

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.

ISBN 978-617-95201-7-4

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.

ISBN 978-617-95201-7-4

© Півоваров О.А., Ковальова О.С., Кошулько В.С.
2023

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 вискоєфективної 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. На якість рослинницької продукції впливають різноманітні фактори фізичної, хімічної та біологічної природи. Водночас в Україні якість сировини та продуктів для харчової промисловості та споживання забезпечується низкою законодавчих і нормативних документів, які зобов'язують виробників і переробників виготовляти продукцію високої якості.

Якість харчових продуктів значною мірою визначається дотриманням стандартів, технологічними процесами, якістю сировини, а також технічними вимогами до самої продукції та інгредієнтів, що використовуються у виробництві.

Якість продукції визначається сукупністю властивостей, що визначають її придатність для споживання. Вона охоплює показники, які відображають харчову та біологічну цінність продукту, зокрема органолептичні характеристики, фізико-хімічні властивості, вміст білків, рослинних жирів, вуглеводів, вітамінів, макро- та мікроелементів, а також засвоюваність поживних речовин.

Однак для забезпечення нормальної життєдіяльності людини недостатньо лише високої харчової цінності продуктів. Рослинницька продукція повинна відповідати санітарно-епідеміологічним вимогам, не містити ознак псування (таких як гниття, бродіння, окислення, прогіркання) та бути вільною від контамінантів біологічного, хімічного й механічного походження. Забруднення харчових продуктів природними хімічними речовинами, патогенними мікроорганізмами та їх токсинами може статися через недотримання санітарно-гігієнічних норм під час отримання й обробки продовольчої сировини, виробництва харчових продуктів, приготування страв, а також при неправильних умовах зберігання та реалізації готової продукції.

Шляхи потрапляння чужорідних речовин у харчові продукти рослинного походження є досить різноманітними. Інтенсивний розвиток сільського

господарства і харчової промисловості супроводжується широким використанням хімічних сполук, таких як пестициди, мінеральні добрива та харчові добавки. Хоча ці речовини відіграють важливу роль у народному господарстві, за певних умов вони можуть накопичуватись у продовольчій сировині та готових продуктах, що негативно впливає на їх якість і може становити загрозу для здоров'я людини при вживанні такої їжі.

Якість харчової продукції забезпечується завдяки належній організації лабораторного контролю за сировиною, напівфабрикатами, технологічними процесами та санітарними умовами. Велике значення також мають умови зберігання, транспортування, а для певних категорій продуктів – і строки їх реалізації.

Якість харчових продуктів — це набір властивостей, які задовольняють фізіологічні потреби людини в харчових та смакових речовинах, а також дозволяють відрізнити один продукт від іншого.

Забруднення харчових продуктів означає наявність у них сторонніх речовин у кількостях, що перевищують встановлені гігієнічні норми. Використання нових хімічних сполук, засобів та методів для виробництва й обробки харчових продуктів, а також стимуляторів росту і хімічних засобів захисту рослин дозволяється лише за погодженням з МОЗ України. Постійний контроль за дотриманням правил застосування хімічних і біологічних засобів захисту рослин у сільському господарстві є гарантією якості і безпеки продуктів харчування рослинного походження для здоров'я людей.

Дослідження технологічних якостей зерна сортів пшениці, жита і тритикале, а також технологічних і споживчих властивостей круп'яних та зернобобових культур проводяться в лабораторіях спеціалізованих підприємств. Аналізи здійснюються згідно з єдиними діючими методиками за допомогою однотипного обладнання.

Якість зерна – це сукупність властивостей та характеристик (біологічних, фізико-хімічних, технологічних, споживчих), які визначають його придатність для використання за призначенням.

Показники якості зерна – це характеристики його властивостей, які формують загальну якість. Визначають базисні та граничні норми якості зерна. Базисною нормою є показник якості зерна, який використовують для розрахунків при його прийманні. Гранична норма встановлює максимально допустимі вимоги до якості зерна для заготівлі та постачання. Система визначення якості зернових продуктів включає стандарти на зерно та продукти його переробки, методи контролю показників якості, мережу акредитованих лабораторій хлібоприймальних підприємств, а також державну систему інспектування і контролю якості зерна.

Основні методи оцінки технологічних якостей зерна, описані в цьому посібнику, застосовуються в провідних спеціалізованих лабораторіях протягом багатьох років. Впровадження нового обладнання сприяло підвищенню продуктивності праці в лабораторіях, покращенню точності досліджень та розширенню спектра 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 лише від ринкової ситуації, але й від умов попиту та пропозиції, а також, що особливо важливо, від якості зерна. Якість оцінюється за кількома характеристиками, які можна поділити на дві групи:

– оцінка за зовнішнім виглядом: чистота, блиск, повнота, однорідність та відсутність розчавлених, пророслих або битих зерен; також важливими є колір і запах;

– оцінка за результатами аналізів для визначення характеристик, таких як твердість, схожість, вміст борошнистої частини, скловидність, вологість, температура і натура.

У міжнародній торгівлі показники якості зерна зазвичай добре відомі власнику і підтверджуються офіційним сертифікатом. Якщо партія доставляється морем або сушею в нормальних умовах, можна вважати, що показники якості не змінюються під час транспортування. Вантаж зазвичай страхується власником згідно з загальноприйнятою страховою політикою на випадок небезпек і можливих пошкоджень.

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

Стандарт ДСТУ 2422-94 визначає основні терміни, що стосуються зерна заготівельного і постачального, а також показників якості зерна, та дає пояснення термінів, внесених до стандарту.

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

Для кожного поняття встановлено лише один стандартизований термін, тому використання синонімів до цих термінів, а також термінів з позначкою «Нд», що наведені у стандарті, є неприпустимим. Загальні терміни системи контролю якості продукції представлені в 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 листовата, 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.** Частилки зерна, утворені в результаті механічної дії.
30. **Давлене зерно.** Зерно деформоване, сплющене 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 оболонки.
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 оболонки 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 лугу, 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 – для загального аналізу, 50 г – для визначення вмісту білка, 300 г – для оцінки стану вуглеводно-амілазного комплексу за числом падіння, і 2000 г – для лабораторного помелу.



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

Засміченість, зараженість шкідниками

Засміченість зерна визначається наявністю зернових, смітєвих та шкідливих домішок. До зернової домішки відносяться пошкоджені або биті зерна основної та інших культур, а також щуплі, хворі, поїдені, пророслі, пошкоджені тощо. Смітєві домішки включають будь-які речовини, що погіршують якість зерна та продуктів його переробки, такі як насіння бур'янів, земля, пісок, металеві та кам'яні включення і т.д. Шкідливі домішки становлять небезпеку для здоров'я людини, до яких належать сажкові утворення, насіння гірчака, куколю та інші.

Зараженість зерна визначається наявністю в міжзерновому просторі або всередині окремих зерен живих шкідників хлібних запасів – комах або кліщів у будь-якій їх стадії розвитку. Це показник стійкості зерна при зберіганні та можливості 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 різними розмірами отворів, які виконують поступальні, обертальні, коливальні та струшувальні рухи для ефективного відділення домішок і шкідників.

Лабораторний розсів

За допомогою розсіву РЛУ-3 (рис. 2) можна визначити зараженість сировини комахами і коморними шкідниками в явній формі, смітєві та зернові домішки, фракційний склад зерна, а також якість помелу борошна, що часто визначає вартість кожної партії продукції. Прилад має низький рівень шуму та 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 і тютюновій промисловості, а також 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 та 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 у розсіві РЛУ-3 дозволяє швидше і легше змінювати сита, що є перевагою порівняно з іншими лабораторними розсівами. Цей розсів значно полегшує роботу лабораторії і є доцільним при великій кількості аналізів зерна, особливо в період заготівельної кампанії.

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. Ці пристрої використовуються в процесі прободготовки зразків для лабораторних досліджень, які пов'язані з визначенням хімічного складу і фізичних властивостей зерна та 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. Цей прилад використовується при проведенні аналізів якості борошна, крупи, зерна та інших зернових продуктів.



Рис. 4. Дошка розбірна (аналізна)

Прилад має білі та чорні скляні боки з виїмкою для зручного висипання продукту. Розмір робочої поверхні – 335x235 мм. Габаритні розміри – 405x305 мм.

Шпатель зерновий металевий. Прилад призначений для розбору зразків зерна, відділення домішок та інших маніпуляцій. Він має два скошені боки різної ширини для зручності роботи.



Рис. 5. Шпатель зерновий металевий

Совочки лабораторні. Прилади призначені для відбору проб (рис. 6) і є необхідними в більшості аналізів, що проводяться за ГОСТами, при визначенні якості та стану борошна, крупи і зерна.

Основне призначення совочків: 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. Прилади призначені для тимчасового розміщення та зважування проб і наважок (рис. 7). Вони застосовуються в більшості аналізів, що проводяться за ГОСТами, при визначенні якості борошна, крупи та 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. Прилад призначений для вилучення металомагнітних домішок із зерна, борошна, крупи, висівок, комбікормів та визначення їх вмісту (рис. 8).



Рис. 8. Магніт підковоподібний

Лупа зернова. Прилад дозволяє ретельно проводити аналіз зараженості зерна (рис. 9) шкідниками та визначати його якість. Спеціальний обідок запобігає розсипанню об'єктів, що розглядаються.



Рис. 9. Лупа зернова

Хід аналізу. Аналіз зерна проводиться за основними показниками, які визначають сортову належність та придатність проби для подальшої технологічної оцінки сорту.

Визначають такі характеристики зерна: типовий склад, запах, зараженість шкідниками, зернову домішку, склоподібність та 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 внутрішніх і зовнішніх етикетках, якими маркують мішки з зерновим матеріалом, що направляють до спеціалізованої лабораторії.

Вміст сміттевої і зернової домішок, таких як пророслі, недостиглі, морозобійні, ушкоджені шкідливою черепашкою чи клопом, а також уражені сажкою зерна та ріжки, визначають у наважці зерна 50 г. Зараженість зерна амбарними шкідниками є недопустимою. Запах зерна визначають органолептично. Зерно повинно бути без стороннього запаху.

До пророслих зерен відносяться ті, що мають корінці або паростки, що вийшли за межі оболонки, або зерна, де ці частини втрачено, але зерна залишаються деформованими, з явно зміненим забарвленням оболонки внаслідок проростання. Відібрані пророслі зерна зважують, і визначають їхній вміст у наважці у відсотках з точністю до 0,1%.

Синьогузні зерна – це зерна пшениці, в яких забруднені спорами сажки лише борідки, а марані зерна мають спори не тільки на борідці, а й на частині поверхні та борозенці. Всі ці зерна зазвичай об'єднують під назвою «сажкові». Наявність сажкових зерен, ріжків та інших шкідливих домішок у пробах зерна забороняється. Морозобійні зерна визначають за їхньою стиснутою та зморщеною поверхнею з зміненим забарвленням, що є ознакою пошкодження зерна морозом. Також важливо вказати кліматичну зону, в якій було вирощене зерно. Пошкодження зерна клопом шкідливою черепашкою можна виявити в пробах пшениці, яка була вирощена в зонах, де цей шкідник є поширеним.

За зовнішнім виглядом зерна можна визначити три ознаки пошкодженості, спричиненої клопом шкідливою черепашкою:

- наявність темних крапок на поверхні зерна, що є слідами від уколів, навколо яких утворюється чітко окреслена світло-жовта пляма округлої чи неправильної форми;

- наявність світло-жовтої плями на поверхні зерна без сліду від уколу, в межах якої спостерігаються вдавненості або зморшки;

- поява світло-жовтої плями поруч із зародком зерна, без вдавностей чи зморшок, але без сліду від уколу.

У всіх випадках під плямою консистенція зерна стає пухкою та борошнистою. Зерна пшениці з жовтими плямами, які не розташовані поруч із зародком, не мають слідів від уколів, вдавностей чи зморшок в межах цих плям, при аналізі не вважаються такими, що мають зовнішні ознаки пошкоджень клопом шкідливою черепашкою.

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

Пошкоджені зерна зважують з точністю до 0,01 г за допомогою технічних ваг. Їхній вміст виражають у відсотках від загальної наважки з точністю до 0,1%. Визначення проводять на двох паралельних наважках для забезпечення точності результатів.

Типовий склад пшениці (кількість м'якої та твердої, червонозерної та білозерної) визначають методом ручного перебирання наважки 20 г зерна. У пшениці м'якої (*Triticum aestivum* L.) верхній кінець зернівки, протилежний зародку, вкритий волосками, що утворюють борідку, яку легко помітити неозброєним оком. У пшениці твердої (*Triticum durum* Desf.) борідка або відсутня, або виражена дуже слабо, через що зерно здається позбавленим волосків. За формою зерно пшениці м'якої, на відміну від твердої, коротке і округле, а зерно пшениці твердої зазвичай видовжене, кутасто-ребристе, з забарвленням від світло-бурштинового до темно-бурштинового. Зерно пшениці м'якої червонозерної та білозерної розрізняють за забарвленням. Зерно з неявно вираженим забарвленням обробляють 5% розчином їдкою натрію (5 г їдкою натрію на 100 мл води). Усі зерна з неявно вираженим забарвленням підраховують і зважують. Потім їх кладуть у склянку і заливають розчином їдкою натрію так, щоб зерна повністю перебували в розчині. Через 15 хвилин пшениця білозерна набуває чітке світло-кремове забарвлення, а червонозерна –

червоно-бурого кольору. Допускається обробка зерна кип'ятінням у воді. Для цього всі виділені зерна з неявно вираженим забарвленням кладуть у хімічну склянку або фарфорову чашку з окропом і кип'ятять протягом 20 хвилин. Пшениця білозерна залишатиметься світлою, а червонозерна потемніє. Після цього зважують всі виділені зерна м'якої чи твердої, червонозерної або білозерної пшениці, і їх вміст виражають у відсотках від початкової наважки (20 г).

Норми відхилення за контрольних аналізів типового складу пшениці є наступними:

- 2% – за вміст домішок пшениці інших типів до 10%;
- 3% – за вміст домішок пшениці інших типів від 10% до 15%;
- 5% – за вміст домішок пшениці інших типів понад 15%.

Натура

Натура зерна – це вага певного обсягу зерна, яку також називають об'ємною вагою зерна. Різні домішки, які, як правило, мають меншу вагу за зерно, погіршують його якість і знижують натуру. Підвищена вологість також має негативний вплив на натуру, знижуючи її значення. Чим вища натура, тим кращі сумарні показники якості зерна, і навпаки. Натура також побічно характеризує виповненість зерна.

Пурки

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

транспорту для переміщення зерна. Окрім аналізу якості зерна, необхідно визначати й кількісні характеристики, зокрема натуру, тому пурка ПХ-3 є важливим інструментом у зернових лабораторіях, транспортних терміналах та при прийманні аграрних культур.



Рис. 10. Пурка ПХ-3

Літрова пурка – це мірний циліндр, призначений для підрахунку кількості зерна в 1 літрі об'єму в лабораторних умовах шляхом відсікання потоку зерна і наступного зважування на лабораторних вагах. ПХ-3 – це механічний лабораторний прилад (табл. 2), комплект якого включає:

- ✓ 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

Літрова пурка складається з трьох циліндрів, розташованих один на одному. Пурка ПХ-3 повинна бути встановлена у фланець в строго вертикальному положенні. Лабораторний стіл, на якому проводиться вимірювання, має бути розташований на рівній горизонтальній площині, щоб ніж правильно відтинув площину падіння зерна по горизонталі. Це забезпечує точність вимірювання насипної щільності зерна.

ІЧ-Аналізатори

Аналізатори цільного зерна, що використовують технологію пропускання в ближньому ІЧ-діапазоні, призначені для одночасного вимірювання кількох параметрів, таких як вологість, вміст білка, жиру, крохмалю та інших компонентів, у різних видах зерна та олійного насіння. Для деяких моделей також передбачені опційні модулі, які дозволяють аналізувати борошно, натурну вагу та мелений соняшник. Це дає змогу отримувати точні та швидкі результати для оцінки якості продукції в різних стадіях обробки.

Аналізатор цільного зерна infratec 1241. Третє покоління Infratec 1241 – це найбільш широко використовуваний у світі аналізатор зерна. Аналізатор Infratec 1241 (рис. 11) є наймасовішим аналізатором якості зерна в Україні. Його висока надійність, поєднана з простотою в експлуатації та невисокою вартістю, робить цей прилад найбільш затребуваним у лабораторіях елеваторів, зернових терміналів, хлібопекарських підприємств, комбикормових комбінатів та переробних підприємств.



Рис. 11. Аналізатор Infratec 1241

Infratec 1241 вимірює якість цільного зерна пшениці, жита, ячменю, вівса, кукурудзи, сої, ріпаку, соняшнику та інших культур. Аналізатор здатен працювати з усіма злаковими, олійними та бобовими культурами, обробляючи цільне зерно без необхідності його розмелювання (за винятком насіння соняшнику, яке потрібно молоти). Завдяки високій точності вимірювань, при будь-якій температурі зерна Infratec 1241 забезпечує точні та істинні результати.

Аналізатор Infratec 1241 вимірює такі **параметри** якості зерна: вологість, вміст білка, олійність, натурна вага, крохмаль, сира клейковина, клітковина, зольність та інші компоненти. Цей прилад дозволяє отримувати точні результати для широкого спектра параметрів, що є важливими для оцінки якості зерна та його придатності для подальшої обробки чи використання.

Infratec™ має величезну базу даних, яка включає понад 50 000 перехресно перевічених зразків, калібрувань на основі PLS та надійних ANN-калібрувань, побудованих на широкому асортименті зразків із багаторічних врожаїв. Це гарантує точність і стабільність, дозволяючи Infratec™ ефективно аналізувати навіть найбільш незвичні зразки по всьому світу. Технологічні рішення Infratec™ дозволяють за одну хвилину оцінити якість цільного зерна в широкому діапазоні температур для різних культур, таких як пшениця, жито, овес, ячмінь, кукурудза,

соє, ріпак, рис, гречка та інші. Протягом цієї хвилини прилад проводить 10 швидких вимірювань зерна і обчислює усереднений результат, що забезпечує високу точність і оперативність аналізу.

Обробка зразків і представлення результатів: Час аналізу за допомогою Infratec™ становить 50 секунд для 10 субзразків. Довжина шляху в приладі змінна і автоматично регулюється в межах від 6 до 33 мм. Результати вимірювань виводяться на дисплей за замовчуванням, але також можуть бути відправлені на ПК або порт принтера для подальшої обробки та збереження даних.

Функція нестандартних зразків: Infratec™ має систему попереджень і варіанти для представлення результатів. Програмне забезпечення приладу дозволяє зручне управління через меню, що забезпечує простоту в користуванні та доступ до всіх необхідних налаштувань. Для аналізу використовуються програми регресії, зокрема: ANN (штучна нейронна мережа): дає змогу виконувати складні прогнози та забезпечує високу точність аналізу на основі великих обсягів даних. PLS (часткові найменші квадрати): метод, що дозволяє здійснювати багатократне калібрування для точних вимірювань якості зерна.

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

Склоподібність зерна визначається за його консистенцією при зламі або розрізі. Вона свідчить про відносно високий вміст білка та клейковини, а також про гарні хлібопекарські якості. Навпаки, мучнистість зерна вказує на низький відсоток білка та переважання крохмалю. Борошно з мучнистого зерна доцільно використовувати для хлібопечення в поєднанні з борошном із зерна, багатого на білок. Цей показник відіграє важливу роль на світовому хлібному ринку, оскільки безпосередньо впливає на якість кінцевого продукту.

Загальну склоподібність зерна визначають у наважці пшениці масою 50 г, очищеній від сміттєвих та зернових домішок. Цей показник включає суму повністю склоподібних зерен та половину частково склоподібних. Аналіз проводять за допомогою діафаноскопа або шляхом візуального огляду зрізів зерен. Цей метод дозволяє точно оцінити якість зерна, оскільки склоподібність безпосередньо пов'язана з вмістом білка і хлібопекарськими властивостями.

Діафаноскоп ДСЗ-3 (рис.12) використовується для визначення склоподібності зерна на основі його оптичних властивостей. Прилад застосовується в лабораторіях хлібоприймальних, борошномельних та хлібопекарських підприємств, а також у науково-дослідних установах, які займаються оцінкою якості зерна та зернопродуктів. Цей інструмент забезпечує точне і швидке визначення склоподібності, що є важливим показником якості зерна, оскільки він впливає на хлібопекарські властивості та вміст білка (табл.3).



Рис. 12. Діафаноскоп ДСЗ-3

Переваги: Діафаноскоп ДСЗ-3 забезпечує рівномірне освітлення зерен, що підвищує точність аналізу. Прилад не нагрівається під час роботи, що запобігає спотворенню результатів. Він вирізняється довговічністю та низьким рівнем споживання енергії, що робить його економічно вигідним і зручним у використанні в лабораторних умовах.

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

Дія діафаноскопа базується на різниці в оптичних властивостях склоподібних і борошнистих зерен, що по-різному пропускають світловий потік. Склоподібні зерна краще проводять світло, тоді як борошністі – розсіюють його, що дозволяє точно визначити їхню кількість у зразку.

Діафаноскоп ДСЗ-3 складається з: корпусу; касети на 100 зерен (10 рядів по 10 зерен); механізму переміщення касети; джерела світла – світлодіодів; збільшувальних лінз. Процес аналізу: досліджувані зразки зерна (50-70 г) висипають на ґрати касети; похитуванням заповнюють гнізда решітки, розміщуючи по одному зерну в кожному осередку; касету вставляють у вхідний отвір вузла протяжки до зачеплення з роликми подачі.

Процес аналізу склоподібності зерна за допомогою діафаноскопа ДСЗ-3 включає такі кроки. Переміщення касети: касета з 100 зернами за допомогою гвинта подачі переміщується в зону візуального спостереження, де кожен ряд зерен освітлюється світловим потоком. Огляд зерен: проводиться послідовний перегляд кожного ряду всіх 100 зерен. Класифікація зерен: повністю склоподібні зерна – повністю просвічуються під світловим потоком; повністю борошністі зерна – повністю не просвічуються (ендосперм не пропускає світло); частково

склоподібні зерна – мають ендосперм, що частково просвічується або частково не просвічується. Ці зерна не враховуються під час підрахунку. Підрахунок і розрахунок: Підраховують кількість повністю склоподібних та повністю борошнистих зерен. Загальна склоподібність визначається як сума повністю склоподібних зерен та половини частково склоподібних зерен. Вміст повністю склоподібних зерен розраховується у відсотках від загальної кількості зерен.

Під час використання діафаноскопа на касету приладу насипають наважку зерна. Потім, виконуючи кругові рухи касетою в горизонтальній площині, забезпечують рівномірне заповнення всіх 100 комірок решітки по одному цілому зерну в кожен комірок. Зайві зерна акуратно видаляють, злегка нахиливши касету. Після цього касету вставляють у проріз приладу та вмикають джерело світла. Використовуючи ручку управління, касету розміщують у корпусі таким чином, щоб у полі зору опинився перший ряд комірок із зернами. Лічильник налаштовують за допомогою обертання ручки скидання відліку, щоб на верхньому табло відображалися цифри 00, а на нижньому – 50. Після налаштування лічильника через окуляр діафаноскопа оглядають перший ряд зерен і підраховують кількість повністю склоподібних та борошнистих зерен. У цьому випадку до повністю склоподібних зараховують зерна, які повністю просвічуються, а до борошнистих – ті, що зовсім не пропускають світло. Зерна, ендосперм яких частково просвічується або частково не просвічується, вважають частково склоподібними і не враховують під час підрахунку.

Повертаючи ручку за годинниковою стрілкою, фіксують на лічильнику кількість повністю склоподібних зерен, а обертаючи проти годинникової стрілки – кількість борошнистих зерен. Після перегляду всіх зерен першого ряду касету зміщують таким чином, щоб у полі зору опинився другий ряд зерен. Проводять огляд, підраховують кількість повністю склоподібних і борошнистих зерен та фіксують результати на лічильнику. Процедуру повторюють для всіх наступних рядів. Після завершення огляду зерен останнього, десятого ряду, що позначається появою червоної смуги на касеті, на нижньому табло лічильника

відображається відсоток загальної склоподібності, а на верхньому – відсотковий вміст повністю склоподібних зерен.

Для визначення загальної склоподібності за результатами огляду зрізу зерна з наважки пшениці відбирають 100 цілих зерен і акуратно розрізають їх упоперек посередині. Зріз кожного зерна оглядають і, залежно від характеру зрізу, відносять зерно до однієї з трьох груп: склоподібні, борошністі або частково склоподібні: склоподібні зерна – мають прозорий ендосперм, який просвічується; борошністі зерна – ендосперм, що не просвічується, повністю непрозорий; частково склоподібні зерна – ендосперм, який частково просвічується або частково не просвічується. Зерна пшениці з чітко вираженими борошністими плямами, які називають «жовтобочками», за зовнішнім виглядом, без необхідності 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.

Загальну склоподібність обчислюють до десятих часток відсотка, а потім округлюють результат до цілого числа: якщо після десяткової крапки йде непарна цифра, останню збільшують на одиницю, а якщо парна або нуль — залишають без змін.

Оформлення даних. У сертифікаті якості зерна зазначають результат визначення загальної склоподібності у відсотках, округлений до цілих чисел, а також метод оцінки склоподібності (за допомогою діафаноскопа або по зрізу зерна). Різниця між результатами первісного і контрольного аналізу не повинна перевищувати $\pm 5\%$ від абсолютного значення.

1.3.Визначення вологості

Цей показник якості, який визначають одразу після приймання продукту, є вологістю зерна. Вологість впливає на умови і час зберігання зерна. Навіть

невелике перевищення цього показника може призвести до швидкого псування зернової маси, оскільки волога сприяє розвитку мікроорганізмів і шкідників.

Сушильні шафи

Сушильні шафи – це спеціалізоване обладнання, яке використовується для широкого спектру завдань. Вони призначені для визначення вологості в зернових і олійних культурах та продуктах їх переробки відповідно до національних і міжнародних стандартів. Також сушильні шафи застосовуються для налаштування та калібрування приладів для експрес-аналізу вологості, таких як ІЧ-аналізатори якості зерна і вологоміри зернових. Крім того, вони використовуються для термічної обробки різних речовин і матеріалів, що дозволяє забезпечити необхідні умови для аналізів, досліджень і обробки зразків.



Рис. 13. Сушильна шафа Labexpert

Шафи виготовлені з високоякісної нержавіючої сталі, що забезпечує їх довговічність та стійкість до корозії. Вони можуть бути оснащені непрограмованим контролером OptiControl або програмованим контролером MultiControl, що дозволяє забезпечити зручну та автоматизовану роботу приладу. Робочий об'єм сушильних шаф варіюється від 15 до 150 л, що дає можливість вибору моделі, відповідно до потреб лабораторії або виробництва.

Особливості: сушильні шафи оснащені рядом передових характеристик для забезпечення високої точності та безпеки при роботі:

- ✓ Електронне управління процесом нагрівання та підтримки температури забезпечує стабільність і точність регулювання.
- ✓ Робочий діапазон температур: від кімнатної температури +5 °С до +300 °С.
- ✓ Програмований контролер власної розробки дозволяє працювати з п'ятьма програмами, кожна з яких може містити до п'яти сегментів. Це обладнано РК-дисплеєм і ергономічним енкодером, що спрощує роботу оператора.
- ✓ Регульована швидкість нагріву дозволяє налаштувати швидкість нагріву при роботі в програмному режимі.
- ✓ Дискретність встановлення температури: 0,1 °С, що дає можливість точно регулювати температурні параметри.
- ✓ Вентиляційна засувка з електромеханічним приводом (для моделей, обладнаних контролером типу MultiControl) забезпечує оптимальну циркуляцію повітря в камері.
- ✓ Візуальний індикатор небезпечної температури в камері для своєчасного попередження про перевищення допустимих значень.
- ✓ Система обмеження несанкціонованого доступу до органів управління і нагрівальної камери (для моделей з контролером MultiControl), що підвищує безпеку.
- ✓ Двошарова мінеральна термоізоляція з відображаючим шаром сприяє збереженню тепла і підвищує енергоефективність.
- ✓ Конструкція нагрівального відсіку з подвійними стінками забезпечує рівномірний розподіл температури по всьому об'єму камери.
- ✓ Ці характеристики дозволяють сушильним шафам забезпечити точність, безпеку та ефективність для різноманітних лабораторних та виробничих завдань.

Переваги:

Сушильні шафи оснащені численними передовими функціями для забезпечення високої ефективності, безпеки та зручності в експлуатації:

- ✓ Контролери власної розробки зі зручною системою навігації для легкого налаштування та управління процесами.
- ✓ Прецизійні датчики температури типу Pt100 забезпечують точність вимірювань температури.
- ✓ Система примусового перемішування повітря нагрівальної камери з можливістю регулювання швидкості перемішування (для моделей з контролером MultiControl) для рівномірного розподілу температури.
- ✓ Спеціальна форма нагрівального елемента та його оптимальне розташування для забезпечення ефективного нагріву.
- ✓ Регульований, незалежний термостат для захисту від перегріву, що підвищує безпеку.
- ✓ Система примусового охолодження зовнішніх стінок сушильної шафи для запобігання перегріву корпусу та зручності в обслуговуванні.
- ✓ Матеріал стінок нагрівальної камери – сталь AISI 304, яка забезпечує високу стійкість до корозії та довговічність.
- ✓ Можливість комплектації сушильних шаф (починаючи з обсягу камери 30 л і вище) двома полицями для зразків, що дозволяє збільшити кількість оброблюваних зразків.
- ✓ Можливість комплектації всіх сушильних шаф лінійки більш доступним непрограмованим контролером OptiControl, що підходить для більш простих завдань.
- ✓ Фірмове програмне забезпечення LabExpert Oven для дистанційного керування та збору даних (для моделей, обладнаних контролером типу MultiControl), що дозволяє зручніше відстежувати процеси та отримувати інформацію в реальному часі.

Аналізатори вологості

Ці ваги-вологоміри є ефективною альтернативою сушильним шафам, особливо коли необхідно провести перевірку вологості зразка за короткий час. Вони дозволяють скоротити час дослідження до десяти разів, що значно

підвищує продуктивність. Основною перевагою таких пристроїв є вбудовані ваги та нагрівальний елемент, які дозволяють швидко і точно визначити вологість зразка. Це забезпечує високий рівень точності результатів при значно меншому часу для аналізу, що робить їх ідеальними для використання в будь-якій лабораторії, де важлива оперативність і ефективність вимірювань вологості.

Аналізатори вологості (ваги-вологоміри), Ohaus. Ці ваги-вологоміри служать як ефективна альтернатива традиційним сушильним шафам, ідеально підходять для ситуацій, коли потрібно швидко визначити вологість зразка. Вони здатні зменшити час дослідження до десяти разів, що значно покращує продуктивність лабораторної роботи. Головною перевагою таких пристроїв є вбудовані ваги та нагрівальний елемент, які дають можливість точно та швидко визначити вологість зразка. Це забезпечує високу точність вимірювань і значно скорочує час аналізу, що робить ці ваги-вологоміри ідеальним рішенням для лабораторій, де важлива оперативність та ефективність вимірювань вологості.

Ваги-вологоміри оснащені галогенною системою нагріву, яка забезпечує високу швидкість роботи та повторюваність результатів до 0,01%. Це гарантує стабільність і точність вимірювань. Винятком є модель MB23, яка обладнана інфрачервоною лампою.

Міцний корпус і конструкція з литих елементів забезпечують довговічність вагів-вологомірів та легкість в очищенні без потреби у додаткових інструментах. Зрозуміле меню на дисплеї спрощує навігацію і допомагає оператору на кожному етапі робочого процесу. Завдяки цьому прилади надзвичайно прості та зручні в управлінні, що підвищує ефективність їх використання.

Основні особливості: Висока точність і відтворюваність результатів забезпечують надійність вимірювань. Просте управління процесом робить роботу з приладом зручною та зрозумілою. Великий дисплей відображає масу, температуру та вологість у режимі реального часу, що дозволяє оперативно відстежувати всі параметри. Широкий температурний діапазон і можливість зміни температури з кроком 1–5 °C забезпечують гнучкість налаштувань для різних типів зразків.



Рис. 14. Аналізатори вологості серії MB

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



Рис. 15. Вологомір SuperPro

Вологомір SuperPro – це портативний електронний прилад для вимірювання вологості, який працює на основі вимірювання ємності та високої частоти в поєднанні зі стискуванням і автоматичною температурною компенсацією. Цей вологомір використовується для експрес-аналізу вологості зерна як у лабораторних, так і в польових умовах, зокрема: під час збору,

зберігання та переробки зерна; при післязбиральній обробці та сушінні зерна; на токах, під час розміщення зерна в сховищах; при зволоженні зерна перед помелом. Результати вимірювання вологості відображаються у відсотках на електронному русифікованому дисплеї. SuperPro – універсальний прилад, який підходить для роботи з багатьма видами зерна, насінням трав (без попереднього подрібнення), а також з борошном у широкому діапазоні вологості та з високою точністю. Процес вимірювання вологості зерна складається з таких етапів: увімкнення приладу та вибір на дисплеї шкали, що відповідає вимірюваній культурі або продукту; відбір необхідної проби та засипання її в прилад; закручування кришки пресу до упору; натискання кнопки «ТЕСТ»; отримання результату вимірювань вологості у відсотках через 20 секунд. SuperPro має вбудовані калібрування для таких продуктів: овес, пшениця, ячмінь, жито, конюшина, сорго, кукурудза, рапс, горох, соняшник, соя, гречка, рис, просо, льон, пшеничне борошно, костриця червона, костриця лучна, манка/макарони. Також можливе налаштування приладу для роботи з іншими культурами та харчовою сировиною.

Вологість зерна та борошна також визначають методом висушування. Для цього використовують 10 г розмеленого на млині (ЛЗМ, ЛЗМК, ЛМТ-2, «Пірует» або іншої марки) зерна або борошна, які висушують в електричній напівавтоматичній сушильній шафі Брабендера за температури 130 °С протягом 40 хвилин. Шафа Брабендера для швидкого визначення вологості обладнана: 10 гніздами для розміщення 10 проб; нагрівальними елементами для забезпечення необхідної температури; біметалевим та контактним термометрами для контролю температурного режиму; торсіонними терезами для точного зважування проб. Процес визначення вологості: розмелювання зразка зерна або борошна на млині; зважування наважки 10 г у бюксах за допомогою технічних ваг; розміщення проб у гніздах сушильної шафи; висушування при температурі 130 °С протягом 40 хвилин; зважування висушених проб для визначення втрати маси, яка відповідає вмісту вологи в зразку.



Рис. 16. Лабораторний млин ЛМТ-2



Рис. 17. Електрична напівавтоматична сушильна шафа Брабендера

Після встановлення температури вставляють бюкс із пробною в камеру. Ручкою-колесом обертають 10-гніздову тарілку для розміщення наступних проб. Тарілку можна повертати лише коли важіль терезів піднятий (терези не працюють). Правильне положення тарілки підтверджується клацанням при опусканні важеля.

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

Аналізатор «Infratec 1225» (фірма «Тесатор», Швеція) визначає якість зерна (пшениці, ячменю, кукурудзи, гороху, вівса, рису, жита, тритикале, сої, ріпаку) за допомогою вимірювання поглинання електромагнітного випромінювання у ближньому інфрачервоному діапазоні. Це дозволяє оцінити вміст протеїну, води,

жиру тощо без попередньої підготовки зразка. Аналіз проводять на неподрібненому, необробленому хімічними препаратами зерні.

Метод відбирання проб. Проби для аналізу зерна відбирають відповідно до вимог ДСТУ 4117:2007. Маса наважки, яка використовується для аналізу, становить близько 250–350 г.

Підготовка приладу. Аналізатор «Infratec 1225» встановлюють у приміщенні та підключають до електромережі за 30 хвилин до початку аналізу для попереднього прогріву приладу.

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

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

"Analyze" – це функція стандартної експлуатації приладу «Infratec 1225», яка дозволяє визначати концентрації різних компонентів у пробах невідомого складу, використовуючи вже існуючі прикладні моделі.

Для виконання аналізу необхідно натиснути клавішу «F1», яка знаходиться під надписом «Analyze» у головному меню приладу. 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 вибору необхідної зразкової моделі переглядають список встановлених моделей, натискаючи клавіші «F1» та «F2». Після того, як на екрані з'явиться потрібна модель, для виконання аналізу натискають «Confirm».

Хід аналізу. Наважку (250–350 г) засипають у приймальну воронку. Перш ніж почати аналіз, виконується контрольне сканування порожньої комірки. Потім дверцята відкриваються, і комірка заповнюється пробєю. Після цього здійснюється сканування першої субпроби. Розподільне колесо, оснащене щіточками, обертається, звільняючи комірку від першої субпроби та подаючи

наступну. Після завершення аналізу останньої субпроби колесо обертається далі, поки все зерно не опиниться в висувному ящику. Потім дверцята зачиняються, і можна засипати наступну пробу в приймальну воронку. Кількість субпроб, на які поділяють пробу, можна налаштовувати через клавіатуру та центральний комп'ютер. Процес триває близько 1 хвилини. Результати аналізу виводяться на дисплей і на принтер одночасно.

Результати аналізу. Натискання клавіші "Confirm" ініціює початок нового аналізу, і на екрані знову з'являється меню "Analyze". Для наступного аналізу в приймальну воронку засипають нову пробу. Важливо вибрати правильну комірку, що підходить для об'єму конкретної проби: комірка шириною 18 мм використовується для ячменю, вівса, рису, жита, тритикале, пшениці; 30 мм – для гороху, кукурудзи, сої; 6 мм – для насіння ріпаку.

Калібрування. Калібрування – це математична процедура для створення калібровочних моделей, яка дозволяє визначити концентрацію одного чи кількох компонентів у пробі. Для цього потрібно ввести початкові дані про хімічний склад проби, зв'язати їх із відповідними спектрами й провести сканування. Для створення калібровочних моделей необхідно мати близько 100 проб з відомими хімічними значеннями. Програмне забезпечення «Infratec 1225» опрацьовує спектри та зв'язує їх із хімічними даними, що дозволяє створювати точні моделі для аналізу.

Догляд за приладом. Очищення приладу «Infratec 1225» вимагає обережності. Зсередини прилад не можна очищати рідинами — для цього слід використовувати тільки щітки. Обдування стиснутим повітрям дозволяється лише зовні, оскільки внутрішній обдув може пошкодити оптичні лінзи. Лінзи можна протирати лише спеціальним папером, зволоженим дистильованою водою, щоб уникнути їх пошкодження.

1.5. Визначення числа падіння за Хагбергом-Пертеном

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

Число падіння визначає час, за який віскозиметр-мішалка падає на певну відстань у гарячій суспензії борошна і води, що розріджується, в результаті змішування. Цей показник допомагає оцінити в'язкість та якість борошна.

Обладнання та підготовка проби для аналізу. Число падіння визначається за допомогою приладу «Falling Number» (Швеція) (рис.18). Прилад складається з водяної бані, віскозиметра з затискачем, конденсатора для зниження паровиділення та спеціальних пробірок з гумовими корками. Нагрівання бані відбувається за допомогою електричного нагрівача, а точність вимірювань забезпечують спеціальні ваги з точністю до 0,01 г. Пробірки мають визначені розміри та використовуються для приготування суспензії борошна та води.

Час процесу автоматично регулюється, але можна використовувати секундомір для контролю. Зерно, що аналізується, подрібнюється на лабораторному молотковому млинку типу 3170 від фірми «Falling Number» (Швеція) (рис. 19).



Рис. 18. Прилад для визначення числа падіння



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

Принцип роботи млинка полягає в високошвидкісному подрібненні та просіюванні зерна через сито з отворами 0,8 мм. Допустима вологість зерна становить до 25 %. Млин оснащений циклонним колектором для самоочищення, що дозволяє уникнути проміжної очистки при розмелюванні різних проб. Для аналізу використовують 300 г зерна (менше 200 г може призвести до неясних результатів). Зерно засипають обережно, щоб не перевантажити машину. Подрібнення триває 30–40 секунд після останнього засипання зерна. Залишок оболонки на ситі (приблизно 1 %) не враховується в розрахунках. Після подрібнення зерно ретельно перемішують і відбирають наважку для подальших аналізів.

Розмір часток подрібненого зерна безпосередньо впливає на результат аналізу числа падіння. Частки борошна повинні мати наступні характеристики: частки повинні проходити через сито з діаметром отворів 0,8 мм; розподіл часток має бути рівномірним, без великих агломератів або занадто дрібних часток, що можуть спотворити результат; потрібно уникати перевантаження сит, оскільки це може призвести до неповного проходження часток через нього і, відповідно, до помилок в результатах. Зазвичай вимагається, щоб борошно, отримане після

подрібнення, було однорідним за розміром часток для забезпечення коректного вимірювання часу падіння:

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

Аналіз виконують таким чином: 100 г подрібненого зерна просівають через сито діаметром 22 см, струшуючи його вручну в горизонтальному напрямку протягом 3 хвилин. Кожні 15 секунд сито постукують по столу для кращого проходження часток.

Число падіння визначають у наважці шроту або борошна 7 г за вологості 15 %. Якщо вологість проби відрізняється від 15 %, наважку коригують відповідно до вологості, згідно з табл. 4.

Для швидкого визначення вологості подрібненого зерна і борошна використовують спеціальні прилади, такі як вологоміри або ваги-вологоміри, які дозволяють точно і оперативно виміряти вологість без потреби в тривалому процесі сушіння чи інших складних методах.

Так, перед визначенням числа падіння борошно обов'язково просівають через сито з отворами 0,8 мм. Це необхідно для того, щоб відокремити грудочки та забезпечити однорідність проби, що дозволяє досягти точності у вимірюваннях числа падіння.

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
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

Так, для визначення числа падіння в борошні або подрібненому зерні наважку 7 г (з вологою 15%) кладуть у пробірку віскозиметра. Потім додають 25 мл дистильованої води при температурі 20°C. Пробірку закупорюють гумовим корком, струшують 20–30 разів для однорідної суспензії, а після цього корок виймають і використовують віскозиметр-мішалку для переміщення часток борошна вниз, забезпечуючи належну підготовку проби для аналізу.

Після підготовки проби (змішування з водою), пробірку з віскозиметром-мішалкою поміщають на киплячу водяну баню. Вона повинна бути встановлена і закріплена протягом 30 секунд після змішування. Після цього активується автоматичний таймер, і прилад починає працювати, виконуючи два перемішуючі рухи за секунду (один рух = рух догори і донизу). Довжина переміщення мішалки регулюється нижнім обмежувачем і дном пробірки. Важливо дотримуватися правильної швидкості перемішування, щоб забезпечити точність вимірювання.

Через 59 секунд після початку перемішування мішалка зупиняється в найвищому положенні, при цьому нижня обмежуюча частина стикається з корком пробірки. Мішалка залишається в цій позиції на 0,5 секунди. Ось через 60 секунд, після вимкнення регулятора часу, мішалка відключається і під дією власної ваги починає опускатися в суспензії. Аналіз завершується, коли нижній кінець верхнього обмежувального пристрою досягає верхнього кінця пробірки. Автомат часу вимикається і подає сигнал про завершення процесу. Якщо використовується секундомір, його слід вимкнути вручну.

Після завершення аналізу натискають відповідну кнопку на панелі, що дозволяє відпустити тримач і вийняти пробірку з поршнем. Число падіння, яке відображається на табло після зупинки приладу, показує час в секундах. Після зняття показників, їх скидають, натискаючи відповідну кнопку. Число падіння визначається як середнє значення між паралельними вимірюваннями, щоб забезпечити точність результату.

Відхилення числа падіння при повторних визначеннях не повинні перевищувати $\pm 5\%$. Це показник активності альфа-амілази в зерні чи борошні (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 Instruments, заснована в 1962 році Харальдом Пертенем, розробила метод для визначення активності альфа-амілази в борошні, відомий як Falling Number. У 2015 році компанія випустила прилад FN 1000 (рис.21), який вдосконалив попередню модель FN1700. FN 1000 став більш надійним і швидким, з автоматичним контролем рівня води в водяній бані, прогумованою

кришкою для безпеки, великим сенсорним екраном, а також можливістю додавання грибкової альфа-амілази. Прилад має 4 USB-порти та підтримує підключення до Інтернету для передачі даних, що відповідає вимогам GPL щодо простежуваності. Для менших лабораторій компанія також пропонує моделі FN1310 та FN1500.



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

Число падіння пшениці, жита та їх продуктів переробки, таких як борошно, є важливим показником активності амілолітичних ферментів, зокрема альфа-амілази. Цей фермент розщеплює крохмаль, що призводить до зміни в'язкості суспензії борошна, що вимірюється при визначенні числа падіння. Це значення є критичним для оцінки якості зерна та борошна, оскільки активність альфа-амілази впливає на такі властивості, як схильність до злежування та здатність до бродіння при виготовленні продуктів, як-от хліб.

Так, проростання зерна, яке може відбутися як після збору, так і під час його дозрівання через несприятливі погодні умови, суттєво впливає на якість борошна. Активність альфа-амілази під час проростання значно зростає, що

призводить до розщеплення крохмалю на простіші цукри. Це зменшує вміст доступного крохмалю для хлібопекарських процесів, що може призвести до змін в водопоглинальній здатності борошна, його газоутворюючих властивостях і, в кінцевому результаті, погіршення якості випічки. Зокрема, зменшується вихід хліба, може змінюватися структура м'якушки, а також знижується еластичність тесту.

Число падіння важливе для контролю активності альфа-амілази в зерні та борошні. Низьке число падіння (висока активність альфа-амілази) робить хліб липким і знижує його об'єм, а високе число падіння призводить до сухого, щільного хліба. Оптимальний діапазон ЧП для якісного хліба – 240-270 секунд.

Методика визначення числа падіння (схема, принцип)

1. Підготовка зразків. При аналізі зерна для визначення числа падіння беруть 300 г зразка і подрібнюють у лабораторному млині LM 3100 або LM 120 з ситом 0,8 мм. Для аналізу борошна використовують репрезентативну вибірку, щоб отримати точні результати щодо активності альфа-амілази.



Рис. 21. Принцип роботи приладу FN1000

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

залежно від вологості зразка та вимог конкретного стандарту на метод визначення числа падіння (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 комплект поставки приладу.

4. Струшування. Зразок і вода змішуються шляхом енергійного струшування пробірки до утворення гомогенної суспензії. Для зменшення впливу похибки, пов'язаної з людським фактором, рекомендується використовувати прилад Шейкматик (Shakematic) для автоматизованого струшування.

5. Перемішування. Віскозиметричні пробірки зі шток-мішалками поміщають у баню з киплячою водою, після чого прилад запускається. Через 5 секунд автоматично починається перемішування утвореної в пробірках суспензії, що дозволяє забезпечити рівномірне розподілення часток і стабільність процесу аналізу.

6. Вимірювання. Мішалки автоматично звільняються в верхньому положенні через 60 секунд (перші 5 секунд — на перемішування, потім 55 секунд — на переривання), після чого падають вниз під власною вагою, дозволяючи оцінити число падіння шляхом спостереження за рухом мішалки через суспензію в пробірці.

7. Число падіння. Так, загальний час, який міряється від початку роботи приладу до того моменту, коли мішалка падає на встановлену відстань, і є «числом падіння».

Технічні характеристики приладів для визначення числа падіння

Прилади для вимірювання числа падіння застосовуються в таких галузях: вирощування та заготівля зерна — оцінка якості зерна перед переробкою; торговельні операції на зерновому ринку — визначення якості зерна при купівлі-продажу; борошномельне виробництво — контроль якості борошна та його здатності до випікання; випічка хлібобулочних виробів — забезпечення стабільної якості хліба; виробництво макаронів та локшини — контроль якості

борошна для виготовлення макаронних виробів; пивоваріння – оцінка якості солоду для пивоварного процесу.

Метод визначення числа падіння є міжнародно визнаним стандартом для вимірювання активності альфа-амілази в борошні та зернових культурах (пшениця, жито, ячмінь). Він використовується для непрямой оцінки кількості пророслих зерен, оптимізації складу помольних партій зерна та забезпечення правильної оцінки його якості.

Метод Хагберга-Пертена для визначення ступеня пророслого зерна базується на клейстеризації водної суспензії борошна або розмеленого зерна в киплячій водній бані. Потім визначають ступінь «розрідження» цієї суспензії амілолітичними ферментами, зокрема альфа-амілазою, яка розщеплює крохмаль. Число падіння — це час, який проходить від моменту поміщення пробірки з суспензією та мішалкою в баню до моменту, коли мішалка зануриться на глибину 68 мм, що є індикатором активності альфа-амілази в пробі.

Таблиця 6

Технічні характеристики

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

		цифровий модуль	
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» є важливим для пшениці та жита, оскільки впливає на якість борошна і є ціноутворюючим фактором. При дуже низькому чи високому числі падіння борошно не допускається до використання в

технологічному процесі в чистому вигляді. Нормування цього показника регулюється кількома стандартами, серед яких: ДСТУ ISO 3093: 2009 – Визначення числа падіння методом Хагберга-Пертена; ГОСТ 30498-97 – «Зернові культури. Визначення числа падіння»; ICC 107 / 1 – Визначення числа падіння; ААСС 56-81.03 – Стандарт для борошняних виробів; ISO 3093 – Міжнародний стандарт для визначення числа падіння. Ці стандарти допомагають забезпечити точність вимірювань і зберегти якість зерна і борошна.

1.6. Розмелювання зерна

Обладнання: Млин «МЛУ-202 Бюлер» (Швейцарія) (рис. 22) – лабораторний млин для подрібнення зерна. У комплекті з ним йдуть розсіювач з ситами, торгові ваги, банки з кришками, лоток для замочування зерна, мірні циліндри, совки, а також щітки для очищення сит. Це обладнання забезпечує точні аналізи та вимірювання для визначення якості зерна та борошна.

Пшениця м'яка

Для оцінки якості сортів пшениці використовують борошно з виходом 70% за одностороннього помелу.

Підготовка до аналізу. Підготовка зерна до розмелювання залежить від твердозерності сортів пшениці: для м'якозерних сортів вологість повинна бути 13,5%, для середньотвердозерних – 15,5%, а для твердозерних – 16,5%.



Рис. 22. Млин «МЛУ-202 Бюлер»

Відволожування м'якої пшениці займає 16–24 години (табл. 7). Після відволожування проба пшениці надходить на розмелювання.

Таблиця 7

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

Пшениця	Тверда	М'яка			Тритикале
		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

З метою розмелювання беруть фіксовану наважку зерна – 2000 г.

Необхідну кількість води (X) для зволоження взятої наважки можна знайти за табл. 7 або обчислити 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, %.

Приклад: 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 вологість зерна перевищує норму, його підсушують у сушарці при температурі не вище 50 °С до досягнення потрібної вологості.

Зерно зволожують рівномірно, поступово змочуючи водою і ретельно перемішуючи. Для зволоження, якщо кількість води не перевищує 25–50 мл, використовують ручний пульверизатор. Процес проводять у лотку з оцинкованого металу. Після змочування зерно висипають у банку, закривають її

кришкою і залишають на наступний день при кімнатній температурі для рівномірного зволоження.

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. Зерно розмелюють на лабораторному автоматичному млині «МЛУ-202» (рис.23), який має розміри 120 см у довжину, 90 см у ширину та 140 см у висоту. Млин обладнаний пневматичною подачею продуктів помелу і вальцями довжиною 20 см. Він складається з трьох драних і трьох розмелювальних систем. Кожна пара вальців розділена на три секції. Вальці драної системи обертаються спинка до спинки і мають рифлення з кількістю 15, 20 та 25 на дюйм відповідно. Розмелювальні вальці мають гладку матову поверхню і диференціал 2:1.



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

Поверхня сит млина «МЛУ-202» приблизно дорівнює розмелювальній поверхні вальців і є достатньою для обробки більшості типів пшениці. Млин обладнаний двома розсіювачами, які оснащені як дротяними, так і тканинними ситами, що забезпечує ефективне розподілення продукту при помелі.

Млин «МЛУ-202» дозволяє отримувати 68–75 % борошна зольністю до 0,75 %. Основне призначення млина – порівняльна оцінка борошномельних властивостей сортів пшениці, тритикале і жита за визначеними параметрами помелу. Кількість борошна регулюється навантаженням подачі зерна та робочим зазором між розмелювальними вальцями. Нормальне навантаження для різних типів пшениці: для середньотвердозерної – 6–8 кг/год, для твердозерної – 5–6 кг/год, для м'якозерної – 4–5 кг/год.

Номери сит драгих (Д) і розмелювальних (Р) систем за швейцарською системою можуть бути такими:

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

Після того, як вальці досягнуть нормальної температури, робочий зазор між ними встановлюють за допомогою регулюючих гвинтів, які необхідно попередньо звільнити від гайок. Для досягнення паралельності між вальцями використовують щуп завтовшки 0,1 мм. Зазор перевіряють на другій і третій драгій системах, оскільки перша система має вальці з меншим діаметром на 0,4 мм. Після досягнення правильного зазору гайки затягують, а стрілку покажчика встановлюють на позначку 10, що відповідає зазору 0,1 мм, і також фіксують гайками для забезпечення стабільного процесу розмелу.

Зазори між вальцями млина встановлюються за шкалою покажчика: друга драна система: 0,12 мм; третя драна система: 0,1 мм; перша розмелювальна система: 0,07 мм; третя розмелювальна система: 0,03 мм. Ці значення забезпечують оптимальні умови для розмелу зерна та отримання борошна з потрібними характеристиками.

Живильні клапани на млині регулюються за допомогою грузил, щоб вони злегка торкалися до вальців. Це дозволяє забезпечити рівномірне подавання зерна на вальці, що сприяє кращому розмолу та рівномірному розподілу продукту по всій поверхні вальців. Для очищення гладких вальців використовуються спеціальні щітки, які закріплюються за допомогою гайок і гвинтів. Важливо уникати сильного притискання щіток до вальців, оскільки це може призвести до перегріву вальців і передчасного зношування щіток.

Після того як продукт пройшов через розмелювальні системи і їх було очищено, млин повинен працювати ще 10 хвилин для остаточного очищення від залишків помелу. Потім сита чистять щіткою, збирають і зважують продукти помелу. Вихід борошна визначається як співвідношення маси отриманого борошна до загальної маси (включаючи борошно та висівки). Якщо вихід борошна менший за 70 %, додатково просівають продукти через лабораторний розсіювач. Борошно, яке додається після просіювання, не повинно перевищувати 2 %. Якщо ж вихід борошна перевищує 70 %, надлишок з останніх розмелювальних і драних систем відкидається. Орієнтовні показники виходу борошна за системами:

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

Для контролю тонкості помелу здійснюють просіювання 100 г борошна через капронові сита № 35 та № 43. Під час цього процесу мають бути дотримані наступні вимоги: залишок на ситі № 35 не повинен перевищувати 2 %; прохід борошна через сито № 43 має бути не менше 75 %. Крім того, зольність борошна у перерахунку на суху речовину не повинна перевищувати 0,75 %. Ці параметри забезпечують відповідність борошна вимогам до його якості та технологічних характеристик.

Після просіювання борошно ретельно перемішують. З нього відбирають навжки для аналізу вмісту клейковини та визначення фізичних властивостей тіста за допомогою альвеографа та фаринографа. Борошно, яке залишається після просіювання через шовкове сито № 38, використовують для пробної

випічки хліба. Всі аналізи та випічка проводяться після двотижневого відлежування борошна для досягнення стабільних технологічних характеристик.

Обслуговування млина. Мастило підшипників слід поновлювати один-два рази на рік. Ущільнюючі кільця повинні бути добре змащені для запобігання потраплянню борошна. Однак, не рекомендується повністю заповнювати мастилом корпус підшипника. Розмелювальні вальці обладнані радіально-сферичними кулько-підшипниками, корпуси яких мають ніпелі для зручності наповнення мастилом.

Зубчасті колеса слід злегка змащувати для зменшення шуму. Натяжний ролик ланцюгового приводу обертається в голчастому підшипнику, який потрібно змащувати кожні два місяці. Змащувальні точки на шківі поливальника-розсіювача, що знаходяться спереду та ззаду, потребують частішого змащування. Двічі на рік необхідно повністю замінювати мастило в корпусі поливальника. Вали шлюзових затворів розміщені в самозмащувальних брусках.

Пшениця тверда

Підготовка до аналізу. Для розмелювання твердої пшениці використовують лабораторний млин «МЛУ-202 Бюлера» з драну системою, оснащену дротяними ситами №№ 30, 36 і 40 та ситом для борошна 10 за швейцарською системою. Для збагачення крупок застосовують електромеханічну ситовійку з набором сит №№ 130, 150, 190 і 210 (ГОСТ 4403-91).

Перед розмелюванням від'єднують гнучкий трубопровід, що йде від третьої драної системи до першого розмелювального циклу. Потім перевіряють паралельність вальців і встановлюють робочий зазор: для другої драної системи – 0,15 мм, для третьої – 0,13 мм.

В очищеній пробі визначають вологість зерна. Якщо вона перевищує 13,5–14,0 %, зерно підсушують на повітрі або у лабораторній сушарці, не допускаючи

перегріву понад 50°C. Перед розмелом зерно зволожують, і вологість зерна, що надходить на першу драгу систему, повинна бути 17,0 %.

Для наважки зерна 2000 г і різної початкової вологості зерна необхідну кількість води для зволоження можна знайти за табл. 9 або обчислити за допомогою відповідних формул, що наведені в правилах розмелювання пшениці м'якої.

Таблиця 9

Кількість води, необхідної для холодного кондиціонування 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 зволожують у два етапи. Спочатку його рівномірно зволожують водою, перемішують і поміщають у банку, закривають кришкою, залишаючи на 24–30 годин для відволожування при кімнатній температурі. За 30 хвилин до розмелу зерно додатково зволожують на 0,5 %, додаючи 12 мл води (залишеної з початкової кількості) для доведення вологості до 17 %.

Крупку, що утворилася на драній системі, збирають у посудину, яка розміщується поруч з посудиною для висівок. Це дозволяє зручно розділяти продукти помелу для подальших аналізів або використання.

Отриману крупку розсіюють на ситовійці з наборами сит №№ 210, 190, 150 і 130. Прохід крізь сита №№ 150 і 130 об'єднують і повторно пропускають через вальці млина з тим самим робочим зазором. При цьому змінюють сита №№ 30 і 36 першої драної системи на сито для борошна № 10. Крупку, яку отримують після повторного розмелу, знову просівають на ситовійці. Проходи крізь сита №№ 210 і 190 об'єднують і використовують для подальших аналізів. Загальний вихід крупки в результаті цього процесу становить 50%.

Хід аналізу. Контроль за тонкістю помелу крупки здійснюється шляхом просівання 100 г крупки вищого сорту через сита №№ 140 і 260 або 27. Схід на ситі № 140 не повинен перевищувати 3%, а прохід крізь сито № 260 або 27 – не більше 12%. Крупку першого сорту (напівкрупку) пропускають через сита №№ 190 і 43. Схід на ситі № 190 не має перевищувати 3%, а прохід через сито № 43 – не більше 40% (згідно з ГОСТ 12307-66). Зольність крупки вищого сорту не повинна перевищувати 0,75%, а першого сорту – 1,1% (згідно з ГОСТ 12307-66).

Жито

Підготовка до аналізу. Вологість очищеного зерна жита визначають перед помелом. Якщо вона перевищує 13,5 %, зволоження не проводять. Якщо нижче 13,5 %, зерно зволожують на 0,5 % за 30 хвилин до розмелювання. Наважка зерна 1500 г.

Хід аналізу. Розмел жита здійснюють за аналогією з пшеницею. Навантаження на вальці – 3 кг/год, середній вихід борошна – 63 % із зольністю

до 0,75 %. Якщо вихід нижчий за 63 %, дрібні висівки просіюють крізь сито № 38 і отримане борошно додають. Потім борошно ретельно перемішують і використовують для аналізів.

1.7.Кількість та якість клейковини

Клейковина складається переважно з двох основних білків – гліадину та глютеніну. Гліадин відповідає за розтяжність тіста, а глютенін – за його пружність. Саме завдяки клейковині тісто утримує бульбашки газу, що утворюються під час ферментації, забезпечуючи гарну структуру та об'єм випічки.

Система для визначення кількості та якості клейковини Maxwell Pro Glutomaks (Туреччина). Кількість і якість клейковини є ключовими факторами, що впливають на властивості борошна та якість кінцевих продуктів – хліба, печива, крекерів і макаронів. Навіть за однакового вмісту білка та скловидності пшениця може відрізнитися за вмістом і характеристиками клейковини. Оцінюють її якість за показником «індекс клейковини», який відображає ступінь пошкодження зерна внаслідок погодних умов, впливу шкідників або неправильного сушіння. Представлене обладнання дозволяє проводити аналіз кількості і 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 включає:

- ✓ прилад для відмивання клейковини;
- ✓ центрифугу для визначення індексу клейковини;
- ✓ прилад для вимірювання вмісту сухої клейковини.

Вона дозволяє визначати:

- ✓ вміст сирої клейковини;
- ✓ індекс клейковини;

✓ вміст сухої клейковини.

Прилад Maxwell Pro Glutomaks (рис. 24) використовується для визначення кількості сирої клейковини у зразках пшениці та борошна. Після завантаження зразка всі операції виконуються автоматично, проте час замісу та промивання можна налаштувати вручну.

Прилад призначений для визначення кількості сирої клейковини у зразках пшениці та борошна відповідно до міжнародних стандартів (AACC 38-12, ICC 137/1, ISO 7495). Він дозволяє працювати одночасно з двома зразками завдяки наявності двох окремих каналів відмивки з індивідуальними водяними насосами. Оснащений 4.3" сенсорним екраном для зручного керування та має джерело живлення SMPS із захистом від змінної напруги.



Рис. 24. Прилад для відмивання клейковини Maxwell Pro Glutomaks

Прилад для визначення індексу клейковини Santrimaks (центрифуга).
Під час центрифугування відбувається видалення залишкової вологи з відмитої

клейковини. Завдяки відцентровим силам одна частина клейковини проходить через сітку касети, а інша залишається на її поверхні. Співвідношення цих частин дозволяє оцінити «силу» клейковини. Прилад здатний одночасно аналізувати два зразки, що дозволяє зекономити час і зменшити витрати на персонал (рис. 25).

Характеристики:

- ✓ застосовується для визначення міцності сирої клейковини;
- ✓ кольоровий сенсорний екран 4.3";
- ✓ швидкість роботи приладу – 6000 об./хв;
- ✓ замок дверей і датчики балансу гарантують безпеку оператора, зупиняючи прилад при відкритті дверей або порушенні роботи;



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

- ✓ програмне забезпечення Santrimaks дозволяє регулювати швидкість і тривалість роботи двигуна, відобразити температуру, визначити несправності, а також налаштувати час, дату та яскравість дисплею.

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



Рис. 26. Прилад для визначення вмісту сухої клейковини Drymaks

Характеристики приладу для визначення вмісту сухої клейковини:

- ✓ використовується для визначення сухої клейковини;
- ✓ вміст глютену визначається шляхом повного випаровування води з вологого зразка;
- ✓ можливість аналізу двох зразків одночасно;
- ✓ програма автоматичного нагрівання;
- ✓ цифровий таймер для контролю часу.

Реактиви: розчин хлористого натрію, дистильована вода, буферний розчин (рН 5,95). Для приготування розчину необхідно виконати наступні кроки: розчинити 200 г хлористого натрію (NaCl) у воді; додати 7,54 г монофосфату калію (KH_2PO_4); додати 2,46 г дисодиумфосфату дванадцятиводного ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \times 12\text{H}_2\text{O}$); довести об'єм розчину до 10 літрів дистильованою водою. Цей розчин використовують свіжовиготовленим.

Обладнання: Прилад «Glutomatic» (виробник «Falling Number», Швеція) оснащений такими характеристиками: вбудований дозатор розчину; камера для замішування та відмивання клейковини з електронним контролем, що автоматично виконує операції замішування і відмивання; центрифуга зі швидкістю обертання 6000 об/хв і запрограмованим часом відтискання клейковини – 1 хв; два центрифужні піддони з круглими отворами діаметром 500 мм; ваги з точністю до 0,01 г; ємність для розчину хлористого натрію, що розміщується на підставці для підтримки постійного тиску потоку під час відмивання; термометр з діапазоном вимірювань від 0 до 50°C. Це обладнання дозволяє автоматизувати процес визначення властивостей клейковини з високою точністю і ефективністю.

Хід аналізу. Клейковину відмивають паралельно в двох повтореннях. Для кожного визначення зважують 10 г борошна з точністю до 0,01 г, яке переносять у відмивальну камеру приладу. Перед цим сито камери попередньо змочують буферним розчином. Після кожного аналізу сито ретельно промивають під сильним струменем води. Якщо прилад використовується щодня, на ніч рекомендується поміщати сито в ферментативний розчин для кращого очищення.

Кількість 2% сольового розчину, що додається до замісу, контролюється дозуючим обладнанням приладу «Glutomatic». Зазвичай вона становить від 4,9 до 5,2 мл, але може змінюватися залежно від вмісту клейковини в борошні. Відмивну камеру з наважкою борошна та необхідною кількістю сольового розчину встановлюють у тримачі приладу. Після натискання кнопки «пуск» починається заміс, а через 20 секунд прилад автоматично перемикає процес на відмивання. Процес відмивання триває 300 секунд, витрачаючи 200–270 мл сольового розчину при температурі 22–24°C. Після завершення відмивання клейковину виймають пінцетом, ділять на дві частини і вставляють у центрифугу, де вони центрифугуються 60 секунд. Після зупинки центрифуги клейковину знімають і зважують з точністю до 0,01 г.

Опрацювання результатів. Вміст сирої клейковини (K) виражають у відсотках від маси наважки борошна, і обчислюється за такою формулою:

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

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

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

Вміст сирої клейковини, скорегований на вологість 14% (K_c), розраховують за формулою:

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

де: v – фактична вологість борошна, г.

Так, різниця між двома визначеннями вмісту клейковини, виконаними одночасно або в швидкій послідовності одним і тим самим аналітиком, може бути до 0,5 %. Це є припустимим за умови правильного дотримання методики та нормальних умов проведення аналізу. Важливо, щоб такі коливання не перевищували 0,5 % у більше ніж одному випадку з 20, що свідчить про стабільність і точність виконання процедури в межах прийнятної похибки.

За результат приймають середнє значення з двох повторних вимірювань. Якщо дані значно розрізняються, необхідно виконати третє визначення і прийняти середнє значення з усіх трьох результатів. Для перевірки достовірності результатів використовується різниця між найбільшим і найменшим значенням, яка не повинна перевищувати 1 %. Якщо ця умова не виконана, проводять додаткове визначення, і середній результат обчислюється з чотирьох вимірювань. Відтворюваність методу, яка визначається як різниця між результатами, отриманими двома операторами в різних лабораторіях на тому ж матеріалі, може бути не більше 2,5 % для сирої клейковини в одному випадку з 20 при правильному дотриманні методики.

Ручний метод

Обладнання: для визначення кількості сирої клейковини необхідне технічне обладнання, яке включає: ваги технічні з точністю до 0,1 г; термометр з діапазоном від 0 до 50°C; мірний циліндр об'ємом 25 мл; фарфорова ступка або

чашка з кришкою; бутель із тубусом; густе сито (капронове або шовкове); таз ємністю 2 л. Ці інструменти використовуються для точного вимірювання, розчинення та фільтрації, що забезпечує правильність процесу визначення кількості сирової клейковини в зразках.

Хід аналізу. Процес приготування проби борошна для визначення кількості сирової клейковини включає наступні етапи: 1) перемішування проби: борошно ретельно перемішують для рівномірного розподілу компонентів; 2) визначення наважки: висипають 25 г борошна з точністю до 0,1 г в фарфорову чашку або ступку; 3) додавання води: додають 13 мл проточної води температурою $18 \pm 2^\circ\text{C}$; 4) заміс тіста: за допомогою товчачика або шпателя замішують тісто до однорідної консистенції. Часточки тіста, що прилипли до інструментів, приєднують до загальної маси; 5) проминання та формування кульки: після замісу тісто проминають руками, скочують у кульку та кладуть у чашку; 6) залишення на 20 хвилин: прикривають чашку склом для запобігання обвітрювання і залишають тісто на 20 хвилин у спокої при температурі $18 \pm 2^\circ\text{C}$.

Процес відмивання клейковини від крохмалю та оболонок включає такі етапи: 1) підготовка води: відмивання проводять за допомогою проточної води температурою $18 \pm 2^\circ\text{C}$; 2) відмивання у воді: тісто замочують у воді, після чого розминають пальцями, щоб відокремити крохмаль і часточки оболонок, при цьому намагаються не відривати частки клейковини; 3) заміна води: проточну воду змінюють по мірі накопичення в ній крохмалю і оболонок. Кожного разу воду проціджують через густе сито для уловлювання дрібних часток клейковини, які можуть відриватись; 4) збір відмитих часток клейковини: частки, що залишились на ситі, збирають і приєднують до загальної маси клейковини.

Після того як більшу частину крохмалю відмито і клейковина починає ставати більш в'язкою і пружною, розминання і промивання виконують енергійніше для подальшого очищення. Процес триває до того моменту, поки оболонки не будуть повністю відмиті, і вода, що стікає при відтискуванні клейковини, стане прозорою без каламуті. Це свідчить про те, що всі сторонні компоненти, такі як оболонки і залишки крохмалю, були видалені, і клейковина

готова до подальшого аналізу або використання. Для перевірки повного відмивання клейковини використовують такі методи:

1. У чисту воду, налиту в добре вимиту склянку, витискають 2–3 краплі води з відмитої клейковини. Якщо вода залишається прозорою (без помутніння), це вказує на те, що крохмаль був повністю видалений з клейковини.

2. До краплини води, витиснутої з відмитої клейковини, додають краплю розчину йоду в йодистому калії. Якщо відсутнє синє забарвлення, це підтверджує, що крохмаль повністю відмитий, оскільки йод не вступає в реакцію з відсутнім крохмалем.

Ці методи дають змогу точно оцінити чистоту клейковини після процесу відмивання.

Відмиту клейковину ретельно стискають між долонями, витираючи їх час від часу сухим рушником, поки вона не почне злегка прилипати до рук. Після цього відтиснуту клейковину зважують на технічних вагах з точністю до 0,1 г. Потім клейковину ще раз промивають під струменем води протягом 5 хвилин, знову відтискають і знову зважують. Якщо різниця між двома зважуваннями не перевищує 0,1 г, відмивання вважається завершеним.

Опрацювання результатів. Кількість клейковини в борошні виражають у відсотках до наважки 25 г, для чого масу клейковини після зважування множать на 4 (оскільки 25 г – це 1/4 від 100 г). Таким чином, отриманий результат дозволяє визначити вміст клейковини на 100 г борошна.

Норма допустимого відхилення для контрольних та арбітражних визначень кількості клейковини складає $\pm 2\%$. Отриману клейковину також характеризують за її забарвленням (визначають візуально перед зважуванням як «світла», «сіра», «темна») та індексом деформації. Індекс деформації визначають за допомогою приладу для вимірювання індексу деформації клейковини «ВДК-1». Це дозволяє отримати більш точну оцінку властивостей клейковини.

Визначення вмісту клейковини в зерні пшениці і тритикале.
Обладнання: технічні ваги I чи II класу (для точного вимірювання маси); лабораторний млин, що забезпечує необхідну крупність помелу; дротяне сито №

067 по ГОСТ 3826-82 для просіювання матеріалів; шовкове сито № 38 за ГОСТ 4403-91 або відповідне капронове сито № 43 для відділення часток; термометр від 0 до 50°C (для контролю температури води при відмиванні клейковини); мірний циліндр на 25 мл для вимірювання рідких компонентів; фарфорова ступка або чашка з кришкою для замісу і відмивання клейковини; шпатель для роботи з тістом та клейковиною; густе сито (капронове або шовкове) для очищення від залишкових часток; бутель із тубусом для зберігання розчинів; таз ємністю 2 л для промивання та обробки зразків.

Підготовка до аналізу. Процедура підготовки зерна до аналізу полягає в наступному: 1) вибір наважки: для подальшого аналізу беруть наважку очищеного зерна масою 30–50 г, попередньо очищеного від сміттєвих домішок; 2) розмел зерна: на лабораторному млині розмелюють зерно до досягнення необхідних характеристик: залишок на дротяному ситі № 067 не повинен перевищувати 2 %. Прохід через шовкове сито № 38 (або еквівалентне капронове) повинен становити не менше 40 %; 3) перевірка результатів: якщо залишок на ситі № 067 перевищує 2 %, або прохід через шовкове сито № 38 менший за 40 %, необхідно додатково перемолоти продукти, що залишилися на цих ситах. Просіювання повинно тривати не менше 1 хвилини, щоб забезпечити точність результатів. Це забезпечує правильну крупність помелу та відповідність стандартам для подальшого аналізу.

Для очищення шовкових (капронових) сит під час просіювання використовують гумові кільця (4–5 шт.) діаметром близько 1 см і завтовшки 0,3 см, які поміщають на сито. Це допомагає уникнути забивання сита та забезпечити рівномірне просіювання. Якщо вологість зерна перевищує 18 %, перед помелом необхідно підсушити наважку до вологості не більше ніж 18 %. Це можна зробити при кімнатній температурі або використовуючи термостат, встановлений на температуру не вище 50°C, щоб зберегти якість зерна та його подальшу обробку.

Розмелене зерно перемішують і виділяють наважку 25 г або більше для забезпечення виходу сирової клейковини не менше 4 г.

Хід аналізу. Шрот помішають у фарфорову чашку або ступку і заливають водою для замішування.

Кількість води для замісу тіста залежить від маси наважки борошна, зазвичай на 25 г додають 14 мл води:

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

Тісто замішують шпателем до однорідності, після чого приєднують частки, що прилипли до шпателя чи ступки, і ретельно проминають руками.

Тісто, скачане в кульку, залишають на 20 хвилин під кришкою. Потім розпочинають відмивання клейковини під слабким струменем води через густе сито, спочатку обережно, щоб не втратити шматочки клейковини, а після відмивання більшої частини крохмалю та оболонки – енергійніше. Всі випадково відірвані шматочки клейковини збирають і додають до загальної маси.

За відсутності водогону клейковину відмивають в тазу або чашці. Для цього наливають близько 2 л води, опускають тісто і розминають його руками для відмивання крохмалю та часток оболонки. Коли вода накопичує крохмаль і часточки оболонки, її змінюють, проціджуючи через густе шовкове або капронове сито.

Для зерна пшениці низької якості (ураженого клопом-черепашкою, морозобійного, пророслого тощо) відмивання проводять повільно, спочатку в тазі. Процес триває до повного видалення оболонки і отримання прозорої води. Якщо клейковина не відмивається, її характеризують як «невідмивана».

Відмиту клейковину стискають між долонями, періодично витираючи руки сухим рушником. Процес повторюють кілька разів, вивертаючи клейковину, поки вона злегка не почне приставати до рук. Після цього її зважують, промивають 2–3 хвилини, знову відтискають і повторно зважують.

Якщо різниця між двома зважуваннями становить не більше $\pm 0,1$ г, відмивання клейковини вважається завершеним.

Опрацювання результатів. Вміст сирієї клейковини визначають у відсотках до маси подрібненого зерна (шроту). За контрольних та арбітражних аналізів результати вважають достовірними, якщо розбіжність між отриманими значеннями не перевищує $\pm 2\%$. У разі перевищення цього показника необхідно повторити аналіз для уточнення результатів.

Для визначення вмісту та якості клейковини використовують проточну воду з температурою $18 \pm 2^\circ\text{C}$. Наважку зважують із точністю до 0,1 г. Результати записують із точністю до 1 % та заокруглюють за стандартним правилом: якщо наступна цифра 5 або більше, попередню збільшують на 1; якщо менше 5 – відкидають.

Визначення якості клейковини на «ВДК-1». Підготовка проби. Із відмитої та зваженої клейковини відбирають наважку 4 г. З неї, за допомогою 3-4 рухів пальцями, формують кульку, яку кладуть на 15 хв. в чашку або ступку з водою при температурі $18 \pm 2^\circ\text{C}$. Після цього приступають до визначення пружних властивостей клейковини. Якщо клейковина кришиться, є губчастою, легко рветься, і не формується кулька за 3-4 рухи пальцями, то вона відноситься до III групи без подальшого визначення її якості за допомогою приладу.

Якщо відмитої клейковини менше ніж 4 г, потрібно збільшити наважку борошна та повторно відмити клейковину.

Хід аналізу. Для визначення якості сирієї клейковини на приладі «ВДК-1» (рис. 27) на центр столика кладуть наважку клейковини. Важливо, щоб клейковина не була перебіта. Потім на неї встановлюється деформуюче грузило (пуансона), яке вільно опускається. Через 30 секунд переміщення грузила автоматично зупиняється, і показники приладу фіксуються. Після цього вантаж повертається у вихідне положення, і досліджену клейковину знімають зі столика приладу..



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

Опрацювання результатів. В залежності від отриманих показників, виражених в умовних одиницях, клейковину відносять до групи якості (табл. 10).

Показники приладу записуються з точністю до однієї позначки шкали, що дорівнює 5 умовних одиниць. Якщо значення знаходиться на половині шкали або більше, його округлюють до цілої позначки. Показники, які відносяться до половини шкали або менше, відкидаються. При контрольних та арбітражних аналізах допускається відхилення ± 5 одиниць шкали. Якщо результати аналізу не виходять за межі дозволеного відхилення, аналіз вважається правильним.

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

Вимірювач деформації клейковини ВДК-М (рис. 28) є сучасним приладом, що використовується для визначення групи якості клейковини пшениці та пшеничного борошна. Він дозволяє оцінити здатність клейковини опиратися деформуючому навантаженню нормованої величини. Цей прилад застосовується в органах хлібних інспекцій, лабораторіях хлібоприймальних пунктів,

елеваторів, млинів, хлібозаводів та інших підприємствах харчової промисловості.



Рис. 28. Вимірювач деформації клейковини ІДК-М

Технічні характеристики вимірювача ВДК-М: діапазон ІДК: 0–150 умовних одиниць; похибка вимірювань: ± 2 умовні одиниці; навантаження: 120 г; час спрацювання сигналу: 30 ± 2 с; живлення: батарея "Крона" (1 рік роботи); розміри: 160 x 85 x 60 мм; вага: до 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

Після розробки приладу почалися технічні випробування на лабораторіях елеваторів та хлібопекарських підприємств для виявлення й усунення недоліків. Це дозволило створити конкурентоспроможний продукт з відмінним функціоналом за доступну ціну. Враховуючи побажання фахівців хлібопекарської галузі, вдосконалено технічне забезпечення та конструкцію обладнання. Це вдосконалення за допомогою сенсора, який зчитує рух руки, виключає контакт з "брудними" руками, знижуючи ризик забруднення приладу. Такий підхід підвищує точність вимірювань і полегшує роботу лаборантів, особливо в періоди високої активності.

Технічні характеристики ВДК-VL: межі вимірювання ІДК: 0 до 150,7 у.од.; похибка вимірювань: $\pm 0,035$ мм ($\pm 0,5$ у.од.); температурний діапазон: (+10 до +35 °С); хід вантажу: 20 мм; вага: 3,5 кг; автокалібрування: так; звуковий супровід: так.

1.8. Визначення фізичних властивостей тіста на фаринографі Брабендера

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

точках), валориметр (прилад для визначення фізико-хімічних властивостей борошна).



Рис. 30. Фаринограф Брабендера

Фаринограф включає динамометр, систему важелів, ваги, вимірювальний пристрій (вагову голівку), механічний самописець, масляний демпфер, тістомісилку та переливну бюретку з наливним пристосуванням. Всі рухомі частини вимірювальної системи повинні бути чутливими, оскільки фаринограф використовується для замісу тесту в невеликих кількостях. Вимірювальна система має перемикачі меж вимірювання: мала межа (0–200, 0–400) і велика межа (0–500, 0–1000). Це дозволяє отримати точні показники силових ефектів під час замісу.

Межі вимірювань у фаринографі регулюються за допомогою перемикача, який знаходиться на фронтальній плиті під самописцем. Для зміни меж витягують голівку і повертають перемикач вліво чи вправо до зчеплення. Вибір меж залежить від розташування ножових опор. Якщо верхній і нижній вагові важелі з'єднані вище опорної підвіски, межі вимірювань складають 0–1000 (велика межа) та 0–400 (мала межа). Якщо з'єднання важелів відбувається біля

передньої ножової опори, межі скорочуються на 50%: 0–500 для великої межі і 0–200 для малої.

Тістомісилка для замісу 50 г борошна (рис. 31) виготовлена з нержавіючої сталі і має подвійні стінки, які дозволяють підтримувати постійну температуру 30°C за рахунок циркулюючої підігрітої води від планетарного термостату.

Для досягнення точних і відтворюваних результатів вимірювань необхідно ретельно очищувати тістомісилку після кожного використання. Дія демпфера регулюється за допомогою гайки з накаткою: поворот праворуч збільшує гасіння, а ліворуч зменшує. Механічний лінійний самописець працює при швидкості руху паперу 10 мм за 1 хвилину. Перемикач для вмикання та вимикання паперу розташований над корпусом самописця.



Рис. 31. Тістомісилка ТЛ-2

Рух паперу в механічному самописці активується одночасно з включенням динамометра. Для мінімізації тертя пера об папір, показчик і перо повинні бути точно відтаровані. Переливна бюретка використовується для дозування

дистильованої води і має бути чистою, без залишків жиру, із здатністю до повного зливу води. Для аналізу 50 г борошна використовують бюретку об'ємом 37,5 мл, з часом стікання води 18–22 секунди. Перемикач обслуговування на фронтальній плиті фаринографа дозволяє налаштувати швидкість роботи тістомісилки. У положенні 1 швидкість становить 31,5 об/хв, а в положенні 2 – 63 об/хв. Нормальна швидкість для отримання фаринограми – 63 об/хв.

Фаринограф вмикається шляхом одночасного натискання двома руками на обидві пускові клавіші, що забезпечує безпечність під час роботи. Цей захисний механізм виключає можливість зіткнення рук з рухомими лопатями тістомісилки, коли кришка відкрита або корпус знятий, що значно підвищує безпеку під час очищення пристрою.

Фаринограф обладнаний сигнальним годинником, який використовується для контролю часу замісу та інших етапів вимірювання. Це дозволяє лаборанту точно дотримуватися необхідного часу, що забезпечує правильність та точність отриманих результатів.

Підготовка приладу до роботи. Перед використанням фаринографа необхідно встановити правильну температуру приміщення (22–24°C) та забезпечити, щоб всі налаштування приладу були точними. Перевіряється, що стрілка динамометра та перо самописця показують «0», коли фаринограф вимкнений і місилка не підключена. Нульова позначка на динамометрі регулюється за допомогою гвинта, розташованого на корпусі приладу. При підключенні тістомісилки, за закритої кришки, лопаті рухаються тільки при натисканні двома руками на пускові клавіші. Після цього фаринограф увімкнено, і стрілка повинна показувати не більше 20 одиниць на шкалі за 50-грамової місилки. Якщо відхилення більше 20 одиниць, необхідно очистити місилку і перевірити налаштування знову. Нульова позначка перевіряється після підключення місилки та здійснюється юстирування для точної зупинки на «0». Демпфер налаштовується так, щоб стрілка рухалася з 1000 до 100 одиниць за одну секунду. Тістомісилка та дистильована вода повинні бути доведені до температури 30°C за допомогою термостату перед використанням.

Для проведення дослідження на фаринографі необхідно дотримуватися таких умов: проби борошна повинні мати температуру близьку до кімнатної, не менше 18°C; визначають вологість борошна, оскільки різна вологість впливає на водопоглинення; для дослідження використовують дистильовану воду, яку доводять до 30°C за допомогою термостату; потім воду нагнітають у бюретку через наливне пристосування, щоб забезпечити її постійний та рівномірний витік у передній правий кут тістомісилки; важливо, щоб отвори в кришці місилки мали видовжену форму, що дозволяє обережно очищати стінки від залишків тіста без пошкодження лопатей.

Зняття фаринограми. Фаринограф реєструє утворення тіста під постійним навантаженням, створюючи безперервну криву на діаграмному папері. Крива відображає водопоглинання борошна, його здатність до набрякання та консистенцію тіста. Це допомагає оцінити якість борошна. Кількість води, необхідна для отримання тіста з консистенцією 500 о. ф., визначають за титрувальною кривою на фаринографі, що реєструє утворення тіста під постійним механічним навантаженням. Для цього: потрібно насипати 50 г борошна з вологістю 14 % у місилку, що розігріта до 30°C; якщо вологість борошна відрізняється від 14 %, наважку борошна (А) необхідно скоригувати, використовуючи таблицю (табл. 11) або за допомогою розрахунку. Формула для розрахунку наважки борошна з іншою вологістю:

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

де: a – фактична вологість борошна, %.

Бюретку заповнюють дистильованою водою і вмикають фаринограф. Потім швидко доливають воду до досягнення консистенції тіста 500 о. ф. Кількість використаної води вимірюють за допомогою бюретки та записують її в мілілітрах або у відсотках. Відхилення від консистенції 500 о. ф. не повинно перевищувати 20 одиниць, що відповідає приблизно 0,5 % води. Якщо відхилення більше, титрувальну криву слід повторити для точності результату.

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 ретельно очищують. Рекомендується додати трохи борошна та замісити більш круте тісто, яке легко відокремлюється від стінок місилки та лопатей, що полегшує очищення.

В очищену тістомісилку знову засипають 50 г досліджуваного борошна, вмикають прилад і одразу додають воду в кількості, встановленій за титрувальною кривою. Для ізоляції тіста від впливу зовнішніх факторів (температури приміщення та вологості повітря) тістомісилку закривають прозорою кришкою з плексигласу. Процес замішування триває певний час, після чого починається спад кривої. Через 12 хвилин після цього фаринограф вимикають. Отримана фаринограма є графічним відображенням властивостей тіста і використовується для аналізу характеристик досліджуваної проби борошна (рис. 32).

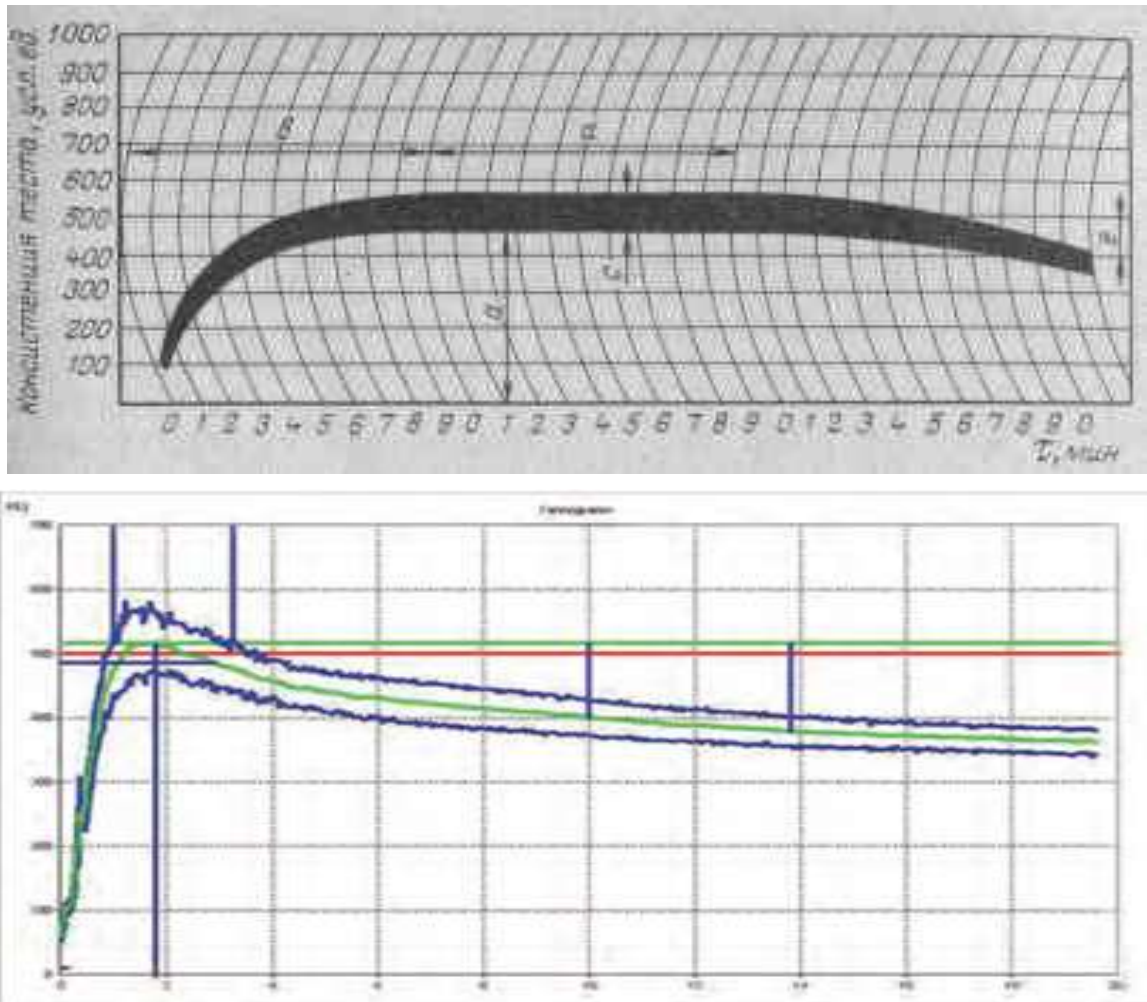


Рис. 32. Схема фаринограми тіста

Якщо середина фаринограми під час утворення тіста відхиляється від лінії 500 о. ф. більше ніж на ± 20 о. ф., дослід повторюють, скоригувавши кількість доданої води.

Розшифровка фаринограми. З метою оцінки якості борошна визначають показник *ВПЗ* (водопоглинаючу здатність, %) для борошна 14 % вологості за 50 г наважкою за розрахунковою 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.

Фаринограма дозволяє оцінити фізичні властивості тіста, а її площа є основним узагальнюючим показником. Для її визначення застосовують валориметр, який вимірює «силу» пшениці. Значення валориметра варіюються в межах 20–100 одиниць. Максимальне значення (100 о. вал.) характерне для сильної пшениці, борошно якої формує тісто з високою стійкістю до замішування. Низькі показники свідчать про слабку пшеницю, тісто з якої легко розріджується. Таким чином, розмір площі фаринограми та показники валориметра є ключовими характеристиками якості пшеничного борошна.

Порядок роботи з валориметром. Фаринограму розміщують під жовтий целофан, де її початок встановлюють на нуль шкали валориметра. Середина фаринограми в найвищій точці повинна збігатися з верхнім краєм целофану, що відповідає консистенції 500 одиниць. Якщо є відхилення, фаринограму коригують, але не більше ніж на 20 одиниць. Після цього закривають кришку валориметра і переміщують покажчик до місця початку падіння кривої. Показники валориметра відображають фізичні властивості борошна, зокрема його здатність до набухання. Високі показники (100 одиниць) характеризують сильне борошно, низькі — слабок.

Через точку, де правий бік движка пересікає середину фаринограми, на валориметрі проводиться лінія, яка показує значення показника валориметра. Це

значення можна прочитати знизу шкали валориметра і виражене воно в одиницях валориметра (о. вал.). Цей показник є важливим для характеристики фізичних властивостей борошна, зокрема його здатності до набрякання під час замісу тіста.

Догляд за приладом:

Очищення бюретки. Для очищення бюретки рекомендується використовувати хромову суміш. Для її приготування 100 г хромової кислоти розчиняють у 1 л концентрованої сірчаної кислоти. Бюретку заповнюють цією сумішшю і залишають на ніч. Вранці суміш зливають у скляну посудину, а саму бюретку кілька разів промивають дистильованою водою. Кран бюретки виймають, ретельно витирають фільтрувальним папером і змащують тонким шаром вазеліну. Після цього бюретка готова до подальшого використання.

Самописець. Для налаштування самописця, гвинтом з накаткою встановлюють кінець пера точно на нульову позначку. Якщо перо викреслює дугу, що не збігається з лінією часу на діаграмному папері, потрібно скоригувати положення самописця. Для цього послаблюють чотири гвинти на тильному боці самописця, коригують його положення та закріплюють гвинти. Капілярне перо має постійно торкатися паперу, тому від жирного нальоту його очищають спиртом.

Заміна масла у приладі. Для зміни масла в механізмі приладу, який працює щоденно, потрібно виконати такі кроки: 1. Від'єднати прилад від електромережі і відкрити задню стінку. 2. Зняти шайбу-самоклейку на корпусі динамометра. 3. За допомогою спеціальної викрутки вигвинтити верхній замковий гвинт механізму. 4. Поставити ванночку для збору відпрацьованого масла під прилад. 5. Через виріз в опорній плиті спочатку вигвинтити боковий гвинт механізму, потім нижній ніпельний гвинт. 6. Дочекатися, поки старе мастило вилиється повністю, і закріпити нижній спусковий гвинт. 7. Нове масло (350 см³ машинного масла типу «Shell Dentax 90») заливають через воронку через верхній отвір до появи масла в боковому отворі. 8. Загвинтити верхній та

боковий гвинти, повернути шайбу на місце. 9. Закрити задню стінку і вмикати прилад у електромережу. Цей процес рекомендується проводити раз на рік.

Заповнення демпфера мастилом. Процес заповнення демпфера мастилом включає наступні етапи: відкрутити гвинт, який утримує поршневий шатун біля верхнього важеля; поворотом ліворуч відкрутити кришку демпфера; видалити поршень із шатуном з циліндра; залити мастило в циліндр; поршень повільно і точно вводити вертикально в циліндр, щоб уникнути проливання мастила; після цього скріпити поршневий шатун з верхнім важелем за допомогою гвинта; накрити демпферну кришку. Це дозволяє правильно заповнити демпфер і забезпечити його належну роботу.

1.9. Визначення фізичних властивостей тіста на альвеографі Шопена

Альвеограф Шопена (рис. 33) – це прилад, що використовується для визначення фізичних властивостей тіста. Він працює шляхом вимірювання опору тісту під час нагнітання повітря в процесі розтягування його в бульбашку до моменту розриву. Показники, отримані за допомогою цього приладу, дозволяють оцінити якість борошна та його здатність утворювати тісто з певними механічними властивостями, що важливо для хлібопекарського виробництва.



Рис. 33. Альвеограф Шопена

Обладнання: альвеограф Шопена складається з трьох основних частин: тістомісилка – використовується для підготовки тіста перед випробуванням; власне альвеограф – пристрій, що формує тістовий млинчик і нагнітає в нього повітря; реєструючий манометр – фіксує опір тіста під час його розтягування у вигляді графічної кривої. Додаткове обладнання: сушильна шафа для визначення вологості, секундомір, ваги, термометр, планіметр, градуйований циліндр, сигнальний годинник. В експерименті використовують хлористий натрій та дистильовану воду.

Тістомісилка альвеографа Шопена складається з: приймача зі зйомною кришкою для завантаження інгредієнтів; змішувача, який забезпечує рівномірне перемішування тіста; ттворю для випресовування тіста, що дозволяє формувати тістові млинчики. У моделі 1980 року передбачена зйомна ліва бічна стінка, яка значно полегшує очищення обладнання та його технічне обслуговування.

Для забезпечення стабільної температури під час роботи тістомісилки в її нижній частині розташований електронагрівальний елемент. Якщо температура повітря перевищує 25°C, для охолодження передбачені дві насадки для циркуляції холодної води. Нормальна робоча температура місилки становить 24°C.

У редуктор заливають 100 мл в'язкої олії для змащення. Місильні лопаті працюють із нормальною швидкістю 60 об/хв. Центральний столик альвеографа оснащений затискною муфтою, трьома спрямовуючими штифтами та трьома упорами заввишки 2,5 мм, що обмежують товщину проби тіста. У центрі столика є отвір для надходження повітря, закритий рухомим стрижнем. Під отвором розташована повітряна камера, з'єднана: праворуч – з градуйованою посудиною через повітропровід, ліворуч – з водяним манометром реєструючого приладу через кран і гумову трубку.

На столик нагвинчують диск із центральним отвором Ø 55 мм, який закривається зйомною кришкою та гвинтовим тримачем. Система сполучених посудин включає: градуйовану посудину, переносну склянку для води.

Верхній кінець градуйованої посудини з'єднаний із повітряною камерою, а нижній – через регулювальний штифт і насадку – із переносною склянкою. Вода надходить у градуйовану посудину зі швидкістю 23 с до поділки "25". Перед кожною серією досліджень перевіряють швидкість заповнення. У корпусі альвеографа є шафочки для відлежування тіста з 5 полицками для пластин із пробами.

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

Барaban самописця працює через редуктор синхронного двигуна, який автоматично вмикається при встановленні розподільчого вала альвеографа у положення «3». Нормальна тривалість повного оберту барабана – 55 або 60 секунд.

Реєструючий водяний манометр працює за гідравлічним принципом: під тиском повітря рівень води змінюється, що змушує поплавок з пером записувати альвеограму на обертовому барабані. Обслуговування: трубку манометра регулярно чистять йоржиком; перо очищують водою або спиртом; роботу приладу перевіряють щотижня.

Регулювання температури альвеографа та місилки. Місилка: 24°C. Альвеограф: 25°C. Якщо температура: нижче 25°C – повернути ручку реостату за стрілкою; вище 25°C – повернути у зворотному напрямку. Індикатор – неонове світло сигналізує про вимкнення нагріву. Важливо: при роботі місилки температура може підвищуватися – її слід повертати до 24°C; аналізи проводять за температури в кімнаті 18–22°C; уникати прямих сонячних променів.

Перевірка герметичності альвеографа: відключити манометр: зняти втулку і гумову трубку патрубка крана; повернути рукоятку крана до верхнього положення; встановити переносну склянку на рівень; повернути центральний ключ у положення «3». Перевірка герметичності: закрити центральний отвір столика великим пальцем правої руки, змоченим в олії; закрити отвір патрубка

крана вказівним пальцем лівої руки. За таких умов рівень води має залишатися стабільним або незначно підвищитись.

Регулювання швидкості підйому води. Встановіть центральний ключ у положення «2». За знятої втулки поставте посудину з водою на рівень. Переведіть ключ у положення «3» та одночасно включіть секундомір. Коли рівень води у градуйованій посудині досягне відмітки 25, вимкніть секундомір. Тривалість заповнення повинна становити 23 с. Для регулювання швидкості підйому води: якщо потрібно знизити швидкість, завертають гвинт; якщо потрібно підвищити швидкість, відвертають гвинт.

Перевірка манометра самописця. Коефіцієнт K для множення висоти підйому пера манометра дорівнює 1,1, це постійна величина, але перевірка манометра є необхідною. Перевірка плавучості поплавка манометра: перевіряють, чи правильно поплавок тримається на поверхні води та його реакцію на зміну рівня у центральній трубці. Для цього: знімають гумову трубку з патрубку крана альвеографа; дують кілька разів у трубку і клацають по цоколю манометра (двічі-тричі), щоб привести в коливальний рух поплавок самописця; перевіряють, чи повертається перо у вихідне положення. Для зручності можна злегка повернути барабан самописця. Якщо нульове положення пера не зберігається: використовують бічний гвинт, який з'єднаний з основою посудини, щоб відрегулювати нульове положення пера.

За нормальних умов роботи повний оберт барабана самописця здійснюється за 35 секунд від одного упору до іншого. Важливо дотримуватись постійної швидкості обертання барабана, оскільки ця швидкість, разом із швидкістю заповнення градуйованої посудини водою, впливає на форму альвеограми. Якщо температура довкілля знижується, наприклад, взимку, час обертання барабана може збільшитися. У таких випадках розігрівають двигун, даючи йому попрацювати вхолосту 2 хвилини перед кожною серією досліджень, щоб забезпечити стабільність роботи приладу та точність результатів.

Додаткові важливі моменти для забезпечення правильної роботи приладу та точності результатів:

1. Шар олії на пробах. Потрібно, щоб досліджувані проби були вкриті шаром олії, коли їх виймають з місилки та роздувають бульбашку. Це важливо, щоб млинчики тіста не прилипали та не висихали. Кількість олії повинна відповідати інструкціям, зазначеним у робочих документах. Надлишок олії може призвести до засмічення механізму альвеографа, що вимагатиме капітального ремонту. Для цього використовують лише чисту горіхову або вазелінову олію.

2. Товщина млинчиків тіста. Товщина млинчиків під час аналізів залежить від товщини упорів на пресі. Засмічення кільця на пластині чи упорів, неповне стикання верхньої втулки з основою преса, зношування частин преса чи упорів можуть змінити товщину млинчиків, що негативно вплине на результати аналізу. Треба, щоб нижня частина преса та кільце утворювали гладку поверхню.

3. Безпека та очищення тістомісилки. Для безпеки тістомісилку треба відключити від валу двигуна під час очищення. Отвір для випресовування тіста також слід ретельно очищати. Місильний механізм виймають для очищення щодня. Кулькові підшипники змащують щомісяця.

Хід аналізу. Підготовка проби: перед початком аналізу потрібно перемішати пробу борошна для рівномірного розподілу вологості та інших характеристик; потім визначають вологість борошна. Приготування сольового розчину: готують 2,5% розчин NaCl (хлористого натрію) у дистильованій воді; для цього зважують 25 г хлористого натрію або дрібної кухонної солі, висипають у мірну колбу та доливають водою до об'єму 1000 мл. Перевірка температури: температура місилки має бути 24°C, а температура альвеографа – $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$, що підтримується автоматично; температура борошна та сольового розчину повинна бути $20 \pm 5^\circ\text{C}$ (згідно з табл. 12 для відповідних умов).

Наступним кроком є вимірювання борошна та сольового розчину: зважують $250 \pm 0,5$ г борошна; відміряють об'єм сольового розчину відповідно до вологості борошна, визначеній за табл. 12 або безпосередньо за відсотком вологості, використовуючи градуйовку на бюретці. Підготовка місилки: висипають борошно в місилку та закривають кришку, закріпивши її двома болтами; з'єднують місилку з редуктором, вмикають двигун і секундомір.

Вливання сольового розчину: через отвір у кришці вливають відповідну кількість сольового розчину за приблизно 20 с. Перша хвилина замісу: через 1 хвилину вимикають двигун, знімають кришку і видаляють борошно, що прилипло до кришки або кутів місилки; це дозволяє забезпечити рівномірне перемішування борошна з водою (на цю операцію та на встановлення кришки відводять 1 хв). Друга хвилина замісу: через 2 хвилини вмикають двигун знову і замішують тісто впродовж 6 хв. Завершення замісу: на кінець 8-ої хвилини заміс припиняють і починають випресовувати тісто. Підготовка до випресовування: встановлюють дві вальцеві рамки; виймають 5 пластинок з шафочки альвеографа й кожену змащують подвійною дозою олії, як і скляну пластину; однією дозою олії змащують приймальну пластину для випресовування. Випресовування тіста: піднявши гвинт заслінки тістомісилки в 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

1	2	3	4	5	6
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
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

Зміна обертів місильного механізму: після початку випресовування оберти місильного механізму змінюють, щоб тісто виштовхувалося у вигляді смужки. Видалення першої частини тіста: перші 2 см тіста відрізають і відкидають, щоб уникнути потенційного забруднення чи нерівномірності. Випресовування продовжується: коли тісто доходить до відрізів на приймальній пластині, його швидко відрізають ножом, після чого знімають пластанку. Переміщення на скляну пластину: тісто з пластанки переміщують на скляну пластину вальцевої рамки, попередньо змащену олією. Приймальну пластину змащують олією і встановлюють назад на своє місце. Випресовування всіх проб: процес випресовування триває, поки не буде завершено п'ять шматочків тіста. Всі п'ять проб випресовуються без вимикання двигуна, при цьому приймальна пластинка продовжує поновлювати своє місце після кожного шматка тіста. Розміщення

проб: перші чотири проби розташовують по дві на двох рамках, орієнтуючи напрямком випресовування по довгій осі вальцевої рамки; п'яту пробу залишають на приймальній пластині. Вимкнення двигуна: після випресовування всіх п'яти проб, двигун вимикають.

Якщо після виходу з місилки тісто завертається догори, слід виконати наступні кроки: потрібно почекати, поки смужка тіста не просунеться на половину свого шляху через отвір для випресовування. Обробка смужки: коли тісто на половині шляху, взяти його за край і обережно витягнути в напрямку до приймальної платівки.

Після того, як млинці тіста вирізані та розташовані для відлежування, слід виконати наступні дії. Розкачування проб: кожен з 5 проб тіста (2 + 2 + 1) розкачують за допомогою вальця, попередньо змащеного олією. Це роблять 6 рухів уперед і 6 рухів назад для рівномірного розкачування. Вирізання млинців: за допомогою круглого ножа одним рухом вирізають млинці тіста. Потрібно бути обережним, щоб млинець не прилипав до ножа. Якщо це трапляється, його звільняють легким ударом по столу. Переміщення на пластину: млинці, вирізані ножом, підносять до пластини із розстойної шафки і акуратно кладуть на неї. Прилипання млинців: якщо млинець прилипає до скла вальцевої рамки, піднімають млинець і під нього пропускають пластину, щоб не пошкодити тісто. Розташування в розстойній камері: кожен млинець негайно кладуть в розстойну камеру альвеографа (температура 25°C) для відлежування. Порядок розташування млинців: перший млинець кладуть угорі, наступні — у порядку випресовування. Чищення та налаштування: Поки млинці відлежуються в шафці, очищають місилку, наносять нульову лінію на бланк альвеограми і перевіряють рухомість пера-поплавка та його нульову позначку для подальших досліджень.

Підготувати альвеограф: встановити центральний ключ у положення «1», відгвинтити диск столика і змастити його. Вийняти млинець з шафки і покласти на столик. Повернути диск, щоб відмітки співпали, і стиснути млинець до висоти упору. Відгвинтити тримач і зняти кришку, відкривши центральну частину. Повернути ключ у положення «2», щоб відкрити отвір столика. Стискати гумову

грушу і перевести ручку крана вгору. Млинчик відклеюється від столика, перо манометра піднімається. Поставити склянку з водою на штатив, повернути ключ у положення «3». Млинчик розтягується в бульбашку через підвищення тиску.

У цей час перо креслить криву зміни тиску водяного стовпчика – альвеограму (рис. 34). Під час розтягування бульбашки тіста уважно стежать за процесом. Як тільки відбувається розрив (зазвичай точковий), швидко повертають центральний ключ у положення «4». Це зупиняє наповнення посудини водою та обертання барабана самописця. Знімають склянку з водою зі штативу й ставлять її на стіл. Центральний ключ повертають у положення «1» для того, щоб вода з градуйованої посудини повернулась у переносну склянку. Відгвинчують диск столика і виймають тісто, потім закривають отвір зйомною кришкою і закріплюють тримачем. Повторюють ці ж дії для наступних 4 млинчиків. В результаті отримують 5 альвеограм для тієї ж проби. Якщо розрив бульбашки відбувається ненормально (наприклад, не точковий), таку криву не враховують у результатах.

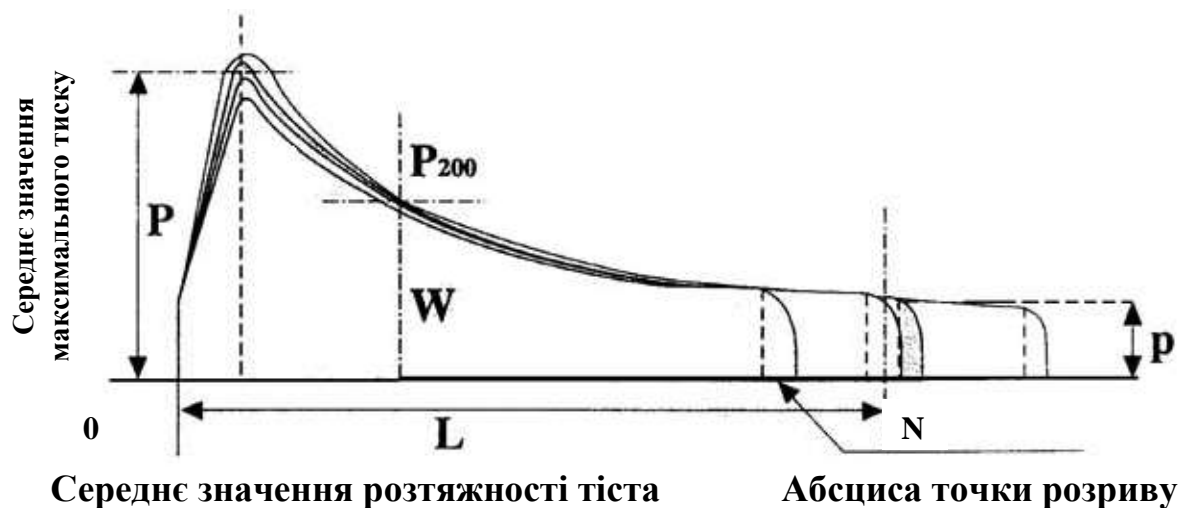


Рис. 34. Альвеограма та її елементи

Розтяжність тіста L вимірюється в міліметрах (мм) за допомогою середньої лінії альвеограми. Це відстань, яку вимірюють від початку кривої (початкової точки тиску) до точки розриву бульбашки тіста. Точку розриву бульбашки, позначену як N , отримують шляхом відкладання середньої відстані між нулем і кінцем кожної кривої.

Відношення пружності тіста до його розтяжності P/L є важливим показником, що характеризує міру збалансованості між двома основними фізичними властивостями тіст.

Індекс розширення G є важливим показником, що характеризує здатність тіста до розширення під впливом повітряного тиску. Він розраховується як середнє значення об'єму повітря, яке використано для надування бульбашки тіста до моменту її розриву. S – площа середньої з 5 альвеограми, см^2 .

Правильне побудова середньої кривої та альвеограми є важливим етапом у визначенні властивостей тіста. Ось покроковий процес. Нанесення середньої кривої: якщо криві близько одна до одної, малюють середню криву контрастним чорнилом. Якщо борошно неоднорідне: вимірюють висоти кривої в трьох точках: максимумі, посередині та в кінці. Обчислюють середнє значення і наносять на графік. Побудова середньої кривої: з'єднують середні точки для створення середньої кривої, зберігаючи її форму. Креслення альвеограми: за середньою кривою креслять альвеограму контрастним чорнилом.

Площу середньої кривої визначають щонайменше двічі за допомогою планіметра. Для визначення площі середньої кривої альвеограми використовуйте планіметр. Закріпіть аркуш паперу на креслярській дошці, потім на ньому зафіксуйте альвеограму. За допомогою планіметра виміряйте площу кривої принаймні двічі, після чого обчисліть середнє значення (рис. 35).

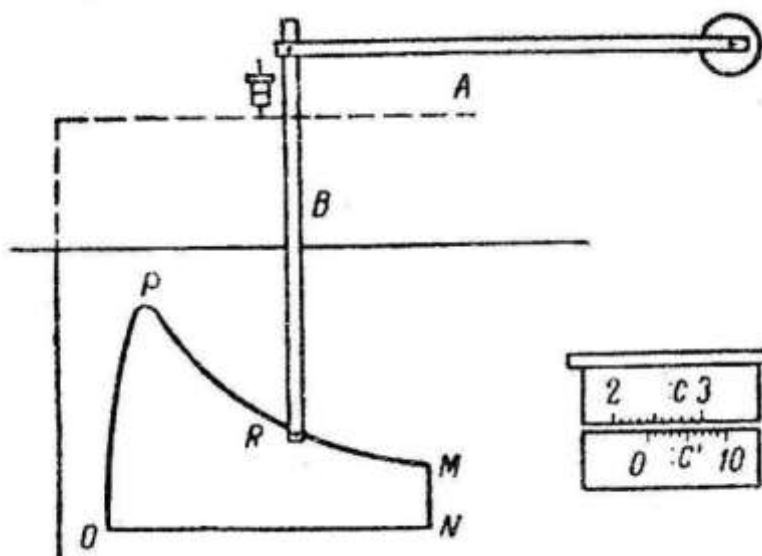


Рис. 35. Схематичне положення плечей планіметра та дисків лічильника

Щоб визначити площу альвеограми, обводять контур планіметром, знімаючи початковий відлік (наприклад, 041). Після обведення контури отримують кінцевий відлік (наприклад, 243). Різниця між ними ($243 - 41 = 202$) відповідає $20,2 \text{ см}^2$, оскільки кожна поділка на планіметрі дорівнює 10 см^2 . Площу точніше визначають за допомогою великих і малих поділок лічильника та ноніуса. 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, см^2 ;

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 см^3 , 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

Формула для розрахунку роботи деформації W для більшості сортів борошна з індексом розширення G між 12 і 26:

$$W=6,54 \cdot S$$

де: W – робота деформації (у одиницях, наприклад, Дж);

S – площа середньої кривої альвеограми (в см^2).

Результати мають бути округлені до найближчих значень: P та L – до найближчої одиниці, G – до найближчих 0,5 одиниці, W – до найближчих 5 одиниць для борошна з W нижчим за 200.

За визначеними на фаринографі та альвеографі фізичними властивостями тіста оцінюють «силу» пшениці, яка відображає її здатність до розпуску та розвитку клейковини (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. Обладнання для замісу та бродіння тіста: тістомісилка – для змішування інгредієнтів та отримання однорідної консистенції тіста. Термостат для бродіння – для підтримання оптимальної температури під час ферментації. Обладнання для обробки тіста: тістоперебивальна машина – для видалення надлишкового вуглекислого газу та рівномірного розподілу клейковини. Тістоформувальна машина – для надання тісту потрібної форми перед

випіканням. Обладнання для випічки: хлібопекарська піч – для термічної обробки тіста. Форми для випічки – для збереження форми виробів під час випікання. Контрольно-вимірювальні прилади: ваги технічні – для точного зважування інгредієнтів та тіста. Об'ємомір «ОМХ-1» – для визначення об'єму хлібних виробів. Термометри (до 50°C і 300°C) – для контролю температури в різних етапах процесу. Лабораторний посуд: циліндри, совки, колби, склянки, піпетки – для точного вимірювання і перемішування рідин та сипучих матеріалів. Емальовані миски – для відлежування тіста перед подальшою обробкою. Цей набір дозволяє провести всі етапи технологічного процесу – від підготовки тіста до випічки і аналізу якості хлібних виробів.

Тістомісилка Свансона (модель 100–200 А) використовується для замісу невеликих проб тіста (100–200 г борошна). Конструктивні особливості: оснащена чотирма місильними лопатями пальцеподібної форми; лопаті обертаються попарно в голівці тістомісилки зі швидкістю 100 обертів за хвилину; на дні алюмінієвої діжі розташовані два нерухомих пальці, навколо яких рухаються місильні лопаті. Такий механізм забезпечує ретельне та рівномірне перемішування тіста, що важливо для дослідження його реологічних властивостей (рис. 36).



Рис. 36. Тістомісилка типу Свансона

Тістомісильна система та формувальне обладнання: тістомісильна голівка працює від електромотора (1/3 НР) через пасову передачу та редуктор; автоматичний таймер на 15 хв зупиняє замiс після закінчення встановленого часу. Тістоперебивальна і формувальна машини змонтовані в одному агрегаті на загальній плиті. Тістоперебивальна машина: має два вальці (Ø 10 см, довжина 15 см), покриті тефлоном для уникнення прилипання тіста; відповідає розміру форми для випікання хліба з 300 г борошна. Для 100 г борошна встановлюють механічний обмежувач, що регулює ширину тіста до 7,5 см. Товщина тіста регулюється зазором між вальцями від 3 до 9 мм за допомогою рухомого пластикового обмежувача. Це обладнання забезпечує точність та рівномірність замісу, перебивання і формування тіста, що важливо для подальшого дослідження його якості.

Формувальна машина має три дерев'яні вальці. Діаметр: 7 см. Довжина: 37 см. Два нижні вальці – нерухомі. Верхній валок – рухомий, притискається рукояткою. Привід і керування: редуктор + електромотор (0,2 НР); педальний вмикач для зручного запуску та зупинки. Ця система дозволяє точно контролювати процес формування тіста, забезпечуючи рівномірну текстуру перед випіканням.

Термостат 505-СС (рис. 37) – модель для бродіння тіста, виготовлена з нержавіючої сталі. Розміри: 150 × 150 × 60 см.



Рис. 37. Термостат для бродіння і розстойки тіста

Термостат 505-СС. Конструкція: 4 полиці, кожна з окремими дверцятами. Ізоляція: подвійні стінки з теплоізоляцією. Нагрівання: 4 термоелементи у верхній частині, захищені азбестовою пластиною. Повітря: вентилятор рівномірно розподіляє нагріте і зволене повітря. Потужність: 1600 V. Керування: регулювання температури та вологості на правій панелі, контроль – сигнальними лампами.

Електрична піч з горизонтально-обертливим подом. Под: діаметр 80 см, один оберт за 50 с. Розміри: 125 × 105 см. Нагрівальні елементи: 3 секції, режими нагріву – слабкий, середній, сильний. Температура: 150–288°C, до 230°C за 35 хв. Потужність: 6 кВт. Керування: Автоматичне підтримання температури.



Рис. 38. Електрична піч

Прилад для вимірювання об'єму хліба «ОМХ-1». Пристрій складається з двох однакових за об'ємом сполучених коробок. Верхня коробка заповнена дрібним насінням (ріпаком), яке виконує роль вимірювальної речовини. Нижня коробка призначена для розміщення хлібного виробу. Принцип роботи: відкривають нижню коробку і кладуть туди випечений хліб; закривають коробку, змушуючи насіння ріпаку пересипатися з верхньої в нижню. Об'єм витісненого насіння відповідає об'єму хліба. Вимірювання: рівень насіння у верхній коробці

змінюється, а його об'єм фіксується за допомогою скляної градуйованої трубки, що з'єднує дві частини приладу. За цією шкалою визначають кінцевий результат.

Хлібні форми виготовляють із 2-міліметрової жерсті. Вони мають такі розміри: нижня частина: $6,5 \times 10,5$ см; верхня частина: $8,0 \times 12,5$ см; висота: 8 см. Ці форми призначені для випікання пшеничного хліба, забезпечуючи рівномірне прогрівання тіста та формування правильної форми батона.

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

Базова рецептура тіста: борошно (70% виходу) – 100 г (за вологості 14%); дріжджі пресовані хлібопекарські – 3 г; цукор – 2,5 г; сіль – 1,3 г; бромат калію – 0,003 г; аскорбінова кислота – 0,0075 г; вода проточна – відповідно до ВПЗ борошна по фаринографу (для консистенції тіста 500 о. ф.). Ця рецептура забезпечує оптимальні фізико-хімічні характеристики тіста, враховуючи вологість борошна та консистенцію, визначену фаринографом.

Приготування розчинів. Ось рецепт приготування соле-цукрового розчину, дріжджової суспензії та розчину бромату калію. Соле-цукровий розчин: для 40 хлібців потрібно 100 г цукру і 52 г солі. Розчинити в гарячій воді (температура 50-60°C) і довести об'єм до 1000 мл. Підготовлений розчин використовується для змішування з борошном на 100 г. Дріжджова суспензія: для 20 хлібців потрібно 60 г пресованих дріжджів; дріжджі припускають у теплій воді, а потім доводять об'єм до 500 мл. Суспензію ставлять у термостат для підтримання температури 30°C. Суспензія готується за два заходи, щоб уникнути втрати підйомної сили дріжджів. Розчин бромату калію: зважити 500 мг KBr_2O_3 (бромат калію). Розчинити в невеликій кількості води і довести об'єм до 500 мл. Ці розчини використовуються для забезпечення оптимальних умов для бродіння та підйому тіста під час виготовлення хліба.

Розчину аскорбінової кислоти готують наступним чином: зважують 50 мг аскорбінової кислоти; розчиняють у невеликій кількості води; доводять об'єм до

50 мл. Цей розчин використовують для поліпшення якості тіста, підвищення його стабільності та покращення структури.

Замішування, розділення і бродіння тіста. Підготовка інгредієнтів: у діжу тістомісилки додають: 50 мл соле-цукрового розчину, 6 мл розчину бромату калію (KBr_2O_3), 1,5 мл розчину аскорбінової кислоти, воду за розрахунком (відповідно до ВПЗ борошна за фаринографом); потім додають 200 г борошна та 50 мл дріжджової суспензії. Заміс тіста: тісто замішують 7 хвилин при температурі, що повинна бути збалансована так, щоб початкова температура тіста була $30^{\circ}C$. Відпочинок тіста: після замісу тісто кладуть в емальовану миску і ставлять у термостат на 10 хвилин для зняття напруги, що утворюється в тісті. Розділення і обробка тіста: тісто ділять на дві рівні частини за масою кожен частин; у прокочують через вальці тістоперебивальної машини: перший раз – зазор $3/16$ дюйма, ширина смужки 10 см. Смужку тіста злегка загнутим кінцем кладуть на два нижніх валки формувальної машини, притискають третій рухомий валок, і згортають тісто в рулон. Кінці рулону прищипують, підгинають донизу, з'єднуючи їх, і укладають у змащену форму. Бродіння і розстойка: форми ставлять у термостат для бродіння і розстойки до готовності (приблизно 180–240 хвилин). Кінцева температура тіста повинна бути $31^{\circ}C$.

Випічка. Весь процес випікання хліба триває 3,5–4,5 години. Тісто випікається 25 хвилин при $230^{\circ}C$ з додаванням води для зволоження пекарної камери.

Аналіз хліба. Випечений хліб зберігають у шафі до наступного дня, дотримуючись умов для запобігання його пересиханню та відпотіванню.

Якість хліба оцінюють через 16–20 годин після випічки, визначаючи об'ємний вихід, зовнішній вигляд, пористість, еластичність і забарвлення м'якуша. Зовнішній вигляд оцінюється за трьома показниками: форма, характер поверхні та забарвлення скоринки.

Хліб не повинен мати неспецифічних запахів чи смаку. Якісні показники оцінюються за дев'ятибальною шкалою, а загальна хлібопекарська оцінка обчислюється як середнє значення цих показників.

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

Ті сорти пшениці, які отримали високу оцінку за технологічними якостями, рекомендують для занесення до переліку сильних і цінних за якістю. Такі сорти відзначаються стабільними і високими показниками за такими характеристиками, як вміст білка, клейковини, активність ферментів та інші фізико-хімічні властивості, що позитивно впливають на кінцевий продукт, зокрема на якість борошна та хлібобулочних виробів (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. Рецепт для житнього тіста включає: 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. Для кожного замісу необхідно готувати робочі розчини окремо, змішуючи всі інгредієнти та додаючи воду поступово до утворення необхідної консистенції тіста.

Хід аналізу. Процес замісу житнього тіста виглядає так: у діжу тістомісилки вливають 100 мл робочого розчину молочної кислоти; засипають 300 г просіяного борошна; додають 100 мл дріжджово-сольового розчину; доливають решту 25 мл води, яку попередньо використовували для споліскування посуду з-під останнього розчину. Замішують тісто протягом 2 хвилин. Однак загальний час замісу збільшується, оскільки місилку зупиняють 2-3 рази для очищення лопатей від тіста.

Отримане тісто кладуть до емальованої миски і ставлять на бродіння в термостат при температурі 32°C та відносній вологості повітря 75-85%.

1.13. Лабораторна випічка хліба з борошна тритикале

Рецептура для приготування тіста: борошно (67% виходу) – 100 г (вологою 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. Це основні інгредієнти для замісу тіста, які використовуються для забезпечення потрібних технологічних властивостей та якості готового продукту.

Приготування розчинів. Для приготування розчину бромату калію (KBr_2O_3): зважують 500 мг (0,5 г) бромату калію; розчиняють у невеликій кількості води; доводять об'єм розчину до 500 мл.

Для приготування розчину аскорбінової кислоти: зважують 500 мг (0,5 г) аскорбінової кислоти; розчиняють у невеликій кількості води; доводять об'єм розчину до 50 мл.

Сольовий розчин: готують таку концентрацію, щоб у 25 мл розчину була потрібна кількість солі для 100 г борошна, як вказано в рецептурі. Розчин готують окремо для кожного замісу. Дріжджова суспензія: для одного замісу беруть 6 г пресованих дріжджів. Розчиняють дріжджі у 50 мл води. Важливо використовувати теплу воду, щоб активізувати дріжджі та забезпечити їх максимальну ефективність.

Хід аналізу. Процес виготовлення хліба. Приготування тіста: у діжу тістомісилки додають сольовий розчин, розчини бромату калію та аскорбінової кислоти, борошно та дріжджову суспензію, замішують протягом 2 хвилин до температури 30°C. Відлежування: тісто ставлять у термостат на 10 хвилин для відлежування. Формування: ділять тісто на частини, прокочують через вальці та згортають у рулон, який укладають у форму. Бродіння: ставлять в термостат при температурі 30–31°C. Випічка: хліб випікають 25 хвилин при температурі 230°C. Аналіз: через 16–20 годин оцінюють об'єм, вигляд, пористість і еластичність хліба за дев'ятибальною шкалою.

1.14. Визначення макаронних якостей пшениці твердої

Прилади: Агрегат «АМЛ-1» для виробництва макаронів включає кілька важливих елементів: тістомісильна камера – має три змішувальні лопаті на горизонтальному валу, який обертається зі швидкістю 90 об/хв. Вона дозволяє замішувати тісто з крупки наважкою від 300 до 1500 г. Камера для випресовування макаронів — розташована під тістомісильною камерою та з'єднана з нею через квадратний отвір із засувкою. Вона оснащена нагнітальним шнеком для подачі тіста в бронзову матрицю. Матриця – бронзова з фторопластовою вставкою, в якій є отвори для макаронів діаметром 5,5 мм зовні і 3,5 мм всередині. Це обладнання забезпечує ефективне виготовлення макаронних виробів.

Водяний термостат має розміри 100 см в довжину, 60 см в ширину та 80 см в висоту. Він забезпечує підтримку температури в межах від 30 до 60°C з точністю $\pm 1^\circ\text{C}$ і відносну вологість повітря від 60 до 90% з похибкою $\pm 5\%$.

Прилад фірми «Buhler» (модель ТАІ-801) для варіння макаронів складається з двох циліндрів для варіння, кожен з яких має незалежний, регульований електрообігрів, що контролюється за допомогою реостата. Він оснащений секундоміром та сигнальною лампочкою. Прилад також має спеціальну кришку з вмонтованим зондовим термометром. Збоку розміщений обертовий валюметр, що включає верхню посудину для води та нижню для розміщення сітчастого кошика. Окрім того, є градуйований скляний циліндр з позначками від 0 до 450 мл (з точністю ± 5 мл) для вимірювання об'єму води.

Для лабораторних досліджень використовуються такі прилади: вентилятор для вентиляції, кювета для води розміром 44 × 33 см, дві плексигласові або дерев'яні касети розміром 24 × 22 × 8,5 см кожна, водяна баня для підтримки температури, сушильна шафа для висушування зразків, циліндри для вимірювання об'єму та ваги для точних вимірювань маси.

Технологічний процес. Процес виготовлення макаронів розпочинається з того, що 600 г крупки з базисною вологістю 14 % поміщають у тістомісилку. Агрегат вмикається, і поступово додають необхідну кількість води, рівномірно розподіляючи її по всій поверхні крупки. Температура води повинна бути в межах 60–65°C, що забезпечує теплий заміс. Такий підхід прискорює зволоження частинок крупки, формування клейковини, ниток і плівок, що сприяє їх зв'язуванню між собою. Тісто швидше набуває консистенції грудочок і стає легким у вимішуванні. М'якість і пластичність тіста, досягнуті за допомогою теплої води, сприяють швидшому та легшому формуванню макаронних виробів, які мають більш гладку текстуру.

Після додавання води і замісу через 5 хвилин зупиняють тістомісилку для очищення шипів. Загальний час замісу – 15–20 хвилин, і тісто має бути пружним і пластичним. Вологість тіста складає 29,5–33,5 % (табл. 17).

Після 60 хвилин бродіння тісто обережно виймають з миски та ділять на дві рівні частини. Кожну частину викладають у змащену олією форму. Розміри форм: 5,5 × 9,5 см внизу, 7,5 × 11,5 см зверху, висота – 7 см. Поверхню тіста загладжують рукою, злегка змоченою у воді. Форми ставлять у термостат для розстойки до повної готовності, після чого тісто готове для садіння в піч. Випікають хліб протягом 30 хвилин за температури 230°C.

Через 16–20 годин аналізують хліб: вимірюють об'єм і оцінюють зовнішній вигляд, забарвлення, пористість та еластичність м'якуша за дев'ятибальною шкалою, згідно з 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

З метою попереднього розрахунку кількості води, що необхідна для отримання необхідної вологості (за визначеною вологістю крупки), використовують формулу:

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

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

M – маса крупки, г;

B – кінцева вологість тіста, %;

b – вологість крупки, %.

Випресовування тіста для виготовлення макаронів включає кілька етапів: 1) коли тісто готове, відчиняється засувка, і місильні лопаті переміщують тісто до камери для випресовування; 2) в камері тісто подається шнеком до матриці, де воно піддається пресуванню, формуючи макарони; 3) перші макарони, які мають вигнуту форму і довжину 5–7 см, не підлягають подальшому використанню для аналізів, вони обрізається і вибраковуюються. Цей процес дозволяє отримати макарони потрібної форми і розміру.

Після випресовування макаронів: випресовані пасма макаронів викладають на стіл; потім їх розрізають на відрізки довжиною 22 см. Готові відрізки розміщують у касетах для сушіння, де вони будуть підготовлені до подальшого процесу сушки. Цей етап дозволяє макаронам набрати необхідну форму для подальшого сушіння та зберігання.

Процес сушіння макаронів. Початкова температура та вологість: у камері термостата встановлюють температуру 36°C і відносну вологість до 80%. Для

покращення вологообміну відкривають отвори зверху термостата. Завантаження касет і створення умов для сушіння: після завантаження касет з макаронами в термостат, поміщають кювету з водою (1 л) кімнатної температури, включають вентилятор. Один отвір закривають, а інший залишають відкритим для забезпечення повітряного потоку через щілини у ковпачку. Наступного дня: закривають верхній отвір термостата і встановлюють температуру на 40°C. Вентилятор працює, забезпечуючи циркуляцію повітря. Активне сушіння: процес сушіння триває 40 годин, за цей час повітря з термостата періодично видаляється через відкриття дверцят. Вологість поступово знижується до 75%. Поворот касет: для рівномірного сушіння касети з макаронами чотири рази повертають на 180°. Цей процес дозволяє досягти необхідної консистенції макаронів, забезпечуючи правильну вологість та текстуру.

На третю добу сушіння процес триває так: 1. Вилиття води з кювети: вранці виливають воду з кювети, що була використана для підтримки вологості в термостаті. 2. Вимкнення нагрівання: відключають нагрівання, але вентилятор продовжує працювати для підтримки циркуляції повітря. 3. Зниження температури і вологості: протягом дня температура в термостаті поступово знижується до 25–27°C, а відносна вологість повітря знижується до 65–70%.

Після завершення сушіння макарони зв'язують у пучки і кладуть в ексікатор для відлежування. Кінцева вологість макаронів після цього процесу має бути не більше 13%. Оцінка макаронів проводиться органолептично за забарвленням, використовуючи еталони для порівняння. Оцінка забарвлення виражена за 9-бальною шкалою: 9 балів – жовте забарвлення; 7 балів – кремове забарвлення; 5 балів – світло-кремове або жовте з буруватим відтінком; 3 бали – жовте або біле з коричневим відтінком; 1 бал – темне або біле з сіруватим відтінком. Цей метод допомагає визначити відповідність макаронів стандартам якості за кольором після сушіння та відлежування.

Для визначення вологості сухих макаронів: 1. Підготовка: Розмелюють 15 г макаронів і просівають через дротяне сито № 067. З цієї маси відбирають наважку 10 г. 2. Висушування: Поміщають наважку у сушильну шафу,

встановлену на температуру 130°C, та сушать протягом 40 хвилин. 3. Визначення вологості: Після висушування визначають масу зразка. Різниця між початковою масою (перед сушінням) та кінцевою (після сушіння) дає кількість вологи, яку втратили макарони.

Після варіння макаронів визначають: 1. Консистенцію – за текстурою та еластичністю. 2. Коефіцієнт розварювання – співвідношення сухої та вареної маси. 3. Втрати сухої речовини – різниця у вазі до і після варіння. 4. Колір – оцінка за тим самим принципом, що і для сухих макаронів.

Визначення розварювання макаронів. Для визначення розварювання макаронів у приладі для варіння (рис. 39): перевіряють, чи закриті випускні крани в обох циліндрах; наливають по 1 л води в кожен циліндр; вмикають електричне нагрівання і встановлюють реостат на «FULL»; закривають циліндри кришками і контролюють температуру води, стежачи, щоб вона досягла 98–99°C за допомогою зондового термометра.

Для визначення об'єму сухих макаронів: кладуть по 50 г сухих макаронів у металеві кошики та закривають кришками; використовують волюметр (4) для визначення об'єму; відкривають кришку волюметра (7) і наливають близько 2 л води кімнатної температури; загвинчують кришку та за допомогою випускного краника (8) доводять рівень води до нуля; повертають волюметр навколо осі на 180°C, щоб вода перелилася в нижню посудину (5); знімають гвинтову кришку з верхньої посудини (6), вставляють кошик з макаронами та щільно закривають кришку; перевіряють, чи добре закрито краник.

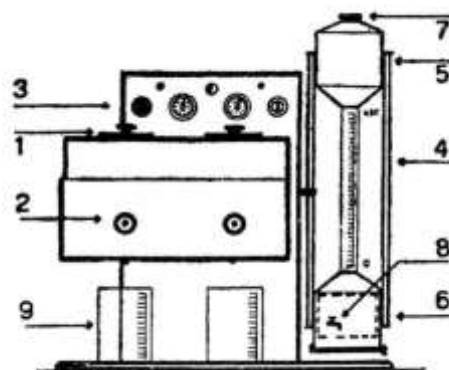


Рис. 39. Схематичне зображення приладу для варіння макаронів

Процедура для визначення розварювання макаронів: повертають волюметр, відпускаючи посудину (б) донизу, щоб вся вода злилася в посудину з кошиком; енергійно струшують прилад для видалення повітря з трубок макаронів; фіксують об'єм макаронів (макарони не повинні довго перебувати у воді); повертають посудину (б) із кошиком макаронів назад, відкривають кришку, виймають кошик і ставлять його в циліндр для варіння; варять макарони 20 хв. при температурі 98–99°C, перемішуючи через 3 хв; через 20 хв. виймають кошик з макаронами з варочного циліндра та дають їм стекти над циліндром протягом 10 секунд.

Після варіння макарони: кошик з макаронами знову кладуть у волюметр для визначення об'єму варених макаронів; зважують зварені макарони. Коефіцієнт розварювання визначають двома способами: як відношення об'єму варених макаронів до об'єму сухих; як відношення маси варених макаронів до маси сухих.

Визначення втрат сухої речовини. Для визначення втрат сухої речовини при варінні макаронів: встановлюють дві мірні посудини ємністю 1000 мл під циліндрами для варіння макаронів; виливають у посудини воду, в якій варилися макарони, при цьому рівномірно помішуючи її. Залишки сухої речовини, що залишились у воді після варіння, визначають шляхом випарювання цієї води.

Після випарювання розчину на водяній бані та висушування залишку в термостаті при температурі 130°C до постійної маси, визначають втрати сухої речовини. Різниця між початковою масою та масою після висушування буде показувати кількість сухої речовини, що була втрачена при варінні макаронів. 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, %.

Показники якості макаронів оцінюють за дев'ятибальною шкалою (табл. 18). Загальну оцінку макаронів визначають як середнє значення балів за чотирма критеріями: забарвлення, втрати сухої речовини, коефіцієнт розварювання за масою та об'ємом. Кожен показник оцінюється за дев'ятибальною шкалою, після чого розраховують середнє арифметичне.

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. Плівковість визначають, відбираючи паралельні наважки з різних видів зернових культур: 10 г для рису, 5 г для проса, гречки та вівса, 50 зерен для ячменю та 25 насінин для гороху. Вона виражається у відсотках і показує відносний вміст квіткових плівок або плодових оболонок у зернових культурах.

Після відбору наважок їх зважують, окремо визначаючи масу квіткових плівок або оболонок та ядра на технічних вагах з точністю до 0,01 г. Це дозволяє точно визначити вміст плівок і ядра у пробі. 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, які характеризують зняття плівок для різних видів зерна.

Порядок аналізу рису

Процес відокремлення плівок рису за допомогою лушильника «Satake» складається з наступних етапів. Підготовка лушильника: перед початком аналізу потрібно налаштувати робочий зазор між лушильними вальцями лушильника. Величина цього зазору має бути в межах 0,5–1,0 мм. Це дозволяє досягти найкращих результатів за найбільш ефективного обрушення зерен та мінімального дроблення. Особливо обережно треба лушити борошністі зерна рису, оскільки вони більш тендітні порівняно зі склоподібними зернами. Для таких зерен можна використовувати менший зазор або зменшити швидкість обробки, щоб уникнути їхнього пошкодження.

Процес лущення:

1. Після налаштування лушильника засипте наважку зерна у приймальну воронку.
2. Увімкніть лушильник і дайте зернам пройти через вальці. Зерна обрушуються, і плівки відокремлюються від ядер.
3. Якщо при першому проході всі зерна не обрушуються повністю, повторіть процедуру, пропустивши зерна ще раз або два через лушильник.

Підсумки: після лущення плівки і ядра відокремлюються і вивантажуються у відповідні збірники. Зважте окремо плівки і ядра, щоб визначити плівковість і інші показники якості.

Порядок аналізу проса

Процес відокремлення плівок проса на приладі ГДФ (рис. 40) включає наступні етапи. Принцип роботи: відокремлення плівок здійснюється через багаторазове пропускання наважки проса між двома гумовими вальцями. Один з вальців є швидкохідним, а інший – тихохідним, і їх швидкості обертання мають співвідношення 1:2. Це забезпечує ефективне відокремлення плівок від ядер.

Процес лущення: при проходженні проса через ці вальці, плівки відокремлюються від ядер і підхоплюються зустрічним струменем повітря; відокремлені плівки осідають у спеціальному циклоні, де вони збираються для подальшого аналізу. Рециркуляція: ядра та необрушені зерна повертаються назад і знову пропускаються через вальці для повторного лущення. Цей процес рециркуляції триває до повного обрушення наважки, коли всі зерна будуть відокремлені від плівок. Цей метод дозволяє ефективно відокремлювати плівки від ядер проса з високою точністю і забезпечує максимальне очищення зерна.

Хід аналізу відокремлення плівок проса за допомогою приладу ГДФ:

1. Підготовка: взяти дві наважки зерна для аналізу.
2. Запуск приладу: увімкнути прилад ГДФ в мережу. Натиснути кнопку «пуск» і засипати наважку в приймальний бункер приладу. Засувка збірника ядер має бути в лівому положенні.

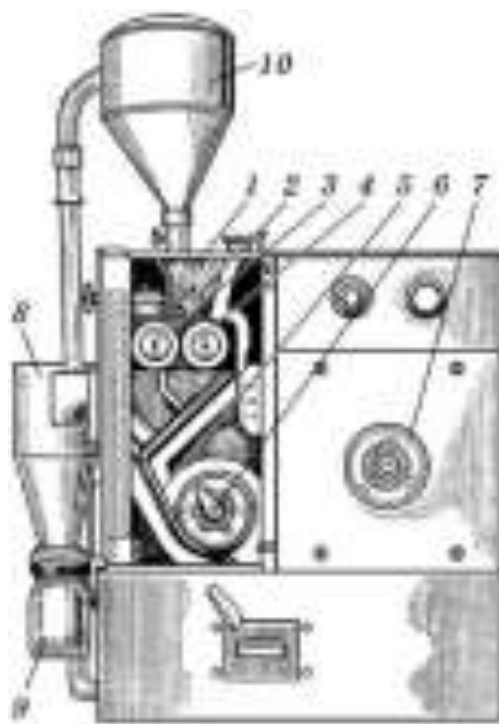


Рис. 40. Лабораторний луцильник зерна півчастих культур

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 плівок; 10 – завантажувальна камера

3. Закінчення лушення: процес лушення завершується, коли припиняється осідання лушпиння в скляному збірнику. Переключити засувку збірника ядра праворуч і натиснути кнопку «стоп». Ядра накопичуються в ящику-збірнику.

4. Очищення приладу: додатково ввімкнути пневмосистему кнопкою «пуск» на 5–10 секунд для видалення залишкових продуктів і вимкнути прилад.

5. Зважування плівок і ядер: вийняти плівки та ядра з приладу й окремо зважити їх для подальшого аналізу.

Порядок аналізу гречки

Прилад ВПГ-1 відокремлює плодові оболонки шляхом багаторазового стискування плодів ударами об жорстку поверхню. Розділення оболонок здійснюється в струмені повітря. Продукти лушення відокремлюються, а ядра повертаються для повторного лушення.

Хід аналізу:

1. Візьміть дві наважки зерна.
2. Увімкніть прилад і засипте наважку в приймальний бункер, встановіть важіль у положення «робота».
3. Відкрийте вхідний отвір важелем і засипте зерно в робочу зону.
4. Прилад працює 60 секунд, після чого автоматично вимикається. Крупно подрібнене лушпиння з ендосперму вивантажується на верхнє сито.
5. Поверніть важіль для вивантаження і вручну розсіяйте частинки через різні сита. Зберіть лушпиння та дрібні частки плівок.
6. Зважте зібране лушпиння.
7. Визначити плівковість за формулою:

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

де: P – плівковість, %;

M – маса плодових оболонок, г;

M_1 – маса вихідної наважки, г;

0,013 – інструментальна поправка приладу на втрати.

Порядок аналізу ячменю

Метод визначення плівковості ячменю базується на відокремленні квіткових плівок з поверхні зерна за допомогою лугу, що розчиняє клеючі речовини, які утримують плівки на зерні. Після цього плівки можна відокремити і виміряти їх кількість у відсотках від загальної маси зерна.

Хід аналізу визначення плівковості ячменю:

1. Відібрати дві проби по 50 непошкоджених зерен, кожен зважити.
2. Зерна помістити в пробірки, залити 10 мл 3% розчином NaOH, витримати 75 хв. без нагрівання. Потім злити розчин, промити зерна під струменем холодної води і помістити в чашки Петрі з водою для запобігання підсиханню.
3. Обережно зняти пінцетом плівки зі спинного і черевного боків зерна.
4. Плівки кожної проби висушити при температурі 130°C протягом 40 хв. або при 105°C протягом 3 год.
5. Висушені плівки охолодити в ексікаторі і зважити.
6. Паралельно визначити вологість наважки зерна для коректного обчислення. Далі проводять підрахунок 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

Хід аналізу визначення плівковості вівса: відібрати наважку зерна, що призначена для визначення плівковості; кожне зерно затискають між великим і вказівним пальцями лівої руки; за допомогою препарувальної голки, яку тримають у правій руці, натискають на зерно з черевного боку біля зародка і виштовхують ядро з плівки; важливо, щоб цілісність ядра і плівки не була порушена під час відокремлення.

Цей метод дозволяє вручну відокремлювати плівки, зберігаючи цілісність ядра і плівки, що важливо для точного визначення плівковості вівса.

Порядок аналізу гороху

Хід аналізу визначення плівковості насіння гороху:

1. Відбирають дві проби насіння по 25 штук кожна.
2. Замочують проби в дистильованій воді при температурі близько 80°C, щоб вода повністю вкрила насіння.
3. Через 1–1,5 години злити воду і обережно знімають насінні оболонки за допомогою препарувальної голки, намагаючись не пошкодити зародок.
4. Поміщають насінні оболонки та облущені сім'ядолі (по кожній пробі окремо) в таровані бюкси і ставлять в сушильну шафу, нагріту до температури 130°C. Сушать до постійної маси: оболонки – 40–60 хв, сім'ядолі – 4–6 годин.
5. Після охолодження в ексикаторі зважують оболонки та сім'ядолі.
6. 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.

Цей метод дозволяє точно визначити плівковість насіння, зберігаючи цілісність зародка та інших частин насіння.

1.16. Визначення крупності та вирівняності зерна

Хід аналізу визначення крупності та вирівняності зерна: для визначення крупності та вирівняності зерна використовують розсійники-класифікатори (рис. 41) з набором сит різного діаметру та форми отворів. Проби зерна просівають через сито, яке має отвори певного розміру. Зерно, що проходить через сито, розділяють за розмірами на відповідні фракції. Для визначення вирівняності зерна використовуються ситові системи, які дають можливість оцінити зерно за товщиною і шириною, що важливо для оцінки якості сировини.



Рис. 41. Розсійник лабораторний

Так, розміри отворів сит зазвичай зменшуються від верхніх до нижніх, що дозволяє здійснювати поступове просіювання зерна на різні фракції (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 зерна характеризують за розмірами отворів двох суміжних сит, між якими більша частина зерна залишилася після сортування. Цей параметр зазвичай виражають у міліметрах двома числами, де: перше число вказує на розмір отворів сита, через яке залишилась найбільша фракція зерна; друге число вказує на розмір отворів сита, через яке залишилась наступна за величиною фракція.

Так, *вирівняність* зерна визначається за допомогою обчислення сумарної кількості зерен, що залишились на двох суміжних найбільших фракціях після просіювання, і виражається у відсотках.

Вид, культури, величина наважки, час просіювання і марка розсійника, 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	–«»–

Стандартний порядок роботи на розсійниках для визначення крупності та вирівняності зерна складається з наступних етапів:

1. Зважити пробу зерна. Проба повинна бути зважена точно, і для більшості видів зерна це робиться в одному повторенні, для ячменю – в двох повтореннях.

2. Помістити пробу на верхнє сито. Сита складаються згідно з таблицею для конкретного виду зерна. Після цього розсійник закривається кришкою та закріплюється, а сита надійно фіксуються.

3. Увімкнути розсійник. Після включення пристрою зерно починає просіватися через ситову батарею. Встановлений час просіювання визначається для кожного типу розсійника.

4. Зупинка пристрою. По закінченні заданого часу (якщо використовуються автоматичні пристрої, як «КРЛ-1», то вони зупиняються самостійно).

5. Зважити кожен схід. Кожен зібраний схід з сита зважується окремо з точністю до 0,1 г. Нижній ситовий схід зазвичай відносять до відходів і не враховують у основній масі крупи.

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 %.

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

Для виявлення домішок зерна іншого типу проводять візуальний огляд проби. Якщо в пробі більше 10% зерен іншого типу, така проба не підлягає оцінці якості сорту.

Форму зерна та забарвлення плівок визначають візуально, порівнюючи з еталонами. Це здійснюється на основі діючих стандартів і ботанічних описів, щоб встановити відповідність якості зерна (табл. 18).

Забарвлення **гороху** залежить від кольору сім'ядолей, яке може бути жовто-рожевим або зеленим з різними відтінками.

Забарвлення **квасолі** може бути однотонним (біле, червоне, коричневе, оливкове тощо) або з малюнком. За **ДСТУ 8672:2016** білу квасолію поділяють на 6 підтипів, кольорову — на 4 однотонні та 2 строкаті.

Продовольчий **нут** має насіння від білого до жовто-рожевого забарвлення та не поділяється на підтипи за формою.

Тарілочну сочевицю поділяють на три підтипи за забарвленням: темно-зелену, світло-зелену та з неоднорідним забарвленням.

Окрім зовнішніх ознак, у деяких круп'яних культур визначають анатомо-морфологічні особливості зерна, що можуть впливати на їхні технологічні властивості.

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. Для переробки рису важливі форма зернівки, склоподібність ендосперму, а також наявність червоних, зелених і крейдяних зерен.

У робочих бланках аналізу вказують форму зерна, колір плівок та наявність остюків (див. табл. 22). Після визначення плівковості проводять детальний аналіз залишеної при луценні проби рису. Для цього дві наважки обрушеного рису змішують, і з отриманої суміші відбирають 10 г для аналізу. На розбірній дошці вручну відокремлюють усі зерна, що належать до різних категорій: червоні (червонувато-коричневі), зелені (усіх відтінків), крейдяні і глютинозні. Кожну категорію зважують окремо з точністю до 0,1 г, після чого обчислюють їхній вміст у відсотках від взятої наважки (також з точністю до 0,1%).

Крейдяні зерна мають борошністу, деформовану структуру ядра, нагадують крейду на зламі та легко руйнуються під натисканням. Глютинозні зерна відрізняються щільністю, мають стеариноподібний однорідний розріз без борошнистих чи склоподібних вкраплень.

Склоподібність визначають, відбираючи 100 цілих зерен, які після перемішування розрізають упоперек. За характером розрізу зерна розподіляють на три групи, використовуючи діафаноскоп ДСЗ-3 або інші сучасні прилади (рис. 42):



Рис. 42. Діафаноскоп «ЯНТАРЬ»

- склоподібні – ендосперм повністю склоподібний;
- борошністі – ендосперм повністю борошністий;
- частково склоподібні – містять як борошністі, так і склоподібні ділянки.

Для визначення загальної склоподібності зерна спочатку потрібно класифікувати зерна. Після того як кожне зерно буде віднесено до одного з типів, проводять підрахунок процентного вмісту кожного типу зерна. Загальна склоподібність визначається як сума відсотка склоподібних зерен і половини відсотка частково склоподібних зерен. Отриманий результат потрібно заокруглити до цілого числа з точністю до десятих часток відсотка.

Вимірювання довжини і ширини зерен рису мікрометром
Вимірювання довжини і ширини зерен рису мікрометром (рис. 43). Для визначення типу рису вимірюють довжину та ширину зерна. Товщину не вимірюють. Тип рису визначається за співвідношенням цих двох параметрів: довгозерний рис: довжина значно більша за ширину (більше 3:1); середньозерний рис: відношення довжини до ширини 2:1 – 3:1; круглозерний рис: відношення довжини до ширини близьке до 1:1.



Рис. 43. Мікрометр TOPEX 31C629

Порядок роботи. Для визначення типу рису з наважки, що залишилася після визначення плівковості, відбирають 20 ядер. Кожне ядро затискають між штифтом і основою спеціального мікрометра, фіксуючи розмір до 0,01 мм. Визначають середні довжину і ширину ядер та обчислюють відношення довжини

до ширини. Результати записують з точністю до 0,1 %. Так само вимірюють розміри зерен у квіткових плівках.

Зерновий аналіз проса. Для аналізу проса на технологічні властивості з проби, що надійшла до лабораторії, виділяють наважку 50 г зерна. Під час аналізу визначають форму зерна та забарвлення квіткових плівок (табл. 22).

Так, крім визначення форми зерна і забарвлення плівок, для проса важливо встановити типовий склад зерна і вміст обрешеного зерна. Для цього з наважки 10 г вручну виділяють зерно основного типу та домішки інших типів, а також обчислюють їхній вміст. З цієї ж наважки відбирають обрешені ядра, визначаючи їхній вміст у відсотках. Зерно з пошкодженим під плівкою ядром оцінюють під час визначення плівковості.

Для аналізу пошкоджених ядер використовують обидві наважки, отримані після визначення плівковості на луцильнику «ГДФ». На розбірній дошці з обрешеної наважки вручну виділяють пошкоджені ядра, їх зважують і обчислюють вміст цих ядер у відсотках до загальної наважки.

Під час аналізу, якщо є сумніви щодо віднесення ядра до пошкодженого, наважку ядер кладуть на годинникове скло й додають 5–10 мл 96-градусного етилового спирту або денатурату. У цьому випадку пошкоджені ділянки ядра темнішають, тоді як здорові ділянки зберігають своє жовте забарвлення. Це допомагає чітко відрізнити пошкоджені ядра від здорових.

Аналіз зерна гречки та вівса. Зерно, що залишилось у стаканчику після відбирання наважки для визначення плівковості, не зважуючи, висипають на аркуш паперу. Потім визначають форму та забарвлення зерна згідно з еталонами, відповідно до табл. 22.

Визначення типового складу насіння бобових видів. Так для аналізу насіння використовують наважки, які відібрані для визначення крупності та вирівняності. Кожну пробу насіння ретельно оглядають, співставляючи з еталонами, для визначення форми та забарвлення оболонки або сім'ядолей (якщо оболонки прозорі). Також відзначають сортові особливості проб, такі як забарвлення рубчика насінин тощо.

Визначення вирівняності насінин квасолі за довжиною проводять за допомогою спеціальної жерстяної коробки, поділеної на 16 комірок, ширина яких поступово зменшується на 0,5 мм від першої до останньої. За допомогою пінцету насінину квасолі по черзі поміщають у відповідні комірки. Після зняття передньої стінки коробки підраховують кількість насінин в кожній комірці. Для аналізу використовують дві проби по 25 насінин. Вирівняність за довжиною обчислюють, множачи загальну кількість насінин у двох найбільших суміжних фракціях на 4.

Визначення тріщинуватості рису. Тріщинуватість рису, спричинена несприятливими умовами збирання, зберігання або неправильним сушінням, значно погіршує його технологічні характеристики. Зокрема, наявність тріщин у зернівці ускладнює подальшу переробку рису, оскільки це призводить до утворення дрібніших часток. В результаті знижується вихід цілого ядра, що є найбільш цінним видом готової продукції, знижуючи загальну якість кінцевого продукту.

Порядок роботи. Тріщинуватість рису визначають за допомогою діафаноскопа. Для цього після визначення плівковості відбирають наважку з 100 ядер рису, які поміщають у прорізи пластини діафаноскопу. При огляді під прохідним світлом підраховують зерна, у яких є видимі тріщини в ендоспермі, навіть якщо їх кілька. Кількість таких зерен обчислюють і виражають у відсотках від загальної наважки.

1.18. Методики визначення виходу крупів

Проби зерна різних круп'яних видів, що надходять до лабораторії, переробляються на лабораторних машинах з дотриманням вимог державних стандартів, що стосуються цього виду продукції. Процес перероблення здійснюється за технологічними схемами, наближеними до виробничих, згідно з «Правилами організації та ведення технологічного процесу на круп'яних підприємствах». Основною метою лабораторного перероблення зерна є

отримання круп з максимальним вмістом цілого ядра при оптимальному обробленні його поверхні.

Процес лабораторного перероблення більшості круп'яних культур (риса, проса, вівса, ячменю) та гороху включає два основні етапи: лушення або видалення квіткових оболонок (у гороху – насінних оболонок) та шліфування. Шліфування передбачає зняття тонших оболонок, які щільно прилягають до ендосперму, а також більшу частину зародка та алейронового шару. Якщо зародки видаляються з 80% ядер, це вважається достатнім показником для шліфування крупи. Виводять також волоски на поверхні ядер у вівса. У випадку з гречкою процес включає лише лушення, що полягає у видаленні плодових оболонок.

Рис. Рисові крупи, згідно з ГОСТ 6292-93 «Крупа рисова. Технічні умови», є обробленими на шліфувальній машині зернами лущеного рису з шорсткою поверхнею та відтінком від білого до кремового. Дозволяються поодинокі зерна з кольоровими відтінками або червоними смужками. Кількість нелущених зерен у крупах не повинна перевищувати 3 шт. на кожні 100 г зерна.

Крупи, отримані за лабораторного оброблення рису, складаються як з цілих, недроблених ядер, так і з часток ядра різного розміру, які не пройшли крізь сито з отворами діаметром 1,5 мм.

Крім круп, при переробленні рису утворюється кормова мучка, яка виникає в процесі шліфування. До відходів відносяться зерна, що проходять через сито з отворами діаметром 3 мм під час визначення крупності та вирівняності, а також плівки.

Перероблення. Зерно, яке надходить на робочі органи луцильника, піддається стисканню та зсуву через обертання гумових валків з різною швидкістю, що спричиняє розрив плівок, які обгортають ядро. Плівки відсмоктуються через систему аспірації, а ядро транспортується пневмотранспортером у збірник-циклон. Шліфування ядра відбувається завдяки абразивній поверхні конічного барабану, сітчастій обічайці та тертю між ядрами. Шліфувана крупа повертається в збірник-циклон через пневмотранспортер.

Час луцення і шліфування залежить від таких факторів, як сорт рису, його стан, а також характеристики наважки. Це значення визначається індивідуально для кожної партії зерна, щоб досягти оптимальних результатів у переробці.

Технологічна схема обробки рису:

1. Відібрати дві наважки рису по 100 г кожна.
2. Встановити в гніздо луцильника збірник плівок із сітчастим дном та боковими стінками, оснащеними сітчастими вікнами.
3. Засипати наважку рису в збірник-циклон і встановити його над бункером луцильника.
4. Увімкнути луцильник за допомогою перемикання вмикача та тумблера в положення «увімкнено».
5. Встановити на реле час луцення, необхідний для обробки наважки.
6. Натискати кнопку «пуск», потім «цикл» (сигнальна лампа гасне).
7. Коли цикл луцення завершиться (сигнальна лампа спалахує), повернути бункер з луценом рисом, розташувати його над завантажувальним отвором шліфувального поста.
8. Через 10–15 с натискати кнопку «стоп».
9. Установити перехідник (без дна). Плівки зсипати на лоток.
10. Встановити на реле часу тривалість шліфування.
11. Натискати кнопку «пуск», потім «цикл» (лампочка гасне). Шліфування завершується спалахом сигнальної лампочки. Натискати кнопку «стоп».
12. Знову увімкнути прилад і через 10–15 с натискати кнопку «стоп».
13. Повернути збірник-циклон для розвантаження, відкрити заслінку та вивантажити наважку на лоток.
14. Просіяти крупу через сито з отворами 1,5 мм для відокремлення дробленки (мучки).
15. Зважити шліфовані крупи.
16. Переробити другу наважку за аналогічною процедурою. Після перероблення обох наважок зважити плівки.

17. Очистити прилад, зібрати та зважити всю мучку, що пройшла крізь сітчасту обичайку під час шліфування, з торбочки аспіратора (з вибраною частиною йоржа), а також прохід через сито 1,5 мм і зметену зі столу.

Ця схема допомагає оптимізувати переробку рису, забезпечуючи ефективне видалення плівок та шліфування, що покращує якість отриманих продуктів.

Результатом аналізу є середнє значення двох визначень. Допустима розбіжність між ними – не більше 1 %. Якщо вона перевищує цей показник, потрібно відібрати й переробити третю наважку рису, після чого розрахувати середнє значення двох найближчих результатів.

Контроль шліфування. Шліфовані крупи повинні мати рівномірне біле або кремове забарвлення без залишків плодових і насінних оболонок.

Допускається наявність поодиноких ядер із кольоровими смужками. Основна маса ядер має бути без зародка, на місці якого помітні заглиблення.

Шліфування не повинно спричиняти надмірне подрібнення ядер. Якщо наважка містить багато зерен із тріщинами або належить до сортів із крихким ендоспермом, слід підняти абразивний конус шліфувального барабана, наближаючи до нього гальмівні колодки з м'якої еластичної гуми.

Просо. Пшоно отримують із проса відповідно до вимог ГОСТ 572-60. Високоякісна крупа має яскраво-жовтий колір і склоподібний ендосперм. Допустимий вміст пошкоджених ядер – до 0,5 %, нелущених зерен – до 0,4 %, битих ядер – до 1 % (визначають за проходженням крізь сито № 056). Перевагу надають сортам проса з великим округлим зерном і середнім вмістом плівок, оскільки вони легше піддаються переробці та забезпечують високий вихід пшонона.

Перероблення. Переробку проса на пшоно здійснюють на луцильно-шліфувальній установці «ЛУП-1М». Лущення відбувається між гумовими валками, де зерно зазнає короткочасного стискання, що сприяє зняттю квіткових оболонок, які кріпляться до ядра лише в зоні рубчика. Система аспірації розділяє отриману суміш на ядра та лушпиння з пилоподібними частками. Шліфування

ядер проса відбувається аналогічно до процесу обробки рису. Добре шліфоване пшоно має матову поверхню, вкрите тонким шаром мучелі, а у 70–80 % ядер на місці зародка спостерігається заглиблення. Для досягнення необхідного рівня шліфування з поверхні зерен знімають 4–5 % мучки. Лущення та шліфування на «ЛУП-1М» проводять без попереднього поділу наважки за розміром зерна.

Технологічна схема

1. Встановити контейнер для збору плівок із сітчастим дном і боковими стінками.
2. Засипати 50 г проса в бункер-циклон та розмістити його над лійкою лущильника.
3. Увімкнути пристрій, повернувши ручку вимикача в положення «увімкнено» (загоряється індикаторна лампа).
4. Виставити важіль перемикачів швидкостей лущильника у відповідне положення (одноразове налаштування).
5. Налаштувати реле часу на необхідну тривалість лущення (60 с або довше для низькоякісного зерна).
6. Натиснути кнопку «пуск» і запустити електродвигун вентилятора.
7. Перемкнути ручку праворуч від нейтрального положення для активації лущильника.
8. Підняти важіль перемикача «цикл» і відразу ж відпустити – засвітиться лампа циклона, відкриється заслінка бункера-циклона.
9. Після завершення лущення індикатор згасне. Встановити бункер-циклон із лущеним просом над лійкою шліфувального пристрою.
10. Через 3–5 секунд натиснути кнопку «стоп».
11. Замість контейнера для плівок встановити проміжну ємність без дна.
12. Налаштувати реле часу на необхідну тривалість шліфування (60–80 с).
13. Натиснути кнопку «пуск».
14. Перемкнути ручку ліворуч від нейтрального положення для запуску шліфувального пристрою.
15. Перемкнути ручку «цикл» догори, через 2–3 секунди відпустити її.

16. По завершенні циклу заслінка автоматично закриється, двигун шліфувального пристрою зупиниться, а пшоно збиратиметься в бункері-циклоні.
17. Натиснути кнопку «стоп».
18. Перемістити циклон у положення для вивантаження, вручну відкрити заслінку та висипати крупи у відповідну ємність.
19. Зважити отриману крупу на технічних вагах з точністю до 0,01 г.
20. Аналогічно обробити другу наважку, після чого вивантажити й зважити половину зі збірника.

Вихід пшоно визначається шляхом обчислення середнього арифметичного з результатів двох повторних вимірювань, виражених у відсотках від початкової наважки. Після цього потрібно очистити машину від залишків, а також зважити мучку, що утворилася під час процесу.

Контроль шліфування пшоно здійснюється щоденно через перевірку на мучку, а періодично – за допомогою забарвлення ядер. Для визначення ступеня шліфування використовують метод фарбування. Спочатку наважку шліфованих ядер занурюють на 1,5 хвилини в 0,025% розчин метиленової синьки в етиловому спирті. Потім ядра двічі промивають холодною водою та на 3 хвилини занурюють у 0,5% водний розчин червоного конго. Після зливу розчину, ядра знову промивають водою та висушують на повітрі або між аркушами фільтрувального паперу. В результаті ендосперм забарвлюється в червоний колір, а залишки оболонки – у синій. На добре шліфованому пшоні видно лише поодинокі сині крапки, що свідчить про високий рівень шліфування.

Гречка. Гречані крупи повинні відповідати стандарту ДСТУ 7697:2015 «Крупи гречані. Технічні умови». У результаті переробки гречки отримують два основних компоненти: ядрицю та проділ. Ядриця – це ядро гречки, яке було очищене від плодкових оболонок, не розколоне та не проходить через сито з розмірами отворів $1,6 \times 20$ мм. Проділ – це частини, що утворюються при розколюванні ядра під час перероблення, і проходять через металоткане сито №

08. При оцінці якості гречаних сортів надається перевага сортам з великим, рівномірно вирівняним зерном.

Перероблення. Плодові оболонки відокремлюють за допомогою процесу короткочасного затискання та зсуву. Цей процес реалізується в вальцедековому приладі «ЛВС-1», що має серповидну робочу зону та рівномірний зазор між вальцем і декою. Розмір робочого зазору залежить від крупності оброблюваної фракції і повинен бути на 0,1 мм меншим за діаметр отворів сита, через яке проходить перероблена фракція зерна. Лущення здійснюють пофракційно, починаючи з найбільших часток.

Продукти лущення, що виходять з робочої зони, потрапляють у напрямний коливний лоток, де відбувається їхнє самосортування. Внаслідок цього плівки та мучка зосереджуються в основному в верхньому шарі. У розширеному стані ці продукти потрапляють у розширювальну камеру, де під впливом висхідного потоку повітря полова та мучка відсмоктуються і направляються в осаджувальну камеру, а ядра та неушкоджені зерна падають у збірник.

Ефективність лущення гречки на приладі «ЛВС-1» змінюється в залежності від розміру фракції зерна і може бути значною. Після процесу лущення наважка містить суміш обрушених та необрушених зерен, тому переробка здійснюється з проміжним відбором ядер, що дозволяє покращити якість та ефективність подальшої обробки.

Нелущені зерна гречки відокремлюються від ядриці та дрібніших продуктів лущення на ситах з отворами, що на 0,2–0,3 мм менші за діаметр отворів сит відповідної фракції. Обрушені ядра відокремлюються після кожного пропуску через вальцедековий станок, а необрушені зерна обробляються повторно. Лущення кожної фракції потребує 3–15 пропусків. Залишок необрушених зерен додається до наступної фракції, а кількість рудяка не перевищує 1 %.

Технологічна схема перероблення зерна гречки:

1. Зважити пробу: Візьміть наважку масою 500 г.

2. Підготовка сита: установіть сита на розсієник «КРЛ-1» у порядку зменшення за розміром. Засипте наважку в верхнє сито, закрийте розсієник кришкою та закріпіть його з ситами.

3. Запуск розсієника: Увімкніть розсієник на 8 хвилин для сортування зерна.

4. Сортування: після сортування зніміть кришку, зсипайте зерно з кожного сита в окремі ємності, починаючи з верхнього сита. Зважте кожну фракцію та запишіть масу в робочий бланк.

5. Підготовка фракцій для лушення: Відокреміть фракції за розмірами: якщо верхня фракція не перевищує 80 г, об'єднайте її з наступною; сходи з сита 4,2 мм обробляються окремо; сходи з сит 4,0 і 3,8 мм об'єднуються; сходи з сит 3,6 і 3,4 мм також об'єднуються; сходи з сита 3,2 мм лушать окремо.

6. Налаштування зазору: встановіть робочий зазор «ЛВС-1» згідно з розміром фракції.

7. Запуск лушення: натисніть кнопку «пуск» для початку процесу лушення.

8. Засипка зерна: засипайте зерно в приймальний бункер, починаючи з найкрупнішого зерна. Зсипайте поступово, щоб забезпечити рівномірний процес.

9. Процес лушення: після того як вся фракція пройде між вальцем і декою (це видно через скло), натискайте кнопку «стоп».

10. Завершення лушення: висипте наважку зі збірника на сито. Відокреміть обрушене зерно від необрушеного. Обрушене зерно залиште, а необрушене зерно поверніть на повторне оброблення. Враховуйте кількість пропусків через станок.

11. Повторення для кожної фракції: процес лушення повторюйте для кожної фракції відповідно до її розміру.

12. Просіювання після лушення: після завершення переробки всіх фракцій, обрушене зерно зсипайте разом і просійте через сито $1,6 \times 20$ мм для відокремлення ядриці від проділу.

13. Зважування: зважте окремо ядрицю та проділ.

14. Очищення станка: очистіть станок йоржиком усередині та щіткою ззовні. Зберіть мучку.

15. Просіювання полових відходів: полови з приймача просійте через металоткане сито № 08 і з'єднайте отриману мучку з тією, що була зібрана під час очищення станка.

16. Зважування мучки і полови: зважте мучку та полови окремо для отримання остаточних результатів.

Контроль за виконанням аналізу включає візуальний огляд всіх продуктів перероблення. У полові не повинно бути цілих зерен або ядер гречки, а в крупах не повинно бути часток полови.

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

Перлові крупи хорошої якості можна отримати лише з борошнистого або напівсклоподібного ячменю, що має жовті оболонки та добру форму. Зерна з синьо-зеленими чи коричневими оболонками не підходять, оскільки вимагають посиленого шліфування, що збільшує втрати та енергозатрати. Забарвлення оболонок визначають після луцення зерна.

Перероблення. Зерно ячменю має особливу будову: квіткові плівки з плодовими оболонками покривають всю його поверхню, щільно з'єднуючись з ендоспермом. Це робить процес їхнього видалення складнішим порівняно з іншими крупами (рисом, просом, гречкою, вівсом). Висока міцність ядра та наявність глибокої борозни потребують особливої схеми перероблення ячменю на крупи.

Луцення та шліфування зерна досягається через поступове стирання периферійних шарів – квіткових, плодових, насінних оболонок, частково алейронового шару та верхніх шарів ендосперму. Це відбувається завдяки дії абразивного барабана і металічної обечайки, а також взаємному тертю зерен у лабораторній машині (голендері).

Під час шліфування гострі краї крупинок заокруглюються, і крупа набуває рівномірного світлого забарвлення.

Крупа № 1 і 2 має видовжену форму, а № 3, 4 і 5 – кулясту. У перлових крупах № 1 і 2 ядра вважаються недодертими, якщо на чверті їхньої поверхні є залишки квіткової плівки поза борозенкою. Під час лабораторного перероблення ячменю також утворюється 50–60 % мучки, що відокремлюється через дротяне сито № 059, при цьому вміст часток ядра у мучиці не повинен перевищувати 5%.

Перед переробленням проби відокремлюють дрібне зерно, яке проходить через сито з отворами $2,2 \times 20$ мм, і це зерно не підлягає подальшій переробці.

Згідно з правилами технологічного процесу на крупозаводі, ячмінь переробляють на перлові крупи покращеної якості, і вихід таких круп складає приблизно 40 %.

Під час шліфування важливо пам'ятати, що схід з верхнього сортувального сита з діаметром отворів 3,5 мм є ще не готовими крупами, а так званим пенсаком.

Технологічна схема:

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

8. Відкрити випускний лючок на 5–10 секунд, знову увімкнути двигун вручну. При цьому в середній відсік збірника готових продуктів висипаються крупи.

9. Видалити залишки мучки з крупи за допомогою сита № 056 і з'єднати їх 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 такими показниками: вміст недодертих ядер (у крупах №№ 1 і 2 він не має перевищувати 0,7 %); вміст пенсаку на верхньому ситі (3,5 мм) – не більше 5 %; забарвлення мучки (воно має бути майже білим, близьким до кольору ендосперму). Якщо за встановлений час крупи не будуть достатньо відшліфовані, необхідно знову засипати наважку в голендер і шліфувати додатково, збільшуючи час оброблення: для борошнистих сортів – на 30 секунд; для склоподібних сортів – на 1 хвилину.

Вихід кожного номера крупи визначають, просіюючи її через набір сит і зважуючи продукт на кожному ситі, виражаючи результат у відсотках від загальної наважки (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 вихід перлових круп може перевищувати або не досягати нормативу (40%), що залежить від сортових особливостей ячменю та умов його вирощування.

Овес. У лабораторних умовах з зерна вівса виготовляють шліфовані крупи без попереднього пропарювання, що відповідають вимогам ДСТУ 7698:2015 «Крупи вівсяні. Технічні умови». Ці крупи складаються з цілих ядер вівса, обов'язково шліфованих. Частка битих ядер не повинна перевищувати 1%. Забарвлення круп визначається відтінками ендосперму і має бути світлим, а поверхня круп злегка вкривається мучеллю. Під час процесу шліфування, окрім звільнення від квіткових оболонок, з поверхні вівса також видаляються волоски, які знижують засвоюваність кінцевого продукту.

Перероблення. У вівса ядро має еластичну структуру, що дозволяє йому витримувати більші механічні навантаження порівняно з іншими круп'яними зернами. Квіткові плівки щільно охоплюють ядро, але не зрощуються з ним. Для лущення вівса в лабораторних умовах не існує спеціального приладу. Цей процес здійснюється послідовно на кількох машинах. На спеціально модифікованих обійках зерно вівса піддається ударам і тертю об абразивну поверхню, що сприяє зішкрябанню квіткової плівки з ядра.

Для лущення вівса наважку сортують за крупністю на чотири фракції. Прохід нижнього сита, що не йде в подальше перероблення, є кормовими відходами. Якщо прохід нижнього сита складає 20% і більше, пробу вважають фуражною і не переробляють на крупи.

Ефективність лущення на обійці невисока, тому кожну фракцію лущать кілька разів, зокрема 2–3 рази без проміжного відбирання ядра. Для відокремлення обрушених і необрушених зерен наважку сортують на лабораторному трієрі. Необрушене зерно повторно пропускають через обійку, фіксуючи кількість пропусків. Луски видаляють за допомогою аспіраційної машини. Обрушене зерно з усіх фракцій з'єднують і шліфують на спеціальній лабораторній машині. Луски, що потрапили в крупи, відокремлюють на лабораторному сепараторі.

Технологічна схема

1. Зважити пробу: взяти наважку масою 500 г.

2. Сортування зерна: засипати наважку на верхнє сито розсійника «ЯКТА К-294» («Петкус»). Увімкнути розсійник і сортувати зерно на фракції до того моменту, поки кожна фракція не зійде по поверхні у призначені для цього коробки.

3. Зважування фракцій: кожену східну фракцію зважити окремо. Прохід нижнього сита відноситься до відходів.

4. Лущення на обійці: увімкнути обійну машину, засипати в бункер одну або дві об'єднані фракції після сортування. Одночасно увімкнути аспіратор для видалення лусок.

5. Повторне лущення: повторити лущення 2-3 рази без проміжного відбирання ядра (залежно від міцності ендосперму).

6. Відокремлення лусок: увімкнути сепаратор «АЛА К-293» («Петкус») та налаштувати подачу повітря для повного видалення лусок після лущення. Відокремлені луски зібрати окремо.

7. Після засипання змішаного продукту в бункер сепаратора, необхідно налаштувати швидкість подачі суміші в робочу камеру за допомогою направляючого лотка. Це дозволить забезпечити оптимальний потік матеріалу та ефективне відвіювання плівок, що залишилися після лущення. Після того, як всі плівки будуть відокремлені, їх слід зібрати окремо. Разом з ними зберуться обрушені і необрушені зерна, які також потрібно збирати окремо для подальшої обробки, наприклад, повторного лущення необрушених зерен.

8. Трієр для сортування зерен: засипати змішаний продукт у бункер трієра «РОТА К-292» («Петкус»). Після розділення чисте ядро залишити в накопичувальній ємності, а необрушене направити на повторне лущення. При необхідності дрібні необрушені зерна можна приєднати до дрібнішої фракції.

9. Зважити ядро: після всіх пропусків через обійку зважити чисте ядро.

10. Шліфування вівсяного ядра: увімкнути машину для шліфування «УЛШ-1», встановити на реле часу тривалість лущення (120-180 секунд).

11. Процес шліфування: засипати всі отримані ядра в приймальний бункер, закрити кришкою та увімкнути тумблери «пуск» та «цикл». Після включення «цикл» сигнальна лампочка повинна погаснути.

12. Закінчення циклу: після закінчення циклу шліфування вимкнути машину, потім увімкнути на 10–15 секунд для додаткового шліфування.

13. Вивантаження шліфованих круп: вивантажити шліфовані крупи з бункера, пропустити через аспіратор для видалення залишкової мучки та зважити.

14. Обчислення виходу мучки: за різницею маси в п. 9 і п. 13 обчислити вихід мучки, який має складати близько 10 % від загального виходу круп.

15. Відсів дроблених круп: відсіяти дроблені крупи через сито з отворами діаметром 1 мм та зважити.

16. Збір і зважування половин: після перероблення кожної проби зібрати всю половину (з аспіраторів обійки та сепаратора) та зважити.

17. Очищення машини: наприкінці робочого дня очистити шліфувальну машину від мучки за допомогою йоржика всередині та щітки ззовні.

Так вихід круп обоаховують за відношенням до наважки зерна (0,5 кг): масу шліфованих ядер множать на 2 і ділять на 10.

Горох. Із зерна гороху в лабораторії отримують крупи, що відповідають вимогам ДСТУ 7701:2015 Крупи горохові. З гороху отримують два види продукту: цілий лущений горох (з нерозділеними сім'ядолями) та колотий лущений горох (півсфери сім'ядолей чи їхні частки). Вихід кожного виду продукту обчислюється окремо. Не більше 3% зерен повинні бути нелущеними (або 10 шт. на 100 г). У процесі перероблення утворюються плівки, подрібнений горох (прохід через сито 3 мм), січка (прохід через сито 1,5 мм) і мучка (прохід через сито 1 мм). Січка та мучка повинні бути повністю видалені з продукту. Допускається не більше 0,1 % подрібненого в цілому та 1 % у колотому горосі.

Перероблення. У лабораторії для зняття насінних оболонок використовують прилад «ЛШЯ-2», що працює за принципом зішкрібання оболонок при терті насіння об абразивні диски та металеві частини приладу. Цей

метод дозволяє отримати крупні частини оболонок, що добре відділяються від сім'ядолей і піддаються подальшому сепаруванню та видаленню, особливо в сортів з слабким змиканням оболонок.

Технологічна схема

1. Зважування проб: візьміть дві проби зерна масою по 100 г кожна для подальшого оброблення.

2. Налаштування приладу: переведіть тумблер приладу «ЛШЯ-2» у положення «робота», потім помістіть наважку в бункер приладу.

3. Встановлення часу оброблення: на шкалі реле часу встановіть необхідну тривалість оброблення на основі сорту гороху. Для крупнозерного гороху це зазвичай становить 90–115 секунд, для дрібнозерних сортів – 120–180 секунд.

4. Запуск оброблення: натисканням на важіль увімкніть двигун приладу, після чого наважка почне рухатися в робочу зону, де відбудеться обробка зерна за заданий час.

5. Автоматична зупинка: після закінчення встановленого часу оброблення двигун автоматично вимикається, що сигналізує про завершення обробки.

6. Розвантаження зерна: за допомогою ручки перемістіть ротор у крайнє верхнє положення, а потім встановіть тумблер у положення «розвантаження». Завдяки власній вазі, наважка повністю вивантажиться з камери у підставлену ємність.

7. Просіювання: Обрушене зерно у суміші з плівками необхідно помістити в набір сит. Сита мають наступні розміри: верхнє сито з отворами $4,0 \times 20$ мм; два середніх сита з круглими отворами діаметром 3,0 мм і 1,5 мм; нижнє сито (дно). Після просіювання крупні частини оболонок, що залишилися на верхньому ситі, потрібно розім'яти пальцями, щоб вони змогли пройти через сито.

8. Зважування першого сходу: Схід з сита $4,0 \times 20$ мм (цілий лушений полірований горох) потрібно зважити.

9. Обробка другого сходу: Схід з сита 3,0 мм, що являє собою суміш розколотого лушеного гороху та оболонок, слід пропустити через сепаратор

«АЛА К-293» для відокремлення оболонок. Для цього: увімкніть сепаратор в електромережу, засипте наважку в приймальний лоток, відрегулюйте тягу на відсмоктування оболонок. Після того як вся наважка пройде через аспіраційну колонку, вимкніть прилад і зібрати оболонки та крупи окремо. Зважте окремо оболонки і крупи. Збір мучки та січки:

10. Після завершення аналізів за весь робочий день виберіть мучку та січку з мішка-збірника, закріпленого на аспіраторній установці «ЛШЯ-2». Зважте весь продукт, отриманий за робочий день, і розділіть його на кількість аналізованих наважок, щоб визначити середній показник виходу борошна та січки. Якщо цей показник перевищує 10 %, необхідно відрегулювати прилад або зменшити час обробки.

Контроль лущення. Ступінь лущення контролюється за кількістю необрушеного зерна, мучки та січки. Поверхня сім'ядолей має бути шорсткою та матовою. Якщо відхилення більше 1%, потрібно переробити додаткову наважку 100 г.

1.19. Оцінка товарної якості крупів

Усі проби крупів, отримані в рамках експертизи, аналізують в один день, щоб уникнути зміни забарвлення. Після цього проби для подальших досліджень зберігаються в прохолодному місці, захищеному від світла.

Забарвлення крупів визначають за денного розсіяного світла. Аналіз слід починати з сорту, забарвлення та консистенція якого вже відомі, щоб забезпечити правильну оцінку та порівняння інших зразків.

Аналіз крупи рису. З проби шліфованого рису беруть наважку 5 г з точністю до 0,01 г. Цю наважку ретельно розбирають на ціле і дроблене ядро. Дробленими вважаються ядра, що мають розмір менше ніж 2/3 від стандартного розміру нормального ядра. Усі інші ядра, що не підпадають під це визначення, вважаються цілими. Після цього зважують тільки дроблені ядра і обчислюють їхній вміст у відсотках від загальної маси наважки. Щоб визначити вміст цілих ядер, від 100 % віднімають відсотковий вміст дроблених ядер.

Аналіз крупи проса (пшона). Якість пшона визначають на основі наважки масою 50 г, яку відбирають із проби, отриманої після визначення відсотка його виходу.

Забарвлення пшона є основним показником його якості. Для оцінки частину наважки розсипають тонким рівномірним шаром на чорному аркуші паперу або темній розбірній дошці. Візуально визначають колір крупи, який може бути: яскраво-жовтий, жовтий, жовтий із сірим відтінком, світло-жовтий із сірим відтінком, кремовий, світло-кремовий (обидва з можливим сірим відтінком) або сірий. Окрім забарвлення, визначають консистенцію пшона за зовнішнім виглядом. Її характеризують як склоподібну, напівсклоподібну або борошністу, залежно від переважної фракції.

Вміст пошкодженого ядра визначають, розбираючи наважку 10 г, відокремлюючи ядра зі зміненим забарвленням ендосперму, зважуючи їх і розраховуючи відсотковий вміст. Контроль здійснюють аналогічно до зерна під плівками.

Аналіз крупів ячменю. Забарвлення перлових крупів і повноту шліфування визначають за пробою ~30 г, звертаючи увагу на наявність борозенки. Крупи можуть бути кремового або світло-кремового кольору з жовтуватим, зеленуватим, сіруватим чи коричнюватим відтінком.

Також оцінюють наявність залишків оболонки у борозенках, недодертого зерна та інших дефектів, помітних візуально.

Визначення крупності ядра гречки. Крупне, добре вирівняне зерно гречки сприяє отриманню рівномірного ядра, яке легше очищується від домішок і має вищу харчову цінність завдяки більшому зародку та вмісту біологічно активних речовин.

Крупність ядра визначають як відсотковий вміст фракції, що проходить через сито з отворами 3,8 мм, від загальної маси наважки.

Хід аналізу

1. Зважити на технічних вагах наважку круп масою 100 г з точністю до 0,01 г.

2. Помістити наважку на сито розсійника «КРЛ-1» (отвори 3,8 мм), під ним розмістити днище. Додати будь-які ситові рівні нижче днища, закрити кришку та сортувати протягом 3 хв.

3. Зсипати східну фракцію в лоток, зважити її з точністю до 0,1 г та розрахувати відсоток відносно початкової наважки.

1.20. Кулінарна оцінка крупів і зерна бобових видів

Кулінарні якості круп і зерна бобових видів оцінюються за: смак – визначається через органолептичне тестування після варіння; забарвлення – перевіряється колір після варіння; структура – оцінюється текстура зерна після варіння; тривалість варіння – час, необхідний для варіння зерна; коефіцієнт розварювання – відношення збільшення об'єму чи маси після варіння до початкового стану зерна.

Для оцінки кулінарних якостей круп і зерна бобових використовується варіння в електропроводяній бані (типу «ПОР-1» чи «ПКО-1»). Це дозволяє отримувати розсипчасту, круту консистенцію каші. Варіння на пару забезпечує порівняння різних сортів у рівних умовах, запобігаючи пригоранню чи розрідженню, що дає можливість точно оцінити смак, забарвлення та структуру продукту.

Хід аналізу

1. Зважити наважки крупів або зерна бобових масою 50 г на технічних вагах з точністю до 0,1 г.

2. Промити наважки (окрім гречаних, вівсяних крупів і зерна бобових видів) двічі холодною водою.

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

4. Додати по 1 г солі на кожну наважку (для зерна бобових без солі).

5. Закрити циліндри кришками та встановити їх в отвори приладу, де вода має закипіти.

Особливість приготування рису: наважку рису масою 50 г поміщають у циліндр з 90 см³ киплячої води; за 10 хвилин до закінчення варіння доливають ще 10 см³ холодної води (температура 10–16°C); це сприяє отриманню більш розсипчастої каші. Тривалість варіння залежить від виду крупів і коливається від 40 до 180 хвилин (табл. 24). Готовність крупів визначається органолептично, за смаком, текстурою та кольором.

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). Для визначення об'єму крупів перед варінням, підготовлену пробу занурюють у вимірювальний циліндр з 100 см³ води кімнатної температури (18–20°C). Різниця рівня води до та після засипання крупів дозволяє визначити об'єм крупів до варіння.

Для вимірювання об'єму гречаних та вівсяних крупів, їх висипають у сухий мірний циліндр, злегка постукуючи по ньому для вирівнювання поверхні крупів. Після цього вимірюють об'єм крупів у циліндрі. Об'єм каші визначають безпосередньо в циліндрі, в якому вона варилася. Для цього за допомогою металевої лінійки вимірюють висоту від верхнього краю циліндра до поверхні каші. Різниця між об'ємом циліндра і верхньою незаповненою частиною відповідає об'єму каші. Вимірювання проводять щонайменше тричі для точності результату.

Відповідно коефіцієнт розварювання (K_p) обчислюють за формулою:

$$K_p = \frac{V_k}{V_{кр}},$$

де: V_k – об'єм каші, см³;

$V_{кр}$ – об'єм крупи до варіння, см³.

Для визначення коефіцієнта розварювання використовують таблиці, де значення коефіцієнта відповідають висоті незаповненої частини циліндра після варіння (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

Відповідно коефіцієнти розварювання крупів перебувають у визначених 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 визначається як відношення маси зерна після варіння до маси сухого зерна.

Коефіцієнт розварювання зерна бобових 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, її відокремлюють від стінок циліндра круговими рухами столового ножа. Потім перевертають циліндр над тарілкою і, постукуючи по дну, викладають кашу. Добре зварена каша повинна зберігати форму циліндра на тарілці і не розвалюватися.

Охолоджені до кімнатної температури проби оцінюють за забарвленням при хорошому денному освітленні. Для каш з пшона та перлових крупів використовують ті ж градації забарвлення, що й для аналізу відповідних видів крупів.

Спеціаліст, що аналізує крупи на кулінарні якості, повинен добре орієнтуватися в кольорах та відтінках, які характеризують кожен вид каші. Для полегшення підрахунків середніх показників забарвлення каші слід записувати в робочі бланки в балах, що дозволяє стандартизувати оцінку і зручніше порівнювати результати.

Смак каші оцінюється за дев'ятибальною шкалою. Бал 9 ставлять за хороший смак і аромат без сторонніх присмаків. Зниження балів на 1–3 дається при наявності кислих чи гіркуватих присмаків. Оцінка 1 присвоюється каші, яка стала непридатною через псування.

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 оцінюють за зовнішнім виглядом і на смак. Вівсяну кашу характеризують як напівв'язку або в'язку, інші види можуть бути розсипчастими або напіврозсипчастими.

Кулінарна оцінка зерна бобових видів. Огляд варених бобових культур, таких як горох, квасоля, чина, нут, починають через 90 хвилин після початку варіння, а сочевицю – через 30 хвилин. Повторюють огляд кожні 10–15 хвилин до повної готовності, яку визначають органолептично, натискаючи ложкою на зерна. Основний показник готовності – м'якість більшості зерен.

Після варіння зерно викладають на шовкове сито для видалення надлишків води, потім кладуть на тарілку для охолодження. Охолоджене зерно зважують з точністю до 0,1 г. Після цього проводять органолептичну оцінку за забарвленням, смаком та розварюванням. Забарвлення звареного зерна оцінюють за тими ж критеріями, що й для сухого зерна.

Смак каші оцінюють за дев'ятибальною шкалою. Вищий бал (9) отримує проба з приємним, злегка солодкуватим смаком (горох), характерним для кожного виду, а також з ніжною борошністою або маслянистою консистенцією (квасоля), без сторонніх присмаків і запахів. Якщо присутні слабкі сторонні присмаки чи запахи (наприклад, сирого турнепсу), оцінка знижується на один бал. За сильніші присмаки або запахи, а також наявність твердого або погано розвареного зерна оцінка може бути знижена на 2–3 бали. Паралельно з оцінкою смаку визначають рівень розварювання: якщо 95 % зерен має м'яку консистенцію, легко розжовується і зберігає цілісність до моменту готовності,

розварювання вважається рівномірним. У протилежному випадку – нерівномірним.

1.21. Визначення екстрактивності зерна ячменю

Оцінка екстрактивності зерна ячменю проводиться за допомогою лабораторного методу, який визначає здатність зерна віддавати свої поживні компоненти під час обробки.

У перший день проведення аналізу готується солодова витяжка.

1. Розмелюється 600 г солоду так, необхідно щоб розмелений солод повністю проходив крізь сито № 1.

2. Заливається 600 г подрібненого солоду 2400 мл дистильованої води (1:4). Настоюється суміш 2 години, періодично помішуючи. Фільтрується через паперовий складчастий фільтр.

3. Щоб правильно визначити концентрацію солодової витяжки, дотримуйтеся наступних кроків: залийте витяжку в циліндр так, щоб ареометр міг вільно плавати в рідині; обережно занурте ареометр до дна циліндра, щоб він стабільно встановився на будь-якій поділці шкали; легким поштовхом занурте ареометр на одну-дві поділки глибше. Після цього зачекайте 2-3 хвилини, щоб дати час на вирівнювання температури витяжки і ареометра. Після цього зробіть кінцевий відлік рівня рідини, який знаходиться на верхньому краї меніска. Важливо, щоб відлік здійснювався на рівні очей. Якщо на шкалі ви побачите, що щільність фільтрату більше 4,5 %, розбавте витяжку дистильованою водою до концентрації близько 4 % і повторно визначте її щільність за допомогою ареометра.

4. Для аналізу потрібно виконати наступні кроки: відібрати 6 дослідних проб по 120 г кожна; розмолоти ці проби на лабораторному млині з конічними робочими органами (типу «Miag Braunschweig», Німеччина) до тонкого помелу; переконатися, що розмолота суміш проходить крізь сито з металевою сіткою № 056 не менше ніж на 85 %.

5. Для визначення вологості проб ячменю необхідно виконати наступні кроки: взяти проби ячменю і помістити їх в сушильну шафу; встановити температуру шафи на 105°C; сушити проби протягом 3 годин; після завершення сушіння, вийняти проби і охолодити їх до кімнатної температури; визначити зменшення ваги проби, яке буде відображати вміст води в ячмені.

6. Для виконання наступного кроку потрібно: ретельно перемішати розмелений ячмінь, щоб забезпечити рівномірний розподіл частинок; взяти дві наважки по 50 г розмеленого ячменю; визначити точність зважування до 0,01 г, використовуючи технічні ваги; помістити кожен наважку в попередньо зважені сухі стакани від заторного приладу, щоб забезпечити точність вимірювання.

7. Додати 0,1 г тимолу в кожен стакан, залити 200 мл солодової витяжки та обережно перемішати. Потім поступово додати 50 мл дистильованої води.

8. Отриману суміш настоювати при температурі 14–16°C близько 15 год.

На наступний день аналізу:

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

2. Помістити стакани на водяну баню заторного приладу, нагріту до 60°C, і довести температуру до 70°C, увімкнувши мішалки. Прилад підтримує цю температуру протягом 1 години.

3. Після години вимкнути мішалки, і почнеться охолодження вмісту стаканів до 20°C за допомогою проточної води.

4. Вийняти стакани та змити мішалки дистильованою водою.

5. Витерти стакани насухо, поставити на ваги та додавати дистильовану воду, щоб маса вмісту стакана становила 500 г.

6. Профільтрувати вміст стаканів через складчастий фільтр. Першу порцію фільтрату (близько 100 мл) повернути на фільтр.

7. Визначити масову частку екстракту в фільтраті за допомогою ареометра 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, %.

Далі перераховують екстрактивність на абсолютно суху речовину (E_2) за формулою:

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

Допустимі відхилення при двох паралельних визначеннях мають становити 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 помістити кожену в скляну воронку діаметром 10 см, встановлену у тримачі. На кінець воронки надіти коротку гумову трубку з затискачем. Для запобігання проскакування зерен, покласти в спусковий отвір воронки шматочок скляної палички або скляну кульку. Заповнити воронку водогінною водою кімнатної температури (18–20°C) так, щоб рівень води був на 2 см вище поверхні зерна. Після наповнення воронки водою, занурити зерна, що спливли, ретельно перемішуючи паличкою.

2. Через 4 години відкривають гумову трубку і спускають воду. Залишають зерно в лійці на 16–18 годин при кімнатній температурі, звільняючи гумову трубку від затискача. Лійка повинна 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 години. Після цього спускають воду і залишають гумову трубку відкритою до кінця пророщування. 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. Відповідно 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 $A_n = \frac{(500 - 32) \times 100}{500} = 93,6 \%$, $C_r = \frac{468 + 10}{500} = 95,6 \%$, 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. Методи визначення енергії проростання та здатності до проростання», розходження між двома паралельними визначеннями допускаються: не більше 5% за середньої арифметичної величини 90% і вище; не більше 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. Для визначення вмісту білка в зернових та зернобобових культурах спочатку вимірюють загальний азот, використовуючи метод Кьельдаля або інші. Потім кількість азоту перераховують у білок, помноживши на коефіцієнт 6,25.

У зернових культурах, таких як пшениця, жито, кукурудза, горох, квасоля, сочевиця, аналізують зерно, а в круп'яних культурах, таких як рис, гречка, просо – крупи. Для вівса та ячменю вміст білка визначають у крупах при оцінці круп'яних якостей, а для оцінки кормових і пивоварних властивостей ячменю – в зерні. У зерні кукурудзи також визначають вміст крохмалю та жиру, а в пивоварному ячмені – крохмалю.

Для порівняльної оцінки сортів зернових та зернобобових визначають вміст жиру, крохмалю, клітковини та золи, окрім білка. Це допомагає оцінити харчову цінність та технологічні властивості.

Відбирання і подрібнення середніх проб. Середні проби для хімічних аналізів відбираються в такій кількості: пшениця, жито – 50 г; вівсянка, ячмінь, зернобобові – 100 г; кукурудза – 150–200 г; крупи різних видів – 5 г.

Якщо окрім визначення вмісту білка в зерні пшениці й жита, а також у крупах, потрібно виконати й інші аналізи, середню пробу відповідно збільшують, щоб забезпечити достатню кількість для всіх необхідних тестів.

Зерно розмелюють у два етапи: спочатку подрібнюють на більш великі частки, пропустивши через млин один раз, а потім всю пробу або її частину розмелюють до тоншого стану. Це дозволяє досягти рівномірного розмелу та забезпечити правильний аналіз.

Для визначення вмісту білка в пшениці та житі середні проби масою 50 г подрібнюють на млині «Пірует». Якщо в лабораторії є конусний млин, спочатку проби подрібнюють на «Пірует», потім відбирають з них нові середні проби

масою близько 20 г і подрібнюють до часток не більше 0,5 мм, пропускаючи через конусний млин один-два рази.

Середні проби зерна ячменю, вівса, зернобобових і кукурудзи спочатку подрібнюють на дисковому чи молотковому млині. Потім відбирають середню пробу, залежно від кількості необхідних аналізів, і розмелюють на млині «Пірует». Для цього беруть 50 г подрібненого зерна, щоб воно покривало ніж-пропелер. Якщо проба більша за 50 г, її розмелюють за кілька заходів. Крупи з рису, гречки, проса можна одразу розмолоти на конусному млині, пропустивши через нього двічі. Крупи з ячменю, вівса та зерна квасолі подрібнюють на млині «Пірует».

2.1.1. Визначення загального азоту

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

Метод визначення вмісту азоту полягає в руйнуванні органічних речовин сірчаною кислотою за наявності каталізатора. В результаті цього процесу вивільняється азот у вигляді аміаку, який з'єднується з сірчаною кислотою, утворюючи сірчаноокислий амоній. Після цього додають луг, щоб виділити аміак, який відганяють і вловлюють титрованим розчином сірчаної кислоти. Надлишок кислоти потім нейтралізують лугом. За кількістю аміаку визначають вміст азоту, а потім, множачи його на відповідний коефіцієнт, обчислюють вміст білка (сирого протеїну).

Реактиви:

1. Сірчана кислота (концентрована, густина 1,84 г/см³) — не містить аміаку.
2. Янтарна кислота — хімічно чиста.
3. Селен металічний.
4. Мідь сірчаноокисла.
5. Калій сірчаноокислий.

6. Гранульоване натронне вапно.

7. Метилловий червоний: 0,02 г індикатора розчиняють у 100 мл 60 % (або 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). У кислому розчині індикатор має червоно-фіолетове забарвлення, а в лужному – зелене. В перехідній стадії при рН 5,5 індикатор безбарвний. Зберігають його у темній склянці. Комбінований індикатор зручний для титрування при електричному освітленні.

9. Для приготування *0,1 Н розчину сірчаної кислоти* беруть 2,8 мл хімічно чистої концентрованої сірчаної кислоти (густина 1,84 г/см³), додають її в колбу ємністю 1 л, що наповнена дистильованою водою до половини об'єму, і доводять до мітки водою. Якщо необхідно приготувати кілька літрів розчину, відповідно збільшують об'єм води. Розчин ретельно перемішують. Титр приготованого розчину не визначають, оскільки він не буде точно 0,1 Н

10. Для приготування *0,1 Н розчину їдкого натрію* за масових аналізів беруть 10–12 л розчину. Оскільки їдкий натрій часто вкривається шаром карбонату натрію, що утворюється через взаємодію з вуглекислотою повітря, для компенсації цього беруть дещо більшу наважку (наприклад, замість 4 г на 1 л використовують 4,5 г) і перед розчиненням швидко споліскують водою. Спочатку готують насичений розчин лугу: обмиту водою наважку розчиняють в рівній за масою кількості води. Після охолодження залишають на 3–4 тижні в закритій склянці чи циліндрі, щоб домішки карбонату натрію випали в осад. Потім розчин обережно зливають, не збовтуючи осад, і розбавляють водою до 0,1 Н. Для запобігання зміни титру через поглинання вугільної кислоти розчин ізолюють, ставлячи в бутель, який з'єднаний із зовнішнім повітрям тільки через трубку з натронним вапном.

Правильно, для титрування розчином їдкого натрію не можна використовувати бюретку зі скляним краном, оскільки їдкий натрій може

«заїдати» або пошкоджувати скляний механізм крана. Тому для таких титрувань використовують бюретки з пластмасовим або металевим краном, які не піддаються впливу їдкого натрію і не змінюють точність титрування.

Розчини лугу й кислоти можна використовувати тривалий час, але потрібно перевіряти титр 0,1 Н їдкого натрію кожні два тижні для підтримки точності титрувань.

Визначення титру 0,1 Н розчину їдкого натрію. Для встановлення титру краще використовувати янтарну кислоту ($C_2H_4(CO_2H)_2$), яка не містить кристалізаційної води. Її можна отримати в чистому вигляді шляхом перекристалізації та сушіння при кімнатній температурі. Якщо є хімічно чиста янтарна кислота, перекристалізацію можна пропустити. Розчин янтарної кислоти титрують за кип'ятіння в присутності фенолфталеїну, оскільки ця кислота є слабкою.

Зважують на аналітичних вагах у скляні бюкси 3–4 наважки янтарної кислоти по 0,1–0,2 г. Сушать їх до постійної маси при температурі 100°C, зважують бюкси з точністю до 0,01 г. Потім кожну наважку висипають із бюкса в колбу для титрування, розчиняючи в 20–25 мл дистильованої води. Бюкси зі слідами кислоти знову зважують.

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

Приклад розрахунку. Відповідно 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 0,1 Н розчину сірчаної кислоти відповідає 0,0014 г азоту, і це еквівалентно 1 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію. Тому 1 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію еквівалентний 0,0014 г (1,4 мг) азоту. Для визначення, яка кількість азоту відповідає 1 мл нашого 0,1 Н розчину їдкого натрію, треба виконати таке обчислення: $0,004 : 0,0014 = 0,003741$.: 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. Процес фільтрації проводять через кілька шарів марлі і скляну вату, після чого розчин охолоджують до кімнатної температури. Після цього перевіряють питому масу розчину за допомогою ареометра. Оскільки при розчиненні лугу відбувається сильне нагрівання, розчинення спочатку здійснюють у фарфоровій ступці, постійно обережно помішуючи товстою скляною паличкою.

Реактив Несслера. 17 г хлорної ртуті розчиняють у 300 мл дистильованої води в хімічному стакані ємністю близько 0,5 л. 35 г йодистого калію розчиняють у 100 мл дистильованої води і переливають у склянку ємністю близько 1,5 л з міткою 1 л. Потім поступово додають перший розчин до другого, поки червоний осад йодистої ртуті не перестане розчинятися. Об'єм отриманого розчину доводять до 1 л, додаючи 20 %-ий розчин їдкого натрію, після чого додають розчин хлорної ртуті, поки знову не з'явиться незникаючий осад.

Забарвлення відстояної рідини в склянці має бути світло-жовтим. Якщо рідина безбарвна, додають ще розчин хлорної ртуті. Підготовлений реактив обережно зливають у склянку з темного скла та зберігають у темному місці. Чутливість цього реактиву до іону амонію з часом знижується, особливо після тривалого зберігання.

Каталізатор. Каталізатором є суміш сірчаноокислого калію, сірчаноокислої міді та селену металічного в пропорції 100:10:2. Ця суміш підвищує температуру кипіння сірчаної кислоти та прискорює процес спалювання органічної речовини.

Спочатку в ступці розтирають селен, після чого додають сірчаноокислу мідь, а потім сірчаноокислий калій. Все ретельно перемішують і просівають через сито з отворами діаметром 0,5 мм. Частини, що не пройшли через сито, знову розтирають.

Вода для титрованого розчину лугу. Дистильована вода, після її отримання, може містити велику кількість вуглецевої кислоти, яка вивільняється повільно. Для прискорення цього процесу дистильовану воду кип'ятять протягом півгодини, після чого охолоджують, щільно закриваючи колбу корком з трубкою, в якій знаходиться натронне вапно. Цей метод є загальноприйнятим, але для масових аналізів краще використовувати інший спосіб: протягом 10 годин пропускати через воду потік очищеного повітря. В результаті вуглецева кислота в дистильованій воді, яка перебуває в рівновазі з повітрям, буде в такій незначній кількості, що її можна буде ігнорувати.

Для пропускання струменя повітря використовують такий прилад: бутель з водою закривають гумовим корком, через який пропускаються дві скляні трубки – довга (до дна бутеля) і коротка (що досягає рівня води в бутлі). Коротку трубку приєднують через запобіжну склянку до водоструменевого насоса, через який пропускають повітря. Перед тим як повітря потрапить у воду, його очищують, пропускаючи через три промивні склянки: у першу наливають концентровану сірчану кислоту, друга – запобіжна (порожня), а в третій – дистильовану воду. Останню склянку з'єднують з трубкою, яка проходить через корок бутеля і досягає дна.

Обладнання: колби конічні круглдонні з корком Кьельдаля на 100–550, колби прийомні (конічні чи плоскодонні) на 250–300 мл; мірні колби на 1 л; краплевловлювач (насадки Кьельдаля); 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; холодильники кулькові; фарфорова ступка;

бюретки на 50 мл; хімічні стакани на 500–1000 мл; бюкси металічні, ложечка металева вузька.

Хід аналізу. Для масових визначень загального азоту в рослинах використовують торзійні ваги, які дозволяють швидко зважувати наважки. Для прискорення процесу наважки беруть не з повітряно-сухої, а з абсолютно сухої речовини. Зерно розмелюють на борошно, яке висипають у металевий бюкс, якщо маса проби близько 20 г. Якщо маса проби понад 50 г, її висипають на глянцева папір або металевий лоток, добре перемішують, розкладають тонким шаром, ділять шпателем на квадрати й відбирають з різних місць близько 20 г речовини, щоб вона займала не більше половини бюкса, що полегшує сушіння і перемішування при наборі наважки для аналізу.

Пробу, що міститься в бюксі, висушують у термостаті чи сушильній шафі при температурі 100–105°C протягом 4 годин і охолоджують в ексікаторі. Нижнє відділення ексікатора заповнене шматочками прожареного хлористого кальцію або концентрованою сірчаною кислотою на одну третину його глибини. Наважку масою близько 0,50–0,75 г беруть вузькою металевою ложечкою з бюкса, ретельно перемішуючи вміст, і переносять на лоточок із пергаментного паперу, підігнаний за масою до 150–200 мг. За допомогою довгого пінцета лоточок з наважкою вводять у суху колбу Кьельдаля і висипають наважку на дно.

Якщо речовину швидко відбирають і зважують, вона не встигає поглинути вологу з повітря, тому наважка буде достатньо точною. З кожної проби беруть дві паралельні наважки для підвищення точності результатів аналізу.

Під час роботи на аналітичних вагах наважку беруть у суху довгу пробірку, яка вільно входить в горло колби Кьельдаля. Пробірку з досліджуваною пробою зважують, потім поміщають її глибоко в колбу Кьельдаля і висипають розмелене зерно. Після цього пробірку знову зважують, а різниця між першим і другим зважуванням дає масу наважки. Одночасно з наважкою для визначення вмісту азоту беруть наважку для визначення вологості. Її зважують і висушують до постійної маси, щоб визначити вміст вологи в пробі.

У колбу з наважкою додають 10 мл концентрованої сірчаної кислоти, а потім залишають суміш для обвуглювання, періодично коливаючи колбу. Після цього додають близько 0,7 г каталізатора і ставлять колбу на нагрівальний прилад, накриваючи її легким скляним корком або лійкою. Під час кипіння колба має бути нахилена, щоб уникнути втрат розчину. Важливо звертати увагу на бурхливе кипіння, яке може призвести до втрат молекулярного азоту.

Спалювання триває кілька годин: спочатку за слабого нагрівання, поки не зникнуть грудочки, після чого нагрівання поступово посилюють. Частки органічної речовини, що прилипають до стінок колби, змивають, періодично повертаючи і перемішуючи вміст. Спалювання завершується, коли рідина набуває зеленувато-блакитного забарвлення, яке зникає після охолодження. Якщо на горловині колби або пробці залишилися залишки органічної речовини, їх змивають дистильованою водою і спалюють ще раз до отримання зазначеного забарвлення.

Прилад для спалювання органічної речовини. У лабораторії Українського інституту експертизи сортів рослин для масових аналізів використовують прилад, який складається з 40 електропліток. Кожна плітка є спеціально переобладнаною лійкою для гарячого фільтрування: знятий фабричний нагрівач, а всередині лійки нанесено вогнетривкий шамотний матеріал. На сферичну поверхню плітки покладено спіральний нагрівач, який дозволяє регулювати нагрів – як слабкий, так і сильний. Це дозволяє ефективно контролювати температуру для проведення аналізів. Кожна плітка вмикається в електричну мережу окремо, що дозволяє зручно контролювати температуру для кожного аналізу. Для масових аналізів також використовують розрізану навпіл азбоцементовану трубу, обладнану спіралями. Ця конструкція забезпечує рівномірний нагрів і сприяє ефективному спалюванню, що зручно при великих обсягах проб.

Відгін аміаку. Після завершення спалювання органічної речовини та охолодження колби корок споліскують дистильованою водою, щоб змити залишки органічної речовини. Потім в колбу обережно додають близько 60 мл

дистильованої води для подальшого розчинення залишків і підготовки до наступних етапів аналізу.

Для відгонки аміаку використовують ті ж самі колби Кьельдаля (250–500 мл), у яких спалюють органічну речовину. Якщо колби менші (але не менше 100 мл), спалювання проводять у них, а відгонку – у більших ємностях (500–700 мл). Відгінну колбу наповнюють рідиною, споліскуючи меншу колбу 5–6 разів дистильованою водою. Загальний об'єм рідини, разом із доданим лугом, не повинен перевищувати 200–300 мл. Щоб уникнути поштовхів під час кипіння, додають кілька шматочків прожареної пемзи, скляні капіляри або намистинки.

Прийомні колби (конічні або плоскодонні на 250 мл) готують одночасно з відгонкою аміаку. У них додають 0,1 Н розчин сірчаної кислоти з бюретки, об'єм якої залежить від виду досліджуваного зразка: злакові (пшениця, жито, кукурудза, рис, ячмінь, гречка, просо, сорго, овес) – 20 мл; бобові (горох, квасоля, нут, чина, сочевиця) – 30 мл; соя – 40 мл; люпин – 50 мл; високобілкові сорти пшениці (білок 15 % і більше) – 30 мл.

У кожен прийомну колбу додають 3–4 краплі індикатора (комбінованого або метилового червоного) і встановлюють її під холодильник перегінного апарату Кьельдаля (рис. 44). Важливо, щоб кінчик трубки холодильника був занурений у кислоту.

Перегінний апарат Кьельдаля. Перегінний апарат Кьельдаля складається з відгінної колби (Кьельдаля або плоскодонної), краплевловлювача (насадки 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, містить спеціальну лійку з притертим краном для швидкого приливання розчину їдкого натрію, що прискорює процес аналізу. Нагрівання здійснюється за допомогою колбонагрівачів, які вмикаються окремо.

Після встановлення колби Кьельдаля на нагрівальний прилад перегінного апарату її щільно закривають корком, обладнаним краплевловлювачем і спеціальною лійкою. Через воронку обережно приливають 40 мл їдкого натрію

(густиною 1,26–1,28 г/см³). Якщо для спалювання органічної речовини використовували понад 10 мл концентрованої сірчаної кислоти, кількість лугу відповідно збільшують.



Рис. 44. Перегінний апарат Кьєльдаля

Луг, який додають у відгінну колбу, розкладає сірчаноокислий амоній, внаслідок чого виділяється аміак. Аміак через трубку холодильника потрапляє у прийомну колбу, що містить сірчану кислоту, і знову утворює сульфат амонію.

Під час відгонки важливо дотримуватися співвідношення реагентів: концентрованого лугу додають у 4 рази більше, ніж використовувалося сірчаної кислоти під час спалювання. Після додавання лугу швидко затискають ризову трубку або закривають притертий кран, щоб запобігти втратам аміаку. Обов'язково збовтують вміст колби перед нагріванням, оскільки без цього можливий вибух. Охолоджувальну систему активують, запустивши воду в холодильник, після чого вмикають нагрівальний прилад. За нормального кипіння через 15–20 хвилин відганяється 70–90 % аміаку. По закінченні цього часу кінець холодильника виймають із розчину сірчаної кислоти, але залишають у

прийомній колбі. Відгонку продовжують до зменшення об'єму рідини в колбі для відгону до $1/3$ початкового об'єму, після чого нагрівальний прилад вимикають.

Щоб перевірити завершення відгонки аміаку, використовують два методи:

Реактив Несслера – додають одну краплю до 0,5–1,0 мл рідини, яка витікає із холодильника. Якщо реактив не дає жовтого або коричневого забарвлення, аміак повністю відогнано.

Червоний лакмусовий папір – підносять змочений папір до вихідного отвору холодильника. Якщо папір не змінює забарвлення на синій, це свідчить про відсутність аміаку.

Якщо аміак ще присутній, продовжують відгонку, доки реакція стане негативною.

Кипіння в колбі Кьельдаля має залишатися стабільним, інакше кислота з прийомної колби може бути засмоктана назад у відгінну. Якщо починається засмоктування, потрібно негайно вийняти кінцеву частину трубки холодильника з розчину (не з прийомної колби) і швидко опустити її. Це дозволяє бульбашкам повітря пройти через трубку у відгінну колбу, відновлюючи тиск та припиняючи засмоктування.

Після відгонки аміаку змивають кінчик трубки холодильника в приймальну колбу дистильованою водою. Потім титрують 0,1 Н їдким натрієм до зміни забарвлення: з малинового на зелене (комбінований індикатор) або з червоного на золотисто-жовте (метиловий червоний).

Якщо забарвлення розчину змінюється вже під час відгонки, потрібно взяти нову наважку і повторити аналіз. У цьому випадку в приймальну колбу додають більшу кількість 0,1 Н розчину сірчаної кислоти для забезпечення правильного процесу титрування.

Так, після відгонки аміаку воронки перегінного апарату необхідно промивати гарячою водою, щоб забезпечити повне очищення від залишкових речовин та запобігти їх накопиченню, що може вплинути на точність подальших аналізів.

Обчислення результатів аналізу. Так, для спрощення підрахунків титр розчину лугу виражають у мг азоту, що дозволяє встановити співвідношення об'ємів титрованих розчинів кислоти й лугу за реакцією нейтралізації. Для цього проводять титрування розчином їдкого натрію 20, 30, 40 і 50 мл розчину сірчаної кислоти, залежно від об'єму кислоти у прийомній колбі. Це дозволяє точніше визначити співвідношення між розчинами та покращити точність аналізу при визначенні азоту. Розрахунок виконують відповідно 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. Дано: наважка зерна: 740 мг; на 20 мл 0,1 Н сірчаної кислоти витрачено 20,6 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію; для титрування залишкової сірчаної кислоти витрачено 5,2 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію. Титр розчину їдкого натрію за азотом: 1,32 мл. 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. Для точності результатів при використанні не зовсім чистих реактивів проводять контроль: спалюють і відганяють аміак без наважки, визначаючи азот, який виділяється з реактивів. Потім цю кількість азоту віднімають від результатів аналізу проби, щоб врахувати вплив реактивів і отримати точний результат.

Отриману кількість азоту в реактивах обчислюють, порівнюючи з кількістю азоту, що виділяється при аналізі досліджуваної проби. Це дозволяє визначити поправку, яку необхідно врахувати в результатах для точного вимірювання вмісту азоту в речовині.

В розрахунку поправки на реактиви, спочатку визначають різницю між обсягом їдкого натрію, витраченим на титрування основної кислоти (20,6 мл), і обсягом, що витрачається на титрування непотрібної кислоти (20,35 мл). Різниця 0,25 мл відповідає азоту, що виділяється під час відгонки аміаку. Далі, титр 0,1 N розчину їдкого натрію по азоту (1,32 мг) множиться на отриману різницю (0,25 мл). Отже, поправка на реактиви буде становити: $1,32 \text{ мг} \times 0,25 = 0,33 \text{ мг}$ азоту. Цю поправку слід враховувати при подальших розрахунках для точності результатів. Наведений вище розрахунок з урахуванням поправки на реактиви, має такий вигляд: азоту (мг) у наважці $= 1,32 \times (20,6 - 5,2) - 0,33 = 20$;

$$\% \text{ азоту} = \frac{20 \times 100}{740} = 2,70$$

Правильне допущення щодо розходжень між паралельними визначеннями допомагає забезпечити точність аналізу. Якщо розходження між паралельними вимірюваннями не перевищує 2 %, то це означає, що результат вважається прийнятним. Наприклад: при вмісті 3 % азоту в речовині максимальне розходження між результатами має бути 0,06 %; при вмісті 6 % азоту розходження може бути до 0,12 %.

Для обчислення білка множать середнє значення азоту на коефіцієнт: 5,7 – для пшениці, жита, вівса, ячменю (окрім пивоварного); 6,25 – для інших зернових і бобових.

Апарат К'єльдаля UDK 159. Виробник Velp Scientifica, Італія

Модель UDK 159 обладнана блоком колориметричного титрування, що дозволяє здійснювати всі процеси в повністю автоматичному режимі: подачу всіх реактивів, видалення залишків після дистиляції, титрування, промивання ячеек та обчислення результатів. Результати обробляються мікропроцесором апарату та виводяться в обраних одиницях вимірювання.

UDK 159 призначений для визначення амонійного азоту, білкового азоту за методом К'ельдаля, нітратного азоту, фенолів, летких жирних кислот, цианідів, вмісту спирту та азоту за методом Дьюара. Повністю автоматична система дистиляції та титрування UDK 159 є передовою моделлю серед подібних апаратів, забезпечуючи високий рівень сервісу, автоматичне колориметричне титрування за стандартами АОАС, титрувальну ячейку з автоматичним промиванням, а також автоматичну подачу реактивів. Ця система значно скорочує час проведення аналізу й покращує зручність користування.



Рис. 45. Перегінний апарат К'ельдаля

Патентований парогенератор UDK 159 не потребує обслуговування та працює без тиску, що забезпечує безпеку та високу відтворюваність результатів. Титановий охолоджувач має високу теплопередачу, що дозволяє уникнути втрат азоту (на відміну від стандартних скляних охолоджувачів). 6-дюймовий сенсорний дисплей (більше 15 см) надає зручний доступ до всіх функцій і відображає інформацію про процеси, що відбуваються. Вся інформація на екрані представлена текстовими повідомленнями російською мовою, що робить користування апаратом простим і зручним, без потреби в складних цифрових кодах, а доступ до меню максимально спрощений.

Потужне програмне забезпечення UDK 159 включає бібліотеку з 54 програмами (30 попередньо завантажених та 24, що можна налаштувати для користувача). Усі дані про проведені аналізи автоматично архівуються на жорсткому диску, вмонтованому в прилад. Система протоколювання дає змогу передавати результати аналізів на принтер або персональний комп'ютер у форматі .csv, дозволяючи формувати дані в зручному для користувача вигляді, при цьому має гнучку систему управління даними. Корпус приладу виготовлений з матеріалу, що має високу корозійну стійкість, має гладкі поверхні, які легко очищуються. Він виготовлений як єдине ціле без щілин, де можуть накопичуватися забруднення. Пробірки можна встановлювати без зусиль, завдяки зручному важелю, розташованому безпосередньо на корпусі. Система безпеки контролює правильність встановлення пробірки: якщо вона не встановлена правильно, прилад не розпочне роботу. Також система сигналізації інформує користувача про недостатній рівень використаних реагентів.

Розроблений UDK 159 спеціально для отримання точних результатів у відповідності до вимог GLP, міжнародних стандартів AOAC, EPA, DIN, ISO, а також українських стандартів ДСТУ ISO.

Технічні особливості. UDK 159 має 6-дюймовий графічний сенсорний дисплей з російським меню для зручного управління. Вбудований блок автоматичного титрування з колориметричним визначенням забезпечує точні розрахунки вмісту азоту і білка. Спеціальний важіль для кріплення пробірки полегшує встановлення і гарантує безпеку. Краплевловлювач з технополімера стійкий до високих температур і агресивних реагентів. Патентований парогенератор працює без надлишкового тиску, а титановий охолоджувач мінімізує споживання води для охолодження. Електронний контроль наявності води і правильності установки пробірки. Потужність приладу – 2100 Вт.

Пам'ять приладу UDK 159 включає до 54 методів аналізу, які зберігаються з такими параметрами: текстова назва методу; об'єм води для розведення; об'єм луку для подачі; об'єм борної кислоти для подачі; установка відкладеного старту для аналізу з використанням сплаву Деварда; час дистиляції; потужність

пароутворення в %; видалення залишків дистиляції з пробірки (так/ні); тип титранту; концентрація титранту; видалення залишків з титрувальної ячейки; промивання титрувальної ячейки. Ці параметри забезпечують зручність і точність при виконанні різних аналізів, дозволяючи автоматизувати процеси і отримувати надійні результати.

Прилад UDK 159 має такі функції для зручності користувача та забезпечення вимог GLP: підключення принтера через USB порт для друку звітів, що містять найменування лабораторії, оператора, час, використані параметри та результати; підключення до локальної мережі лабораторії через LAN порт для обміну даними та інтеграції з іншими системами; зберігання архіву параметрів налаштувань і результатів аналізів на жорсткому диску з можливістю копіювання архівів на USB-носій; обсяг пам'яті - до 100,000 аналізів, що дозволяє зберігати велику кількість результатів для подальшого доступу; автоматичні програми перевірки для всіх систем апарату, що включають промивання трубопроводів та компонентів, забезпечуючи їх належне обслуговування; електронні датчики рівня реактивів для моніторингу рівня реагентів та автоматичного заповнення ємностей для зливів.

Технічні характеристики приладу UDK 159. Корпус: Корозійностійкий пластик. Дисплей: 6-дюймовий сенсорний екран "Touch screen". Бібліотека програм: 54 методики. Відтворюваність: ≤ 1 %. Вилучення: ≥ 99.5 % при вмісті азоту від 1 до 200 mg N. Межа виявлення: ≥ 0.1 mg N. Додавання лугу/води/борної кислоти: автоматичне. Регулювання потужності пароутворення: 10 – 100 %. Отложений старт для аналізу по Дюару: 0 – 99 хв. Видалення залишків дистиляції: автоматичне. Час дистиляції: 3 хв. для збору 100 мл дистиляту. Споживання охолоджуючої води: 0.5 л/хв при 15 °C, 1 л/хв при 30 °C. Мови: 14 стандартних + додаткові (можна завантажити). Сигналізація похибок: звукові та візуальні повідомлення. Інтерфейси: Ethernet, 2 x USB, RS232. Відповідність стандартам: AOAC, EPA, DIN, ISO, GLP. Загальні розміри: 370 x 780 x 410 мм (14.6 x 30.7 x 16.1 in). Потужність: 2200 W. Напруга: 230 V - 50 / 60 Hz. Вага: 31 кг / 68.3 lb.

2.1.2. Визначення вмісту білка (сирого протеїну) на приладі системи «Kjeltec Auto 1030 Analyzer» (фірми «Tecator», Швеція)

Ця методика є частиною стандартного аналізу для визначення вмісту масової частки сирого протеїну в різних зразках, таких як зерно, макуха, шрот, гірчичний порошок та інші продукти, що отримуються шляхом переробки олійних культур. Вона також застосовується для аналізу інших проб, у складі яких присутній азот. Метод визначення сирого протеїну зазвичай базується на визначенні загального азоту в зразку, після чого вміст протеїну розраховується шляхом множення вмісту азоту на відповідний коефіцієнт. Це дозволяє отримати точну кількість білка у досліджуваному матеріалі.

Як правило під "сирим протеїном" розуміють сумарну кількість азоту в зразку, що визначається методом Кьельдаля. Стандартний метод включає три етапи: дигерування, дистиляцію та титрування.

Суть методу. Метод Кьельдаля для визначення вмісту білка включає наступні етапи. Дигерування: органічна речовина розкладається сірчаною кислотою з каталізатором, утворюючи сульфат амонію.

Дистиляція: амонієві іони переходять у аміак, який відганяється і поглинається борною кислотою.

Титрування: кількість аміаку титрується стандартним розчином кислоти до зміни забарвлення.

Розрахунок: за титрованою кількістю аміаку обчислюють вміст азоту, потім множать на коефіцієнт для визначення білка. Цей метод точно визначає азот та вміст білка в зразках.

Підготовка проби для проведення визначення. Метод підготовки проб зерна для визначення білка включає складається з декількох етапів.

Розмел: зерно (20–50 г) подрібнюють на млинку «Циклотек» (\varnothing 0,8–1,0 мм).

Сушіння: висушують 4 год при 100–105°C, охолоджують в ексикаторі з хлористим кальцієм.

Відважування: беруть наважки у двократній повторності.

Додавання реагентів: у пробірки додають $\sim 0,7$ г каталізатора та 12 мл сірчаної кислоти на 1 г зразка.

Дигерування: проби спалюють у приладі «Тесатор» (дигестері) (рис.46) з терморегуляцією, витяжною та тепловими заслінками.

Цей процес забезпечує точну підготовку зразків для подальшого аналізу.



Рис. 46. Загальний вигляд приладу Kjeltec Auto-1030-Analyzer

Суміш залишають для рівномірного просочення кислотою, після чого пробірки встановлюють у дигестер, накривають кришкою з витяжкою та водяним аспіратором, закривають тепловими заслінками.

Спалювання проводять при 420 ± 10 °С протягом 2–3 годин до отримання чистого зелено-блакитного забарвлення, яке зникає після охолодження (за винятком використання пігулок Кьельтабз, коли блакитний колір зберігається).

На початковому етапі дигерування, коли інтенсивно виділяються газоподібні продукти, витяжний блок має працювати на максимальній швидкості (перші 5–10 хв). Далі витрати води зменшують до 1,5 л/хв., щоб зберегти пари кислоти у пробірках та мінімізувати її випаровування в довкілля, регулюючи ступінь аспірації.

За тривалого спалювання та інтенсивного кипіння з сірчаною кислотою у присутності селену (компонента каталізатора) можливі втрати молекулярного азоту, що може вплинути на точність визначення.

Після спалювання проби охолоджують до 50°С, споліскують корки дистильованою водою, додають приблизно 60 мл дистильованої води – проба готова до аналізу.

Корки на секційній кришці спочатку миють водою, потім споліскують дистильованою, підсушують і використовують для наступної партії пробірок.

Хімічні реактиви. Для аналізу використовують такі хімічні реактиви: сірчана кислота (х.ч.), густина 1,84 г/см³; соляна кислота (х.ч.), фіксанали 0,1 Н; дистильована вода; натрій гідроксид (х.ч.); сірчаноокисла мідь (х.ч.); сірчаноокислий калій (х.ч.); металічний селен; борна кислота (х.ч.); бромкрезоловий зелений; метиловий червоний (х.ч.); етиловий ректифікований спирт.

Приготування хімічних розчинів, потрібних для роботи системи «Kjeltec Auto 1030 Analyzer».

1. Приготування 0,1 Н розчину соляної кислоти. Розчин готують, використовуючи фіксанал, що забезпечує точність концентрації.

2. Приготування 40 % розчину натрію гідроксиду. Наважку $400 \pm 0,001$ г натрій гідроксиду поміщають у фарфоровий стакан, поступово додають 600 мл дистильованої води, постійно перемішуючи скляною паличкою. Після розчинення і охолодження (до $40\text{--}50^\circ\text{C}$) розчин переливають у 10-літровий бутель, після чого готують наступну порцію.

3. Приготування каталізатора. $2 \pm 0,001$ г металічного селену подрібнюють у ступці до порошкоподібного стану. Додають $10 \pm 0,001$ г сірчаноокислої міді та $100 \pm 0,001$ г сірчаноокислого натрію. Отриману суміш ретельно перемішують, розтирають і просіюють через сито з діаметром отворів 0,5 мм. Готовий каталізатор зберігають у скляному посуді з герметичною кришкою. За бажанням можна використовувати таблетки Кьельтабз виробництва фірми «Тесатор».

4. Приготування 0,1 % розчину бромкрезолового зеленого. У 100-мл скляний стаканчик переносять $0,1 \pm 0,001$ г індикатора, додають 50 мл етилового спирту, перемішують до повного розчинення. Отриманий розчин переносять у 100-мл мірну колбу, стаканчик споліскують спиртом, сполучаючи промивні порції з основним розчином. Об'єм доводять до мітки етиловим спиртом і ретельно перемішують.

5. Приготування 0,1 % розчину метилового червоного. Готують аналогічно до бромкрезолового зеленого, замінюючи його рівноцінною масою метилового червоного.

6. Приготування розчину борної кислоти з індикаторами. Зважують $100 \pm 0,001$ г борної кислоти і переносять у 10-літровий бутель. Попередньо кип'ятять 10 л дистильованої води протягом 15 хвилин. До борної кислоти додають 5–6 л гарячої (70°C) води, інтенсивно перемішують до повного розчинення. Потім додають 100 мл 0,1 % розчину бромкрезолового зеленого та 70 мл 0,1 % розчину метилового червоного. Об'єм розчину доводять до 10 л, ретельно перемішують.

Коригування. Коригування 1 % розчину борної кислоти здійснюється таким чином: з бутля відбирають 25 мл розчину борної кислоти і додають 100 мл дистильованої води. Якщо колір розчину в прийомній колбі червоний, його титрують 0,1 Н розчином гідроксиду натрію до досягнення нейтрального сірого

забарвлення. Об'єм необхідного титранту визначають за формулою: Кількість 0,1 N лугу = об'єм титранту (мл) \times 40. Після цього додають розраховану кількість лугу до розчину борної кислоти в бутлі об'ємом 10 л та ретельно перемішують. Готовий до використання розчин борної кислоти з індикатором повинен мати темно-зелене забарвлення.

Для отримання точних результатів аналізу на вміст азоту та протеїну в пробах необхідно забезпечити правильну концентрацію соляної кислоти (HCl). Невірно визначена концентрація може призвести до значних помилок, що вплине на точність аналізу. Тому важливо регулярно перевіряти та коригувати концентрацію кислоти, щоб уникнути таких помилок.

Для визначення концентрації титранту використовують натрію карбонат як стандартну речовину. Підготовка натрію карбонату: перш за все, 10 г безводного карбонату натрію (Na_2CO_3) висушують при температурі 200°C протягом 2 годин. Після цього охолоджують у ексікаторі. Зважування: на аналітичних вагах зважують 0,4 г стандартної речовини (W_1). Приготування розчину: зважену наважку переносять у прийомну колбу, додають 40 мл дистильованої води та 10 крапель змішаного індикатора (який складається з 0,1 г бромкрезолового зеленого та 0,1 г метилового червоного в 100 мл етанолу). Титрування: розчин титрують до появи рожевого забарвлення, вимірюючи об'єм титранту (A_1). Після цього розчин кип'ятять кілька хвилин, швидко охолоджують до кімнатної температури. Повторне титрування: титрування продовжують до повторної зміни забарвлення на рожеве, вимірюючи об'єм титранту (A_2). Процедуру повторюють ще раз, отримуючи об'єм (A_3).

Представлений метод дозволяє визначити точну концентрацію титранту для подальших аналізів.

$$M = \frac{18,870 \times W_1}{A_1 + A_2 + A_3},$$

де: M – молярність.

Концентрація титранту повинна бути визначена з високою точністю, до четвертого знака після коми, щоб забезпечити точність подальших вимірів.

Карбонат натрію слід зберігати в ексикаторі, в скляному посуді з притертим корком, щоб запобігти впливу вологи, яка може змінити його хімічні властивості і точність аналізу. Це важливо для забезпечення стабільності і точності приготування стандартних розчинів та при їх подальшому використанні в титруванні.

Дистиляція. Для перевірки рівня відновлення дистиляційного блоку використовують сульфат амонію $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, що має чистоту щонайменше 99,5 % і молекулярну масу 132,14 г/моль. Сульфат амонію, висушений протягом 4 годин за температури 102°C , зберігають в ексикаторі для запобігання поглинанню вологи. Вміст азоту в сульфаті амонію (99,5 %) становить 21,09 %. Цю стандартну речовину використовують для перевірки точності і коректності роботи дистиляційного блоку під час аналізу. Дистилюють 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.

$$\% \text{ відновлення} = \frac{\text{реальний} \% \text{азоту}}{21,09}.$$

Солі амонію з іншим ступенем чистоти використовуються після корекційних розрахунків.

Прилади та обладнання. Для виконання аналізів використовуються такі лабораторні прилади та обладнання: шафа витяжна – для забезпечення безпеки під час роботи з шкідливими парами та газами. шафа сушильна електрична з регулюванням та підтримкою температури ($100\text{--}105^\circ\text{C}$) – для висушування проб. Ваги лабораторні II-го класу точності з найбільшою межею зважування 200 г або інші ваги того ж класу точності – для точного вимірювання маси проб. Електроплитка побутова — для нагрівання та підтримки температури під час лабораторних процесів. Термометр контактний типу «ТПК-4П-163» з робочим діапазоном температур $450\text{--}500^\circ\text{C}$ – для вимірювання температури. Млинок лабораторний «ЛМЗ» або іншого типу з числом обертів не менше 5000 об/хв –

для подрібнення проб. Сита №№ 1, 08, 05 – для просіювання проб. Сито з розміром отворів 0,25 мм із набору лабораторних сит – для детального просіювання. Бюкси металеві з покриттями заввишки 20 мм і діаметром 48 мм – для зважування і зберігання проб. Ці інструменти забезпечують точність і ефективність проведення лабораторних досліджень.

Хімічний посуд: стакан фарфоровий ємністю (1500 мл); стакани скляні лабораторні ємністю (50, 100, 500, 1000 мл); банки скляні побутові з притертими кришками; колби лабораторні місткістю (50, 100, 500, 1000 мл); бутель скляний ємністю (10 л); колба мірна ємністю (100 мл); піпетки (1 мл); бюретка скляна ємністю (50 мл); ексикатори з фарфоровими вставками; воронки скляні (4–5 см).

Хід аналізу. Перевірка готовності системи перед запуском. Перед початком роботи слід переконатися, що вся система приладу готова до роботи, виконавши такі дії:

1. Перевірити, що генератор пари порожній. Для цього відкрити бічну панель зліва. Далі закрити дренажний кран на задній панелі, встановивши його у вертикальне положення.

2. Підняти захисну прозору шторку до упору, вставити у гніздо пусту пробірку (якщо вона ще не встановлена), опустити шторку.

3. Переконатися, що всі ємності приладу заповнені необхідними реаكتивами.

4. Відкрити кран подачі холодної води.

5. Увімкнути прилад у мережу, натиснувши клавішу «POWER». На дисплеї з'явиться напис «HELP».

6. Переконатися, що в ємності з титрантом немає бульбашок повітря. У разі їх наявності виконати такі дії для їх видалення. У ручному режимі натискати клавішу «TITRANT» догори, поки поршень бюретки не досягне верхнього положення, витісняючи кислоту в ємність із титрантом. Натискати «TITRANT» донизу, заповнюючи бюретку кислотою. Повторювати процес, доки бюретка повністю звільниться від бульбашок повітря. Закрити захисну шторку та знову натиснути «TITRANT» догори, щоб кислота потрапила у титрувальну ємність.

7. Активувати автоматичний режим, натиснувши клавішу «AVTO» догори, та відкрити захисну шторку. Після автоматичного заповнення бюретки загориться індикатор «cycle over».

8. Вимкнути «AVTO» та натиснути клавішу вниз.

9. У ручному режимі перевірити, чи немає бульбашок повітря в ємності з гідроксидом натрію. Перевірка та налаштування подачі лугу. Пробірка має бути встановлена в гніздо, захисна шторка – закрита, бокова панель – відкрита:

а) натиснути клавішу «ALKALI» – насос виконає один оберт. Повторювати процедуру, доки луг не почне надходити в пробірку, а трубка не звільниться від бульбашок повітря;

б) відміряти 25 см³ дистильованої води, вилити її у пробірку та зробити позначку рівня рідини.

Вилити воду, повернути пробірку у гніздо та закрити захисну шторку. Натиснути клавішу «ALKALI». За один оберт насоса у пробірку має надійти 25 мл лужного розчину (стандартне надходження). Якщо необхідно, насос можна налаштувати на максимальне надходження – 50 мл, використовуючи регулювальну гайку. В режимі автоматичної роботи насос може здійснювати 2–3 стандартні подачі лугу.

10. Обов'язково перевіряють систему буферного розчину (поглинаючого).

Так аналізатор розраховано на використання буферного розчину зі змішаними індикаторами (метилловим червоним у 1 % розчині борної кислоти, бромкрезоловим зеленим). При використанні ручного режиму надходження буферного розчину в титрувальну ємність здійснюється за допомогою клавіші «RECSOL» (рекомендований об'єм – 25 мл).

а) захисна шторка закрита, пробірка у гнізді, натискаємо клавішу «RECSOL», розчин має надходити в ємність для титрування;

б) вийняти пробірку, закрити захисну шторку. Натиснути клавішу «STEAM» догори – дренажний клапан під ємністю для титрування має перекритися;

в) відміряти 25 мл дистильованої води, вилити в ємність для титрування та зробити позначку рівня рідини (безпосередньо під початком звуження ємності);

г) вимкнути «STEAM», відкрити захисну шторку. Натиснути «AVTO» догори. Після загоряння лампочки «cycle over» закрити шторку – ємність має автоматично заповнитися поглинаючим розчином. Переконалися, що рівень розчину відповідає 25 мл.

11. Дистиляційний процес автоматично припиняється, коли рівень рідини в ємності для титрування знижується нижче рівня контрольних стрижнів. Передній стрижень використовується для програми Кьельдаль. Задній стрижень – для програми «ДД». Середній (контрольний) стрижень має бути встановлений у найнижчому положенні.

а) пробірка у гнізді, захисна шторка відкрита, клавіша «STEAM» вимкнена, генератор пару пустий;

б) натиснути клавішу «AVTO» догори, загориться індикаторна лампочка «cycle over»;

в) обирають програму й закривають захисну шторку;

г) через воронку виливають у ємність для титрування відміряний контрольний об'єм дистильованої води;

д) як тільки рівень рідини досягне контрольних стрижнів, дренажний клапан, розташований під ємністю відкривається автоматично за декілька секунд;

е) у випадку коли стрижні знаходяться дуже високо чи низько, їх регулюють, підганяють під програму Кьельдаль у «ДД».

Стандартні об'єми: для Кьельдаля 75-100 мл; для «ДД» – 125-150 мл.

12. Перевірка генерації пари проводиться за такими етапами:

а) перевірка налаштувань перед запуском: упевнитися, що дренажний клапан для води в генераторі закритий. Відкритий кран надходження холодної води з водогону. Пробірка має бути у гнізді, а захисна шторка – закрита.

б) запуск генерації пари: у ручному режимі натискаємо клавішу «STEAM» догори. Розчин із ємності з електролітом має самопливом надходити у верхню прозору ємність над апаратом.

в) спостереження за індикатором пари: відкриваємо клапан надходження води і спостерігаємо за індикатором пари.

г) коли стрілка індикатора почне рухатись, перекривають подачу води на кілька секунд. Якщо індикатор зупиниться в нижній частині чорного поля, клапан відкривають знову, поки стрілка не зупиниться у верхній частині чорного поля, після чого клапан закривають.

д) процес кипіння: зазвичай через хвилину вода закипає, і пара з гарячою водою починають надходити у пробірку.

е) заповнення ємності для титрування: вода, що конденсується, заповнює ємність для титрування до рівня стрижнів. Потім дренажний клапан відкривається, і вода звільняє ємність, після чого клапан знову закривається. Цей процес повторюється до того часу, поки клавіша «STEAM» залишається ввімкненою.

ж) заключні етапи: після прогріву системи (5–10 хвилин), натискається клавіша «STEAM» донизу для зупинки процесу.

Прилад готовий до виконання аналізу.

У ручному режимі потрібно натискати клавішу «RECSOL» шість разів. Це дозволить звільнити систему подачі поглинаючого розчину в титрувальну ємність від бульбашок повітря. Після цього прилад продовжить працювати за заданою програмою.

Для отримання результатів аналізу у відсотках протеїну (білка) на дисплеї приладу, у програму вводять постійний коефіцієнт та поправку на показники холостих дослідів, проведених за дистильованою водою. Це дозволяє коригувати результати, враховуючи вплив, який не має відношення до самих аналізованих зразків. На передній верхній панелі на дисплеї «В» відображається 1000, а на дисплеї «BLANK» – 00.

У пробірку відміряють 20 мл дистильованої води, піднімають захисну шторку і ставлять пробірку в гніздо. Натискають клавішу «AVTO» до упору, після чого засвічується лампочка «cycle over», і шторку опускають. Дистиляція та титрування вмісту пробірки відбуваються автоматично. Процедуру

повторюють кілька разів до отримання стабільного значення холостих дослідів. Кожного разу, коли на дисплеї відображається: $B=1000$, $A=0000$, $BLANK=00$, на екрані висвічується (мл), незалежно від маси проби. Після цього встановлюють константу «BLANK» на це значення, наприклад, 00–99 мл. Результати будуть скориговані відповідно до значення «BLANK».

Перед дослідженням кожної партії проб, обов'язково проводиться повний хімічний аналіз контрольної проби, щоб компенсувати можливий внесок реактивів, які використовуються в процесі. Контрольні проби повинні оброблятися таким же чином, як і проби, що досліджуються. У нашому випадку має бути дигерувана проба, що складається з 0,7 г каталізатора, який містить $K_2SO_4 : CuSO_4 : Se$ у співвідношенні 100 : 10 : 2, а також 8 мл концентрованої сірчаної кислоти. Далі 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» за допомогою кнопок вводять показники холостого титрування з точністю до двох знаків 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 вищезгаданих процедур переходять до аналізу проб. Піднімають захисну шторку, пробірку з розчином проби з'єднують з дистиляційною головкою, надівають на корок і фіксують тримачем з підпираючою чашечкою (гніздом). Опускають захисну шторку аналізатора, що активує робочий цикл. Під час цього автоматично в пробірку надходить 25 або

50 мл 40% лугу (залежно від режиму МІКРО-МАКРО) та 25–30 мл поглинаючого розчину в ємність для титрування.

Паровий клапан відкривається, і пара з генератора проходить через тефлонову трубку в пробірку з пробією, де відбувається відгонка парю. В результаті взаємодії сульфату амонію з лугом виділяється аміак. Звільнений газ (NH_3) разом із парю проходить через конденсатор, де охолоджується, а потім надходить у титрувальну колбу, де поглинається розчином борної кислоти, змішаним з індикатором.

Одночасно з дистиляцією відбувається процес титрування, яким керує мікропроцесор через фотоелектричний сигналізатор. Індикатор у ємності для титрування постійно змінює колір із зеленого на червоний, а суміш інтенсивно перемішується мішалкою, що міститься в титрувальній камері. Коли рівень рідини в ємності для титрування досягає рівня контрольних електродів, мікропроцесор оцінює відповідність забарвлення розчину «кінцевому результату». Якщо результат відповідає, відбувається компенсація доданого титранту, щоб забезпечити постійний обсяг дистиляції, незалежно від кількості титранту. Сигнал від 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, і кінцевий результат відображається на дисплеї.

Вимикання приладу

1. Перекривають подачу води до парогенератора.
2. Відкривають захисну шторку та знімають пробірку.
3. Вимикають кнопку «АVТO».
4. Вимикають кнопку «POWEР».
5. Відключають прилад від електричної мережі.
6. Відкривають дренажний клапан.
7. Закривають кран подачі холодної води.
8. Протирають усі пластикові частини приладу.
9. Заповнюють ємність для титрування дистильованою водою.

Профілактика приладу: 1. Щотижня проводять очищення ємності з розчином електроліту для парогенератора. 2. Парогенератор промивають та заповнюють дистильованою водою. 3. Перед кожною новою заправкою реактивами очищують усі ємності.

Як правило, щоквартально проводять наступні дії:

Очищують. Очищення включає: видалення накипу з електродів парогенератора шляхом заповнення його розчином лимонної кислоти (125 г/л); очищення дозатора подачі поглинаючого розчину; промивання титрувальної камери та електродів дистиляційного рівня рідини; звільнення всіх ємностей від реактивів і промивання всієї системи дистильованою водою.

Контрольні параметри: об'єм подачі лугу; об'єм надходження поглинаючого (буферного) розчину; дистиляційний об'єм; стан гумового корка на дистиляційній голівці.

Техніка безпеки: прилад повинен бути заземлений; дигестер не допускається нагрівати понад 430–440 °С; під час роботи з концентрованими кислотами (сірчаною, соляною) і лугами необхідно використовувати захисні окуляри, гумові рукавички та респіратор.

Опрацювання результатів. Дані, що відображаються на дисплеї приладу, заносять до журналу, усереднюють і аналізують. Розбіжність у кількості азоту між паралельними визначеннями не повинна перевищувати 2 %, якщо прийняти знайдене значення за 100 %. Таким чином, при вмісті азоту 3 % допустима розбіжність між паралельними визначеннями становить не більше 0,06 %, а при 6 % – не більше 0,12 % і т.д.

Примітка. Система контролю якості в «Tecator AB» сертифікована відповідно до стандарту ДСТУ ISO 9001:2009 «Система управління якістю. Вимоги». Це гарантує, що як розроблення, так і виробництво аналітичного обладнання здійснюється за чітко задокументованими процедурами. На обладнанні зазначені інструкції, які використовуються як під час його складання, так і при тестуванні.

2.1.3. Визначення білка або протеїну

Дуже важливий показник харчової цінності зернової сировини. Вміст білка може значно варіювати залежно від сорту, умов зростання, клімату та типу ґрунту. Високим вважається вміст білка понад 16–17 %.

Визначення білка методом К'ельдаля. Класичним методом визначення білка в сировині та харчових продуктах є метод К'ельдаля, який вважається арбітражним. Він складається з кількох основних етапів: пробопідготовки, мінералізації, дистиляції та титрування. Для мінімізації впливу людського фактора, прискорення процесу та підвищення безпеки провідні виробники розробили спеціалізовані комплекти обладнання для аналізу за цим методом (рис. 47).

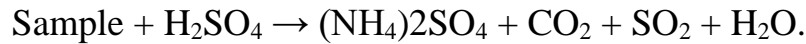
Метод визначення загальної кількості азоту названий на честь датського хіміка К'ельдаля. Завдяки високій точності та відтворюваності він уже понад століття залишається основним офіційним методом для визначення вмісту азоту та білка в харчових продуктах і кормах. З моменту першого застосування метод зазнав численних удосконалень, спрямованих на зменшення споживання енергії, займаного простору, маси зразка та токсичності каталізатора.



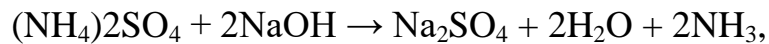
Рис. 47. Обладнання для визначення загальної кількості азоту по К'ельдалю

Як правило, метод К'ельдаля умовно можна розділити на три стадії:

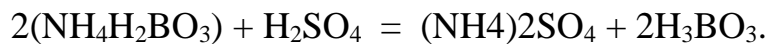
Мінералізація – гомогенізований зразок піддається мінералізації в середовищі концентрованої сірчаної кислоти за наявності каталізатора. У результаті мінералізації утворюється розчин, що містить сульфат амонію:



Дистиляція. У присутності надлишку лугу іони NH_4^+ перетворюються на NH_3 , який можна відокремити від діжестованого зразка методом перегонки з парою:



Титрування. Аміак, що кількісно перегнаний з парою, збирається в поглинаючому розчині. Вміст азоту в зразку визначається за кількістю поглинутого аміаку. Титрування проводиться за допомогою кольорових індикаторів або потенціометричним методом. Існують два методи титрування: пряме (де використовують борну кислоту) та зворотне (де використовують сірчану і соляну кислоту):



Для кожної стадії методу К'ельдаля використовують спеціалізоване обладнання.

Визначення білка методом Дюма. Для визначення кількості білка в сировині та готових харчових продуктах використовуються методи К'ельдаля та Дюма. Метод Дюма в останні десятиліття зазнав модифікацій та автоматизації. Були розроблені автоматичні прилади для його реалізації, що значно покращили точність і швидкість аналізу. Зараз цей метод активно конкурує з методом К'ельдаля як арбітражним методом визначення білка в харчових продуктах і має ряд своїх переваг, зокрема, швидкість виконання та меншою кількістю хімічних реагентів.

Аналізатор вмісту білка за методом Дюма Primacs SNC-100 забезпечує точний і швидкий аналіз зразків зерна, кормів для тварин, ґрунту та інших матеріалів. Цей аналізатор є сучасним екологічним рішенням для лабораторій,

що використовують референтні методи визначення білка. Відсутність агресивних та токсичних речовин робить метод Дюма привабливою альтернативою методу К'ельдаля. Крім того, аналізатор надає надійні результати всього за 3 хвилини, що забезпечує високу ефективність і економію час.

Primacs SNC-100 (рис. 48) – 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) та загального органічного вуглецю (TOC). Визначення TN здійснюється за методом Дюма, що включає високотемпературне спалювання проби та детектування за допомогою детектора з теплоелектропровідністю (TCD). Для аналізів TOC, TEC та TIC використовуються методи високотемпературного каталітичного спалювання з детектуванням на ІЧ-детекторі. Методика визначення відповідає стандарту DIN 19539. Також аналіз TIC можна проводити окремо, застосовуючи автоматичну обробку 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.
- ✓ Можливість аналізу твердих зразків вагою до 3 г і рідких матеріалів до 1 г.

- ✓ Унікальна система вертикального введення проби.
- ✓ Результат аналізу — 3–5 хвилин для TN/ТС.
- ✓ Аналізатор контролюється програмним забезпеченням з російською мовою.
- ✓ Забезпечує швидкий, надійний, точний, безпечний та економічно й екологічно нешкідливий аналіз загального азоту (TN) та загального вуглецю (ТС) у твердих зразках.

Primacs SNC-100 використовують для аналізу в таких сферах, як: корми для тварин і добрива, ґрунти, рослини та інші аграрні матеріали.

2.1.4. Визначення жиру в сировині та готовій продукції

Одним із способів визначення жиру в сировині та готовій продукції є екстракція за допомогою різних розчинників. Широко використовується аналітичний метод екстракції Рендалла, який є вдосконаленим методом Сокслета і має ряд переваг, зокрема: скорочення часу екстракції та економія розчинника. Метод екстракції Рендалла (рис. 49) значно підвищує ефективність аналізу, що робить його популярним в лабораторних дослідженнях.



Рис. 49. Напівавтоматичний і автоматичний екстрактори жиру відповідно до методу Рендалла

Вміст жиру в сировині та готовій продукції нормується технічними умовами, тому цей показник систематично контролюється. Арбітражним методом визначення жиру є екстракція різними розчинниками. Екстракція розчинником стала широко використовуватися ще в кінці XIX століття, і на сьогодні існує кілька методів. Основні методи екстракції: Сокслет – так звана холодна екстракція. Твіссельман – гаряча екстракція, або безперервна екстракція, коли гарячий розчинник протікає через зразок. Рендалл – також гаряча екстракція, при якій зразок знаходиться в киплячому розчиннику.

Сьогодні одним із найбільш використовуваних аналітичних методів екстракції є метод Рендалла. Цей метод має багато спільного з методом Сокслета, зокрема: галузь застосування (обидва методи використовуються для визначення вмісту жиру в сировині та готовій продукції); точність результатів: обидва методи дають високоточні результати при екстракції жирів, що робить їх надійними для лабораторних досліджень; відповідність результатів: результати, отримані за допомогою методу Рендалла, відповідають результатам методу Сокслета, але з перевагою в швидкості та економії розчинників.

Метод Рендалла має ряд переваг у порівнянні з іншими методами екстракції: до 7 разів швидше: процес екстракції займає значно менше часу; низьке споживання розчинника: завдяки можливості відновлення розчинника, витрати на нього значно зменшуються; низька вартість аналізу: економія часу і розчинників робить метод Рендалла економічно вигідним для проведення численних аналізів.

2.1.5. Визначення вмісту крохмалю поляриметричним методом (за Еверсом)

Метод використовують для зернових і круп'яних видів, ґрунтується на гідролізі крохмалю соляною кислотою, що перетворює його на цукор. Продукти гідролізу змінюють площину поляризації, що вимірюється за допомогою цукроміра.

Реактиви:

1. 25% розчин соляної кислоти: у мірну колбу ємністю 1 л додають певну кількість дистильованої води, потім додають 635 мл концентрованої соляної кислоти (густина $1,19 \text{ г/см}^3$) і доводять водою до мітки; перевіряють концентрацію за густиною, яка має бути $1,12 \text{ г/см}^3$.

2. 1,124% розчин соляної кислоти: для приготування беруть 24,7 мл концентрованої соляної кислоти (густина $1,19 \text{ г/см}^3$) або 40 мл 25% розчину (густина $1,125 \text{ г/см}^3$) та розводять водою до 1 л. Концентрацію перевіряють титруванням $0,1 \text{ Н}$ розчином їдкого натрію. 1 мл кислоти має відповідати $3,1 \text{ мл}$ $0,1 \text{ Н}$ лугу. Допустиме відхилення від концентрації: $\pm 0,002\%$.

3. Розчин фосфорновольфрамової кислоти: 4 г фосфорновольфрамової кислоти розчиняють у $70\text{--}80$ 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 конічні (100–200 мл); колби мірні (100 мл); піпетки на 50 мл; воронки діаметром 90–100 мм; 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 об'ємом 100 мл і додають піпеткою 50 мл розчину 1,124% соляної кислоти. Так колбу занурюють у киплячу водяну баню так, щоб вода вкривала всю широку частину колби. За безперервного кипіння тримають колбу 15 хвилин. Перші 3 хвилини перемішують вміст колби плавними круговими рухами, не виймаючи її з бані. Після 15 хвилин колбу виймають з бані, доливають холодною водою до об'єму приблизно 90 мл і швидко охолоджують до 20°C.

Для осадження білків і освітлення розчину додають 4–5 мл 4% розчину фосфорновольфрамової кислоти. Потім перемішують вміст 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 обчислюють середнє значення. Різниця між окремими показниками цукроміра не повинна перевищувати 0,1 мм. Гідроліз крохмалю слід проводити в двох наважках. Досвідчені працівники можуть виконувати це в одній наважці, якщо в одному зразку з серії, яка аналізується протягом дня, гідроліз і всі подальші операції виконуються в двох наважках. Різниця між паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,5%.

Опрацювання отриманих результатів. Уміст крохмалю в зерні, приведену до абсолютно сухої речовини, 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 (в залежності від виду крохмалю);

e – гігроскопічна вода, %.

Коефіцієнт Еверса для різних видів крохмалю при наважці 5 г і об'ємі колби 100 мл за поляризацією в цукромірі у трубці завдовжки 200 мм можна знайти в табл. 28, яка містить конкретні значення для кожного виду крохмалю.

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

Гідроліз крохмалю, як правило, проводять на киплячій водяній бані. Після того, як колби поставлені на киплячу баню, кипіння може зупинитися, але важливо, щоб воно відновилося через 2–3 хвилини, що свідчитиме про завершення гідролізу. Для цього баня повинна бути оснащена двома потужними спіралями для нагріву та подвійним корпусом з шістнадцятьма отворами, які закриваються заслінками для встановлення колб. Витрата електроенергії на нагрівання становить приблизно 5 кВт. Показники фіксують (табл. 29).

Таблиця 29

Форма запису даних у журнал

Назва сорту (код)	Визначення крохмалю, %										
	номер	наважка, г	показники цукроміра						в повітряно-сухій речовині, %	гігроскопічності води, %	крохмалю в абсолютно сухій речовині, %
			I	II	III	IV	V	середнє			
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

2.1.6. Визначення вмісту сирової клітковини

Клітковина (харчові волокна) – це основна складова м'якоті і оболонки зерна. Вони є важливим джерелом енергії для живих організмів. Клітковина – це частина продуктів рослинного походження, яка не перетравлюється організмом і часто називається неперетравлюваним залишком.

Цей компонент отримав:

1. Споживчу цінність. Людям і тваринам потрібна певна кількість клітковини для нормального функціонування травного тракту. Її кількість повинна ретельно контролюватися, оскільки надмірна кількість може призвести до проблем із травленням, а її дефіцит – до різних захворювань.

2. Економічну цінність. Харчова та кормова промисловість використовує клітковину наскільки можливо, оскільки це дешевий компонент у складі продуктів харчування.

Існують різні методи визначення клітковини, які можна згрупувати в дві категорії:

- ✓ **Визначення загального вмісту сирової клітковини** – це метод, що дозволяє оцінити кількість клітковини в зразку в загальному вигляді, без уточнення її складу.
- ✓ **Визначення компонентного змісту клітковини** – цей метод дозволяє розділити клітковину на окремі компоненти, такі як: нейтрально розчинна клітковина, кислотна розчинна клітковина, лігнін.

FIWE Advance – це автоматичне рішення для визначення як загального, так і компонентного вмісту клітковини в харчових продуктах. Воно використовує автоматичний екстрактор клітковини і відповідає офіційним методам аналізу. Це сучасне рішення дозволяє швидко та точно визначати клітковину в зразках, що забезпечує високу ефективність та надійність результатів (рис. 51, табл. 30).



Рис. 51. Автоматичний екстрактор клітковини FIWE Advance

Переваги FIWE Advance:

- ✓ Автоматичне визначення сирової клітковини, NDF, ADF і ADL.
- ✓ Вимагає мінімум часу оператора (близько 2 хвилин).
- ✓ Автоматичне підігрівання та дозування реагентів, що забезпечує відсутність контакту з хімікатами та парами.
- ✓ Сучасні функції безпеки для підвищення продуктивності та збільшення терміну експлуатації.
- ✓ Точний аналіз одночасно до 6 зразків без необхідності контролю оператора.
- ✓ Інтуїтивно зрозумілий 7-дюймовий кольоровий сенсорний екран, що відображає всю необхідну інформацію.
- ✓ Функція Load & Go: початок аналізу одним натисканням кнопки.
- ✓ Підключення ваг, автоматичний підрахунок і збереження результатів.
- ✓ Моніторинг і 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, що показує активні позиції.
- ✓ Опціонально доступний сканер штрих-коду для полегшення роботи.
- ✓ Офіційні арбітражні методи: AOAC, ISO, EEC.

Метод FIWE Advance використовується для визначення клітковини в кормових та овочевих видах, таких як перець та квасоля.

Сира клітковина складається з кількох компонентів, таких як чиста клітковина, геміцелюлоза, лігнін, кутин, білкові речовини та зольні елементи. Для визначення її вмісту пробу обробляють в кілька етапів: обробка сірчаною кислотою – для видалення розчинних у кислотах речовин; обробка лугом — для видалення геміцелюлози та інших лужних розчинних елементів; обробка спиртом та ефіром – для усунення жирів і восків. Після обробки залишок рослинного матеріалу, який складається з клітковини, зважують, що дозволяє визначити вміст сирої клітковини в зразку.

Реактиви, необхідні для визначення сирої клітковини за допомогою методів екстракції, включають:

– 1,25% розчин сірчаної кислоти: для його приготування додають 7,1 мл концентрованої сірчаної кислоти (щільність 1,84 г/см³) до літрової мірної колби з дистильованою водою та доводять до мітки;

– 2,5% розчин їдкого натрію: розчиняють 30 г їдкого натрію на 1 л дистильованої води. Концентрація розчину відповідає 0,64 Н;

– етиловий спирт (96%): використовується для видалення жирів і восків після обробки сірчаною кислотою та їдким натрієм;

– діетиловий ефір: застосовується для подальшої обробки проби після використання спирту, щоб отримати чисту клітковину для зважування.

Обладнання для проведення аналізу. Мірні циліндри (100 і 250 мл); стаканчики (з притертими кришками); термостійкі хімічні стакани (500 мл); колби конічні плоскодонні (250–500 мл); хімічні воронки (діаметром 70 мм); воронка для відсмоктування; скляні палички (з гумовими наконечниками).

Підготовка проби для визначення. Для підготовки проби для визначення клітковини, матеріал розмолочують до часток розміром 1 мм. Важливо уникати надто дрібного помелу, щоб запобігти втраті часток під час фільтрування.

Хід аналізу. Підготовка проби. На аналітичних вагах на глянцевої папір зважують 2,5–3,0 г повітряно-сухої речовини. Переносять пробу в хімічний стакан об'ємом 500 мл. Додають 200 мл 1,25 % сірчаної кислоти і позначають рівень рідини в стакані восковим олівцем. Виконують дві наважки з кожної проби.

Кип'ятіння з сірчаною кислотою. Рідину в стакані доводять до кипіння і кип'ятять протягом 30 хв. При необхідності додають гарячу воду, щоб підтримати рівень кислоти. Якщо речовина осідає на дно, періодично помішують зміст скляною паличкою з гумовим наконечником, щоб запобігти пригоранню. Кип'ятіння повинно бути спокійним, без бурхливого кипіння. Під час кип'ятіння також готують систему для фільтрування.

Фільтрування та промивка. Після завершення кип'ятіння дають осісти осаду (2–5 хв). Воронку з фільтром занурюють у гарячу рідину для відсмоктування. Не можна опускати воронку занадто глибоко, щоб не ускладнити фільтрування. Коли більша частина рідини буде відсосана, доливають гарячу дистильовану воду до мітки, дають осісти осаду і знову відсмоктують рідину через воронку. Промивку гарячою водою повторюють 2–3 рази, поки фільтрат не стане нейтральним, що перевіряється за допомогою

Відповідно вміст сирої клітковини в абсолютно сухій речовині вираховують 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 результатами паралельних визначень не повинно перевищувати 0,15 %.

2.1.7. Визначення зольності

Зольність є важливим показником якості борошна, що відображає вміст мінеральних речовин (золи) у зерні після його спалювання при високих температурах. Вона визначається як маса золи, яка залишається після повного згорання проби зерна, виражена у відсотках до початкової маси зразка.

Печі муфельні, NABERTHERM. Муфельні печі серії L 1/12 – LT 40/12 є відмінним вибором для лабораторій завдяки своїм характеристикам і зручності в експлуатації. Вони можуть бути оснащені відкидними або підйомними дверима, що дає можливість вибору найбільш зручної конструкції для специфічних лабораторних умов. З максимальними температурами до 1100 °C або 1200 °C ці печі ідеально підходять для проведення різноманітних досліджень, таких як спалювання проб для визначення зольності, аналіз матеріалів при високих температурах, а також для інших термічних обробок. Завдяки високій точності температурного контролю ці муфельні печі забезпечують стабільні і точні результати, що є критично важливим для лабораторних досліджень.

Муфельні печі серії L 24/11 – LT 40/12 оснащені керамічними нагрівальними плитами для рівномірного нагрівання з двох (або трьох) сторін. Корпус з нержавіючої сталі та подвійними стінками забезпечує ефективну теплоізоляцію. Вибір між відкидними та підйомними дверцятами для зручності оператора. Регульовані отвори для повітря та витяжка гарантують належну

вентиляцію. Система нагрівання з напівпровідниковими реле працює тихо, а NTLog Basic контролер дозволяє записувати дані через USB.



Рис. 52. Муфельні печі серії L 1/12 – LT 40/12

Так, витяжна шафа є необхідним елементом лабораторії, де проводяться аналізи, що включають високі температури або роботу з хімічними речовинами, щоб захистити працівників від шкідливих викидів. Це важливо для підтримки безпечних умов роботи і запобігання шкідливому впливу газів або диму на здоров'я.

Так, для проведення аналізу потрібне таке обладнання: млин лабораторний для подрібнення проби до потрібного розміру часток, що дозволяє уникнути втрат матеріалу та забезпечити рівномірний аналіз; електронні лабораторні ваги з дискретністю 0,0001 г дозволяють точно зважити проби, що необхідно для отримання достовірних результатів; тиглі використовуються для нагрівання проби до високих температур, особливо при проведенні аналізу зольності або для визначення мінеральних складових; щипці тигельні необхідні для безпечного маніпулювання з гарячими тиглями після проведення нагрівання; ексикатор використовується для охолодження тиглів після висушування або при зважуванні, щоб уникнути поглинання вологи з повітря, що може вплинути на точність результатів.

Озолювання зерна проводять в муфельній печі при температурі 550–600°C, де органічні речовини випаровуються, залишаючи мінеральні сполуки у вигляді золи. Це дозволяє визначити зольність зразка.

Озолення можна проводити без прискорювачів або з їх використанням. Як прискорювач можна застосовувати хімічно чисту азотну кислоту, яка допомагає швидше окислювати органічні компоненти зразка, залишаючи мінеральні речовини.

Реактиви для аналізу: кислота азотна хімічно чиста (густиною 1,20 г/см³), хлористий кальцій прожарений.

Обладнання: електрична муфельна піч, тиглі фарфорові (№ 4), тигельні щипці.

Хід аналізу. Озолення без прискорювача проводиться так: спочатку тиглі прожарюються в муфельній печі, охолоджуються та зважуються. Далі по дві наважки (2,0–2,5 г) повітряно-сухої речовини поміщають у тиглі, нещільно укладаючи їх для доступу кисню. Тиглі ставлять у піч, дверцята залишають нещільно закритими, піч не нагрівають сильно, щоб уникнути загоряння. Процес обвуглювання проходить при слабкому нагріванні, і після того, як речовина перестає диміти, нагрівання припиняють.

Озолення вважається завершеним, коли в золоті відсутні частки недогорілого вугілля. Після охолодження тиглів в ексікаторі їх знову зважують, потім повторно прожарюють на 30 хв. Якщо маса не змінилася, озолення завершено. Якщо ж маса зменшилась більше ніж на 0,0005 г, прожарювання повторюють. У разі збільшення маси після повторного прожарювання для розрахунку беруть першу масу.

Озолення з прискорювачем. Спочатку наважки обвуглюють у муфельній печі, як було описано для звичайного озолення, при слабкому нагріванні, щоб органічна речовина поступово випаровувала свої гази без інтенсивного горіння. Після того, як наважка перестає диміти і обвуглюється, процес можна зупинити.

Потім тиглі з вмістом охолоджують і змочують 3–5 краплями чистої азотної кислоти (густина 1,2 г/см³). Азотна кислота додається, щоб прискорити

2.1.8. Визначення вмісту гігроскопічної води (прискорений метод)

Для обчислення вмісту крохмалю, жиру, золи та інших речовин у абсолютно сухій речовині, важливо враховувати вміст гігроскопічної води в зразку, оскільки вона може змінювати масу проби і, відповідно, впливати на точність розрахунків. Процес визначення вмісту гігроскопічної води полягає у висушуванні проби при певній температурі (зазвичай при 105°C) до сталого масового значення.

Хід аналізу визначення вмісту вологи в зразку зерна. Підготовка бюксів: чисті бюкси (скляні) спочатку висушують у сушильній шафі, охолоджують у ексикаторі і зважують. Це дозволяє отримати точну початкову масу бюкса без вологи. Підготовка проби: відбирають дві наважки подрібненого зерна (по 2,5–5,0 г) із ретельно перемішаної проби і переносять їх у підготовлені бюкси. Нагрівання в сушильній шафі: бюкси з наважками ставлять у сушильну шафу або термостат, який попередньо нагріли до 140°C. Після того, як шафа заповнена бюксами, температуру знижують до 130°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) і підтримують її протягом 40 хвилин. Охолодження та зважування: після цього бюкси накривають кришками, охолоджують протягом 20–30 хвилин в ексикаторі, що містить сухий хлористий кальцій, і зважують на аналітичних вагах з високою точністю (до 0,0001 г). У разі використання технічних ваг, точність повинна бути не менше 0,01 г. Вміст вологи відповідно розраховують за формулою:

$$\frac{(a_1 - a_2) \times 100}{a_1 - a}$$

де: a – маса бюкса, г;

a_1 – маса бюкса з наважкою до висушування, г;

a_2 – маса бюкса з наважкою після висушування, г.

Вміст сухої речовини визначається відніманням відсотка гігроскопічної води від 100%. Якщо різниця між паралельними вимірюваннями перевищує 0,25%, аналіз повторюють для точності.

Для прискореного методу визначення гігроскопічної води використовують термостат при температурі 85–95°C протягом ночі. Вранці температуру

підвищують до 105°C і досушують ще годину. Потім бюкси охолоджують в ексикаторі і зважують. Різниця між паралельними вимірюваннями не повинна перевищувати 0,15%. Записи ведуть за стандартною формою у журнал (табл. 33).

Таблиця 33

Форма запису даних у журнал

Назва сорту (код)	Номер бюкса	Маса, г			Маса, г		Вміст води у повітряно-сухий 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

Вміст вільних амінокислот у рослинах змінюється залежно від зовнішніх факторів та загального стану рослини. Для аналізу амінокислотного складу використовують іоннообмінну хроматографію на колонках, яка є ефективним методом для одержання біохімічної інформації. Це дає змогу вивчити поживну цінність кормів і харчових продуктів, а також аналізувати процеси азотного обміну в рослинах. Для цього часто використовуються автоматичні аналізатори амінокислот (рис. 53).

Прилади і матеріали. Для аналізу амінокислот використовують автоматичний аналізатор амінокислот Т 339, виробництва Чехія, Прага, що дозволяє здійснювати точні вимірювання вмісту амінокислот у пробах. Іоннообмінна хроматографія на колонках є основним методом для якісного та кількісного аналізу пептидів і білків, надаючи цінну інформацію про молекулярні характеристики цих сполук. Цей метод широко використовується для досліджень у біохімії, харчовій промисловості та інших галузях.



Рис. 53. Автоматичний аналізатор амінокислот Т 339

У випадку колоночної іонообмінної хроматографії для поділу амінокислот використовуються спеціальні дрібнозернисті катіонообмінники у вигляді сферичних смол, виготовлених з сополімеру стиролу та дивінілбензолу, що містять функціональну сульфогрупу ($-\text{SO}_3$). Для скорочення часу аналізу застосовують смоли з малим розміром зерен, оскільки це дозволяє досягти високої швидкості процесу.

Амінокислоти мають кислотно-лужні властивості, що визначають їх здатність взаємодіяти з катіонообмінниками. Вони являють собою органічні сполуки, що містять як мінімум одну карбоксильну (кислу) групу та одну аміногрупу, розташовану в альфа-положенні відносно карбоксильної. Коли рН середовища складає 3 або менше, аміногрупи амінокислот набувають позитивного заряду, що дозволяє їм взаємодіяти з сульфогрупою смоли. При нанесенні суміші амінокислот на колонку, молекули амінокислот притягуються

до сульфогрупи смоли своєю позитивно зарядженою аміногрупою, витісняючи іони натрію або літію з колонки.

Залежно від величини позитивного заряду молекул, амінокислоти розподіляються по колонці в різній послідовності. Основні амінокислоти, такі як лізин, аргінін та гістидин, мають найбільший позитивний заряд, тому вони швидше і міцніше зв'язуються зі смолою, проходячи через колонку першими. Кислотні амінокислоти, такі як глютамінова та аспарагінова, мають найменший позитивний заряд і, відповідно, з'єднуються з смолою останніми. Процес поділу амінокислот на колонці включає етапи елюації (вимивання) амінокислот при певних умовах, що включають високу швидкість, підвищений тиск та температуру, а також п'ять етапів зміни елюантів. Порядок виходу амінокислот із хроматографічної колонки залежить не тільки від властивостей катіонообмінника, а й від складу та температури елюентів.

Важливими факторами, що впливають на успіх поділу амінокислот в іонообмінній хроматографії, є правильний вибір умов аналізу. До них відносяться: якість і гранулометричний склад іоніту, розміри колонки, матеріал, з якого вона виготовлена, природа та властивості буферних розчинів (елюентів), температура, швидкість елюційного процесу, а також апаратура для проведення хроматографії та детекції амінокислот. Ці фактори мають суттєвий вплив на точність і ефективність поділу амінокислот, що є критичним для отримання достовірних результатів у біохімічних та харчових дослідженнях.

Реєстрація амінокислот. Метод детекції амінокислот за допомогою нінгідрину базується на реакції з аміногрупою амінокислот, утворюючи сполуку гідриндантін, яка забарвлюється при 560 нанометрах. Для проліну і оксипроліну максимум поглинання знаходиться при 440 нанометрах. До елюату додається суміш нінгідрин, буферного розчину та хлориду олова. Реактив має зберігатись в захищеному від світла і тепла місці. Після цього суміш нагрівається до 100°C в реакційній бані, де проходить реакція. Довжина реактора критична для завершення реакції.

Принцип роботи амінокислотного аналізатора. Принцип роботи автоматичного аналізатора амінокислот заснований на безперервному прогоні елюанту через хроматографічну колонку. За допомогою дозуючого насосу елюант із ємності подається через колонку. На виході з колонки до елюату мікронасосом додається нінгідринний реактив, що взаємодіє з аміногрупами амінокислот, утворюючи стабільні фарбовані сполуки. Суміш елюату і реактиву подається в реактор, де нагрівається до температури 95–98 °С. Після цього вона проходить через проточну кювету, де вимірюється інтенсивність фарбування, що з'являється внаслідок утворення комплексів з амінокислотами. Фотоколориметрія вимірює інтенсивність світла, що проходить через кювету, і сигнали фотоелемента підсилюються і записуються потенціометром, формуючи хроматограму.

Площа піків на хроматограмі підраховується і порівнюється з площею піків від стандартних амінокислот, що дозволяє точно визначити кількість амінокислоти в зразку. За допомогою цього методу можна визначити як кількість, так і вид амінокислот, що присутні у досліджуваному зразку.

Сучасні методи поділу амінокислот на хроматографічних колонках передбачають використання літій цитратних буферів замість традиційних натрій цитратних буферів. Це дозволяє покращити розділення амінокислот, зокрема амідів та амінокислот небілкового походження, таких як орнітин, цитрулін і бета-аланін, які важко розділяються на стандартних колонках. Літій цитратні буфери використовуються для елюації амінокислот в різних рН значеннях: від рН 2,75 до рН 5,0, із поступовою зміною складу буфера. Вибір цього методу дозволяє уникнути розбіжностей в розподілі амінокислот, що виникають при використанні натрій цитратних буферів, оскільки літій має меншу схильність до гідратації, що забезпечує кращу роздільну здатність колонок.

Процес елюації амінокислот з колонок здійснюється за допомогою літій цитратних буферів, що мають рН 2,75; 2,95; 3,2; 3,8 і 5,0, а співвідношення нінгідринного реактиву та елюанту становить 1:2. Температура термостатування колонки регулюється в діапазоні від 38,5 до 65 °С, що

допомагає оптимізувати час аналізу та досягти точних результатів. Зразок розводиться в літій цитратному буфері з рН 2,2 і наноситься на колонку для подальшого аналізу.

Цей метод дозволяє здійснювати високо точне розділення і визначення до 60 різних амінокислот, що робить його дуже ефективним і гнучким для застосування в різних біохімічних і фармацевтичних дослідженнях.

Розрахунок якісного і кількісного вмісту амінокислот. Для визначення кількості амінокислот у досліджуваному зразку необхідно попередньо провести калібрування хроматографічної системи за допомогою стандартної суміші амінокислот. Ця суміш повинна містити амінокислоти з відомою концентрацією, що дозволяє створити базу для порівняння з результатами аналізу зразка.

На отриманій 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 мікромолу кількості кожної амінокислоти.

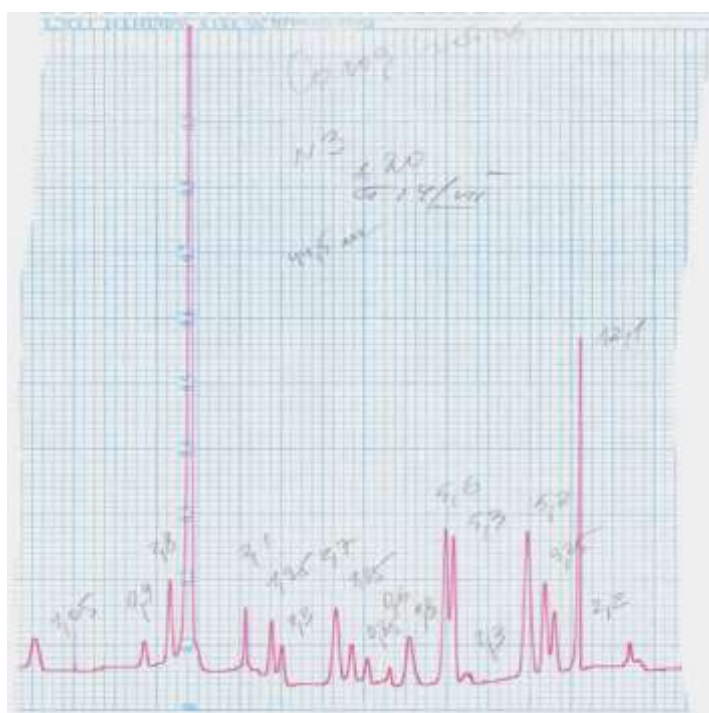


Рис. 54. Хроматограмма зерна пшениці

Для розрахунку кількості амінокислот множать кількість мікромолей на молекулярну масу. Якісний склад визначають, порівнюючи хроматограми стандартної і досліджуваної суміші.

Підготовка зразків до аналізу. Для отримання точних результатів при використанні автоматичного аналізатора амінокислот дуже важливе правильне підготування зразків. Процес підготування можна поділити на два основні етапи. Перший – виділення амінокислот, які є частиною білків і пептидів, що потребують гідролізу. Другий етап включає підготовку зразків, що містять вільні амінокислоти, таких як зерно чи зернові продукти. Важливо на цьому етапі усунути білки та інші заважаючі компоненти, щоб вони не впливали на результат аналізу.

Метод гідролізу хлористоводневою (соляною) кислотою є одним з найбільш поширених для розщеплення білків та пептидів у процесі підготовки зразків для аналізу амінокислот.

Підготовка зразка: зважують зразок білка (приблизно 2 мг) і додають до пробірки 0,5 мл дистильованої води та 0,5 мл концентрованої хлористоводневої кислоти. У випадку водяного розчину білка, додається рівна кількість концентрованої хлористоводневої кислоти.

Охолодження та вакуумування: після цього пробірку охолоджують у суміші сухого льоду з ацетоном або рідким азотом до повного замерзання. Потім відкачують повітря з пробірки за допомогою вакуумного насосу, щоб запобігти окислюванню амінокислот під час гідролізу. Пробірку запаюють.

Гідроліз: запаюну пробірку ставлять на 24 години в термостат, нагріваючи до $+106^{\circ}\text{C}$. Цей етап необхідний для розщеплення пептидних зв'язків і вивільнення амінокислот.

Охолодження та висушування: після завершення гідролізу пробірку охолоджують до кімнатної температури і розкривають. Вміст пробірки переноситься в скляний бюкс і поміщається в вакуум-експикатор над гранульованим їдким натрієм для висушування.

Завершення підготовки зразка: зразок висушується, після чого додаються 3-4 мл деіонізованої води, і процедура сушіння повторюється. Можна також видалити залишки соляної кислоти на водяній бані під витяжкою.

Розчинення та аналіз: після висушування підготовлений зразок розчиняють у 0,3-нормальному літій цитратному буфері з рН 2,2. Цей розчин наноситься на іонообмінну колонку автоматичного аналізатора амінокислот для подальшого аналізу.

Так, для визначення тріптофану застосовується лужний гідроліз, оскільки ця амінокислота не руйнується під час гідролізу в лужному середовищі, на відміну від інших амінокислот, таких як серин або треонін, що можуть зазнавати змін при цьому процесі.

Для депротейнізації зразків, щоб отримати екстракт вільних амінокислот і пептидів, використовують такі методи:

1. Сульфосаліцилова кислота – для осадження білків.
2. Пікринова та трихлороцтова кислота – рідше, через необхідність очищення від кислот.
3. Гельфільтрація – розділення компонентів за допомогою пористих матеріалів.
4. Ультрацентрифугування – осадження білків за допомогою центрифуг.
5. Гарячий етанол – для рослинних зразків.
6. Оцтова кислота з ацетоном – осадження білків.
7. Ацетон – для осадження білків.

Найбільш поширеним методом депротейнізації є використання сульфосаліцилової кислоти. Для цього в 1 мл біологічної рідини або тканинного екстракту додають 1 мл 3% водяного розчину сульфосаліцилової кислоти і перемішують. Потім осаджений білок відокремлюють центрифугуванням при 3500-4500 об/хв протягом 30 хв. Надосаджена рідина (супернатант), яка містить вільні амінокислоти та пептиди з низькою молекулярною масою, наносять на іонообмінну колонку для подальшого аналізу. Пептиди, що містяться в

супернатанті, можуть нести важливу інформацію, оскільки часто є біологічно активними речовинами. Для їх аналізу пептиди піддають гідролізу.

2.2. Олійні культури

Олійні культури справді мають велике значення. Вони не лише забезпечують нас цінними маслами, але й мають економічну важливість завдяки застосуванню в промисловості, як-от у виробництві біодизеля. Насіння гірчиці та коріандру також додають неповторний смак у кулінарії.

Якість олійних культур має важливе значення як для внутрішнього споживання, так і для експорту. Лабораторні дослідження є необхідним етапом для підтвердження якості продукції та отримання сертифікатів відповідності. Вони включають аналіз таких показників, як рівень вологості, вміст олії, кислотне число, вміст токсичних речовин і багато інших важливих характеристик. Це гарантує, що продукція відповідає міжнародним стандартам і вимогам безпеки. Враховуючи експортний аспект, сертифікація також забезпечує прозорість і довіру між постачальниками та споживачами на міжнародних ринках.

В Україні існують державні стандарти, які регламентують виробництво олійних культур, таких як соняшник, ріпак, гірчиця, коріандр, і визначають вимоги до їх якості. Ці стандарти охоплюють фізичні та біохімічні показники, що забезпечують відповідність продукції визначеним критеріям для харчових та технічних потреб.

2.2.1. Визначення лушпинності сім'янок соняшника гідротермічним методом

Гідротермічний метод визначення лушпинності сім'янок соняшника є ефективним способом, який ґрунтується на використанні різкої зміни температури для впливу на плодову оболонку сім'янки. Зміна температури спричиняє різке нагрівання оболонки, що призводить до її розриву або ослаблення зв'язку між лушпинням та ядром. В результаті цього відбувається

полегшене відокремлення лушпиння від ядра соняшника, що дозволяє більш точно оцінити вміст лушпиння в загальному обсязі насіння.

Перевага гідротермічного методу полягає в тому, що він дозволяє висушити лушпиння та ядра сім'янок перед визначенням їх вмісту, що виключає вплив різниці вихідної вологості на точність результатів.

Хід аналізу. Вибір наважок: для аналізу відбирають 2 паралельні наважки по 5,0–5,5 г, що дозволяє підвищити точність вимірювання завдяки повторюваності результатів. Обробка на водяній бані: сім'янки обробляються на водяній бані при кипінні протягом 5–10 хвилин (залежно від товщини лушпиння), що дозволяє розірвати тканини лушпиння через різку зміну температури. Охолодження: після термічного впливу сім'янки швидко охолоджують у холодній воді на 2–3 хвилини, що сприяє легкому відокремленню лушпиння від ядра. Сушка: лушпиння та ядра окремо висушуються в термостаті при температурі 100–105°C протягом 3 годин. Це дозволяє усунути вплив вологи на подальші вимірювання і гарантує точність визначення маси лушпиння. Охолодження і зважування: після висушування проби охолоджуються до кімнатної температури, після чого їх зважують. Це дає можливість точно визначити масу лушпиння та ядра.

Обрахунок лушпинності ведуть за формулою:

$$x = \frac{A}{B} \times 100,$$

де: A – маса лушпиння, г; B – маса лушпиння та ядер сім'янок, г.

Різниця між двома визначеннями не повинна перевищувати 1 %.

Обладнання: лоток для відбирання середніх проб; аналітичні ваги; металеві бюкси з отворами (3–4 мм) і без отворів; пінцет; водяна баня.

2.2.2. Визначення вмісту жиру (за Рушковським)

Вміст жиру є одним із найважливіших показників якості олійних культур, оскільки визначає економічну та харчову цінність культури. Представлений

метод призначений для визначення вмісту жиру в соняшнику, ріпаку, сої, макусі, шротах.

Метод визначення вмісту жиру за допомогою апарату Сокслета полягає в екстракції жиру з розтертого та висушеного насіння за допомогою діетилового ефіру. Насіння кладуть у пакетик з фільтрувального паперу і екстрагують до повного знежирення. Кількість жиру визначають як різницю між початковою наважкою і масою знежиреного залишку. Це точний метод для оцінки вмісту жиру в олійних культурах.

Реактиви: хлористий кальцій гранульований, прожарений або натрій сірчаноокислий безводний, прожарений; ефір сірчаний (етиловий).

Обладнання: апарати Сокслета, водяна баня, пінцет, металеві бюкси, скляні бюкси (діаметром 40 мм і заввишки 60–70 мм) з притертими кришками, ложечка з алюмінію для взяття наважок, пакетики з фільтрувального паперу (масою близько 250 мг кожний), лабораторний млин ЛЗМ або ступка (діаметром 170–200 мм) з товкачиком, щипці тигельні, щипці плескати, воронки діаметром 100–150 мм.

Процес **приготування пакетиків** для екстракції жиру з насіння наступний: підготовка паперу (вибирають фільтрувальний папір однакової щільності та якості, аркуш паперу розрізають на прямокутники розміру 50 × 70 мм); формування пакетиків (розрізані аркуші складають по довжині так, щоб одна частина була ширшою на 3 мм, потім загинають цей край, а потім ще раз загинають подвійний край смужки, отримуючи паперову смужку шириною близько 2 см); закріплення та закриття (сформовану смужку загинають з одного краю в протилежний бік, а край, який утворюється, вставляють під загин і таким чином закривають пакетик); взяти наважку (після цього у пакетик можна вкласти наважку досліджуваного матеріалу для подальшої екстракції жиру).

Визначення вологості фільтрувального паперу. Процес визначення вологості фільтрувального паперу для коректного обчислення вмісту жиру у досліджуваній наважці виглядає таким чином:

Підготовка фільтрувального паперу. Нарізають папір на прямокутники необхідного розміру (50×70 мм) та готують кількість пакетиків для аналізу. Пакетики зберігають у картонних коробках або дерев'яних ящиках з отворами для забезпечення нормального повітрообміну.

Визначення вологості. Вагається маса абсолютно сухих бюксів (висушених протягом 1 години при температурі $100\text{--}105^\circ\text{C}$). Вибирають 10 пакетиків з партії (приблизно 2,5 г), поміщають їх у висушений бюкс і знову висушують до постійної маси при температурі $100\text{--}105^\circ\text{C}$. Отримана маса — це маса абсолютно сухого паперу.

Контроль вологості. Після висушування пакетики в бюксі залишають у тому ж приміщенні, де зберігаються інші пакетики, щоб їх вологість зрівнялася з вологістю всіх пакетиків партії. Кожен день перевіряється маса бюкса з пакетиками, щоб контролювати зміни в вологості паперу. Зазначають середній вміст гігроскопічної води у двох паралельних наважках на початку та в кінці роботи.

Визначення середнього вмісту гігроскопічної води в папері використовується для коректних розрахунків вмісту жиру в досліджуваних зразках. Розраховують вміст гігроскопічної вологи (x) відповідно 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. $\delta = \frac{(30,6519 - 28,0778) - (30,4776 - 28,0748)}{(30,6519 - 28,0778)} \times 100 = 7\%$

Відбирання та підготовка середніх проб для аналізу. Проби соняшника та дрібнонасінних культур відбираються масою 15 г у металеві бюкси, а сої — 100 г у паперові стаканчики.

Насіння сої подрібнюють на лабораторному млині, потім відбирають середню пробу вагою 15 г. Ядра, отримані при визначенні відсотка оболонки у насінні рицини та сафлору, змішують і переносять у металевий бюкс.

Ядра арахісу від усіх чотирьох наважок після видалення оболонки змішують. З отриманої маси виділяють 100 ядер, кожне з яких розрізають уздовж на дві частини, одну частину відкидають, а іншу ділять навпіл. З четвертинок відбирають пробу масою 20 г у металевий бюкс.

Для визначення вмісту жиру в олійних культурах, спочатку підготовлені проби висушують протягом шести годин за температури 100–105 °С, що дозволяє досягти повного висушування без впливу окислювальних процесів на вміст жиру. Після висушування проби накривають кришками і ставлять в ексікатор для охолодження.

Після висушування проби насіння соняшнику, льону, гірчиці та інших дрібнонасінних видів, а також подрібненого насіння сої, ядер сафлору, рицини й арахісу розмелюють на млині «Пірует» протягом 30 с – 1 хв. або розтирають у фарфоровій ступці діаметром 16–18 см. Важливо розтерати дуже ретельно і швидко, щоб жир вилучався повністю. Нерівномірно розтерті частинки можуть призвести до неточностей у результатах аналізу через нерівномірне розміщення оболонки.

Після розтирання пробу переносять у металеві бюкси, щоб уникнути впливу вологості на точність результатів. Потім її ставлять в ексікатор для охолодження та запобігання поглинанню вологи з повітря. Якщо це потрібно, зразу після цього відбирають наважки для подальшого аналізу.

Хід аналізу. Після підготовки наважок фільтрувального паперу та їх зважування, на кожен наважку масою 0,6-0,7 г, поміщену в пакетики з фільтрувального паперу, проводиться екстракція жиру. Ці пакетики з наважками розміщуються в марлевих торбинах, по 10-12 шт. у кожен, і заливаються зневодненим діетиловим ефіром, підготовленим за спеціальною методикою. Важливо, щоб наважки не контактували з повітрям надовго, оскільки олія швидко окислюється і знижує ефективність розчинення. Для екстракції

використовуються апарати Сокслета, які розміщуються на водяній бані при температурі 50–60 °С.

Екстракція триває 8-10 годин, але цей час може бути зменшений до 4 годин, якщо попередньо буде збільшено час відстоювання ефіру до 2 діб (з двічі змінюваним ефіром). Для контролю ефективності екстракції краплю ефіру наносять на годинникове скло або шліф колби. Якщо жир екстрагований повністю, на склі не залишиться слідів жиру. Протягом екстракції важливо регулювати роботу апарата Сокслета, щоб ефір регулярно зливався, здійснюючи 6-8 циклів за годину. Після завершення екстракції торбинки з пакетиками виймаються з екстракторів і розміщуються на папері для відгонки ефіру. Замість цього також можна використовувати прилад для відгонки летких рідин. Коли ефір буде видалений, пакетики переміщуються в скляні бюкси з притертими кришками для сушіння при температурі 100–105 °С протягом 4 годин. Після висушування пакетики охолоджуються в ексікаторі і знову зважуються на торзійних вагах для визначення вмісту жиру.

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 – уміст гігроскопічної води у фільтрувальному папері, %.

Приклад розрахунку. Маса повітряно-сухого пакетика 267 мг, уміст 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 насіння беруть чисте насіння без сторонніх домішок. Наважки зважують на аналітичних вагах II-го класу в два рази з точністю до 3-го знака. Маса проби має бути: для соняшника – 10 г, для гірчиці, ріпаку, ріжю та сої – 17 г.

2. Після перевірки готовності лабораторного ЯМР-аналізатора «АМВ-1006» (рис. 55) за стандартними зразками, аналізують пробу насіння. Для цього встановлюють масу проби на панелі блоку керування, поміщають її в пробірку та опускають в отвір для вимірювання. На екрані з'являються дані про вид насіння, номер аналізу та відлік часу. Через 50–75 секунд висвітлюється результат аналізу, після чого пробірку виймають і звільняють від вмісту.



Рис. 55. Загальний вигляд лабораторного ЯМР-аналізатора «АМВ-1006»

3. У пробірку засипають другу наважку та проводять аналіз. За результат приймають середнє значення олійності та вологості з двох паралельних визначень.

Якщо під час аналізу на екрані з'являється напис «ЯМР – не стабільний» через 80 с, необхідно натиснути кнопку «СБРОС», а потім «ПУСК». Після цього аналіз повторюють.

Порядок вимикання аналізатора:

1. Спочатку вимикають блок управління за допомогою кнопок «ВЫКЛ» та «СЕТЬ».
2. Далі вимикають апаратуру, натискаючи кнопку «АПАРАТУРА».
3. Останнім етапом вимикають магнітну систему за допомогою кнопки «МАГНИТ».

Якщо перерви в роботі незначні, вимикати аналізатор не потрібно. В режимі «ДЕЖУРНЫЙ» (коли включена лише магнітна система) аналізатор може працювати без зупинок цілодобово.

2.2.4. Обчислення збору олії з гектара посіву

Для оцінки продуктивності сортів олійних видів використовуються два основні показники: кількість абсолютно сухого насіння з гектару та вміст олії в насінні. Збір олії з гектара обчислюється як похідна цих двох величин, що є ключовим показником при оцінці якості сортів. Оскільки у звітах закладів експертизи урожай насіння стандартно приводиться до вологості 9–14 % (залежно від виду), для перерахунку урожаю на абсолютно суху речовину зручніше використовувати відповідні коефіцієнти. Ці коефіцієнти визначаються шляхом віднімання стандартної вологості від 100 і поділу різниці на 100.

Для перерахунку урожайності насіння на абсолютно суху речовину використовують коефіцієнти сухої речовини, які залежать від стандартної вологості культури: соняшник, гірчиця, ріпак (озимий і ярий) – 0,88 (вологість 12%); льон олійний, сафлор, ріжій – 0,87 (вологість 13%); арахіс – 0,89

(вологість 11%); рицина, мак, перила – 0,90 (вологість 10%); кунжут – 0,91 (вологість 9%); соя – 0,86 (вологість 14%). Ці коефіцієнти застосовуються для точного визначення реальної кількості сухої речовини в зібраному врожаї (табл. 34). Відповідно збір олії з гектара в кг (A) обчислюють за відповідною формулою:

$$A = V \times K \times Ж,$$

де: V – 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	–

Для правильного підрахунку збору олії насіння повинно бути добре очищеним. Якщо воно містить домішки, необхідно внести поправку, використовуючи коефіцієнт засмічення.

Приклад: засмічення дорівнює 3,2 %, тоді коефіцієнт засмічення буде дорівнювати: $C = \frac{100 - 3,2}{100} = 0,968$. При цьому формула матиме наступний вигляд:

$A = Y \times K \times Ж \times C$, 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 – це кількість грамів йоду, яка може приєднатися до 100 г олії. Воно характеризує ступінь ненасиченості жирних кислот, що впливає на хімічні властивості олії, зокрема її здатність до висихання, полімеризації та окислення. Вищі значення йодного числа свідчать про більший вміст ненасичених жирних кислот, що важливо для оцінки технологічних та харчових якостей олії.

Йодне число олії залежить від її жирнокислотного складу і варіюється залежно від виду рослинної сировини. Високе йодне число свідчить про підвищений вміст ненасичених жирних кислот, що робить олію більш схильною до висихання при контакті з повітрям.

Йодне число визначають для оцінки здатності олії до висихання, що особливо важливо для *льону*, *перили* та інших технічних культур. Ці олії використовуються в лакофарбовій промисловості. Існує кілька методів визначення йодного числа (наприклад, методи Відера, Хюбля, Віженера), які можуть давати різні результати, тому важливо використовувати стандартизовану методику для точності аналізу.

Рефрактометричний метод є найбільш зручним для масових аналізів, оскільки встановлює зв'язок між йодним числом і коефіцієнтом заломлення олії. Чим вище йодне число, тим більший коефіцієнт рефракції. Цей метод широко застосовують у лабораторіях олійнодобувної та жиропереробної промисловості, проте він підходить лише для олій, отриманих холодним пресуванням.

Хід аналізу. Середню пробу насіння (50 г) очищають від домішок і пошкодженого насіння, поміщають у полотняну торбинку та пресують на лабораторному пресі. Перші краплі олії відкидають, а решту збирають у пронумерований бюкс або тигель. Олію відстоюють у прохолодному місці та аналізують наступного дня.

Для визначення коефіцієнта заломлення олії використовують універсальні рефрактометри типу «РЛУ» або «ІРФ» (рис. 56). Процедура визначення передбачає, що олію спочатку фільтрують через паперовий фільтр, якщо потрібно провести вимірювання того ж дня, щоб усунути дрібні домішки та забезпечити точність аналізу. Вимірювання проводять при розсіяному денному світлі або штучному освітленні. Важливо виконувати аналіз при температурі +20°C, оскільки зміна температури може вплинути на результат. Показник заломлення олії має тісний зв'язок з йодним числом, оскільки олії з високим йодним числом мають більший коефіцієнт заломлення.



Рис. 56. Рефрактометр типу ІРФ

З метою підтримання стабільної температури в рефрактометрі використовують ультратермостат Хепплера типу Н або НБ, а також універсальний термостат «У-8». Вимірювання розпочинають після того, як температура в приладі залишається незмінною протягом 15–20 хвилин. Після встановлення необхідної температури рефрактометр калібрують за допомогою дистильованої води (коефіцієнт заломлення при $+20^{\circ}\text{C}$ становить 1,333) або юстированої платівки, що додається до приладу та має на неробочій поверхні вказаний показник заломлення. Далі розпочинають визначення коефіцієнта заломлення олії. При роботі з універсальним рефрактометром «РЛУ» спочатку відкривають засув, відсовують нижню призму, після чого оплавленою скляною паличкою наносять на неї дві-три краплі олії. Потім швидко притискають нижню призму до верхньої, фіксують засувом і налаштовують дзеркало та окуляр так, щоб у полі зору чітко відображався перетин ліній. Якщо межа між темною та світлою частинами поля зору недостатньо чітка, її коригують, повертаючи компенсаторний гвинт, розташований праворуч від зорової труби. Далі рухом алідади межу темної частини поля зору точно встановлюють у точку перетину ліній. Через дві хвилини, коли олія досягне температури рефрактометра, тричі проводять відлік із точністю до 0,0002 за допомогою лупи. З отриманих значень обчислюють середнє.

Після завершення вимірювань олію видаляють із поверхні призми сухою ватою, потім протирають ватою або м'якою фланеллю, змоченою ефіром (бажано петролейним), і знову витирають сухою ватою. А безпосередньо 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 забезпечує отримання результату з точністю до трьох одиниць при йодному числі понад 100. Для зручності підрахунків можна використовувати довідкові таблиці в яких наведені коефіцієнти рефракції олії та відповідних їм йодних чисел за температури 20°C [18]. У випадку, коли 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 для проведення досліджень: лабораторний універсальний рефрактометр; універсальний термостат; прес (для вичавлювання олії); скляна паличка з оплавленим кінцем; бюкси або тиглі; 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 використовується для визначення масової частки продуктів ензиматичного розщеплення глюкозинолатів – ізотіоціанатів і вінілтіооксазолідонів у ріпаковому насінні, макусі та шроті як у заводських лабораторіях, так і в наукових дослідженнях.

Метод включає такі основні етапи:

1. Ферментативне розщеплення тіоглюкозидів до ізотіоціанатів (ІТЦ) і вінілтіооксазолідонів (ВТО).

2. Відгонка летких ІТЦ з парою води у водний аміак, подальше відтитрування утворених тіопохідних перманганатом калію в кислому середовищі.

3. Екстракція нелеткого ВТО діетиловим ефіром із рідкої фази після її підлужнення.

4. Спектрофотометричне визначення вмісту ВТО в отриманих екстрактах.

Засоби вимірювань, допоміжні засоби і прилади.

– Ваги лабораторні рівноплечі – норма навантаження 200 г, II класу або аналогічні за метрологічними характеристиками.

– Ваги лабораторні квадрантні – норма навантаження 500 або 1000 г, IV класу або аналогічні за метрологічними характеристиками.

– Колбонагрівач із закритим нагрівальним елементом.

– Лабораторний млинок будь-якого типу.

– Спектрофотометр – «СФ-26» (рис. 57), «Спекорд» (фірми К.Ф. Цейса), «УФ-ВІЗ» або інший прилад із аналогічною роздільною здатністю (рис. 58).



Рис. 57. Спектрофотометр «СФ-26»



Рис. 58. Спектрофотометр 102UV, ULAB

- рН-метр: моделі рН – 21, рН – 340 або аналогічний.
- 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 об'ємом 50, 250, 500, 1000 мл.
- Воронка ділильна «ВД-2-50-14/23 ХС», код 432524021106.
- Бюретка з краном об'ємом 5,0 мл.
- Піпетки об'ємом 2,0; 5,0; 50,0 мл.
- Холодильник «ХПТ-1-300-14/23 ХС», код 432522011207, або «ХПТ-1-400-14/23 ХС», код 432522011306.
- Воронки: «В-36-80 ХС», код 4325140111104, або «В-56-80 ХС», код 432514011203.
- Фільтр «ФКП-40ПОР 100 ХС», код 432514080602.
- Циліндри мірні об'ємом 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 для проведення досліджень. Оксалат натрію, х. ч. (ГОСТ 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.

Під час проведення аналізу необхідно дотримуватись правил техніки безпеки, передбачених для роботи в хімічній лабораторії. Лаборанти проходять інструктаж відповідно до чинних нормативних вимог, з урахуванням особливостей методики. Зокрема, слід бути особливо обережними при роботі з водним розчином аміаку (15 %), оскільки його потрапляння на слизові оболонки та шкіру може спричинити опіки.

Виконують вимірювання за даною методикою за кімнатної температури та нормального атмосферного тиску.

У методиці передбачено використання спеціального устаткування. Колбонагрівач – для забезпечення необхідної температури процесу. Кругла реакційна колба – основний елемент для реакції. Перехідна трубка – для з'єднання частин обладнання. Водяний холодильник – для охолодження і конденсації випарів. Насадка – допоміжний елемент для контролю процесу. Приймальні колби – для вловлювання ізотіоціанатів (ІТЦ), які зв'язуються з аміаком у колбі. Це устаткування дозволяє ефективно захоплювати і зібрати ІТЦ, які утворюються в процесі реакції з аміаком.

Приготування розчинів:

15 % водний розчин аміаку – готують шляхом розведення 25–28 % аміаку водою до густини 942 г/см³.

70 і 90 % водний розчин етилового спирту – готують шляхом розведення 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 та 1 г перманганату калію, зваженого на вагах IV

класу. Суміш відстоюють протягом 24 годин і переганяють над гідроксидом калію.

1 % водний розчин $AgNO_3$ – 1 г $AgNO_3$ розчиняють у невеликій кількості води, а об'єм доводять до 100 мл водою.

0,1 % водний розчин $KMnO_4$ – 3,16 г $KMnO_4$ розчиняють у 1 л дистильованої води, доводять розчин до кипіння і підтримують температуру, близьку до кипіння, протягом 1 години, закривши горло колби конічною лійкою. За випадання осаду MnO_2 , його видаляють фільтруванням через пористий фільтр або скляну вату. Титр розчину встановлюють за оксалатом натрію, як описано в методиці.

Процес перекристалізації оксалату натрію. Приготування розчину: 15 г оксалату натрію розчиняють у 500 мл дистильованої води. Підлучення: розчин підлучують до рН 9–10 за допомогою розчину гідроксиду натрію (100 мл 40 % водного розчину). Осадження нерозчинних речовин: дається час на осідання нерозчинних у воді речовин. Фільтрація: розчин фільтрують, а потім випаровують до 1/10 початкового об'єму. При випаровуванні випадають кристали оксалату натрію. Осадження і промивання: осад відокремлюють фільтрацією через паперовий фільтр, розтирають у ступці до порошкоподібного стану та двічі промивають дистильованою водою. Підсушування та висушування: Осад підсушують між аркушами фільтрувального паперу та висушують за температури 240–250°C.

Процедура визначення титру оксалату натрію. Підготовка наважки: ваги II класу використовуються для взяття наважки оксалату натрію в межах 0,2–0,25 г з точністю до 4-го знака після коми. Розчинення: визначену наважку переносять у конічну колбу місткістю 250 мл та розчиняють у 100 мл дистильованої води, нагрітої до 50–90°C. Додавання кислоти: до розчину додають 10 мл сірчаної кислоти, розведеної водою у співвідношенні 1:1. Титрування: титрують отриманий розчин 0,1 Н розчином $KMnO_4$ до появи слабо-рожевого забарвлення, яке має зберігатися протягом 1 хвилини. 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. Подрібнення насіння: 50 г подрібненого насіння білої гірчиці суспендують у 300 мл дистильованої води при 4°C на 1 годину. Перевіряють на схожість (80% пророслих насінин за 72 год).

Центрифугування: центрифугують осад 20 хв. при 3000–4000 об/хв, змішують надосадову рідину з 300 мл 90 % етилового спирту, витримують 15 хв. в холодильнику.

Промивка осаду: промивають 100 мл 70 % етилового спирту, центрифугують ще 20 хв.

Відокремлення осаду: декантація осаду, додають 50 мл дистильованої води і відстоюють 12 год. при $18\text{--}20^\circ\text{C}$.

Фільтрація: відокремлюють осад фільтрацією або центрифугуванням, зберігають розчин при 4°C до 2-х тижнів.

Приготування проби насіння, макухи і шроту до аналізу. Підготовка проби: з середньої проби насіння, макухи або шроту відбирають 50–60 г, подрібнюють на лабораторному млині і просівають через сито з отворами 0,25 мм.

Прогрівання насіння: насіння перед аналізом прогрівають при температурі 90°C протягом 15 хв для інактивації ферментів. Прогрівання проводиться в закоркованій реактивній колбі для запобігання втратам летких ізотіоціанатів, які можуть бути присутні у вільному стані.

Визначення вмісту вологи та летких речовин: проводять аналіз на вміст вологи та летких речовин у насінні, макусі та шроті.

Ферментативне розщеплення: для визначення масової частки ізотіоціанатів і вінілтіооксазолідонів в одній наважці проби (приблизно 5 г) зважену пробу поміщають у круглодонну колбу ємністю 500 мл, додають 300 мл дистильованої води, 1 г фтористого натрію, 20 мл етилового спирту та 5 мл розчину ферменту. Колбу щільно закривають корком.

Ферментація: колбу залишають для ферментативного розщеплення глюкозинолатів на 3 години при температурі 18–22°C.

Аналіз макухи чи шроту: для макухи чи шроту також використовують 5 г зваженої проби, яку поміщають у круглодонну колбу з додаванням 300 мл дистильованої води, 1 г фтористого натрію, 20 мл етилового спирту та 5 мл ферменту. Колбу закривають і залишають для ферментаційного розщеплення тіоглюкозидів.

Визначення масової частки ІТЦ. Після завершення ферментації колбу встановлюють на колбонагрівач, обгортають азбестом і підключають до холодильника через перехідну трубку. Для аналізу макухи та шроту в колбу додають кілька скляних кульок і 0,5 мл алілового спирту, щоб запобігти піноутворенню та перекиданню. До нижнього кінця холодильника приєднують дві колби об'ємом 250 мл: прийомну та конічну. У прийомну колбу додають 30 мл, а в контрольну – 15 мл 15% водного розчину аміаку.

На прийомній колбі роблять позначку, що відповідає об'єму рідини 200 мл. Кінці трубок, що підключають колби до насадки, повинні бути занурені в розчин аміаку. Включають колбонагрівач і відганяють близько 170 мл води разом з леткими ізотіоціанатами в прийомну колбу. Після цього продовжують відгонку ще 2–3 хвилини. Леткі ізотіоціанати в прийомній колбі реагують з аміаком, утворюючи нелеткі тіопохідні.

По завершенні відгонки від'єднують насадку, прийомну та контрольну колби, а потім вимикають колбонагрівач, щоб уникнути зворотного засмоктування дистилляту в холодильник та реакційну колбу. Холодильник споліскують дистильованою водою (2–3 мл), збираючи промивну воду в прийомну колбу.

Вміст прийомної та контрольної колб переносять у мірну колбу об'ємом 500 мл, промивають колби водою, яку виливають у ту саму мірну колбу. Об'єм рідини в мірній колбі доводять до 500 мл дистильованою водою, ретельно перемішують і використовують для визначення вмісту ізотіоціанатів.

З мірної колби відбирають 50 мл дистилату, переносять у конічну колбу об'ємом 250 мл та додають 2,5 мл концентрованої сірчаної кислоти. Підготовлену пробу титрують 0,1 Н водним розчином KMnO_4 до появи слабко-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом кількох секунд.

Визначення масової частки вінілтіооксазолідонів. Залишок з реакційної круглодонної колби переносять на складчастий фільтр, відокремлюючи водну фазу шляхом фільтрації в колбу ємністю 250 мл. Осад промивають двічі водою по 20 мл, причому промивні води збирають в ту ж саму колбу.

Після цього рН водної фази коригують до 10,5 за допомогою 1 Н розчину NaOH , контролюючи за допомогою рН-метра або індикаторного паперу. Потім водну фазу переносять у мірну колбу об'ємом 250 мл, доводять об'єм до 250 мл дистильованою водою та ретельно перемішують.

З підготовленої проби піпеткою відбирають 2 мл, переносять їх у ділильну воронку ємністю 50 мл та проводять екстракцію вінілтіооксазолідонів діетиловим ефіром. Для екстракції використовують 10 мл ефіру, струшують воронку, екстракцію повторюють тричі. Об'єднані екстракти переносять в мірну колбу ємністю 50 мл. Об'єм в колбі доводять до 50 мл діетиловим ефіром і використовують для визначення вмісту вінілтіооксазолідонів.

Оптичну щільність екстрактів вимірюють на спектрофотометрі в кюветі з товщиною шару 1,0 см при довжині хвилі 230, 248 і 266 нм, використовуючи діетиловий ефір як контрольну порожнину. Поглинання визначають на максимумі смуги поглинання при довжині хвилі 248 нм, коригуючи на фонове поглинання за допомогою відповідної формули:

$$D_{248} = \frac{D_{230} + D_{266}}{2},$$

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 значення 0,8–1,0. У разі, якщо значення D вище зазначеного діапазону, необхідно зробити розведення проби і провести розрахунок з урахуванням коефіцієнта розведення.

Обрахунок отриманих результатів. Масову частку ізотіоціанатів у насінні, макусі та шроті (в перерахунку на 3-бутил-ізотіоціанат) обчислюють на суху обезжирену речовину за допомогою відповідної формули:

$$ИЦТ = \frac{28,29 \times V_1 \times V_0 \times F}{V_2 \times m [100 - (M + B_d)]} \%,$$

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 дистиляту, взятого на титрування, мл;

V_0 – вихідний об'єм дистиляту.

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, %.

Розрахунок масової частки 5-вініл-2-тіооксазолідону (ВТО). Масову частку 5-вініл-2-тіооксазолідону у насінні, макусі та шроті розраховують на абсолютно суху речовину за відповідною 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 відповідною 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. Для перевірки повноти відгонки ізотіоціанатів використовують 1% водний розчин азотнокислого срібла. Збирають 1–2 мл дистилляту в пробірку та додають дві краплі розчину. Якщо розчин не мутніє, відгонку вважають завершеною. Якщо мутніє, продовжують відгонку. Відгонка вважається завершеною на 100%, якщо використовується індивідуальний аллілізотіоціанат.

Точність вимірювання масової частки вінілтіооксазолідону визначається за ступенем повноти 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 додають до попередніх, а для контролю отримують п'ятий екстракт.

2.2.7. Газохроматографічний метод визначення жирнокислотного складу олії у насінні ріпаку, гірчиці, суріпиці, соняшника

Метод базується на отриманні метилових ефірів вищих жирних кислот з олії за допомогою 3 або 10% розчину гідроксиду калію в метанолі в неполярному вуглеводному середовищі, з подальшим розділенням за допомогою газорідинної хроматографії.

Реактиви. Для виконання методу використовуються: гідроксид калію (3 або 10% розчин), метанол, безводний сульфат натрію, гідрокарбонат натрію, концентрована сірчана кислота та гексан.

Прилади і матеріали. Для проведення експерименту використовуються: газовий хроматограф (рис. 59), медичний компресор, генератор водню, лабораторний прес, електрична плитка, мікроколони, скляні пробірки, піпетки (0,1 та 1,0 мл), паперовий індикатор, мікрошприци «МШ-10», скляні воронки, мірні колби (50, 100, 500 мл), скляна колонка (250 мм завдовжки і 3 мм в діаметрі), секундомір, вата, марля та медичні груші (50, 100, 500 мл).



Рис. 59. Газовий хроматограф Clarus 690

Хід аналізу. Олію з насіння отримують за допомогою лабораторного преса при тиску 150 атм.

У пробірку з 1–2 краплями олії додають 1 мл 10% розчину гідроксиду калію в абсолютизованому метанолі та нагрівають протягом 1 хвилини до повного розчинення. Потім по краплях додають 6 крапель концентрованої сірчаної кислоти, що призводить до утворення білого осаду. Після цього струшують протягом 5 хвилин.

Перевіряють рН за допомогою паперового індикатора, який має бути нейтральним. Однак часто рН не досягає значення 7, і середовище залишається кислим.

Залишки кислоти нейтралізують гідрокарбонатом натрію в суміші з сульфатом натрію, використовуючи мікроколонку. У колонки укладають шматочок вати та насипають суміш $\text{NaHCO}_3:\text{Na}_2\text{SO}_4$ у співвідношенні 2:1.

До пробірки з білим осадом додають 1 мл гексану й енергійно струшують протягом 10 хвилин. Верхній прозорий шар переносять у мікроколонку. Метиллові ефіри збирають у маленьку пробірку. Для розчинення ефірів перед введенням у випарювач додають 1–2 краплі гексану.

Метиллові ефіри вищих жирних кислот розділяють на газовому хроматографі «Хром-4» з наступними параметрами: швидкість пропускання через колонку 30–50 мл/хв, температура термостата 176°C, температура детектора 220°C для ріпаку, гірчиці, свиріпи, та 196–240°C для соняшника, швидкість стрілки самописця 0,15 або 0,30 см/хв.

Пробу вводять мікрошприцем «МШ-10» в 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 полягає в тому, що для виявлення солей жирних кислот використовують хроматографічний папір. Під час хроматографії на ньому утворюються кольорові плями, що дозволяють визначити наявність та кількість солей жирних кислот.

Прилади та реактиви: хроматографічний папір; хроматографічна камера; сушильна шафа; водяна баня; піпетки на 1 мл; мікропіпетки 1,5 н; пробірки; розчин соляної кислоти; 5%-й розчин КОН в етиловому спирті; 15%-й розчин вазелінового масла в етиловому ефірі; петролейний ефір; 90%-й розчин оцтової кислоти; 1,5%-й розчин гексацианоферрата (II) калія; 1%-й розчин ацетату міді.

Хід аналізу. Одну сім'ядолю або 5-7 насінин поміщають у пробірку. Для однієї сім'ядолі додають 0,1 мл 5%-ного розчину гідроксиду калію в етиловому спирті, для 5-7 насінин - 0,15 мл.

Після повного роздавлювання насіння пробірку залишають відкритою при кімнатній температурі на 14-15 год.

Потім додають відповідно 0,1 мл або 0,15 мл 1,5 н. розчину соляної кислоти, перемішують і додають по 50 і 100 мкл петролейного ефіру. Пробірку струшують і ставлять на 1 хв. у водяну баню при температурі 40°C.

На хроматографічний папір, який витримали 1-2 хв. у 15%-му розчині вазелінового масла в етиловому ефірі, мікропіпеткою наносять 10-30 мкл верхньої фази (розчин жирних кислот). Листи паперу з нанесеними пробами фіксують між скляними трубочками в хроматографічній камері. Камеру розміщують у посудину з 90%-ю оцтовою кислотою на 4-5 год. для розділення жирних кислот (висхідна хроматографія).

Після цього хроматограми поміщають на 2 год. у сушильну шафу при температурі 40°C і на 15 хв. в судину з 1%-м розчином ацетату міді. Для видалення надлишку ацетату міді камеру поміщають на 30 хв. в посудину з проточною водою.

Для виявлення плям мідних солей жирних кислот камеру ставлять на 5 хв. в посудину з 1,5%-м розчином гексацианоферрата (II) калію і потім висушують

при кімнатній температурі.

Ідентифікація жирних кислот. Плями на хроматограмі з жирними кислотами олій насіння капустяних культур розташовуються в такому порядку: ерукова кислота (C22:1); ейкозенова кислота (C20:1); олеїнова кислота (C18:1); лінолева кислота (C18:2); ліноленова кислота (C18:3)

Селекція. Для подальшої селекції відбирають номери, у хроматограмах яких немає нижніх двох плям або є лише незначна пляма ліноленової кислоти, оскільки ці номери мають цінні селекційні ознаки.

Визначення відсоткового співвідношення: за наявності денситометра можна визначити відсоткове співвідношення жирних кислот на основі площі піків на хроматограмі.

2.2.9. Експрес-метод відбирання насіння ріпану й свиріпи, придатної для переробки на харчову олію

Суть методу. Метод базується на порівнянні швидкості помутніння досліджуваної олії з олією-еталоном (яка містить 5% ерукової кислоти) при одночасному охолодженні гарячих спиртових розчинів обох олій. Чим вищий вміст ерукової кислоти в олії, тим швидше утворюється осад, оскільки змінюється розчинність олії в спиртовому розчині. Для порівняння (в якості еталону) використовують ріпакову олію з 5%-вим вмістом ерукової кислоти, яку отримують шляхом розведення олії з високим вмістом ерукової кислоти олією без ерукової кислоти або шляхом витискання олії безпосередньо з насіння з точно встановленим вмістом ерукової кислоти. Точний вміст ерукової кислоти в олії-еталоні визначають методом газорідинної хроматографії.

Апаратура і реактиви: лабораторний прес; водяна баня; секундомір; піпетки (0,2 і 10 мл); пробірки; ріпакова олія з 5%-вим вмістом ерукової кислоти (від суми жирних кислот); безводний мідний купорос; абсолютний етиловий спирт.

Хід аналізу. Віджимають 10-15 г середньої проби насіння ріпаку або суріпиці на лабораторному пресі під тиском 160 атм для отримання олії. У дві пробірки

набирають по 7 мл абсолютного етилового спирту. У одну з пробірок додають 0,2 мл отриманої олії, а в іншу – таку ж кількість олії-еталона.

Пробірки одночасно ставлять у водяну баню при температурі 70°C на 1 хв., після чого закривають їх корком, ретельно перемішують і знову ставлять на баню ще на 1 хв. Потім пробірки переносять на водяну баню з температурою 30°C і спостерігають за осадом (осіданням) на дні контрольної і дослідної пробірок.

Якщо в дослідній пробірці розчин помутніє швидше, ніж в контрольній, то олія містить більше 5% ерукової кислоти і не придатна для використання як харчова. Якщо помутніння розчину в дослідній пробірці відбувається одночасно або пізніше, ніж в контролі, то насіння, з якого отримано олію, придатне для переробки на харчову олію.

Отримання абсолютного етилового спирту: абсолютний етиловий спирт одержують із 96%-го за допомогою безводного мідного купоросу. Для цього на 1 л беруть 200-250 г безводного мідного купоросу. Через 4-5 діб частково обезводнений спирт переливають у нову банку з свіжим мідним купоросом і витримують кілька днів перед використанням. Абсолютний етиловий спирт зберігають над безводним мідним купоросом білого кольору (якщо він стає голубим, купорос потрібно замінити).

Питання для самоконтролю

1. Як визначають загальний азот в зерні?
2. Які методика 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

Контамінація зерна ксенобіотиками може статися через використання пестицидів, неправильне зберігання (мікотоксини), обробку та переробку, а також транспортування. Ксенобіотики небажані, оскільки погіршують якість сировини та можуть бути шкідливими для здоров'я.

Ксенобіотики (грец. *xenos* – чужий + *bios* – життя) – це чужорідні хімічні сполуки, які не використовуються організмом для енергетичних або структурних потреб. Вони включають харчові добавки, відходи виробництва, пестициди, токсини, побутову хімію та інші сполуки, які можуть бути як органічними, так і неорганічними.

3.1. Визначення вмісту радіонуклідів в зерні

Радіонукліди. Радіонукліди, такі як Стронцій-90 та Цезій-137, можуть бути присутні в ґрунті та рослинній сільгосппродукції, викликаючи серйозні проблеми для здоров'я людини. Ці елементи можуть призводити до променевої хвороби та мають тривалий період виведення з організму – понад 30 років. Тому для забезпечення безпеки харчової продукції, води та навколишнього середовища необхідно проводити регулярні радіологічні дослідження. Високий рівень цих радіонуклідів у продуктах збільшує ризик розвитку різних захворювань.

Сцинтиляційні бета-гамма-спектрометри. Сцинтиляційні бета-гамма-спектрометри використовуються для експрес-контролю радіаційного фону в різних продуктах, таких як зерно, харчові продукти, вода, молоко, м'ясо, лікарські рослини, морепродукти та будівельні матеріали. Ці пристрої допомагають проводити ефективний радіаційний моніторинг навколишнього середовища і вже понад 20 років застосовуються для контролю після Чорнобильської катастрофи. Вони дозволяють швидко виявляти наявність радіонуклідів та оцінювати рівень забруднення.

Комбіновані спектрометри СЕ-БГ-01 «АКП» (рис. 60) використовуються для визначення якості та кількості радіонуклідів у пробах. Вони здатні вимірювати питомі активності різних бета- та гамма-випромінюючих радіонуклідів, таких як ^{137}Cs , ^{134}Cs , ^{131}I , ^{90}Sr , ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{222}Rn та інші. Ці спектрометри є важливими інструментами для радіаційного контролю зерна та інших екологічних проб відповідно до існуючих норм. Вони застосовуються в різних установах, включаючи лабораторії державних і приватних організацій, продовольчі склади, ринки, сертифікаційні центри, ветеринарні інституції, АЕС, митниці тощо. Завдяки спеціальному програмному забезпеченню, ці пристрої дозволяють проводити експертні вимірювання і експрес-контроль продуктів на відповідність допустимим рівням радіонуклідів за кілька хвилин.



Рис. 60. Спектрометри бета-гамма-випромінювання

Найбільш часто використовувані модифікації спектрометрів СЕ-БГ-01 «АКП»:

СЕ-БГ-01 «АКП»-70-63 – класичний прилад для лабораторій ветеринарної медицини, санітарно-епідеміологічних станцій (СЕС), радіологічних лабораторій, що здійснюють контроль навколишнього середовища.

СЕ-БГ-01 «АКП»-150-63 – модель для контролю нативних проб за гамма-випромінюванням (^{137}Cs , ^{134}Cs , ^{131}I , ^{226}Ra , ^{232}Th , ^{40}K , ^{222}Rn) та бета-випромінюванням (^{137}Cs , ^{90}Sr , ^{40}K).

СЕ-БГ-01 «АКП»-150-150 – ідеальна модель для сертифікації різних видів продукції, що поєднує високий рівень точності вимірювань.

Ці модифікації дозволяють ефективно здійснювати радіаційний контроль і моніторинг різних продуктів і навколишнього середовища. Комбіновані спектрометри, як СЕГ-001 "АКП-С"-150, СЕГ-001 "АКП-С"-63, СЕБ-01-150, і СЕБ-01-70, мають різні технічні характеристики для виконання специфічних завдань у радіаційному контролі.

Склад комбінованих спектрометрів:

1. Сцинтиляційні блоки для детектування бета- і гамма-випромінювання.
2. Пасивний низькофоновий захист для детекторів.
3. Стабілізований блок живлення для стабільної роботи.
4. Програмне забезпечення «АКWin» для управління та аналізу даних.
5. Набір вимірювальних ємностей для підготовки проб.

Спектрометри мають два вимірювальних тракти, підключених до одного ПК, що дозволяє керувати кожним трактом окремо. Підвищення точності результатів досягається завдяки порівнянню результатів вимірювань однієї проби на різних трактах спектрометра. Це дозволяє забезпечити більш точні й надійні дані про рівень радіації.

3.2. Визначення токсичних елементів в зерні

Токсичні елементи – це хімічні сполуки, які потрапляють у навколишнє середовище через антропогенні джерела, такі як промислові викиди, сільськогосподарські добрива та пестициди. Вони можуть накопичуватися в рослинній сировині та харчових продуктах, потрапляючи до організму людини та тварин (рис. 61). Ці елементи, такі як свинець, ртуть, кадмій та миш'як, здатні викликати серйозні здоров'я проблеми, включаючи інтоксикацію, хронічні захворювання, порушення нервової системи та інші патології. Оскільки токсичні

елементи можуть накопичуватися в харчових ланцюгах, їхній вміст у продуктах харчування потребує постійного контролю та дослідження для захисту здоров'я населення.

Визначення токсичних елементів методом атомної спектроскопії.

Атомна спектроскопія є одним з найбільш ефективних методів для визначення токсичних елементів в зернових культурах та харчових продуктах. Цей метод дозволяє вимірювати концентрацію таких токсичних металів, як ртуть, миш'як, кадмій, свинець, мідь і цинк, що є важливим для контролю безпеки сільськогосподарських продуктів.

Метод атомної спектроскопії ґрунтується на вимірюванні інтенсивності випромінювання, яке атоми елементів випромінюють при збудженні в атомному стані. Це дозволяє точно визначити вміст токсичних елементів навіть за дуже низьких концентрацій. Завдяки високій чутливості та точності атомна спектроскопія є ключовим інструментом для моніторингу забруднення навколишнього середовища та контролю якості продукції, оскільки навіть невеликі концентрації токсичних металів можуть мати негативний вплив на здоров'я людини та тварин.

У лабораторіях використовують різні методи атомної спектроскопії, такі як атомно-абсорбційна спектроскопія (AAS), флуоресцентна атомна спектроскопія (AFS) і індуктивно зв'язана плазмова мас-спектрометрія (ICP-MS). Ці методи дозволяють швидко і точно визначити вміст токсичних елементів у різних пробах, що є важливим для забезпечення безпеки харчових продуктів..

Атомна спектроскопія включає кілька методів для визначення токсичних елементів. Атомно-абсорбційна спектрометрія (AAS): визначає до 67 стабільних елементів, зокрема важкі метали, за допомогою електротермічної або полум'яної атомізації. ІЗП-ОЕС (оптико-емісійна спектрометрія): дозволяє аналізувати понад 70 елементів, включаючи токсичні метали. ІЗП-МС (мас-спектрометрія): використовується для аналізу понад 70 елементів і визначення ізотопного складу. Полум'яна фотометрія: визначає лужні та лужноземельні елементи.



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) є сучасним приладом, який забезпечує високоточне вимірювання токсичних елементів та мікроелементів у різних зразках. Один з важливих аспектів приладу — це функція продування повітрям, що захищає прилад від корозії і підвищує його довговічність. Прилад комплектується платою IEEE з шиною PCI, що дозволяє зручно інтегрувати його в існуючу лабораторну систему. Agilent 240AA вирізняється високим рівнем автоматизації і простотою у використанні завдяки зручному програмному забезпеченню. Особливою перевагою є функція багатозадачності, яка дозволяє одночасно проводити поточні аналізи та обробляти отримані раніше результати для створення звітів. Це значно збільшує продуктивність роботи. Прилад має двопроменеву систему, що покращує точність вимірювань. Для розширення аналітичних можливостей, спектрометри Agilent 240AA можуть бути оснащені додатковими аксесуарами для атомно-абсорбційної спектрометрії, виробленими самою компанією Agilent.



Рис. 62. Атомно-абсорбційний спектрометр серії Agilent 240 AA

Технічні параметри

Автоматична корекція фону в Agilent AA 240 забезпечує високу точність вимірювань завдяки дейтерієвій корекції фону. Це дозволяє швидко коригувати

фоновий сигнал за час 2 мс, що забезпечує точність результатів навіть у складних умовах. Крім того, прилад підтримує заміна лампи без необхідності знімати кришку, що значно спрощує обслуговування і підвищує зручність роботи.

Повна автоматизація в Agilent AA 240 дозволяє налаштувати прилад відповідно до вимог і бюджету користувача, забезпечуючи зручність і ефективність роботи. Основні опції автоматизації:

- ✓ Автоматична система вибору довжини хвилі і ширини щілини, що дозволяє легко освоїти прилад навіть новачкові.
- ✓ 4 фіксованих лампових гнізда, що забезпечують швидку і безпомилкову зміну ламп.
- ✓ Автоматичний попередній прогрів наступної лампи, що зменшує час підготовки і дозволяє заощадити час на аналіз.

Система атомізації в Agilent AA 240 є однією з найкращих у світі. Всі спектрометри оснащені системою полум'яної атомізації Mark 7. Камера уприскування з зручною системою установки "twist and lock" для легкого і надійного монтажу. Використання пластикових компонентів для збільшення терміну служби системи. Пальник Mark 7, що відповідає найвищим стандартам якості, забезпечуючи високу точність та надійність вимірювань.

AA спектрометри Agilent AA240 є ідеальними для лабораторій з складними умовами праці завдяки таким характеристикам:

- Ізольована оптика та дзеркала з кварцовим покриттям забезпечують надійність при роботі в запылених і вологих приміщеннях.
- Система повітряного очищення всередині спектрометра зменшує ймовірність корозії, що особливо корисно для роботи в приміщеннях з вологим і забрудненим повітрям.

Спектрометри Agilent AA240 оснащені зручною системою діагностики, яка допомагає швидко виявляти і усувати несправності, що дозволяє заощадити час і кошти. Користувач може проводити модифікацію приладу на своєму рівні, і при необхідності однопроменевий прилад можна розширити до повністю автоматичної системи AA240FS.

3.3. Визначення пестицидів в зерні

Пестициди. Пестициди використовуються в сільському господарстві для підвищення врожайності, але їх застосування може вплинути на склад та властивості зерна та інших сільськогосподарських продуктів. Важливо контролювати вміст залишкових кількостей пестицидів у зерні, оскільки навіть малі дози можуть бути небезпечними і викликати серйозні порушення здоров'я у людей та тварин.

Пестициди – це хімічні речовини, що активно використовуються в сільському господарстві для захисту культур від комах, гризунів, бур'янів, а також для боротьби з різними хворобами рослин. Вони також застосовуються як регулятори росту. Однак, незважаючи на значний позитивний ефект у підвищенні врожайності, пестициди можуть мати серйозний негативний вплив на навколишнє середовище і здоров'я людей та тварин. Пестициди можуть забруднювати ґрунти, воду та повітря, і їх залишкові кількості можуть накопичуватися в продуктах харчування. Це становить потенційну небезпеку для здоров'я, адже навіть малі дози можуть спричинити серйозні захворювання. Тому контроль за вмістом пестицидів у сільськогосподарській продукції є обов'язковим і суворо регламентованим у багатьох країнах. Виробники харчових продуктів зобов'язані забезпечувати безпечні рівні залишкових пестицидів для споживачів, що сприяє запобіганню ризику отруєнь і забезпечує високий рівень якості продуктів.

Зазвичай пестициди контролюються декількома методами. Рідинна хроматографія (HPLC) – для аналізу рідких зразків. Газова хроматографія (GC) – для летких пестицидів. GC-MS та LC-MS – хроматографія з мас-спектрометрією для точного виявлення пестицидів на рівні до 1 мкг/дм³ і нижче.

Газова хроматографія дозволяє визначати пестициди в продуктах сільськогосподарської діяльності з високою точністю, використовуючи різні типи детекторів. Електрозахоплювальний детектор – для хлорорганічних пестицидів, має високу чутливість. Азот-фосфорний детектор – для пестицидів, що містять азот і фосфор. Полум'яно-фотометричний детектор – для пестицидів,

що містять фосфор. Мас-спектрометричний детектор (GC-MS) – для аналізу пестицидів у дуже низьких концентраціях, коли потрібно контролювати різні групи пестицидів.

Метод рідинної хроматографії (HPLC) є важливим для визначення слідових кількостей пестицидів, особливо високополярних і малолетких сполук. Цей метод також дозволяє одночасно визначати пестициди та їх метаболіти, наприклад, карбаматні пестициди або гліфосати. Для досягнення низьких меж виявлення та отримання достовірних результатів важливо правильно підготувати проби. Популярними методами підготовки є: **QuEChERS (Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe)** – ефективний і швидкий метод для екстракції пестицидів. **Гель-проникна хроматографія (ГПХ)** – використовується для розділення молекул за розміром. Ці методи дозволяють знизити ймовірність помилок при аналізі пестицидів у складних зразках.

Метод QuEChERS – це:

- ✓ Швидко: дозволяє обробити до 8 зразків за 30 хвилин.
- ✓ Легко: не вимагає додаткових складних методів підготовки.
- ✓ Дешево: витратні матеріали доступні за низькою ціною.
- ✓ Ефективно: забезпечує високий рівень вивільнення пестицидів.
- ✓ Точно: простота методу гарантує надійність та повторюваність результатів.
- ✓ Безпечно: знижує використання органічних розчинників, що сприяє безпеці під час проведення аналізів.

Метод QuEChERS включає кілька етапів пробопідготовки, що забезпечують високу точність аналізу пестицидів. Гомогенізація проби при низьких температурах для забезпечення рівномірного розподілу пестицидів по всьому зразку. Поміщення зразка в пробірку з розчинником, після чого проводиться перемішування і центрифугування протягом 1 хвилини для відділення рідини від твердої частини. Перенесення надосадової рідини (15 мл) в іншу пробірку, де додаються спеціальні хімічні речовини для очищення екстракту. Повторне перемішування та центрифугування для очищення проби

від матричних домішок. Отриманий екстракт використовується для подальшого хроматографічного аналізу. Цей метод дозволяє зменшити вплив матричних домішок, таких як забруднення від ґрунту чи інших частин рослин, що може знизити точність аналізу, забезпечуючи чистоту екстракту і покращуючи результат.

Метод гелі-проникної хроматографії (ГПХ) очищує проби з високим вмістом жиру чи пігментів перед пестицидним аналізом. Він автоматизований, але дорожчий за метод QuEChERS. ГПХ дозволяє розділяти компоненти проби за розмірами, залишаючи жири та пігменти в колонці, а пестициди проходять для подальшого аналізу. Це забезпечує чистіші проби для точнішого результату.

Гелі-проникна хроматографія (GPC), або об'ємна ексклюзійна хроматографія (SEC), – це метод рідкофазної хроматографії, де для розділення використовуються пористі матеріали (силагель або смола) як стаціонарна фаза, а розчинник як рухома фаза. Процес включає насос для подачі розчинника, автоматичний інжектор для введення проби, колонку для розділення, детектор для вимірювання компонентів і систему збору даних для аналізу результатів. GPC часто застосовується для аналізу великих молекул, таких як полімери та біомолекули (рис. 63, 64).

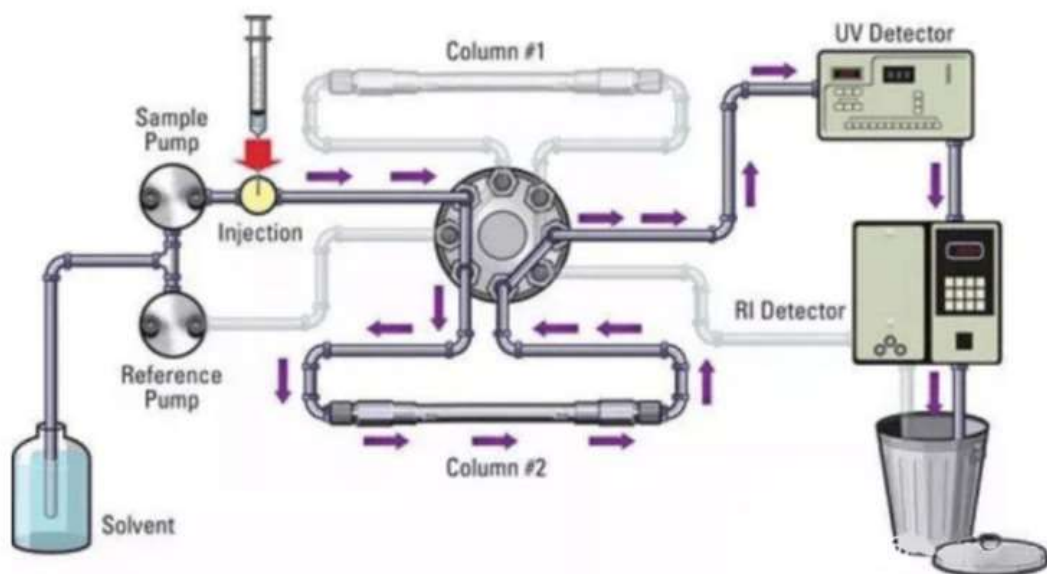


Рис. 63. Склад системи гелі-проникної хроматографії



Рис. 64. Загальний вигляд гелі-проникного хроматографу

Склад приладу GPC:

- ✓ насосна система в гелі-проникній хроматографії складається з резервуара для розчинника, дегазційної установки та насоса високого тиску. Основне завдання системи — забезпечити стабільний потік розчинника в колонку з постійною швидкістю. Точність роботи насоса безпосередньо впливає на точність аналізу, оскільки будь-яка нестабільність потоку може викликати похибки в результатах. Для високої точності похибка швидкості потоку повинна бути менше 0.01 мл/хв;
- ✓ хроматографічна колонка є основним компонентом в гелі-проникній хроматографії для розділення зразків. Вона складається з порожнистої трубки з нержавіючої сталі, заповненої частинками з різними розмірами пор. Колонка має певний діапазон молекулярних мас, для яких вона ефективно працює. Коли розмір молекул зразка перевищує пори гелю, зразок проходить через зовнішню частину частинок, не досягаючи бажаного розділення, що може призвести до забруднення пор і зниження ефективності розділення. З іншого боку, якщо молекули занадто маленькі, вони не взаємодіють з пористою структурою гелю, що також ускладнює розділення. Тому важливо вибирати колонку, яка відповідає діапазону молекулярних мас зразка для досягнення ефективного поділу;
- ✓ наповнювач для хроматографічної колонки повинен бути обраний з урахуванням використовуваного розчинника. Основною вимогою до наповнювача є його нерозчинність у розчиннику, що гарантує стабільність розділення і уникнення змін у характеристиках колонок під час аналізу;

- ✓ матеріалом для хроматографічної колонки зазвичай є скло або нержавіюча сталь. Скло використовується для менш агресивних хімічних розчинників, тоді як нержавіюча сталь – для більш стійкості до корозії та механічних навантажень, особливо при використанні агресивних хімікатів чи високих тисків;
- ✓ системи виявлення в гель-проникній хроматографії включають: універсальний детектор для різних полімерів і органічних сполук; детектор рефрактометра для вимірювання різниці в заломленні між розчинником і зразком; УФ-поглинання для зразків з характерним УФ-поглинанням; селективні детектори для речовин з особливими реакціями на детектор.

Основний принцип роботи гель-проникної хроматографії.

Принцип поділу. Принцип поділу в гель-проникній хроматографії (ГПХ) ґрунтується на розподілі молекул за їх розміром, коли вони проходять через колонку з пористим наповнювачем. Гель, що використовується в колонці, є хімічно інертним і не має адсорбційних властивостей, що дозволяє молекулам розчинника просто проходити через проміжки між частинками гелю або пори всередині частинок.

Молекули полімеру, що проходять через колонку, розділяються залежно від того, чи можуть вони проникати в маленькі пори частинок гелю. Великі молекули (з великою молекулярною масою) не можуть проникати в малі пори гелю і рухаються швидше через проміжки між частинками, тоді як менші молекули можуть проникати у більш дрібні пори, рухаючись повільніше. Молекули середнього розміру мають змінну швидкість руху, оскільки можуть проходити як через великі, так і через малі пори.

В результаті такого розподілу, молекули з більшою молекулярною масою елюються з колонки першими, а молекули з меншою масою — пізніше. Визначення часу елювання дозволяє зіставити його з молекулярною масою молекул зразка. Це дає змогу розділяти та визначати молекулярні маси різних компонентів в складі полімерів чи інших сполук..

У гель-проникній хроматографії проба проходить через колонку з гелем, де молекули розділяються за розміром. Великі молекули рухаються швидше, а

дрібніші – повільніше. Це дозволяє отримати чистіші проби та точніші результати.

Визначення різних груп пестицидів у зернових культурах методом газової та рідинної хроматографії з мас-спектрометричним детектуванням. Для визначення пестицидів у зернових культурах використовуються газова та рідинна хроматографії з мас-спектрометричним детектуванням. Вибір методу залежить від хімічних властивостей пестицидів. Обидва методи часто використовуються разом, оскільки вони дозволяють точно аналізувати широкий спектр пестицидів, що присутні в продукції, відповідно до вимог законодавства. Мас-спектрометричне детектування є важливим, оскільки воно дозволяє точно визначити пестицид завдяки аналізу його маси та заряду, що дає додаткову точність при мультикомпонентному аналізі.

Поєднання газового хроматографа (ГХ) або рідинного хроматографа (РХ) з мас-спектрометром (МС) дозволяє досягти кількох важливих переваг в аналізі пестицидів:

- ✓ Висока специфічність аналізу: завдяки використанню мас-спектрометра, який детектує тільки молекули з певними масами, аналіз стає набагато точнішим і дозволяє уникнути впливу інших сполук.
- ✓ Низькі межі виявлення: мас-спектрометрична детекція дозволяє виявляти пестициди на дуже низьких концентраціях, навіть до рівня мікрограмів або нанограмів на одиницю об'єму.
- ✓ Кількісне визначення пестицидів: у порівнянні з іншими детекторами (наприклад, електроннозахоплювальним чи полум'яно-фотометричним), ГХ/МС і РХ/МС дозволяють не лише виявляти пестициди, а й точно визначати їх концентрацію.
- ✓ Мінімальна пробопідготовка: ці методи зменшують потребу в складних етапах підготовки проб, що робить аналіз більш швидким і менш витратним.
- ✓ Ідентифікація невідомих сполук: мас-спектрометрія дає змогу проводити точну ідентифікацію компонентів в складних сумішах, що особливо

корисно для виявлення нових або рідко вживаних пестицидів, яких немає в стандартних базах даних.

- ✓ Завдяки цим перевагам, ГХ/МС та РХ/МС є золотим стандартом для мультикомпонентного аналізу пестицидів у сільськогосподарських продуктах, зокрема у зернових культурах.

Вибір методу аналізу пестицидів залежить від кількості пестицидів для визначення, умов проведення аналізу, досвіду персоналу та очікуваної точності результату. Для великих списків пестицидів і високої точності обираються методи з хроматографією і мас-спектрометрією (ГХ/МС, РХ/МС). Для менших списків і обмежених умов використовуються простіші методи з меншою підготовкою проби.

Застосування гель-проникної хроматографії для попереднього аналізу залишків пестицидів

Аналіз залишків пестицидів включає два основні етапи: попередню обробку зразка та безпосереднє визначення пестицидів. Попередня обробка є складною, оскільки потрібно ефективно виділити пестициди з матриці зразка і видалити домішки, що можуть вплинути на точність аналізу. Гель-проникна хроматографія допомагає в цьому процесі, оскільки вона здатна ефективно розділяти пестициди від складних матриць, що підвищує чутливість і точність аналізу.

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 фракцію запасних білків ячменю, яка розчиняється у спирті. Їхній синтез контролюється сімома генами, розташованими на короткому плечі 5-ої хромосоми, що успадковуються зчеплено. Аналіз складу гордеїнів базується на визначенні алельних варіантів цих генів, які на електрофореграмах проявляються у вигляді блоків або їхніх комбінацій. Відповідно до такого розподілу виділяють чотири групи гордеїнів: А, В, С, D. Гордеїни групи А, імовірно, не належать до проламінів і не входять до складу білкових гранул. Групи В (ген *Hor 2*) і С (ген *Hor 1*) містять найбільшу кількість окремих білків, що становлять близько 95 % загального вмісту гордеїнів. Гордеїни групи D (ген *Hor 3*) представлені єдиною фракцією, частка якої складає 2–4 %. Електрофоретична рухливість гордеїнів різниться: найбільш рухливими є білки групи D, а найменш рухливими – групи А. Так алелі кожного локусу можуть позначатися літерами, цифрами або їхньою комбінацією, що дозволяє сформулювати генетичну формулу сорту.

Суть методу полягає в розділенні запасних білків гордеїнів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі. Процес проводять у буферній системі на основі мурашиної кислоти з додаванням денатуруючого агента невисокої концентрації.

Реактиви. До переліку необхідних реактивів входять: гістидин-НСІ, акриламід, N,N'-метиленбісакриламід, сечовина, трихлороцтова кислота (ТХК), 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.

Необхідне лабораторне обладнання: мікроцентрифужні пробірки (0,5 мл), наконечники для автоматичних дозаторів (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, аналітичні ваги, мірні циліндри та стакани різних об'ємів. *Для проведення електрофорезу необхідні:* скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі, спейсери товщиною 1 мм, лункоутворювачі (гребінки) на 28 і 29 лунок, електрофоретична камера, джерело струму. *Додатково використовують:* магнітну мішалку з підігрівом, пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів, фільтрувальний папір, гумові рукавички.

Приготування розчинів.

Екстракційний буфер (50 мл):

Сечовина – 16,516 г.

Піронін G – 5 мг.

Дистильована вода – до 50 мл.

Робочий розчин Bind-Silan:

Bind-Silan A 100 – 500 мкл.

Етиловий спирт (95%) – 100 мл.

Крижана оцтова кислота – 10 мл.

Стоковий розчин MSS:

Акриламід – 60,08 г.

N,N'-метиленбісакриламід – 3,2 г.

Розчин FeSO₄ (44 мг/100 мл H₂O) – 9,1 мл.

Аскорбінова кислота – 490 мг.

Дистильована вода – до 200 мл.

Стоковий розчин SGB:

Гістидин-HCl – 1,2 г.

Крижана оцтова кислота – 1,6 мл.

Дистильована вода – до 50 мл.

Стокові розчини MSS та SGB зберігають при температурі +4°C.

Приготування 100 мл розділяючого гелю:

MSS – 22 мл.

4,44 М сечовина – 67,5 мл.

Крижана оцтова кислота – 6 мл.

Дистильована вода – 4,5 мл.

Приготування 25 мл концентруючого гелю:

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 їх у мірний стакан і додають дистильовану воду до об'єму 170 мл. Потім розчиняють на водяній бані або за допомогою магнітної мішалки з підігрівом. Після розчинення додають розчин $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ і доводять об'єм до 200 мл дистильованою водою. Розчин $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ готують, розчиняючи 44 мг $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ в 100 мл дистильованої води. Після приготування розчин зберігають при температурі 4°C.

При приготуванні розчину SGB зважують гістидин-НСl, поміщають його в мірний стакан і додають дистильовану воду до об'єму 40 мл. Розчиняють на водяній бані або за допомогою магнітної мішалки з підігрівом. Після повного розчинення додають крижану оцтову кислоту і доводять об'єм до 50 мл дистильованою водою.

Для приготування стокового розчину 4,44 М сечовини зважують 266,7 г сечовини і розчиняють її в 1 л дистильованої води, використовуючи водяну баню або магнітну мішалку з підігрівом. Після приготування стоковий розчин зберігають при кімнатній температурі.

Для приготування електродного буферу необхідно:

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

Для дослідження відбирають 50 зерен досліджуваного сорту та 7 зернівок з 4 стандартних сортів. Стандартні сорти мають 100% чистоту та відомі електрофоретичні спектри. Кожну зернину подрібнюють за допомогою ступки Абіха і поміщають в окрему пробірку об'ємом 0,5 мл. До подрібненого матеріалу додають по 320 мкл 70% розчину етилового спирту, перемішують на вортексі протягом 10–20 секунд і інкубують 4 години при температурі +45°C.

Після того, як білки перейшли в спирт, суміш знову ретельно перемішують на вортексі та центрифугують при 2000 об/хв протягом 5 хвилин. Потім відбирають 90 мкл супернатанту в чисті пробірки і висушують у термоблоці при температурі +60°C.

До висушеного зразка додають по 50 мкл екстракційного буферу і витримують мінімум 2 години за кімнатної температури.

2. Приготування та заливка гелю

Перед складанням гелевих касет скляні пластини очищають спиртом. Після цього спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan і підсушують при кімнатній температурі протягом 20–30 хвилин. Потім касети для гелю збирають відповідно до 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, акуратно перемішують і заливають в зібрані касети шаром 7 мм. Полімеризація триває 5–10 хвилин.

Для заповнення однієї касети використовують 35 мл розділяючого гелю, до якого додають каталізатори: 150 мкл 10% розчину персульфату амонію та 20 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують. Заповнюють касету гелем, залишаючи 3–5 см від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю. Зверху на розділяючий гель наносять 500 мкл бутанолу для вирівнювання. Полімеризація триває 15 хвилин, після чого бутанол зливають і ретельно промивають касети дистильованою водою. Залишки вологи з внутрішніх поверхонь скляних пластин та з поверхні гелю усувають за допомогою фільтрувального паперу.

Після цього касети повністю заповнюють розчином концентруючого гелю. До 25 мл гелю додають 200 мкл 10% розчину ПСА і 20 мкл ТЕМЕД, акуратно перемішують і заливають в гелеві касети. Лункоутворювачі вставляють в заповнені касети відразу після заливки. Полімеризація триває 15 хвилин.

3. Підготовка електрофоретичної камери та внесення зразків

Відповідно до верхньої камери електрофоретичного приладу (рис. 65) приєднують касети з гелем, використовуючи затискачі. Лункоутворювач обережно виймають, а залишки вологи видаляють фільтрувальним папером. Потім вносять екстракт досліджуваних зразків у гель. Об'єм екстракту залежить від типу обладнання, зазвичай для кожної доріжки гелю використовують 20 мкл екстракту.

За допомогою автоматичного дозатора обережно наносять верхній електродний буфер в лунки. Після цього в обидві камери додають електродний буфер, накривають їх запобіжною кришкою та підключають електроди до блоку живлення таким чином, щоб верхній електрод був катодом, а нижній – анодом.



Рис. 65. Електрофоретична камера

4. Режим електрофорезу

Параметри електрофорезу: $I = 15$ мА – 30 хвилин, поки піронін G не вийде з лунок; $I = 30$ мА – для переміщення піроніну G в розділяючий гель; $I = 90$ мА – до завершення електрофорезу. Для визначення оптимального часу електрофорезу оцінюють електрофоретичну рухливість барвника в екстракті: фіксують час, за який піронін G виходить з гелю, і подвоюють це значення. Після завершення електрофорезу вимикають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають верхній та нижній електродні буфери.

5. Фарбування та фіксація білків

Фарбування і фіксацію білків здійснюють одночасно. Для цього касети з гелем розбирають, а пластину з гелем поміщають у пластиковий контейнер, що

містить 1 л розчину фарби. Контейнер закривають кришкою і залишають на 8 годин для фіксації та фарбування. Після завершення процесу гелі на скляній пластині промивають під проточною водою, підсушують при кімнатній температурі, позначають стандартні сорти та документують, використовуючи систему, що включає транслюмінатор видимого світла та відеосистему з цифровою камерою для подальшого аналізу.

6. Опрацювання даних

У генетично чистому сорті ячменю, зазвичай, всі зерна вибірки дають один типовий спектр гордеїнів, який є характерним для цього сорту. Якщо виявляються зерна з іншими типами спектрів, це свідчить про забрудненість сорту.

Електрофоретичні спектри гордеїнів кожної зернини, отримані на гелевій пластині, порівнюють з еталонними спектрами відповідного стандартного сорту.

Чистоту сорту ($Ч$) виражають у відсотках і обчислюють за допомогою відповідної формули:

$$Ч = \frac{E \times 100}{K},$$

де: E – кількість ідентичних електрофоретичних спектрів, шт.;

K – кількість проаналізованих зернівок, шт.

Якщо в зразку присутні кілька електрофоретичних спектрів, підрахунок проводять для кожного типу спектра окремо, враховуючи однорідність кожного з них. Вміст кожного типу спектра виражають у відсотках.

4.2. Методика електрофоретичного розділення геліантинів соняшнику (*Helianthus annuus* L.)

Запасні білки насіння соняшнику (геліантиніни) контролюються принаймні шістьма локусами: HEL1, HEL2, HEL3, HEL4, HEL5, HEL6. Гени HEL1 і HEL6 можуть бути представлені одним (гомозигота) або двома алелями (гетерозигота). Гени, що відповідають за синтез запасних білків, організовані в кластери, утворюючи один компонент або групу (блок). Цей блок

електрофоретичних компонентів служить фенотиповим маркером для відповідного локусу на рівні білкових молекул. Алелі мають різну рухливість та інтенсивність, що дозволяє розрізняти серії алельних варіантів кожного кластера, а також ідентифікувати гомозиготи для кожного алелю (ознака самозапильних ліній) і гетерозиготи (ознака гібридності). Алелі кожного локусу впорядковані за зростанням рухливості та зменшенням молекулярної маси від HEL1 до HEL6.

Ця методика використовується для визначення типовості самозапильних ліній та рівня гібридності насіння першого покоління (F1) на різних етапах селекції та насінництва соняшнику, для оцінки генетичної однорідності гібридів і ідентифікації конкретних генотипів.

Суть методу. Метод полягає в розділенні запасних білків геліантинінів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі з використанням буферної системи гліцин-оцтова кислота.

Обладнання та інструменти: мікроцентрифужні пробірки об'ємом 0,5 та 1,5 мл; наконечники для автоматичних дозаторів (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; аналітичні ваги; 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.

Реактиви: акриламід; N,N'-метиленбісакриламід; трихлороцтова кислота (ТХУ); сечовина; 2-меркаптоетанол; семиводний сульфат заліза (FeSO₄·7 H₂O); ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); етиловий спирт; амонію персульфат (ПСА); н-гексан; Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); крижана оцтова кислота; аскорбінова кислота; гліцин; піронін G; кумасі синій R-250;

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}:

N,N'-метиленбісакриламід: 6,4 г.

Акриламід: 240 г.

Дистильована вода: до 600 мл.

Розчин 0,1% FeSO₄·7 H₂O:

FeSO₄·7 H₂O: 0,01 г.

Дистильована вода: 10 мл.

Розчин 3% ПСА:

Амонію персульфат: 0,3 г.

Дистильована вода: до 10 мл.

Примітка: розчини 0,1% FeSO₄·7 H₂O та 3% ПСА слід використовувати в день приготування.

Гель для електрофорезу:

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.

Відповідно для приготування розчинів, що містять сечовину, наважку сечовини переносять в мірний стакан, додають 50–150 мл дистильованої води та розчиняють на водяній бані або за допомогою магнітної мішалки з підігрівом. Після того як сечовина повністю розчиниться, додають інші необхідні компоненти розчину.

До складу *електродного буферу* входять: 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 (трихлороцтова кислота) – 120 г; дистильована вода – до 1 л.

Хід проведення аналізу

1. Підготовка зразків та екстракція білка. Відбирають 40 зернівок соняшнику, очищають їх від лушпиння і подрібнюють за допомогою ступки Абіха. Подрібнене насіння переносять у мікроцентрифужну пробірку об'ємом 1,5 мл і додають 1 мл н-гексану. Перемішують суміш на вортексі протягом 30–40 секунд і інкубують її при кімнатній температурі протягом 30 хвилин. Після інкубації видаляють супернатант і повторюють очищення н-гексаном ще двічі. Після останнього очищення осад підсушують в витяжній шафі протягом 1,5–2 годин. Додають 1 мл розчину для екстракції геліантинінів до знежиреного матеріалу, перемішують на вортексі 30–40 секунд і залишають інкубувати протягом 12–18 годин при кімнатній температурі. Після цього суміш інкубують 5 хвилин при 95°C, охолоджують і центрифугують при 4000 об/хв. протягом 5 хвилин. Цей процес дозволяє отримати очищений екстракт для подальших досліджень.

2. Заливка гелю та внесення зразків. Перед складанням касет для заливки гелю скляні пластини очищають спиртом. Потім спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan і підсушують протягом 20–30 хвилин при кімнатній температурі. Збирають касети для гелю відповідно до інструкцій виробника. Приготовлений 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 касети шаром товщиною 7 мм. Полімеризація триває 10 хвилин. Для заповнення однієї касети використовують 45 мл гелю, додають 450 мкл розчину $\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ та 450 мкл розчину ПСА, ретельно перемішують.

Заповнюють касету гелем і відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває 10 хвилин. Після полімеризації знімають прилад і виймають гребінку з гелю. За допомогою фільтрувального паперу видаляють залишки вологи з лунок. Для проведення електрофорезу вносять 20 мл супернатанту в лунки гелю. Обережно нашаровують верхній електродний буфер за допомогою автоматичного дозатора. Заповнюють верхню та нижню камери електродним буфером. Цей процес дозволяє підготувати гель для подальшого електрофорезу.

3. Режим електрофорезу та фіксація білків. Важливим аспектом є параметри електрофорезу: $I = 15 \text{ мА} - 20 \text{ хвилин}$; $I = 35 \text{ мА} - 15 \text{ хвилин}$; $I = 40 \text{ мА} - \text{до завершення}$. Загальний час процесу – 3 години. Після завершення електрофорезу вимикають блок живлення, знімають запобіжну кришку та зливають електродний буфер. Під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем поміщають у розчин для фіксації та фарбування білків на ніч.

Фіксація та фарбування білків. Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують при кімнатній температурі. Позначають відповідні гібриди або батьківські компоненти і документують з використанням системи, що складається з транслюмінатора видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, для подальшого аналізу. Цей процес дозволяє зафіксувати та фарбувати білки, підготовлені для подальшого аналізу.

4. Опрацювання даних. Обробка результатів електрофоретичного розподілу геліантинів залежить від мети аналізу. Для оцінки генетичної (сортової) чистоти гібриду порівнюють його з відповідним стандартом, який має відомі електрофоретичні спектри, і результат виражають у відсотках.

При визначенні ступеня гібридності на одну скляну пластину з гелем вносять зразки гібриду та батьківських компонентів. За допомогою отриманих електрофоретичних спектрів батьківських компонентів визначають маркерну

зону (унікальні поліпептиди з різною молекулярною масою, які успадковуються гібридом) та підраховують кількість гібридних спектрів.

Ступінь гібридності (C_2) виражають у відсотках і обчислюють за відповідною формулою:

$$C_2 = \frac{Г \times 100}{В},$$

де: $Г$ – кількість гібридних електрофоретичних спектрів, шт.;

$В$ – кількість проаналізованих зернівок, шт.

Цей метод дозволяє оцінити генетичну чистоту гібридів та рівень їх гібридності, що є важливим етапом у селекційних процесах.

4.3. Методика електрофоретичного розділення зеїнів кукурудзи (*Zea mays* L.)

Зеїни є спирторозчинними запасними білками кукурудзи, які складають поліморфну білкову систему, компоненти якої кодуються великим полігенним комплексом. Поліморфізм зеїнів був виявлений під час аналізу проламінів інбредних ліній кукурудзи за допомогою різних методів фракціонування білків. Виявлений значний внутрішньовидовий поліморфізм проламінів передбачає наявність численних алелів за зеїн-кодуючими локусами. В результаті багаторічних генетичних досліджень було ідентифіковано три основні зеїн-кодуючі локуси, які є мультигенними та мультиалельними кластерами, а також виявлено 33 алелі за цими локусами. Дослідження показало, що зеїн-кодуючі гени розташовані на хромосомах 4 та 7 у кукурудзи.

Метод електрофорезу запасних білків є ефективним для виявлення значного поліморфізму зеїнів, що робить його важливим для ідентифікації сортів і сертифікації насіння. Цей метод дозволяє оцінювати генетичну однорідність ліній та визначати ступінь гібридності кукурудзяних гібридів. Такі дослідження мають важливе значення для селекційних програм та виробників насіння.

Суть методу полягає в розділенні запасних білків — зеїнів — шляхом електрофорезу в поліакриламідному гелі, використовуючи буферну систему гліцин-оцтова кислота. Цей процес дозволяє ефективно розділити різні білкові

компоненти, що дає змогу здійснювати аналіз поліморфізму та ідентифікацію різних варіантів зеїнів.

Реактиви: акриламід; семиводний сульфат заліза ($\text{FeSO}_4 \times 7 \text{H}_2\text{O}$); амонію персульфат (ПСА); N,N'-метиленбісакриламід; трихлороцтова кислота (ТХУ); 2-меркаптоетанол; ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); сечовина; Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); етиловий спирт; крижана оцтова кислота; аскорбінова кислота; гліцин; кумасі синій R-250; піронін G.

Обладнання та інструменти: електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; 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); пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

Приготування розчинів для проведення електрофорезу зеїнів

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 готується шляхом розчинення усіх компонентів у дистильованій воді до отримання бажаного об'єму.

Розчин А для приготування гелю:

Акриламід — 10,62 г.

N,N'-метиленбісакриламід — 0,27 г.

Обидва компоненти розчиняються в дистильованій воді для утворення однорідної суміші.

Розчин Б для приготування гелю:

Сечовина — 56,3 г.

Гліцин — 0,12 г.

Крижана оцтова кислота — 2,48 мл.

Всі інгредієнти змішуються в дистильованій воді до отримання однорідного розчину.

Ці розчини є основою для проведення електрофорезу зеїнів і забезпечують належні умови для ефективного аналізу білків.

Гліцин та сечовину розчиняють у 50 мл дистильованої води. Акриламід і N,N'-метиленбісакриламід – у 30 мл води, підігрівачи на водяній бані або магнітній мішалці. Змішують обидва розчини, додають оцтову кислоту та каталізатори полімеризації: 68,75 мг аскорбінової кислоти, 625 мкл FeSO₄ · 7 H₂O. Доводять водою до 125 мл.

Електродний буфер: 6,0 мл крижаної оцтової кислоти; 0,6 г гліцину; дистильована вода до 1,5 л. Перемішати до розчинення.

Розчин для фарбування та фіксації білків: 300 мг кумасі синього R-250; 60 мл крижаної оцтової кислоти; 120 г ТХУ; дистильована вода до 1 л. Перемішати до однорідності.

Ключові етапи проведення дослідження

1. Підготовка зразків та екстракція білка. Для аналізу зернівку кукурудзи очищають від зародка, подрібнюють у ступці Абіха й переносять у 1,5 мл мікроцентрифужну пробірку. Додають 500 мкл 70 % етилового спирту, екстрагують 1,5–2 години при кімнатній температурі, струшують і центрифугують 10 хв. при 12000 об/хв. Спиртовий супернатант відбирають і випаровують у термостаті при +60°C. Висушені поліпептиди розчиняють у 50–100 мкл буферу нанесення.

2. Приготування гелю та підготовка електрофоретичної камери. Скляні пластини знежирюють спиртом, а спейсерні обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують 20–30 хв. при кімнатній температурі. Далі збирають касети для гелю.

Формування пробки: у 20 мл гелю додають 60 мкл ТЕМЕД і 100 мкл 10 % ПСА, полімеризують 10 хв.

Заливка гелю: у 40 мл розчину додають 120 мкл ТЕМЕД і 200 мкл 10 % ПСА, перемішують, заповнюють касету та вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває 15 хв.

Після полімеризації заповнюють електрофоретичну камеру буфером, виймають гребінку та промивають лунки вакуумуванням.

Перед внесенням у гель білковий розчин нагрівають 5 хв. при +95°C. В лунки додають 20 мкл зразка.

3. Режим електрофорезу та фіксація білків. Електрофорез проводять за постійної напруги 500 V протягом 5 годин. Після завершення процесу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку та зливають електродний буфер.

Далі під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем переносять у розчин для фіксування та фарбування білків і залишають на ніч.

Після фіксації та фарбування гелеву пластину промивають під проточною водою, висушують за кімнатної температури, позначають відповідні гібриди або батьківські компоненти.

Для документування використовують трансільюмінатор видимого світла та відеосистему з цифровою камерою, після чого аналізують результати.

4. Опрацювання даних. Для оцінки генетичної (сортової) чистоти гібриду проводиться порівняння його електрофоретичних спектрів з еталонними спектрами стандарту. Різниця між ними визначається та виражається у відсотках, що дозволяє оцінити рівень чистоти сорту. Для визначення ступеня гібридності на одну скляну пластину з гелем наносять зразки аналізованого гібриду та його батьківських компонентів. Аналізуючи електрофоретичні спектри батьківських компонентів, визначають маркерну зону (характерні поліпептиди з різною молекулярною масою, які успадковуються гібридом). Потім підраховують кількість гібридних спектрів за допомогою відповідної формули.

4.4. Методика електрофоретичного розділення високомолекулярних глютенінів пшениці (*Triticum L.*)

Високомолекулярні глютеніни (ВМГ), що є частиною білкового матриксу, відповідають за властивості, пов'язані з в'язкістю та розтяжністю клейковини. Ці глютеніни є продуктами експресії двох генів типу «х» та «у», розташованих на локусах Glu-A1, Glu-B1 і Glu-D1, що знаходяться на довгому плечі хромосом 1A, 1B та 1D. Електрофоретичний поділ цих білкових систем показав їх поліморфізм, генетичну стабільність, а також здатність маркувати генетичну систему. Використання високомолекулярних глютенінових білків як маркерів під час відбору батьківських форм підвищує ймовірність успішних комбінацій у селекційній роботі. Контроль за наявністю в спектрі запасних білків встановлених алелей, що визначають високу якість зерна, на всіх етапах селекційного процесу дає змогу селекціонерам проводити відбір кращих рослин на ранніх етапах роботи та в розсадниках.

Суть методу полягає в електрофоретичному розділенні запасних білків пшениці для подальшої ідентифікації сортів цієї культури та визначення сортової чистоти партій зерна.

Реактиви: гліцерин, Tris-HCl, додецилсульфат натрію (SDS), 2-меркаптоетанол, акриламід, бромфеноловий синій, персульфат амонію (ПСА), N,N'-метиленбісакриламід, кумасі синій R-250, ТЕМЕД (тетраметилендіамін), сульфат заліза семиводний ($\text{FeSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$), трихлороцтова кислота (ТХУ), Bind Silan (метакрилоксипропілтриметоксисилан), етиловий спирт, крижана оцтова кислота.

Обладнання та інструменти: мікроцентрифужні пробірки (0,5 та 1,5 мл), автоматичні дозатори змінного об'єму (100–1000 мкл, 20–200 мкл), наконечники для автоматичних дозаторів (100–1000 мкл, 20–200 мкл), вортекс, ступка Абіха, термоблок, центрифуга, джерело струму, а магнітна мішалка з підігрівом, налітні ваги, шпатель і лоток для зважування реактивів, мірні стакани, мірні циліндри різних об'ємів, електрофоретична камера, скляні пластини для гелевих касет (20×20 см, спейсерні та короткі), спейсери товщиною 1 мм, пластиковий

контейнер з кришкою для фарбування гелів, лункоутворювачі (гребінки), гумові рукавички, фільтрувальний папір.

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 акриламідду – 37,5 мл.

1% розчин N,N'-метиленбісакриламідду – 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 акриламідду – 5,01 мл.

1% розчин N,N'-метиленбісакриламідду – 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.

Ключові етапи проведення дослідження

1. Підготовка зразків та екстракція білка. До подрібненої зернівки, отриманої за допомогою ступки Абіха, додають 400 мкл екстракційного буферу. Процес екстракції триває 4 години. Перед нанесенням пробу прогривають до 100°C і інкубують протягом 3–7 хвилин для денатурації високомолекулярних білків.

2. Приготування гелю та підготовка електрофоретичної камери. Скляні пластини для гелю спочатку знежирюють спиртом. Спейсерні пластини, на які прикріплюється гель, обробляють 50 мкл Bind-Silan і підсушують протягом 20–30 хвилин при кімнатній температурі. Потім збирають касети для гелю відповідно до інструкцій виробника. До приготованого розділяючого гелю на 100 мл додають каталізатори полімеризації: 10% розчин ПСА — 400 мкл, ТЕМЕД — 40 мкл, після чого заливають скляними пластинами, залишаючи 3–5 см від верхнього краю для концентруючого гелю. На поверхню заливають 500 мкл дистильованої води.

Після того, як розділяючий гель полімеризується, дистильовану воду зливають. До концентруючого гелю додають каталізатори полімеризації (300 мкл 10% розчину ПСА та 30 мкл ТЕМЕД) і заливають їх поверх розділяючого гелю. Потім у концентруючий гель вставляють гребінки для формування лунок. Після полімеризації концентруючого гелю гребінки виймають, і в кожному лунку наносять 15–18 мкл екстракту (див. пункт 1).

3. Режим електрофорезу та фіксація білків. Заповнюють верхню та нижню камеру електродним буфером. Електрофорез проводиться за такими умовами: $I = 30$ мА – до моменту, коли бромфеноловий синій виходить з лунок (приблизно 30 хв); $I = 40$ мА – до того, як бромфеноловий синій досягне розділяючого гелю; $I = 75$ мА – до завершення процесу електрофорезу. Час проведення електрофорезу залежить від використовуваного обладнання. Для точного визначення тривалості процесу застосовують барвник, присутній в екстракті. Коли барвник досягне нижньої частини гелевих касет, відключають джерело живлення і зливають буфер. Після цього, під холодною проточною водою, знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем поміщають у розчин для фіксації та фарбування білків, залишаючи на ніч. Після фіксації та фарбування гель на скляній пластині відмивають під проточною водою, підсушують при кімнатній температурі, маркують відповідними сортами та документують за допомогою системи, що включає транслюмінатор для видимого світла та відеосистему з цифровою камерою. Після цього проводять аналіз.

4.5. Методика проведення електрофорезу проламінів злаків (гордеїнів, гліадинів, авенінів)

Проламіни є основними білками, що характерні для зерна більшості злакових культур. Вони розчиняються в 60–80 % етаноловому розчині. До проламінів відносяться гліадин з зерна пшениці та жита (складова частина клейковини), гордеїн – з ячменю, зеїн – з кукурудзи, авенін – з вівса. Проламіни містять більше 40 % залишків глютамінової кислоти, близько 15 % проліну та мають низький вміст лізину. Завдяки своїй гетерогенній структурі проламіни можна розділити за допомогою хроматографії та електрофорезу на компоненти, які мають схожий амінокислотний склад, але відрізняються молекулярною масою та електричним зарядом.

Суть методу полягає в електрофоретичному розділенні запасних білків злакових культур з метою подальшої ідентифікації сортів рослин та аналізу сортової чистоти партій зерна.

Реактиви: акриламід, сечовина, гістидин-НCl, N,N'-метиленбісакриламід, семиводний сульфат заліза ($\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$), ТЕМЕД (Тетраметилендіамін), Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane), амонію персульфат (ПСА), трихлороцтова кислота (ТХУ), аскорбінова кислота, мурашина кислота, крижана оцтова кислота, етиловий спирт, ацетон, бутанол, кумасі синій R-250, піронін G.

Обладнання та інструменти: термоблок; центрифуга; ваги аналітичні; магнітна мішалка з підігрівом; джерело струму; автоматичні дозатори (змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл); наконечники на автоматичні дозатори (100–1000 мкл, 20–200 мкл); мікроцентрифужні пробірки (0,5 мл); вортекс; ступка Абіха; шпатель та лоток для зважування реактивів; мірні стакани; мірні циліндри різних об'ємів; лункоутворювачі (гребінки, на 28 та на 29 лунок); спейсери товщиною 1 мм; скляні пластини для гелевих касет (20×20 см, спейсерні та короткі); пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; електрофоретична камера; гумові рукавички і фільтрувальний папір.

Приготування розчинів:

Робочий розчин Bind-Silan:

Bind-Silan A 100 – 500 мкл.

Етиловий спирт (95 %) – 100 мл.

Крижана оцтова кислота – 10 мл.

Стоковий розчин MSS:

Акриламід – 60,08 г.

N,N'-метиленбісакриламід – 3,2 г.

Розчин FeSO_4 (44 мг/100 мл H_2O) – 9,1 мл.

Аскорбінова кислота – 490 мг.

Дистильована вода – до 200 мл.

Стоковий розчин SGB:

Гістидин-НСІ – 1,2 г.

Крижана оцтова кислота – 1,6 мл.

Дистильована вода – до 50 мл.

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.

Електродний буфер:

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 – 200 мг.

Ацетон – 170 мл.

Крижана оцтова кислота – 60 мл.

100 % ТХУ – 60 мл.

Дистильована вода – до 1 л.

Ключові етапи проведення дослідження

1. Підготовка зразків та екстракція білка. Для підготовки зразків, подрібнені зернівки за допомогою ступки Абіха змішують з 400 мкл 70 % етаноловим розчином. Екстракція триває 4 години. Після цього зразок перемішують на вортексі та центрифугують протягом 5 хвилин при 3000 об/хв.

Потім 90 мкл супернатанту переносять в чисті пробірки та висушують в термоблоці при температурі +60°C. Отриманий осад розчиняють у 50 мкл 5,5 М сечовини. Готовий екстракт використовують для подальшого електрофоретичного розділення.

2. Приготування та заливка гелю. Перед збиранням гелевих касет скляні пластини очищають від жиру за допомогою спирту. Після цього спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan і підсушують протягом 20–30 хвилин при кімнатній температурі. Далі касети для гелю збирають відповідно до інструкцій виробника.

Для заповнення однієї касети використовують 100 мл розділяючого гелю, до якого додають каталізатори: 400 мкл 10 % розчину персульфату амонію та 40 мкл ТЕМЕД, після чого суміш обережно перемішують. Касету заповнюють гелем, залишаючи 3–5 см простору від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю. На поверхню розділяючого гелю наносять 500 мкл бутанолу, щоб вирівняти гель. Полімеризація триває 15 хвилин, після чого бутанол зливають і ретельно промивають дистильованою водою. Для видалення залишків вологи з внутрішніх поверхонь скляних пластин і гелю використовують фільтрувальний папір. Після цього касети повністю заповнюють розчином концентруючого гелю. До 25 мл гелю додають 150 мкл 10 % розчину ПСА та 15 мкл ТЕМЕД, після чого обережно перемішують і заливають в гелеві касети. У заповнені касети негайно вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває приблизно 15 хвилин.

3. Підготовка електрофоретичної камери та внесення зразків. Так до верхньої камери приладу для електрофорезу прикріплюють касети з гелем за допомогою затискачів. Обережно виймають лункоутворювач, видаляють залишки вологи фільтрувальним папером і заносять екстракт досліджуваних зразків у лунки (по 20 мкл екстракту). Використовуючи автоматичний дозатор, акуратно додають верхній електродний буфер в лунки. Заповнюють верхню та нижню камери електродним буфером, накривають запобіжною кришкою і

підключають електроди до блоку живлення так, щоб верхній електрод був катодом, а нижній – анодом.

4. Режим електрофорезу. Параметри електрофорезу: $I = 15$ мА – протягом 30 хвилин, до виходу піроніну G з лунок, $I = 30$ мА – для переміщення піроніну G в розділяючий гель, $I = 90$ мА – до завершення електрофорезу. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують електрофоретичну рухливість барвника, що знаходиться в екстракті: час, необхідний для виходу піроніну G з гелю, фіксується, після чого це значення подвоюється. По завершенню електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку та зливають верхній і нижній електродні буфери.

5. Фарбування та фіксація білків. Фарбування та фіксацію білків виконують одночасно. Для цього розбирають касети з гелем, а пластину з гелем занурюють у пластиковий контейнер, що містить 1 л розчину фарби. Контейнер закривають кришкою і залишають на 8 годин для фіксації та фарбування. Після цього скляну пластину з гелем ретельно промивають під проточною водою, підсушують при кімнатній температурі, позначають сорти та документують за допомогою системи, що складається з транслюмінатора видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, після чого проводять аналіз.

6. Опрацювання даних. У генетично чистому сорті, зазвичай, всі зерна вибірки надають характерний для цього сорту спектр проламінів. Якщо в зразку є зерна з іншими типами спектрів, це свідчить про забрудненість сорту. Отримані на гелевій пластині електрофоретичні спектри кожної зернини порівнюють з еталонними спектрами відповідного стандартного сорту. Для оцінки сортової чистоти порівнюють інтенсивність і форму спектрів і обчислюють відсоток зерен, які відповідають стандарту. Сортову чистоту виражають у відсотках. Якщо в зразку присутні кілька різних електрофоретичних спектрів, то підрахунок за кожним типом спектра проводиться окремо, визначаючи відсотковий вміст кожного з типів спектрів.

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 (генетично модифіковані організми) – це організми, генотип яких був штучно змінений за допомогою методів генної інженерії. Дослідження впливу генетично змінених продуктів на організм людини та навколишнє середовище не дало однозначних висновків, що спричинило обережне ставлення до ГМО з боку деяких міжнародних організацій та країн. Зокрема, французькі вчені довели, що часте споживання ГМО-продуктів може спричинити різноманітні патологічні зміни в організмі людини. Тому аналіз наявності генетично модифікованих організмів у харчових продуктах є надзвичайно важливим.

З метою забезпечення безпеки, ряд країн Європейського Союзу повністю заборонили вживання трансгенних продуктів у харчуванні, а більшість країн світу запровадили обов'язкове маркування продуктів, що містять ГМО. Для виробників, імпортерів та експортерів зернових культур і овочів перевірка на наявність ГМО є необхідною та обов'язковою. Дослідження продукції на вміст ГМО – це не лише вимога, а й життєва необхідність. Для оперативного і точного аналізу, а також для того, щоб результати таких досліджень були прийняті контрагентами на внутрішніх та міжнародних ринках, необхідно звертатися до акредитованих організацій.

Зміни в генетичному матеріалі (ДНК) не можуть виникнути внаслідок звичайного розмноження чи природної рекомбінації. В Україні вирощування генетично модифікованих зернових заборонене, але на практиці це явище зустрічається досить часто. Крім того, перед тим, як ГМО потрапляють на світові ринки, вони підлягають ретельному аналізу та перевірці. Детекція ГМО в таких сільськогосподарських культурах, як бавовна, кукурудза, соя, ріпак і гірчиця, за допомогою експрес-тестів латерального потоку (LFDs) характеризується швидкістю, доступною вартістю та високою точністю результатів.

Набори для детекції ГМО латерального потоку (LFDs) доступні в двох варіантах: для тестування насіння та рослин, а також для перевірки продовольчого та кормового зерна. Основними перевагами цього методу є доступність, швидкість тестування «тут і зараз», надійність результатів без

необхідності використання складного лабораторного обладнання. Тест-набори для сипучих зразків (зокрема, сої, кукурудзи та ріпаку) призначені для якісного виявлення білка, пов'язаного з технологією Roundup Ready (RR). Комплекти здатні виявити одиницю Roundup Ready в 1000 зернах тестованої культури (0,1%). Загальний час проведення такого аналізу складає лише 10 хвилин.

Принцип тесту полягає в тому, що антитіла, які специфічно реагують з молекулою білка, іммобілізують на тестовій зоні мембрани. Коли тестову смужку занурюють у зразок, білок, що міститься в зразку, зв'язується з антитілом, міченим колоїдним золотом, і рухається вгору по капілярних каналах тестової смужки. Потім цей кон'югат взаємодіє з антитілом, нанесеним на тестову лінію, внаслідок чого лінія забарвлюється в рожевий або фіолетовий колір. Один комплект містить 100 тестів, і результат можна отримати вже за 10 хвилин. Наявність контрольної лінії протягом цього часу вказує на достовірність тесту. Якщо контрольна лінія не з'являється протягом 10 хвилин, тест є недійсним, і його слід повторити. Якщо в зразку міститься хоча б 0,1% Roundup Ready (RR) в сої, кукурудзі чи ріпаку (одне зерно RR на 1000 зерен без RR), тестова лінія з'явиться, і зразок буде визнано позитивним.

Стандартна процедура проведення аналізу на ГМО:

- ✓ Розмолоти зразок і помістити в відповідну за об'ємом ємність.
- ✓ Додати дистильовану воду та ретельно перемішати суміш до повного розчинення.
- ✓ Залишити суміш відстоятися до утворення надосадової рідини в верхній частині ємності.
- ✓ За допомогою піпетки перенести 0,5 мл надосадової рідини в тестову пробірку та помістити тестову смужку в пробірку.
- ✓ Через 10 хвилин прочитати результат: якщо з'явилися дві лінії — результат позитивний, одна лінія — негативний.

Вміст комплекту (100 тестів):

CP4EPSPS LFS смужки (стрипи) – 50 стрипів в одній тубі (2 туби в наборі).

Пластикові піпетки – 100 шт.

Мікроцентрифужні пробірки – 100 шт.

Пластиковий пакет – 1 шт.

Для проведення подальшого аналізу також знадобляться: зерновий гомогенізатор-млин (SM-3C), таймер, ножиці, скляний посуд, мірний циліндр, дистильована вода.

Експрес-тести (LFD) доступні в двох різних форматах: один призначений для тестування насіння та листя, а інший – для аналізу зерна. Кожен з цих форматів має свої специфікації та методи використання в залежності від типу зразка, що перевіряється.

Експрес-тести для зерна

№	Назва	Вид 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) є одним з двох типів природних нуклеїнових кислот і виконує важливу роль у зберіганні, передачі та реалізації генетичної інформації, необхідної для розвитку та функціонування живих організмів. Основна функція ДНК в клітинах полягає в довготривалому збереженні даних про структуру РНК і білків. У клітинах еукаріотів, таких як тварини, рослини чи гриби, ДНК зберігається в ядрі, у складі хромосом, а також в деяких органелах клітини, зокрема в мітохондріях та пластидах.

Тож з хімічної точки зору, ДНК є довгою полімерною молекулою, що складається з послідовно з'єднаних блоків, які називаються нуклеотидами. Кожен нуклеотид складається з трьох компонентів: азотистої основи, молекули цукру (дезоксирибози) та фосфатної групи. В більшості випадків молекула ДНК формується з двох ланцюгів, що з'єднані між собою азотистими основами, орієнтуючись одна проти одної. Ці два ланцюги утворюють подвійну спіраль, що є характерною структурною особливістю ДНК.

Науці відомо чотири види азотистих основ, які складають молекулу ДНК: аденін, гуанін, тимін і цитозин. Вони сполучаються між собою за принципом комплементарності: аденін завжди з'єднується з тиміном, а гуанін – з цитозином. Послідовність цих нуклеотидів у ланцюзі ДНК визначає генетичну інформацію, що "кодує" синтез різних типів РНК. Найважливішими типами РНК є інформаційна або матрична РНК (мРНК), рибосомальна РНК (рРНК) і транспортна РНК (тРНК). Всі ці типи РНК синтезуються на основі інформації, закодованої в ДНК. Окрім кодуючих послідовностей, ДНК також містить регуляторні та структурні елементи, що контролюють функціонування клітини.

З метою отримання якісного результату в процесі полімеразно-ланцюгової реакції (ПЛР) важливо отримати чисту ДНК з оптимальною концентрацією. Одним із найбільш ефективних методів виділення є метод СТАВ, який заснований на здатності нуклеїнових кислот утворювати стабільні і розчинні комплекси з цетилтриетиламоній бромідом (СТАВ) при високих концентраціях солей. За зниження концентрації солі NaCl нижче 0,4 М, комплекс СТАВ/нуклеїнова кислота випадає в осад. Після цього клітини руйнуються, білки денатуруються, а зразок екстрагується сумішшю хлороформу з ізоаміловим спиртом для видалення забруднень. Врешті-решт, для видалення СТАВ застосовують осадження етанолом.

Призначення методу СТАВ: отримання чистого 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 [18].

Принцип методу: метод передбачає лізис клітин та кілька етапів для видалення забруднювачів, таких як полісахариди, білки та жири.

Для ефективного видалення забруднювачів важливо контролювати концентрацію солі під час екстракції. При низьких концентраціях солі ($<0,4$ М NaCl) комплекс СТАВ/ДНК осаджується, тоді як забруднювачі залишаються розчиненими і можуть бути видалені. Підвищення концентрації солі ($>1,4$ М NaCl) дозволяє осадити денатуровані білки та полісахариди, при цьому ДНК залишається в розчині. Хлороформ застосовують для розділення нуклеїнових кислот від білкових і полісахаридних комплексів та СТАВ, оскільки він денатурує білки та сприяє утворенню водної та органічної фаз, де водна фаза зазвичай розташовується зверху.

Остання стадія процесу включає очищення нуклеїнових кислот шляхом осадження ізопропіловим спиртом, після чого вони промиваються етиловим спиртом. Цей етап дозволяє видалити залишки забруднювачів і поліпшити чистоту ДНК, забезпечуючи її готовність до подальших аналізів.

Реактиви: тріс (гідроксиметил)-амінометан (Tris) ($C_4H_{11}NO_3$), гексадецилтриметиламоніум бромід СТАВ ($C_{19}H_{42}BrN$), натрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти (Na_2EDTA), натрію хлорид (NaCl); хлороформ ($CHCl_3$), спирт етиловий (C_2H_5OH), ізопропанол [$CH_3CH(OH)CH_3$], деіонізована вода.

Обладнання та інструменти: спектрофотометр, аналітичні ваги, термостат, мікроцентрифуга (не менше, ніж 12 000 g), витяжна шафа, холодильник з морозильною камерою на $-20^\circ C$, вортекс, сушарка вакуумна, мікропробірки (1,5 та 2 мл), дозатори змінного об'єму (10–20 мкл, 20–200 мкл, 100–1000 мкл), шпатель, плашка для зважування, одноразові кювети.

Приготування розчинів:

СТАВ-буфер для екстракції (pH = 8) на 100 мл:

СТАВ: 20 г/л \rightarrow 2 г на 100 мл.

NaCl: 1,4 моль/л \rightarrow 8,181 г на 100 мл.

Tris: 0,1 моль/л \rightarrow 1,211 г на 100 мл.

Na_2EDTA : 0,02 моль/л \rightarrow 0,744 г на 100 мл.

СТАВ-буфер для преципітації (pH = 8) на 100 мл:

СТАВ: 5 г/л \rightarrow 0,5 г на 100 мл.

NaCl : 0,04 моль/л \rightarrow 0,234 г на 100 мл.

NaCl : 1,2 моль/л \rightarrow 7,013 г на 100 мл.

ТЕ-буфер (pH = 8) на 100 мл:

Tris: 0,01 моль/л \rightarrow 0,121 г на 100 мл.

Na_2EDTA : 0,001 моль/л \rightarrow 0,037 г на 100 мл.

Ключові етапи проведення дослідження

1. Підготовка зразків. Дослідний зерновий зразок спочатку подрібнюють за допомогою комерційних блендерів (наприклад, GM200). Подрібнення здійснюється на спеціально відведеній території з використанням змінних чашок, щоб уникнути перехресного забруднення інших зразків та приміщень.

2. Лізис:

- A. Підписати та розмістити відповідну кількість пробірок об'ємом 2 мл в штатив.
- B. Додати 100–300 мг гомогенізованого зразка у кожен пробірку.
- C. Додати 1,5 мл попередньо підігрітого СТАВ-буфера для екстракції (+65°C).
- D. Перемішати вміст пробірок за допомогою вортекса та помістити їх в термостат для інкубації при температурі +65°C протягом 30 хв.
- E. Центрифугувати пробірки протягом 10 хвилин при 12000 g.
- F. Перенести 750 мкл верхньої фази в чисті пробірки об'ємом 1,5 мл.

3. Відмивання та преципітація:

- A. Додати до кожної пробірки 750 мкл суміші хлороформу та ізоамілового спирту (24:1) та ретельно перемішати протягом 3 хвилин.
- B. Центрифугувати пробірки на протязі 15 хвилин при 12000 g.
- C. Перенести 350 мкл верхньої водної фази у нові чисті пробірки об'ємом 1,5 мл, додати 700 мкл СТАВ-буфера для преципітації, перемішати суміш на вортексі протягом 10 секунд.
- D. Інкубувати пробірки при кімнатній температурі протягом 30–60 хвилин.
- E. Центрифугувати пробірки на протязі 15 хвилин при 12000 g.

- F. Обережно видалити надосадову рідину і додати 350 мкл розчину NaCl (1,2 моль/л), потім ресуспендувати осад протягом 30 секунд, перемішуючи на вортексі.
- G. Додати 350 мкл суміші хлороформу та ізоамілового спирту (24:1), перемішати вміст пробірок протягом 3 хвилин.
- H. Центрифугувати пробірки на протязі 15 хвилин при 12000 g.
- I. Перенести 250 мкл верхньої водної фази в чисті пробірки об'ємом 1,5 мл, додати 170 мкл охолодженого ізопропанолу, обережно перемішати і залишити на 2 хвилини при кімнатній температурі.
- J. Центрифугувати пробірки на протязі 15 хвилин при 12000 g при температурі +4°C.

4. Відмивання:

- A. Обережно відокремити надосадову рідину та ввести 500 мкл 70%-го етанолового розчину. Легко перемішати вміст пробірок.
- B. Центрифугувати пробірки при 12000 g протягом 10 хвилин.
- C. Вилити надосадову рідину та просушити осад ДНК протягом 10–15 хвилин у вакуумному концентраторі, температура сушіння +60°C.

5. Розчинення:

- A. Додати 50 мкл TE-буферу до пробірок з висушеним осадом ДНК.
- B. Інкубувати при температурі 37°C протягом 35 хвилин.
- C. Центрифугувати пробірки на вортексі протягом 30 секунд при 5000 об/хв для осадження крапель. Отриману ДНК можна зберігати протягом тижня при температурі 2–8°C, а також до року при температурі –16°C.

5.2. Визначення кількості та якості виділеної ДНК

5.2.1. Визначення кількості та оцінювання якості ДНК за допомогою спектрофотометрії

Кількість нуклеїнових кислот можна визначати безпосередньо в водному розчині, як у розведеному, так і в нерозведеному вигляді, вимірюючи поглинання ультрафіолетових променів світла в діапазоні довжин хвиль від 210 нм до 300 нм.

Це здійснюється шляхом спектрофотометричного вимірювання оптичної густини (OD). Однак для точного вимірювання зразок повинен бути достатньо очищений від домішок, таких як білки, фенол чи агароза. Якщо зразок є чистим, поглинання ультрафіолетового світла, яке здійснюється азотистими основами в ДНК, дозволяє визначити кількість нуклеїнових кислот.

Для цього методу зазвичай використовують буфер з низькою іонною концентрацією, наприклад TE-буфер, який не викликає додаткових поглинальних ефектів. Кількість нуклеїнових кислот визначається на довжині хвилі 260 нм, порівнюючи отриману оптичну густину з еталонним розчином стандарту. Оскільки білки поглинають світло при довжині хвилі 280 нм, можна використовувати відношення поглинань A_{260}/A_{280} для визначення чистоти зразка. Ідеальне значення для чистої ДНК знаходиться в межах 1,8, а для РНК — близько 2,0. Поглинання при довжині хвилі 230 нм може вказувати на наявність забруднень, таких як вуглеводи, пептиди, феноли або ароматичні вуглеводні, тому відношення A_{260}/A_{230} має бути близько 2,2 для чистих зразків. Важливо зазначити, що метод спектрофотометрії не дозволяє точно виявляти наявність РНК в зразку ДНК, оскільки РНК поглинає світло при тих самих довжинах хвиль, що і ДНК. Через це, на завершальних етапах виділення ДНК, рекомендується використовувати ензиматичне видалення РНК, щоб уникнути помилок в результатах і підвищити точність визначення кількості ДНК.

5.2.2. Оцінка якості та кількості виділеної ДНК методом електрофорезу в агарозному гелі з фарбуванням бромистим етидієм

Альтернативний метод визначення кількості ДНК включає електрофорез в агарозному гелі з фарбуванням бромистим етидієм. Бромистий етидій зв'язується з ДНК і випромінює флюоресценцію під УФ-світлом. Інтенсивність флюоресценції пропорційна кількості ДНК, що дозволяє визначити її концентрацію. Метод також дозволяє оцінити стан ДНК (деградація, наявність РНК) шляхом порівняння з еталонними зразками.

5.3. Методика використання мікросателітних маркерів (SSR) для ідентифікації сортів сої

Мікросателіти, також відомі як прості повтори нуклеотидних послідовностей (англ. Simple Sequence Repeats, SSR) або короткі тандемні повтори (англ. Short Tandem Repeats, STR), є поліморфними ділянками ДНК, що зустрічаються в геномах більшості організмів. Вони складаються з повторюваних мотивів довжиною від 1 до 6 пар нуклеотидів (п. н.), причому загальна довжина таких ділянок зазвичай не перевищує 150 п. н. Мікросателітні послідовності мають кодомінантний тип успадкування і переважно знаходяться в некодуючих районах ДНК. Варіабельність кількості повторів у мікросателітному локусі є унікальною для кожного індивідуума, що робить їх цінними молекулярно-генетичними маркерами. Дослідження локалізації мікросателітів та кількості їхніх повторів у різних сортів сої дозволяє створити унікальну генетичну формулу або ідентифікаційний запис для кожного окремого сорту.

Призначення цього методу – вивчення внутрішньосортного та міжсортного поліморфізму, що дає змогу оцінити генетичне різноманіття та створити генетичний профіль кожного сорту сої. Система ідентифікації та паспортизації відображає алельний стан вибраних локусів, формуючи унікальну характеристику кожного сорту.

Суть методу полягає в ампліфікації мікросателітної послідовності ДНК за допомогою end-point ПЛР, після чого проводиться визначення її молекулярної маси шляхом розділення продуктів ампліфікації в агарозному гелі.

Обладнання і реактиви: ампліфікатор (термоциклер) (рис. 66), мікроцентрифуга з ротором під плашки; система для горизонтального електрофорезу (рис. 67-68); аналітичні ваги; мікрохвильова піч; мікроцентрифуга з ротором для мікропробірок; вортекс; мікропіпетки змінного об'єму (0,5–10 мкл, 10–100 мкл, 20–200 мкл, 100–1000 мкл); наконечники для мікропіпетки; стріповані пробірки або плашки; пробірки (1,5–2 мкл); покривна

плівка для плашок; кришки для стріпованих пробірок; шпатель; бутель (500 мл з гвинтовою кришкою); транслюмінатор; система гель-документації; прямий і зворотній праймери; набір рекомбінантної Taq DNA Polymerase (Fermentas), dNTP Mix (Fermentas); агароза; етидіум бромід; маркери молекулярної ваги; 6×Loading buffer (Fermentas); борна кислота, Tris; EDTA, дистильована та деіонізована вода для молекулярної біології.



Рис. 66. Ампліфікатор Gentier 48E



Рис. 67. Камера для горизонтального електрофорезу Mini-Sub Cell GT

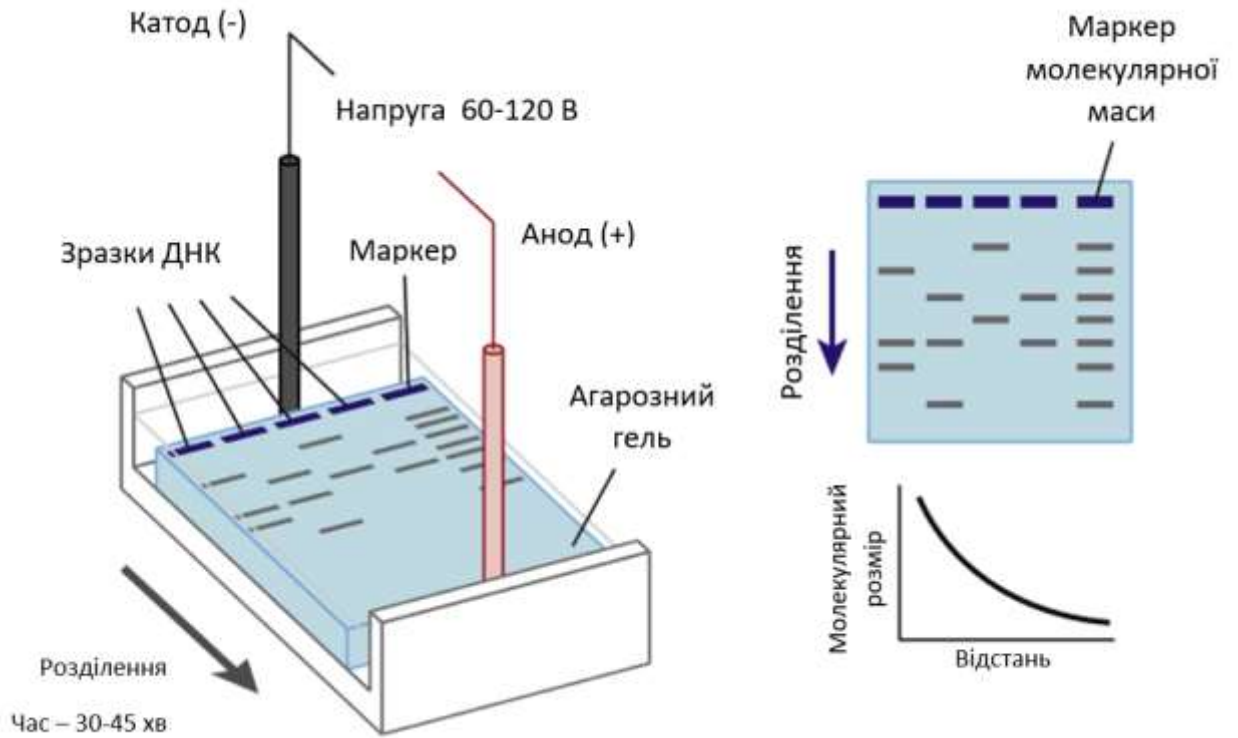


Рис. 68. Принцип виконання горизонтального електрофорезу нуклеїнових кислот

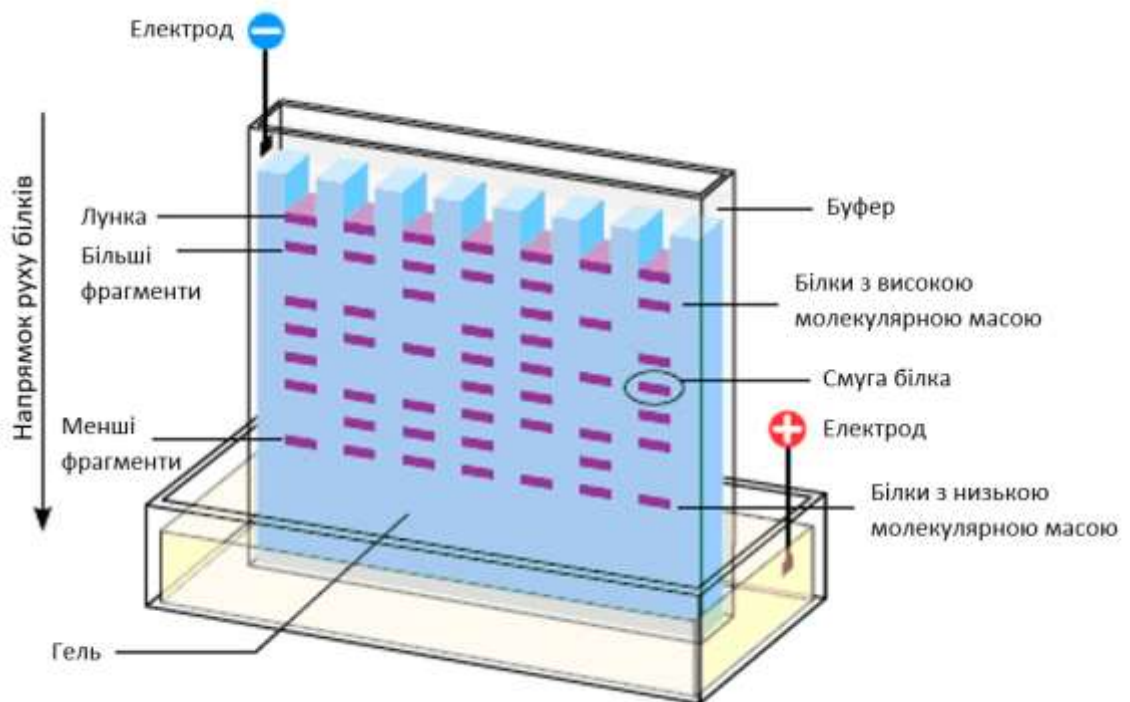


Рис. 69. Принцип виконання вертикального електрофорезу нуклеїнових кислот

Ключові етапи проведення дослідження

1. Добір праймерів. Добір праймерів здійснюється переважно на основі літературних даних із врахуванням встановлених вимог. Основні критерії вибору праймерів включають:

- A. Довжина праймера повинна становити 16–25 нуклеотидів.
- B. Різниця між температурами плавлення прямого та зворотного праймерів не повинна перевищувати 6°C.
- C. Вміст G-C пар має складати 50–60 %.
- D. Для покращення гібридизації бажано, щоб останні кілька нуклеотидів на 3'-кінці праймера містили GC-основи.
- E. Праймери не повинні бути само- або взаємно комплементарними.

З метою ідентифікації і диференціації сортів сої рекомендовано користуватись праймерами наведеними в 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	AAATgATTAACAATgTTTATgAT ACTTgCATCAgTTAATAACA	50
3.	Satt114	gggTTATCCTCCCAATA ATATgggATgATAAaggTgAAA	55
4.	Satt 228	TCATAACgTAAgAgATggTAAAACST CATTATAAgAAAACgTgCTAAAgAg	60

2. Приготування реакційної суміші. Перед початком роботи необхідно виконати всі необхідні розрахунки, а також підготувати робоче місце. Підготовка включає: обробку робочої зони, дозаторів та поверхні УФ-боксу спиртом для забезпечення стерильності; підписування пробірок, стріпів або плашки для чіткої ідентифікації зразків. Ці кроки допомагають уникнути контамінації та забезпечують точність проведення аналізу.

Поточний розрахунок кількості реагентів для робочої суміші здійснюється шляхом множення об'єму кожного реагента (крім ДНК, яка додається в об'ємі 2 мкл на реакцію) на загальну кількість реакцій. При цьому, якщо кількість реакцій є кратною восьми, до загального об'єму кожного реагента додають додаткову порцію, еквівалентну одній реакції. Це дозволяє компенсувати можливі втрати під час дозування та забезпечити точність приготування суміші.

Приготування реакційної суміші розпочинають лише після повного розморожування всіх реагентів, за винятком Taq-полімерази. Це необхідно для рівномірного змішування компонентів та забезпечення точності дозування. Taq-полімеразу слід додавати в останню чергу, оскільки вона чутлива до температурних змін і може втрачати активність при неправильному зберіганні або використанні.

Таким чином, для проведення однієї ПЛР-реакції *реакційна суміш* містить такі компоненти:

10X ПЛР-буфер (без $MgCl_2$) – 2,5 мкл.

Розчин $MgCl_2$ (25 моль/дм³) – 2,0 мкл.

Розчин dNTP (10 моль/дм³) – 0,5 мкл.

Суміш праймерів F+R (10 мкмоль/дм³) – 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 реакції – 25,0 мкл.

Якщо потрібно підготувати суміш для кількох реакцій, усі компоненти (крім ДНК) розраховують на відповідну кількість проб та додають додаткову порцію у разі кратності восьми для компенсації втрат.

У пробірку об'ємом 1,5 або 2 мл послідовно додають усі компоненти реакційної суміші, дотримуючись такої черговості: 10X ПЛР-буфер; $MgCl_2$; dNTP; суміш праймерів; деіонізована вода; Taq ДНК-полімераза (додається останньою, одразу після вилучення з морозильної камери та повертається назад після використання). Після приготування суміш ретельно перемішують на

вортексі, а потім центрифугують протягом 30 секунд при 7000 g для осадження компонентів на дно пробірки.

По 23 мкл готової реакційної суміші наносять до кожної ямки стрипованої пробірки або плашки. Потім додають по 2 мкл ДНК в кожну ямку, використовуючи піпетку для точного дозування. Після цього стріпи щільно закривають кришками або ретельно заклеюють плашку плівкою, щоб уникнути випаровування або забруднення. Готові зразки центрифугують протягом 1 хвилини при 3700 g для забезпечення рівномірного розподілу реагентів та зразка.

3. Умови проведення ПЛР. Підготовлені зразки поміщають у ампліфікатор, де запускають програму проведення ПЛР. Загалом, програма має однакові параметри для всіх SSR праймерів, але температура гібридизації праймерів (T_A) змінюється для кожної пари праймерів індивідуально.

Базова 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	

Так загальна спрощена формула для розрахунку оптимальної температури гібридизації (T_A) праймера здобула 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.

Так, розрахована температура гібридизації (T_A) на основі теоретичних даних не завжди дає оптимальні результати. Це може бути пов'язано з різними факторами, такими як склади праймерів, їх довжина, концентрація чи специфіка реакційної суміші. Тому температура гібридизації часто потребує емпіричного

доопрацювання, що включає проби з різними значеннями ТА для пошуку найкращих умов для конкретної пари праймерів.

4. Візуалізація SSR продуктів ампліфікації (електрофорез). Продукти ПЛР візуалізують за допомогою електрофорезу в агаровому гелі (3 %) із етидіумом бромідом, який забарвлює ДНК і світиться під ультрафіолетовим світлом.

З метою приготування 230 мл 3 % агарозного гелю потрібно розплавити 6,9 г агарози в 0,5X TBE буфері, який є електродним буфером. Для приготування 0,5X TBE буферу необхідно: відлити 100 мл стокового 5X TBE буферу; довести об'єм водою до 1 л. Склад 5X TBE буферу: Tris – 54,0 г; борна кислота – 27,5 г; EDTA – 3,722 г; дистильована вода – до 1 л.

Агарозу можна розплавити в мікрохвильовій печі, періодично ретельно перемішуючи. Після розплавлення до готового гелю додають 1 мкл етидіум броміду, обережно перемішують і заливають у форму з лункоутворювачами. Гель полімеризується протягом 40 хвилин.

Після завершення полімеризації гель переносять до електрофоретичної камери та обережно видаляють лункоутворювачі. В кожен зразок додають по 4 мкл 6× Loading buffer (буфер для нанесення), піпетують зразок, після чого вносять по 9 мкл суміші продукту ампліфікації та буферу для нанесення в лунки агарозного гелю. У першій та останній лунки вносять по 4 мкл маркера довжин фрагментів ДНК, зазвичай на 20 або 100 пар нуклеотидів.

Електрофорез проводять за напруженості електричного поля 5 V/см, тривалість електрофорезу для даного об'єму гелю становить 1 год 20 хв. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують 6× Loading buffer, який був доданий до зразків. Після закінчення електрофорезу: вимикають блок живлення; знімають запобіжну кришку; обережно виймають гель і переносять на транслюмінатор для візуалізації продуктів ампліфікації; фотографують гель за допомогою системи гель-документації для подальшого аналізу.

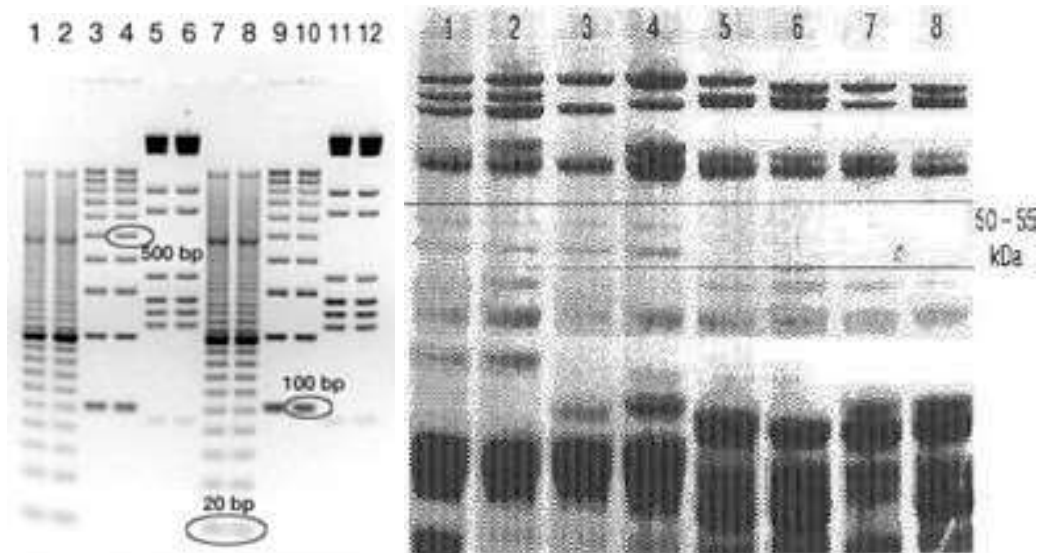


Рис. 70. Приклад вигляду електрофореграми

5. Опрацювання даних. Редагування електрофореграм у графічному редакторі для покращення чіткості зображення. Визначення розміру фрагментів ДНК за допомогою програми TotalLab v 2.01. Оцінка різноманітності алелів за індексом 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)

Представлений лабораторний метод ґрунтується на ПЛР в режимі реального часу, що дозволяє одночасно детектувати та кількісно визначати специфічну послідовність ДНК у зразку.

Один із популярних методів ПЛР у реальному часі – це метод з використанням флуоресцентної проби (5'-екзонуклеазний). Проба складається з олігонуклеотиду, до кінців якого приєднані: репортер флюоресценції – до 5'-кінця; гасник – до 3'-кінця.

Коли проба не зв'язана з матрицею, репортерна флюоресценція гаситься гасником. Проба зв'язується з матрицею ДНК між двома праймерами. Під час

етапу подовження Taq-полімераза зруйнує пробу за рахунок 5'-екзонуклеазної активності, від'єднуючи флуоресцентний барвник від 5'-кінця проби. Це призводить до збільшення рівня флюоресценції, який фіксується оптичною системою і відображається графічно.

Метод ПЛР у реальному часі має вищу специфічність, ніж класична ПЛР, оскільки флюоресценція з'являється тільки при подовженні обох праймерів та проби. Відносна кількість гена-мішені дозволяє побудувати стандартні криві для кількісного аналізу.

Суть методу полягає в одночасній детекції трьох послідовностей ДНК з використанням реакційної суміші, що містить праймери та мічені флуоресцентними барвниками зонди. Кожен зонд специфічно зв'язується з відповідною послідовністю ДНК, і флуоресценція різних кольорів дозволяє одночасно детектувати три різні послідовності в одному зразку.

Обладнання і реактиви: ампліфікатор типу iQ iCycler BIO-RAD (рис. 71); тест-система «ГМО-соє» (35S/NOS скринінг) (ДП «Укrameтpтестстандарт»); центрифуга з ротором під плашки; мікроцентрифуга з ротором для мікропробірок; вортекс; плашки або стриповані пробірки; кришки для стрипованих пробірок; пробірки (1,5–2 мкл); дозатори змінного об'єму (0,5–10 мкл, 10–100 мкл, 20–200 мкл, 100–1000 мкл); наконечники на дозатори; покривна плівка для плашок; ламінарний бокс; УФ-бокс; штатив-робоче місце.



Рис. 71. Ампліфікатор Bio-Rad iCycler Thermal Cycler with iQ5 Multicolor Real-Time PCR Detection System

До складу *тест-системи* входить наступний набір реагентів:

- A. Негативний контрольний зразок (НКЗ) – 50 мкл (1 одиниця).
- B. Позитивний контрольний зразок (ПКЗ) – 50 мкл (1 одиниця).
- C. ПЛР-РЧ суміш – 1,8 мкл (1 одиниця).
- D. Таq-полімераза – 20 мкл (1 одиниця).

Ці компоненти використовуються для проведення ПЛР в реальному часі, включаючи як негативний, так і позитивний контроль для перевірки правильності результатів.

Реакційна суміш (ПЛР-РЧ) цієї тест-системи містить:

Праймери до тестованих послідовностей:

Промотор вірусу мозаїки цвітної капусти (35S CaMV).

Термінатор нопалинсинтази (NOS) з *Agrobacterium tumefaciens*.

Ген лектину (Lec) сої як ендogenous видоспецифічний контроль.

Зонди, мічені відповідними флуоресцентними барвниками:

FAM – до 35S-промотора.

ROX – до NOS-термінатора.

JOE – до Lec-гена.

Ця суміш дозволяє одночасно детектувати три специфічні послідовності в зразку, що включає трансгенні елементи та контрольний ендogenous ген.

Ключові етапи проведення дослідження

1. Приготування робочої суміші. З метою запобігання контамінації, приготування робочої суміші та внесення ДНК слід проводити в окремих приміщеннях або УФ-боксах. Це допомагає уникнути перехресного забруднення та забезпечує точність результатів.

- A. Безпосередньо перед початком роботи потрібно провести розрахунки та підготувати своє робоче місце, а саме, протерти спиртом дозатори, стіл, робочу поверхню ламінарного боксу і УФ-боксу.
- B. Відібрати потрібну кількість ПЛР пробірок, включаючи негативний та позитивний контроль, а також контроль виділення ДНК (НКВ). Усі зразки мають бути дубльовані та марковані.

С. Розморозити ПЛР-РЧ суміш, ретельно перемішати на вортексі та осадити краплі коротким центрифугуванням.

Д. Приготувати робочу суміш за відповідними пропорціями. (табл. 37):

Таблиця 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.

Крім того для запобігання деградації реактивів, всі розчини для ПЛР повинні бути захищені від прямих сонячних променів і не перебувати в розмороженому стані більше 1 години.

Е. Готову робочу суміш перемішати на вортексі та осадити краплі центрифугуванням. По 18 мкл суміші додати в чисті пробірки, використовуючи окремий наконечник з аерозольним бар'єром.

Ф. За допомогою наконечника з аерозольним фільтром додати по 2 мкл ДНК зразка в пробірки з робочою сумішшю.

Г. У пробірку з негативним контролем внести 2 мкл НКЗ (–), а в пробірку з позитивним контролем – 2 мкл ПКЗ (+).

2. Умови проведення ПЛР у реальному часі. Умови проведення ПЛР у реальному часі включають:

А. Створення планшетного документа для ампліфікатора відповідно до інструкцій, встановивши детекцію флуоресцентних барвників FAM (35S-промотор), ROX (NOS-термінатор) та JOE* (Лес). Якщо ампліфікатор використовується для оцінки фонові флуоресценції з ROX як пасивним барвником, відключити цю функцію.

В. Розміщення підготовлених пробірок в планшет ампліфікатора відповідно до створеного планшетного документа. Задати програму ампліфікації за заданими параметрами (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.

Опрацювання результатів вимірювань виконується за наступним алгоритмом:

- А. *Оцінка кривих ампліфікації.* Використовувати програмне забезпечення для оцінки кривих ампліфікації негативних і позитивних контрольних зразків для кожного з барвників (FAM, JOE, ROX).
- В. *Негативні контроли (НКЗ та НКВ).* Криві ампліфікації для негативних контрольних зразків не повинні перевищувати базову лінію. Значення порогового циклу (Ct) мають бути відсутні.
- С. *Позитивні контроли (ПКЗ).* Криві ампліфікації для позитивних контрольних зразків мають бути сигмовидної форми, з чітко визначеними значеннями порогового циклу (Ct). Якщо результат не відповідає цим вимогам, необхідно повторити аналіз, починаючи з етапу виділення ДНК.
- Д. *Оцінка зразків.* Оцінити криві ампліфікації і значення порогового циклу (Ct) для зразків, що досліджуються, з використанням програмного забезпечення. Інтерпретація отриманих результатів проводиться за даними табл. 39.

Інтерпретація отриманих результатів

Наявність кривої та значення Ct			Висновок по отриманим результатам
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
+	+	–	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

Е. *Виявлення ДНК сої.* Якщо значення порогового циклу Ct для зразка ≤ 40 , то в зразку виявлено ДНК сої. Якщо $Ct > 40$, потрібно повторити процес, починаючи з етапу виділення ДНК. Якщо після повтору отримано такі ж значення, зразок вважається непридатним для аналізу через низький вміст ДНК сої.

Ф. *Виявлення промотора 35S.* Промотор 35S виявлено, якщо для зразка по каналу FAM визначено значення порогового циклу Ct.

Г. *Виявлення термінатора NOS.* Термінатор NOS виявлений, якщо для зразка по каналу ROX визначено значення порогового циклу 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

Методика описує процедуру проведення полімеразної ланцюгової реакції (ПЛР) для вивчення поліморфізму сортів рослин, застосовуючи молекулярно-генетичні маркери. Метод може бути використаний для аналізу геному сортів рослин різних видів, дозволяючи досліджувати генетичне різноманіття та ідентифікацію специфічних особливостей сортів.

Ключові етапи проведення дослідження

- A. *Підготовка зразка ДНК.* У мікроцентрифужну пробірку об'ємом 0,2 або 0,5 мл переносять 1 мкл розчину тестованої ДНК (1 мкг/мл).
- B. *Приготування реакційної суміші.* До пробірки з ДНК додають 24 мкл реакційної суміші за наступним складом на один зразок:
- 2,5 мкл 10× буфера;
 - 0,5–1,6 мкл 10 мМ дНТФ;
 - 0,5–1 мкл праймерів 10 мкМ/дм³;
 - 1,5–2,5 мкл 25 μМ MgCl₂;
 - 0,4 мкл Таq-полімерази;
- деіонізована вода до об'єму 25 мкл.
- C. *Центрифугування.* Центрифугують пробірку при 13,000 g, щоб осадити краплі на стінках пробірки.
- D. *Запобігання випаровуванню.* На отриману суміш додають 15 мкл мінеральної олії, що запобігає випаровуванню під час ПЛР.
- E. *Перенесення в термоциклер.* Пробірки переносять у термоциклер для проведення ПЛР.
- F. *Електрофорез.* Після завершення реакції ПЛР проводять електрофоретичне розділення продуктів ампліфікації в 2 % агарозному гелі.
- G. *Приготування агарозного гелю.* Для приготування 60 (170) мл агарозного гелю з концентрацією 2 % зважують 1,2 (3,4) г агарози, переносять її в мірну ємність і доливають TBE буфер до 60 мл (170 мл) відповідно.
- H. *Розтоплення гелю.* Гель розтоплюють до рідкої консистенції, додають 7 (15) мкл етидіум броміду, ретельно перемішують, заливають в електрофоретичний столик і вставляють гребінки для формування слотів.
- I. *Полімеризація гелю.* Після полімеризації гелю його переносять в камеру для горизонтального електрофорезу, заповнену TBE буфером (350 мл для малої камери або 800 мл для великої), і виймають гребінки.

- J. *Нанесення зразків.* У перший слот додають 7–8 мкл маркера довжини ДНК (100 b.p. DNA Ladder). У наступні слоти наносять 15 мкл зразка ПЛР суміші (додають 5–8 мкл 6× Loading Dye до 15 мкл зразка).
- K. *Проведення електрофорезу.* Під'єднують електричний струм і проводять електрофорез.
- L. *Візуалізація результатів.* Після електрофорезу проводять візуалізацію продуктів ампліфікації на транслюмінаторі в ультрафіолетовому світлі.

5.6. Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для визначення генетичних модифікацій у геномах сортів рослин. Сфера застосування

Представлена методика описує процедуру виявлення генетичних модифікацій у рослинах за допомогою полімеразної ланцюгової реакції (ПЛР). Метод ґрунтується на багаторазовій ампліфікації конкретних ділянок ДНК, що специфічно розпізнаються праймерами. Такий підхід дозволяє аналізувати наявність генетично модифікованих компонентів у різних сортах рослин.

Ключові етапи проведення дослідження

- A. В 0,2 або 0,5 мл мікроцентрифужну пробірку додають 1 мкл розчину тестованої ДНК з вихідною концентрацією 1 мкг/мл.
- B. Додають 19 мкл реакційної суміші, яка включає:
- 2 мкл 10×буферу;
 - 0,6–0,8 мкл 10 мМ дНТФ;
 - 0,5–1 мкл праймерів (10 мкМ/дм³);
 - 1,2–1,6 мкл 25 μМ MgCl₂;
 - 0,4 мкл Таq-полімерази;
 - деіонізовану воду до 20 мкл.
- C. Послідовності праймерів для тестованих елементів трансгенних конструкцій (35S промотор і NOS термінатор) наведені в табл. 40.
- D. Пробірку з ДНК і реакційною сумішшю центрифугують при 13000 g, щоб осадити краплі на стінці пробірки.
- E. Переносять пробірки до термоциклера для проведення ПЛР.

**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	
NOS термінатор	NOS-1	gAATccTgTTgccggTcTTg	20	58
	NOS-2	TTATccTAgTTTgcgcgcTA	20	

- Ф. Після реакції проводять електрофорез продуктів ампліфікації в 2% агарозному гелі.
- Г. Для приготування 60 (або 170) мл 2% агарозного гелю зважують 1,2 (або 3,4) г агарози, додають TBE буфер до 60 (або 170) мл.
- Н. Розтоплюють гель до рідкого стану, додають етидію бромістого (1 або 2 мкл), ретельно перемішують і заливають в електрофоретичний столик з гребінками для формування лунок.
- І. Після полімеризації гелю, його переносять в камеру для електрофорезу, заповнену TBE буфером (350 мл для малої камери, 800 мл для великої), і виймають гребінки.
- Ж. У перший слот додають 7–8 мкл маркера ДНК (100 б.р. DNA Ladder), а в інші лунки – 15 мкл зразків, змішаних з 5–8 мкл 6×Loading Dye.
- К. Продукти ампліфікації візуалізують в ультрафіолеті на транслюмінаторі після електрофорезу.

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 токсичні речовини, що утворюються цвілевими грибами як побічні продукти їхнього метаболізму. З роками проблема мікотоксикозів зростає, оскільки ці сполуки постійно забруднюють харчові продукти і здатні викликати отруєння. Ідеальними умовами для розвитку цвілевих грибів є висока температура та волога, тому необхідно строго дотримуватися умов зберігання продукції, щоб уникнути зараження. Продукти, які містять мікотоксини, можуть завдати серйозної шкоди організму та стати причиною хвороб, званих мікотоксикозами. Заражені мікотоксинами продукти включають зернові, горіхи, кукурудзу, спеції, фрукти, боби, овочі, насіння соняшнику, какао та корм для тварин.

Афлатоксини: горіхи, крупи, спеції, корми для тварин та інші продукти.

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 потрапляють у харчовий ланцюг внаслідок зараження зернових культур цвіллю як до, так і після збирання врожаю. Більшість зернових, таких як кукурудза, сорго, просо, пшениця та рис, піддаються впливу грибів, що виробляють ці токсини. Після збирання врожаю основними причинами зараження зерна мікотоксинами є його механічні пошкодження та псування комахами, що сприяє інфекції грибами-продуцентами. Час збирання врожаю, методи сушіння, умови і способи зберігання, а також обробка зерна, мають важливе значення для контамінації, особливо коли ці технологічні процеси порушуються. Температура, вологість і механічні пошкодження зерна є основними чинниками, що сприяють росту і розвитку грибів, які продукують мікотоксини.

Мікотоксини – це вторинні метаболіти мікроскопічних плісневих грибів, таких як *Aspergillus*, *Fusarium*, *Penicillium* та інших, які є надзвичайно небезпечними токсичними речовинами, що забруднюють зерно, корми та харчові продукти. На сьогодні описано понад 500 різновидів мікотоксинів. Вони продукуються близько 350 видами грибків і плісень, що налічують до 10 000 штамів (рис. 72).

Існуючі аналітичні та кількісні методи аналізу дозволяють виявити лише десятину всіх відомих мікотоксинів. Кращі європейські лабораторії здатні визначити не більше 15 з них. В Україні найбільш часто виявляються такі мікотоксини: афлатоксини, охратоксини, фумонізиди, зеараленон, патулін, ДОН та Т-2 токсин.

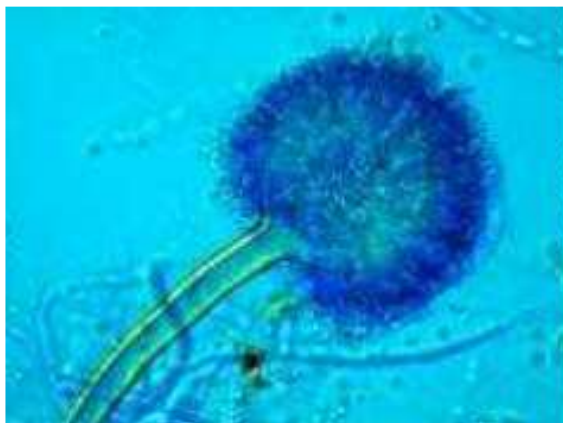
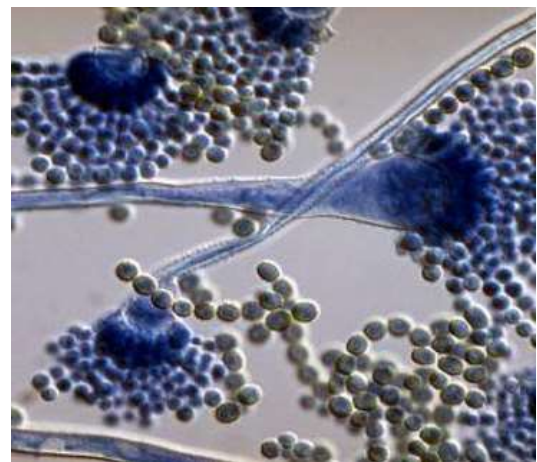
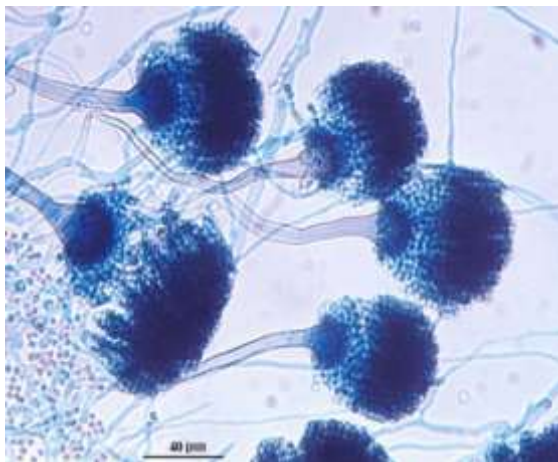


Рис. 72. Мікотоксини під мікроскопом

Багато міжнародних організацій, установ і агентств прагнуть досягти універсальної стандартизації нормативних обмежень для мікотоксинів. Це

складне завдання, оскільки необхідно враховувати численні фактори при розробці нормативних документів. У цьому процесі важливу роль відіграють оцінка ризиків, аналітична точність, економічні аспекти та комерційні інтереси кожної країни при постачанні на ринок зерна, харчових продуктів чи кормів. Сучасне законодавство України та Європейського Союзу підвищує вимоги до якості й безпечності зерна, кормів та кормової сировини. Одне з ключових місць у контролі санітарної безпеки кормів і діагностиці отруєнь тварин займає фізико-хімічний аналіз, зокрема методи визначення мікотоксинів у кормах.

Практично всі методи визначення мікотоксинів включають чотири основні етапи: відбір зразка для дослідження, стадія виділення, стадія ідентифікації та кількісного визначення, а також аналіз отриманих результатів. Відбір матеріалу для дослідження повинен проводитися відповідно до загальновизнаних стандартів, ДСТів та інших нормативних актів. Цей етап є ключовим для точності визначення рівнів мікотоксинів, оскільки вони нерівномірно розподіляються в зерні, харчових продуктах і кормах. Недбале чи некоректне взяття проб може призвести до отримання неправдивих результатів і помилкових розрахунків.

Перелік європейських стандартизованих методів визначення мікотоксинів в різних матрицях (зерно і зернопродукти):

EN 13585:2009 – Визначення вмісту фумонізинів В1 та В2 у кукурудзі методом ВЕРХ з очищенням твердофазною екстракцією.

EN 14352:2004 – Визначення вмісту фумонізинів В1 та В2 в харчових продуктах на основі кукурудзи – метод ВЕРХ з очисткою на імуноафінній колонці.

EN 15891:2010 – Визначення дезоксиваленолу в продовольчому зерні, продуктах його переробки та продуктах на зерновій основі для харчування грудних дітей і дітей раннього віку.

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.

EN 14352:2004 – Визначення фумонізинів В1 і В2 в харчових продуктах на основі кукурудзи – метод ВЕРХ із очисткою на імуноафінній колонці.

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.

EN 14132:2009 – Визначення охратоксину А в ячмені та обжареній каві – методом ВЕРХ із очисткою на імуноафінній колонці.

EN 15850:2010 – Визначення зеараленону у дитячому харчуванні на основі кукурудзи, ячмінної муки, кукурудзяної муки, поленти, пшеничної муки та продуктах на зерновій основі для немовлят і дітей молодшого віку – методом ВЕРХ із імуноафінною очисткою.

Перелік українських стандартизованих методів визначення мікотоксинів в різних матрицях (продовольчі продукти):

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 вискоєфективної рідинної хроматографії за допомогою постколоночної дериватизації.

ДСТУ EN ISO 15141-1-2001 – Визначення охратоксину А в зерні та продуктах із зернових культур. Частина 1. Метод вискоєфективної рідинної хроматографії з очищенням силікагелем.

ДСТУ EN ISO 15141-2-2001 – Визначення охратоксину А у зерні та продуктах із зернових культур. Частина 2. Метод вискоєфективної рідинної хроматографії з очищенням бікарбонатом.

ДСТУ EN 13585:2009 – Визначення вмісту фумонізинів В1 та В2 у кукурудзі методом ВЕРХ з очищенням твердофазною екстракцією (EN 13585:2001, IDT).

Методики виявлення мікотоксинів розвиваються вже досить давно, що призвело до створення різних підходів до їх визначення. Для скринінгового аналізу використовуються методи, як-от тонкошарова хроматографія (ТШХ) та імуноферментний аналіз (ІФА), в той час як для підтвердження результатів

застосовують високоефективну рідинну хроматографію з флуоресцентним детектуванням (ВЕРХ) та рідинну масспектрометрію (LS-MS). Залежно від цілей застосування кожен метод має свої переваги, обмеження та недоліки, які потрібно враховувати при виборі підходящого методу аналізу мікотоксинів.



Рис. 73. Апаратура для визначення мікотоксинів

Тонкошарова хроматографія (ТШХ) є скринінговим, якісним методом аналізу, який дає можливість виявити речовини. Однак важливо пам'ятати, що інтенсивність кольору плям є лише орієнтовною кількісною характеристикою. Така оцінка можлива при використанні універсальних проявників, коли детектування проводиться або візуально, або за допомогою денситометра. Точність аналізу залежить від чистоти реактивів і кваліфікації фахівця, оскільки важливим є візуальне сприйняття результатів. Методика ТШХ має низьку точність, є низькопродуктивною та потребує використання великої кількості органічних розчинників. З часом ТШХ поступаються місцем більш точним і кількісним методам, таким як імуноферментний аналіз (ІФА), високоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ), газова хроматографія (ГРХ) і ВЕРХ-масспектрометрія.

6.1. Імуноферментний метод

Імуноферментний аналіз (ІФА) є високочутливим методом, здатним виявляти мікотоксини навіть при дуже низьких концентраціях, оскільки він ґрунтується на взаємодії антигену мікотоксину з антитілом. Оцінка реакції проводиться автоматично за допомогою спеціального обладнання, що дає змогу

стандартизувати процес. Це скринінговий метод, який дозволяє швидко обробити велику кількість зразків, що робить його ефективним для масових досліджень (рис. 74).

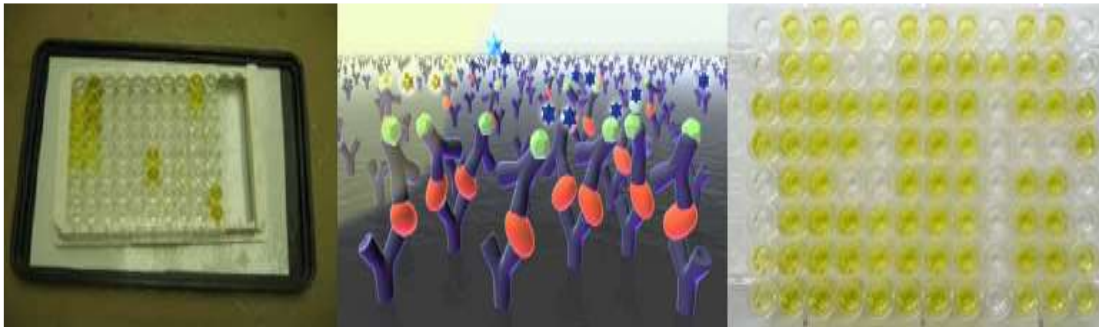


Рис. 74. Особливості імуноферментного методу

Імуноферментний метод є досить специфічним та високочутливим, з високим рівнем відтворюваності, що підтверджують міжлабораторні порівняльні дослідження та збіжність результатів з іншими високоточними методами. Процедура виконання методу складається з трьох етапів: екстракція мікотоксинів із зразка за допомогою водного розчину метанолу; проведення багатоступеневої реакції в мікротитрувальних полістиролових планшетах; та вимірювання кольорової реакції за допомогою планшетного рідера, при довжині хвилі поглинання 450 нм.

Для ІФА аналізу використовуються тест-набори, які включають стандартні розчини мікотоксинів, антитіла, кон'югати, субстрати, хромогени та мікротитрувальні планшети з антитілами "захоплення"(рис. 75).

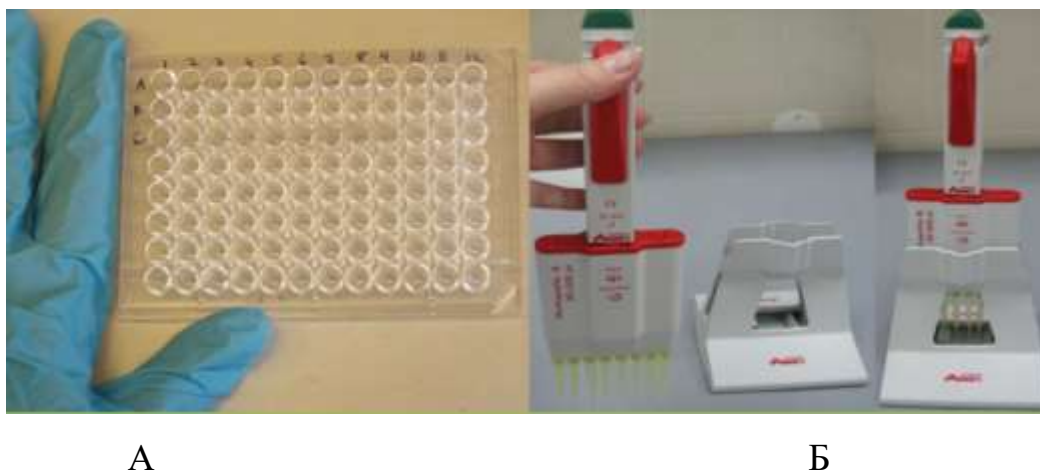


Рис. 75. Проведення імуноферментного дослідження зразків (А - полістироловий планшет на 96 лунок, Б - восьмиканальний дозатор)

На рис. 76 схематично показана лунка полістиролового планшету, де поетапно виконуються всі стадії імуноферментного аналізу. В лунки дозуються стандартні та досліджувані розчини, препарат з антитілами до афлатоксину М1 та кон'югат афлатоксину М1 з ферментом. Під час інкубації відбувається імуносорбція антитіл до антигену, що визначається "антитілами захоплення", утворюючи структуру типу "сендвіч".

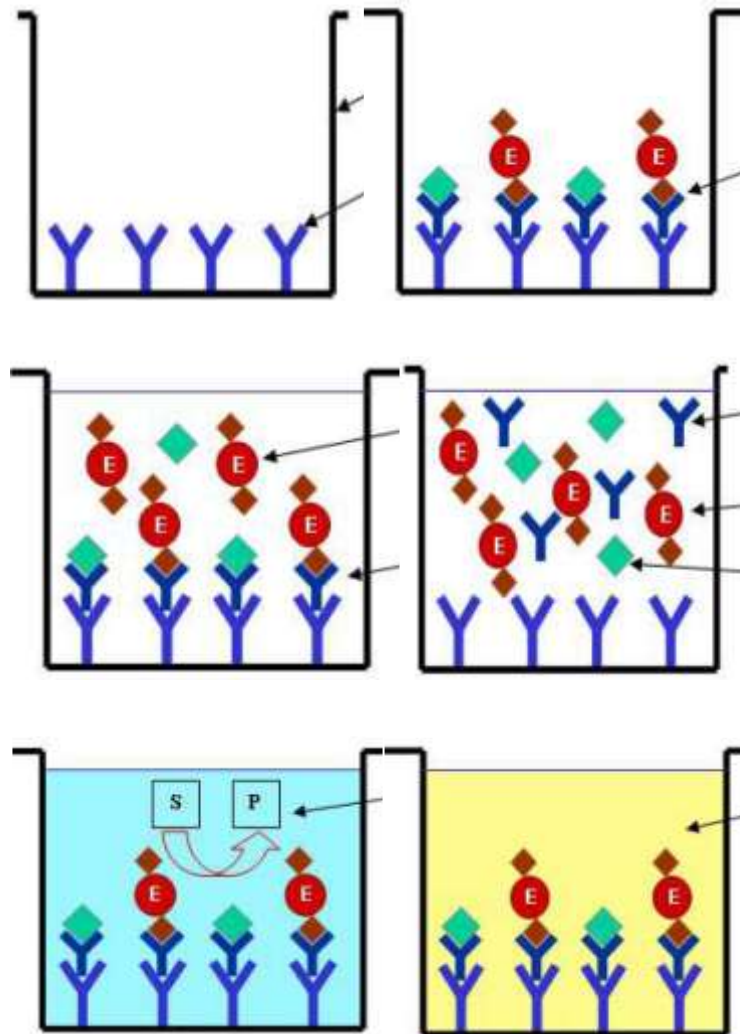


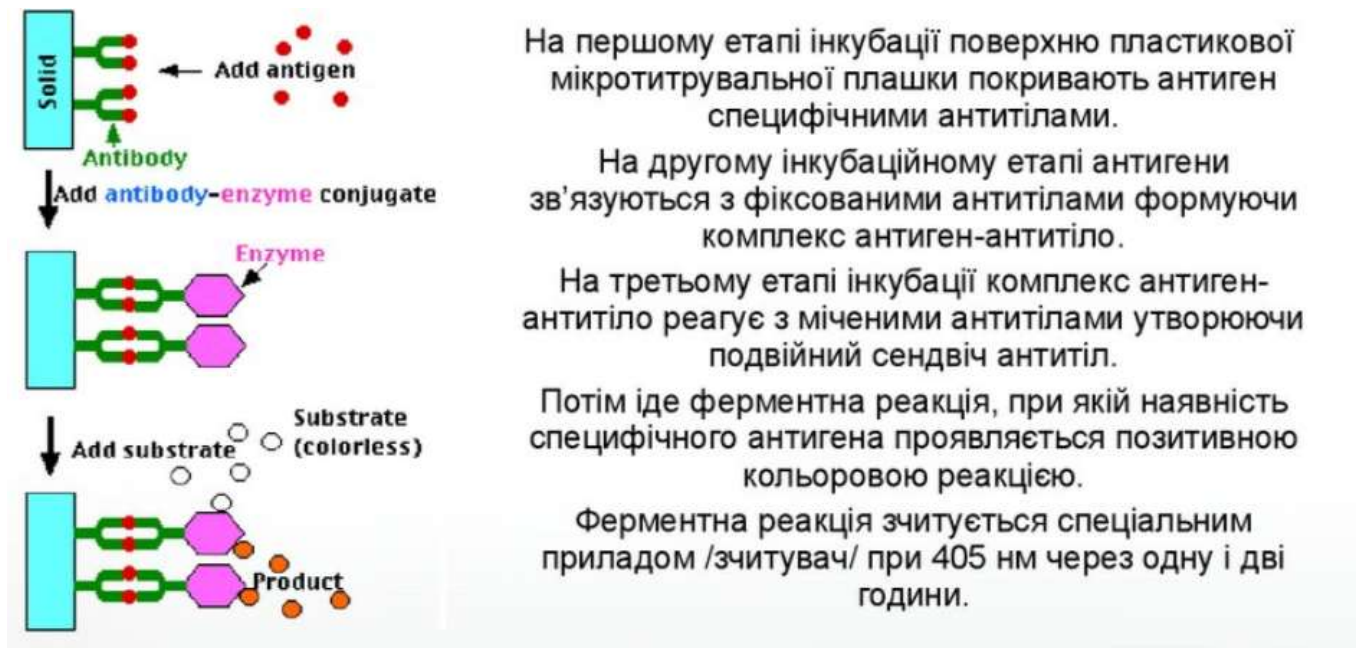
Рис. 76. Перебіг імуноферментного аналізу

Після промивання вільні молекули кон'югату видаляються з лунок планшету. Потім в лунки дозується розчин з субстратом і хромогеном. Під час інкубації ферментний фрагмент молекули кон'югату, що знаходиться на поверхні лунки, каталізує хімічну реакцію, перетворюючи безбарвний субстрат

у забарвлений продукт. Після інкубації додається стоп-реагент, і розчин змінює колір з голубого на жовтий.

Інтенсивність забарвлення в лунках ІФА-планшету пропорційна концентрації мікотоксину: чим яскравіший колір, тим нижча концентрація мікотоксину. Обробка результатів може проводитись як вручну, так і за допомогою спеціалізованого програмного забезпечення. Тривалість аналізу варіюється від 1 до 3 годин.

Схема проведення імуноферментного аналізу включає наступні етапи:



6.2. Визначення мікотоксинів методом ВЕРХ

Етапи пробопідготовки для визначення мікотоксинів методом ВЕРХ включають: Подрібнення: роздрібнення зразка для полегшення подальшої екстракції. Зважування: визначення точного обсягу зразка. Екстракція: виділення мікотоксинів з матриці за допомогою розчинника. Фільтрація: очищення екстракту від твердої фази. Пропускання через імуноафінну колонку: очищення зразка за допомогою антитіл, які зв'язуються з мікотоксином. Відмивання: видалення не зв'язуваних компонентів. Елюювання токсину: виведення мікотоксину з колонки. Аналіз на рідинному хроматографі: визначення концентрації мікотоксину за допомогою ВЕРХ. Імуноафінна

хроматографія дозволяє очищати зразки на основі утворення комплексу антиген-антитіло та концентрувати аналіт. Процесінг зображена на рис.77.

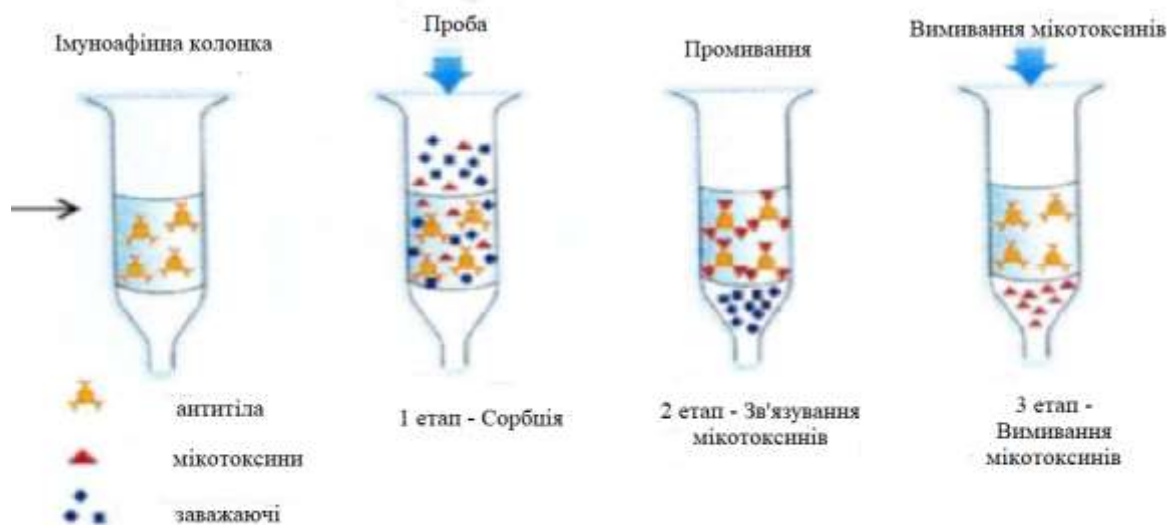


Рис. 77. Схематичне зображення імуноафінної колонки та стадії очистки і концентрування аналізу

Так, використання імуноафінної хроматографії підвищує відсоток вилучення аналіту з проби, що дозволяє значно покращити точність детекції мікотоксинів. Це досягається завдяки високій специфічності взаємодії антиген-антитіло, що забезпечує ефективне очищення зразка та зменшує втрати аналіту під час підготовки проби.

6.3. Твердофазна екстракція

Твердофазна екстракція (ТФЕ) – це метод пробопідготовки, який полягає у концентруванні та відділенні аналіту від матриці за допомогою твердофазних сорбентів, з подальшим елююванням (екстракцією) за допомогою певних розчинників (рис. 78).

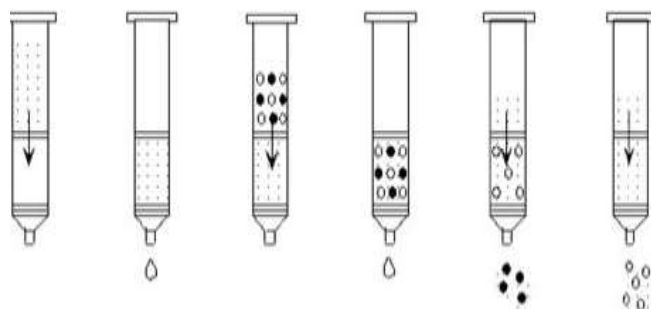


Рис. 78. Особливості проведення твердофазної екстракції

ТФЕ дозволяє зменшити час пробопідготовки, знижує витрати розчинників і покращує точність та правильність аналізу. Основними цілями методу твердофазної екстракції (ТФЕ) є:

1. Очищення проби від небажаних домішок: видалення непотрібних компонентів для зменшення фону та покращення точності аналізу.
2. Концентрування компонентів проби: збільшення концентрації аналіту для полегшення його виявлення в наступних етапах аналізу.
3. Переведення компонентів проби на іншу матрицю: зміна форми чи розчинності аналіту для оптимізації подальшої обробки або детекції.

6.4. Методика визначення НТ-2 токсину в зерні методом вискоефективної рідинної хроматографії з флюорометричним детектуванням (ВЕРХ/ФЛД)

Вискоефективна рідинна хроматографія (ВЕРХ) – це метод, який має численні переваги. Висока селективність: можливість точного відокремлення мікотоксинів від інших компонентів матриці. Відтворюваність: забезпечення стабільних результатів при повторних аналізах. Низькі межі виявлення: здатність виявляти мікотоксини в дуже низьких концентраціях. Через ці характеристики ВЕРХ є основним методом для визначення вмісту мікотоксинів, на якому базується більшість нормативно-технічних документів.

Короткий перелік нормативних документів для визначення мікотоксинів у зернових культурах із використанням рідинної хроматографії:

ГОСТ 31691: Зерно і продукти його переробки, комбікорми. Визначення вмісту зеараленона методом ВЕРХ.

EN 15891:2010: Продукти харчові. Визначення дезоксиниваленола в продовольчому зерні, продуктах його переробки та продуктах на зерновій основі для харчування грудних дітей і дітей раннього віку методом ВЕРХ з імуноафінною колонною очисткою екстракту.

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 методом ВЕРХ 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 методом ВЕРХ з постколонковою дериватизацією.

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.

Ці документи визначають методи для аналізу мікотоксинів у різних зернових продуктах, зокрема для фумонізинів, афлатоксинів, зеараленону та інших токсинів.

Вибір методу визначення мікотоксинів залежить від цілей аналізу, доступних ресурсів і необхідної точності. Для швидкого скринінгу використовуються методи, як ІФА, а для точних результатів – ВЕРХ чи LC-MS. Також важливими факторами є досвід персоналу і обладнання, доступне для аналізу.

Реактиви. У дослідженнях використовуються сертифіковані стандарти НТ-2 токсину фірми Rbiorpharm (концентрація 100 мкг/мл). Для приготування робочих розчинів проводиться розведення в ацетонітрилі (99,9 %, HPLC) до концентрацій 5, 1 і 0,25 мкг/мл. Для дериватизації НТ-2 токсину в стандартних і дослідних зразках використовуються 1-антоїлнітрил (Wako Chemicals) і 4-диметиламінопіридин (Sigma-Aldrich), розчини яких готуються в толуолі (99,8 %, HPLC) з концентраціями 0,325 і 0,3 мг/мл відповідно.

Підготовка зразків стандартних розчинів НТ-2 токсину. Для дослідження відбирають аліквоту стандартного розчину і висушують її. До

сухого залишку додають дериватизуючі реагенти – 1-антоїлнітрил і 4-диметиламінопіридин. Дериватизовану суміш інкубують протягом 15 хвилин за температури 50 °С, після чого охолоджують на льодяній бані протягом 15 хвилин. Охолоджений дериватизат висушують на роторному випарювачі при температурі 30 °С, а сухий залишок розчиняють у мобільній фазі.

Підготовка зразків зерна. До 5 г подрібненого зразка зерна додають 10 мл 80 % розчину метилового спирту. Суміш струшують протягом 10 хвилин, після чого центрифугують за величини фактора розділення 3000 g і температури 4 °С протягом 5 хв. Аліквоту супернатанту розводять водою в співвідношенні 1:5. 10 мл розведеного розчину (еквівалентно 1 г зразка) очищують від матричних домішок методом імуно-афінної хроматографії з використанням колонок, що містять антитіла до Т-2 і НТ-2 токсинів на поверхні стаціонарної фази (R-biopharm, Німеччина). Очищені екстракти випаровують в потоці азоту і додають реагенти для утворення флуоресціюючого комплексу з НТ-2 токсином.

Параметри хроматографічної системи. Робота проводиться на системі вискоєфективної рідинної хроматографії (ВЕРХ) виробництва Varian (США). Використовується колонка Microsorb 100 C18 (5 мкм, 250 мм, 4,6 мм) від Varian (США). Бінарна градієнтна система елюентів складається з рухомої фази А: води, та рухомої фази В: ацетонітрилу. Елюенти повинні бути попередньо фільтровані та 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 складає 1 мл/хв. Об'єм проби для ін'єкції становить 0,05 мл. Температура колонки підтримується на рівні 40 °С. Для флуоресцентного детектора використовуються довжина хвилі збудження 380 нм

і довжина хвилі емісії 470 нм. Тривалість аналізу – 60 хв, включаючи 40 хв на стабілізацію колонки. Умови розділення розробляються з урахуванням існуючих описів в літературі та можуть бути відтворені при наявності відповідного хроматографічного та допоміжного обладнання.

Аналітична система Raptor в поєднанні з тестовими наборами **Reveal Q+** і **Reveal Q+MAX** від NEOGEN CORPORATION (США) забезпечує високоточний та швидкий аналіз мікотоксинів. Ця система дозволяє проводити скринінг мікотоксинів в різних продуктах і зернових культурах, використовуючи тест-смужки, які прості у використанні і забезпечують точні результати в короткий час. Комбінація цих інструментів дозволяє ефективно і надійно визначати наявність токсичних речовин, що робить їх особливо корисними для швидкої перевірки якості продуктів на етапах виробництва та обробки.

Переваги системи Raptor/Reveal Q+ та Reveal Q+MAX:

1. Простий процес роботи – оператору достатньо додати екстрагований зразок, і система автоматично розпочне аналіз, надаючи результати без необхідності додаткових дій з його боку.
2. Адаптивність – можливість аналізу на будь-якому етапі технологічного процесу, що дозволяє інтегрувати систему в різні етапи виробництва.
3. Сумісність – система дозволяє інтегрувати дані в єдину базу, що забезпечує зручність для подальшого оброблення і аналізу результатів.
4. Масштабованість – можливість одночасного запуску кількох зразків, що підвищує ефективність і продуктивність аналізу.

Мікотоксини: взяти загрозу під контроль

Мікотоксини — це токсичні сполуки, що утворюються різними видами цвілевих грибів на продуктах рослинного походження. Вони можуть мати серйозний вплив на здоров'я людини, включаючи канцерогенну дію. Мікотоксини часто утворюються при високій вологості та температурі, що створює сприятливі умови для розвитку цвілі на зернових, горіхах, спеціях, сухофруктах, травах та готових харчових продуктах. Найбільшу небезпеку для здоров'я представляють: *афлатоксини*, *дезоксиніваленол (DON)*, *фумонізини*,

охратоксини, зеараленон, трихотеценові мікотоксини типу А (Т-2/HT-2). Ці мікотоксини можуть бути стійкими до термічної обробки, що ускладнює їх знищення в процесі приготування їжі.

Система Raptor/Reveal Q+ та Reveal Q+MAX дозволяє швидко і точно виявляти мікотоксини за 3-6 хвилин, забезпечуючи швидкий кількісний аналіз і достовірні результати для контролю якості продукції.

Інноваційний експрес-аналіз мікотоксинів. Система Raptor/Reveal Q+ та Reveal Q+MAX складається з комплексної аналітичної платформи Raptor, що поєднує інкубатор та рідер для тест-смужок, а також тестових наборів для визначення мікотоксинів. Вона автоматизує процес аналізу, забезпечує точні результати і дозволяє зберігати дані, покращуючи ефективність лабораторії та знижуючи ймовірність помилок оператора.

Переваги системи Raptor:

1. Можливість одночасного аналізу до трьох зразків.
2. Контроль температури, часу та об'єму зразка під час аналізу.
3. Запатентований картридж, що забезпечує точний об'єм зразка (350-450 мкл).
4. Запобігання повторному аналізу вже проаналізованих тест-смужок.
5. Вбудоване сховище для зберігання до 2000 результатів.
6. Великий сенсорний екран з візуальними підказками.
7. Автоматична передача даних на ПК для архівації та обробки через програму Data Manager System.



Рис. 79. Raptor працює разом з тестовими наборами Reveal Q+ і Reveal Q+MAX

Компанія Neogen пропонує різноманітні набори тестів для виявлення мікотоксинів. Інноваційна технологія Reveal Q+ і Reveal Q+MAX забезпечує точні та відтворювані результати аналізу, що робить її ефективним інструментом для швидкої перевірки продуктів на наявність токсичних грибкових речовин.

Тест-смужки Reveal Q+ і Reveal Q+MAX забезпечують швидкі результати за кілька хвилин, при цьому не вимагають складного навчання персоналу або дорогого обладнання. Використовуючи рідер Raptor, оператору достатньо додати зразок — система автоматично контролює об'єм, температуру та час аналізу, забезпечуючи високоякісні результати з мінімальними зусиллями.

Переваги тест-смужок Reveal Q+ і Reveal Q+MAX:

- ✓ Висока точність та відтворюваність результатів.
- ✓ Штрих-код на смужках, що містить інформацію про тип аналізу, номер партії та термін її дії.
- ✓ Можливість сканування ID зразка та автоматичне внесення даних у систему.
- ✓ Кількісні результати в діапазоні 2-30000 ppb (мкг/кг) в залежності від мікотоксину.
- ✓ Підготовка зразків для аналізу за допомогою водної екстракції, що є універсальним для всіх наборів Reveal Q+MAX. Один зразок можна використовувати для тестування до 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 є ефективним інструментом для контролю мікотоксинів у різних сферах, таких як: 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 та багато іншого. Ця система дозволяє швидко й точно визначати мікотоксини, що важливо для забезпечення безпеки продукції на всіх етапах її виробництва.

6.5. Визначення спор сажки методом мікологічної експертизи зерна пшениці

Сажка – це захворювання рослин, збудником якого є різні види грибків, здатних уражати лише конкретні зернові культури. Грибки, зокрема роду *Fusarium* і *Penicillium*, можуть спричиняти утворення мікотоксинів у зерні, що становить загрозу для здоров'я людини та тварин, оскільки ці токсини є шкідливими навіть у малих концентраціях. Розвиток сажки спочатку не

помітний, але з часом рослина починає відставати в рості, а уражені частини (колос, стебло або волоть) стають ослабленими. Проблема мікотоксинів з такими грибками є актуальною, оскільки ці речовини можуть накопичуватися в зернових і подальше споживання заражених продуктів може бути небезпечним для людини та тварин. Дослідження щодо впливу кладоспорієвих грибів на утворення мікотоксинів є недостатньо вивченими, тому важливо виявляти такі зараження для запобігання токсичному впливу на здоров'я.

Визначення спор сажки методом мікологічної експертизи зерна пшениці (рис. 80). Процес аналізу сажкових грибів у зерні за допомогою мікроскопічного методу складається з кількох етапів. *Підготовка робочих проб:* вибирається чотири робочі проби по 100 зерен кожна (рис. 81). Зерна заливають дистильованою водою та збовтують протягом 5 хвилин для отримання суспензії спор. *Центрифугування:* суспензії переливають в центрифужні пробірки та центрифугують протягом 10-15 хвилин за 1000-2000 об/хв для осадження спор. *Обробка осаду:* після центрифугування з пробірок обережно видаляється 9 см³ надосадової рідини, а осад скаламучується піпеткою Пастера. *Приготування препаратів:* з кожної пробірки готуються два препарати для мікроскопічного дослідження. *Мікроскопічний аналіз:* препарати переносяться в камеру Горяєва, де під мікроскопом оцінюється загальний фон заспореності суспензії. В залежності від цього вибирається відповідний квадрат камери для зручності підрахунку спор. Якщо концентрація спор дуже низька, можна підраховувати їх по всій площі камери. *Ідентифікація спор:* для ідентифікації сажкових спор використовують морфологічні ознаки за допомогою нормативного документа ДСТУ 3768:2019.

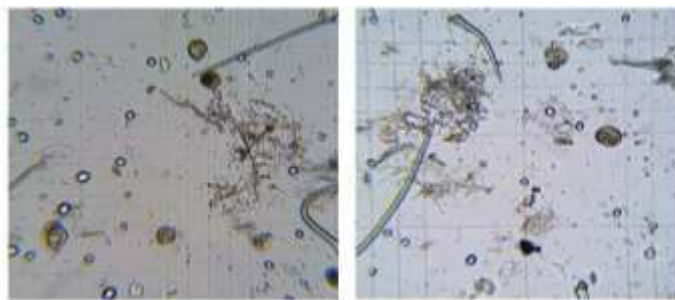


Рис. 80. Спори сажки

Лічильник насіння (рис. 81) – це прилад, призначений для точного підрахунку насіння за допомогою спеціальних механізмів або сенсорних систем, що забезпечують високу точність і швидкість підрахунку.



Рис. 81. Лічильник насіння Contador, Pfeuffer

Лічильник насіння – це корисний інструмент для лабораторій, який дозволяє швидко та точно визначати кількість насіння або зерен. Завдяки високій швидкості підрахунку та універсальності у використанні, він ідеально підходить для визначення фізичних властивостей зерна, зокрема маси 1000 зерен, як зазначено в ISO 520.

Універсальна лабораторна центрифуга (рис. 82) призначена для широкого спектру застосувань у лабораторних дослідженнях. Вона має можливість регулювання часу та швидкості центрифугування, що дозволяє проводити точні дослідження з різними зразками. Камера ротора виготовлена з нержавіючої сталі, що підвищує її довговічність та стійкість до зношування. Крім того, центрифуга може бути оснащена різними роторами, що дозволяє виконувати різноманітні завдання, від аналізу біологічних зразків до більш специфічних досліджень у зернових лабораторіях.



Рис. 82. Універсальна лабораторна центрифуга

Камера Горяєва 2-секційна з покривним склом (рис. 83) використовується для підрахунку кількості клітин, спор, або інших мікрочасток у рідинах. Вона складається з двох основних частин: товстого предметного скла, на якому є прямокутне поглиблення (камеру) з мікроскопічною сіткою для вимірювання, та тонкого покривного скла, яке закриває зразок. Ця конструкція дозволяє рівномірно розподілити зразок по камері та здійснювати точний підрахунок за допомогою мікроскопа. Камера Горяєва широко використовується в лабораторних дослідженнях, зокрема для визначення чисельності клітин у суспензіях, таких як спори сажкових грибків у зразках зерна.



Рис. 83. Камера Горяєва

Мікроскоп біологічний (рис. 84) є важливим інструментом для мікологічної експертизи зерна, зокрема для визначення спор сажки. Він використовується відповідно до стандарту ДСТУ 3768:2019 «Пшениця. Технічні умови» для ідентифікації патогенів і аналізу зразків зерна. Мікроскоп дозволяє точно досліджувати зразки та визначати наявність різних мікроорганізмів, таких як грибки, що можуть бути присутніми в зерні, і забезпечує високу точність для перевірки правильності ідентифікації патогенів.

Переваги біологічного мікроскопа. Збільшення до 1000x (можливість до 1600x – опційно) для більш детального розгляду зразків. Світлодіодне освітлення, що забезпечує стабільне і чітке освітлення об'єктів. Надійність конструкції, що дозволяє використовувати мікроскоп у лабораторних умовах тривалий час без збоїв. Можливість використання різних методів контрастування, таких як фаза контрасту чи інші, для покращення видимості клітин або мікроорганізмів. Широкий вибір окулярів і об'єктивів для адаптації до різних типів досліджень. Можливість дооснащення цифровою камерою для збереження і аналізу зображень. Програмне забезпечення камери для аналізу та обробки зображень, що дозволяє проводити точні заміри об'єктів. Ці характеристики роблять мікроскоп ефективним інструментом для проведення лабораторних досліджень і аналізів.



Рис. 84. Мікроскоп біологічний

Для проведення лабораторних аналізів додатково знадобляться такі інструменти та обладнання: Циліндр мірний на 10 мл (ГОСТ 1771-74) для точного вимірювання об'ємів рідин. Пробірка для центрифуги, 15 мл для проведення центрифугування зразків. Штатив для пробірок на 20 гнізд, ПЕ для організації пробірок під час експерименту. Піпетка Пастера, 160 мм, 3,0 мл, градуйована, ПЕ для точного дозування рідин. Стакан високий з носиком і градуванням 50 мл (ГОСТ 25336-82) для вимірювання та переливання рідин. Ваги лабораторні 2-го класу точності, 210 г / 0,001 г для точного зважування матеріалів. Дільник-змішувач зерна для рівномірного поділу та змішування зразків зерна. Аквадистилятор для отримання чистої дистильованої води. Таймер для контролю часу під час проведення експериментів. Ці інструменти дозволяють проводити точні та ефективні лабораторні дослідження.

Мікотоксини – токсичні речовини, які утворюються мікроскопічними пліснявими грибами, зазвичай в умовах підвищеної вологості та температури. Вони можуть серйозно вплинути на здоров'я та якість сільгосппродукції. Для виявлення мікотоксинів використовують методи хроматографії, імуноафінні тести та флуоресцентні детектори.

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. ДСТУ (Державний Стандарт України) 2422-94 Зерно заготівельне і постачальне. Терміни та визначення.
6. ДСТУ ISO 21570:2005 «Продукти харчові. Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом. Кількісні методи на основі аналізування нуклеїнової кислоти».
7. ДСТУ ISO 21571:2008 «Продукти харчові – Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом – Екстрагування нуклеїнової кислоти».
8. ДСТУ-П CEN/TS 15568:2008 «Продукти харчові – Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом – Відби-рання проб».
9. ДСТУ (Державний Стандарт України) 10840:2019 Зерно. Метод визначення натури.
10. ДСТУ (Державний Стандарт України) ISO 520:2015 Зернові і бобові. Визначення маси 1000 зерен (ISO 520:2010, IDT).
11. ДСТУ (Державний Стандарт України) 7697:2015 Крупи гречані. Технічні умови.
12. ДУ «РІВНЕНСЬКА ОБЛАСНА ФІТОСАНІТАРНА ЛАБОРАТОРІЯ». Методи фітосанітарної експертизи (аналізи). <https://ppt-online.org/892405>
13. Жемела Г.П., Шеманьов В.І., Олексюк О.М. Технологія зберігання і переробки продукції рослинництва. Полтава, 2003. 415 с.

14. 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.
15. 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.
16. 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.
17. Методи визначення показників якості рослинницької продукції / О.М. Гончар, А.В. Андрущенко, А.В. Пількевич та ін. К.: Алефа, 2000. 144 с.
18. 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>
19. 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.
20. Попереля Ф. О. Генетична інтерпретація електрофореграм геліантиніну насіння F1 соняшнику / Ф. О. Попереля // Цитология и генетика. 2000. Т. 34. № 2. С. 84–90.
21. 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.
22. 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.
23. Усова З. В. Алелі високомолекулярних глютенінів у родоходах сучасних сортів пшениці м'якої озимої / З. В. Усова // Селекція і насінництво. 2011. Вип.99. С. 130–138.
24. Adami Christoph. Information theory in molecular biology. Physics of Life Reviews 1.1. 2004. P. 3-22.
25. Block, Richard J., Raymond Le Strange, and Gunter Zweig. Paper Chromatography: A Laboratory Manual. Elsevier, 2013.

26. 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.
27. 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.
28. 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.
29. Higuchi R. Kinetic PCR Analysis: Real-time monitoring of DNA amplification reactions// Biotechnology. 1993. № 11. 1026–1030.
30. 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.
31. 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.
32. 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.
33. Nei M. Molecular evolutionary genetics / Nei M. New York: Columbia Univ. Press, 1987. 512 p. ISBN 0231063210.
34. Nollet, Leo ML, ed. Chromatographic analysis of the environment. CRC Press, 2005.
35. 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.
36. Plant Molecular Biology (A Laboratory Manual). 1997. Melody S. Clark (Ed.) Springer-Verlag Berlin Heidelberg. P. 1–25, 54–74, 305–328.
37. 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.
38. 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.
39. 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.
40. Компанія SocTrade. <https://soctrade.ua/obladnannya/katalog/>
41. ТОВ «Вента Лаб». <https://ventalab.ua/>
42. Компанія «ХІМЛАБОРРЕАКТИВ». <https://apk.hlr.ua/>

43. ТОВ «МАНКОР». <https://mankor.ua/ua/>

44. Компанія "АЛСІ-ХРОМ". <https://www.alsichrom.com/ua/>

Підписано до друку 29.06.2023. Формат 60x84 1 / 16.

Ум. друк. арк. 18,95.

Папір офсетний. Гарнітура Times New Roman.

Друк цифровий. Замовлення № 215

ФОП Обдимко О.С., м. Дніпро,

Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої

діяльності у Державний реєстр видавців,

виготовлювачів і розповсюджувачів видавничої

продукції серія ДК №6033 від 20.02.2018 р.,

наклад 50 прим.