C.

Розмелене зерно (шрот) старанно перемішують і виділяють наважку 25 г або більше, щоб забезпечити вихід сирої клейковини щонайменше 4 г.

Хід аналізу. Шрот поміщають у фарфорову чашку (ступку) і заливають водою.

Кількість води для замісу тіста залежно від маси наважки борошна має бути наступною:

маса наважки, г	кількість води, мл
25	14,0
30	17,0
35	20,0
40	22,0

Тісто замішують шпателем до однорідної маси. Частки, що прилипли до шпателя (ступки), приєднують до тіста і добре проминають його руками.

Скачане в кульку тісто кладуть на 20 хв. у чашку (ступку) і накривають кришкою. Потім починають відмивання клейковини під слабким струменем води над густим шовковим чи капроновим ситом. Спочатку обережно, щоб разом із крохмалем не відривалися шматочки клейковини, а коли переважна частина крохмалю і оболонок буде відмита, – енергійніше. Шматочки клейковини, що випадково відірвались, ретельно збирають і приєднують до загальної маси.

За відсутності водогону клейковину можна відмивати в тазу або чашці. В таз наливають близько 2 л води, опускають у неї тісто, відмивають крохмаль і частки оболонок зерна, розминаючи тісто руками. Коли у воді накопичується крохмаль і частки оболонок, воду міняють, проціджуючи її крізь густе шовкове чи капронове сито.

За визначення вмісту клейковини в зерні пшениці низької якості (ураженої клопом шкідливою черепашкою, морозобійної, пророслої тощо) відмивання проводять повільно, спочатку в тазі. Відмивають, доки оболонки повністю не відмиються, і вода, що стікає за відтискання клейковини, не набуде прозорості (відсутності каламуті). Клейковина, що не відмивається, характеризується терміном «яка не відмивається».

Відмиту клейковину стискають між долонями, витираючи їх час від часу сухим рушником. При цьому клейковину кілька разів вивертають і знову стискають між долонями, доки вона не почне злегка приставати до рук.

Відтиснуту клейковину зважують, потім ще раз промивають 2–3 хв., знову відтискають і зважують.

Якщо різниця між двома зважуваннями не перевищує $\pm 0,1$ г, відмивання клейковини вважають завершеним.

Опрацювання результатів. Уміст сирої клейковини виражають у відсотках до наважки подрібненого зерна (шроту). Під час контрольних і арбітражних аналізів розбіжність у визначенні вмісту сирої клейковини не повинна перевищувати ± 2 %.

Для замішування, відмивання і визначення якості клейковини застосовують проточну воду за температури $18 \pm 2^\circ\text{C}$. Наважку для визначення вмісту сирої клейковини зважують з точністю до 0,1 г. Результати визначення вмісту сирої клейковини записують у документах з точністю до 1 %. Результати заокруглюють наступним чином: якщо цифра, що слідує за встановленою межею точності, рівна або більша, ніж 5, то попередню цифру збільшують на одиницю, якщо цифра менша, ніж 5, то її відкидають.

Визначення якості клейковини на «ВДК-1». Підготовка проби. Із відмитої і зваженої клейковини виділяють наважку 4 г, за 3–4 рухи пальцями формують її у кульку і кладуть на 15 хв. у чашку (ступку) з водою за температури $18 \pm 2^\circ\text{C}$, після чого приступають до визначення пружних властивостей. Якщо клейковина кришиться, після відмивання являє собою губчасту масу, що легко рветься, і за 3–4 рухи пальцями не формується кулька, її відносять до III групи без визначення якості на приладі.

Якщо відмитої клейковини менше, ніж 4 г, необхідно збільшити наважку борошна і знову відмити клейковину.

Хід аналізу. Для визначення якості сирої клейковини у центр столика приладу «ВДК-1» (рис. 27) кладуть наважку клейковини (перебивання клейковини не допускається) і піддають дії деформуючого грузила (пуансона), що вільно опускається. Через 30 с переміщення грузило автоматично зупиняється. Записавши показники приладу, вантаж повертають у вихідне положення. Досліджену клейковину знімають зі столика приладу.



Рис. 27. Прилад для вимірювання індексу деформації клейковини «ВДК-1»

Опрацювання результатів. Залежно від показників приладу, виражених в умовних одиницях, клейковину відносять до відповідної групи якості (табл. 10).

Показники приладу записують з точністю до однієї позначки шкали (5 умовних одиниць). Частку до половини ділення шкали відкидають, а частки, рівні половині ділення і більше, вважають за цілу позначку. За контрольних та арбітражних аналізів допускається відхилення ± 5 одиниць шкали приладу. При цьому початковий аналіз вважають правильним, якщо його дані не виходять за встановлені межі у порівнянні з даними контролю чи арбітражу.

Таблиця 10

Група якості клейковини залежно від показань приладу «ВДК-1»

Показники приладу в умовних одиницях	Група якості	Характеристика клейковини
від 0 до 15	III	незадовільна міцна
від 20 до 40	II	задовільна міцна
від 45 до 75	I	добра
від 80 до 100	II	задовільна слабка
від 105 до 120	III	незадовільна слабка

Більш сучасним приладом для вимірювання індексу деформації клейковини є вимірювач деформації клейковини ВДК-М (рис. 28), призначений для

визначення групи якості клейковини зерна пшениці та пшеничного борошна за їх здатністю опиратися деформуючому навантаженню нормованої величини. Вимірювач деформації клейковини ВДК-М може використовуватися в органах хлібних інспекцій, лабораторіях хлібоприймальних пунктів, елеваторів, млинів, хлібозаводів і інших підприємствах харчової промисловості.



Рис. 28. Вимірювач деформації клейковини ІДК-М

Технічні характеристики: діапазон вимірювання індексу деформації клейковини (ІДК), умовні одиниці: від 0 до 150; абсолютна похибка вимірювань ІДК, умовні одиниці: ± 2 ; величина деформуючого навантаження: 120г; час спрацювання звукового сигналу з моменту дії навантаження: 30 ± 2 с; живлення апарата батарея типу "Крона"; час роботи апарата від однієї батареї, не менше 1 року; габаритні розміри: 160x85x60 мм; вага, не більше: 0,9 кг.

Інноваційний варіант на ринку України

Підійшовши до проблематики даного питання з точки зору сервіс-інженерів, було встановлено, що найчастіше прилади ВДК виходять з ладу через забруднення в ході вимірювань, а саме після відмивання клейковини вручну. Група компаній «Вента Лаб» та інженери-конструктори віддлу «Works» почали проводити кропітку працю над приладом «Нової ери». Після року напруженої роботи з'явився прилад ВДК-VL.



Рис. 29. Вимірювач індексу деформації клейковини ВДК-VL

Одразу після розробки приладу почався процес повноцінних технічних випробувань на виробничих лабораторіях елеваторів, хлібозаготівельних та хлібопекарських підприємств з метою виявлення та доопрацювання всіх недоліків, щоб отримати найкращий і конкурентний продукт на ринку України з відмінним функціоналом за доступну ціну. У ході бесід із провідними фахівцями хлібопекарської галузі, було враховано їх побажання щодо технічного забезпечення та конструювання обладнання. Як вже зазначено, найчастіше ВДК виходили з ладу через забрудненість самого приладу та вимірювальних частин,

оскільки під час проведення аналізів лаборанти працювали з клейковиною власноруч, а на миття рук у сезон активної заготівлі зерна, потужного виробництва борошна, не завжди вистачало часу. В цю розробку впроваджено технологію сенсору, який зчитує рух рукою для «старту» вимірювання. Таким чином, контакт «брудних» рук виключений, а робота інженерів-лаборантів спростилася.

Технічні характеристики ВДК-VL

Прилад: ВДК-VL.

Межі вимірювання ІДК: 10,55 мм до 0 мм; 0 до 150,7 у.од.

Межі вимірювання основної похибки: $\pm 0,035$ мм ($\pm 0,5$ у.од).

Межі абсолютної додаткової похибки вимірювань при відхиленні напруги мережі від номінального значення: $\pm 0,035$ мм ($\pm 0,5$ у.од).

Межі абсолютної похибки вимірювань при відхиленні температури навколишнього середовища: (+10 до +35 °C) $\pm 0,035$ мм ($\pm 0,5$ у.од).

Величина ходу вантажу: 20 мм.

Вага приладу: 3,5 кг.

Автоматичне калібрування: Є.

Звуковий супровід калібрування та готовності до роботи: Є.

Прилад автономний, з автоматичним калібруванням перед проведенням вимірювання.

1.8. Визначення фізичних властивостей тіста на фаринографі Брабендера

Обладнання: фаринограф Брабендера (рис. 30), термостат для обігріву тістомісилки і демпфера, ваги, сушильна шафа для визначення вологості борошна, бутель на 5 л, сигнальний годинник, шпатель, щіточка, кутовий термометр, валориметр.



Рис. 30. Фаринограф Брабендера

Фаринограф складається з динамометра, системи важелів, вагів, вимірювального пристрою (вагової голівки), механічного лінійного самописця, масляного демпфера, тістомісилки, переливної бюретки з наливним пристосуванням. За допомогою фаринографа тісто замішується у невеликій кількості, тому всі рухомі частини вимірювальної системи мають бути дуже чутливими, щоб правильно перенести силові ефекти, що виникають під час замісу. Вимірювальна система фаринографа має такі межі вимірювання, що перемикаються: мала межа вимірювання 0–200, 0–400, велика межа вимірювання 0–500, 0–1000.

Межі вимірювань перемикають за допомогою перемикача, який виступає з-за фронтальної плити нижче показника самописця. Витягують голівку і перемикач повертають вліво чи вправо до зчеплення. Межа вимірювання залежить від задньої підвіски ножових опор: коли верхній і нижній вагові важелі

у заданої ножової опори з'єднані між собою вище опорної підвіски (ножова опора знаходиться за верхнім важелем), тоді велика межа вимірювань 0–1000, мала межа вимірювань 0–400. Якщо вагові важелі з'єднані між собою біля передньої ножової опори через опорну підвіску, то межі вимірювань скорочуються на 50 %, тобто велика межа вимірювань 0–500, мала межа вимірювань 0–200.

Тістомісилка для замісу 50 г борошна (рис. 31) вироблена із нержавіючої сталі і має подвійні стінки для підтримання постійної температури 30°C за допомогою циркулюючої підігрітої води планетарного термостату.

Добре відтворюваних результатів вимірювань можна очікувати лише в тому разі, якщо тістомісилку після кожного вимірювання старанно очищують. Дію демпфера регулюють за допомогою гайки з накаткою. Поворот праворуч викликає сильне, ліворуч – слабе гасіння демпфером. Механічний лінійний самописець працює, коли папір рухається зі швидкістю 10 мм за 1 хв. Перемикач вмикання і вимикання паперу самописця знаходиться над його корпусом.



Рис. 31. Тістомісилка ТЛ-2

Рух паперу відбувається тільки за одночасного вмикання динамометра. Показчик самописця і перо мають бути відтаровані так, щоб тертя пера об папір було мінімальним. Переливна бюретка з наливним пристосуванням слугує для дозування дистильованої води. Бюретка повинна бути чистою, без залишків жиру, забезпечувати повний злив води. За використання тістомісилки на 50 г борошна застосовують бюретку на 37,5 мл, час стікання дистильованої води 18–22 с. Перемикач обслуговування знаходиться з фронтального боку опорної плити фаринографа. За закритої кришки тістомісилки поворотом перемикача задається швидкість роботи: у положенні 1 швидкість 31,5 об/хв., у положенні 2 – 63 об/хв. Нормальна швидкість для отримання фаринограми 63 об/хв.

Вмикають фаринограф, натискаючи одночасно двома руками на обидві пускові клавіші, що забезпечує безпечність роботи на приладі під час очищення тістомісилки з відкритою кришкою чи знятим корпусом. Такий захисний пристрій виключає зіткнення рук із рухомими лопатями місилки.

Фаринограф обладнаний сигнальним годинником.

Підготовка приладу до роботи. Температура приміщення, в якому працює прилад, повинна бути постійною – 22–24°C. За вмикання фаринографа стрілка на працюючому динамометрі і перо самописця без підключення місилки мають показувати «0». Гвинт для встановлення нульової позначки розміщується на корпусі динамометра ліворуч. Якщо стрілка перебуває вище нульової позначки, гвинт повертають праворуч, якщо нижче нульової точки – ліворуч. Потім фаринограф вмикають. Установлюють тістомісилку. Кришка її має магнітний контактний перемикач, який за допомогою електрошнурів зв'язаний з розеткою, розміщеною з лівої сторони опорної плити. За відкритої кришки лопаті місилки рухаються тільки в тому разі, якщо двома руками натискають на обидві клавіші. Фаринограф знову вмикають і стрілка має показувати не більше 20 одиниць на шкалі за 50-грамової місилки. 20 одиниць характеризують постійне тертя тістомісилки. Якщо відхилення перевищує 20 одиниць, потрібно добре очистити місилку і ще раз перевірити відхилення стрілки фаринографа. Потім встановлюють нульову позначку за працюючого динамометра з

підключенням місилки та проводять юстирування до зупинки стрілки на «0». Перо самописця також має перебувати на «0». Демпфер встановлюють так, щоб стрілка за одну секунду рухалась з 1000 до 100 одиниць. Тістомісилку та дистильовану воду доводять до робочої температури 30°C за допомогою термостату.

Усі досліджувані проби борошна повинні мати температуру близьку до кімнатної, щонайменше 18°C. Визначають вологість цих проб. Різна вологість зумовлює різне водопоглинення. Для дослідження на фаринографі використовують дистильовану воду, яку після доведення в термостаті до 30°C нагнітають у бюретку за допомогою наливного пристосування. Вода витікає з бюретки в передній правий кут тістомісилки фаринографа з однаковою і постійною швидкістю. Отвори видовженої форми у кришці місилки дозволяють під час роботи очистити стінки від залишків тіста дуже обережно, щоб не зачепити лопатей.

Зняття фаринограми. Фаринограф реєструє утворення тіста і його поведінку в умовах постійного механічного навантаження у вигляді безперервної кривої на діаграмному папері. Будь-яка проба борошна відповідно до його здатності до набрякання потребує певної кількості води для того, щоб з нього отримати тісто належної консистенції. Кількість води, що поглинається борошном для отримання тіста з консистенцією 500 о. ф. (одиниць фаринографа), визначають за титрувальною кривою. В місилку, нагріту до 30°C, насипають 50 г борошна (14 % вологості). За іншої вологості потрібну наважку борошна (A) знаходять за табл. 7 чи розраховують за формулою:

$$A = 50 \frac{100 - 14}{100 - a},$$

де: a – фактична вологість борошна, %.

Бюретку заповнюють дистильованою водою, вмикають фаринограф і дуже швидко доливають стільки води, скільки потрібно для утворення тіста консистенцією 500 о. ф. Кількість використаної для цього води відраховують бюреткою у мілілітрах чи у відсотках і записують. За відхилення від консистенції

500 о. ф. можна правильно обчислити водопоглинення. Допустиме відхилення в 20 одиниць відповідає приблизно 0,5 % води. За істотніших відхилень титрувальну криву слід повторити.

Необхідну кількість води (B) для повторного визначення можна розрахувати за формулою (для місилки на 50 г):

$$\hat{A} = \hat{A}_i + 0,175(\tilde{N} - 500),$$

де: B_o – об'єм доданої води, мл;

C – максимальна консистенція в одиницях фаринографа.

Таблиця 11

Маса наважки пшеничного борошна залежно від його вологості

Вологість, %	Наважка, г	Вологість, %	Наважка, г	Вологість, %	Наважка, г
1	2	3	4	5	6
9,0	47,25	11,4	48,53	13,8	49,88
9,1	47,30	11,5	48,59	13,9	49,94
9,2	47,35	11,6	48,64	14,0	50,00
9,3	47,41	11,7	48,70	14,1	50,06
9,4	47,46	11,8	48,75	14,2	50,12
9,5	47,51	11,9	48,81	14,3	50,17
9,6	47,57	12,0	48,86	14,4	50,23
9,7	47,62	12,1	48,92	14,4	50,29
9,8	47,67	12,2	48,97	14,6	50,35
9,9	47,72	12,3	49,03	14,7	50,41
10,0	47,78	12,4	49,09	14,8	50,47
10,1	47,83	12,5	49,14	14,9	50,53
10,2	47,88	12,6	49,20	15,0	50,59
10,3	47,94	12,7	49,26	15,1	50,65
10,4	47,99	12,8	49,31	15,2	50,71
10,5	48,04	12,9	49,37	15,3	50,77
10,6	48,10	13,0	49,43	15,4	50,83
10,7	48,15	13,1	49,48	15,5	50,89
10,8	48,21	13,2	49,54	15,6	50,95
10,9	48,26	13,3	49,60	15,7	51,01
11,0	48,31	13,4	49,65	15,8	51,07
11,1	48,37	13,5	49,71	15,9	51,13
11,2	48,42	13,6	49,77	16,0	51,19
11,3	48,48	13,7	49,83		

Після визначення титрувальної кривої тістомісилку старанно очищують. Для цього рекомендується додати трохи борошна і замісити тісто крутішої консистенції, яке легше відокремити від стінок місилки та лопатей.

В очищену тістомісилку знову засипають 50 г досліджуваного борошна, вмикають прилад і одразу додають стільки води, скільки було встановлено за титрувальною кривою. Тістомісилку закривають кришкою з плексигласу, щоб ізолювати тісто від впливу температури приміщення і вологості повітря. Через 12 хв. після початку падіння кривої фаринограф вмикають. Отримана крива (фаринограма) є характеристикою досліджуваної проби (рис. 32).

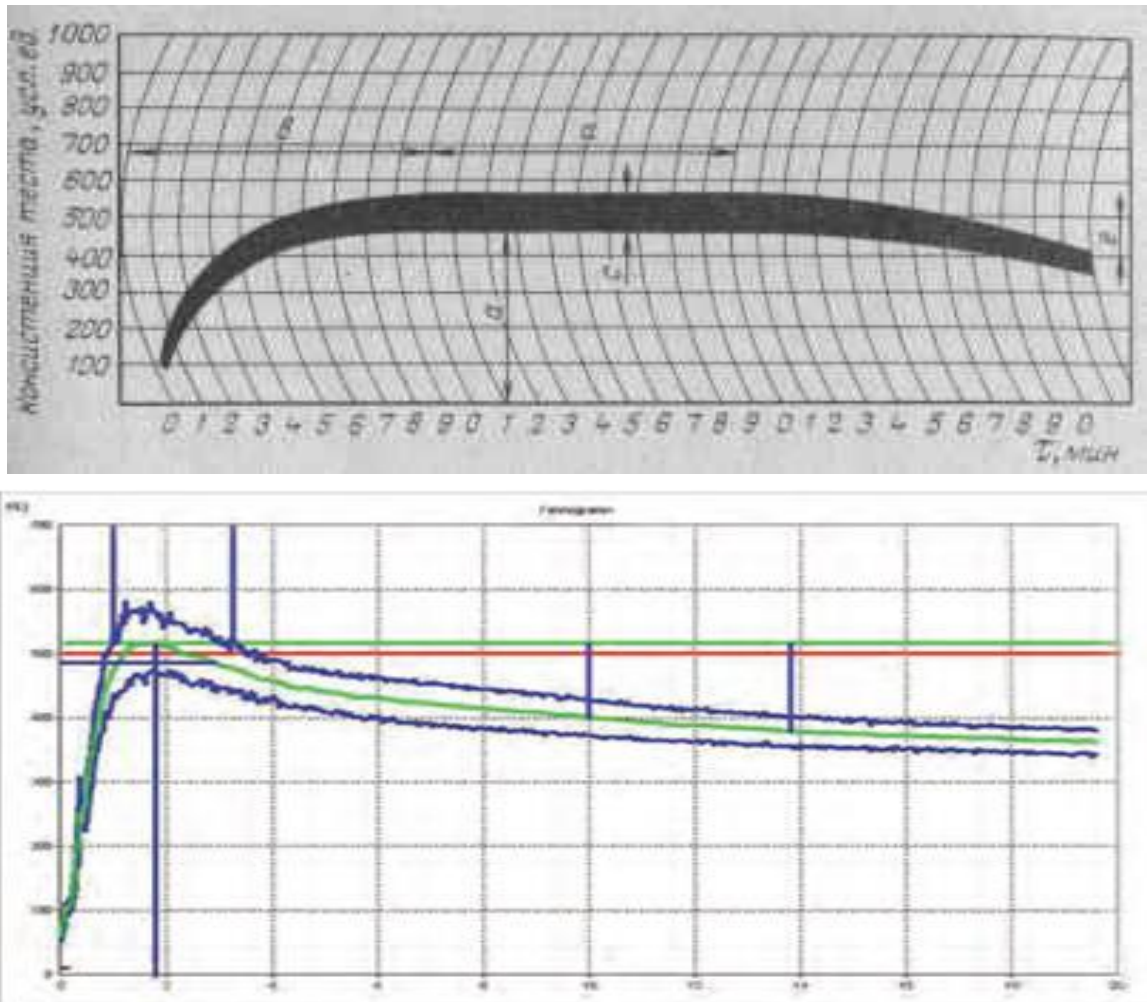


Рис. 32. Схема фаринограми тіста

Якщо середина фаринограми у момент утворення тіста має відхилення від лінії 500 о. ф., що перевищує ± 20 о. ф., дослід повторюють з відповідним коригуванням кількості води.

Розшифровка фаринограми. Для оцінки якості борошна визначають показник *ВПЗ* – водопоглинаючу здатність у відсотках для борошна 14 % вологості за 50 г наважкою за формулою:

$$ВПЗ = \frac{V + m - 50}{0,5},$$

де: *V* – об’єм води, що додали до борошна з максимальною консистенцією тіста 500 о. ф., мл;

m – маса борошна, г.

Єдиним узагальнюючим показником характеристики фізичних властивостей тіста за фаринографом є розмір площі, яку займає фаринограма. Цю величину встановлюють, застосовуючи спеціальний пристрій – валориметр. Показники валориметра для пшениці з різною якістю зерна коливаються у межах 20–100 одиниць. Максимальна площа фаринограми, що дорівнює 100 одиницям валориметра (о. вал.), характеризує борошно сильної пшениці, тісто якої має високу стійкість при замішуванні. Найменші величини за валориметром, як правило, отримують за дослідження борошна слабкої пшениці, тісто якої значно розріджується. Показники розрідження й оцінки валориметра використовують для характеристики пшениці за «силою».

Порядок роботи з валориметром. Відкривають кришку приладу, фаринограму поміщають під жовтий целофан і початок кривої встановлюють на нуль шкали валориметра, що відповідає початку краю целофану. Середина ширини кривої фаринограми в її найвищому місці має співпадати з верхнім краєм целофану і відповідати консистенції тіста в 500 умовних одиниць. Якщо вона не ляже точно по цій лінії, фаринограму можна посунути доверху чи донизу до співпадань, але не більш, ніж на 20 одиниць фаринографа. При цьому потрібно обов’язково слідкувати за тим, щоб лінія, що відповідає на кривій фаринограми консистенції тіста в 500 одиниць, була паралельною верхньому

краю целофану. Далі закривають кришку валориметра. Движок валориметра з лівого краю переводять до перетину з кривою фаринограми в місці, де починається її падіння.

Через точку, де бік движка праворуч пересікає середину ширини кривої фаринограми, на валориметрі проходить лінія, значення якої, як показник валориметра, читають знизу шкали і виражають у одиницях валориметра.

Догляд за приладом:

Очищення бюретки. Застосовувати краще хромову суміш (у 1 л концентрованої сірчаної кислоти розчиняють 100 г хромової кислоти). Бюретку заповнюють сумішшю і залишають на ніч. Уранці наступного дня хромову суміш зливають у скляну посудину. Бюретку кілька разів споліскують дистильованою водою. Кран бюретки виймають, ретельно витирають фільтрувальним папером і вкривають тонким шаром вазеліну. Бюретка знову готова до роботи.

Самописець. За допомогою гвинта з накаткою кінець пера встановлюють точно на нульову позначку. Якщо перо за правильно вкладеного паперу викреслює дугу, що не співпадає з лінією часу на діаграмному папері, потрібно виправити самописець. Для цього послаблюють чотири гвинти, розташовані на тильному боці самописця, виправляють його положення і загвинчують гвинти. Капілярне перо має постійно торкатися паперу. Від жирного нальоту перо очищають спиртом.

Заміна масла у приладі. За щоденної роботи необхідно один раз на рік міняти масло в механізмі. Для цього потрібно 350 см³ машинного масла типу «Shell Dentax 90». Прилад від'єднують від електромережі і відкривають задню стінку. Шайбу-самоклейку, розташовану спереду на корпусі динамометра, знімають. Потім за допомогою спеціальної викрутки вигвинчують верхній замковий гвинт механізму. Під прилад ставлять ванночку для збирання відпрацьованого мастила. Через виріз в опорній плиті спочатку вигвинчують боковий гвинт механізму, потім ніпельний нижній гвинт. Коли повністю вилилось старе мастило, вставляють і закріплюють нижній спусковий гвинт. Нове мастило заливають за допомогою воронки через верхній отвір до появи

мастила в боковому отворі. Потім загвинчують верхній і бічний отвори, шайбу повертають на місце. Задню стінку закривають і вмикають прилад у електромережу.

Заповнення демпфера мастилом. Спочатку викручують гвинт, що утримує поршневий шатун біля верхнього важеля. Поворотом ліворуч відкручують кришку демпфера, видаляють з циліндра поршень із шатуном і заливають мастило. Після цього поршень повільно і точно вертикально вводять у циліндр (щоб не розлити мастило). Поршневий шатун скріплюють гвинтом з верхнім важелем і накривають демпферною кришкою.

1.9. Визначення фізичних властивостей тіста на альвеографі Шопена

Альвеограф Шопена (рис. 33) призначений для визначення фізичних властивостей тіста за опором млинчика тіста нагнітальному повітрю за розтягування його в бульбашку аж до розриву.



Рис. 33. Альвеограф Шопена

Обладнання: альвеограф Шопена, сушильна шафа для визначення вологості, секундомір, сигнальний годинник, ваги настільні «ВНЦ-2» чи Брабендера на 300 г, градуйований циліндр чи мензурка, термометр, планіметр, палетки; хлористий натрій, дистильована вода. Прилад складається з тістомісилки, власне альвеографа і реєструючого манометра.

Тістомісилка має приймач зі зйомною кришкою, змішувач і отвір для випресовування тіста. Модель місилки 1980 р. має зйомну ліву бічну стінку, що полегшує її очищення і заміну в разі потреби.

Для підтримання температури місилки в нижній частині корпуса розміщено електронагрівальний елемент. Для охолодження тістомісилки влітку, коли температура повітря перевищує 25°C, є дві насадки для циркуляції холодної води. Нормальна робоча температура місилки 24°C.

У редуктор заливають близько 100 мл доволі в'язкої олії. Нормальна швидкість обертання місильних лопатей 60 об/хв. Центральний столик альвеографа з затискною муфтою має на майданчику три спрямовуючих штифти і три упори заввишки 2,5 мм, які обмежують товщину проби тіста. У центрі столика – отвір для надходження повітря, його закриває знизу рухомий стрижень. Під отвором розміщена повітряна камера, з'єднана з правого боку повітропроводом з верхнім кінцем градуйованої посудини, а з лівого – через кран за допомогою гумової трубки з водяним манометром реєструючого приладу.

На столик нагвинчують до упору диск з отвором у центрі (діаметром 55 мм), що закривається зйомною кришкою, яка закріплюється гвинтовим тримачем. Система сполучених посудин складається з градуйованої посудини і переносної склянки для води.

Верхній кінець градуйованої посудини з'єднаний трубопроводом з повітряною камерою, а нижній – гумовою трубкою через регульовальний штифт і насадку – з переносною склянкою. З неї вода надходить у градуйовану посудину. Швидкість заповнення посудини водою до поділки «25» має становити 23 с. Швидкість заповнення перевіряють перед кожною серією

досліджень. У корпусі альвеографа розташовані шафочки для відлежування тіста, кожна з яких має по 5 полицок, на які кладуть пластини з пробами тіста.

Реєструючий водяний манометр складається з основи, що підтримує колонки, самописця з пером-поплавком і резервуара манометра. У резервуар манометра заливають 75 мл дистильованої води, перо наповнюють чорнилом.

Барабан самописця приводять у рух через редуктор синхронного двигуна, який вмикається автоматично через розподільчий вал альвеографа у положенні «3». Нормальна тривалість повного оберту барабана складає 55 або 60 секунд.

В основі реєструючого водяного манометра лежить гідравлічний принцип. Під тиском повітря рівень води в центральній трубці манометра підвищується, у резервуарі – падає, одночасно піднімається поплавок з пером, яким записується альвеограма на бланку, закріпленому на обертовому барабані. Трубку манометра регулярно чистять, користуючись щіткою-йоржиком. Забруднення трубки призводить до нерівних рухів. Перо очищують водою або спиртом. За постійного використання приладу його роботу контролюють щотижня.

Регулювання температури. Нормальна робоча температура місилки 24°C, альвеографа – 25°C. Якщо температура альвеографа нижче ніж 25°C, ручку реостату, розміщену ліворуч від основи, потрібно повернути в напрямку стрілки, якщо перевищує 25°C – у зворотному напрямку. Неонове світло спалахує, коли тепловий потік вмикається. Він служить показником. Під час роботи тістомісилки можливе підвищення температури. У цьому випадку бажано її відновити до 24°C. Проводять аналізи за температури у кімнаті 18–22°C. Прилад захищають від прямих сонячних променів.

Перевірка герметичності приладу. Для цього необхідно зняти втулку і гумову трубку патрубку крана альвеографа, відімкнувши його таким чином від манометра. Повернути рукоятку крана догори. Встановити переносну склянку на рівень і повернути центральний ключ у положення «3». Великим пальцем правої руки (змоченим в олії) закрити центральний отвір столика, вказівним пальцем лівої руки – отвір патрубку крана. Рівень води у таких умовах має залишатись стабільним або трішки підвищитись.

Регулювання швидкості підйому води. Встановлюють центральний ключ у положення «2», за знятої втулки, ставлять посудину з водою на рівень. Переводять ключ у положення «3», одночасно вмикають секундомір і, як тільки рівень води у градуйованій посудині досягне відмітки 25, секундомір вимикають. Тривалість заповнення має бути 23 с. Швидкість підйому води можна відрегулювати гвинтом. Для того, щоб знизити швидкість, гвинт завертають, щоб підвищити – відвертають.

Перевірка манометра самописця. Коефіцієнт K , на який множать висоту підйому пера самописця для отримання дійсного значення відповідного тиску, є постійним і дорівнює 1,1. Але слід перевіряти, чи правильно поплавок тримається на поверхні води. Перевіряють плавучість поплавка манометра і його реакцію на зміну рівня у центральній трубці. Для цього знімають гумову трубку з патрубку крана альвеографа. Подувши кілька разів у трубку і клацнувши двічі-тричі по цоколю, щоб привести в коливальний рух покажчик самописця, переконуються, чи повертається перо у вихідне положення. Для зручності злегка повертають барабан самописця. Якщо нульове положення пера не зберігається, то це виправляють, обертаючи бічний гвинт, який зв'язаний з основою посудини.

За нормальних умов роботи повний оберт барабана самописця від одного упору до іншого здійснюється за 35 с. Важливо за проведення аналізів дотримуватись постійної швидкості його обертання: швидкість обертання барабана, як і швидкість заповнення градуйованої посудини водою, впливає на форму альвеограми. За зниження температури довкілля (наприклад, узимку) час обертання барабана може збільшитись. У такому разі розігрівають двигун, давши йому попрацювати вхолосту 2 хв. перед кожною серією досліджень.

Крім зазначеного вище контролю, звертають увагу на наступне:

1. Потрібно, щоб досліджувані проби були вкриті шаром олії, коли їх виймають з місилки і роздувають бульбашку. Якщо цього не зробити, млинчики тіста будуть прилипати або ж їхня поверхня буде висихати. Кількість олії має відповідати рекомендаціям у робочих інструкціях. Надлишок олії може призвести до засмічення внутрішнього механізму альвеографа і, як наслідок,

потрібно буде капітально ремонтувати прилад. Використовувати належить тільки чисту горіхову чи вазелінову олію.

2. Товщина млинчиків тіста під час проведення аналізів залежить від товщини упорів на пресі. За засмічення кільця на закріпленій пластині чи упорів, у випадку неповного стикання верхньої втулки з основою преса, за зношування нижньої частини преса чи бронзи на сталевих упорах, товщина млинчиків збільшується чи зменшується. Все це негативно впливає на результати. Треба, щоб нижня частина преса і кільця, наглухо загвинченого, утворювали гладку поверхню.

3. З метою безпеки тістомісилку за очищення потрібно відімкнути від валу двигуна. Отвір, крізь який випресовується тісто, також старанно очищають. Місильний механізм виймають щодня. Кулько-підшипники змащують щомісяця.

Хід аналізу. Перед дослідженням пробу борошна перемішують і визначають вологість. Готують 2,5 % розчин NaCl у дистильованій воді. Для цього зважують 25 г хлористого натрію або дрібної кухонної солі, висипають у мірну колбу і доливають водою до 1000 мл. Перевіряють температуру місилки й альвеографа, яка підтримується автоматично, відповідно 24 і $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$. Температура борошна та сольового розчину має бути $20 \pm 5^\circ\text{C}$ (табл. 12).

Зважують $250 \pm 0,5$ г борошна і відмірюють об'єм сольового розчину відповідно до вологості борошна, визначеній за таблицею 8 або градууйовці на бюретці безпосередньо за відсотком вологості. Висипають борошно у місилку, закривають кришку, закріпивши її двома болтами. З'єднують місилку з редуктором, вмикають двигун і секундомір. Через отвір у кришці вливають відповідну кількість сольового розчину приблизно за 20 с. Наприкінці першої хвилини двигун вимикають, знімають кришку і видаляють лопаткою борошно, що прилипло до кришки або кутів місилки, щоб усе борошно змішалось з водою. На цю операцію і на те, щоб поставити кришку на місце, відводять 1 хв. Наприкінці другої хвилини двигун знову вмикають і замішують тісто впродовж 6 хв. Наприкінці 8-ої хвилини заміс припиняють і починають випресовувати тісто. Встановлюють дві вальцеві рамки. Виймають 5 пластинок із шафочки

альвеографа й кожну змащують подвійною дозою олії, як і скляну пластину. Однією дозою олії змащують приймальну пластину для випресовування. Піднявши гвинт заслінки тістомісилки у верхнє положення, відкривають отвір для випресовування тіста.

Таблиця 12

Кількість сольового розчину (2,5 %), що додається до 250 г борошна залежно від його вологості

Вологість борошна, %	Об'єм сольового розчину, мл	Вологість борошна, %	Об'єм сольового розчину, мл	Вологість борошна, %	Об'єм сольового розчину, мл
1	2	3	4	5	6
8,0	156,1	12,0	138,3	16,0	120,6
8,1	155,7	12,1	137,9	16,1	120,1
8,2	155,2	12,2	137,5	16,2	119,7
8,3	154,9	12,3	136,1	16,3	119,2
8,4	154,4	12,4	136,6	16,4	118,8
8,5	153,9	12,5	136,1	16,5	118,3
8,6	153,5	12,6	135,7	16,6	117,9
8,7	153,0	12,7	135,2	16,7	117,4
8,8	152,6	12,8	134,8	16,8	117,0
8,9	152,2	12,9	134,4	16,9	116,5
9,0	151,7	13,0	133,9	17,0	116,1
9,1	151,2	13,1	133,4	17,1	115,6
9,2	150,8	13,2	133,0	17,2	115,2
9,3	150,4	13,3	132,5	17,3	114,8
9,4	149,9	13,4	132,1	17,4	114,3
9,5	149,4	13,5	131,6	17,5	113,8
9,6	149,0	13,6	131,2	17,6	113,4
9,7	148,6	13,7	130,8	17,7	112,9
9,8	148,1	13,8	130,3	17,8	112,5
9,9	147,7	13,9	129,9	17,9	112,0
10,0	147,2	14,0	129,4	18,0	111,7
10,1	146,6	14,1	129,0	18,1	111,3
10,2	146,3	14,2	128,6	18,2	110,8
10,3	145,9	14,3	128,2	18,3	110,4
10,4	145,5	14,4	127,7	18,4	110,9
10,5	145,0	14,5	127,2	18,5	110,4
10,6	144,6	14,6	126,8	18,6	109,0
10,7	144,1	14,7	126,4	18,7	108,6
10,8	143,7	14,8	125,9	18,8	108,1
10,9	143,3	14,9	125,5	18,9	107,7

1	2	3	4	5	6
11,0	142,8	15,0	125,0	19,0	107,3
11,1	142,3	15,1	124,6	19,1	106,9
11,2	141,9	15,2	124,1	19,2	106,3
11,3	141,5	15,3	123,6	19,3	105,9
11,4	141,0	15,4	123,2	19,4	105,4
11,5	140,6	15,5	122,8	19,5	104,9
11,6	140,1	15,6	122,3	19,6	104,5
11,7	139,6	15,7	121,9	19,7	104,1
11,8	139,2	15,8	121,4	19,8	103,7
11,9	138,9	15,9	121,0	19,9	103,2

Змінюють оберти місильного механізму. Тісто виштовхується у вигляді смужки. Перші 2 см тіста відрізають і відкидають. Випресовування триває. Коли тісто дійде до відрізів на приймальній пластині, його швидко відрізають ножом і, знявши пластанку, переміщують на скляну пластину вальцевої рамки, попередньо змащену олією. Приймальну пластину змащують і встановлюють на попереднє місце. Так поступово випресовують 5 шматочків тіста, не вимикаючи двигуна. При цьому попередньо змащена олією приймальна пластина весь час поновлюється на своєму місці. Перші чотири проби тіста розташовують по дві на 2-х рамках, причому напрямок випресовування відповідає довгій осі вальцевої рамки, п'яту пробу тіста залишають на приймальній пластині. Двигун вимикають.

Деякі проби борошна дають тісто, яке за виходу з місилки завертається догори. У такому разі потрібно зачекати, доки смужка тіста просунеться на половину свого шляху і, взявши її за край, обережно витягнути в напрямку до приймальної платівки.

Розкачують 5 проб тіста (2 + 2 + 1) за допомогою вальця, попередньо змащеного олією, 6 рухів уперед і 6 рухів назад. За допомогою круглого ножа одним рухом вирізають млинці тіста. Круглий ніж, усередині якого знаходиться млинець тіста, підносять до пластини із розстойної шафки і кладуть на неї млинець. Якщо млинчик тіста прилипає до ножа, його звільняють, злегка вдаривши (але одним рухом) по столу. Якщо млинчик тіста прилипає до скла

вальцевої рамки, його трішки піднімають і під нього пропускають пластину. Кожну пластинку з млинцем негайно кладуть у розстойну камеру альвеографа (25°C) для відлежування. Перший млинчик тіста розташовують угорі, далі – в порядку випресовування. Під час відлежування проб тіста в шафці альвеографа чистять місилку, наносять нульову лінію на бланк альвеограми, перевіряють рухомість пера-поплавка і його нульову позначку.

Дослідження тіста на альвеографі проводять через 28 хв. після початку замісу. Центральний ключ перебуває в положенні «1». Відгвинчують диск столика, змащують внутрішню поверхню диска і столика. Виймають із відлежувальної шафочки верхню пластинку з млинцем тіста і зіштовхують його на столик рівно по центру. Повертають диск так, щоб за другого оберту співпадали контрольні відмітки, при цьому млинчик тіста стискається до висоти упору (2,5 мм). Потім відгвинчують тримач і знімають зйомну кришку, при цьому центральна частина млинчика, краї якого затиснуті між столиком і загвинченим диском, залишається відкритою. Поворотом центрального ключа у положення «2» відкривають центральний отвір столика. Потім повертають рукоятку крана ліворуч, у напрямку осі гумової груші (об'єм груші – 18 мл); великим і вказівним пальцями лівої руки стискають гумову грушу, і тримаючи її у цьому положенні, переводять ручку крана догори. Млинчик тіста відклеюється від столика, при цьому перо реєструючого манометра злегка підіймається догори. Потім ставлять склянку з водою на верхній рівень штатива. Швидко повертають центральний ключ у положення «3», що викликає одночасне наповнення градуйованої посудини водою і пуск барабана реєструючого манометра. Внаслідок підвищення тиску повітря млинчик тіста розтягується в бульбашку.

У цей час перо креслить криву зміни тиску водяного стовпчика – альвеограму (рис. 34). Уважно спостерігають за розтягуванням бульбашки і, як тільки настане розрив тіста (найчастіше точковий), швидко повертають центральний ключ у положення «4», при цьому наповнення посудини водою та обертання барабана самописця зупиняються. Потім склянку з водою знімають зі

штативу і ставлять на стіл, центральний ключ повертають у положення «1». Вода з градуйованої посудини надходить назад у переносну склянку, зі столика відгвинчують диск, виймають тісто, закривають отвір зйомною кришкою і закріплюють тримачем. Послідовно досліджують наступні 4 млинчики. Отримують 5 кривих тієї ж проби. Коли відбувається ненормальний розрив бульбашки, відповідну криву не враховують.

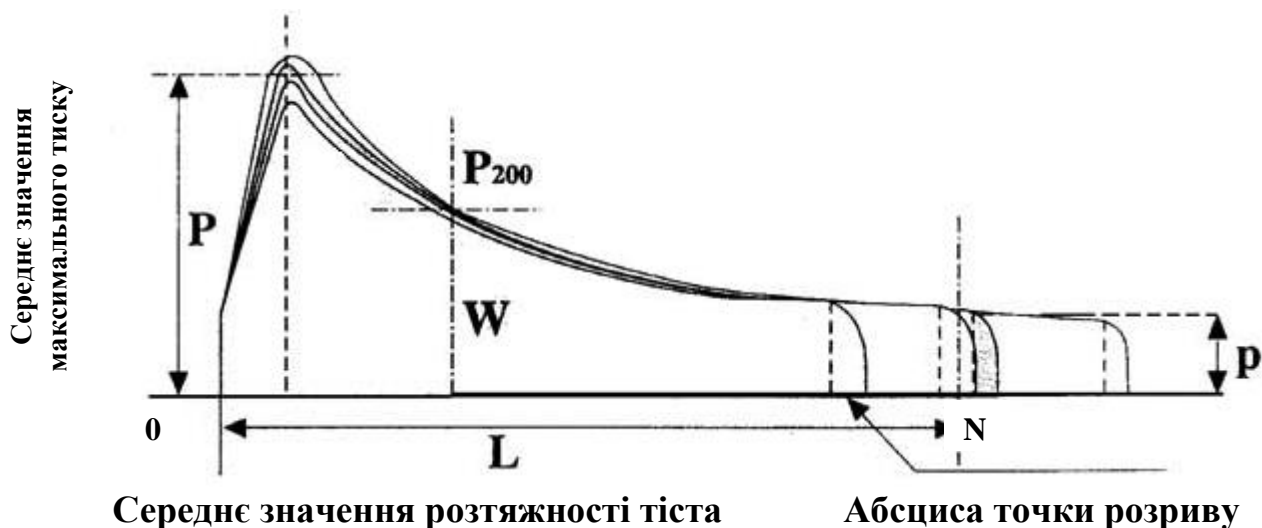


Рис. 34. Альвеограма та її елементи

Розтяжність тіста L вимірюють у мм середньою лінією альвеограми від початку кривої до точки розриву бульбашки тіста. Точку N отримують, відкладаючи середню відстань від нуля до кінця кожної кривої.

Відношення пружності тіста до розтяжності P/L характеризує міру збалансованості між собою цих основних фізичних властивостей.

Індекс розширення G є середнім значенням підрахунків за бюреткою після розриву бульбашки. Він дорівнює кореню квадратному з кількості повітря (у см^3), яка була використана для надування бульбашки.

S – площа середньої з 5 альвеограм, см^2 .

Якщо криві розташовані близько між собою, то середню криву зробити легко. Її наносять безпосередньо на альвеограмі контрастним чорнилом однією лінією. Якщо борошно неоднорідне, криві розсіюються. В такому разі вимірюють висоту кривої у максимумі, посередині і в кінці. Середнє значення наносять на графік у відповідних точках, з'єднавши які будують середню криву,

зберігаючи форму, характерну для отриманої альвеограми. За середньою кривою розраховують альвеограму, її креслять контрастним за кольором чорнилом.

Площу середньої кривої визначають щонайменше двічі за допомогою планіметра. З отриманих вимірювань вираховують середнє значення. На маленькій креслярській дошці закріплюють кнопками аркуш дрібнозернистого (але не вощеного) паперу. Потім закріплюють альвеограму. Встановлюють перпендикулярно обидва плеча планіметра. Плече *A* (рис. 35) спирається на циліндр планіметра, який своїм вістрям закріплений на аркуші паперу.

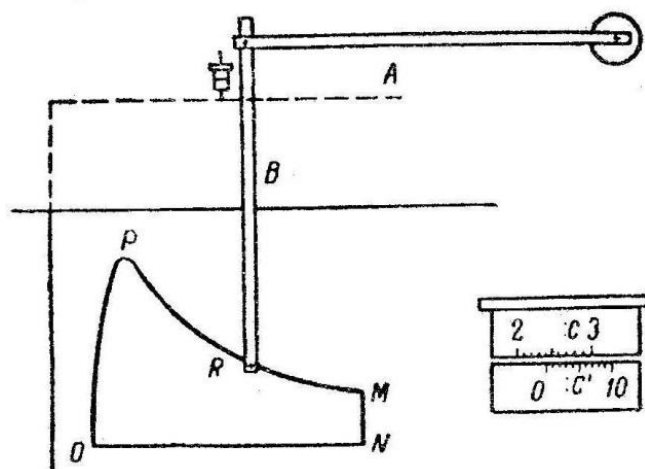


Рис. 35. Схематичне положення плечей планіметра та дисків лічильника

Позначивши початок обрису контура альвеограми, знімають початковий відлік з лічильника планіметра, на якому нанесено поділки від 0 до 10. Наприклад, початковий відлік дорівнює 041. Повільно обводять червоний контур альвеограми, послідовно проходячи точки *R*, *M*, *N*, *O*, *P*, *R*. Кінцевий відлік планіметра дорівнює 243. Різниця між початковим і кінцевим відліком складає 202 ($243 - 41$). Кожна поділка лічильника планіметра відповідає 10 см^2 . Таким чином, площа даної альвеограми складає $20,2 \text{ см}^2$. Першу цифру «2» знімають по першій великій поділці рухомої шкали, що стоїть перед нулем нерухомого диску лічильника. Друга цифра відліку «4» відповідає останній малій поділці рухомого диску, що стоїть безпосередньо перед нульовою поділкою. Останню цифру «3» визначають за ноніусом (нерухомою шкалою). За цією шкалою вибирають ту поділку, яка сумісна з будь-якою поділкою рухомої шкали.

Роботу деформації *W* на 1 г тіста, визначають за формулою:

$$W = \frac{KCS}{L}; \quad C = \frac{981 \times V}{7,5 \times 1,09},$$

де: K – поправочний коефіцієнт манометра 1,1;

S – площа середньої діаграми, см²;

L – довжина середньої діаграми, мм;

C – величина, залежна від показника G , яку знаходять за табл. 13 або за формулою $C = 1,2G^2$;

V – об'єм повітря в см³, що дорівнює квадрату індексу розширення G .

Таблиця 13

Значення C залежно від показника G

G	C	G	C	G	C	G	C
10,0	120	17,0	346	21,0	529	25,0	750
10,5	132	17,2	354	21,2	539	25,2	762
11,0	145	17,4	363	21,4	550	25,4	775
11,5	159	17,6	372	21,6	560	25,6	787
12,0	173	17,8	380	21,8	570	25,8	799
12,5	187	18,0	389	22,0	581	26,0	811
13,0	203	18,2	398	22,2	592	26,2	824
13,5	219	18,4	406	22,4	603	26,4	837
14,0	235	18,6	415	22,6	613	26,6	849
14,5	252	18,8	424	22,8	624	26,8	862
15,0	270	19,0	433	23,0	635	27,0	875
15,4	284	19,4	452	23,4	657	27,4	901
15,6	292	19,6	461	23,6	669	27,6	914
15,8	299	19,8	471	23,8	680	27,8	928
16,0	307	20,0	480	24,0	691	28,0	941
16,2	315	20,2	490	24,2	703	28,2	954
16,4	323	20,4	500	24,4	715	28,4	968
16,6	331	20,6	510	24,6	796	28,6	982
16,8	339	20,8	519	24,8	738	28,8	995

Для більшості сортів борошна, що мають індекс розширення G між 12 і 26, рекомендовано застосовувати спрощену формулу: $W = 6,54S$.

Цей коефіцієнт дійсний за умови:

а) одного оберту барабана впродовж 55 с від зупинки до зупинки;

б) надходження води у скляний циліндр між контрольними відмітками 0 і

25 за 23 с.

За цих умов відношення C/L приблизно дорівнює 5,95, тоді:

$W = 1,1 \cdot 5,95 \cdot S$ або $W = 6,54 \cdot S$. Результати слід розглядати як результат

технологічного аналізу і виражати таким чином:

P і L – до найближчої одиниці (без десятих долей міліметра);

G – до найближчої 0,5 одиниці (наприклад, 23–23,5–24...);

W – до найближчих 5 одиниць для борошна з W нижче 200 (наприклад, шкала значень: 150–155–160...).

За визначеними на фаринографі та альвеографі фізичними властивостями тіста оцінюють «силу» пшениці (табл. 14).

Таблиця 14

Характеристика пшениці за оцінки її «сили» за фізичними властивостями тіста, що визначають на фаринографі та альвеографі (сумарна таблиця)

Оцінка	Показники альвеографа		Показники фаринографа	
	P , мм	W , о. а.	розрідження тіста, о. ф.	валориметрична оцінка, о. вал.
Відмінний поліпшувач	>100	>500	0–30	85–100
Добрий поліпшувач	90–100	400–500	31–50	80–84
Задовільний поліпшувач	80–89	280–399	51–60	70–79
Цінна пшениця	70–79	260–279	61–80	55–69
Добрий філер	60–69	240–259	81–120	45–54
Задовільний філер	50–59	180–239	121–150	31–44
Слабка пшениця	<50	<180	>150	<30

1.10.Визначення хлібопекарських властивостей зерна пшениці, тритикале та жита методом пробних випічок

Обладнання: тістомісилка, термостат для бродіння тіста, тістоперебивальна і тістоформувальна машина, хлібопекарська піч, ваги технічні, об'ємомір «ОМХ-1», форми для випічки, емальовані миски для відлежування тіста, термометри на 50 і 300°C, циліндри, совки, колби, склянки, піпетки.

Тістомісилка Свансона призначена для замісу тіста зі 100–200 г борошна, модель 100–200 А (рис. 36) має чотири місильні лопаті пальцеподібної форми,

що обертаються попарно в голівці тістомісилки (100 об/хв.). На дні алюмінієвої діжі встановлені два нерухомих пальці, навколо яких обертаються парні рухомі місильні лопаті.



Рис. 36. Тістомісилка типу Свансона

Тістомісильну голівку приводить у рух система пасової передачі через редуктор від електромотора потужністю 1/3 НР. Тістомісилка має годинник (на 15 хв.), який автоматично зупиняє процес замісу, коли спливає встановлений час. Тістоперебивальна і формувальна машини змонтовані на загальній плиті в одному агрегаті. Тістоперебивальна машина складається з двох станин, у які вмонтовано пару вальців, покритих шаром тефлону для запобігання прилипанню тіста за перебивання. Вальці діаметром 10 і завдовжки 15 см. Це відповідає довжині форми для випікання хліба із 300 г борошна. За випікання хліба зі 100 г борошна зверху над вальцями встановлюють пересувний механічний

обмежувач, за допомогою якого можна змінити ширину прокочуваної смужки тіста до 7,5 см. Товщина смужки тіста за прокочування регулюється зазором між вальцями, що встановлюється за допомогою рухомого вальця пластикового обмежувача. Розмір зазору – від 3 до 9 мм.

Формувальна машина складається з трьох дерев'яних вальців діаметром 7 і завдовжки 37 см, з яких два нижні вальці вмонтовані у станину, а третій, верхній – рухомий. За допомогою рукоятки верхній валок можна притискати до нижніх вальців під час формування тіста. Обидва прилади приводяться в дію через редуктор електромотором потужністю 0,2 НР. Є також педальний вмикач, за допомогою якого вмикають і зупиняють прилад.

Термостат для бродіння тіста модель 505-СС (рис. 37) виготовлений із нержавіючої сталі. Зовнішні розміри 150 × 150 × 60 см.



Рис. 37. Термостат для бродіння і розстойки тіста

У середині термостату є чотири полиці; на передній панелі по троє дверчат для кожної з полиць. Стінки термостату подвійні, між ними міститься теплова ізоляція. У стелі лівої частини термостату – чотири термоелементи, які нагрівають циркулююче всередині шафочки вологе повітря. На верхній полиці зліва розміщена під кутом металічна пластина, що спрямовує струм повітря, а над термоелементами – захисна пластина з азбесту для запобігання місцевому перегріву. Максимальна потужність термостату 1600 В. Праворуч від полиці розташований зволожувач повітря відцентрової дії. За допомогою вентилятора нагріте і зволожене повітря рівномірно розподіляється крізь жалюзі, циркулює по всіх полицях. Регулятори, розміщені на панелі праворуч у верхній частині термостату, здійснюють термо- і вологорегулювання. Контроль за їхньою роботою і за роботою вентилятора здійснюється за допомогою сигнальних ламп

Електрична піч з горизонтально-обертвовим подом діаметром 80 см (рис. 38) робить один оберт за 50 с. Розмір печі – 125 × 105 см. Знизу, під обертвовим подом розміщені нагрівальні елементи (три секції) з трьома ступенями нагріву – слабким, середнім і сильним. Діапазони нагріву 150–288°C. Загальна потужність печі 6 кВт. За сильного нагріву температура у печі за 35 хв. досягає 230°C. Задана температура підтримується автоматично.



Рис. 38. Електрична піч

Прилад для вимірювання об'єму хліба «ОМХ-1» має дві сполучені рівні за об'ємом коробки, верхня заповнюється дрібним насінням (ріпаку), а в нижню вставляється хліб. Об'єм хліба вимірюють за об'ємом витісненого насіння ріпаку. Відлік ведуть за скляною градуйованою трубкою, що з'єднує обидві коробки.

Хлібні форми з 2-міліметрової жерсті розмірами знизу $6,5 \times 10,5$ см, зверху $8,0 \times 12,5$ см, заввишки 8 см використовують для випічки пшеничного хліба.

1.11. Безопарний метод лабораторної випічки хліба з інтенсивним замісом тіста з пшеничного борошна методом пробних випічок

Рецептура тіста. Борошно 70 % виходу – 100 г (за вологості 14 %), дріжджі пресовані – 3 г, цукор – 2,5 г, сіль – 1,3 г, бромат калію – 0,003 г, аскорбінова кислота – 0,0075 г, вода проточна у відповідності з ВПЗ борошна по фаринографу за консистенції тіста 500 о. ф.

Приготування розчинів. Соле-цукровий розчин готують такої концентрації, щоб у 25 мл його була належна за рецептурою кількість солі та цукру на 100 г борошна. Розчин готують зранку на всю денну випічку. Для 40 хлібців беруть 100 г цукру і 52 г солі, розчиняють у гарячій воді ($50-60^{\circ}\text{C}$) і доводять об'єм до 1000 мл. Дріжджову суспензію готують за два заходи, щоб дріжджі не втрачали підйомної сили. Суспензію готують такої концентрації, щоб у 25 мл її містилась потрібна за рецептурою кількість дріжджів на 100 г борошна. Для 20 хлібців беруть 60 г пресованих дріжджів, припускають їх у теплій воді і доводять об'єм до 500 мл. Готову суспензію ставлять у термостат для підтримання постійної температури 30°C . Для приготування розчину бромату калію зважують 500 мг KBr_2O_3 , розчиняють у невеликій кількості води і доводять об'єм до 500 мл.

Для приготування розчину аскорбінової кислоти зважують 50 мг кислоти, розчиняють у невеликій кількості води і доводять об'єм до 50 мл.

Замішування, розділення і бродіння тіста. У діжу тістомісилки приливають 50 мл соле-цукрового розчину, 6 мл розчину KBr_2O_3 , 1,5 мл розчину аскорбінової кислоти, кількість води, якої не вистачає за розрахунком ВПЗ борошна, визначеної на фаринографі (за мінусом води, що входить до складу розчинів), потім вносять 200 г борошна і 50 мл дріжджової суспензії. Тісто замішують протягом 7 хв. Температура розчинів, борошна, води та тістомісильної діжі має бути збалансована так, щоб початкова температура тіста становила $30^{\circ}C$. Після замісу тісто кладуть в емальовану миску і ставлять у термостат на 10 хв. для зняття напруги, що утворюється в тісті за замісу. Потім тісто ділять на дві рівні частини (за масою), кожену прокочують двічі через вальці тістоперебивальної машини. Перший раз із зазором $3/16$ дюйма, ширина смужки 10 см. Утворену смужку тіста одним злегка загнутим кінцем кладуть на два нижніх дерев'яних валки формувальної машини, притискають третьою рухомий валець і згортають тісто в рулон, кінці якого прищипують вручну, підгинають донизу, майже з'єднуючи їх, і укладають у змащену форму. Потім форми ставлять у термостат для бродіння і розстойки до готовності для садіння у піч (180–240 хв). Кінцева температура тіста $31^{\circ}C$.

Випічка. Випікають хліб впродовж 25 хв. за температури $230^{\circ}C$. Зволоження пекарної камери забезпечують, поміщаючи в неї невелику ємність з водою. Загальна тривалість процесу від початку замісу тіста до кінця випічки 3,5–4,5 год.

Аналіз хліба. Випечений хліб зберігають у шафі до наступного дня, не допускаючи його пересихання чи відпотівання.

Аналізують хлібці через 16–20 год. Визначають об'ємний вихід, оцінюють зовнішній вигляд, пористість, еластичність і забарвлення м'якуша. Зовнішній вигляд оцінюють як середнє з трьох показників: форми, характеру поверхні і забарвлення шкоринки.

Хліб не повинен мати неспецифічного для нього смаку й запаху. Всі якісні показники оцінюють за дев'ятибальною шкалою (табл. 15). Загальну

хлібопекарську оцінку у балах визначають як середнє з показників об'єму хліба, зовнішнього вигляду, пористості, забарвлення та еластичності м'якуша.

Бал	Оцінка хліба
8–9	відмінна
6,6–7,8	добра
5,4–6,4	цілком задовільна
4,0–5,2	задовільна
нижче 4,0	незадовільна

Сорти пшениці, що отримали високу оцінку за технологічними якостями, рекомендують для занесення до переліку сильних і цінних за якістю (табл. 16).

Таблиця 15

**Шкала оцінювання якості хліба з пшеничного борошна 70 % виходу
(за лабораторної випічки)**

Якісні ознаки	Бали				
	1	3	5	7	9
Об'ємний вихід хліба, мл	менше 600	600–800	800–1000	1000–1200	понад 1200
Зовнішній вигляд хліба: поверхня форма забарвлення шкоринки	рвана увігнута попелясте	тріщинувата плеската бліде з сіруватим відтінком	шерехувата, горбкувата напівовальна жовте	рівна овальна світло-коричневе	гладка, глянцева куполоподібна золотисто-коричневе
Пористість	крупна, нерівномірна, товстостінна	крупна, рівномірна, товстостінна	помірно крупна, рівномірна	дрібна, тонкостінна, нерівномірна	дрібна, тонкостінна, рівномірна
Еластичність	нееластичний, не відновлюється	нееластичний, погано відновлюється	малоеластичний, недостатньо відновлюється	помірно еластичний, добре відновлюється	еластичний, швидко відновлюється
Забарвлення м'якуша	темне	темно-сіре чи брудно-жовте	світле з сіруватим відтінком	світле чи світле з жовтим відтінком	біле чи біле з жовтуватим відтінком

Таблиця 16

Класифікаційні норми, які використовують для характеристики сортів пшениці за хлібопекарськими якостями

Показники	Сильні пшениці			Пшениці цінні за якістю	Пшениці-філери		Слабкі пшениці
	відмінний поліпшувач	добрий поліпшувач	задовільний поліпшувач		добрий філер	задовільний філер	
Твердозерність	твердозерні і середньо твердозерні			–	–	–	–
Склоподібність, % не менше	60	60	60	50	50	40	–
Вміст білка, % не менше	16,0	15,0	14,0	13,0	12,0	11,0	8,0
Вміст клейковини у зерні, % не менше	32,0	30,0	28,0	25,0	24,0	22,0	15,0
Вміст клейковини у борошні 70 % виходу, % не менше (ручний метод)	36,0	34,0	32,0	29,0	27,0	25,0	20,0
Вміст клейковини у борошні 70 % виходу, % не менше (за допомогою «Glutomatic»)	34,0	32,0	30,0	27,0	25,0	23,0	18,0
Якість клейковини у зерні і борошні, од. ВДК	45–75	45–75	45–75	45–65	35–90	20–100	0–120
Розрідження тіста за фаринографом, о. ф. не більше	30	50	60	80	120	150	>150
Калориметрична оцінка, о. вал. не менше	85	80	70	55	45	30	<30
Питома робота деформації тіста за альвеографом, о. а. не менше	500	400	280	260	240	180	<180
Пружність тіста за альвеографом, мм не менше	100	90	80	70	60	50	<50
Відношення пружності тіста до розтяжності за альвеографом	0,8–1,5	0,8–1,5	0,7–2,0	0,7–2,2	0,5–2,4	0,3–2,6	>2,6, <0,3
Об'ємний вихід хліба, мл не менше (метод лабораторної випічки)	1400	1300	1200	1100	900	800	<800
Загальна хлібопекарська оцінка за лабораторної випічки, бал не менше	8,4	8,2	8	7	6	5	<5

1.12. Безопарний метод лабораторної випічки хліба

з інтенсивним замісом тіста з житнього борошна методом пробних випічок

Рецептура тіста. Борошно житнє просіяне – 300 г, дріжджі пресовані – 7,5 г, сіль (екстра) – 4,5 г, молочна кислота (49 %) – 4,0 мл, вода (без урахування вологості борошна) – 225 мл. Робочі розчини готують для кожного замісу окремо.

Хід аналізу. У діжу тістомісилки приливають 100 мл робочого розчину молочної кислоти, засипають 300 г борошна, додають 100 мл дріжджово-сольового розчину і решту 25 мл води, яку попередньо використовували для споліскування посуду з-під останнього розчину. Замішують тісто впродовж 2 хв. Проте, загальний час замісу збільшують, тому що місилку 2–3 рази зупиняють для очищення лопатей.

Отримане тісто кладуть до емальованої миски й поміщають для бродіння у термостат за температури 32°C і відносної вологості повітря 75–85 %.

1.13. Лабораторна випічка хліба з борошна тритикале

Рецептура тіста. Борошно 67 % виходу – 100 г (вологістю 14,0 %), дріжджі пресовані – 3 г, сіль – 1,5 г, молочна кислота (49 %) – 1,0 мл, бромат калію – 0,002 г, аскорбінова кислота – 0,0075 г, вода – 65 мл.

Приготування розчинів. Для виготовлення розчину бромату калію зважують 500 мг KBr_2O_3 , розчиняють у невеликій кількості води і доводять до 500 мл.

Для виготовлення розчину аскорбінової кислоти зважують 500 мг кислоти, розчиняють у невеликій кількості води і доводять об'єм до 50 мл.

Сольовий розчин готують такої концентрації, щоб у 25 мл його містилась потрібна за рецептурою кількість солі для 100 г борошна. Дріжджову суспензію готують на кожний заміс з 6 г дріжджів і 50 мл води.

Хід аналізу. У діжу тістомісилки додають 50 мл сольового розчину, 4 мл розчину бромату калію, 1,5 мл розчину аскорбінової кислоти, 200 мг борошна, приготовану дріжджову суспензію і бракуючу кількість води. Тісто замішують упродовж 2 хв. Температура розчинів, борошна, води і тістомісильної діжі має бути збалансована так, щоб кінцева температура тіста була 30°C. Після замісу тісто кладуть до емальованої миски і ставлять у термостат на 10 хв. для відлежування. Потім тісто ділять на дві рівні за масою частини, кожен пропускають крізь вальці тістоперебивальної машини з зазором 5/32 дюйма і згортають у рулон на формувальній машині. Рулон заціплюють вручну на кінцях і кладуть у форму (розміри форм: унизу 5,5 × 9,5 см, зверху 7,5 × 11,5, заввишки 7 см), яку ставлять у термостат для бродіння і розстойки тіста до готовності для садіння у піч. Кінцева температура тіста 30–31°C. Випікають хліб протягом 25 х. за температури 230°C. Загальна тривалість процесу від початку замісу до кінця випічки 2,5–3,0 год. Аналізують хліб через 16–20 год. Визначають його об'ємний вихід, оцінюють зовнішній вигляд, пористість, еластичність і колір м'якуша за дев'ятибальною шкалою (табл. 14). Зовнішній вигляд хліба оцінюють як середнє з трьох показників: форми, характеру поверхні і забарвлення шкоринки.

1.14. Визначення макаронних якостей пшениці твердої

Прилади: агрегат макаронний лабораторний «АМЛ-1», який складається з тістомісильної камери, камери для випресовування макаронів, редуктора, електродвигуна. Місилка дозволяє замішувати тісто з крупки наважкою від 300 до 1500 г. Вона обладнана трьома змішувальними лопатями на горизонтальному валі, який робить 90 об/хв. Камера для випресовування макаронів розташована під тістомісильною камерою і з'єднана з нею через квадратний отвір із засувкою. Камера для випресовування макаронів має нагнітальний шнек і бронзову матрицю із фторо-пластмасовою вставкою, в якій зроблено отвори для макаронів із зовнішнім діаметром 5,5 мм і внутрішнім – 3,5 мм.

Водяний термостат завдовжки 100 см, завширшки 60 см і заввишки 80 см, який підтримує температуру від 30 до 60°C ($\pm 1^\circ\text{C}$), відносну вологість повітря від 60 до 90 % ($\pm 5\%$).

Прилад фірми «Buhler» (модель ТАІ-801) для варіння макаронів, який складається з двох циліндрів для варіння з випускним пристроєм і спеціальною кришкою із зондовим термометром. Кожний циліндр має незалежний, регульований за допомогою реостата електрообігрів, секундомір та сигнальну лампочку. Збоку вмонтовано обертовий валюметр, який має верхню посудину для води й нижню для розміщення в ній сітчастого кошика і градуйованого скляного циліндра з позначками від 0 до 450 мл (± 5 мл).

Вентилятор, кювета для води розміром 44 × 33 см, дві плексигласові або дерев'яні касети розміром 24 × 22 × 8,5 см кожна, водяна баня, сушильна шафа, циліндри для вимірювання, ваги.

Технологічний процес. 600 г крупки (базисна вологість 14 %) поміщають у тістомісилку, включають агрегат і, поступово додаючи необхідну кількість води, рівномірно розподіляють її по всій поверхні крупки. Температура води має бути 60–65°C (теплий заміс). За такого замісу швидше проходить зволоження частинок крупки, утворення клейковини, ниток, плівок і зв'язування їх між собою, тісто швидше формується у грудочки і легко вимішується. М'якість і пластичність тіста, замішаного на теплій воді, полегшує і прискорює формування виробів, які стають більш гладенькими.

Відразу після додавання води, а потім через 5 хв. після замісу тістомісилку зупиняють для очищення шипів місильних лопатей від налиплого тіста. Загальний час, необхідний для повного замісу, 15–20 хв. За цей час тісто перетворюється у пружну пластичну суміш, яка на вигляд складається з окремих грудочок, що розсипаються. Консистенцію замішаного тіста визначають органолептично через 5 хв. після початку замісу. За кількістю води, яку заливають для замісу, визначають вологість готового тіста (табл. 13). Вологість макаронного тіста коливається в межах 29,5–33,5 %.

Час бродіння 60 хв. Тісто обережно виймають з миски і ділять на 2 рівні частини за масою, викладають їх у змащені олією форми. Розміри форм: знизу $5,5 \times 9,5$ см, зверху $7,5 \times 11,5$ см, заввишки 7 см. Поверхню тіста у формах загладжують рукою, злегка змоченою у воді. Форми з тістом ставлять у термостат для розстойки до готовності для садіння у піч. Випікають хліб 30 хв. за температури 230°C .

Хліб аналізують через 16–20 годин. Вимірюють його об'єм, оцінюють зовнішній вигляд, забарвлення, пористість і еластичність м'якуша відповідно до табл. 17.

Таблиця 17

**Кількість води у мл, необхідної для замісу макаронного тіста
різної вологості (наважка крупки 600 г)**

крупки	Вологість, %					крупки	Вологість, %				
	тіста						тіста				
	29,5	30,5	31,5	32,5	33,5		29,5	30,5	31,5	32,5	33,5
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
11,0	158	169	180	191	202	14,0	131	142	153	164	175
11,1	157	168	179	190	201	14,1	131	142	153	164	175
11,2	156	167	178	189	200	14,2	130	141	152	163	174
11,3	155	166	177	188	199	14,3	129	140	151	162	173
11,4	155	166	177	188	199	14,4	128	139	150	161	172
11,5	154	165	176	187	198	14,5	127	138	149	160	171
11,6	153	164	175	186	197	14,6	126	137	148	159	170
11,7	152	163	174	185	196	14,7	125	136	147	158	169
11,8	151	162	173	184	195	14,8	124	135	146	157	168
11,9	150	161	172	183	194	14,9	123	134	145	156	167
12,0	149	160	171	182	193	15,0	123	134	145	156	167
12,1	148	159	170	181	192	15,1	122	133	144	155	166
12,2	147	158	169	180	191	15,2	121	132	143	154	165
12,3	147	158	169	180	191	15,3	120	131	142	153	164
12,4	146	157	168	179	190	15,4	119	130	141	152	163
12,5	145	156	167	178	189	15,5	118	129	140	151	162
12,6	144	155	166	177	188	15,6	117	128	139	150	161
12,7	143	154	165	176	187	15,7	116	127	138	149	160
12,8	142	153	164	175	186	15,8	115	126	137	148	159
12,9	141	152	163	174	185	15,9	115	126	137	148	159
13,0	140	151	162	173	184	16,0	114	125	136	147	158
13,1	139	150	161	172	183	16,1	113	124	135	146	157

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
13,2	139	150	161	172	183	16,2	112	123	134	145	156
13,3	138	149	160	171	182	16,3	111	122	133	144	155
13,4	137	148	159	170	181	16,4	110	121	132	147	154
13,5	136	147	158	169	180	16,5	109	120	132	142	153
13,6	136	146	157	168	179	16,6	108	110	130	141	152
13,7	134	145	156	167	178	16,7	107	118	129	140	151
13,8	133	144	155	166	177	16,8	107	118	129	140	151
13,9	132	143	154	165	176	16,9	106	117	128	139	150

Попередній розрахунок кількості води, необхідної для отримання належної вологості (за даною вологістю крупки), визначають за формулою:

$$X = M \frac{(\hat{A} - \hat{a})}{100 - \hat{a}},$$

де: X – кількість води, потрібної для замісу, мл;

M – маса крупки, г;

B – кінцева вологість тіста, %;

b – вологість крупки, %.

Випресовування тіста. Коли тісто готове, відчиняють засувку і за допомогою місильних лопат переміщують тісто до камери для випресовування, де воно шнеком подається на матрицю і пресується в макарони. Перші вигнуті макарони завдовжки 5–7 см не придатні для подальших аналізів, тому їх обрізають і вибраковуюють.

Випресовані пасма макаронів поміщають на столі, розрізають на відрізки завдовжки 22 см і розміщують у касетах для сушіння.

Сушіння макаронів. У день виготовлення макаронів у камері термостата підтримують температуру 36°C і відносну вологість повітря до 80 %, отвори зверху термостата відчиняють. Після повного завантаження касет, у камеру термостата поміщають кювету з водою (1 л) кімнатної температури, вмикають вентилятор, один отвір закривають, інший – залишається відкритим: повітря надходить тільки крізь щілини у ковпачку. Наступного дня отвір наверху термостата закривають, працює вентилятор і підтримується температура 40°C. Активне сушіння макаронів проводять безпосередньо протягом 40 год., вологе

повітря з термостата за періодичного відкривання дверцят видалиться, відносна вологість його при цьому поступово знижується до 75 %. За цей час касети з макаронами чотири рази повертають на 180°C для рівномірнішого сушіння.

На третю добу сушіння вранці виливають воду з кювети і відключають нагрівання, але вентилятор продовжує працювати. До кінця робочого дня температура у термостаті поступово знизиться до 25–27°C, а відносна вологість повітря – до 65–70 %.

По закінченні сушіння макарони зв'язують у пучки і кладуть в ексікатор для відлежування. Кінцева вологість макаронів після відлежування має бути не більше 13 %. Сухі макарони оцінюють органолептично за забарвленням, використовуючи з цією метою підібрані еталони. Оцінку виражають у балах: 9 – жовте; 7 – кремове; 5 – світло-кремове (білувате) або жовте із буруватим відтінком; 3 – жовте або біле із коричневим відтінком; 1 – темне або біле із сіруватим відтінком.

Визначають вологість сухих макаронів. Для цього розмелюють 15 г макаронів, просівають крізь дротяне сито № 067, беруть наважку 10 г і висушують у сушильній шафі за температури 130°C протягом 40 хв. За різницею у вазі визначають відсоток вологи.

Після варіння макаронів органолептично визначають консистенцію, коефіцієнт розварювання, втрати сухої речовини. Для контролю зміни кольору за приготування, визначають колір зварених макаронів за тими ж показниками, що і сухих.

Визначення розварювання макаронів. В обох циліндрах приладу (рис. 39) для приготування макаронів перевіряють, чи закриті випускні крани та в кожний циліндр наливають по 1 л води. Вмикають електричне нагрівання, встановлюють реостат у положення «FULL». Циліндри закривають кришками (1) і за встановленим у них зондовим термометром (3) стежать, щоб вода досягла температури 98–99°C.

У цей час кладуть по 50 г сухих макаронів у металеві кошики приладу і закривають кришками. Для визначення об'єму сухих макаронів користуються

волюметром (4). Відкрутивши кришку (7), наливають близько 2 л води кімнатної температури, закручують кришку і за допомогою випускного краника (8) доводять рівень води до нуля. Потім волюметр повертають навколо осі на 180°C , щоб посудина (6) виявилась угорі, вода при цьому переливається в нижню посудину (5). У звільнену від води верхню посудину (6), попередньо знявши гвинтову кришку, вставляють кошик з макаронами і щільно закривають кришку посудини. Перевіряють, чи добре закрито краник.

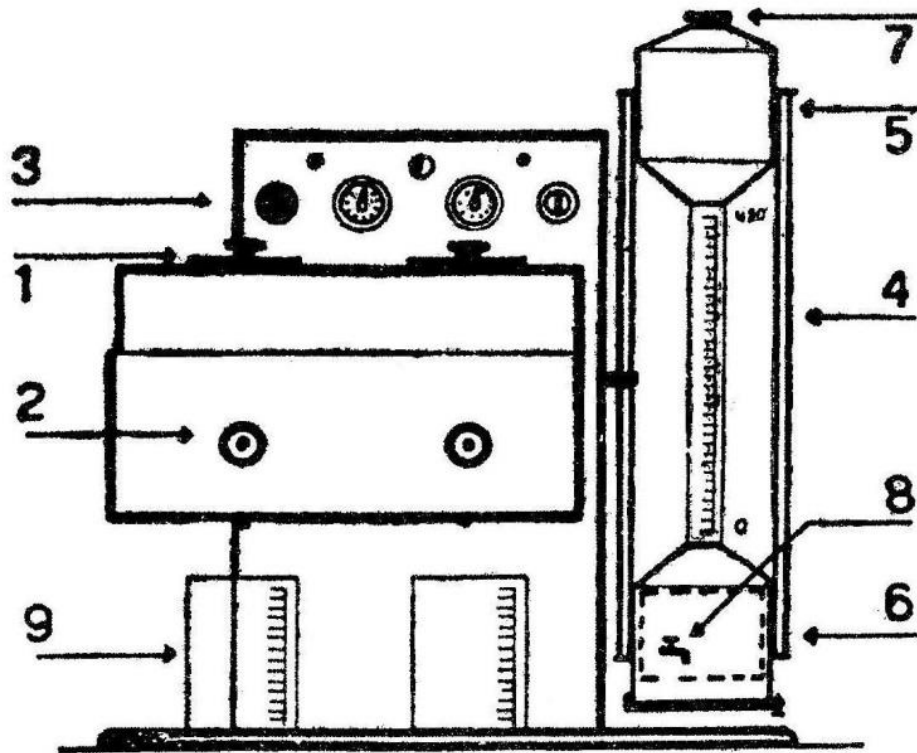


Рис. 39. Схематичне зображення приладу для варіння макаронів

Волюметр повертають, відпускаючи посудину (6) донизу, і стежать за повним зливом води в посудину з кошиком, потім прилад енергійно струшують для видалення повітря з трубок макаронів. Фіксують об'єм макаронів (вони не повинні довго перебувати у воді). Знову повертають посудину (6) із кошиком макаронів, відкривають кришку, виймають кошик і ставлять його в циліндр для приготування, де підтримується постійна температура $98\text{--}99^{\circ}\text{C}$. Готують макарони 20 хв. Для того, щоб макарони не злипалися, їх слід перемішувати

шпателем через 3 хв. від початку приготування. Через 20 хв. кошик з макаронами виймають із варочного циліндра за допомогою спеціальних щипців і залишають на 10 с над циліндром, щоб стекла вода.

Кошик із макаронами знову кладуть у волюметр і визначають об'єм варених макаронів. Після цього зварені макарони зважують. Коефіцієнт розварювання визначають як відношення об'єму варених макаронів до об'єму сухих, а також, відповідно, як відношення маси варених до маси сухих.

Визначення втрат сухої речовини. Для цієї мети за варіння встановлюють дві мірні посудини ємністю 1000 мл під циліндрами для варіння і в них за рівномірного помішування виливають воду, в якій варилися макарони.

Кількість води в посудинах доводять до 1000 мл. Збовтують вміст циліндра, щоб каламуть була рівномірною. За допомогою піпетки відбирають 50 мл розчину і переносять у порцелянову чашку. Спочатку розчин випарюють на водяній бані, потім залишок висушують у термостаті за 130°C до постійної маси. Втрати сухої речовини (X) у відсотках розраховують за формулою:

$$X = \frac{A \times 100}{B(100 - W)}$$

де: A – маса сухого залишку, г;

B – маса повітряно сухих макаронів, що відповідає 50 мл взятого для аналізів розчину, г;

W – вологість сухих макаронів, %.

Макарони за показниками якості оцінюють за дев'ятибальною шкалою (табл. 18).

Загальну оцінку в балах розраховують як середнє з наступних показників: забарвлення макаронів, втрати сухої речовини, коефіцієнти розварювання за масою і об'ємом (виражені у балах).

Таблиця 18

Шкала оцінки якості макаронів з крупки твердих пшениць

Показники	Бали				
	9	7	5	3	1
Забарвлення макаронів	жовте	кремове	світло-кремове (білувате) чи жовте з буруватим відтінком	жовте з коричневим відтінком	темне або біле з сіруватим відтінком
Втрати сухої речовини за варіння, %	5,9 чи менше	6,0–6,5	6,6–7,0	7,1–7,6	7,7 і більше
Коефіцієнт розварюваності макаронів за масою	3,0–3,2	3,3–3,5	3,6–3,8	3,9–4,2	4,3 і більше
Коефіцієнт розварюваності макаронів за об'ємом	3,1–3,5	3,6–3,8	3,9–4,1	4,2–4,4	4,5 і більше

1.15. Аналіз круп'яних і зернобобових культур

Плівковість – це відносний вміст квіткових плівок чи плодових оболонок у круп'яних і насінних оболонках у зернобобових видів, виражений у відсотках. Її визначають у всіх пробах рису, проса, гречки, вівса і пивоварного ячменю, що надійшли на аналіз до лабораторії. У пробах гороху плівковість визначають під час контрольних аналізів. Для цього відбирають дві паралельні наважки: рису – по 10 г, проса, гречки і вівса – по 5 г, ячменю – по 50 зерен, гороху – по 25 насінин кожна.

Зважують наважки й окремо квіткові плівки (плодових чи насінних оболонок) на технічних вагах з точністю до 0,01 г. Для контролю зважують і ядра.

Розходження результатів двох паралельних визначень плівковості не повинно перевищувати 1 %. За результат аналізу приймають середнє арифметичне двох паралельних визначень з точністю до 0,1 %.

Нижче наведено методи зняття плівок для різних видів зерна.

Порядок аналізу рису

Відокремлюють плівки рису за допомогою лабораторного лушильника «Satake». До початку аналізів необхідно відрегулювати робочий зазор між лушильними вальцями так, щоб за кожний пропуск через машину отримати найбільшу кількість обрушених ядер за найменшого їхнього дроблення і подрібнення плівок. Борошністі зерна рису слід лущити обережніше, ніж склоподібні. Величина зазору між вальцями 0,5–1,0 мм.

Хід аналізу:

1. Взяти дві наважки.
2. Увімкнути електродвигун приладу.
3. Засипати у приймальну воронку приладу наважку зерна.
4. Коли вся наважка пройде крізь лушильник, що видно через оглядове скло, вимкнути електродвигун.
5. Якщо за один пропуск усі зерна не обрушуються, роблять один-два додаткових пропуски через машину.
6. Плівки та ядра вивантажити зі збірників і зважити.

Порядок аналізу проса

Відокремлення плівок проса здійснюють на приладі ГДФ (рис. 40), принцип роботи якого полягає в багаторазовому пропусканні наважки між гумовими вальцями – швидкохідними і тихохідними – зі співвідношенням швидкостей, що дорівнює 1:2. Відокремлені від ядер плівки підхоплюються зустрічним струменем повітря й осідають у циклоні. Ядра і необрушені зерна повертаються на повторне лущення. Рециркуляція здійснюється до повного обрушення наважки.

Хід аналізу:

1. Взяти дві наважки зерна.

2. Увімкнути в мережу прилад ГДФ, натиснути кнопку «пуск» і засипати наважку в приймальний бункер. Засувка збірника ядер розташована в лівому положенні.

3. Момент закінчення лушення визначити за припиненням осідання лушпиння в скляному збірнику. Переключити засувку збірника ядра праворуч і натиснути кнопку «стоп». Ядра накопичуються в ящику-збірнику.

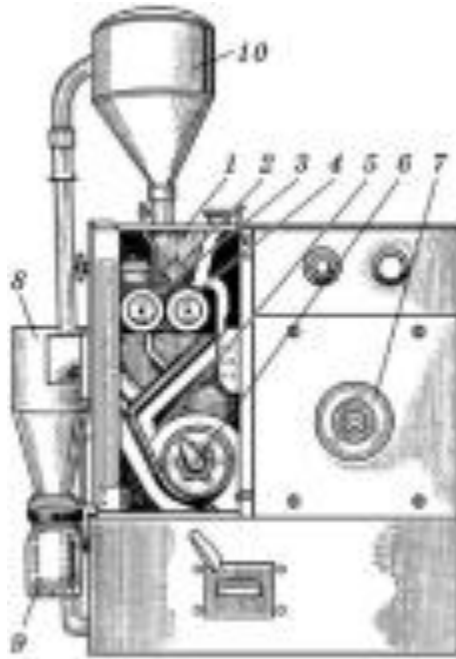


Рис. 40. Лабораторний луцильник зерна півчастих культур ГДФ-1М:

1– корпус; 2 – живильний валик; 3 – швидкохідний гумовий валик; 4 – тихохідний гумовий валик; 5 – пневмо- канал; 6 – вентилятор для відсівання луски; 7 – вентилятор подачі зерна; 8 – циклон; 9 – збірник пльок; 10 – завантажувальна камера

4. Додатково увімкнути пневмосистему кнопкою «пуск» на 5–10 с для видалення залишків продуктів і вимкнути прилад.

5. Видалити й окремо зважити плівки і ядра.

Порядок аналізу гречки

Плодові оболонки відокремлюють на приладі ВПГ-1, принцип роботи якого полягає в багаторазовому стискуванні плодів при ударах об жорстку

поверхню деталей лушильника з одночасним розділенням продуктів лущення у струмені повітря.

Хід аналізу:

1. Взяти дві наважки зерна.

2. Увімкнути прилад у мережу і засипати наважку в приймальний бункер.

Важіль поставити у положення «робота».

3. Натиском важеля відкрити вхідний отвір і засипати наважку в робочу зону.

4. Прилад, установлений на постійну експозицію оброблення 60 с, після закінчення цього часу автоматично вимикається, і крупно подрібнене лушпиння в суміші з часточками ендосперму висипається на верхнє сито. Декілька разів повернути важіль у положення «вивантаження».

5. Вийняти з приладу комплект сит, вкладених одне в одне і струшуванням вручну розсіяти різні за розміром частинки. Зсипати з верхнього сита чисте лушпиння, а з наступних сит вибрати дрібні частки плівок і приєднати їх до основної маси лушпиння (іноді на дні також опиняється деяка кількість шматочків плівок).

6. Зважити все зібране лушпиння.

7. Визначити плівковість за формулою:

$$P = \left(\frac{M}{M_1} + 0,013 \right) \times 100,$$

де: P – плівковість, %;

M – маса плодових оболонки, г;

M_1 – маса вихідної наважки, г;

0,013 – інструментальна поправка приладу на втрати.

Порядок аналізу ячменю

В основі методу визначення плівковості ячменю лежить спосіб відокремлення квіткових плівок від поверхні зерна після їхнього відшарування в результаті розчинення лугом клеючої речовини.

Хід аналізу:

1. Відібрати дві проби по 50 зерен з непошкодженими квітковими плівками, кожну пробу зважити.

2. Зерна висипати у пробірки, залити 10 мл 3 % розчину NaOH кімнатної температури і витримати без нагрівання 75 хв. Потім злити лужний розчин, перенести зерна в воронку з сітчастим дном і промити під струменем холодної води. Оброблені таким чином зерна покласти у чашки Петрі (чи іншу зручну ємність) і залити невеликою кількістю води, щоб запобігти підсиханню.

3. Обережно зняти пінцетом плівку, спочатку зі спинного, а потім з червонного боків зерна.

4. Плівки від кожної проби помістити в бюкси і сушити за температури 130°C 40 хв. або за температури 105 °C 3 год. Одночасно висушують 12 підготовлених проб або 6 сортозразків. Під час оброблення оболонка втрачає в середньому 1/12 частину маси. Це враховують за обчислення.

5. Висушені плівки охолоджують в ексікаторі і зважують.

6. Паралельно визначають вологість наважки зерна, що аналізують.

Підрахунок проводять за формулою:

$$P_g = \frac{M_1}{M_2} \times 100 + \left(\frac{M_1 \times 100}{M_2 \times 12} \right),$$

де: P_g – плівковість ячменю на повітряно-сухе зерно, %;

M_1 – маса висушених плівок (оболонок), г;

M_2 – маса 50 зерен ячменю в пробі, г.

Примітка: дослідями встановлено, що різницею маси плівок між абсолютно сухою і повітряно-сухою можна знехтувати.

Плівковість на абсолютно суху речовину обчислюють за формулою:

$$P_{a.p.} = \frac{P_n - 100}{100 - W},$$

де: $P_{a.p.}$ – плівковість на абсолютно суху речовину, %;

W – вологість проби, %;

P_n – плівковість на повітряно-сухе зерно.

Порядок аналізу вівса

Квіткові плівки вівса відокремлюють вручну: кожне зерно, взяте з призначеної для визначення плівковості наважки, затискають між великим і вказівним пальцями лівої руки. Кінцем препарувальної голки, яку тримають у правій руці, натискають на зерно з червеного боку біля зародка і виштовхують ядро з плівки. Цілісність ядра і плівки при цьому не порушується.

Порядок аналізу гороху

Відокремлюють насінні оболонки вручну. Для виконання аналізу потрібно:

1. Очистити 2 проби насіння по 25 шт. кожна.
 2. Замочити проби в дистильованій воді за температури близько 80°C, щоб вода повністю вкривала насіння.
 3. Через 1–1,5 години злити воду й обережно зняти препарувальною голкою насінну оболонку, намагаючись не відломити зародок.
 4. Насінні оболонки й облущені сім'ядолі (по кожній пробі окремо) покласти в таровані бюкси і поставити в сушильну шафу, нагріту до температури 130°C. Сушити до постійної маси: оболонки – 40–60 хв., сім'ядолі – 4–6 год.
 5. Після охолодження в ексікаторі зважити оболонки і сім'ядолі.
- Плівковість гороху (абсолютно сухого) обчислюють за формулою:

$$P = \frac{M_1}{M_1 + M_2} \times 100$$

де: P – плівковість гороху, %;

M_1 – маса насінних оболонок після сушіння, г;

M_2 – маса сім'ядолей після сушіння, г.

1.16. Визначення крупності та вирівняності зерна

Крупність і вирівняність за шириною і товщиною зерна круп'яних і зернобобових видів визначають за допомогою розсійників-класификаторів різноманітної конструкції (рис. 41). Проби зерна просівають крізь набір штампованих сит з отворами різного розміру та форми.



Рис. 41. Розсійник лабораторний

Розміри отворів сит зменшуються за величиною від верхніх до нижніх (табл. 19, 20).

Таблиця 19

Набори сит для визначення крупності і вирівняності зерна

Види	Форма отворів сит	Розміри отворів сит (діаметр або ширина), мм							
		3	4	5	6	7	8	9	10
1	2								
Просо	видовжені (довжина 20 мм)	2,0	1,9	1,8	1,7	1,6	1,5	1,4	1,2
Гречка	круглі	4,8	4,5	4,2	4,0	3,8	3,6	3,4	3,2

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Рис	—«»—	4,0	3,8	3,0	—	—	—	—	—
Кукурудза кремениста і зубовидна	—«»—	10,0	9,0	8,0	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0
Кукурудза розлусна	—«»—	5,0	4,5	4,0	3,5	3,0	—	—	—
Горох	—«»—	9,0	8,0	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0	—
Сочевиця	—«»—	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0	4,5	4,0	3,5
Чина, нут, квасоля	—«»—	10,0	9,0	8,0	7,0	6,5	6,0	5,5	5,0
Ячмінь	видовжені (довжина 20 мм)	2,8	2,5	2,2	—	—	—	—	—
Овес	—«»—	2,3	2,0	1,8	—	—	—	—	—

Таблиця 20

**Таблиця еквівалентних номерів капронових, шовкових і
металотканих сит**

Капронові, ГОСТ 1746-71		Шовкові						Металоткани		
номер сита	розмір отворів, мкм	швейцарська система, № сита	полегшені ГОСТ 4403- 91		швейцарська система, № сита	обважені ГОСТ 4403- 91		швейцарська система, № сита	ГОСТ 3924-74 і ГОСТ 6613-86	
			номер сита	розмір отворів в, мкм		номер сита	розмір отворів , мкм		номер сита	розмір отворів, мкм
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
—	—	—	7	1250	—	—	—	—	1,25	1250
—	—	—	—	—	18	71	1150	—	1,2	1200
7	1093	—	—	—	—	—	—	—	—	—
8	1013	—	—	—	22	80	1000	—	1	1000
—	—	—	9	900	24	90	900	—	09	900
9	874	—	—	—	—	—	—	—	085	850
—	—	—	—	—	26	100	800	—	08	800
10	763	—	—	—	—	—	—	30	075	750
—	—	—	11	710	30	110	710	—	07	700
11	677	—	—	—	—	—	—	—	067	670
—	—	—	—	—	32	120	630	36	063	630

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
76	82	20	73	80	–	–	–	–	008	80
–	–	25	76	71	–	–	–	–	0071	71

Крупність характеризують за розмірами отворів двох суміжних сит, на яких за сортування залишилась найбільша кількість зерна. Її виражають у міліметрах двома числами. На першому місці записують розмір сита, сходом з якого отримана найбільша фракція.

Вирівняність обчислюють у відсотках як суму сходів двох суміжних найбільших фракцій до наважки (з точністю до 0,1 %).

Марка розсійника, величина наважки і час просіювання для різних культур наведено в табл. 21.

Таблиця 21

**Величина наважки, час просіювання окремих видів
зерна і марка розсійника**

Види	Наважка, г	Час, хв	Марка розсійника
Просо	250	5	«КРЛ-1»
Гречка	500	8	–«»–
Рис	100	5	–«»–
Кукурудза, горох, квасоля, чина, нут	100	3	–«»–
Сочевиця	200	3	–«»–
Ячмінь	100	5	Розсійник Фогеля «ЯКТА К-294»
Овес	500	5	–«»–

Порядок роботи на розсійниках різних марок подібний і полягає в наступному:

1. Зважити пробу зерна. Всі види аналізують в одному повторенні, ячмінь – у двох.
2. Помістити наважку на верхнє сито набору, складеного відповідно до таблиці 17. Закрити розсійник кришкою, закріпити сита й увімкнути двигун.

3. По закінченні заданого часу розсійник зупинити (прилади з автоматичним пристроєм типу «КРЛ-1» зупиняються автоматично), зсипати по черзі у лоток схід з кожного сита і зважити з точністю до 0,1 г. Прохід нижнього сита розраховують окремо, його відносять до відходів і на крупу не переробляють.

Приклад розрахунку крупності та вирівняності. За сортування 500 г гречки найбільшу кількість насіння отримано з сит з діаметром отворів 4,5 мм (300 г) і 4,2 (160 г). Крупність у цьому випадку складає 4,5–4,2 мм, вирівняність $\frac{(300+160) \times 2}{10} = 92$ %. Якщо сортова наважка дорівнює 100 г, сума двох суміжних сходів у грамах відповідає вирівняності зерна у відсотках.

1.17. Визначення типового складу зерна круп'яних і зернобобових видів та аналіз зерна

Для виявлення в сортах домішок зерна іншого типу слід давати опис зовнішнього вигляду проб, які аналізують. Проба, що містить понад 10 % зерен (насінин) іншого типу, не може характеризувати сорт і оцінці якості не підлягає.

Форму зерна і забарвлення квіткових плівок (насінних чи плодових оболонок) визначають візуально, співставляючи з еталонами зерна. Відповідно до діючих стандартів і ботанічних описів прийнято наступні визначення (табл. 18).

Забарвлення насіння **гороху** залежить від забарвлення сім'ядолей, які просвічуються через прозору насінну оболонку і може бути жовто-рожевим чи зеленим з різними відтінками.

Забарвлення насінних оболонок **квасолі** може бути однотонним: білим, червоним, коричневим, оливковим тощо (з відтінком від світлого до темного) чи з малюнком: темний малюнок на світлому фоні і навпаки. Відповідно до ДСТУ **8672:2016 Квасоля продовольча. Технічні умови** за формою насіння розрізняють 6 підтипів білої квасолі: бомба, перловка, овальна, змійка, рачки,

лопата; чотири підтипи кольорової однотонної і два підтипи кольорової строкатої.

Продовольчий **нут** має насіння від білого до жовто-рожевого забарвлення, за формою насіння на підтипи його не поділяють.

Тарілочну **сочевицю** за забарвленням поділяють на три підтипи: зелена темних відтінків, світло-зелена і з неоднорідним забарвленням.

Крім вказаних ознак, які встановлюють за зовнішнього огляду зерна, в деяких круп'яних видів визначають додатково індивідуальні анатомо-морфологічні особливості будови, які можуть прямо чи опосередковано впливати на технологічні властивості сортів.

Таблиця 22

Опис форми та забарвлення зерна

Види	Форма зерна, інші ботанічні особливості	Забарвлення зерна
Просо	шаровидне, овальне, видовжене	біле, кремове, жовте, червоне, коричневе, сіре (всі кольори можуть бути з відтінком від світлого до темного); двокольорове зерно – кремове з червоним бочком
Рис	округле, видовжене широке, видовжене вузьке; з остюками, безосте, із зачатками остюків	солон'яно-жовте, золотисте, коричневе, двокольорове забарвлення – грані коричневі чи темно-бурі, а ребра – солон'яно-жовті, усі кольори можуть мати відтінки від світлого до темного
Гречка	тригранне – округле чи видовжене, веретеноподібне, крилате, безкриле; з плескатими, опуклими, увігнутими гранями	буре, коричневе, сіре (сріблясте), чорне; однотонне чи з малюнком у вигляді крапок, штрихів, плям
Овес	товстоплідне, середньоплідне, тонкоплідне, проміжної форми; безосте, остисте, із слабо розвиненими остюками	біле і жовте різних відтінків

Зерновий аналіз рису. Велике значення за переробки зерна рису має форма зернівки, склоподібність (щільність) ендосперму, наявність червоних, зелених і крейдяних зерен.

У робочих бланках аналізу вказують форму зерна, колір плівок, наявність чи відсутність остюків (табл. 22). Визначають уміст червоних, зелених і глютинозних зерен під час розбирання наважки лушеного рису, що залишилася після визначення плівковості (дві наважки обрушеного рису змішують і відбирають для аналізу 10 г). На розбірній дошці відокремлюють вручну всі червоні (червонувато-коричневі), зелені (всіх відтінків), крейдяні і глютинозні зерна, зважують окремо з точністю до 0,1 г і обчислюють їх уміст у відсотках до взятої наважки з точністю до 0,1.

До крейдяних відносять зерна з борошністим деформованим ядром, що нагадує на зламі крейду; за натискання вони легко руйнуються. Глютинозні зерна відрізняють від борошністих за характером розрізу, вони набагато щільніші за останні, в розрізі стеариноподібні, однорідні за кольором, без борошністого чи склоподібного вкраплення.

Для визначення склоподібності з тієї самої наважки після перемішування відраховують поспіль 100 цілих зерен і розрізають кожне лезом бритви впоперек посередині. Зерна за характером розрізу відносять до однієї з трьох груп використовуючи діафаноскоп ДСЗ-3 або інші сучасні моделі приладу (рис. 42):



Рис. 42. Діафаноскоп «ЯНТАРЬ»

- склоподібне зерно – з повністю склоподібним ендоспермом;
- борошнисте зерно – з повністю борошнистим ендоспермом;
- частково склоподібне зерно – з частково борошнистим чи частково склоподібним ендоспермом.

Підраховують їхню кількість за типом зерна у відсотках. Крім того, обчислюють загальну склоподібність, яка складається із суми всіх склоподібних і половини частково склоподібних зерен у відсотках. Обчислення загальної склоподібності зерна здійснюють з точністю до десятих часток відсотка з наступним заокругленням результату до цілого числа.

Вимірювання довжини і ширини зерен рису мікрометром
Вимірювання довжини і ширини зерен рису мікрометром (рис. 43). Для визначення типу рису за формою зерна потрібно заміряти довжину і ширину зерен у квіткових плівках чи без них (ядер). Товщину не вимірюють.



Рис. 43. Мікрометр TOPEX 31C629

Порядок роботи. З наважки, що залишилася після визначення плівковості, відраховують поспіль 20 ядер. Кожне ядро беруть пінцетом і затискають спочатку по осі найбільшого, а потім середнього розміру – між штифтом і основою спеціального мікрометра, який фіксує розмір у мм з точністю до 0,01. Обчислюють середню довжину і ширину ядер. Визначають відношення довжини

до ширини. Результат записують з точністю до 0,1 %. Аналогічно вимірюють довжину і ширину зерен у квіткових плівках.

Зерновий аналіз проса. Із проб проса, надісланих до лабораторії на технологічний аналіз, виділяють наважку зерна 50 г для аналізу. При цьому визначають форму зерна і забарвлення квіткових плівок (табл. 22).

Крім цього, встановлюють типовий склад і вміст обрушеного зерна. Для визначення типового складу зерна з наважки 10 г вилучають вручну зерно основного типу, домішки інших типів і обчислюють їхній вміст. З цієї ж наважки відбирають обрушені ядра і записують їх уміст у відсотках. Уміст зерна з пошкодженим під плівкою ядром встановлюють одночасно з визначенням плівковості.

Для цього аналізу використовують обидві наважки ядер після визначення плівковості зерна на луцильнику «ГДФ». На розбірній дошці з обрушеної наважки виділяють пошкоджені ядра, зважують і обчислюють їх уміст у відсотках.

Під час проведення аналізу можуть виникати сумніви щодо правильності віднесення того чи іншого ядра до пошкодженого, особливо, якщо воно забруднене. В цьому випадку наважку ядер кладуть на годинникове скло й наносять на нього 5–10 мл 96-градусного етилового спирту або денатурату. При цьому всі пошкоджені ділянки ядра миттєво темнішають, а здорові не змінюють свого жовтого забарвлення.

Аналіз зерна гречки та вівса. Зерно, що залишилось у стаканчику після відбирання наважки на плівковість, не зважуючи, висипають на аркуш паперу й визначають форму та забарвлення відповідно до табл. 22.

Визначення типового складу насіння бобових видів. Для аналізу насіння використовують наважки, відібрані для визначення його крупності й вирівняності. Насіння кожної проби ретельно оглядають і, співставляючи з еталонами, визначають їхню форму, забарвлення оболонок чи сім'ядолей (якщо оболонки прозорі), а також відмічають сортові особливості проб (забарвлення рубчика насінин тощо).

Вирівняність насінин кvasолі за довжиною визначають за допомогою спеціального пристрою, що являє собою жерстяну коробку, розділену поперечними перетинками на 16 комірок, ширина яких зменшується від першої до останньої на 0,5 мм кожна. Насінину кvasолі беруть пінцетом і проносять по довжині над кожною коміркою коробки, опускаючи її у відповідну за розміром. Передня стінка коробки знімається, висуваючи її зверху, можна витягнути насіння з кожної комірки й порахувати його. Для вимірювань беруть дві проби по 25 насінин. Щоб визначити вирівняність кvasолі за довжиною, суму насінин двох найбільших суміжних фракцій у штуках множать на 4.

Визначення тріщинуватості рису. Тріщинуватість рису, викликана несприятливими умовами збирання, зберігання чи неправильним сушінням, погіршує його технологічні якості. Наявність тріщин у зернівці рису ускладнює його перероблення і знижує вихід найціннішого виду готової продукції – цілого ядра.

Порядок роботи. Тріщинуватість рису визначають за допомогою приладу діафаноскопу. Для цього після визначення плівковості з наважки відраховують 100 ядер, які кладуть у прорізи пластини діафаноскопу. У прохідному світлі приладу підраховують зерна з видимими однією чи більше тріщинами в ендоспермі, кількість таких зерен виражають у відсотках.

1.18. Методики визначення виходу крупів

Проби зерна круп'яних видів, що надходять до лабораторії, переробляють на лабораторних машинах на крупи, що відповідає вимогам державних стандартів на цей вид продукції. Переробляють за технологічними схемами, близькими до виробничих у відповідності з «Правилами організації та ведення технологічного процесу на круп'яних підприємствах». Завданням лабораторного перероблення зерна є отримання круп з найбільшим вмістом цілого ядра за найкращого оброблення його поверхні.

Процес лабораторного перероблення більшості круп'яних (риса, проса, вівса, ячменю) і гороху складається з двох основних етапів: луцення чи видалення квіткових (у гороху – насінних) оболонки і шліфування, тобто зняття тонших, щільно прилеглих до ендосперму плодкових і насінних оболонки, а також більшої частини зародка і деякої частини алейронового шару. Видалення зародків у 80 % ядер може служити одним з показників достатнього шліфування крупи. У вівса за шліфування видаляють, крім того, волоски на поверхні ядра. У гречки виробництво крупи включає тільки луцення – видалення плодкових оболонки.

Рис. Рисові крупи, відповідно до ГОСТ 6292-93 «Крупа рисова. Технічні умови», являють собою оброблені на шліфувальній машині зерна лущеного рису, в яких шорстка поверхня й від білого до кремового забарвлення. Допускаються поодинокі зерна з кольоровими відтінками та червоними смужками. Нелущених зерен у крупах допускається не більше 3 шт. у наважці зі 100 г зерна.

Крупи, отримані за лабораторного оброблення рису, містять як цілі, недроблені ядра, так і частки ядра різного розміру, що не пройшли крізь сито з отворами діаметром 1,5 мм.

Крім крупи, продуктом перероблення рису є кормова мучка, що утворюється у процесі шліфування. До відходів відносять прохід крізь сито з отворами діаметром 3 мм, що виділяється під час визначення крупності і вирівняності зерна, а також плівки.

Перероблення. Наважка зерна, що надходить на робочі органи лущильника під дією гумових валків, що обертаються назустріч один одному з різною швидкістю, піддається нетривалому стисканню і зсуву, що викликає розмикання плівок, які охоплюють ядро, але не зрослися з ним. У системі аспірації плівки відсмоктуються, після цього ядро повертається пневмотранспортером у збірник-циклон. Шліфування ядра відбувається під дією на нього абразивної поверхні конічного барабану, сітчастої обічайки і взаємного тертя ядер між собою. Шліфувана крупа через пневмотранспортер вертається в той же збірник-циклон.

Час луцення і шліфування залежить від особливостей сорту, а також стану наважки, і встановлюється індивідуально.

Технологічна схема

1. Із проби відібрати дві наважки масою по 100 г.
2. Встановити у гніздо луцильника збірник плівок із сітчастим дном і боковими стінками з сітчастими вікнами.
3. Засипати наважку рису в збірник-циклон і встановити його над бункером луцильника.
4. Повернути вмикач і тумблер у положення «увімкнено».
5. Установити на реле тривалість часу в секундах, необхідну для луцення наважки.
6. Натиснути кнопку «пуск», потім «цикл» (сигнальна лампа гасне).
7. Коли цикл луцення закінчується (сигнальна лампа спалахує), повернути бункер з наважкою лушеного рису, встановити його над завантажувальним отвором шліфувального постапу.
8. Через 10–15 с натиснути кнопку «стоп».
9. Установити перехідник (без дна). Плівки зсипати на лоток.
10. Установити на реле часу потрібну для шліфування тривалість.
11. Натиснути кнопку «пуск», потім «цикл» (лампочка погасне). Цикл шліфування закінчується в момент спалаху сигнальної лампочки. Відразу ж натиснути кнопку «стоп».
12. Знову увімкнути прилад і через 10–15 с натиснути кнопку «стоп».
13. Повернути збірник-циклон для розвантаження, відкрити заслінку та вивантажити наважку на лоток.
14. Просіяти крупу крізь сито з отворами діаметром 1,5 мм для відокремлення дробленки (мучки).
15. Зважити шліфовані крупи.
16. Аналогічно переробити другу наважку. Після перероблення двох наважок вивантажити і зважити плівки.

17. Очистити прилад, об'єднати і зважити всю мучку, яка пройшла крізь сітчасту обичайку за шліфування, з торбочки аспіратора, вибрану з середини приладу (йоржом), прохід крізь сито 1,5 мм, зметену зі столу.

За результат аналізу приймають середнє значення двох визначень. Допускається розбіжність між їхнім значеннями щонайбільше 1 %. Якщо різниця перевищує 1 %, слід відібрати й переробити третю наважку рису і взяти середнє значення двох найближчих показників.

Контроль шліфування. Крупи, отримані після шліфування, мають бути рівномірного білого (до кремового) кольору, без залишків плодових і насінних оболонок на поверхні.

Допускаються поодинокі ядра з кольоровими смужками. Основна маса ядер не повинна містити зародка (на його місці помітні заглиблення).

Процес шліфування не має давати багато подрібнених ядер. За шліфування наважки, що містить велику кількість ядер з тріщинами чи сортів з крихким ендоспермом, абразивний конус шліфувального барабану слід піднімати, наближаючи до нього гальмівні колодки з еластичної м'якої гуми.

Просо. З проса виробляють пшоно, що відповідає вимогам ГОСТ 572-60 «Крупа пшено шлифованное». Пшоно високої якості має бути яскраво-жовтого кольору, ендосперм склоподібної структури. Вміст пошкоджених ядер у крупах не має перевищувати 0,5 %, нелущених зерен – 0,4 %, кількість битих ядер – 1 %. Битими вважаються ядра, що проходять крізь дротяне сито № 056. За оцінки якості сортів проса перевага надається сортам з крупним зерном округлої форми й середнім вмістом плівок. Таке зерно легко піддається переробці, дає високий вихід пшона.

Перероблення. Переробляють просо на крупу на луцильно-шліфувальній установці «ЛУП-1М». Між гумовими валками луцильного органу відбувається нетривале затискання зерна і зсув квіткових оболонок, що вільно охоплюють ядро і з'єднуються з ним тільки в одній точці – рубчику. Система аспірації поділяє отриманий продукт на ядра й лушпиння з домішками пилоподібних часток. Шліфують ядра проса аналогічно до процесу шліфування рису,

описаного вище. Поверхня добре шліфованого пшона матова, вкрита тонким шаром мучелі, у 70–80 % ядер на місці зародка видно заглиблення. За достатнього шліфування з поверхні ядер знімається 4–5 % мучки. Лущення і шліфування на «ЛУП-1М» ведуть без поділу наважки на фракції за крупністю.

Технологічна схема

1. Установити ємність для плівок із сітчастим дном і боковими стінками.
2. Засипати наважку проса 50 г у бункер-циклон і встановити його над лійкою лущильника.
3. Повернути ручку вимикача у положення «увімкнено». При цьому спалахує лампочка.
4. Установити важіль перемикача швидкостей лущильника в належне положення (одноразова операція).
5. Установити на реле часу тривалість, необхідну для лущення (60 с або більше, якщо погане зерно).
6. Натиснути кнопку «пуск», увімкнути електродвигун приводу вентиляторів.
7. Повернути ручку перемикача праворуч від нейтрального положення для увімкнення лущильника.
8. Підняти важіль перемикача «цикл» догори й відразу ж відпустити. Спалахує лампочка циклона, відкривається заслінка бункера-циклона.
9. По закінченні циклу лущення лампочка гасне. Бункер-циклон з наважкою лущеного проса встановити над засипною лійкою шліфувального поставу.
10. Через 3–5 с натиснути кнопку «стоп».
11. Установити замість ємності для плівок з сітчастими вікнами проміжну ємність (без дна).
12. Установити на реле часу тривалість, необхідну для шліфування проса (60–80 с).
13. Натиснути кнопку «пуск».

14. Повернути ручку перемикача ліворуч від нейтрального положення, вмикаючи шліфувальний постав.

15. Установити ручку перемикача «цикл» догори, через 2–3 с відпустити рукоятку.

16. Коли час циклу минає, заслінка автоматично закривається, двигун шліфувального поставу вмикається і пшоно збирається в бункері-циклоні.

17. Натиснути кнопку «стоп».

18. Повернути циклон у положення для вивантаження, вручну відкрити заслінку і вивантажити крупи у відповідну ємність.

19. Зважити крупи на технічних вагах з точністю до 0,01 г.

20. Аналогічно переробити другу наважку. Після перероблення двох наважок вивантажити половину зі збірника, зважити.

Вихід пшона визначають як середнє арифметичне з результатів двох повторень у відсотках до взятої наважки. Очистити машину і зважити мучку.

Контроль шліфування: щоденний – за мучкою, періодичний – за забарвленням ядер. Ступінь шліфування пшона контролюють методом фарбування. Наважку шліфованих ядер спочатку поміщають на 1,5 хв. у 0,025 % розчин метиленової синьки в етиловому спирті, потім двічі промивають струменем холодної води і на 3 хв. занурюють у 0,5 % водний розчин червоного конго. Після цього розчин зливають, а ядра знову промивають під струменем води і висушують на повітрі (або між аркушами фільтрувального паперу). При цьому ендосперм забарвлюється в червоний колір, а оболонки, що залишилися – у синій. На добре шліфованому пшоні помітні лише поодинокі сині крапки.

Гречка. Гречані крупи мають відповідати вимогам ДСТУ 7697:2015 «Крупи гречані. Технічні умови». Отриманий продукт складається з ядриці і проділу. Ядриця – це ядро гречки, звільнене від плодових оболонок, неколоте, яке не проходить крізь сито $1,6 \times 20$ мм. Проділ – частки розколотого у процесі перероблення ядра, що проходять крізь металоткане сито № 08. За оцінки якості сортів гречки перевага надається сортам з крупним вирівняним зерном.

Перероблення. Плодові оболонки відокремлюють шляхом нетривалого затискання і зсуву. Цей процес здійснюється у вальцедековому приладі «ЛВС-1» із серповидною робочою зоною та регулярним зазором між вальцем і декою. Величина робочого зазору залежить від крупності перероблюваної фракції і має бути на 0,1 мм меншою за діаметр отворів сита, сходом з якого отримана перероблювана фракція зерна. Лущення виконують пофракційно, починаючи з найкрупнішої.

Продукти лущення з робочої зони потрапляють у напрямний коливний лоток, на якому відбувається їхнє самосортування, в результаті цього плівки і мучка концентруються переважно у верхньому шарі. У розширеному стані продукти попадають у розширювальну камеру, де під дією висхідного струму повітря полова і мучка відсмоктуються і спрямовуються в осаджувальну камеру, а ядра й необрушені зерна падають у збірник.

Ефективність лущення гречки на «ЛВС-1» залежно від крупності фракції коливається в значних межах. Після лущення наважка складається з суміші обрушених і необрушених зерен, тому перероблення ведуть з проміжним відбиранням ядер.

Нелущені зерна гречки відбирають від ядриці і дрібніших продуктів лущення шляхом сортування на ситах з отворами на 0,2–0,3 мм менше діаметра отворів сит, що характеризують крупність даної фракції. При цьому нелущені зерна йдуть сходом, а ядриця і проділ – проходом. Обрушені ядра відокремлюють після кожного пропуску фракції крізь вальцедековий станок, а необрушені спрямовують на повторне оброблення; для лущення кожної фракції потрібно зробити від 3 до 15 пропусків. У кожній фракції допускається залишок кількох необрушених зерен, які приєднуються для лущення до наступної фракції. За лущення найдрібнішої фракції наважки лишається необроблений рудяк (кормові відходи), кількість якого не повинна перевищувати 1 %.

Технологічна схема

1. Зважити пробу масою 500 г.

2. Установити на розсійнику «КРЛ-1» сита в порядку зменшення (за розміром), засипати наважку на верхнє сито, закрити розсійник кришкою й закріпити його з ситами.

3. Увімкнути розсійник на 8 хв.

4. Після сортування зняти кришку і зсипати зерно, починаючи з верхнього сита, окремо у відповідні ємності. Кожну фракцію окремо зважити і записати масу в робочий бланк.

5. Підготувати фракції зерна для луцення, дотримуючись наступних правил:

– якщо верхня фракція не перевищує 80 г, її слід з'єднати з наступною фракцією;

– схід із сита 4,2 мм переробляють завжди окремо;

– сходи з сит 4,0 і 3,8 мм об'єднують;

– об'єднують також сходи з сит 3,6 і 3,4 мм;

– схід із сита 3,2 мм луцять окремо.

6. Встановити поворотним лімбом робочий зазор «ЛВС-1» за розміром фракції.

7. Натиснути кнопку «пуск».

8. Засипати зерно у приймальний бункер, найкрупніше зерно зсипати з лотка поступово.

9. Після проходження всієї фракції між вальцем і декою, що спостерігається через скло, натиснути кнопку «стоп».

10. Висипати наважку зі збірника на відповідне сито, відсіяти обрушене зерно від необрушеного й останнє повернути на повторне оброблення. Врахувати кількість пропусків.

11. Описаний у пп. 6–10 процес повторювати для кожної фракції.

12. Наприкінці перероблення наважки все обрушене зерно зсипати разом і просіяти крізь сито $1,6 \times 20$ мм для відокремлення ядриці від проділу.

13. Зважити окремо ядрицю і проділ.

14. Очистити станок йоржиком усередині, щіткою – зовні, зібрати мучку.

15. Полову з приймального просіяти крізь металоткане сито № 08 і отриману проходом мучку з'єднати з мучкою за п. 14.

16. Зважити мучку й полови.

Контроль за виконанням аналізу полягає у візуальному огляді всіх продуктів перероблення: у полові не має бути цілих зерен і ядер гречки, у крупах – часток полови.

Ячмінь круп'яний. У лабораторії виробляють перлові п'ятимірні крупи, що, відповідно до ДСТУ 7700:2015 Крупи ячмінні. Технічні умови, являє собою повністю звільнене від квіткових плівок і добре відшліфоване ядро.

Перлові крупи гарного товарного вигляду, з добрим розварюванням можна отримати тільки за перероблення борошністого або напівсклоподібного ячменю, достатньо крупного, добре вирівняного за розміром, з жовтими оболонками різного відтінку і сприятливою для перероблення формою. Зерна ячменю з синьо-зеленими чи коричневими оболонками для виробництва круп використовувати не слід, тому що добру білу крупу з нього можна отримати тільки за посиленого шліфування, що пов'язане з великими втратами сировини та енерговитратами. Забарвлення насінних оболонок можна встановити тільки за лущеним зерном (пенсаком).

Перероблення. Особливістю будови зерна ячменю є зростання квіткових плівок з плодовими оболонками по всій його поверхні. Щільно з'єднані з ендоспермом оболонки ячменю, на відміну від оболонок інших круп'яних (риса, проса, гречки, вівса), потребують значних зусиль для їхнього видалення. Висока міцність ядра та наявність глибокої борозенки потребують особливої схеми перероблення зерна на крупи.

Лущення і шліфування досягають послідовним стиранням у лабораторній машині (голендері) периферійних шарів – квіткових, плодових і насінних оболонок, частково – алейронового шару й верхніх шарів ендосперму. Це досягається дією на зерно абразивного барабана та металічної обечайки, а також взаємним тертям зерен.

За шліфування гострі грані крупинок заокруглюються, крупа набуває світлого рівномірного забарвлення.

Крупа № 1 і 2 має видовжену форму, № 3, 4 і 5 – кулясту. В перлових крупах № 1 і 2 недодертими вважаються ядра, що мають поза борозенкою залишки квіткової плівки більш, ніж на чверті поверхні зерна. Крім круп, за лабораторного перероблення ячменю отримують 50–60 % мучелі, що відокремлюється у вигляді проходу крізь дротяне сито № 059. Уміст часток ядра у мучиці має не перевищувати 5 %.

Перед переробленням проби від неї відокремлюють дрібне зерно – прохід сита з отворами $2,2 \times 20$ мм, що не йде на перероблення.

Відповідно до правил ведення технологічного процесу на крупозаводі ячмінь переробляють на перлові крупи покращеної якості, вихід якої складає близько 40 %.

Під час шліфування слід мати на увазі, що схід із верхнього сортувального сита з діаметром отворів 3,5 мм являє собою ще не крупи, а так званий пенсак.

Технологічна схема

1. Зважити дві проби зерна масою по 100 г.
2. Засипати наважку на верхнє сито розсійника Фогеля, закрити кришкою, закріпити бічні штанги, увімкнути розсійник на 5 хв.
3. Зважити схід із кожного з трьох сит і записати масу в грамах. Об'єднати сходи для перероблення. Якщо прохід нижнього сита складає понад 20 %, пробу вважають фуражною і на крупи не переробляють.
4. Установити на годинниковому механізмі голендера «Сатаки» час, необхідний для оброблення зерна, не менше 6 хв.
5. Увімкнути «пуск».
6. Засипати наважку зерна у приймальний бункер, відкрити заслінку й випустити зерно самопливом у робочу зону.
7. Після автоматичної зупинки двигуна голендера (зупинка вказує на те, що встановлений для оброблення час вже минув) вибрати мучку з двох бічних відсіків збірника готових продуктів.

8. Відкрити випускний лючок на 5–10 с, знову увімкнути двигун (вручну). При цьому в середній відсік збірника готових продуктів із робочої зони висипаються крупи.

9. Видалити за допомогою сита № 056 з крупи залишки мучки та з'єднати її з основною масою мучки, вибраної за п. 7.

10. Зважити окремо крупи і мучку, записати їхню масу в робочий бланк.

Контроль шліфування. Закінчення перероблення визначають за вмістом недодертих ядер, забарвленням мучки і вмістом пенсаку на верхньому ситі (3,5 мм). Кількість недодертих ядер у крупах №№ 1 і 2 має не перевищувати 0,7 %; пенсаку на верхньому ситі повинно бути не більше 5 %; забарвлення останньої мучки має бути близьким за забарвленням до ендосперму, тобто бути майже білим. Якщо за встановлений час крупи не будуть достатньо відшліфовані, наважку знову засипати в голендер і шліфувати додатково, збільшуючи час оброблення для борошнистих сортів на 30 с, для склоподібних – на 1 хв.

Крім загального виходу круп визначають вихід кожного номера. Для цього крупи просіюють крізь набір сит (табл. 23).

Таблиця 23

Розмір отворів сит для визначення виходу круп різних номерів

Номери круп	Діаметр отворів сит, мм	
	прохід	схід
1	3,5	3,0
2	3,0	2,5
3	2,5	2,0
4	2,0	1,5
5*	1,5	–

*Для крупи № 5 схід встановлюють на дротяному ситі № 056.

У лабораторній практиці трапляються виходи, які перевищують або не досягають нормативу (40 %), що пов'язане з сортовими особливостями ячменю чи з умовами його вирощування.

Овес. У лабораторних умовах із зерна вівса виробляють шліфовані крупи (без пропарювання). Ці крупи, відповідно до ДСТУ 7698:2015 Крупи вівсяні. Технічні умови, мають складатися з цілих, обов'язково шліфованих ядер вівса. Частка битих ядер не має перевищувати 1 %. Забарвлення круп залежить від забарвлення зовнішніх шарів ендосперму і має бути світлих відтінків, поверхня – злегка вкрита мучеллю. У процесі шліфування звільненого від квіткових оболонок ядра, у вівса з поверхні зерна, крім частин, які виділяють в інших круп'яних видів, видаляють ще волоски, які знижують засвоюваність круп.

Перероблення. У вівса ядро еластичне, здатне витримувати більші механічні навантаження, ніж зерно інших круп'яних видів. Квіткові плівки щільно охоплюють ядро, хоч і не зростаються з ним. Спеціального лабораторного приладу для лушення вівса немає. Цей процес послідовно здійснюють на декількох машинах. У спеціально модифікованій обійці зерно вівса піддають ударам і тертю об бичі й абразивну поверхню, що спричинює ніби зішкрібання квіткової плівки.

Для лушення наважку вівса сортують за крупністю на чотири фракції, при цьому прохід нижнього сита в перероблення не йде, це – кормові відходи. Якщо прохід нижнього сита становить 20 % і більше, пробу вважають фуражною і на крупи не переробляють.

Ефект лушення на обійці невисокий: залежно від будови зерна кожному фракцію лушать на обійці кілька разів, до того ж 2–3 рази – без проміжного відбирання ядра. Для відокремлення обрушених і необрушених зерен наважку сортують на лабораторному трієрі. Необрушене зерно повторно пропускають крізь обійку, фіксуючи загальну кількість пропусків. Відокремлені луски видаляють за допомогою з'єднаної з обійкою аспіраційної машини. Обрушене зерно з усіх фракцій з'єднують разом і шліфують на спеціальній лабораторній машині. Луски, що потрапили у крупи, відокремлюють на лабораторному сепараторі.

Технологічна схема

1. Взяти наважку масою 500 г.

2. Засипати наважку на верхнє сито розсійника для сортування вівса «ЯКТА К-294» («Петкус»), увімкнути розсійник в електромережу і сортувати зерно на фракції доти, доки кожна фракція не зійде по поверхні у призначений для цього короб.

3. Кожну східну фракцію зважити окремо. Прохід нижнього сита відносять до відходів.

4. Увімкнути в електромережу обійну машину, засипати в бункер одну чи дві об'єднані після сортування фракції. Одночасно увімкнути аспіратор для відокремлення лусок.

5. Повторити лушення без проміжного відбирання ядра двічі-тричі (залежно від міцності ендосперму).

6. Увімкнути в електромережу сепаратор «АЛА К-293» («Петкус») і налагодити подачу повітря таким чином, щоб забезпечити повне відвіювання лусок.

7. Засипати змішаний продукт у бункер сепаратора, відрегулювати швидкість подачі суміші направляючим лотком у робочу камеру. Після відвіювання всіх плівок, що залишилися після лушення, зібрати окремо плівки й суміш обрушених та необрушених зерен.

8. Увімкнути трієр «РОТА К-292» («Петкус») в електромережу та засипати суміш обрушених і необрушених зерен у приймальний бункер. Після розділення чисте ядро залишити в накопичувальній ємності, необрушене – спрямувати на повторне лушення до повного відокремлення квіткових плівок. Кілька необрушених зерен, що залишились від крупнішої фракції (масою 10 г), можна приєднати для лушення до дрібнішої. Залишок дрібних необрушених зерен зважити й віднести до відходів.

9. Отримане після всіх пропусків крізь обійку чисте ядро зважити.

10. Увімкнути машину для шліфування вівсяного ядра «УЛШ-1» в електромережу тумблером «вмикання» (спалахує лампочка); встановити на реле часу тривалість лушення (120–180 с).

11. Засипати все отримане ядро у приймальний бункер, закрити кришкою з ущільненням; увімкнути послідовно тумблери «пуск», «цикл». Після вмикання тумблера «цикл» сигнальна лампочка гасне.

12. Після закінчення циклу (сигнал спалахує) вимкнути машину, потім знову увімкнути на 10–15 с.

13. Вивантажити шліфовані крупи з бункера, пропустити крізь аспіратор і зважити.

14. За різницею маси в п. 9 і п. 13 обчислити вихід мучки, який повинен складати близько 10 % від виходу круп.

15. Відсіяти дроблені крупи крізь сито з отворами діаметром 1 мм, зважити.

16. Після перероблення кожної проби зібрати всю половину (з аспіратора обійки й сепаратора) і зважити.

17. Після закінчення аналізів (наприкінці робочого дня) очистити шліфувальну машину від мучки – всередині йоржиком, зовні – щіткою.

Вихід круп обчислюють за відношенням до взятої наважки зерна (500 г): масу шліфованих ядер множать на 2 і ділять на 10.

Горох. Із насіння гороху в лабораторії отримують крупи, що відповідають вимогам ДСТУ 7701:2015 Крупи горохові. Технічні умови. Після перероблення наважка містить два види готового продукту: горох цілий лущений полірований з нерозділеними сім'ядолями та горох колотий лущений полірований, що являє собою півсфери сім'ядолей чи їхні крупні частки. Їхній вихід вираховують окремо. Нелущеного зерна повинно бути не більше 3 % чи 10 шт. у наважці 100 г. Крім лущеного гороху за перероблення отримують плівки (насінні оболонки) та кормові відходи: подрібнений горох – прохід крізь сито з отворами діаметром 3 мм, сід із сит з отворами діаметром 1,5 мм; січку – частинки, що проходять крізь сито з отворами 1,5 мм, але затримуються на ситі з отворами 1,0 мм, а також – мучку, що складає прохід крізь сито з отворами 1,0 мм. Січка і мучка мають бути повністю видалені з цілого і розколотого гороху, подрібненого допускається щонайбільше 0,1 % у цілому й 1 % у колотому горосі.

Перероблення. Знімають насінні оболонки на лабораторному приладі «ЛШЯ-2» шляхом їх зішкрібання за тертя насіння об послідовно розміщені абразивні диски, металеві частки кожуха робочої зони й зерен між собою. Прилад дозволяє отримувати у сортів зі слабким змиканням оболонки з сім'ядолями крупні, не дроблені частини плівки, які добре піддаються сепаруванню та видаленню.

Технологічна схема

1. Зважити дві проби зерна масою по 100 г.
2. Перевести тумблер приладу «ЛШЯ-2» у положення «робота» і помістити наважку в бункер.
3. На шкалі реле часу встановити необхідну тривалість оброблення, яку визначають дослідним шляхом за стандартними сортами: для крупнозерного гороху 90–115 с, для дрібнозерних сортів 120–180 с.
4. Натисканням на важіль увімкнути двигун приладу, при цьому наважка переміщується в робочу зону.
5. Коли заданий час минає, двигун автоматично вимикається, оброблення закінчується.
6. За допомогою ручки перемістити ротор у крайнє верхнє положення і встановити тумблер у положення «розвантаження». Під дією власної ваги наважка повністю вивантажується з камери у підставлену ємкість.
7. Обрушене зерно в суміші з плівками помістити в набір сит: верхнє з продовгуватими отворами $4,0 \times 20$ мм, два середніх – з круглими діаметром 3,0 і 1,5 мм, нижнє – дно. Крупні частини оболонок, що перебувають на верхньому ситі, розім'яти пальцями, щоб вони пройшли крізь сито.
8. Схід з сита $4,0 \times 20$ мм – цілий лушений полірований горох – зважити.
9. Схід з сита 3,0 – суміш розколотого лушеного полірованого гороху й оболонок – пропустити крізь сепаратор «АЛА К-293» для відокремлення лусок. Увімкнути сепаратор в електромережу, засипати наважку у приймальний лоток, відрегулювати тягу на відсмоктування оболонок; після проходження всієї

наважки крізь аспіраційну колонку вимкнути прилад, висипати зі збірників і зважити окремо оболонки і крупи.

10. Після закінчення аналізів за весь день вибрати мучку та січку з мішка-збірника, закріпленого на аспіраторній установці «ЛШЯ-2». Зважити весь продукт, отриманий за робочий день, і розділити на кількість проаналізованих наважок – для визначення середнього показника виходу борошна та січки. Якщо він перевищує 10 %, слід відрегулювати прилад чи зменшити експозицію оброблення.

Контроль лущення. Ступінь лущення контролюють за наявністю необрушеного зерна, кількості мучки та січки, стану поверхні сім'ядолей – вона має бути злегка шорстка, матова, але відповідати кольору сім'ядолей. Якщо оброблений горох не відповідає даним вимогам, потрібно продовжити оброблення. За виявлення розбіжностей, що перевищують 1 %, слід взяти для перероблення ще одну наважку 100 г.

1.19. Оцінка товарної якості крупів

Усі проби крупів, отримані з певного закладу експертизи, аналізують в один день, щоб уникнути зміни забарвлення. Після вироблення крупів проби для подальшого аналізу зберігають у прохолодному, захищеному від світла місці.

Забарвлення крупів визначають за денного розсіяного світла. Починати аналіз потрібно обов'язково з сорту, забарвлення крупів і консистенція якого вже відомі.

Аналіз крупи рису. Із проби шліфованого рису беруть наважку 5 г з точністю до 0,01 г і розбирають на ціле і дроблене ядро. До дроблених відносять розколоті ядра рису розміром менше ніж $\frac{2}{3}$ нормального. Всі інші крупи відносять до цілих ядер. Зважують дроблений рис і обчислюють його вміст у відсотках. Віднявши від 100 % отриману цифру, знаходять вміст у крупах цілого ядра.

Аналіз крупи проса (пшона). Якість пшона оцінюють за наважкою 50 г, виділеної з проби, отриманої після визначення відсотку його виходу.

Основним показником є забарвлення пшона, яке визначають візуально. Для цього частину наважки розсипають тонким суцільним шаром на чорному аркуші паперу чи темній розбірній дошці. Забарвлення пшона позначають одним і з наступних кольорів: яскраво-жовтий, жовтий, жовтий із сірим відтінком, світло-жовтий із сірим відтінком, кремовий, світло-кремовий (обидва також можуть мати сірий відтінок), сірий.

Одночасно із забарвленням крупів визначають консистенцію пшона, яку характеризують за зовнішнім виглядом як склоподібну, напівсклоподібну чи борошністу, залежно від того, яка з названих фракцій переважає.

Для визначення вмісту пошкодженого ядра у крупах розбирають наважку 10 г і відокремлюють усі пошкоджені ядра. До пошкоджених відносять ядра зі зміненим забарвленням ендосперму, зважують їх і обчислюють вміст у відсотках. Контроль пошкодженого ядра у крупах здійснюють так само, як і зерна під плівками.

Аналіз крупів ячменю. За пробою масою ~30 г установлюють забарвлення перлових крупів і повноту шліфування (наявності борозенки). Крупи можуть мати кремове (світло-кремове) забарвлення з жовтуватим, іноді зеленуватим, сіруватим чи коричнюватим відтінком.

Відмічають помітну візуально наявність залишків оболонки у глибоких борозенках, недодертого зерна та інших дефектів перлових крупів.

Визначення крупності ядра гречки. Як правило, крупне, добре вирівняне за розміром зерно гречки забезпечує крупне рівномірне ядро. Крупне ядро краще очищається від насіння бур'янів і не обрушених зерен гречки, а також має вищу харчову цінність за рахунок відносно великих розмірів зародку і вмісту біологічно активних речовин.

Під крупністю ядра розуміють уміст у відсотках до вихідної наважки фракції, отриманої сходом із сита з круглими отворами діаметром 3,8 мм.

Хід аналізу

1. З точністю до 0,01 г зважити на технічних вагах наважку круп масою 100 г.

2. Помістити наважку на сито розсійника «КРЛ-1» з діаметром отворів 3,8 мм, під ним розмістити днище розсійника. Укомплектувати розсійник нижче днища будь-якими ситами, закрити кришкою і здійснити сортування протягом 3 хв.

3. Зсипати східну фракцію в лоток і зважити, розрахувати відсоток з точністю до 0,1.

1.20. Кулінарна оцінка крупів і зерна бобових видів

Кулінарні якості крупів і зерна бобових видів оцінюють після варіння органолептично за смаком, забарвленням і структурою. Крім того, враховують тривалість варіння у зерна бобових видів і коефіцієнт розварювання (збільшення початкового об'єму чи маси).

Крупи і зерно варять у спеціальному приладі – електропроводяній бані (типу «ПОР-1» чи «ПКО-1»). Спосіб варіння дозволяє отримувати розсипчасту, крутої консистенції кашу, що забезпечує порівняльну оцінку сортів. Варіння на пару дає можливість дослідити проби в порівняльних умовах, виключає пригорання чи розрідження.

Хід аналізу

1. Наважки крупів чи зерна бобових масою по 50 г зважити на технічних вагах з точністю до 0,1 г.

2. Наважки (крім гречаних, вівсяних крупів і зерна бобових видів) двічі промивають холодною водою.

3. Влити в циліндри для варіння воду з температурою 100°C (жорсткість 10–15 мг-екв/л) і засипати туди ж наважки крупів.

4. Додати на кожну наважку по 1 г солі (зерно бобових видів варять без солі).

5. Циліндри закрити кришками і встановити в отвори приладу, в якому має закипіти вода.

Деяку особливість має готування рису. Наважку рису 50 г поміщають у циліндр з 90 см³ киплячої води. За 10 хв. до закінчення варіння доливають ще 10 см³ води, але холодної (10–16°C). Це додає каші більшої розсипчатості.

Залежно від виду крупів варіння триває 40–180 хв. (табл. 24). Готовність установлюють органолептично.

Таблиця 24

Дозування води й орієнтовна тривалість варіння різних видів крупів

Назви крупів	Кількість води, см ³	Тривалість варіння, хв.
Рис	100	40–50
Пшоно	100	40–50
Ядриця гречана	100	40–50
Перлова	150	150–180
Вівсянка	125	100–120
Горох	200	110–180
Квасоля	200	120–180
Чина	200	130–180
Нут	200	160–180
Сочевиця	175	45–90

Визначення коефіцієнта розварювання крупів (за об'ємом).

Підготовлену до варіння пробу занурюють у вимірювальний циліндр, у який налито 100 см³ води кімнатної температури (18–20°C). За різницею рівнів води до і після засипання крупів визначають її об'єм до варіння.

Гречані та вівсяні крупи висипають у сухий мірний циліндр, злегка постукуючи по ньому для вирівнювання поверхні крупів і вимірюють їхній об'єм.

Об'єм визначають безпосередньо в циліндрі, в якому крупа варилась. Для цього невеликою металевою лінійкою вимірюють висоту від верхнього краю циліндра до поверхні каші. Різниця в об'ємах циліндра та верхньої, незаповненої його частини, відповідає об'єму каші. Вимірювання проводять щонайменше тричі.

Коефіцієнт розварювання (K_p) обчислюють за формулою:

$$K_p = \frac{V_k}{V_{kp}},$$

де: V_k – об'єм каші, см³;

V_{kp} – об'єм крупи до варіння, см³.

Для зручності визначення коефіцієнтів розварювання запропоновано таблиці, в яких певні значення коефіцієнтів відповідають висоті незаповненої частини циліндра, в якому варилася каша (табл. 24–26).

Таблиця 24

Визначення коефіцієнта розварювання перлових крупів, пшона і рису

Об'єм крупів, см ³	Відстань від краю циліндра до поверхні каші, см	Коефіцієнт розварювання
35	2,3	6,0
35	2,4	5,9
35	2,5	5,8
35	2,6	5,7
35	2,7	5,6
35	2,8	5,5
35	2,9	5,4
35	3,0	5,3
35	3,1	5,2
35	3,2	5,1
35	3,3	5,0
35	3,4	4,8
35	3,5	4,7
35	3,6	4,6
35	3,7	4,5
35	3,8	4,5
37	3,0	5,1
37	3,1	5,0
37	3,2	4,9
37	3,3	4,8
37	3,4	4,7
37	3,5	4,6
37	3,6	4,4

Таблиця 25

Визначення коефіцієнта розварювання вівса

Об'єм крупів, см ³	Відстань від краю циліндра до поверхні каші, см	Коефіцієнт розварювання
1	2	3
45	3,0	4,2
1	2	3
45	3,1	4,1
45	3,2	4,0
45	3,3	3,9
45	3,4	3,8
45	3,5	3,8
45	3,6	3,7
45	3,7	3,6
45	3,8	3,5
45	3,9	3,4
45	4,0	3,3

Таблиця 26

Визначення коефіцієнта розварювання вівса

Об'єм крупів, см ³	Відстань від краю циліндра до поверхні каші, см								
	3,0	3,1	3,2	3,3	3,4	3,5	3,6	3,7	3,8
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
60	3,1	3,1	3,0	3,0	2,9	2,8	2,8	2,7	2,6
62	3,1	3,0	3,0	2,9	2,8	2,8	2,7	2,6	2,6
63	3,0	2,9	2,9	2,8	2,7	2,7	2,6	2,6	2,5
64	2,9	2,9	2,8	2,8	2,7	2,6	2,6	2,5	2,4
65	2,9	2,8	2,8	2,7	2,7	2,6	2,5	2,5	2,4
66	2,8	2,8	2,7	2,7	2,6	2,5	2,5	2,4	2,4
67	2,8	2,8	2,7	2,6	2,6	2,5	2,5	2,4	2,4
68	2,7	2,7	2,7	2,6	2,5	2,4	2,4	2,3	2,3
69	2,7	2,7	2,6	2,6	2,5	2,4	2,4	2,3	2,2
70	2,7	2,6	2,6	2,5	2,5	2,4	2,4	2,3	2,2
71	2,6	2,6	2,5	2,5	2,4	2,3	2,3	2,2	2,2
72	2,6	2,5	2,5	2,5	2,4	2,3	2,3	2,2	2,2
73	2,6	2,5	2,5	2,4	2,4	2,3	2,3	2,2	2,2
74	2,5	2,5	2,4	2,4	2,3	2,2	2,2	2,1	2,1

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
75	2,5	2,5	2,4	2,4	2,3	2,2	2,2	2,1	2,1
76	2,5	2,4	2,4	2,3	2,2	2,2	2,2	2,1	2,1
77	2,4	2,4	2,4	2,3	2,2	2,2	2,1	2,0	2,0
78	2,4	2,3	2,3	2,3	2,2	2,2	2,1	2,0	2,0
79	2,4	2,3	2,3	2,2	2,1	2,1	2,1	2,0	2,0
80	2,4	2,3	2,3	2,2	2,1	2,1	2,0	2,0	2,0

Коефіцієнти розварювання крупів перебувають у таких межах:

рисові	4,3–5,2
пшоно	4,0–5,2
гречані	3,2–4,0
перлові	5,5–6,6
вівсяні	3,3–4,1

Визначення коефіцієнта розварювання зерна бобових видів (за масою). Коефіцієнт розварювання бобових крупів дорівнює відношенню маси зерна після варіння до маси сухого зерна.

Коефіцієнт розварювання зерна перебуває в таких межах:

гороху	2,3–2,6
квасолі	2,1–2,5
чини	2,2–2,7
нуту	2,0–2,3
сочевиці	2,2–2,8

Кулінарна оцінка крупів. Після вимірювання об'єму каші круговим рухом столового ножа кашу відокремлюють від стінок циліндра. Перевертають циліндр над тарілкою і, постукуючи по дну, викладають на неї кашу. Добре і правильно зварена каша не розвалюється і зберігає на тарілці форму циліндра.

Охолоджені до кімнатної температури проби оцінюють за забарвленням за гарного денного освітлення. Для каші з пшона і перлових крупів застосовують ті ж градації забарвлення, що і за аналізу відповідного виду крупів.

Спеціалісту, що аналізує крупи на кулінарні якості, належить добре уявляти собі кольори та відтінки, якими характеризується той чи інший вид каші. Для полегшення підрахунків середніх показників (табл. 27) забарвлення каші слід записувати в робочі бланки в балах.

Смак каші оцінюють за дев'ятибальною шкалою: вищий бал (9) дають пробі, що має добре виражений смак і аромат, характерні для даного виду продукту, без сторонніх присмаків і запахів. Порівнюють із пробами каші сортів, смак і аромат яких відомі дегустаторам. Наявність кислого, гіркуватого чи інших присмаків, так само як і відсутність насиченого натурального смаку та аромату каші, дають підстави знизити оцінку на 1–3 бали. Найнижчим балом (1) оцінюють пробу, крупа якого зіпсована дією зовнішніх чинників, унаслідок чого каша зовсім не придатна для вживання.

Таблиця 27

Оцінка забарвлення каші, бал

Вид каші	Забарвлення	Бали
1	2	3
Пшоняна	Яскраво-жовте	9
	Жовте	7
	Світло-жовте	5
	Кремове, світло-кремове із сірим відтінком (чи без нього)	3
	Сіре, змінене у результаті пошкодження ядер	1
Рисова	Біле чи біле з кремовим відтінком	9
	Світло-кремове	7
	Кремове	5
	Кремове із сірим відтінком	3
	Сіре, що характеризує продукт як непридатний для їжі	1
Гречана	Світло-коричневе	9
	Коричневе	7
	Коричневе з ліловим відтінком	5
	Лілове	3
	Забарвлення, що відрізняється від нормального, характерного для гречаної каші	1
Вівсяна	Світло-коричневе	9
	Кремове, кремове з коричневим відтінком	7
	Кремове з коричневим відтінком	5
	Коричневе, світло-коричневе, сіре	3
	Забарвлення, що відрізняється від нормального, характерного для вівсяної каші	1

1	2	3
Перлова	Світло-кремове (із жовтуватим відтінком чи без нього)	9
	Кремове, кремове з коричневим відтінком	7
	Кремове з коричневим відтінком	5
	Коричневе, сіре	3
	Забарвлення, що відрізняється від нормального, характерного для перлової каші	1

Консистенцію каші визначають на основі зовнішнього огляду й дегустації. Вівсяну кашу оцінюють як напівв'язку чи в'язку, в усіх інших видів вона може бути розсипчастою або напіврозсипчастою.

Кулінарна оцінка зерна бобових видів. Вперше оглядають проби через 90 хв. після початку варіння гороху, квасолі, чини, нуту та через 30 хв. після початку варіння сочевиці, а потім повторюють огляд через кожні 10–15 хв. до повної готовності, яку визначають органолептично, злегка натискаючи ложкою на окремі зерна. Основний показник готовності – м'якість більшості зерен.

Зварене зерно кладуть на шовкове сито для видалення надлишків води, потім викладають на тарілку, охолоджують і зважують з точністю до 0,1 г. Після зважування органолептично оцінюють забарвлення, смак, розварювання. Забарвлення звареного зерна характеризують за тими ж показниками, що й сухого.

Смак оцінюють за дев'ятибальною шкалою. Найвищу оцінку (9) дають пробам із приємним, злегка солодкуватим (горох) смаком, характерним для кожного виду, ніжною борошністою чи маслянистою (квасоля) консистенцією, без сторонніх присмаків і запахів. За наявності сторонніх присмаків і запахів слабкої інтенсивності (присмак сирого турнепсу, неприємний запах тощо) оцінка знижується на один бал, за сильніших присмаків і запахів, а також наявності твердого, погано розвареного зерна вона може бути знижена на 2–3 бали. Одночасно з оцінкою смаку за дегустації проби визначають її *розварювання*. Рівномірне розварювання має проба, в якій щонайменше 95 % зерна має м'яку

консистенцію, легко розжовується і зберігає цілісність до моменту готовності. В іншому випадку розварювання вважається нерівномірним.

1.21. Визначення екстрактивності зерна ячменю

Оцінюють екстрактивність зерна дослідних сортів ячменю наступним чином.

У перший день аналізу слід приготувати солодову витяжку. Для цього:

1. Розмолоти 600 г сухого солоду так, щоб розмелений продукт повністю проходив крізь сито з металевою сіткою № 1.

2. Подрібнений солод залити дистильованою водою з розрахунку 1:4. Настоявати протягом 2 год. за періодичного помішування. Після цього суміш фільтрують крізь паперовий складчастий фільтр.

3. Визначити концентрацію солодової витяжки, яка повинна бути близько 4 %. Попередньо виміряти щільність фільтрату ареометром, для цього залити витяжку в циліндр і обережно занурити ареометр у рідину, до дна циліндра. Після того, як ареометр установиться на будь-якій поділці, його слід легким поштовхом занурити глибше на одну-дві поділки й зачекати, доки він повернеться в початкове положення. Кінцевий відлік належить зробити через 2–3 хв., це потрібно для вирівнювання температури витяжки й ареометра. Відліковують по верхньому краю меніска. Якщо він перебуває між двома поділками шкали, беруть верхнє з них. За відліку меніск рідини в циліндрі має бути на рівні очей. Якщо щільність фільтрату виявиться вищою за 4,5 %, потрібно розбавити його дистильованою водою до належної концентрації і визначити концентрацію солодової витяжки ареометром.

4. Для аналізу відібрати 6 дослідних проб по 120 г і розмолоти на лабораторному млині тонкого помелу з конічними робочими органами (фірми «Miaг Braunschweig», Німеччина) з тим, щоб прохід крізь сито з металевою сіткою № 056 складав не менше 85 %.

5. Визначити вологість проб ячменю за допомогою напівавтоматичної сушильної шафи (фірми «Brabender») за температури 105°C і тривалістю сушіння 3 год.

6. Розмелений ячмінь ретельно перемішати і зважити на технічних вагах від кожної проби дві наважки по 50 г з точністю до 0,01 г у попередньо зважених сухих стаканах від заторного приладу.

7. Додати в кожний стакан по 0,1 г тимолу (для попередження бродіння) і залити 200 мл солодової витяжки. Вміст стакана обережно, уникаючи розбризкування, перемішати, поступово додаючи 50 мл дистильованої води.

8. Суміш настоювати за температури 14–16°C близько 15 год.

Наступного дня аналізу:

1. Увімкнути автоматичний заторний прилад, установлений на режим визначення екстрактивності ячменю.

2. Стакани із сумішшю помістити на водяну баню заторного приладу, нагріту до 60°C. Довести температуру в стаканах до 70°C, увімкнути мішалки заторного приладу. Автомат підтримує цю температуру протягом однієї години.

3. Через годину вимкнути мішалки, після цього почнеться автоматичне охолодження вмісту стаканів до температури 20°C проточною водою.

4. Вийняти стакани з заторного приладу і змити мішалки дистильованою водою.

5. Стакани насухо витерти зовні, поставити на ваги й доливати дистильовану воду з таким розрахунком, щоб масу вмісту стакана довести до 500 г.

6. Вміст стакана профільтрувати через складчастий фільтр. Першу порцію, яка містить близько 100 мл, повернути на фільтр.

7. В отриманому фільтраті ареометром визначити масову частку екстракту та розрахувати екстрактивність ячменю (E_1) за формулою:

$$E_1 = \frac{l(899,64 + W - 400k + 36)}{100 - l} \%,$$

де: l – відсоток екстракту в фільтраті за масою;

k – відсоток екстракту в солодовій витяжці за об'ємом;

W – вміст вологи в ячмені, %.

Перераховують екстрактивність на абсолютно суху речовину (E_2) за формулою:

$$\mathring{A}_2 = \frac{\mathring{A}_1 \times 100}{100 - W} \%$$

Відхилення за двох паралельних визначень має бути не більше $\pm 0,75$ % від отриманих значень екстрактивності.

1.22. Визначення енергії проростання і здатності до проростання зерна пивоварного ячменю

1. Відібрати дві проби по 500 зерен і покласти кожен з них в установлену у тримачі скляну воронку діаметром 10 см. На кінець воронки надіти коротку гумову трубку із затискачем. Для виключення проскакування зерен покласти у спусковий отвір воронки шматочок скляної палички або скляну кульку. Воронку з зерном заповнити водогінною водою кімнатної температури (18–20°C) так, щоб її рівень був на 2 см вище поверхні зерна. Після наповнення воронки водою зерна, що спливли, занурюють, ретельно перемішуючи паличкою.

2. Через 4 год. відкривають і спускають воду. Зерно залишають у лійці на 16–18 год. за кімнатної температури, гумову трубку звільняють від затискача. При цьому лійка має бути закрита скляною кришкою (чашкою Петрі), на внутрішню поверхню якої підкладають змочене водою кружальце фільтрувального паперу.

3. На другий день зерно знову заливають водою і залишають на 4 год. Після цього воду спускають і залишають гумову трубку відкритою до кінця пророщування, а воронку знову закривають кришкою з вологим фільтрувальним папером.

4. Через три доби (72 год.) визначають енергію проростання, для цього підраховують зерна, в яких вийшов назовні корінчик, включаючи ті, що наклюнулися (з «очком»). Зручніше рахувати непророслі зерна і, віднімаючи їхню кількість від 500, визначати кількість пророслих.

5. Для визначення здатності до проростання у лійці ще дві доби (48 год.) залишають лише непророслі за три доби зерна.

6. Відсоток пророслих зерен у кожній пробі (X) обчислюють з точністю до 0,1 за формулою:

$$X = \frac{100 \times A}{500} \%, \text{ де: } A - \text{кількість пророслих зерен у пробі.}$$

Приклад. Через три доби у пробі було 32 непророслих зерна, а через п'ять діб проросли ще 10

$$A_n = \frac{(500 - 32) \times 100}{500} = 93,6 \%, \quad C_r = \frac{468 + 10}{500} = 95,6 \%,$$

де: E_n – енергія проростання; Z_n – здатність до проростання.

E_n і Z_n по сорту підраховують як середнє арифметичне з результатів двох визначень. Результати E_n і Z_n заокруглюють до 1 %, у нашому прикладі: $E_n = 94 \%$, $Z_n = 96 \%$.

Відповідно до ГОСТ 10968-88 «Зерно. Методы определения энергии прорастания и способности прорастания», розходження між двома паралельними визначеннями допускаються у відсотках не більше: 5 – за середньої арифметичної величини 90 % і вище; 7 – за середньої арифметичної величини нижче 90 %.

Питання для самоконтролю

1. З якою метою проводять технологічну оцінку зерна?
2. В чому полягає аналіз зернових видів?
3. Як визначають вологість зерна?
4. Які особливості визначення числа падіння?
5. Як визначають хлібопекарські властивості зерна пшениці?
6. Перелічіть види лабораторної випічки хліба?
7. Як визначають макаронні якості пшениці твердої?
8. Як проводять аналіз зернобобовик і круп'яних культур?
9. Як визначають екстрактивність зерна ячменю?
10. З якою метою визначають енергію і здатність до проростання пивоварного ячменю?

Розділ 2. ХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ ЗЕРНОВОЇ СИРОВИНИ

2.1. Зернові та зернобобові культури

Кукурудза на зерно. У пробах сортів зернових і зернобобових видів хімічні лабораторії Інституту визначають загальну кількість азоту, а потім обчислюють уміст білка (сирого протеїну).

У пшениці, жита, кукурудзи, гороху, квасолі, сочевиці та інших зернобобових аналізують зерно, у круп'яних культур: рис, гречка, просо – крупи. За оцінки круп'яних якостей вівса та ячменю вміст білка визначають у крупах, а за оцінки кормових властивостей цих видів і пивоварних якостей ячменю – у зерні. В зерні кукурудзи визначають також уміст крохмалю та жиру, а в зерні пивоварного ячменю – крохмалю.

У деяких випадках для порівняльної оцінки різних видів або окремих сортів цих видів, крім білка, визначають уміст жиру, крохмалю, клітковини й золи.

Відбирання і подрібнення середніх проб. Середні проби для хімічних аналізів відбирають у такій кількості: зерна пшениці, жита – 50 г; вівса, ячменю та зернобобових видів – 100 г; кукурудзи – 150–200 г; крупи різних видів – 5 г.

Якщо крім визначення вмісту білка в зерні пшениці й жита, а також у крупах, потрібно виконати й інші аналізи, середню пробу відповідно збільшують.

Розмелюють зерно за двома заходами: спочатку всю відібрану пробу подрібнюють на відносно крупні частинки, пропустивши один раз через млин, а потім усю пробу чи її частину розмелюють тонше.

Якщо у пшениці та житі потрібно визначити тільки вміст білка, середні проби цих видів масою 50 г подрібнюють і розмелюють на млині «Пірует». За наявності в лабораторії конусного млина середні проби спочатку подрібнюють на млині «Пірует», а потім знову відбирають із них середні проби масою близько 20 г кожна й подрібнюють на частинки розміром не більше 0,5 мм на конусному млині, пропускаючи проби один-два рази через млин.

Середні проби зерна ячменю, вівса, зернобобових і кукурудзи слід спочатку роздробити на дисковому чи молотковому млині і з грубо подрібненої маси відібрати знову середню пробу; розмір її буде залежати від кількості аналізів, які належить провести. Потім середню пробу і всю подрібнену пробу розмелюють до належного стану на лабораторному млині «Пірует». За використання цього млина для розмелу слід брати 50 г подрібненого зерна з таким розрахунком, щоб воно покривало ніж-пропелер. Якщо проба більша за 50 г, то її розмелюють за два чи більше заходів. Крупи з рису, гречки, проса можна зразу розмолоти на конусному млині без попереднього дроблення, пропустивши проби через млин двічі, а крупи з ячменю та вівса, зерна квасолі – на млині «Пірует».

2.1.1. Визначення загального азоту

Визначення вмісту азоту ґрунтується на руйнуванні органічної речовини сірчаною кислотою у присутності каталізатора.

При цьому вивільняється азот у формі аміаку, який сполучається із сірчаною кислотою й утворює сірчаноокислий амоній. За додавання до останнього лугу виділяється аміак, який відганяють і вловлюють титрованим розчином сірчаної кислоти, а надлишок кислоти відтитровують лугом. За кількістю аміаку визначають вміст азоту. Помноживши отриману кількість азоту на відповідний коефіцієнт, обчислюють вміст білка (сирого протеїну).

Реактиви:

1. Сірчана кислота концентрована (густина $1,84 \text{ г/см}^3$), яка не містить аміаку.
2. Янтарна кислота, хімічно чиста.
3. Селен металічний.
4. Мідь сірчаноокисла.
5. Калій сірчаноокислий.
6. Натронне вапно гранульоване.

7. Метилловий червоний – 0,02 г індикатора розчиняють у 100 мл 60 % (краще 96 %) етилового спирту.

8. *Комбінований індикатор*. Змішують 100 мл розчину метилового червоного (1 г метилового червоного розчиняють у 750 мл 96 % етилового спирту) і 50 мл розчину метиленового синього (1 г метиленового синього розчиняють у 800 мл 96 % спирту). В кислому розчині індикатор дає червоно-фіолетове забарвлення, в лужному – зелене. В перехідній стадії, за рН 5,5 індикатор безбарвний. Його зберігають у темній склянці. Комбінованим індикатором зручно користуватися у випадку титрування за електричного освітлення.

9. *0,1 Н розчин сірчаної кислоти*. 2,8 мл хімічно чистої концентрованої кислоти (густиною 1,84 г/см³) беруть автоматичною піпеткою чи мірним циліндром, вливають у колбу ємністю 1 л з наливою до половини дистильованою водою й доводять до мітки водою. Для приготування кількох літрів розчину сірчаної кислоти об'єм води відповідно збільшують. Розчин ретельно перемішують. Приготований розчин не буде точно 0,1 Н, але його титр визначати не потрібно.

10. *0,1 Н розчин їдкого натрію*. За масових аналізів готують 10–12 л розчину. Як правило, їдкий натрій вкривається шаром карбонату натрію, який утворюється від взаємодії з вуглекислою повітря. Тому, готуючи розчин, беруть дещо більшу наважку, або за розрахунком (наприклад, замість 4 г на 1 л беруть 4,5 г) і перед розчиненням швидко споліскують водою. Спочатку готують насичений розчин лугу, для цього обмиту водою наважку розчиняють у рівній за масою кількості води. Після охолодження розчин залишають на 3–4 тижні у склянці чи циліндрі, закритих гумовими корками, домішки карбонату натрію при цьому випадають в осад. Розчин лугу обережно зливають, щоб його не збовтати, і розбавляють потрібною кількістю води для отримання 0,1 Н розчину. Розчин їдкого натрію змінює свій титр за поглинання вугільної кислоти з повітря, тому його ізолюють, ставлячи в бутель, сполучений із зовнішнім повітрям лише через трубку з натронним гранульованим вапном.

За титрування розчином їдкого натрію не можна користуватися бюреткою зі скляним краном, тому що луг «заїдає» його.

Розчинами лугу й кислоти можна користуватися тривалий час, але при цьому слід кожні два тижні перевіряти титр 0,1 Н їдкого натрію і встановлювати знову співвідношення між розчинами кислоти і лугу.

Визначення титру 0,1 Н розчину їдкого натрію. Для встановлення титру краще користуватися янтарною кислотою $C_2H_4(COOH)_2$, яка не містить кристалізаційної води. Її легко отримати в чистому вигляді методом перекристалізації та сушіння за кімнатної температури. За наявності хімічно чистої янтарної кислоти перекристалізацію можна не робити. Розчин янтарної кислоти титрують за кип'ятіння у присутності індикатора фенолфталеїну, тому що ця кислота слабка.

Зважують на аналітичних вагах у скляні бюкси 3–4 наважки янтарної кислоти по 0,1–0,2 г. Сушать наважки до постійної маси за температури $100^\circ C$, зважують бюкси з точністю до 0,01 г, а потім кожну з них висипають із бюкса в колбу для титрування й розчиняють у 20–25 мл дистильованої води, а бюкси зі слідами янтарної кислоти знову зважують.

Різниця між результатами двох зважувань показує масу наважки. Приготовані розчини кип'ятять, додають 3–4 краплі фенолфталеїну й титрують розчином їдкого натрію до появи не зникаючого протягом 50–60 с, рожевого забарвлення.

Приклад розрахунку. На титрування 0,1179 г янтарної кислоти витрачено 21,35 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію. З реакції взаємодії кислоти й лугу $C_2H_4(COOH)_2 + 2NaOH = C_2H_4(COONa)_2 + 2H_2O$ випливає, що одна молекула янтарної кислоти еквівалентна двом молекулам їдкого натрію. Тоді $118,09 : 80,01 = 0,1179 : 21,35$, звідси титр 0,1 Н розчину їдкого натрію дорівнює:

$$X = \frac{0,1179 \times 80,01}{118,09 \times 21,35} = 0,003741 \text{ г}$$

Із 3–4 визначень беруть середнє.

Обчислення 0,1 Н розчину їдкого натрію за азотом. 1 мл точно 0,1 Н розчину сірчаної кислоти відповідає 0,0014 азоту й еквівалентний 1 мл точно 0,1 Н розчину їдкого натрію. Звідси 1 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію еквівалентний 0,0014 г (1,4 мг) азоту. Знаходимо, якій кількості азоту відповідає 1 мл нашого 0,1 Н розчину їдкого натрію – $0,004 : 0,0014 = 0,003741 : X$, звідси

$$X = \frac{0,0014 \times 0,003741}{0,004} = 0,003131 \text{ г або } 1,31 \text{ мг.}$$

Це й буде титром розчину 0,1 Н їдкого натрію, виражений за азотом.

Розчин їдкого натрію густиною 1,26–1,28 г/см³. 1 кг їдкого натрію розчиняють у 3 л дистильованої води, фільтрують крізь кілька шарів марлі та крізь скляну вату, охолоджують до кімнатної температури й перевіряють питому масу аерометром. За розчинення лугу відбувається сильне нагрівання, тому його спочатку розчиняють у фарфоровій ступці, безперервно обережно помішуючи товстою склянкою паличкою.

Реактив Несслера. 17 г хлорної ртуті розчиняють у 300 мл дистильованої води у хімічному стакані ємністю близько 0,5 см³; 35 г йодистого калію розчиняють у 100 мл дистильованої води й переливають у склянку ємністю близько 1,5 л з міткою 1 л. Потім потроху вливають перший розчин до другого, доки утворений при цьому червоний осад йодистої ртуті перестане розчинятися. Переливаючи 20 %-ий розчин їдкого натрію, об'єм отриманого реактиву доводять до одного літра, додають розчин хлорної ртуті у склянку, доки знову з'явиться незникаючий осад.

Забарвлення відстояної рідини у склянці має бути світло-жовтим. Якщо вона безбарвна, додають ще розчин хлорної ртуті. Приготовлений реактив обережно зливають у склянку з темного скла і зберігають у темному місці. Чутливість реактиву до іону амонію після тривалого зберігання знижується.

Каталізатор. Каталізатором є суміш із сірчаноокислого калію, сірчаноокислої міді та селену металічного, взятих у пропорції 100:10:2, яка підвищує температуру кипіння сірчаної кислоти і прискорює спалювання органічної речовини.

Спочатку у ступці розтирають лише селен, потім туди ж додають сірчаноокислу мідь, потім сірчаноокислий калій, перемішують і просіюють крізь сито з отворами діаметром 0,5 мм. Не просіяну частину знову розтирають.

Вода для титрованого розчину лугу. Дистильована вода після її отримання містить велику кількість вуглецевої кислоти, яка дуже повільно вивільняється. Для її швидкого вивільнення дистильовану воду кип'ятять у колбі протягом півгодини й охолоджують, щільно закриваючи корком, який має трубку з натронним вапном. Цей спосіб вивільнення вуглецевої кислоти загальноприйнятій, але за масових аналізів краще застосовувати інший, простіший спосіб, пропускаючи через дистильовану воду впродовж 10 год потік повітря, очищеного кислотою та водою. У дистильованій воді, яка перебуває в рівновазі з повітрям, міститься така незначна кількість вуглецевої кислоти, що нею можна знехтувати.

Прилад для пропускання струменя повітря збирають у такий спосіб. Бутель із водою закривають гумовим корком, крізь який пропущені довга (до дна) й коротка (яка сягає рівня води в бутлі) скляні трубки. Коротку трубку через запобіжну склянку приєднують до водоструменевого насоса, за допомогою якого повітря пропускають крізь воду. Повітря очищують, пропускаючи його попередньо через три промивні склянки: в першу наливають концентровану сірчану кислоту, друга (пуста) є запобіжною, а у третій знаходиться дистильована вода. Останню склянку з'єднують із скляною трубкою, яка пропущена через корок бутеля до дна.

Обладнання: бюкси металічні, ложечка металева вузька; колби конічні круглодонні з корком Кьельдаля на 100–550, колби прийомні (конічні чи плоскодонні) на 250–300 мл; краплевловлювач (насадки Кьельдаля); холодильники кулькові; бюретки на 50 мл; мірні колби на 1 л; хімічні стакани на 500–1000 мл; мірні циліндри на 10, 25 і 50 мл; мензурки або мірні циліндри на 100 мл; бутелі для титрованих розчинів (на 5–20 л); воронки звичайні конусоподібні; фарфорова ступка.

Хід аналізу. За масових визначень вмісту загального азоту в рослинах користуються торзійними вагами, які зважують дуже швидко. Для прискорення роботи наважки беруть не з повітряно-сухої, а з абсолютно сухої речовини. Зерно розмелюють на борошно, висипають у металевий бюкс (ваговий стаканчик), якщо проба має масу близько 20 г. Якщо ж маса проби понад 50 г, її висипають на глянцева папір чи металевий лоток, добре перемішують, розкладають тонким шаром, ділять шпателем на квадрати і за можливості із більшої кількості місць відбирають у металевий бюкс близько 20 г речовини, щоб вона займала не більше половини бюкса, що полегшує сушіння та перемішування матеріалу за набирання наважки для аналізу.

Пробу, яка міститься в бюксі, висушують у термостаті чи сушильній шафі за температури 100–105°C протягом 4 год. і охолоджують в ексикаторі, нижнє відділення якого заповнене шматочками прожареного хлористого кальцію чи концентрованою сірчаною кислотою на одну третину його глибини. Наважку близько 0,50–0,75 г беруть вузькою металевою ложечкою з бюкса (ретельно перемішуючи його вміст) на лоточок, вирізаний із пергаментного паперу, підігнаний за масою до 150–200 мг. За допомогою довгого пінцета лоточок із наважкою вводять у суху колбу Кьельдаля й висипають наважку на дно.

Якщо швидко відбирають і зважують речовину, то вона не встигає поглинути вологу з повітря й наважка буде достатньо точною. З кожної проби беруть дві паралельні наважки.

За роботи на аналітичних вагах наважку беруть у суху довгу пробірку, яка має вільно входити в горло колби Кьельдаля. Пробірку з досліджуваною пробою зважують і, помістивши її якнайглибше в колбу Кьельдаля, висипають розмелене зерно. Пробірку знову зважують і за різницею між першим і другим зважуванням встановлюють масу наважки.

Одночасно беруть наважку для визначення вологості.

У колбу з наважкою дозатором приливають 10 мл концентрованої сірчаної кислоти (приблизно 12 мл на 1 г речовини). Суміші дають деякий час постояти, коливаючи й повертаючи колбу, щоб наважка рівномірно змочилась кислотою і

обвуглилась, потім міркою додають близько 0,7 г каталізатора, прикриваючи колбу легким (пустим усередині) скляним корком або невеликою скляною лійкою, її ставлять у витяжну шафу на електричну плитку (колбонагрівач, газовий пальник або інший нагрівальний прилад). Щоб запобігти втрат розчину від поштовхів під час кипіння, колба весь час має бути нахиленою. Слід мати на увазі, що за бурхливого кипіння і тривалого спалювання речовини з сірчаною кислотою у присутності селену, який входить до складу каталізатора, можливі втрати молекулярного азоту.

Спалювання триває кілька годин, спочатку за слабого нагрівання. Після зникнення грудочок нагрівання підсилюють. Для змивання часток органічної речовини, які прилипають до стінок колби, її час від часу повертають, перемішуючи вміст. Спалювання закінчують після появи чистого зеленувато-блакитного забарвлення рідини, яке зникає після охолодження. Якщо на горловині колби й на пробці залишився наліт органічної речовини, його змивають невеликою кількістю дистильованої води в охолоджену колбу і знову спалюють до появи вказаного вище забарвлення.

Прилад для спалювання органічної речовини. У лабораторії Інституту для виконання масових аналізів змонтовано прилад, який складається з 40 електроплиток. Кожна плитка – це спеціально переобладнана лійка для гарячого фільтрування: фабричний нагрівач знято, всередині лійка вкрита вогнетривким шамотним матеріалом. На сферичну поверхню покладено спіральний нагрівач, за допомогою якого можна отримувати слабкий і сильний нагрів.

Кожна плитка вмикається в електричну мережу окремо. За масових аналізів для спалювання зручна також розрізана навпіл уподовж осі азбоцементована труба, обладнана спіралями.

Відгін аміаку. Після закінчення спалювання органічної речовини й охолодження колби корок споліскують дистильованою водою і в колбу обережно додають близько 60 мл води.

За аналізів відганяють аміак у тій самій колбі Кьельдаля, в якій спалюють органічну речовину. Використовують колби на 250–500 мл. Якщо в лабораторії

є колби Кьельдаля меншого розміру (але не менше, ніж на 100 мл), спалюють у них, а відгонку роблять у великих. Для відгонки можна також користуватися плоскодонними або круглодонними колбами з термостійкого скла на 500–700 мл. Після переливання рідини з малої колби Кьельдаля в іншу (більшу), меншу колбу споліскують 5–6 разів невеликими порціями дистильованої води, зливаючи їх у відгінну колбу; загальний об'єм рідини (з урахуванням лугу, який приливається) не повинен перевищувати 200–300 мл. Для запобігання поштовхів від кипіння в колбу додають кілька шматочків промитої і прожареної пемзи або кілька скляних капілярів чи намистинок.

Одночасно готують прийомні колби – конічні (Ерленмайера) або плоскодонні на 250 мл. У прийомні колби з бюретки додають 0,1 Н розчину сірчаної кислоти, кількість мл якої залежить від досліджуваного виду: пшениця, жито, кукурудза, рис, ячмінь, гречка, просо, сорго, овес – 20; горох, квасоля, нут, чина, сочевиця – 30; соя – 40; люпин – 50. За аналізу високобілкових пшениць (зі вмістом білка 15 % і більше) у прийомні колби вливають по 30 мл розчину сірчаної кислоти.

У кожену прийомну колбу додають 3–4 краплі індикатора, комбінованого чи метилового червоного (метилроту) й підставляють колбу під холодильник перегінного апарату Кьельдаля (рис. 44) так, щоб кінчик трубки холодильника обов'язково був занурений у кислоту.

Перегінний апарат Кьельдаля. Апарат складається з відгінної колби (Кьельдаля чи плоскодонної), краплевловлювача (насадка Кьельдаля), кулькового холодильника і прийомної колби. У лабораторії обладнано два пристрої по 16 апаратів на загальному штативі, що дозволяє виконувати масове визначення вмісту азоту. Гумовий корок, який щільно закриває відгінну колбу, крім краплевловлювача, забезпечено спеціальною лійкою з притертим краном, через яку у відгінну колбу швидко приливають розчин їдкого натрію, що прискорює процес аналізу. За нагрівальний прилад служать колбонагрівачі, які вмикаються в електричну мережу кожний окремо.

Колбу Кьельдаля ставлять на нагрівальний прилад перегінного апарату і щільно закривають корком, обладнаним краплевловлювачем і спеціальною лійкою; через воронку в колбу обережно приливають 40 мл їдкого натрію (густиною 1,26–1,28 г/см³). Якщо для спалювання органічної речовини було взято понад 10 мл концентрованої сірчаної кислоти, то кількість лугу відповідно збільшують.



Рис. 44. Перегінний апарат Кьельдаля

Луг, який додають у відгінну колбу, розкладає сірчаноокислий амоній, при цьому виділяється аміак, який через трубку холодильника потрапляє у прийомну колбу з сірчаною кислотою і знову утворює сульфат амонію.

Слід мати на увазі, що концентрованого лугу до колби для відгонки приливають у 4 рази більше, ніж було взято концентрованої сірчаної кислоти за спалювання. Коли весь луг із воронки потрапить у колбу, швидко затискають гвинтовим затискувачем різову трубку або закривають притертий кран, що

з'єднує воронку зі скляною трубкою, яка міститься всередині колби. Вміст колби обов'язково збовтують. Нагрівання вмісту колби без збовтування може призвести до вибуху. В холодильник пускають воду. Вмикають нагрівальний прилад. За нормального кипіння через 15–20 хв. відганяється приблизно 70–90 % всього аміаку. Тому після закінчення вказаних строків (за бурхливого кипіння) кінець холодильника виймають із розчину сірчаної кислоти (але не з колби), після цього кип'ятіння триває. Нагрівальний прилад вмикають, коли в колбі для відгону залишається не більше $1/3$ початкового об'єму рідини.

Кінець відгонки аміаку перевіряють за реактивом Несслера (додають одну краплю до 0,5–1,0 мл рідини, яка витікає із холодильника) або червоним лакмусовим папером.

Кипіння в колбі Кьельдаля не повинно послаблюватися, інакше кислоту з приймача може засмоктати у відгінну колбу. Якщо ж засмоктування почалося, слід вийняти кінець трубки холодильника з розчину (але не з прийомної колби) й одразу ж опустити, тоді бульбашки повітря пройдуть через трубку у відгінну колбу: тиск відновлюється й засмоктування припиняється.

Закінчивши відгонку аміаку, кінець трубки холодильника змивають дистильованою водою в прийомну колбу. Потім вміст приймача титрують 0,1 Н їдким натрієм до переходу малинового забарвлення в зелене під час роботи з комбінованим індикатором. За використання метилового червоного червоне забарвлення переходить у золотисто-жовте.

Коли забарвлення розчину зміниться у приймачі ще у процесі відгонки, то слід узяти нову наважку й повторити аналіз, наливаючи у прийомну колбу більшу кількість 0,1 Н розчину сірчаної кислоти.

Після відгонки аміаку воронки перегінного апарату промивають гарячою водою.

Обчислення результатів аналізу. Для спрощення підрахунків титр розчину лугу виражають у мг азоту, а також установлюють співвідношення об'ємів титрованих розчинів кислоти й лугу за реакції нейтралізації. Для визначення цього співвідношення 20, 30, 40 і 50 мл (залежно від об'єму кислоти

у прийомній колбі) приблизно 0,1 Н розчину сірчаної кислоти титрують розчином їдкого натрію (з відомим титром) із тим же індикатором, що і за визначення азоту. Розрахунок проводять за формулою:

$$\% \text{ азоту} = \frac{T \times (a - b) \times 100}{H},$$

де: T – титр 0,1 Н розчину їдкого натрію, виражений у міліграмах азоту;

a – кількість мл 0,1 Н їдкого натрію, використаного на титрування, набраного у прийомну колбу об'єму 0,1 Н сірчаної кислоти;

b – кількість мл 0,1 Н їдкого натрію, витраченого на титрування 0,1 Н сірчаної кислоти, яка не вступила в реакцію з аміаком після його відгону;

H – наважка абсолютно сухої речовини (мг), взятої на аналіз.

Приклад розрахунку: наважка подрібненого зерна 740 мг. На 20 мл розчину 0,1 Н сірчаної кислоти, наливої у прийомну колбу, витрачено 20,6 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію. На титрування сірчаної кислоти, яка не вступила в реакцію, витрачено 5,2 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію, виходить $20,6 - 5,2 = 15,4$ мл розчину 0,1 Н їдкого натрію відповідають азоту відігнаного аміаку. Титр 0,1 Н розчину їдкого натрію за азотом дорівнює, наприклад, 1,32 мл, при цьому:

$$\% \text{ азоту} = \frac{1,32(20,6 - 5,2) \times 100}{740} = 2,75.$$

Контрольний дослід. За спалювання органічної речовини та відгонки аміаку часто використовують недостатньо чисті реактиви, тому слід вносити поправку для кожної нової партії реактивів, які використовують, визначаючи у них уміст азоту, мг. Для цього проводять контрольне спалювання без наважки речовини, відгонку та інші операції з тією ж кількістю реактивів, які застосовують за проведення аналізу.

Отриману кількість азоту в реактивах обчислюють за кількістю азоту в наважці досліджуваної речовини.

Приклад розрахунку поправки на реактиви: на титрування 20 мл розчину 0,1 Н сірчаної кислоти, наливої в прийомну колбу, використано 20,6 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію. Для титрування сірчаної кислоти, яка не вступила в реакцію, пішло 20,35 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію (середнє з трьох визначень),

тоді $20,6 - 20,35 = 0,25$ мл розчину їдкого натрію відповідає азоту відігнаного аміаку. Титр $0,1N$ їдкого натрію по азоту дорівнює, наприклад, $1,32$ мг, поправка на реактиви дорівнює $1,32 \times 0,25 = 0,33$ мг азоту. Наведений раніше розрахунок з урахуванням поправки на реактиви, набирає такого вигляду: азоту (мг) у наважці $= 1,32 \times (20,6 - 5,2) - 0,33 = 20$;

$$\% \text{ азоту} = \frac{20 \times 100}{740} = 2,70$$

Розходження в кількості азоту між паралельними визначеннями не мають перевищувати 2% , якщо знайдений відсоток азоту прийняти за 100 . Таким чином, за вмісту 3% азоту в речовині розходження між паралельними визначеннями має бути не більше $0,06\%$, а при 6% – $0,12$ тощо.

Для кожної проби беруть середнє із двох паралельних визначень азоту й обчислюють відсоток білка (сирого протеїну), перемножуючи на відповідний коефіцієнт залежно від виду рослин: $5,7$ для пшениці, жита, вівса, ячменю (крім пивоварного) і $6,25$ – для всіх інших зернових, пивоварного ячменю та зернобобових.

Апарат К'єльдаля UDK 159. Виробник Velp Scientifica, Італія

Модель UDK 159 обладнана блоком колориметричного титрування - всі процеси відбуваються в повністю автоматичному режимі: подача всіх реактивів, видалення залишків дистиляції та титрування, промивання ячеек, титрування і повний розрахунок результатів. Результати аналізу обробляються мікропроцесором апарату і видаються в обраних одиницях.

UDK 159 розроблений для застосування у визначенні амонійного азоту, білкового азоту за методом К'єльдаля, нітратного азоту, фенолів, летких жирних кислот, цианідів, вмісту спирту і визначення азоту за методом Дьюара. Повністю автоматична система дистиляції та титрування UDK 159 - вища в модельному ряду з максимальним рівнем сервісу включає блок автоматичного колориметричного титрування (відповідно до рекомендацій АОАС) з передовою титрувальною ячеекою з автоматичним промиванням. Повністю автоматична система подачі реактивів: дистиляту для розведення, лугу, борної кислоти,

система відведення залишків дистиляції, що легко програмується, та забезпечує найвищий рівень зручності і значно скорочує час проведення аналізу.



Рис. 45. Перегінний апарат Кьельдаля

Патентований парогенератор не вимагає обслуговування та працює без тиску, забезпечує безпеку, високу відтворюваність. Титановий охолоджувач забезпечує високу теплопередачу (на відміну від стандартних скляних), завдяки чому вдається уникнути втрат азоту. 6-дюймовий (> 15 см) сенсорний дисплей (touchscreen) дає простий доступ до функцій і забезпечує інформацією про всі процеси. Вся інформація легко сприймається: текстові повідомлення російською мовою (ніяких цифрових кодів) зрозумілі, доступ до меню максимально спрощено.

Потужне програмне забезпечення включає бібліотеку на 54 програми (30 попередньо + 24 призначених для користувача) з архівуванням даних про проведені аналізи на жорсткому диску, вмонтованому в UDK 159. Система протоколювання дає можливість передавати дані аналізу на принтер, на персональний комп'ютер в .csv форматі, дозволяє формувати дані в найбільш зручному для користувача вигляді, володіє гнучкою системою управління даними. Корпус приладу має високу корозійну стійкість, гладкими легкоочисними поверхнями і виготовлений як єдине ціле - без щілин, де можуть накопичуватися забруднення. Пробірки встановлюються без всяких зусиль - зручний важіль розташований безпосередньо на корпусі приладу, система безпеки контролює правильність встановлення і наявність пробірки (в іншому випадку пристрій не починає свою роботу). Система сигналізації сповіщає користувача про недостатній рівень використовуваних реактивів.

UDK 159 розроблений для отримання точних результатів відповідно до вимог GLP, міжнародних стандартів AOAC, EPA, DIN, ISO, а також українських стандартів ДСТУ ISO.

Технічні особливості. Графічний сенсорний дисплей 6 дюймів з російським меню для простоти управління. Вбудований блок автоматичного титрування з колориметричним визначенням. Спеціальна конструкція важеля кріплення пробірки полегшує встановлення, забезпечує безпеку користувача. Електронний контроль закриття захисного екрану. Краплевлловлювач з технополімера гарантує оптимальну стійкість до високих температур і агресивних реагентів. Безпечний патентований парогенератор, який працює без надлишкового тиску. Титановий охолоджувач гарантує повну конденсацію парів і мінімальне споживання води для охолодження; фактичне споживання води відображається на екрані. Електронний контроль наявності водопровідної води, правильності установки пробірки. Потужність 2100 Вт. Функції: Вбудований блок автоматичного колориметричного титрування; мікропроцесор розраховує вмісту азоту, білка в вибраних одиницях виміру.

Пам'ять приладу включає до 54 методів аналізу з використанням наступних параметрів: текстова назва методу; об'єм води, що подається для розведення; об'єм лугу, що подається; об'єм борної кислоти, що подається; встановлення відкладеного старту для використання приладу при аналізі з використанням сплаву Деварда; встановлення часу дистиляції; потужність пароутворення в %; видалення залишків дистиляції з пробірки (так / ні); тип титранту; концентрація титранту; видалення залишків з титрувальної ячейки; промивання титрувальної ячейки

Підключення принтера через порт USB для друку звітів відповідно до вимог GLP, запис найменування лабораторії, оператора, часу, використаних параметрів для відображення у звітах. Підключення до локальної мережі лабораторії через LAN порт. Зберігання архіву параметрів налаштувань і результатів аналізів на жорсткому диску; копіювання архівів на USB-носії; об'єм пам'яті - 100000 аналізів. Автоматичні програми перевірки всіх систем апарату, промивання трубопроводів і компонентів. Електронні датчики рівня реактивів і заповнення ємності для зливів.

Технічні характеристики. Корпус: Корозійностійкий пластик. Встановлення часу дистиляції: Через графічний дисплей. Дисплей: 6-дюймовий сенсорний екран "Touch screen". Бібліотека: програм 54 методики. Відтворюваність ≤ 1 %. Вилучення ≥ 99.5 % при вмісті азоту від 1 до 200mg N. Межа виявлення ≥ 0.1 mg N. Додавання лугу / води / борної кислоти: автоматичне. Регулювання потужності пароутворення: 10 – 100 %. Отложенный старт для анализа по Дюару: 0 – 99 мин. Видалення залишків дистиляції: автоматичне. Час дистиляції 3 хв. для збору 100 ml дистиляту. Споживання охолоджуючої води 0.5 л/хв. при 15 °C - л/хв. при 30 °C. Мови: 14 стандартних + додаткові(можна завантажити). Сигналізація похибок: звукові та візуальні повідомлення. Інтерфейси Ethernet, 2 x USB и RS232. Відповідність стандартам AOAC, EPA, DIN, ISO, GLP. Загальні розміри (WxHxD) 370x780x410 mm / 14.6x30.7x16.1 in. Потужність 2200 W. Напруга 230 V - 50 / 60 Hz. Вага 31 kg / 68.3 lb.

2.1.2. Визначення вмісту білка (сирого протеїну) на приладі системи «Kjeltec Auto 1030 Analyzer» (фірми «Tecator», Швеція)

Ця методика призначена для визначення вмісту масової частки сирого протеїну в зерні, макусі, шроті, гірчичному порошку, які одержують за перероблення олійних видів, а також поширюється на широкий асортимент проб, до складу яких входить азот.

Під «сирим протеїном» розуміють сумарну кількість азоту, який визначають методом Кьельдаля з подальшим перерахунком на білок. Метод включає три основні етапи: дигерування, дистиляцію та титрування.

Суть методу. Визначення вмісту азоту ґрунтується на дигеруванні органічної речовини сірчаною кислотою у присутності каталізатора.

Весь вивільнений при цьому азот переходить у сульфат амонію $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$. Останній у лужному середовищі виділяє аміак, який у результаті парової дистиляції відганяється у прийомну колбу з борною кислотою та змішаними індикаторними добавками.

Заключною процедурою вимірювання є титрування з використанням стандартного розчину кислоти та завершенням процесу за зміною забарвлення індикатора.

За кількістю аміаку визначають уміст азоту. Множенням знайденої кількості азоту на відповідний коефіцієнт розраховують уміст білка (сирого протеїну).

Підготовка проби для проведення визначення. Проби зерна (20–50 г) розмелюють на млинку «Циклотек» (\varnothing сита 0,8–1,0 мм), висушують у сушильній шафі протягом 4 год. за температури 100–105°C. Охолоджують в ексикаторі, нижній відділ якого заповнений шматочками прожареного хлористого кальцію.

Наважки беруть на аналітичних або торзійних вагах у двократній повторності. У пробірки з наважками додають близько 0,7 г каталізатора і 12 мл концентрованої сірчаної кислоти на 1 г досліджуваної речовини.

Суміші дають деякий час постояти, щоб наважка рівномірно просякла кислотою.

Спалюють проби на приладі для спалювання за Кьельдалем виробництва фірми «Tecator» – дигестері (рис. 46) зі вмонтованим терморегулятором і центровим дисплеєм.

Пробірки вставляють у гнізда дигестера, накривають секційною кришкою з витяжним пристроєм у комплекті з водяним аспіратором, закривають тепловими заслінками.



Рис. 46. Загальний вигляд приладу Kjeltec Auto-1030-Analyzer

Суміші дають деякий час постояти, щоб наважка рівномірно просякла кислотою. Пробірки вставляють у гнізда дигестера, накривають секційною кришкою з витяжним пристроєм у комплекті з водяним аспіратором, закривають тепловими заслінками.

Спалюють за температури $420 \pm 10^\circ\text{C}$ протягом 2–3 год. (залежно від умісту протеїну у пробах) до появи чистого (без жовтого відтінку) зелено-блакитного забарвлення, яке зникає після охолодження (за використання пігулок Кьельтабз блакитний колір після охолодження не зникає).

Слід звернути увагу на те, що на початковій стадії дигерування, коли проходить бурхливе виділення газоподібних продуктів унаслідок високої швидкості реакції з кислотою, перші 5–10 хв. витяжний блок має працювати в режимі максимальної швидкості струменя води. Потім витрати води слід зменшити (1,5 л/хв.), щоб на наступних етапах дигерування пари кислоти залишалися у пробірках. Для мінімалізації випаровування кислоти в довкілля важливо знизити ступінь аспірації до потрібного рівня.

Крім того, за тривалого спалювання та бурхливого кипіння речовини з сірчаною кислотою у присутності селену, який входить до складу каталізатора, можливі втрати молекулярного азоту.

Спалені проби охолоджують до 50°C , корки споліскують дистильованою водою і в пробірки додають ще приблизно по 60 мл дистильованої води, після цього проба готова для визначення.

Корки на секційній кришці миють спочатку звичайною водою, споліскують дистильованою, злегка підсушують і накривають наступну партію пробірок.

Хімічні реактиви: кислота сірчана, х.ч., густина $1,84 \text{ г/см}^3$; кислота соляна, х.ч., фіксанали 0,1 Н; вода дистильована; натрію гідроксид, х.ч.; мідь сірчаноокисла, х.ч.; калій сірчаноокислий, х.ч.; селен металічний; кислота борна, х.ч.; бромкрезоловий зелений; метиловий червоний, х.ч.; спирт етиловий ректифікований.

Приготування хімічних розчинів, потрібних для роботи системи «Kjeltec Auto 1030 Analyzer».

1. Приготування 0,1 Н розчину соляної кислоти. 0,1 Н розчин кислоти соляної готують із фіксаліну.

2. Приготування 40 % розчину натрію гідроксиду. Зважують $400 \pm 0,001$ г лугу, переносять у фарфоровий стакан, поступово додають 600 см^3 дистильованої води, суміш постійно перемішують скляною паличкою. Коли розчин охолоне (до $40\text{--}50^\circ\text{C}$), його переливають у робочий бутель ємністю 10 л і готують наступну порцію розчину лугу.

3. Приготування каталізатора. Зважують $2 \pm 0,001$ г металічного селену, наважку переносять у ступку й розтирають її до стану порошку. Потім зважують $10 \pm 0,001$ г сірчаноокислої міді і $100 \pm 0,001$ г сірчаноокислого натрію. Ці наважки переносять у ступку з розтертим селеном. Суміш ретельно перемішують, розтирають, просіюють через сито ($\varnothing 0,5 \text{ мм}$). Одержаний каталізатор зберігають у скляному посуді з притертим корком. Можна користуватися каталізатором фірми «Tecator» – таблетками Кьельтабз.

4. Приготування 0,1 % розчину бромкрезолового зеленого. У скляний стаканчик (на 100 мл) переносять наважку $0,1 \pm 0,001$ г індикатора бромкрезолового зеленого, додають 50 мл етилового спирту, перемішують скляною паличкою до повного розчинення індикатора. Розчин із стаканчика переносять у мірну колбу ємністю 100 мл. Стаканчик споліскують спиртом і знову розбавлений розчин переносять у колбу; об'єм мірної колби доводять спиртом до мітки.

5. Приготування метилового червоного. Розчин метилового червоного готують так само, як і розчин бромкрезолового зеленого (див. п. 4), тільки замість бромкрезолового зеленого береться наважка $0,1 \pm 0,001$ г метилового червоного.

6. Приготування розчину борної кислоти з індикаторами. Зважують $100 \pm 0,001$ г борної кислоти. Наважку переносять у бутель на 10 л. Перед цим 10 л дистильованої води кип'ятять протягом 15 хв. У бутель з борною кислотою додають 5–6 л гарячої (70°C) дистильованої води й ретельно перемішують до

повного розчинення наважки. Потім додають 100 мл 0,1 % розчину бромкрезолового зеленого та 70 мл 0,1 % розчину метилового червоного. Розчин у бутлі доводять до мітки, перемішують.

Коригування. Коригують 1 % борну кислоту за такою методикою. У прийомну колбу з бутля відбирають 25 мл розчину борної кислоти, додають 100 мл дистильованої води. Якщо розчин у колбі червоного забарвлення, його титрують 0,1 Н розчином гідроксиду натрію до нейтрального сірого забарвлення. Підраховують об'єм розчину гідроксиду натрію, потрібного для коригування розчину борної кислоти в бутлі на 10 л за формулою: кількість 0,1 Н лугу = кількості мл титранту \times 40. Додають знайдену кількість лугу до розчину борної кислоти, ретельно перемішують. Готовий до використання розчин борної кислоти з індикатором має бути темно-зеленого забарвлення.

Для досягнення точних результатів аналізу на вміст у пробах азоту, протеїну слід бути абсолютно впевненим у правильній концентрації соляної кислоти (HCl), тому що це може призвести до грубих помилок.

Як стандартну речовину за визначення концентрації титранту використовують натрію карбонат. Приблизно 10 г безводного карбонату натрію (Na_2CO_3) висушують протягом 2 годин за 200°C . Після охолодження в ексікаторі зважують 0,4 г стандартної речовини на аналітичних вагах. Наважку (W_1) переносять у прийомну колбу, додають 40 мл дистильованої води та 10 крапель змішаного індикатора (0,1 г бромкрезолового зеленого та 0,1 г метилового червоного в 100 мл етанолу). Титрують до рожевого забарвлення. Кількість використаних $\text{cm}^3 - A_1$. Прокип'ятити цей розчин протягом декількох хвилин, швидко охолодити водогінною водою до кімнатної температури. Продовжують титрування до наступної зміни забарвлення на рожеве (об'єм A_2), процедуру повторюють ще раз (об'єм A_3).

$$M = \frac{18,870 \times W_1}{A_1 + A_2 + A_3},$$

де: M – молярність.

Концентрація має бути визначена з точністю до четвертого знаку після коми, наприклад 0,1000 М.

Карбонат натрію зберігають в ексікаторі, у скляному посуді з притертим корком.

Дистиляція. Для перевірки рівня відновлення дистиляційного блоку використовують стандартну речовину – сульфат амонію $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ з чистотою щонайменше 99,5 %, молекулярною масою – 132,14 г/моль. Висушений протягом 4 год. за температури 102°C сульфат амонію зберігають в ексікаторі, % азоту в сульфаті амонію (99,5 %) = 21,09.

Дистилують у пробірці 0,15 г сульфату амонію.

$$\% \text{ азоту} = \frac{(\text{мл} - \text{контроль} \times N \times 0,401)}{\text{грамзразку}},$$

де: N – нормальність титранту з точністю до четвертого знаку після коми.

$$\% \text{ відновлення} = \frac{\text{реальний} \% \text{ азоту}}{21,09}.$$

За використання солі амонію з іншим ступенем чистоти, наведені вище розрахунки слід скоригувати.

Прилади та обладнання. Шафа витяжна; шафа сушильна електрична з регулюванням та підтримкою температури (100–105°C); ваги лабораторні II-го класу точності, з найбільшою межею зважування 200 г, або інші ваги того ж класу точності; електроплитка побутова; термометр контактний з рухомими робочими контактами типу «ТПК-4П-163» 450–500°C; млинок лабораторний «ЛМЗ» або іншого типу з числом обертів не менше 5000 об/хв.; сита №№ 1, 08, 05; сито з розміром отворів 0,25 мм із набору лабораторних сит; бюкси металеві з покриттями заввишки 20 мм і діаметром 48 мм.

Хімічний посуд: стакани скляні лабораторні ємністю 50, 100, 500, 1000 мл; колби лабораторні місткістю 50, 100, 500, 1000 мл; бутель скляний ємністю 10 л; банки скляні побутові з притертими кришками; колба мірна ємністю 100 мл; стакан фарфоровий ємністю 1500 мл; піпетки на 1 мл; бюретка скляна

ємністю 50 мл; ексікатори з фарфоровими вставками; воронки скляні діаметром 4–5 см.

Хід аналізу. Перед початком роботи на приладі перевіряють готовність усієї системи до запуску.

1. Спочатку треба впевнитися, що генератор пари порожній (для цього відкривають бічну панель ліворуч). Потім перекривають дренажний кран на задній панелі (ставлять його у вертикальне положення).

2. Піднімають до упору захисну прозору шторку. Відпускають тримач, ставлять у гніздо пусту пробірку (якщо вона там ще не стоїть), опускають шторку.

3. Перевіряють наявність реактивів у всіх ємностях приладу.

4. Відкривають кран надходження холодної води з водогону.

5. Вмикають у мережу, натискають клавішу «POWER», на дисплеї висвічується напис «HELP».

6. Упевнитися, що в ємності з титрантом відсутні бульбашки повітря. Якщо вони є, то їх обов'язково слід позбавитися.

У ручному режимі поршнем бюретки з титрантом можна керувати за допомогою клавіші «TITRANT». За відкритої захисної шторки натискають клавішу «TITRANT» догори, доки поршень бюретки не зупиниться у верхньому положенні, витискуючи кислоту в ємність з титрантом. Натискають клавішу «TITRANT» донизу, кислота заповнює бюретку. Процедуру повторюють до того часу, поки бюретка не звільниться від бульбашок повітря. Потім закривають захисну шторку й натискають клавішу «TITRANT» догори, кислота виливається знизу в титрувальну ємність.

7. Натискають клавішу «AVTO» догори й відкривають захисну шторку. Бюретка заповниться автоматично, після цього загориться лампочка «cycle over».

8. Відключити «AVTO». Натиснути клавішу донизу.

9. У ручному режимі перевіряють відсутність бульбашок повітря в ємності з гідроксидом натрію.

Пробірка має бути у гнізді, захисна шторка закрита, бокова панель відкрита:

а) натискають клавішу «ALKALI», насос робить один оберт. Процедуру повторюють до того часу, поки луг почне надходити у пробірку, а трубка звільниться від бульбашок повітря;

б) відмірюють 25 см³ дистильованої води, виливають у пробірку, роблять позначку рівня води у пробірці.

Виливають воду, пробірку ставлять у гніздо, закривають захисну шторку, натискають клавішу «ALKALI». За правильної роботи насосу у пробірку за один оберт має надійти 25 мл розчину лугу (стандартне надходження). Насос можна відрегулювати на максимальне надходження – 50 мл, за допомогою гайки.

В автоматичному режимі насос може робити 2–3 стандартних надходження лугу.

10. Перевіряють систему поглинаючого розчину (буферного).

Аналізатор розраховано на використання поглинаючого розчину зі змішаними індикаторами (бромкрезоловим зеленим і метиловим червоним у 1 % розчині борної кислоти). У ручному режимі надходження поглинаючого розчину в ємність для титрування здійснюється за допомогою клавіші «RECSOL». Рекомендований об'єм – 25 мл.

а) пробірка у гнізді, захисна шторка закрита, натискаємо клавішу «RECSOL», розчин має надходити в ємність для титрування;

б) забирають пробірку з гнізда, закривають захисну шторку, натискають клавішу «STEAM» догори, таким чином перекривають дренажний клапан під ємністю, де відбувається титрування;

в) відмірюють 25 мл дистильованої води, виливають у ємність для титрування, роблять позначку рівня води (одразу під початком звуження ємності);

г) вимикають клавішу «STEAM», відкривають захисну шторку, натискають клавішу «AVTO» догори. Після того, як засвітиться лампочка «cycle over», шторку закривають, ємність автоматично заповниться поглинаючим

розчином. Спостерігають відповідність рівня розчину в ємності для титрування (25 мл). Об'єм регулюється гайкою на насосі. За збільшення чи зменшення об'єму перевірку повторюють, починаючи з п. 10 (б).

11. Перевірка дистиляційного об'єму. Дистиляція автоматично зупиниться, коли поверхня рідини в ємності для титрування опуститься нижче рівня стрижнів. Передній стрижень для програми Кьельдаль, задній – для програми «ДД». Середній, контрольний, має бути в найнижчому положенні.

а) генератор пару пустий, клавіша «STEAM» вимкнена, пробірка у гнізді, захисна шторка відкрита;

б) натискають клавішу «AVTO» догори, засвічується лампочка «cycle over»;

в) вибирають програму й закривають захисну шторку;

г) відміряний контрольний об'єм дистильованої води через воронку виливають у ємність для титрування;

д) коли рівень рідини досягне контрольних стрижнів, дренажний клапан під ємністю відкривається через декілька секунд;

е) якщо стрижні дуже високо чи низько, їх регулюють, підганяють під програму Кьельдаль у «ДД».

Пропоновані об'єми: для Кьельдаля – 75–100 мл; для «ДД» – 125–150 мл.

12. Перевірка генерації пари:

а) упевнитися в тому, що дренажний клапан надходження води в генератор закритий. Кран надходження холодної води з водогону відкритий, пробірка у гнізді, шторка закрита;

б) у ручному режимі натискаємо клавішу «STEAM» догори. Розчин із ємності з електролітом має надходити у верхню прозору ємність над апаратом самопливом;

в) відкриваємо клапан надходження і спостерігаємо за індикатором пари;

г) коли стрілка індикатора почне рухатись, перекривають надходження води на кілька секунд. Якщо індикатор зупиниться в нижній частині чорного

поля, клапан відкривають знову, поки стрілка індикатора не зупиниться у верхній частині чорного поля, клапан закривають;

д) зазвичай через хвилину вода закипає і пара та гаряча вода з'являються у пробірці;

е) вода, яка конденсується, буде заповнювати ємність для титрування до контакту зі стрижнями. Потім дренажний клапан відкривається, поки ємність звільниться від води і знову закривається. Це буде повторюватись до того часу, поки включена клавіша «STEAM»;

ж) система прогривається 5–10 хв., після цього натискають клавішу «STEAM» донизу, процес зупиняється.

Прилад готовий до виконання аналізу.

У ручному режимі натискають шість разів на клавішу «RECSOL», таким чином звільняють систему надходження поглинаючого розчину в титрувальну ємність від бульбашок повітря. Прилад працює за заданою програмою.

Для одержання на дисплеї результатів аналізу безпосередньо у % протеїну (білка) у програму приладу вводять постійний коефіцієнт і поправку на показники холостих дослідів за дистильованою водою.

Для цього на передній верхній панелі на табло «В» – 1000, на табло «BLANK» – 00.

У пробірку відміряють 20 мл дистильованої води. Піднімають захисну шторку і ставлять пробірку у гніздо. Клавішу «AVTO» натискають догори, засвічується лампочка «cycle over», шторку опускають. Дистиляція й титрування вмісту пробірки проходить автоматично. Процедуру повторюють кілька разів до встановлення постійного значення холостих дослідів. Кожного разу, якщо В=1000, А=0000, BLANK=00 дисплей висвічує (мл) незалежно від маси проби. Встановлюють константу «BLANK» на це значення, наприклад, 00–99 мл. Результати будуть скориговані під значення «BLANK».

Крім цього, перед дослідженням кожної партії проб, повністю хімічно аналізується контрольна проба, щоб компенсувати будь-який внесок реактивів, які використовують. Контрольні проби мають оброблятися аналогічно до проб,

які досліджуються. У нашому випадку має дигеруватися проба, до складу якої входить 0,7 г каталізатора, що містить $K_2SO_4 : CuSO_4 : Se = 100 : 10 : 2$ і 8 мл концентрованої сірчаної кислоти.

Після цього кнопками на табло «В» вводять у програму постійний коефіцієнт, який дорівнює:

$$\hat{A} = \frac{N \times 0,014 \times 100 \times \hat{E}}{I},$$

де: N – нормальність соляної кислоти з точністю до четвертого знаку;

0,014 – г-екв. азоту;

H – наважка зразка, г;

K – коефіцієнт переведення азот-протеїн (6,25; 5,7 залежно від проби).

На табло «BLANK» кнопками вводять показники холостого титрування, два знаки після коми. Якщо є поправка на повний хімічний контроль проби, то

$$B = \frac{(T - B) \times N \times 0,014 \times 100 \times K}{H},$$

де: T – об'єм титрування для проби, мл;

B – об'єм титрування для контролю, мл.

Після виконання всіх процедур, описаних вище, переходять до аналізу проб.

Підіймають захисну шторку, пробірку з розчином проби з'єднують з дистиляційною головкою, надівають на корок, фіксують тримачем з підпираючою чашечкою (гніздом). Опускають захисну шторку аналізатора, цим самим включають робочий цикл, за якого автоматично у пробірку надходить 25 або 50 мл (залежно від режиму МІКРО-МАКРО) 40 % лугу та 25–30 мл поглинаючого розчину в ємність для титрування.

Паровий клапан відкривається і пара із генератора проходить через тефлонову трубку в пробірку з пробєю (йде відгонка парою). У результаті взаємодії сульфату амонію з лугом виділяється аміак.

Звільнений газ (NH_4) разом із парою проходить через конденсатор, охолоджується, надходить у титрувальну колбу й поглинається розчином борної кислоти зі змішаним індикатором.

Одночасно з дистиляцією відбувається процес титрування, яким «керує» мікропроцесор (фотоелектричний сигналізатор). Індикатор у ємності для титрування постійно міняє колір із зеленого на червоний, суміш інтенсивно перемішується мішалкою, яка міститься в титрувальній камері. Коли рівень рідини в ємності для титрування досягне рівня контрольних електродів, мікропроцесор «схвалює» рішення щодо відповідності забарвлення розчину «кінцевому результату». Якщо це так, відбувається компенсація доданого титранту (щоб досягти постійного об'єму дистиляції незалежно від кількості об'єму титранту). Сигнал з фотоприймача мікропроцесора подається на підсилювач, а потім на цифровий індикатор. Після цього відкривається дренажний клапан і закривається паровий. Прилад автоматично відключає всі функції робочого циклу. Кінцевий результат висвічується на дисплеї.

Вимикання приладу

1. Перекривають клапан надходження води в парогенератор.
2. Відкривають захисну шторку, знімають пробірку.
3. Вимикають клавішу «AVTO».
4. Вимикають клавішу «POWER».
5. Відключають прилад від мережі.
6. Відкривають дренажний клапан.
7. Закривають кран надходження холодної води.
8. Протирають усі пластикові частини.
9. Заповнюють ємність для титрування дистильованою водою.

Профілактика приладу

1. Щотижня очищають ємність з розчином електроліту для парогенератора.
2. Парогенератор промивають і заповнюють дистильованою водою.
3. Усі ємності очищують перед кожною новою заправкою реактивами.

Щоквартально:

Очищують:

- електроди парогенератора від накипу, для цього його заповнюють розчином лимонної кислоти концентрацією 125 г/л;
- дозатор надходження поглинаючого розчину;
- ємність для титрування (титрувальну камеру) та електроди дистиляційного рівня рідини;
- звільняють усі ємності від реактивів і промивають усю систему дистильованою водою.

Контролюють: об'єм надходження лугу; об'єм надходження поглинаючого (буферного) розчину; дистиляційний об'єм; стан гумового корка на дистиляційній голівці.

Техніка безпеки:

1. Прилад має бути заземленим.
2. Дигестер не можна нагрівати вище 430–440°C.
3. За роботи з концентрованими сірчаною, соляною кислотами та лугами слід працювати в захисних окулярах, гумових рукавичках і респіраторі.

Опрацювання результатів. Результати, що висвічуються на дисплеї приладу, заносять до журналу, усереднюють та аналізують.

Розбіжність у кількості азоту між паралельними визначеннями не повинна перевищувати 2 %, якщо знайдений відсоток азоту прийняти за 100. Таким чином, за вмісту 3 % азоту в речовині розбіжність між паралельними визначеннями має бути не більше 0,06 %, а за 6 % – 0,12 і т.д.

Примітка: система контролю якості в «Tecator AB» сертифікована згідно зі стандартом ДСТУ ISO 9001:2009 «Система управління якістю. Вимоги». Це означає, що як розроблення, так і виробництво аналітичного обладнання проводиться згідно з чітко документованими процедурами. На обладнанні вказані процедури, які використовують як за його збирання, так і за тестування.

2.1.3. Визначення білка або протеїну

Важливий показник харчової цінності. Вміст білка коливається у великих межах залежно від сорту, території зростання, кліматичних умов і ґрунту. Високим вважається вміст білка вище 16-17%.

Визначення білка методом К'ельдаля. Класичний спосіб визначення білка в сировині та готових харчових продуктах – метод К'ельдаля, який є арбітражним методом визначення білка. Метод включає в себе кілька основних етапів: пробопідготовку, мінералізацію, дистиляцію і титрування. Щоб звести до мінімуму людський фактор, прискорити методику і підвищити її безпеку, провідні виробники розробили спеціалізовані комплекти обладнання для аналізу за методом К'ельдаля (рис. 47).

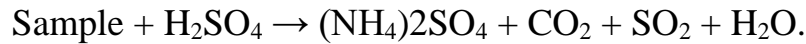
Метод визначення загальної кількості азоту носить ім'я датського хіміка К'ельдаля. Завдяки своїй точності та відтворюваності він протягом століття залишається найбільш використовуваним (офіційним) методом для визначення вмісту азоту/білка в харчових продуктах і кормах. Із дня першого застосування метод К'ельдаля зазнав багатьох змін, які були спрямовані переважно на зменшення споживаної енергії, займаного простору, ваги зразка й токсичності каталізатора.



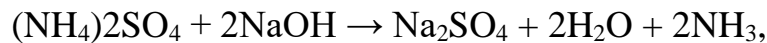
Рис. 47. Обладнання для визначення загальної кількості азоту по К'ельдалю

Метод К'ельдаля можна розбити на три стадії:

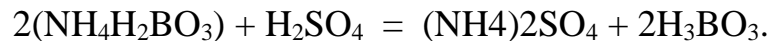
Мінералізація – гомогенізований зразок мінералізується в середовищі концентрованої сірчаної кислоти в присутності каталізатора. Результатом мінералізації є розчин, що містить сульфат амонію:



Дистиляція. У присутності надлишку луку NH_4^+ перетворюється на NH_3 , який можна відокремити від діжестованого зразка перегонкою з парою:



Титрування. Аміак, кількісно перегнаний з парою, збирається в поглинаючому розчині. Вміст азоту в зразку визначається кількістю поглинутого аміаку. Титрування проводять із використанням кольорових індикаторів або потенціометричним методом. Існує два методи титрування: пряме (використовують борну кислоту) і зворотне (використовують сірчану і соляну кислоту):



Для кожної стадії даного методу використовують певне обладнання.

Визначення білка методом Дюма. Для визначення кількості білка в сировині та готових харчових продуктах використовують методи К'ельдаля та Дюма. «Дюма» в останні десятиліття модифікували та автоматизували. Були розроблені автоматичні прилади для його реалізації. Зараз цей метод активно конкурує з методом К'ельдаля як з арбітражним методом визначення білка в харчових продуктах і має ряд своїх переваг.

Аналізатор вмісту білка за методом Дюма Primacs SNC-100 забезпечує точний та швидкий аналіз у зразках зерна, кормах для тварин, ґрунту тощо. Аналізатор є сучасним екологічним рішенням для лабораторій, які працюють із референтними методами визначення білка. Відсутність агресивних і токсичних речовин робить метод Дюма альтернативно привабливим порівняно з методом К'ельдаля. Аналізатор надає надійні результати усього за 3 хвилини.

Primacs SNC-100 – автоматичний аналізатор, оснащений унікальним завантажувальним пристроєм, призначений для визначення у зразках загального азоту (TN), загального вуглецю (TC), загального елементарного вуглецю (TEC), загального неорганічного вуглецю (TIC) і загального органічного вуглецю (TOC) (рис. 48). Визначення TN ґрунтується на методі Дюма із використанням високотемпературного спалювання проби і детектування на детекторі за теплоелектропровідністю (TCD). Для аналізів TOC, TEC та TIC використовується високотемпературне каталітичне спалювання з детектуванням на ІЧ-детекторі. Методика визначення розроблена відповідно до DIN 19539. Аналіз TIC також можна проводити окремо за допомогою автоматичної обробки наважки проби ортофосфорною кислотою.



Рис. 48. Автоматичний аналізатор – Primacs SNC-100

Основні переваги Primacs SNC-100:

- ✓ аналізатор оснащений автосамплером на 100 зразків;
- ✓ аналіз проводиться в керамічних тиглях багаторазового використання;
- ✓ аналіз твердих зразків вагою до 3 г і до 1 г рідкого матеріалу;

- ✓ унікальна система вертикального введення проби;
- ✓ результат аналізу – 3–5 хвилин для TN/ТС;
- ✓ аналізатор контролюється програмним забезпеченням з російською мовою;
- ✓ аналізатор забезпечує швидкий, надійний, точний, безпечний, економічно й екологічно нешкідливий аналіз загального азоту (TN), загального вуглецю (ТС) у твердих зразках.

Галузь застосування: корми для тварин і добрива, ґрунти, рослини та ін.

2.1.4. Визначення жиру в сировині та готовій продукції

Одним зі способів визначення жиру в сировині та готовій продукції є екстракція різними розчинниками. Сьогодні широко використовують аналітичний метод екстракції Рендалла, який є вдосконаленим методом Сокслета і має ряд переваг, а саме: скорочення часу екстракції, економія розчинника. Сьогодні широко використовують аналітичний метод екстракції Рендалла (рис. 49), який є вдосконаленим методом Сокслета і має ряд переваг, а саме: скорочення часу екстракції, економія розчинника.



Рис. 49. Напівавтоматичний і автоматичний екстрактори жиру відповідно до методу Рендалла

Вміст жиру нормується технічними умовами, тому цей показник систематично контролюють як в сировині, так і в готовій продукції. Арбітражним методом визначення жиру в сировині та готовій продукції є екстракція різними розчинниками. Екстракція розчинником знайшла своє широке застосування в кінці XIX століття. На сьогоднішній день існує кілька методів. Це: Соклет – так звана холодна екстракція і Твіссельман – гаряча екстракція, її ще називають безперервною екстракцією, коли гарячий розчинник протікає через зразок. Рендалл – також гаряча екстракція, коли зразок знаходиться в киплячому розчиннику.

Сьогодні одним із найбільш використовуваних аналітичних методів екстракції є метод Рендалла. Даний метод має багато спільного з методом Соклета, а саме: Галузь застосування. Точність результатів. Відповідність результатів.

При цьому Рендалл має ряд переваг:

- до 7 разів швидше;
- низьке споживання розчинника (відновлення розчинника);
- низька вартість аналізу.

2.1.5. Визначення вмісту крохмалю поляриметричним методом (за Еверсом)

Метод використовують для зернових і круп'яних видів. Метод ґрунтується на перетворенні крохмалю в цукор безпосереднім гідролізом соляною кислотою та на здатності продуктів гідролізу повертати площину поляризації в певному напрямку й на певну величину. Аналіз виконують за допомогою цукроміра.

Реактиви:

1. *25 % розчин соляної кислоти.* У мірну колбу ємністю 1 л додають певну кількість дистильованої води, а потім приливають 635 мл концентрованої соляної кислоти (густина 1,19 г/см³) і доводять водою до мітки. Перевіряють

концентрацію приготованого розчину за густиною, яка має дорівнювати 1,12 г/см³.

2. *1,124 % розчин соляної кислоти.* Беруть 24,7 мл концентрованої соляної кислоти густиною 1,19 г/см³ або 40 мл 25 % розчину густиною 1,125 г/см³ і доводять водою до 1 л. Готувати 1,124 % розчин соляної кислоти краще за два заходи: спочатку готують 25 %, а потім розводять його водою (із розрахунку 40 мл на 1 л).

Правильність концентрації 1,124 % соляної кислоти перевіряють титруванням 0,1 Н розчином їдкого натрію. 1 мл кислоти має відповідати 3,1 мл 0,1 Н розчину лугу. Відхилення від вказаної концентрації кислоти допускається не більше, ніж $\pm 0,002$ %.

3. *Розчин фосфорновольфрамової кислоти.* 4 г кислоти розчиняють у 70–80 мл дистильованої води, переливають у мірну колбу на 100 мл і доводять до мітки водою.

Обладнання. Цукромір «СУ-2» або іншої системи (рис. 50); колби мірні на 100 мл (краще Кольрауша); колби конічні на 100–200 мл; воронки діаметром 90–100 мм; піпетки на 50 мл; фільтри.



Рис. 50. Цукромір універсальний СУ-4

Хід аналізу. На технічних вагах, на глянцевому папері зважують 5 г розмеленого зерна. Наважку переносять у колбу Кольрауша на 100 мл – приливають піпеткою 50 мл розчину 1,124 % соляної кислоти.

Колбу занурюють у киплячу водяну баню так, щоб вода покривала всю широку частину колби, і за безперервного кипіння тримають 15 хв. Перші 3 хв. перемішують її вміст плавними круговими рухами, не виймаючи з бані. Через 15 хв. колбу з бані виймають, доливають холодною водою, приблизно до 90 мл, і швидко охолоджують до 20°C.

Для осадження білків і освітлення розчину додають 4–5 мл 4 % розчину фосфорновольфрамової кислоти, перемішують уміст колби, доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і фільтрують у суху колбу. Перші порції фільтрату зливають назад у воронку. Прозорий фільтрат поляризують у трубці завдовжки 200 мм.

Роблять п'ять відліків показників цукроміра і знаходять середнє. Різниця між окремими показниками цукроміра допускається до 0,1 мм.

Гідроліз крохмалю слід вести у двох наважках (досвідчені працівники можуть проводити в одній наважці за умови, що в одному зразку із серії, яка аналізується протягом дня, гідроліз крохмалю і всі послідовні операції ведуть у двох наважках). Різниця між паралельними визначеннями має бути не більше, ніж 0,5 %.

Опрацювання результатів. Уміст крохмалю в досліджуваному зерні на абсолютно суху речовину визначають з точністю до 0,01 % за формулою:

$$\% \text{ крохмалю} = \frac{a \times K \times 100}{100 - e},$$

де: a – середній показник цукроміра;

K – коефіцієнт Еверса (залежить від виду крохмалю);

e – гігроскопічна вода, %.

Коефіцієнт Еверса для різних видів крохмалю за наважки 5 г, об'єму колби 100 мл за поляризації в цукромірі у трубці завдовжки 200 мм складає (табл. 28):

Таблиця 28

Коефіцієнт Еверса для різних видів крохмалю

Види крохмалю	Коефіцієнт Еверса
Кукурудзяний	1,879
Пшеничний	1,898
Житній	1,885
Ячмінний	1,912
Вівсяний	1,914
Рисовий	1,866
Сорговий	1,925
Просяний	1,818

Гідролізують крохмаль на киплячій водяній бані. Після того, як колби поставлені на киплячу баню, кипіння зупиниться, але потрібно, щоб воно відновилося через 2–3 хв., тільки тоді гідроліз буде доведено до кінця. Тому баня має дві потужні спіралі для нагріву і подвійний корпус, шістнадцять отворів, які закриваються заслінками для встановлення колб. Витрата електроенергії на її нагрівання складає близько 5 кВт. Записи ведуть за формою (табл. 29).

Таблиця 29

Форма запису даних у журнал

Назва сорту (код)	Визначення крохмалю, %										
	номер	наважка, г	показники цукроміра					середнє	в повітряно-сухій речовині, %	гігроскопічної води, %	крохмалю в абсолютно сухій речовині, %
			I	II	III	IV	V				
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

2.1.6. Визначення вмісту сирової клітковини

Клітковина або харчові волокна – це основна складова оболонки й м'якоті зерна. Є головним джерелом енергії для живих організмів. Клітковина – це та складова продуктів рослинного походження, яка не перетравлюється. Її ще називають неперетравлюваним залишком.

Цей компонент має:

Споживчу цінність. Людям і тваринам необхідна певна кількість клітковини для нормального функціонування травного тракту. Її кількість необхідно ретельно контролювати. Тому що занадто велика кількість може викликати проблеми із травленням, а нестача – певні захворювання.

Економічну цінність. Харчова та кормова промисловість використовують клітковину настільки, наскільки це можливо, тому що це дешевий компонент продуктів харчування.

Є різні методи визначення клітковини, але всі їх можна згрупувати в 2 категорії:

- ✓ визначення загального вмісту сирової клітковини;
- ✓ визначення компонентного змісту клітковини, а саме: нейтрально розчинної клітковини, кислотнорозчинної клітковини, лігніну.

Автоматичне рішення для визначення як загального, так і компонентного вмісту клітковини в харчових продуктах за допомогою автоматичного екстрактору клітковини. FIWE Advance – сучасне рішення для визначення клітковини відповідно до офіційних методів (рис. 51, табл. 30).



Рис. 51. Автоматичний екстрактор клітковини FIWE Advance

Його переваги:

- ✓ автоматичне визначення сирової клітковини, NDF, ADF і ADL;
- ✓ вимагає мінімум часу оператора (близько 2 хвилин);
- ✓ автоматичне підігрівання і дозування реагентів забезпечує відсутність контакту з хімікатами й парами;
- ✓ сучасні функції безпеки для забезпечення продуктивності та збільшення терміну експлуатації;
- ✓ точний аналіз одночасно до 6-ти зразків, не вимагає контролю оператора;
- ✓ інтуїтивно зрозумілий 7 "кольоровий сенсорний екран, що відображає всю необхідну інформацію;
- ✓ Load & Go-функція. Початок аналізу одним натисканням кнопки;
- ✓ підключення ваг, автоматичний підрахунок і збереження результатів;
- ✓ моніторинг та контроль приладу в будь-який час і в будь-якому місці за допомогою платформи VELP Ermes cloud;

Таблиця 30**Технічні характеристики**

Модель	Діафаноскоп ДСЗ-3
1	2
Позиція/Кількість зразків	До 6 –ти зразків
Кількість аналізів в день	До 36-ти
Зразки	Індивідуально обробляються
Наважка зразка	Від 0,5 до 3 г.
Дисплей	7'' кольоровий сенсорний екран
Межі вимірювань	0,1–100%
Повторюваність	+/- 1% за вмісту клітковини 5%–30%
Підсвічування	LED-підсвічування
Підігрів та дозування реагентів	Автоматично
Час нагрівання реагентів	5-7 хв.
Час, необхідний для доведення до кипіння	5-10 хв.
Зв'язок	Хмара через локальну мережу
Інтерфейси	3xUSB (ваги, сканер штрих-коду, мишка, USB-накопичувач)
Підрахунок результатів	Автоматично, внутрішній архів для зберігання даних

1	2
Бібліотека протоколів	5 стандартних методів + можливість налаштування 30 методів
Габарити (ШхГхВ)	735x420x666 мм
Вага	57 кг
Мережа	230 В – 50/60 Гц
Потужність	2100 Вт

- ✓ LED-підсвічування показує Вам активні позиції;
- ✓ опціонально доступний сканер штрих-коду для полегшення роботи;
- ✓ офіційні арбітражні методи: АОАС, ISO, ЕЕС.

Метод використовують для кормових та овочевих видів (перець, квасоля).

До складу сирій клітковини входять: чиста клітковина, частина геміцелюлози, лігніну, кутину, деякі білкові речовини й зольні елементи. Пробу обробляють сірчаною кислотою, лугом, спиртом та ефіром, після цього рослинний залишок зважують.

Реактиви:

– 1,25 % розчин сірчаної кислоти. В літрову мірну колбу з дистильованою водою вливають 7,1 мл концентрованої сірчаної кислоти щільністю 1,84 г/см³ і доводять розчин водою до мітки;

– 2,5 % розчин їдкого натрію. Розчиняють луг із розрахунку 30 г на 1 л дистильованої води. Концентрацію розчину їдкого натрію встановлюють таким чином: 2,5 % розчин їдкого натрію – це 0,64 N розчин;

– етиловий спирт, 96 %;

– діетиловий ефір.

Обладнання: стаканчики з притертими кришками, мірні циліндри на 100 і 250 мл, термостійкі хімічні стакани на 500 мл; хімічні воронки діаметром 70 мм, колби конічні плоскодонні на 250–500 мл; скляні палички з гумовими наконечниками, воронка для відсмоктування.

Підготовка проби для визначення. За підготовки середніх проб для цього аналізу достатньо розмолоти речовину до частинок приблизно 1 мм в діаметрі, тому що дуже тонкий помел може бути причиною втрати дрібних частин за фільтрування під розрідженням.

Хід аналізу. На аналітичних вагах на глянцевої папір кладуть наважку 2,5–3,0 г повітряно-сухої речовини, переносять до хімічного стакану на 500 мл, наливають 200 мл 1,25 % сірчаної кислоти і відмічають рівень рідини у стакані восковим олівцем. Із кожної проби беруть по дві наважки.

Рідину в стакані доводять до кипіння, що триває протягом 30 хв. Якщо речовина осідає на дно, то для запобігання пригорання вміст періодично помішують скляною паличкою з гумовим наконечником. Не слід допускати бурхливого кипіння. У міру випаровування рідини у стакан доливають гарячу воду до мітки, щоб не збільшувалась концентрація кислоти, яка реагує з клітковиною. Доливати воду слід із промивалки, щоб одночасно сильним струменем змивати прилиплі до стінок стакану частинки осаду.

Під час кип'ятіння готують пристрій для фільтрування. Він складається з водоструменевого або іншого насосу, стакану та воронки для відсмоктування.

По закінченні кип'ятіння осаду дають осісти у стакані (2–5 хв.). Потім воронку з фільтром занурюють у ще гарячу рідину для відсмоктування її зі стакану. При цьому не слід опускати воронку глибоко в рідину, бо це ускладнює фільтрування: до стінок воронки й поверхні фільтра прилипає багато частинок осаду, які важко змити знову в стакан.

Коли майже всю рідину буде видалено, у стакан наливають до мітки гарячу дистильовану воду, дають осісти осаду і знову відсмоктують рідину через воронку. Оброблення гарячою водою повторюють 2–3 рази доки фільтрат не буде нейтральним за проби на лакмус (для цього беруть останні порції рідини, яка витікає з воронки).

Якщо фільтрат за відсмоктування буде забитий частинками осаду, то їх змивають сильним струменем гарячої води із промивалки знову в стакан.

Вміст сирої клітковини в абсолютно сухій речовині розраховують за формулою:

$$\frac{b \times 100 \times 100}{a(100 - e)},$$

де: a – наважка повітряно-сухої речовини, г;

b – здобута маса сирої клітковини, г;

e – вміст гігроскопічної води в речовині, %.

Розходження між даними паралельних визначень має бути не більше 0,15 %.

2.1.7. Визначення зольності

Зольність – показник, який характеризує сорт борошна. Чим нижче значення зольності, тим вище сорт. Зольність – це кількість золи (мінеральних речовин), яку отримують після спалювання зерна за високих температур, виражена у відсотках.

Печі муфельні, NABERTHERM. Для щоденного використання в лабораторії ідеально підходять муфельні печі серії L 1/12 – LT 40/12. Муфельні печі поставляються з відкидними або підйомними дверима (на вибір). t макс. – 1100 °C або 1200 °C

Нагрівання з двох сторін керамічними конфорками (у муфельних печей L 24/11 – LT 40/12 нагрівання із трьох сторін). Керамічні нагрівальні плити з інтегрованим нагрівальним елементом, із захистом від бризок і відпрацьованих газів (простота заміни). Корпус печі виготовлений зі структурних листів з нержавіючої сталі. Подвійні стінки корпусу для низьких зовнішніх температур і високої стабільності. На вибір – або з відкидними дверцятами (L), які можна використовувати в якості додаткового місця для завантаження і вивантаження, або з підйомними дверцятами (LT), причому гаряча сторона повернута від оператора. Регульований отвір припливного повітря в дверцятах. Витяжний отвір у задній стінці печі. Малошумна робота системи нагрівання з напівпровідниковими реле. Використання за призначенням в рамках керівництва

по експлуатації. NTLog Basic для контролера Nabertherm: запис технологічних даних за допомогою USB-накопичувача.



Рис. 52. Муфельні печі серії L 1/12 – LT 40/12

Лабораторії, у яких використовуються муфельні печі, за всіма правилами повинні бути обладнані витяжною шафою, необхідною для того, щоб газоподібні шкідливі хімічні речовини і дим, що утворюються в ході досліджень, не змогли завдати шкоди здоров'ю персоналу лабораторії.

Для проведення аналізу додатково знадобляться:

- ✓ млин лабораторний для подрібнення проби;
- ✓ ваги електронні лабораторні до 200 г з дискретністю 0,0001 г;
- ✓ тиглі;
- ✓ щипці тигельні;
- ✓ ексикатор.

Наважку подрібненого зерна озолують, обережно прожарюючи за вільного доступу повітря. Вуглець, водень, азот і частково кисень вилітають, залишаються лише мінеральні речовини у вигляді окисних сполук.

Озолення можна вести без застосування прискорювача або використовувати, як прискорювач, хімічно чисту азотну кислоту.

Реактиви: хлористий кальцій прожарений, кислота азотна хімічно чиста, густиною 1,20 г/см³.

Обладнання: фарфорові тиглі (краще № 4), тигельні щипці, електрична муфельна піч.

Хід аналізу. *Озолення без прискорювача.* Чисті сухі фарфорові тиглі попередньо прожарюють у муфельній печі протягом однієї години, охолоджують і зважують на аналітичних вагах. Потім беруть від кожної середньої проби по дві наважки 2,0–2,5 г повітряно-сухої речовини, причому наважку в тигель кладуть нещільно, щоб кисень повітря легко проходив у нижні її шари. Слід мати на увазі, що розмелювання середніх проб до часток діаметром менше 1 мм обмежує озолення, ускладнюючи доступ кисню до часток озолюваної речовини.

Тиглі з наважками ставлять у муфельну піч, дверцята при цьому прикривають нещільно. Піч не слід сильно нагрівати, інакше наважки можуть загорітися. Обвуглення органічної речовини проходить за слабого нагрівання, бо за сильного швидко починають виділятися продукти сухої перегонки, озолювана речовина може спучитись і вийти через край тигля. Після того, як речовина у тиглях перестане диміти й обвуглиться, нагрівання муфеля зупиняють. Озолення вважають закінченим, якщо в золі відсутні частки недогорілого вугілля світло-сірого кольору або, залежно від присутності оксиду заліза, буро-червоного, а інколи зеленуватого (за наявності сполук марганцю).

Тиглі охолоджують в ексикаторі протягом 30–40 хв. і зважують. Після цього повторно прожарюють у печі протягом 30 хв. і знову зважують. Якщо маса тиглів із золою не змінилась, озолення вважають закінченим, за зменшенням маси більш, ніж на 0,0005 г прожарювання повторюють. У разі збільшення маси після повторного прожарювання для розрахунку беруть першу масу.

Озолення з прискорювачем – азотною кислотою. Після повільного обвуглення наважок у муфельній печі, як було вказано вище, продовжують спалювати речовину до перетворення її в пухку масу сірого кольору. Тиглі

2.1.8. Визначення вмісту гігроскопічної води (прискорений метод)

За визначення вмісту крохмалю, жиру, золи та інших речовин належить обчислити їх відсотковий уміст в абсолютно сухій речовині. Для цього визначають вміст гігроскопічної води в подрібненій середній пробі, яка залежить від виду зерна, умов вирощування та інших причин.

Хід аналізу. Чисті скляні бюкси слід висушити в сушильній шафі, охолодити в ексикаторі і зважити. З підготовленої проби, після ретельного перемішування, відбирають у бюкси дві наважки розмолотого зерна по 2,5–5,0 г. Потім бюкси разом зі знятими з них покриттями ставлять у сушильну шафу або термостат, нагрітий до 140°C, а після наповнення шафи температуру знижують до 130°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) протягом 40 хв., після цього накривають їх кришками, охолоджують 20–30 хв. в ексикаторі над сухим хлористим кальцієм і зважують. Користуватися потрібно аналітичними вагами. За наявності достатньо чутливих технічних вагів і наважці 5–10 г, зважують з точністю до 0,01 г.

Вміст води розраховують за формулою:

$$\frac{(\hat{a}_1 - \hat{a}_2) \times 100}{\hat{a}_1 - \hat{a}}$$

де: a – маса бюкса, г;

a_1 – маса бюкса з наважкою до висушування, г;

a_2 – маса бюкса з наважкою після висушування, г.

Різниця між двома паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,25 %. Уміст сухої речовини визначають, віднімаючи від 100 отриманий відсоток гігроскопічної води.

Якщо в лабораторії є чергові, можна рекомендувати прискорений і точніший метод визначення вмісту гігроскопічної води. Встановлюють термостат для нагріву на 85–95°C. Наприкінці робочого дня до шафи ставлять бюкси з наважками й витримують їх за цієї температури до 9-ї години ранку. Вранці температуру підвищують до 105°C і досушують речовину протягом однієї години (час завжди має бути однаковим). Після цього бюкс охолоджують в

ексикаторі і зважують. Різниця між двома паралельними визначеннями за цим методом має бути щонайбільше 0,15 %. Записи ведуть за формою (табл. 33).

Таблиця 33

Форма запису даних у журнал

Назва сорту (код)	Номер бюкса	Маса, г			Маса, г		Вміст води у повітряно-носухій речовині, %
		бюкса	бюкса з наважкою	наважки	бюкса з наваж-кою після сушіння	води, яка ви-парувалась	
1	2	3	4	5	6	7	8

2.1.9. Визначення амінокислотного складу зерна методом іонообмінної рідинно-колоночної хроматографії

У рослин у вільному стані можна знайти до 100 різних амінокислот. Вміст вільних амінокислот не залишається постійним. Він змінюється залежно від дії зовнішніх факторів, загального стану рослини, спрямованості в них процесів обміну речовин. Вміст вільних амінокислот визначають для детального вивчення поживної цінності кормів і харчових продуктів, а також при дослідженні окремих ланок азотного обміну рослин. Іоннообмінна хроматографія на колонках використовується в численних і різноманітних дослідженнях для одержання основної біохімічної інформації. Аналіз амінокислотного складу проводять за допомогою автоматичного аналізатора амінокислот (рис. 53).

Прилади і матеріали. Автоматичний аналізатор амінокислот Т 339, виробництва Чехія, Прага. Іонообмінна хроматографія на колонках застосовується для якісного і кількісного амінокислотного аналізу пептидів і білків, що дає цінну характеристику молекул.



Рис. 53. Автоматичний аналізатор амінокислот Т 339

У випадку колоночної іонообмінної хроматографії для поділу амінокислот використовуються дрібнозернисті катіонообмінники (смоли), що представляють собою сополімер стиролу і дивінілбензолу сферичної форми з функціональною групою - причому для скорочення тривалості аналізу необхідні смоли з малим розміром зерен. Кислотно-лужні властивості амінокислот лежать в основі іонообмінної колоночної хроматографії. Амінокислоти являють собою органічні сполуки, що містять, щонайменше, одну карбоксильну (кислу) групу й одну аміногрупу (основну), що знаходиться в альфа-положенні стосовно карбоксильної. Для того, щоб відбувся поділ суміші амінокислот на колонці, катіонообмінник попередньо врівноважується буферним розчином цитрату натрію або цитрату літію. Функціональні групи приймають, відповідно, вид: - $\text{SO}_3\text{-Na}^+$ або - $\text{SO}_3\text{-Li}^+$. Молекули амінокислот при рН 3 (і менше) мають позитивний заряд. При нанесенні на колонку суміші амінокислот при рН 2,2 молекули амінокислот притягуються іонними силами до сульфогрупи смоли

своєю позитивно зарядженою аміногрупою і витискають іони Na^+ або Li^+ , розподіляючись по колонці в залежності від розміру позитивного заряду. Основні амінокислоти лізин, аргінін і гістидин мають найбільший позитивний заряд, тому відразу і міцно зв'язуються зі смолою. Кислі амінокислоти глютамінова та аспарагінова мають найменший позитивний заряд, тому проходять через усю колонку і з'єднуються зі смолою останніми. На процес розподілу амінокислот по колонці впливають і бокові радикали амінокислот. Далі відбувається елюація (вимивання) амінокислот у визначених умовах: на великій швидкості, при підвищеному тиску і температурі та використанні п'ятих етапів зміни елюантів. Послідовність виходу окремих амінокислот із хроматографічної колонки визначається не тільки властивостями катіонообмінника, а й складом і температурою елюантів. Успішний поділ амінокислот у колоночних процесах іонообмінної хроматографії в значній мірі залежить від вибору умов, у яких цей процес відбувається. До цих умов відносяться: якість і гранулометричний склад іоніту; розміри хроматографічної колонки; матеріал, із якого виготовлена колонка; природа і властивості буферних розчинів (елюентів); температура; швидкість елюативного процесу; апаратура і допоміжні пристосування для проведення хроматографії; апаратура для детекції амінокислот.

Реєстрація амінокислот. Для реєстрації амінокислот у елюатах використовується метод детекції нінгідрином. Нінгідрин взаємодіє з амінокислотою по аміногрупі, утворює сполуку гідриндантін, що дає фарбування в області 560 нанометрів (винятком є сполучення з проліном і оксіпроліном, що мають максимум поглинання при 440 нанометрів). При звичайному режимі аналізу нінгідриновий реактив (суміш нінгідрина, буферного розчину і хлористого олова в атмосфері аргону для запобігання окислювання нінгідрину повинна зберігатися в захищеному від світла і тепла місці) додається до рідини, що вимивається з колонки. Потім суміш нагрівається при $1000\text{ }^\circ\text{C}$ у реакційній бані (дуже важлива довжина реактора для того, щоб реакція пройшла до кінця).

Принцип роботи амінокислотного аналізатора. В основу роботи автоматичного аналізатора амінокислот (розробники Спекман, Штейн і Мур) покладений дуже витончений і простий принцип проведення всіх операцій аналізу в безперервному потоці елюанту. Принцип роботи полягає в тому, що елюант із ємкості за допомогою насосу, що дозує, прогоняється через хроматографічну колонку. На виході з колонки до елюату мікронасосом безперервно підкачується нінгідриновий реактив у визначеному співвідношенні з елюатом. Суміш елюата і нінгідринового реактиву по капілярній трубці направляється в реактор, де нагрівається до температури 95-98 °С і потім направляється в проточну кювету. Інтенсивність фарбування, що з'явилося, вимірюється фотоколориметруванням за допомогою фотоелементу, на який світло від джерела проходить крізь стінки кювети. Сигнали фотоелемента підсилюються і реєструються самописним потенціометром у вигляді хроматограми. Площа піків на хроматограмі підраховується і порівнюється з площею піків амінокислот з відомою концентрацією. З порівняння цих площ робиться обчислення абсолютної кількості амінокислоти в аналізованому зразку. Останнім часом замість двуколонного методу (коли кислі і нейтральні амінокислоти розділяються на великій колонці, а основні - на маленькій), широко використовується одноколонний метод поділу амінокислот. Цей метод дозволяє зменшити витрату реактивів і досліджуваного матеріалу, виключити кількісні розбіжності при дозуванні проб на дві колонки. Загальноприйнятим методом поділу амінокислот на іонообмінних колонках є метод із використанням натрій цитратних буферів у якості елюантів (розчинник який витісняє амінокислоти з хроматографічної колонки). Однак, у разі використання натрій цитратних буферів аміді (глутамін і аспарагін) і амінокислоти небілкового походження (орнітин, цитрулін, бета-аланін та багато інших, що знаходяться у біологічних рідинах) не розділяються. Тому останнім часом почали успішно застосовувати літій цитратні буфера як елюенти. Вважають, що розбіжності в розподілі амінокислот при використанні літій або натрій цитратних буферних розчинів обумовлені гідратацією. Найменш міцно зв'язуються найбільш гідратовані

іони. Використовуючи літій цитратні буферні системи на іонообмінних колонках можна розділити до 60 нінгідрин позитивних сполук. Час аналізу при цьому збільшується. Елюація амінокислот із іонообмінної колонки проводиться по черзі літій цитратними буферними розчинами рН 2,75; рН 2,95; рИ 3,2; рН 3,8; рИ 5,0. Співвідношення нінгідринового реактиву і елюенту 1:2; температура термостатування колонки 38,5 °С і 65 °С. Досліджуемий зразок розводиться в літій цитратному буфері рН = 2,2 і наноситься на іонообмінну колонку за допомогою дозатора.

Розрахунок якісного і кількісного вмісту амінокислот. Для того, щоб розрахувати кількість амінокислот у досліджуваному зразку, попередньо на колонку автоматичного аналізатора амінокислот наносять стандартну суміш амінокислот із відомою концентрацією кожної амінокислоти.

На хроматограммі (рис. 54) розраховують площу піка кожної амінокислоти (або висоту піка). Кількість мікромолей кожної амінокислоти (X_i) у досліджуваному розчині обчислюють по формулі:

$$X_i = S_i / S_0,$$

де S_1 — площа піку (або висота) амінокислоти в досліджуваному зразку;

S_0 — площа піка (або висота) цієї ж амінокислоти в розчині стандартної суміші амінокислот, що відповідає 1 мікромолю кількості кожної амінокислоти.

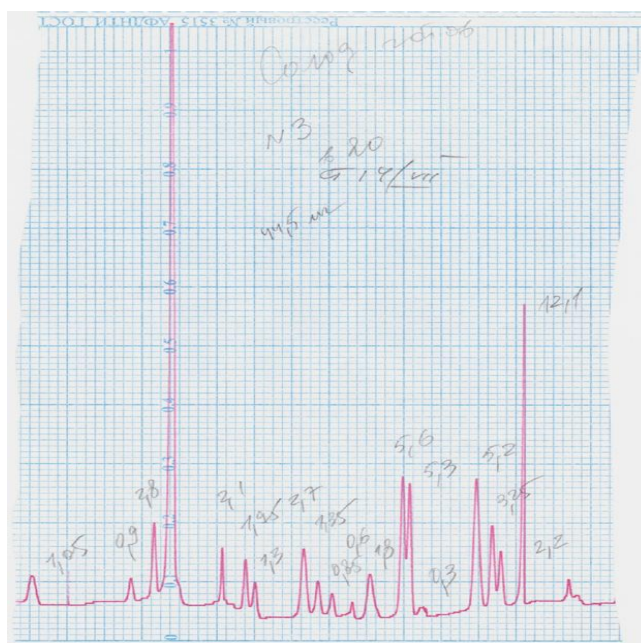


Рис. 54. Хроматограма зерна пшениці

Кількість у міліграмах одержують при множенні кількості мікромолей амінокислоти на відповідну їй молекулярну масу. Якісний склад суміші амінокислот визначають, порівнюючи хроматограми стандартної і досліджуваної суміші амінокислот.

Підготовка зразків до аналізу. Має велике значення і є першою передумовою для одержання достовірних і відтворених результатів при роботі на автоматичному аналізаторі амінокислот правильно обраний спосіб підготування зразка. Процес підготування зразків можна розділити на виділення амінокислот, зв'язаних у білках, пептидах, що потребують гідролізу, і на підготування зразків, що містять вільні амінокислоти (зерно, зернові продукти), із яких усувають білки й інші речовини, що заважають аналізу.

Найбільш часто застосовується метод гідролізу хлористоводневою (соляною) кислотою. Гідроліз проводять таким чином:

На дні пробірки з вогнетривкого скла (пірекс) розміщують ретельно зважений зразок з вмістом сухого білка біля 2 мг або еквівалентна кількість водяного розчину білка. До сухої наважки білка в пробірку додають 0,5 мл дистильованої води і 0,5 мл концентрованої хлористоводневої кислоти. До водяного розчину білка добавляють рівну кількість концентрованої хлористоводневої кислоти. Пробірку охолоджують у суміші сухого льоду з ацетоном або рідкого азоту. Після того, як вміст пробірки замерзне, із неї откачують повітря за допомогою вакуумного насосу для запобігання окислювання амінокислот у результаті гідролізу. Потім пробірку запаюють. Запаєну пробірку ставлять на 24 години в термостат із постійною температурою $+106^{\circ}\text{C}$. По закінченню гідролізу пробірку розкривають, попередньо охолодив до кімнатної температури. Вміст кількісно переносять у скляний бюкс і розміщують у вакуум - ексікатор над гранульованим їдким натром. Потім із ексікатора видаляють повітря за допомогою водоструйного насосу. Після висушування зразка, у бюкс додають 3-4 мл деіонізованої води і повторюють процедуру висушування. Можливо також видалення соляної кислоти на водяній бані під витяжкою. Підготовлений у такий спосіб зразок розчиняють у 0,3-

нормальному літій цитратному буфері рН 2,2 і наносять на іонообмінну колонку аналізатора амінокислот.

Для визначення тріптофану застосовується лужний гідроліз, що не можна застосовувати для визначення інших амінокислот, тому що при лужному гідролізі ряд амінокислот перетерплюють зміни.

Депротеїнізація (осадження білка) зразків для одержання екстракту вільних амінокислот і низькомолекулярних сполук (пептидів) може проводитися наступними методами:

1. Сульфосаліциловою кислотою.
2. Пікриною або трихлороцтовою кислотою (використовуються дуже рідко, тому що перед нанесенням отриманого таким чином зразка на прилад, зразок треба ретельно очистити від залишків кислот).
3. Гельфільтрацією.
4. Ультрацентрифугуванням.
5. Гарячим етанолом (в основному для зразків рослинного походження).
6. Оцтовою кислотою з ацетоном.
7. Ацетоном.

Частіше за інших використовують метод депротеїнізації зразків сульфосаліциловою кислотою (він застосовується практично для всіх білків, крім кислоторозчинних). Для осадження білка 1 мл біологічної рідини або тканинного екстракту розміщують у чисту центрифужну пробірку, додають 1 мл 3% водяного розчину сульфосаліцилової кислоти і ретельно перемішують. Після цього білок, що випадає, відокремлюють центрифугуванням при 3500-4500 об/хв. протягом 30 хв. Отриману таким чином надосаджену рідину (супернатант) наносять на іонообмінну колонку амінокислотного аналізатора. Супернатант, крім вільних амінокислот, містить, звичайно, деяку кількість пептидів із низькою молекулярною масою, що часто несуть дуже важливу інформацію, тому що біологічно-активні речовини, що виділяються з тканин тварини і тканин рослинного походження, частіше усього являють собою

пептиди. Для визначення амінокислотного складу цих пептидів їх необхідно піддати гідролізу по вище описаному методі.

2.2 Олійні культури

Олійні культури займають значне місце серед зернової стровини що переробляється на харчові цілі. Рослинні олії: соняшникова, лляна, олія розторопші – є цінними продуктами харчування, джерелами корисних для людини жирних кислот. Технічні олійні культури, такі як ріпак, рижій використовують для різних цілей, зокрема – для виробництва біодизеля. Насіння гірчиці і коріандру – незамінні елементи приправ.

Великі обсяги виробництва для внутрішнього споживання та експорт рослинної олії висувають особливі вимоги до показників якості олійних культур, адже від них залежить харчова цінність продуктів їх переробки, безпечність споживачів. Окремо слід зауважити, що при проведенні експортних операцій контракти поставки вимагають дотримання певних показників продукції. Таким чином, для отримання сертифіката відповідності на олійні культури обов'язково потрібно провести лабораторні дослідження їх показників: Протокол досліджень є підставою для отримання сертифіката відповідності на соняшник, льон, ріпак та інші олійні культури.

Діючи в Україні технічні умови на виробництво соняшнику, ріпаку, гірчиці, коріандру представлені державними стандартами. Вони визначають фізичні та біохімічні показники якості олійних культур:

2.2.1. Визначення лушпинності сім'янок соняшника гідротермічним методом

Гідротермічний метод визначення лушпинності сім'янок соняшника базується на дії різкої зміни температури на плодову оболонку сім'янки, внаслідок чого відбувається розрив механічних тканин лушпиння й полегшується його відокремлення від ядра.

Перевагою методу є те, що за його використання висушують лушпиння та ядра сім'янок, а це виключає вплив різниці вихідної вологості сім'янок на точність визначення вмісту лушпиння.

Хід аналізу. Для аналізу відбирають по 2 паралельні наважки 5,0–5,5 г. Сім'янки переносять у металеві бюкси з отворами. Бюкси ставлять на киплячу водяну баню на 5–10 хв. (залежно від товщини лушпиння). Потім бюкси виймають і ставлять у холодну воду на 2–3 хв. У результаті різкої зміни температур відбувається розрив тканин лушпиння. Після термічного впливу воно легко відокремлюється від ядра за допомогою пінцета.

Лушпиння та окремо ядра сім'янок висушують у термостаті за 100–105°C протягом 3 год. Висушені проби охолоджують за кімнатної температури у відкритих бюксах. Потім зважують окремо лушпиння та лушпиння разом з ядрами.

Обчислюють лушпинність за формулою:

$$x = \frac{A}{B} \times 100,$$

де: A – маса лушпиння, г;

B – маса лушпиння та ядер сім'янок, г.

Різниця між двома паралельними визначеннями не повинна перевищувати 1 %.

Обладнання. Пінцет; металеві бюкси з отворами (3–4 мм) і без отворів; лоток для відбирання середніх проб; аналітичні ваги; водяна баня.

2.2.2. Визначення вмісту жиру (за Рушковським)

Вміст жиру – важливий показник якісної оцінки сортів олійних видів.

Цей метод призначений для визначення вмісту жиру в соняшнику, ріпаку, сої, макусі, шротах.

В основу методу покладено принцип визначення вмісту жиру за знежиреним залишком. Наважки висушеного й розтертого насіння кладуть у пакетики з фільтрувального паперу й екстрагують діетиловим ефіром в апараті

Сокслета до повного знежирення. Кількість видобутого жиру розраховують за різницею між початковою наважкою та масою знежиреного залишку.

Реактиви та обладнання. Хлористий кальцій гранульований, прожарений або натрій сірчаноокислий безводний, прожарений; ефір сірчаний (етиловий); апарати Сокслета, пінцет, ложечка з алюмінію для взяття наважок; металеві бюкси; скляні бюкси (діаметром 40 мм і заввишки 60–70 мм) з притертими кришками; пакетики з фільтрувального паперу масою близько 250 мг кожний; лабораторний млин ЛЗМ або ступка діаметром 170–200 мм з товкачиком; щипці тигельні; воронки діаметром 100–150 мм; водяна баня; щипці плескаті.

Приготування пакетиків. Для приготування пакетиків підбирають однаковий за щільністю та якістю фільтрувальний папір. Аркуш його розрізають на прямокутники, однакові за розміром (50 × 70 мм). Їх складають уздовж за довжиною так, щоб одна частина була ширшою за другу на 3 мм, її загинають, потім край подвійної смужки загинають ще раз і отримують смужку з двох шарів паперу завширшки близько 2 см. Цю смужку загинають з одного краю в бік, протилежний попередньому загину, а край отриманого при цьому трикутника вставляють під згин. Після взяття наважки таким чином закривають другий край пакетика.

Визначення вологості фільтрувального паперу. Для розрахунку вмісту жиру в досліджуваній наважці слід знати вміст гігроскопічної води в пакетиках. За масових аналізів визначати вологість кожного пакетика недоцільно, тому визначають вологість усієї партії фільтрувального паперу.

Нарізають фільтрувальний папір згідно зі вказаними вище розмірами і в кількості, яка потрібна для проведення аналізів, або відразу готують пакетики з цієї кількості паперу і кладуть їх в одному місці в картонну коробку або дерев'яний ящик з отворами. На аналітичних вагах визначають масу повітряно-сухого й абсолютно сухого бюксів. Із заготовленої партії пакетиків беруть 10 шт. (близько 2,5 г), розміщують у раніше висушений протягом 1 год. за температури 100–105°C і зважений бюкс, висушують за 100–105°C до постійної маси. Це маса абсолютно сухого паперу в сухому бюксі, вона буде постійною для даної партії

паперу. Потім кришку бюкса знімають і відкритий бюкс ставлять туди, де містяться заготовлені пакетики, щоб вологість їх порівнялась із вологістю всієї маси пакетиків. Ящик, у якому зберігаються пакетики, щільно не закривають. Готувати пакети слід щонайменше за 2 тижні до початку аналізів.

Коли починають аналізи, щодня визначають масу цього бюкса вже з повітряно-сухими пакетиками, контролюючи таким чином можливу зміну вологості паперу. Визначають уміст гігроскопічної води у двох паралельних наважках паперу, на початку і в кінці роботи. Для наступних обчислень беруть середній показник. Розраховують уміст гігроскопічної вологи (x) за формулою:

$$x = \frac{a-b}{a} \times 100,$$

де: a – повітряно-суха наважка пакетиків, г;

b – постійна абсолютно суха наважка пакетиків, г.

Приклад. Маса абсолютно сухого бюкса – 28,0748 г, маса повітряно-сухого бюкса – 28,0778 г, маса абсолютно сухого бюкса з наважкою після висушування – 30,4776 г, маса повітряно-сухого бюкса з повітряно-сухими пакетиками – 30,6519 г.

$$\bar{\delta} = \frac{(30,6519 - 28,0778) - (30,4776 - 28,0748)}{(30,6519 - 28,0778)} \times 100 = 7 \%$$

Відбирання та підготовка середніх проб для аналізу. Проби соняшника і дрібнонасінних видів масою близько 15 г відбирають безпосередньо з надісланих проб у металеві бюкси, а сої – вагою 100 г – у паперові стаканчики.

Насіння сої подрібнюють на дисковому або іншому лабораторному млині й потім знову відбирають у металевий бюкс середню пробу вагою біля 15 г. Ядра, отримані за визначення відсотка оболонки у двох паралельних наважках насіння *рицини* і *сафлору*, змішують і переносять у металевий бюкс.

Ядра *арахісу* від усіх чотирьох наважок після видалення оболонки змішують і з загальної кількості виділяють 100 шт. Кожне ядро розрізають уздовж на дві частини, одну із них відкидають, а іншу ще раз ділять навпіл. Із четвертинок ядер відбирають пробу масою 20 г у металевий бюкс.

Визначення вмісту жиру проводять в абсолютно сухому насінні олійних культур. Для цього підготовлені проби висушують протягом шести годин за температури 100–105 °С, умовно приймаючи, що за цей час досягнуто повного висушування і процеси окислення помітно не впливають на вміст жиру. Висушені проби накривають кришками і ставлять в ексикатор для охолодження.

Потім проби цілого насіння *соняшнику*, *льону*, *гірчиці* та інших дрібнонасінних видів, а також подрібненого насіння *сої*, ядер *сафлору*, *рицини* й *арахісу* розмелюють на млині «Пірует» упродовж 30 с – 1 хв. або розтирають у фарфоровій ступці діаметром 16–18 см до отримання однорідної маси. Розтирають дуже ретельно і швидко, інакше жир буде вилучатися повільно й не повністю, крім того, у погано розтертій неоднорідній масі оболонки розміщуються нерівномірно, що спричиняє неточність аналізу.

Після розтирання проби знову переносять у металеві бюкси і ставлять в ексикатор або відразу беруть наважки.

Хід аналізу. У пронумеровані простим олівцем і зважені на торзійних вагах пакетики із повітряно-сухого фільтрувального паперу беруть із розтертої середньої проби дві наважки по 0,6–0,7 г. Усі операції, пов'язані зі зважуванням, роблять швидко, щоб матеріал не поглинав вологу з повітря.

Пакетики з наважками кладуть у невеликі марлеві торбинки, по 10–12 шт. у кожна. Паралельні наважки розподіляють у банки з притертими пробками та заливають зневодненим чистим діетиловим ефіром, підготовленим, як вказано в розділі «Зернові і зернобобові види. Кукурудза на зерно». За зберігання наважок на повітрі олія швидко окислюється і розчинність її знижується, що призводить до отримання занижених результатів аналізу і збільшує розходження між паралельними визначеннями. Екстрагують жир в апаратах Сокслета, встановлених на водяній бані на металевих штативах. Зручніше користуватися екстракторами ємністю 100 або 200 мл.

Після відстоювання торбинки з пакетиками щипцями переносять до апаратів Сокслета. Бажано, щоб паралельні наважки екстрагувались на різних банях. Екстрагують 8–10 год., залежно від олійності насіння. Час екстрагування

в апаратах Сокслета можна скоротити до чотирьох годин, але тоді треба збільшити до двох діб попереднє відстоювання, змінюючи двічі ефір. Для того, щоб визначити, чи повністю пройшло екстрагування, краплю ефіру з екстрактора наносять на годинникове скло або шліф колби. Якщо жир вилучено весь, на склі або шліфі колби не залишиться ніяких плям. Роботу апаратів Сокслета належить регулювати так, щоб протягом години відбулося 6–8 зливів ефіру. Температуру води у банях підтримують у межах 50–60 °С, залежно від температури повітря у приміщенні. У разі потреби припинення екстракції досліджуваної рідини слід залишити її в екстракторі, заповненому ефіром.

По закінченні екстрагування для вилучення парів ефіру торбинки зі знежиреними наважками в пакетиках виймають з екстракторів і розкладають на папері у витяжній шафі або ставлять у прилад для відгонки летких рідин. Потім пакетики переносять у скляні бюкси з притертими покриттями. У кожний бюкс кладуть по 8–10 пакетиків і висушують у термостаті за температури 100–105°С протягом 4-х год, після цього охолоджують в ексикаторі і зважують на торзійних вагах.

Вміст жиру (x) у взятій наважці обчислюють за формулою:

$$x = \frac{(a - b) - (v - z)}{a - b} \times 100,$$

де: a – маса повітряно-сухого пакетика з абсолютно сухою наважкою, мг;

b – маса повітряно-сухого пакетика, мг;

v – маса абсолютно сухого пакетика з абсолютно сухою знежиреною наважкою, мг;

z – маса абсолютно сухого пакетика, мг.

Масу абсолютно сухого пакетика (Γ) розраховують за такою формулою:

$$\Gamma = \frac{b \times (100 - d)}{100},$$

де: d – вміст гігроскопічної води у фільтрувальному папері, %.

Приклад. Маса повітряно-сухого пакетика 267 мг, вміст гігроскопічної води в повітряно-сухому пакетіку 6,65 %. Маса абсолютно сухого пакетика складає:

2.2.3. Порядок виконання аналізу олійності та вологості насіння олійних видів

1. Для аналізу беруть чисте, без сторонніх механічних домішок насіння. Наважки проб насіння зважують на аналітичних вагах II-го класу в 2-кратній повторності з точністю до 3-ого знака. Маса проби повинна займати об'єм робочої частини пробірки і складати для *соняшника* – 10 г, для *гірчиці*, *ріпаку*, *рижю* та *сої* – 17 г.

2. Після перевірки готовності лабораторного ЯМР-аналізатора «АМВ-1006» (рис. 55) за стандартними зразками, аналізують пробу насіння. Для цього на панелі блоку керування тумблерами встановлюють масу проби, поміщають у пробірку й опускають її в отвір для вимірювання. На екрані висвічується: досліджуваний вид, № аналізу, йде підрахунок секунд. Через 50–75 с висвічується результат аналізу, після цього пробірку виймають із корпусу і звільняють від умісту.

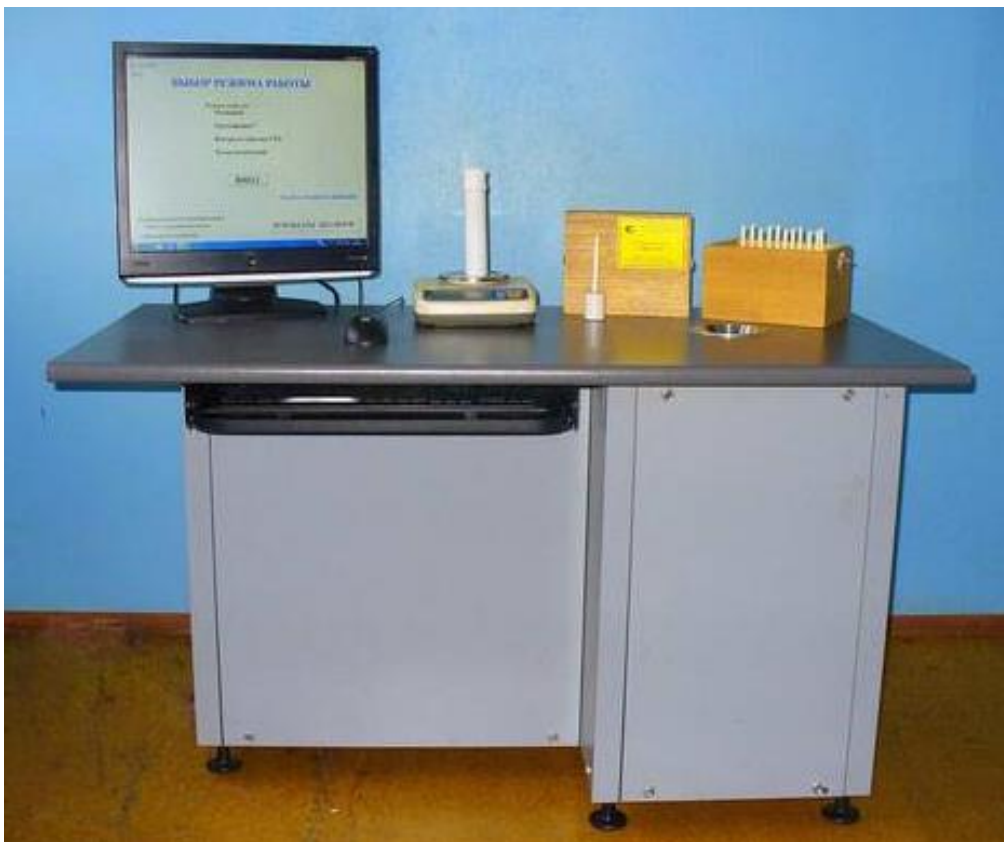


Рис. 55. Загальний вигляд лабораторного ЯМР-аналізатора «АМВ-1006»

3. У пробірку засипають другу наважку й аналізують. За результат приймають середнє значення олійності та вологості з 2-х паралельних визначень.

Якщо у процесі аналізу через 80 с на екрані з'явився напис: «ЯМР – не стабільний», слід натиснути кнопку «СБРОС», а потім «ПУСК». Аналіз повторюють.

Порядок вимикання аналізатора:

1. Вимикають блок управління кнопками «ВІКЛ» та «СЕТЬ».
2. Вимикають апаратуру, натисканням кнопки «АПАРАТУРА».
3. Вимикають магнітну систему натисканням кнопки «МАГНІТ».

За нетривалих перерв у роботі вимикання аналізатора не рекомендується. В режимі «ДЕЖУРНИЙ» (включена тільки магнітна система) допускається цілодобова робота аналізатора.

2.2.4. Обчислення збору олії з гектара посіву

Продуктивність сортів олійних видів визначають за двома показниками: кількістю абсолютно сухого насіння з гектара та відсотковому вмісту олії в ньому. Похідна цих двох величин становить збір олії з гектара та є основним показником за оцінки якості сортів олійних видів. Оскільки у звітах закладів експертизи урожай насіння приводиться до стандартної вологості 9–14 % (залежно від виду), для перерахунку даних урожаю насіння на абсолютно суху речовину зручніше користуватися відповідними коефіцієнтами. Такі коефіцієнти знаходять відніманням відсотку стандартної вологості від 100 і діленням різниці на 100.

Так, для *соняшнику*, *гірчиці*, *ріпаку озимого* та *ярого* із стандартною вологістю 12 % коефіцієнт сухої речовини дорівнює 0,88; для *льону олійного*, *сафлору* та *рижю* з вологістю 13 % – 0,87; для *арахісу* з вологістю 11 % – 0,89;

для *рицини, маку, перили* з вологістю 10 % – 0,90; для *кунжуту* з вологістю 9 % – 0,91; для *сої* з вологістю 14 % – 0,86 (Табл. 34). Таким чином, збір олії з гектара в кг (*A*) можна обчислити за наступною формулою:

$$A = Y \times K \times Ж,$$

де: *Y* – урожай насіння (ц/га) за стандартної вологості;

K – коефіцієнт сухої речовини;

Ж – уміст жиру в насінні, %

Таблиця 35

**Обов'язкові значення олійності та вологості ГСО № 3107-84 + 3112-84
(комплект № 27)**

Олійні види рослин та продукти перероблення насіння	Номер ГСО	Олійність, %	Вологість, %
1	2	3	4
Соняшник	1	34,78	5,52
	2	37,43	14,15
	3	41,33	18,40
	4	44,55	9,99
	5	47,52	11,69
	6	50,63	16,01
	7	54,19	7,92
	8	56,52	5,70
	9	60,72	19,76
Бавовник	10	15,16	6,68
	11	19,06	16,12
	12	23,12	12,16
	13	26,20	8,55
	14	30,86	20,08
Соя	15	14,70	7,21
	16	17,45	8,65
	17	20,09	12,11
	18	23,17	16,05
	19	27,71	19,54

1	2	3	4
Гірчиця, ріпак	20	34,82	5,76
	21	38,38	16,05
	22	41,14	12,23
	23	45,42	8,23
	24	50,52	10,29
	25	53,25	19,31
Льон	20	35,03	6,64
	21	39,72	19,18
	22	42,35	14,69
	23	46,65	10,11
	24	52,55	13,24
	25	57,90	25,37
Макуха	26	13,63	5,24
	27	18,04	6,77
	28	22,74	2–3,27
Шрот	29	0,45	–
	30	1,49	–
	31	2,90	–

Слід пам'ятати, що підрахунок збору олії за вказаною формулою буде правильним, якщо насіння добре очищене. Якщо воно засмічене, то слід ввести відповідну поправку у вигляді коефіцієнта засмічення насіння, який обчислюють як різницю між числом 100 і відсотком засмічення, яка ділиться на 100.

Наприклад, засмічення дорівнює 3,2 %, тоді коефіцієнт засмічення буде

$$\text{дорівнювати: } C = \frac{100 - 3,2}{100} = 0,968$$

При цьому формула матиме наступний вигляд: $A = U \times K \times Ж \times C$,

де: C – коефіцієнт засмічення, а інші елементи мають ті ж значення, що і в попередній формулі.

2.2.5 Визначення йодного числа олії (рефрактометричний метод)

Йодне число – кількість грамів йоду, здатного приєднатись до 100 г олії.

Воно вказує на вміст ненасичених жирних кислот, які зумовлюють здатність олії

до перетворення (висихання та ін.), і є одним із найважливіших показників якості олії.

В олії різних видів йодне число коливається в певних межах. Чим вище йодне число, тим більша здатність олії до висихання.

Олії *льону*, *перили* та деяких інших видів належать до групи висихаючих олій і є цінною сировиною для лако-фарбної промисловості, тому за експертизи сортів цих видів, поряд з визначенням вмісту жиру визначають йодне число. Існує кілька методів його визначення, але вони, як правило, різняться за результатами.

Найзручнішим для масових аналізів є рефрактометричний метод, який використовують у лабораторіях олійнодобувної та жиропереробної промисловості. Цей метод ґрунтується на залежності між йодним числом і коефіцієнтом рефракції олії: олія з найвищим йодним числом виявляє найбільший коефіцієнт заломлення. Цей метод використовують тільки для олій, отриманих холодним пресуванням.

Хід аналізу. Відбирають середню пробу насіння масою близько 50 г, очищають від битого, пошкодженого хворобами насіння і домішок, насипають у полотняну торбинку, яку кладуть у прес-стакан і вичавлюють олію на лабораторному пресі. Перші краплі олії відкидають, решту збирають у попередньо пронумерований бюкс або тигель. Отриману олію відстоюють у прохолодному місці, аналізують наступного дня.

Коефіцієнт заломлення визначають універсальними рефрактометрами «РЛУ» або «ІРФ» (рис. 56). Коли визначити показник заломлення потрібно того ж дня, олію фільтрують крізь паперовий фільтр. Аналізують за розсіяного денного світла або за електричного освітлення, краще за все за температури +20°C.



Рис. 56. Рефрактометр типу ІРФ

Для підтримання в рефрактометрі належної постійної температури користуються ультратермостатом Хепплера типу Н або НБ, а також універсальним термостатом «У-8». Роботу розпочинають після того, як температура в рефрактометрі стане постійною протягом 15–20 хв.

Установивши потрібну температуру, рефрактометр перевіряють за дистильованою водою (коефіцієнт заломлення за температури $+20^{\circ}\text{C}$ дорівнює 1,333) або за юстированою платівкою, яка додається до приладу, на неробочій поверхні якої є показник заломлення, і розпочинають визначення коефіцієнта заломлення олії. Під час роботи з універсальним рефрактометром марки «РЛУ» спочатку відкривають засув, відсовують нижню призму рефрактометра й оплавленою скляною паличкою наносять на неї дві-три краплі олії, потім швидко посувають нижню призму до верхньої, закріплюють засувом і спрямовують дзеркало й окуляр так, щоб у полі зору чітко було видно перетин ліній. Якщо межі темної і світлої частини поля зору недостатньо чіткі, то поворотом компенсаторного гвинта, розміщеного праворуч від зорової труби, його роблять різкішим. Рухом алідади межю темної частини поля зору підводять точно в точку перетину ліній і за допомогою лупи через дві хвилини (щоб олія набула

температури рефрактометра) тричі відраховують із точністю до 0,0002. З отриманих даних виводять середнє. По закінченні визначення олію видаляють із поверхні призми сухою ватою, потім її протирають ватою або м'якою фланеллю, змоченою ефіром, краще петролейним, і знову витирають сухою ватою. Для визначення йодного числа олії (U) за коефіцієнтами заломлення користуються формулою:

$$U = \frac{(n_D^{20} - 1,4595)}{0,0118} \times 100,$$

де: n_D^{20} – показник заломлення олії за температури 20°C.

Цей метод дозволяє отримати результат з точністю до трьох одиниць (за йодного числа понад 100). Для зручності підрахунків у кінці методики додається таблиця йодних чисел, відповідних коефіцієнту заломлення олії (додаток 1).

Якщо показник заломлення визначали за температури понад +20°C, отриманий результат перераховують до температури +20°C за такою формулою:

$$N_D^{20} = N_D^t + (t^0 - 20) \times 0,00035,$$

де: N_D^{20} – показник, який шукають для заломлення за температури 20°C;

N_D^t – показник заломлення за температури досліджу;

t^0 – температура досліджу;

0,00035 – зміна показника заломлення за підвищення температур на 1°C.

Обладнання: рефрактометр лабораторний універсальний; прес для вичавлювання олії; ультратермостат або універсальний термостат; бюкси або тиглі; скляна паличка з оплавленим кінцем; полотняні торбинки для вичавлювання олії із насіння за розміром прес-стакана.

2.2.6 Метод визначення масової частки ізотіоціанатів (ІТЦ) і вінілтіооксазолідонів у ріпаковому насінні, макусі, шроті

Метод застосовується для визначення масової частки продуктів ензиматичного розщеплення глюкозинолатів-ізотіоціанатів і вінілтіооксазолідонів у ріпаковому насінні, макусі і шроті в умовах заводських лабораторій і за проведення наукових досліджень.

Методом передбачені наступні етапи:

- проведення ферментативного розщеплення тіоглюкозидів до ізотіоціанатів (ІТЦ) і вінілтіооксазолідонів (ВТО);
- відгонка летких ІТЦ з парою води у водний аміак, відтитрування утворених тіопохідних перманганатом калію у кислому середовищі;
- екстракція нелеткого ВТО діетиловим ефіром із рідкої фази після її підлужнення;
- спектрофотометричне визначення вмісту ВТО в отриманих екстрактах.

Засоби вимірювань, допоміжні засоби і прилади:

- ваги лабораторні рівноплечі, норма навантаження 200 г, II-го кл. або подібні за метрологічними характеристиками;
- ваги лабораторні квадрантні, норма навантаження 500 чи 1000 г, IV-го кл. або подібні за метрологічними характеристиками;
- колба нагрівач із закритим нагріванням;
- лабораторний млинок будь-якого типу;
- спектрофотометр «СФ-26» (рис. 57), Спекорд фірми К.Ф. Цейса, «УФ-ВІЗ» чи подібний із тією ж дозволяючою здатністю (рис. 58);



Рис. 57. Спектрофотометр «СФ-26»



Рис. 58. Спектрофотометр 102UV, ULAB

- рН-метр: рН – 21, рН – 340 чи подібний;
- стакани хімічні «Н-ш-60 СХ»; код 432451 9917.02;
- колби конічні «Нн-250-29/32 ТСХ», код 43-2462 9975 03;
- колби круглодонні «К-1-500-29/32 ТСХ», код 432462 991405;
- колби мірні ємністю 50, 250, 500, 1000 мл;
- воронка ділильна «ВД-2-50-14/23 ХС», код 432524021106;
- бюретка з краном ємністю 5,0 мл;
- піпетка ємністю 2,0; 5,0; 50,0 мл;
- холодильник «ХПТ-1-300-14/23 ХС», код 432522011207 чи «ХПТ-1-400-14/23 ХС», код 432522011306;
- воронки «В-36-80 ХС», код 4325140111104 чи «В-56-80 ХС», код 432514011203, фільтр «ФКП-40ПОР 100 ХС», код 432514080602;
- циліндри мірні, ємністю 25,0; 50,0 мл;
- скляні кульки діаметром 5 мм;
- вата скляна;
- фільтри паперові з червоною смугою ТУ 6-09-1676-77;
- папір фільтрувальний.

Реактиви: оксалат натрію, х. ч. 5839-77; кислота сірчана, х. ч. або ч. д. а.; калію гідроксид, ч. або х. ч.; натрію гідроксид, ч. або ч. д. а., х. ч.; аміак водний, ч. або ч. д. а., х. ч.; срібло азотнокисле, ч. або ч. д. а., х. ч.; калій марганцевокислий, ч. або х. ч.; натрій фтористий, ч. або ч. д. а.; діетиловий ефір, ФС-42-1883-82; етиловий спирт ректифікований, технічний; аліловий спирт, ч. або ч. д. а.; рН-папір універсальний індикаторний.

Потрібно дотримуватись правил техніки безпеки, передбачених під час роботи в хімічній лабораторії, в якій виконується аналіз. Лаборантів інструктують на основі чинних правил з урахуванням того, що за методикою виконується аналіз із використанням водного розчину аміаку (15 %), потрапляння якого на слизові оболонки і шкіру може викликати опіки.

Виконують вимірювання за даною методикою за кімнатної температури та нормального атмосферного тиску.

У методиці передбачено використання устаткування, яке складається з: колбонагрівача, круглої реакційної колби, перехідної трубки, водяного холодильника, насадки і приймальних колб. Колба призначена для вловлювання ІТЦ, які зв'язалися з аміаком у колбі.

Приготування розчинів.

15 % водний розчин аміаку – готують розведенням 25–28 % аміаку водою до густини 942 г/см³.

70 і 90 % водний розчин етилового спирту – готують розведенням 96 % етилового спирту водою до густини: 70 % – 867,6 г/см³, 90 % – 817,9 г/см³.

Діетиловий ефір, який не містить перекисних сполук – до 1 л ефіру додають 20 г гідроксиду калію і 1 г перманганату калію, зваженого на вагах IV-го класу, відстоюють 24 год. і переганяють над гідроксидом калію.

1 % водний розчин AgNO₃ – 1 г AgNO₃ розчиняють у невеликій кількості води й об'єм доводять водою до 100 мл.

0,1 % водний розчин KMnO₄ – 3,16 г KMnO₄ розчиняють у 1 л дистильованої води, доводять розчин до кипіння і підтримують температуру, близьку до кипіння, протягом 1 год., заклавши горло колби конічною лійкою. За

випадання осаду MnO_2 , його видаляють фільтруванням крізь пористий фільтр або скляну вату і встановлюють титр розчину за оксалатом натрію, як описано нижче.

Оксалат натрію перед використанням перекристалізують. Для цього 15 г оксалату натрію розчиняють у 500 мл дистильованої води, підлужують його до рН 9–10 розчином гідроксиду натрію (100 мл 40 % водного розчину) і дають осісти нерозчинним у воді речовинам. Потім розчин фільтрують і випаровують до 1/10 початкового об'єму. При цьому випадають кристали оксалату натрію. Осад відокремлюють фільтрацією крізь паперовий фільтр, розтирають у ступці на порошок і промивають у ступці двічі дистильованою водою. Осад оксалату підсушують між аркушами фільтрувального паперу й висушують за температури 240–250°C.

Для визначення титру наважку оксалату натрію (0,2–0,25), взяту на вагах II-го класу з записом результату до 4-ї після коми цифри, переносять у конічну колбу місткістю 250 мл, розчиняють у 100 мл дистильованої води, нагрітої до 50–90°C, додають 10 мл сірчаної кислоти, розведеної водою у співвідношенні 1:1, і титрують 0,1 Н розчином $KMnO_4$ до слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 1 хв. Поправку до титру розчину $KMnO_4$ (K) розраховують за формулою:

$$K = \frac{m}{V \times 0.0067},$$

де: m – маса оксалату натрію, г;

V – об'єм 0,1 Н розчину $KMnO_4$, який витрачено на титрування оксалату натрію, мл;

0,0067 – маса оксалату натрію в г, еквівалентна 1 мл 0,1 Н розчину $KMnO_4$.

40 % водний розчин NaOH. 40 г NaOH розчиняють у невеликій кількості води і доводять об'єм розчину водою до 100 мл.

Приготування ферменту. Насіння білої гірчиці подрібнюють на електромлинку. На вагах IV-го класу зважують близько 50 г подрібненого насіння з точністю до 0,01 г, суспензують протягом 1 год. у 300 мл охолодженої

до 4°C дистильованої води. Насіння попередньо перевіряють на схожість. Протягом 72 год. має прорости щонайменше 80 % насінин.

Потім осад відокремлюють центрифугуванням упродовж 20 хв. за частоти обертання 3000–4000 об/хв і надосадову рідину змішують із 300 мл охолодженого до 4°C 90 % етилового спирту. Суміш витримують у холодильнику за температури 4°C 15 хв. і центрифугують протягом 30 хв за тієї самої частоти обертання.

Білий осад, що випав, промивають 100 мл 70 % етилового спирту (перемішують скляною паличкою) і знову центрифугують 20 хв. за тієї ж частоти обертання.

Осад після центрифугування якомога ретельніше відокремлюють декантацією, заливають 50 мл дистильованої води та відстоюють 12 год. за температури 18–20°C. Через 12 год. осад відокремлюють фільтрацією крізь паперовий фільтр або центрифугуванням протягом 20 хв., з наступною декантацією водного розчину ферменту.

Розчин ферменту зберігають за температури 4°C не більше 2-х тижнів.

Підготовка насіння, макухи і шроту до аналізу. З середньої проби насіння, макухи або шроту відбирають 50–60 г, подрібнюють на лабораторному млині і просівають крізь сито з отворами 0,25 мм.

Насіння перед аналізом прогривають за температури 90°C протягом 15 хв. для інактивації ферментів. Прогривають у закоркованій реактивній колбі (для запобігання втрат летких ізотіоціанатів, які можуть перебувати у вільному стані).

У насінні, макусі і шроті визначають уміст вологи та летких речовин.

Визначають масову частку ізотіоціанатів і вінілтіооксазолідонів в одній наважці досліджуваної проби.

Наважку прогрітого насіння близько 5 г, зважену на вагах II-го класу з записом результату до 4-го знаку після коми, вносять у круглодонну колбу ємністю 500 мл, додають 300 мл дистильованої води, 1 г фтористого натрію, 20 мл етилового спирту і 5 мл розчину ферменту. Колбу закривають корком і

залишають для проведення ферментативного розщеплення глюкозинолатів на 3 год. за температури 18–22°C.

Наважку макухи чи шроту 5 г, зважену на вагах II-го класу з записом результату до 4-го знаку після коми, вносять у круглодонну колбу ємністю 500 мл, додають 300 мл дистильованої води, 1 г фтористого натрію, 20 мл етилового спирту і 5 мл розчину ферменту. Колбу щільно закривають і проводять ферментаційне розщеплення тіоглюкозидів, які можуть зберігатися в незмінному вигляді.

Визначення масової частки ІТЦ. Після закінчення ферментування колби ставлять на колбонагрівач, обгортають їх азбестом і приєднують до холодильника установки за допомогою перехідної трубки.

За аналізу макухи, шроту в колбу для запобігання піноутворення та перекидання додають кілька скляних кульок і 0,5 мл алілового спирту.

До нижнього кінця холодильника через насадку приєднують послідовно дві колби місткістю 250 мл: прийомну і конічну. У прийомну приливають 30 мл, а в контрольну – 15 мл 15 % водного розчину аміаку.

На прийомній колбі роблять позначку, яка відповідає об'єму рідини 200 мл. Кінці приєднаних за допомогою шліфів до колб і трубок насадки, мають бути занурені в розчин аміаку. Вмикають колбонагрівач і відганяють близько 170 мл води разом з леткими ізотіоціанатами у прийомну колбу. Потім продовжують відгонку ще 2–3 хв. Леткі ізотіоціанати у прийомній колбі сполучаються з аміаком з утворенням нелетких тіопохідних.

По закінченні відгонки від'єднують разом із насадкою прийомну та контрольну колби, а потім вимикають колбонагрівач. Це потрібно для запобігання зворотного засмоктування дистилляту в холодильник і реакційну колбу. Холодильник споліскують дистильованою водою (2–3 мл), збираючи промивну воду у прийомну колбу.

Вміст прийомної і контрольної колб переносять у мірну колбу ємністю 500 мл, колби споліскують водою, яку виливають у ту саму колбу. Доводять об'єм

рідини в мірній колбі дистильованою водою до 500 мл, ретельно перемішують і використовують для визначення вмісту ізотіоціанатів.

Із мірної колби відбирають 50 мл дистилляту, переносять у конічну колбу ємністю 250 мл і додають 2,5 мл концентрованої сірчаної кислоти. Підготовлену пробу титрують 0,1 Н водним розчином KMnO_4 до появи слабо-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом декількох секунд.

Визначення масової частки вінілтіооксазолідонів. Залишок із реактивної круглодонної колби переносять на складчастий фільтр і відокремлюють водну фазу фільтрацією в колбу ємністю 250 мл. Осад двічі промивають водою, використовуючи по 20 мл води. Промивні води збирають у ту саму колбу. Доводять рН водної фази до 10,5 1 Н розчином NaOH , фіксуючи рН за допомогою рН-метра або індикаторного паперу. Потім водну фазу переносять у мірну колбу ємністю 250 мл, об'єм у колбі доводять дистильованою водою до 250 мл і ретельно перемішують.

Із підготовленої проби відбирають піпеткою 2 мл, переносять у ділильну воронку ємністю 50 мл та екстрагують вінілтіооксазолідони діетиловим ефіром, струшують у лійці, використовуючи для екстракції 10 мл ефіру. Екстрагують ефіром тричі. Екстракти об'єднують у мірній колбі ємністю 50 мл. Об'єм у колбі доводять до 50 мл діетиловим ефіром і використовують для визначення вмісту вінілтіооксазолідону.

Вимірюють оптичну щільність екстрактів на спектрометрі в кюветі з товщиною шару 1,0 см за довжиною хвиль 230, 248 і 266 нм відносно діетилового ефіру та визначають поглинання в максимумі смуги поглинання за довжиною хвилі 248 нм з урахуванням фону за формулою:

$$D_{248} = \frac{D_{230} + D_{266}}{2},$$

де: D_{230} – оптична щільність досліджуваного розчину за 230 нм;

D_{266} – оптична щільність досліджуваного розчину за 266 нм;

D_{248} – оптична щільність досліджуваного розчину за 248 нм з урахуванням фонового поглинання.

Оптична щільність (D) проби не повинна перевищувати 0,8–1,0, у випадку більш високого значення D належить зробити розведення й вести розрахунок з його урахуванням.

Обчислення результатів. Масову частку ізотіоціанатів у насінні, макусі і шроті (в перерахунку на 3-бутил-ізотіоціанат) обчислюють на суху обезжирену речовину за формулою:

$$ИЦГ = \frac{28,29 \times V_1 \times V_0 \times F}{V_2 \times m [100 - (M + B_d)]} \%,$$

де: $28,29 = 0,002829 \times 10^4 / 0,002829$ маса 3-бутеніл-ізотіоціанату в г, еквівалентна 1 мл 0,1 Н розчину $KMnO_4$;

V_1 – об'єм 0,1 Н розчину $KMnO_4$, який витрачено на титрування проби, мл;

V_2 – об'єм дистилляту, взятого на титрування, мл;

V_0 – вихідний об'єм дистилляту.

За низького вмісту ВТО у пробі брати на екстракцію слід 3–5 мл.

F – поправка до титру 0,1 Н розчину $KMnO_4$;

m – маса досліджуваної проби, г;

M – олійність досліджуваної проби, %;

B_d – вміст води та летких речовин у досліджуваній пробі, %.

$ВТО$ – масову частку 5-вініл-2-тіооксазолідону у насінні, макусі і шроті розраховують на абсолютно суху речовину за формулою:

$$ВТО = \frac{D_{248} \times V_1 \times V_2 \times 10}{d \times K_{248} \times V_2 m - [100 - (M + B_d)]} \%,$$

де: D_{248} – оптична щільність досліджуваного розчину при 248 нм з урахуванням фонового поглинання;

V_1 – об'єм ефірного екстракту, який містить 5-вініл-2-тіооксазолідону, взятий для вимірювання, мл;

V_2 – об'єм водної фази, яка містить 5-вініл-2-тіооксазолідону в розчині діетилового ефіру при 248 нм, обчислений з урахуванням фонового поглинання, г-л/см;

M – олійність досліджуваної проби, %;

$V_{\text{л}}$ – вміст води і летких речовин у досліджуваній пробі, %;

10 – коефіцієнт перерахунку, отриманий за виведення формули.

Вміст тіоглюкозидів обчислюють за формулою:

$$TG = IPT \times 3,43 + VTO \times 3,82,$$

де: IPT – вміст IPT , визначений після оброблення проби ферментним препаратом, %;

3,43 – коефіцієнт перерахунку, що дорівнює відношенню молекулярних мас глюконапіну і 3-бутаналізотіоціанаміду;

VTO – вміст 5-вініл-2-тіооксазолідону, який визначається після оброблення проби ферментом;

3,82 – коефіцієнт перерахунку, що дорівнює відношенню молекулярних мас прогойтрину і 5-вініл-2-тіооксазолідону.

Контроль точності вимірювання. Критерієм вимірювання масової частки ізотіоціанатів є повнота їхньої відгонки.

Пробу на повноту відгонки ізотіоціанатів беруть, використовуючи 1 % водний розчин азотнокислого срібла. Для цього від'єднують насадку від колби і збирають 1–2 мл дистилляту в пробірку. До зібраного дистилляту додають дві краплі 1 % водного розчину азотнокислого срібла.

Якщо розчин не мутніє, відгонку вважають закінченою. В іншому випадку насадку знову приєднують до прийомної колби і продовжують відгонку. За вказаних умов досліді відгонка ізотіоціанатів складає 100 % (встановлено за індивідуальним аллілізотіоціанатом).

Критерієм точності вимірювання масової частки вінілтіооксазолідону є повнота екстракції. Якщо при цьому: $D_{248} = \frac{D_{248} - D_{230} + D_{266}}{2} < 0,02$, то екстракцію зупиняють, а четвертий екстракт відкидають. Якщо $D_{248} > 0,02$, то четвертий екстракт приєднують до отриманих раніше, а для контролю отримують п'ятий екстракт.

2.2.7. Газохроматографічний метод визначення жирнокислотного складу олії у насінні ріпаку, гірчиці, суріпиці, соняшника

В основі методу лежить одержання з олії метилових ефірів вищих жирних кислот за допомогою 3 або 10 % розчину гідроксиду калію в метанолі, в середовищі неполярного вуглеводного розчину з наступним їхнім розділенням газорідною хроматографією.

Реактиви. Гідроксид калію (3 або 10 % розчин), метанол, сульфат натрію безводний, гідрокарбонат натрію, сірчана кислота (концентрована), гексан.

Прилади і матеріали. Газовий хроматограф (рис. 59); генератор водню; компресор медичний; лабораторний прес; мікроколони; пробірки скляні; піпетки 0,1 та 1,0 мл; паперовий індикатор; мікрошприци «МШ-10»; воронки скляні; плитка електрична; колби мірні на 50, 100, 500 мл, колонка скляна завдовжки 250 мм з внутрішнім діаметром 3 мм; секундомір; вата; марля; медичні груші на 50, 100, 500 мл.



Рис. 59. Газовий хроматограф Clarus 690

Хід аналізу. Олію з насіння вичавлюють на лабораторному пресі за тиску 150 атм.

У пробірку, в якій міститься 1–2 краплі олії проби, піпеткою додають 1 мл 10 % розчину гідроксиду калію в абсолютизованому метанолі, нагрівають 1 хв. до повного розчинення. По краплях додають концентровану сірчану кислоту – 6 крапель. Випадає білий осад. Струшують 5 хв.

Паперовим індикатором перевіряють рН, який має бути нейтральним. Але, як правило, довести рН до 7 не вдається, середовище залишається кислим.

Нейтралізують залишки кислоти гідрокарбонатом натрію в суміші з сульфатом натрію. Для цього використовують мікроколонку. В неї вкладають шматочок вати, насипають суміш $\text{NaHCO}_2 : \text{N}_2\text{SO}_2 = 2:1$.

У пробірку з білим осадом додають 1 мл гексану й енергійно струшують протягом 10 хв. Верхній прозорий шар переносять у мікроколонку.

Метиліві ефіри збирають у маленьку пробірку. Перед введенням у випарувач додають 1–2 краплі гексану до розчинення ефірів.

Розділяють метиліві ефіри вищих жирних кислот на газовому хроматографі «Хром-4».

Швидкість пропускання через колонку 30–50 мл/хв. Температура термостата 176°C. Температура детектора 220°C (для ріпаку, гірчиці, свиріпи), 196–240°C (для соняшника). Швидкість стрілки самописця 0,15 або 0,30 см/хв.

Мікрошприцем «МШ-10» пробу вводять у випарувач у кількості 0,8–1,4 мкл.

Розшифровка хроматограм, розрахунки.

$$C_k = ht(e)ik100,$$

де: C_k – кількість компонента, %;

h – висота піка, мм;

$t(e)$ – час виходу піка (віддаль від вершини до лінії виходу гексану);

i – чутливість приладу;

k – відповідний поправочний коефіцієнт до кожної кислоти.

1.10.1. Експрес-метод оцінки насіння ріпаку і свиріпи на еруковість

Суть методу. Метод ґрунтується на виявленні на хроматографічному папері солей жирних кислот у вигляді кольорових плям.

Прилади та реактиви. 5%-й розчин КОН в етиловому спирті; 1,5 н. розчин соляної кислоти; петролейний ефір; 15%-й розчин вазелінового масла в етиловому ефірі; 90%-й розчин оцтової кислоти; 1%-й розчин ацетату міді; 1,5%-й розчин гексацианоферрата (II) калія; пробірки; піпетки на 1 мл; мікропіпетки; хроматографічний папір; хроматографічна камера; сушильна шафа; водяна баня.

Хід аналізу. Одну сім'ядолю або п'ять-сім насінин поміщають у пробірку, підливають відповідно 0,1 і 0,15 мл 5%-ного розчину гідроксиду калію в етиловому спирті.

Після повного роздавлювання насіння скляною або сталеву паличкою, пробірку залишають відкритою при кімнатній температурі на 14-15 год. Потім у пробірку з однією сім'ядолю підливають 0,1 мл, із п'ятьма - сьома насінинами - 0,15 мл 1,5 н. розчину соляної кислоти, перемішують і додають відповідно по 50 і 100 мкл петролейного ефіру. Пробірку струшують і поміщають на 1 хв. у водяну баню при температурі 40°C. На хроматографічний папір, заздалегідь витриманий протягом 1-2 хв. у 15%-му розчині вазелінового масла в етиловому ефірі, мікропіпеткою наносять 10-30 мкл верхньої фази - розчину жирних кислот. Листи паперу з нанесеними пробами фіксують між рухомими горизонтально розташованими у верхньої і нижньої частин камери скляними трубочками. Камеру з хроматограмами вміщують у посудину з 90%-ю оцтовою кислотою на 4-5 год. для розділення жирних кислот (висхідна хроматографія), потім на 2 год. у сушильну шафу при температурі 40°C і на 15 хв. в судину з 1%-м розчином ацетату міді. Для видалення з хроматограм надлишку ацетату міді камеру поміщують на 30 хв. у посудину з проточною водою. Щоб знайти плями мідних солей жирних кислот, камеру поміщають на 5 хв. у посудину з 1,5%-м розчином гексацианоферрата (II) калію і потім висушують при кімнатній температурі.

На хроматограмах плями основних жирних кислот олій насіння капустяних

культур розташовуються в наступному порядку: ближче до місця нанесення проби знаходиться пляма ерукової кислоти (C_{22}), за нею - ейкозенової (C_{20}), потім олеїнової ($C_{18:1}$), лінолевої ($C_{18:2}$) і ліноленової ($C_{18:3}$). Для виявлення плям інших жирних кислот необхідно збільшити їх концентрацію в розчиннику.

Для подальшої селекції відбирають лише ті номери, у хроматограмах яких немає нижніх двох плям або є незначна пляма ліноленової кислоти і ці номери мають цінні селекційні ознаки. За наявності денситометра на підставі хроматограм за площею піків жирних кислот можна визначити їх відсоткове співвідношення.

2.2.9. Експрес-метод відбирання насіння ріпану й свиріпи, придатної для переробки на харчову олію

Суть методу. Метод ґрунтується на порівнянні швидкостей помутніння досліджуваної олії й олії-еталона (з 5%-м вмістом ерукової кислоти) при одночасному охолодженні їх гарячих спиртових розчинів. Чим більший вміст ерукової кислоти, тим швидше утворюється осад у результаті зміни розчинності олії. Як еталон використовують ріпакову олію з 5%-вим вмістом ерукової кислоти, отриману шляхом розведення олії з високим і точним вмістом ерукової кислоти, безеруковою ріпаковою олією або витискання олії безпосередньо з насіння з 5%-м вмістом ерукової кислоти. Точний вміст ерукової кислоти в олії-еталоні встановлюють методом газорідинної хроматографії.

Реактиви й апаратура: абсолютний етиловий спирт; ріпакова олія з 5%-вим вмістом ерукової кислоти (від суми жирних кислот); безводний мідний купорос; лабораторний прес; пробірки; піпетки на 0,2 і 10 мл; водяна баня; секундомір.

Хід аналізу. З 10-15 г середньої проби насіння ріпаку або суріпиці на лабораторному пресі віджимають олію під тиском 160 атм. У дві пробірки набирають по 7 мл абсолютного етилового спирту і додають мікропіпеткою точно 0,2 мл отриманої олії, промиваючи піпетку цим же спиртом. В іншу пробірку замість досліджуваної олії поміщають таку ж кількість олії-еталона. Пробірки одночасно вміщують у водяну баню при температурі 70°C на 1 хв.,

щільно закривають корком, ретельно перемішують і знову ставлять на водяну баню на 1 хв. Після цього їх переносять на водяну баню з температурою 30°C і спостерігають за появою осаду (осідання) на дні контрольної і дослідної пробірок. Якщо в дослідній пробірці розчин помутніє швидше, ніж в контролі, то аналізована олія містить більше 5% ерукової кислоти, тобто вона не придатна для використання як харчова. Якщо помутніння розчину в дослідній пробірці відбувається одночасно з контролем або пізніше, ніж в контролі, то насіння, з якого отримано олію, придатне для переробки їх на харчову олію.

Абсолютний етиловий спирт одержують із 96%-го за допомогою безводного мідного купоросу. На 1 л беруть 200-250 г безводного мідного купоросу. Через 4-5 діб частково обезводнений спирт переливають в іншу банку з свіжим обезводненим мідним купоросом, витримують декілька днів і використовують для аналізу. Абсолютний етиловий спирт зберігають над безводним мідним купоросом білого кольору (за появи голубого кольору його замінюють безводним).

Питання для самоконтролю

1. Як визначають загальний азот в зерні?
2. Які методики використовують для визначення вмісту білка в зерні?
3. Яким чином визначають вміст жирів в зерновій сировині?
4. Як визначають вологість зерна?
5. З якою метою визначають сиру клітковину?
6. Яким методом визначають амінокислотний склад зерна?
7. Який порядок визначення олійності культур?
8. Яким методом визначають йодне число олії?
9. Як визначають жирнокислотний склад олії?
10. Як аналізують насіння на еруковість?

Розділ 3. ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКІВ БЕЗПЕЧНОСТІ ЗЕРНОВОЇ СИРОВИНИ

Шляхи контамінації зерна і зернової сировини ксенобіотиками досить різноманітні. Проте ксенобіотики є небажаними компонентами для високоякісної сировини.

Ксенобіотики (грец. *xenos* — чужий + *bios* — життя) — чужорідні для організму хімічні сполуки, які не використовуються для вироблення енергії, побудови клітин і тканин (харчові добавки, відходи виробництва, промислові отрути, пестициди, токсини, побутова хімія тощо). Чужорідними сполуками можуть бути як органічні, так і неорганічні речовини.

3.1. Визначення вмісту радіонуклідів в зерні

Радіонукліди. Елементи, що викликають променеву хворобу. Можуть міститися в ґрунті й рослинній сільгосппродукції. Для забезпечення якості та безпечності продукції, захисту споживачів та навколишнього середовища, важливо регулярно проводити радіологічні лабораторні дослідження продукції. Найбільш небезпечними для харчової продукції та води є радіонукліди: Стронцій-90; Цезій-137.

Ці речовини повністю виводяться з організму більше 30-ти років, в зв'язку з чим викликають підвищені ризики розвитку різних захворювань.

Сцинтиляційні бета-гамма-спектрометри. Це обладнання призначене для експертного радіаційного експрес-контролю зерна, продуктів харчування, води, молока, м'яса, лікарських рослин, морепродуктів, будівельних матеріалів та інших проб навколишнього середовища. Більше 20 років його успішно використовують для контролю сільськогосподарських та інших продуктів після Чорнобильської катастрофи.

Комбіновані спектрометри СЕ-БГ-01 «АКП» створені для визначення якісного та кількісного складу радіонуклідів в пробі та використовуються для визначення питомих активностей широкого переліку бета- і гамма-випромінюючих радіонуклідів (^{137}Cs , ^{134}Cs , ^{131}I , ^{90}Sr , ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{222}Rn та

інші). Спектрометри бета-гамма-випромінювання (рис. 60) застосовуються для комплексного вирішення завдань радіаційного контролю та радіаційного моніторингу зерна та інших проб навколишнього середовища згідно з діючими нормами. Вони використовуються в лабораторіях державних установ, приватних компаній, продовольчих складів та ринків, сертифікаційних центрів, експертних установ, хлібних інспекцій, тваринницьких комплексів, молокозаводів, госпіталів, ветеринарних інституцій, АЕС, на митниці тощо. Спеціальне програмне забезпечення дозволяє проводити експертні вимірювання та експрес-контроль продуктів на неперевищення допустимих рівнів радіонуклідів за дуже короткий час – хвилини.



Рис. 60. Спектрометри бета-гамма-випромінювання

Найбільш часто використовувані модифікації

- ✓ СЕ-БГ-01 «АКП»-70-63 – «класичний» прилад для лабораторій ветеринарної медицини, СЕС, радіологічних лабораторій контролю навколишнього середовища;

- ✓ СЕ-БГ-01 «АКП»-150-63 – модель, що дозволяє контролювати нативні проби по гамма (^{137}Cs , ^{134}Cs , ^{131}I , ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{222}Rn) та бета-випромінюванню (^{137}Cs , ^{90}Sr , ^{40}K);
- ✓ СЕ-БГ-01 «АКП»-150-150 – ідеальне поєднання для сертифікації різних видів продукції.

Технічні характеристики комбінованих спектрометрів відповідають таким його окремих трактів: СЕГ-001 "АКП-С"-150, СЕГ-001"АКП-С"-63, СЕБ-01-150, СЕБ-01-70.

Склад:

- ✓ сцинтиляційні інтелектуальні блоки детектування бета- і гамма-випромінювання;
- ✓ пасивний низькофоновий захист детекторів;
- ✓ стабілізований блок живлення;
- ✓ програмне забезпечення «АКWin»;
- ✓ набір вимірювальних ємностей.

Спектрометри представляють собою два вимірювальних тракти, підключених до одного ПК. Є можливість керувати окремо кожним трактом спектрометра. Підвищення точності результатів вимірювань відбувається за рахунок обліку результатів вимірювань однієї і тієї ж проби на різних трактах спектрометра.

3.2. Визначення токсичних елементів в зерні

Токсичні елементи. Серед великої кількості різноманітних хімічних речовин, що надходять в навколишнє середовище з антропогенних джерел, особливе місце посідають токсичні елементи. Вони можуть бути присутніми в рослинній продовольчій сировині та харчових продуктах. Внаслідок цього токсичні елементи потрапляють до продуктів харчування людини та тварини, негативно впливаючи на їх здоров'я (рис. 61). Тому дослідження на вміст токсичних елементів дуже актуальні.

Визначення токсичних елементів методом атомної спектроскопії.

Забруднення навколишнього середовища важкими металами та іншими токсичними елементами з подальшим накопиченням їх у зернових культурах призводить як до придушення розвитку самої рослини (а значить, і зниження врожайності), так і до отруєння кінцевих споживачів в подальшому. Через високу токсичність вже за низького вмісту токсичні елементи – це один із найважливіших показників, який нормується в зернових культурах. Як правило, в більшості країн регламентується вміст таких токсичних елементів, як ртуть, миш'як, кадмій, свинець, мідь і цинк, хоча іноді цей список доповнюється й іншими токсичними металами.

Токсичні елементи небезпечні тим, що здатні накопичуватися й утворювати високотоксичні сполуки і втручатися в метаболічний цикл живих організмів, викликаючи в людини і у тварин ряд захворювань. Для мікроелементного аналізу в лабораторіях застосовується атомна спектроскопія, яка наразі є найбільш ефективним для цих цілей методом. Універсальним методом для оцінки елементного складу зернових продуктів на сьогодні є атомна спектроскопія.

Атомна спектроскопія включає чотири широко застосовуваних спектрально-аналітичних методи для аналізу токсичних елементів:

- ✓ атомно-абсорбційна спектрометрія (ААС) з електротермічною (ЕТА) і полум'яною (ПА) атомізацією (можливість визначення до 67 стабільних елементів, крім інертних газів, галогенів, Н, С, N, О, S);
- ✓ оптико-емісійна спектрометрія з індуктивно-зв'язаною плазмою – ІЗП-ОЕС (більше 70 стабільних елементів, крім інертних газів, Н, С, N, О, F);
- ✓ мас-спектрометрія з індуктивно-зв'язаною плазмою – ІЗП-МС (більше 70 стабільних елементів, крім інертних газів, Н, С, N, О, F, а також аналіз ізотопного складу);
- ✓ полум'яна фотометрія (різновид оптичної емісійної спектрометрії з можливістю визначення виключно лужних і лужноземельних елементів).



Рис. 61. Вплив токсичних елементів на здоров'я людини та визначення токсичних елементів в сільськогосподарській продукції

Сучасні атомно-абсорбційні спектрометри серії Agilent 240 AA

Атомно-абсорбційні спектрометри Agilent 240AA (рис. 62) забезпечені функцією продування повітрям для захисту від корозії. З ними поставляється плата IEEE з шиною PCI. Прилади, що поєднують в собі високий рівень автоматизації і просте програмне забезпечення. Одна з нових і цікавих можливостей - багатозадачність, яка дозволяє проводити поточні аналізи і в той же час обробляти отримані раніше результати для складання звіту, що сильно збільшує продуктивність роботи. Agilent 240 AA - це двопроменевий прилад. Для розширення аналітичних можливостей спектрометри Agilent AA 240 можуть бути оснащені аксесуарами для атомно-абсорбційної спектрометрії, виробленими компанією Agilent.



Рис. 62. Атомно-абсорбційний спектрометр серії Agilent 240 AA

Технічні параметри

Автоматична корекція фону: AA спектрометри Agilent AA 240 оснащені високоінтенсивною дейтерієвою корекцією фону: швидкий час відгуку 2 мс -

точна корекція фонового сигналу, можливість корекції або заміни лампи без зняття кришки приладу.

Повна автоматизація: АА спектрометри Agilent АА 240 можуть бути укомплектовані відповідно до вимог і бюджетом кожного конкретного користувача. Опції автоматизації:

- ✓ повністю автоматична система вибору довжини хвилі і ширини щілини, що дозволяє без проблем освоїти прилад навіть користувачеві початківцю;
- ✓ 4 фіксованих лампових гнізда, що робить зміну ламп надзвичайно швидкою і безпомилковою;
- ✓ автоматичний попередній прогрів «наступної» лампи, що економить час аналізу.

Система атомізації - найкраща у світі. Всі АА спектрометри Agilent АА 240 оснащені системою полум'яної атомізації Mark 7. Камера уприскування системи Mark 7 має дуже зручну систему установки "twist and lock" і пластикові компоненти для збільшення терміну служби. Пальник Mark 7 як завжди відповідає найвищим стандартам якості Agilent.

АА спектрометри Agilent АА240 ідеально підходять для лабораторій зі складними умовами праці:

- повністю ізольована оптика і дзеркала з кварцовим покриттям дозволяє використовувати спектрометр в запованих і вологих приміщеннях;
- всередині спектрометра встановлена спеціальна система повітряного очищення, що зменшує ймовірність корозії в приміщеннях з вологим і забрудненим повітрям.

Зручна система діагностики спектрометрів Agilent АА 240 дозволяє заощадити час і кошти у разі збоїв у роботі. Користувач може в будь-який момент провести модифікацію спектрометрів АА 240. У разі необхідності навіть однопроменевий прилад може бути розширений до повністю автоматичної системи АА240FS.

3.3. Визначення пестицидів в зерні

Пестициди. Застосування пестицидів, що дає величезний виробничий ефект, іноді негативно впливає на склад і властивості зерна та інших сільськогосподарських продуктів. Вміст залишкових кількостей пестицидів у зерні, що застосовуються при його вирощуванні, необхідно ретельно контролювати, адже навіть малі дози можуть призводити до тяжких порушень здоров'я людини і тварини.

Пестициди – це хімічні речовини, що застосовуються в сільському господарстві для боротьби з комахами, гризунами, бур'янами, збудниками хвороб, а також використовуються в якості регуляторів росту рослин. Попри користь для врожаю, пестициди несуть і негативний вплив на довкілля, на життя і здоров'я людини. Вони забруднюють ґрунти, повітря, водні ресурси, можуть довго зберігатись у сільськогосподарській продукції та накопичуватись в організмах тварин і людей. Виробники харчової продукції зобов'язані контролювати кількість залишкових пестицидів у всіх видах продукції. Це суворо контролюється законодавством майже усіх країн та сприяє безпечному споживанню продуктів.

Зазвичай пестициди контролюються декількома методами: Рідинна хроматографія; Газова хроматографія; Газова та рідинна хроматографія з мас-спектрометричним детектуванням

Ці методи мають високу роздільну здатність, яка необхідна при аналізі багатокомпонентних зразків, і високу чутливість, що дозволяє визначати пестициди на рівні концентрацій 1 мкг/дм^3 і нижче.

Газова хроматографія – це метод визначення індивідуальних пестицидів чи їхніх груп в продуктах сільськогосподарської діяльності за допомогою газового хроматографа з електронозахоплювальним, азот-фосфорним, полум'яно-фотометричним чи мас-спектрометричним детекторами. Вибір детектора залежить від групи пестицидів, які потрібно визначати, та їхньої концентрацій. Хлорорганічні пестициди зазвичай контролюються із використанням електронозахоплювального детектору з надзвичайною

чутливістю, а якщо стоїть задача контролювати різні групи пестицидів у дуже низьких концентраціях, використовують мас-спектрометричний детектор.

Метод рідинної хроматографії в останні роки вважається одним з найбільших важливих в аналітичній хімії для визначення слідових кількостей пестицидів, адже з кожним роком збільшується кількість високополярних і малолетких пестицидів. Крім того, цей метод дозволяє проводити спільне визначення пестицидів і їхніх метаболітів. Прикладами пестицидів, які визначаються цим методом, є карбаматні пестициди, гліфосати та інші полярні та нелеткі. Межі виявлення пестицидів є досить низькими, тому для отримання достовірних результатів важливо ретельно проводити пробопідготовку. Найбільш популярними методами підготовки проби є **метод QuEChERS** (*Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe*) та **гель-проникна хроматографія (ГПХ)**.

Метод QuEChERS – це:

- ✓ швидко: до 8 зразків за 30 хв;
- ✓ легко: без застосування додаткових способів підготовки;
- ✓ дешево: комерційна доступність і невелика вартість витратних матеріалів;
- ✓ ефективно: високий ступінь вивільнення;
- ✓ точно: простота методу забезпечує надійність і відтворюваність результатів;
- ✓ безпечно: зменшення кількості використання органічних розчинників.

Етапи пробопідготовки методом QuEChERS: гомогенізація проби при низькій температурі, потім зразок поміщають до пробірки із розчинником, перемішують і центрифугують 1 хв., далі переносять 15 мл надосадової рідини в пробірку, додають спеціальні речовини, перемішують і знов центрифугують. Отриманий екстракт далі аналізується на хроматографі. Очищення таким методом дозволяє отримати пробу без домішок матриці, які можуть негативно вплинути на хроматографічний результат (наприклад, виникнення невідомих піків), та підвищити якість результату.

Метод гель-проникної хроматографії (ГПХ) – простіший через автоматизацію методу, але більш дороговартісний, ніж QuEChERS,

використовується для підготовки проб зі значним вмістом жиру або пігментів до пестицидного аналізу.

Гель-проникна хроматографія (GPC), також відома як об'ємна ексклюзійна хроматографія (SEC), – це метод рідкофазної хроматографії, який використовує розчинник як рухому фазу та пористий пакувальний матеріал (наприклад, пористий силікагель або пористу смолу) як середовище для розділення. The система GPC складається з системи насоса, системи (автоматичної) ін'єкції, колонки для гель-хроматографії, системи виявлення та системи збору та обробки даних (рис. 63, 64).

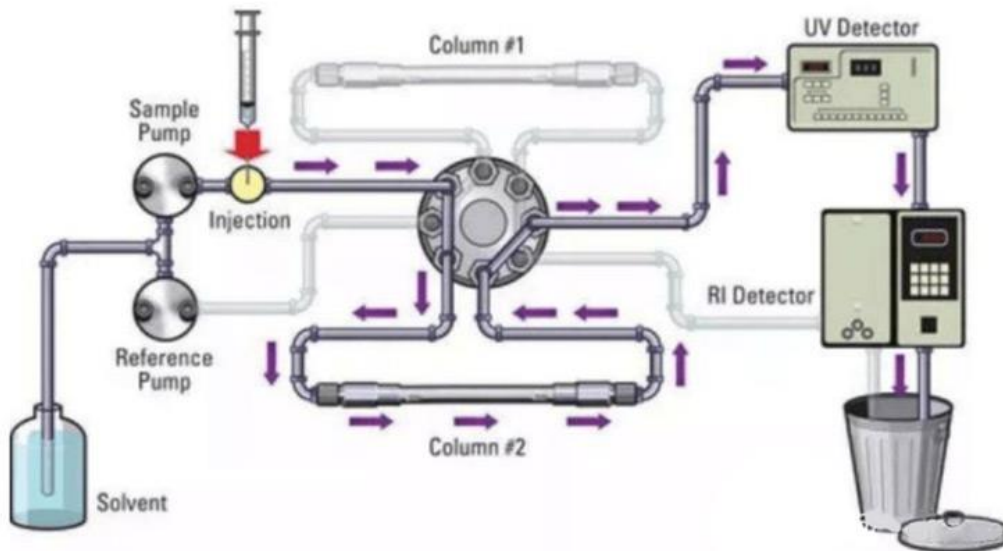


Рис. 63. Склад системи гель-проникної хроматографії



Рис. 64. Загальний вигляд гель-проникного хроматографу

Склад приладу GPC:

- ✓ насосна система складається з резервуара для розчинника, дегазаційної установки та насоса високого тиску. Його завдання полягає в тому, щоб рухома фаза (розчинник) надходила в колонку з постійною швидкістю потоку. Хороший або поганий робочий стан насоса безпосередньо впливає на точність кінцевих даних. Чим точніший прилад, тим стабільніший робочий стан насоса. Похибка необхідної швидкості потоку повинна бути менше 0.01 мл/хв;
- ✓ хроматографічна колонка є основним компонентом **гель-проникна хроматографія** для розділення. А **хроматографічна колонка** являє собою порожнисту тонку трубку з нержавіючої сталі з частинками різного розміру пор в якості упаковки. Кожна колонка має певний діапазон розділення відносної молекулярної маси та межу проникнення, а колонка має верхню та нижню межі використання. Коли розмір найменшої молекули зразка перевищує розмір найбільшого гелю в колонці, зразок не входить у розмір пор частинок гелю і протікає через зовнішню частину частинок гелю, що не забезпечує досягнення Мета поділу зразків різної відносної молекулярної маси. Цей результат також означає, що досягнуто верхньої межі стовпця. І є ймовірність блокування пори гелю, що впливає на ефект розділення колонки та зменшує термін її служби. Нижня межа використання хроматографічної колонки - це коли найбільший розмір молекулярного ланцюга в полімері менший, ніж мінімальний розмір пор гелю, що також не досягає мети поділу різних відносних молекулярних мас. Тому при використанні гель-хроматографії для визначення відносних молекулярних мас спочатку слід вибрати колонку, яка відповідає діапазону відносної молекулярної маси полімеру;
- ✓ наповнювач необхідно підбирати відповідно до використовуваного розчинника. Основна вимога до наповнювача полягає в тому, що наповнювач не може бути розчинений розчинником;
- ✓ матеріалом колонки зазвичай є скло або нержавіюча сталь;
- ✓ системи виявлення доступні як універсальний детектор, детектор диференціального рефрактометра, детектор УФ-поглинання та селективний

детектор. Універсальні детектори підходять для виявлення всіх полімерів і органічних сполук. Показник заломлення розчинника для детектора диференціального рефрактометра максимально відрізняється від показника заломлення зразка, який потрібно виміряти. Детектори УФ-поглинання характеризуються відсутністю сильного поглинання розчинника поблизу характерної довжини хвилі поглинання розчиненої речовини. Селективні детектори підходять для полімерів і органічних сполук, які мають специфічну реакцію на цей детектор.

Основний принцип роботи гель-проникної хроматографії.

Принцип поділу. Гель хімічно інертний і не має адсорбції, розподілу та іонного обміну. Розчин полімеру, який вимірюється, повинен пройти через колонку з різними розмірами пор всередині. Шляхи, доступні для проходження молекул крізь колонку, це проміжки між частинками (більші) та наскрізні пори всередині частинок (менші). Оскільки розчин полімеру протікає через колонку (частинки гелю), більші молекули (більші за розміром, ніж пори гелю) виключаються з малих пор частинок і можуть проходити лише через проміжки між частинками з більшою швидкістю, тоді як менші молекули можуть входити в маленькі пори частинок і проходити набагато повільніше. Навпаки, молекули середнього розміру можуть проникати у великі пори, але виключаються через менші пори, між двома згаданими вище випадками. Після певної довжини колонки молекули розділяються відповідно до їх відносної молекулярної маси, причому молекули з більшою відотною молекулярною масою попереду, а ті з меншою відотною молекулярною масою – позаду. Загальний об'єм фільтрату, отриманий з моменту введення зразка в колонку до моменту його елюювання, називається об'ємом фільтрату зразка. Коли апаратура та умови експерименту визначені, об'єм розчиненої речовини в фільтраті співвідноситься з її молекулярною масою. Чим більша молекулярна маса, тим менший об'єм фільтрату.

Проба завантажується в колонку для гель-проникної хроматографії та промивається розчинником, таким чином забезпечується розділення молекул за

розміром. Цей метод дозволяє отримати чистішу пробу і відповідно – точніший результат.

Визначення різних груп пестицидів у зернових культурах методом газової та рідинної хроматографії з мас-спектрометричним детектуванням. Якщо йдеться про контроль широкого переліку пестицидів різних груп, що мають бути відсутні в харчовій продукції, то єдиними методами, які дозволені до використання для таких цілей, є газова або рідинна хроматографія з мас-спектрометричним детектуванням. Вибір газового чи рідинного типу розділення обумовлюється хімічними властивостями пестицидів, які ми хочемо визначати. Але зазвичай використовуються обидва методи. Всі експортери харчової продукції знайомі з довгими переліками різних пестицидів, на які треба перевіряти свій товар відповідно до законодавств країн-покупців. І майже ніколи весь перелік не перекриває лише один метод аналізу. Чому саме мас-спектрометричне детектування обов'язкове для мультикомпонентного аналізу? Тому що мас-детектор відбирає, бачить та аналізує лише ті компоненти, які ми шукаємо, і дає окрім часу утримування додатковий параметр підтвердження – співвідношення маси до заряду для молекули, яку шукаємо, – який дає нам можливість точно сказати, який пестицид ми знайшли в нашій продукції.

Поєднання газового і/або рідинного хроматографа з мас-спектрометром (ГХ/МС, РХ/МС) дозволяє досягти:

- ✓ високої специфічності аналізу;
- ✓ низьких меж виявлення;
- ✓ кількісного визначення більшості пестицидів порівняно із використанням хроматографів із селективними детекторами (ЕЗД, ПФД та ін.);
- ✓ мінімальної пробопідготовки;
- ✓ можливості ідентифікації невідомих сполук у складних сумішах.

Залежно від поставлених задач при аналізі пестицидів, від умов його проведення, людського ресурсу, який буде залучений, та результату, якого ми очікуємо по закінченню, – обирається найоптимальніший для конкретного випадку метод.

Застосування гель-проникної хроматографії для попереднього аналізу залишків пестицидів

Аналіз залишків пестицидів – це аналіз слідів компонентів у складних матрицях. Процес в основному включає дві частини: попередню обробку зразка та визначення. Складність процесу попередньої обробки зразка полягає в тому, щоб одночасно витягнути кілька мікрокомпонентів пестицидів і ефективно видалити домішки, зберігаючи високий рівень вилучення, що безпосередньо пов'язано з точністю та чутливістю аналізу залишків пестицидів. **Гель-проникна хроматографія** відіграє важливу роль у попередній обробці аналізу залишків пестицидів завдяки своїм власним характеристикам і може відокремлювати залишки пестицидів від різноманітних складних матриць.

Питання для самоконтролю

1. Які радіонукліди можуть бути присутні в зерні?
2. Якими методами визначають вміст радіонуклідів в зерні?
3. Які токсичні елементи зазвичай присутні в зерновій сировині?
4. Якими методами можна виявити присутність токсичних елементів?
5. Як визначають вміст пестицидів в зерні?

Розділ 4. МЕТОДИКИ ЕЛЕКТРОФОРЕЗУ ЗАПАСНИХ БІЛКІВ

4.1. Методика електрофоретичного розділення гордеїнів ячменю (*Hordeum vulgare* L.)

Гордеїнами називають спирторозчинну фракцію запасних білків ячменю. Встановлено, що синтез гордеїнів контролюють 7 генів, які локалізовані на короткому плечі 5-ої хромосоми та успадковуються зчеплено. Аналіз складу гордеїнів заснований на визначенні продуктів алельних варіантів цих генів, які на електрофореграмах виглядають як серії блоків або наборів блоків. На основі такого розподілу розрізняють 4 групи гордеїнів: А, В, С, D. Гордеїни А, ймовірно, не належать до проламінів та не входять до складу білкових гранул. Гордеїни В (ген *Hor 2*) і С (ген *Hor 1*) містять значну кількість окремих білків, які становлять 95 % загального вмісту гордеїнів. Гордеїни D (ген *Hor 3*) представлені однією фракцією, що складає 2–4 %. Усі групи гордеїнів мають різну електрофоретичну рухливість – найбільш рухливою є група D, найменш – А.

Алелі кожного локусу можуть бути позначені літерами або цифрами; або їх комбінацією, що дає змогу створити генетичну формулу сорту.

Суть методу: розділення запасних білків гордеїнів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі з буферною системою на основі мурашиної кислоти та додаванням денатуруючого агента невисокої концентрації.

Реактиви та обладнання

Гістидин-НСl; акриламід; N,N'-метиленбісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$); амонію персульфат (ПСА); Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова кислота; мурашина кислота; бутанол; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; ацетон; мікроцентрифужні пробірки 0,5 мл; наконечники на автоматичні

дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки): один на 28, другий на 29 лунок; електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

Приготування розчинів.

Для приготування 50 мл екстракційного буферу потрібно:

сечовина	16,516 г;
піронін G	5 мг;
дистильованою водою довести об'єм до 50 мл.	

Робочий розчин Bind-Silan:

Bind-Silan A 100	500 мкл;
етиловий спирт (95 %)	100 мл;
крижана оцтова кислота	10 мл.

До складу стокового розчину MSS входить:

акриламід	60,08 г;
N,N'-метиленабісакриламід	3,2 г;
розчин FeSO ₄ (44 мг/100 мл H ₂ O)	9,1мл;
аскорбінова кислота	490 мг;
дистильована вода	до 200 мл.

До складу стокового розчину SGB входить:

гістидин-HCl	1,2 г;
крижана оцтова кислота	1,6 мл;
дистильована вода	до 50 мл.

Готові стокові розчини MSS та SGB зберігають за температури 4°C.

Для приготування 100 мл розділяючого гелю потрібно об'єднати такі розчини:

MSS	22 мл;
4,44 М сечовина	67,5 мл;
крижана оцтова кислота	6 мл;
дистильована вода	4,5 мл.

Для приготування 25 мл концентруючого гелю потрібно з'єднати такі розчини:

SGB	4,25 мл;
MSS	3,95 мл;
4,44 М сечовина	16,8 мл.

Для приготування розчину MSS зважують акриламід, N,N'-метиленбісакриламід та аскорбінову кислоту, поміщають у мірний стакан і доводять дистильованою водою до мітки 170 мл. Розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Після розчинення додають розчин $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ і доводять до 200 мл.

Розчин $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ готують методом розчинення 44 мг $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ в 100 мл дистильованої води і зберігають за температури 4°C.

Для приготування розчину SGB зважують гістидин-НCl, поміщають у мірний стакан і доводять дистильованою водою до мітки 40 мл. Розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Після розчинення додають крижану оцтову кислоту й доводять об'єм до 50 мл.

Для приготування стокового розчину 4,44 М сечовини зважують 266,7 г сечовини й розчиняють у 1 л дистильованої води на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Стоковий розчин зберігають за кімнатної температури.

Для приготування електродного буферу потрібно:

буфер для верхньої камери (+):

мурашина кислота	1,66 мл;
дистильована вода	до 1 л

буфер для нижньої камери (-):

мурашина кислота	3,33 мл;
дистильована вода	до 1 л

Розчин для фарбування та фіксації білків:

кумасі R	300 мг;
крижана оцтова кислота	60 мл;
100 % ТХУ	120 г;
дистильована вода	до 1 л

Хід аналізу

1. Підготовка зразків та екстракція білка

Відбирають 50 зерен досліджуваного сорту та 7 зернівок 4-х стандартних сортів. Стандартні сорти – сорти із 100 % чистотою та відомими електрофоретичними спектрами. Кожну зернину подрібнюють за допомогою ступки Абіха та поміщають в окрему пробірку об'ємом 0,5 мл. До подрібненого матеріалу в кожному пробірці додають по 320 мкл 70 % розчину етилового спирту, перемішують на вортексі 10–20 с та інкубують протягом 4 год. за температури +45°C.

Після того, як білки перейшли в спирт, їх знову ретельно перемішують на вортексі та центрифугують при 2000 об/хв. протягом 5 хв. Потім відбирають 90 мкл супернатанту в чисті пробірки й висушують у термоблоці за температури +60°C.

До висушеного зразка додають по 50 мкл екстракційного буферу й витримують мінімум 2 год. за кімнатної температури.

2. Приготування та заливка гелю

Перед тим, як зібрати гелеві касети, скляні пластини знежирюють спиртом. Після чого спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю, як зазначено в інструкції виробника.

Готовий розділяючий гель використовують для формування пробки. Для цього до 30 мл гелю додають каталізатори полімеризації: 150 мкл 10 % розчину ПСА та 15 мкл розчину ТЕМЕД, обережно перемішують і заливають в зібрані касети шаром 7 мм. Полімеризація триває 5–10 хв.

Для заповнення однієї касети використовують 35 мл розділяючого гелю, до якого додають каталізатори: 150 мкл 10 % розчину персульфату амонію і 20 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують. Заповнюють касету гелем, залишаючи 3–5 см від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю. Зверху на розділяючий гель нашаровують 500 мкл бутанолу для вирівнювання гелю. Полімеризація триває 15 хв., після чого бутанол зливають та ретельно промивають дистильованою водою. За допомогою фільтрувального паперу позбуваються залишків вологи з внутрішніх поверхонь скляних пластин та з поверхні гелю.

Потім касети повністю заповнюють розчином концентруючого гелю. До 25 мл гелю додають 200 мкл 10 % розчину ПСА і 20 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують і заливають в гелеві касети. У заповнені касети відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває протягом 15 хв.

3. Підготовка електрофоретичної камери та внесення зразків

До верхньої камери приладу (рис. 65) для електрофорезу приєднують касети з гелем за допомогою затискачів. Обережно виймають лункоутворювач, видаляють залишки вологи за допомогою фільтрувального паперу і вносять екстракт досліджуваних зразків у гель. Об'єм екстракту залежить від обладнання, яке використовують, зазвичай для кожної гелевої доріжки використовують 20 мкл екстракту. За допомогою автоматичного дозатора обережно нашаровують верхній електродний буфер у лунки. Наливають у верхню та нижню камери електродний буфер, накривають запобіжною кришкою та підключають електроди до блоку живлення таким чином, щоб верхній електрод виконував функцію катоду, а нижній – аноду.

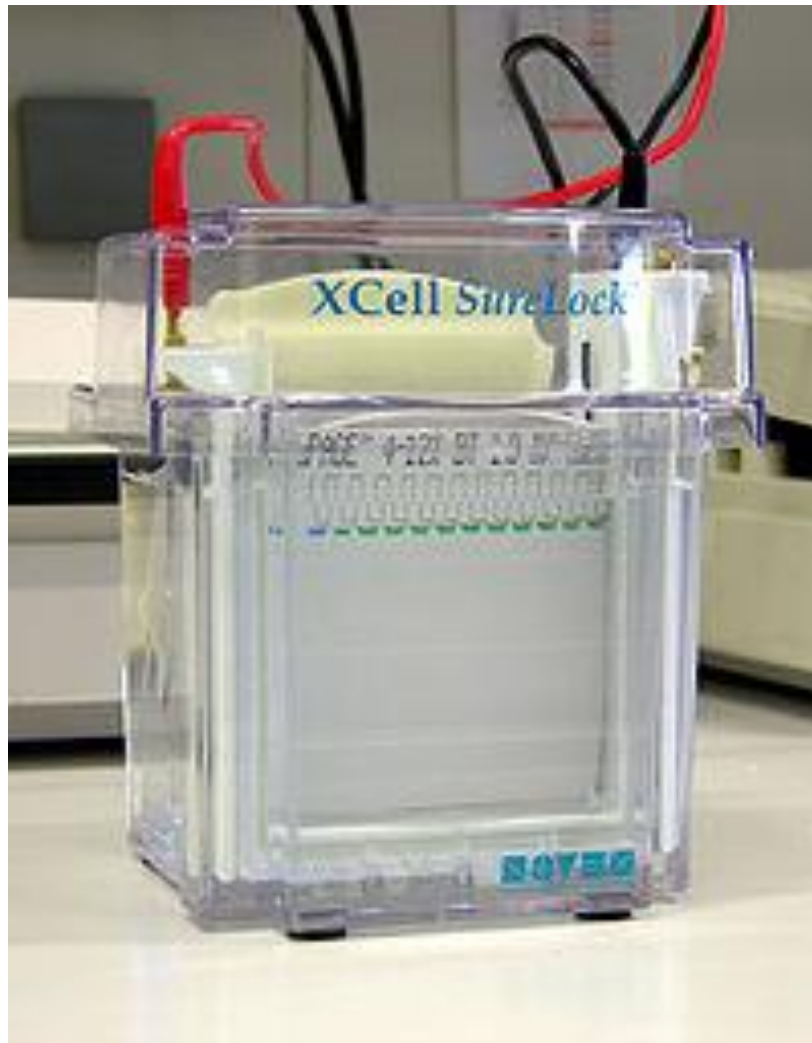


Рис. 65. Електрофоретична камера

4. Режим електрофорезу

Параметри електрофорезу: $I = 15 \text{ mA}$ – 30 хв. – до виходу піроніну G із лунок, $I = 30 \text{ mA}$ – переміщення піроніну G в розділяючий гель, $I = 90 \text{ mA}$ – до закінчення електрофорезу. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують електрофоретичну рухливість барвника, який перебуває в екстракті: час, за який піронін G вийде з гелю, фіксується та його значення подвоюється. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають верхній і нижній електродні буфери.

5. Фарбування та фіксація білків

Фарбування та фіксацію білків проводять одночасно. Для цього касети з гелем розбирають, а пластину з гелем опускають в пластиковий контейнер, який

містить 1 л розчину фарби, закривають контейнер кришкою й залишають на 8 год. Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають стандартні сорти та документують з допомогою системи, що складається з транслюмінатора видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою та аналізують.

6. Опрацювання даних

У генетично чистого сорту ячменю, як правило, всі зерна вибірки дають один, характерний для даного сорту, тип спектрів гордеїнів. Наявність зерен з іншими типами спектрів свідчить про його забрудненість.

Отримані на гелевій пластині електрофоретичні спектри гордеїнів кожної зернини, що аналізується, порівнюють з еталонними спектрами відповідного стандартного сорту.

Сортову чистоту ($Ч$) сорту виражають у відсотках і обчислюють за формулою:

$$Ч = \frac{E \times 100}{K},$$

де: E – кількість ідентичних електрофоретичних спектрів, шт.;

K – кількість проаналізованих зернівок, шт.

За наявності в зразку кількох електрофоретичних спектрів підрахунок за кожним ведуть за ідентичністю однорідних типів спектрів та виражають у відсотках вміст кожного.

4.2. Методика електрофоретичного розділення геліантинів соняшнику (*Helianthus annuus* L.)

Компоненти запасних білків насіння соняшнику (геліантиніни) контролюються як мінімум шістьма локусами: HEL1, HEL2, HEL3, HEL4, HEL5, HEL6. Гени HEL1 і HEL6 представлені одним (гомозигота) або двома алелями (гетерозигота). Гени, що кодують синтез запасних білків, зібрані в кластери у вигляді одного компонента або у вигляді єдиної групи (блоку). Блок

електрофоретичних компонентів є фенотиповим маркером відповідного локусу на рівні білкових молекул. Алелі мають різну рухливість і інтенсивність, що дозволяє ідентифікувати різні серії алельних варіантів по кожному кластеру, ідентифікувати гомозиготи по кожному алелю (ознака самоzapильних ліній), гетерозиготи (ознака гібридності). Алелі кожного локусу розташовані за зростанням рухливості і зменшенням молекулярної маси від HEL1 до HEL 6.

Методика застосовується для визначення типовості самоzapильних ліній та рівня гібридності насіння першого покоління (F_1) на етапах селекції та насінництва соняшнику, визначення генетичної однорідності гібридів та ідентифікації окремих генотипів.

Суть методу: розділення запасних білків геліантинінів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі з буферною системою гліцин-оцтова кислота.

Реактиви та обладнання

Акриламід; N,N'-метиленбісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); 2-меркаптоетанол; ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($FeSO_4 \cdot 7 H_2O$); амонію персульфат (ПСА); н-гексан; Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова кислота; гліцин; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; мікроцентрифужні пробірки 0,5 та 1,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки); електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

Приготування розчинів

Розчин для екстракції геліантинінів:

сечовина

150 г;

20 % розчин етилового спирту	150 мл;
2-меркаптоетанол	5 мл;
піронін G	0,1 мг;
дистильована вода	до 500 мл.

Розчин A_{2,6} містить:

N,N'-метиленбісакриламід	6,4 г;
акриламід	240 г;
дистильована вода	до 600 мл.

Розчин 0,1 % FeSO₄·7 H₂O:

FeSO ₄ ·7 H ₂ O	0,01 г;
дистильована вода	10 мл.

Розчин 3 % ПСА:

амонію персульфат	0,3 г;
дистильована вода	до 10 мл.

Розчини 0,1 % FeSO₄·7 H₂O та 3 % ПСА використовувати в день приготування.

Гель для проведення електрофорезу має наступний склад:

гліцин	0,12 мл;
крижана оцтова кислота	2,4 мл;
сечовина	28,8 г;
розчин A _{2,6}	48 мл;
ТЕМЕД	0,36 мл;
аскорбінова кислота	0,12 г;
дистильована вода	до 120 мл.

Для приготування розчинів, які містять сечовину, наважку переносять в мірний стакан та додають 50–150 мл дистильованої води та розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Після розчинення додають інші компоненти.

До складу електродного буферу входить:

крижана оцтова кислота	6,0 мл;
------------------------	---------

гліцин	0,6 г;
дистильована вода	до 1,5 л.

Розчин для фарбування та фіксації білків:

кумасі R	300 мг;
крижана оцтова кислота	60 мл;
100 % ТХУ	120 г;
дистильована вода	до 1 л.

Хід аналізу

1. Підготовка зразків та екстракція білка

Відбирають 40 зернівок соняшнику, звільняють від лушпиння та подрібнюють за допомогою ступки Абіха. Переносять у мікроцентрифужну пробірку об'ємом 1,5 мл та додають 1 мл н-гексану. Перемішують 30–40 с на вортексі та інкубують протягом 30 хв. за кімнатної температури. Після чого супернатант видаляють. Очищення н-гексаном повторюють ще двічі. Після видалення н-гексану на останньому етапі осад підсушують під витяжною шафою протягом 1,5–2 год. До знежиреного шроту додають 1 мл розчину для екстракції геліатинінів, перемішують на вортексі 30–40 с та інкубують протягом 12–18 год. за кімнатної температури. Після екстракції суміш інкубують протягом 5 хв. при 95°C, охолоджують та центрифугують при 4000 об/хв. протягом 5 хв.

2. Заливка гелю та внесення зразків

Перед збиранням касет для заливки гелю, скляні пластини знежирюють спиртом. Після чого спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю, як зазначено в інструкції виробника. Приготований гель використовують для формування пробки. Для цього до 20 мл гелю додають 300 мкл розчину $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ та 300 мкл розчину ПСА, ретельно перемішують і заливають в зібрані касети шаром 7 мм. Полімеризація триває 10 хв.

Для заповнення однієї касети використовують 45 мл гелю, до якого додають 450 мкл розчину $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ та 450 мкл розчину ПСА, ретельно перемішують. Заповнюють касету гелем та відразу вставляють лункоутворювачі.

Полімеризація триває протягом 10 хв. Після полімеризації збирають прилад і виймають гребінку з утвореного гелю. За допомогою фільтрувального паперу видаляють залишки вологи із слотів. Для проведення електрофорезу 20 мл супернатанту вносять в лунки гелю. За допомогою автоматичного дозатора обережно нашаровують верхній електродний буфер в лунки. Верхню та нижню камери заповнюють електродним буфером.

3. Режим електрофорезу та фіксація білків

Параметри електрофорезу: $I = 15 \text{ мА} - 20 \text{ хв.}$; $I = 35 \text{ мА} - 15 \text{ хв.}$; $I = 40 \text{ мА}$ – до завершення, тривалість процесу – 3 год. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають електродний буфер. Під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем поміщують у розчин для фіксування та фарбування білків на ніч.

Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають відповідні гібриди або батьківські компоненти та документують з допомогою системи, що складається з транслюмінатора видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, та аналізують.

4. Опрацювання даних

Опрацювання результатів електрофоретичного розподілу геліантинів залежить від мети аналізу. Для визначення генетичної (сортової) чистоти гібриду його порівнюють з відповідним стандартом з відомими електрофоретичними спектрами та виражають у відсотках.

При визначенні ступеня гібридності, на одну скляну пластину з гелем вносяться зразки гібриду, що аналізується, та батьківські компоненти. За отриманими електрофоретичними спектрами батьківських компонентів визначається маркерна зона (відмінні за молекулярною масою поліпептиди у материнського та батьківського компоненту, які успадковуються гібридом) та підраховують кількість гібридних спектрів. Ступінь гібридності (C_2) виражають у відсотках і обчислюють за формулою:

$$C_2 = \frac{Г \times 100}{В},$$

де: $Г$ – кількість гібридних електрофоретичних спектрів, шт.;

$В$ – кількість проаналізованих зернівок, шт.

4.3. Методика електрофоретичного розділення зеїнів кукурудзи (*Zea mays* L.)

Зеїни – спирторозчинні запасні білки кукурудзи, які являють собою поліморфну білкову систему, компоненти якої кодуються великим полігенним комплексом. Поліморфізм зеїну був виявлений при аналізі проламінів інбредних ліній кукурудзи за допомогою різних методів фракціонування білків. Значний внутрішньовидовий поліморфізм проламінів кукурудзи передбачає існування множинних алелів за зеїн-кодуючими локусами. У результаті багаторічних генетичних досліджень було виявлено три основних зеїнкодуючих локуси, що являють собою мультигенні мультиалельні кластери, та ідентифіковано за цими локусами 33 алелі. Було показано, що зеїнкодуючі гени розташовані на хромосомах 4 та 7 у кукурудзи.

Метод електрофорезу запасних білків дозволяє виявити високий рівень поліморфізму зеїнів, що робить його незамінним для ідентифікації сортів та сортової сертифікації. За допомогою цього методу, можна проводити визначення генетичної однорідності ліній, визначення ступеня гібридності гібридів кукурудзи. Такі дослідження мають велике значення для селекціонерів та товаровиробників насіння.

Суть методу: розділення запасних білків – зеїнів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі з буферною системою гліцин-оцтова кислота.

Реактиви та обладнання

Акриламід; N,N'-метиленабісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); 2-меркаптоетанол; ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($\text{FeSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$); амонію персульфат (ПСА); Bind-Silane (Methacryloxupropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова

кислота; гліцин; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; мікроцентрифужні пробірки 0,5 та 1,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки); електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

Приготування розчинів

Буфер для нанесення:

крижана оцтова кислота	5 мл;
сечовина	24,02 г;
2-меркаптоетанол	1,5 мл;
піронін G	2,5 мг;
дистильована вода	до 50 мл.

Розчин А для приготування гелю:

акриламід	10,62 г;
N,N'-метиленбісакриламід	0,27 г.

Розчин Б для приготування гелю:

сечовина	56,3 г;
гліцин	0,12 г;
крижана оцтова кислота	2,48 мл.

Сечовину та гліцин поміщають в мірний стакан та додають 50 мл дистильованої води. Суміш акриламід та N,N'-метиленбісакриламід розчиняють в 30 мл дистильованої води. Розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. З'єднують розчини А та Б, після чого додають крижану оцтову кислоту та каталізатори для полімеризації гелю: аскорбінова кислота – 68,75 мг, FeSO₄ · 7 H₂O – 625 мкл. До кінцевого об'єму доводять дистильованою водою (125 мл).

До складу електродного буферу входить:

крижана оцтова кислота	6,0 мл;
гліцин	0,6 г;
дистильована вода	до 1,5 л.

Розчин для фарбування та фіксації білків:

кумасі R	300 мг;
крижана оцтова кислота	60 мл;
100 % ТХУ	120 г;
дистильована вода	до 1 л.

Хід роботи

1. Підготовка зразків та екстракція білка

Для проведення аналізу із зернівки кукурудзи видаляють зародок, подрібнюють за допомогою ступки Абіха та поміщають в мікроцентрифужну пробірку об'ємом 1,5 мл та додають 500 мкл 70 % етилового спирту. Екстракцію проводять 1,5–2 години за кімнатної температури. Перемішують зразок струшуванням і центрифугують 10 хв. при 12000 об/хв. Відбирають весь спиртовий супернатант і випарюють у термостаті за температури +60°C. Висушені поліпептиди розчиняють у 50–100 мкл буферу нанесення.

2. Приготування гелю та підготовка електрофоретичної камери

Скляні пластини для гелю попередньо знежирюють спиртом, спейсерні пластини, до яких прикріплюється гель, обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю за інструкцією виробника. Приготований гель використовують для формування пробки: в 20 мл розчину вносять 60 мкл ТЕМЕД та 100 мкл 10 % розчину ПСА. Полімеризація триває 10 хв.

Для заповнення однієї касети використовують 40 мл гелю, до якого додають 120 мкл ТЕМЕД та 200 мкл 10 % розчину ПСА, ретельно перемішують. Заповнюють касету гелем та відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває протягом 15 хв. Після полімеризації збирають прилад і заповнюють електрофоретичну камеру електродним буфером. Виймають

гребінку з утвореного гелю та промиваємо лунки буфером шляхом вакуумування від залишків гелю.

Перед внесенням в гель розчин білків витримують 5 хвилин за температури +95°C. Для проведення електрофорезу в лунки гелю вносять по 20 мл розчину білків.

3. Режим електрофорезу та фіксація білків

Електрофорез проводять за постійної напруги 500 V протягом 5 годин. Після закінчення відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають електродний буфер. Під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем поміщають у розчин для фіксування та фарбування білків на ніч.

Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають відповідні гібриди або батьківські компоненти та документують з допомогою системи, що складається з транслюмінатора видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою та аналізують.

4. Опрацювання даних.

Для визначення генетичної (сортової) чистоти гібриду його порівнюють з відповідним стандартом з відомими електрофоретичними спектрами та виражають у відсотках.

При визначенні ступеня гібридності, на одну скляну пластину з гелем вносяться зразки гібриду, що аналізується, та батьківські компоненти. За отриманими електрофоретичними спектрами батьківських компонентів визначається маркерна зона (відмінні за молекулярною масою поліпептиди у материнського та батьківського компоненту, які успадковуються гібридом) та підраховують кількість гібридних спектрів за формулою.

4.4. Методика електрофоретичного розділення високомолекулярних глютенінів пшениці (*Triticum L.*)

Високомолекулярні глютеніни (ВМГ) білкового матриксу відповідають за властивості, пов'язані з в'язкістю–розтяжністю клейковини. Високомолекулярні глютеніни є продуктами експресії двох міцно зчеплених генів типу «х» та «у» локусів Glu-A1, Glu-B1 і Glu-D1, що знаходяться на довгому плечі хромосом відповідно 1A, 1B, 1D. Електрофоретичний поділ цих білкових систем показав, що вони поліморфні, генетично стабільні і можуть маркувати генетичну систему. Використання високомолекулярних глютенінових білків у ролі маркерних ознак при доборі вихідних батьківських форм підвищує відсоток вдалих комбінацій у селекційній роботі. Забезпечення контролю наявності у спектрі запасних білків встановлених алелей, які визначають високі ознаки якості зерна, на всіх етапах селекційного процесу допомагає селекціонеру проводити добори кращих елітних рослин на ранніх поколіннях і ліній у розсадниках.

Суть методу: електрофоретичне розділення запасних білків пшениці з метою подальшої ідентифікації сортів цієї культури та вивчення сортової чистоти партій зерна.

Реактиви та обладнання

Гліцерин, SDS (додецилсульфат натрію); Tris-HCl; 2-меркаптоетанол; бромфеноловий синій; акриламід; N, N'-метиленабісакриламід; персульфат амонію (ПСА); ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); кумасі синій R-250; трихлороцтова кислота (ТХУ); семи водний сульфат заліза ($\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$); Bind Silan (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); крижана оцтова кислота; етиловий спирт; мікроцентрифужні пробірки 0,5 та 1,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки); електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом;

пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

Приготування розчинів

Екстракційний буфер:

гліцерин	11 мл;
10 % розчин SDS	20 мл;
1М Tris-HCl (pH 6,8)	8 мл;
2-меркаптоетанол	5 мл;
дистильована вода	до 95 мл;
бромфеноловий синій (БФС)	кілька кристалів.

Робочий розчин Bind-Silan:

Bind-Silan A 100	500 мкл;
етиловий спирт (95 %)	100 мл;
крижана оцтова кислота	10 мл.

Розділяючий гель:

30 % розчин акриламід	37,5 мл;
1 % розчин N,N'-метиленбісакриламід	9,3 мл;
1,5 М Tris-HCl (pH 8,7)	32,5 мл;
10 % розчин SDS	0,9 мл;
дистильована вода	19,5 мл.

Концентруючий гель:

30 % розчин акриламід	5,01 мл;
1 % розчин N,N'-метиленбісакриламід	4,4 мл;
1,5 М Tris-HCl (pH 6,8)	3,75 мл;
10 % розчин SDS	0,3 мл;
дистильована вода	16,8 мл.

Електродний буфер:

Tris	3 г;
гліцин	14,4 г;
SDS	1 г;

дистильована вода	до 1 л.
Розчин для фарбування та фіксації білків:	
кумасі R	200 мг;
96 % етанол	170 мл;
крижана оцтова кислота	60 мл;
60 % ТХУ	100 мл;
дистильована вода	до 1 л.

Хід роботи

1. Підготовка зразків та екстракція білка

До подрібненої за допомогою ступки Абіха зернівки додають 400 мкл екстракційного буферу. Екстракцію проводять протягом 4-х годин. Перед нанесенням проби нагрівають до 100°C та інкубують протягом 3–7 хв. Для денатурації високомолекулярних білків.

2. Приготування гелю та підготовка електрофоретичної камери

Скляні пластини для гелю попередньо знежирюють спиртом, спейсерні пластини, до яких прикріплюється гель обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю за інструкцією виробника. До приготованого розділяючого гелю на 100 мл додають каталізатори полімеризації: 10 % розчин ПСА – 400 мкл, ТЕМЕД – 40 мкл та заливають скляними пластинами, залишаючи 3–5 см від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю, та нашаровують 500 мкл дистильованої води.

Після полімеризації розділяючого гелю дистильовану воду зливають. В концентруючий гель додають каталізатори полімеризації (10 % розчин ПСА – 300 мкл, ТЕМЕД – 30 мкл) і заливають поверх розділяючого гелю. У концентруючий гель вставляють гребінки для формування лунок. Після полімеризації концентруючого гелю гребінки виймають і наносять у кожную лунку по 15–18 мкл екстракту (див. пункт 1).

3. Режим електрофорезу та фіксація білків

Верхню та нижню камеру заповнюють електродиним буфером. Електрофорез проводять за таких параметрів: $I = 30$ мА – до виходу бромфенолового синього з лунок (приблизно протягом 30 хв.); $I = 40$ мА – до входу бромфенолового синього в розділяючий гель; $I = 75$ мА – до закінчення електрофорезу. Тривалість електрофорезу залежить від приладу. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують барвник, який знаходиться в екстракті. Після того, як барвник дійде до низу гелевих касет, відключають блок живлення та зливають буфер. Під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем поміщують у розчин для фіксування та фарбування білків на ніч.

Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають відповідні сорти та документують з допомогою системи, що складається з транслюмінатору видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, та аналізують.

4.5. Методика проведення електрофорезу проламінів злаків (гордеїнів, гліадинів, авенінів)

Проламіни є найбільш характерними білками для зерна більшості злакових культур. Вони розчиняються в 60–80 % розчині етанолу. До проламінів відносять гліадин із зерна пшениці і жита (складова частина клейковини), гордеїн – ячменю, зеїн – кукурудзи, авенін – вівса. Проламіни містять понад 40 % залишків глютамінової кислоти і близько 15 % проліну, та містять низьку кількість лізину. Гетерогенна структура проламінів дозволяє розділити їх за допомогою хроматографії і електрофорезу на компоненти, близькі за амінокислотним складом, але різняться за молекулярною масою та електричним зарядом.

Суть методу: електрофоретичне розділення запасних білків злаків з метою подальшої ідентифікації сортів рослин та вивчення сортової чистоти партій зерна.

Реактиви та обладнання

Гістидин-НСl; акриламід; N,N'-метиленбісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$); амонію персульфат (ПСА); Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова кислота; мурашина кислота; бутанол; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; ацетон; мікроцентрифужні пробірки 0,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки): один на 28, другий на 29 лунок; електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

Приготування розчинів.

Робочий розчин Bind-Silan:

Bind-Silan A 100	500 мкл;
етиловий спирт (95 %)	100 мл;
крижана оцтова кислота	10 мл.

До складу стокового розчину MSS входить:

акриламід	60,08 г;
N,N'-метиленбісакриламід	3,2 г;
розчин FeSO_4 (44 мг/100 мл H_2O)	9,1мл;
аскорбінова кислота	490 мг;
дистильована вода	до 200 мл.

До складу стокового розчину SGB входить:

гістидин-НСІ	1,2 г;
крижана оцтова кислота	1,6 мл;
дистильована вода	до 50 мл.

Готові стокові розчини MSS та SGB зберігають за температури 4°C.

Розділяючий гель (100 мл):

MSS	22 мл;
4,44 М сечовина	67,5 мл;
крижана оцтова кислота	6 мл;
дистильована вода	4,5 мл.

Концентруючий гель (25 мл):

SGB	4,25 мл;
MSS	3,95 мл;
4,44 М сечовина	16,8 мл.

Для приготування електродного буферу потрібно:

буфер для верхньої камери (+):

мурашина кислота	1,66 мл;
дистильована вода	до 1л.

буфер для нижньої камери (-):

мурашина кислота	3,33 мл;
дистильована вода	до 1л.

Розчин для фарбування та фіксації білків:

кумасі R	200 мг;
ацетон	170 мл;
крижана оцтова кислота	60 мл;
100 % ТХУ	60 мл;
дистильована вода	до 1 л.

Хід аналізу

1. Підготовка зразків та екстракція білка

До подрібненої за допомогою ступки Абіха зернівки додають 400 мкл 70 % розчину етанолу. Екстракцію проводять протягом 4-х годин. Після екстракції

перемішують на вортексі та центрифугують 5 хв. при 3000 об/хв. Потім відбирають 90 мкл супернатанту в чисті пробірки й висушують у термоблоці за температури +60°C. Отриманий осад розчиняють у 50 мкл 5,5 М розчину сечовини. Готовий екстракт використовують для електрофоретичного розділення.

2. Приготування та заливка гелю

Перед тим, як зібрати гелеві касети, скляні пластини знежирюють спиртом. Після чого спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю, як зазначено в інструкції виробника.

Для заповнення однієї касети використовують розділюючий гель (100 мл), до якого додають каталізатори: 400 мкл 10 % розчину персульфату амонію і 40 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують. Заповнюють касету гелем, залишаючи 3–5 см від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю. Зверху на розділюючий гель нашаровують 500 мкл бутанолу для вирівнювання гелю. Полімеризація триває 15 хв., після чого бутанол зливають та ретельно промивають дистильованою водою. За допомогою фільтрувального паперу позбуваються залишків вологи з внутрішніх поверхонь скляних пластин та з поверхні гелю.

Потім касети повністю заповнюють розчином концентруючого гелю. До 25 мл гелю додають 150 мкл 10 % розчину ПСА і 15 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують і заливають в гелеві касети. У заповнені касети відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває протягом 15 хв.

3. Підготовка електрофоретичної камери та внесення зразків

До верхньої камери приладу для електрофорезу приєднують касети з гелем за допомогою затискачів. Обережно виймають лункоутворювач, видаляють залишки вологи за допомогою фільтрувального паперу і вносять екстракт досліджуваних зразків у гель (по 20 мкл екстракту). За допомогою автоматичного дозатора обережно нашаровують верхній електродний буфер у лунки. Наливають у верхню та нижню камери електродний буфер, накривають

запобіжною кришкою та підключають електроди до блоку живлення таким чином, щоб верхній електрод виконував функцію катоду, а нижній – аноду.

4. Режим електрофорезу

Параметри електрофорезу: $I = 15$ мА – 30 хв. – до виходу піроніну G із лунок, $I = 30$ мА – переміщення піроніну G в розділяючий гель, $I = 90$ мА – до закінчення електрофорезу. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують електрофоретичну рухливість барвника, який перебуває в екстракті: час, за який піронін G вийде з гелю, фіксується та його значення подвоюється. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають верхній і нижній електродні буфери.

5. Фарбування та фіксація білків

Фарбування та фіксацію білків проводять одночасно. Для цього касети з гелем розбирають, а пластину з гелем опускають в пластиковий контейнер, який містить 1 л розчину фарби, закривають контейнер кришкою й залишають на 8 год. Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають сорти та документують з допомогою системи, що складається з транслюмінатора видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, та аналізують.

6. Опрацювання даних

У генетично чистого сорту, як правило, всі зерна вибірки дають характерний для даного сорту тип спектрів проламінів. Наявність зерен з іншими типами спектрів свідчить про його забрудненість. Отримані на гелевій пластині електрофоретичні спектри кожної зернини, що аналізується, порівнюють з еталонними спектрами відповідного стандартного сорту. Сортову чистоту виражають у відсотках (формула для обчислення – с. 125). За наявності в зразку кількох електрофоретичних спектрів підрахунок за кожним ведуть за ідентичністю однорідних типів спектрів та виражають у відсотках вміст кожного.

Питання для самоконтролю

1. Які особливості електрофоретичного розділення гордеїнів ячменю?
2. Які чинники можуть вплинути на процес електрофоретичного розділення геліантинів соняшнику?
3. Охарактеризуйте методику електрофоретичного розділення зеїнів кукурудзи?
4. В чому особливості методики електрофоретичного розділення високомолекулярних глютенінів пшениці?
5. Опишіть методику проведення електрофорезу проламінів злаків?
6. Що таке гордеїни зерна?
7. Яку функцію виконують гліадини зерна?
8. Дайте визначення авенінам зерна?
9. Яке обладнання використовують для електрофоретичного розділення?
10. Які інноваційне обладнання використовують для електрофоретичного розділення?

Розділ 5. МОЛЕКУЛЯРНО-ГЕНЕТИЧНИЙ АНАЛІЗ

ГМО – це організм, генотип якого штучно змінили за допомогою генної інженерії. Дослідження генетично змінених продуктів не призвело до однозначної оцінки їх впливу на організм людини і навколишнього середовища, тому деякі світові організації та країни відносяться до ГМО з обережністю. Виходячи з думки французьких вчених, які довели, що в результаті частого вживання ГМО-продуктів може бути спровоковано різноманітні патологічні стани організму людини, аналіз вмісту генетично модифікованих організмів у продуктах харчування дуже важливий.

З метою безпечності, ряд країн Європейського Союзу повністю заборонили вживання в харчових цілях трансгенних продуктів, більшість країн світу ввели обов'язкове маркування на наявність ГМО. Для виробників, імпортерів та експортерів зернових культур, овочів перевірка на наявність ГМО є необхідною і обов'язковою. Дослідження продукції на наявність ГМО – це не примха, а необхідність. Для оперативного й точного аналізу, а також прийняття результатів таких досліджень контрагентами на внутрішньому і міжнародному ринках, слід звертатися в акредитовані організації.

Зміни генного матеріалу (ДНК) були б неможливі в результаті розмноження або природної рекомбінації. В Україні вирощування генетично модифікованих зернових не дозволено, але зустрічається досить часто. Крім того, перед тим як потрапити на світові ринки, ГМО повинні ретельно аналізуватися і перевірятися.

Бавовна, кукурудза, соя, ріпак, гірчиця: детекція ГМО в цих сільськогосподарських культурах за допомогою експрес-тестів латерального потоку LFDs відрізняється швидкістю, відносною недорогою й точними результатами.

ГМО-набори латерального потоку LFDs доступні у двох форматах: тестування насіння і рослин, а також тестування продовольчого та кормового зерна. Основними перевагами даного способу є бюджетність, швидкість тестування «тут і зараз», надійність результатів без громіздкого лабораторного обладнання. Тест-набори для сипучих зразків (зокрема, сої, кукурудзи та ріпаку)

призначені для якісного визначення білка, присутнього в Roundup Ready (RR). Комплекти виявляють одиницю Roundup Ready в 1000 зернах тестованої культури (0,1%). Загальний час такого аналізу складає 10 хвилин.

Принцип тесту. Антитіла, специфічні до молекули білка, іммобілізують в тестовій зоні мембрани. Коли тестову смужку поміщають в зразок, білок, присутній в зразку, зв'язується з антитілом, міченим колоїдним золотом, і рухається вгору по капілярах тестової смужки (стрипу). Потім кон'югат зв'язується з антитілом, нанесеним на тестову лінію, у результаті лінія забарвлюється в рожевий/фіолетовий колір. Один комплект містить 100 тестів. Результат можна отримати вже за 10 хв. Наявність контрольної лінії протягом цього часу вказує на те, що тест достовірний. Відсутність контрольної лінії протягом 10 хвилин вказує на те, що тест недійсний і його необхідно провести повторно. Якщо зразок містить щонайменше 0,1% RR в сої/кукурудзі/ріпаку (одне RR зерно із 1000 зерен, вільних від RR), тестова лінія буде з'являтися, і, отже, зразки повинні розглядатися як позитивні.

Процедура проведення аналізу на ГМО:

- ✓ розмолоти зразок і помістити у відповідну за розміром ємність;
- ✓ додати дистильовану воду й енергійно змішати суміш в ємності до повного перемішування;
- ✓ відставити перемішану суміш до утворення надосадової рідини у верхній частині ємності;
- ✓ використовуючи піпетку, перенести 0,5 мл надосадової рідини в тестову пробірку;
- ✓ помістити смужку в тестову пробірку;
- ✓ через 10 хвилин зчитати результат. Якщо з'явилися дві лінії – позитивний результат, одна лінія – негативний.

Вміст комплекту

100 тестів

CP4EPSPS LFS смужки (стрипи)

50 стрипів в одній тубі (2 туби в наборі)

Пластикові піпетки (шт.)	100
Мікроцентрифужні пробірки	100
Пластиковий пакет	1

Додатково знадобляться: гомогенізатор-млин зерновий (SM-3C), мірний циліндр, скляна ємність, вода, ножиці, таймер.

Експрес-тести (LFD) доступні у двох різних форматах: для тестування насіння та листя або для тестування зерна.

Для зерна

Кат. №	Найменування	Опис продукту
AID 040	CP4EPSPS (RR) SYSTEM kit	Зерно сої або ріпаку (0,1%)
AID 042	CP4EPSPS (RR) SYSTEM kit	Зерно кукурудзи (0,1%)
AID 043	CP4EPSPS (RR) SYSTEM kit	Зерно бавовни (0,1%)
AID 044	Cry1Ac SYSTEM kit	Зерно бавовни (0,25%)
AID 045	Cry1Ab SYSTEM kit	Зерно кукурудзи (0,8%)
AID 046	Cry2A SYSTEM kit	Зерно бавовни (0,25%)
AID 047	Cry2A SYSTEM kit	Зерно кукурудзи (1%)
AID 048	Vip3A SYSTEM kit	Зерно кукурудзи (0,25%)
AID 050	Cry1F SYSTEM kit	Зерно кукурудзи (0,5%)
AID 058	eCry3A and Cry3Bb комбін. з LFS	Зерно кукурудзи (0,5%)
AID 060	Cry3Bb SYSTEM kit	Зерно кукурудзи (0,2%)

5.1. Методика виділення ДНК із рослинного матеріалу за допомогою СТАВ-методу*

Дезоксирибонуклеїнова кислота (ДНК) – один із двох типів природних нуклеїнових кислот, який забезпечує зберігання, передачу та реалізацію генетичної програми розвитку й функціонування живих організмів. Основна

роль ДНК у клітинах – довготривале зберігання інформації про структуру РНК і білків. У клітинах еукаріотів (наприклад, тварин, рослин або грибів) ДНК міститься в ядрі клітини у складі хромосом, а також у деяких клітинних органелах (мітохондріях і пластидах).

З хімічної точки зору, ДНК – це довга полімерна молекула, що складається з послідовних блоків – нуклеотидів. Кожний нуклеотид складається з азотистої основи, цукру (дезоксирибози) і фосфатної групи. У більшості випадків макромолекула ДНК складається з двох ланцюгів, орієнтованих азотистими основами один проти одного.

Відомо чотири види азотистих основ: аденін, гуанін, тимін і цитозин, які сполучені за принципом комплементарності: аденін з'єднується тільки з тиміном, гуанін – тільки з цитозином. Послідовність нуклеотидів дозволяє «кодувати» інформацію щодо різних типів РНК, найважливішими з яких є інформаційні, або матричні (мРНК), рибосомальні (рРНК) і транспортні (тРНК). Усі типи РНК синтезуються на матриці ДНК. Крім кодуючих послідовностей, ДНК містить послідовності, що виконують регуляторні і структурні функції.

Для отримання якісного результату за проведення їх полімеразно-ланцюгової реакції (ПЛР) необхідно в процесі виділення отримати максимально чисту, оптимальної концентрації ДНК. На сьогодні універсальним методом виділення ДНК є СТАВ-метод, заснований на здатності нуклеїнової кислоти утворювати стабільні та розчинні сполуки з цетилтриетиламоній бромідом (СТАВ) за високих концентрацій солей. Із зменшенням концентрацій солі NaCl нижче 0,4 М комплекс СТАВ/н. к. випадає в осад. Після руйнування клітин білки денатурують та екстрагують сумішшю хлороформу з ізоаміловим спиртом. СТАВ видаляють осадженням етанолом.

Призначення: отримання препарату ДНК.

* Цю методику та наступні підготували: Шаюк Л. В., к.б.н., Шовгун О. О., с.н.с., Король Л. В., с.н.с., Присяжнюк Л. М., с.н.с., Коровко І. І., н.с., Костенко А. В., н.с., Гончарова С. О., с.н.с., Український інститут експертизи сортів рослин, 2014.

Принцип методу. Метод охоплює стадію лізису та кілька стадій видалення контамінантів: полісахаридів, білків та жирів.

Концентрація солей на стадії екстракції є дуже важливою для видалення забруднювачів. За низької концентрації солі (<0,4М NaCl) за кімнатної температури комплекс СТАВ / ДНК випадає в осад, тоді як забруднюючі домішки не осаджуються й можуть бути вилучені. Збільшуючи концентрацію солі (>1,4М NaCl), видаляють денатуровані білки й полісахаридні комплекси, а нуклеїнові кислоти розчиняються. Хлороформ використовують для відокремлення нуклеїнової кислоти від комплексу полісахарид / білок і СТАВ. Хлороформ денатурує білки та полегшує розділення водної та органічної фаз. Зазвичай водна фаза є верхньою.

Завершальна стадія – очищення нуклеїнових кислот осадженням ізопропіловим та промивання етиловим спиртами.

Реактиви та обладнання

Гексадецилтриметиламоніум бромід СТАВ ($C_{19}H_{42}BrN$); натрію хлорид (NaCl); Тріс (гідроксиметил)-амінометан (Tris) ($C_4H_{11}NO_3$); натрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти (Na_2EDTA); хлороформ ($CHCl_3$); ізопропанол [$CH_3CH(OH)CH_3$]; спирт етиловий (C_2H_5OH); деіонізована вода; мікропробірки на 1,5 та 2 мл; дозатори змінного об'єму (10–20 мкл, 20–200 мкл і 100–1000 мкл); аналітичні ваги; мікроцентрифуга (не менше, ніж 12 000 g); термостат; вортекс; витяжна шафа; сушарка вакуумна; шпатель та плашка для зважування; холодильник з морозильною камерою на $-20^{\circ}C$; спектрофотометр; одноразові кювети.

Хід роботи

Розчини:

СТАВ-буфер для екстракції (рН=8):	на 100 мл
СТАВ – 20 г/л	2 г
NaCl – 1,4 моль/л	8,181 г
Tris – 0,1 моль/л	1,211 г
Na_2EDTA – 0,02 моль/л	0,744 г

СТАВ-буфер для преципітації (рН=8):	на 100 мл
СТАВ – 5 г/л	0,5 г
NaCl – 0,04 моль/л	0,234 г
<u>Натрій хлорид розчин, (NaCl)=1,2 моль/л</u>	
7,013 NaCl на 100 мл	
TE-буфер (рН = 8):	на 100 мл
Tris – 0,01 моль/л	0,121 г
Na ₂ EDTA – 0,001 моль/л	0,037 г

1. Підготовка зразків

Зерновий зразок попередньо подрібнюють за допомогою комерційних блендерів (наприклад, GM200). Подрібнення потрібно проводити на окремій території зі змінними чашками, щоб запобігти забрудненню інших приміщень та зразків.

2. Лізис

2.1. Помістити в штатив та підписати відповідну кількість пробірок об'ємом 2 мл.

2.2. Внести по 100–300 мг гомогенізованого зразка у відповідні пробірки.

2.3. Додати 1,5 мл підігрітого (+65°C) СТАВ-буфера для екстракції.

2.4. Вміст пробірок перемішати на вортексі й помістити в термостат для інкубації за температури +65°C протягом 30 хв.

2.5. Центрифугувати пробірки протягом 10 хв. при 12000 g.

2.6. Перенести 750 мкл верхньої фази в чисті пробірки об'ємом 1,5 мл.

3. Відмивання та преципітація

3.1. Внести по 750 мкл суміші хлороформ: ізоаміловий спирт (24:1) до пробірок (п. 2.6) та перемішати протягом 3 хв.

3.2. Центрифугувати пробірки протягом 15 хв. при 12000 g.

3.3. Перенести 350 мкл верхньої водної фази в чисті пробірки об'ємом 1,5 мл та додати 700 мкл СТАВ-буферу для преципітації. Перемішати на вортексі 10 с.

3.4. Інкубувати протягом 30–60 хв. за кімнатної температури.

3.5. Центрифугувати пробірки протягом 15 хв. при 12000 g.

3.6. Видалити надосадову рідину й додати 350 мкл NaCl (1,2 моль/л), ресуспендувати осад протягом 30 с перемішуванням на вортексі.

3.7. Додати суміш 350 мкл хлороформ: ізоаміловий спирт (24:1), перемішати вміст пробірок протягом 3 хв.

3.8. Центрифугувати пробірки 15 хв. при 12 000 g.

3.9. Перенести 250 мкл верхньої водної фази в чисту пробірку об'ємом 1,5 мл та додати 170 мкл охолодженого ізопропанолу, обережно перемішати й залишити на 2 хв. за кімнатної температури.

3.10. Центрифугувати пробірки протягом 15 хв. при 12000 g, за температури +4°C.

4. Відмивання

4.1. Надосадову рідину обережно видалити й додати 500 мкл 70 % розчину етанолу. Обережно перемішати вміст пробірок.

4.2. Центрифугувати пробірки протягом 10 хв. при 12000 g.

4.3. Видалити надосадову рідину й висушити осад ДНК протягом 10–15 хв. у вакуумному концентраторі за температури +60°C.

5. Розчинення

5.1. Внести у пробірки з висушеним осадом ДНК 50 мкл TE-буферу.

5.2. Інкубувати за температури 37°C протягом 35 хв.

5.3. Осадити краплі центрифугуванням на вортексі протягом 30 с при 5000 об/хв.

Виділену ДНК можна зберігати тиждень за температури 2–8°C і протягом року за температури –16°C.

5.2. Визначення кількості та якості виділеної ДНК

5.2.1. Визначення кількості та оцінювання якості ДНК за допомогою спектрофотометрії

Кількісний вміст нуклеїнової кислоти може визначатись безпосередньо у водному розчині в розведеному або нерозведеному вигляді вимірюванням величини поглинання А (оптична густина, OD) ультрафіолетових променів світла

в діапазоні довжини хвиль від 210 нм до 300 нм. Якщо дослідний зразок достатньо очищений (тобто без домішок, таких як білки, фенол чи агароза), спектрофотометричне визначення кількості ультрафіолетового світла, що поглинається азотистими основами, є точним і простим. Для цього методу ідеальним є буфер з низькою іонною концентрацією (наприклад, TE-буфер). Концентрація нуклеїнових кислот визначається за довжини хвилі 260 нм у порівнянні зі стандартним розчином. Оскільки білки поглинають за довжини хвилі 280 нм, відношення A_{260}/A_{280} використовується для визначення чистоти нуклеїнових кислот. Чиста ДНК повинна бути з величиною відношення приблизно 1,8, тоді як чиста РНК – 2,0. Поглинання за довжини хвилі 230 нм відображує забруднення зразка такими сполуками як вуглеводи, пептиди, феноли або ароматичні вуглеводні. Якщо зразки чисті, то відношення A_{260}/A_{230} складає приблизно 2,2. Важливо відзначити, що домішки РНК у розчині ДНК не можуть бути виявлені методом спектрофотометрії. Саме через це рекомендується використовувати ензиматичне видалення РНК на прикінцевих етапах виділення ДНК.

5.2.2. Оцінка якості та кількості виділеної ДНК методом електрофорезу в агарозному гелі з фарбуванням бромистим етидієм

Альтернативний метод електрофорезу ДНК в агарозному гелі з подальшим фарбуванням бромистим етидієм дозволяє визначити кількісний вміст ДНК та аналізувати її фізичний стан (ступінь деградації, наявність залишкової кількості РНК) у випадках доступності обмеженої кількості ДНК. У даному випадку кількість нуклеїнових кислот може бути встановлена методом порівняння з набором стандартних концентрацій за інтенсивністю флюоресценції, що випромінюється бромистим етидієм за опромінення УФ-світлом.

5.3. Методика використання мікросателітних маркерів (SSR) для ідентифікації сортів сої

Мікросателіти відомі як прості повтори нуклеотидних послідовностей (англ. *Simple Sequence Repeats, SSR*), або короткі тандемні повтори (англ. *Short Tandem Repeats, STR* – один із типів тандемних повторів, поліморфні ділянки ДНК геномів усіх або більшості організмів, що складаються з повторів 1–6 п. н. (пар нуклеотидів) завдовжки (від 1–2 до 4–10 п. н.), а повний розмір ділянки, зазвичай, складає до 150 п. н.) Мікросателітні послідовності мають кододомінантний тип успадкування та розташовані в районах некодууючої ДНК.

Варіабельність кількості повторів в одному мікросателітному локусі складає число, яке є унікальним для окремого індивідууму, що дозволяє використовувати їх як молекулярно-генетичні маркери. За дослідження локалізації мікросателітів і кількості їхніх повторів у сортів сої можна скласти унікальну генетичну формулу або ідентифікаційний запис кожного окремого сорту.

Призначення: вивчення внутрішньосортного та міжсортного поліморфізму, що дозволяє оцінити генетичне різноманіття, а також відтворити генетичний профіль для кожного сорту сої. Система ідентифікації та паспортизації представляє форму сорту, що відображує алельний стан добраних локусів.

Суть методу: ампліфікація мікросателітної послідовності ДНК, що досліджується методом end-point ПЛР з подальшим визначенням її молекулярної маси, методом розділення продуктів ампліфікації в агарозному гелі.

Реактиви та обладнання: ампліфікатор (термоциклер) (рис. 66); мікроцентрифуга з ротором для мікропробірок; мікроцентрифуга з ротором під плашки; вортекс; мікропіпетки змінного об'єму: 0,5–10 мкл, 10–100 мкл, 20–200 мкл, 100–1000 мкл; наконечники для мікропіпетки; пробірки на 1,5–2 мкл; стріповані пробірки або плашки; кришки для стріпованих пробірок або покривна плівка для плашок; система для горизонтального електрофорезу (рис. 67-68);

аналітичні ваги; шпатель; мікрохвильова піч; бутель на 500 мл з гвинтовою кришкою; система гель-документації; транслюмінатор; набір рекомбінантної Taq DNA Polymerase (Fermentas), dNTP Mix (Fermentas); прямий і зворотній праймери; деіонізована вода для молекулярної біології; агароза; етидіум бромід; 6×Loading buffer (Fermentas); маркери молекулярної ваги; дистильована вода; Tris; борна кислота; EDTA.



Рис. 66. Ампліфікатор Gentier 48E



Рис. 67. Камера для горизонтального електрофорезу Mini-Sub Cell GT

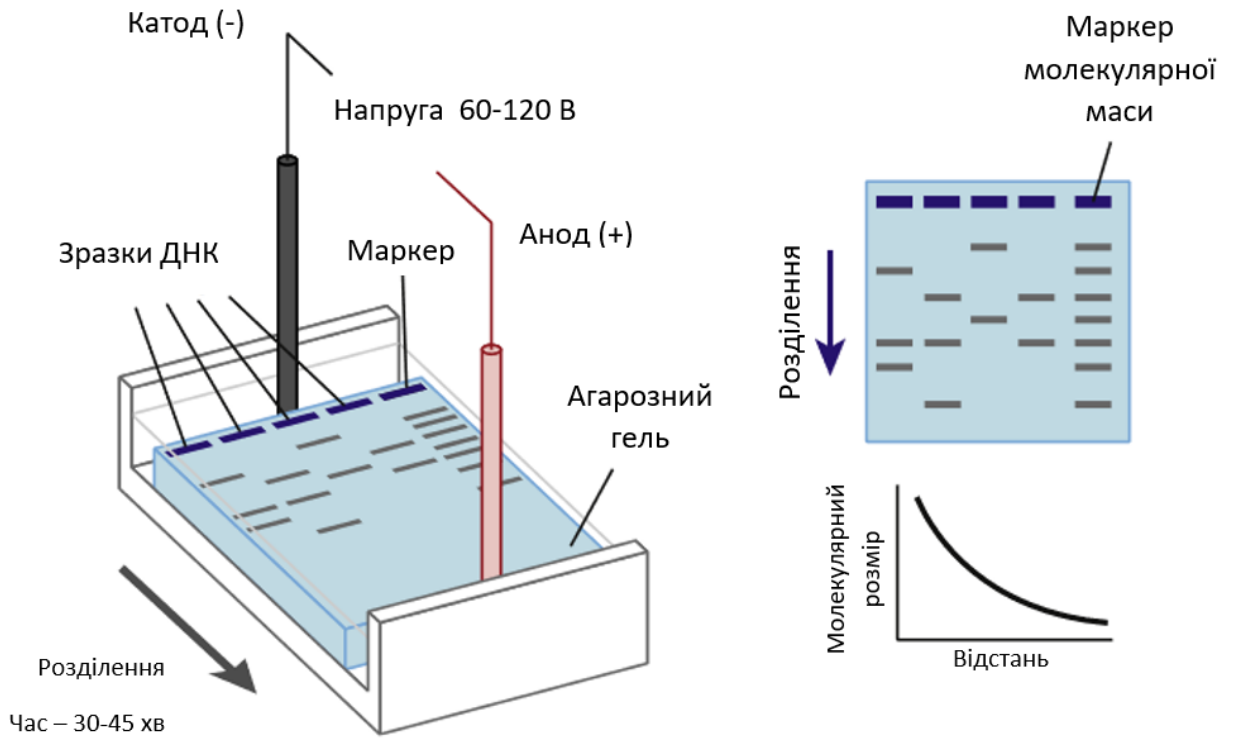


Рис. 68. Принцип виконання горизонтального електрофорезу нуклеїнових кислот

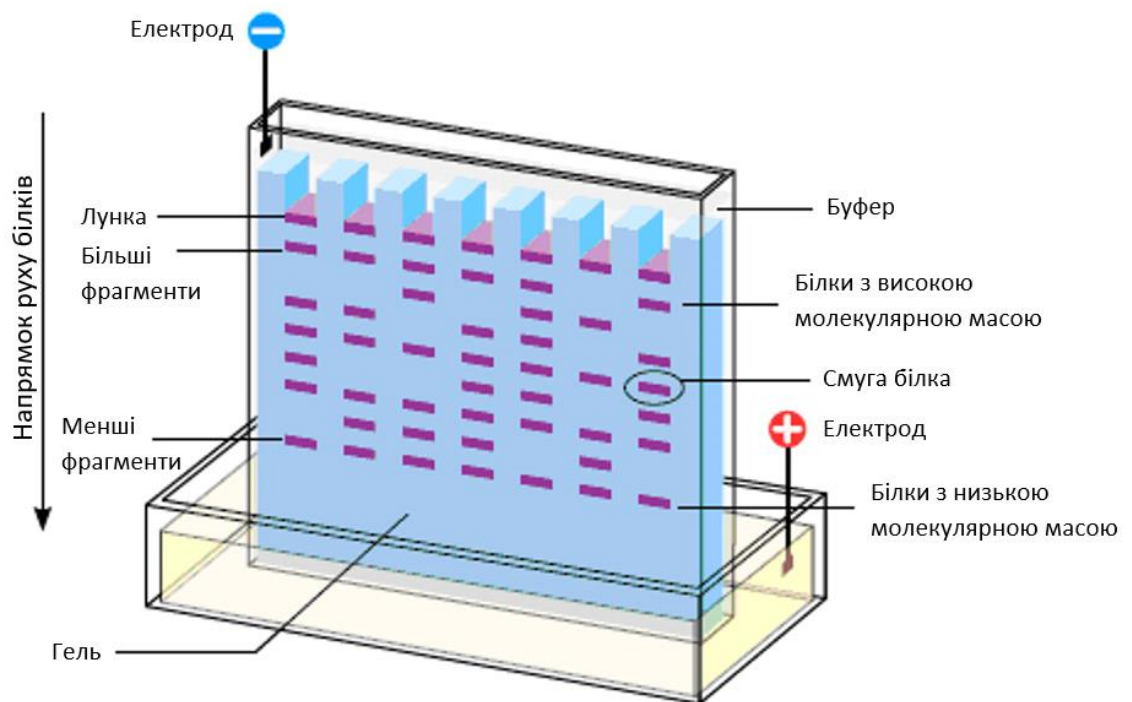


Рис. 69. Принцип виконання вертикального електрофорезу нуклеїнових кислот

Хід роботи

1. Добір праймерів

Добір найефективніших праймерів проводять здебільшого за літературними даними, але з урахуванням прийнятих вимог. До таких вимог належать:

- розмір праймера має бути 16–25 нуклеотидів;
- різниця між температурами прямого та зворотнього праймерів не повинна перевищувати 6°C;
- кількість G-C-пар має бути 50–60 %;
- для покращення якості гібридизації рекомендується добирати праймери так, щоб останні кілька нуклеотидів 3'-кінця праймера містили GC-основи;
- праймери мають бути не само- або не взаємно комплементарні.

Для ідентифікації та диференціації сортів сої рекомендовано використовувати наступні праймери (табл. 36).

Таблиця 36

**Характеристика SSR праймерів
для ідентифікації та диференціації сортів сої**

№ п/п	Назва праймеру	Нуклеотидна послідовність праймерів 5' 3'	Температура гібридизації, °C
1.	Satt726	gCgTTTTTAgTATggATAATgTTTT gCgAAgggACAAGAgTgAT	55
2.	Satt063	AAATgATTAAACAATgTTTATgAT ACTTgCATCAgTTAATAACA	50
3.	Satt114	gggTTATCCTCCCAATA ATATgggATgATAAaggTgAAA	55
4.	Satt 228	TCATAACgTAAgAgATggTAAAACST CATTATAAgAAAACgTgCTAAAgAg	60

2. Приготування реакційної суміші

Перед початком роботи потрібно зробити всі необхідні розрахунки, провести підготовку робочого місця (протерти спиртом стіл, дозатори, робочу поверхню УФ-боксу), підписати пробірки, стріпи або плашку.

Розрахунок кількості реагентів робочої суміші проводять множенням об'єму кожного реагента (окрім ДНК, кількість якої на кожну реакцію – 2 мкл), потрібного для проведення однієї реакції, на кількість реакцій. При цьому, коли кількість реакцій збільшується кратно восьми, то кількість кожного реагента необхідно збільшити ще на одну реакцію.

Приготування реакційної суміші починають лише після повного розморожування всіх реагентів, окрім Taq полімерази.

Отже, склад реакційної суміші для проведення однієї реакції має такий вигляд:

10 ^X ПЛР-буфер (без MgCl ₂)	2,5 мкл
розчин MgCl ₂ , 25 моль/дм ³	2,0 мкл
розчин dNTP, 10 моль/дм ³	0,5 мкл
суміш праймерів F+R, 10 мкмоль/дм ³	0,5 мкл
Taq ДНК-полімераза, 5 од/мкл	0,2 мкл
деіонізована вода	17,3 мкл
зразок ДНК	2,0 мкл
загальний об'єм	25,0 мкл

У пробірку об'ємом 1,5 або 2 мкл додають послідовно усі компоненти суміші. Taq полімераза слід додавати останньою, дістаючи її безпосередньо з морозильної камери й відразу після проведення маніпуляції повернути назад. Готову реакційну суміш перемішують на вортексі, центрифугують протягом 30 с при 7000 g.

Наносять по 23 мкл реакційної суміші до кожної ямки стрипованої пробірки чи плашки й додають туди ж, кожного разу піпетуючи, по 2 мкл ДНК. Стріпи щільно закривають кришками або ретельно заклеюють плашку плівкою, після цього центрифугують протягом 1 хв. при 3700 g.

3. Умови проведення ПЛР

Готові зразки поміщають в ампліфікатор і запускають програму проведення ПЛР. Загалом вона має однакові параметри для всіх SSR праймерів,

змінюється лише температура гібридизації праймерів (T_A), яка є індивідуальною для кожної пари праймерів.

Програма проведення ПЛР

Етапи	Температура, °C	Час, хв.	Процес	Кількість циклів
1	95	2:00	денатурація ДНК	1
2	95	0:35	денатурація ДНК	
3	T_A	0:35	гібридизація	38
4	72	0:50	елонгація	

Загальна спрощена формула розрахунку оптимальної температури гібридизації (T_A) праймера має такий вигляд:

$$T_A = T_m - 4^\circ\text{C};$$

$T_m = [(A+T) \cdot 2^\circ\text{C}] + [(G+C) \cdot 4^\circ\text{C}]$ (якщо сумарна довжина олігонуклеотида не перевищує 20-ти основ);

$T_m = 22 + 1,46 \cdot ([2 \cdot (G+C)] + (A+T))$ (якщо сумарна довжина олігонуклеотида складає 20–30 основ), де T_m – температура плавлення.

Проте розрахована таким чином температура не завжди дає задовільний результат, а тому часто потребує емпіричного доопрацювання.

4. Візуалізація SSR продуктів ампліфікації (електрофорез)

Візуалізація продуктів ПЛР здійснюється розділенням їх в агаровому гелі з концентрацією 3 %. Для забарвлення ампліконів використовують етидіум бромід, який не хімічно зв'язується з ДНК і має здатність світитися в ультрафіолетовому світлі.

Для приготування 230 мл 3 % агарозного гелю необхідно розплавити 6,9 г агарози в 0,5^xTBE буфері, який також є електродним буфером. Для приготування 0,5^xTBE буферу потрібно в мірний циліндр відлити 100 мл стокового розчину 5^xTBE буферу й довести його водою до 1 л. До складу 5^xTBE буферу входять такі компоненти:

Tris.....54,0 г

борна кислота.....27,5 г

EDTA.....3,722 г

дистильована вода.....до 1 л

Розплавити агарозу можна в мікрохвильовій печі, періодично ретельно її перемішуючи. До готового гелю додають 1 мкл етидіума броміду, обережно перемішують і заливають у попередньо приготовану форму з лункоутворювачами. Гель полімеризується протягом 40 хв.

По закінченні полімеризації гель переносять до електрофоретичної камери та видаляють лункоутворювачі.

До кожного зразка додають по 4 мкл 6×Loading buffer (буферу для нанесення), піпетують зразок, після чого в лунки агарозного гелю вносять по 9 мкл суміші продукту ампліфікації та буферу для нанесення. В першій та останній лунки вносять по 4 мкл маркера довжин фрагментів ДНК (як правило, на 20 чи 100 пар нуклеотидів).

Електрофорез проводять за напруженості електричного поля 5 V/см. Тривалість електрофорезу складає для даного об'єму гелю 1 год 20 хв. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують 6×Loading buffer, який було внесено до зразків. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку. Гель обережно виймають на транслюмінатор для візуалізації продуктів ампліфікації і фотографують за допомогою системи гель-документації.

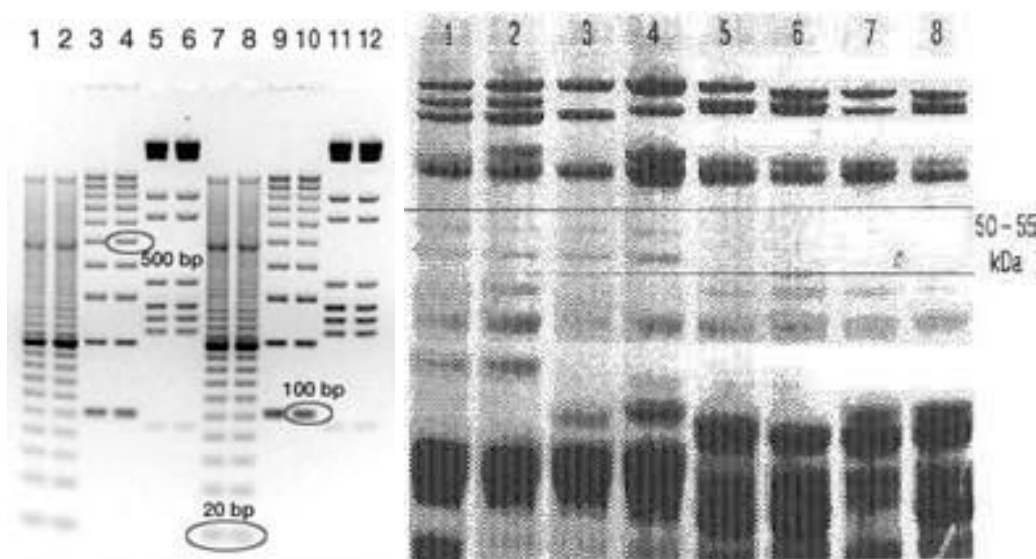


Рис. 70. Приклад вигляду електрофореграми

5. Опрацювання даних

Задokumentовані електрофореграми редагують за допомогою комп'ютерної програми графічного редактора для того, щоб отримати максимально чітке зображення. Розмір фрагментів ДНК визначають за допомогою комп'ютерної програми TotalLab v 2.01. Він визначається програмою відносно маркера довжин фрагментів ДНК.

Різноманітність алелів SSR локусів визначають за допомогою індексу поліморфності локусу PIC (Polymorphic Index Content) за формулою:

$$PIC_i = 1 - \sum_{j=1}^n p_{ij}^2$$

де: P_{ij} – частота j алеля для маркера i ,

n – загальна кількість алелів.

5.4. Методика якісного аналізу чужорідного генетичного матеріалу у сортах сої за допомогою методу ПЛР у реальному часі з використанням тест-системи «ГМО-соє» (35S/NOS скринінг)

Лабораторний метод ґрунтується на застосуванні ПЛР в режимі реального часу. Включає в себе одночасно детекцію та кількісне визначення специфічної послідовності ДНК у зразку.

Одиним із популярних методів ПЛР у реальному часі є метод із використанням флуоресцентної проби (5'-екзонуклеазний). Ця проба являє собою олігонуклеотид, до двох кінців якого приєднані відповідно: репортер флуоресценції – до 5'-кінця та його гасник – до 3'-кінця. Коли проба не зв'язана з матрицею, репортерна флуоресценція гаситься близько розташованою фарбою-гасником. Флуоресцентно мічена проба зв'язується з відповідною ділянкою матриці-мішені, яка міститься між двома праймерами за принципом комплементарності. Під час етапу подовження Таq-полімераза за рахунок 5'-екзонуклеазної активності руйнує пробу, розташовану на матриці, тим самим від'єднуючи від 5'-кінця проби флуоресцентний барвник. Відстань між фарбою-репортером та фарбою-гасником різко збільшується і рівень флуоресценції зростає. Відповідна оптична система приладу фіксує збільшення рівня

флюоресценції після кожного циклу ПЛР. Оптичний сигнал обчислюється за спеціальною програмою та відтворюється на дисплеї графічно. З огляду на те, що посилення флюоресценції відбувається лише за умови відпалювання обох праймерів та флюоресцентно міченої проби, ПЛР у режимі реального часу має вищу специфічність, ніж класична ПЛР. Відносна кількість гена-мішені дає можливість побудувати стандартні криві, використовуючи відомі кількості додаткових ендогенних генів.

Суть методу: проведення одночасної детекції трьох послідовностей ДНК з використанням реакційної суміші, що містить праймери та мічені флуоресцентними барвниками зонди.

Реактиви та обладнання: тест-система «ГМО-соє» (35S/NOS скринінг) (ДП «Укратестстандарт»); ампліфікатор типу iQ iCycler BIO-RAD (рис. 71); мікроцентрифуга з ротором для мікропробірок; центрифуга з ротором під плашки; вортекс; дозатори змінного об'єму: на 0,5–10 мкл, 10–100 мкл, 20–200 мкл, 100–1000 мкл; наконечники на дозатори; пробірки на 1,5–2 мкл; плашки або стриповані пробірки; покривна плівка для плашок або кришки для стрипованих пробірок; УФ-бокс; ламінарний бокс; штатив-робоче місце.



Рис. 71. Ампліфікатор Bio-Rad iCycler Thermal Cycler with iQ5 Multicolor Real-Time PCR Detection System

Хід роботи

До складу тест-системи входить такий набір реагентів:

Негативний контрольний зразок (НКЗ)	50 мкл	1
Позитивний контрольний зразок (ПКЗ)	50 мкл	1
ПЛР-РЧ суміш	1,8 мкл	1
Taq-полімераза	20 мкл	1

Реакційна суміш (ПЛР-РЧ) цієї тест-системи вже містить праймери до тестованих послідовностей, тобто до послідовності промотора вірусу мозаїки цвітної капусти (35S CaMV) і термінатора нопалинсинтази (NOS) з *Agrobacterium tumefaciens*, які входять до складу багатьох трансгенних конструкцій, а також гена лектину (Lec) сої як ендоспецифічного контролю проходження ПЛР реакції. Крім того, до її складу також включено специфічні до цих послідовностей зонди, мічені відповідно барвниками: FAM – до 35S-промотора; ROX – до NOS-термінатора; JOE – до Lec-гена.

1. Приготування робочої суміші

Для запобігання контамінації реактивів для ПЛР у реальному часі приготування робочої суміші та внесення ДНК має проводитись у різних приміщеннях або УФ-боксах.

1.1. Перед початком роботи потрібно зробити всі необхідні розрахунки та провести підготовку робочого місця (протерти спиртом стіл, дозатори, робочу поверхню УФ-боксу та ламінарного боксу).

1.2. Відібрати необхідну кількість ПЛР пробірок, включаючи негативний та позитивний контрольі, негативний контроль виділення ДНК (НКВ). Усі зразки, що досліджуються, дублюються. Їх необхідно промаркувати.

1.3. Розморозити пробірку з ПЛР-РЧ сумішшю та ретельно її перемішати на вортексі. Осадити краплі нетривалим центрифугуванням.

1.4. Приготувати робочу суміш за пропорціями (табл. 37):

Склад робочої суміші

Компоненти	Кількість зразків (мкл)	
	1	N
ПЛР-РЧ суміш	18,0	$(18 \times N + 1^*)$
Тақ-полімераза	0,2	$(0,2 \times N + 1^*)$
В кожену пробірку внести по 18 мкл реакційної суміші		
ДНК зразка	2 мкл	
Загальна кількість реакційної суміші 20 мкл		

* Якщо більше 10 зразків.

Для запобігання деградації реактивів усі розчини для ПЛР мають бути захищені від прямих сонячних променів і перебувати в розмороженому стані не більше 1 год.

1.5. Готову робочу суміш ретельно перемішати на вортексі, краплі осадити центрифугуванням. По 18 мкл готової робочої суміші додати окремим наконечником з аерозольним бар'єром в чисті пробірки.

1.6. Використовуючи наконечник з аерозольним фільтром, додати по 2 мкл ДНК зразка в пробірки з робочою сумішшю.

1.7. У пробірку негативного контрольного зразка внести 2 мкл розчину НКЗ (–), у пробірку позитивного контролю зразка внести 2 мкл ПКЗ (+).

2. Умови проведення ПЛР у реальному часі

2.1. Створити планшетний документ відповідно до інструкції для ампліфікатора, задаючи детекцію флуоресцентних барвників FAM (35S-промотор), ROX (NOS-термінатор), JOE* (Лес). У випадку користування ампліфікатором для оцінки фонові флуоресценції в якості пасивного барвника ROX, відключити цю функцію.

2.2. Розмістити підготовлені пробірки в планшет ампліфікатора відповідно до підготовленого планшетного документа. Задати програму ампліфікації, що наведена нижче (табл. 38):

Таблиця 38

Базовий протокол ампліфікації**

Етапи	Температура, °С	Час, хв.	Процес	Кількість циклів
1	94	3:00	денатурація ДНК	1
2	95	0:20	денатурація ДНК	45
3	60	0:40, зйомка	гібридизація та елонгація (детекція флуоресценції)	

*Замість каналу флуоресцентного барвника JOE можна використовувати канали HEX та VIC.

**Програма ампліфікації має бути оптимізована під конкретний ампліфікатор.

3. Опрацювання та оформлення результатів вимірювань

3.1. За допомогою програмного забезпечення оцінюють криві ампліфікації негативних і позитивних контрольних зразків, отриманих для барвників FAM, JOE, ROX.

3.2. Криві ампліфікації НКЗ та НКВ, отримані для згаданих барвників, не повинні перевищувати базову лінію, а значення порогового циклу C_t мають бути відсутніми.

3.3. Криві ампліфікації ПКВ, отримані для всіх згаданих барвників, мають бути сигмовидної форми, повинні бути присутні значення порогового циклу C_t . В іншому випадку необхідно повторити процес, починаючи з виділення ДНК.

3.4. За допомогою програмного забезпечення оцінити криві ампліфікації і значення порогового циклу C_t зразків.

Інтерпретація отриманих результатів проводиться за даними табл. 39.

Таблиця 39

Інтерпретація отриманих результатів

Наявність кривої та значення C_t			Висновок
JOE	FAM	ROX	
1	2	3	4
–	–	–	Зразок не містить ДНК сої, промотора 35S та термінатора NOS
+	–	–	Зразок містить ДНК сої, не містить промотора 35S та термінатора NOS

1	2	3	4
+	+	-	Зразок містить ДНК сої та промотор 35S, не містить термінатора NOS
+	-	+	Зразок містить ДНК сої та термінатор NOS, не містить промотора 35S
+	+	+	Зразок містить ДНК сої, промотор 35S та термінатор NOS
-	+	+	Зразок не містить ДНК сої, але містить промотор 35S та термінатор NOS

3.5. У зразку виявлено ДНК сої, якщо для нього визначено значення порогового циклу $Ct \leq 40$. За отримання значення $Ct > 40$, необхідно повторити процес для даного зразка, починаючи з етапу виділення ДНК. За повторного отримання подібних значень зразок вважається таким, що не підлягає аналізу через низький відсоток умісту ДНК сої.

3.6. У зразку виявлено промотор 35S, якщо по каналу FAM для нього визначено значення порогового рівня Ct .

3.7. У зразку виявлено термінатор NOS, якщо по каналу ROX для нього визначено значення порогового рівня Ct .

5.5. Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для вивчення молекулярно-генетичного поліморфізму сортів рослин за допомогою ISSR і SSR маркерів та візуалізації продуктів ампліфікації.

Сфера застосування

Ця методика встановлює процедуру проведення полімеразної ланцюгової реакції для вивчення поліморфізму сортів рослин за допомогою молекулярно-генетичних маркерів. Методика може бути використана для аналізу геному сортів усіх видів рослин.

Підготовка та проведення аналізу

1. Зразок тестованої ДНК – 1 мкл розчину (вихідна концентрація 1 мкг/мл) переносять у мікроцентрифужну пробірку об'ємом 0,2 або 0,5 мл.

2. В мікроцентрифужну пробірку з аліквотою тестованого зразка додають 24 мкл реакційної суміші наступного складу в розрахунку на 1 зразок:

10×буфер	2,5 мкл
10мМ дНТФ	0,5–1,6 мкл
Праймери 10 мкМ/дм ³	0,5–1 мкл
25 μМ MgCl ₂	1,5–2,5 мкл
Тақ-полімераза	0,4 мкл
Деіонізована вода	до 25 мкл

3. Пробірку із аліквотою ДНК тестованого зразка та реакційною сумішшю центрифугують при 13000 g, щоб осадити краплини на стінці пробірки.

4. На отриманий розчин нашаровують 15 мкл мінеральної олії, щоб запобігти випаровуванню протягом проведення полімеразної ланцюгової реакції.

5. Пробірки переносять у термоциклер.

6. Після проведення реакції проводять електрофоретичне розділення продуктів ампліфікації у 2 %-ому агарозному гелі.

7. Для приготування 60 (170) мл агарозного гелю (відповідно до об'єму столика для заливки гелів) концентрацією 2 % зважують 1,2 (3,4) г агарози, переміщують її в мірну ємність та доливають TBE буфер до мітки 60 мл (170 мл) відповідно.

8. Гель розтоплюють до консистенції рідини, додають 7 (15) мкл етидію бромистого, ретельно перемішують, заливають в електрофоретичний столик та вставляють гребінки для формування слотів для нанесення продуктів ампліфікації.

9. Після того як гель заполімеризувався, його переміщують в камеру для горизонтального електрофорезу, заповнену TBE буфером (350 мл для малої камери і 800 мл – для великої) та виймають гребінки.

10. У перший з отриманих слотів додають 7–8 мкл маркеру 100 п. н. (100 b. p. DNA Ladder), у наступні слоти наносять зразки, отримані в результаті ампліфікації (п. 5–6). При чому 15 мкл зразка змішують з 5–8 мкл 6×Loading Dye.

11. Після нанесення всіх зразків під'єднати електричний струм та провести електрофорез.

12. Візуалізацію продуктів ампліфікації проводять в ультрафіолеті на транслюмінаторі після їх електрофоретичного розділення.

5.6. Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для визначення генетичних модифікацій у геномах сортів рослин.

Сфера застосування

Ця методика встановлює процедуру детектування генетичних модифікацій у рослинах методом полімеразної ланцюгової реакції (ПЛР). Метод базується на багаторазовій ампліфікації певної ділянки ДНК, франкованій відповідними праймерами, та може бути використаний для аналізу наявності ГМ компоненту в сортах рослин.

Підготовка та проведення аналізу

1. Тестовану ДНК зразка (1 мкл розчину – вихідна концентрація 1 мкг/мл) переносять в мікроцентрифужну пробірку об'ємом 0,2 або 0,5 мл.

2. Потім додають 19 мкл реакційної суміші наступного складу в розрахунку на 1 зразок:

10×буфер	2 мкл
10 мМ дНТФ	0,6–0,8 мкл
Праймери 10 мкМ/дм ³	0,5–1 мкл
25 μ МMgCl ₂	1,2–1,6 мкл
Тақ-полімераза	0,4 мкл
Деіонізована вода	до 20 мкл

3. Послідовності праймерів до тестованих структурних елементів трансгенних конструкції (35S промотор, NOS трамінатор) наведені в табл. 40.

Таблиця 40

Характеристика праймерів для ідентифікації 35S промотора та NOS-термінатора

Тестовані послідовності	Прай-мери	Нуклеотидна послідовність 5' 3'	Кількість нуклеотидів, п. н.	Температура гібридизації, °С
1	2	3	4	5
35S промотор	35S-1	gcTccTAcAAATgccATcA	19	55
	35S-2	gATAgTgggATTgTgcgTcA	20	

1	2	3	4	5
NOS термінатор	NOS-1	gAATccTgTTgccggTcTTg	20	58
	NOS-2	TTATccTAgTTTgcgcgcTA	20	

4. Пробірку з аліквотою ДНК тестованого зразка та реакційною сумішшю центрифугують при 13000 g, щоб осадити краплини на стінці пробірки.

5. Пробірки переносять у термоциклер.

6. Після проведення реакції проводять електрофоретичне розділення продуктів ампліфікації у 2 % агарозному гелі.

7. Для приготування 60 (170) мл агарозного гелю (відповідно до об'єму столика для заливки гелів) концентрацією 2 % зважують 1,2 (3,4) г агарози, переміщують її в мірну ємність та доливають TBE буфер до мітки 60 мл (170 мл) відповідно.

8. Гель розтоплюють до консистенції рідини, додають 1 (2) мкл етидію бромистого, ретельно перемішують, заливають в електрофоретичний столик та вставляють гребінки для формування лунок для нанесення продуктів ампліфікації.

9. Після того як гель заполімеризувався, його переміщують в камеру для горизонтального електрофорезу, заповнену TBE буфером (350 мл для малої камери і 800 мл – для великої) та виймають гребінки.

10. У першій з отриманих слотів додають 7–8 мкл маркеру 100 п. н. (100 б. р. DNA Ladder), у наступні лунки наносять зразки, отримані в результаті ампліфікації (п. 5–6). При чому 15 мкл зразка змішують з 5–8 мкл 6×Loading Dye.

11. Візуалізацію продуктів ампліфікації проводять в ультрафіолеті на транслюмінаторі після їх електрофоретичного розділення.

Питання для самоконтролю

1. Що таке молекулярно-генетичний аналіз?
2. Опишіть методику виділення ДНК із рослинного матеріалу за допомогою СТАВ-методу?
3. Які особливості визначення кількості та якості виділеної ДНК?

4. Охарактеризуйте процес визначення кількості та оцінювання якості ДНК за допомогою спектрофотометрії?
5. Яким чином проводять оцінку якості та кількості виділеної ДНК методом електрофорезу в агарозному гелі з фарбуванням бромистим етидієм?
6. Опишіть методику використання мікросателітних маркерів (SSR) для ідентифікації сортів сої?
7. З якою метою проводять якісний аналіз чужорідного генетичного матеріалу у сортах сої за допомогою методу ПЛР у реальному часі з використанням тест-системи «ГМО-соє» (35S/NOS скринінг)?
8. В чому полягають особливості проведення полімеразної ланцюгової реакції для вивчення молекулярно-генетичного поліморфізму сортів рослин за допомогою ISSR і SSR маркерів та візуалізації продуктів ампліфікації?
9. В якій сфері доречно використовувати молекулярно-генетичний аналіз?
10. Чим корисна для зернопереробної галузі методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для визначення генетичних модифікацій у геномах сортів рослин?

Розділ 6. ВИЗНАЧЕННЯ МІКОТОКСИНІВ В ЗЕРНІ

Мікотоксини – це вторинні метаболіти цвілевих грибів, які з кожним роком стають все більшою проблемою, адже є незмінними забруднювачами продуктів харчування і мають токсичні властивості. Найбільш сприятливими умовами для розвитку цвілевих грибів є тепло і волога, тому вкрай важливо дотримуватись оптимальних умов при зберіганні продукції. Продукти, заражені мікотоксинами, негативно впливають на організм і можуть бути причиною важких захворювань, які називаються мікотоксикозами. Основними об'єктами зараження найбільш розповсюдженими групами мікотоксинів є зернові культури, горіхи, кукурудза, спеції, фрукти, боби, овочі, насіння соняшнику, какао, а також корми для тварин.

Афлатоксини: горіхи, крупи, спеції, корми для тварин тощо.

Дезоксиваленол: крупи.

Фумонізими: крупи, кукурудза.

Охратоксин А: крупи, виноград, родзинки, кава, вино, солодке вино, спеції, корм.

Патулін: яблучний сік, яблучний соус, яблучне пюре, фрукти.

Зеараленол: крупи, кукурудза.

Мікотоксини з'являються в харчовому ланцюжку в результаті зараження цвіллю зернових культур як до, так і після збирання врожаю. Більшість зернових, такі як кукурудза, сорго, просо, пшениця, рис, уражається грибами, які продукують мікотоксини. Основними причинами зараження зерна мікотоксинами після збирання врожаю є його механічні пошкодження, псування комахами, що полегшує зараження грибами-продуцентами. Час збирання врожаю, метод сушіння, способи і умови зберігання, умови обробки відіграють свою роль в контамінації, особливо при порушенні цих технологічних процесів. Температура, вологість і пошкодження зерна є основними факторами зростання і розвитку грибів-продуцентів мікотоксинів.

Мікотоксини – це вторинні метаболіти мікроскопічних плісневих грибів таких, як: *Aspergillus*, *Fusarium*, *Penicillium* та ін., які являються особливо

небезпечними токсичними речовинами, що забруднюють зерно, корми та харчові продукти. В наш час їх описано більше 500 різновидів. Продукуються мікотоксини біля 350 видами грибків та плісень, які мають до 10 000 штамів (рис. 72).

Наявні аналітичні та кількісні методи аналізу дають змогу виявити тільки десяту частину з усіх відомих мікотоксинів. Кращі європейські лабораторії визначають не більше 15 з них. У нашій країні найбільш часто зустрічаються наступні мікотоксини: афлатоксини, охратоксини, фумонізени, зеараленон, патулін, ДОН і Т-2 токсин.

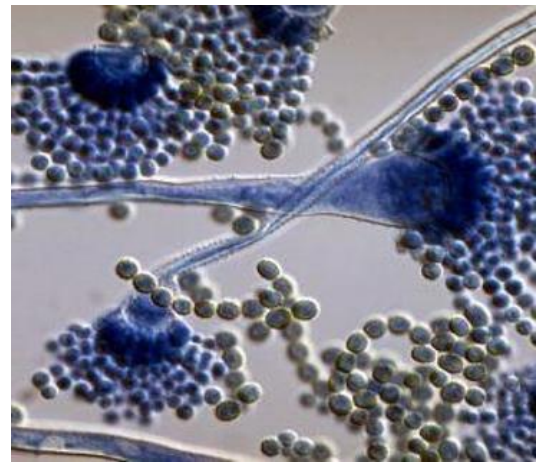
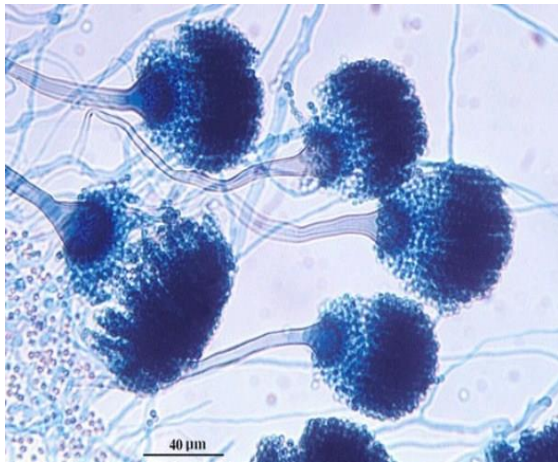


Рис. 72. Мікотоксини під мікроскопом

Велика кількість міжнародних організацій, установ та агентств намагаються досягти універсальної стандартизації нормативних обмежень для мікотоксинів. Це є неймовірно складним завданням, оскільки потрібно враховувати багато чинників при прийнятті нормативних документів. Важливу

роль у процесі ухвалення рішення відіграють: оцінка ризиків, аналітична точність, економічні аспекти та комерційні інтереси кожної країни при постачанні на ринок зерна, продуктів харчування чи кормів із нього. Сучасне законодавство України та Європейського Союзу піднімає рівень вимог щодо якості й безпечності зерна, кормів і кормової сировини. Одне із чільних місць у комплексі контролю санітарної безпеки кормів і діагностики отруень тварин займає фізико-хімічний аналіз, у тому числі методи визначення мікотоксинів у кормах.

Практично всі методи з визначення мікотоксинів включають чотири основні етапи: відбір зразка для дослідження; стадія виділення; стадія ідентифікації й кількісного визначення; аналіз отриманих результатів. Відбір матеріалу для досліджень повинен проводитися у відповідності до загальновизнаних правил, ДСТів та інших нормативних документів. Відбір проб відіграє вирішальну роль в точності визначення рівнів мікотоксинів, які дуже нерівномірно розподілені в зерні, продуктах харчування і кормах. Недбалий чи неточний відбір проб може призвести до отримання невірних результатів і неправильних взаєморозрахунків.

Європейські стандартизовані методи визначення мікотоксинів в різних матрицях (зерно і зернопродукти):

1. EN 13585:2009. Визначення вмісту фумонізинів В1 та В2 у кукурудзі методом ВЕРХ з очищенням твердофазною екстракцією.

2. EN 14352:2004. Визначення вмісту фумонізинів В1 та В2 в харчових продуктах на основі кукурудзи – метод ВЕРХ з очисткою на імуноафінній колонці.

3. EN 15891:2010. Визначення дезоксиніваленолу в продовольчому зерні, продуктах його переробки та продуктах на зерновій основі для харчування грудних дітей і дітей раннього віку.

4. EN 15851: 2010 Визначення афлатоксину В1 в продуктах харчування на зерновій основі для немовлят та дітей молодшого віку - методом ВЕРХ із очисткою на імуноафінній колонці.

5. EN 14352: 2004 Визначення фумонізинів В1 і В2 в харчових продуктах на основі кукурудзи- метод ВЕРХ із очисткою на імуноафінній колонці.

6. EN 15835: 2010 Визначення охратоксину А в продуктах харчування на зерновій основі для немовлят та дітей молодшого віку - методом ВЕРХ із очисткою на імуноафінній колонці.

7. EN 14132: 2009 Визначення охратоксину А в ячмені та обжареній кафі – методом ВЕРХ із очисткою на імуноафінній колонці.

8. EN 15850: 2010 Визначення зеараленону у дитячому харчуванні на основі кукурудзи, ячмінна мука, кукурудзяна мука, полента, пшенична мука та продуктах на зерновій основі для немовлят і дітей молодшого віку - Метод ВЕРХ із імуноафінною очисткою.

Українські стандартизовані методи визначення мікотоксинів в різних матрицях (продовольчі продукти):

1. ДСТУ EN 12955-2001 Визначення афлатоксину В1 та суми афлатоксинів В1, В2, G1 та G2 у зернових культурах, фруктах із твердою шкіркою та похідних від них продуктах. Метод високоефективної рідинної хроматографії за допомогою постколоночної дериватизації.

2. ДСТУ EN ISO 15141-1-2001 Визначення охратоксину А в зерні та продуктах із зернових культур. Частина 1. Метод високоефективної рідинної хроматографії з очищенням силікагелем.

3. ДСТУ EN ISO 15141-2-2001 Визначення охратоксину А у зерні та продуктах із зернових культур. Частина 2. Метод високоефективної рідинної хроматографії з очищенням бікарбонатом.

4. ДСТУ EN 13585:2009 Визначення вмісту фумонізинів В1 та В2 у кукурудзі методом ВЕРХ з очищенням твердофазною екстракцією (EN 13585:2001, IDT).

Питання виявлення мікотоксинів розглядається вже досить давно, а отже існують і багато методів їх визначення. Одні використовують для скринінгового аналізу (тонкошарова хроматографія-ТШХ, імуноферментний аналіз – ІФА), інші для підтвердження (високоефективна рідинна хроматографія з

флуоресцентним детектуванням - ВЕРХ, рідинна маспектрометрія-LS-MS) (рис. 73). Відповідно до цілей використання данні методи мають свої недоліки, переваги та межі визначення, які необхідно враховувати при виборі методу аналізу мікотоксинів.



Рис. 73. Апаратура для визначення мікотоксинів

Аналітична ТШХ є скринінговим, якісним методом аналізу речовин. Необхідно пам'ятати, що інтенсивність кольору плям є досить приблизною кількісною характеристикою. Така оцінка можлива при використанні універсальних проявників, тоді детектування проводиться візуально або за допомогою денситометра. Точність аналізу залежить від чистоти реактивів, кваліфікації фахівця, оскільки важливе візуальне сприйняття. Методика ТШХ не достатньо прецизійна, низькопродуктивна та потребує використання великої кількості органічних розчинників. ТШХ витісняють більш точні кількісні методи такі, як: ІФА, ВЕРХ, ГРХ та ВЕРХ-мас-спектрометрія.

6.1. Імуноферментний метод

Імуноферментний метод (ІФА) є досить чутливим при досить низьких концентраціях оскільки ґрунтується на взаємодії антигену мікотоксину з антитілом. Оцінка реакції проводиться автоматично на спеціальній апаратурі, що дозволяє стандартизувати ці методи. Це скринінговий метод, що дозволяє за короткий термін провести дослідження великої кількості зразків (рис. 74).

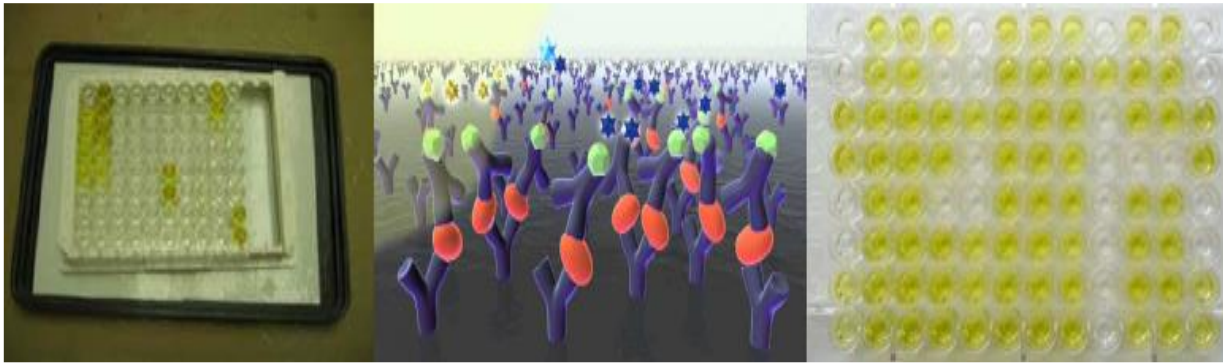
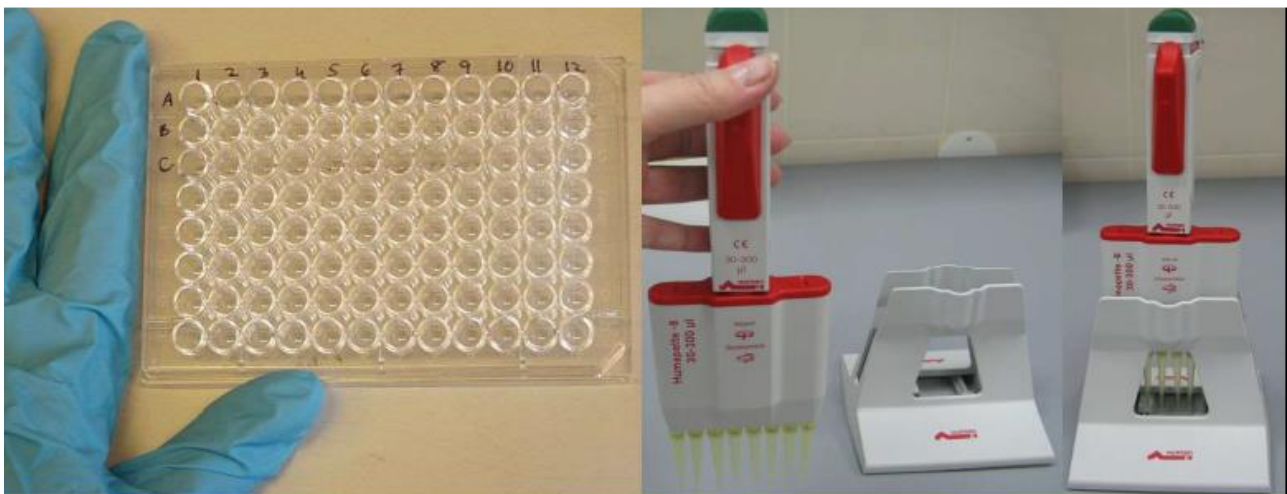


Рис. 74. Особливості імуноферментного методу

Є досить специфічним, високочутливим методом, з високим відсотком відтворюваності, про що свідчать міжлабораторні порівняльні дослідження та збіжність результатів в порівнянні з іншими високоточними методами. Методика виконується у три етапи: екстракція мікотоксинів із зразка водним розчином метанолу; проведення багатоступеневої реакції у мікротитрувальних полістеролових планшетах; вимірювання кольорової реакції на планшетному рідері, довжина хвилі поглинання - 450 нм.

Для проведення ІФА аналізу випускаються тест-набори що містять усі необхідні для ІФА/ELISA аналізу компоненти, включаючи готові стандартні розчини мікотоксинів, розчини специфічних антитіл, кон'югату, субстрату, хромогену та мікротитрувальні полістеролові планшети із сорбованими на них антитілами “захоплення” (рис. 75).



А

Б

Рис. 75. Проведення імуноферментного дослідження зразків (А - полістироловий планшет на 96 лунок, Б - восьмиканальний дозатор)

На рис. 76 схематично показана лунка полістиролового планшету, в якій послідовно виконуються всі стадії імуноферментного аналізу. В лунки планшету дозуються стандартні та досліджувані розчини, препарат, що містить антитіла до афлатоксину М1 та препарат, який містить кон'югат афлатоксину М1 із ферментом. Під час інкубації відбувається імуносорбція антитіл до антигену, який визначається “антитілами захоплення”. На поверхні лунок планшету утворюється структура типу “сендвіч”.

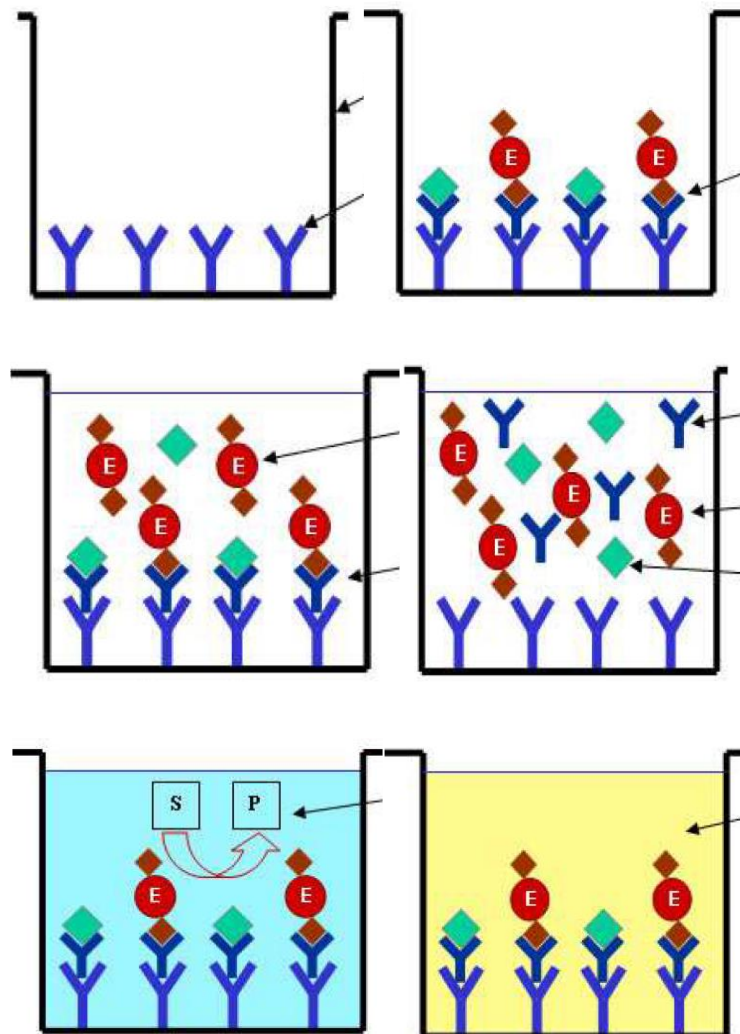


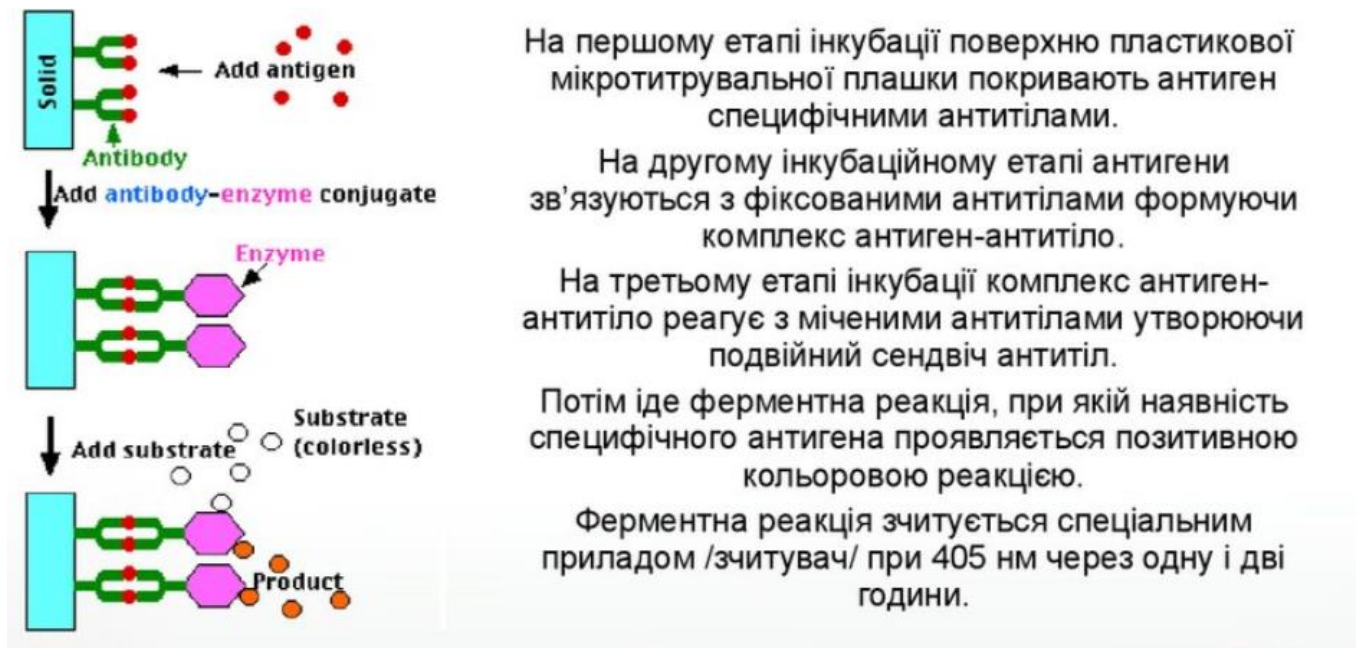
Рис. 76. Перебіг імуноферментного аналізу

Після промивання із лунок планшету видаляються вільні молекули кон'югату. Після промивання планшету в його лунки дозується розчин, що містить субстрат і хромоген. В процесі інкубації, при хімічній взаємодії безбарвного субстрату з хромогеном, в якому ферментний фрагмент молекули кон'югату зв'язаний на поверхні лунок, виступає в якості каталізатора,

перетворює субстрат в забарвлений продукт реакції. Після інкубації, в лунки додається стоп-реагент, при цьому голубий колір розчину міняється на жовтий.

Інтенсивність забарвлення в лунках ІФА-планшету зворотно пропорційна концентрації мікотоксину, іншими словами - чим насиченіший колір розчинів, тим менша концентрація мікотоксину. Обробка результатів вимірювань може виконуватися вручну, або за допомогою спеціалізованого програмного забезпечення. Час проведення аналізу від 1-єї до 3-ьох годин.

Схема проведення імуноферментного аналізу має наступні етапи:



6.2. Визначення мікотоксинів методом ВЕРХ

Етапи пробопідготовки для визначення мікотоксинів методом ВЕРХ: подрібнення; зважування; екстракція; фільтрація; пропускання через імуноафінну колонку; відмивання; елюювання токсину; аналіз на рідинному хроматографі. Сучасні можливості дозволяють використовувати імуноафінну хроматографію для очистки зразків, що ґрунтується на утворенні комплексу

антиген-антитіло та концентрувати аналіт. Процесінг зображена на рис.77.

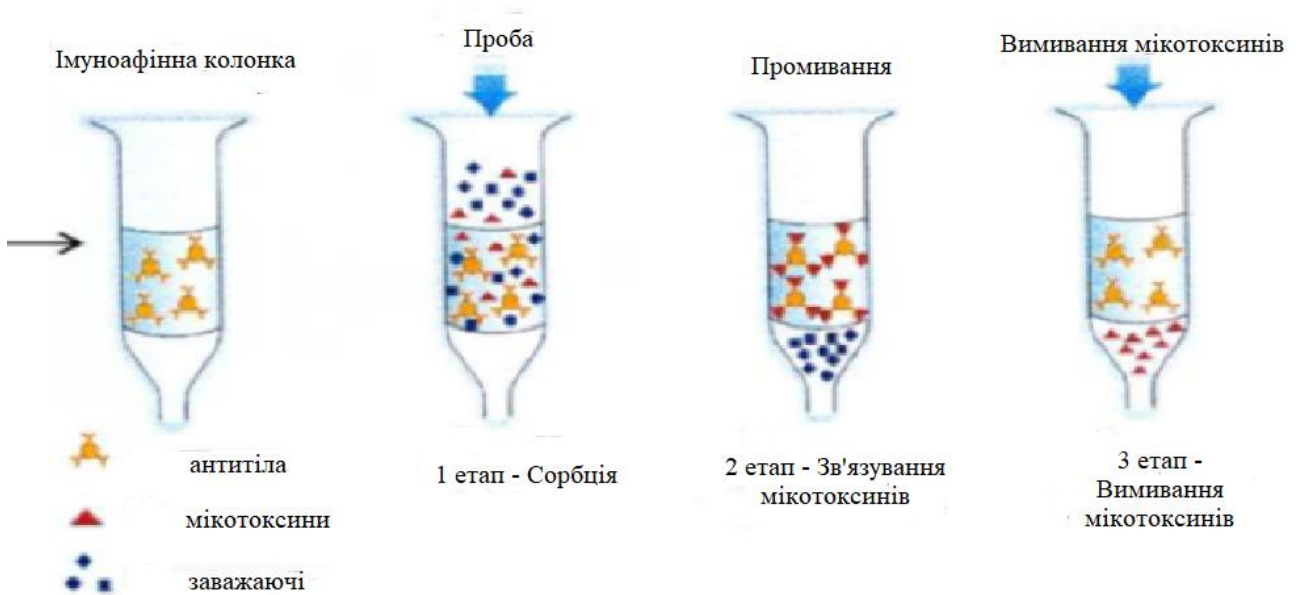


Рис. 77. Схематичне зображення імуноафінної колонки та стадії очищення і концентрування аналізу

Це підвищує відсоток вилучення аналіту з проби, що дозволяє більш точно детектувати мікотоксини.

6.3. Твердофазна екстракція

Твердофазна екстракція (ТФЕ) - метод пробопідготовки, що полягає в концентруванні та відділенні від матриці аналіту із використанням твердофазних сорбентів, з послідуочим елююванням (екстракцією) певними розчинниками (рис. 78). ТФЕ дозволяє скоротити час пробопідготовки, зменшит витрати розчинників і підняти точність і правильність аналізу.

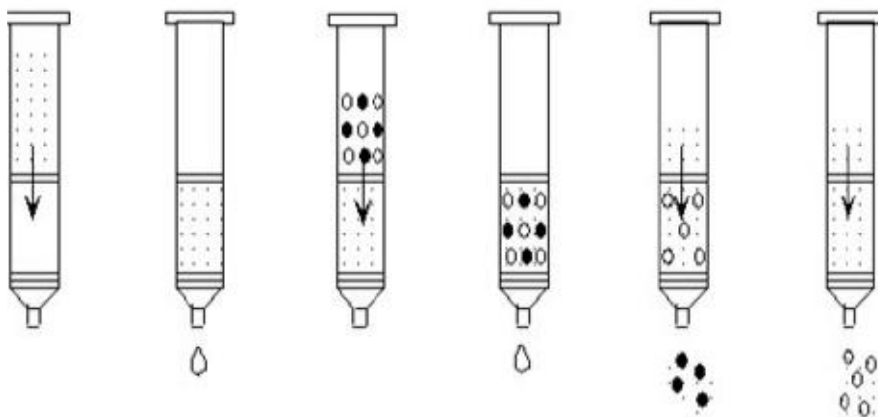


Рис. 78. Особливості проведення твердофазної екстракції

Основними цілями методу, являються: очистка проби від небажаних домішок; концентрування компонентів проби для полегшення подальших досліджень; перевід компонентів проби на іншу матрицю.

6.4. Методика визначення НТ-2 токсину в зерні методом високоефективної рідинної хроматографії з флюорометричним детектуванням (ВЕРХ/ФЛД)

Високоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ) – метод, що володіє такими перевагами, як висока селективність, відтворюваність і низькі межі виявлення. Більшість існуючих нормативно-технічних документів з визначення вмісту мікотоксинів засновані саме на цьому методі.

Визначення мікотоксинів у зернових культурах із використанням рідинної хроматографії регламентується нормативними документами (короткий перелік):

ГОСТ 31691- Зерно і продукти його переробки, комбікорми. Визначення вмісту зеараленона методом високоефективної рідинної хроматографії.

EN 15891:2010 Продукти харчові. Визначення дезоксиниваленола в продовольчому зерні, продуктах його переробки і продуктах на зерновій основі для харчування грудних дітей і дітей раннього віку. Метод ВЕРХ із застосуванням імуноафінної колонної очистки екстракту і спектрофотометричного детектування.

ДСТУ EN 13585:2009 Харчові продукти. Визначення вмісту фумонізинів В1 та В2 у кукурудзі методом ВЕРХ з очищенням твердофазною екстракцією.

ДСТУ EN ISO 15141-1-2001 Продукти харчові. Визначення охратоксину А в зерні та продуктах із зернових культур. Частина 1. Метод високоефективної рідинної хроматографії з очищенням силікагелем.

ДСТУ EN 12955-2001 Продукти харчові. Визначення афлатоксину В1 та суми афлатоксинів В1, В2, G1 та G2 у зернових культурах, фруктах із твердою шкіркою та похідних від них продуктах. Метод високоефективної рідинної

хроматографії за допомогою постколонкової дериватизації (EN 12955:1999, IDT).

ДСТУ 4987:2008 Зерно, зернобобові та продукти їх перероблення. Визначення вмісту Т-2 токсину методом рідинної хроматомас-спектрометрії.

ДСТУ 4988:2008 Зерно, зернобобові та продукти їх перероблення. Визначення вмісту зеараленону методом рідинної хроматомас-спектрометрії.

ДСТУ 4991:2008 Зерно, зернобобові та продукти їх перероблення. Визначення вмісту охратоксину А методом рідинної хроматомас-спектрометрії.

Кожен із методів визначення мікотоксинів забезпечує нам досягнення фінального результату, але різними шляхами. Залежно від поставлених задач при аналізі мікотоксинів, від умов його проведення, людського ресурсу, який буде залучений, та результату, якого ми очікуємо по закінченню, – обирається найоптимальніший для конкретного випадку метод.

Реактиви. У роботі використовується сертифікований стандарт НТ-2 токсину фірми Rbiorpharm концентрацією 100 мкг/мл. Робочі стандартні розчини готуються шляхом розведення в ацетонітрилі (99,9 %, HPLC, Lab Scan) до концентрацій 5, 1 і 0,25 мкг/мл. Для дериватизації НТ-2 токсину в стандартних та дослідних зразках використовують 1-антоїлнітрил (Wako Chemicals) та 4-диметиламінопіридин (Sigma-Aldrich), розчини яких готують у толуолі (99,8 %, HPLC, Lab Scan) у концентраціях 0,325 і 0,3 мг/мл відповідно.

Підготовка зразків стандартних розчинів НТ-2 токсину. Для дослідження відбирають відповідну аліквоту стандартного розчину і висушують її. До сухого залишку додають дериватизуючі реагенти — 1-антоїлнітрил та 4-диметиламінопіридин. Дериватизовану суміш інкубують 15 хв за температури 50 °С, а потім охолоджують впродовж 15 хв на льодяній бані. Охолоджений дериватизат висушують на роторному випарювачі при температурі 30 °С, а сухий залишок перерозчиняють у мобільній фазі.

Підготовка зразків зерна. До 5 г подрібненого зразка зерна додають 10 мл 80 % розчину метилового спирту. Суміш енергійно струшують впродовж 10 хв. Одержані екстракти центрифугують протягом 5 хв за величини фактора

розділення 3000 g та температури 4 °С. Аліквоту супернатанту розводять водою у співвідношенні 1:5. 10 мл розведеного розчину (еквівалентно 1 г зразка) одержаного екстракту очищують від надлишків матриці методом імуно-афінної хроматографії із застосуванням колонок, які містять антитіла до Т-2, НТ-2 токсинів на поверхні стаціонарної фази (R-biopharm, Німеччина). Очищені екстракти випаровують в потоці азоту та додавають реагенти для утворення флуоресцюючого комплексу з НТ-2 токсином.

Параметри хроматографічної системи. Робота виконується на системі для високоефективної рідинної хроматографії виробництва Varian (США). Колонка Microsorb 100 C18 (5мкм*250мм*4,6мм), Varian (США). Бінарна градієнтна система елюентів складається із рухомої фази А: води та рухомої фази В: ацетонітрилу. Елюенти повинні бути фільтровані і дегазовані. Параметри програми зміни градієнту фаз наведено в табл. 41.

Таблиця 41

Зміна градієнту рухомої фази

Час, хв.	А (вода), %	В (ацетонітрил), %
0	30	70
8	0	100
14	0	100
18	20	80
22	0	100
25	30	70

Швидкість потоку елюенту становить 1 мл/хв. Об'єм проби для ін'єкції складає 0,05 мл. Температура колонки 40 °С. Довжина хвилі збудження флуоресцентного детектора 380 нм, довжина хвилі емісії 470 нм. Тривалість аналізу — 60 хв, включаючи час необхідний для стабілізації колонки — 40 хв. При розробці умов розділення частково враховуються умови описані в літературі, які можна відтворити за наявного хроматографічного та допоміжного обладнання.

Комплексна аналітична система Raptor та тест-смужки для визначення мікотоксинів Reveal Q+ і Reveal Q+MAX. Виробник: NEOGEN CORPORATION, США. Аналітична система Raptor у поєднанні з тестовими

наборами Reveal Q+ і Reveal Q+MAX забезпечує новий рівень аналізу мікотоксинів.

Переваги системи Raptor/Reveal Q+ і Reveal Q+MAX:

1. Простий процес роботи — необхідно всього лиш додати екстрагований зразок, і система почне аналіз та надасть результати без додаткових дій з боку оператора.
2. Адаптивність — можливість аналізу на будь-якому етапі технологічного процесу.
3. Сумісність — інтеграція даних у систему.
4. Масштабованість — запуск декількох зразків одночасно.

Мікотоксини: взяти загрозу під контроль

Мікотоксини — це токсичні речовини природного походження, які утворюються різними цвілевими грибами. Деякі з них мають також канцерогенну дію. В умовах сприятливої температури й високої вологості цвіль частіше всього з'являється на зернових, горіхах, спеціях, сухофруктах, трав'яних чаях і готових харчових продуктах. Більшість мікотоксинів не можна знищити під час термічної обробки продукції. Найбільшу загрозу для здоров'я представляють наступні мікотоксини:

1. Афлатоксини.
2. Дезоксиніваленол (DON).
3. Фумонізини.
4. Охратоксини.
5. Зеараленон.
6. Трихотеценові мікотоксини типу А (Т-2/НТ-2).

Саме для виявлення цих грибкових отрут розроблена система експрес-аналізу Raptor/Reveal Q+ і Reveal Q+MAX. Вона дозволяє провести кількісний аналіз і отримати достовірні результати через 3—6 хвилин залежно від виду мікотоксинів.

Інноваційний експрес-аналіз мікотоксинів

Система Raptor/Reveal Q+ і Reveal Q+MAX для кількісного визначення мікотоксинів складається з наступних елементів:

- ✓ комплексної аналітичної платформи Raptor, у якій суміщені функції інкубатора й рідера (зчитувача тест-смужок);
- ✓ тестових наборів Reveal Q+ і Reveal Q+MAX для визначення мікотоксинів;
- ✓ система Raptor дозволяє автоматизувати процес аналізу, отримувати об'єктивні дані й зберігати результати досліджень. Це допомагає уникнути помилок оператора й покращити ефективність роботи лабораторії.

Переваги системи Raptor:

1. Завдяки трьом портам, прилад може аналізувати до трьох зразків одночасно й незалежно один від одного.
2. Під час аналізу система контролює температуру, час та об'єм зразка.
3. Запатентований картридж Raptor робить процес аналізу більш зручним і гарантує, що буде проаналізовано належний об'єм зразка (від 350 до 450 мкл екстракту).
4. Функція запобігання аналізу тест-смужок, що вже були проаналізовані.
5. Внутрішнє сховище даних розраховане на зберігання 2000 результатів аналізів.
6. Великий сенсорний екран надає візуальні підказки оператору.
7. Автоматична передача даних до ПК для архівації чи подальшої роботи за допомогою програми обробки даних (Data Manager System), яка входить в базову комплектацію приладу.



Рис. 79. Raptor працює разом з тестовими наборами Reveal Q+ і Reveal Q+MAX

Компанія Neogen пропонує широкий спектр наборів тестів для виявлення мікотоксинів. Інноваційна технологія наборів Reveal Q+ і Reveal Q+MAX дає точні та відтворювані результати.

Тест-смужки Reveal Q+ і Reveal Q+MAX забезпечують результати за лічені хвилини й потребують лише мінімального навчання персоналу та обладнання. З рідером Raptor оператору необхідно просто додати зразок — прилад сам контролює об'єм, температуру й час аналізу.

Переваги тест-смужок Reveal Q+ і Reveal Q+MAX:

- ✓ неперевершена точність та відтворюваність результатів;
- ✓ штрих-код на смужках містить інформацію щодо типу аналізу, номер партії та її термін дії;
- ✓ ID зразка може бути відсканований та автоматично внесений у систему;
- ✓ кількісні результати в залежності від мікотоксину: 2—30 000 ppb (мкг/кг);
- ✓ підготовка зразків для аналізу на тестових наборах Reveal Q+MAX відбувається за допомогою водної екстракції. Ця процедура однакова для будь-якого з наборів Reveal Q+MAX. З одного й того самого підготовленого зразка можна тестувати 6 різних мікотоксинів.

Набори	Діапазони, ppb (мкг/кг)
Reveal Q+MAX для Aflatoxin	3—300
Reveal Q+MAX для DON	300—30000
Reveal Q+MAX для Ochratoxin	2—100
Reveal Q+MAX для T-2/HT-2	50—3000
Reveal Q+MAX Zearalenone	25—1500 (50—1500 для кукурудзи)
Reveal Q+ для Fumonisin	300—6000

Технічні характеристики меню

Інтегрована аналітична платформа Raptor

Розмір дисплея	4,3"
Роздільна здатність дисплея	480 x 272
Розміри приладу	16,90 x 18,50 x 10,80 см
Вага	0,48 кг
Електроживлення	Основний вхід до джерела живлення: 100— 240 В, 50/60 Гц, 1,7 А Вхід до пристрою: 12 В постійного струму, 40 Вт
ОЗП/ПЗП	256 Мб
Пам'ять	4 Гб
Керування приладом	Сенсорний дисплей
Інтерфейс	USB 2.0, Ethernet, Wi-Fi 802.11 B/G/N

Система Raptor/Reveal Q+ і Reveal Q+MAX широко застосовується для контролю мікотоксинів у сільському господарстві та при виробництві харчових продуктів, кормів для тварин, продовольчої сировини, куди входять: зернові культури та продукти їх переробки, комбікорми, бобові та олійні культури, какао, кава, чай, фрукти та горіхи, плодоовочеві консерви, молоко й молочні продукти, дитяче харчування, сухофрукти, спеції, снеки, зернові сніданки й багато іншого.

6.5. Визначення спор сажки методом мікологічної експертизи зерна пшениці

Сажка – хвороба, збудником якої є грибок. Цей грибок розвивається в організмі рослини. Хвора рослина спочатку майже нічим не відрізняється від здорової, але потім починає відставати в рості. Грибок, розвиваючись, уражає одну з частин – колос, стебло, волоть, а іноді й усю рослину. Видів сажкових

грибків багато, але кожен із них уражає лише одну зернову культуру. На кожному хлібному злаку буває один, два, а іноді й три своїх власних види сажки. Значний вміст грибів із роду *Fusarium* та *Penicillium* у зерні свідчить про наявність у ньому мікотоксинів цих грибів. Відома здатність і кладоспорієвих грибів до утворення цих небезпечних речовин, утім, це питання достатньо ще не вивчено.

Визначення спор сажки методом мікологічної експертизи зерна пшениці (рис. 80). Для аналізування із середньої проби виділяють чотири робочі проби по 100 зерен у кожній (рис. 81). Кожну робочу пробу поміщають у плоскодонну колбочку або стаканчик, заливають 10 см³ дистильованої води і збовтують протягом 5 хвилин. Одержані суспензії спор переливають в центрифужні пробірки й центрифугують протягом 10–15 хвилин за 1000-2000 об./хв. (рис. 82). Після закінчення центрифугування із пробірок обережно видаляють 9 см³ надосадової рідини. Осад, який залишився, скаламучують піпеткою Пастера і з кожної пробірки готують по 2 препарати. Для кожної окремої суспензії потрібно використовувати окрему піпетку Пастера. Препарати переносять в камеру Горяєва і проглядають під мікроскопом (рис. 80, 81). Під час роботи з мікроскопом першим етапом є визначення загального фону заспореності суспензії. Відповідно до цього роблять висновок: який квадрат камери Горяєва (великий чи малий) вибрати для зручності підрахунку спор. В окремих випадках, за дуже малої концентрації спор, для підрахунку беруть усю площу камери. Для ідентифікації сажкових спор за морфологічними ознаками користуються ДСТУ 3768:2019.

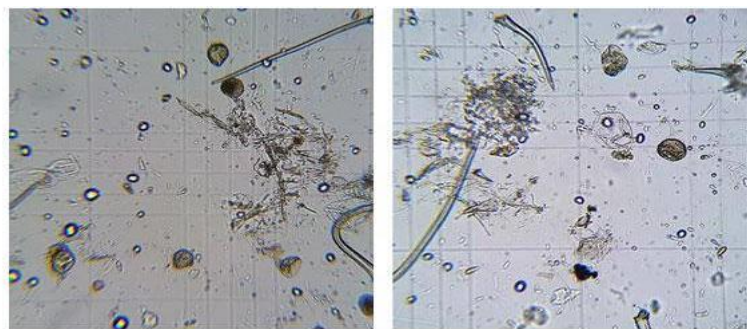


Рис. 80. Спори сажки

Лічильник насіння (рис. 81) спеціально розроблений для точного підрахунку насіння.



Рис. 81. Лічильник насіння Contador, Pfeuffer

Може використовуватися в зерновій лабораторії для визначення фізичних властивостей зерна та насіння, наприклад, для визначення такого параметра, як маса 1000 зерен, відповідно до ISO 520. Лічильник насіння має високу швидкість підрахунку, простий в обслуговуванні, використовують його для зернових з діаметром від 0,3 до 15 мм.

Універсальна лабораторна центрифуга. Швидкісний діапазон і фактор розподілу центрифуги дозволяє з належною якістю проводити будь-які дослідження:

- ✓ для універсальних застосувань;
- ✓ просте обслуговування;
- ✓ може бути доповнена великою кількістю різних роторів, придатних для виконання різноманітних завдань;
- ✓ регулювання часу центрифугування;
- ✓ регулювання швидкості (в об.хв.) / ВВП (відносне відцентрове прискорення);

- ✓ камера ротора з нержавіючої сталі;



Рис. 82. Універсальна лабораторна центрифуга

Камера Горяєва 2-секційна з покривним склом. Камера Горяєва (рис. 83) призначена для підрахунку кількості клітин або інших співставних з ними часток в заданому об'ємі рідини. Складається з товстого предметного скла, що має прямокутне поглиблення (камеру) з нанесеною мікроскопічною сіткою, і тонкого покривного скла.



Рис. 83. Камера Горяєва

Мікроскоп біологічний (рис. 84). Застосовується для визначення спор сажки методом мікологічної експертизи зерна пшениці відповідно до стандарту ДСТУ 3768:2019 «Пшениця. Технічні умови». Крім цього, мікроскопічним методом контролюють правильність ідентифікації патогенів та ін.

Переваги:

- ✓ збільшення до 1000x (до 1600x – опційно);
- ✓ світлодіодне освітлення;
- ✓ надійність конструкції;
- ✓ можливість використання різних методів контрастування;
- ✓ широкий вибір окулярів і об'єктивів;
- ✓ можливість дооснащення цифровою камерою;
- ✓ програмне забезпечення камери для аналізу та обробки зображень дозволяє проводити заміри об'єктів.



Рис. 84. Мікроскоп біологічний

Додатково знадобляться:

- ✓ циліндр мірний на 10 мл (ГОСТ 1771-74);
- ✓ пробірка для центрифуги, 15 мл;
- ✓ штатив для пробірок на 20 гнізд, ПЕ;
- ✓ піпетка Пастера, 160 мм, 3,0 мл, градуйована, ПЕ;
- ✓ стакан високий з носиком і градуванням 50 мл (ГОСТ 25336-82);
- ✓ ваги лабораторні 2-го класу точності, 210 г / 0,001 г;
- ✓ дільник-змішувач зерна;
- ✓ аквадистилятор;
- ✓ таймер.

Токсини продукуються мікроскопічними пліснявими грибами. Можуть утворюватися при зберіганні в багатьох харчових продуктах під дією мікроскопічних грибів, що розвиваються в них. Впливають на здоров'я населення та якість сільськогосподарської продукції. Визначити наявність мікотоксинів можна лише за допомогою спеціальних методик.

Питання для самоконтролю

1. В чому полягає імуноферментний метод?
2. Опишіть процес визначення мікотоксинів методом ВЕРХ?
3. Що таке твердофазна екстракція?
4. Охарактеризуйте методику визначення НТ-2 токсину в зерні методом високоефективної рідинної хроматографії з флюорометричним детектуванням?
5. Як визначити вміст спор сажки методом мікологічної експертизи зерна пшениці?

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ТА РЕКОМЕНДОВАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Аксенов И. В. Идентификация белковых спектров в гибридных комбинациях подсолнечника / И. В. Аксенов // Научно-технический бюллетень Института олійних культур УААН. 2009. № 14. С. 3-7.
2. Блюм Я. Б. Впровадження методів оцінки наявності та вмісту генетично модифікованих компонентів у продуктах харчування, кормах і парфюмерно-косметичних виробках. / Я. Б. Блюм, М. О. Банникова, П. А Карпов [та інші]. Наука та інновації. 2008. Т 4. № 2. С. 40–48.
3. Брик А. Исследование генетического разнообразия сои (*Glycine max* L.) с помощью ПП-ПЦР анализа. / А. Брик, Ю. Сиволап, В. Сичкарь. // Молекулярно-генетические маркеры растений: Тезисы докл. межд. конф. К., 1996. С. 12–13.
4. Інструментальні методи хімічного аналізу [Електронний ресурс] : навч. посіб. для студ. спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія» спеціалізації «Хімічні технології неорганічних керамічних матеріалів»/ КПІ ім. Ігоря Сікорського; уклад.: Л.М. Спасьонова, В.Ю. Тобілко, І.В. Пилипенко. – Електронні текстові данні (1 файл: 1,85 Мбайт). Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. 69 с.
- 5.
6. ДСТУ (Державний Стандарт України) 2422-94 Зерно заготівельне і постачальне. Терміни та визначення.
7. ДСТУ ISO 21570:2005 «Продукти харчові. Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом. Кількісні методи на основі аналізування нуклеїнової кислоти».
8. ДСТУ ISO 21571:2008 «Продукти харчові – Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом – Екстрагування нуклеїнової кислоти».
9. ДСТУ-П CEN/TS 15568:2008 «Продукти харчові – Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом – Відби-рання проб».
10. ДСТУ (Державний Стандарт України) 10840:2019 Зерно. Метод визначення натури.
11. ДСТУ (Державний Стандарт України) ISO 520:2015 Зернові і бобові. Визначення маси 1000 зерен (ISO 520:2010, IDT).
12. ДСТУ (Державний Стандарт України) 7697:2015 Крупи гречані. Технічні умови.
13. ДУ «РІВНЕНСЬКА ОБЛАСНА ФІТОСАНІТАРНА ЛАБОРАТОРІЯ». Методи фітосанітарної експертизи (аналізи). <https://ppt-online.org/892405>
14. Жемела Г.П., Шеманьов В.І., Олексюк О.М. Технологія зберігання і переробки продукції рослинництва. Полтава, 2003. 415 с.

15. Забезпечення та хімічний контроль якості харчових продуктів : навч. посібник / Р.П. Влодарчик, І.М. Кобаса, М.М. Воробець та ін. Чернівці : Чернівецький нац. ун-т, 2015. 336 с.
16. Злацька А. В. Ідентифікація алеля Glu-B1a1 високомолекулярних глютенінів та його вплив на ознаки хлібопекарської якості у пшениць, придатних до поширення в Україні / А. В. Злацька // Физиология и биохимия культ. растений. 2010. Т. 42. № 4. С.315–321.
17. Ларченко К. А. Ознаки якості зерна пшениці та методи їх поліпшення / К. А. Ларченко, Б. В. Моргун // Физиология и биохимия культурных растений. – 2010. Т. 42. № 6. С. 463–474.
18. Методи визначення показників якості рослинницької продукції / О.М. Гончар, А.В. Андрущенко, А.В. Пількевич та ін. К.: Алефа, 2000. 144 с.
19. Методика проведення кваліфікаційної експертизи сортів рослин на придатність до поширення в Україні. Методи визначення показників якості продукції рослинництва // Київ: Міністерство аграрної політики та продовольства України, Український інститут експертизи сортів рослин. 2016. 158 с.
<https://sops.gov.ua/uploads/page/5a5f41997447d.pdf>
20. Пірко Я. В. Впровадження методів контролю генетично модифікованих компонентів у насіннєвому матеріалі сільськогосподарських культур та стандартизація їх нормативного забезпечення / Я. В. Пірко, В. І. Корховий, Г. П. Кашеваров, І. К. Комарницький, А. І. Ємець, М. В. Кучук, Б. В. Сорочинський, Я. Б. Блюм // Наука та інновації. 2009. Т. 5. № 2. С. 38–49.
21. Попереля Ф. О. Генетична інтерпретація електрофореграм геліантиніну насіння F1 соняшнику / Ф. О. Попереля // Цитология и генетика. 2000. Т. 34. № 2. С. 84–90.
22. Прикладна біохімія та управління якістю продукції рослинництва: Підручник / М.М. Городній, С.Д. Мельничук, О.М. Гончар та ін. / За ред. М.М. Городнього. К.: Арістей, 2006. 484 с.
23. Хацевич О.М., Складанюк М.Б. Хімія та аналіз харчових продуктів: Лабораторний практикум. Навчально-методичний посібник. Івано-Франківськ: Вид. Супрун В.П., 2019. 105 с.
24. Усова З. В. Алелі високомолекулярних глютенінів у родовах сучасних сортів пшениці м'якої озимої / З. В. Усова // Селекція і насінництво. 2011. Вип.99. С. 130–138.
25. Adami Christoph. Information theory in molecular biology. Physics of Life Reviews 1.1. 2004. P. 3-22.
26. Block, Richard J., Raymond Le Strange, and Gunter Zweig. Paper Chromatography: A Laboratory Manual. Elsevier, 2013.

27. Brzezinski W., Mendelewski P. Improved PAGE procedure for identification of wheat, triticale, barley and oat cultivar // XII EUCARPIA Congr. (Febr. 28, 1989) / Gottingen: Vortrage fur Pflanzenzuchtung. 1989. P. 15.
28. Brzezinski W. Polyacrylamide gel electrophoresis of wheat gliadins: the use of moving boundary for improved resolution. / W. Brzezinski, W.M.J. Van Gelder, P. Mendelewski, P. Kolster // Euphytica. 1989. №40. P. 207–212.
29. Cregan P. B. An integrated genetic linkage map of the soybean / P. B. Cregan, T. Jarvik, A. L. Bush, R. C. Shoemaker, K. G. Lark, A. L. Kahler, N. Kaya, T. T. VanToai, D. G. Lohnes, J. Chung, J. E. Specht // Crop Sci. 1999. Vol. 39. P. 1464–1490.
30. Higuchi R. Kinetic PCR Analysis: Real-time monitoring of DNA amplification reactions // Biotechnology. 1993. № 11. 1026–1030.
31. Gupta, P. K., and R. K. Varshney. "The development and use of microsatellite markers for genetic analysis and plant breeding with emphasis on bread wheat." Euphytica 113.3 (2000): 163-185.
32. Laemmli U. K. Cleavage of structural proteins during the assembly of the head of bacteriophage T4 / U. K. Laemmli // Nature. 1970. Vol. 227. P. 680–685.
33. Lin H.-Y. Detection of Genetically Modified Soybeans and Maize by the Polymerase Chain Reaction Method / H.-Y. Lin, L.-C. Chiueh, D. Y.-C. Shih // Journal of Food and Drug Analysis. 2000. Vol. 8. № 3. P. 200–207.
34. Nei M. Molecular evolutionary genetics / Nei M. New York: Columbia Univ. Press, 1987. 512 p. ISBN 0231063210.
35. Nollet, Leo ML, ed. Chromatographic analysis of the environment. CRC Press, 2005.
36. Paoletti C., Donatelli M., Kay S., and van den Ede G. Simulating kernel lot sampling: the effect of heterogeneity on the detection of GMO contaminations // Seed Sci. Technol. 2003. 31. P. 629–638.
37. Plant Molecular Biology (A Laboratory Manual). 1997. Melody S. Clark (Ed.) Springer-Verlag Berlin Heidelberg. P. 1–25, 54–74, 305–328.
38. Shoemaker R. C. Molecular linkage map of soybean (*Glycine max* L. Merr.) / R.C. Shoemaker, T.C. Olson // Genetic maps: Locus maps of complex genomes. Cold Spring Harbor Laboratory Press. 1993. P. 6131–6138.
39. Shrestha H. K. Detection of genetically modified maize (*Zea mays* L.) in seed samples from Nepal / H. K. Shrestha, K.-K. Hwu, M.-C. Chang // African Journal of Biotechnology. 2010. Vol. 9. № 34. P. 5581–5589.
40. Zayakina G. V. Inheritance of zeins: The catalogue of zein alleles of three multigenic loci and its potential for maize breeding / G. V. Zayakina, A. L. Sozinov // Plant Breeding. 2000. Vol. 119. P. 51–57.
41. Компанія SocTrade <https://soctrade.ua/obladnannya/katalog/>
42. ТОВ «Вента Лаб» <https://ventalab.ua/>
43. Компанія «ХІМЛАБОРРЕАКТИВ» <https://apk.hlr.ua/>

44. ТОВ «МАНКОР» <https://mankor.ua/ua/>

45. Компанія "АЛСІ-ХРОМ" <https://www.alsichrom.com/ua/>