

IRINA KOSCELOVSKIENĖ
INGA PUPELIENĖ

MAISTO BIOCHEMIJOS

laboratorinių darbų
metodinė priemonė
(1 dalis)





TECHNOLOGIJŲ FAKULTETAS
MAISTO TECHNOLOGIJŲ KATEDRA

IRINA KOSCELKOVSKIENĖ
INGA PUPELIENĖ

**MAISTO BIOCHEMIJOS LABORATORINIŲ
DARBŲ METODINĖ PRIEMONĖ**

1 DALIS

Kaunas, 2017

TURINYS

ĮVADAS.....	3
1. ŽALIAVŲ IR MAISTO PRODUKTŲ SUDĖTIS IR JOS ANALIZĖS METODAI.....	4
1.1. BALTVMŲ KIEKIO NUSTATYMAS.....	4
1.2. RIEBALŲ KIEKIO NUSTATYMAS	12
1.3. ANGLIAVANDENIŲ KIEKIO NUSTATYMAS.....	22
1.4. DRĖGMĖS IR SAUSŲJŲ MEDŽIAGŲ KIEKIO NUSTATYMAS	24
2. ATSKIRŲ GRUPIŲ ŽALIAVŲ IR PRODUKTŲ ANALIZĖS METODAI	33
2.1. PIENO IR PIENO PRODUKTŲ SAVYBIŲ VERTINIMAS.....	33
2.1.1. Pieno ir pieno produktų rūgštingumo nustatymas	33
2.1.2. Pieno tankio nustatymas	36
2.1.3. Laktozės kiekio nustatymas jodometriniu metodu.....	38
2.1.4. Cheminių medžiagų piene nustatymo metodai.....	40
2.1.5. Pieno fermentų aktyvumo tikrinimas	43
2.1.6. Vitamino C kiekio nustatymas piene.....	45
2.1.7. Mineralinių medžiagų nustatymas piene	48
2.1.8. Pieno termostabilumo nustatymas	50
2.1.9. Pieno fermentinis traukinimas	52
2.2. GRŪDŲ IR JŲ PRODUKTŲ SAVYBIŲ VERTINIMAS.....	53
2.2.1. Drėgmės kiekio nustatymas grūduose ir jų produktuose	53
2.2.2. Riebalų kiekio nustatymas duonos, pyrago ir kituose konditeriniuose gaminiuose	58
2.2.3. Cukrų kiekio nustatymas duonos ir pyrago gaminiuose	64
2.2.4. Miltinių kepinų ir konditerijos gaminių rūgštingumo ir šarmingumo nustatymas	67
2.2.5. Duonos ir pyrago kepinų akytumo nustatymas.....	72
2.2.6. Glitimo kiekybinis ir kokybinis akytumas grūduose ir jų produktuose	74
2.2.7. Fermentų aktyvumo įvertinimas rauguose	82
2.2.8. Valgomosios druskos kiekio nustatymas grūdų produktuose titrimetriniu būdu.....	87
3. SAVIKONTROLĖS KLAUSIMAI TEMŲ GILINIMUISI.....	88
LITERATŪRA.....	90
PRIEDAI	94

IVADAS

Maisto biochemijos žinios yra būtinos visose pagrindinėse, su maistu susijusiose mokslo šakose: maisto inžinerijoje, maisto biotechnologijoje. Ypatingai svarbu suprasti biocheminius pokyčius maisto technologijoje, įskaitant produktų gamybą, perdirbimą, konservavimą, platinimą, saugą ir kokybę. Kiekviena iš minėtų sričių yra tiesiogiai susijusi su dabartinėmis maisto produktų komercializavimo pastangomis suteikiant jiems naują vertę. Norint įgyvendinti nacionalinės teisės aktus ir tarptautinius reglamentus, biochemija taikoma maisto produktų gamybos, ženklavimo, atsekimo ar transportavimo reikalavimų atitikties įvertinimui.

Maisto biochemija suteikia žinių apie maisto produktų sudėtį, jų komponentų pokyčius technologinio proceso metu, kuris ne tik turi įtakos produkto fizikinėms-cheminėms, juslinėms savybėms, bet ir žmonių sveikatai. Maisto biochemijos žinios leidžia maisto technologams ir maisto saugos ir kokybės specialistams racionalizuoti ir plėtoti efektyvesnes strategijas gaminant, laikant ir padedant išsaugoti maisto produktų stabilumą ir kokybę.

Biocheminiai procesai didesniu ar mažesniu laipsniu vyksta visuose maisto žaliavose ir produktuose. Pvz. vaisiuose ir daržovėse vykstantys natūralūs biocheminiai pokyčiai po derliaus nuėmimo nulemia jų laikymo sąlygas, mėsoje ir žuvyje vykstantys pokyčiai daro įtaką vartotojų priimtinumui, o technologinis apdorojimas ir mechaninis poveikis – pagrindinių maistingų ir biologinių medžiagų pokyčiams. Vykstančių reakcijų supratimas leidžia kontroliuoti procesus ir išsaugoti maistinę vertę.

Laboratorinių darbų metodinė priemonė suteiks studentams žinių apie pagrindinius žaliavų ir maisto produktų komponentus, juose vykstančius biocheminius procesus ir pokyčius bei šių procesų įtaką maisto produktų kokybei. Studentai įgis gebėjimų ir įgūdžių saugiai dirbti laboratorijoje, vertinti biocheminių pokyčių įtaką apdorojamų žaliavų ir produktų kokybei, parinkti tinkamiausius technologinius procesus, išsaugančius produktų maistinę vertę, analizuoti ir apibendrinti rezultatus, suformuluoti išvadas bei jas pagrįsti.

Pagrindiniai reikalavimai tiek nacionaliniu, tiek regioniniu mastu keliami pagrindinėms sudedamosioms žaliavų ir maisto produktų dalims, todėl pirmoje šio leidinio dalyje studentas pirmiausia turi susipažinti su jų analizės metodais. Metodinėje priemonėje pateikiami baltymų, riebalų, angliavandenių ir drėgmės (sausųjų medžiagų) bendriniai nustatymo metodai ir konkreti biocheminės analizės metodika pienui ir grūdams bei jų produktams.

Antroje metodinės priemonės dalyje bus supažindinama su mineralinių medžiagų, fermentų, vitaminų ir kt. bendriniais nustatymo metodais ir konkrečiau aprašomi mėsos/žuvies ir jų produktų bei fermentacijos pramonėse taikomi biocheminiai analizės metodai.

1. ŽALIAVŲ IR MAISTO PRODUKTŲ SUDĖTIS IR JOS ANALIZĖS METODAI

1.1. BALTYMŲ KIEKIO NUSTATYMAS

Azotas įeina į baltymų nukleolinių rūgščių, fosfoproteidų ir kitų junginių sudėtį, todėl augalinėje ir gyvūninėje žaliavoje vienų ar kitų junginių pavidalu visuomet bus azotinių medžiagų.

Azotinių medžiagų, įeinančių į maisto produktų sudėtį, didžiausią dalį sudaro baltymai. Baltymų yra tiek augaluose, tiek gyvūninės kilmės produktuose, jų įsisavinimas yra skirtingas: gyvūninės kilmės baltymai organizmo įsisavinami geriau – net iki 96 %, kai tuo tarpu augaliniai baltymai tik 70 – 85 % (1 lentelė).

1 lentelė. Baltymų kiekiai maisto produktuose (T.P.Coultate, 2002; H. Geenfield, 2003)

Maisto produktas	Baltymų kiekis, %	Maisto produktas	Baltymų kiekis, %
Balta duona	8,4	Pienas	3,2
Pilno grūdo duona	9,2	Sūris (Čedaris)	25,5
Ryžiai	2,6	Natūralus jogurtas	5,7
Makaronai	3,6	Pieniški ledai	3,6
Kukurūzų dribsniai	7,9	Kiaušiniai	12,5
Sojos pienas	2,9	Jautiena	20,3
Šviežios bulvės	1,7	Aviena	20,8
Konservuotos pupelės	5,2	Paukštiena	20,5
Pupelės, baltosios	21,0	Kalautiena	19,5
Lęšiai (sausai)	24,3	Menkės filė	17,4
Soja	31,9	Triušiena	21,1
Šaldyti žirneliai (apvirti)	6,0	Tuno konservai	27,5
Šparaginės pupelės	2,9	Pieniškas šokoladas	8,4
Kopūstai (švieži)	1,7	Džemas	0,6
Grybai (švieži)	1,8	Migdolai	21,1
Avokadas	1,7	Medus	0,8
Obuoliai	0,4	Razinos	2,1
Bananai	1,2	Žemės riešutai (kepinti)	25,5

Technologinio proceso metu, veikiant fermentams, baltymai hidrolizuojasi iki peptonų, peptidų, amino rūgščių. Jie įvairiai veikia pagamintus produktus: dalyvauja susidarant aromatinėms bei dažančioms medžiagoms, suteikia gaminiams skonio pilnumą, kai kuriems gėrimams putojimą ir kitas savybes.

Baltyminės medžiagos produktuose gali būti nustatomos įvairiais metodais. Pats seniausias baltymų nustatymo metodas yra 1883 m. mokslininko Kjeldalio pasiūlytas ir jo vardu pavadintas metodas. Tai klasikinis metodas ir plačiai taikomas iki šiol.

Taip pat gali būti taikomi kiti metodai: fotometriniai, kolorimetriniai, nefelometrinis, spalvinių reakcijų (Lauri, Biureto reagento ir kt.) ir kiti.

BALTYMŲ KIEKIO NUSTATYMAS PAGAL AZOTO KIEKĮ

Pagal savybę iškristi nuosėdomis, veikiant įvairiems elementams, azotinės medžiagos skirstomos:

- baltyminės azotinės medžiagos (baltyminis azotas);
- nebaltyminės azotinės medžiagos (nebaltyminis azotas).

Bendras azotas – tai baltyminio ir nebaltyminio azoto suma.

Nebaltyminio azoto maisto produktuose randama labai mažai, pvz. piene apie 5 % bendro azoto kiekio). Azoto kiekis įvairiems baltymams yra specifinis ir gana pastovus. Bendrą baltymų kiekį galima apskaičiuoti:

$$k = \frac{100}{N_x}$$

k – koeficientas

N_x – azoto baltymuose kiekis, %.

Pieno baltymams k naudojamas nuo 6,37 iki 6,40. Dažniausia priimamas 6,38, laikant, kad pieno baltymuose yra 15,65 % azoto. Kadangi daugelio baltymų azoto kiekis yra 16 %, todėl dažnai taikomas 6,25 perskaičiavimo koeficientas. Mėsos jungiamojo audinio baltyminių medžiagų nustatymui naudojamas perskaičiavimo koeficientas 5,62, kadangi azoto kiekis kolagene siekia 17,8 %. Kitų maisto produktų perskaičiavimo koeficientai ir azoto kiekis pateikiami 2 lentelėje.

2 lentelė. Maisto produktų perskaičiavimo koeficientai ir azoto kiekis
(A.Sugintienė, E.Trečiokienė, 2013)

Maisto produktas	Koeficientas	Azoto kiekis	Maisto produktas	Koeficientas	Azoto kiekis
Kviečiai	5,83	17,15	Sezamo sėklos	5,30	18,87
Kvietiniai miltai	5,70	17,54	Žemės riešutai	5,46	18,32
Makaronai	5,70	17,54	Sojos pupelės	5,71	17,51
Ryžiai	5,95	16,81	Kokoso riešutai	5,30	18,87
Avižos	5,83	17,15	Pienas ir kiti pieno produktai	6,38	15,67
Miežiai	5,83	17,15	Sviestas	6,38	15,67
Saulėgrąžos	5,30	18,87	Riebalai, aliejus	6,38	15,67
Mėsa, žuvis	6,25	16	Mėsos/žuvies jungiamasis audinys	5,62	17,80
Daržovės	6,25	16	Kiti produktai	6,25	16

Bendro azoto kiekis piene yra nuo 0,45 iki 0,63 %. Baltyminio azoto šiek tiek mažiau. Jo kiekis svyruoja nuo 0,43 iki 0,60 %. Baltyminio azoto kiekis apskaičiuojamas iš bendro azoto kiekio atėmus nustatytą nebaltyminio azoto kiekį.

Nebaltyminio azoto piene nedaug (nuo 0,017 iki 0,044 %). Jam nustatyti iš tiriamojo pieno pavyzdžio pašalinami baltymai (kazeinas, albuminas ir globulinas). Baltymai gali būti pašalinami, juos nusodinant trichloracto rūgštimi ir nufiltruojant.

Tirpių baltymų azoto kiekis piene yra nuo 0,068 iki 0,117 %. Šis azotas apskaičiuojamas, imant nekazeininio ir nebaltyminio azoto kiekių skirtumą.

Nekazeininis azotas – tai albuminai, globulinai ir nebaltyminio azoto formų suma. Nustatant nekazeininį azotą, iš pieno išskiriamas kazeinas, kuris nusodinamas acto rūgštimi ir nufiltruojamas.

Kazeininio azoto piene yra nuo 0,362 iki 0,538 %. Kazeininis azotas apskaičiuojamas, imant nustatyto bendro azoto kiekio ir nekazeininio azoto kiekio skirtumą.

KJELDALIO METODAS

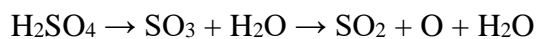
Šio metodo esmė – kaitinant pieną arba kitus maisto produktus su koncentruota sieros rūgštimi, baltyminės medžiagos oksiduoja iki galutinių skilimo produktų (H_2O , CO_2 ir NH_3).

Išskirtas amoniakas surišamas rūgštimis, po to titruojant randamas jo kiekis, kurį dauginant iš atitinkamo koeficiento, apskaičiuojamas bendras baltymų kiekis.

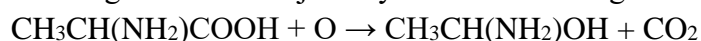
Galima išskirti 3 pagrindines analizės stadijas:

– **Mineralizacija (sudeginimas, oksidacija)** – mėginys kaitinamas Kjeldalio kolboje su koncentruota sieros rūgštimi ir katalizatoriais. Kaitinant rūgštis suskyla į SO₂, H₂O ir aktyvų deguonį, kuris oksiduoja mėginio organinių junginių anglį ir vandenilį iki CO₂ bei H₂O, o azotas išsiskiria NH₃ pavidalu.

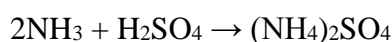
Kaitinant sieros rūgštis skyla į sieros rūgšties anhidridą, atominį deguonį ir vandenį:



Susidaręs atominis deguonis oksiduoja baltymus bei aminorūgštis taip:

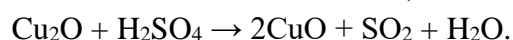


Išsiskyrę dujos ir vanduo išgaruoja, o azotas NH₃ pavidale su sieros rūgštimi sudaro amonio sulfatą ir lieka tirpale:



Baltymų sudeginimui (oksidacijai) pagreitinti gali būti naudojami įvairūs katalizatoriai: Hg, Cu, Se, CuO, HgO, P₂O₅, H₂O₂, CuSO₄ x 5 H₂O, HgSO₄. Sieros rūgšties degimo temperatūra yra 330 °C, tačiau pridėjus K₂SO₄ degimo temperatūrą galima pakelti iki 390 °C arba dar aukščiau, tai priklauso nuo rūgšties ir druskos santykio. Tačiau reikia atminti, kad per didelis druskos kiekis gali pakelti degimo temperatūrą virš 400 °C, ko pasekoje lakieji azoto junginiai gali išgaruoti.

Katalizuojantis priedamų medžiagų poveikis pagrįstas deguonies pernaša iš sieros rūgšties organiniams junginiams, pvz., naudojant oksidą:

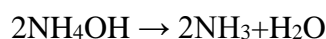
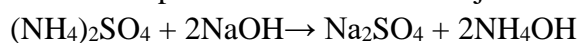


Išsiskyręs deguonis oksiduoja organinius junginius.

Naudojant kalio ar vario sulfatą deginimas vyksta be nuostolių, tik trunka gana ilgai. Naudojant seleno ir kitų stipriai oksiduojančių medžiagų mišinį, deginimo laikas sutrumpėja beveik 0,5 val., bet netenkama dalies azoto, kurio nuostolius galima sumažinti kartu naudojant HgO, nes gyvsidabrio-amonio kompleksas yra atsparesnis oksidacijai nei laisvos amino druskos. Naudojant H₂O₂ analizės trukmė sutrumpėja, tačiau gaunamos 0,1—0,2 % didesnės reikšmės.

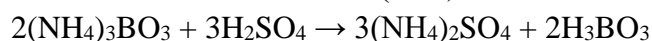
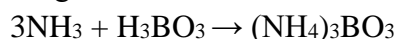
– **Distiliavimas:**

Amonio sulfatas suardomas stipriais šarmais ir distiliuojamas vandens garais:



– **Titravimas:**

Besidistiliuojantis amoniakas surišamas boro arba sieros rūgštimis. Pirmuoju atveju susidaro amonio boratas, kuris nutitruojamas rūgštimi:

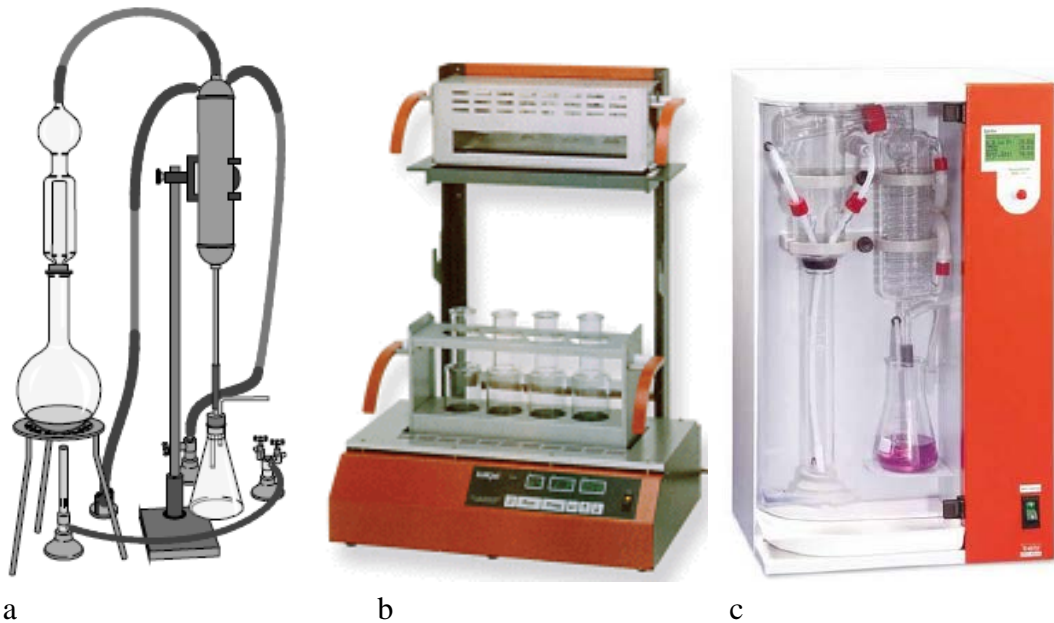


Antruoju atveju, kai amoniakas surišamas sieros rūgštimi, sieros rūgšties perteklius nutitruojamas šarmais.

Pagal sunaudotą 0,1 N rūgšties kiekį, kurio reikia amoniakui surišti arba amonio boratui nutitruoti, apskaičiuojamas azoto ir baltymų kiekis tiriamame produkte.

Naudojama boro rūgštis išsiskyrusiam amoniakui surišti turi privalumų: nebūtina tirpalą atmatuoti labai tiksliai, svarbu tik tiksliai rūgšties koncentracija.

Įranga, taikoma analizei, pateikiama 1 paveiksle.



1 pav. Klasikinis Kjeldalio įrenginys (a) ir modernus Kjeldalio įrenginys (b ir c), kur b – mineralizavimo įrenginys, c – Kjeldalio distiliavimo ir titravimo įrenginys.

Azoto kiekio nustatymas ir bendro baltymų kiekio apskaičiavimas atliekamas remiantis LST EN ISO 8968-1:2014, LST EN 12135:2001 ir LST ISO 937:2000.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti azoto ir baltymų kiekius maisto produktuose.



Reagentai:

- Koncentruota sieros rūgštis (H_2SO_4), tankis $1,84 \text{ g/cm}^3$;
- distiliuotas vanduo;
- 40 % arba 50 % natrio šarmas (NaOH);
- 3 % boro rūgštis (H_3BO_4);
- $CuSO_4 \times 5 H_2O$ (tirpalas $0,05 \text{ g/ml H}_2O$) arba 30 % vandenilio peroksidas (H_2O_2);
- 0,01 N druskos rūgštis (HCl);
- Taširo indikatorius tirpalas (2 g metilraudonojo ir 1 g metileno mėlynojo ištirpinama 1000 ml 95 % etanolio);
- Lakmuso popierėlis.

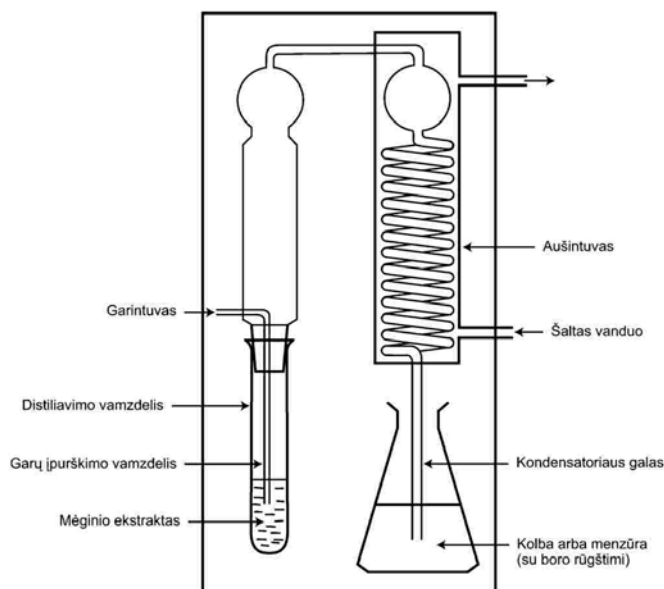


Įranga, priemonės:

- Svarstyklės
- Kjeldalio kolbos;
- 300 ml kūginė kolba;
- 10, 25, 50 ir 100 ml matavimo cilindrai;
- Biuretės;
- Mineralizavimo įrenginys;
- Kjeldalio aparatas.

Darbo eiga:

Po 0,5–1,0 g tiriamo produkto mėginio sudedama į Kjeldalio kolbas, įpilama 10-20 ml koncentruotos H_2SO_4 , 1 ml $CuSO_4 \times 5 H_2O$ arba 30 % H_2O_2 . Kjeldalio kolbos mineralizavimo aparate lėtai kaitinamos 15-20 min, kad skystis neputotų. Kolba atvėsinama, įlašinami keli lašai $CuSO_4 \times 5 H_2O$ arba H_2O_2 ir vėl kaitinama. Kartojama tol, kol mineralizatas tampa skaidrus, t. y. kol produkto mineralinės medžiagos suskyla ir lieka tik mineraliniai junginiai. Kolbos atvėsinamos. Amoniakui distiliuoti mėginiai praskiedžiami distiliuotu vandeniu ir perpilami į 100 ml matavimo kolbas. Pilama distiliuoto vandens iki žymės kolbos kaklelyje ir gerai sumaišoma.



2 pav. Kjeldalio prietaiso distiliavimo įranga

Kiekviena Kjeldalio kolba prijungiama prie distiliavimo įrangos (2 pav.). Kondensatoriaus išėjimo vamzdelio galiukas turi būtų pamerktas į kūginę 300 ml talpos kolbą distiliatui surinkti. Į ją įpilama 25 ml 3 % boro rūgšties (H_3BO_3) tirpalo ir 2–3 lašai Taširo indikatorius tirpalo.

Į distiliavimo kolbą įpilama 2-5 ml mineralizato ir 10 ml 40-50 % natrio hidroksido (NaOH) tirpalo. Distiliuojama 15–20 min. Skiriantis amoniakui, borato spalva iš rausvos keičiasi į žalią. Norint patikrinti, ar visas amoniakas išsiskyrė iš mineralizato, ant lakmuso popierėlio užlašinama distiliato. Distiliatas titruojamas HCl tirpalu, kol distiliato spalva iš žalios spalvos tampa rausva. Tokiomis pat sąlygomis distiliuojamas ir titruojamas kontrolinis (tuščias) mėginys (distiliuotas vanduo).

Rezultatų skaičiavimas:

Azoto kiekis (N) % arba $g \cdot 100 \text{ g}^{-1}$ tiriamame mėginyje skaičiuojamas atsižvelgiant į tyrimui paimtos medžiagos masę, titruojant sunaudotos HCl kiekį, jos koncentraciją ir praskiedimą:

$$N = \frac{0,00014 \cdot (V_1 - V_0) \cdot B \cdot 100}{m \cdot b}$$

0,00014 – azoto kiekis, kurį sujungia 1 ml 0,01 N HCl g,

V_1 – 0,01 M HCl kiekis, sunaudotas iš distiliuojamo mineralizato išsiskyrusiam amoniakui sujungti ml,

V_0 – 0,01 M HCl kiekis, sunaudotas tuščiajam mėginiui titruoti ml,

B – mėginio, mineralizuoto Kjeldalio kolboje, praskiedimo tūris ml ($B = 100$),

b – distiliuoti paimtas mineralizato kiekis ml (jeigu distiliuojamas visas mineralizuotas mėginys ($B = b$), šis dydis lygus m),

m – analizuoto mėginio masė g,

100 – daugiklis perskaičiuoti azotui, nustatytame mėginyje, į 100 g produkto.

Azotas perskaičiuojamas į baltymus naudojantis atitinkamais perskaičiavimo koeficientais (2 lentelė).

BALTYMŲ IŠSKYRIMAS, FRAKCIONAVIMAS IR NUSODINIMAS

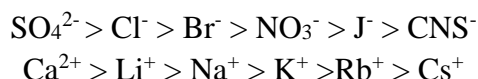
Tirpūs baltymai iš audinių ekstrahuojami atitinkamais tirpikliais. Dažniausiai tam naudojami druskų tirpalai. Gautuose ekstraktuose yra įvairių baltymų. Keičiant druskų tirpalų koncentraciją ir tirpalų pH taip, kad pH atitiktų atskirų baltymų izoelektrinį tašką, iš baltymų mišinio galima išskirti grynus baltymus arba atskiras jų frakcijas.

Baltymus iš tirpalų galima nusodinti įvairiais būdais. Priklausomai nuo nusodinimo būdo ir tam naudojamų reagentų baltymai gali būti nusodinami grįžtamai arba negrįžtamai. Pirmuoju atveju, baltymams nusėdant, jų molekulių struktūra ir kitos savybės pakinta nežymiai, todėl jie vėl gali ištirpti atitinkamame tirpiklyje. Antruoju atveju pakinta baltymų molekulių struktūra, ir taip nusodinti baltymai jau nebeištirpsta tame tirpiklyje, iš kurio jie buvo nusodinti. Negrįžtamai nusėdanti, baltymai denatūruojasi. Denatūruodamiesi baltymai praranda savo natūralias biologines ir fizikines-chemines savybes, pasidaro mažiau higroskopiški, netirpūs vandenyje. Negrįžtamai baltymai nusėda jų tirpalus virinant, veikiant sunkiųjų metalų druskomis, mineralinėmis ir organinėmis rūgštimis, alkaloidiniais reagentais. Grįžtamai baltymai nusodinami veikiant jų tirpalus neutraliomis druskomis (NaCl, (NH₄)₂SO₄, MgSO₄ ir kt.), t.y. juos išsūdant, taip pat veikiant alkoholiu (žemoje temperatūroje).

Baltymų nusodinimo reakcijos svarbios tuo, kad jomis galima tirti baltymų savybes, išskirti baltymus iš kitų medžiagų mišinių, nustatyti baltymų kiekį įvairiuose audiniuose bei organizmo skysčiuose, atskirti atskirų baltymų frakcijas ir t.t.

Didelę praktinę reikšmę turi baltymų išsūdymas didelės koncentracijos neutralių druskų tirpalais. Išsūdyimo reakcijos yra glaudžiai susijusios su baltymų makromolekulių dehidratacija ir jų elektrinio krūvio neutralizacija. Įvairiems baltymams išsūdyti reikalingi nevienodos koncentracijos tų pačių druskų tirpalai.

Išsūdymas priklauso ir nuo naudojamos druskos. Pavyzdžiui, natrio chloridas nusodina silpniau, negu amonio sulfatas, nes jo dehidratuojamasis pajėgumas yra mažesnis. Jonų dehidratuojamasis pajėgumas kinta tokia tvarka:



Dėl šios priežasties, pvz. globulinai nusėda visiškai prisotintame tirpale ir pusiau prisotintame amonio sulfato tirpale.

BALTYMŲ IŠSŪDYMAS NEUTRALIOMIS DRUSKOMIS



Reagentai:

- natrio chloridas;
- 1 % acto rūgštis ;
- prisotintas amonio sulfato tirpalas ((NH₄)₂SO₄);
- 10 % NaOH;
- 1 % CuSO₄.



Įranga, priemonės:

- 250 ml kūginės kolbos;
- 50, 100 ir 800 ml stiklinės.
- Mėgintuvėliai;
- Lašintuvas;
- 5 ir 20 ml pipetės;

Darbo eiga:

Baltymų tirpalo paruošimas: dviejų kiaušinių baltymai sumaišomi su 500 ml vandens. Mišinys nufiltruojamas ir filtratas naudojamas tyrimams.

Baltymų išsūdymas natrio chloridu

Į mėgintuvėlį įpilama 5 ml baltymų tirpalo ir pridedama gerai susmulkinto natrio chlorido tiek, kad tirpalas būtų sotus. Po kelių minučių atsiranda globulinų nuosėdos. Šios nuosėdos nufilmuojamos. Filtrate lieka albuminai, kurie neutralioje aplinkoje neiškrinta net visiškai prisotinus natrio chloridu.

Į filtratą įlašinama 1 lašas 1 % acto rūgšties ir virinama. Silpnai parūgštintą tirpalą virinant iškrinta albuminų nuosėdos. Po kelių minučių albuminas nufiltruojamas. Patikrinama, ar filtrate nėra baltymų (Biureto reakcija).

Biureto reakcija – rodo peptidinės jungties buvimą baltymuose.

Į 5 lašus filtrato įlašinami 3 lašai 10 % NaOH ir 1 lašas 1 % CuSO₄ tirpalo. Jei filtratas nusidažo violetine spalva, vadinasi filtrate yra peptidinių jungčių.

Baltymų išsūdymas amonio sulfatu

Į mėgintuvėlį įpilama 5 ml baltymų tirpalo ir 5 ml sotaus amonio sulfato tirpalo. Viskas gerai sumaišoma. Pusiau prisotintame amonio sulfato tirpale iškrenta globulinai. Po 5 min šios nuosėdos nufiltruojamos. Filtrate lieka albuminai. Į filtratą pridedama smulkiai sutrinto amonio sulfato tiek, kad tirpalas būtų prisotintas. Tuomet iškrenta albuminų nuosėdos. Jas nufiltravus, patikrinama ar filtrate nėra baltymų (Biureto reakcija – žiūrėti aukščiau). Tyrimų rezultatai pateikiami 3 lentelėje.

3 lentelė. Baltymų išsūdyimo rezultatų pateikimo lentelė

Naudojamas baltymų tirpalas	Kas nusodinama šiame tirpale	Kas nusodinama virinant filtratą, kuris gaunamas, atskyrus nuosėdas ir parūgštinus filtratą	Biureto reakcija	Kas nusodinama pusiau prisotinus baltymų tirpalą amonio sulfatu	Kas nusodinama prisotinus baltymų tirpalą amonio sulfatu	Biureto reakcija

BALTYMŲ NUSODINIMAS



Reagentai:

- albuminų tirpalas;
- 96 % etilo alkoholis;
- 80 – 90 % acetono tirpalas;
- 1 % acto rūgštis;
- Koncentruota azoto, sieros ir druskos rūgštys;
- 1 % vario sulfatas.



Įranga, priemonės:

- Mėgintuvėliai;
- Lašintuvas;
- 5 ir 20 ml pipetės;
- 250 ml kūginės kolbos;
- 50, 100 ir 800 ml stiklinės.

Darbo eiga:

Albuminų ir globulinų tirpalo paruošimas: trijų kiaušinių baltymai gerai sumaišomi su 700 ml distiliuotu vandeniu ir 300 ml prisotinto natrio chlorido tirpalo ir nufiltruojami per kelis kartus sulankstytą filtrą (marlę).

Albuminų tirpalo paruošimas: kiaušinio baltymas sumaišomas su 20 kartų didesniu vandens kiekiu ir nufiltruojamas per kelis kartus sulenktą filtrą (marlę).

Nusodinimas organiniais tirpikliais

Organiniai tirpikliai (etilo alkoholis, acetonas, esteris ir kt.) sumažina vandens tirpalų dielektrinę konstantą. Sumažėjus dielektrinei konstantai, sumažėja baltymų jonizaciją, o kartu ir jų tirpumas.

Nusodinant alkoholiu, baltymų tirpalai turi būti silpnai parūgštinti arba neutralūs (bet ne šarminiai). Reakcija geriau vyksta, kai yra elektrolitas (pvz., natrio chloridas). Baltymų nusodinimo alkoholiu reakcija yra grįžtamoji, jeigu alkoholiu veikiama trumpai ir žemoje temperatūroje. Ilgai veikiami alkoholio baltymai denatūruojasi ir nusėda negrįžtamai.

Darbo eiga:

Į 1 ml baltymų tirpalo įpilama 1,5- 2 ml 96 % etilo alkoholio ir gerai supurtoma. Reagentai turi būti atšaldyti iki 0 °C. Iškritusios baltymų nuosėdos vėl ištirpsta, praskiedus mišinį vandeniui.

Į 1 ml baltymų tirpalo įpilama 1,5- 2 ml 80- 90 % acetono ir gerai suplakama. Susidaro baltymų nuosėdos.

Nusodinimas šildant

Šildomi baltymai denatūruojasi ir agreguojasi, o dėl to ir koaguliuoja. Koaguliavę baltymai dažniausiai jau nebeištirpsta. Denatūruojantis baltymams, suyra baltyminių dalelių struktūra, pakinta jų savybės, o kartu sumažėja jų hidratacinis pajėgumas.

Izoelektriniame taške baltymai koaguliuoja lengviau ir greičiau. Kadangi daugelio baltymų izoelektrinis taškas yra esant silpnai rūgščiai aplinkai, tai, šiek tiek parūgštinus tirpalą ir jį šildant, baltymai greičiau koaguliuoja.

Darbo eiga:

Į du mėgintuvėlius įpilama po 1 ml baltymų tirpalo. Į vieną mėgintuvėlį įlašinamas 1 lašas 1 % acto rūgšties. Abu mėgintuvėliai šildomi. Mėgintuvėlyje, kuriame buvo acto rūgšties, baltymai koaguliuoja greičiau.

Kazeino, albumino ir globulino nusodinimas iš pieno

Kazeinas nusodinamas (išskiriamas) silpnais rūgščių tirpalais, o albuminas ir globulinas – virinant skaidrą filtratą, kuris gaunamas nusodinant kazeiną.



Reagentai:

- 3 % acto rūgšties tirpalas ;
- distiliuotas vanduo;



Įranga, priemonės:

- | | |
|---|---|
| <ul style="list-style-type: none">- 250 ml kūginė kolba;- 100 ml matavimo cilindras;- 5 ir 25 ml pipetės; | <ul style="list-style-type: none">- Piltuvėlis;- Mėgintuvėliai;- Stovas mėgintuvėliams;- Filtravimo popierius; |
|---|---|
-

Darbo eiga:

Į kūginę kolbą įpilama 20 ml pieno ir jis atskiedžiamas 100 ml distiliuoto vandens. Iš biuretės lašinama 3 % acto rūgšties tirpalas, kol atsiranda kazeino dribsniai (sunaudojama 3- 5 ml 3 % acto rūgšties tirpalo).

Kazeino nuosėdos nufiltruojamos. Mėgintuvėlyje užvirinama 3-5 ml gauto filtrato ir stebima, kaip atsiranda smulkūs baltos spalvos dribsniai (laktoalbuminas ir laktoglobulinas).

Parakazeino išskyrimas iš pieno**Reagentai:**

2 % šliužo fermento arba pepsino vandeninis tirpalas

**Įranga, priemonės:**

- Porcelianinis indelis;
- 100 ml matavimo cilindras;
- 5 ir 20 ml pipetės;
- Mentelė;
- Termometras;
- Kaitlentė.

Darbo eiga:

Į porcelianinį indelį įpilama apie 40-50 ml pašildyto iki 35-40 °C temperatūros pieno. Į pieną greitai maišant įpilama 5 ml 2 % šliužo fermento arba pepsino vandeninio tirpalo. Pienas nemaišomas 2- 3 min.

Stebimas standaus parakazeino sutraukos susidarymas. Sutrauka perpjaunama mentele, pašildoma iki 45 °C temperatūros ir stebimas pieno serumo (išrūgų) atsiradimas pjūvio vietoje.

1.2. RIEBALŲ KIEKIO NUSTATYMAS

Riebalai – tai pagrindinė lipidų grupės organinė medžiaga, randama ir augalinėje, ir gyvūninėje žaliavoje (4 lentelė).

4 lentelė. Bendras riebalų kiekis maisto produktuose (T.P.Coultate, 2002, H. Geenfield, 2003)

Maisto produktas	Riebalų kiekis, %	Maisto produktas	Riebalų kiekis, %
Balta duona	1,9	Kiaulių taukai	99,0
Kvietiniai miltai	1,3	Aliejus	99,9
Ruginiai miltai	1,4	Kumpis (keptas)	42,2
Grikių kruopos	3,3	Margarinas	81,6
Pilno grūdo miltai	2,2	Sviestas	81,7
Perlinės kruopos	1,1	Pieniški ledai	9,8
Pupelės	2,0	Menkės filė	0,7
Avokadas	26,4	Menkė (kepta)	10,7
Sluoksniuota tešla	40,6	Paukštiena (kepta)	5,4
Nugriebtas pienas	0,1	Kalakuto filė (kepta)	1,4
Nenugriebtas pienas	3,9	Skumbė (rūkyta)	30,9
Sojos pienas	1,9	Lašiša (rūkyta)	4,5
Plakta grietinėlė	63,5	Braziliniai riešutai	68,2
Sūris (Čedaris)	34,9	Pieniškas šokoladas	30,3
Kiaušinio baltymas	pėdsakai	Žemės riešutai (kepinti)	49,8
Kiaušinio trynis	30,5	Kiaulienos dešra (kepta)	24,6

Riebalai netirpsta vandenyje, tačiau labai gerai tirpsta įvairiuose organiniuose tirpikliuose. Panaudojant šia riebalų savybę, yra parengti beveik visi riebalų kiekio nustatymo metodai, pagrįsti mėginio ekstrahavimu įvairiais organiniais tirpikliais ir riebalų kiekio nustatymu ekstrakte ar ekstrahuojamame mėginyje. Tam tikslui naudojami žemos virimo temperatūros, lengvai nuo riebalų atskiriami tirpikliai: eteris, chloroformas, acetonas, dichloretanas ir kt. Dar efektyviau riebalus iš tiriamo mėginio galima išekstrahuoti naudojant skirtingo poliariškumo tirpiklių mišinius – binarinius tirpiklius (chloroformas + etanolis, chloroformas + metanolis ir kt.)

Riebalų ekstrahavimas iš maisto produktų mėginių tirpikliais priklauso nuo:

- riebalų sąveikos su konkreto produkto komponentų pobūdžio ir laipsnio,
- vandens kiekio produkte,
- ekstrakcijos trukmės,
- kita.

Vanduo, esantis tiriamo produkto audiniuose, trukdo riebalų difuzijai iš mėginio į tirpiklį, todėl prieš ekstrakciją drėgmė iš bandinio turi būti pašalinama

Riebalų kiekiui nustatyti taikomi įvairūs metodai, dažniausiai – **ekstrakcijos metodai**.

Yra keturios riebalų kiekio nustatymo metodų grupės:

1. Metodai įgalinantys visiškai išskirti riebalus iš mėginio, vykdant *daugkartinį jų ekstrahavimą tirpikliu* specialiaame tam skirtame prietaise. Iš gautos ištraukos pašalinamas tirpiklis, o likutis išdžiovinamas ir pasveriamas.

2. Metodai, numatantys riebalų išskyrimą iš mėginio, leidžiant *nusistovėti su tirpikliu*. Mėginiai patalpinami kolboje su pritrintu kamščiu ir laikomi nustatyta laiką. Po to tirpalas filtruojamas, tirpiklis distiliuojamas, o likutis išdžiovinamas ir pasveriamas.

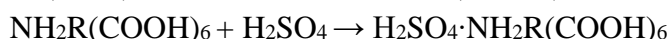
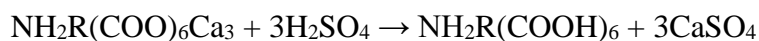
3. Metodai, kai produktų mėginiai apdorojami *daugkartine ekstrakcija tirpikliu*, kol riebalai visiškai pereina į jį. Pašalinus riebalus mėginio likutis išdžiovinamas, pasveriamas ir pagal masės skirtumą (prieš ir po ekstrahavimo) nustatomas riebalų kiekis produkte.

4. Metodas, kai mėginys *apdorojimas tirpikliu, turinčiu didelį lūžio koeficientą*. Riebalams perėjus į tirpiklį jis filtruojamas ir analizuojamas refraktometru.

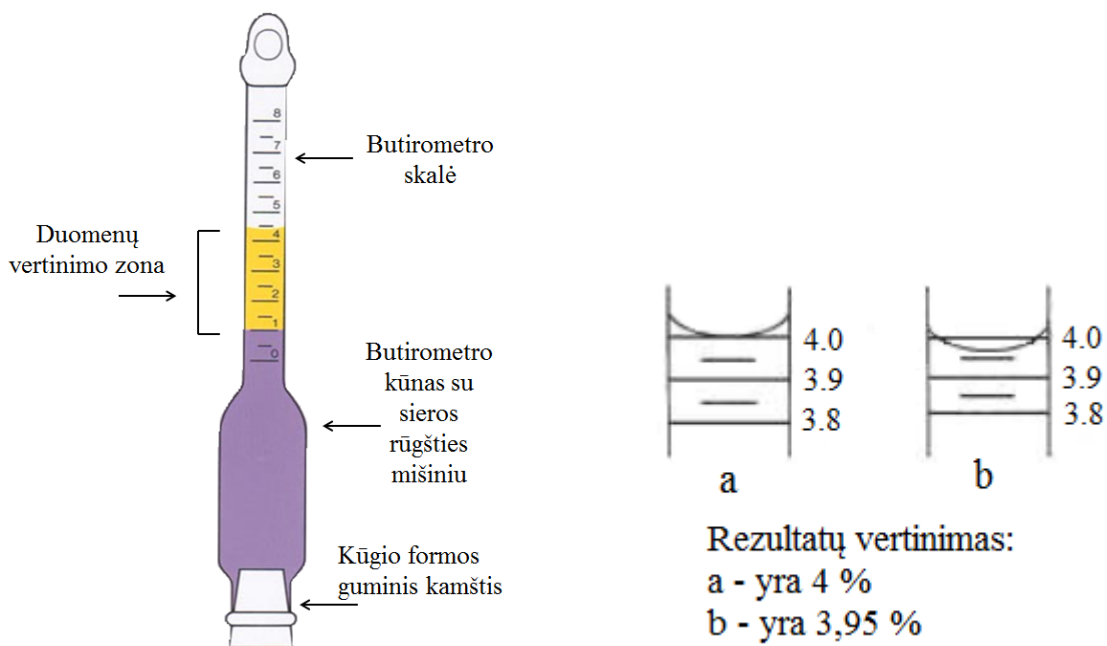
RŪGŠTINIS – GERBERIO METODAS

Rūgštinis – Gerberio metodo (butirometrinio, centrifugavimo) **esmė** – riebalų išskyrimas iš tiriamojo pavyzdžio, veikiant jį koncentruota sieros rūgštimi, izoamilo alkoholiu, temperatūra ir išcentrine jėga.

Analizė atliekama specialiuose prietaisuose – butirometruose. Koncentruota rūgštis suardo riebalų apvalkalėlius, o pieno produktams paverčia kazeino kalcio fosfatą tirpia kazeino sieros rūgšties druska.



Izoamilo alkoholis centrifuguojant (1000-1200 aps/min greičiu) padeda riebalams išsiskirti ir veikia kaip stiprus deemulgatorius. Sudaręs su sieros rūgštimi esterį, izoamilo alkoholis ištirpsta sieros rūgštyje ir neturi įtakos tiriamojo pavyzdžio riebalų kiekiui. Išsiskyre riebalai sulimpa į vientisą masę bei susirenka viršutinėje graduotoje butirometro dalyje, kur ir fiksuojamas jų kiekis.



3 pav. Butirometras ir rezultatų vertinimo pavyzdys

Riebalų kiekio nustatymas rūgštiniu-Gerberio metodu atliekamas remiantis LST ISO 11870:2009 ir kt.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti riebalų kiekius maisto produktuose taikant rūgštinį – Gerberio metodą.



Reagentai:

- Koncentruota sieros rūgštis (H_2SO_4), tankis 1,81-1,82 g/cm^3 (kai kurių rūšių produktams, pvz., ledai, fermentiniai sūriai naudojama H_2SO_4 , tankis 1,50-1,55 g/cm^3);
- Distiliuotas vanduo;
- Izoamilo alkoholis.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės
- Matavimo cilindrai;
- Biuretės;
- Porcelianinė lėkštė;
- Stiklinės lazdelės;
- Kaitlentė;
- Centrifuga;
- Vandens vonia;
- Butirometras.

Darbo eiga:

Žinant apytikslų produkto riebumą pasirenkamas tinkamų matavimo ribų butirometras.

Į sausą švarų butirometrą, nesušlapinant jo kaklelio, automatine pipete atsveriamas tiriamas pieno produktas, po to reikiamas kiekis koncentruotos sieros rūgšties ir izoamilo alkoholio (produktų ir reagentų kiekiai pateikiami 5 lentelėje). Jei tiriamas skystas produktas (pvz., pienas) – pradžioje įleidžiama koncentruota sieros rūgštis, toliau atsargiai, kad skysčiai nesusimaišytų, priglaudus pipetės galą prie butirometro sienelės, suleidžiamas tiriamas produktas ir izoamilo alkoholis.

Ruošiant mėsos arba žuvies žaliavas bei jų produktus, į porcelianinę lėkštelę atsveriamas bandinys ir stikline lazdele atsargiai sumaišoma su 5 ml konc. sieros rūgšties. Lėkštelė atsargiai kaitinama 5-10 min, neleidžiant užvirti mišiniui, kol susidaro vienalytė tamsi masė. Ši masė per piltuvėlį perpilama į butirometrą, kur jau įpilta 5 ml konc. sieros rūgšties. Į butirometrą dar įpilama 2- 4 ml izoamilo alkoholio, butirometras užkemšamas guminiu kamščiu.

5 lentelė. Produktų ir reagentų kiekiai būtini analizei atlikti

Produktas	Produkto kiekis	Distiliuotas vanduo, ml	Konc. sieros rūgštis, ml	Izoamilo alkoholio kiekis, ml
<i>Taikoma koncentruota sieros rūgštis, tankis 1,81-1,82 g/cm³</i>				
Pienas	10,77 ml	-	10	1
Skysti rauginti pieno produktai (rūgpienis, kefyras, jogurtas ir kt.)	11 g	-	10	1
Grietinė, grietinė, varškė, varškės gaminiai	5 g	8	10	1
Sausas nenugriebtas pienas, sausos pasukos ir išrūgos	1,5 g	4 - 5	10	1
Sausa grietinė	2,5 g	4 - 5	10	1
<i>Taikoma koncentruota sieros rūgštis, tankis 1,84 g/cm³</i>				
Duona ir pyrago gaminiai	2 g	-	9+10	10
<i>Taikoma koncentruota sieros rūgštis, tankis 1,50-1,55 g/cm³</i>				
Valgomieji ledai	5 g	-	16	1
Fermentiniai ir lydyti sūriai	1,5 g	-	18 - 20	1
Mėsa ir mėsos gaminiai	2 g	-	10	2 - 4
Žuvis ir žuvies gaminiai	2 g	-	10	2 - 4
Sviestas	2,5 g	-	Kaip nurodyta žemiau	1

Visais atvejais paruošto pavyzdžio skysčio lygis butirometre turi būti 4-6 mm žemiau butirometro kaklelio pagrindo. Norint pakeisti skysčio lygį, į butirometrą iš pipetės įpilama distiliuoto vandens. Paruošto tolimesniam tyrimui butirometro kaklelis turi būti sausas. Tada truputį daugiau negu iki pusės butirometro kaklelio įstumiamas sausas kamštelis ir butirometras užkemšamas. Kad butirometro turinys gerai susimaišytų ir kad visai ištirptų tiriamojo produkto sudedamosios dalys, užkimštas butirometras kratomas ir vartomas (*tam, kad išvengti galimų nudegimų, butirometrą su analizuojamu mišiniu reikėtų apvynioti rankšluosčiu*).

Parošti butirometrai kamšteliais žemyn statomi į 65 ± 2 °C temperatūros vandens vonią ir ten laikomi 5 min. Tų produktų, kurių baltyminės medžiagos tirpsta sunkiau, nustatant tų produktų riebumą, vandens vonioje pašildyti butirometrai kratomi ir vartomi tol, kol visos baltyminės medžiagos galutinai ištirpsta. Jei butiromete lieka neištirpusių dalelių, jie baigiami tirpinti 73 ± 3 °C temperatūroje.

Išimti iš vandens vonios butirometrai statomi į centrifugos lizdus kamščiais žemyn simetriškai vienas prieš kitus. Jeigu butirometrų skaičius nelyginis, dėl simetrijos dedamas dar toks pat butirometras, pripiltas vandens, sieros rūgštis ir izoamilo alkoholio tokiu pat santykiu, kaip atliekant analizę.

Jei tiriamas pienas ir pieno produktai: butirometrai centrifuguojami 5 min ne mažiau kaip 1000 aps/min greičiu. Koncentruota sieros rūgštis veikia riebalų rutulėlių apsauginį apvalkalėlį. Sumažėjus riebalų rutulėlių paviršiaus įtampai, kartu veikiant išsiskyrusiai šilumai, izoamilo alkoholiui ir išcentriniai jėgai, riebalų rutulėlių apsauginiai apvalkalėliai lengvai atsiskiria ir išsiskiria laisvi riebalai. Išimto iš centrifugos butirometro riebalų stulpelio aukštis kamšteliumi reguliuodamas taip, kad tilptų į graduotos skalės vamzdelį. Kamšteliais žemyn butirometrai statomi į 65 ± 2 °C temperatūros vandens vonią. Vandens lygis vonioje turi būti aukštesnis už riebalų stulpelį butirometre. Po 5 min butirometrai išimami iš vandens vonios ir tuojau pat patikrinimas riebalų stulpelių aukštis, laikant vertikaliai, akių lygyje. Apatinė stulpelio riba kamščiumi nustatoma ties butirometro sveikos skalės padala ir nuo jos skaičiuojamas padalų skaičius iki riebalų stulpelio menisko apatinės ribos (kaip pavaizduota 3 paveiksle).

Jei yra analizuojami mėsos ir žuvies mėginiai, jie kaitinami 70-75 °C temperatūroje vandens vonioje ir 15 min centrifuguojami esant 17 s⁻¹ greičiu, laikantis aukščiau aprašytų reikalavimų.

Riebalų stulpelis turi būti skaidrus, apatinė riba aiški. Jei susidaro drumstos tamsiai geltonos spalvos žiedas arba jei riebalų stulpelyje yra kokių nors priemaišų, analizė turi būti kartojama.

Rezultatų skaičiavimas:

Butirometro rodmenys P (%) apskaičiuojami pagal formulę:

$$P = V - A$$

V – riebalų stulpelio viršutinės ribos rodmenys, %;

A – riebalų stulpelio viršutinės ribos rodmenys, %.

Riebalų kiekis (R) (piene, pasukose, išrūgose, skystuose raugintuose pieno produktuose, grietinėlėje, grietinėje, varškėje ir jos gaminiuose, leduose) apskaičiuojamas pagal šią formulę, %:

$$R = \frac{P \cdot 11}{m}$$

P – butirometro rodmenys, %;

11 – koeficientas butirometro rodmenims perskaičiuoti riebalų masės, %;

m – tiriamojo mėginio masė, g.

Riebalų kiekis (R_s) (sūryje) apskaičiuojamas pagal šią formulę, %:

$$R_s = \frac{R \cdot 100}{100 - D}$$

D – sūrio drėgmės kiekis, %;

R – sūrio riebumas, %.

Apskaičiuojant tirštinto pieno riebumą, butirometro rodmenis reikia dauginti iš koeficiento 2,57, o tirštintos grietinėlės riebumą – iš koeficiento 5,14. Kartu atliktų tyrimų butirometrų duomenų skirtumas negali būti didesnis kaip 0,05 %. Apskaičiuojant sausos grietinėlės riebumą butirometro rodmenis reikia dauginti iš koeficiento 2;

Riebalų kiekis (R) procentas (svieste) apskaičiuojamas pagal šią formulę :

$$R = \frac{P \cdot 5}{m}$$

P – butirometro rodmenys, %;

5 – koeficientas butirometro rodmenims perskaičiuoti riebalų masės, %;

m – tiriamojo mėginio masė, g.

Riebalų kiekis (R) procentas (mėsoje, žuvyje ir jų produktuose) apskaičiuojamas pagal šią formulę :

$$R = \frac{0,01133 \cdot a \cdot 100}{m}$$

0,01133 – riebalų kiekis, atitinkantis vienos butirometro padalos vertę, g;

a – riebalų stulpelio aukštis pagal butirometro skalę;

m – tiriamojo mėginio masė, g.

REFRAKTOMETRINIS METODAS RIEBALŲ KIEKIUI SVIESTE NUSTATYTI

Refraktometrinis metodas – pagrįstas riebalų išekstrahavimu iš mėginio tirpikliu, turinčiu didelį lūžio koeficientą. Pagal tirpiklio ir ištraukos (ekstrakto) lūžio koeficientų skirtumą, apskaičiuojamas riebalų kiekis produkte. Šis metodas taikomas, kai tiksliai žinoma produkte esančių riebalų rūšis, keletu riebalų fizikiniai rodikliai pateikti 6 lentelėje.

6 lentelė. Riebalų fizikiniai rodikliai

Riebalų pavadinimas	Tankis, kg/m ³	Lūžio rodiklis
Žemės riešutų aliejus	914	1,4696
Konditeriniai riebalai	926	1,4724
Garstyčių aliejus	918	1,4769
Lydyti kiauliniai taukai	917	1,4712
Kulinariniai riebalai	926	1,4724
Kukurūzų aliejus	920	1,4745
Fosfatidų koncentratai	922	1,4746
Margarinas	928	1,4690
Saulėgrąžų aliejus	924	1,4736
Sezamų aliejus	919	1,4730
Sojų aliejus	922	1,4756
Sviestas	920	1,4605

Refraktometrinio metodo riebalų kiekiui svieste nustatyti metodo esmė – sviesto, ištirpinto gerokai didesnio lūžio rodiklio tirpiklyje, lūžio rodiklio nustatymas. Kaip tirpiklis paprastai imamas α -monobromnaftalinas, kurio lūžio rodiklis yra 1,6580. Pieno riebalų lūžio rodiklis (žiūrėti angliavandenių nustatymo metodus) gana pastovus (1,4600-1,4640) ir mažesnis už α -monobromnaftalino lūžio rodiklį.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti sviesto riebalų kiekį taikant refraktometrinį metodą.



Reagentai:

- bevandenis natrio sulfatas;
- α -monobromnaftalinas.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės
- Matavimo cilindrai;
- Biuretės;
- Porcelianinė lėkštė;
- Stiklinės lazdelės;
- Filtro popierius;
- Pipetės;
- Refraktometras.

Darbo eiga:

Į porcelianinę lėkštutę pasveriami 10 g sviesto. Norint vandenį surišti, sviestas ištrinamas su 2-3 g bevandenio natrio sulfato ir maišoma stikline lazdele apie 2-3 min. Gautas mišinys ištirpinamas 5 ml α -monobromnaftalino (norint pilnai ištirpinti gautą mišinį, jis gali būti lengvai pašildomas), leidžiama nusėsti baltymams.

Gautas tirpalas filtruojamas, 2-3 lašai filtrato užlašinami ant refraktometro apatinės prizmės. Riebalų kiekis svieste apskaičiuojamas pagal ištirpintų α -monobromnaftaline pieno riebalų lūžio rodiklį, remiantis 7 lentelės duomenimis.

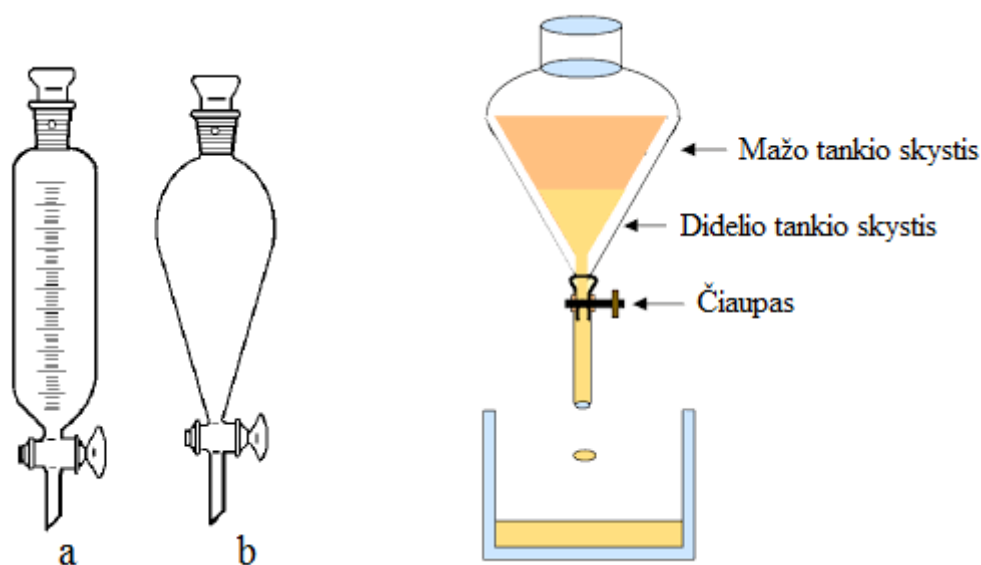
7 lentelė. Riebalų kiekis svieste pagal tirpalo lūžio rodiklį (A.Gudonis, 2000)

Tirpalo lūžio rodiklis	Riebalų kiekis, %	Tirpalo lūžio rodiklis	Riebalų kiekis, %	Tirpalo lūžio rodiklis	Riebalų kiekis, %	Tirpalo lūžio rodiklis	Riebalų kiekis, %
1,5285	90,5	1,5340	80,1	1,5400	70,3	1,5455	62,7
1,5290	89,5	1,5345	79,2	1,5405	69,9	1,5460	62,0
1,5295	88,5	1,5350	78,3	1,5410	68,9	1,5465	61,4
1,5300	88,5	1,5355	77,5	1,5415	68,1	1,5470	60,8
1,5305	86,6	1,5360	76,7	1,5420	67,4	1,5475	60,3
1,5310	85,6	1,5370	75,0	1,5425	66,7	1,5480	59,5
1,5315	84,6	1,5375	74,2	1,5430	66,0	1,5485	58,9
1,5320	83,7	1,5380	73,4	1,5435	65,2	1,5490	58,3
1,5325	82,8	1,5385	72,6	1,5440	64,7	1,5495	57,7
1,5330	81,9	1,5390	71,9	1,5445	64,0	1,5500	57,1
1,5335	81,0	1,5395	71,1	1,5450	63,3	1,5505	56,5

PAGREITINTAS RIEBALŲ KIEKIO NUSTATYMO METODAS (MĖSOS IR ŽUVIES PRODUKTAMS)

Metodo esmė – riebalų išgavimas iš mėsos/žuvies ir mėsos/žuvies produktų chloroformo ir etilo alkoholio mišiniu dalinamajame piltuve (4 pav.) su stikliniu filtru.

Dalijamieji piltuvai naudojami ekstrahuojant atskirti nesimaišančius skysčius. Šie piltuvai būna graduoti bei ngraduoti, įvairių formų: cilindriniai, kūginiai, kriaušiniai, rutuliniai.



4 pav. Dalinamieji piltuvai (a – dalijamasis cilindrinis graduotas, b – dalijamasis kūginis) ir atsiskyrimo mechanizmas.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti mėsos/žuvies ir jų produktų riebalų kiekį taikant pagreitintą analizės metodą.



Reagentai:

- chloroformas;
- etilo alkoholis.



Įranga, priemonės:	– 250 ml kūginės kolba;
– Svarstyklės	– 50 ml matavimo kolba;
– Matavimo cilindrai;	– Dalomasis piltuvas su stikliniu filtru;
– Pipetės;	– Vandens vonia;
– Biuksai (metaliniai);	– Džiovinimo spinta;
– Vandens siurblys;	– Eksikatorius.

Darbo eiga:

Parošimas darbui: Reikiamas analizei biuksų kiekis išdžiovinamas džiovinimo spintoje (103 ± 2) °C temperatūroje iki pastovios masės ir laikomas eksikatoriuje.

Techninėmis svarstyklėmis 0,001 g tikslumu pasveriami 2 g bandinio, kurie be nuostolių pernešami į dalinamąjį piltuvą su stikliniu filtru. Į dalinamąjį piltuvą įpilama 10 ml chloroformo ir etilo alkoholio mišinio (1:2). Bandinio ekstrakcija atliekama 2 min. intensyviai purtant piltuvą. Gautas ekstraktas vandens siurbliu nusiurbiamas į su dalinamojo piltuvo antgaliu sujungtą priėmimo kolbą, o iš jos – į 50 ml matavimo kalbutę.

Ekstrakcija kartojama tris kartus. Po trečiosios ekstrakcijos dalinamasis piltuvas ir priėmimo kolba praplaunami 20 ml chloroformo ir etilo alkoholio mišinio. Visi trys ekstraktai ir praplovimo mišinys surinkti į 50 ml matavimo kalbutę, iki žymės praskiedžiami chloroformo ir etilo alkoholio mišiniu. Tirpalas gerai sumaišomas. Pipete paimama 20 ml ekstrakto ir įpilama į iš anksto iki pastovaus svorio iškaitintą biuksą. Biuksas pakaitinamas vandens vonioje, kol išgaruoja tirpiklis. Po to biuksas perkeliamas į džiovinimo krosnelę ir 40 min. džiovinamas 103 ± 2 °C temperatūroje iki pastovaus svorio.

Rezultatų skaičiavimas:

Riebalų kiekis, išreikštas procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$x = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 50 \cdot 100}{20 \cdot m}$$

m_0 – tuščio biukso svoris, g;

m – biukso svoris su riebalais, g;

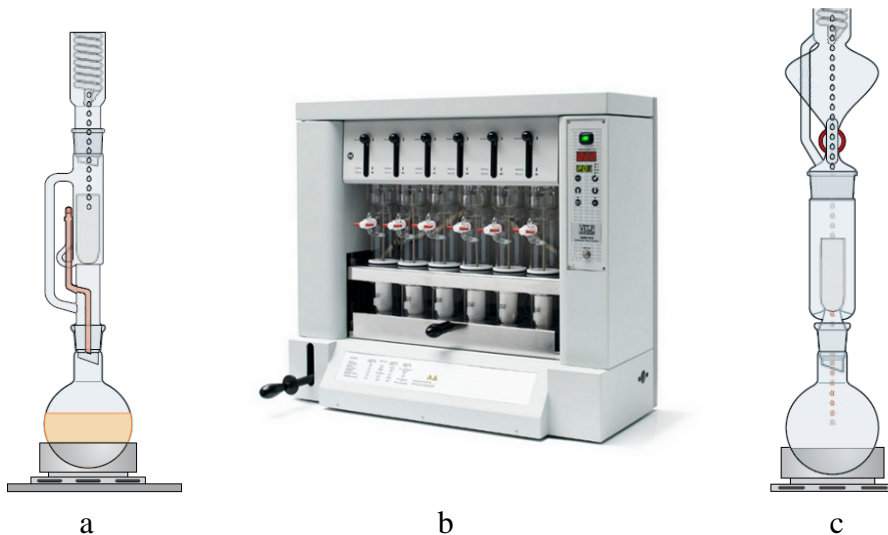
50 – bendras ekstrakto kiekis, ml;

m – bandinio svoris, g;

20 – išgarinimui paimto ekstrakto kiekis, ml.

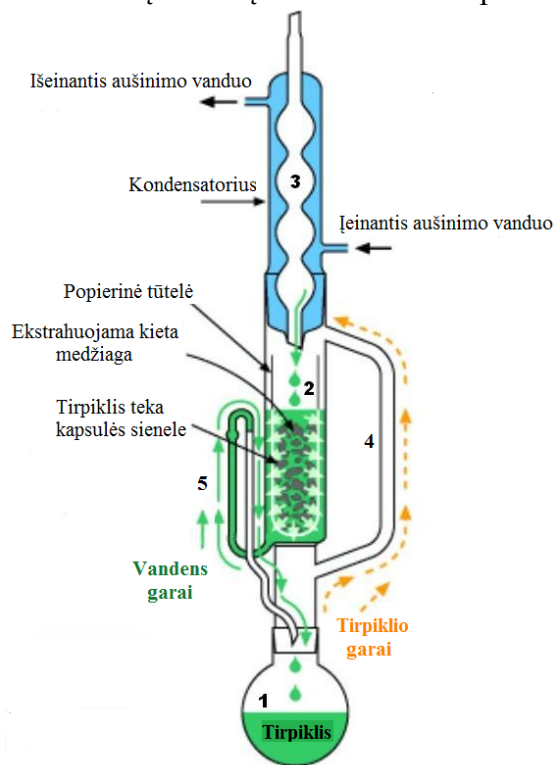
EKSTRAKCIJOS METODAS

Ekstrakcijos metodas Soksleto aparate, karštos ekstrakcijos pagal Randalą aparate arba karštos ekstrakcijos pagal Twisselmano aparate (5 pav.) pagrįstas daugkartine riebalų ekstrakcija tirpikliu iš išdžiovinto mėginio, po to tirpiklio išgarinimu ir be riebalų mėginio išdžiovinimu iki "pastovios masės".



5 pav. Ekstrakcijos įrenginiai: a – klasikinis Soksleto įrenginis, b – karštos ekstrakcijos pagal Randalą aparatas ir c – karštos ekstrakcijos pagal Twisselmaną aparatas.

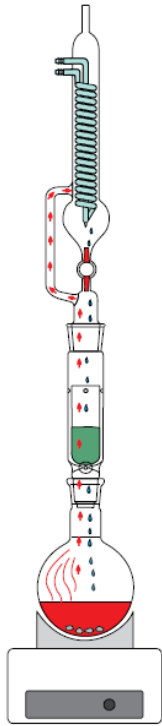
Šių metodų esmė ir veikimo principas pateikti 6-8 paveiksluose.



Ekstrakcija Soksleto aparate:

- Procesas vyksta automatiškai: tirpiklis iki virimo šildomas kolboje (1), jo garai plačiuoju ekstraktoriaus (2) vamzdeliu (4) patenka į grįžtamąjį šaldytuvą (3), čia kondensuojasi ir tolygiai laša ant ekstraktoriuje esančio susmulkinto tiriamojo mišinio (įdėto į filtravimo popieriaus tūtelę).
- Po tam tikro laiko susidariusio ekstrakto lygis pasiekia siauresniojo vamzdelio - sifono (5) alkūnę ir pro ją suteka į kolbą, čia tirpiklis vėl garuoja ir t.t., – visas procesas kartojasi daug kartų.
- Tiriamoji medžiaga ilgainiui susikoncentruoja garinimo kolboje.

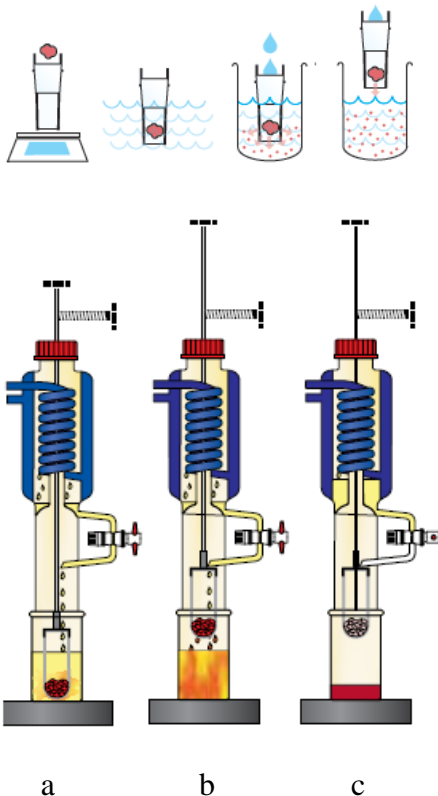
6 pav. Ekstrakcija Soksleto aparate



Karšta ekstrakcija Twisselmano aparate:

- Karšta ekstrakcija Twisselmano aparate yra procesas analogiškas Soksleto ekstrakcijai.
- Tačiau Tisselmano ekstrakcijos aparate pasiekama labai aukšta temperatūra, artima tirpiklio virimo temperatūrai. Tai padidina tirpumą ir sutrumpina ekstrakcijos laiką.
- Twisselmano ekstraktorius sumažina ekstrakcijos laiką iki 50%, palyginus su Soksleto ekstrakcijos metodu.

7 pav. Karšta ekstrakcija Twisselmano aparate



Karšta ekstrakcija Randalo aparate (automatinis Soksleto aparatas):

- Šis metodas kelis kartus greitesnis už įprastą Soksleto ekstrakciją. Šis procesas susideda iš trijų etapų:
- **Virimo etapas** – šiame etape tyrimas produktas įdedamas į popierinę tūtelę, kuri panardinama į šildomą tirpiklį. Vyksta medžiagų ekstrakcija iš mėginio į tirpiklį. Kondensacijos procesas vyksta analogiškai klasikiniai Soksleto ekstrakcijai.
- **Plovimo etapas** – popierinė tūtelė pakeliama ir toliau ekstrakcija vyksta kondensato pagalba.
- **Garinimas (džiovinimas)** – vyksta tirpiklio išgarinimas, kol produktas tampa sausas.

8 pav. Karšta ekstrakcija Randalo aparate (automatinis Soksleto aparatas): a – virimo etapas, b – plovimo etapas ir c – garinimas (džiovinimas)

Darbo tikslas – išmokti nustatyti produktų riebalų kiekį taikant ekstrakcijos metodą.

**Reagentai:**

– Chloroformas arba kita tirpiklis.

**Įranga, priemonės:**

– 250 ml kūginės kolba;
– Svarstyklės – Vandens vonia;
– Matavimo cilindrai; – Džiovinimo spinta;
– Biuksai (metaliniai); – Eksikatorius.

Darbo eiga:

Tiriamąjį bandinį paruošimas darbui: Tiriamasis bandinys išdžiovinamas džiovinimo spintoje 103 ± 2 °C temperatūroje iki pastovios masės ir iki analizės laikomas eksikatoriuje.

Išdžiovintas iki pastovios masės 3-5 g svorio tiriamasis bandinys be nuostolių pernešamas ant popierinio filtro, o biuksas ir stiklinė lazdelė kruopščiai nuvalomi tirpiklyje sudrėkinta vata, kuri dedama ant filtro kartu su išdžiovintu bandiniu. Popierinis filtras su bandiniu standžiai ir sandariai užlankstant kraštus perrišamas baltu (naudojamas baltas siūlas, kad dažikliai neįtakotų tyrimo rezultatų) siūlu. Nugaravus tirpiklio likučiams, suvyniotas į filtrą bandinys pasveriamas 0,0002 g tikslumu ir dedamas į ekstraktorių. Apvaliadugnė kolba 2/3 tūrio pripildoma chloroformu arba kitu tirpikliu (priklauso nuo tiriamo produkto), įdedama virimą reguliuojanti medžiaga (pemza). Ši kolba sujungiama su ekstraktoriumi, o ekstraktorius – su grįžtamų vandens šaldytuvu. Priėmimo kolba tvirtinama ant elektrinio kaitintuvo ar vandens vonioje. *Negalima kaitinimui naudoti atviros ugnies!*

Apvaliadugnėje kolboje kaitinamo tirpiklio garai vamzdeliu kyla į ekstraktorių, iš jo – į grįžtamąjį šaldytuvą, kuriame kondensuojasi ir laša atgal į ekstraktorių ant bandinių. Tirpiklio kondensatui ekstraktoriuje pasiekus sifoninio vamzdelio viršutinį lygį, skystis suteka į apvaliadugnę kolbą ir procesas kartojasi. Ekstrahuojama (4-6) h, tirpikliui pratekant pro bandinį penkis ar šešis kartus per valandą (taikant automatinį Soksleto metodą, ekstrakcijos procesas trunka trumpiau).

Pasibaigus ekstrakcijai, bandiniai išimami iš ekstraktoriaus ir laikomi traukos spintoje, kol išgaruoja tirpiklio likučiai, po to 20-30 min. džiovinami 100-105 °C temperatūroje ir pasveriami 0,0002 g tikslumu.

Rezultatų skaičiavimas:

Bandinio riebalų kiekis, išreikštas procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$x = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 100}{m}$$

m – bandinio svoris iki džiovinimo, g;

m_t – suvynioto į filtrą bandinio svoris prieš ekstrakciją, g;

m_2 – suvynioto į filtrą bandinio svoris po ekstrakcijos, g.

1.3. ANGLIAVANDENIŲ KIEKIO NUSTATYMAS

Angliavandeniai – tai polifunkciniai junginiai, aktyviai dalyvaujantys žmogaus, gyvūnų ir augalų gyvybinėse funkcijose. Angliavandeniai sudaro 80 % sausosios augalų masės ir 2 % sausosios gyvūnų masės. Angliavandeniai skirstomi:

- monosacharidai (gliukozė, fruktozė ir kt.);
- disacharidai (sacharozė, maltozė, laktozė ir kt.);
- polisacharidai (krakmolas, celiuliozė ir kt.).

Maisto produktuose jų kiekiai taip pat labai skirtingi, ypač daug augalinėje žaliavoje – apie 60- 80 %, sacharozė net iki 99,7 % (8 lentelė).

8 lentelė. Bendras angliavandenių kiekis maisto produktuose
(T.P.Coultate, 2002, H.Geenfield 2003)

Maisto produktas	Angliavandenių kiekis, %	Maisto produktas	Angliavandenių kiekis, %
Balta duona	2,6	Obuoliai (kepti)	8,9
Kukurūzų dribsniai	8,2	Obuoliai (švieži)	11,8
Kukurūzų dribsniai (saldus)	41,9	Bananai	20,9
Kvietiniai miltai	67,6	Pienas	4,8
Ruginiai miltai	64,3	Sūris (kietas)	0,1
Grikių kruopos	62,1	Natūralus jogurtas	7,8
Ryžių kruopos	71,4	Jogurtas su vaisiais	15,7
Perlinės kruopos	66,5	Pieniški ledai	22,1
Medus	82	Citrininis sorbetas	34,2
Avokadas	5,1	Šaldytas sūrio pyragas	22,2
Razinos	69,3	Jautienos dešrelės	1,8
Vynuogės	15,9	Medus	76,4
Apelsinai	8,5	Cola	10,5
Šviežios bulvės	1,3	Pieniškas šokoladas	59,5
Konservuotos pupelės	5,9	Džemas	69,0
Šaldyti žirneliai (apvirti)	2,7	Baltas vynas (pusiau sausas)	3,4
Kopūstai (švieži)	4,0	Alus (lager)	1,5
Burokėlis (švieži)	7,0	Žemės riešutai	6,2

Angliavandeniai, pasižymintys redukuojančiomis savybėmis, vadinami redukuojančiu cukrumi. Šiomis savybėmis pasižymi visi monosacharidai, kai kurie disacharidai (maltozė – redukuojantis cukrus, o sacharozė – ne, nes neturi laisvų karbonilinių grupių). Cukrus, kaip vandenyje tirpi medžiaga, lengvai išskiriami ekstrahuojant šiltu vandeniu ir gautoje ištraukoje įvairiais metodais nustatomas jų kiekis.

Dauguma antros eilės polisacharidų (pvz., krakmolos), vandeniu nesiekstrahuoja, todėl jie, atlikus hidrolizę, paverčiami tirpiaisiais (cukrumis) ir tik tuomet jų kiekį galima nustatyti įvairiais metodais. O polisacharido celiuliozės neveikia nei rūgštys, nei šarmai, todėl jos kiekis nustatomas kaip liekana, atskyrus visas kitas maistines medžiagas.

Sacharidai sudaro vieną iš pagrindinių sudėtinių maisto produktų dalių. Produktuose sacharidai gali būti vandenyje tirpūs ir netirpūs. Tirpūs junginiai sudaro vadinamuosius ekstraktus. Šis terminas dažniausiai naudojamas kalbant apie vaisių-daržovių perdirbimo ir fermentacijos produktus.

Sacharidų (cukrų) kiekybinio nustatymo metodai remiasi tokiomis jų savybėmis:

- redukuojančiomis, t. y. geba sudaryti junginius, pasižyminčius aldehidų savybėmis, kurių kiekius galima nustatyti,
- poliarizuotos šviesos poliarizacijos plokštumos pasukimo geba,
- daugumos sacharidų geba sudaryti vandeninius tirpalus, dėl to galima taikyti refraktometrinių ir densimetrinių metodų,
- fermentacinėmis.

Sacharidų nustatymo metodai:

1. Poliarimetrinis – pagrįstas poliarizuotos šviesos poliarizacijos plokštumos sukimo kampo nustatymu. Naudojama poliarizuotos šviesos poliarizacijos plokštumos kampo pasisukimo priklausomybė nuo sacharidų koncentracijos tirpale.

2. Refraktometrinis – pagrįstas šviesos lūžio rodiklio matavimu. Šiuo atveju naudojama priklausomybė tarp tirpalo šviesos lūžio rodiklio ir sacharidų koncentracijos jame. Šviesos lūžio rodiklių vertės perskaičiuojamos į sacharidų kiekį pagal lenteles.

3. Densimetrinis – pagrįstas sacharidų tirpalų tankio matavimu. Tirpalo tankis priklauso nuo sacharidų koncentracijos jame. Šiuo atveju taip pat naudojamos lentelės.

4. Absorbcinis – pagrįstas spalvotų junginių, susidarančių sacharidų (dažniausiai monosacharidų) cheminių reakcijų su įvairiais reagentais metu, absorbcijos matavimu. Redukuojantiems sacharidams (turintiems laisvą aldehydinę –CHO arba ketoninę =CO grupę) nustatyti naudojama pikrino rūgštis (trinitrofenolis) arba 3,5-dinitrosalicilo rūgštis (DNS).

5. Titruojamieji (cheminiai, redukcijos) – naudojamos sacharidų redukuojančiosios savybės. Maisto produktuose redukuojančiosiomis savybėmis pasižymi ir kiti junginiai, pvz., aldehydai, aminorūgštys, baltymai, kai kurios organinės rūgštys. Norint šiuos junginius pašalinti, tiriami tirpalai balinami ir skaidrinami.

6. Fermentinis – naudojamas gliukozei ir fruktozei arba oligosacharidams po hidrolizės nustatyti.

7. Chromatografinis – naudojama dujų chromatografija (GLC) arba didelio slėgio skysčių chromatografija (HPLC). Chromatografija – tai medžiagų mišinio skirstymo į komponentus būdas, pagrįstas nevienoda komponentų sorbcija.

8. Sacharidų kiekis gali būti paskaičiuotas pagal skirtumą, žinant kitų junginių kiekius. Šis būdas naudojamas skaičiuojant maisto produktų energinę vertę, tačiau gali būti netikslus. Šiuo metodu sacharidų kiekis (S) procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$S = 100 - (D + P + R + B + L)$$

D – drėgmės kiekis produkte, %;

P – pelenų kiekis produkte, %;

R – riebalų kiekis produkte, %;

B – baltymų kiekis produkte, %;

L – ląstelienos kiekis produkte, %.

Specifiniai angliavandenių nustatymo metodai pateikti prie įvairių žaliavų ir produktų analizės metodų grupių.

1.4. DRĖGMĖS IR SAUSŲJŲ MEDŽIAGŲ KIEKIO NUSTATYMAS

Vanduo (drėgmė, drėgnis) yra vienas iš pagrindinių daugumos maisto produktų komponentų (9 lentelė). Vandens terpė yra maiste vykstančių cheminių ir mikrobiologinių procesų pagrindas, todėl norint ilgiau išlaikyti maisto produktus vanduo pašalinamas džiovinant arba sujungiamas, t. y. sumažinama aktyviojo vandens dalis. Vandens pašalinimas iš maisto produktų priklauso nuo to, kokiame pavidale jis esti jame.

9 lentelė. Drėgmės kiekiai maisto produktuose (S. Suzanne Nielsen, 2010)

Maisto produktas	Drėgmės kiekis, %	Maisto produktas	Drėgmės kiekis, %
<i>Dribsniai, miltai, duona, makaronai</i>		<i>Vaisiai ir daržovės</i>	
Makaronai	9,9	Melionas	91,5
Kvietinė duona	13,4	Apelsinai	86,3
Kvietiniai miltai	10,3	Obuoliai	85,6
Kvietiniai dribsniai	3,5	Vynuogės	81,3
Makaronai	9,9	Razinos	15,3
<i>Pieno produktai</i>		Agurkai	95,2
Pusriebis pienas	89,3	<i>Mėsa, paukštiena ir žuvis</i>	
Jogurtas	85,1	Jautiena	73,3
Varškės sūris	80,7	Vištiena (virta, kepta)	68,6
Fermentinis sūris (Čederis)	36,8	Plekšnė	79,1
Vaniliniai ledai	61	Kiaušiniai	75,8
<i>Riešutai</i>		<i>Saldumynai</i>	
Graikiniai riešutai	4,6	Cukrus	0-1
Kepti ir sūdyti žemės riešutai	1,6	Rudas cukrus	1,3
Riešutų sviestas	1,8	Medus	15-17
<i>Riebalai</i>			
Sviestas	15,6	Sojos aliejus	0

Vandens kiekio (drėgmės, W) sąvoka glaudžiai siejasi su sausųjų medžiagų kiekiu (sausosios masės, SM) sąvoka. Praktikoje priimta, kad sausųjų medžiagų kiekis produkte yra lygus 100 procentų atėmus drėgmės kiekį, išreikštą procentais ($100\% = W + SM$). Tokia priklausomybė tarp drėgmės kiekio ir sausųjų medžiagų kiekio yra apytikslė, nes vandens kiekis priklauso nuo jo būsenos produkte (laisvas vanduo ar surištas):

- **Laisvas vanduo** – užpildo maisto produktų makro- ir mikropilarius, dėl osmozės parsiskverbia į stambių molekulių vidų, taip pat sulaiko paviršiaus aktyvias medžiagas. Šis vanduo „silpnai“ sujungiamas su sausosiomis medžiagomis, todėl jį galima greitai pašalinti.

- **Surištas vanduo** (adsorbcinis, brinkimo ir kristalizacinis) – įeina į kristalų junginių sudėtį ir labai sunkiai pašalinamas.

Priimta, kad maisto produktuose, turinčiuose tvirtą konsistenciją, paprastai nustatomas drėgmės kiekis, o skystuose produktuose ir tirpaluose – nustatomas sausųjų medžiagų kiekis.

Drėgmės kiekio nustatymo metodai priklauso nuo maisto produkto prigimties ar analizės reikalavimų. Visi metodai suskirstomi į šias grupes:

- metodai paremti **vandens atskyrimu nuo sausųjų medžiagų ir svorio sumažėjimo ar atskirto vandens kiekio išmatavimu** (džiovinimas kambario temperatūroje, terminis džiovinimas, džiovinimas vakuume 70 °C temperatūroje);

- metodai paremti kai kurių **produkto fizikinių savybių** (lūžio rodiklio, elektrinio laidumo, garų slėgio, branduolių magnetinio rezonanso), **kintančių priklausomai nuo vandens kiekio jame, matavimu**;

- metodai paremti **cheminėmis vandens reakcijomis** (Karlo Fišerio metodas).

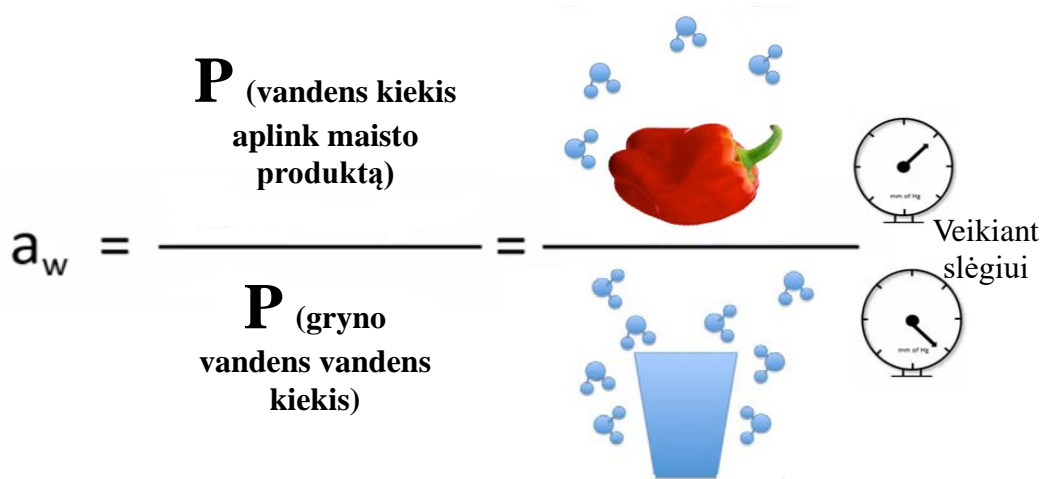
Taip pat drėgmės nustatymo metodai gali būti klasifikuojami į dvi grupes:

- tiesioginiai metodai – džiovinimo, distiliacijos, ekstrakcijos, cheminiai.

- netiesioginiai metodai – kai drėgmės kiekis nustatomas, matuojant kokią nors fizikinę konstantą ar savybę – elektrometriniai.

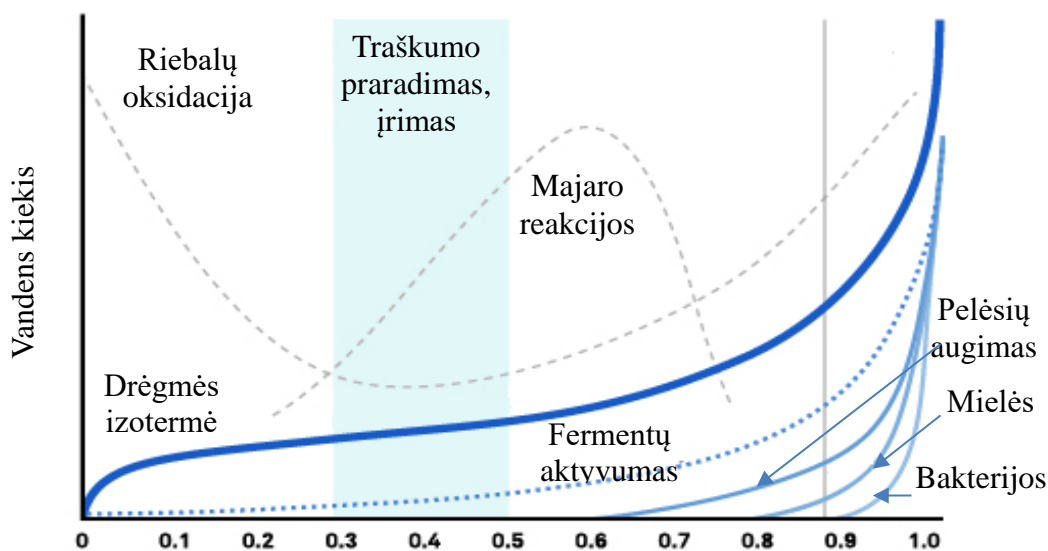
Visi šie metodai vienas kito atžvilgiu turi tam tikrus pranašumus ir trūkumus. Kokį metodą pasirinkti, nustatant drėgmės kiekį skirtinguose maisto produktuose, nurodyta norminiuose dokumentuose.

Be drėgmės arba sausųjų medžiagų kiekio maisto produktuose dažnai nustatomas **vandens aktyvumo (a_w) rodiklis** – tai vandens būvis maiste apibūdinamas drėgmės kiekio santykiu su supančia tą maistą santykinė drėgme (9 pav.).



9 pav. Vandens aktyvumas

Pirmą kartą ši sąvoka buvo paminėta W.J. Scott apie 1960 m. Reikia atsiminti, kad vandens aktyvumas yra ne tas pats kaip drėgmės kiekis. Vandens aktyvumas turi įtakos produkto: tekstūrai, daugelio cheminių reakcijų greičiui, mikroorganizmų augimui, galiojimo trukmei, skoniui ir kvapui ir t.t. W.J. Scott 1953 ir 1957 m. atliktais tyrimais nustatė, kad mikroorganizmai turi savo ribotą vandens aktyvumą, žemiau kurio jie negali augti (10 lentelė ir 10 paveikslas).



10 paveikslas. Mikroorganizmų augimo zonos

10 lentelė. Vandens aktyvumo ribos mikroorganizmų augimui

Mikroorganizmų (m/o) grupė	Vandens aktyvumo riba
Gramm neigiamos bakterijos	0,91
Gram teigiamos bakterijos	0,86

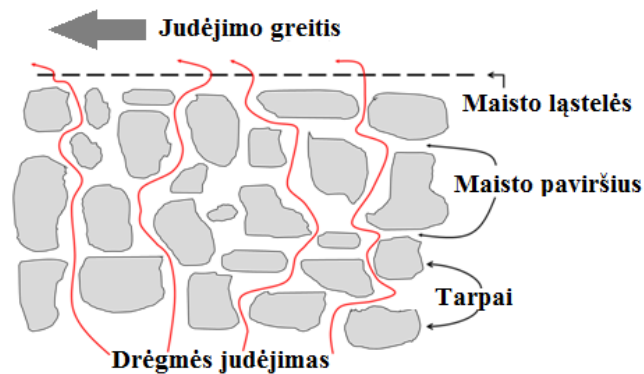
Mikroorganizmų (m/o) grupė	Vandens aktyvumo riba
Mielės	0,88
Mikotoksinų gamyba	0,80
Pelėsiai	0,70
Osmofilinės mielės	0,62
Abosliutaus augimo riba	0,60

Vieni iš plačiausiai naudojamų metodų yra **džiovinimo metodai**:

- Džiovinimas „iki pastovios masės“;
- Pagreitinto džiovinimo metodas;
- Džiovinant ekspress metodu – infraraudonais spinduliai.

Šių metodų esmę sudaro tiriamo produkto išdžiovinimas tam tikroje temperatūroje per tam tikrą laikotarpį. Kiekvienas produktas išdžiovinamas iki pusiausvyrinės drėgmės, atitinkančios aplinkos temperatūrą ir santykinę oro drėgmę. Džiovinant iš produkto be vandens pašalinama ir kai kurios lakios medžiagos: lakios rūgštys, eteriniai aliejai ir kt., todėl labai svarbu parinkti tinkamą džiovinimo temperatūrą bei trukmę, nes priešingu atveju tyrimo rezultatai nebus tikslūs.



Džiovinimo mechanizmas (11 pav.): karštas oras skverbiasi per šlapią maistą, perduodant šilumą paviršiui ir sukelia vandens garavimą. Garai nupučiami judančio oro srovės. Susiformavęs slėgio gradientas (tarp garų viduje ir sauso oro aplinkoje) suteikia varomąją jėgą vandens pašalinimui iš maisto produkto.

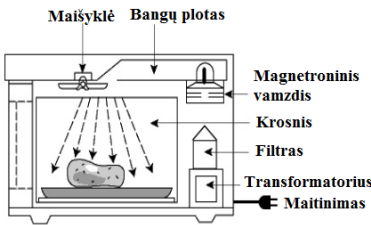
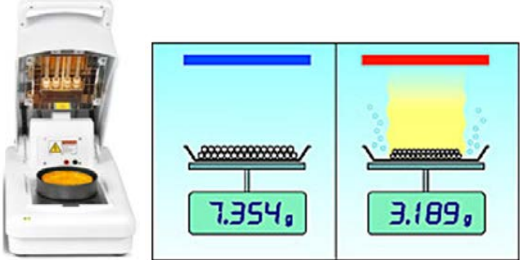


11 pav. Džiovinimo mechanizmas

Džiovinimui naudojami įrenginiai pateikti 11 lentelėje:

11 lentelė. Džiovinimo įrenginių tipai

Konvekciniai įrenginiai	
Vakuuminiai įrenginiai	

Mikrobangų įrenginiai	
IR (infraraudonųjų spindulių) įrenginiai	

Sveriamų daiktų temperatūra turi būti tokia pat, kaip ir oro temperatūra svarstyklių naudojimo patalpoje. Tam tikslui naudojami *eksikatoriai*. Eksikatorius (12 pav.) – tai storasienis į apačią siaurėjantis stiklinis indas, uždaromas pritrintu dangčiu, kurio kraštai plonai patepami vazelinu.

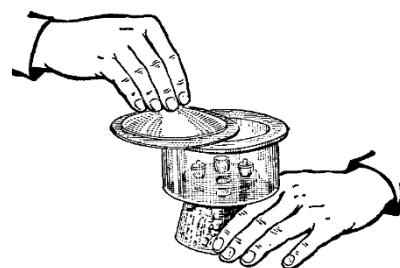
Apatinė siauroji eksikatoriaus dalis užpildyta higroskopine medžiaga (iškaitintu kalcio oksidu arba bevandeniu kalcio chloridu), kad sugertų ten patekusią drėgmę.



12 pav. Tamsaus stiklo eksikatorius, skaidraus stiklo eksikatorius, a) vakuuminis eksikatorius, b) paprastasis eksikatorius

Eksikatorių naudojimo instrukcija:

- Dėl adsorbento higroskopiškumo eksikatorius atidaromas trumpam, kol dedamas išdžiovintas mėginys.
- Pernešant, eksikatorius imamas abiem rankomis, nykščiais tvirtai prispaudžiant dangtį.
- Atidarant eksikatorių, dangtis nekeliamas į viršų, bet, prilaikant indą kairiaja ranka, dešiniąja jis stumiamas horizontaliai.
- Eksikatoriaus dangtis ant stalo dedamas vidine puse į viršų.



Džiovinimo indeliai (biuksai ir tigliai) pernešami specialiomis laboratorinėmis žnyplėmis su plokščiais į viršų užlenktais galais. Prieš vartojimą žnyplių galus reikia išskaitinti (nuvalyti). Svėrimo indeliai žnyplėmis imami už sienelės viršutinio krašto.



SAUSŪJŲ MEDŽIAGŲ KIEKIO MATAVIMAS TIRPALUOSE

Sausųjų medžiagų koncentracija tirpaluose išreiškiama:

- g/100 g tirpalo – masės procentai;
- g/100 cm³ tirpalo – masės-tūrio procentai.

SM kiekis gali būti nustatomas:

- **Tiesioginiu būdu** – išdžiovinus drėgmę ir pasveriant sausą likutį, nustatomos tikrosios sausos medžiagos;
- **Netiesioginiu būdu** – nustatomos matomos sausos medžiagos (išmatuojamas rodiklis, tiesiogiai priklausantis nuo SM kiekio).

Dažniausia sausųjų medžiagų kiekis nustatomas, matuojant jų fizikinius rodiklius:

- *matuojant tankį* (areometrais (densimetrai, laktodensimetrai), sacharometrais, spiritomačiais, piknometrais);
- *matuojant lūžio rodiklį* (refraktometrais).

Tirpale keičiantis sausųjų medžiagų kiekiui (koncentracijai), keičiasi ir tirpalo tankis. Tankis – tai tiriamojo tirpalo tūrio vieneto masė. Tankis išreiškiamas tiriamojo tirpalo masės ir jo tūrio santykiu (**absoliutus tankis**):

$$\rho = m/v, \text{ kg/m}^3 \text{ arba g/cm}^3$$

Santykinis tankis – išreiškiamas tiriamojo tirpalo ir standartinio tirpalo tankių santykiu.

$$\rho = \rho_1/\rho_2 = m_1V/m_2V = m_1/m_2$$

Nustatant santykinį tankį, standartinė medžiaga naudojama 20 °C temperatūros distiliuotas vanduo. Medžiagos santykinis tankis kinta, priklausomai nuo tiriamos ir standartinės medžiagos temperatūrų, d_{20}^{20} . Indeksai rodo tiriamo tirpalo ir vandens temperatūras.

$$d_{20}^{20} = d_{20}^{20} * 0,99823$$

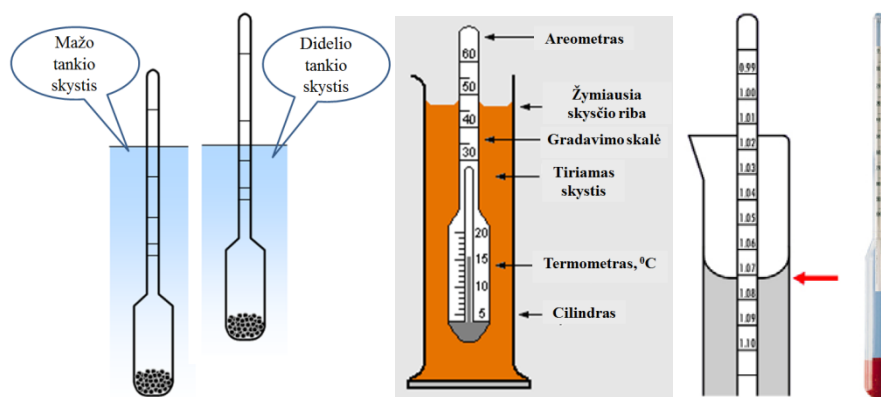
$$d_{20}^{20} = d_{20}^{20} * 1,00177$$

0,99823 – tai vandens tankis 20 °C temperatūroje;

1,00177 – lyginamasis vandens tūris (cm³/g), esant 20 °C temperatūrai.

SM KIEKIO NUSTATYMAS AREOMETRAIS

Areometro veikimo principas pagrįstas Archimedo dėsnio, pagal kurį, kūnas panardintas į vandenį, palengvėja tiek, kiek sveria išstumiamas skystis. Panardintas areometrą plūduriuos, kai jo masė ir išspausto skysčio masė bus lygios. Esant tai pačiai areometro masei, areometro nugrimzdimas priklauso tik nuo tiriamo tirpalo tankio – kuo tankis didesnis, tuo mažiau nugrimzta areometras (pav. 13).



- pav. Aerometrai

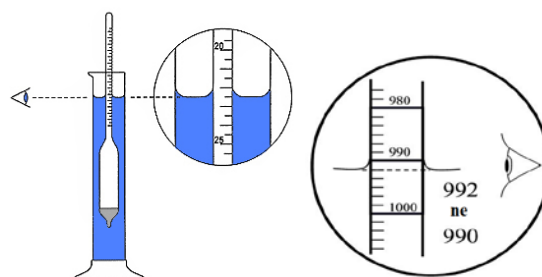
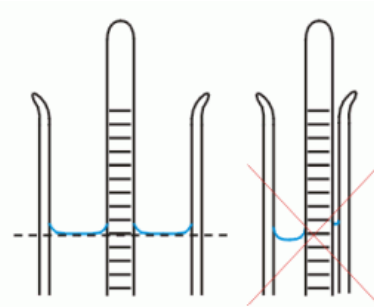
Areometrų skalės sugraduotos priklausomai nuo jų paskirties, t.y. koks tirpalas analizuojamas:

- **Areometrai (densimetrai, laktodensimetrai)** – jų skalė sugraduota tankio vienetais.
- **Sacharometrai** – jų skalė sugraduota grynos sacharozės masės procentais.
- **Spiritomačiai** – jų skalė sugraduota absoliutaus alkoholio tūrio procentais.

Areometrų matmenys ir gradavimas turi atitikti standartizuotuose metoduose pateiktus reikalavimus.

Reikalavimai dirbant su areometru:

- Aerometras įleidžiamas į cilindrą su matuojama medžiaga, jis neturi liestis su cilindro sienelėmis.
- Visų areometrų skalės sugraduotos 20 °C temperatūrai. Jei tirpalo temperatūra skirtinga, tirpalą galima pašildyti/atšaldyti, arba naudoti temperatūros pataisas iš specialių lentelių (žiūrėti 1 priedo 3-6 lenteles).
- Aerometro ir termometro parodymai fiksuojami po 1 min nuo areometro nuleidimo. Vertinant parodymus skysčio meniskas turi būti akių lygyje, o rodmenys skaitomi „pagal menisko viršų“.



DRĖGMĖS KIEKIO NUSTATYMAS DŽIOVINANT IKI PASTOVIOS MASĖS

Darbo tikslas – išmokti nustatyti drėgmės kiekį įvairiuose maisto produktuose.



Reagentai:

- Iškaitintas smėlis.



Įranga, priemonės:

- Biuksai;

-
- analitinės svarstyklės;
 - eksikatorius;
 - džiovinimo spinta.
-

Darbo eiga:

Švarūs, sausi, tušti biuksai ir jų dangteliai 1 val. džiovinami džiovinimo spintoje, kurioje nustatyta 105 °C temperatūra. Dangteliai dedami greta biuksų, kad visi paviršiai džiūtų vienodai. Biuksai su dangteliais išimami iš spintos ir sudedami į eksikatorių. Atšalę biuksai uždengiami dangteliais ir pasveriami 1 mg tikslumu.

Paruoštas biuksas atidengiamas ir ant jo dugno kuo skubiau vienodu sluoksniu paskleidžiama 2-10 g bandinio. Biuksas uždengiamas ir su turiniu pasveriamas 1 mg tikslumu (W_1). Jeigu sveriamas daugiau negu vienas biuksas, uždengti biuksai sudedami į eksikatorių, kol visi mėginiai bus pasverti ir parengti sudėti į spintą. Paruošiami 3 biuksai su analizuojamo produkto pavyzdžiais.

Biuksai ir jų dangteliai atskirai sudedami į džiovinimo spintą. Džiovinama 105 °C temperatūroje periodiškai pasveriant, kol pavyzdžio masė nekinta (± 2 mg). Džiovinimo laikas priklauso nuo pavyzdžio drėgmės ir gali trukti nuo 2-3 h iki 12 h ir ilgiau.

Baigus džiovinimą, biuksai išimami iš džiovinimo spintos, uždengiami ir įdedami į eksikatorių, kuriame ataušta iki kambario temperatūros. Ataušę su turiniu pasveriami 1 mg tikslumu (W_2).

Rezultatų skaičiavimas:

Drėgmės kiekis skaičiuojamas procentais pagal formulę:

$$W = \frac{W_1 - W_2}{W_1} * 100 \%;$$

W – analizuojamo produkto pavyzdžio drėgmė %,

W_1 – analizuojamo produkto pavyzdžio masė gramais prieš džiovinimą,

W_2 – analizuojamo produkto pavyzdžio masė gramais po džiovinimo.

Arba drėgmės kiekis skaičiuojamas procentais pagal formulę:

$$W = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} * 100 \%;$$

m_0 – biukso (smėlio ir lazdelės) masė, g;

m_1 – masė biukso su mėginiu (smėliu ir lazdele) prieš džiovinimą, g;

m_2 – masė biukso su mėginiu (smėliu ir lazdele) po džiovinimo, g;

Sausų medžiagų kiekis nustatomas pagal formulę:

$$SM = 100 - W;$$

SM – analizuojamo produkto pavyzdžio sausų medžiagų kiekis, %;

W – analizuojamo produkto pavyzdžio drėgmė %.

Aritmetinis vidurkis skaičiuojamas pagal trijų mėginių rezultatus. Gauti rezultatai įrašomi į 12 lentelę.

DRĖGMĖS KIEKIO NUSTATYMAS EKSPERSS METODU

Darbo eiga:

Vadovaujantis drėgnomačio instrukcija paskleisti 2–10 g analizuojamo bandinio ant drėgnomačio plokštelės.

Džiovinama 120 °C pagal nustatytą drėgnuomačio programą iki pastovaus drėgmės kiekio. Gauti rezultatai įrašomi į 12 lentelę.

12 lentelė. Drėgmės kiekio skaičiavimo rezultatai

Produktas	Drėgmės kiekis po terminio džiovinimo	Drėgmės kiekis ekspres metodu	Teorinis drėgmės kiekis	Sausųjų medžiagų kiekis

Specifiniai drėgmės ir sausųjų medžiagų nustatymo metodai pateikti prie įvairių žaliavų ir produktų analizės metodų grupių.

2. ATSKIRŲ GRUPIŲ ŽALIAVŲ IR PRODUKTŲ ANALIZĖS METODAI

2.1. PIENO IR PIENO PRODUKTŲ SAVYBIŲ VERTINIMAS

2.1.1. PIENO IR PIENO PRODUKTŲ RŪGŠTINGUMO NUSTATYMAS

Rūgštingumas turi didelę reikšmę, vertinant žaliavų ir maisto produktų kokybę. Žaliavų rūgštingumo laipsnis dažnai yra veiksnys, pagal kurį sprendžiama apie reikiamą technologinio proceso būdą perdirbant žaliavą į tam tikrą produktą. Maisto produktuose rūgštingumas dažnai yra ribojamas.

Rūgštingumas – tai cheminis rodiklis, apibūdinantis pieno ir pieno produktų rūgščių ir šarmų pusiausvyrą.

Aktyvusis rūgštingumas nusako laisvųjų vandenilio jonų koncentracijos neigiamą logaritmą. Jis išreiškiamas dydžiu pH.

Titruojamasis rūgštingumas nusako pieno ir pieno produktų laisvųjų rūgščių, druskų, baltymų laisvųjų rūgštinių grupių bei ištirpusio CO₂ kiekį. Titruojamas pieno rūgštingumas išreiškiamas Ternerio laipsniais (°T).

Pieno ir pieno produktų titruojamasis rūgštumas gali būti išreiškiamas ir kitais laipsniais:

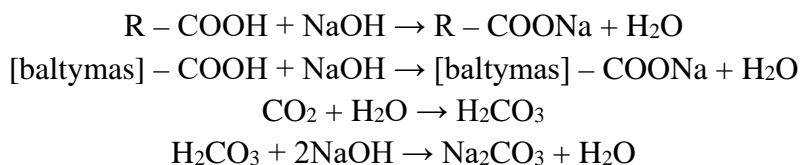
- **Soksleto – Henkelio laipsniais (°SH)** – titruojant 100 ml pieno su 0,25 N NaOH tirpalu (daugiausia naudojamas Centrinėje Europoje);
- **Ternerio laipsniai (°T)** – titruojant 100 ml pieno, praskiesto dviem dalimis distiliuoto vandens su 0,1 N NaOH tirpalu (daugiausia naudojamas Švedijoje, Baltijos šalyse ir kt.);
- **Dorniko laipsniai (°D)** - titruojant 100 ml pieno su 0,11 N NaOH tirpalu (daugiausia naudojamas Olandijoje ir Prancūzijoje);
- Kai kuriais atvejais pieno produktų titruojamasis rūgštingumas išreiškiamas **pieno rūgšties procentais (% PR)**: $PR=0.009 \cdot ^\circ T$.

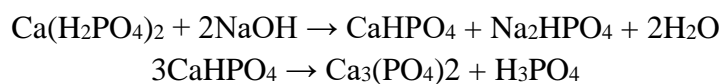
Titruojamojo rūgštingumo laipsnių perskaičiavimo į kitus rūgštumo laipsnius pateiktas 1 priede.

Šviežio pieno rūgštingumas yra 16-18 °T, iš kurių rūgšties fosfatams ir citratams tenka 10-12 °T, baltymams (kazeinui) – 3- 4 °T ir angliarūgštei bei kitoms sudėtinėms dalims – 1- 2 °T. Pieno rūgštingumas priklauso nuo individualių gyvulio savybių, laktacijos periodo, pašarų, sveikatos būklės ir kitų veiksnių. Laktacijos pradžioje rūgštingumas būna 20 ir daugiau Ternerio laipsnių, pabaigoje – 13-15 °T ir mažiau. Pieno rūgštingumas būna sumažėjęs, kai karvių racione trūksta kalcio druskų, taip pat pieno, atskiesto vandeniu, karvėms sergant mastitu ir kitomis ligomis.

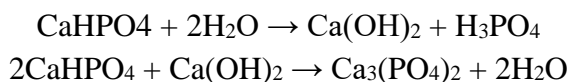
PIENO IR PIENO PRODUKTŲ TITRUOJAMOJO RŪGŠTINGUMO NUSTATYMAS

Pieno titruojamojo rūgštingumo nustatymo metodų esmė – nustatomas bendrasis pieno rūgštingumas. Natrio hidroksido tirpalu, naudojant indikatorius fenolftaleiną, neutralizuojamos laisvosios rūgštys, rūgščiosios druskos, laisvosios baltymų rūgštinės grupės ir piene ištirpęs anglies dioksidas (CO₂).





Pieno ir pieno produktų pavyzdžiai, nustatant jų titruojamąjį rūgštingumą, maišomi su distiliuotu vandeniu. Įpiltas į produktą vanduo hidrolizuoja fosforo druskas: pirminis fosfatas pereina į antrinį, o šis – į tretinį:



Todėl vandeniui praskiesto pavyzdžio rūgštumas yra apie 2 °T mažesnis, nes tokia pavyzdyje disocijuotos formos fosfatų lieka mažiau ir jiems nutitruoti sunaudojama mažiau šarmų.



Reagentai:

- 0,1 N natrio hidroksidas, etaloninis tirpalas;
- kobalto sulfato ($\text{CoSO}_4 \times 7\text{H}_2\text{O}$) tirpalas. Į cheminę stiklinę pasveriami 2,5 g kobalto sulfato, ištirpinama nedideliame kiekyje vandens. Tirpalas supilamas į 100 ml vienažymę matavimo kolbą. Cheminė stiklinė kelis kartus perplaunama vandeniu, kuris supilamas į vienažymę matavimo kolbą. Po to vandeniu skiedžiama iki žymės. Tirpalas tinka naudoti 6 mėn.;
- distiliuotas vanduo;
- fenoltaleino tirpalas. 1 g fenoltaleino ištirpinama nedideliame kiekyje 70 proc. etilo alkoholio ir juo skiedžiama iki 100 ml.



Įranga, priemonės:

- Stiklinės lazdelės;
- Svarstyklės;
- Pipetės;
- Biuretės;
- 100, 200 ir 250 ml matavimo kolbo;
- 25 arba 50 ml cheminė stiklinė;
- Filtro popierius.

Darbo eiga:

Spalvos etalono tirpalo paruošimas. Į 100-250 ml kūginę kolbą pipete įpilama 10 ml pieno ir 20 ml distiliuoto vandens. Į tirpalą įpilama 1 ml 2,5 proc. kobalto sulfato tirpalo ir kruopščiai išmaišoma. Gaunamas silpnai rausvas tirpalas (etalonas). Pagamintas tirpalas tinkamas analizei 12 val.

Analizės rezultatams turi reikšmės pieno ar pieno produkto ir distiliuoto vandens temperatūra, indikatoriaus kiekis, titravimo greitis. Todėl, nustatant rūgštingumą, mėginio ir vandens temperatūra turi būti $(20 \pm 1)^\circ\text{C}$. Titravimo greitis vidutinis, titruojant tirpalas nuolat maišomas.

Pieno ar pieno produkto paruošimas analizei:

- Pienas, grietinėlė, rauginti pieno gėrimai. Į 100 arba 200 ml kūginę kolbą pipete įpilama 10 ml pieno ir 20 ml distiliuoto vandens. Viskas išmaišoma.
- Grietinė, valgomieji ledai (be spalvos priedų). Į 100 arba 200 ml kūginę kolbą atsveriami 5 g mėginio ir įpilama 30 ml distiliuoto vandens. Viskas gerai išmaišoma.
- Valgomieji ledai (su spalvos priedų). Į 100 arba 200 ml kūginę kolbą atsveriami 5 g mėginio ir įpilama 80 ml distiliuoto vandens. Viskas gerai išmaišoma.
- Varškė, varškės gaminiai. Į 100 arba 200 ml kūginę kolbą atsveriami 5 g mėginio ir jis be nuostolių pernešamas į porcelianinę lėkštelę. Mėginys grūstuku ar stikline lazdele kruopščiai išmaišomas ir ištrinamas. Po to nedidelėmis porcijomis įpilama 50 ml vandens, pašildyto iki $35\text{-}40^\circ\text{C}$ temperatūros ir mėginys su vandeniu kruopščiai išmaišomas.
- Sviestas. Į 100 arba 200 ml kūginę kolbą atsveriami 5 g mėginio. Kūginė kolbutė su mėginiu $50 \pm 5^\circ\text{C}$ temperatūroje šildoma vandens vonioje ir sviestas ištirpinamas. Į ištirpusį mėginį įpilama 20 ml neutralizuoto etilo alkoholio ir dietilo eterio mišinio ir viskas rūpestingai išmaišoma.

- **Fermentiniai sūriai.** Sūrio bandinys susmulkinamas ir pasveriamas 5 g kruopščiai išmaišyto mėginio. Mėginys be nuostolių suberiamas į porcelianinę lėkštelę. Mėginį rūpestingai trinant ir maišant grūstuku ar stikline lazdele, nedideliais kiekiais įpilama 50 ml 40 °C temperatūros vandens.

Į paruoštą mėginį įlašinama 3 lašai fenolftaleino tirpalo. Tirpalas kruopščiai išmaišomas ir titruojamas 0,1 N natrio hidroksido (NaOH) tirpalu iki silpnai rausvos spalvos, kuri turi atitikti etalono spalvą ir nepakisti per 1 min (14 pav.).

Pieno ir pieno produktų titruojamasis rūgštingumas (°T) apskaičiuojamas (bandymo rezultatai užrašomi į 13 lentelę):

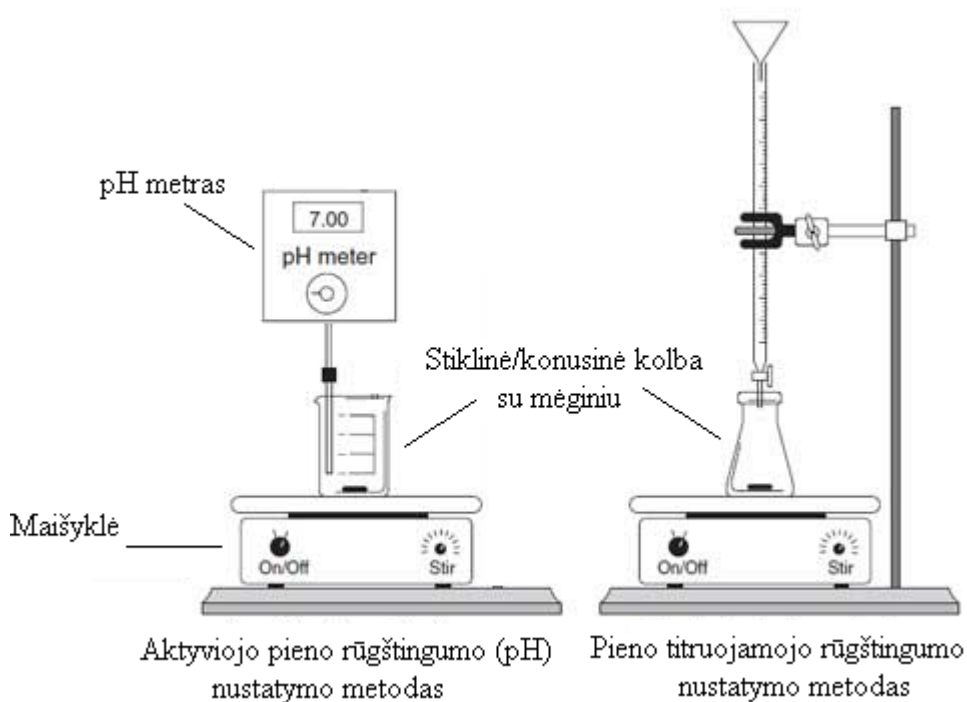
$$R=V \cdot k,$$

R – pieno ir pieno produktų titruojamasis rūgštingumas, °T.

V – mėginio titravimui sunaudotas 0,1 N NaOH tūris, ml.

k – koeficientas, įvertinantis mėginio praskiedimą

- k=10 (pienas, grietinėlė, skysti rūgštūs pieno produktai, tirštintas pienas su cukrumi, sausas pieno pakaitalas)
- k=20 (nedažyti ir dažyti valgomieji ledai, grietinė, varškė, varškės gaminiai, sūriai)



14 pav. Aktyviojo ir titruojamojo rūgštingumo titravimo būdai

AKTYVIOJO PIENO RŪGŠTINGUMO (PH) NUSTATYMAS

Aktyviojo pieno rūgštingumo (pH) nustatymo metodo esmė – pieno rūgštingumas, nustatytas šiuo metodu, išreiškiamas vandenilio jonų koncentracija. Piene vandenilio jonų koncentracija labai maža – $(2 \times 10)^{-7}$ viename litre. Kadangi tokius skaičius taikyti matavimams nepatogu, todėl vietoj vandenilio jonų koncentracijos naudojamas jos neigiamas logaritmas, kuris

vadinamas aktyviuoju rūgštingumu ir žymimas pH. Žalio pieno pH yra apie 6,6.

Darbo eiga:

Į 50–100 ml cheminę stiklinę įpilama 40±5 ml pieno, kurio temperatūra turi būti 20 ±2 °C. Elektrodai nuplaunami vandeniui, nušluostomi filtravimo popieriumi ir pamerkami į tiriamąjį pieną, kad nesiektų stiklinės dugno arba sienelių. Po 3–5 sekundžių termometru išmatuojama temperatūra ir temperatūros nukrypimo sukeltas pH pokytis kompensuojamas atitinkamu rezistoriumi. Po 10–15 s prietaiso rodyklė sustoja ir užrašomas pH-metro rodmuo. Po kiekvieno matavimo pieno likučiai nuo elektrodų nuplaunami 30–35 °C temperatūros vandeniui. Atliekami du mėginio matavimai.

Kiekvieno vandeninio tirpalo titruojamasis rūgštumas apibūdina to tirpalo vandenilio jonų koncentraciją. Todėl to paties tirpalo titruojamąjį rūgštumą galima perskaičiuoti į aktyvųjį ir atvirkščiai (1 priedas 2 lentelė).

Bandymo rezultatai aprašomi į 13 lentelę.

13 lentelė

Pienas arba pieno produktas	Temperatūra, °C	Rūgštingumas, °T	pH	Norma, °T, ne daugiau kaip

2.1.2. PIENO TANKIO NUSTATYMAS

Medžiagos tankis ρ (kg(m³)⁻¹) – tai priklausomybė tarp medžiagos masės m ir jos tūrio V :

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Medžiagos tankis – pastovus dydis, priklausantis nuo temperatūros. Tiriamų medžiagų tankis dažniausiai skaičiuojamas pagal vandens tankį, kuris 4 °C temperatūroje prilyginamas 1000 kg (m³)⁻¹. Taip apskaičiuotas tankis vadinamas santykiniu.

Analizuojant maisto produktus, tankis gali būti nustatomas trimis būdais:

- areometriniu,
- hidrostatiiniu,
- piknometriniu.

Dažniausiai taikomas areometriniu būdas, naudojant prietaisus, vadinamus areometrais. Areometrai dažniausiai gaminami iš stiklo ir yra cilindro formos. Apatinė dalis pastorinta, į ją įdėtas nustatytas sunkesnių medžiagų svoris, kad prietaisas grimztų vertikalia kryptimi. Nulis pažymėtas toje skalės vietoje, kur areometras laikosi distiliuotame vandenyje tam tikroje temperatūroje. Viršutinėje areometro dalyje patalpinta skalė su pažymėtomis padalomis.

Pieno tankis priklauso nuo galvijų veislės, šėrimo, metų laiko ir kitų veiksnių. Karvės pieno tankis – 1027-1032 kg/m³ (vidutiniškai 1030 kg/m³). Pieno tankis yra kintantis ir priklauso nuo piene esančių sausųjų medžiagų ir vandens kiekio. Pirmomis dienomis po apsiveršiavimo, padidėjus baltymų ir kitų medžiagų kiekiui (krekenos), pieno tankis gali pasiekti 1038-1040 kg/m³, o kartais ir daugiau. Karvėms sergant mastitu, pieno tankis gali sumažėti iki 1024-1025 kg/m³, nes piene sumažėja sausųjų medžiagų, ypač laktozės kiekis. Šeriant galvijus nepilnaverčiais, vienpusiškais pašarais, sumažėja pieno produktyvumas, pakinta jo fizinės savybės, pakinta ir tankis. Falsifikuojant

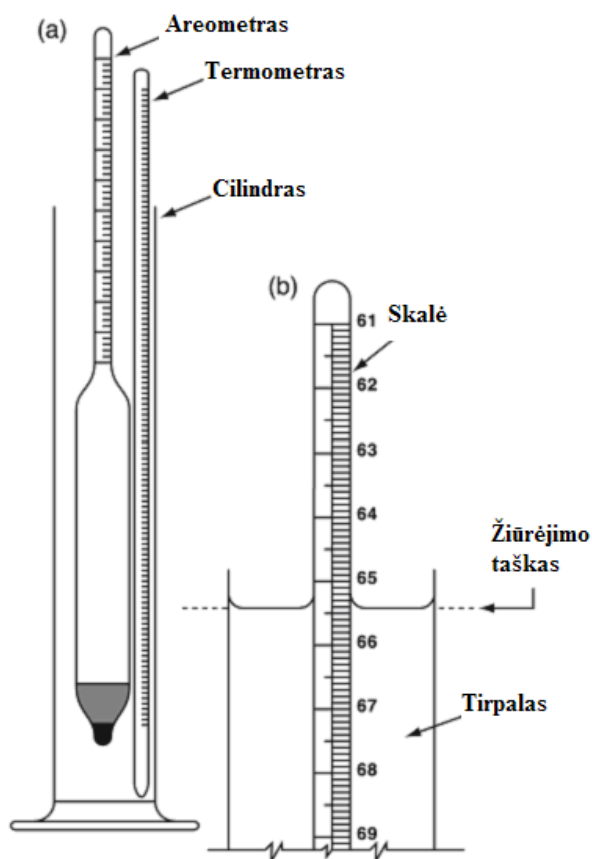
pieną, t.y. pripylus į jį vandens, jo tankis sumažėja, o nugriebus riebalus (grietinėle) – padidėja. Pvz., įpylus į pieną 10 % vandens, jo tankis sumažėja 3 kg/m³. Pieno baltymai, angliavandeniai, mineralinės medžiagos didina pieno tankį, o riebalai – mažina.

Darbo eiga:

Metodas taikomas žalio pieno tankiui nustatyti 3–25 °C temperatūros diapazone. Mėginiai laikomi taip, kad nepakistų jų sudėtis.

Mėginio paruošimas, kai pieno temperatūra 20 °C: mėginys atidžiai išmaišomas mėginio indą pavartant ir įstatomas į 40 °C vandens vonią. Kai mėginio temperatūra pasiekia 40 °C, jis palaikomas dar 5 min., po to 20 °C vonioje atvėsinamas iki 20 °C temperatūros.

250 ml ar 500 ml tiriamojo pieno mėginio atsargiai supilama į matavimo cilindrą. Kad pilant nesusidarytų putų, matavimo cilindras palenkiamas. Jeigu putų nepavyksta išvengti, jos nugriebiamos. Matavimo cilindras su tiriamuoju pieno mėginiu statomas ant horizontalaus paviršiaus. Išmatuojama tiriamojo mėginio temperatūra (t_1). Termometro rodmuo nustatomas ne anksčiau kaip praėjus 1 min. po termometro įmerkimo į mėginį. Paruoštas tyrimui areometras lėtai leidžiant įmerkiamas į tiriamąjį pieno mėginį tiek, kad iki matavimo skalės viršutinės ribos liktų 3–4 mm, ir paliekamas laisvai plūduriuoti. Areometras neturi liesti matavimo cilindro sienelių (15 pav.). Matavimo cilindro ir areometro padėtis turi būti taip apšviesta, kad gerai matytųsi jų skalės.



15 pav. Tirpalo tankio matavimas

Praėjus 1 min., kai areometras nusistovi, užrašomas pirmasis areometro skalės rodmuo (p_1). Skalės rodmuo atskaitomas pagal skalės menisko viršutinį kraštą. Po to areometras atsargiai pakeliamas ir vėl nuleidžiamas į tiriamąjį pieno mėginį ir paliekamas laisvai plūduriuoti. Analogiškai

nustatomas antrasis skalės rodmuo (p_2). Nustatant skalės rodmenis analitiko akys turi būti menisko lygyje. Rodmuo gali būti atskaitomas iki pusės mažiausios skalės padalos vertės.

Išmatavus tankį, vėl nustatoma tiriamojo mėginio temperatūra (t_2). Dviejų areometro skalės rodmenų p_1 ir p_2 skirtumas turi neviršyti $0,5 \text{ kg/m}^3$.

Kai tiriamojo pieno mėginio temperatūra $20 \text{ }^\circ\text{C}$, iš dviejų temperatūros rodmenų (t_1 ir t_2) apskaičiuojamas aritmetinis vidurkis (t). Iš dviejų areometro rodmenų temperatūroje t apskaičiuojamas aritmetinis tankio vidurkis ($\rho_{t\text{vid}}^{20}$).

Kai tiriamojo pieno mėginio temperatūra kitokia nei $20 \text{ }^\circ\text{C}$:

- jeigu mažesnė nei $20 \text{ }^\circ\text{C}$, tai tiriamojo mėginio tankis $20 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūroje apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\rho_{t}^{20} = \rho_t - (20 - t) \times k,$$

- jeigu didesnė nei $20 \text{ }^\circ\text{C}$, tai tiriamojo mėginio tankis $20 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūroje apskaičiuojamas pagal formulę:

$$\rho_{t}^{20} = \rho_t + (t - 20) \times k,$$

ρ_t – tiriamojo pieno mėginio tankis matavimo temperatūroje, kg/m ,

t – tiriamojo pieno mėginio temperatūra, $^\circ\text{C}$,

k – koeficientas, kurio dydis, kai mėginio temperatūra:

nuo $3,0 \text{ }^\circ\text{C}$ iki $4,0 \text{ }^\circ\text{C}$ – $0,32$;

nuo $4,5 \text{ }^\circ\text{C}$ iki $9,0 \text{ }^\circ\text{C}$ – $0,16$;

nuo $9,5 \text{ }^\circ\text{C}$ iki $15,0 \text{ }^\circ\text{C}$ – $0,18$;

nuo $15,5 \text{ }^\circ\text{C}$ iki $19,0 \text{ }^\circ\text{C}$ – $0,28$;

nuo $19,5 \text{ }^\circ\text{C}$ iki $25,0 \text{ }^\circ\text{C}$ – $0,34$;

Kai pieno mėginio temperatūra didesnė arba mažesnė negu $20 \text{ }^\circ\text{C}$, pieno tankio perskaičiavimas į tankį $20 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūroje pateikiamas 1 priede 3-6 lentelėse.

Bandymo rezultatai aprašomi į 14 lentelę.

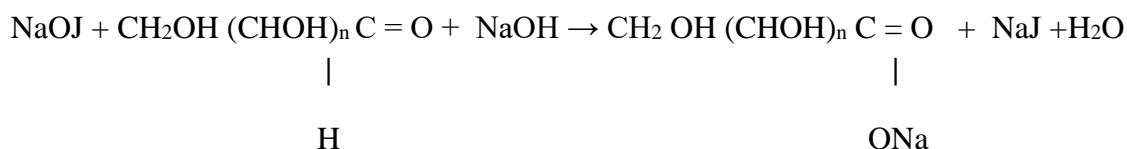
14 lentelė. Bandymų rezultatai

Pienas	Temperatūra, $^\circ\text{C}$			Išmatuotas tankis, kg/m^3			Perskaičiuotas tankis, kg/m^3 $20 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūrai
	t_1	t_2	t_{vid}	ρ_1	ρ_2	ρ_{vid}	

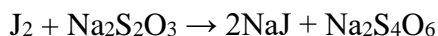
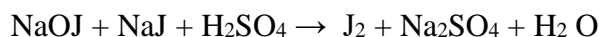
2.1.3. LAKTOZĖS KIEKIO NUSTATYMAS JODOMETRINIU METODU

Šio metodo esmė – laisvos angliavandenių aldehidinės grupės oksiduojamos šarminiu jodo tirpalu. Likęs neredukuotas jodas, pridėjus rūgšties, nutitruojamas natrio tiosulfatu. Iš paimto ir sunaudoto jodo kiekio skirtumo apskaičiuojama, kiek redukuojančių sacharidų yra tiriamajame produkte :





Taigi dalis jodo redukuojama iš NaOJ formos į NaJ. Likęs neredukuotas jodas, pridėjus rūgšties, nutitruojamas natrio tiosulfatu:



Šiuo būdu dažnai nustatomas laktozės kiekis piene ir kiti redukuojantys sacharidai.

Cukrų iš reikiamo produkto reikia išskirti į vandeninį tirpalą. Tam produkto mėginys susmulkinamas ir ekstrahuojamas vandeniu. Į vandeninį produkto ekstraktą pereina ne tik tirpūs sacharidai, bet ir kitos medžiagos (mineralinės druskos, baltymai, aminorūgštys, dažomosios medžiagos), kurios trukdo analizei. Kai kurios iš jų gali turėti redukuojančių savybių. Todėl šios medžiagos nusodinamos sunkiųjų metalų druskomis, dažniausiai vario sulfatu (šarminėje aplinkoje), cinko acetatu, kalio heksaciano feratu ir kt.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti laktozės kiekį piene jodometrinium metodu.



Reagentai:

- Felingo tirpalas Nr. 1 (69,25 g švaraus vario sulfato ištirpinama distiliuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1000 ml);
- 1 N NaOH tirpalas;
- 0,1N jodo tirpalas kalio jodide (J₂/KJ);
- 0,5 N HCl tirpalas;
- 0,1 N Na₂S₂O₃ tirpalas;
- Distiliuotas vanduo;
- 1 % kleisterizuoto krakmolo tirpalas.



Įranga, priemonės:

- Stiklinės lazdelės;
- Svarstyklės
- Pipetės;
- Biuretės;
- 250 ml kūginė kolba;
- 250 arba 500 ml matavimo kolbo;
- 25 arba 50 ml cheminė stiklinė;
- Filtro popierius.

Darbo eiga:

Į storasienį švarų sausą mėgintuvėlį pipete įpilama 5 ml tiriamojo pieno ir įlašinami 5-6 lašai 4 % CaCl₂ tirpalo. Mėgintuvėlis sandariai užkemšamas kamščiu ir dedamas į verdančio vandens vonią pieno baltymams nusodinti. Po 10 min mėgintuvėlis iš vandens vonios išimamas, tekančio šalto vandens srovėje atšaldomas iki 15 °C temperatūros ir gerai sukratomas, kad ant sienelių neliktų pieno baltymų nuosėdų ar kondensato. Gautos išrūgos užpilamos ant sauso popierinio filtro skridinėlio. Išsiskyrusių filtruotų išrūgų lašas užlašinamas ant refraktometro apatinės prizmės. Pagal nustatytą lūžio rodiklį, naudojantis 15 lentele, randamas tiriamojo pieno laktozės (pieno cukraus) kiekis (%).

15 lentelė. Pieno cukraus (laktozės) kiekis (%) pagal natūralaus pieno išrūgų lūžio rodiklį (17,5 °C temperatūroje)

Lūžio rodiklis	Laktozės kiekis	Lūžio rodiklis	Laktozės kiekis	Lūžio rodiklis	Laktozės kiekis	Lūžio rodiklis	Laktozės kiekis
----------------	-----------------	----------------	-----------------	----------------	-----------------	----------------	-----------------

1,3380	3,37	1,3390	3,88	1,3400	4,39	1,3410	4,85
1,3381	3,42	1,3391	3,93	1,3401	4,44	1,3411	4,90
1,3382	3,47	1,3392	3,98	1,3402	4,49	1,3412	4,95
1,3383	3,52	1,3393	4,03	1,3403	4,52	1,3413	5,00
1,3384	3,57	1,3394	4,08	1,3404	4,56	1,3414	5,05
1,3385	3,62	1,3395	4,13	1,3405	4,60	1,3415	5,10
1,3386	3,68	1,3396	4,19	1,3406	4,65	1,3416	5,15
1,3387	3,73	1,3397	4,24	1,3407	4,70	1,3417	5,20
1,3388	3,78	1,3398	4,29	1,3408	4,75	1,3418	5,25
1,3389	3,83	1,3399	4,34	1,3409	4,80	1,3419	5,30

2.1.4. CHEMINIŲ MEDŽIAGŲ PIENE NUSTATYMO METODAI

KOKYBINIS IR KIEKYBINIS SODOS NUSTATYMAS PIENE

Inhibicinės medžiagos (lot. *inhibere* – *sulaikyti*) – tai mikroorganizmų dauginimąsi stabdančios medžiagos: antibiotikai, įvairios konservuojančios (vandenilio peroksidas, amoniakas, formalinas, vario sulfatas ir kt.) ir dezinfekuojančios (chlorkalkės, chloraminas, natrio hipochloridas ir kt.) medžiagos. Jos į pieną gali patekti atsitiktinai arba jų sąmoningai pridedama, norint sustabdyti bakterijų dauginimąsi piene ir gauti gerus pieno tyrimo rezultatus bakterinio užteršimo atžvilgiu. Pieną su inhibicinių medžiagų priemaiša maistui vartoti kenksminga. Žalingas jų poveikis žmonėms gali pasireikšti alerginėmis reakcijomis (odos išbėrimu, niežėjimu, intoksikacija ir kt.). Be to, šios medžiagos stabdo pieno rūgšties bakterijų bei mielių, vartojamų rūgštiesiems pieno produktams ir sūriams gaminti, dauginimąsi.

KOKYBINIS SODOS NUSTATYMAS PIENE

Sodos kokybinio nustatymo metodo esmė – bromtimolio mėlynojo indikatoriaus tirpalo spalvos pasikeitimas įpylus jį į pieną, kuriame yra sodos (natrio karbonato arba natrio vandenilio karbonato).



Reagentai:

- etilo alkoholis;
- 0,04 % bromtimolio mėlynojo spiritinis tirpalas (100 ml matavimo kolboje 100 ml 960 etilo alkoholiuje ištirpinama 0,04 g bromtimolo mėlynojo. Jis turi būti laikomas tamsaus stiklo inde su pritrintu kamščiu).



Įranga, priemonės:

- 1, 2 ir 5 ml pipetės;
- Mėgintuvėliai;
- Lašintuvas;
- 100 ml matavimo kolba.

Darbo eiga:

Į sausą arba distiliuotu vandeniu perplautą mėgintuvėlį įpilama 5 ml pieno mėginio ir pakreipus mėgintuvėlį, atsargiai jo sienele įlašinami 5 lašai 0,04 % bromtimolio mėlynojo spiritinio tirpalo. Tirpalas lašinamas atsargiai, nutekinant lašus į mėginį mėgintuvėlio sienele. Po 2 min. įvertinama mėgintuvėlio paviršiuje susidariusio žiedinio sluoksnio spalva (16 lentelė).

16 lentelė. Apytikslis sodos priemaišos kiekis tiriamajame piene (%).

Apytikslis sodos priemaišos kiekis tiriamajame piene (%)	Indikatoriaus žiedo spalva
Sodos nėra	Geltona
0,03	Gelsvai žalia
0,05	Šviesiai žalia
0,07 – 0,1	Žalia
0,2	Tamsiai žalia
0,3	Melsvai žalia
>0,3	Mėlyna

Tikslesniam rezultatų įvertinimui ruošiamas kontrolinis pieno, kuriame nėra sodos, mėginys.

KIEKYBINIS SODOS NUSTATYMAS PIENE

Sodos kiekybinio nustatymo metodo esmė – pieno mėginio mineralizavimas jį sudeginant ir pelenų šarmingumo nustatymas titravimo būdu.



Reagentai:

- 0,1 mol/l druskos rūgšties (HCl) tirpalas. Gaminamas iš fiksanalio;
- 0,1 mol/l natrio hidroksido etaloninis titravimo tirpalas. Gaminamas iš fiksanalio;
- 10 proc. natrio hidroksido tirpalas. Pasveriamas 10 g natrio hidroksido ir ištirpinama 90 ml vandens;
- kalcio chloridas (CaCl₂ x 2H₂O);
- etilo alkoholis;
- fenolftaleino tirpalas. 1 g fenolftaleino ištirpinama nedideliame kiekyje 70 proc. etilo alkoholio ir juo vienažymėje matavimo kolboje praskiedžiama iki 100 ml.



Įranga, priemonės:

- 1, 2 ir 5 ml pipetės;
- Tigliai;
- Lašintuvai;
- 100 ir 1000 ml matavimo kolba.

Darbo eiga:

Paruošimas analizei:

Natrio hidroksido tirpalo pataisos koeficientui nustatymas. Į kūginę 100 ml kolbą įpilama 10 ml 0,1 mol/l druskos rūgšties tirpalo. Įlašinama 3 lašai fenolftaleino tirpalo, išmaišoma ir titruojama natrio hidroksido tirpalu iki silpnai rausvos spalvos.

Pataisos koeficientas (K) natrio hidroksido tirpalui apskaičiuojamas pagal formulę:

$$K = \frac{V_1}{V_2}$$

V₁ – 0,1 mol/l druskos rūgšties tirpalo kiekis, ml;

V₂ – sunaudoto titravimui natrio hidroksido 0,1 mol/l tirpalo kiekis, ml.

Sočiojo kalcio chlorido tirpalo paruošimas. Pasveriamas 400 g kalcio chlorido, suberiama į 1000 ml vienažymę matavimo kolbą ir įpilama 100 ml vandens. Šildoma vandens vonioje, kol kalcio chloridas visiškai ištirpsta. Po to tirpalas atvėsinaamas iki 20±2 °C. Ant kolbos dugno nusėda susidarę kalcio chlorido kristalai. Į kolbą įlašinama 3–5 lašai fenolftaleino tirpalo ir kalcio chlorido tirpalas neutralizuojamas, įpylus 10 proc. natrio hidroksido tirpalo, kol nusidažo silpnai rausva spalva.

Tiglių paruošimas. Prieš naudojant tigliai perplaunami druskos rūgšties tirpalu, po to vandeniu ir kaitinami iki pastovios masės. Iškaitinti tigliai laikomi eksikatoriuje.

Į tigli sveriami 10 g pieno mėginio ir vandens vonioje išgarinama. Po to deginama ant elektrinės viryklės. Galutinai sudeginama mufelinėje krosnyje 500±50 °C temperatūroje. Deginama, kol pelenai tiglyje tampa baltos spalvos.

Baigus deginti, į tigli įpilama 10 ml druskos rūgšties tirpalo ir viskas supilama į 100 ml kolbą. Tiglis, du kartus įpilant po 25 ml, perplaunamas virintu vandeniu ir vanduo supilamas į tą pačią kolbą. Kolba su tirpalu kaitinama ant elektrinės viryklės, kol pradeda silpnai virti. Pradėjus virti pakaitinama 1 min.

Po to tirpalas atvėsinaamas iki 20±2 °C temperatūros, įlašinama 2–3 lašai fenolftaleino tirpalo ir 3–5 lašai neutralizuoto sočiojo kalcio chlorido tirpalo. Titruojama 0,1 mol/l natrio hidroksido (NaOH) etaloniniu titravimo tirpalu iki silpnai rausvos spalvos, kuri per 1 min. turi nepakisti.

Sodos kiekis (X) procentais, perskaičiavus į natrio karbonatą, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$X = \frac{(V_1 - V_2 \cdot K) \cdot 0,0106 \cdot 100}{m} - 0,025$$

V_1 – įpilto 0,1 mol/l druskos rūgšties tirpalo kiekis, ml;

V_2 – sunaudoto titravimui 0,1 mol/l natrio hidroksido (NaOH) etaloninio tirpalo kiekis, ml;

K – natrio hidroksido (NaOH) etaloninio titravimo tirpalo pataisos koeficientas;

0,0106 – perskaičiavimo koeficientas;

m – mėginio masė gramais;

0,025 – natūraliame piene esantis sodos kiekis, proc.

VANDENILIO PEROKSIDO NUSTATYMAS PIENE

Metodo esmė – vandenilio peroksido sąveika su kalio jodidu. Išsiskyręs jodas, reaguodamas su krakmolu, nusidažo mėlynai.



Reagentai:

- Koncentruota sieros rūgštis (H₂SO₄), ρ = 1,83-1,84 g/cm³. Į 3 tūrius vandens įpilamas 1 tūris koncentruotos sieros rūgšties ir gerai sumaišoma
- Kalio jodidas (KJ);
- Bulvių krakmolas.

Kalio jodido ir krakmolo tirpalų mišinio paruošimas. Į cheminę stiklinę atsveriami 3 g krakmolo, užpilama 20 ml vandens, išmaišoma. Po to nuolat maišant įpilama 80 ml verdančio vandens ir atšaldoma. Lygiagrečiai paruošiamas kalio jodido tirpalas. Atsveriami 3 g kalio jodido ir ištirpinama 5–10 ml vandens. Kalio jodido tirpalas supilamas į krakmolo tirpalą. Mišinys kruopščiai išmaišomas ir laikomas tamsioje, šaldytuve. Pagamintą tirpalą galima naudoti ne ilgiau kaip 5 paras.



Įranga, priemonės:

- Mėgintuvėliai;
 - Vandens vonia.
-

Darbo eiga:

Prieš analizę mėginys vandens vonioje pašildomas iki (35±5) °C, kruopščiai išmaišomas ir atvėsinaamas iki (20±2) °C temperatūros.

Į mėgintuvėlį įpilama 1 ml tiriamojo pieno. Kruopščiai, nemašant įlašinami du lašai sieros rūgšties tirpalo, 0,2 ml kalio jodido ir krakmolo tirpalų mišinio. Po 10 min. stebimas mėgintuvėlio turinio spalvos pasikeitimas. Rezultatai įvertinami stengiantis nesujudinti mėgintuvėlio turinio. Jei jame pastebimos mėlynos dėmės, vadinasi, piene yra vandenilio peroksido priemaišų.

AMONIAKO NUSTATYMAS PIENE

Metodo esmė – pieno baltymų nusodinimas rūgštimi ir išrūgų spalvos pasikeitimas, sumaišius jas su Neslerio reagentu.



Reagentai:

- Neslerio reagentas;
- 10 proc. acto rūgšties (CH₃COOH) tirpalas. Matavimo cilindru pamatuojama 10 ml koncentruotos acto rūgšties. Į stiklinę įpilama 90 ml vandens, įpilama iš cilindro koncentruota acto rūgštis ir kruopščiai sumaišoma.



Įranga, priemonės:

- 50 - 100 ml cheminės stiklinės;
 - vandens vonia;
 - 20 ml matavimo cilindras;
 - Pipetės;
 - Mėgintuvėliai.
-

Darbo eiga:

Pieno baltymams nusodinti į cheminę stiklinę matavimo cilindru pamatuojama 20±2 ml mėginio ir vandens vonioje 2–3 min. pašildoma iki 40–45 °C temperatūros. Į pašildytą mėginį įpilama 1 ml acto rūgšties tirpalo. Išmaišoma ir paliekama 10 min., kad koaguluotų kazeinas.

Pipete pamatuojama 2 ml išrūgų (svarbu, kad nepatektų kazeino dribsnių) ir supilama į mėgintuvėlį. Į tą patį mėgintuvėlį įpilama 1 ml Neslerio reagento ir tuoj pat sumaišoma. 1 min. stebimas spalvos pasikeitimas. Matuojant Neslerio reagentą būtina naudoti specialų matavimo prietaisą arba pipetę su gumine kriauše.

Jeigu mėgintuvėlyje esantis mišinys tampa citrinos geltonumo spalvos, tai amoniako kiekis būdingas natūraliam pienui.

Jeigu mėgintuvėlio turinys tampa įvairaus intensyvumo oranžinis – amoniako kiekis piene didesnis už natūralų.

2.1.5. PIENO FERMENTŲ AKTYVUMO TIKRINIMAS

Fermentai – tai baltyminės medžiagos, kurias gamina pieno liaukos ląstelės ir pieno mikroorganizmai. Piene yra hidrolizuojančių fermentų: lipazės, fosfatazės, laktazės, amilazės, proteazių, lizocimo, iš oksidacinių-redukcinių fermentų piene yra peroksidazės, reduktazės ir katalazės.

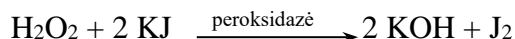
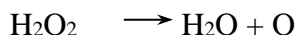
Siekiant nuslopinti patekusių mikroorganizmų veiklą ir inaktyvuoti jų išskirtus fermentus, pienas arba grietinėlė yra pasterizuojamas, o šiluminio apdorojimo efektyvumas tikrinamas pagal pieno fermentų peroksidazės arba fosfotazės inaktyvavimą.

Fosfatazė katalizuoja fosforo rūgšties organinių esterių hidrolizę. Ji sunaikinama, pienu pasterizuojant 63-65 °C temperatūroje ir išlaikant 30 min. Fosfatazė į pienu patenka iš pieno liaukos.

Perosidazės patenka į pienu tik iš pieno liaukos. Šis fermentas suyra didesnėje kaip 80-82 °C temperatūroje. Ši fermento savybė naudojama pasterizacijai, atliekamai aukštesnėje kaip 80 °C temperatūroje ir išlaikius 20–30 s kontroliuoti.

PEROKSIDAZĖS REAKCIJA SKALIO JODIDO – KRAKMOLO TIRPALU

Metodo esmė – pridėto vandenilio peroksido ardymas piene ar jo produktuose esančiu fermentu peroksidaze. Skylant vandenilio peroksidui, išsiskiria aktyvusis deguonis. Jis oksiduoja kalio jodidą iki molekulinio jodo, kuris tirpale esantį krakmolą nudažo mėlynai:



Darbo tikslas: nustatyti temperatūros įtaką pieno ar pieno produktų fermento peroksidazės aktyvumui.



Reagentai:

- 0,5 % vandenilio peroksido tirpalas;
- 10 % kalio jodido tirpalas;
- 1 % krakmolo tirpalas.



Įranga, priemonės:

- 5 ml pipetė;
- Mėgintuvėliai;
- Lašintuvas;
- 100 ml matavimo kolba;
- Stiklinė lazdelė.

Darbo eiga:

0,5 ml 1 % krakmolo tirpalo, sumaišoma, įlašinami 2 lašai 10 % kalio jodido tirpalo krakmolo tirpale. Sukant mėgintuvėlį sumaišoma ir įlašinami 5 lašai 0,5 % vandenilio peroksido tirpalo. Maišant stebima mėgintuvėlio turinio spalva.

17 lentelė. Naudojamų produktų ir distiliuoto vandens kiekiai

Produkto pavadinimas	Produkto kiekis	Distiliuoto vandens kiekis, ml
Pasterizuotas pienas	5 ml	-
Grietinė	2 – 3 ml	2 – 3
Grietinė	2 – 3 g	2 – 3
Skysti rūgštūs pieno produktai	5 ml	-
Baltyminiai pieno produktai	2 – 3 g	2 – 3
Sviestas (plazma)	2 – 3 ml	2 - 3

Jeigu tiriamajame produkte peroksidazės nėra, spalva nesikeičia, taigi pieno produktai buvo tinkamai pasterizuoti. Jeigu tiriamajame produkte peroksidazės yra, tai mėgintuvėlio turinys per 30 sekundžių (ne vėliau kaip po 2 min) nusidažo mėlynai. Rūgščių pieno produktų ir raugintos grietinės, sviesto pavyzdžiai iš pradžių nusidažo pilkai mėlyna spalva, kuri palaipsniui pereina į mėlyną. Daroma išvada, kad pienas buvo pasterizuotas žemesne negu 80 °C temperatūra arba sumaišytas su nepasterizuotu.

FOSFATAZĖS REAKCIJA SU FENOLFTALEINO NATRIO FOSFATU

Metodo esmė – pridėto fenolftaleino natrio fosfato hidrolizė piene ir jo produktuose esančių fermentu fosfataze. Hidrolizės metu išsiskyręs laisvas fenolftaleinas šarminėje aplinkoje susidarius chinoidinei grupei, nusidažo reakcijos mišinį rausvai:



Darbo tikslas: nustatyti temperatūros įtaką pieno ar pieno produktų fermento fosfatazės aktyvumui.



Reagentai:

- 0,1 % fenolftaleino natrio fosfato tirpalas 1 N amoniamo buferiniame tirpale;
- 0,1 N NaOH tirpalas;
- Chloroformas (chemiškai švarus);
- Distiliuotas vanduo.



Įranga, priemonės:

- 5 ml pipetė;
- Mėgintuvėliai;
- Lašintuvas;
- 100 ml matavimo kolba;
- Stiklinė lazdelė.

Darbo eiga:

Fenolftaleino natrio fosfato tirpalo paruošimas analizei:

Į 100 ml matavimo kolbą įpilama 80 ml 1 N amoniamo ir 20 ml 1 N amonio chlorido tirpalo (NH₄Cl), t.y. santykiu 4:1. Kolbos turinys išmaišomas. Jo pH turi būti 9,8. Po to įdedama ir ištirpinama 0,1 g fenolftaleino natrio fosfato miltelių. Gautas tirpalas laikomas vėsioje vietoje tamsaus stiklo inde su pritrintu stikliniu kamščiu. Pagamintas reagentas turi būti bespalvis.

Į švarų sausą mėgintuvėlį įpilama (18 lentelė) nurodyti tiriamosios produkto, distiliuoto vandens, 0,1 % fenolftaleino natrio fosfato tirpalo ir jei reikia 0,1 N NaOH tirpalo kiekiai.

18 lentelė. Fosfatazės reakcija su fenolftaleino natrio fosfatu naudojamų medžiagų kiekiai

Produkto pavadinimas	Produkto kiekis, ml	Distiliuoto vandens kiekis, ml	0,1 N NaOH tirpalas (ml)	Fenolftaleino natrio fosfato kiekis, ml
Pasterizuotas peinas	2	-	-	1
Grietinė	2	2	-	1
Skysti rūgštūs pieno produktai	2	2	-	2
Grietinė	2 g	2	-	2
Varškė	2 g	-	4	2

Mėgintuvėlis užkemšamas kamščiu ir viskas gerai suplakama. Tada mėgintuvėlis statomas į vandens vonią, kurioje palaikoma 40-50 °C temperatūra. Po 10 min ir vėliau, po 1 valandos, įvertinama mėgintuvėlio turinio spalva.

Jeigu tiriamajame produkte fosfatazės nėra, tai mėgintuvėlio turinio spalva nepasikeičia. Daroma išvada, kad pienas ir iš jo pagaminti produktai buvo pasterizuoti ne žemesnėje kaip 63 °C temperatūroje. Jei mėgintuvėlio turinio spalva šviesiai rožinė arba ryškiai raudona, tai tiriamajame pavyzdyje yra fosfatazės. Daroma išvada, kad pienas ir iš jo pagaminti produktai nebuvo pasterizuoti, pasterizavimo temperatūra buvo žemesnė kaip 63 °C, arba jie buvo sumaišyti su nepasterizuotais produktais, kurių buvo pridėta ne mažiau kaip 2 %.

2.1.6. VITAMINO C KIEKIO NUSTATYMAS PIENE

Vitaminai yra svarbi pieno sudedamoji dalis. Jie lemia kai kurias pieno savybes. Dalis vitaminų turi įtakos oksidaciniais-redukciniams procesams, todėl veikia kaip antioksidantai. Kai

kurie vitaminai suteikia pienui ir pieno produktams spalvą. Kiti vitaminai stimuliuoja patekusių į pieną bakterijų dauginimąsi, todėl jų kiekis yra svarbus gaminant raugintus pieno produktus.

Vitaminų kiekis piene yra nepastovus ir priklauso nuo daugelio veiksnių. Pagrindiniai veiksniai yra pašarų kokybė, galvijo virškinamojo trakto mikroorganizmai bei metų laikas. Taip pat priklauso nuo galvijo fiziologinės būklės, individualių savybių, veislės ir kt.

Piene randama apie 30 įvairių vitaminų. Svarbiausieji jų yra A, B grupės, PP, C, D, K, E ir kt. vieni iš jų patenka per pašarus, kiti sintetinami mikroorganizmų, esančių galvijų virškinamajame trakte. Kai karvės šeriamos pagal subalansuotus racionus, gerais, turinčiais daug vitaminų pašarais, piene vitaminų būna daugiau.

Kai kuriuos vitaminus (B grupės, C) sintetina virškinimo trakto mikroflora, todėl jų kiekis piene priklauso ne tik nuo pašarų. Provitaminas ergosterinas, veikiamas ultravioletinių spindulių, virsta vitaminu D₂. Todėl vasarą piene jo yra 5-8 kartus daugiau negu žiemą. Kai kurie pieno rūgšties bakterijų kamienai, besidaugindami raugintuose produktuose, vitaminų C, PP, B₁₂ ir kitų kiekį padidina net kelis kartus.

Vitamino C (askorbo rūgšties) kiekis piene kinta nuo 0,3 iki 3,5 mg /100 g produkto. Vidutiniškai vitamino C piene yra nedaug, tik apie 1 mg/100 g. šis vitaminas labai neatsparus šviesos ir deguonies poveikiui. Jis aktyviai dalyvauja oksidacijos-redukcijos procesuose, kurie ypač suaktyvėja, jeigu yra vario ar geležies jonų.

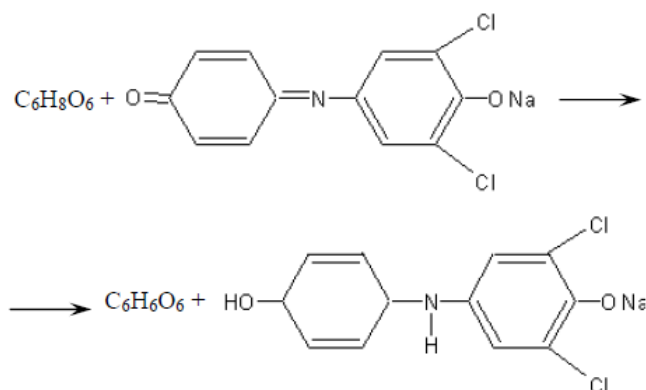
Pienas skirtas vartotojams yra pasterizuojamas. Pasterizacijos metu nežymi dalis vandenyje tirpstančių vitaminų sumažėja (19 lentelė). Riebaluose tirpstančių vitaminų kiekis praktiškai nepakinta.

Laikant pieną vitamino C kiekis taip pat mažėja. Pieno rauginimo metu vitamino C kiekis sumažėja 25 %. Tai susiję su oksidacijos redukcijos procesais. Vitaminas C lengvai sudaro kompleksus su metalais, ypač su vario jonais. Taip pat dalyvauja suteikiant pienui skonį.

19 lentelė. Kai kurių vitaminų kiekio (%) sumažėjimas terminio apdorojimo metu nuo buvusio žaliame piene



Vitaminai	Vitaminų kiekis 100 g pieno (vidutinė reikšmė)	Terminio apdorojimo temperatūra, °C		
		71-73 °C, išlaikant 15 s	140 °C, išlaikant 15 s	130-150 °C, išlaikant 1 - 4 s
C (askorbo rūgštis)	0,3 – 3,5 mg	5 – 25	10 – 20	25
B ₁ (tiaminas)	0,02 – 0,08 mg	5 – 10	5 – 15	10
Folio rūgštis (B ₉)	4 – 5,3 μg	3 – 10	10 – 20	10
B ₆ (piridoksinas)	0,02 – 0,06 μg	0 – 5	5 – 10	10
B ₁₂ (kobalaminas)	0,22 – 0,5 μg	3 - 10	10 - 20	10

Metodo esmė: šis metodas pagrįstas oksidacijos-redukcijos reakcija tarp askorbo rūgšties (Vitamino C) ir indikatoriaus 2,6 – dichlorfenolindofenolio (Tilmanso reagentas).



Indikatorius rūgščioje terpėje duoda raudoną spalvą, o neutralioje ir šarminėje – mėlyną. Titruojant rūgštinę produkto ištrauką Tilmanso reagentu, askorbo rūgštis oksiduojasi iki dehidroaskorbo rūgšties, o indikatorius redukuojasi, pereidamas į bespalvę formą. Titruojamas skystis išlieka bespalvis iki askorbo rūgšties pabaigos. Reakcijai pasibaigus, indikatoriaus perteklius nudažo tirpalą rausva spalva.

Darbo tikslas: nustatyti vitamino C kiekį piene ir kituose maisto produktuose, palyginti jį su literatūroje pateiktomis duomenimis.

	Reagentai:	
	<ul style="list-style-type: none"> - 1% druskos rūgštis (HCl); - 1 % oksalo rūgšties tirpalas; - Tilmanso reagentas. 	
	Įranga, priemonės:	<ul style="list-style-type: none"> - 100 ml matavimo kolbutė ; - 250 ml kūginė (konusinė) kolba; - Biuretė.
	<ul style="list-style-type: none"> - Porcelianinė lėkštelė; - Tarka; - Grūstuvė; 	

Pasiruošimas produkto analizei (jei jis būtinas): analizuojamas produktas smulkinamas (sutarkuojamas, sutrinamas ir pan.)

Darbo eiga:

Porcelianinėje lėkštėje atsveriamą apie 8-10 g analizuojamo produkto (pieno ar kito produkto), įpilama 20 ml 1% HCl ir stikline lazdele viskas gerai ištrinama iki homogenizuotos masės (trinti ne ilgiau 5 min). Gauta tyrė (skystis) per piltuvėlį be nuostolių perpilama į 100 ml talpos matavimo kolbutę 1 % oksalo rūgšties tirpalu ir ta pačia rūgštimi praskiedžiama iki žymės. Gautas tirpalas gerai sumaišomas pavartant kolbutę, užkimšus jos kaklelį pirštu ir filtruojamas į sausą kolbutę.

Į konusinę kolbutę atmatuojama 10-20 ml filtrato ir titruojama Tilmanso reagentu iki rožinės spalvos, neišnykstančios 0,5-1 min. Analizė pakartojama ir rezultatu bus aritmetinis šių dviejų titravimų vidurkis. Skirtumas tarp titravimų neturi būti didesnis nei 0,03 ml. Titravimo laikas ne daugiau 2 min (žr. 16 paveikslą).

Askorbo rūgšties kiekis 100 g produkto (mg%) paskaičiuojama pagal formulę, o rezultatai surašomi į 20 lentelę:

$$X = (A * T * V * 100) / (V_i * m)$$

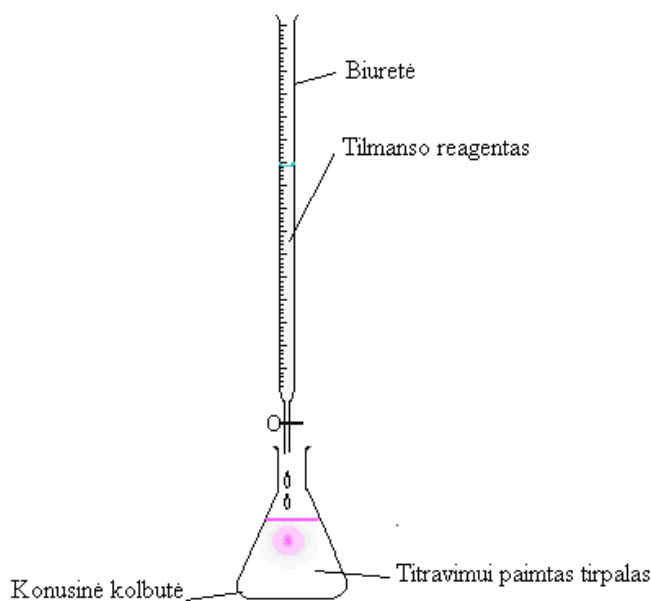
A – Tilmanso reagento kiekis, sunaudotas filtravimui (ml)

T – Tilmanso reagent titras pagal askorbo rūgštį, mg (T = 0,1)

V – matavimo kolbutės tūris (ml)

V_i – filtrato kiekis paimtas titravimui (ml)

m – tiriamos medžiagos kiekis, paimtas analizei (g).



16 pav. Titravimo eiga

20 lentelė. Rezultatų pateikimas

	Askorbo rūgšties kiekis, mg/100 g produkto	
	Pienas	
Gautas askorbo rūgšties kiekis		
Pasirinkto produkto vitamino C kiekis nurodytas literatūroje		

2.1.7. MINERALINIŲ MEDŽIAGŲ NUSTATYMAS PIENE

Pieno mineralines medžiagas sudaro apie 50 įvairių elementų (21 lentelė). Piene jos yra organinių ir neorganinių druskų pavidalu, kurios į jį patenka iš gyvūnų kraujo. Dalis šių junginių susidaro galvijo organizme, dalis pereina iš pašarų, todėl mineralinių medžiagų kiekis piene priklauso nuo galvijo veislės, jo fiziologinės būklės, nuo pašarų bei metų laiko.

Mineralinės medžiagos turi didelę įtaką pieno savybėms – terminiam stabilumui, buferiškumui (makroelementai K, Na ir Cl₂ palaiko pieno druskų pusiausvyrą. Visa tai turi įtakos pieno koloidinės sistemos stabilumui), juslinėms savybėms ir kt.

21 lentelė. Makroelementų kiekis piene (mg/100 g)

Makroelementai	Kiekiai, mg/100 g
Natris (Na)	35 – 60
Kalis (K)	135 – 155
Kalcis (Ca)	100 – 140
Magnis (Mg)	10 – 15
Fosforas (P)	75 - 110

Nuo makroelementų piene priklauso technologinių procesų eiga ir gaminamų produktų kokybė, pvz., kazeino micelėms ypač svarbus yra kalcis. Nuo kalcio jonų kiekio priklauso kazeino micelių dydis. Kuo mažiau kalcio, tuo kazeino dalelės yra mažesnės. Tuo tarpu kalcio jonų perteklius gali būti ne tik kazeino dalelių padidėjimo, bet ir jų koaguliacijos priežastis. Esant didesniai kalcio kiekiui kazeino dalelių koaguliacija tampa priklausoma nuo temperatūros. Keliant temperatūrą

kazeino koaguliacija įvyksta greičiau. Kalcio jonai yra ypač svarbūs fermentiniam pieno sutraukimui. Šiuo atveju jie tampa jungiamąja grandimi tarp fermento paveiktų kazeino dalelių. Jeigu piene mažai kalcio jonų, susiformuoja blogos kokybės fermentinė struktūra arba ji visiškai nesusidaro.

KALCIO KIEKIS PIENE

Metodo esmė – katijonų, taip pat ir kalcio, nustatymas kompleksometrijos metodu titruojant trilonu B (etilendiamintetracetato rūgšties dinatrio druska), kaip indikatorių naudojant mureksidą (amonio purpuratą).

Kalcis, kaip ir kiti metalai, nepriklausomai nuo jų valentingumo, reaguoja su trilonu B santykiu 1:1. Komplekso viduje susidarę ryšiai yra pastovūs. Pats kompleksas vandenyje netirpus. Mureksidas, kuris šiuo atveju naudojamas kaip indikatorius, su kalcio jonų ir trilono B kompleksu, yra nepatvarus. Kai trilonas B yra sujungti visi kalcio jonai, tai mureksidas, netekęs kalcio jonų, suteikia tirpalui alyvinį atspalvį. Trilonu B kalcis titruojamas šarminėje terpėje (pH 12).

Darbo tikslas – išmokti nustatyti kalcio kiekį piene.



Reagentai:

- Distiliuotas vanduo;
- 2N natrio šarmas (NaOH);
- 0,1 N trilono B tirpalas;
- Mureksidas;
- Druska (NaCl);
- 0,1 N CaCl₂ tirpalas.



Įranga, priemonės:

- Grūstuvė;
- 100 ml matavimo kolbutė ;
- 250 ml kūginė (konusinė) kolba biuretė.

Darbo eiga:

Į 200-250 ml kūginę kolbutę įpilama 5 ml pieno, 50- 55 ml distiliuoto vandens, 5 ml 2N NaOH ir iš biuretės 3,5 ml 0,1 N trilono B tirpalo. Po 2 min įberinama apie 0,04 g sauso mureksido ir NaCl mišinio (1:50). Laisvas trilonas B titruojamas 0,1 N CaCl₂ tirpalu, kol atsiranda pastovi rausva spalva. Įpilto trilono B tirpalo ir nutitruoto 0,1 N CaCl₂ tirpalo kiekis ml skirtumas atitinka sureagavusi trilono B kiekį su piene esančiu kalciumu.

Kalcio kiekis piene Ca (mg %) apskaičiuojamas pagal šią formulę:

$$Ca = \frac{V * 2 * 100}{G}$$

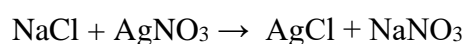
V – 0,1 N trilono B kiekis, sureagavęs su piene esančiu kalciumu, ml;

2 – 1 ml 0,1 N trilono B atitinka 2 mg kalcio;

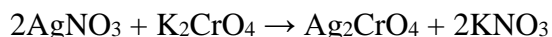
G – tiriamo produkto masė, g.

CHLORIDŲ KIEKIS PIENO CUKRUJE

Metodo esmė – chloridų kiekio nustatymas pagal chloro jonų reakciją su sidabro nitratu, kur kaip indikatorius imamas kalio bichromatas.



Iš sunaudoto sidabro nitrato kiekio apskaičiuojamas chloridų kiekis. Kaip indikatorius imamas K_2CrO_4 su $AgNO_3$ sudaro oranžines Ag_2CrO_4 nuosėdos:



Darbo tikslas – išmokti nustatyti chloridų kiekį pieno cukruje.



Reagentai:

- Distiliuotas vanduo;
- Laktozė;
- 10 % K_2CrO_4 ;
- 0,1 N sidabro nitrato tirpalas.



Įranga, priemonės:

- 100 ml stiklinė;
- 250 ml kūginė (konusinė) kolba biuretė.

Darbo eiga:

Į 100 ml talpos cheminę stiklinę pipete įpilama 10 ml praskiesto pieno cukraus (1:20) tirpalo, 1 ml 10 % K_2CrO_4 ir titruojama 0,1 N sidabro nitrato tirpalu, kol atsiranda plytų raudonumo spalva.

Chloridų kiekis Cl (%) apskaičiuojamas pagal šią formulę:

$$Cl = \frac{V * 0,003546 * 100 * K}{0,05}$$

V – titravimui sunaudoto sidabro nitrato tūris ml, sumažintas 0,1 ml;

0,5 – pieno cukraus kiekis, esantis 10 ml tirpalo, g;

0,003456 – 0,1 N sidabro nitrato tirpalo titras pagal Cl ;

K – pataisos koeficientas sidabro nitrato tirpalo titrui.

2.1.8. PIENO TERMOSTABILUMO NUSTATYMAS

Pieno termostabilumas (šiluminis patvarumas) yra labai svarbus gaminant sterilizuotą pieną ir pieno konservus. Ši pieno savybė daugiausia priklauso nuo rūgštingumo ir jame esančių mineralinių medžiagų kiekio bei sudėties. Pieno atsparumas kaitinimui mažėja didėjant pieno rūgštingumui, taip pat piene esant per daug katijonų (kalcio, magnio ir kt.). Virinamas šviežias pienas nekoaguliuoja, nes kazeinas yra atsparus aukštai temperatūrai.

Metodo esmė – tiriamojo produkto ir eilo alkoholio maišymas vienodais kiekiais ir gauto mišinio konsistencijos analizė. Etilo alkoholis sumažina hidratuoto vandens kiekį kazeino molekulės paviršiuje. Kazeino molekulės, likusios be hidratuoto vandens apvalkalelių, veikiamos pieno rūgšties (vandenilio jonų) keičia struktūrą ir formą. Kazeine susidaro naujos laisvos grupės, kurios jungiasi viena su kita, didina baltymų koaguliaciją. Juo pH arčiau izoelektrinio taško, tuo baltymai labiau koaguliuoja. Šiuo metodu nustatoma superkamo pieno ir grietinėlės kokybė, taip pat pasterizuoto pieno ar pasterizuotos grietinėlės pastovumas sterilizuojant. Analizuojamos grietinėlės riebumas turi būti ne didesnis kaip 40 %.

Pieno termostabilumo nustatymas panaudojant etilo alkoholi

**Reagentai:**

- Etilo alkoholis;
- Distiliuotas vanduo.

**Įranga, priemonės:**

- 2 ml pipetės;
- 5 Petri lėkštelės;
- 5 vnt. 100 ml matavimo kolbų.

Etilo alkoholio mišinių paruošimas analizei. Tam tikros koncentracijos (69, 7, 72, 75 ir 80 %) etilo alkoholis gaunamas gryną alkoholį (94-98 %) atitinkamu santykiu sumaišius su vandeniu (22 lentelė).

22 lentelė. 20 °C temperatūros etilo alkoholio ir vandens tūriai tam tikros koncentracijos etilo alkoholiui gauti

Etilo alkoholio koncentracija, %	Etilo alkoholio (A) ir vandens (V) tūriui, kai etilo alkoholio koncentracija, %									
	98		97		96		95		94	
	A	V	A	V	A	V	A	V	A	V
68	69,4	33,6	70,1	32,8	70,8	31,9	71,6	31,0	72,3	30,2
70	71,4	31,5	72,2	30,8	72,9	29,7	73,7	28,8	74,5	27,9
72	73,5	29,4	74,2	28,5	75,0	27,5	75,8	26,6	76,6	25,7
75	76,5	26,1	77,3	25,2	78,1	24,2	78,9	23,3	79,8	22,3
80	81,6	20,7	82,5	19,7	83,3	18,7	84,2	17,6	85,1	16,6

Po to išmatuojamas paruošto mišinio tankis. Jis $20 \pm 0,1$ °C temperatūroje turi būti, kg/m^3 : 890,4 (etilo alkoholio 68 %); 885,5 (70 %); 880,5 (72 %); 872,8 (75 %) ir 859,3 (80 %). Išmatuotas tirpalo tankis turi skirtis nuo nurodytosios reikšmės ne daugiau kaip 0,5 aerometro padalos arba 0,25 % etilo alkoholio koncentracijos.

Darbo eiga:

Į penkias atskiras švarias sausas Petri lėkšteles arba plačiadugnes žemaūges stiklines įpilama po 2 ml tiriamojo mėginio ir po 2 ml skirtingų koncentracijų (80, 75, 72, 70 ir 68 %) etilo alkoholio tirpalų. Tyrimams naudojamas 20 ± 2 °C temperatūros pienas, o grietinėlė prieš tai cheminėje stiklinėlėje pašildoma ant vandens vonios iki 43 ± 2 °C temperatūros, išmaišoma, atšaldoma iki 20 ± 2 °C temperatūros ir analizuojama.

Sukamuoju judesiu Petri lėkštelės arba stiklinės turinys atsargiai išmaišomas ir po 2 ± 1 min stebima jo konsistencija. Jeigu Petri lėkštelės arba stiklinės dugne, tekant tiriamojo produkto ir etilo alkoholio mišiniui, nuosėdų nesusidaro, vadinasi pavyzdys alkoholį bandinį išlaikė. Priklausomai nuo to, kokios konsistencijos etilo alkoholis nesukėlė nuosėdų susidarymo, pienas skirstomas į 5 klases (23 lentelė).

23 lentelė. Pieno termostabilumo klasė pagal alkoholinį bandinį

Klasė	I	II	III	IV	V
Etilo alkoholio koncentracija, %	80	75	72	70	68

I ir II klasės pienas tinka pieno konservų gamybai, o I-III klasės – sterilizuoto pieno gamybai. IV ir V klasės pienas yra nešviežias arba nenatūralus, neatsparus šiluminiam apdorojimui – technologiškai apdorojant, jame gali įvykti baltymų koaguliacija.

Pieno termostabilumo nustatymas panaudojant kalcio chloridą

Metodo esmė – metodas pagrįstas pieno baltymų koaguliavimu kalcio chlorido tirpalo ir 100 °C temperatūros poveikyje.



Reagentai:

- 4 % kalcio chlorido (CaCl_2) vandeninis tirpalas (4 g bevandenio kalcio chlorido ištirpinama 96 ml distiliuoto vandens);
- distiliuotas vanduo.



Įranga, priemonės:

- 10 ml pipetės;
- Mėgintuvėliai;
- Vandens vonia.

Darbo eiga:

Į mėgintuvėlį pipete įpilama 10 ml tiriamojo pieno ir mėgintuvėlis 5 min. panardinamas į verdančio vandens vonią. Vandens lygis turi būti 1 cm aukštesnis už mėgintuvėlio turinio lygį.

Mėgintuvėlio turinys išpilamas į Petri lėkštelę ir stebima jo konsistencija. Į kitą mėgintuvėlį įpilama 10 ml tiriamojo pieno ir 0,5 ml 4 % kalcio chlorido (CaCl_2) vandeninio tirpalo. Mėgintuvėlio turinys išmaišomas ir 5-10 min. panardinamas į verdančio vandens vonią. Vandens lygis turi būti 1 cm aukštesnis už mėgintuvėlio turinio lygį.

Po to mėgintuvėlio turinys atšaldomas ir nustatoma jo konsistencija.

Jei tiriant pieną Petri lėkštelėje ar mėgintuvėlyje susidaro dribsniai arba krešuliai, pienas netermostabilus.

Pieno termostabilumo nustatymas panaudojant kalio dihidrofosfato tirpalą

Metodo esmė – metodas pagrįstas pieno baltymų koaguliavimu kalio dihidrofosfato tirpalu.



Reagentai:

- 6,8 % kalio dihidrofosfato tirpalas (KH_2PO_4).



Įranga, priemonės:

- 1 ir 10 ml pipetės;
- Mėgintuvėliai;
- Vandens vonia.

Darbo eiga:

Į mėgintuvėlį pipete įpilama 10 ml tiriamojo pieno ir 1 ml 6,8 % kalio dihidrofosfato tirpalo ir mėgintuvėlio turinys išmaišomas. Mėgintuvėlis 5 min. panardinamas į verdančio vandens vonią. Mėgintuvėlio turinys atvėsinaamas šaltu vandeniu.

Pieno baltymų koaguliavimas (nuo vos pastebimų dribsnių iki krešulių) rodo sumažėjusį pieno termostabilumą.

2.1.9. PIENO FERMENTINIS TRAUKINIMAS

Pieno fermentinis traukinimas – tai kazeino agregatinio būvio pasikeitimas pereinant jam iš zolio į gėlį. Tačiau šis procesas vyksta veikiant ne organinėms rūgštims, bet didelį proteolitinį aktyvumą turintiems fermentams. Šliužo fermento ar kito didelį proteolitinį aktyvumą turinčio pieno fermentinio traukinimo preparato poveikis KKF kompleksui aiškinamas įvairiai.

Darbo eiga:

Pieno fermentinio traukinimo savybių nustatymui į du švarius sausius mėgintuvėlius įpilama po 10 ml tiriamojo pieno, pašildyto iki fermentinio traukinimo temperatūros (35 °C). Po to į mėgintuvėlius įpilama po 2 ml 0,03 % šliužo fermento tirpalo. Mėgintuvėlių turinys rūpestingai išmaišomas ir mėgintuvėliai įstatomi į termostatą arba vandens vonią, kur palaikoma 35 °C temperatūra. Kas 2-3 min mėgintuvėliai palengva pakreipiami, kad būtų galima nustatyti pieno traukinimo pradžią. Galutinis pieno sutraukinimas nustatoma susidarius sutraukai.

Priklausomai nuo traukinimo trukmės nustatomas pieno tipas:

I tipas – iki 600 s – greitai susitraukinamas;

II tipas – nuo 600 iki 900 s – normaliai sutraukinamas;

III tipas – virš 900 s – lėtai sutraukinamas.

III tipo pienui nustatomas druskų efekto koeficientas. Paruošiami 6 pieno pavyzdžiai su skirtinga CaCl₂ koncentracija, t.y. į 100 ml pieno įpilama 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8 ir 1,0 ml 5 % CaCl₂ tirpalo, kas atitinka jo koncentraciją 0, 10, 20, 30, 40, 50 g/100 l pieno. Visuose pavyzdžiuose nustatomas titruojamasis rūgštingumas (žiūrėti skyrių 2.1.1. ir 2.1.2.) Iš kiekvieno pavyzdžio paimama po 25 ml pieno, pašildoma iki 35 °C temperatūros, įpilama po 0,5 ml 0,5 % šliužo fermento tirpalo, išlaikoma šioje temperatūroje ir nustatomas pieno sutraukinimo laikas. Gauti rezultatai surašomi į 24 lentelę.

24 lentelė. Pieno sutraukinimo laikas

CaCl ₂ koncentracija, g/100 l	Rūgštingumas, °T	Sutraukinimo laikas, s
0		
10		
20		
30		
40		
50		

Pieno fermentinio traukinimo preparato aktyvumui nustatyti į 4 švarius sausas chemines stiklines įpilama po 50 ml pieno, pašildoma iki 35 °C temperatūros. Į kiekvieną cheminę stiklinę su pienu įpilama po 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 ml 0,5 % koncentracijos fermentinio tirpalo, kas atitinka jo koncentraciją 0,001; 0,002; 0,003 ir 0,004 g/100 l, išlaikoma 35 °C temperatūroje ir nustatomas pieno sutraukinimo laikas. Gauti rezultatai surašomi į 25 lentelę.

25 lentelė. Fermentinio preparato traukinamo pieno sutraukinimo laikas

Fermentas	Koncentracija, g/100 l	Sutraukinimo laikas, s
	0,001	
	0,002	
	0,003	
	0,004	

2.2. GRŪDŲ IR JŲ PRODUKTŲ SAVYBIŲ VERTINIMAS

2.2.1. DRĖGMĖS KIEKIO NUSTATYMAS GRŪDUOSE IR JŲ PRODUKTUOSE

Drėgmės kiekis grūduose priklauso nuo metų derliaus, oro sąlygų ir yra labai svarbus rodiklis juos sandėliuojant, parduodant. Jei drėgmės kiekis grūduose, aliejingose sėklose yra per didelis, susidaro ne tik nuostoliai, tačiau blogėja ir grūdų kokybė: susidaro palankios sąlygos pelėsiams augti, gali padidėti mikotoksinų kiekis, prasideda erkinės ir kitų kenkėjų infekcijos (ypač

rapsų sėklose), grūdai gali pradėti kaisti dėl mikroorganizmų veiklos, o dėl juose vykstančių biocheminių procesų pradeda dygt. Tačiau per daug grūdus išdžiovinus, taip pat gali pasireikšti neigiami aspektai - atsiranda įtrūkimai, sunkiai vyksta biocheminiai procesai. Todėl grūdai turi būti džiovunami tiek, kad jų drėgnis sumažėtų iki lygio, rekomenduojamo laikymui ir nepriimtino mikroorganizmams vystytis, t.y. kol drėgnis bus apie 14 % (masės procentais).

Miltų drėgmė turi įtakos jų patvarumui bei iš jų užminkytos tešlos kokybei. Miltų standartinis drėgnumas yra 14,5-15 %. Jei drėgmė didesnė – miltuose greičiau atsiranda pelėsis, juos labiau puola kenkėjai. Kepinių išėiga iš drėgnesnių miltų būna mažesnė, kas nėra palanku maisto pramonės įmonėms, todėl vienas iš miltų kokybės kontrolės rodiklių – drėgmės kiekis. Gaminant miltinės konditerijos kepinis, jų receptūrose dažniausiai nurodomas vandens kiekis pagal standartinį miltų drėgnumą, todėl įvertinus šį rodiklį gautuose miltuose daromos receptūrų korekcijos.

Drėgmė žaliavose ar produktuose gali padidėti arba sumažėti laikymo, transportavimo metu dėl jų higroskopiškumo (medžiagos savybė sugerti drėgmę) bei aplinkos sąlygų – santykinės oro drėgmės. Jei santykinė oro ir produkto drėgmė nevienoda, produktai džiūsta arba drėgsta. Todėl produktai turi būti pakuojami, laikomi ir pervežami atsižvelgiant į jų higroskopiškumą. Sausi, higroskopiški produktai laikomis patalpose, kurių santykinis oro drėgnumas 65-70 %. Jei aplinkos drėgnumas didesnis, produktai greičiau genda, sudėksta: sausainiai praranda trapumą, cukrus – tampa nebirus, traškučiai – praranda traškumą. Kai produktas savyje turi daugiau drėgmės (vaisiai, daržovės, mielės), kad nepablogėtų kokybė dėl vandens praradimo, jie turi būti laikomi drėgnesnėse patalpose, esant santykiniai oro drėgmei apie 85 %.

Duonos drėgmė, priklausomai nuo miltų rūšies, turi atitikti normas, todėl kontroliuojama tešlos, iš kurios ji kepama, drėgmė bei kepimo sąlygos. Nuo tešlos drėgmės taip pat priklauso tešlos struktūrinės bei mechaninės savybės, duonos išėiga.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti drėgmės kiekį grūduose ir jų produktuose.

1. Grūdai (LST EN ISO 712:2009. Grūdai ir grūdų produktai. Drėgmės kiekio nustatymas. Pamatinis metodas.). Drėgmės kiekio nustatymui naudojamas klasikinis džiovavimo spintelės metodas. Taikomas kviečiams, kietiesiems kviečiams, ryžiams, miežiams, soroms, rugiams, avižoms, kvietrugiams.

Metodo esmė – mėginio džiovinimas nuo 130 iki 133 °C temperatūroje.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,001g);
- Malūnas (elektrinis, rankinis);
- Džiovinimo spinta;
- Eksikatorius;
- Biuksai (metaliniai nikelio, aliuminio ar nerūdijančio plieno, su pritaikytais dangteliais).

Pasiruošimas tyrimui:

Džiovinimo indų paruošimas. Džiovinimui naudojami metaliniai biuksai su dangteliais prieš tyrimą turi būti gerai išdžiovinami.

Mėginio paruošimas. Mėginys paruošiamas priklausomai nuo to, ar reikia jį smulkinti ar ne:

- a) **Produktai, kurių nereikia smulkinti** yra tie, kurių matmenys atitinka nurodytus 26 lentelėje. 26 lentelė. Produktų, kurių nereikia smulkinti, dalelių matmenų charakteristikos

Dalelių matmenų charakteristika, mm	Proporcija, %
≤ 1,7 (1,8) ^a	100

> 1,0 (1,0) ^b	≤ 10
< 0,5 (0,56) ^a	≥ 50

^a Sieto akučių per kurias prabyra šių matmenų dalelės vardinis matmuo, ISO 3310-1
^b Sieto akučių per kurias neprabyra šių matmenų dalelės vardinis matmuo, ISO 3310-1

b) Produktus, kurie neatitinka 26 lentelės nurodymų reikia smulkinti naudojant **kondicionavimo procesą arba be jo**.

Produktai, kurių drėgmės kiekis nesikeičia juos smulkinant (produktai, kurių drėgmės kiekis yra 9-15 %), smulkinami **be išankstinio kondicionavimo**. Tam naudojamas malūnėlis, smulkinama šiek tiek daugiau mėginio, negu reikia tyrimui.

Produktai, kurių drėgmės kiekis yra daugiau kaip 15 % arba mažiau kaip 9 % **turi būti kondicionuojami**, kad prieš smulkinimą gautas drėgmės kiekis būtų 9-15 %. Kondicionavimas atliekamas:

1) jei drėgmės kiekis produktuose viršija 15 % (toks atvejis pasitaiko dažniausiai), 0,001 g tikslumu pasveriamas toks mėginio kiekis, kad vėliau būtų galima tyrimui paimti 5 g bandinio. Mėginio ir biukso masė prieš kondicionavimą pasižymima m'_{2} . Tada džiovinama atvira biukse džiovinimo spintoje 130-133 °C temperatūroje 7-10 min. ir atvėsinama laboratorijos temperatūroje nenaudojant biukso dangtelio ar eksikatoriaus ir ne mažiau kaip 2 h.

2) jei drėgmės kiekis produktuose mažesnis nei 9 %, 0,001 g tikslumu pasveriamas toks mėginio kiekis, kad vėliau būtų galima tyrimui paimti 5 g bandinio. Mėginio ir biukso masė prieš kondicionavimą pasižymima m'_{2} . Tada paliekama laboratorijos aplinkoje, kol drėgmės kiekis pasiekia nurodytas ribas (t.y. 9-15 %).

Po kondicionavimo mėginiai pasveriami 0,001 g tikslumu. Tiriomojo mėginio ir biukso masė pažymima m'_{3} . Mėginys iš karto sumalamas malūnėliu ir naudojamas tolimesniam tyrimui.

Darbo eiga:

Išdžiovintame biukse (jo masė su dangteliu pasižymima m_{d}) greitai 0,001 g tikslumu pasveriamas 5 ± 1 g paruošto mėginio. Biukso ir mėginio bendra masė pasižymima m'_{0} .

Atviras biuksas su mėginiu ir dangteliu (dangtelis paprastai dedamas biukso apačioje) dedamas į džiovinimo spintą (130-133 °C temperatūros) ir paliekamas 120 ± 5 min. (miltams – 90 min.). Džiovinimo metu džiovinimo spintos durys nedarinėjamos. Po džiovinimo indas greitai ištraukiamas iš džiovinimo spintos, uždengiamas ir dedamas į eksikatorių. Kai vienu metu atliekami keli tyrimai, indai eksikatoriuje nededami vienas ant kito, o turi būti sudėti šalia.

Iki laboratorijos temperatūros atvėsintas biuksas (paprastai užtrunka apie 30-45 min.) pasveriamas 0,001 g tikslumu. Išdžiovinto mėginio ir biukso bendra masė pažymima m'_{1} .

Rezultatų skaičiavimas:

➤ Be kondicionavimo. Drėgmės kiekis W , išreikštas gramais 100 g gauto produkto, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$W = \left(1 - \frac{m_1}{m_0}\right) * 100$$

$m_0 = m'_{0} - m_{d}$ – tiriamosios mėginio dalies masė, g;

$m_1 = m'_{1} - m_{d}$ – išdžiovintos tiriamosios mėginio dalies masė, g.

Rezultatas yra dviejų tyrimų aritmetinis vidurkis. Rezultatas išreiškiamas vienos šimtosios tikslumu.

➤ Su kondicionavimu. Drėgmės kiekis W , išreikštas gramais 100 g gauto produkto, apskaičiuojamas pagal formulę (x):

$$W = \left((m_0 - m_1) \frac{m_3}{m_0} + m_2 - m_3 \right) * \frac{100}{m_2} = \left(1 - \frac{m_1 * m_1}{m_0 * m_2} \right) * 100$$

$m_2 = m'_2 - m_d$ – mėginio prieš kondicionavimą masė, g;

$m_3 = m'_3 - m_d$ – mėginio po kondicionavimo masė, g.

Rezultatas yra dviejų tyrimų aritmetinis vidurkis. Rezultatas išreiškiamas vienos šimtosios tikslumu.

2. Duonos ir pyrago kepiniai bei konditeriniai gaminiai (LST 1492:2013. Duona ir pyrago kepiniai. Drėgmės kiekio nustatymo metodai; LST 1611:2000. Konditerijos gaminiai. Drėgmės ir sausųjų medžiagų kiekio nustatymo metodai.).

Duonos ir pyrago kepinuose bei konditerijos gaminiuose drėgmės kiekis gali būti nustatomas dviem būdais, priklausomai kokia džiovavimo temperatūra naudojama: duonos ir pyrago gaminiams 105 ± 1 °C, konditeriniams gaminiams – 102 ± 2 °C temperatūroje mėginį džiovinant iki pastovios masės, 130 ± 2 °C – džiovinant 45 min.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,001g);
- Džiovinimo spinta;
- Eksikatorius;
- Biuksai (metaliniai nikelio, aliuminio ar nerūdijančio plieno, su pritaikytais dangteliais).

a) Drėgmės kiekio nustatymas, kaitinat mėginį 105 ± 1 °C (102 ± 2 °C) temperatūroje

Metodo esmė – mėginio džiovinimas 105 ± 1 °C (konditeriniams gaminiams 102 ± 2 °C) temperatūroje iki pastovios masės. Masės netekimas apskaičiuojamas procentais.

Pasiruošimas tyrimui:

Įrangos paruošimas. Atidengtas biuksas kartu su dangteliu dedamas į džiovinimo spintą ir džiovinamas 105 ± 1 °C (konditeriniams gaminiams 102 ± 2 °C) temperatūroje 1 val. Po to biuksas uždengiamas, išimamas iš džiovinimo spintos, dedamas į eksikatorių, atvėsinamas iki kambario temperatūros ir pasveriamas 0,001 g tikslumu.

Mėginio paruošimas. Mėginys ruošiamas iš tokios gaminio dalies, kuri atitiktų vidutinį gaminį ir mėginio masė būtų ne mažesnė 30-50 g.

Tiriant duonos ar pyrago minkštimą, kai kepiniai yra su aiškia pluta (pvz. duona, batonai, bandelės ir kt.), jie perpjaunami per pusę, atpjaunama 1-3 cm pločio riekė, 1 cm atstumu nuo plutos atskiriamas minkštimas ir iš jo pašalinami visi įdarai (razinos, uogienė, riešutai, sėklos ir kt. išskyrus aguonas). Kai tyrimui naudojami smulkūs kepiniai su aiškia pluta (pvz. mažos bandelės), jie perpjaunami į dvi ar daugiau dalių ir nuo kiekvienos iš jų 1 cm atstumu nuo plutos atskiriamas minkštimas. Kepiniams su plona ar minkšta plutele (pvz. riestainiai, trapūs ar ploni kepiniai) plutelės atskirti nereikia, jie supjaustomi ir pašalinami įdarai (razinos, uogienė, riešutai, sėklos ir kt. išskyrus aguonas).

Kai atliekamas duonos ir pyrago kepinų valgomosios dalies tyrimas, kepiniai supjaustomi neatskyrus jokių dalių.

Atitinkamai paruošti mėginiai greitai ir gerai susmulkinami bei sumaišomi.

Konditerijos gaminiai, kurie nedalijami į dalis – neglaistyti saldainiai, karamelė be įdaro, dražė, marmeladas, neglaistytas zefyras, pastilės, šokoladas ir į juos panašūs gaminiai – susmulkinami ir iki tyrimo laikomi sandariai uždarytuose induose.

Konditerijos gaminiai su įdarais, priedais:

- Iš karamelės su įdaru, saldinių su įdarais vidaus išimamas įdaras. Karamelė, saldainiai ar dražė susmulkinami. Įdarai ir karamelės, saldainiai ir dražė laikomi iki tyrimo sandariuose uždarytuose induose atskirai.
- Nuo glaistytų saldinių, glaistyto zefyro nuimamas glaistas. Glaistas, taip pat zefyro ir saldinių korpusai susmulkinami ir laikomi sandariai uždarytuose atskiruose induose. Iš šokolado atsargiai išimami visi priedai. Šokoladas ir daržė susmulkinami ir taip pat laikomi iki tyrimo sandariuose uždarytuose induose.
- Glaistytų saldinių su vafliais tiriami tik pusgaminiai.
- Kremai ir kiti konditerijos gaminių apdailai naudojami pusgaminiai laikomi ne aukštesnėje kaip 6 °C temperatūroje.

Paruoštas ir susmulkintas mėginys, jei netiriama iš karto, iki tyrimo pradžios gali būti laikomas šaldytuve, sandariame inde. Prieš tyrimą mėginys turi būti sumaišomas, kad kondensatas, susikaupęs ant indo vidinio paviršiaus, visiškai ir vienodai įsiterptų į mėginį.

Darbo eiga:

Į paruošta biuksą dedama 2-5 g (konditeriniams gaminiams 3-5 g) tiriamojo mėginio (priklausomai nuo užimamo tūrio), biuksas uždengiamas dangteliu ir kaip galima greičiau pasveriamas 0,001 g tikslumu. Biuksas atidengtas džiovinamas džiovinimo spintoje 105±1 °C (konditeriniams gaminiams 102±2 °C) temperatūroje 2 val. Tuomet dar spintoje biuksas uždengiamas dangteliu, dedamas į eksikatorių, atvėsinaamas iki kambario temperatūros ir pasveriamas 0,001 g tikslumu. Tuomet biuksas su mėginiu ir nuimtu dangteliu vėl dedamas į džiovinimo spintą ir tokioje pačioje temperatūroje džiovinamas dar 1 val. Tada vėl sveriamas.

Aprašyti veiksmai kartojami tol, kol skirtumas tarp vienas po kito atliktų svėrimo rodmenų bus ne didesnis kaip 0,001 g. Jei po pakartotinio svėrimo biukso su mėginiu masė padidėja, rezultatams apskaičiuoti imamas ankstesnio svėrimo rodmuo.

Rezultatų skaičiavimas:

Tiriamojo mėginio drėgmės kiekis W (procentais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$W = \frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} * 100$$

M_0 – biukso su dangteliu masė, g;

M_1 – biukso su mėginiu ir dangteliu masė prieš džiovinimą, g;

M_2 - biukso su mėginiu ir dangteliu masė po galutinio džiovinimo, g;

Lygiagrečių rezultatų vidurkis apskaičiuojamas 0,1 proc. tikslumu.

b) Drėgmės kiekio nustatymas, kaitinat mėginį 130±2 °C temperatūroje

Metodo esmė – mėginio džiovinimas 130±2 °C temperatūroje 45 min. Masės netekimas apskaičiuojamas procentais.

Pasiruošimas tyrimui:

Įrangos paruošimas. Atidengtas biuksas kartu su dangteliu dedamas į džiovinimo spintą ir džiovinamas 130 ± 2 °C temperatūroje 20 min. Po to biuksas uždengiamas, išimamas iš džiovinimo spintos, dedamas į eksikatorių, atvėsinaamas iki kambario temperatūros ir pasveriamas 0,01 g tikslumu.

Mėginio paruošimas analogiškas kaip drėgmės kiekio nustatymui 105 ± 1 °C džiovinimo temperatūroje.

Darbo eiga:

Į paruošta biuksą dedama 2-5 g tiriamojo mėginio (priklausomai nuo užimamo tūrio), biuksas uždengiamas dangteliu ir kaip galima greičiau pasveriamas 0,01 g tikslumu. Biuksas atidengtas džiovinamas džiovinimo spintoje 130 ± 2 °C temperatūroje 45 min. Tuomet dar spintoje biuksas uždengiamas dangteliu, dedamas į eksikatorių, atvėsinama iki kambario temperatūros ir pasveriamas 0,01 g tikslumu.

Rezultatų skaičiavimas: pagal aukščiau pateiktą formulę.

Lygiagrečių rezultatų vidurkis apskaičiuojamas 0,1 proc. tikslumu.

2.2.2. RIEBALŲ KIEKIO NUSTATYMAS DUONOS, PYRAGO IR KITUOSE KONDITERINIUOSE GAMINIUOSE

Riebalai yra glicerino ir įvairių riebalinių rūgščių junginiai. Įvairiuose maisto produktuose riebalų kiekiai yra nevienodi. Ilgiau laikomuose produktuose riebalai gali oksiduotis, hidrolizuotis ir dėl to pakinta produkto savybės: atsiranda nemalonas kvapas, kartus skonis. Kviečių grūduose riebalų kiekis sudaro apie 1,5-2 %. Didžiausias jų kiekis susikaupia gemale, todėl apsaugant miltus nuo apkartimo, jis dažniausiai pašalinamas.

Riebalų kiekis miltiniuose kepinuose bei konditeriniuose gaminiuose, gaminamuose verdant su cukrumi ir vandeniu, nustatomas atitinkamai rūgštinės hidrolizės metodu ir išdžiovinant Soksleto ekstrakcijos metodu (aprašymas aukščiau 1.2 skyriuje).

Darbo tikslas – išmokti nustatyti riebalų kiekį duonos pyrago gaminiuose skirtingais metodais.


Rūgštinės hidrolizės metodas (miltiniams kepiniams)

Metodo esmė – mėginio kaitinimas su druskos rūgštimi ir etanoliu. Rūgštinis tirpalas ekstrahuojamas dietileteriu ir petroleteriu. Tirpikliai išgarinami, o ekstrahuoti riebalai išdžiovinami ir pasveriami (LST 1944:2003. Miltiniai kepiniai ir konditerijos gaminiai. Riebalų kiekio nustatymo metodai (AOAC 922.06, AOAC 963.15)).



Reagentai:

- Etanolis (96 %);
 - Konc. HCl tirpalas (tankis $1,18 \text{ g/cm}^3$);
-

	– Dietileteris, patikrinus ar jame nėra peroksidų (į kolbą su šlifo kamščiu įpilama 1 ml 10 % KJ tirpalo ir 10 ml dietileterio. Kolba suputoma ir paliekama 1 min. Eterio sluoksnis neturi pageltonuoti);
	– Petroleteris.
	Įranga, priemonės:
	– Svarstyklės;
	– Kūginės kolbos;
	– Centrifuga (centrifuguojanti ne mažesniu kaip 600 aps/min apsisukimų dažniu);
	– Distiliavimo įranga;
	– Kūginės kolbos, 125 ml;
	– Stiklinės;
	– Piltuvai;
	– Stiklinės lazdelės;
	– Vandens vonia (palaikoma 70-80 °C temperatūra);
	– Džiovinimo krosnis (palaikoma 100 °C temperatūra).

Pasiruošimas tyrimui:

Mėginio paruošimas. Iš paimtų tyrimui miltinių konditerijos gaminių išimami įdarai (razinos, riešutai, uogos ir kt.), nuimami papuošimai. Nuo duonos ir pyrago kepinų pašalinama pluta. Mėginys supjaustomas, sutarkuojamas, sugrūdamas ar kitaip susmulkinamas ir gerai sumaišomas. Paruoštas mėginys iki tyrimo pradžios laikomas sandariame inde šaldytuve. Prieš tyrimą išimtas iš šaldytuvo mėginys turi būti sumaišomas, kad drėgmės kondensatas, susikaupęs ant vidinio indo paviršiaus, visiškai ir vienodai įsiterptų į mėginį.

Tirpiklių mišinio paruošimas. Lygiomis dalimis sumaišomas dietiloeteris ir petroleteris. Mišinys ruošiamas prieš pat vartojimą.

Darbo eiga:

50 ml talpos stiklinėje atsveriamą 2 g mėginio, įpilama 2 ml etanolio ir išmaišoma, kad visos dalelės sudrėktų. Įpilama 10 ml HCl tirpalo ir gerai išmaišoma. Stiklinė statoma į vandens vonią ir laikoma 70-80 °C temperatūroje 30-40 min. dažnai pamaišant. Po to įpilama 10 ml etanolio ir atvėsinama iki kambario temperatūros.

Stiklinės turinys perpilamas į riebalų ekstrahavimo kolbą. Stiklinė tris kartus perplaunama dietiloeteriu iš viso supilant 25 ml tirpiklio. Riebalų ekstrahavimo kolba užkemšama atspariu tirpikliams kamščiu ir stipriai purtoma apie 1 min. Po to į kolbą įpilama 25 ml petroleterio ir vėl stipriai purtoma apie 1 min. Kolba paliekama stovėti tol, kol viršutinis skysčio sluoksnis tampa skaidrus ir 20 min. centrifuguojama 600 per min. apsisukimo dažniu.

Į kūginę kolbą įdedami keli nuriebalinti, virimą reguliuojantys stiklo arba porceliano gabaliukai. Kolba džiovinama džiovinimo spintoje 100 °C temperatūroje, atvėsinama aplinkos temperatūroje ir pasveriamą. Į kolbą įstatomas piltuvai, į jo siaurąją dalį prikemšama vatos tiek, kad per ją laisvai tekėtų eterinis riebalų tirpalas. Iš ekstrahavimo kolbos per piltuvą nupilama kiek galima daugiau eterinio riebalų tirpalo.

Riebalų ekstrahavimo kolboje likęs skystis ekstrahuojamas dar du kartus, kiekvieną kartą įpilant po 15 ml dietiloeterio ir 15 ml petroleterio. Įpylus kiekvieno eterio, kolba stipriai supurtoma. Skaidrus eterinis tirpalas perfiltruojamas į tą pačią kolbą. Kamščio galas, filtras ir filtro galas nuplaunami keliais mililitrais tirpiklių, sumaišytų vienodais tūriais, mišiniu. Eteris lėtai išgarinamas vandens vonioje. Po to kolba su riebalais džiovinama džiovinimo spintoje 100 °C temperatūroje iki pastovios masės (apie 90 min.) ir sveriamą. Kolbą su riebalais vėsinant aplinkos temperatūroje dėl kolbos dydžio ir riebalų savybių gaunama mažesnė analizės paklaida, nei vėsinant eksikatoriuje.

Tuo pačiu metu ir su tais pačiais reagentais atliekamas tuščiasis bandymas su 10 ml distiliuoto vandens.

Rezultatų skaičiavimas:

Tiriamąjį mėginio riebalų kiekio R skaitinė vertė (procentais) apskaičiuojama pagal formulę:

$$R = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m} * 100$$

m – mėginio masės skaitinė vertė, g;

m_1 – kūginės kolbos su ekstrahuotais riebalais masės skaitinė vertė, g;

m_2 – tuščios kūginės kolbos, naudotos mėginio analizei, masės skaitinė vertė, g;

m_3 – kūginės kolbos, naudotos tuščiajam tyrimui, masės skaitinė vertė, g;

m_4 – tuščios kūginės kolbos, naudotos tuščiajam tyrimui, masės skaitinė vertė, g



Sausosios medžiagos riebalų kiekio R_1 skaitinė vertė (procentais) skaičiuojama pagal formulę:

$$R_1 = \frac{R * 100}{100 - W}$$

W – mėginio drėgnumo skaitinė vertė, procentais.

Ekstrakcijos metodas (kakavos produktams su pieno ingredientais ar be jų, bei konditerijos gaminiams, gaminamuose verdant su cukrumi ir vandeniu)

Metodo esmė – mėginio kaitinimas su druskos rūgštimi. Gautas mišinys filtruojamas. Filtras su nuosėdomis dedamas į Soksleto ekstraktorių ir ekstrahuojama petroleteriu. Petroleteris išgarinamas, kolba su riebalais išdžiovinama ir pasverinama.

	Reagentai: <ul style="list-style-type: none">– 8 M HCl tirpalas;– Petroleteris;– 0,1 M AgNO₃;	
	Įranga, priemonės: <ul style="list-style-type: none">– Svarstyklės;– Soksleto ekstraktorių;– Ekstrahavimo kolbos;– Vandens vonia (palaikoma 70-80 °C temperatūra);– Džiovinimo krosnis (palaikoma 100 °C temperatūra);	<ul style="list-style-type: none">– Kūginės kolbos, 125 ml;– Stiklinės;– Piltuvai;– Stiklinės lazdelės;– Filtro popierius;– Stiklo vata.

Pasiruošimas tyrimui:

Mėginio paruošimas. Birūs ir miltiniai kakavos produktai ir žaliavos gerai išmaišomi ir lakomi sandariai uždarytoje taroje.

Šokolado produktai ir riebalinių kakavos produktų žaliavų paruošimo tyrimams yra naudojami keli būdai: 1) 200 g šokolado produktų atšaldoma, po to sutrinama arba susmulkinama iki smulkių grūdelių. Viskas gerai išmaišoma ir laikoma sandariai uždarytoje taroje; 2) 200 g šokolado produktų dedama į tarą ir šildoma vandens vonioje 50 °C temperatūroje maišant, kol ištirpsta ir pasiekia 45-50 °C temperatūrą. Išimama iš vandens ir gerai išmaišoma. Kol produktas skystas, imama mėginio dalis ir atliekama analizė.

Įdarytam šokoladui ir šokoladiniams saldainiams askiriama aiškiai matoma šokoladinė dalis ir įdaras ir/ar saldainio centras. Šokolado laboratorinis mėginys ruošiamas kaip šokolado produktams, o įdaro ar saldainio centro, kaip nurodo norminiai dokumentai.

Darbo eiga:

300-500 ml talpos stiklinėje tiksliai atsveriami 3-4 g šokoladino likerio, 4-5 g kakavos ar saldžiojo šokolado, 9-10 g pieninio šokolado. Lėtai maišant įpilama 45 ml verdančio vandens ir maišoma, kol susidaro homogeniška masė. Įpilama 55 ml 8 M HCl ir išmaišoma. Stiklinė lėtai užvirinama ir verdama apie 15 min. Tada mišinys nufiltruojamas, stiklinė 3 kartus praplaunama. Filtras plaunamas vandeniu tol, kol jame nebelieka chloro jonų (patikrinama 0,1 M AgNO₃). Drėgnas filtras su mėginiu įdedamas į nuriebalintą Soksleto eksikatoriaus movą ir užkemšamas stiklo vata. Mova įdedama į mažą stiklinę ir džiovinama džiovinimo krosnyje 6-18 val 100 °C temperatūroje.

250 ml talpos kūginė kolba džiovinama 1 h 100 °C temperatūroje, atvėsinama eksikatoriuje iki aplinkos temperatūros ir pasveriami. Mova su išdžiovintu mėginiu dedama į Soksleto ekstraktorių ir įtvirtinama. Mėginio paruošimo stiklinė, kurioje buvo džiovinta mova, perplaunama trimis 50 ml petroleterio porcijomis, nuoplovos supilamos į movą. Mėginys ekstahuojamas 4 valandas šildant taip, kad tirpiklis ekstraktoriuje būtų perpiltas ne mažiau 30 kartų. Kūginė kolba nuimama, tirpiklis išgarinamas virš verdančio vandens vonios. Kolba džiovinama 100 °C temperatūroje iki pastovios masės 1,5-2 val, atvėsinama eksikatoriuje iki aplinkos temperatūros ir pasveriami. Kolbos su riebalais masė laikoma pastovia, kai po vienos džiovinimo valandos riebalų masė sumažėja mažiau kaip 0,05 %.

Rezultatų skaičiavimas:

Tiriamąjį mėginio riebalų kiekio R skaitinė vertė (procentais) apskaičiuojama pagal formulę:

$$R = \frac{m_1}{m} * 100$$

m – mėginio masės skaitinė vertė, g;

m₁ – ekstrahuotų riebalų masės skaitinė vertė, g;

Lygiagrečių nustatymų rezultatai negali skirtis daugiau kaip 0,1 % riebalų.

Sausosios medžiagos riebalų kiekis R₁ skaitinė vertė (procentais) skaičiuojama pagal formulę:

$$R_1 = \frac{R * 100}{100 - W}$$

W – mėginio drėgumo skaitinė vertė, procentais.

Refraktometrijos metodas

Metodo esmė – tiriamoji mėginio dalis apdorojama tirpikliais ir filtruojama. Nustatomi grynų tirpiklių ir mėginių filtratų lūžio rodikliai. Iš lūžio rodiklių skirtumo apskaičiuojamas riebalų kiekis.



Reagentai:

- 1-bromnaftalinas arba 1-chlornaftalinas;
- Techninis etilo spiritas;
- Dietiloeteris;
- Konc. acto rūštis (d=1,07 g/cm³);
- Bevandenis Na₂CO₃;
- Distiliuotas vanduo.



Įranga, priemonės:

- | | |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> – Svarstyklės (tikslumas 0,001g); – Eksikatorius; | <ul style="list-style-type: none"> – Piltuvai; – Stiklinės lazdelės; – Filtro popierius; |
|--|---|

– Universalus refraktometras (ribinis lūžio rodiklis 1,7);	– Kūginė kolba;
– Vandens vonia;	– Pipetės (2 ml);
– Džiovinimo krosnis (palaikoma 100 °C temperatūra);	– Cheminės stiklinės;
– Termometrai;	– Smėlis;
– Piknometrai (kaklelio skersmuo 6 mm);	– Porcelianinė lėkštelė su grūstuvu.

Pasiruošimas tyrimui:

Mėginiai paruošiami aukščiau aprašytu metodu (*rūgštinės hidrolizės metodus, mėginio paruošimas*).

Atliekamas **refraktometro patikrinimas** pagal instrukciją;

Nustatomas tirpiklio tankis piknometru.

Darbo eiga:

2 g gerai susmulkinto tiriamojo duonos ar pyrago mėginio atveriamą 0,001 g tikslumu ir sudedama į porcelianinę lėkštelę. Įpilama 4 ml tirpiklio ir gerai trinama apie 3 min. Gautas mišinys nufiltruojamas. Pirmieji 2-3 filtrato lašai atmetami, kiti 2-3 lašai užlašinami ant refraktometro prizmės ir 20±0,1 °C temperatūroje nustatomas filtrato lūžio rodiklis.

2 g gerai susmulkinto džiūvėsio ar riestainio tiriamojo paruošto mėginio atsveriamą 0,001 g tikslumu, sudedama į porcelianinę lėkštutę, įberiama 2 g švaraus smėlio, įpilama 2 ml acto rūgšties tirpalo, 2 min. gerai maišoma ir 3 min. laikoma verdančio vandens vonioje. Po to indas išimamas iš vandens vonios ir atvėsinaamas, tada įpilama 4-6 ml tirpiklio (1-bromnaftalino arba 1-chlornaftalino). Mišinys energingai maišomas 3 min. Tada pridedama 2 g bevandenio natrio karbonato, gerai sumaišoma. Gautas mišinys filtruojamas. Pirmieji 2-3 filtrato lašai atmetami, kiti 2-3 lašai užlašinami ant refraktometro prizmės ir 20±0,1 °C temperatūroje nustatomas filtrato lūžio rodiklis.

Jei tiriamasis mėginys turi labai mažai drėgmės, tai prieš beriant smėlį, jis sudrėkinamas 1 ml distiliuoto vandens.

Filtrato lūžio rodiklis nustatomas ne mažiau kaip tris kartus, o galutinis rezultatas yra gautų matavimų aritmetinis vidurkis.

Jei nustatant filtrato rodiklį refraktometro prizmės temperatūra buvo aukštesnė arba žemesnė kaip 20±0,1 °C, tai prie nustatyto filtrato rodiklio pridedama arba iš jo atimama reikiama pataisa pagal 1 priedo 7 lentelę.

Riebalų tirpalų lūžio rodiklį galima nustatyti bet kokioje kambario temperatūroje ir netaikyti pataisos, jei tuo pačiu metu toje pačioje temperatūroje nustatomas ir tirpiklio lūžio rodiklis.

Rezultatų skaičiavimas:

Riebalų kiekis R (procentais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R = \frac{V_p \cdot d_{r20}}{m \cdot 1000 \cdot \frac{(\eta_t - \eta_f)}{(\eta_f - \eta_r)} \cdot 100}$$

V_p – analizei paimto tirpiklio tūris, ml;

d_{r20} – riebalų tankis 20 °C temperatūroje, kg/m³;

η_t – tirpiklio lūžio rodiklis;

η_f – filtrato lūžio rodiklis;

η_r – riebalų lūžio rodiklis pagal 6 lentelę;

m – tiriamosios mėginio dalies masė, g.

Sausosios medžiagos riebalų kiekis R_1 (procentais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R_1 = \frac{R * 100}{100 - W}$$

W – drėgmės kiekis mėginyje, proc.

Jei tiriamajame mėginyje yra nežinomų riebalų arba riebalų mišinių, jų lūžio rodiklis nustatomas tokiu būdu: 5-10 g susmulkinto tiriamojo mėginio sumaišoma su 15-30 ml dietilo eterio, chloroformo arba anglies tetrachlorido, 15 min. purtoma, po to nustatomas nežinomų riebalų ar riebalų mišinio lūžio rodiklis.

Nežinomų riebalų arba riebalų mišinių tankis prilyginamas 925 kg/m^3 .

Jei tiriamasis mėginys sunkiai tirpsta tirpiklyje, reikia palaukti, kol visas mišinys nusifiltruos ir tik tada ant refraktometro prizmės užlašinus 2-3 lašus filtrato nustatyti lūžio rodiklį.

Tiriamasis darbas atliekamas traukos spintoje.

Rūgštinis metodas (Gerberio-butirometrinis)

Metodo esmė – tiriamąjį mėginį apdorojant sieros rūgštimi ir izoamilo spiritu išskiriami riebalai, kurie centrifuguojami, o riebalų tūris išmatuojamas graduotoje butirometro dalyje ir apskaičiuojamas jų kiekis.



Reagentai:

- Konc. H_2SO_4 (tankis $1,84 \text{ g/cm}^3$);
- Izoamilo alkoholis;
- Distiliuotas vanduo.



Įranga, priemonės:

- | | |
|--|-----------------------|
| – Svarstyklės (tikslumas $0,001 \text{ g}$); | – Termometrai; |
| – Centrifuga (sukimosi greitis ne mažesnis nei 1000 per min. ir ne didesnis nei 1100 per min.); | – Aerometrai; |
| – Butirometrai; | – Piltuvai; |
| – Guminiai butirometrų kamščiai; | – Stiklinės lazdelės; |
| – Vandens vonia; | – Pipetės; |
| | – Cheminės stiklinės. |

Pasiruošimas tyrimui:

Mėginiai paruošiami aukščiau aprašytu metodu (*rūgštinės hidrolizės metodas, mėginio paruošimas*).

Darbo eiga:

Į dvi chemines stiklines $0,01 \text{ g}$ tikslumu atsveriamą po 2 g susmulkinto tiriamojo paruošto mėginio ir į kiekvieną stiklinę įpilama po 9 ml konc. H_2SO_4 tirpalo. Stiklinės 20 min. kaitinamos $80 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūros vandens vonioje. Mišiniai nuolat maišomi ir tirpinami. Po to tirpalai iš stiklinių perpilami į butirometrus neliečiant jų kaklelių. Kiekviena stiklinė išplaunama 10 ml konc. sieros rūgšties tirpalu ir viskas atsargiai supilama į butirometrus. Tada atsargiai, neliečiant kaklelio, įpilama į butirometrus po 10 ml izoamilo alkoholio. Tirpalų lygis turi būti $1-2 \text{ mm}$ žemiau butirometro kaklelio pagrindo. Jei reikia, kad sureguliuoti tirpalų lygį kaklelyje, galima į butirometrus įlašinti po keletą vandens lašų. Butirometrai užkemšami sausais guminiais kamščiais. Jei kaklelis drėgnas nuo tirpalų, būtina išvalyti, kad būtų sausa. Užkimštas butirometras 3 min. lengvai vartomas, kad gerai susimaišytų viduje esantys tirpalai.

Butirometrai kamščiais žemyn statomi į $80 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ temperatūros vandens vonią ir laikomi 5 min. Išimti iš vandens butirometrai statomi kamščiais žemyn į centrifūgą simetriškai vienas prieš kitą.

Jei jų skaičius neporinis, dedamas butirometras vietoje tiriamojo mėginio pripildytas vandens ir tokiais pačiais tirpalų kiekiais kaip ir mėginys. Centrifuguojama 5 min. ne mažesniu kaip 1000 apsisukimų per min dažniu.

Išimti iš centrifugos butirometrai kamščiais žemyn statomi į 80 ± 2 °C temperatūros vandens vonią ir laikomi 5 min. Vandens lygis vonioje turi būti šiek tiek aukštesnis už riebalų stulpelio lygį butirometre. Išėmus butirometrus iš vandens vonios iš karto nustatomas riebalų stulpelio aukštis, laikant butirometrą vertikaliai. Riebalų stulpelio riba turi būti akių lygyje. Apskaičiuojamas padalų skaičius iki riebalų stulpelio menisko apatinio taško skalės mažiausios padalos tikslumu.

Riba tarp riebalų ir rūgšties tirpalo turi būti ryški, o riebalų stulpelis skaidrus. Jeigu riebalų stulpelyje susidaro rudos plaukiojančios nuosėdos arba apatinė riba neryški, analizė kartojama.

Rezultatų skaičiavimas:

Tiriamojo mėginio riebalų kiekis R (procentais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R = \frac{n * 0,01133}{m * 100}$$

n – riebalų stulpelio mažųjų padalų skaičius;

0,01133 – riebalų kiekis g, atitinkantis mažąją butirometro padalą;

m – tiriamojo mėginio masė, g.

Tiriamojo mėginio riebalų kiekį R procentais galima apskaičiuoti pagal 27 lentelę.

27 lentelė. Riebalų kiekio apskaičiavimo duomenys

Butirometro mažųjų padalų skaičius, n	Riebalų kiekis, proc.	Butirometro mažųjų padalų skaičius, n	Riebalų kiekis, proc.	Butirometro mažųjų padalų skaičius, n	Riebalų kiekis, proc.	Butirometro mažųjų padalų skaičius, n	Riebalų kiekis, proc.
1	0,57	11	6,23	21	11,90	31	17,56
2	1,13	12	6,80	22	12,46	32	18,13
3	1,70	13	7,36	23	13,03	33	18,69
4	2,27	14	7,93	24	13,06	34	19,26
5	2,83	15	8,50	25	14,16	35	19,82
6	3,40	16	9,06	26	14,73	36	20,39
7	3,96	17	9,63	27	15,29	37	20,96
8	4,53	18	10,19	28	15,86	38	21,53
9	5,10	19	10,76	29	16,42	39	22,09
10	5,66	20	11,33	30	17,00	40	22,66

Sausosios medžiagos riebalų kiekis R_1 (procentais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R_1 = \frac{R * 100}{100 - W}$$

W – drėgmės kiekis mėginyje, proc.

Darbas su tirpikliais atliekamas traukos spintoje ir naudojant apsaugos priemones (pirštines, akinius).

2.2.3. CUKRŲ KIEKIO NUSTATYMAS DUONOS IR PYRAGO GAMINIuose

Grūduose bei jų produktuose iš angliavandenių didžiausią dalį sudaro vandenyje netirpūs angliavandeniai: krakmolai, ląsteliena, hemiceliuliozė. Pagrindinis angliavandenis tiek grūduose, tiek miltuose, duonos ar pyrago gaminiuose yra krakmolai. Jo kiekis grūduose, priklausomai nuo jų rūšies,

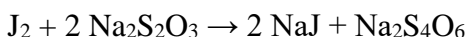
svyruoja nuo 55 iki 65 %, miltuose – iki 80 % sausos medžiagos. Krakmolas svarbus dėl jo gebėjimo absorbuoti vandenį (ypač mechaniškai pažeisti grūdėliai). Tešlai rūgstant dalis krakmolo virsta maltoze ir gliukoze, kurios yra būtinos tešlos rūgimui. Duonai kepat krakmolas, prisijungęs daug vandens, kleisterizuojasi, dėl to susidaro sausas, elastingas minkštimas. Ląstelienos ir kitų angliavandenių kiekiai ir kokybė priklauso nuo miltų rūšies ir yra nevienoda.

Viena iš pagrindinių sudėtinių maisto produktų dalių yra sacharidai (cukrūs). Miltuose yra monosacharidų (gliukozės, fruktozės), disacharidų (maltozės, sacharozės) ir kitų polisacharidų. Kuo miltai žemesnės rūšies, tuo daugiau juose cukrų. Produktuose sacharidai gali būti vandenyje tirpūs ir netirpūs.

Cukrų kiekis duonos ir pyrago gaminiuose nustatomas remiantis LST 1973: 2004. Miltiniai kepiniai ir konditerijos gaminiai. Sacharidų kiekio nustatymo metodai (AOAC 930.36, AOAC 975.14.).

Jodometrinis metodas

Metodo esmė. Metodas paremtas Cu_2O gavimu naudojant Felingio tirpalus, kai redukuojantys cukrūs oksidunami iki rūgščių. Jodometrinio metodu iš neredukuoto Cu kiekio nustatomas redukuojančių cukrų kiekis. Metodas pagrįstas reakcija:



Cukrų nustatymas atliekamas dviem etapais:

1. Ekstrakto paruošimas;
2. Cukrų nustatymas ekstrakte.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti cukrų kiekį duonos ir pyrago gaminiuose.

1. Ekstrakto-tiriamąjo tirpalo paruošimas:



Reagentai:

- 15 % ZnSO_4 tirpalas;
- 20 % HCl tirpalas;
- 4 % NaOH tirpalas;
- 10 % NaOH tirpalas;
- Indikatorius metiloranžas;
- Distiliuotas vanduo.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės;
- Porceliano lėkštė ir grūstuvėlis;
- 250 ir 100 ml matavimo kolbos;
- Pipetės;
- Stiklinės lazdelės;
- Piltuvėliai;
- Vandens vonia;
- Termometras.

Ekstrakto-tiriamąjo tirpalo ruošimo eiga:

Pasveriami apie 300 g tyrimui naudojamo mėginio (duona, batonas, džiovėsėliai ir kt.) ir labai gerai susmulkinama, sutrupinama ar sumaišoma porcelianinėje lėkštėje.

Priklausomai nuo numatomo cukraus kiekio gaminyje (28 lentelė), atsveriamas reikiamas mėginio kiekis 0,001 g tikslumu (rekomenduojama, kad tirpale būtų apie 0,5 proc. redukuojančių medžiagų).

28 lentelė. Mėginio kiekio parinkimas

Spėjamas cukraus kiekis gaminyje, proc. s. m.	2	5	11-15	16-20
Gaminio kiekis matavimo kolboje, g	30	15	10	7

Pasvertas reikiamas mėginio kiekis pernešamas į 250 ml matavimo kolbutę be nuostolių ir pripilama 2/3 jos tūrio distiliuoto vandens. Suplakama ir palaikoma 5 min. kuo dažniau plakant. Toliau atliekamas necukrinių medžiagų nusodinimas įpilant 10 ml 15 % ZnSO₄ tirpalo ir 10 ml 4 % NaOH tirpalo. Kolbutės turinys gerai išmaišomas ir praskiedžiamas iki žymės distiliuotu vandeniu, vėl sumaišomas ir paliekamas ramiai 15 min., kad nusėstų nuosėdos. Po 15 minučių filtruojama. Imama 50 ml filtrato ir pernešama į 100 ml matavimo kolbutę. Toliau, cukrų inversijai atlikti, įpilama 5 ml 20 % HCl tirpalo, sumaišoma ir šildoma vandens vonioje 70 °C temperatūroje 8 min. Praėjus šiam laikui greitai atvėsinama po tekančio vandens srove ir neutralizuojama 10 % NaOH tirpalu iki geltonai rausvo atspalvio pagal indikatorių metiloranžą. Tuomet pripilama iki žymės distiliuoto vandens ir nustatomas cukrų kiekis paruoštame ekstrakte jodometriniu metodu.

Cukrų nustatymas:



Reagentai:

- Felingio tirpalas Nr. 1 (69,25 g švaraus vario sulfato ištirpinama distiliuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1000 ml);
- 25 % H₂SO₄ tirpalas;
- 30 % KJ tirpalas (30 g KJ ištirpinama nedideliame kiekyje distiliuoto vandens ir praskiedžiama iki 100 ml);
- 1 % krakmolo tirpalas (indikatorius);
- 0,1 N Na₂S₂O₃ tirpalas;
- Šarminis kalio-natrio tatrato tirpalas.



Įranga, priemonės:

- 250 ml konusinė kolbutė (tinkama kaitinimui);
- Pipetės;
- Mikrobiuretė;
- Kaitlentė.

Darbo eiga:

Į 250 ml konusinę kolbutę įpilama 30 ml tiksliai pamatuoto ekstrakto-tiriamąjo tirpalo (**lygiagrečiai, tomis pačiomis sąlygomis atliekamas ir kontrolinis bandinys, kur vietoj ekstrakto-tiriamąjo tirpalo imamas toks pat kiekis vandens**) pilama 10 ml Felingio Nr. 1 tirpalo ir 10 ml šarminio kalio-natrio tatrato tirpalo. Mišinys statomas ant kaitlentės, greitai užverdama ir virinama 2 min. Po to greitai atšaldoma tekančio vandens srove. Į atvėsintą kolbutę pilama 10 ml 30 % KJ tirpalo ir 10 ml 25 % H₂SO₄ (pilti atsargiai, kad išsiskiriantis CO₂ neišsiskirtų labai greitai ir neaptaškytų), sumaišoma ir išsiskyres jodas titruojamas 0,1 N Na₂S₂O₃ tirpalu iki šviesiai gelsvo atspalvio. Tuomet įlašinami keli lašai 1 % krakmolo tirpalo kaip indikatoriaus, susidaro mėlyna spalva. Toliau tęsiamas titravimas, kol mėlyna spalva išnyksta.

Cu kiekį, atitinkantį redukuojančių cukrų kiekį, parodo 0,1 N Na₂S₂O₃ ml kiekio skirtumas tarp sunaudoto kontroliniam ir ekstraktui-tiriamajama tirpalams nutitruoti.

Sacharozės kiekis mg tiriamąjo tirpalo 30-tyje ml nustatomas pagal 29 lentelę.

29 lentelė. Sacahrozės apskaičiavimai pagal redukuoto vario kiekį

Redukuoto vario kiekis, išreikštas 0,1 N Na ₂ S ₂ O ₃ kiekiu	Dešimtosios mililitro dalys								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8

0	0,0	0,3	0,6	0,9	1,2	1,6	1,9	2,2	2,5	2,8
1	3,1	3,4	3,7	4,0	4,3	4,6	4,9	5,2	5,5	5,8
2	6,2	6,5	6,8	7,1	7,4	7,8	8,1	8,4	8,7	9,0
3	9,3	9,6	9,9	10,2	10,5	10,9	11,2	11,5	11,8	12,1
4	12,4	12,7	13,0	13,4	13,7	14,0	14,3	14,6	15,0	15,3
5	15,6	15,9	16,2	16,6	16,9	17,3	17,6	17,9	18,2	18,5
6	18,8	19,1	19,4	19,8	20,1	20,4	20,7	21,0	21,4	21,7
7	22,0	22,3	22,6	23,0	23,3	23,6	23,9	24,2	24,6	24,9
8	25,2	25,5	25,8	26,2	26,5	26,8	27,1	27,4	27,8	28,1
9	28,4	28,7	29	29,4	29,7	30,0	30,4	30,7	31,0	31,3
10	31,7	32,0	32,3	32,7	33,0	33,3	33,7	34,0	34,3	34,6
11	35,0	35,3	35,6	36,0	36,3	36,6	37,0	37,3	37,6	37,9
12	38,3	38,6	38,9	39,3	39,6	39,9	40,3	40,6	40,9	41,2
13	41,6	41,9	42,2	42,6	42,9	43,2	43,6	43,9	44,2	44,5
14	44,9	45,2	45,5	45,9	46,2	46,5	46,9	47,2	47,5	47,8
15	48,2	48,5	48,8	49,2	49,5	49,8	50,2	50,5	50,8	51,2
16	51,6	51,9	52,2	52,6	52,9	53,3	53,6	54,0	54,3	54,7
17	55,1	55,4	55,8	56,1	56,5	56,9	57,2	57,6	57,9	58,3
18	58,7	59,0	59,4	59,7	60,1	60,5	60,8	61,2	61,5	61,8
19	62,3	62,6	63,0	63,3	63,9	64,1	64,4	64,8	65,1	65,5
20	65,9	66,3	66,6	67,0	67,4	67,8	68,1	68,5	68,9	69,2
21	69,6	70,0	70,3	70,7	71,1	71,5	71,8	72,2	72,6	72,9
22	73,3	73,7	74,1	74,4	74,8	75,2	75,6	76,0	76,3	76,7
23	77,1	77,5	77,9	78,2	78,6	79,0	79,4	79,8	80,1	80,5
24	80,9	81,3	81,7	82,0	82,4	82,8	83,2	83,6	83,9	84,3
25	84,7	85,1	85,5	85,9	86,3	86,7	87,0	87,4	87,8	88,2

Rezultatų skaičiavimas:

Cukraus kiekis CK tiriamajame duonos, pyrago gaminyje, įvertinus paimą tirpalo tūrį, sacharozės pervedimą iš miligramų į gramus ir dvigubą tirpalo praskiedimą, vykdant sacharozės hidrolizę, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$CK = \frac{S * V}{15 * G} * \frac{100}{100 - D}$$

S – sacharozės kiekis, nustatytas pagal lentelę;

V – matavimo kolbutės tūris, ml;

G – gaminio masė, g;

D – drėgmės kiekis, proc.

Kiekvienam mėginiui atliekami du lygiagretūs bandymai ir apskaičiuojamas gautų rezultatų aritmetinis vidurkis. Skirtumas tarp lygiagrečių bandymų neturi viršyti 0,5 proc.

2.2.4. MILTINIŲ KEPINIŲ IR KONDITERIJOS GAMINIŲ RŪGŠTINGUMO IR ŠARMINGUMO NUSTATYMAS

Vertinant žaliavų ir maisto produktų kokybę, vienas iš veiksnių yra rūgštingumas. Šiuo rodikliu remiantis parenkamas žaliavos ar produkto apdorojimo būdas ir sąlygos technologinių procesų metu. Priklausomai nuo produktų, rūgštingumas gali būti ribojamas ir kontroliuojamas. Skiriamas titruojamasis rūgštingumas ir aktyvusis rūgštingumas.

Nustatant titruojamąjį rūgštingumą, įvertinamas produkte esantis bendrasis rūgščių junginių kiekis. Žaliavų ir maisto produktų rūgštingumas priklauso nuo organinių rūgščių, rūgščių anhidridų, rūgščių druskų, taip pat nuo baltymų su vyraujančiomis rūgštinėmis aminorūgštimis. Rūgštingumas dažniausiai nustatomas vandeniuose tirpaluose. Skysti mažo klampumo produktai analizuojami tiesiogiai. Skysti klampūs produktai skiedžiami vandeniu iki nustatyto tūrio ir dalis skiesto mėginio naudojama analizei. Titruojamasis rūgštingumas nustatomas titruojant mėginį standartiniu šarmo tirpalu. Dažniausiai tai yra natrio hidroksidas (NaOH). Kaip indikatorius naudojamas alkoholinis fenolftaleino tirpalas, keičiantis spalvą, kai tirpalo pH 8,0–9,0. Tiriamo produkto rūgštingumas apskaičiuojamas pagal titruoti sunaudoto NaOH kiekį, rezultatą išreiškiant įvairiais laipsniais arba perskaičiuojant NaOH kiekį į tame produkte vyraujančią organinę rūgštį.

Rūgštingumas dažnai išreiškiamas vadinamaisiais rūgštingumo laipsniais, t.y. kiekiu (ml arba cm^3) 1M NaOH sunaudoto 100 g (arba 100 cm^3) produkto esančioms rūgštims neutralizuoti. Taip išreiškiamas grūdų, grūdų produktų, alaus, mielių rūgštingumas. Kai kuriuose produktuose, be titruojamojo rūgštingumo, nustatomas ir lakusis rūgštingumas, susidarantis dėl lakiųjų rūgščių. Lakiųjų rūgštingumą daugiausia lemia acto rūgštis, o raugintose daržovėse – taip pat ir propiono (propano) bei sviesto (butano) rūgštys. Kokybės reikalavimai apibrėžia maksimalius lakiųjų rūgščių kiekius produktuose, kuriuos viršijus, produktai būna netinkami vartoti. Lakusis rūgštingumas išreiškiamas kiekiu (ml arba cm^3) 1M NaOH, sunaudoto 100 g (arba 100 cm^3) produkto esančioms lakiosioms rūgštims neutralizuoti arba perskaičiuojamas į acto rūgšties %. Vyno lakusis rūgštingumas išreiškiamas ml arba cm^3 1M NaOH, sunaudoto 1 l vyno esančioms rūgštims neutralizuoti arba acto rūgšties gramais 1 l.

Aktyvusis rūgštingumas rodo tikrąją disocijuotų vandenilio jonų koncentraciją produkte. Nustatomas matuojant pH. Kadangi rūgštūs junginiai, įeinantys į maisto produktų sudėtį, priklauso silpnų organinių rūgščių grupei ir disocijuoja nedideliu laipsniu, susidaro didelis skirtumas tarp titruojamojo ir tikrojo rūgštingumo. pH matuojamas naudojant kolorimetrinius arba potenciometrinius metodus. Kolorimetriniai metodai pagrįsti tam tikrų junginių spalvos intensyvumo pokyčiu įvairios koncentracijos vandenilio jonų aplinkoje. Pagal potenciometrinius metodus matuojamas tiriamo tirpalo potencialo stiprumas, priklausantis nuo tirpalo pH.

Rūgštingumas nustatomas remiantis LST 1553: 1998. Miltiniai kepiniai ir konditerijos gaminiai. Rūgštingumo ir šarmingumo nustatymo metodai.

1. Titruojamasis rūgštingumas

Metodo esmė – laisvų rūgščių, rūgščiųjų druskų, riebalų laisvų rūgščių, baltymų laisvų grupių, ištirpusios anglies dioksido neutralizavimas kalio ar natrio šarmu tirpalu, naudojant fenolftaleino indikatorių.



Reagentai:

- 0,1 M NaOH arba KOH tirpalas;
- 1 % fenolftaleino ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) tirpalas;
- 0,1 M HCl arba H_2SO_4 tirpalas;
- 1 % bromtimolio mėlynasis ($\text{C}_{27}\text{H}_{28}\text{Br}_2\text{O}_5\text{S}$) tirpalas;
- 96 % etanolis;
- Etaloniniai buferiniai tirpalai pH-metriui sureguliuoti.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,01 g);;
- Kūginės kolbos;
- Matavimo cilindrai;

-
- pH-metras (matavimo skalė nuo 1 iki 14 matavimo vienetų, mažiausias jautrumas 0,05 pH vieneto, turintis temperatūros kompensatorių);
 - Biuretės;
 - Filtru popierius ar vata;
 - Magnetinė maišyklė.
-

Mėginių paruošimas.

Kepiniai, kurių masė ne daugiau kaip 500 g ir vienetiniai kepiniai, kurių masė mažiau kaip 200 g, paruošiami perpjaunant per pusę. Iš vienos dalies atpjaunama apie 70 g storio riekė, nuo jos pašalinama pluta su 1 cm storio minkštimu.

Jei tiriamas ne visas kepinys, o jo dalis, tai atpjaunama 0,5 cm storio riekė, pašalinama (jei yra) apdžiūvusi minkštimo dalis ir ruošiamas mėginys.

Vienetiniai kepiniai, kurių masė ne daugiau kaip 200 g, tyrimui paruošiami pašalinant visą kepinio plutą kartu su 1 cm storio minkštimo sluoksniu.

Iš paruoštų mėginių pašalinami įdarai (marmeladas, varškė ir kt.) bei stambūs priedai (razinos, smulkinti riešutai ir t.). Mėginiai susmulkinami ir sumaišomi.

a) Miltinių kepinų ir konditerijos gaminių titruojamojo rūgštingumo nustatymas

Metodas taikomas konditerijos gaminams ir pusgaminiams, kurių tirpalų spalva netrukdo stebėti indikatoriaus spalvos pasikeitimo titruojant.

Darbo eiga:

Pasverinama 5 g paruošto mėginio, sudedama į kūginę kolbą ir įpilama 50 ml 60-70 °C temperatūros vandens. Gerai išmaišoma ir atvėsinama iki 20±5 °C temperatūros. Tada pripilama vandens iki 100 ml bendrojo tūrio, išmaišoma, įlašinama 2-3 lašai fenolftaleino tirpalo ir titruojama natrio arba kalio šarmo tirpalu iki rausvos spalvos atsiradimo nuo vieno lašo. Spalva turi nepakisti 1 min.

Rezultatų skaičiavimas:

Titruojamasis rūgštingumas R (laipsniais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R = \frac{V * 100}{m * 100}$$

V – titruoti sunaudoto natrio arba kalio šarmo tirpalo kiekis, ml;

m – mėginio masė, g;

100 – 100 g mėginio rūgštingumo perskaičiavimo koeficientas;

10 – kalio arba natrio šarmo koncentracijos perskaičiavimo koeficientas.

Jeigu mėginyje yra vandenyje netirpių dalelių, tai pasverinama 20 g mėginio, dedama į kūginę kolbą ir pilama 200 ml 60-70 °C temperatūros vandens. Gerai išmaišoma ir atvėsinama iki 20±5 °C temperatūros ir filtruojama per filtrą ar vatą. Paimama 50 ml filtrato, įlašinama 2-3 lašai fenolftaleino tirpalo ir titruojama natrio arba kalio šarmo tirpalu iki rausvos spalvos atsiradimo nuo vieno lašo. Spalva turi nepakisti 1 min.

Rezultatų skaičiavimas:

Titruojamasis rūgštingumas R₁ (laipsniais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R_1 = \frac{V * V_1 * 100}{V_2 * m * 100}$$

V – titruoti sunaudoto natrio arba kalio šarmo tirpalo kiekis, ml;

V₁ – mėginiui tirpinti sunaudoto vandens kiekis, ml;

V₂ – titruoti paimto filtrato kiekis, ml;

m – mėginio masė, g;

100 – 100 g mėginio rūgštingumo perskaičiavimo koeficientas;

10 – kalio arba natrio šarmo koncentracijos perskaičiavimo iš 0,1 M į 1 M koeficientas.

Galutinis rezultatas yra dviejų lygiagrečių analizių rezultatų aritmetinis vidurkis ir apskaičiuojamas 0,1 laipsnio tikslumu.

b) Duonos, pyrago kepinų ir mielinų konditerijos gaminių titruojamojo rūgštingumo nustatymas

Darbo eiga:

Pasveriamas 25 g mėginys ir dedamas į kūginę kolbą. Į matavimo cilindrą įpilama 250 ml 20±5 °C temperatūros vandens. ¼ šio vandens supilama į kolbą su mėginiu ir stikline lazdele mėginys gerai išmaišomas iki vienalytės masės. Supilamas likęs vanduo, kolba užkemšama ir energingai plakama 2 min., po to paliekama ramiai 10 min. 20±5 °C temperatūroje. Tada kolbos turinys vėl 2 min. maišomas ir paliekamas ramiai 8 min. Vandeninis viršutinis sluoksnis atsargiai filtruojamas per filtrą ar vatą į sausą kolbą ar stiklinę.

Į kūginę kolbą pipete įpilama 50 ml filtrato, įlašinami 2-3 lašai fenoltaleino ir titruojama natrio arba kalio šarmu iki silpnai rausvos spalvos atsiradimo. Spalva neturi pasikeisti per 1 min.

Rezultatų skaičiavimas:

Titruojamasis rūgštingumas R₂ (laipsniais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$R_2 = \frac{V * V_1 * 100}{V_2 * m * 100}$$

V – titruoti sunaudoto natrio arba kalio šarmo tirpalo kiekis, ml;

V₁ – mėginiui tirpinti sunaudoto vandens kiekis, ml;

V₂ – titruoti paimto filtrato kiekis, ml;

m – mėginio masė, g;

100 – 100 g mėginio rūgštingumo perskaičiavimo koeficientas;

10 – kalio arba natrio šarmo koncentracijos perskaičiavimo iš 0,1 M į 1 M koeficientas.

Galutinis rezultatas yra dviejų lygiagrečių analizių rezultatų aritmetinis vidurkis ir apskaičiuojamas 0,1 laipsnio tikslumu.

2. Titruojamasis šarmingumas

Taikomas miltinių konditerijos gaminių su cheminiais purikliais šarmingumo nustatymui.

Metodo esmė – druskos ar sulfato rūgštinti naudojant indikatorių bromtimolio mėlynąjį neutralizuojamos šarminės medžiagos. Titruojama iki gelsvos spalvos.

Darbo eiga:

Pasvertas 25 g mėginys dedamas į kūginę kolbą, įpilama 250 ml 20±5 °C temperatūros vandens. Kolba užkemšama kamščiu ir tris kartus kas 10 min. gerai suplakama. Po 30 min. mišinys iš kolbos per filtruojamąjį filtrą ar vatą filtruojamas į sausą kolbą ar stiklinę.

Į kūginę kolbą įpilama 50 ml filtrato, įlašinami 2-3 lašai bromtimolio mėlynojo indikatoriaus ir titruojama druskos ar sulfato rūgšties tirpalu iki gelsvos spalvos.

Rezultatų skaičiavimas:

Titruojamasis šarmingumas X, (laipsniais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$X = \frac{V * V_1 * 100}{V_2 * m * 100}$$

V – tituoti sunaudoto druskos arba sulfato rūgšties tirpalo kiekis, ml;

V₁ – mėginiui tirpinti sunaudoto vandens kiekis, ml;

V₂ – tituoti paimto filtrato kiekis, ml;

m – mėginio masė, g;

100 – 100 g mėginio šarmingumo perskaičiavimo koeficientas;

10 – druskos arba sulfato rūgšties koncentracijos perskaičiavimo iš 0,1 M į 1 M koeficientas.

Galutinis rezultatas yra dviejų lygiagrečių analizių rezultatų aritmetinis vidurkis ir apskaičiuojamas 0,1 laipsnio tikslumu.

3. Rūgštingumo ir šarmingumo nustatymas potenciometriniumi metodu

Šis metodas yra taikomas konditerinių gaminių ir pusgaminių (taip pat ir tamsią spalvą turinčių) rūgštingumo ir šarmingumo nustatymui.

Metodo esmė – tiriamojo tirpalo titravimas natrio ar kalio šarmu, druskos ar sulfato rūgšties tirpalais, kai ekvivalentinis taškas nustatomas indikatoriniu elektrodu.

Darbo eiga:

Atsveriamą į kūginę kolbą 10 g paruošto mėginio ir įpilama 100 ml vandens. Kad mėginys greičiau ištirptų, galima pašildyti iki 60-70 °C temperatūros ir po to atvėsinti iki 20±5 °C temperatūros. Visas mėginys su neištirusiomis dalelėmis perpilamas į 200 ml matavimo kolbą, praskiedžiamas vandeniu iki žymės ir gerai suplakama.

Į cheminę stiklinę pipete įpilama 50 ml gauto tirpalo. Stiklinė pastatoma ant magnetinės maišyklės, įstatomi elektrodai ir išmatuojama pH.

Jei pH mažiau kaip 7,0, tiriamas tirpalas titruojamas iš biuretės natrio arba kalio šarmo tirpalu. Jei pH daugiau kaip 7,0 – titruojama druskos ar sulfato rūgšties tirpalu. Titruojama iš lėto lašinant, tiriamas tirpalas gerai maišomas maišykle (jei magnetinės maišyklės nėra, galima maišyti stikline lazdele).

Titravimas baigtas, kai pH pasiekia 7,0-7,2 vienetų. Užrašomas titravimui sunaudoto tirpalo kiekis.

Rezultatų skaičiavimas:

Rūgštingumas R₃ arba šarmingumas X₁, laipsniais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$X_1(R_3) = \frac{V * V_1 * 100}{V_2 * m * 100}$$

V – titruoti sunaudoto tirpalo (šarmo arba rūgšties) kiekis, ml;

V₁ – matavimo kolbos, kurioje ištirpintas mėginys, tūris, ml;

V₂ – titruoti paimto filtrato tūris, ml;

m – mėginio masė, g;

100 – 100 g mėginio šarmingumo ar rūgštingumo perskaičiavimo koeficientas;

10 – šarmo arba rūgšties koncentracijos perskaičiavimo iš 0,1 M į 1 M koeficientas.

Galutinis rezultatas yra dviejų lygiagrečių analizių rezultatų aritmetinis vidurkis ir apskaičiuojamas 0,1 laipsnio tikslumu.

4. Aktyviojo rūgštingumo pH nustatymas

Metodo esmė – produktų aktyvusis rūgštingumas nustatomas matuojant jų tirpalų vandenilio jonų koncentraciją.

Įrangos paruošimas. Prieš pradėdant darbą pH-metras sureguliuojamas pagal gamintojo instrukciją ir tikrinamas etaloniniais buferiniais tirpalais.

Darbo eiga:

Cheminėje stiklinėje atsveriami 5 g paruošto mėginio. Įpilama 50 ml vandens. Norint greičiau ištirpinti mėginį su vandeniu galima pašildyti iki 70 °C temperatūros ir atvėsinti iki 20±2 °C temperatūros.

pH-metro elektrodai nuplaunami distiliuotu vandeniu, atsargiai nušluostomi filtro popieriumi ir pamerkami į tiriamąjį tirpalą taip, kad nesiektų stiklinės dugno ir sienelių. Maždaug po 10-15 s prietaiso rodyklė sustoja ir užrašomas pH-metro rodmuo. Po kiekvieno naudojimo produktų likučiai nuo pH-metro elektrodų nuplaunami 30-35 °C temperatūros distiliuotu vandeniu.

Galutinis rezultatas yra dviejų lygiagrečių analizių rezultatų aritmetinis vidurkis ir apskaičiuojamas 0,1 laipsnio tikslumu.

2.2.5. DUONOS IR PYRAGO KEPINIŲ AKYTUMO NUSTATYMAS

Akytumas (poringumas) yra kepinių minkštimo porų (akučių) ir viso minkštimo tūrio santykis, išreikštas procentais. Duonos ir pyrago akytumas priklauso nuo tešlos gamybai naudojamų žaliavų, purenimo medžiagų, tešlos paruošimo būdo, jos kokybės, kepimo režimo. Didžiausiu akytumu pasižymi duonos ir pyrago gaminiai, kurių tešlos fermentuojamos naudojant mikroorganizmus, produkuojančius anglies dvideginio dujas. Fermentacinei veiklai įtakos turi naudojamų mikroorganizmų savybės, glitimo baltymai, terpės rūgštingumas, fermentacijos sąlygos. Gaminių akytumas formuojasi rauginimo ir kepimo procesų metu. Akytumui nustatyti naudojamas Žuravlioovo (17 pav.) prietaisas, kuriuo išpjaunamas tikslus gaminio tūris. Prietaisą sudaro: metalinis vamzdelis (cilindras), kurio vidinis skersmuo 3 cm, vienas galas aštrus, kitas – pastorintas; metalinis lovelis, kuriame yra skersinė pertvarėlė; už jo 3,8 cm atstumu išpjauta 1,5 cm gylio įpjova; vamzdelio vidinį skersmenį atitinkantis grūstuvėlis.



17 pav. Žuravliovo prietaisas (1) ir jo dalys: metalinis vamzdelis (2), lovelis (3) ir grūstuvėlis (4)

Duonos ir pyrago gaminių aktyumas nustatomas remiantis LST 1442:1996. Duona ir pyrago kepiniai. Aktyumo nustatymas.

Metodo esmė – panaudojant Žuravliovo prietaisą, išpjauto tikslaus duonos ar pyrago gaminio minkštimo tūrio masės nustatymas, pagal kurį, remiantis minkštimo masės tankiu, apskaičiuojamas aktyumas. Metodas taikomas duonos ir pyrago gaminiams, kurių masė yra 0,2 kg ir didesnė. Minkštimo aktyumui nustatyti imama: kvietinės duonos 3 mėginiai, ruginės ar ruginės ir kvietinės – 4 mėginiai. Jei tiriamieji mėginiai yra tokie smulkūs, kad iš vienos jų riekės neįmanoma išpjauti 3-4 mėginių, jie išpjaujami iš kelių to paties kepinio riekčių.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti duonos ir pyrago gaminių aktyumą.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,01 g);
- Žuravliovo prietaisas.

Mėginio paruošimas.

Iš bandinio vidurio išpjauinama ne mažiau kaip 7-8 cm storio riekė. Iš riekės minkštimo, ne arčiau kaip 1 cm nuo plutos, Žuravliovo prietaiso vamzdeliu, sukamuoju judesiu, išpjauamas mėginys, išspaudžiant į kepinio minkštimą aštrųjį vamzdelio galą, kuris prieš tai šiek tiek patepamas aliejumi. Vamzdelis su kepinio minkštimu dedamas ant prietaiso stovelio taip, kad jo pastorintas galas glaudžiai įjėitų į lovelio įpjovą. Po to kepinio minkštimas grūstuvėliu stumiamas iš vamzdelio, kol išlenda 1 cm ilgio gabalėlis, kuris aštriu peiliu nupjaunamas prie pat vamzdelio ir atmetamas. Vamzdelyje likusi cilindro dalis išstumama grūstuvėliu iki lovelio sienelės. Išstumtas 27 cm³ minkštimo gabalėlis nupjaunamas prie pat vamzdelio.

Darbo eiga:

Visi atrinkti mėginiai sveriami vienu kartu.

Rezultatų skaičiavimas: Minkštimo aktyumas X, procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$X = \frac{V - \frac{m}{\rho}}{V} * 100$$

V – bendras visų vienu kartu pasvertų mėginių minkštimo tūris, cm³;

m – visų vienu kartu pasvertų mėginių masė, g;

ρ – minkštimo (be porų) masės tankis, cm^3/g , nurodytas 30 lentelėje.

30 lentelė. Minkštimo (be porų) masės tankis

Kepinio pavadinimas	Minkštimo masės tankis, cm^3/g
Duonos ar pyrago kepiniai iš aukščiausios (550) ir pirmos rūšies (812) kvietinių miltų	1,31
Duonos ar pyrago kepiniai iš antros rūšies kvietinių miltų	1,26
Duonos ir pyrago kepiniai iš kvietinių miltų su sėlenomis	1,23
Duona iš rupių ruginių ar kvietinių miltų ar jų mišinio	1,21
Duona iš rupių ruginių ir antros rūšies kvietinių miltų ar jų mišinio	1,23
Duona iš ruginių pasijotų ir pirmos rūšies (812) kvietinių miltų ar jų mišinio	1,25
Duona iš ruginių sijotų ir pirmos rūšies (812) kvietinių miltų ar jų mišinio	1,22
Plikyta duona iš įvairaus smulkinimo ruginių miltų	1,27

Minkštimo aktyvumo rezultatai apskaičiuojami vieno procento tikslumu.

2.2.6. GLITIMO KIEKYBINIS IR KOKYBINIS NUSTATYMAS GRŪDUOSE IR JŲ PRODUKTUOSE

Iš įvairių grūdų, turinčių tokį patį kiekį baltymų, gaunami skirtingi miltai, iš kurių iškepti gaminiai nevienodi. Daugeliu atvejų tai paaiškinama baltymų, sudarančių glitimą, kokybės skirtumais.

Kviečiai yra kultūrinis augalas, kurio glitimo baltymai sudaro struktūrinę tešlos karkasą.

Glitimas – tampriai elastingas hidratuotų baltymų gelis, kurį sudaro vandenyje netirpūs baltymai gliadinas ir gliuteninas bei nedidelis nebaltyminių medžiagų kiekis (riebalai, angliavandeniai, mineralinės druskos). Jis nustatomas iš sumaltų grūdų išplovus krakmolą ir pasvėrus masės likutį. Glitimas sulaiko anglies dvideginį, išsiskiriantį tešlai rūgstant, todėl ji būna puresnė, o duona – geriau iškilusi. Glitimo tamprumo savybės išreiškiamos prietaiso rodmenų vienetais ir atsižvelgus į jų vertę, glitimo kokybė priskiriama atitinkamai grupei pagal 31 lentelėje pateiktus reikalavimus (LST 1522:2004 Kviečiai. Šlapiojo glitimo kiekio ir kokybės nustatymas).

31 lentelė. Glitimo kokybės grupių nustatymas

Kokybės grupė	Glitimo charakteristika	Prietaiso rodmenys, vienetais
III	Labai stiprus	Nuo 0 iki 15
II	Stiprus	Nuo 20 iki 40
I	Geras	Nuo 45 iki 75
II	Silpnas	Nuo 80 iki 100
III	Labai silpnas	105 ir daugiau

Šlapiojo glitimo kiekis gali būti nustatomas mechaniniu ir rankiniu būdu.

Glitimo kokybė įvertinama nustatant jo tūsumą, tamprumą ir glitimo indeksą.

Glitimo tūsumas – tai glitimo savybė temptis pagal ilgį. Pagal tūsumą glitimas gali būti trumpo išsitempimo – tempiasi iki 100 mm, vidutinio – nuo 100 iki 200 mm ir ilgo – daugiau kaip 200 mm.

Glitimo tamprumas – tai glitimo savybė grįžti į pradinę padėtį, nuėmus apkrovas. Gero tamprumo glitimas tempiasi pakankamai gerai ir palaiptai beveik visiškai sugrįžta į pradinę padėtį. Kai glitimas prastos kokybės, jo forma negrįžta į pradinę padėtį arba tempiasi mažai, trūkinėja.

Glitimo tamprumas gali būti matuojamas specialiais prietaisais ar rankiniu būdu. Išmatuojamas glitimo deformacijos indeksas (GDI) arba glitimo indeksas centrifuguojant. Patenkinamų savybių GDI neturėtų būti aukštesnis kaip 100 vienetų prietaiso rodmenų (LST 1524:2003 Kviečiai. Supirkimo ir tiekimo reikalavimai).

Taip pat vertinamas *glitimo indeksas*, kuris parodo, koks yra glitimas – silpnas, normalus ar stiprus. Jei glitimas yra labai silpnas, tuomet matuojant indeksą gaunamas 0, o jei labai stiprus – 100.

Glitimo kokybei įvertinti taip pat nustatomas sausojo ir šlapiojo glitimo masių santykis. Todėl toliau pateikiama keletas metodų šlapiajam ir sausajam glitimo kiekiui nustatyti.

1. Glitimo kiekio maltuose kviečiuose ir kvietiniuose rupiniuose nustatymas plaunant vandeniu

Maltiems kviečiams ir kvietiniams rupiniams, šlapiojo glitimo, išplauto rankiniu būdu iš maltų kviečių tešlos, kiekio nustatymas pagal tamprumo ir elastingumo savybes atliekamas remiantis LST 1522:2004. Kviečiai. Šlapiojo glitimo kiekio ir kokybės nustatymas.

Metodo esmė – tešlos paruošimas iš analizuojamo mėginio naudojant tam tikrą vandens kiekį ir glitimo išplovimas rankomis.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti glitimo kiekį maltuose kviečiuose ir kvietiniuose rupiniuose.



Reagentai:

- Distiliuotas vanduo;
- Jodo tirpalas (0,2 g kalio jodido ir 0,1 g kristalinio jodo ištirpinama 100 ml vandens);
- Geriamasis vanduo (18-20 °C, kietumas 1,5-7,0 mmol/l).



Įranga, priemonės:

- | | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> – Svarstyklės (tikslumas 0,01g); – Malūnas (elektrinis, rankinis); – Sietai (akučių dydis 0,67 mm ir 195 μm); – Poliamidinis ar kaproninis sietas glitimui plauti, kurio akutės ne didesnės kaip 0,84 mm; – Tešlos maišyklė; – Porcelianinė lėkštė ir grūstuvėlis; | <ul style="list-style-type: none"> – Centrifuga; – Termometras; – Matavimo cilindai; – Termostatas (18-20 °C); – Glitimo deformacijos matavimo prietaisas. – Laikrodis; – Indas (apie 4 l). |
|---|--|

Pasiruošimas tyrimui:

Mėginio paruošimas.

a) *kviečių grūdai*. Tyrimui imama nuo 50 iki 300 g sumaišyto kviečių grūdų mėginio, išvalomos visos šiukšlinės priemaišos. Jei grūdų drėgmės kiekis didesnis nei 15 proc., jie padžiovinami. Grūdai malami smulkinimo malūnu. Malimo stambumas turi būti toks, kad sijoiant 3 min. 110-120 aps/min. sukimosi greičiu, likutis ant 0,67 mm dydžio akučių sieto neviršytų 2 proc., o prabirų per 195 μm dydžio akučių sietą kiekis nebūtų mažesnis kaip 40 proc.

b) *kvietiniai rupiniai*. Kvietinių rupinių malimo stambumas atitinka reikalavimus ir jie papildomai nemalami.

Pasveriami 25-50 g sumaltų kviečių ar kviečių rupinių, kad išplauto šlapio glitimo kiekis būtų ne mažiau kaip 4 g.

Atsižvelgiant į tiriamojo mėginio kiekį, tešlos maišymui imamas 32 lentelėje nurodyto geriamojo vandens kiekis. Vanduo tešlai maišyti turi būti 18-20 °C temperatūros.

32 lentelė. Vandens kiekis tešlos užmaišymui glitimo kiekio nustatymui

Tiriamąjo mėginio masė, g	Vandens kiekis, ml
---------------------------	--------------------

25	13
30	16
38	20
50	26

Darbo eiga:

a) *tešlos ruošimas*. Į porcelianinę lėkštelę suberiamas mėginys, pilamas pagal lentelę parinktas reikiamas vandens kiekis. Grūstuvėliu ar mentele, neišbarstant mėginio, maišoma tešla, kol gaunama vientisa jos konsistencija. Prie grūstuvėlio prilipę tešlos gabalėliai surenkami ir galutinai rankomis suminkomas vientisas tešlos rutulėlis.

b) *glitimo plovimas*. Suformuotas tešlos rutulėlis porcelianinėje lėkštelėje uždengiamas ir paliekamas 20 min. Po 20 min. pradedamas glitimo plovimas po silpna geriamojo vandens srove, laikant glitimo gumulėlį virš sieto glitimui plauti. Pradžioje glitimas plaunamas atsargiai, švelniai maigant tešlą pirštais, kad kartu su krakmolu neatsiskirtų glitimo ar tešlos gabalėlis. Kai didžioji dalis krakmolo ir sėlenų atskiriama, plaunama intensyviau, glitimą tampant, išverčiant ir vėl suformuojant vientisą gabalėlį.

Nesant vandentiekio, tešlos gabalėlį galima plauti ir inde (4 l), į kurį įpilta 2-3 l geriamojo vandens. Kai plaunama inde, tešlos gabalėlis ant delno panardinamas į vandenį ir plaunama kaip ir po vandens srove. Plovimo metu vanduo inde keičiamas ne mažiau kaip 3-4 kartus, kiekvieną kartą iškošiant jį pro sietą.

Glitimo gabalėliai, atitrūkę nuo glitimo masės ir likę ant sieto tiek plaunant po vandens srove, tiek inde, kruopščiai surenkami ir pridedami prie bendros glitimo masės.

Plaunama apie 20-30 min, kol krakmolas ir sėlenos beveik visiškai išsiplauna ir spaudžiant glitimą ranka, varva skaidrus vanduo. Išplautas glitimas sausinamas spaudžiant tarp delnų, kaskart juos nušluostant sausu medvilniniu rankšluosčiu. Sausinant glitimas keletą kartų išverčiamas ir vėl suspaudžiamas tarp delnų, kol pradeda lengvai lipti prie rankų.

Nusausintas glitimas sveriamas 0,1 g tikslumu.

Glitimą sausinti galima ir centrifugoje, tačiau po to drėgnas glitimo paviršius nusausinamas rankomis aprašytu būdu.

Ar glitimas gerai išplautas, tikrinama:

➤ jodo tirpalu. Iš išplauto ir nusausinto glitimo, jį suspaudus ranka, į stiklainaitę nuvarvinami keli lašai vandens ir įlašinami keli lašai jodo tirpalo. Jei vandens spalva nepasikeičia į melsvą ir lieka gelsva jodo spalva, laikoma, kad glitimo plovimas baigtas.

➤ svėrimo būdu. Nusausintas glitimas pasveriamas, tada dar kartą plaunamas 2-3 min., vėl nusausinamas ir pasveriamas. Jei skirtumas tarp pirmojo ir antrojo svėrimo neviršija ±0,1 g, laikoma, kad glitimas išplautas gerai.

Nustatant glitimą iš prastesnės kokybės kviečių, pradžioje tešlos rutulėlis plaunamas lėtai ir atsargiai inde, po to – po silpna vandens srove.

Kai plaunamas glitimas visiškai išsiskaido ir jo negalima surinkti rankomis, jis laikomas **neišsiplaunančiu**.

Rezultatų skaičiavimas:

Šlapiojo glitimo kiekis G, procentais, nuo tiriamosios mėginio dalies masės, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$G = \frac{M_g * 100}{M_t}$$

G – šlapiojo glitimo kiekis maltų kviečių ar kvietinių rūpinių mėginyje, procentais;

M_g – šlapiojo glitimo masė, g;
 M_t – tiriamosios mėginio dalies masė, g.

Rezultatas yra apvalinami iki sveiko skaičiaus ir pateikiami 1 % tikslumu.

2. Šlapiojo glitimo kiekio kviečiuose ir kvietiniuose miltuose nustatymas plaunant natrio chlorido tirpalu

Metodo esmė – šlapias glitimas yra išskiriamas plaunant tešlą rankomis natrio chlorido tirpalu, plovimo tirpalo perteklių pašalinant, o likutį pasveriant. Tešla ruošiama iš miltų ar permaltų kruopmilčių arba maltų kviečių ir natrio chlorido tirpalo. Kad susidarytų glitimo struktūra, tešla paliekama atsistovėti.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti šlapiojo glitimo kiekį kviečiuose ir kvietiniuose miltuose.



Reagentai:

- Distiliuotas vanduo;
- 2 % NaCl tirpalas (temperatūra 20-25 °C);
- Kalio jodido ar jodo tirpalas (2,54 g g kalio jodido ištirpinama vandenyje, į šį tirpalą pridedama 1,27 g jodo ir visiškai ištirpus sudėtinėms dalims, praskiedžiama vandeniu iki 100 ml).



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,01g);
- Biuretė;
- Laboratorinė stiklinė ;
- Medinis rėmas, 30x40 cm, dengtas stambųjų dalelių tinkleliu Nr 56, (308 μm);
- Maišymo ir plovimo kamera, su keičiamu chromuotu sieto laikikliu ir poliesteriniais 88 μm skersmens akučių sietais ir poliamidiniais 840 μm skersmens akučių sietais.
- Centrifuga, galinti palaikyti 6000 aps/min. dažnį, pritaikyta dviem perforuotoms 600 μm skersmens akučių plokštėms ir dviem 22 mm skersmens talpykloms, įtaisytoms su 600 μm skersmens akučių tinkleliu glitimo indeksui nustatyti.
- Mentelė;
- Porcelianinė lėkštė ir grūstuvėlis;
- Talpykla;
- Filtravimo popierius;
- Laikrodžio stiklelis;
- Mažo pajėgumo malūnas;;
- Glitimo presas;
- Laikrodis;
- Pirštinės.

Pasiruošimas tyrimui:

Mėginio paruošimas. Kviečių grūdai ir kruopmilčiai sumalami malūnu, kad malto produkto dalelių matmenys atitiktų nurodytus 33 lentelėje.

33 lentelė. Kviečių grūdų ir kruopmilčių mėginių smulkumas

Sieto akučių dydis, μm	Per sietą išbūrėjęs mėginio kiekis, %
710	100
500	Nuo 95 iki 100
Nuo 210 iki 200	80 arba mažiau

Mėginiai ruošiami siekiant išvengti drėgnio pokyčių malimo ir laikymo metu.

1. Rankinis būdas. Šlapiojo glitimo, išplautu rankiniu būdu iš maltų kviečių tešlos kiekio nustatymas pagal tamprumo ir elastingumo savybes atliekamas remiantis LST EN ISO 21415-1:2007 standartu.

Darbo eiga:

Pasveriami 24 g tiriamojo mėginio (m_1) 0,01 g tikslumu ir be nuostolių suberiama į porcelianinę grūstuvę. Iš biuretės supilama 12 ml NaCl tirpalo, miltus nuolat maišant mentele. Suformuojamas tešlos rutulėlis išvengiant miltų nuostolių. Prie indų sienelių ar mentelės prilipę tešlos likučiai surenkami ir suminkomi su tešlos rutulėliu. Tešla turi būti ruošiama ne ilgiau kaip 3 min. Tešlos rutulėlis dedamas ant stiklinės lėkštelės. 250 ml laboratorinės stiklinės vidus padengiamas sudrėkintu filtravimo popieriumi. Po šia stikline uždengiamas tešlos rutulėlis. Taip paliekama 30 min. atsistovėti.

Tešlai atsistovėjus, pasveriami 30 g tešlos rutulėlio (m_2) 0,01 g tikslumu. Jis paimamas į vienos rankos delną (dirbama būtinai su pirštinėmis) ir ant jo lašinamas NaCl tirpalas, kad tekėjimo sparta būtų 750 ml per 8 min. Tuo metu tešlos rutulėlis rankos, kurioje laikomas, nykščiu spaudomas ir voliojamas. Plovimas laikomas baigtu, kai NaCl tirpale, išspaustame iš glitimo rutulėlio, nebelieka krakmolo. Tam patikrinti, reikia rutulėlį suspaudus ranka į stiklinaitę nuvarvinti kelis lašus NaCl tirpalo ir įlašinti kelis lašus kalio jodido ar jodo tirpalo. Jei vandens spalva nepasikeičia į melsvą ir lieka gelsva jodo spalva, laikoma, kad glitimo plovimas baigtas. Jei atsiranda melsva spalva, plovimas tęsiamas, kol krakmolo nelieta. Plovimo trukmė priklauso nuo glitimo kiekio, tačiau vidutiniškai plovimas trunka apie 8 min.

Norint pašalinti plovimo tirpalo perteklių, glitimo gabalėlis padalijamas į dvi apytiksliai vienodas dalis, suformuojamas lakšto pavidalu ir dedamas į glitimo presą. Presas uždaromas, palaikoma 5 s, tuomet atidaroma, perdedami gabalėliai į sausas glitimo preso vietas ir vėl uždaroma 5 s. Taip kartojama 15 kartų. Po kiekvienos operacijos glitimo preso stiklinės lėkštės nusauginamos.

Abu glitimo lakštai pasveriami kartus (m_3) 0,01 g tikslumu.

Atliekami du to paties mėginio tyrimai.

Rezultatų skaičiavimas:

Šlapiojo glitimo kiekis G, išreikštas tiriamojo mėginio masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$G = \frac{m_3(m_1+12)}{m_2*m_1} * 100$$

m_1 – tiriamosios mėginio dalies masė, g;

m_2 – tešlos rutulėlio, naudoto glitimui plauti masė, g;

m_3 – šlapiojo glitimo masė, g;

12 – natrio chlorido tirpalo, naudoto tešlai paruošti, tūris, ml.

Rezultatas pateikiamas vienos dešimtosios tikslumu.

2. Mechaninis būdas.

Šlapiojo glitimo kiekio ir glitimo indekso nustatymas mechaninėmis priemonėmis atliekamas remiantis LST EN ISO 21415-2:2007 standartu.

Darbo eiga:

Pasveriami 10 g tiriamojo mėginio ir suberiama į plovimo ir maišymo įrenginio plovimo kamerą. Pradžioje naudojamas tankus sietas, o vėliau – retas sietas. Į tiriamąjį mėginį įpilama 4,8 ml natrio chlorido (NaCl) tirpalo. Druskos tirpalas tolygiai paskirstomas ant miltų. Maišoma tešla.

Plovimo pabaiga laikoma tada, kai nevyksta reakcija tarp užlašinto ant stiklelio iš glitimo išspausto plovimo tirpalo su jodu ir nebesusidaro mėlyna spalva. Miltams plovimo trukmė yra apie 5 min.

Maltiems kviečiams praėjus 2 min. nuo plovimo pradžios, įranga sustabdoma, nuimama plovimo kamera su iš dalies išplautu glitimu ir visas turinys perdedamas į kamerą su retu sietu ir toliau tęsiamas plovimas.

Pasibaigus plovimo procesui, šlapias glitimas išimamas iš plovimo kameros. Joje glitimo neturi likti. Glitimas yra padalijamas į du lygius gabalėlius, kurie dedami ant perforuotų centrifugos plokštelių, nestipriai jas paspaudžiant žemyn. Centrifuguojant pašalinamas plovimo tirpalo perteklius (apie 60 s), išimamas glitimo gabalėlis ir iš karto pasveriamas (m_1) 0,01 g tikslumu. Atliekami du to paties mėginio matavimai.

Rezultatų skaičiavimas:

Šlapiojo glitimo kiekis G (masės procentais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$G = m_1 * 100$$

m_1 – šlapiojo glitimo masė, g.

Rezultatas išreiškiamas vienos dešimtosios tikslumu. Rezultatu laikomas dviejų tyrimų verčių aritmetinis vidurkis.

3. Sausojo glitimo nustatymas iš šlapiojo glitimo džiovinimo krosnelėje metodu

Metodo esmė – šlapiojo glitimo rutuliukas, gautas aukščiau aprašytu būdu, džiovinamas ir sveriamas.



Reagentai:

- Distiliuotas vanduo;
- 2 % NaCl tirpalas (temperatūra 20-25 °C);
- Kalio jodido ar jodo tirpalas (2,54 g kalio jodido ištirpinama vandenyje, į šį tirpalą pridedama 1,27 g jodo ir visiškai ištirpus sudėtinėms dalims, praskiedžiama vandeniu iki 100 ml).



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,01g);
 - Peilis;
 - Metalinė ar stiklinė plokštelė;
 - Džiovinimo krosnelė;
 - Eksikatorius.
-

Darbo eiga:

Plokštelė pasveriamą 0,01 g tikslumu (m_0). Šlapiojo glitimo, iš kurio pašalinta didžioji tirpalo dalis, rutuliukas (gautas aukščiau aprašyti būdu), dedamas ant plokštelės. Plokštelė su glitimo rutuliuku pasveriamą (m_5) 0,01 g tikslumu. Būtina žinoti kvietinių miltų mėginio, iš kurio šlapiasis glitimas buvo išplautas, pradinę masę (m) (taikant rankinio plovimo metodą, ši masė nėra lygi tiriamosios kvietinių miltų mėginio dalies masei).

Plokštelė su tiriamuoju mėginiu dedama į džiovinimo krosnelę ir džiovinama 130 °C temperatūroje 2 val. Po dviejų valandų plokštelė išimama, glitimo gumulėlis peiliu įpjaunamas 3-4 kartus, dedamas toliau džiovinti ir laikoma dar 4 valandas. Bendra džiovinimo trukmė turi būti 6 valandos.

Plokštelė išimama iš džiovinimo spintos, atvėsinama eksikatoriuje iki laboratorijos temperatūros (maždaug 30 min.) ir pasveriamą 0,01 g tikslumu (m_4).

Rezultatų skaičiavimas:

Sausojo glitimo kiekis (G_s) (išreikštas pradinio mėginio masės procentais) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$G_s = \frac{m_4 - m_0}{m} * 100$$

m_4 – plokštelės ir sausojo glitimo masė, g;

m_0 – tuščios plokštelės masė, g;

m – pradinio mėginio tešlos dalies, paimtos šlapio glitimo kiekiui, masė, g.

Nustatant pradinio mėginio drėgmės kiekį, sauso glitimo kiekis sausose medžiagose (G_{sm}), išreikštas procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$G_{sm} = \frac{100 * (m_4 - m_0)}{m(100 - w)} * 100$$

w – pradinio mėginio drėgmės kiekis, masės procentais.

Rezultatas yra dviejų verčių aritmetinis vidurkis.

Vandens kiekio (w_G) šlapiajame glitime skaičiavimas:

$$w_G = \frac{m_5 - m_4}{m_5 - m_0} * 100$$

m_5 – plokštelės ir šlapiojo glitimo dalies masė, g.

4. Sausojo glitimo nustatymas iš šlapiojo glitimo greitojo džiovavimo metodu

Metodo esmė – šlapiojo glitimo rutuliukas, gautas aukščiau aprašytu būdu, džiovinamas ir sveriamas.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,01g);
- Elektrinės džiovavimo plokštės, pagamintos iš dviejų, antiadhezine medžiaga padengtų plokščių, kurios įkaistų iki darbinės nuo 150 iki 200 °C temperatūros.

Darbo eiga:

Įkaitinamos džiovavimo plokštės. Šlapiojo glitimo rutuliukas (aukščiau aprašytu būdu), pasveriamas 0,01 g tikslumu (m_7) ir dedamas ant įkaitintų džiovavimo plokščių 300±5 s. Sausas glitimas išimamas ir pasveriamas 0,01 g tikslumu (m_6).

Rezultatų skaičiavimas:

Sausojo glitimo kiekis (G_s), išreikštas pradinio mėginio masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$G_s = \frac{m_6}{m} * 100$$

m_6 – sausojo glitimo masė, g;

m – pradinio mėginio tešlos dalies, paimtos šlapio glitimo kiekiui, masė, g.

Reikia žinoti pradinio mėginio, iš kurio buvo išplautas šlapias glitimas, masę (m). Taikant rankinio plovimo metodą, ši masė nėra lygi tiriamosios pradinio mėginio masė daliai.

Nustatant pradinio mėginio drėgmės kiekį, sausojo glitimo kiekis sausosiose medžiagose išreikštas procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$G_{sm} = \frac{100 * m_6}{m(100 - w)} * 100$$

w – pradinio mėginio drėgmės kiekis, masės procentais;

Rezultatas yra dviejų verčių aritmetinis vidurkis.

Vandens kiekis šlapiajame glitime W_G , išreikštas masės procentais, apskaičiuojamas pagal formulę:

$$w_G = \frac{m_7 - m_6}{m_7} * 100$$

m_7 – šlapiojo glitimo masė, g.

Glitimo kokybės nustatymas

a) Glitimo tamprumas ir tįsumas.

Darbo eiga:

Glitimo kokybei nustatyti imama 4 g išplauto ir nusausinto glitimo.

Tiriamoji glitimo dalis kelis kartus atsargiai spaudžiama pirštais, suteikiant jai rutulėlio formą su lygiu paviršiumi, be įtrūkimų. Suformuotas rutulėlio formos glitimas dedamas į porcelianinę lėkštelę su 18-20 °C temperatūros vandeniu, o lėkštelė dedama į termostatą 18-20 °C temperatūroje ir paliekama 15 min. Praėjus 15 min. glitimo tamprumas gali būti įvertinamas dviem būdais:

1. *Naudojantis prietaisu.* Glitimo deformacijos pamatavimo prietaisas paruošiamas darbui ir sureguliuojamas pagal gamintojo instrukciją. Po mirkymo glitimo gumulėlis išimamas iš lėkštelės ir dedamas ant glitimo deformacijos matavimo prietaiso darbo stalo centrą. Glitimo tamprumo savybės išmatuojamos pagal prietaiso darbo instrukciją.

Glitimo tamprumo savybės išreiškiamos prietaiso rodmenų vienetais ir, atsižvelgus į jų vertę, glitimo kokybė priskiriama atitinkamai grupei pagal 31 lentelėje pateiktus reikalavimus.

2. *Rankiniu būdu.* Tįsumui įvertinti glitimo rutuliukas paimamas dviem rankom tarp trijų pirštų ir vienodai, be sukimo tempiamas virš liniuotės iki trūkimo. Išsitempimas turi trukti apie 1 s. Nutrūkimo momentu pažymimas ilgis iki kurio išsitempė. Pagal išsitempimą charakterizuojamas: netįsus – 10 cm, vidutinio tįsumo – nuo 10 iki 20 cm, tįsus – daugiau kaip 20 cm.

Tamprumui glitimo rutulėlis ištempiamas taip pat trimis pirštais virš liniuotės iki 20 mm ir atleidžiamas. Pagal glitimo atsistatymą į pradinį ilgį ar formą sprendžiama apie jo tamprumą:

- *gero elastingumo* glitimas pakankamai stipriai tempiasi ir beveik pilnai atsistato į savo pradinę formą.
- *nepatenkinamo elastingumo* – arba visiškai neatsistato arba truputį trūkinėdamas išsitempia ir atleidus beveik neatsistato.
- *Patenkinamo elastingumo* – užima tarpinę padėtį tarp gero ir nepatenkinamo elastingumo glitimo.

b) Šlapiojo glitimo indekso kviečiuose ir kvietiniuose miltuose nustatymas.

Darbo eiga:

Glitimo gabalėlio paruošimas analogiškas paruošimui, kuris vykdomas nustatant glitimo kiekį mechaninėmis priemonėmis (aprašyta aukščiau). Gautas po plovimo glitimo gabalėlis

patalpinamas į talpyklą ir centrifuguojamas jo nedalijant. Laikas tarp plovimo pabaigos ir centrifugavimo turi būti 20-30 s. Centrifuguojama 60 s. Po centrifugavimo talpykla nuimama, surenkamas visas glitimas, kuris perėjo per sietą, pasveriamas 0,01g tikslumu.

Nustatant bendrą šlapio glitimo masę, šis kiekis paliekamas ant svarstyklių ir pridamas glitimas, likęs ant sieto.

Rezultatų skaičiavimas:

Glitimo indeksas apskaičiuojamas pagal formulę:

$$I = \frac{m_1 - m_2}{m_1} * 100$$

m_1 – šlapiojo glitimo masė, g;

m_2 – glitimo, perėjusio per sietą masė, g;

Rezultatas išreiškiamas vienos dešimtosios tikslumu. Rezultatu laikomas dviejų tyrimų verčių aritmetinis vidurkis.

2.2.7. FERMENTŲ AKTYVUMO ĮVERTINIMAS RAUGUOSE

Daugelio maisto produktų gamyboje yra naudojami fermentų preparatai, išskirti iš gyvūninės ir augalinės kilmės žaliavų. Tačiau dar daugiau maisto produktų yra gaminama naudojant mikroorganizmus, kurių ląstelėse susidaro įvairūs fermentai, arba šių mikroorganizmų fermentų preparatus. Tokie mikroorganizmai yra plačiai naudojami kepant duoną, gaminant rūgščius pieno produktus.

Maisto pramonėje plačiai naudojamos mielės (konditerijoje, gėrimų gamyboje) ir pienarūgštės bakterijos (pieno, mėsos produktų gamyboje). Mielėse esantys fermentai hidrolizina angliavandenius ir sukelia jų rūgimą.

Gaminant duoną vyksta daug fizinių, biocheminių ir mikrobiologinių procesų. Tačiau svabiausiais etapas yra tešlos paruošimas. Šiame etape svarbų vaidmenį vaidina mielės, pienarūgščio rūgimo bakterijos ir miltų fermentai. Amilolitiniai fermentai katalizuoja miltų krakmolo hidrolizę, kurios metu susidaro dekstrinai ir maltozė. Pastaroji, veikiami mielių fermentų, hidrolizina ir rūgsta, susidarant etilo alkoholiui ir CO₂. Šie junginiai purena tešlą. Veikiant pienarūgščio rūgimo bakterijų fermentams, susidaro pieno rūgštis ir šiek tiek kitų organinių rūgščių, Tokiu būdu sudaroma palanki terpė mielėms vystytis. Rūgščių susikaupimas turi įtakos proteolitinių fermentų veikimui ir duonos juslinėms savybėms. Kai susikaupia daugiau rūgščių, susilpnėja α-amilazės veikimas ir pagerėja duonos kokybė. Priešingu atveju, susidarytų daug dekstrinų ir duona būtų lipni, neaktyva. Taip pat, katalizuojant pproteolitiniams fermentams, brinksta miltų baltymai, todėl tešlos savybės gerėja.

1. Amilolitinių fermentų aktyvumo nustatymas

Amilazės aktyvumas nustatomas pagal ICC metodą nr. 108 (ICC, 1998).

Amilolitinio aktyvumo vienetas – fermento kiekis, galintis 30 °C temperatūroje per 10 min. katalizuoti 1 g tirpaus krakmolo hidrolizę į dektrinus.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti amilolitinių fermentų aktyvumą rauguose.



Reagentai:

- 1 % krakmolo tirpalas;
- Fosfatinis buferinis tirpalas (1/15 M, pH 6);

-
- Acetatinis buferinis tirpalas (0,2 M, pH 4,7);
 - Standartinis jodo tirpalas (0,5 g jodido ir 5 g KJ ištirpinami 50 ml distiliuoto H₂O. Tirpalas maišomas kol ištirpsta ir praskiedžiamas iki 200 ml distiliuotu H₂O);
 - Darbinis jodo tirpalas (matavimo kolboje praskiedžiama 2 ml standartinio jodido tirpalo su 0,5 M HCl iki 100 ml);
 - Kalcio chlorido tirpalas (pH 6) (0,1 g CaCl₂ ištirpinama distiliuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1000 ml, tirpalo pH sureguliuojamas 0,2 N NaOH);
 - Standartinis fermento tirpalas;
-



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,001g);
 - Vandens vonia;
 - Mėgintuvėliai;
 - Malūnėlis (elektrinis).
-

Pasiruošimas tyrimui:

Tirpalų ruošimas:

- Fosfatinis buferinis tirpalas (1/15 M, pH 6): *tirpalas A* – 11,866 g Na₂HPO₄·2H₂O ištirpinama distiliuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1000 ml; *tirpalas B* – 9,07 g KH₂PO₄ ištirpinama distiliuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1000 ml; Tirpalai A ir B sumaišomi santykiu 1:9 ir pH sureguliuojamas iki 6.

- Acetatinis buferinis tirpalas (0,2 M, pH 4,7): *tirpalas A* – 12,01 g ledinės acto rūgšties sumaišoma su distiliuotu vandeniu ir praskiedžiama iki 1000 ml; *tirpalas B* – 27,216 g CH₃COONa·3H₂O ištirpinama distiliuotame vandenyje ir praskiedžiama iki 1000 ml; 200 ml tirpalo A sumaišoma su 200 ml tirpalo B, pH sureguliuojamas iki 4,7 ir praskiedžiama distiliuotu vandeniu iki 500 ml.

- Standartinis fermento tirpalas. Į 1 ml skysto (arba 1±0,01 g sauso) fermento ištirpinama mažame distiliuoto vandens kiekyje (bakterinėms amilazėms) arba CaCl₂ (grybinėms amilazėms). Tirpalas praskiedžiamas iki 100 ml. Norint nustatyti grūdų amilazių aktyvumą, ruošiamas grūdų ekstraktas: 5 g maltų grūdų homogenizuojami 50 ml acetatinio buferinio tirpalo.

Mėginio paruošimas. Analizuojami grūdai sumalami į rupius miltus, naudojant laboratorinį malūnėlį. Po to pasveriami 5 g (0,01g tikslumu) miltų (arba raugo), užpilama 50 ml distiliuoto vandens, gerai išmaišoma stikline lazdele ir gautas mišinys filtruojamas. Toliau analizei naudojamas filtratas.

Darbo eiga:

Tiriami du lygiagretūs mėginiai. Į mėgintuvėlį įpilama 10 ml krakmolo tirpalo ir 10 min. laikoma 30 °C temperatūroje. Į mėgintuvėlį, kuriame bus kontrolinis tirpalas, įpilama 5 ml CaCl₂, o į tiriamąjį – 5 ml tiriamojo fermento tirpalo ar paruošto mėginio filtrato ir vėl laikoma 10 min 30 °C temperatūroje.

Iš kiekvieno mėgintuvėlio turinio paimama po 5 ml ir sumaišoma su 50 ml jodido tirpalo. Kontrolinis tirpalas nusidažo mėlyna spalva, o tiriamasis – violetine. Gauti tirpalai (tiek tiriamasis, tiek kontrolinis) pilami į spektrofotometro kiuvetę. Kiekvieno mėginio absorbcija matuojama 3 kartus, kai λ= 670 nm. Apskaičiuojami nustatytų absorbcijų vidurkiai.

Rezultatų skaičiavimas:

Hidrolizuoto krakmolo kiekis (g) apskaičiuojamas pagal formulę:

$$m = \frac{D_1 - D_2}{D_1} * 0,1;$$

- D₁ – kontrolinio mėginio absorbcija;
 D₂ – tiriamo mėginio absorbcija;
 0,1 – krakmolo kiekis, paimtas iš mėginio.

Amilolitinis aktyvumas apskaičiuojamas pagal formulę:

$$m = \frac{5,885 * m + 0,001671}{m_1} * V_F$$

- m – hidrolizuoto krakmolo masė g;
 m₁ – fermento kiekis standartiniame tirpale, g;
 V_F – fermento tirpalo (raugo ekstrakto) tūris, ml;
 AV/g – amilolitinio aktyvumo vienetai grame.

2. Ksilanolitinių fermentų aktyvumo nustatymas

Ksilanolitinių fermentų aktyvumo nustatymui taikomas kolorimetrinis metodas, naudojant 3,5 – dinitrosalicilo rūgšties reagentą.

Metodo esmė – veikiant ksilanazei, vyksta ksilano hidrolizė ir susidaro ksilozė, kuri su 3,5 – dinitrosalicilo rūgštimi stipriai šarminėje aplinkoje sudaro spalvotus junginius. Gauta spalvoto tirpalo absorbcija matuojama, kai λ=540 nm. Apskaičiuojamas rezultatų vidurkis.

Vienas fermentinio aktyvumo vienetas U apibūdinamas fermentų kiekiu, išlaisvinančiu 1 μmol ksilozės per minutę.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti ksilanolitinių fermentų aktyvumą.



Reagentai:

- Acetatinis buferinis tirpalas (0,1 M, pH 4,5) - ledinė acto rūgštis (5,76 ml) ir natrio acetatas (13,6 g) ištirpinami 1000 ml distiliuoto H₂O ir sureguliuojamas tirpalo pH iki 4,5 su 0,1 M HCl ar 0,1 M NaOH;
- 3,5 – dinitrosalicilo rūgšties tirpalas (*DNS reagento paruošimas*: 3,5 – dinitrosalicilo rūgštis (1 g) ir natrio – kalio tartratas (30 g) ištirpinami 100 ml 0,4 M NaOH);
- Natrio-kalio tartratas;
- 0,4 M NaOH;
- 0,1 M NaOH;
- 0,1 M HCl.
- 0,5 % beržo ksilano tirpalas (0,5 g beržo ksilanas ištirpinamas 100 ml 0,1 M natrio acetato buferyje pH = 4,5; 50 °C);
- 0,1 M natrio citrato buferinis tirpalas.



Įranga, priemonės:

- Svarstyklės (tikslumas 0,001g);
- Centrifuga;
- Vandens vonia;

Pasiruošimas tyrimui:

Tirpalų ruošimas:

- *Darbinis fermento tirpalas*. 1±0,01 g fermento ištirpinama 100 ml 0,1 M natrio acetato buferinio tirpalo. Paruoštas tirpalas filtruojamas ir laikomas 4 °C temperatūroje.
- *Substrato tirpalo paruošimas*. Kaip substratas naudojamas 0,5 proc. beržo medienos 4-O-metilo-D-gliukurono-D-ksilano tirpalas. Beržo ksilano 0,5 g, pasverto 0,01 g tikslumu, ištirpinama 0,1 M natrio acetato buferiniame tirpale (100 ml, pH 4,5, 50 °C).

Mėginio paruošimas. Pasveriami 5 g (0,01g tikslumu) mėginio ir sumaišoma su 50 ml distiliuoto vandens, gerai išmaišoma stikline lazdele ir gautas mišinys filtruojamas. Toliau analizei naudojamas filtratas. Galima filtrato atskyrimui nuo nuosėdų naudoti centrifugavimą.

Darbo eiga:

Į du mėgintuvėlius pilama 0,05 ml (50 μl) 0,5 proc. beržo ksilano tirpalo. Tirpalas 10 min. laikomas 50 °C temperatūros vandens vonioje. Po to į juos pilama 0,05 ml (50 μl) fermento tirpalo (arba 200 μl mėginio tirpalo) ir atitinkamas kiekis acetatinio buferio (reakcijos mišinio tūris turi būti 500 μl). Mėginiai 60 min. laikomi 50 °C temperatūros vandens vonioje. Lygiagrečiai atliekamas tuščias bandymas, kai vietoj fermentų (ar mėginio) tirpalo naudojamas atitinkamas kiekis acetatinio buferio. Po to į kiekvieną mėgintuvėlį įpilama po 0,5 ml (500 μl) DNS reagento. Mėgintuvėliai 5 min kaitinami 100 °C temperatūros vandens vonioje ir atšaldoma.

Matuojama spalvoto tirpalo tankis ir iš kalibracinės kreivės nustatomas ksilano hidrolizės metu susidariusios ksilozės kiekis ir perskaičiuojamas į μmol.

Kalibracinė kreivė ksilozei sudaroma panaudojant etaloninius ksilozės tirpalus, kurių koncentracija 0,5; 0,75; 1,0; 1,25; 1,5 g/l 0,1 M natrio citrato buferinio tirpalo. Į mėgintuvėlius įpilama po 100 μl skirtingos koncentracijos etaloninio tirpalo ir 400 μl acetatinio buferio. Po to į kiekvieną mėgintuvėlį įpilama po 500 μl DNS reagento, tiksliai 5 min. laikoma 100 °C vandens vonelėje ir atšaldoma. Gautų spalvotų tirpalų optinis tankis išmatuojamas spektrofotometru, kai bangos ilgis 540 nm.

Rezultatų skaičiavimas:

Fermentinio aktyvumo skaičiavimas. Redukuojančių sacharidų kiekiui nustatyti sudaryta absorbcijos verčių priklausomybė nuo ksilozės koncentracijos tirpale. Kreivės polinkio kampo vertė naudojama fermentų aktyvumui apskaičiuoti,

Ksilanolitinis aktyvumas KV/g apskaičiuojamas pagal formulę:

$$A = \frac{PF * s * V_F}{0.5 * \Delta t * g}, KV / g$$

s – ksilozės standartinės tiesės polinkis, ml/μmol;

PF– praskiedimo faktorius;

Δt – reakcijos trukmė, min;

g – grūdų, raugo, fermento masė naudota ekstraktui paruošti, g;

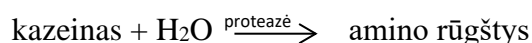
V_F – grūdų ekstrakto, raugo, fermento tūris, ml;

0,5 – ksilozės molekulinė masė;

KV/g — ksilanolitinio aktyvumo vienetai grame.

3. Proteolitinių fermentų aktyvumo nustatymas

Metodo esmė – kazeiną veikiant proteazėms susidaro amino rūgštys:



Proteazės aktyvumui nustatyti taikomas kolorimetrinis metodas.

Darbo tikslas – išmokti nustatyti proteazės aktyvumą.

**Reagentai:**

- 50 mM (pH 7,5) kalio dihidrofosfato trihidrato buferis (37 °C distiliuoto vandens, pH sureguliuojamas su 1M HCl).
- 0,65 % kazeino tirpalas (*reagentas B*). Ruošiamas reagente A kaitinant iki 80-90 °C 10 min.;
- 110 mM trichloracto rūgštis (TCA) (*reagentas C*). Praskiesti 9 ml TCA matavimo kolboje iki 500 ml distiliuotu vandeniu.
- Folino-Ciocalteus fenolio reagentas (*reagentas D*). Praskiesti 10 ml 2M F-C reagento iki 40 ml distiliuotu vandeniu.
- 500 mM Na₂CO₃;
- 10 mM natrio acetato trihidrato + 5 mM kalcio acetato buferis (pH 7,5). pH sureguliuoti 37 °C temperatūroje su 0,1 M acto rūgštimi arba 0,1 M NaOH.
- 1,1 mM tirozino standartinis tirpalas (0,2 mg/ml). Ruošiama distiliuotame vandenyje šildant.
- 0,01 M acetatinis buferinis tirpalas;
- 0,05 M kalcio acetato tirpalas (pH=7,5);
- 0,1 M NaOH;
- 1M HCl.
- Proteazės tirpalas (0,1-0,2 AV/ml). Ruošiamas šaltame reagente F. Jei nustatomas proteazės aktyvumas mėginyje (grūduose, raugė ar kt.) 5 g mėginio homogenizuojama 50 ml reagento F, tirpalas centrifuguojamas ir po to naudojamas tyrimui.

**Įranga, priemonės:**

- Svarstyklės (tikslumas 0,001g);
- Centrifuga;
- Vandens vonia;

Pasiruošimas tyrimui:**Tirpalų ruošimas:**

Reagento F paruošimas: 0,01 M natrio acetato buferinis tirpalas sumaišomas su 0,05 M kalcio acetato tirpalu (pH=7,5)). Turinys išmaišomas stikline lazdele ir nufiltruojamas. Gaunamas filtratas (I).

Darbo eiga:

Į du mėgintuvėlius įpilama po 5 ml 0,65 % kazeino tirpalo (*reagentas B*). Mėgintuvėliai 10 minučių laikomi 37 °C temperatūroje termostate. Į pakaitintus mėgintuvėlius su kazeino tirpalu įpilama po 1 ml jau pasiruošto filtrato (proteazių tirpalo ar tiriamojo tirpalo) ir vėl 10 minučių laikoma termostate 37 °C temperatūroje. Į kiekvieną pakaitintą mėgintuvėlį įpilama dar po 5 ml reagento TCA (trichloroacto rūgšties) bei į kontrolinį mėgintuvėlį įpilama 1 ml tiriamojo tirpalo. Reakcijos mišinys vėl 30 minučių 37 °C temperatūroje inkubuojama termostate. Tada kiekvieno mėgintuvėlio turinys išmaišomas stikline lazdele ir nufiltruojamas. Gaunamas filtratas (II).

Į mėgintuvėlius supilstomi atitinkami kiekiai reagentų (34 lentelė).

34 lentelė. Reagentai ir jų kiekiai, naudojami analizei

Reagentai	Reagento kiekis, ml
Filtratas (II)	2
Na ₂ CO ₃ (<i>reagentas E</i>)	5
<i>Reagentas D</i>	1

Analogiškai ruošiami ir kontroliniai bandiniai, tik filtratas imamas iš kontrolinio mėgintuvėlio.

Visi mėgintuvėliai 30 minučių kaitinami 37 °C temperatūroje termostate. Po to matuojama kiekvieno mėginio absorbcija spektrofotometru (3 kartus), kai $\lambda=660$ nm. Apskaičiuojamas absorbcijos vidurkis.

Kalibracinei kreivei braižyti ruošiami tirozino tirpalai, kurių sudėtis pateikta 35 lentelėje.

35 lentelė. Reagentai ir jų mišiniai kalibracinei kreivei paruošti

Reagentai	Tuščias mėginys	Stand. 1	Stand. 2	Stand. 3	Stand. 4.	Stand.5
Reagentas G, ml	0,00	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4
H ₂ O, ml	2,00	1,95	1,9	1,8	1,7	1,6
Reagentas E, ml	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00	5,00
Reagentas D, ml	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00

Paruoštiems standartiniams tirpalams ir tuščiajam mėginiui spektrofotometru 3 kartus matuojama absorbcija, kai $\lambda = 660$ nm. Po to apskaičiuojamas absorbcijos vertės pokytis pagal formulę ir sudaroma kalibracinė tiesė.

$$\Delta A = \Delta A \text{ standarto} - \Delta A \text{ tuščio mėginio.}$$

Rezultatų skaičiavimas:

Fermentų aktyvumo skaičiavimas. Fermentų aktyvumo nustatymui sudaroma absorbcijos verčių priklausomybė nuo tirozino koncentracijos irpale. Tirozino ekvivalento vertė tiesėje naudojama fermento aktyvumui apskaičiuoti.

Proteolitinis fermentinis aktyvumas paskaičiuojamas pagal formulę:

$$PA = \frac{TE * PF}{1 * 30 * 2 * m}, PA / g$$

PF – praskiedimo faktorius (11);

4 – ryšys tarp reakcijos mišinio ir fermento tirpalo pridėjus TCA (trichloroacto rūgšties);

TE – tirozino ekvivalentas iš standartinės tiesės, $\mu\text{mol/ml}$;

m – medžiagos masė, g;

1 – tiriamojo tirpalo tūris, ml;

2 – filtrato kiekis, ml;



30 – reakcijos trukmė, min.;

PA/g – proteolitinio aktyvumo vienetai grame.

2.2.8. VALGOMOSIOS DRUSKOS KIEKIO NUSTATYMAS GRŪDŲ PRODUKTUOSE TITRIMETRINIŲ BŪDU

Valgomosios druskos kiekis grūdų produktuose nustatomas titravimo būdu. Dažniausiai NaCl kiekis duonoje ir konditeriniuose gaminiuose neviršija 2 proc. (išskyrus itin sūrius specialius gaminius). Chloridų kiekis nustatomas paruošiant mėginių vandeninius ekstraktus. Gali būti naudojami du būdai: G. Votočeko (merkurometrinis) arba K. F. Moro. Votočeko metodas pasižymi dideliu tikslumu, o naudojamas gyvsidabrio nitrato tirpalas yra labai stabilus.

Metodo esmė – natrio chlorido kiekio nustatymas titruojant su vandeniu ekstrahuotą mėginį gyvsidabrio nitrato tirpalu (Votočeko metodas) ar sidabro nitrato tirpalu (Moro metodas).

	Reagentai:	– 0,1 N Hg(NO ₃) ₂ tirpalas (Votočeko metodui) (1000 ml talpos matavimo kolboje ištirpinama 10,83 g gryno HgO 25 proc. HNO ₃ tirpalo. Kolba pripilama iki brūkšnio distiliuoto vandens ir gerai sumaišoma);
	– 15 % K ₄ [Fe(CN) ₆]*3H ₂ O tirpalas.	– 0,1 N AgNO ₃ tirpalas (Moro metodui);
	– 23 % zinko acetato tirpalas;	– Distiliuotas vanduo.
	– Konc. HNO ₃ ;	
	– 25 % HNO ₃ ;	
	– HgO, grynas;	
– Natrio nitroprusido milteliai;		
	Įranga, priemonės:	– Filtrai;
	– Porcelianinė lėkštė su grūstuvėliu;	– Pipetės;
	– Matavimo kolbos, 200 ml;	– Stiklinės su stiklinėmis lazdelėmis;

Mėginio paruošimas: Mėginys ruošiamas pagal ICC standartą Nr. 101. Išdžiovinti ir nuriebalinti tiriamieji produktai gerai susmulkinami ar sutrinami į miltelius.

Darbo eiga (merkurometrinis metodas):

Pasveriami 5-10 g paruošto susmulkinto mėginio, sumaišoma porcelianinėje lėkštėje su 10 ml distiliuoto vandens ir paliekama 15 min. Po 15 min. suspensija perpilama į 200 ml matavimo kolbą. Į ją įpilama 10 ml 15 % $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ tirpalo ir gerai sumaišoma. Tada dar įpilama 10 ml 23 % zinko acetato tirpalo. Sumaišoma ir pripilama distiliuoto vandens iki brūkšnio. Tirpalas filtruojamas. Gautas skaidrus filtratas naudojamas druskos kiekio nustatymui.

Į 250 ml stiklinę pipete įlašinama 20 ml paruošto filtrato, įpilama 100 ml distiliuoto vandens, įlašinama 10 lašų konc. HNO_3 ir įdedama natrio nitroprusido miltelių (arba įlašinami 6 lašai tirpalo, paruošto iš 6 g natrio nitroprusido, 30 ml vandens ir 10 lašų konc. HNO_3). Maišant titruojama 0,1 N $Hg(NO_3)_2$ tirpalu iki balkšvai-melsvos opalescencijos, prieš susidarant juodam atspalviui.

Analogiškai atliekamas kontrolinis tyrimas be mėginio filtrato.

Rezultatų skaičiavimas:

Tiriamajame produkte esantis valgomosios druskos kiekis apskaičiuojamas:

$$D = V \cdot 3,5457$$

V – nutitruto tirpalo 0,1 N $Hg(NO_3)_2$ kiekis, ml.

Darbo eiga (Moro metodas):

Valgomosios druskos nustatymui į 200 ml talpos stiklinę atsveriami 3 g mėginio ir užpilama 100 ml distiliuoto vandens. Mėginys su distiliuotu vandeniu gerai išmaišomas, kad neliktų stambesnių dalelių ir druska ištirptų vandenyje. Tada mišiniui leidžiama ramiai nusistovėti. Iš nusistovėjusio skysčio pipete imama 15 ml mėginio ir titruojama 0,1 N sidabro nitrato tirpalu, naudojant indikatoriumi kalio chromato tirpalą.

Rezultatų skaičiavimas:

Valgomosios druskos kiekis (proc.) tiriamajame produkte randamas pagal formulę:

$$x = 0,0029 \cdot v \cdot 100 \cdot \frac{100}{b} \cdot g ;$$

v – titravimui sunaudoto 0,1 N sidabro nitrato tirpalo kiekis ml,

b – titravimui paimto tirpalo kiekis ml,

g – tyrimui paimtos mėginio kiekis g,

0,0029- 0,1 N sidabro nitrato tirpalo titras.

3. SAVIKONTROLĖS KLAUSIMAI TEMŲ GILINIMUISI

Baltymai:

- Kokie maisto junginiai vadinami baltymais ir kaip jie klasifikuojami?
- Kokie ryšiai palaiko proteino makromolekulės struktūrą?
- Kokios maisto baltymų fizikinės ir funkcinės savybės?
- Pagal kokią savybę pieno baltymai klasifikuojami į kazeiną ir išrūgų proteinus?
- Kas yra kazeino submicelė, micelė, kokiais ryšiais palaikoma jų struktūra?

- Kokie veiksniai gali pažeisti kazeino micelės patvarumą?
- Kokia kazeino rūgštinio ir fermentinio koaguliavimo esmė?
- Kokie pieno baltymai vadinami beta laktoglobulinu ir alfa laktalbuminu?
- Kaip klasifikuojami grūdų baltymai?
- Kokiomis ypatingomis savybėmis pasižymi grūdų gliutelinais ir prolaminais ir kaip jos pritaikomos kepant duoną?
- Kokias žinote reakcijas aminorūgštims ir baltymams pažinti? Kokia kiekvienos iš jų cheminė esmė?
- Kokius junginius parodo Biureto reakcija ir kokiais atvejais ji gali būti taikoma?
- Kokia yra Kjeldalio metodo baltymų kiekiui nustatyti esmė?
- Kaip atliekamas bandinio mineralizavimas Kjeldalio kolboje?
- Koku tikslu naudojami katalizatoriai, mineralizuojant bandinį Kjeldalio kolboje?

Riebalai:

- Kokios maisto medžiagos vadinamos lipidais? Kokiose maisto žaliavų struktūrinėse dalyse jų susikaupia daugiausia?
- Kaip lipidai klasifikuojami?
- Kokia cheminė struktūra būdinga paprastiesiems lipidams ir į kokias grupes jie skirstomi?
- Kokios riebalų rūgštys įeina į maisto lipidų sudėtį?
- Kokie pagrindiniai lipidų kitimo būdai gaminant ir laikant maisto produktus?
- Kaip suprantamas oksidacinis maisto riebalų gedimas?
- Kuo pagrįstas riebalų kiekio nustatymas?
- Ar maisto produkte esantis vanduo turi įtakos riebalų ekstrakcijai?
- Kokia yra riebalų kiekio nustatymo Soksleto metodu esmė, naudojama įranga?
- Kaip nustatomas riebalų kiekis rūgštiniu Gerberio (butirometriniu) metodu?
- Kaip nustatomas riebalų kiekis refraktometriniu metodu?

Angliavandeniai:

- Kokie junginiai vadinami angliavandeniais? Kaip jie klasifikuojami?
- Kaip grupuojami monosacharidai? Kokių monosacharidų daugiausia randama augalinės ir kokių – gyvūninės kilmės maiste?
- Kokius žinote maiste pasitaikančius monosacharidų darinius?
- Kokie disacharidai dažniausiai sutinkami maiste, kokia jų cheminė struktūra ir savybės?
- Koks reiškinys vadinamas oligosacharidų inversija ir reversija?
- Kaip kinta monosacharidai ir oligosacharidai šildant jų nekoncentruotus tirpalus?
- Kaip kinta monosacharidai ir oligosacharidai šildant jų koncentruotus tirpalus?
- Kaip vyksta redukuojančių sacharidų ir amino junginių sąveika, kokie jos tarpiniai ir galutiniai produktai?
- Kokie junginiai vadinami polisacharidais ir kaip jie grupuojami?
- Kaip apibūdintumėte krakmolą ir jo struktūrinius komponentus?
- Koku pavidalu krakmolą randamas maisto žaliavose ir produktuose?

- Kokie veiksniai sukelia krakmolo hidrolizę, kokie šio pokyčio tarpiniai ir galutiniai produktai?
- Kaip apibūdintumėte pektiną ir jo savybes?
- Kokie yra angliavandenių kiekio nustatymo metodai?
- Pagal kokias savybes gali būti atpažįstama tirpale esanti sacharozė ir kiti oligo- bei monosacharidai?
- Kokiu principu pagrįsti redukuojančių sacharidų atpažinimo metodai? Išvardinkite juos.
- Kokie metodai tinka išskirstyti ir atpažinti skirtingus mišinyje esančius sacharidus?
- Kokių sacharidų tirpalų koncentracijai nustatyti tinka refraktometrijos metodas?
- Kokia sacharidų savybe paremtas poliarimetrijos metodas? Kokiems tirpalams jis taikomas?
- Kokia sacharidų savybe paremti dažniausiai taikomi cheminiai jų kiekio nustatymo metodai?
- Kokie sacharidai pasižymi redukuojančiomis savybėmis ir kaip šios savybės pritaikomos kokybinėje ir kiekybinėje sacharidų analizėje?
- Kokios maisto produktų mėginių paruošimo operacijos reikalingos nustatant sacharidų kiekį juose pagal redukuojančias monosacharidų savybes?
- Kokia pripažintų fermentinių metodų gliukozės, fruktozės, galaktozės ir laktozės kiekiui nustatyti biocheminė esmė?

Drėgmė ir sausos medžiagos:

- Kokiems procesams bei rodikliams turi įtakos drėgmės kiekis maisto produktuose?
- Kokio būvio vanduo yra maisto produktuose?
- Kuo pagrįsti tiesioginio ir netiesioginio drėgmės kiekio nustatymo metodai?
- Kokia drėgmės kiekio nustatymo džiovinimo metodais esmė?
- Ar gali drėgmės kiekio nustatymo džiovinant rezultatus iškreipti temperatūra ir oro poveikis?
- Kaip vadinami svėrimo indai, naudojami drėgmės kiekiui nustatyti džiovinant, kaip jie paruošiami analizei?
- Kokiam inde aušinami svėriniai, kaip jis paruošiamas analizei?
- Kokie temperatūriniai ir laiko režimai taikomi, nustatant drėgmės kiekį džiovinant „iki pastovios masės“, pagreitintu bei ekspres metodais?
- Kokiais vienetais išreiškiama sausųjų medžiagų koncentracija?
- Nurodykite absoliutaus ir santykinio tankio apibrėžimus, formules, vienetus?
- Kokia areometrų (densimetrų, sacharometrų) paskirtis, matavimo vienetai ir tikslumas?
- Kaip fiksuojami rezultatai areometro skalėje?

LITERATŪRA

1. Akoh C. C. (2017) *Food lipids :chemistry, nutrition, and biochemistry*. New York [N.Y.]: CRC;
2. Bartkienė E. (2015) *Raugai kvietinės duonos gamyboje – saugos ir kokybės aspektai*. Kaunas: LSMU leidybos namai.
3. Belitz H.D., Grosch W., Schieberle P. (2009) *Food chemistry*. Berlin: Springer;
4. Chutani A. M. (2008) *Nutritional biochemistry*. [žiūrėta 2017 m. lapkričio 11 d.] Prieiga per internetą: [http://nsdl.niscair.res.in/jspui/bitstream/123456789/586/1/Nutrition Dietary.pdf](http://nsdl.niscair.res.in/jspui/bitstream/123456789/586/1/Nutrition%20Dietary.pdf);

5. Coultate T.P. (2002) *Food: the chemistry of its components*. Fourth edition. London, UK: The Royal society of chemistry.
6. Geenfield H., Southgate D. A. T. (2003) *Food composition data*. Second editions. ISBN 92 5 104949 1, Norwich, United Kingdom: Formerly of the Agricultural and Food Research Council Institute of Food Research.
7. Gudonis A. (2000) *Pieno ir pieno produktų tyrimai*. Kaunas: Technologija.
8. ICC metodas nr. 108 (ICC, 1998). *Colorimetric method for the determination of alpha-amylase activity*. [žiūrėta 2017 m. lapkričio 3 d.] Prieiga per internetą: https://www.icc.or.at/standard_methods.
9. Yildiz F. (2010) *Advances in food biochemistry*. Boca Raton [Fla.]: CRC Press. [žiūrėta 2017 m. spalio 21 d.] Prieiga per internetą: <http://www.taylorandfrancis.com>;
10. HGCA Grain Sampling Guide (2013) [žiūrėta 2017 m. spalio 28 d.] Prieiga per internetą: www.hgca.com.
11. *LST EN ISO 712:2010. Grūdai ir jų produktai. Drėgmės kiekio nustatymas. Pamatinis metodas. (ISO 712:2009)= Cereals and cereal products - determination of moisture content - reference method (ISO 712:2009)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
12. *LST EN ISO 1211:2010. Pienas. Riebalų kiekio nustatymas. Gravimetrinis metodas (pamatinis metodas) (ISO 1211:2010) = Milk - Determination of fat content - Gravimetric method (Reference method) (ISO 1211:2010)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
13. *LST EN 12135:2001. Vaisių ir daržovių sultys. Azoto kiekio nustatymas. Kjeldalio metodas = Fruit and vegetable juices - Determination of nitrogen content - Kjeldahl method*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
14. *LST EN ISO 8968-1:2014. Pienas ir pieno gaminiai. Azoto kiekio nustatymas. 1 dalis. Kjeldalio principas ir žalio baltymo skaičiavimas (ISO 8968-1:2014) = Milk and milk products - Determination of nitrogen content - Part 1: Kjeldahl principle and crude protein calculation (ISO 8968-1:2014)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
15. *LST EN ISO 21415-1:2007. Kviečiai ir kvietiniai miltai. Glitimo kiekis. 1 dalis. Šlapiojo glitimo nustatymas rankiniu metodu (ISO 21415-1:2006)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
16. *LST EN ISO 21415-2:2016. Kviečiai ir kvietiniai miltai. Glitimo kiekis. 2 dalis. Šlapiojo glitimo ir glitimo indekso nustatymas mechaninėmis priemonėmis (ISO 21415-2:2015)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
17. *LST EN ISO 21415-3:2007. Kviečiai ir kvietiniai miltai. Glitimo kiekis. 3 dalis. Sausojo glitimo nustatymas iš šlapiojo glitimo džiovinimo krosnelėje metodu (ISO 21415-3:2006)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
18. *LST EN ISO 21415-4:2007. Kviečiai ir kvietiniai miltai. Glitimo kiekis. 4 dalis. Sausojo glitimo nustatymas iš šlapiojo glitimo greitojo džiovinimo metodu (ISO 21415-4:2006)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
19. *LST ISO 11870:2009. Pienas ir pieno gaminiai. Riebalų kiekio nustatymas. Bendrieji butirometrinių metodų taikymo nurodymai (tapatus ISO 11870:2009) =Milk and milk products - Determination of fat content - General guidance on the use of butyrometric methods (ISO 11870:2009, identical)*. Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.

20. *LST ISO 3356:2009. Pienas. Šarminės fosfatazės nustatymas (tapatus ISO 3356:2009) =Milk - Determination of alkaline phosphatase (ISO 3356:2009, identical).* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
21. *LST 1437:2006. Duona ir pyrago kepiniai. Priėmimas. Mėginių sudarymas, juslinių rodiklių ir masės nustatymas.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
22. *LST 1442:1996. Duona ir pyrago kepiniai. Akytumo nustatymas.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
23. *LST 1492:2013. Duona ir pyrago kepiniai. Drėgmės kiekio nustatymo metodai.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
24. *LST 1522:2004. Kviečiai. Šlapijojo glitimo kiekio ir kokybės nustatymas.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
25. *LST 1524:2003. Kviečiai. Supirkimo ir tiekimo reikalavimai.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
26. *LST 1538: 1998. Konditerijos gaminiai. Priėmimas, bandinių sudarymo ir paruošimo metodai.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
27. *LST 1553: 1998. Miltiniai kepiniai ir konditerijos gaminiai. Rūgštingumo ir šarmingumo nustatymo metodai.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
28. *LST 1571:1999. Maltų kviečių ir kvietinių miltų (*Triticum aestivum*) šlapijojo glitimo kiekio ir kokybės (glitimo indeksas pagal Perteną) nustatymas.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
29. *LST 1611:2000. Konditerijos gaminiai. Drėgmės ir sausųjų medžiagų kiekio nustatymo metodai.* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
30. *LST 1917:2003. Kakavos produktai. Laboratorinio mėginio ruošimo metodika (AOAC 970.20).* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
31. *LST 1944:2003. Miltiniai kepiniai ir konditerijos gaminiai. Riebalų kiekio nustatymo metodai (AOAC 922.06, AOAC 963.15).* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
32. *LST 1973: 2004. Miltiniai kepiniai ir konditerijos gaminiai. Sacharidų kiekio nustatymo metodai (AOAC 930.36, AOAC 975.14.).* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
33. *LST ISO 937:2000. Mėsa ir mėsos produktai. Azoto kiekio nustatymas (pamatinis metodas) (tpt ISO 937:1978(E)) =Meat and meat products. Determination of nitrogen content (Reference method) (idt ISO 937:1978(E)).* Vilnius: Lietuvos standartizacijos departamentas.
34. Manual for analysis of milk and milk products (2015). [žiūrėta 2017 m. lapkričio 22 d.] Prieiga per internetą: http://old.fssai.gov.in/Portals/0/Pdf/Draft_Manuals/MILK_AND_MILK_PRODUCTS.pdf.
35. Nielsen S. (2010) *Food Analysis*. Springer. e-ISBN 978-1-4419-1478-1. [žiūrėta 2017 m. lapkričio 28 d.] Prieiga per internetą: <http://cst.ur.ac.rw/library/Food%20Science%20books/batch1/Food%20Analysis%20Fourth%20Edition.pdf>.
36. Paulauskienė A. (2012) *Maisto chemija. Laboratorinių darbų aprašas*. Kaunas: Akademija. [žiūrėta 2017 m. lapkričio 26 d.]. Prieiga per internetą: http://dspace.lzuu.lt/bitstream/1/2076/1/MAISTO%20CHEMIJA_lab.pdf
37. Puwastien P., Siong T. E., Kantasubrata J., Craven G., Feliciano R. R., Judprasong K. (2011) *The ASEAN Manual of Food Analysis*. Thailand: Institute of Nutrition, Mahidol University.

38. Simpson B. K. (2012) *Food Biochemistry and Food Processing*. Second Edition. UK: by John Wiley & Sons, Inc.
39. Skimundris V. (2004) *Laboratoriniai pieno tyrimai*. Kaunas: VETinfo leidybinis centras.
40. Sugintienė A. ir Trečiokienė E. (2013) *Maisto produktų kokybė ir tyrimai*. Kaunas: Kauno kolegijos leidybos centras.
41. Vaičiulytė-Funk L. (2013) *Ruginės ir kvietinės duonos kepimo technologijos*. Kaunas: Technologija.
42. Velíšek.J. (2014) *The chemistry of food*. Chichester: Wiley Blackwell;
43. Добрынина А.Ф., Кривцова Е.С. и Торснueva Е.Д. (2010) *Физико-химические основы анализа пищи*. Казань: КГТУ.

PRIEDAI

1 lentelė. Titruojamojo rūgštingumo laipsnių perskaičiavimas

^o SH	^o T	^o D	%PR
1	2,5	2,25	0,0225
2	5,0	4,50	0,0450
3	7,5	6,75	0,0675
4	10,0	9,00	0,0900
5	12,5	11,25	0,1125
6	15,0	13,50	0,1350
7	17,5	15,75	0,1575
8	20,0	18,00	0,1800
9	22,5	20,25	0,2025
10	25,0	22,50	0,2250
20	50,0	45,00	0,4500
30	75,0	67,50	0,6750

2 lentelė. Aktyviojo pieno rūgštingumo (pH) perskaičiavimas į bendrąjį (titruojamąjį) rūgštingumą

Titruojamasis rūgštingumas, ^o T	Natūralus pienas			
	Nepasterizuotas		Pasterizuotas	
	pH ribos	pH vidurkis	pH ribos	pH vidurkis
16	6,75 – 6,72	6,73	6,70 – 6,66	6,68
17	6,71 – 6,67	6,69	6,65 – 6,61	6,63
18	6,66 – 6,61	6,64	6,60 – 6,55	6,57
19	6,60 – 6,55	6,58	6,54 – 6,49	6,51
20	6,54 – 6,49	6,52	6,48 – 6,43	6,45
21	6,48 – 6,44	6,46	6,42 – 6,38	6,40
22	6,43 – 6,39	6,41	6,37 – 6,32	6,34
23	6,38 – 6,34	6,36	6,30 – 6,26	6,28
24	6,33 – 6,29	6,31	6,25 – 6,21	6,23
25	6,28 – 6,24	6,26	6,20 – 6,16	6,18
26	6,23 – 6,19	6,21	6,15 – 6,11	6,13
27	6,18 – 6,14	6,16	6,10 – 6,06	6,08

Esant pieno mėginio temperatūrai didesnei arba mažesnei negu 20 °C, pieno tankio perskaičiavimas į tankį 20 °C temperatūroje atliekamas pagal 3–6 lentelėse pateiktas duomenis.

3 lentelē. Pieno tankio perskaiciavimas 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra (3,0–8,0) °C

Išmatuotas tankis, kg/m ³	Perskaiciuotas tankis, kg/m ³ , 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra buvo, t °C										
	3,0	3,5	4,0	4,5	5,0	5,5	6,0	6,5	7,0	7,5	8,0
1025,0	1021,34	1021,50	1021,66	1021,74	1021,82	1021,90	1021,98	1022,06	1022,14	1022,22	1022,30
1025,5	1021,84	1022,00	1022,16	1022,24	1022,32	1022,40	1022,48	1022,56	1022,64	1022,72	1022,80
1026,0	1022,34	1022,50	1022,66	1022,74	1022,82	1022,90	1022,98	1023,06	1023,14	1023,22	1023,30
1026,5	1022,84	1023,00	1023,16	1023,24	1023,32	1023,40	1023,48	1023,56	1023,64	1023,72	1023,80
1027,0	1023,34	1023,50	1023,66	1023,74	1023,82	1023,90	1023,98	1024,06	1024,14	1024,22	1024,30
1027,5	1023,84	1024,00	1024,16	1024,24	1024,32	1024,40	1024,48	1024,56	1024,64	1024,72	1024,80
1028,0	1024,34	1024,50	1024,66	1024,74	1024,82	1024,90	1024,98	1025,06	1025,14	1025,22	1025,30
1028,5	1024,84	1025,00	1025,16	1025,24	1025,32	1025,40	1025,48	1025,56	1025,64	1025,72	1025,80
1029,0	1025,34	1025,50	1025,66	1025,74	1025,82	1025,90	1025,98	1026,06	1026,14	1026,22	1026,30
1029,5	1025,84	1026,00	1026,16	1026,24	1026,32	1026,40	1026,48	1026,56	1026,64	1026,72	1026,80
1030,0	1026,34	1026,50	1026,66	1026,74	1026,82	1026,90	1026,98	1027,06	1027,14	1027,22	1027,30
1030,5	1026,84	1027,00	1027,16	1027,24	1027,32	1027,40	1027,48	1027,56	1027,64	1027,72	1027,80
1031,0	1027,34	1027,50	1027,66	1027,74	1027,82	1027,90	1027,98	1028,06	1028,14	1028,22	1028,30
1031,5	1027,84	1028,00	1028,16	1028,24	1028,32	1028,40	1028,48	1028,56	1028,64	1028,72	1028,80
1032,0	1028,34	1028,50	1028,66	1028,74	1028,82	1028,90	1028,98	1029,06	1029,14	1029,22	1029,30
1032,5	1028,84	1029,00	1029,16	1029,24	1029,32	1029,40	1029,48	1029,56	1029,64	1029,72	1029,80
1033,0	1029,34	1029,50	1029,66	1029,74	1029,82	1029,90	1029,98	1030,06	1030,14	1030,22	1030,30
1033,5	1029,84	1030,00	1030,16	1030,24	1030,32	1030,40	1030,48	1030,56	1030,64	1030,72	1030,80
1034,0	1030,34	1030,50	1030,66	1030,74	1030,82	1030,90	1030,98	1031,06	1031,14	1031,22	1031,30
1034,5	1030,84	1031,00	1031,16	1031,24	1031,32	1031,40	1031,48	1031,56	1031,64	1031,72	1031,80
1035,0	1031,34	1031,50	1031,66	1031,74	1031,82	1031,90	1031,98	1032,06	1032,14	1032,22	1032,30
1035,5	1031,84	1032,00	1032,16	1032,24	1032,32	1032,40	1032,48	1032,56	1032,64	1032,72	1032,80
1036,0	1032,34	1032,50	1032,66	1032,74	1032,82	1032,90	1032,98	1033,06	1033,14	1033,22	1033,3

4 lentelē. Pieno tankio perskaiciavimas 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra (8,5–14,0) °C

Išmatuotas tankis, kg/m ³	Perskaiciuotas tankis, kg/m ³ , 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra buvo, t °C											
	8,5	9,0	9,5	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5	14,0
1025,0	1022,38	1022,46	1022,55	1022,64	1022,73	1022,82	1022,91	1023,00	1023,09	1023,18	1023,27	1023,36
1025,5	1022,88	1022,96	1023,05	1023,14	1023,23	1023,32	1023,41	1023,50	1023,59	1023,68	1023,77	1023,86

Išmatuotas tankis, kg/m ³	Perskaičiuotas tankis, kg/m ³ , 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra buvo, t °C											
	8,5	9,0	9,5	10,0	10,5	11,0	11,5	12,0	12,5	13,0	13,5	14,0
1026,0	1023,38	1023,46	1023,55	1023,64	1023,73	1023,82	1023,91	1024,00	1024,09	1024,18	1024,27	1024,36
1026,5	1023,88	1023,96	1024,05	1024,14	1024,23	1024,32	1024,41	1024,50	1024,59	1024,68	1024,77	1024,86
1027,0	1024,38	1024,46	1024,55	1024,64	1024,73	1024,82	1024,91	1025,00	1025,09	1025,18	1025,27	1025,36
1027,5	1024,88	1024,96	1025,05	1025,14	1025,23	1025,32	1025,41	1025,50	1025,59	1025,68	1025,77	1025,86
1028,0	1025,38	1025,46	1025,55	1025,64	1025,73	1025,82	1025,91	1026,00	1026,09	1026,18	1026,27	1026,36
1028,5	1025,88	1025,96	1026,05	1026,14	1026,23	1026,32	1026,41	1026,50	1026,59	1026,68	1026,77	1026,86
1029,0	1026,38	1026,46	1026,55	1026,64	1026,73	1026,82	1026,91	1027,00	1027,09	1027,18	1027,27	1027,36
1029,5	1026,88	1026,96	1027,05	1027,14	1027,23	1027,32	1027,41	1027,50	1027,59	1027,68	1027,77	1027,86
1030,0	1027,38	1027,46	1027,55	1027,64	1027,73	1027,82	1027,91	1028,00	1028,09	1028,18	1028,27	1028,36
1030,5	1027,88	1027,96	1028,05	1028,14	1028,23	1028,32	1028,41	1028,50	1028,59	1028,68	1028,77	1028,86
1031,0	1028,38	1028,46	1028,55	1028,64	1028,73	1028,82	1028,91	1029,00	1029,09	1029,18	1029,27	1029,36
1031,5	1028,88	1028,96	1029,05	1029,14	1029,23	1029,32	1029,41	1029,50	1029,59	1029,68	1029,77	1029,86
1032,0	1029,38	1029,46	1029,55	1029,64	1029,73	1029,82	1029,91	1030,00	1030,09	1030,18	1030,27	1030,36
1032,5	1029,88	1029,96	1030,05	1030,14	1030,23	1030,32	1030,41	1030,50	1030,59	1030,68	1030,77	1030,86
1033,0	1030,38	1030,46	1030,55	1030,64	1030,73	1030,82	1030,91	1031,00	1031,09	1031,18	1031,27	1031,36
1033,5	1030,88	1030,96	1031,05	1031,14	1031,23	1031,32	1031,41	1031,50	1031,59	1031,68	1031,77	1031,86
1034,0	1031,38	1031,46	1031,55	1031,64	1031,73	1031,82	1031,91	1032,00	1032,09	1032,18	1032,27	1032,36
1034,5	1031,88	1031,96	1032,05	1032,14	1032,23	1032,32	1032,41	1032,50	1032,59	1032,68	1032,77	1032,86
1035,0	1032,38	1032,46	1032,55	1032,64	1032,73	1032,82	1032,91	1033,00	1033,09	1033,18	1033,27	1033,36
1035,5	1032,88	1032,96	1033,05	1033,14	1033,23	1033,32	1033,41	1033,50	1033,59	1033,68	1033,77	1033,86
1036,0	1033,38	1033,46	1033,55	1033,64	1033,73	1033,82	1033,91	1034,00	1034,09	1034,18	1034,27	1034,36

5 lentelė. Pieno tankio perskaičiavimas 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra (14,5–19,0) °C

Išmatuotas tankis, kg/m ³	Perskaičiuotas tankis, kg/m ³ , 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra buvo, t °C									
	14,5	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0
1025,0	1023,45	1023,54	1023,68	1023,82	1023,96	1024,10	1024,24	1024,38	1024,52	1024,66
1025,5	1023,95	1024,04	1024,18	1024,32	1024,46	1024,60	1024,74	1024,88	1025,02	1025,16
1026,0	1024,45	1024,54	1024,68	1024,82	1024,96	1025,10	1025,24	1025,38	1025,52	1025,66
1026,5	1024,95	1025,04	1025,18	1025,32	1025,46	1025,60	1025,74	1025,88	1026,02	1026,16
1027,0	1025,45	1025,54	1025,68	1025,82	1025,96	1026,10	1026,24	1026,38	1026,52	1026,66
1027,5	1025,95	1026,04	1026,18	1026,32	1026,46	1026,60	1026,74	1026,88	1027,02	1027,16

Išmatuotas tankis, kg/m ³	Perskaičiuotas tankis, kg/m ³ , 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra buvo, t °C									
	14,5	15,0	15,5	16,0	16,5	17,0	17,5	18,0	18,5	19,0
1028,0	1026,45	1026,54	1026,68	1026,82	1026,96	1027,10	1027,24	1027,38	1027,52	1027,66
1028,5	1026,95	1027,04	1027,18	1027,32	1027,46	1027,60	1027,74	1027,88	1028,02	1028,16
1029,0	1027,45	1027,54	1027,68	1027,82	1027,96	1028,10	1028,24	1028,38	1028,52	1028,66
1029,5	1027,95	1028,04	1028,18	1028,32	1028,46	1028,60	1028,74	1028,88	1029,02	1029,16
1030,0	1028,45	1028,54	1028,68	1028,82	1028,96	1029,10	1029,24	1029,38	1029,52	1029,66
1030,5	1028,95	1029,04	1029,18	1029,32	1029,46	1029,60	1029,74	1029,88	1030,02	1030,16
1031,0	1029,45	1029,54	1029,68	1029,82	1029,96	1030,10	1030,24	1030,38	1030,52	1030,66
1031,5	1029,95	1030,04	1030,18	1030,32	1030,46	1030,60	1030,74	1030,88	1031,02	1031,16
1032,0	1030,45	1030,54	1030,68	1030,82	1030,96	1031,10	1031,24	1031,38	1031,52	1031,66
1032,5	1030,95	1031,04	1031,18	1031,32	1031,46	1031,60	1031,74	1031,88	1032,02	1032,16
1033,0	1031,45	1031,54	1031,68	1031,82	1031,96	1032,10	1032,24	1032,38	1032,52	1032,66
1033,5	1031,95	1032,04	1032,18	1032,32	1032,46	1032,60	1032,74	1032,88	1033,02	1033,16
1034,0	1032,45	1032,54	1032,68	1032,82	1032,96	1033,10	1033,24	1033,38	1033,52	1033,66
1034,5	1032,95	1033,04	1033,18	1033,32	1033,46	1033,60	1033,74	1033,88	1034,02	1034,16
1035,0	1033,45	1033,54	1033,68	1033,82	1033,96	1034,10	1034,24	1034,38	1034,52	1034,66
1035,5	1033,95	1034,04	1034,18	1034,32	1034,46	1034,60	1034,74	1034,88	1035,02	1035,16
1036,0	1034,45	1034,54	1034,68	1034,82	1034,96	1035,10	1035,24	1035,38	1035,52	1035,66

6 lentelė. Pieno tankio perskaičiavimas 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra (19,0–25,0) °C

Išmatuotas tankis, kg/m ³	Perskaičiuotas tankis, kg/m ³ , 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra buvo, t °C											
	19,5	20,0	20,5	21,0	21,5	22,0	22,5	23,0	23,5	24,0	24,5	25,0
1025,0	1024,83	1025,0	1025,17	1025,34	1025,51	1025,68	1025,85	1026,02	1026,19	1026,36	1026,53	1026,70
1025,5	1025,33	1025,5	1025,67	1025,84	1026,01	1026,18	1026,35	1026,52	1026,69	1026,86	1027,03	1027,20
1026,0	1025,83	1026,0	1026,17	1026,34	1026,51	1026,68	1026,85	1027,02	1027,19	1027,36	1027,53	1027,70
1026,5	1026,33	1026,5	1026,67	1026,84	1027,01	1027,18	1027,35	1027,52	1027,69	1027,86	1028,03	1028,20
1027,0	1026,83	1027,0	1027,17	1027,34	1027,51	1027,68	1027,85	1028,02	1028,19	1028,36	1028,53	1028,70
1027,5	1027,33	1027,5	1027,67	1027,84	1028,01	1028,18	1028,35	1028,52	1028,69	1028,86	1029,03	1029,20
1028,0	1027,83	1028,0	1028,17	1028,34	1028,51	1028,68	1028,85	1029,02	1029,19	1029,36	1029,53	1029,70
1028,5	1028,33	1028,5	1028,67	1028,84	1029,01	1029,18	1029,35	1029,52	1029,69	1029,86	1030,03	1030,20
1029,0	1028,83	1029,0	1029,17	1029,34	1029,51	1029,68	1029,85	1030,02	1030,19	1030,36	1030,53	1030,70
1029,5	1029,33	1029,5	1029,67	1029,84	1030,01	1030,18	1030,35	1030,52	1030,69	1030,86	1031,03	1031,20

Išmatuotas tankis, kg/m ³	Perskaiciuotas tankis, kg/m ³ , 20 °C temperatūroje, kai mėginio temperatūra buvo, t °C											
	19,5	20,0	20,5	21,0	21,5	22,0	22,5	23,0	23,5	24,0	24,5	25,0
1030,0	1029,83	1030,0	1030,17	1030,34	1030,51	1030,68	1030,85	1031,02	1031,19	1031,36	1031,53	1031,70
1030,5	1030,33	1030,5	1030,67	1030,84	1031,01	1031,18	1031,35	1031,52	1031,69	1031,86	1032,03	1032,20
1031,0	1030,83	1031,0	1031,17	1031,34	1031,51	1031,68	1031,85	1032,02	1032,19	1032,36	1032,53	1032,70
1031,5	1031,33	1031,5	1031,67	1031,84	1032,01	1032,18	1032,35	1032,52	1032,69	1032,86	1033,03	1033,20
1032,0	1031,83	1032,0	1032,17	1032,34	1032,51	1032,68	1032,85	1033,02	1033,19	1033,36	1033,53	1033,70
1032,5	1032,33	1032,5	1032,67	1032,84	1033,01	1033,18	1033,35	1033,52	1033,69	1033,86	1034,03	1034,20
1033,0	1032,83	1033,0	1033,17	1033,34	1033,51	1033,68	1033,85	1034,02	1034,19	1034,36	1034,53	1034,70
1033,5	1033,33	1033,5	1033,67	1033,84	1034,01	1034,18	1034,35	1034,52	1034,69	1034,86	1035,03	1035,20
1034,0	1033,83	1034,0	1034,17	1034,34	1034,51	1034,68	1034,85	1035,02	1035,19	1035,36	1035,53	1035,70
1034,5	1034,33	1034,5	1034,67	1034,84	1035,01	1035,18	1035,35	1035,52	1035,69	1035,86	1036,03	1036,20
1035,0	1034,83	1035,0	1035,17	1035,34	1035,51	1035,68	1035,85	1036,02	1036,19	1036,36	1036,53	1036,70
1035,5	1035,33	1035,5	1035,67	1035,84	1036,01	1036,18	1036,35	1036,52	1036,69	1036,86	1037,03	1037,20
1036,0	1035,83	1036,0	1036,17	1036,34	1036,51	1036,68	1036,85	1037,02	1037,19	1037,36	1037,53	1037,70

7 lentelė. Riebalų ir jų mišinių tirpiklyje lūžio rodiklio pataisos 15-35 °C temperatūroje.

Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa
Atimti iš nustatyto lūžio rodiklio									
15,0	0,0022	16,0	0,0018	17,0	0,0013	18,0	0,0009	19,0	0,0004
1	0,0022	1	0,0017	1	0,0013	1	0,0008	1	0,0004
2	0,0021	2	0,0017	2	0,0012	2	0,0008	2	0,0004
3	0,0021	3	0,0016	3	0,0012	3	0,0007	3	0,0003
4	0,0020	4	0,0016	4	0,0011	4	0,0007	4	0,0003
5	0,0020	5	0,0016	5	0,0011	5	0,0007	5	0,0002
6	0,0019	6	0,0015	6	0,0011	6	0,0006	6	0,0002
7	0,0019	7	0,0015	7	0,0010	7	0,0006	7	0,0001
8	0,0018	8	0,0014	8	0,0010	8	0,0005	8	0,0001
9	0,0018	9	0,0014	9	0,0009	9	0,0005	9	0,0000
Pridėti prie nustatyto lūžio rodiklio									
20,0	0,0000	21,0	0,0004	22,0	0,0009	23,0	0,0013	24,0	0,0018

Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa	Temperatūra, °C	Pataisa
1	0,0000	1	0,0005	1	0,0009	1	0,0014	1	0,0018
2	0,0001	2	0,0005	2	0,0010	2	0,0014	2	0,0018
3	0,0001	3	0,0006	3	0,0010	3	0,0015	3	0,0019
4	0,0002	4	0,0006	4	0,0011	4	0,0015	4	0,0019
5	0,0002	5	0,0007	5	0,0011	5	0,0015	5	0,0020
6	0,0003	6	0,0007	6	0,0011	6	0,0016	6	0,0020
7	0,0003	7	0,0007	7	0,0012	7	0,0016	7	0,0021
8	0,0004	8	0,0008	8	0,0012	8	0,0017	8	0,0021
9	0,0004	9	0,0008	9	0,0013	9	0,0017	9	0,0022
25,0	0,0022	26,0	0,0026	27,0	0,0031	28,0	0,0035	29,0	0,0040
1	0,0022	1	0,0027	1	0,0031	1	0,0036	1	0,0040
2	0,0023	2	0,0027	2	0,0032	2	0,0036	2	0,0040
3	0,0023	3	0,0028	3	0,0032	3	0,0037	3	0,0041
4	0,0024	4	0,0028	4	0,0033	4	0,0037	4	0,0041
5	0,0024	5	0,0029	5	0,0033	5	0,0037	5	0,0042
6	0,0025	6	0,0029	6	0,0033	6	0,0038	6	0,0042
7	0,0025	7	0,0029	7	0,0034	7	0,0038	7	0,0043
8	0,0026	8	0,0030	8	0,0034	8	0,0039	8	0,0043
9	0,0026	9	0,0030	9	0,0035	9	0,0039	9	0,0043
30,0	0,0043	31,0	0,0048	32,0	0,0052	33,0	0,0057	34,0	0,0061
1	0,0044	1	0,0048	1	0,0053	1	0,0057	1	0,0061
2	0,0044	2	0,0048	2	0,0053	2	0,0058	2	0,0062
3	0,0044	3	0,0049	3	0,0054	3	0,0058	3	0,0062
4	0,0045	4	0,0049	4	0,0054	4	0,0058	4	0,0063
5	0,0045	5	0,0050	5	0,0055	5	0,0059	5	0,0063
6	0,0046	6	0,0050	6	0,0055	6	0,0059	6	0,0064
7	0,0046	7	0,0050	7	0,0056	7	0,0060	7	0,0064
8	0,0047	8	0,0051	8	0,0056	8	0,0060	8	0,0065
9	0,0047	9	0,0052	9	0,0057	9	0,0061	9	0,0065
-	-	-	-	-	-	-	-	35,0	0,0066