ЗАТВЕРДЖЕНО
наказом Міністерства аграрної політики та продовольства України від 12 грудня 2016 року № 540 (зі змінами та доповненнями внесеними наказом Мінагрополітики від 27 вересня 2021 року № 225 )

**МІНІСТЕРСТВО АГРАРНОЇ ПОЛІТИКИ ТА ПРОДОВОЛЬСТВА УКРАЇНИ**
**УКРАЇНСЬКИЙ ІНСТИТУТ ЕКСПЕРТИЗИ СОРТІВ РОСЛИН**

# МЕТОДИКА ПРОВЕДЕННЯ КВАЛІФІКАЦІЙНОЇ ЕКСПЕРТИЗИ СОРТІВ РОСЛИН НА ПРИДАТНІСТЬ ДО ПОШИРЕННЯ В УКРАЇНІ

## Методи визначення показників якості продукції рослинництва

ЗМІСТ

Вступ…….. 5
Частина 1. Технологічна оцінка рослинницької продукції сортів сільськогосподарських видів…… 6
1.1 Аналіз зернових видів……... 6
1.1.1 Визначення вологості……... 8
1.1.2 Визначення показників якості зерна за допомогою аналізатора «Infratec 1225».. 9
1.1.3 Визначення числа падіння за Хагбергом-Пертеном……. 11
1.1.4 Розмелювання зерна…….. 13
1.1.5 Визначення вмісту клейковини в борошні пшениці і тритикале…… 17
1.1.6 Визначення вмісту клейковини в зерні пшениці і тритикале…….. 20
1.1.7 Визначення якості клейковини на «ВДК-1»…….. 21
1.1.8 Визначення фізичних властивостей тіста на фаринографі Брабендера……. 22
1.1.9 Визначення фізичних властивостей тіста на альвеографі Шопена……. 26
1.1.10 Визначення хлібопекарських властивостей зерна пшениці, тритикале та жита методом пробних випічок…… 32
1.1.11 Безопарний метод лабораторної випічки хліба з інтенсивним замісом тіста з пшеничного борошна методом пробних випічок…… 34
1.1.12 Безопарний метод лабораторної випічки хліба з інтенсивним замісом тіста з житнього борошна методом пробних випічок……. 35
1.1.13 Лабораторна випічка хліба з борошна тритикале……... 38
1.1.14 Визначення макаронних якостей пшениці твердої……. 38
1.2 Аналіз круп’яних і зернобобових видів……. 43
1.2.1 Визначення крупності та вирівняності зерна……. 45
1.2.2 Визначення типового складу зерна круп’яних і зернобобових видів та аналіз зерна…….. 48
1.2.3 Методики визначення виходу крупів…….. 50
1.2.4 Оцінка товарної якості крупів……. 58
1.2.5 Кулінарна оцінка крупів і зерна бобових видів……. 58
1.2.6 Визначення екстрактивності зерна ячменю……... 63
1.2.7 Визначення енергії проростання і здатності до проростання зерна пивоварного ячменю…….. 64
Частина 2. Хімічний аналіз рослинної продукції…….. 64
2.1 Зернові та зернобобові види. Кукурудза на зерно…… 64
2.1.1 Визначення загального азоту……... 65
2.1.2 Визначення вмісту білка (сирого протеїну) на приладі системи «Kjeltec Auto 1030 Analyzer» (фірми «Tecator», Швеція)…….. 72
2.1.3 Визначення вмісту крохмалю поляриметричним методом (за Еверсом)…….. 78
2.1.4 Визначення вмісту сирої клітковини…….. 79
2.1.5 Визначення зольності……... 81
2.1.6 Визначення вмісту гігроскопічної води (прискорений метод)…… 82
2.2 Олійні види…….. 83
2.2.1 Визначення лушпинності сім’янок соняшника гідротермічним методом…… 83
2.2.2 Визначення вмісту жиру (за Рушковським)……... 83
2.2.3 Порядок виконання аналізу олійності та вологості насіння олійних видів…... 86
2.2.4 Обчислення збору олії з гектара посіву…….. 87
2.2.5 Визначення йодного числа олії (рефрактометричний метод)……. 88
2.2.6 Метод визначення масової частки ізотіоціанатів і вінілтіооксазолідонів у ріпаковому насінні, макусі, шроті…… 89
2.2.7 Газохроматографічний метод визначення жирнокислотного складу олії у насінні ріпаку, гірчиці, суріпиці, соняшника…….. 94
2.3 Овочеві, баштанні види та картопля……. 94

2.3.1 Основні показники хімічного складу та підготовка середніх проб до аналізу. 94
2.3.2 Відбирання та подрібнення середніх проб для визначення вмісту аскорбінової кислоти (вітамін С)……. 95
2.3.3 Відбирання та подрібнення середніх проб для визначення вмісту сухої речовини та інших аналізів…… 96
2.3.4 Визначення вмісту сухої речовини……. 97
2.3.5 Визначення вмісту аскорбінової кислоти (вітаміну С)…… 97
2.3.6 Визначення вмісту цукрів (за Бертраном)……. 100
2.3.7 Визначення вмісту інвертованого цукру…… 105
2.3.8 Визначення загальної кислотності у плодах помідора……. 106
2.3.9 Визначення вмісту сухої речовини соку в плодах помідора (рефрактометричний метод)…….. 107
2.3.10 Визначення вмісту каротину в плодах помідора (за Сапожніковим)……... 108
2.3.11 Визначення вмісту каротину в моркві…….. 110
2.3.12 Визначення вмісту загального азоту…… 112
2.3.13 Поляриметричний метод визначення вмісту крохмалю в бульбах картоплі (за Еверсом)…… 112
2.4 Плодові, субтропічні, цитрусові, горіхоплідні та ягідні види……... 113
2.4.1 Основні показники хімічного складу…… 113
2.4.2 Відбирання та подрібнення середніх проб різних видів плодів, ягід та горіхів…… 114
2.4.3 Визначення вмісту сухої речовини, аскорбінової кислоти, цукрів, каротину... 115
2.4.4 Визначення активної кислотності (pH)……... 115
2.4.5 Визначення загальної кислотності електрометричним титруванням…… 116
2.5 Кормові види……... 116
2.5.1 Подрібнення проб і відбирання середніх проб…….. 117
2.5.2 Визначення вмісту загального азоту, сирої клітковини, сирого жиру, сирої золи, гігроскопічної вологи……... 117
2.5.3 Визначення вмісту алкалоїдів у кормовому люпині нефелометричним методом (у модифікації Бойко)……. 118
2.5.4 Методика визначення перетравності кормів…….. 121
Частина 3. Методики електрофорезу запасних білків……. 122
3.1 Методика електрофоретичного розділення гордеїнів ячменю (*Hordeum vulgare* L.)……..... 122
3.2 Методика електрофоретичного розділення геліантинів соняшнику (*Helianthus annuus* L.)……. 125
3.3 Методика електрофоретичного розділення зеїнів кукурудзи (*Zea mays* L.)…….. 128
3.4 Методика електрофоретичного розділення високомолекулярних глютенінів пшениці (*Triticum* L.)…….. 130
3.5 Методика проведення електрофорезу проламінів злаків (гордеїнів, гліадинів, авенінів)……... 132
Частина 4. Молекулярно-генетичний аналіз……... 134
4.1 Методика виділення ДНК із рослинного матеріалу за допомогою CTAB-методу… 134
4.2 Визначення кількості та якості виділеної ДНК……. 136
4.3 Методика використання мікросателітних маркерів (SSR) для ідентифікації сортів сої……. 137
4.4 Методика якісного аналізу чужорідного генетичного матеріалу у сортах сої за допомогою методу ПЛР у реальному часі з використанням тест-системи «ГМО-соя» (35S/NOS скринінг)…… 140
4.5 Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для вивчення молекулярно-генетичного поліморфізму сортів рослин за допомогою ISSR і SSR маркерів та візуалізації продуктів ампліфікації…….. 143
4.6 Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для визначення генетичних модифікацій у геномах сортів рослин……. 144

Частина 5. Методика з визначення типу крохмалю в насіннєвому метеріалі зернових і круп'яних культур (якісний метод) ……..... 146
Додатки……... 151

# Вступ

Виявлення кращих сортів і гібридів сільськогосподарських видів за технологією виробництва, продуктивністю та якістю сировини, стійкістю проти шкідливих організмів і стресових явищ у різних ґрунтово-кліматичних зонах вирощування та рекомендації щодо впровадження їх у виробництво є найважливішими завданнями державної експертизи сортів рослин.

Дослідження з вивчення технологічних якостей зерна сортів пшениці, жита і тритикале, технологічних і споживчих якостей круп'яних та зернобобових видів проводять у лабораторіях Українського інституту експертизи сортів рослин (далі – Інститут). Аналізи виконують за єдиними чинними методиками на однотипному обладнанні, що забезпечує дотримання принципу єдиної відмінності одного сорту від іншого – основного критерію науково-технічної експертизи сортів рослин.

Для правильної та об'єктивної технологічної оцінки за експертизи сортів велике значення має стан зерна, що надходить до лабораторій від закладів експертизи. Воно має бути здоровим, без ознак проростання, пошкодження клопом шкідливою черепашкою, зараження амбарними шкідниками. Кожна проба має супроводжуватися внутрішньою і зовнішньою етикетками.

За відбирання і відправлення проб для оцінки технологічних якостей спеціалісти закладів експертизи і науково-дослідних закладів (останні за передачі нового сорту на державну експертизу) керуються також Методикою проведення кваліфікаційної (технічної) експертизи сортів рослин на придатність до поширення в Україні (ПСП). Загальна частина (2011) (далі – Загальна частина методики).

У першій частині цієї методики представлено методи технологічної оцінки зерна різних ботанічних видів і продуктів його переробки. У лабораторіях Інституту перевіряють відповідність надісланої проби вказаному типу зерна, визначають склоподібність, твердозерність, вологість, уміст білка та клейковини, якість клейковини, фізичні якості тіста на фариграфі й альвеографі, стан вуглеводно-амілазного комплексу на приладі «Falling Number», борошномельні якості лабораторного помелу та хлібопекарські якості за результатами пробної лабораторної випічки для пшениці м'якої, жита і тритикале.

Оцінюють також макаронні якості твердої пшениці за седиментацією, фізичними властивостями тіста на фариграфі, кольором крупки та готових макаронів, втратами сухої речовини за варіння.

Основні методи оцінки технологічних якостей, які викладено в цій методиці, впродовж багатьох років застосовують у лабораторіях Інституту для визначення показників якості сортів зернових, круп'яних та зернобобових видів.

У другій частині методики представлено принципи, методи, реактиви та обладнання для проведення лабораторних аналізів і визначення хімічних показників якості рослинної продукції. Впровадження нового обладнання дозволило підвищити продуктивність праці в лабораторіях, зменшити масу наважок аналізованих проб, збільшити точність дослідів методом аналізу двох паралельних проб. При цьому принципові схеми і технологія залишились без змін.

# Частина 1. Технологічна оцінка рослинницької продукції сортів сільськогосподарських видів

## 1.1 Аналіз зернових видів

Підготовка зерна до аналізу передбачає очищення проби від сміттєвої домішки на лабораторному зерноочищувальному приладі «Labofiks» (фірма «Brabender», Німеччина), «Petkus» (Німеччина) або іншому обладнанні, придатному для цієї мети (рис. 1).

**Рис. 1. Лабораторний зерноочищувальний прилад**

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

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

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

В закладах експертизи масу, натуру зерна визначають відповідно до вимог ГОСТ 10840-64, масу 1000 зерен – за ГОСТ 10842-89. Результати зазначають на супровідних зовнішніх та внутрішніх етикетках, якими маркують мішки з зерном, що надсилають до лабораторії.

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

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

Синьогузними називають зерна пшениці, в яких забруднені спорами сажки тільки борідки, забрудненими (мараними) – зерна, в яких забруднена спорами не тільки борідка, а й частина поверхні та борозенка. Синьогузні та марані зерна об’єднують під спільною назвою «сажкові». Наявність сажкових зерен, а також ріжків та інших шкідливих домішок у пробах зерна не допускається.

Морозобійні зерна визначають за стиснутою, зморщеною, зі зміненим забарвленням поверхні зернівкою. При цьому необхідно вказати кліматичну зону вирощування.

Пошкодження зерна клопом шкідливою черепашкою визначають у пробах пшениці, яка вирощувалась у зонах його поширення.

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

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

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

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

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

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

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

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

*Приклад.* З 20 г наважки пшениці червонозерної виділено 17 зерен пшениці білозерної, маса яких становить 0,58 г і 10 зерен з неясно вираженим забарвленням, маса яких 0,31 г. Після обробки лугом або кип'ятінням у воді 10 зерен з неясно вираженим забарвленням 7 із них набули світло-кремового забарвлення, решта 3 – червоно-бурого. Масу 7 зерен пшениці білозерної ($x$) визначають за пропорцією:

маса 10 зерен – 0,31 г

маса 7 зерен – $x$

$$x = \frac{0{,}31 \times 7}{10}$$

Загальна маса пшениці білозерної дорівнює 0,58 + 0,22 = 0,8 г, що у відсотках складає: $\frac{0{,}8 \times 100}{20} = 4\,\%$.

Норми відхилення за контрольних аналізів типового складу пшениці наступні:

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

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

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

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

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

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

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

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

– склоподібне зерно – з повністю склоподібним ендоспермом;

– борошнисте зерно – з повністю борошнистим ендоспермом;

– частково склоподібне зерно – з частково борошнистим або частково склоподібним ендоспермом.

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

Загальну склоподібність зерна ($З_с$) у відсотках обчислюють за формулою:

$$З_с = П_с + \frac{Ч_с}{2},$$

де: $П_с$ – кількість повністю склоподібних зерен, шт.;

$Ч_с$ – кількість частково склоподібних зерен, шт.

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

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

### 1.1.1 Визначення вологості

Вологість зерна і борошна визначають за допомогою автоматичного вологоміра «Super Matic», напівавтоматичної сушильної шафи Брабендера або іншого призначеного для цих цілей обладнання, градуйованого за допомогою зразкового вакуумно-теплового приладу «ОВЗ-1» (ГОСТ 8.432-81 «Государственная система обеспечения единства измерений. Влажность зерна и продуктов его переработки. Методика выполнений измерений на образцовой вакуумно-тепловой установке»). Вологомір «Super Matic» (фірма «Foss Electric», Данія) призначений для визначення вологості зерна пшениці (без помелу проби). Визначення ґрунтується на зміні діелектричної сталої зерна залежно від вологості. Для вимірювання беруть наважку зерна пшениці 50 г, котру засипають у бункер приладу.

Натисканням кнопки його вмикають і на табло відмічають показники стрілки, які характеризують величину вологості.

Визначають вологість зерна та борошна також методом висушування 10 г розмеленого на млині «Пірует» зерна або борошна в електричній напівавтоматичній сушильній шафі Брабендера (рис. 2) за 130°С протягом 40 хв. Шафа для швидкого визначення вологості обладнана 10 гніздами для розміщення 10 проб, нагрівальними елементами, біметалевим і контактним термометрами, торсіонними терезами. Наважку 10 г зважують у бюксах на технічних вагах. Після встановлення заданої температури бюкс з пробою поміщають у камеру напівавтомата. Потім за допомогою ручки-колеса 10-гніздову тарілку повертають так, щоб можна було поставити другу пробу, за нею третю і т. д. Тарілку можна повертати тільки у тому разі, коли важіль вбудованих терезів піднятий, тобто терези не працюють. Надалі можна опускати важіль терезів лише за правильного положення тарілки, у цьому разі чітко чути клацання.

**Рис. 2. Напівавтоматична сушильна шафа Брабендера**

Після закінчення часу сушіння, вмикають освітлення терезів, важіль з лівого боку опускають. В освітленому віконці відображається відсоток вологості проби. Після запису результату в журнал важіль піднімають і тарілку за допомогою ручки-колеса повертають до настання клацання. Так само встановлюється над терезами друга проба, потім третя і т. д.

### 1.1.2 Визначення показників якості зерна за допомогою аналізатора «Infratec 1225»

За допомогою аналізатора «Infratec 1225» (фірма «Tecator», Швеція) визначають показники якості зерна пшениці, ячменю, кукурудзи, гороху, вівса, рису, жита, тритикале, сої, насіння ріпаку (рис. 3). Принцип роботи приладу ґрунтується на вимірюванні поглинання пробою електромагнітного випромінювання. Під час проведення аналізу основні компоненти зерна (протеїн, вода, жир тощо) поглинають електромагнітне випромінювання в області ближнього інфрачервоного діапазону, тому не виникає потреби у підготовці зерна. Для аналізу використовують неподрібнене, необроблене протруйниками, регуляторами росту та іншими хімічними препаратами зерно.

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

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

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

Infratec main menu

Select: Analyze Set up Support

Cancel $f_1$ $f_2$ $f_3$ $f_4$ confirm

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

Для того, щоб виконати аналіз, натискають клавішу «$f_1$», розташовану під надписом «Analyze» у головному меню. При цьому на дисплеї з'явиться наступне:

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

Select: next prev search
Cancel $f_1$ $f_2$ $f_3$ $f_4$ confirm

Для відбирання необхідної зразкової моделі переглядають список встановлених зразкових моделей, натискаючи клавіші «$f_1$» та «$f_2$». Коли на екрані з'явиться модель, для виконання аналізу натискають «confirm».

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

Результати аналізу Protein Moisture Gluten (протеїн, вологість, клейковина) 12,4; 11,5; 25,1 Cancel $f_1$ $f_2$ $f_3$ $f_4$ confirm. Confirm: натискання цієї клавіші ініціює початок нового аналізу, на екран знову виводиться меню «Analyze». У приймальну воронку засипають нову пробу.

Важливо використовувати комірку, що підходить для об'єму певної проби. Комірка завширшки 18 мм використовується для ячменю, вівса, рису, жита, тритикале, пшениці, 30 мм – для гороху, кукурудзи, сої, 6 мм – для насіння ріпаку.

**Рис. 3. Аналізатор «Infratec 1225»**

*Калібрування*. Процес калібрування – це математична процедура, що дозволяє отримати модельні дані для одного конкретного компонента, тобто калібровочну модель.

Прикладна модель (пакет калібровочних моделей) може бути використана системою «Infratec 1225» для визначення вмісту одного або кількох компонентів.

Для досягнення цієї мети необхідно визначити початкові дані щодо хімічної будови проби, що аналізується.

До початку сканування необхідно ввести назву компонентів та хімічні значення для проб, які треба зв'язати зі спектром, після чого виконати сканування.

Проб із відомими хімічними значеннями для створення калібровочної моделі має бути близько 100.

За допомогою програмного забезпечення «Infratec 1225» потрібно опрацювати отримані спектри, одночасно пов'язуючи їх із хімічними даними.

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

### 1.1.3 Визначення числа падіння за Хагбергом-Пертеном

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

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

*Обладнання та підготовка проби для аналізу.* Визначають число падіння на приладі «Falling Number» (фірма «Falling Number», Швеція), який складається з водяної бані діаметром 15 см з кришкою і тримачем для пробірок, віскозиметра із затискувачем, який закріплює стрижень віскозиметра у тримачі, і конденсатора для зниження паровиділення (рис. 4). Нагрівання бані здійснюється електричним нагрівачем потужністю 600 V. Пробірки віскозиметра виготовляються зі спеціального скла і забезпечені стандартними гумовими корками. Внутрішній діаметр пробірок 21 ± 0,02 мм, зовнішній – 23,8 ± 0,25 мм, довжина – 220 ± 0,3 мм. Піпетка (25 ± 0,2 мл) слугує для вимірювання об'єму дистильованої води, необхідного для приготування суспензії. Точність вагів, що використовують для зважування наважки, ± 0,01 г.

**Рис. 4. Прилад для визначення числа падіння**

Час процесу регулюється автоматично, але можливе використання секундоміра. Зерно, що аналізують, подрібнюють на лабораторному молоткового типу млинку 3100 (фірма «Falling Number», Швеція). Принцип його дії базується на високошвидкісному подрібненні і просіюванні продукту, що потрапляє на сито з отворами 0,8 мм. Допустима межа вологості для зерна – 25 %. За розмелювання різних проб проміжної очистки не потрібно, тому що млин обладнано циклонним колектором, який забезпечує самоочищення.

Для розмелювання беруть 300 г зерна, якщо маса менша, ніж 200 г, то отримують недостатньо чіткі результати.

Зерно обережно засипають у дробарку, щоб уникнути перевантаження за нагрівання. Подрібнення триває 30–40 с після засипання останньої порції зерна у дробарку. Залишок оболонок на ситі (близько 1 % від засипаного зерна) до розрахунку не беруть. Подрібнене зерно ретельно перемішують і відбирають наважку.

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

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

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

Число падіння визначають у наважці шроту або борошна 7 г за вологості 15 %. У разі відхилення вологості від 15 % наважку беруть з урахуванням вологості проби (табл. 1). Кількість води, що додається в ході аналізу, незмінна.

Таблиця 1

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

| Вологість, % | Наважка, г | Вологість, % | Наважка, г | Вологість, % | Наважка, г |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 9,0 | 6,40 | 12,0 | 6,70 | 15,0 | 7,00 |
| 9,2 | 6,45 | 12,2 | 6,70 | 15,2 | 7,00 |
| 9,4 | 6,45 | 12,4 | 6,75 | 15,4 | 7,05 |
| 9,6 | 6,45 | 12,6 | 6,75 | 15,6 | 7,05 |
| 9,8 | 6,50 | 12,8 | 6,80 | 15,8 | 7,10 |
| 10,0 | 6,50 | 13,0 | 6,80 | 16,0 | 7,10 |
| 10,2 | 6,55 | 13,2 | 6,80 | 16,2 | 7,15 |
| 10,4 | 6,55 | 13,4 | 6,85 | 16,4 | 7,15 |
| 10,6 | 6,55 | 13,6 | 6,85 | 16,6 | 7,15 |
| 10,8 | 6,60 | 13,8 | 6,90 | 16,8 | 7,20 |
| 11,0 | 6,60 | 14,0 | 6,90 | 17,0 | 7,20 |
| 11,2 | 6,60 | 14,2 | 6,90 | 17,2 | 7,25 |
| 11,4 | 6,65 | 14,4 | 6,95 | 17,4 | 7,25 |
| 11,6 | 6,65 | 14,6 | 6,95 | 17,6 | 7,30 |
| 11,8 | 6,70 | 14,8 | 7,00 | 17,8 | 7,30 |

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

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

*Хід аналізу.* У водяну баню наливають дистильовану воду на 2–3 см нижче верхнього краю посудини і доводять її до кипіння. Під час визначення числа падіння вода має кипіти. Охолоджуючу кришку щільно встановлюють на місце і приєднують вбудований в неї холодильник до холодної водяної системи. Холодна вода має текти безперервно протягом усього часу роботи апарату. У пробірку віскозиметра кладуть наважку 7,0 ± 0,01 г подрібненого зерна або борошна 15 % вологості, потім доливають 25 мл дистильованої води температурою 20°С. Пробірку закупорюють чистим гумовим корком і струшують 20–30 разів для отримання однорідної суспензії. Потім виймають корок і за допомогою віскозиметра-мішалки частки борошна, що прилипли, переміщують донизу.

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

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

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

відповідної кнопки. Число падіння визначають як середнє між паралельними вимірюваннями.

За повторних визначень однієї проби відхилення результатів повинні знаходитись у межах ± 5 % середнього значення числа падіння. За числом падіння визначають стан вуглеводно-амілазного комплексу зерна чи борошна, судячи (опосередковано) про активність альфа-амілази (табл. 2).

Таблиця 2

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

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

### 1.1.4 Розмелювання зерна

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

***Пшениця м'яка***

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

**Підготовка до аналізу.** Спосіб підготовки зерна до розмелювання залежить від твердозерності сортів. Вологість зерна, спрямованого на першу драну систему, залежно від твердозерності пшениці, має бути 13,5 % для м'якозерних сортів, 15,5 % – для середньотвердозерних та 16,5 % – для твердозерних. Відволожування м'якої пшениці триває 16–24 год. (табл. 3). Потім проба надходить на розмелювання.

Таблиця 3

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

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

Для розмелювання беруть однакову наважку зерна – 2000 г.

Необхідну кількість води ($X$) для зволоження взятої наважки знаходять за таблицею 4 або вираховують за формулою:

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

де: $A$ – маса зерна, г;

$a$ – вологість зерна до замочування, %;

$b$ – потрібна вологість зерна після замочування, %.

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

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

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

Зволожують зерно, рівномірно змочуючи водою і старанно перемішуючи. Якщо кількість води не перевищує 25–50 мл, для зволоження використовують ручний пульверизатор. Роблять це в оцинкованому лотку. Змочене зерно висипають у банку, закривають кришкою і залишають за кімнатної температури до наступного дня.

Таблиця 4

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

| Початкова вологість зерна, % | Кількість води, необхідна для зволожування зерна, мл | | |
|---|---|---|---|
| | твердозерна | середньотвердозерна | м’якозерна і тритикале |
| 9,0 | 180 | 154 | 104 |
| 9,1 | 177 | 151 | 102 |
| 9,2 | 175 | 149 | 99 |
| 9,3 | 172 | 147 | 97 |
| 9,4 | 170 | 144 | 95 |
| 9,5 | 168 | 142 | 92 |
| 9,6 | 165 | 140 | 90 |
| 9,7 | 163 | 137 | 88 |
| 9,8 | 160 | 135 | 86 |
| 9,9 | 158 | 132 | 83 |
| 10,0 | 156 | 130 | 81 |
| 10,1 | 153 | 128 | 79 |
| 10,2 | 151 | 125 | 76 |
| 10,3 | 148 | 123 | 74 |
| 10,4 | 146 | 121 | 72 |
| 10,5 | 144 | 118 | 69 |
| 10,6 | 141 | 116 | 67 |
| 10,7 | 139 | 114 | 65 |
| 10,8 | 136 | 111 | 62 |
| 10,9 | 134 | 109 | 60 |
| 11,0 | 132 | 106 | 58 |
| 11,1 | 129 | 104 | 56 |
| 11,2 | 127 | 102 | 53 |
| 11,3 | 123 | 99 | 51 |
| 11,4 | 122 | 97 | 49 |
| 11,5 | 120 | 95 | 46 |
| 11,6 | 117 | 92 | 44 |
| 11,7 | 115 | 90 | 42 |
| 11,8 | 113 | 88 | 39 |
| 11,9 | 110 | 85 | 37 |
| 12,0 | 108 | 83 | 35 |
| 12,1 | 105 | 80 | 32 |
| 12,2 | 103 | 78 | 30 |
| 12,3 | 101 | 76 | 28 |
| 12,4 | 98 | 73 | 25 |
| 12,5 | 96 | 71 | 23 |
| 12,6 | 93 | 69 | – |
| 12,7 | 91 | 66 | – |
| 12,8 | 89 | 64 | – |
| 12,9 | 86 | 62 | – |
| 13,0 | 84 | 59 | – |
| 13,1 | 81 | 57 | – |
| 13,2 | 79 | 54 | – |
| 13,3 | 77 | 52 | – |
| 13,4 | 74 | 50 | – |
| 13,5 | 72 | 47 | – |

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

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

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

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

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

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

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

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

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

драна – 14–18, розмелювальна – 50–56.

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

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

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

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

***Пшениця тверда***

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

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

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

Наважка зерна 2000 г. За різної початкової вологості зерна потрібну для зволоження кількість води знаходять за таблицею 5 чи вираховують за формулами, наведеними у правилах розмелювання пшениці м'якої.

Таблиця 5

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

| Початкова вологість зерна, % | Кількість води, необхідної для зволоження, мл | Початкова вологість зерна, % | Кількість води, необхідної для зволоження, мл |
|---|---|---|---|
| **1** | **2** | **3** | **4** |
| 9,0 | 193 | 11,6 | 130 |
| 9,1 | 190 | 11,7 | 128 |
| 9,2 | 188 | 11,8 | 125 |
| 9,3 | 186 | 11,9 | 123 |
| 9,4 | 183 | 12,0 | 120 |
| 9,5 | 181 | 12,1 | 118 |
| 9,6 | 178 | 12,2 | 116 |
| 9,7 | 176 | 12,3 | 113 |
| 9,8 | 174 | 12,4 | 111 |
| 9,9 | 171 | 12,5 | 108 |
| 10,0 | 169 | 12,6 | 106 |
| 10,1 | 166 | 12,7 | 104 |
| 10,2 | 164 | 12,8 | 101 |
| 10,3 | 161 | 12,9 | 99 |

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| 10,4 | 159 | 13,0 | 96 |
| 10,5 | 157 | 13,1 | 94 |
| 10,6 | 154 | 13,2 | 92 |
| 10,7 | 152 | 13,3 | 89 |
| 10,8 | 149 | 13,4 | 87 |
| 10,9 | 147 | 13,5 | 84 |
| 11,0 | 145 | 13,6 | 82 |
| 11,1 | 142 | 13,7 | 80 |
| 11,2 | 140 | 13,8 | 77 |
| 11,3 | 137 | 13,9 | 75 |
| 11,4 | 135 | 14,0 | 72 |
| 11,5 | 132 | | |

Зерно рівномірно зволожують водою і перемішують. Змочене зерно кладуть у банку, закривають кришкою і залишають за кімнатної температури для відволожування. Зволожують зерно у два заходи. Тривалість відволожування після першого заходу складає 24–30 годин. За 30 хв. до розмелу зерно додатково зволожують на 0,5 %, доводячи вологість до 17 % додаванням 12 мл води, залишених із призначеної для зволоження кількості.

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

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

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

Зольність крупки вищого сорту не має перевищувати 0,75 %, першого сорту – 1,1 % (ГОСТ 12307-66).

***Жито***

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

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

### 1.1.5 Визначення вмісту клейковини в борошні пшениці і тритикале

***За допомогою приладу «Glutomatic»***

**Реактиви:** дистильована вода і розчин хлористого натрію, буферний розчин, за значення pH 5,95. Для приготування розчину 200 г хлористого натрію розчиняють у воді, потім додають 7,54 г $KH_2PO_4$ і 2,46 г $Na_2HPO_4 \times 12H_2O$, об'єм розчину доводять до 10 літрів. Цей розчин використовують свіжовиготовленим.

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

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

**Хід аналізу.** Клейковину відмивають паралельно у двох повтореннях. Для одного визначення зважують 10 г борошна з точністю до 0,01 г. Наважку борошна переносять у відмивальну камеру приладу (рис. 5), сито якої попередньо змочують буферним розчином. Після кожного визначення його ретельно промивають під сильним струменем води. За щоденного використання «Glutomatic» сито на ніч бажано поміщати у ферментативний розчин.

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

**Рис. 5. Прилад для визначення вмісту клейковини «Glutomatic»**

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

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

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

*А* – маса борошна, взятого для відмивання клейковини, г.

Уміст сирої клейковини, скорегованої на вологість 14 % ($К_с$) розраховують за наступною формулою:

$$К_с = \frac{К(100-14)}{100-в},$$

де: *в* – фактична вологість борошна, г.

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

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

***Ручний метод***

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

**Хід аналізу.** Пробу борошна ретельно перемішують, з нього виділяють наважку 25 г з точністю до 0,1 г, висипають у фарфорову чашку чи ступку, додають 13 мл проточної води температурою 18 ± 2°С, і за допомогою товкачика чи шпателя замішують тісто до однорідної маси. Часточки тіста, що прилипли до товкачика і ступки, приєднують до загальної маси. Після замісу тісто добре проминають руками, скатують у кульку і кладуть у чашку, прикривають склом (від обвітрювання) і залишають на 20 хв. у спокої за температури 18 ± 2°С.

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

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

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

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

Відмиту клейковину добре стискають між долонями, витираючи їх час від часу сухим рушником, доки вона не почне злегка прилипати до рук. Відтиснуту клейковину зважують на технічних вагах з точністю до 0,1 г. Після першого зважування клейковину ще раз промивають протягом 5 хв. під струменем води, знову відтискають і зважують. Якщо різниця між двома зважуваннями не перевищує 0,1 г, то відмивання вважають завершеним.

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

Норма допустимого відхилення за контрольних та арбітражних визначень кількості клейковини ± 2 %.

Отриману клейковину характеризують за забарвленням, визначаючи візуально перед зважуванням, – «світла», «сіра», «темна» та індексом деформації, що визначають на приладі для вимірювання індексу деформації клейковини «ВДК-1».

### 1.1.6 Визначення вмісту клейковини в зерні пшениці і тритикале

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

Відмиту клейковину стискають між долонями, витираючи їх час від часу сухим рушником. При цьому клейковину кілька разів вивертають і знову стискають між

долонями, доки вона не почне злегка приставати до рук. Відтиснуту клейковину зважують, потім ще раз промивають 2–3 хв., знову відтискають і зважують.

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

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

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

### 1.1.7 Визначення якості клейковини на «ВДК-1»

**Підготовка проби.** Із відмитої і зваженої клейковини виділяють наважку 4 г, за 3–4 рухи пальцями формують її у кульку і кладуть на 15 хв. у чашку (ступку) з водою за температури 18 ± 2°С, після чого приступають до визначення пружних властивостей. Якщо клейковина кришиться, після відмивання являє собою губчасту масу, що легко рветься, і за 3–4 рухи пальцями не формується кулька, її відносять до III групи без визначення якості на приладі.

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

**Хід аналізу.** Для визначення якості сирої клейковини у центр столика приладу «ВДК-1» (рис. 6) кладуть наважку клейковини (перебивання клейковини не допускається) і піддають дії деформуючого грузила (пуансона), що вільно опускається. Через 30 с переміщення грузило автоматично зупиняється. Записавши показники приладу, вантаж повертають у вихідне положення. Досліджену клейковину знімають зі столика приладу.

**Рис. 6. Прилад для вимірювання індексу деформації клейковини «ВДК-1»**

**Опрацювання результатів.** Залежно від показників приладу, виражених в умовних одиницях, клейковину відносять до відповідної групи якості (табл. 6).

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

Таблиця 6

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

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

### 1.1.8 Визначення фізичних властивостей тіста на фариографі Брабендера

**Обладнання:** фариограф Брабендера (рис. 7), термостат для обігріву тістомісилки і демпфера, ваги, сушильна шафа для визначення вологості борошна, бутель на 5 л, сигнальний годинник, шпатель, щіточка, кутовий термометр, валориметр.

**Рис. 7. Фариограф Брабендера**

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

мала межа вимірювання 0–200, 0–400,
велика межа вимірювання 0–500, 0–1000.

Межі вимірювань перемикають за допомогою перемикача, який виступає з-за фронтальної плити нижче показника самописця. Витягують голівку і перемикач повертають вліво чи вправо до зчеплення. Межа вимірювання залежить від задньої підвіски ножових опор: коли верхній і нижній вагові важелі у заданої ножової опори з'єднані між собою вище опорної підвіски (ножова опора знаходиться за верхнім важелем), тоді велика межа вимірювань 0–1000, мала межа вимірювань 0–400. Якщо вагові важелі з'єднані між собою біля передньої ножової опори через опорну підвіску, то межі вимірювань скорочуються на 50 %, тобто велика межа вимірювань 0–500, мала межа вимірювань 0–200.

Тістомісилка для замісу 50 г борошна вироблена із нержавіючої сталі і має подвійні стінки для підтримання постійної температури 30°С за допомогою циркулюючої підігрітої води планетарного термостату. Добре відтворюваних результатів вимірювань можна очікувати лише в тому разі, якщо тістомісилку після кожного вимірювання старанно очищують.

Дію демпфера регулюють за допомогою гайки з накаткою. Поворот праворуч викликає сильне, ліворуч – слабке гасіння демпфером.

Механічний лінійний самописець працює, коли папір рухається зі швидкістю 10 мм за 1 хв. Перемикач вмикання і вимикання паперу самописця знаходиться над його корпусом. Рух паперу відбувається тільки за одночасного вмикання динамометра. Покажчик самописця і перо мають бути відтаровані так, щоб тертя пера об папір було мінімальним.

Переливна бюретка з наливним пристосуванням слугує для дозування дистильованої води. Бюретка повинна бути чистою, без залишків жиру, забезпечувати повний злив води. За використання тістомісилки на 50 г борошна застосовують бюретку на 37,5 мл, час стікання дистильованої води 18–22 с.

Перемикач обслуговування знаходиться з фронтального боку опорної плити фариографа. За закритої кришки тістомісилки поворотом перемикача задається швидкість роботи: у положенні 1 швидкість 31,5 об/хв., у положенні 2 – 63 об/хв. Нормальна швидкість для отримання фариограми 63 об/хв.

Вмикають фариограф, натискаючи одночасно двома руками на обидві пускові клавіші, що забезпечує безпечність роботи на приладі під час очищення тістомісилки з

відкритою кришкою чи знятим корпусом. Такий захисний пристрій виключає зіткнення рук із рухомими лопатями місилки.

Фариноґраф обладнаний сигнальним годинником.

**Підготовка приладу до роботи.** Температура приміщення, в якому працює прилад, повинна бути постійною – 22–24°С. За вмикання фариноґрафа стрілка на працюючому динамометрі і перо самописця без підключення місилки мають показувати «0». Гвинт для встановлення нульової позначки розміщується на корпусі динамометра ліворуч. Якщо стрілка перебуває вище нульової позначки, гвинт повертають праворуч, якщо нижче нульової точки – ліворуч. Потім фариноґраф вимикають. Установлюють тістомісилку. Кришка її має магнітний контактний перемикач, який за допомогою електрошнура зв'язаний з розеткою, розміщеною з лівої сторони опорної плитки. За відкритої кришки лопаті місилки рухаються тільки в тому разі, якщо двома руками натискають на обидві клавіші. Фариноґраф знову вмикають і стрілка має показувати не більше 20 одиниць на шкалі за 50-грамової місилки. 20 одиниць характеризують постійне тертя тістомісилки. Якщо відхилення перевищує 20 одиниць, потрібно добре очистити місилку і ще раз перевірити відхилення стрілки фариноґрафа. Потім встановлюють нульову позначку за працюючого динамометра з підключенням місилки та проводять юстирування до зупинки стрілки на «0». Перо самописця також має перебувати на «0». Демпфер встановлюють так, щоб стрілка за одну секунду рухалась з 1000 до 100 одиниць.

Тістомісилку та дистильовану воду доводять до робочої температури 30°С за допомогою термостату.

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

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

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

де: *в* – фактична вологість борошна, %.

Бюретку заповнюють дистильованою водою, вмикають фариноґраф і дуже швидко доливають стільки води, скільки потрібно для утворення тіста консистенцією 500 о. ф. Кількість використаної для цього води відраховують бюреткою у мілілітрах чи у відсотках і записують. За відхилення від консистенції 500 о. ф. можна правильно обчислити водопоглинення. Допустиме відхилення в 20 одиниць відповідає приблизно 0,5 % води. За істотніших відхилень титрувальну криву слід повторити.

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

$$B = B_1 + 0{,}175(C - 500),$$

де: $B_o$ – об'єм доданої води, мл;

*С* – максимальна консистенція в одиницях фариноґрафа.

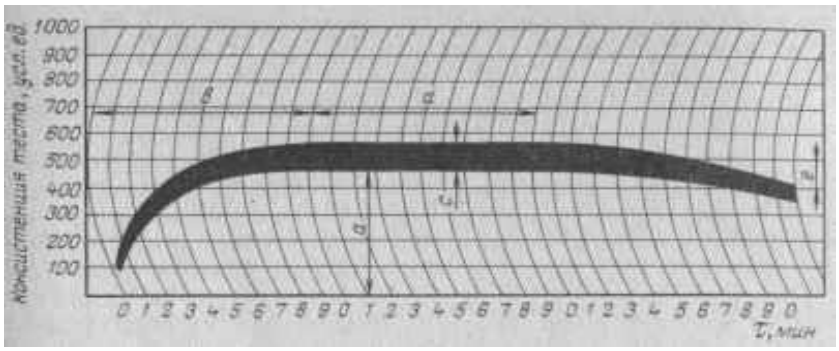
Таблиця 7

**Маса наважки пшеничного борошна залежно від його вологості**

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

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

В очищену тістомісилку знову засипають 50 г досліджуваного борошна, вмикають прилад і одразу додають стільки води, скільки було встановлено за титрувальною кривою. Тістомісилку закривають кришкою з плексигласу, щоб ізолювати тісто від впливу температури приміщення і вологості повітря. Через 12 хв. після початку падіння кривої фариограф вимикають. Отримана крива (фариограма) є характеристикою досліджуваної проби (рис. 8).




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

**Рис. 7. Схема фариограми тіста**

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

$$ВПЗ = \frac{V + m - 50}{0{,}5},$$

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

$m$ – маса борошна, г.

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

**Порядок роботи з валориметром.** Відкривають кришку приладу, фариграму поміщають під жовтий целофан і початок кривої встановлюють на нуль шкали валориметра, що відповідає початку краю целофану. Середина ширини кривої фариграми в її найвищому місці має співпадати з верхнім краєм целофану і відповідати консистенції тіста в 500 умовних одиниць. Якщо вона не ляже точно по цій лінії, фариграму можна посунути доверху чи донизу до співпадання, але не більш, ніж на 20 одиниць фариграфа. При цьому потрібно обов'язково слідкувати за тим, щоб лінія, що відповідає на кривій фариграми консистенції тіста в 500 одиниць, була паралельною верхньому краю целофану. Далі закривають кришку валориметра. Движок валориметра з лівого краю переводять до перетину з кривою фариграми в місці, де починається її падіння.

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

**Догляд за приладом:**

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

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

*Заміна масла у приладі*. За щоденної роботи необхідно один раз на рік міняти масло в механізмі. Для цього потрібно 350 см$^3$ машинного масла типу «Shell Dentax 90». Прилад від'єднують від електромережі і відкривають задню стінку. Шайбу-самоклейку, розташовану спереду на корпусі динамометра, знімають. Потім за допомогою спеціальної викрутки вигвинчують верхній замковий гвинт механізму. Під прилад ставлять ванночку для збирання відпрацьованого мастила. Через виріз в опорній плиті спочатку вигвинчують боковий гвинт механізму, потім ніпельний нижній гвинт. Коли повністю вилилось старе мастило, вставляють і закріплюють нижній спусковий гвинт. Нове мастило заливають за допомогою воронки через верхній отвір до появи мастила в боковому отворі. Потім загвинчують верхній і бічний отвори, шайбу повертають на місце. Задню стінку закривають і вмикають прилад у електромережу.

*Заповнення демпфера мастилом*. Спочатку викручують гвинт, що утримує поршневий шатун біля верхнього важеля. Поворотом ліворуч відкручують кришку

демпфера, видаляють з циліндра поршень із шатуном і заливають мастило. Після цього поршень повільно і точно вертикально вводять у циліндр (щоб не розлити мастило). Поршневий шатун скріплюють гвинтом з верхнім важелем і накривають демпферною кришкою.

### 1.1.9 Визначення фізичних властивостей тіста на альвеографі Шопена

Альвеограф Шопена (рис. 9) призначений для визначення фізичних властивостей тіста за опором млинчика тіста нагнітальному повітрю за розтягування його в бульбашку аж до розриву.

**Рис. 9. Альвеограф Шопена**

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

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

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

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

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

Верхній кінець градуйованої посудини з'єднаний трубопроводом з повітряною камерою, а нижній – гумовою трубкою через регулювальний штифт і насадку – з переносною склянкою. З неї вода надходить у градуйовану посудину. Швидкість заповнення посудини водою до поділки «25» має становити 23 с. Швидкість заповнення перевіряють перед кожною серією досліджень. У корпусі альвеографа розташовані шафочки для відлежування тіста, кожна з яких має по 5 поличок, на які кладуть пластини з пробами тіста.

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

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

В основі реєструючого водяного манометра лежить гідравлічний принцип. Під тиском повітря рівень води в центральній трубці манометра підвищується, у резервуарі –

падає, одночасно піднімається поплавок з пером, яким записується альвеограма на бланку, закріпленому на обертовому барабані. Трубку манометра регулярно чистять, користуючись щіткою-йоржиком. Забруднення трубки призводить до нерівних рухів. Перо очищують водою або спиртом. За постійного використання приладу його роботу контролюють щотижня.

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

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

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

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

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

Крім зазначеного вище контролю, звертають увагу на наступне:

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

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

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

**Хід аналізу.** Перед дослідженням пробу борошна перемішують і визначають вологість. Готують 2,5 % розчин NaCl у дистильованій воді. Для цього зважують 25 г хлористого натрію або дрібної кухонної солі, висипають у мірну колбу і доливають водою до 1000 мл. Перевіряють температуру місилки й альвеографа, яка підтримується автоматично, відповідно 24 і 25 ± 0,5°С. Температура борошна та сольового розчину має бути 20 ± 5°С.

Зважують 250 ± 0,5 г борошна і відмірюють об'єм сольового розчину відповідно до вологості борошна, визначеній за таблицею 8 або градуйовці на бюретці безпосередньо за відсотком вологості. Висипають борошно у місилку, закривають кришку, закріпивши її двома болтами. З'єднують місилку з редуктором, вмикають двигун і секундомір. Через отвір у кришці вливають відповідну кількість сольового розчину приблизно за 20 с. Наприкінці першої хвилини двигун вимикають, знімають кришку і видаляють лопаткою борошно, що прилипло до кришки або кутів місилки, щоб усе борошно змішалося з водою. На цю операцію і на те, щоб поставити кришку на місце, відводять 1 хв. Наприкінці другої хвилини двигун знову вмикають і замішують тісто впродовж 6 хв. Наприкінці 8-ої хвилини заміс припиняють і починають випресовувати тісто. Встановлюють дві вальцеві рамки. Виймають 5 пластинок із шафочки альвеографа й кожну змащують подвійною дозою олії, як і скляну пластину. Однією дозою олії змащують приймальну пластину для випресовування. Піднявши гвинт заслінки тістомісилки у верхнє положення, відкривають отвір для випресовування тіста.

Таблиця 8

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

| Вологість борошна, % | Об'єм сольового розчину, мл | Вологість борошна, % | Об'єм сольового розчину, мл | Вологість борошна, % | Об'єм сольового розчину, мл |
|---|---|---|---|---|---|
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** |
| 8,0 | 156,1 | 12,0 | 138,3 | 16,0 | 120,6 |
| 8,1 | 155,7 | 12,1 | 137,9 | 16,1 | 120,1 |
| 8,2 | 155,2 | 12,2 | 137,5 | 16,2 | 119,7 |
| 8,3 | 154,9 | 12,3 | 136,1 | 16,3 | 119,2 |
| 8,4 | 154,4 | 12,4 | 136,6 | 16,4 | 118,8 |
| 8,5 | 153,9 | 12,5 | 136,1 | 16,5 | 118,3 |
| 8,6 | 153,5 | 12,6 | 135,7 | 16,6 | 117,9 |
| 8,7 | 153,0 | 12,7 | 135,2 | 16,7 | 117,4 |
| 8,8 | 152,6 | 12,8 | 134,8 | 16,8 | 117,0 |
| 8,9 | 152,2 | 12,9 | 134,4 | 16,9 | 116,5 |
| 9,0 | 151,7 | 13,0 | 133,9 | 17,0 | 116,1 |
| 9,1 | 151,2 | 13,1 | 133,4 | 17,1 | 115,6 |
| 9,2 | 150,8 | 13,2 | 133,0 | 17,2 | 115,2 |
| 9,3 | 150,4 | 13,3 | 132,5 | 17,3 | 114,8 |
| 9,4 | 149,9 | 13,4 | 132,1 | 17,4 | 114,3 |
| 9,5 | 149,4 | 13,5 | 131,6 | 17,5 | 113,8 |
| 9,6 | 149,0 | 13,6 | 131,2 | 17,6 | 113,4 |
| 9,7 | 148,6 | 13,7 | 130,8 | 17,7 | 112,9 |
| 9,8 | 148,1 | 13,8 | 130,3 | 17,8 | 112,5 |
| 9,9 | 147,7 | 13,9 | 129,9 | 17,9 | 112,0 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|
| 10,0 | 147,2 | 14,0 | 129,4 | 18,0 | 111,7 |
| 10,1 | 146,6 | 14,1 | 129,0 | 18,1 | 111,3 |
| 10,2 | 146,3 | 14,2 | 128,6 | 18,2 | 110,8 |
| 10,3 | 145,9 | 14,3 | 128,2 | 18,3 | 110,4 |
| 10,4 | 145,5 | 14,4 | 127,7 | 18,4 | 110,9 |
| 10,5 | 145,0 | 14,5 | 127,2 | 18,5 | 110,4 |
| 10,6 | 144,6 | 14,6 | 126,8 | 18,6 | 109,0 |
| 10,7 | 144,1 | 14,7 | 126,4 | 18,7 | 108,6 |
| 10,8 | 143,7 | 14,8 | 125,9 | 18,8 | 108,1 |
| 10,9 | 143,3 | 14,9 | 125,5 | 18,9 | 107,7 |
| 11,0 | 142,8 | 15,0 | 125,0 | 19,0 | 107,3 |
| 11,1 | 142,3 | 15,1 | 124,6 | 19,1 | 106,9 |
| 11,2 | 141,9 | 15,2 | 124,1 | 19,2 | 106,3 |
| 11,3 | 141,5 | 15,3 | 123,6 | 19,3 | 105,9 |
| 11,4 | 141,0 | 15,4 | 123,2 | 19,4 | 105,4 |
| 11,5 | 140,6 | 15,5 | 122,8 | 19,5 | 104,9 |
| 11,6 | 140,1 | 15,6 | 122,3 | 19,6 | 104,5 |
| 11,7 | 139,6 | 15,7 | 121,9 | 19,7 | 104,1 |
| 11,8 | 139,2 | 15,8 | 121,4 | 19,8 | 103,7 |
| 11,9 | 138,9 | 15,9 | 121,0 | 19,9 | 103,2 |

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

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

Розкачують 5 проб тіста (2 + 2 + 1) за допомогою вальця, попередньо змащеного олією, 6 рухів уперед і 6 рухів назад. За допомогою круглого ножа одним рухом вирізають млинці тіста. Круглий ніж, усередині якого знаходиться млинець тіста, підносять до пластини із розстойної шафки і кладуть на неї млинець. Якщо млинчик тіста прилипає до ножа, його звільняють, злегка вдаривши (але одним рухом) по столу. Якщо млинчик тіста прилипає до скла вальцевої рамки, його трішки піднімають і під нього пропускають пластину. Кожну пластинку з млинцем негайно кладуть у розстойну камеру альвеографа (25°С) для відлежування. Перший млинчик тіста розташовують угорі, далі – в порядку випресовування. Під час відлежування проб тіста в шафці альвеографа чистять місилку, наносять нульову лінію на бланк альвеограми, перевіряють рухомість пера-поплавка і його нульову позначку.

Дослідження тіста на альвеографі проводять через 28 хв. після початку замісу. Центральний ключ перебуває в положенні «1». Відгвинчують диск столика, змащують внутрішню поверхню диска і столика. Виймають із відлежувальної шафочки верхню пластинку з млинцем тіста і зіштовхують його на столик рівно по центру. Повертають диск так, щоб за другого оберту співпадали контрольні відмітки, при цьому млинчик тіста стискується до висоти упору (2,5 мм). Потім відгвинчують тримач і знімають зйомну кришку, при цьому центральна частина млинчика, краї якого затиснуті між столиком

і загвинченим диском, залишається відкритою. Поворотом центрального ключа у положення «2» відкривають центральний отвір столика. Потім повертають рукоятку крана ліворуч, у напрямку осі гумової груші (об'єм груші – 18 мл); великим і вказівним пальцями лівої руки стискують гумову грушу, і тримаючи її у цьому положенні, переводять ручку крана догори. Млинчик тіста відклеюється від столика, при цьому перо реєструючого манометра злегка підіймається догори. Потім ставлять склянку з водою на верхній рівень штатива. Швидко повертають центральний ключ у положення «3», що викликає одночасне наповнення градуйованої посудини водою і пуск барабана реєструючого манометра. Внаслідок підвищення тиску повітря млинчик тіста розтягується в бульбашку.

У цей час перо креслить криву зміни тиску водяного стовпчика – альвеограму. Уважно спостерігають за розтягуванням бульбашки і, як тільки настане розрив тіста (найчастіше точковий), швидко повертають центральний ключ у положення «4», при цьому наповнення посудини водою та обертання барабана самописця зупиняються. Потім склянку з водою знімають зі штативу і ставлять на стіл, центральний ключ повертають у положення «1». Вода з градуйованої посудини надходить назад у переносну склянку, зі столика відгвинчують диск, виймають тісто, закривають отвір зйомною кришкою і закріплюють тримачем. Послідовно досліджують наступні 4 млинчики. Отримують 5 кривих тієї ж проби. Коли відбувається ненормальний розрив бульбашки, відповідну криву не враховують.

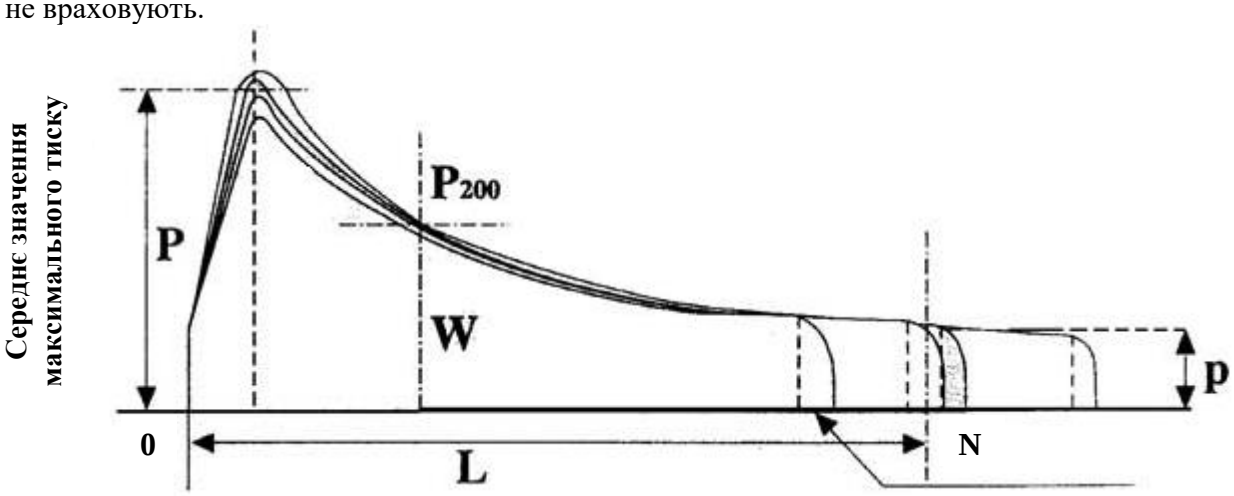



**Рис. 10. Альвеограма та її елементи**

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

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

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

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

Якщо криві розташовані близько між собою, то середню криву зробити легко. Її наносять безпосередньо на альвеограмі контрастним чорнилом однією лінією. Якщо борошно неоднорідне, криві розсіюються. В такому разі вимірюють висоту кривої у максимумі, посередині і в кінці. Середнє значення наносять на графік у відповідних точках, з'єднавши які будують середню криву, зберігаючи форму, характерну для отриманої альвеограми. За середньою кривою розраховують альвеограму, її креслять контрастним за кольором чорнилом.

Площу середньої кривої визначають щонайменше двічі за допомогою планіметра. З отриманих вимірювань вираховують середнє значення. На маленькій креслярській дошці закріплюють кнопками аркуш дрібнозернистого (але не вощеного) паперу. Потім

закріплюють альвеограму. Встановлюють перпендикулярно обидва плеча планіметра. Плече *A* (рис. 11) спирається на циліндр планіметра, який своїм вістрям закріплений на аркуші паперу.

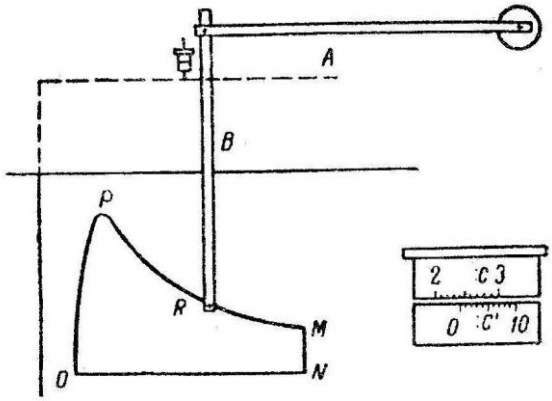



**Рис. 11. Схематичне положення плечей планіметра та дисків лічильника**

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

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

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

де: *K* – поправочний коефіцієнт манометра 1,1;

*S* – площа середньої діаграми, см$^2$;

*L* – довжина середньої діаграми, мм;

*C* – величина, залежна від показника *G*, яку знаходять за таблицею 9 або за формулою $C = 1{,}2G^2$;

*V* – об'єм повітря в см$^3$, що дорівнює квадрату індексу розширення *G*.

Таблиця 9

**Значення *C* залежно від показника *G***

| *G* | *C* | *G* | *C* | *G* | *C* | *G* | *C* |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** |
| 10,0 | 120 | 17,0 | 346 | 21,0 | 529 | 25,0 | 750 |
| 10,5 | 132 | 17,2 | 354 | 21,2 | 539 | 25,2 | 762 |
| 11,0 | 145 | 17,4 | 363 | 21,4 | 550 | 25,4 | 775 |
| 11,5 | 159 | 17,6 | 372 | 21,6 | 560 | 25,6 | 787 |
| 12,0 | 173 | 17,8 | 380 | 21,8 | 570 | 25,8 | 799 |
| 12,5 | 187 | 18,0 | 389 | 22,0 | 581 | 26,0 | 811 |
| 13,0 | 203 | 18,2 | 398 | 22,2 | 592 | 26,2 | 824 |
| 13,5 | 219 | 18,4 | 406 | 22,4 | 603 | 26,4 | 837 |
| 14,0 | 235 | 18,6 | 415 | 22,6 | 613 | 26,6 | 849 |
| 14,5 | 252 | 18,8 | 424 | 22,8 | 624 | 26,8 | 862 |
| 15,0 | 270 | 19,0 | 433 | 23,0 | 635 | 27,0 | 875 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 15,4 | 284 | 19,4 | 452 | 23,4 | 657 | 27,4 | 901 |
| 15,6 | 292 | 19,6 | 461 | 23,6 | 669 | 27,6 | 914 |
| 15,8 | 299 | 19,8 | 471 | 23,8 | 680 | 27,8 | 928 |
| 16,0 | 307 | 20,0 | 480 | 24,0 | 691 | 28,0 | 941 |
| 16,2 | 315 | 20,2 | 490 | 24,2 | 703 | 28,2 | 954 |
| 16,4 | 323 | 20,4 | 500 | 24,4 | 715 | 28,4 | 968 |
| 16,6 | 331 | 20,6 | 510 | 24,6 | 796 | 28,6 | 982 |
| 16,8 | 339 | 20,8 | 519 | 24,8 | 738 | 28,8 | 995 |

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

Цей коефіцієнт дійсний за умови:

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

б) надходження води у скляний циліндр між контрольними відмітками 0 і 25 за 23 с.

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

$W = 1{,}1 \times 5{,}95 \times S$ або $W = 6{,}54 \times S$. Результати слід розглядати як результат технологічного аналізу і виражати таким чином:

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

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

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

За визначеними на фаринографі та альвеографі фізичними властивостями тіста оцінюють «силу» пшениці (табл. 10).

Таблиця 10

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

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

### 1.1.10 Визначення хлібопекарських властивостей зерна пшениці, тритикале та жита методом пробних випічок

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

Тістомісилка Свансона призначена для замісу тіста зі 100–200 г борошна, модель 100–200 А (рис. 12) має чотири місильні лопаті пальцеподібної форми, що обертаються попарно в голівці тістомісилки (100 об/хв.). На дні алюмінієвої діжі встановлені два нерухомих пальці, навколо яких обертаються парні рухомі місильні лопаті.

**Рис. 12. Тістомісилка типу Свансона**

Тістомісильну голівку приводить у рух система пасової передачі через редуктор від електромотора потужністю 1/3 НР. Тістомісилка має годинник (на 15 хв.), який автоматично зупиняє процес замісу, коли спливає встановлений час.

Тістоперебивальна і формувальна машини (рис. 13) змонтовані на загальній плиті в одному агрегаті.

Тістоперебивальна машина складається з двох станин, у які вмонтовано пару вальців, покритих шаром тефлону для запобігання прилипанню тіста за перебивання. Вальці діаметром 10 і завдовжки 15 см. Це відповідає довжині форми для випікання хліба із 300 г борошна. За випікання хліба зі 100 г борошна зверху над вальцями встановлюють пересувний механічний обмежувач, за допомогою якого можна змінити ширину прокочуваної смужки тіста до 7,5 см.

Товщина смужки тіста за прокочування регулюється зазором між вальцями, що встановлюється за допомогою рухомого вальця пластикового обмежувача. Розмір зазору – від 3 до 9 мм.

**Рис. 13. Тістоперебивальна і формувальна машини**

Формувальна машина складається з трьох дерев'яних вальців діаметром 7 і завдовжки 37 см, з яких два нижні вальці вмонтовані у станину, а третій, верхній – рухомий. За допомогою рукоятки верхній валок можна притискати до нижніх вальців під час формування тіста. Формування тіста схематично зображено на рис. 14. Обидва прилади приводяться в дію через редуктор електромотором потужністю 0,2 НР. Є також педальний вмикач, за допомогою якого вмикають і зупиняють прилад.

Термостат для бродіння тіста модель 505-СС (рис. 14) виготовлений із нержавіючої сталі. Зовнішні розміри 150 × 150 × 60 см. Усередині термостату є чотири полиці; на передній панелі по троє дверцят для кожної з полиць. Стінки термостату подвійні, між ними міститься теплова ізоляція. У стелі лівої частини термостату – чотири термоелементи, які нагрівають циркулююче всередині шафочки вологе повітря. На верхній полиці зліва розміщена під кутом металічна пластина, що спрямовує струм повітря, а над термоелементами – захисна пластина з азбесту для запобігання місцевому перегріву. Максимальна потужність термостату 1600 V. Праворуч від полиці розташований зволожувач повітря відцентрової дії. За допомогою вентилятора нагріте і зволожене повітря рівномірно розподіляється крізь жалюзі, циркулює по всіх полицях. Регулятори, розміщені на панелі праворуч у верхній частині термостату, здійснюють термо- і вологорегулювання. Контроль за їхньою роботою і за роботою вентилятора здійснюється за допомогою сигнальних ламп.

**Рис. 14. Термостат для бродіння і розстойки тіста**

**Рис. 15. Електрична піч**

Електрична піч з горизонтально-обертовим подом діаметром 80 см (рис. 15) робить один оберт за 50 с. Розмір печі – 125 × 105 см. Знизу, під обертовим подом розміщені нагрівальні елементи (три секції) з трьома ступенями нагріву – слабким, середнім і сильним. Діапазони нагріву 150–288°С. Загальна потужність печі 6 кВт. За сильного нагріву температура у печі за 35 хв. досягає 230°С. Задана температура підтримується автоматично.

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

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

### 1.1.11 Безопарний метод лабораторної випічки хліба з інтенсивним замісом тіста з пшеничного борошна методом пробних випічок

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

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

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

**Замішування, розділення і бродіння тіста.** У діжу тістомісилки приливають 50 мл соле-цукрового розчину, 6 мл розчину $KBr_2O_3$, 1,5 мл розчину аскорбінової кислоти, кількість води, якої не вистачає за розрахунком ВПЗ борошна, визначеної на фариографі (за мінусом води, що входить до складу розчинів), потім вносять 200 г борошна і

50 мл дріжджової суспензії. Тісто замішують протягом 7 хв. Температура розчинів, борошна, води та тістомісильної діжі має бути збалансована так, щоб початкова температура тіста становила 30°С. Після замісу тісто кладуть в емальовану миску і ставлять у термостат на 10 хв. для зняття напруги, що утворюється в тісті за замісу. Потім тісто ділять на дві рівні частини (за масою), кожну прокочують двічі через вальці тістоперебивальної машини. Перший раз із зазором 3/16 дюйма, ширина смужки 10 см. Утворену смужку тіста одним злегка загнутим кінцем кладуть на два нижніх дерев'яних валки формувальної машини, притискають третій рухомий валець і згортають тісто в рулон, кінці якого прищипують вручну, підгинають донизу, майже з'єднуючи їх, і укладають у змащену форму. Потім форми ставлять у термостат для бродіння і розстойки до готовності для садіння у піч (180–240 хв). Кінцева температура тіста 31°С.

**Випічка.** Випікають хліб впродовж 25 хв. за температури 230°С. Зволоження пекарної камери забезпечують, поміщаючи в неї невелику ємність з водою. Загальна тривалість процесу від початку замісу тіста до кінця випічки 3,5–4,5 год.

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

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

Хліб не повинен мати неспецифічного для нього смаку й запаху. Всі якісні показники оцінюють за дев'ятибаловою шкалою (табл. 11). Загальну хлібопекарську оцінку у балах визначають як середнє з показників об'єму хліба, зовнішнього вигляду, пористості, забарвлення та еластичності м'якуша.

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

Сорти пшениці, що отримали високу оцінку за технологічними якостями, рекомендують для занесення до переліку сильних і цінних за якістю (табл. 12).

### 1.1.12 Безопарний метод лабораторної випічки хліба з інтенсивним замісом тіста з житнього борошна методом пробних випічок

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

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

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

Таблиця 11

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

| Якісні ознаки | Бали | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| | 1 | 3 | 5 | 7 | 9 |
| Об'ємний вихід хліба, мл | менше 600 | 600–800 | 800–1000 | 1000–1200 | понад 1200 |
| Зовнішній вигляд хліба: поверхня форма забарвлення шкоринки | рвана увігнута попелясте | тріщинувата плеската бліде з сіруватим відтінком | шерехувата, горбкувата напівовальна жовте | рівна овальна світло-коричневе | гладка, глянцева куполоподібна золотисто-коричневе |
| Пористість | крупна, нерівномір-на, товстостінна | крупна, рівномірна, товстостінна | помірно крупна, рівномірна | дрібна, тонкостінна, нерівномірна | дрібна, тонкостінна, рівномірна |
| Еластичність | нееластич-ний, не відновлю-ється | нееластичний, погано відновлюється | малоеластич-ний, недостатньо відновлюється | помірно еластичний, добре відновлюється | еластичний, швидко відновлюється |
| Забарвлення м'якуша | темне | темно-сіре чи брудно-жовте | світле з сіруватим відтінком | світле чи світле з жовтим відтінком | біле чи біле з жовтуватим відтінком |
| Смак і запах | не відповідає пшенично-му хлібу | не відповідає пшеничному хлібу | без специфічного смаку, пріснуватий | специфічний для пшеничного хліба | приємний, специфічний для пшеничного хліба |

Таблиця 12

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

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

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

Хліб аналізують через 16–20 годин. Вимірюють його об'єм, оцінюють зовнішній вигляд, забарвлення, пористість і еластичність м'якуша відповідно до таблиці 13.

### 1.1.13 Лабораторна випічка хліба з борошна тритикале

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

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

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

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

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

### 1.1.14 Визначення макаронних якостей пшениці твердої

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

Водяний термостат завдовжки 100 см, завширшки 60 см і заввишки 80 см, який підтримує температуру від 30 до 60°С (± 1°С), відносну вологість повітря від 60 до 90 % (± 5 %).

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

Таблиця 13

**Шкала оцінки якості хліба із житнього борошна 63 % виходу (за лабораторної випічки)**

| Оцінка, балів | Об'єм хліба зі 100 г борошна, $см^3$ | Зовнішній вигляд | | | М'якуш | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | форма | поверхня | забарвлення шкоринки | Забарвлення | пористість | еластичність | смак |
| Добра (7) | > 400 | напів-овальна | гладка | світло-коричневе | світле, відповідно сорту борошна | порівняно дрібна, рівномірна | еластичний, сухий | властивий житньому хлібу |
| Задовільна (5) | 300–400 | плеската | шорстка | коричневе | темнувате | середня, рівномірна | злегка зминається | |
| Незадовільна (3) | < 300 | увігнута | тріщину-вата | сіро-коричневе | темне, не відповідає сорту борошна | крупна, нерівномірна | нееластичний, зминається (кришиться) | не властивий житньому хлібу |

Таблиця 14

**Шкала оцінки якості хліба з борошна тритикале 67 % виходу (за лабораторної випічки)**

| Оцінка, балів | Об'єм хліба зі 100 г борошна, $см^3$ | Зовнішній вигляд | | | М'якуш | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | форма | поверхня | забарвлення шкоринки | забарвлення | пористість | еластичність | смак |
| Відмінна (9) | > 800 | напів-овальна | глянцева | світло-коричневе | світле, відповідно сорту борошна | порівняно дрібна, рівномірна | еластичний, сухий | властивий хлібу з борошна тритикале |
| Добра (7) | 700–800 | напів-овальна | гладка | світло-коричневе | світле | дрібна, рівномірна | еластичний | |
| Задовільна (5) | 600–700 | плеската | шорстка | коричневе | темнувате | середня, рівномірна | недостатньо еластичний | |
| Незадовільна (3) | 500–600 | плеската | шорстка, горбкувата | сіро-коричневе | темне | товстостінна, нерівномірна | нееластичний | не властивий хлібу з борошна тритикале |
| Погана (1) | < 500 | увігнута | шорстка, горбкувата | сіре | темне | майже відсутня | нееластичний | |

градуйованого скляного циліндра з позначками від 0 до 450 мл (± 5 мл).

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

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

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

Таблиця 15

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

| Вологість, % | | | | | | Вологість, % | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| крупки | тіста | | | | | крупки | тіста | | | | |
| | 29,5 | 30,5 | 31,5 | 32,5 | 33,5 | | 29,5 | 30,5 | 31,5 | 32,5 | 33,5 |
| 11,0 | 158 | 169 | 180 | 191 | 202 | 14,0 | 131 | 142 | 153 | 164 | 175 |
| 11,1 | 157 | 168 | 179 | 190 | 201 | 14,1 | 131 | 142 | 153 | 164 | 175 |
| 11,2 | 156 | 167 | 178 | 189 | 200 | 14,2 | 130 | 141 | 152 | 163 | 174 |
| 11,3 | 155 | 166 | 177 | 188 | 199 | 14,3 | 129 | 140 | 151 | 162 | 173 |
| 11,4 | 155 | 166 | 177 | 188 | 199 | 14,4 | 128 | 139 | 150 | 161 | 172 |
| 11,5 | 154 | 165 | 176 | 187 | 198 | 14,5 | 127 | 138 | 149 | 160 | 171 |
| 11,6 | 153 | 164 | 175 | 186 | 197 | 14,6 | 126 | 137 | 148 | 159 | 170 |
| 11,7 | 152 | 163 | 174 | 185 | 196 | 14,7 | 125 | 136 | 147 | 158 | 169 |
| 11,8 | 151 | 162 | 173 | 184 | 195 | 14,8 | 124 | 135 | 146 | 157 | 168 |
| 11,9 | 150 | 161 | 172 | 183 | 194 | 14,9 | 123 | 134 | 145 | 156 | 167 |
| 12,0 | 149 | 160 | 171 | 182 | 193 | 15,0 | 123 | 134 | 145 | 156 | 167 |
| 12,1 | 148 | 159 | 170 | 181 | 192 | 15,1 | 122 | 133 | 144 | 155 | 166 |
| 12,2 | 147 | 158 | 169 | 180 | 191 | 15,2 | 121 | 132 | 143 | 154 | 165 |
| 12,3 | 147 | 158 | 169 | 180 | 191 | 15,3 | 120 | 131 | 142 | 153 | 164 |
| 12,4 | 146 | 157 | 168 | 179 | 190 | 15,4 | 119 | 130 | 141 | 152 | 163 |
| 12,5 | 145 | 156 | 167 | 178 | 189 | 15,5 | 118 | 129 | 140 | 151 | 162 |
| 12,6 | 144 | 155 | 166 | 177 | 188 | 15,6 | 117 | 128 | 139 | 150 | 161 |
| 12,7 | 143 | 154 | 165 | 176 | 187 | 15,7 | 116 | 127 | 138 | 149 | 160 |
| 12,8 | 142 | 153 | 164 | 175 | 186 | 15,8 | 115 | 126 | 137 | 148 | 159 |
| 12,9 | 141 | 152 | 163 | 174 | 185 | 15,9 | 115 | 126 | 137 | 148 | 159 |
| 13,0 | 140 | 151 | 162 | 173 | 184 | 16,0 | 114 | 125 | 136 | 147 | 158 |
| 13,1 | 139 | 150 | 161 | 172 | 183 | 16,1 | 113 | 124 | 135 | 146 | 157 |
| 13,2 | 139 | 150 | 161 | 172 | 183 | 16,2 | 112 | 123 | 134 | 145 | 156 |
| 13,3 | 138 | 149 | 160 | 171 | 182 | 16,3 | 111 | 122 | 133 | 144 | 155 |
| 13,4 | 137 | 148 | 159 | 170 | 181 | 16,4 | 110 | 121 | 132 | 147 | 154 |
| 13,5 | 136 | 147 | 158 | 169 | 180 | 16,5 | 109 | 120 | 132 | 142 | 153 |
| 13,6 | 136 | 146 | 157 | 168 | 179 | 16,6 | 108 | 110 | 130 | 141 | 152 |
| 13,7 | 134 | 145 | 156 | 167 | 178 | 16,7 | 107 | 118 | 129 | 140 | 151 |
| 13,8 | 133 | 144 | 155 | 166 | 177 | 16,8 | 107 | 118 | 129 | 140 | 151 |
| 13,9 | 132 | 143 | 154 | 165 | 176 | 16,9 | 106 | 117 | 128 | 139 | 150 |

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

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

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

$M$ – маса крупки, г;

$B$ – кінцева вологість тіста, %;

$в$ – вологість крупки, %.

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

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

**Сушіння макаронів.** У день виготовлення макаронів у камері термостата підтримують температуру 36°С і відносну вологість повітря до 80 %, отвори зверху термостата відчиняють. Після повного завантаження касет, у камеру термостата поміщають кювету з водою (1 л) кімнатної температури, вмикають вентилятор, один отвір закривають, інший – залишається відкритим: повітря надходить тільки крізь щілини у ковпачку. Наступного дня отвір наверху термостата закривають, працює вентилятор і підтримується температура 40ºС. Активне сушіння макаронів проводять безпосередньо протягом 40 год., вологе повітря з термостата за періодичного відкривання дверцят видалиться, відносна вологість його при цьому поступово знижується до 75 %. За цей час касети з макаронами чотири рази повертають на 180ºС для рівномірнішого сушіння.

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

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

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

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

**Визначення розварювання макаронів.** В обох циліндрах приладу (рис. 16) для приготування макаронів перевіряють, чи закриті випускні крани та в кожний циліндр наливають по 1 л води. Вмикають електричне нагрівання, встановлюють реостат у положення «FULL». Циліндри закривають кришками (1) і за встановленим у них зондовим термометром (3) стежать, щоб вода досягла температури 98–99°С.

У цей час кладуть по 50 г сухих макаронів у металеві кошики приладу і закривають кришками. Для визначення об’єму сухих макаронів користуються волюметром (4). Відкрутивши кришку (7), наливають близько 2 л води кімнатної температури, загвинчують кришку і за допомогою випускного краника (8) доводять рівень води до нуля. Потім волюметр повертають навколо осі на 180°С, щоб посудина (6) виявилась угорі, вода при цьому переливається в нижню посудину (5). У звільнену від води верхню посудину (6), попередньо знявши гвинтову кришку, вставляють кошик з макаронами і щільно закривають кришку посудини. Перевіряють, чи добре закрито краник.

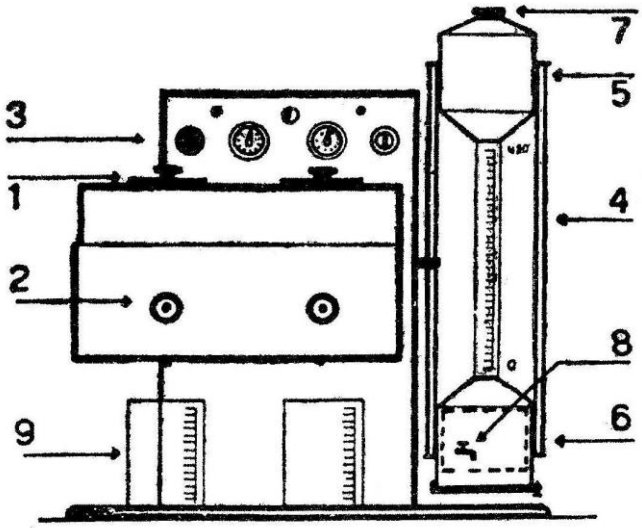



**Рис. 16. Схематичне зображення приладу для варіння макаронів**

Волюметр провертають, відпускаючи посудину (6) донизу, і стежать за повним зливом води в посудину з кошиком, потім прилад енергійно струшують для видалення повітря з трубок макаронів. Фіксують об'єм макаронів (вони не повинні довго перебувати у воді). Знову повертають посудину (6) із кошиком макаронів, відкривають кришку, виймають кошик і ставлять його в циліндр для приготування, де підтримується постійна температура 98–99°С. Готують макарони 20 хв. Для того, щоб макарони не злипалися, їх слід перемішувати шпателем через 3 хв. від початку приготування. Через 20 хв. кошик з макаронами виймають із варочного циліндра за допомогою спеціальних щипців і залишають на 10 с над циліндром, щоб стекла вода.

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

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

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

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

де: $A$ – маса сухого залишку, г;

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

$W$ – вологість сухих макаронів, %.

Макарони за показниками якості оцінюють за дев'ятибаловою шкалою (табл. 16).

Таблиця 16

**Шкала оцінки якості макаронів з крупки твердих пшениць**

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

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

## 1.2 Аналіз круп'яних і зернобобових видів

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

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

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

Нижче наведено методи зняття плівок для різних видів зерна.

**Порядок аналізу рису**

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

Хід аналізу:

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

**Порядок аналізу проса**

Відокремлення плівок проса здійснюють на приладі ГДФ, принцип роботи якого полягає в багаторазовому пропусканні наважки між гумовими вальцями – швидкохідними і тихохідними – зі співвідношенням швидкостей, що дорівнює 1:2. Відокремлені від ядер плівки підхоплюються зустрічним струменем повітря й осідають у циклоні. Ядра і

необрушені зерна повертаються на повторне лущення. Рециркуляція здійснюється до повного обрушення наважки.

Хід аналізу:

1. Взяти дві наважки зерна.

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

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

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

5. Видалити й окремо зважити плівки і ядра.

**Порядок аналізу гречки**

Плодові оболонки відокремлюють на приладі ВПГ-1, принцип роботи якого полягає в багаторазовому стискуванні плодів при ударах об жорстку поверхню деталей лущильника з одночасним розділенням продуктів лущення у струмені повітря.

Хід аналізу:

1. Взяти дві наважки зерна.

2. Увімкнути прилад у мережу і засипати наважку в приймальний бункер. Важіль поставити у положення «робота».

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

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

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

6. Зважити все зібране лушпиння.

7. Визначити плівковість за формулою:

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

де: $П$ – плівковість, %;

$M$ – маса плодових оболонок, г;

$M_1$ – маса вихідної наважки, г;

0,013 – інструментальна поправка приладу на втрати.

**Порядок аналізу ячменю**

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

Хід аналізу:

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

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

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

4. Плівки від кожної проби помістити в бюкси і сушити за температури 130ºС 40 хв. або за температури 105ºС 3 год. Одночасно висушують 12 підготовлених проб або

6 сортозразків. Під час оброблення оболонка втрачає в середньому 1/12 частину маси. Це враховують за обчислення.

5. Висушені плівки охолоджують в ексикаторі і зважують.

6. Паралельно визначають вологість наважки зерна, що аналізують.

Підрахунок проводять за формулою:

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

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

$M_1$ – маса висушених плівок (оболонок), г;

$M_2$ – маса 50 зерен ячменю в пробі, г.

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

Плівковість на абсолютно суху речовину обчислюють за формулою:

$$П_{а.р.} = \frac{П_п - 100}{100 - W},$$

де: $П_{а.р.}$ – плівковість на абсолютно суху речовину, %;

$W$ – вологість проби, %;

$П_п$ – плівковість на повітряно-сухе зерно.

**Порядок аналізу вівса**

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

**Порядок аналізу гороху**

Відокремлюють насінні оболонки вручну. Для виконання аналізу потрібно:

1. Очистити 2 проби насіння по 25 шт. кожна.

2. Замочити проби в дистильованій воді за температури близько 80ºС, щоб вода повністю вкривала насіння.

3. Через 1–1,5 години злити воду й обережно зняти препарувальною голкою насінну оболонку, намагаючись не відломити зародок.

4. Насінні оболонки й облущені сім'ядолі (по кожній пробі окремо) покласти в таровані бюкси і поставити в сушильну шафу, нагріту до температури 130ºС. Сушити до постійної маси: оболонки – 40–60 хв., сім'ядолі – 4–6 год.

5. Після охолодження в ексикаторі зважити оболонки і сім'ядолі.

Плівковість гороху (абсолютно сухого) обчислюють за формулою:

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

де: $П$ – плівковість гороху, %;

$M_1$ – маса насінних оболонок після сушіння, г;

$M_2$ – маса сім'ядолей після сушіння, г.

### 1.2.1 Визначення крупності та вирівняності зерна

Крупність і вирівняність за шириною і товщиною зерна круп'яних і зернобобових видів визначають за допомогою розсійників-класифікаторів різноманітної конструкції. Проби зерна просівають крізь набір штампованих сит з отворами різного розміру та форми. Розміри отворів сит зменшуються за величиною від верхніх до нижніх (табл. 17, 18).

Таблиця 17

**Набори сит для визначення крупності і вирівняності зерна**

| Види | Форма отворів сит | Розміри отворів сит (діаметр або ширина), мм | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Просо | видовжені (довжина 20 мм) | 2,0 | 1,9 | 1,8 | 1,7 | 1,6 | 1,5 | 1,4 | 1,2 |
| Гречка | круглі | 4,8 | 4,5 | 4,2 | 4,0 | 3,8 | 3,6 | 3,4 | 3,2 |
| Рис | –«»– | 4,0 | 3,8 | 3,0 | – | – | – | – | – |
| Кукурудза кремениста і зубовидна | –«»– | 10,0 | 9,0 | 8,0 | 7,0 | 6,5 | 6,0 | 5,5 | 5,0 |
| Кукурудза розлусна | –«»– | 5,0 | 4,5 | 4,0 | 3,5 | 3,0 | – | – | – |
| Горох | –«»– | 9,0 | 8,0 | 7,0 | 6,5 | 6,0 | 5,5 | 5,0 | – |
| Сочевиця | –«»– | 7,0 | 6,5 | 6,0 | 5,5 | 5,0 | 4,5 | 4,0 | 3,5 |
| Чина, нут, квасоля | –«»– | 10,0 | 9,0 | 8,0 | 7,0 | 6,5 | 6,0 | 5,5 | 5,0 |
| Ячмінь | видовжені (довжина 20 мм) | 2,8 | 2,5 | 2,2 | – | – | – | – | – |
| Овес | –«»– | 2,3 | 2,0 | 1,8 | – | – | – | – | – |

Таблиця 18

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

| Капронові, ОСТ 1746-71 | | Шовкові | | | | | | Металоткані | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| номер сита | розмір отворів, мкм | швейцарська система, № сита | полегшені ГОСТ 4403-91 | | швейцарська система, № сита | обважнені ГОСТ 4403-91 | | швейцарська система, № сита | ГОСТ 3924-74 і ГОСТ 6613-86 | |
| | | | номер сита | розмір отворів, мкм | | номер сита | розмір отворів, мкм | | номер сита | розмір отворів, мкм |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| – | – | – | 7 | 1250 | – | – | – | – | 1,25 | 1250 |
| – | – | – | – | – | 18 | 71 | 1150 | – | 1,2 | 1200 |
| 7 | 1093 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 8 | 1013 | | – | – | 22 | 80 | 1000 | – | 1 | 1000 |
| – | – | – | 9 | 900 | 24 | 90 | 900 | – | 09 | 900 |
| 9 | 874 | – | – | – | – | – | – | – | 085 | 850 |
| – | – | – | – | – | 26 | 100 | 800 | – | 08 | 800 |
| 10 | 763 | – | – | – | – | – | – | 30 | 075 | 750 |
| – | – | – | 11 | 710 | 30 | 110 | 710 | – | 07 | 700 |
| 11 | 677 | – | – | – | – | – | – | – | 067 | 670 |
| – | – | – | – | – | 32 | 120 | 630 | 36 | 063 | 630 |
| 12 | 596 | – | – | – | – | – | – | – | 060 | 600 |
| 13 | 619 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 14 | 564 | – | – | – | 34 | 130 | 560 | – | 056 | 560 |
| – | – | – | – | – | 36 | 140 | 530 | 40 | 053 | 530 |
| 15 | 517 | – | 15 | 500 | 40 | 150 | 500 | – | 05 | 500 |
| 16 | 475 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| – | – | – | – | – | 42 | 160 | 450 | – | 045 | 450 |
| 17 | 438 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 18 | 405 | 1 | 19 | 400 | 46 | 170 | 400 | | 042 | 420 |
| 19 | 420 | | – | – | – | – | – | 50 | 040 | 400 |
| 20 | 394 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 21 | 370 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| – | – | 2 | 21 | 360 | 50 | 190 | 360 | – | 0355 | 355 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 23 | 329 | 3 | 23 | 315 | 54 | 200 | 315 | – | 0315 | 315 |
| 25 | 294 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| – | – | 4 | 25 | 280 | 56 | 210, 230 | 280 | – | 028 | 280 |
| 27 | 264 | м | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 29 | 258 | 5 | 27 | 250 | 66 | 250 | 250 | – | 025 | 250 |
| 32 | 226 | – | – | – | – | – | – | – | 0224 | 224 |
| 35 | 219 | 6 | 29 | 220 | 72 | 280 | 220 | – | – | – |
| 38 | 200 | 7 | 32 | 200 | – | – | – | – | 02 | 200 |
| – | – |  | 35 | 180 | – | – | – | – | 018 | 180 |
| 43 | 165 | 8 | – | – | – | – | – | – | – | – |
| – | – | 9 | 38 | 160 | – | – | – | – | 016 | 160 |
| 46 | 156 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 49 | 143 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| – | – | 10 | 43 | 140 | – | – | – | – | 014 | 140 |
| 52 | 142 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 55 | 132 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 58 | 122 | 11 | 46 | 125 | – | – | – | – | 0125 | 125 |
| 61 | 114 | 14 | 55 | 110 | – | – | – | – | 0112 | 112 |
| 64 | 106 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 67 | 99 | 16 | 61 | 100 | – | – | – | – | 01 | 100 |
| 70 | 93 | 17 | 67 | 90 | – | – | – | – | 009 | 90 |
| 73 | 87 | – | – | – | – | – | – | – | – | – |
| 76 | 82 | 20 | 73 | 80 | – | – | – | – | 008 | 80 |
| – | – | 25 | 76 | 71 | – | – | – | – | 0071 | 71 |

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

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

Марка розсійника, величина наважки і час просіювання для різних культур наведено в таблиці 19.

Таблиця 19

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

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

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

1. Зважити пробу зерна. Всі види аналізують в одному повторенні, ячмінь – у двох.
2. Помістити наважку на верхнє сито набору, складеного відповідно до таблиці 17. Закрити розсійник кришкою, закріпити сита й увімкнути двигун.
3. По закінченні заданого часу розсійник зупинити (прилади з автоматичним пристроєм типу «КРЛ-1» зупиняються автоматично), зсипати по черзі у лоток схід з

кожного сита і зважити з точністю до 0,1 г. Прохід нижнього сита розраховують окремо, його відносять до відходів і на крупу не переробляють.

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

### 1.2.2 Визначення типового складу зерна круп'яних і зернобобових видів та аналіз зерна

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

Форму зерна і забарвлення квіткових плівок (насінних чи плодових оболонок) визначають візуально, співставляючи з еталонами зерна. Відповідно до діючих стандартів і ботанічних описів прийнято наступні визначення (табл. 20).

Таблиця 20

**Опис форми та забарвлення зерна**

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

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

Забарвлення насінних оболонок **квасолі** може бути однотонним: білим, червоним, коричневим, оливковим тощо (з відтінком від світлого до темного) чи з малюнком: темний малюнок на світлому фоні і навпаки. Відповідно до ГОСТ 7758-75 «Фасоль продовольственная. Технические условия» за формою насіння розрізняють 6 підтипів білої квасолі: бомба, перловка, овальна, змійка, рачки, лопата; чотири підтипи кольорової однотонної і два підтипи кольорової строкатої.

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

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

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

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

У робочих бланках аналізу вказують форму зерна, колір плівок, наявність чи відсутність остюків (табл. 20). Визначають уміст червоних, зелених і глютинозних зерен під час розбирання наважки лущеного рису, що залишилася після визначення плівковості (дві наважки обрушеного рису змішують і відбирають для аналізу 10 г). На розбірній дошці відокремлюють вручну всі червоні (червонувато-коричневі), зелені (всіх відтінків), крейдяні і глютинозні зерна, зважують окремо з точністю до 0,1 г і обчислюють їх уміст у відсотках до взятої наважки з точністю до 0,1.

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

Для визначення склоподібності з тієї самої наважки після перемішування відраховують поспіль 100 цілих зерен і розрізають кожне лезом бритви впоперек посередині. Відповідно до ГОСТ 10987-76 «Зерно. Методы определения стекловидности» зерна за характером розрізу відносять до однієї з трьох груп:

– склоподібне зерно – з повністю склоподібним ендоспермом;

– борошнисте зерно – з повністю борошнистим ендоспермом;

– частково склоподібне зерно – з частково борошнистим чи частково склоподібним ендоспермом.

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

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

**Порядок роботи.** З наважки, що залишилася після визначення плівковості, відраховують поспіль 20 ядер. Кожне ядро беруть пінцетом і затискають спочатку по осі найбільшого, а потім середнього розміру – між штифтом і основою спеціального мікрометра, який фіксує розмір у мм з точністю до 0,01. Обчислюють середню довжину і ширину ядер. Визначають відношення довжини до ширини. Результат записують з точністю до 0,1 %. Аналогічно вимірюють довжину і ширину зерен у квіткових плівках.

***Зерновий аналіз проса.*** Із проб проса, надісланих до лабораторії на технологічний аналіз, виділяють наважку зерна 50 г для аналізу. При цьому визначають форму зерна і забарвлення квіткових плівок (табл. 20).

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

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

Під час проведення аналізу можуть виникати сумніви щодо правильності віднесення того чи іншого ядра до пошкодженого, особливо, якщо воно забруднене. В цьому випадку наважку ядер кладуть на годинникове скло й наносять на нього 5–10 мл

96-градусного етилового спирту або денатурату. При цьому всі пошкоджені ділянки ядра миттєво темнішають, а здорові не змінюють свого жовтого забарвлення.

***Аналіз зерна гречки та вівса.*** Зерно, що залишилось у стаканчику після відбирання наважки на плівковість, не зважуючи, висипають на аркуш паперу й визначають форму та забарвлення відповідно до таблиці 20.

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

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

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

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

### 1.2.3 Методики визначення виходу крупів

Проби зерна круп'яних видів, що надходять до лабораторії, переробляють на лабораторних машинах на крупи, що відповідає вимогам державних стандартів на цей вид продукції. Переробляють за технологічними схемами, близькими до виробничих у відповідності з «Правилами организации и ведения технологического процесса на крупяных предприятиях» (Москва, 1981 р.). Завданням лабораторного перероблення зерна є отримання круп з найбільшим вмістом цілого ядра за найкращого оброблення його поверхні.

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

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

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

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

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

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

**Технологічна схема**

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

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

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

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

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

***Просо.*** З проса виробляють пшоно, що відповідає вимогам ГОСТ 572-60 «Крупа пшено шлифованное». Пшоно високої якості має бути яскраво-жовтого кольору, ендосперм склоподібної структури. Вміст пошкоджених ядер у крупах не має перевищувати 0,5 %, нелущених зерен – 0,4 %, кількість битих ядер – 1 %. Битими вважаються ядра, що проходять крізь дротяне сито № 056.

За оцінки якості сортів проса перевага надається сортам з крупним зерном округлої форми й середнім вмістом плівок. Таке зерно легко піддається переробці, дає високий вихід пшона.

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

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

**Технологічна схема**

1. Установити ємність для плівок із сітчастим дном і боковими стінками.
2. Засипати наважку проса 50 г у бункер-циклон і встановити його над лійкою лущильника.
3. Повернути ручку вимикача у положення «увімкнено». При цьому спалахує лампочка.
4. Установити важіль перемикача швидкостей лущильника в належне положення (одноразова операція).
5. Установити на реле часу тривалість, необхідну для лущення (60 с або більше, якщо погане зерно).
6. Натиснути кнопку «пуск», увімкнути електродвигун приводу вентиляторів.
7. Повернути ручку перемикача праворуч від нейтрального положення для увімкнення лущильника.
8. Підняти важіль перемикача «цикл» догори й відразу ж відпустити. Спалахує лампочка циклона, відкривається заслінка бункера-циклона.
9. По закінченні циклу лущення лампочка гасне. Бункер-циклон з наважкою лущеного проса встановити над засипною лійкою шліфувального поставу.
10. Через 3–5 с натиснути кнопку «стоп».
11. Установити замість ємності для плівок з сітчастими вікнами проміжну ємність (без дна).
12. Установити на реле часу тривалість, необхідну для шліфування проса (60–80 с).
13. Натиснути кнопку «пуск».
14. Повернути ручку перемикача ліворуч від нейтрального положення, вмикаючи шліфувальний постав.
15. Установити ручку перемикача «цикл» догори, через 2–3 с відпустити рукоятку.
16. Коли час циклу минає, заслінка автоматично закривається, двигун шліфувального поставу вмикається і пшоно збирається в бункері-циклоні.
17. Натиснути кнопку «стоп».
18. Повернути циклон у положення для вивантаження, вручну відкрити заслінку і вивантажити крупи у відповідну ємність.
19. Зважити крупи на технічних вагах з точністю до 0,01 г.
20. Аналогічно переробити другу наважку. Після перероблення двох наважок вивантажити полову зі збірника, зважити.

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

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

***Гречка.*** Гречані крупи мають відповідати вимогам ГОСТ 5550-74 «Крупа гречневая. Технические условия». Отриманий продукт складається з ядриці і проділу. Ядриця – це ядро гречки, звільнене від плодових оболонок, неколоте, яке не проходить крізь сито 1,6 × 20 мм. Проділ – частки розколотого у процесі перероблення ядра, що проходять крізь металоткане сито № 08. За оцінки якості сортів гречки перевага надається сортам з крупним вирівняним зерном.

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

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

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

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

**Технологічна схема**

1. Зважити пробу масою 500 г.
2. Установити на розсійнику «КРЛ-1» сита в порядку зменшення (за розміром), засипати наважку на верхнє сито, закрити розсійник кришкою й закріпити його з ситами.
3. Увімкнути розсійник на 8 хв.
4. Після сортування зняти кришку і зсипати зерно, починаючи з верхнього сита, окремо у відповідні ємності. Кожну фракцію окремо зважити і записати масу в робочий бланк.
5. Підготувати фракції зерна для лущення, дотримуючись наступних правил:

– якщо верхня фракція не перевищує 80 г, її слід з’єднати з наступною фракцією;
– схід із сита 4,2 мм переробляють завжди окремо;
– сходи з сит 4,0 і 3,8 мм об’єднують;
– об’єднують також сходи з сит 3,6 і 3,4 мм;
– схід із сита 3,2 мм лущать окремо.

6. Встановити поворотним лімбом робочий зазор «ЛВС-1» за розміром фракції.
7. Натиснути кнопку «пуск».

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

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

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

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

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

13. Зважити окремо ядрицю і проділ.

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

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

16. Зважити мучку й полову.

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

***Ячмінь круп'яний.*** У лабораторії виробляють перлові п'ятимірні крупи, що, відповідно до ГОСТ 5784-60 «Крупа ячменная. Технические условия», являє собою повністю звільнене від квіткових плівок і добре відшліфоване ядро.

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

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

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

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

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

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

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

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

**Технологічна схема**

1. Зважити дві проби зерна масою по 100 г.
2. Засипати наважку на верхнє сито розсійника Фогеля, закрити кришкою, закріпити бічні штанги, увімкнути розсійник на 5 хв.

3. Зважити схід із кожного з трьох сит і записати масу в грамах. Об'єднати сходи для перероблення. Якщо прохід нижнього сита складає понад 20 %, пробу вважають фуражною і на крупи не переробляють.

4. Установити на годинниковому механізмі голендера «Сатаки» час, необхідний для оброблення зерна, не менше 6 хв.

5. Увімкнути «пуск».

6. Засипати наважку зерна у приймальний бункер, відкрити заслінку й випустити зерно самопливом у робочу зону.

7. Після автоматичної зупинки двигуна голендера (зупинка вказує на те, що встановлений для оброблення час вже минув) вибрати мучку з двох бічних відсіків збірника готових продуктів.

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

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

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

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

Крім загального виходу круп визначають вихід кожного номера. Для цього крупи просіюють крізь набір сит (табл. 21).

Таблиця 21

**Розмір отворів сит для визначення виходу круп різних номерів**

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

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

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

***Овес.*** У лабораторних умовах із зерна вівса виробляють шліфовані крупи (без пропарювання). Ці крупи, відповідно до ГОСТ 3034-75 «Крупа овсяная. Технические условия», мають складатися з цілих, обов'язково шліфованих ядер вівса. Частка битих ядер не має перевищувати 1 %. Забарвлення круп залежить від забарвлення зовнішніх шарів ендосперму і має бути світлих відтінків, поверхня – злегка вкрита мучеллю. У процесі шліфування звільненого від квіткових оболонок ядра, у вівса з поверхні зерна, крім частин, які виділяють в інших круп'яних видів, видаляють ще волоски, які знижують засвоюваність крупи.

**Перероблення.** У вівса ядро еластичне, здатне витримувати більші механічні навантаження, ніж зерно інших круп'яних видів. Квіткові плівки щільно охоплюють ядро, хоч і не зростаються з ним. Спеціального лабораторного приладу для лущення вівса немає. Цей процес послідовно здійснюють на декількох машинах. У спеціально модифікованій

обійці зерно вівса піддають ударам і тертю об бичі й абразивну поверхню, що спричинює ніби зішкрібання квіткової плівки.

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

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

**Технологічна схема**

1. Взяти наважку масою 500 г.
2. Засипати наважку на верхнє сито розсійника для сортування вівса «ЯКТА К-294» («Петкус»), увімкнути розсійник в електромережу і сортувати зерно на фракції доти, доки кожна фракція не зійде по поверхні у призначений для цього короб.
3. Кожну східну фракцію зважити окремо. Прохід нижнього сита відносять до відходів.
4. Увімкнути в електромережу обійну машину, засипати в бункер одну чи дві об'єднані після сортування фракції. Одночасно увімкнути аспіратор для відокремлення лусок.
5. Повторити лущення без проміжного відбирання ядра двічі-тричі (залежно від міцності ендосперму).
6. Увімкнути в електромережу сепаратор «АЛА К-293» («Петкус») і налагодити подачу повітря таким чином, щоб забезпечити повне відвіювання лусок.
7. Засипати змішаний продукт у бункер сепаратора, відрегулювати швидкість подачі суміші направляючим лотком у робочу камеру. Після відвіювання всіх плівок, що залишилися після лущення, зібрати окремо плівки й суміш обрушених та необрушених зерен.
8. Увімкнути трієр «РОТА К-292» («Петкус») в електромережу та засипати суміш обрушених і необрушених зерен у приймальний бункер. Після розділення чисте ядро залишити в накопичувальній ємності, необрушене – спрямувати на повторне лущення до повного відокремлення квіткових плівок. Кілька необрушених зерен, що залишились від крупнішої фракції (масою 10 г), можна приєднати для лущення до дрібнішої. Залишок дрібних необрушених зерен зважити й віднести до відходів.
9. Отримане після всіх пропусків крізь обійку чисте ядро зважити.
10. Увімкнути машину для шліфування вівсяного ядра «УЛШ-1» в електромережу тумблером «вмикання» (спалахує лампочка); встановити на реле часу тривалість лущення (120–180 с).
11. Засипати все отримане ядро у приймальний бункер, закрити кришкою з ущільненням; увімкнути послідовно тумблери «пуск», «цикл». Після вмикання тумблера «цикл» сигнальна лампочка гасне.
12. Після закінчення циклу (сигнал спалахує) вимкнути машину, потім знову увімкнути на 10–15 с.
13. Вивантажити шліфовані крупи з бункера, пропустити крізь аспіратор і зважити.
14. За різницею маси в п. 9 і п. 13 обчислити вихід мучки, який повинен складати близько 10 % від виходу круп.
15. Відсіяти дроблені крупи крізь сито з отворами діаметром 1 мм, зважити.
16. Після перероблення кожної проби зібрати всю полову (з аспіратора обійки й сепаратора) і зважити.
17. Після закінчення аналізів (наприкінці робочого дня) очистити шліфувальну машину від мучки – всередині йоржиком, зовні – щіткою.

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

***Горох.*** Із насіння гороху в лабораторії отримують крупи, що відповідають вимогам ГОСТ 6201-68 «Горох шлифованный. Технические условия». Після перероблення наважка містить два види готового продукту: горох цілий лущений полірований з нерозділеними сім'ядолями та горох колотий лущений полірований, що являє собою півсфери сім'ядолей чи їхні крупні частки. Їхній вихід вираховують окремо. Нелущеного зерна повинно бути не більше 3 % чи 10 шт. у наважці 100 г. Крім лущеного гороху за перероблення отримують плівки (насінні оболонки) та кормові відходи: подрібнений горох – прохід крізь сито з отворами діаметром 3 мм, схід із сит з отворами діаметром 1,5 мм; січку – частинки, що проходять крізь сито з отворами 1,5 мм, але затримуються на ситі з отворами 1,0 мм, а також – мучку, що складає прохід крізь сито з отворами 1,0 мм. Січка і мучка мають бути повністю видалені з цілого і розколотого гороху, подрібненого допускається щонайбільше 0,1 % у цілому й 1 % у колотому горосі.

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

**Технологічна схема**

1. Зважити дві проби зерна масою по 100 г.
2. Перевести тумблер приладу «ЛШЯ-2» у положення «робота» і помістити наважку в бункер.
3. На шкалі реле часу встановити необхідну тривалість оброблення, яку визначають дослідним шляхом за стандартними сортами: для крупнозерного гороху 90–115 с, для дрібнозерних сортів 120–180 с.
4. Натисканням на важіль увімкнути двигун приладу, при цьому наважка переміщується в робочу зону.
5. Коли заданий час минає, двигун автоматично вимикається, оброблення закінчується.
6. За допомогою ручки перемістити ротор у крайнє верхнє положення і встановити тумблер у положення «розвантаження». Під дією власної ваги наважка повністю вивантажується з камери у підставлену ємкість.
7. Обрушене зерно в суміші з плівками помістити в набір сит: верхнє з продовгуватими отворами 4,0 × 20 мм, два середніх – з круглими діаметром 3,0 і 1,5 мм, нижнє – дно. Крупні частини оболонок, що перебувають на верхньому ситі, розім'яти пальцями, щоб вони пройшли крізь сито.
8. Схід з сита 4,0 × 20 мм – цілий лущений полірований горох – зважити.
9. Схід з сита 3,0 – суміш розколотого лущеного полірованого гороху й оболонок – пропустити крізь сепаратор «АЛА К-293» для відокремлення лусок. Увімкнути сепаратор в електромережу, засипати наважку у приймальний лоток, відрегулювати тягу на відсмоктування оболонок; після проходження всієї наважки крізь аспіраційну колонку вимкнути прилад, висипати зі збірників і зважити окремо оболонки і крупи.
10. Після закінчення аналізів за весь день вибрати мучку та січку з мішка-збірника, закріпленого на аспіраторній установці «ЛШЯ-2». Зважити весь продукт, отриманий за робочий день, і розділити на кількість проаналізованих наважок – для визначення середнього показника виходу борошна та січки. Якщо він перевищує 10 %, слід відрегулювати прилад чи зменшити експозицію оброблення.

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

### 1.2.4 Оцінка товарної якості крупів

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

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

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

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

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

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

Для визначення вмісту пошкодженого ядра у крупах розбирають наважку 10 г і відокремлюють усі пошкоджені ядра. До пошкоджених відносять ядра зі зміненим забарвленням ендосперму, зважують їх і обчислюють вміст у відсотках.

Контроль пошкодженого ядра у крупах здійснюють так само, як і зерна під плівками.

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

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

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

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

**Хід аналізу**

1. З точністю до 0,01 г зважити на технічних вагах наважку круп масою 100 г.
2. Помістити наважку на сито розсійника «КРЛ-1» з діаметром отворів 3,8 мм, під ним розмістити днище розсійника. Укомплектувати розсійник нижче днища будь-якими ситами, закрити кришкою і здійснити сортування протягом 3 хв.
3. Зсипати східну фракцію в лоток і зважити, розрахувати відсоток з точністю до 0,1.

### 1.2.5 Кулінарна оцінка крупів і зерна бобових видів

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

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

**Хід аналізу**

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

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

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

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

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

Деяку особливість має готування рису. Наважку рису 50 г поміщають у циліндр з 90 $см^3$ киплячої води. За 10 хв. до закінчення варіння доливають ще 10 $см^3$ води, але холодної (10–16°С). Це додає каші більшої розсипчатості.

Залежно від виду крупів варіння триває 40–180 хв. (табл. 22). Готовність установлюють органолептично.

Таблиця 22

**Дозування води й орієнтовна тривалість варіння різних видів крупів**

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

**Визначення коефіцієнта розварювання крупів (за об'ємом).** Підготовлену до варіння пробу занурюють у вимірювальний циліндр, у який налито 100 $см^3$ води кімнатної температури (18–20°С). За різницею рівнів води до і після засипання крупів визначають її об'єм до варіння.

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

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

Коефіцієнт розварювання ($К_р$) обчислюють за формулою:

$$К_р = \frac{V_к}{V_{кр}},$$

де: $V_к$ – об'єм каші, $см^3$;

$V_{кр}$ – об'єм крупи до варіння, $см^3$.

Для зручності визначення коефіцієнтів розварювання запропоновано таблиці, в яких певні значення коефіцієнтів відповідають висоті незаповненої частини циліндра, в якому варилася каша (табл. 23, 24, 25).

Таблиця 23

**Визначення коефіцієнта розварювання перлових крупів, пшона і рису**

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

Таблиця 24

**Визначення коефіцієнта розварювання вівса**

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

Таблиця 25

**Визначення коефіцієнта розварювання вівса**

| Об'єм крупів, $см^3$ | Відстань від краю циліндра до поверхні каші, см | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 3,0 | 3,1 | 3,2 | 3,3 | 3,4 | 3,5 | 3,6 | 3,7 | 3,8 |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| 60 | 3,1 | 3,1 | 3,0 | 3,0 | 2,9 | 2,8 | 2,8 | 2,7 | 2,6 |
| 62 | 3,1 | 3,0 | 3,0 | 2,9 | 2,8 | 2,8 | 2,7 | 2,6 | 2,6 |
| 63 | 3,0 | 2,9 | 2,9 | 2,8 | 2,7 | 2,7 | 2,6 | 2,6 | 2,5 |
| 64 | 2,9 | 2,9 | 2,8 | 2,8 | 2,7 | 2,6 | 2,6 | 2,5 | 2,4 |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 65 | 2,9 | 2,8 | 2,8 | 2,7 | 2,7 | 2,6 | 2,5 | 2,5 | 2,4 |
| 66 | 2,8 | 2,8 | 2,7 | 2,7 | 2,6 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,4 |
| 67 | 2,8 | 2,8 | 2,7 | 2,6 | 2,6 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,4 |
| 68 | 2,7 | 2,7 | 2,7 | 2,6 | 2,5 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,3 |
| 69 | 2,7 | 2,7 | 2,6 | 2,6 | 2,5 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,2 |
| 70 | 2,7 | 2,6 | 2,6 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,2 |
| 71 | 2,6 | 2,6 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,3 | 2,3 | 2,2 | 2,2 |
| 72 | 2,6 | 2,5 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,3 | 2,3 | 2,2 | 2,2 |
| 73 | 2,6 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,3 | 2,2 | 2,2 |
| 74 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,2 | 2,2 | 2,1 | 2,1 |
| 75 | 2,5 | 2,5 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,2 | 2,2 | 2,1 | 2,1 |
| 76 | 2,5 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,2 | 2,2 | 2,2 | 2,1 | 2,1 |
| 77 | 2,4 | 2,4 | 2,4 | 2,3 | 2,2 | 2,2 | 2,1 | 2,0 | 2,0 |
| 78 | 2,4 | 2,3 | 2,3 | 2,3 | 2,2 | 2,2 | 2,1 | 2,0 | 2,0 |
| 79 | 2,4 | 2,3 | 2,3 | 2,2 | 2,1 | 2,1 | 2,1 | 2,0 | 2,0 |
| 80 | 2,4 | 2,3 | 2,3 | 2,2 | 2,1 | 2,1 | 2,0 | 2,0 | 2,0 |

Коефіцієнти розварювання крупів перебувають у таких межах:

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

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

Коефіцієнт розварювання зерна перебуває в таких межах:

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

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

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

Спеціалісту, що аналізує крупи на кулінарні якості, належить добре уявляти собі кольори та відтінки, якими характеризується той чи інший вид каші. Для полегшення підрахунків середніх показників (табл. 26) забарвлення каші слід записувати в робочі бланки в балах.

Таблиця 26

**Оцінка забарвлення каші, бал**

| Вид каші | Забарвлення | Бали |
|---|---|---|
| **1** | **2** | **3** |
| Пшоняна | Яскраво-жовте | 9 |
| | Жовте | 7 |
| | Світло-жовте | 5 |
| | Кремове, світло-кремове із сірим відтінком (чи без нього) | 3 |
| | Сіре, змінене у результаті пошкодження ядер | 1 |

| 1 | 2 | 3 |
|---|---|---|
| Рисова | Біле чи біле з кремовим відтінком | 9 |
| | Світло-кремове | 7 |
| | Кремове | 5 |
| | Кремове із сірим відтінком | 3 |
| | Сіре, що характеризує продукт як непридатний для їжі | 1 |
| Гречана | Світло-коричневе | 9 |
| | Коричневе | 7 |
| | Коричневе з ліловим відтінком | 5 |
| | Лілове | 3 |
| | Забарвлення, що відрізняється від нормального, характерного для гречаної каші | 1 |
| Вівсяна | Світло-коричневе | 9 |
| | Кремове, кремове з коричневим відтінком | 7 |
| | Кремове з коричневим відтінком | 5 |
| | Коричневе, світло-коричневе, сіре | 3 |
| | Забарвлення, що відрізняється від нормального, характерного для вівсяної каші | 1 |
| Перлова | Світло-кремове (із жовтуватим відтінком чи без нього) | 9 |
| | Кремове, кремове з коричневим відтінком | 7 |
| | Кремове з коричневим відтінком | 5 |
| | Коричневе, сіре | 3 |
| | Забарвлення, що відрізняється від нормального, характерного для перлової каші | 1 |

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

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

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

Зварене зерно кладуть на шовкове сито для видалення надлишків води, потім викладають на тарілку, охолоджують і зважують з точністю до 0,1 г.

Після зважування органолептично оцінюють забарвлення, смак, розварювання.

Забарвлення звареного зерна характеризують за тими ж показниками, що й сухого.

Смак оцінюють за дев'ятибаловою шкалою. Найвищу оцінку (9) дають пробам із приємним, злегка солодкуватим (горох) смаком, характерним для кожного виду, ніжною борошнистою чи маслянистою (квасоля) консистенцією, без сторонніх присмаків і запахів. За наявності сторонніх присмаків і запахів слабкої інтенсивності (присмак сирого турнепсу, неприємний запах тощо) оцінка знижується на один бал, за сильніших присмаків і запахів, а також наявності твердого, погано розвареного зерна вона може бути знижена на 2–3 бали.

Одночасно з оцінкою смаку за дегустації проби визначають її *розварювання*. Рівномірне розварювання має проба, в якій щонайменше 95 % зерна має м'яку консистенцію, легко розжовується і зберігає цілісність до моменту готовності. В іншому випадку розварювання вважається нерівномірним.

### 1.2.6 Визначення екстрактивності зерна ячменю

Оцінюють екстрактивність зерна дослідних сортів ячменю наступним чином.

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

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

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

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

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

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

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

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

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

*Наступного дня аналізу*:

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

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

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

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

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

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

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

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

де: $l$ – відсоток екстракту в фільтраті за масою;

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

$W$ – вміст вологи в ячмені, %.

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

$$Å_2 = \frac{Å_1 \times 100}{100 - W}\%$$

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

### 1.2.7 Визначення енергії проростання і здатності до проростання зерна пивоварного ячменю

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

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

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

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

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

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

$$X = \frac{100 \times A}{500}\%,$$

де: $A$ – кількість пророслих зерен у пробі.

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

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

де: $E_п$ – енергія проростання;

$З_п$ – здатність до проростання.

$E_п$ і $З_п$ по сорту підраховують як середнє арифметичне з результатів двох визначень.

Результати $E_п$ і $З_п$ заокруглюють до 1 %, у нашому прикладі: $E_п$ = 94 %, $З_п$ = 96 %.

Відповідно до ГОСТ 10968-88 «Зерно. Методы определения энергии прорастания и способности прорастания», розходження між двома паралельними визначеннями допускаються у відсотках не більше:

5 – за середньої арифметичної величини 90 % і вище;

7 – за середньої арифметичної величини нижче 90 %.

## Частина 2. Хімічний аналіз рослинної продукції

### 2.1 Зернові та зернобобові види. Кукурудза на зерно

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

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

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

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

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

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

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

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

### 2.1.1 Визначення загального азоту

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

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

*Реактиви:*

1. Сірчана кислота концентрована (густина 1,84 г/см$^3$), яка не містить аміаку.
2. Янтарна кислота, хімічно чиста.
3. Селен металічний.
4. Мідь сірчанокисла.
5. Калій сірчанокислий.
6. Натронне вапно гранульоване.
7. Метиловий червоний – 0,02 г індикатора розчиняють у 100 мл 60 % (краще 96 %) етилового спирту.
8. *Комбінований індикатор*. Змішують 100 мл розчину метилового червоного (1 г метилового червоного розчиняють у 750 мл 96 % етилового спирту) і 50 мл розчину метиленового синього (1 г метиленового синього розчиняють у 800 мл 96 % спирту). В кислому розчині індикатор дає червоно-фіолетове забарвлення, в лужному – зелене. В перехідній стадії, за pH 5,5 індикатор безбарвний. Його зберігають у темній склянці. Комбінованим індикатором зручно користуватися у випадку титрування за електричного освітлення.
9. *0,1 Н розчин сірчаної кислоти*. 2,8 мл хімічно чистої концентрованої кислоти (густиною 1,84 г/см$^3$) беруть автоматичною піпеткою чи мірним циліндром, вливають у колбу ємністю 1 л з налитою до половини дистильованою водою й доводять до мітки

водою. Для приготування кількох літрів розчину сірчаної кислоти об'єм води відповідно збільшують. Розчин ретельно перемішують. Приготований розчин не буде точно 0,1 Н, але його титр визначати не потрібно.

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

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

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

*Визначення титру 0,1 Н розчину їдкого натрію*

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

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

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

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

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

Із 3–4 визначень беруть середнє.

*Обчислення 0,1 Н розчину їдкого натрію за азотом*

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

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

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

11. *Розчин їдкого натрію густиною 1,26–1,28 г/см$^3$*. 1 кг їдкого натрію розчиняють у 3 л дистильованої води, фільтрують крізь кілька шарів марлі та крізь скляну вату, охолоджують до кімнатної температури й перевіряють питому масу аерометром. За

розчинення лугу відбувається сильне нагрівання, тому його спочатку розчиняють у фарфоровій ступці, безперервно обережно помішуючи товстою скляною паличкою.

12. *Реактив Несслера*. 17 г хлорної ртуті розчиняють у 300 мл дистильованої води у хімічному стакані ємністю близько 0,5 $см^3$; 35 г йодистого калію розчиняють у 100 мл дистильованої води й переливають у склянку ємністю близько 1,5 л з міткою 1 л. Потім потроху вливають перший розчин до другого, доки утворений при цьому червоний осад йодистої ртуті перестане розчинятися. Переливаючи 20 %-ий розчин їдкого натрію, об'єм отриманого реактиву доводять до одного літра, додають розчин хлорної ртуті у склянку, доки знову з'явиться незникаючий осад.

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

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

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

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

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

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

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

Пробу, яка міститься в бюксі, висушують у термостаті чи сушильній шафі за температури 100–105°С протягом 4 год. і охолоджують в ексикаторі, нижнє відділення якого заповнене шматочками прожареного хлористого кальцію чи концентрованою

сірчаною кислотою на одну третину його глибини. Наважку близько 0,50–0,75 г беруть вузькою металевою ложечкою з бюкса (ретельно перемішуючи його вміст) на лоточок, вирізаний із пергаментного паперу, підігнаний за масою до 150–200 мг. За допомогою довгого пінцета лоточок із наважкою вводять у суху колбу Кьєльдаля й висипають наважку на дно.

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

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

Одночасно беруть наважку для визначення вологості.

У колбу з наважкою дозатором приливають 10 мл концентрованої сірчаної кислоти (приблизно 12 мл на 1 г речовини). Суміші дають деякий час постояти, коливаючи й повертаючи колбу, щоб наважка рівномірно змочилась кислотою і обвуглилась, потім міркою додають близько 0,7 г каталізатора, прикриваючи колбу легким (пустим усередині) скляним корком або невеликою скляною лійкою, її ставлять у витяжну шафу на електричну плитку (колбонагрівач, газовий пальник або інший нагрівальний прилад). Щоб запобігти втрат розчину від поштовхів під час кипіння, колба весь час має бути нахиленою. Слід мати на увазі, що за бурхливого кипіння і тривалого спалювання речовини з сірчаною кислотою у присутності селену, який входить до складу каталізатора, можливі втрати молекулярного азоту.

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

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

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

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

За аналізів відганяють аміак у тій самій колбі Кьєльдаля, в якій спалюють органічну речовину. Використовують колби на 250–500 мл. Якщо в лабораторії є колби Кьєльдаля меншого розміру (але не менше, ніж на 100 мл), спалюють у них, а відгонку роблять у великих. Для відгонки можна також користуватися плоскодонними або круглодонними колбами з термостійкого скла на 500–700 мл. Після переливання рідини з малої колби Кьєльдаля в іншу (більшу), меншу колбу споліскують 5–6 разів невеликими порціями дистильованої води, зливаючи їх у відгінну колбу; загальний об’єм рідини (з урахуванням лугу, який приливається) не повинен перевищувати 200–300 мл. Для запобігання поштовхів від кипіння в колбу додають кілька шматочків промитої і прожареної пемзи або кілька скляних капілярів чи намистинок.

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

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

Колбу Кьєльдаля ставлять на нагрівальний прилад перегінного апарату і щільно закривають корком, обладнаним краплевловлювачем і спеціальною лійкою; через воронку в колбу обережно приливають 40 мл їдкого натрію (густиною 1,26–1,28 г/см$^3$). Якщо для спалювання органічної речовини було взято понад 10 мл концентрованої сірчаної кислоти, то кількість лугу відповідно збільшують.

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

Слід мати на увазі, що концентрованого лугу до колби для відгонки приливають у 4 рази більше, ніж було взято концентрованої сірчаної кислоти за спалювання. Коли весь луг із воронки потрапить у колбу, швидко затискують гвинтовим затискувачем ризову трубку або закривають притертий кран, що з'єднує воронку зі скляною трубкою, яка міститься всередині колби. Вміст колби обов'язково збовтують. Нагрівання вмісту колби без збовтування може призвести до вибуху. В холодильник пускають воду. Вмикають нагрівальний прилад. За нормального кипіння через 15–20 хв. відганяється приблизно 70–90 % всього аміаку. Тому після закінчення вказаних строків (за бурхливого кипіння) кінець холодильника виймають із розчину сірчаної кислоти (але не з колби), після цього кип'ятіння триває. Нагрівальний прилад вмикають, коли в колбі для відгону залишається не більше 1/3 початкового об'єму рідини.

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

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

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

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

Після відгонки аміаку воронки перегінного апарату промивають гарячою водою.

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

**Обчислення результатів аналізу.** Для спрощення підрахунків титр розчину лугу виражають у мг азоту, а також установлюють співвідношення об'ємів титрованих розчинів

кислоти й лугу за реакції нейтралізації. Для визначення цього співвідношення 20, 30, 40 і 50 мл (залежно від об'єму кислоти у прийомній колбі) приблизно 0,1 Н розчину сірчаної кислоти титрують розчином їдкого натрію (з відомим титром) із тим же індикатором, що і за визначення азоту. Розрахунок проводять за формулою:

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

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

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

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

$H$ – наважка абсолютно сухої речовини (мг), взятої на аналіз.

*Приклад розрахунку*: наважка подрібненого зерна 740 мг. На 20 мл розчину 0,1 Н сірчаної кислоти, налитої у прийомну колбу, витрачено 20,6 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію. На титрування сірчаної кислоти, яка не вступила в реакцію, витрачено 5,2 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію, виходить 20,6 – 5,2 = 15,4 мл розчину 0,1 Н їдкого натрію відповідають азоту відігнаного аміаку. Титр 0,1 Н розчину їдкого натрію за азотом дорівнює, наприклад, 1,32 мл, при цьому:

$$\% \text{ азоту} = \frac{1{,}32(20{,}6 - 5{,}2) \times 100}{740} = 2{,}75.$$

**Контрольний дослід.** За спалювання органічної речовини та відгонки аміаку часто використовують недостатньо чисті реактиви, тому слід вносити поправку для кожної нової партії реактивів, які використовують, визначаючи у них уміст азоту, мг. Для цього проводять контрольне спалювання без наважки речовини, відгонку та інші операції з тією ж кількістю реактивів, які застосовують за проведення аналізу.

Отриману кількість азоту в реактивах обчислюють за кількістю азоту в наважці досліджуваної речовини. Записи ведуть у формі (табл. 27).

Приклад розрахунку поправки на реактиви: на титрування 20 мл розчину 0,1 Н сірчаної кислоти, налитої в прийомну колбу, використано 20,6 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію. Для титрування сірчаної кислоти, яка не вступила в реакцію, пішло 20,35 мл 0,1 Н розчину їдкого натрію (середнє з трьох визначень), тоді 20,6 – 20,35 = 0,25 мл розчину їдкого натрію відповідає азоту відігнаного аміаку. Титр 0,1 Н їдкого натрію по азоту дорівнює, наприклад, 1,32 мг, поправка на реактиви дорівнює 1,32 × 0,25 = 0,33 мг азоту. Наведений раніше розрахунок з урахуванням поправки на реактиви, набирає такого вигляду: азоту (мг) у наважці = 1,32 × (20,6 – 5,2) – 0,33 = 20;

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

Розходження в кількості азоту між паралельними визначеннями не мають перевищувати 2 %, якщо знайдений відсоток азоту прийняти за 100. Таким чином, за вмісту 3 % азоту в речовині розходження між паралельними визначеннями має бути не більше 0,06 %, а при 6 % – 0,12 тощо.

Для кожної проби беруть середнє із двох паралельних визначень азоту й обчислюють відсоток білка (сирого протеїну), перемножуючи на відповідний коефіцієнт залежно від виду рослин: 5,7 для пшениці, жита, вівса, ячменю (крім пивоварного) і 6,25 – для всіх інших зернових, пивоварного ячменю та зернобобових.

Таблиця 27

**Форма лабораторного журналу**

| Назва сорту (код) | Номер колби | Маса, мг | | | Кількість сірчаної кислоти у прийомній колбі, мл | Кількість їдкого натрію, витраченого на титрування кислоти, мл | | Різниця між титруваннями, мл | Титр 0,1 Н розчину їдкого натрію за азотом, мг | Вміст азоту в наважці, мг | Поправка на реактиви, мг азоту | Вміст азоту в наважці за різницею поправки, мг | % до абсолютно сухої речовини | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | лоточка | лоточка з наважкою | наважки | | за встановлення співвідношення | після відгонки | | | | | | азоту | білка |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** | **12** | **13** | **14** | **15** |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | | | | | | |

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

Ця методика призначена для визначення вмісту масової частки сирого протеїну в зерні, макусі, шроті, гірчичному порошку, які одержують за перероблення олійних видів, а також поширюється на широкий асортимент проб, до складу яких входить азот.

Під «сирим протеїном» розуміють сумарну кількість азоту, який визначають методом Кьєльдаля з подальшим перерахунком на білок. Метод включає три основні етапи: дигерування, дистиляцію та титрування.

**Суть методу.** Визначення вмісту азоту ґрунтується на дигеруванні органічної речовини сірчаною кислотою у присутності каталізатора.

Весь вивільнений при цьому азот переходить у сульфат амонію $(NH_4)_2SO_4$. Останній у лужному середовищі виділяє аміак, який у результаті парової дистиляції відганяється у прийомну колбу з борною кислотою та змішаними індикаторними добавками.

Заключною процедурою вимірювання є титрування з використанням стандартного розчину кислоти та завершенням процесу за зміною забарвлення індикатора.

За кількістю аміаку визначають уміст азоту. Множенням знайденої кількості азоту на відповідний коефіцієнт розраховують уміст білка (сирого протеїну).

**Підготовка проби для проведення визначення**. Проби зерна (20–50 г) розмелюють на млинку «Циклотек» (ø сита 0,8–1,0 мм), висушують у сушильній шафі протягом 4 год. за температури 100–105ºС. Охолоджують в ексикаторі, нижній відділ якого заповнений шматочками прожареного хлористого кальцію.

Наважки беруть на аналітичних або торзійних вагах у двократній повторності. У пробірки з наважками додають близько 0,7 г каталізатора і 12 мл концентрованої сірчаної кислоти на 1 г досліджуваної речовини.

Суміші дають деякий час постояти, щоб наважка рівномірно просякла кислотою.

Спалюють проби на приладі для спалювання за Кьєльдалем виробництва фірми «Tecator» – дигестері зі вмонтованим терморегулятором і центровим дисплеєм.

Пробірки вставляють у гнізда дигестера, накривають секційною кришкою з витяжним пристроєм у комплекті з водяним аспіратором, закривають тепловими заслінками.

Спалюють за температури $420 \pm 10$ºС протягом 2–3 год. (залежно від умісту протеїну у пробах) до появи чистого (без жовтого відтінку) зелено-блакитного забарвлення, яке зникає після охолодження (за використання пігулок Кьєльтабз блакитний колір після охолодження не зникає).

Слід звернути увагу на те, що на початковій стадії дигерування, коли проходить бурхливе виділення газоподібних продуктів унаслідок високої швидкості реакції з кислотою, перші 5–10 хв. витяжний блок має працювати в режимі максимальної швидкості струменя води. Потім витрати води слід зменшити (1,5 л/хв.), щоб на наступних етапах дигерування пари кислоти залишалися у пробірках. Для мінімалізації випаровування кислоти в довкілля важливо знизити ступінь аспірації до потрібного рівня.

Крім того, за тривалого спалювання та бурхливого кипіння речовини з сірчаною кислотою у присутності селену, який входить до складу каталізатора, можливі втрати молекулярного азоту.

Спалені проби охолоджують до 50ºС, корки споліскують дистильованою водою і в пробірки додають ще приблизно по 60 мл дистильованої води, після цього проба готова для визначення.

Корки на секційній кришці миють спочатку звичайною водою, споліскують дистильованою, злегка підсушують і накривають наступну партію пробірок.

*Хімічні реактиви:* кислота сірчана, х.ч., густина 1,84 г/см$^3$; кислота соляна, х.ч., фіксанали 0,1 Н; вода дистильована; натрію гідроксид, х.ч.; мідь сірчанокисла, х.ч.; калій сірчанокислий, х.ч.; селен металічний; кислота борна, х.ч.; бромкрезоловий зелений; метиловий червоний, х.ч.; спирт етиловий ректифікований.

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

1. Приготування 0,1 Н розчину соляної кислоти. 0,1 Н розчин кислоти соляної готують із фіксаліну.

2. Приготування 40 % розчину натрію гідроксиду. Зважують 400 ± 0,001 г лугу, переносять у фарфоровий стакан, поступово додають 600 см$^3$ дистильованої води, суміш постійно перемішують скляною паличкою. Коли розчин охолоне (до 40–50°С), його переливають у робочий бутель ємністю 10 л і готують наступну порцію розчину лугу.

3. Приготування каталізатора. Зважують 2 ± 0,001 г металічного селену, наважку переносять у ступку й розтирають її до стану порошку. Потім зважують 10 ± 0,001 г сірчанокислої міді і 100 ± 0,001 г сірчанокислого натрію. Ці наважки переносять у ступку з розтертим селеном. Суміш ретельно перемішують, розтирають, просіюють через сито (ø 0,5 мм). Одержаний каталізатор зберігають у скляному посуді з притертим корком. Можна користуватися каталізатором фірми «Tecator» – таблетками Кьєльтабз.

4. Приготування 0,1 % розчину бромкрезолового зеленого. У скляний стаканчик (на 100 мл) переносять наважку 0,1 ± 0,001 г індикатора бромкрезолового зеленого, додають 50 мл етилового спирту, перемішують скляною паличкою до повного розчинення індикатора. Розчин із стаканчика переносять у мірну колбу ємністю 100 мл. Стаканчик споліскують спиртом і знову розбавлений розчин переносять у колбу; об'єм мірної колби доводять спиртом до мітки.

5. Приготування метилового червоного. Розчин метилового червоного готують так само, як і розчин бромкрезолового зеленого (див. п. 4), тільки замість бромкрезолового зеленого береться наважка 0,1 ± 0,001 г метилового червоного.

6. Приготування розчину борної кислоти з індикаторами. Зважують 100 ± 0,001 г борної кислоти. Наважку переносять у бутель на 10 л. Перед цим 10 л дистильованої води кип'ятять протягом 15 хв. У бутель з борною кислотою додають 5–6 л гарячої (70ºС) дистильованої води й ретельно перемішують до повного розчинення наважки. Потім додають 100 мл 0,1 % розчину бромкрезолового зеленого та 70 мл 0,1 % розчину метилового червоного. Розчин у бутлі доводять до мітки, перемішують.

*Коригування.* Коригують 1 % борну кислоту за такою методикою. У прийомну колбу з бутля відбирають 25 мл розчину борної кислоти, додають 100 мл дистильованої води. Якщо розчин у колбі червоного забарвлення, його титрують 0,1 Н розчином гідроксиду натрію до нейтрального сірого забарвлення. Підраховують об'єм розчину гідроксиду натрію, потрібного для коригування розчину борної кислоти в бутлі на 10 л за формулою: кількість 0,1 Н лугу = кількості мл титранту × 40. Додають знайдену кількість лугу до розчину борної кислоти, ретельно перемішують. Готовий до використання розчин борної кислоти з індикатором має бути темно-зеленого забарвлення.

Для досягнення точних результатів аналізу на вміст у пробах азоту, протеїну слід бути абсолютно впевненим у правильній концентрації соляної кислоти (HCl), тому що це може призвести до грубих помилок.

Як стандартну речовину за визначення концентрації титранту використовують натрію карбонат. Приблизно 10 г безводного карбонату натрію ($Na_2CO_3$) висушують протягом 2 годин за 200ºС. Після охолодження в ексикаторі зважують 0,4 г стандартної речовини на аналітичних вагах. Наважку ($W_1$) переносять у прийомну колбу, додають 40 мл дистильованої води та 10 крапель змішаного індикатора (0,1 г бромкрезолового зеленого та 0,1 г метилового червоного в 100 мл етанолу). Титрують до рожевого забарвлення. Кількість використаних см$^3$ – $A_1$. Прокип'ятити цей розчин протягом декількох хвилин, швидко охолодити водогінною водою до кімнатної температури. Продовжують титрування до наступної зміни забарвлення на рожеве (об'єм $A_2$), процедуру повторюють ще раз (об'єм $A_3$).

$$M = \frac{18{,}870 \times W_1}{A_1 + A_2 + A_3}, \text{ де: } M \text{ – молярність.}$$

Концентрація має бути визначена з точністю до четвертого знаку після коми, наприклад 0,1000 М.

Карбонат натрію зберігають в ексикаторі, у скляному посуді з притертим корком.

*Дистиляція.* Для перевірки рівня відновлення дистиляційного блоку використовують стандартну речовину – сульфат амонію $(NH_4)_2SO_4$ з чистотою щонайменше 99,5 %, молекулярною масою – 132,14 г/моль. Висушений протягом 4 год. за температури 102ºС сульфат амонію зберігають в ексикаторі, % азоту в сульфаті амонію (99,5 %) = 21,09.

Дистилюють у пробірці 0,15 г сульфату амонію.

$$\%азоту = \frac{(мл - контроль \times N \times 0{,}401)}{грамзразку},$$

де: $N$ – нормальність титранту з точністю до четвертого знаку після коми.

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

За використання солі амонію з іншим ступенем чистоти, наведені вище розрахунки слід скоригувати.

***Прилади та обладнання.*** Шафа витяжна; шафа сушильна електрична з регулюванням та підтримкою температури (100–105ºС); ваги лабораторні ІІ-го класу точності, з найбільшою межею зважування 200 г, або інші ваги того ж класу точності; електроплитка побутова; термометр контактний з рухомими робочими контактами типу «ТПК-4П-163» 450–500ºС; млинок лабораторний «ЛМЗ» або іншого типу з числом обертів не менше 5000 об/хв.; сита №№ 1, 08, 05; сито з розміром отворів 0,25 мм із набору лабораторних сит; бюкси металеві з покришками заввишки 20 мм і діаметром 48 мм.

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

*Хід аналізу*. Перед початком роботи на приладі перевіряють готовність усієї системи до запуску.

1. Спочатку треба впевнитися, що генератор пари порожній (для цього відкривають бічну панель ліворуч). Потім перекривають дренажний кран на задній панелі (ставлять його у вертикальне положення).
2. Піднімають до упору захисну прозору шторку. Відпускають тримач, ставлять у гніздо пусту пробірку (якщо вона там ще не стоїть), опускають шторку.
3. Перевіряють наявність реактивів у всіх ємностях приладу.
4. Відкривають кран надходження холодної води з водогону.
5. Вмикають у мережу, натискають клавішу «POWER», на дисплеї висвічується напис «HELP».
6. Упевнитися, що в ємності з титрантом відсутні бульбашки повітря. Якщо вони є, то їх обов'язково слід позбавитися.

У ручному режимі поршнем бюретки з титрантом можна керувати за допомогою клавіші «TITRANT». За відкритої захисної шторки натискають клавішу «TITRANT» догори, доки поршень бюретки не зупиниться у верхньому положенні, витискуючи кислоту в ємність з титрантом. Натискають клавішу «TITRANT» донизу, кислота заповнює бюретку. Процедуру повторюють до того часу, поки бюретка не звільниться від бульбашок повітря. Потім закривають захисну шторку й натискають клавішу «TITRANT» догори, кислота виливається знизу в титрувальну ємність.

7. Натискають клавішу «AVTO» догори й відкривають захисну шторку. Бюретка заповниться автоматично, після цього загориться лампочка «cycle over».
8. Відключити «AVTO». Натиснути клавішу донизу.
9. У ручному режимі перевіряють відсутність бульбашок повітря в ємності з гідроксидом натрію.

Пробірка має бути у гнізді, захисна шторка закрита, бокова панель відкрита:

а) натискають клавішу «ALKALI», насос робить один оберт. Процедуру повторюють до того часу, поки луг почне надходити у пробірку, а трубка звільниться від бульбашок повітря;

б) відмірюють 25 $см^3$ дистильованої води, виливають у пробірку, роблять позначку рівня води у пробірці.

Виливають воду, пробірку ставлять у гніздо, закривають захисну шторку, натискають клавішу «ALKALI». За правильної роботи насосу у пробірку за один оберт має надійти 25 мл розчину лугу (стандартне надходження). Насос можна відрегулювати на максимальне надходження – 50 мл, за допомогою гайки.

В автоматичному режимі насос може робити 2–3 стандартних надходження лугу.

10. Перевіряють систему поглинаючого розчину (буферного).

Аналізатор розраховано на використання поглинаючого розчину зі змішаними індикаторами (бромкрезоловим зеленим і метиловим червоним у 1 % розчині борної кислоти). У ручному режимі надходження поглинаючого розчину в ємність для титрування здійснюється за допомогою клавіші «RECSOL». Рекомендований об'єм – 25 мл.

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

б) забирають пробірку з гнізда, закривають захисну шторку, натискають клавішу «STEAM» догори, таким чином перекривають дренажний клапан під ємністю, де відбувається титрування;

в) відмірюють 25 мл дистильованої води, виливають у ємність для титрування, роблять позначку рівня води (одразу під початком звуження ємності);

г) вимикають клавішу «STEAM», відкривають захисну шторку, натискають клавішу «AVTO» догори. Після того, як засвітиться лампочка «cycle over», шторку закривають, ємність автоматично заповниться поглинаючим розчином. Спостерігають відповідність рівня розчину в ємності для титрування (25 мл). Об'єм регулюється гайкою на насосі. За збільшення чи зменшення об'єму перевірку повторюють, починаючи з п. 10 (б).

11. Перевірка дистиляційного об'єму. Дистиляція автоматично зупиниться, коли поверхня рідини в ємності для титрування опуститься нижче рівня стрижнів. Передній стрижень для програми Кьєльдаль, задній – для програми «ДД». Середній, контрольний, має бути в найнижчому положенні.

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

б) натискають клавішу «AVTO» догори, засвічується лампочка «cycle over»;

в) вибирають програму й закривають захисну шторку;

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

д) коли рівень рідини досягне контрольних стрижнів, дренажний клапан під ємністю відкривається через декілька секунд;

е) якщо стрижні дуже високо чи низько, їх регулюють, підганяють під програму Кьєльдаль у «ДД».

Пропоновані об'єми: для Кьєльдаля – 75–100 мл; для «ДД» – 125–150 мл.

12. Перевірка генерації пари:

а) упевнитися в тому, що дренажний клапан надходження води в генератор закритий. Кран надходження холодної води з водогону відкритий, пробірка у гнізді, шторка закрита;

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

в) відкриваємо клапан надходження і спостерігаємо за індикатором пари;

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

д) зазвичай через хвилину вода закипає і пара та гаряча вода з'являються у пробірці;

е) вода, яка конденсується, буде заповнювати ємність для титрування до контакту зі стрижнями. Потім дренажний клапан відкривається, поки ємність звільниться від води і знову закривається. Це буде повторюватись до того часу, поки включена клавіша «STEAM»;

ж) система прогрівається 5–10 хв., після цього натискають клавішу «STEAM» донизу, процес зупиняється.

Прилад готовий до виконання аналізу.

У ручному режимі натискають шість разів на клавішу «RECSOL», таким чином звільняють систему надходження поглинаючого розчину в титрувальну ємність від бульбашок повітря. Прилад працює за заданою програмою.

Для одержання на дисплеї результатів аналізу безпосередньо у % протеїну (білка) у програму приладу вводять постійний коефіцієнт і поправку на показники холостих дослідів за дистильованою водою.

Для цього на передній верхній панелі на табло «B» – 1000, на табло «BLANK» – 00.

У пробірку відміряють 20 мл дистильованої води. Піднімають захисну шторку і ставлять пробірку у гніздо. Клавішу «AVTO» натискають догори, засвічується лампочка «cycle over», шторку опускають. Дистиляція й титрування вмісту пробірки проходить автоматично. Процедуру повторюють кілька разів до встановлення постійного значення холостих дослідів. Кожного разу, якщо B=1000, A=0000, BLANK=00 дисплей висвічує (мл) незалежно від маси проби. Встановлюють константу «BLANK» на це значення, наприклад, 00–99 мл. Результати будуть скориговані під значення «BLANK».

Крім цього, перед дослідженням кожної партії проб, повністю хімічно аналізується контрольна проба, щоб компенсувати будь-який внесок реактивів, які використовують. Контрольні проби мають оброблятися аналогічно до проб, які досліджуються. У нашому випадку має дигеруватися проба, до складу якої входить 0,7 г каталізатора, що містить $K_2SO_4$ : $CuSO_4$ : Se = 100 : 10 : 2 і 8 мл концентрованої сірчаної кислоти.

Після цього кнопками на табло «B» вводять у програму постійний коефіцієнт, який дорівнює:

$$\hat{A} = \frac{N \times 0{,}014 \times 100 \times \hat{E}}{\acute{I}},$$

де: $N$ – нормальність соляної кислоти з точністю до четвертого знаку;

0,014 – г-екв. азоту;

$H$ – наважка зразка, г;

$K$ – коефіцієнт переведення азот-протеїн (6,25; 5,7 залежно від проби).

На табло «BLANK» кнопками вводять показники холостого титрування, два знаки після коми. Якщо є поправка на повний хімічний контроль проби, то

$$B = \frac{(T - B) \times N \times 0{,}014 \times 100 \times K}{H},$$

де: $T$ – об’єм титрування для проби, мл;

$B$ – об’єм титрування для контролю, мл.

Після виконання всіх процедур, описаних вище, переходять до аналізу проб.

Підіймають захисну шторку, пробірку з розчином проби з’єднують з дистиляційною головкою, надівають на корок, фіксують тримачем з підпираючою чашечкою (гніздом). Опускають захисну шторку аналізатора, цим самим включають робочий цикл, за якого автоматично у пробірку надходить 25 або 50 мл (залежно від режиму МІКРО-МАКРО) 40 % лугу та 25–30 мл поглинаючого розчину в ємність для титрування.

Паровий клапан відкривається і пара із генератора проходить через тефлонову трубку в пробірку з пробою (йде відгонка парою). У результаті взаємодії сульфату амонію з лугом виділяється аміак.

Звільнений газ ($NH_4$) разом із парою проходить через конденсатор, охолоджується, надходить у титрувальну колбу й поглинається розчином борної кислоти зі змішаним індикатором.

Одночасно з дистиляцією відбувається процес титрування, яким «керує» мікропроцесор (фотоелектричний сигналізатор). Індикатор у ємності для титрування постійно міняє колір із зеленого на червоний, суміш інтенсивно перемішується мішалкою, яка міститься в титрувальній камері. Коли рівень рідини в ємності для титрування досягне рівня контрольних електродів, мікропроцесор «схвалює» рішення щодо відповідності забарвлення розчину «кінцевому результату». Якщо це так, відбувається компенсація доданого титранту (щоб досягти постійного об'єму дистиляції незалежно від кількості об'єму титранту). Сигнал з фотоприймача мікропроцесора подається на підсилювач, а потім на цифровий індикатор. Після цього відкривається дренажний клапан і закривається паровий. Прилад автоматично відключає всі функції робочого циклу. Кінцевий результат висвічується на дисплеї.

*Вимикання приладу*

1. Перекривають клапан надходження води в парогенератор.
2. Відкривають захисну шторку, знімають пробірку.
3. Вимикають клавішу «AVTO».
4. Вимикають клавішу «POWER».
5. Відключають прилад від мережі.
6. Відкривають дренажний клапан.
7. Закривають кран надходження холодної води.
8. Протирають усі пластикові частини.
9. Заповнюють ємність для титрування дистильованою водою.

*Профілактика приладу*

1. Щотижня очищають ємність з розчином електроліту для парогенератора.
2. Парогенератор промивають і заповнюють дистильованою водою.
3. Усі ємності очищують перед кожною новою заправкою реактивами.

Щоквартально:

*Очищують:*

– електроди парогенератора від накипу, для цього його заповнюють розчином лимонної кислоти концентрацією 125 г/л;

– дозатор надходження поглинаючого розчину;

– ємність для титрування (титрувальну камеру) та електроди дистиляційного рівня рідини;

– звільняють усі ємності від реактивів і промивають усю систему дистильованою водою.

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

Техніка безпеки:

1. Прилад має бути заземленим.
2. Дигестер не можна нагрівати вище 430–440ºС.
3. За роботи з концентрованими сірчаною, соляною кислотами та лугами слід працювати в захисних окулярах, гумових рукавичках і респіраторі.

***Опрацювання результатів.*** Результати, що висвічуються на дисплеї приладу, заносять до журналу, усереднюють та аналізують.

Розбіжність у кількості азоту між паралельними визначеннями не повинна перевищувати 2 %, якщо знайдений відсоток азоту прийняти за 100. Таким чином, за вмісту 3 % азоту в речовині розбіжність між паралельними визначеннями має бути не більше 0,06 %, а за 6 % – 0,12 і т.д.

*Примітка*: система контролю якості в «Tecator AB» сертифікована згідно зі стандартом ДСТУ ISO 9001:2009 «Система управління якістю. Вимоги». Це означає, що як розроблення, так і виробництво аналітичного обладнання проводиться згідно з чітко документованими процедурами. На обладнанні вказані процедури, які використовують як за його збирання, так і за тестування.

### 2.1.3 Визначення вмісту крохмалю поляриметричним методом (за Еверсом)

**Рис. 16. Загальний вигляд приладу Kjeltec Auto-1030-Analyzer**

Метод використовують для зернових і круп'яних видів. Метод ґрунтується на перетворенні крохмалю в цукор безпосереднім гідролізом соляною кислотою та на здатності продуктів гідролізу повертати площину поляризації в певному напрямку й на певну величину. Аналіз виконують за допомогою цукроміра.

**Реактиви:**

1. *25 % розчин соляної кислоти*. У мірну колбу ємністю 1 л додають певну кількість дистильованої води, а потім приливають 635 мл концентрованої соляної кислоти (густина 1,19 г/см$^3$) і доводять водою до мітки. Перевіряють концентрацію приготованого розчину за густиною, яка має дорівнювати 1,12 г/см$^3$.

2. *1,124 % розчин соляної кислоти*. Беруть 24,7 мл концентрованої соляної кислоти густиною 1,19 г/см$^3$ або 40 мл 25 % розчину густиною 1,125 г/см$^3$ і доводять водою до 1 л. Готувати 1,124 % розчин соляної кислоти краще за два заходи: спочатку готують 25 %, а потім розводять його водою (із розрахунку 40 мл на 1 л). Правильність концентрації 1,124 % соляної кислоти перевіряють титруванням 0,1 Н розчином їдкого натрію. 1 мл кислоти має відповідати 3,1 мл 0,1 Н розчину лугу. Відхилення від вказаної концентрації кислоти допускається не більше, ніж ± 0,002 %.

3. *Розчин фосфорновольфрамової кислоти*. 4 г кислоти розчиняють у 70–80 мл дистильованої води, переливають у мірну колбу на 100 мл і доводять до мітки водою.

*Обладнання.* Цукромір «СУ-2» або іншої системи; колби мірні на 100 мл (краще Кольрауша); колби конічні на 100–200 мл; воронки діаметром 90–100 мм; піпетки на 50 мл; фільтри.

*Хід аналізу.* На технічних вагах, на глянцевому папері зважують 5 г розмеленого зерна. Наважку переносять у колбу Кольрауша на 100 мл – приливають піпеткою 50 мл розчину 1,124 % соляної кислоти.

Колбу занурюють у киплячу водяну баню так, щоб вода покривала всю широку частину колби, і за безперервного кипіння тримають 15 хв. Перші 3 хв. перемішують її вміст плавними круговими рухами, не виймаючи з бані. Через 15 хв. колбу з бані виймають, доливають холодною водою, приблизно до 90 мл, і швидко охолоджують до 20ºС.

Для осадження білків і освітлення розчину додають 4–5 мл 4 % розчину фосфорновольфрамової кислоти, перемішують уміст колби, доводять дистильованою водою до мітки, перемішують і фільтрують у суху колбу. Перші порції фільтрату зливають назад у воронку. Прозорий фільтрат поляризують у трубці завдовжки 200 мм.

Роблять п'ять відліків показників цукроміра і знаходять середнє. Різниця між окремими показниками цукроміра допускається до 0,1 мм.

Гідроліз крохмалю слід вести у двох наважках (досвідчені працівники можуть проводити в одній наважці за умови, що в одному зразку із серії, яка аналізується протягом дня, гідроліз крохмалю і всі послідовні операції ведуть у двох наважках). Різниця між паралельними визначеннями має бути не більше, ніж 0,5 %.

*Опрацювання результатів.* Уміст крохмалю в досліджуваному зерні на абсолютно суху речовину визначають з точністю до 0,01 % за формулою:

$$\%\ крохмалю = \frac{a \times K \times 100}{100 - в},$$

де: а – середній показник цукроміра;

*К* – коефіцієнт Еверса (залежить від виду крохмалю);

*в* – гігроскопічна вода, %.

Коефіцієнт Еверса для різних видів крохмалю за наважки 5 г, об'єму колби 100 мл за поляризації в цукромірі у трубці завдовжки 200 мм складає (табл. 28):

Таблиця 28

**Коефіцієнт Еверса для різних видів крохмалю**

| Види крохмалю | Коефіцієнт Еверса |
|---|---|
| Кукурудзяний | 1,879 |
| Пшеничний | 1,898 |
| Житній | 1,885 |
| Ячмінний | 1,912 |
| Вівсяний | 1,914 |
| Рисовий | 1,866 |
| Сорговий | 1,925 |
| Просяний | 1,818 |

Гідролізують крохмаль на киплячій водяній бані. Після того, як колби поставлені на киплячу баню, кипіння зупиниться, але потрібно, щоб воно відновилось через 2–3 хв., тільки тоді гідроліз буде доведено до кінця. Тому баня має дві потужні спіралі для нагріву і подвійний корпус, шістнадцять отворів, які закриваються заслінками для встановлення колб. Витрата електроенергії на її нагрівання складає близько 5 кВт. Записи ведуть за формою (табл. 29).

Таблиця 29

**Форма запису даних у журнал**

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

### 2.1.4 Визначення вмісту сирої клітковини

Метод використовують для кормових та овочевих видів (перець, квасоля).

До складу сирої клітковини входять: чиста клітковина, частина геміцелюлози, лігніну, кутину, деякі білкові речовини й зольні елементи. Пробу обробляють сірчаною кислотою, лугом, спиртом та ефіром, після цього рослинний залишок зважують.

Реактиви:

– *1,25 % розчин сірчаної кислоти*. В літрову мірну колбу з дистильованою водою вливають 7,1 мл концентрованої сірчаної кислоти щільністю 1,84 г/см$^3$ і доводять розчин водою до мітки;

– *2,5 % розчин їдкого натрію*. Розчиняють луг із розрахунку 30 г на 1 л дистильованої води. Концентрацію розчину їдкого натрію встановлюють таким чином: 2,5 % розчин їдкого натрію – це 0,64 Н розчин;

– етиловий спирт, 96 %;

– діетиловий ефір.

*Обладнання:* стаканчики з притертими кришками, мірні циліндри на 100 і 250 мл, термостійкі хімічні стакани на 500 мл; хімічні воронки діаметром 70 мм, колби конічні плоскодонні на 250–500 мл; скляні палички з гумовими наконечниками, воронка для відсмоктування.

*Підготовка проби для визначення.* За підготовки середніх проб для цього аналізу достатньо розмолоти речовину до частинок приблизно 1 мм в діаметрі, тому що дуже тонкий помел може бути причиною втрати дрібних частин за фільтрування під розрідженням.

*Хід аналізу.* На аналітичних вагах на глянцевий папір кладуть наважку 2,5–3,0 г повітряно-сухої речовини, переносять до хімічного стакану на 500 мл, наливають 200 мл 1,25 % сірчаної кислоти і відмічають рівень рідини у стакані восковим олівцем. Із кожної проби беруть по дві наважки.

Рідину в стакані доводять до кипіння, що триває протягом 30 хв. Якщо речовина осідає на дно, то для запобігання пригорання вміст періодично помішують скляною паличкою з гумовим наконечником. Не слід допускати бурхливого кипіння. У міру випаровування рідини у стакан доливають гарячу воду до мітки, щоб не збільшувалась концентрація кислоти, яка реагує з клітковиною. Доливати воду слід із промивалки, щоб одночасно сильним струменем змивати прилиплі до стінок стакана частинки осаду.

Під час кип'ятіння готують пристрій для фільтрування. Він складається з водоструменевого або іншого насосу, стакана та воронки для відсмоктування.

По закінченні кип'ятіння осаду дають осісти у стакані (2–5 хв.). Потім воронку з фільтром занурюють у ще гарячу рідину для відсмоктування її зі стакана. При цьому не слід опускати воронку глибоко в рідину, бо це ускладнює фільтрування: до стінок воронки й поверхні фільтра прилипає багато частинок осаду, які важко змити знову в стакан.

Коли майже всю рідину буде видалено, у стакан наливають до мітки гарячу дистильовану воду, дають осісти осаду і знову відсмоктують рідину через воронку. Оброблення гарячою водою повторюють 2–3 рази доки фільтрат не буде нейтральним за проби на лакмус (для цього беруть останні порції рідини, яка витікає з воронки).

Якщо фільтрат за відсмоктування буде забитий частинками осаду, то їх змивають сильним струменем гарячої води із промивалки знову в стакан.

До залишку після промивання додають 100 мл 2,5 % розчину їдкого натрію, рівень рідини у стакані доводять до мітки холодною дистильованою водою (таким чином залишок обробляють 200 мл 1,25 % розчину їдкого натрію).

Вміст стакана нагрівають до кипіння. Кип'ятять рівно 30 хв., підтримуючи постійний рівень рідини у стакані додаванням киплячої води. Після нагрівання з лугом розчин охолоджують (для швидшого фільтрування), фільтрують його і знову осад промивають тричі гарячою водою.

Після того, як осад промито, а лійка та фільтр очищені від його частинок, у стакан додають трохи води, підкисленої двома-трьома краплями розбавленої сірчаної кислоти (проба на лакмусовому папері). Осад зі стакана за допомогою гарячої води переносять на паперовий фільтр у звичайній воронці. Паперовий фільтр заздалегідь підсушують разом з бюксом у термостаті протягом однієї години за температури 130ºС і зважують на аналітичних вагах.

Осад на фільтрі промивають гарячою дистильованою водою тричі і двічі – спочатку етиловим спиртом, а потім сірчаним ефіром. Спирт і ефір приливають на фільтр так, щоб осад був покритий реактивами. На промивання однієї наважки витрачають близько 50 мл спирту і 50 мл ефіру. Фільтр з осадом на лійці залишають на ніч у витяжній шафі, а вранці його переносять у той самий бюкс, у якому сушився пустий фільтр, і висушують за температури 130ºС протягом двох годин.

Бюкси з клітковиною охолоджують в ексикаторі і зважують.

Різниця між масою фільтра з клітковиною і масою порожнього фільтра дає кількість сирої клітковини у взятій наважці. Дані записують у форму (табл. 30).

Таблиця 30

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер | | Наважка, г | Маса, г | | | Вміст, % | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | стакана | бюкса | | бюкса з фільтром | бюкса з фільтром і клітковиною | клітковини | клітковини в повітряно-сухій речовині | гігроскопічної вологи | клітковини в абсолютно сухій речовині |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| | | | | | | | | | |

Вміст сирої клітковини в абсолютно сухій речовині розраховують за формулою:

$$\frac{б \times 100 \times 100}{а(100 - в)},$$

де: *а* – наважка повітряно-сухої речовини, г;

*б* – здобута маса сирої клітковини, г;

*в* – вміст гігроскопічної води в речовині, %.

Розходження між даними паралельних визначень має бути не більше 0,15 %.

### 2.1.5 Визначення зольності

Наважку подрібненого зерна озолюють, обережно прожарюючи за вільного доступу повітря. Вуглець, водень, азот і частково кисень вилітають, залишаються лише мінеральні речовини у вигляді окисних сполук.

Озолення можна вести без застосування прискорювача або використовувати, як прискорювач, хімічно чисту азотну кислоту.

Реактиви: хлористий кальцій прожарений, кислота азотна хімічно чиста, густиною 1,20 г/см$^3$.

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

***Хід аналізу.*** *Озолення без прискорювача.* Чисті сухі фарфорові тиглі попередньо прожарюють у муфельній печі протягом однієї години, охолоджують і зважують на аналітичних вагах. Потім беруть від кожної середньої проби по дві наважки 2,0–2,5 г повітряно-сухої речовини, причому наважку в тигель кладуть нещільно, щоб кисень повітря легко проходив у нижні її шари. Слід мати на увазі, що розмелювання середніх проб до часток діаметром менше 1 мм обмежує озолення, ускладнюючи доступ кисню до часток озолюваної речовини.

Тиглі з наважками ставлять у муфельну піч, дверцята при цьому прикривають нещільно. Піч не слід сильно нагрівати, інакше наважки можуть загорітися. Обвуглення органічної речовини проходить за слабкого нагрівання, бо за сильного швидко починають виділятися продукти сухої перегонки, озолювана речовина може спучитись і вийти через край тигля. Після того, як речовина у тиглях перестане диміти й обвуглиться, нагрівання муфеля зупиняють. Озолення вважають закінченим, якщо в золі відсутні частки недогорілого вугілля світло-сірого кольору або, залежно від присутності оксиду заліза, буро-червоного, а інколи зеленуватого (за наявності сполук марганцю).

Тиглі охолоджують в ексикаторі протягом 30–40 хв. і зважують. Після цього повторно прожарюють у печі протягом 30 хв. і знову зважують. Якщо маса тиглів із золою не змінилась, озолення вважають закінченим, за зменшенням маси більш, ніж на 0,0005 г прожарювання повторюють. У разі збільшення маси після повторного прожарювання для розрахунку беруть першу масу.

*Озолення з прискорювачем* – азотною кислотою. Після повільного обвуглення наважок у муфельній печі, як було вказано вище, продовжують спалювати речовину до перетворення її в пухку масу сірого кольору. Тиглі охолоджують і вміст змочують 3–5 краплями хімічно чистої азотної кислоти густиною 1,2 г/см$^3$ і знову ставлять тиглі у слабко нагрітий муфель або на відкидні дверцята муфелю й обережно, не допускаючи кипіння, випаровують кислоту насухо. Після цього тиглі знову ставлять у муфель, закривають дверцята й нагрівають його до червоного розжарювання.

Застосовуючи прискорювач, можна досягти повного озолення, витримуючи тиглі протягом 30 хв. за червоного розжарювання печі.

У подальшому вчиняють так само, як і за спалювання без прискорювача.

*Опрацювання результатів.* Зольність визначають за формулою:

$$\frac{б \times 100 \times 100}{а(100 - в)},$$

де: *а* – наважка повітряно-сухої речовини, г;

*б* – маса золи, г;

*в* – гігроскопічна волога, %.

Розходження між двома паралельними визначеннями не повинно перевищувати 0,05 %. Записи ведуть у формі (табл. 31).

Таблиця 31

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер тигля | Маса, г | | | Маса після прожарювання, г | | | Маса золи, г | Вміст, % | | Золи в абсолютно сухій речовині, г |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | тигля | тигля з наважкою | наважки | 1 | 2 | 3 | | золи в повітряно-сухій речовині | гігроскопічної води | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** | **12** |
| | | | | | | | | | | | |

### 2.1.6 Визначення вмісту гігроскопічної води (прискорений метод)

За визначення вмісту крохмалю, жиру, золи та інших речовин належить обчислити їх відсотковий уміст в абсолютно сухій речовині. Для цього визначають вміст гігроскопічної води в подрібненій середній пробі, яка залежить від виду зерна, умов вирощування та інших причин.

*Хід аналізу.* Чисті скляні бюкси слід висушити в сушильній шафі, охолодити в ексикаторі і зважити. З підготовленої проби, після ретельного перемішування, відбирають у бюкси дві наважки розмолотого зерна по 2,5–5,0 г. Потім бюкси разом зі знятими з них покришками ставлять у сушильну шафу або термостат, нагрітий до 140ºС, а після наповнення шафи температуру знижують до 130ºС (± 2ºС) протягом 40 хв., після цього накривають їх кришками, охолоджують 20–30 хв. в ексикаторі над сухим хлористим кальцієм і зважують. Користуватися потрібно аналітичними вагами. За наявності достатньо чуттєвих технічних вагів і наважці 5–10 г, зважують з точністю до 0,01 г.

Вміст води розраховують за формулою:

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

де: $a$ – маса бюкса, г;

$a_1$ – маса бюкса з наважкою до висушування, г;

$a_2$ – маса бюкса з наважкою після висушування, г.

Різниця між двома паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,25 %. Уміст сухої речовини визначають, віднімаючи від 100 отриманий відсоток гігроскопічної води.

Якщо в лабораторії є чергові, можна рекомендувати прискорений і точніший метод визначення вмісту гігроскопічної води. Встановлюють термостат для нагріву на 85–95ºС. Наприкінці робочого дня до шафи ставлять бюкси з наважками й витримують їх за цієї температури до 9-ї години ранку. Вранці температуру підвищують до 105ºС і досушують речовину протягом однієї години (час завжди має бути однаковим). Після цього бюкс охолоджують в ексикаторі і зважують. Різниця між двома паралельними визначеннями за цим методом має бути щонайбільше 0,15 %. Записи ведуть за формою (табл. 32).

Таблиця 32

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер бюкса | Маса, г | | | Маса, г | | Вміст води у повітряносухій речовині, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | бюкса | бюкса з наважкою | наважки | бюкса з наважкою після сушіння | води, яка випарувалась | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** |
| | | | | | | | |

## 2.2 Олійні види

### 2.2.1 Визначення лушпинності сім'янок соняшника гідротермічним методом

Гідротермічний метод визначення лушпинності сім'янок соняшника базується на дії різкої зміни температури на плодову оболонку сім'янки, внаслідок чого відбувається розрив механічних тканин лушпиння й полегшується його відокремлення від ядра.

Перевагою методу є те, що за його використання висушують лушпиння та ядра сім'янок, а це виключає вплив різниці вихідної вологості сім'янок на точність визначення вмісту лушпиння.

**Хід аналізу.** Для аналізу відбирають по 2 паралельні наважки 5,0–5,5 г. Сім'янки переносять у металеві бюкси з отворами. Бюкси ставлять на киплячу водяну баню на 5–10 хв. (залежно від товщини лушпиння). Потім бюкси виймають і ставлять у холодну воду на 2–3 хв. У результаті різкої зміни температур відбувається розрив тканин лушпиння. Після термічного впливу воно легко відокремлюється від ядра за допомогою пінцета.

Лушпиння та окремо ядра сім'янок висушують у термостаті за 100–105ºС протягом 3 год. Висушені проби охолоджують за кімнатної температури у відкритих бюксах. Потім зважують окремо лушпиння та лушпиння разом з ядрами.

Обчислюють лушпинність за формулою: $x = \frac{A}{B} \times 100$,

де: $A$ – маса лушпиння, г;

$B$ – маса лушпиння та ядер сім'янок, г.

Різниця між двома паралельними визначеннями не повинна перевищувати 1 %.

**Обладнання**. Пінцет; металеві бюкси з отворами (3–4 мм) і без отворів; лоток для відбирання середніх проб; аналітичні ваги; водяна баня.

### 2.2.2 Визначення вмісту жиру (за Рушковським)

Вміст жиру – важливий показник якісної оцінки сортів олійних видів.

Цей метод призначений для визначення вмісту жиру в соняшнику, ріпаку, сої, макусі, шротах.

В основу методу покладено принцип визначення вмісту жиру за знежиреним залишком. Наважки висушеного й розтертого насіння кладуть у пакетики з фільтрувального паперу й екстрагують діетиловим ефіром в апараті Сокслета до повного знежирення. Кількість видобутого жиру розраховують за різницею між початковою наважкою та масою знежиреного залишку.

**Реактиви та обладнання.** Хлористий кальцій гранульований, прожарений або натрій сірчанокислий безводний, прожарений; ефір сірчаний (етиловий); апарати Сокслета, пінцет, ложечка з алюмінію для взяття наважок; металеві бюкси; скляні бюкси (діаметром 40 мм і заввишки 60–70 мм) з притертими кришками; пакетики з фільтрувального паперу масою близько 250 мг кожний; лабораторний млин ЛЗМ або ступка діаметром 170–200 мм з товкачиком; щипці тигельні; воронки діаметром 100–150 мм; водяна баня; щипці плескаті.

**Приготування пакетиків.** Для приготування пакетиків підбирають однаковий за щільністю та якістю фільтрувальний папір. Аркуш його розрізають на прямокутники, однакові за розміром (50 × 70 мм). Їх складають уздовж за довжиною так, щоб одна частина була ширшою за другу на 3 мм, її загинають, потім край подвійної смужки загинають ще раз і отримують смужку з двох шарів паперу завширшки близько 2 см. Цю смужку загинають з одного краю в бік, протилежний попередньому загину, а край отриманого при цьому трикутника вставляють під згин. Після взяття наважки таким чином закривають другий край пакетика.

**Визначення вологості фільтрувального паперу.** Для розрахунку вмісту жиру в досліджуваній наважці слід знати вміст гігроскопічної води в пакетиках. За масових аналізів визначати вологість кожного пакетика недоцільно, тому визначають вологість усієї партії фільтрувального паперу.

Нарізають фільтрувальний папір згідно зі вказаними вище розмірами і в кількості, яка потрібна для проведення аналізів, або відразу готують пакетики з цієї кількості паперу і кладуть їх в одному місці в картонну коробку або дерев'яний ящик з отворами. На аналітичних вагах визначають масу повітряно-сухого й абсолютно сухого бюксів. Із заготовленої партії пакетиків беруть 10 шт. (близько 2,5 г), розміщують у раніше висушений протягом 1 год. за температури 100–105ºС і зважений бюкс, висушують за 100–105ºС до постійної маси. Це маса абсолютно сухого паперу в сухому бюксі, вона буде постійною для даної партії паперу. Потім кришку бюкса знімають і відкритий бюкс ставлять туди, де містяться заготовлені пакетики, щоб вологість їх порівнялась із вологістю всієї маси пакетиків. Ящик, у якому зберігаються пакетики, щільно не закривають. Готувати пакети слід щонайменше за 2 тижні до початку аналізів.

Коли починають аналізи, щодня визначають масу цього бюкса вже з повітряно-сухими пакетиками, контролюючи таким чином можливу зміну вологості паперу. Визначають уміст гігроскопічної води у двох паралельних наважках паперу, на початку і в кінці роботи. Для наступних обчислень беруть середній показник. Розраховують уміст гігроскопічної вологи ($x$) за формулою:

$$x = \frac{a-b}{a} \times 100,$$

де: $a$ – повітряно-суха наважка пакетиків, г;

$b$ – постійна абсолютно суха наважка пакетиків, г.

*Приклад.* Маса абсолютно сухого бюкса – 28,0748 г, маса повітряно-сухого бюкса – 28,0778 г, маса абсолютно сухого бюкса з наважкою після висушування – 30,4776 г, маса повітряно-сухого бюкса з повітряно-сухими пакетиками – 30,6519 г.

$$\tilde{o} = \frac{(30{,}6519 - 28{,}0778) - (30{,}4776 - 28{,}0748)}{(30{,}6519 - 28{,}0778)} \times 100 = 7\,\%$$

**Відбирання та підготовка середніх проб для аналізу.** Проби соняшника і дрібнонасінних видів масою близько 15 г відбирають безпосередньо з надісланих проб у металеві бюкси, а сої – вагою 100 г – у паперові стаканчики.

Насіння *сої* подрібнюють на дисковому або іншому лабораторному млині й потім знову відбирають у металевий бюкс середню пробу вагою біля 15 г. Ядра, отримані за визначення відсотка оболонок у двох паралельних наважках насіння *рицини* і *сафлору,* змішують і переносять у металевий бюкс.

Ядра *арахісу* від усіх чотирьох наважок після видалення оболонок змішують і з загальної кількості виділяють 100 шт. Кожне ядро розрізають уздовж на дві частини, одну із них відкидають, а іншу ще раз ділять навпіл. Із четвертинок ядер відбирають пробу масою 20 г у металевий бюкс.

Визначення вмісту жиру проводять в абсолютно сухому насінні олійних культур. Для цього підготовлені проби висушують протягом шести годин за температури 100–105ºС, умовно приймаючи, що за цей час досягнуто повного висушування і процеси окислення помітно не впливають на вміст жиру. Висушені проби накривають кришками і ставлять в ексикатор для охолодження.

Потім проби цілого насіння *соняшнику, льону, гірчиці* та інших дрібнонасінних видів, а також подрібненого насіння *сої*, ядер *сафлору, рицини* й *арахісу* розмелюють на млині «Пірует» упродовж 30 с – 1 хв. або розтирають у фарфоровій ступці діаметром 16–18 см до отримання однорідної маси. Розтирають дуже ретельно і швидко, інакше жир буде вилучатися повільно й не повністю, крім того, у погано розтертій неоднорідній масі оболонки розміщуються нерівномірно, що спричиняє неточність аналізу.

Після розтирання проби знову переносять у металеві бюкси і ставлять в ексикатор або відразу беруть наважки.

**Хід аналізу.** У пронумеровані простим олівцем і зважені на торзійних вагах пакетики із повітряно-сухого фільтрувального паперу беруть із розтертої середньої проби дві наважки по 0,6–0,7 г. Усі операції, пов'язані зі зважуванням, роблять швидко, щоб матеріал не поглинав вологу з повітря.

Пакетики з наважками кладуть у невеликі марлеві торбинки, по 10–12 шт. у кожну. Паралельні наважки розподіляють у банки з притертими пробками та заливають зневодненим чистим діетиловим ефіром, підготовленим, як вказано в розділі «Зернові і зернобобові види. Кукурудза на зерно». За зберігання наважок на повітрі олія швидко окислюється і розчинність її знижується, що призводить до отримання занижених результатів аналізу і збільшує розходження між паралельними визначеннями. Екстрагують жир в апаратах Сокслета, встановлених на водяній бані на металевих штативах. Зручніше користуватися екстракторами ємністю 100 або 200 мл.

Після відстоювання торбинки з пакетиками щипцями переносять до апаратів Сокслета. Бажано, щоб паралельні наважки екстрагувались на різних банях. Екстрагують 8–10 год., залежно від олійності насіння. Час екстрагування в апаратах Сокслета можна скоротити до чотирьох годин, але тоді треба збільшити до двох діб попереднє відстоювання, змінюючи двічі ефір. Для того, щоб визначити, чи повністю пройшло екстрагування, краплю ефіру з екстрактора наносять на годинникове скло або шліф колби. Якщо жир вилучено весь, на склі або шліфі колби не залишиться ніяких плям. Роботу апаратів Сокслета належить регулювати так, щоб протягом години відбулося 6–8 зливів ефіру. Температуру води у банях підтримують у межах 50–60ºС, залежно від температури повітря у приміщенні.

У разі потреби припинення екстракції досліджуваної рідини слід залишити її в екстракторі, заповненому ефіром.

По закінченні екстрагування для вилучення парів ефіру торбинки зі знежиреними наважками в пакетиках виймають з екстракторів і розкладають на папері у витяжній шафі або ставлять у прилад для відгонки летких рідин. Потім пакетики переносять у скляні бюкси з притертими покришками. У кожний бюкс кладуть по 8–10 пакетиків і висушують у термостаті за температури 100–105ºС протягом 4-х год, після цього охолоджують в ексикаторі і зважують на торзійних вагах.

Вміст жиру ($x$) у взятій наважці обчислюють за формулою:

$$x = \frac{(а - б) - (в - г)}{а - б} \times 100,$$

де: $а$ – маса повітряно-сухого пакетика з абсолютно сухою наважкою, мг;

$б$ – маса повітряно-сухого пакетика, мг;

$в$ – маса абсолютно сухого пакетика з абсолютно сухою знежиреною наважкою, мг;

$г$ – маса абсолютно сухого пакетика, мг.

Масу абсолютно сухого пакетика ($Г$) розраховують за такою формулою:

$$Г = \frac{б \times (100 - д)}{100},$$

де: $д$ – уміст гігроскопічної води у фільтрувальному папері, %.

*Приклад.* Маса повітряно-сухого пакетика 267 мг, уміст гігроскопічної води в повітряно-сухому пакетику 6,65 %. Маса абсолютно сухого пакетика складає:

$$\frac{267 \times (100 - 6{,}65)}{100} = 249 \text{ мг},$$

маса повітряно-сухого пакетика з абсолютно сухою наважкою – 957 мг, маса абсолютно сухого пакетика з абсолютно сухою знежиреною наважкою – 531 мг; розраховуємо вміст жиру:

$$\frac{(957 - 267) - (531 - 249)}{957 - 267} \times 100 = 59{,}1\%.$$

Усі аналізи виконують за двома паралельними наважками. Розбіжність між ними допускається щонайбільше 0,5 %.

Насіння соняшнику, подрібнене з лушпинням, аналізують за трикратної повторності. Максимальна розбіжність між найбільшою та найменшою цифрами при цьому не повинна перевищувати 1 %.

Для насіння *рицини, сафлору й арахісу* за даними вмісту оболонок у насінні й жиру в сухому ядрі обчислюють відсоток жиру (*х*) в усьому насінні за формулою:

$$x = \frac{(100 - л) \times я}{100},$$

де: *л* – уміст оболонок, %;

*я* – уміст жиру в абсолютно сухому ядрі, %.

Записи ведуть у формі (табл. 34).

Таблиця 34

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер пакетика | Маса, мг | | | | | | | Вміст жиру в абсолютно сухій речовині, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | повітряно-сухого пакетика | повітряно-сухого пакетика з сухою наважкою | повітряно-сухого пакетика зі знежиреною сухою наважкою | сухого пакетика | сухого залишку | наважки | жиру | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 |
| | | | | | | | | | |
| | | | | | | | | | |

### 2.2.3. Порядок виконання аналізу олійності та вологості насіння олійних видів

1. Для аналізу беруть чисте, без сторонніх механічних домішок насіння. Наважки проб насіння зважують на аналітичних вагах II-го класу в 2-кратній повторності з точністю до 3-ого знака. Маса проби повинна займати об'єм робочої частини пробірки і складати для *соняшника* – 10 г, для *гірчиці, ріпаку, рижію* та *сої* – 17 г.

2. Після перевірки готовності аналізатора за стандартними зразками, аналізують пробу насіння. Для цього на панелі блоку керування тумблерами встановлюють масу проби, поміщають у пробірку й опускають її в отвір для вимірювання. На екрані висвічується: досліджуваний вид, № аналізу, йде підрахунок секунд. Через 50–75 с висвічується результат аналізу, після цього пробірку виймають із корпусу і звільняють від умісту.

3. У пробірку засипають другу наважку й аналізують. За результат приймають середнє значення олійності та вологості з 2-х паралельних визначень.

**Рис. 17. Загальний вигляд лабораторного ЯМР-аналізатора «АМВ-1006»**

Якщо у процесі аналізу через 80 с на екрані з'явився напис: «ЯМР – не стабильный», слід натиснути кнопку «СБРОС», а потім «ПУСК». Аналіз повторюють.

**Порядок вимикання аналізатора:**

1. Вимикають блок управління кнопками «ВЫКЛ» та «СЕТЬ».

2. Вимикають апаратуру, натисканням кнопки «АПАРАТУРА».

3. Вимикають магнітну систему натисканням кнопки «МАГНИТ».

За нетривалих перерв у роботі вимикання аналізатора не рекомендується. В режимі «ДЕЖУРНЫЙ» (включена тільки магнітна система) допускається цілодобова робота аналізатора.

### 2.2.4 Обчислення збору олії з гектара посіву

Продуктивність сортів олійних видів визначають за двома показниками: кількістю абсолютно сухого насіння з гектара та відсотковому вмісту олії в ньому. Похідна цих двох величин становить збір олії з гектара та є основним показником за оцінки якості сортів олійних видів. Оскільки у звітах закладів експертизи урожай насіння приводиться до стандартної вологості 9–14 % (залежно від виду), для перерахунку даних урожаю насіння на абсолютно суху речовину зручніше користуватися відповідними коефіцієнтами. Такі коефіцієнти знаходять відніманням відсотку стандартної вологості від 100 і діленням різниці на 100.

Так, для *соняшнику, гірчиці*, *ріпаку озимого* та *ярого* із стандартною вологістю 12 % коефіцієнт сухої речовини дорівнює 0,88; для *льону олійного, сафлору* та *рижію* з вологістю 13 % – 0,87; для *арахісу* з вологістю 11 % – 0,89; для *рицини, маку, перили* з вологістю 10 % – 0,90; для *кунжуту* з вологістю 9 % – 0,91; для *сої* з вологістю 14 % – 0,86. Таким чином, збір олії з гектара в кг (*А*) можна обчислити за наступною формулою:

$$А = У \times К \times Ж,$$

де: *У* – урожай насіння (ц/га) за стандартної вологості;

*К* – коефіцієнт сухої речовини;

*Ж* – уміст жиру в насінні, %.

Таблиця 35

**Обов'язкові значення олійності та вологості ГСО № 3107-84 + 3112-84 (комплект № 27)**

| Олійні види рослин та продукти перероблення насіння | Номер ГСО | Олійність, % | Вологість, % |
|---|---|---|---|
| **1** | **2** | **3** | **4** |
| Соняшник | 1 | 34,78 | 5,52 |
| | 2 | 37,43 | 14,15 |
| | 3 | 41,33 | 18,40 |
| | 4 | 44,55 | 9,99 |
| | 5 | 47,52 | 11,69 |
| | 6 | 50,63 | 16,01 |
| | 7 | 54,19 | 7,92 |
| | 8 | 56,52 | 5,70 |
| | 9 | 60,72 | 19,76 |
| Бавовник | 10 | 15,16 | 6,68 |
| | 11 | 19,06 | 16,12 |
| | 12 | 23,12 | 12,16 |
| | 13 | 26,20 | 8,55 |
| | 14 | 30,86 | 20,08 |
| Соя | 15 | 14,70 | 7,21 |
| | 16 | 17,45 | 8,65 |
| | 17 | 20,09 | 12,11 |
| | 18 | 23,17 | 16,05 |
| | 19 | 27,71 | 19,54 |
| Гірчиця, ріпак | 20 | 34,82 | 5,76 |
| | 21 | 38,38 | 16,05 |
| | 22 | 41,14 | 12,23 |
| | 23 | 45,42 | 8,23 |
| | 24 | 50,52 | 10,29 |
| | 25 | 53,25 | 19,31 |

| 1 | 2 | 3 | 4 |
|---|---|---|---|
| Льон | 20 | 35,03 | 6,64 |
| | 21 | 39,72 | 19,18 |
| | 22 | 42,35 | 14,69 |
| | 23 | 46,65 | 10,11 |
| | 24 | 52,55 | 13,24 |
| | 25 | 57,90 | 25,37 |
| Макуха | 26 | 13,63 | 5,24 |
| | 27 | 18,04 | 6,77 |
| | 28 | 22,74 | 2–3,27 |
| Шрот | 29 | 0,45 | – |
| | 30 | 1,49 | – |
| | 31 | 2,90 | – |

Слід пам’ятати, що підрахунок збору олії за вказаною формулою буде правильним, якщо насіння добре очищене. Якщо воно засмічене, то слід ввести відповідну поправку у вигляді коефіцієнта засмічення насіння, який обчислюють як різницю між числом 100 і відсотком засмічення, яка ділиться на 100.

Наприклад, засмічення дорівнює 3,2 %, тоді коефіцієнт засмічення буде дорівнювати: $C = \frac{100 - 3{,}2}{100} = 0{,}968$

При цьому формула матиме наступний вигляд: $A = У \times К \times Ж \times С$,

де: $C$ – коефіцієнт засмічення, а інші елементи мають ті ж значення, що і в попередній формулі.

### 2.2.5 Визначення йодного числа олії (рефрактометричний метод)

Йодне число – кількість грамів йоду, здатного приєднатись до 100 г олії. Воно вказує на вміст ненасичених жирних кислот, які зумовлюють здатність олії до перетворення (висихання та ін.), і є одним із найважливіших показників якості олії.

В олії різних видів йодне число коливається в певних межах. Чим вище йодне число, тим більша здатність олії до висихання.

Олії *льону, перили* та деяких інших видів належать до групи висихаючих олій і є цінною сировиною для лако-фарбної промисловості, тому за експертизи сортів цих видів, поряд з визначенням вмісту жиру визначають йодне число. Існує кілька методів його визначення, але вони, як правило, різняться за результатами.

Найзручнішим для масових аналізів є рефрактометричний метод, який використовують у лабораторіях олійнодобувної та жиропереробної промисловості. Цей метод ґрунтується на залежності між йодним числом і коефіцієнтом рефракції олії: олія з найвищим йодним числом виявляє найбільший коефіцієнт заломлення. Цей метод використовують тільки для олій, отриманих холодним пресуванням.

**Хід аналізу.** Відбирають середню пробу насіння масою близько 50 г, очищають від битого, пошкодженого хворобами насіння і домішок, насипають у полотняну торбинку, яку кладуть у прес-стакан і вичавлюють олію на лабораторному пресі. Перші краплі олії відкидають, решту збирають у попередньо пронумерований бюкс або тигель. Отриману олію відстоюють у прохолодному місці, аналізують наступного дня.

Коефіцієнт заломлення визначають універсальними рефрактометрами «РЛУ» або «ІРФ». Коли визначити показник заломлення потрібно того ж дня, олію фільтрують крізь паперовий фільтр. Аналізують за розсіяного денного світла або за електричного освітлення, краще за все за температури +20ºС.

Для підтримання в рефрактометрі належної постійної температури користуються ультратермостатом Хепплера типу Н або НБ, а також універсальним термостатом «У-8». Роботу розпочинають після того, як температура в рефрактометрі стане постійною протягом 15– 20 хв.

Установивши потрібну температуру, рефрактометр перевіряють за дистильованою водою (коефіцієнт заломлення за температури +20ºС дорівнює 1,333) або за юстированою платівкою, яка додається до приладу, на неробочій поверхні якої є показник заломлення, і розпочинають визначення коефіцієнта заломлення олії. Під час роботи з універсальним рефрактометром марки «РЛУ» спочатку відкривають засув, відсовують нижню призму рефрактометра й оплавленою скляною паличкою наносять на неї дві-три краплі олії, потім швидко посувають нижню призму до верхньої, закріплюють засувом і спрямовують дзеркало й окуляр так, щоб у полі зору чітко було видно перетин ліній. Якщо межі темної і світлої частини поля зору недостатньо чіткі, то поворотом компенсаторного гвинта, розміщеного праворуч від зорової труби, його роблять різкішим. Рухом алідади межу темної частини поля зору підводять точно в точку перетину ліній і за допомогою лупи через дві хвилини (щоб олія набула температури рефрактометра) тричі відраховують із точністю до 0,0002. З отриманих даних виводять середнє. По закінченні визначення олію видаляють із поверхні призми сухою ватою, потім її протирають ватою або м'якою фланеллю, змоченою ефіром, краще петролейним, і знову витирають сухою ватою. Для визначення йодного числа олії ($U$) за коефіцієнтами заломлення користуються формулою:

$$U = \frac{\left(nД^{20} - 1{,}4595\right)}{0{,}0118} \times 100,$$

де: $nД^{20}$ – показник заломлення олії за температури 20ºС.

Цей метод дозволяє отримати результат з точністю до трьох одиниць (за йодного числа понад 100). Для зручності підрахунків у кінці методики додається таблиця йодних чисел, відповідних коефіцієнту заломлення олії (додаток 1).

Якщо показник заломлення визначали за температури понад +20ºС, отриманий результат перераховують до температури +20ºС за такою формулою:

$$N_Д^{20} = N_Д^t + \left(t^0 - 20\right) \times 0{,}00035,$$

де: $N_Д^{20}$ – показник, який шукають для заломлення за температури 20ºС;

$N_Д^t$ – показник заломлення за температури досліду;

$t^0$ – температура досліду;

0,00035 – зміна показника заломлення за підвищення температур на 1ºС.

**Обладнання:** рефрактометр лабораторний універсальний; прес для вичавлювання олії; ультратермостат або універсальний термостат; бюкси або тиглі; скляна паличка з оплавленим кінцем; полотняні торбинки для вичавлювання олії із насіння за розміром прес-стакана.

### 2.2.6 Метод визначення масової частки ізотіоціанатів і вінілтіооксазолідонів у ріпаковому насінні, макусі, шроті

Метод застосовується для визначення масової частки продуктів ензиматичного розщеплення глюкозинолатів-ізотіоцианатів і вінілтіооксазолідонів у ріпаковому насінні, макусі і шроті в умовах заводських лабораторій і за проведення наукових досліджень.

Методом передбачені наступні етапи:

– проведення ферментативного розщеплення тіоглюкозидів до ізотіоціанатів (ІТЦ) і вінілтіооксазолідонів (ВТО);

– відгонка летких ІТЦ з парою води у водний аміак, відтитровування утворених тіопохідних перманганатом калію у кислому середовищі;

– екстракція нелеткого ВТО діетиловим ефіром із рідкої фази після її підлужнення;

– спектрофотометричне визначення вмісту ВТО в отриманих екстрактах.

**Засоби вимірювань, допоміжні засоби і прилади:**

– ваги лабораторні рівноплечі, норма навантаження 200 г, II-го кл. або подібні за метрологічними характеристиками;

– ваги лабораторні квадрантні, норма навантаження 500 чи 1000 г, IV-го кл. або подібні за метрологічними характеристиками;

– колбонагрівач із закритим нагріванням;

– лабораторний млинок будь-якого типу;

– спектрофотометр «СФ-26», Спекорд фірми К.Ф. Цейса, «УФ-ВІЗ» чи подібний із тією ж дозволяючою здатністю;

– pH-метр: pH – 21, pH – 340 чи подібний;

– стакани хімічні «Н-ш-60 СХ»; код 432451 9917.02;

– колби конічні «Нн-250-29/32 ТСХ», код 43-2462 9975 03;

– колби круглодонні «К-1-500-29/32 ТСХ», код 432462 991405;

– колби мірні ємністю 50, 250, 500, 1000 мл;

– воронка ділильна «ВД-2-50-14/23 ХС», код 432524021106;

– бюретка з краном ємністю 5,0 мл;

– піпетка ємністю 2,0; 5,0; 50,0 мл;

– холодильник «ХПТ-1-300-14/23 ХС», код 432522011207 чи «ХПТ-1-400-14/23 ХС», код 432522011306;

– воронки «В-36-80 ХС», код 4325140111104 чи «В-56-80 ХС», код 432514011203, фільтр «ФКП-40ПОР 100 ХС», код 432514080602;

– циліндри мірні, ємністю 25,0; 50,0 мл;

– скляні кульки діаметром 5 мм;

– вата скляна;

– фільтри паперові з червоною смугою ТУ 6-09-1676-77;

– папір фільтрувальний.

**Реактиви:** оксалат натрію, х. ч. 5839-77; кислота сірчана, х. ч. або ч. д. а.; калію гідроксид, ч. або х. ч.; натрію гідроксид, ч. або ч. д. а., х. ч.; аміак водний, ч. або ч. д. а., х. ч.; срібло азотнокисле, ч. або ч. д. а., х. ч.; калій марганцевокислий, ч. або х. ч.; натрій фтористий, ч. або ч. д. а.; діетиловий ефір, ФС-42-1883-82; етиловий спирт ректифікований, технічний; аліловий спирт, ч. або ч. д. а.; pH-папір універсальний індикаторний.

Потрібно дотримуватись правил техніки безпеки, передбачених під час роботи в хімічній лабораторії, в якій виконується аналіз. Лаборантів інструктують на основі чинних правил з урахуванням того, що за методикою виконується аналіз із використанням водного розчину аміаку (15 %), потрапляння якого на слизові оболонки і шкіру може викликати опіки.

Виконують вимірювання за даною методикою за кімнатної температури та нормального атмосферного тиску.

У методиці передбачено використання устаткування, яке складається з: колбонагрівача, круглої реакційної колби, перехідної трубки, водяного холодильника, насадки і приймальних колб. Колба призначена для вловлювання ІТЦ, які зв'язалися з аміаком у колбі.

**Приготування розчинів.**

*15 % водний розчин аміаку* – готують розведенням 25–28 % аміаку водою до густини 942 г/см$^3$.

*70 і 90 % водний розчин етилового спирту* – готують розведенням 96 % етилового спирту водою до густини: 70 % – 867,6 г/см$^3$, 90 % – 817,9 г/см$^3$.

*Діетиловий ефір*, який не містить перекисних сполук – до 1 л ефіру додають 20 г гідроксиду калію і 1 г перманганату калію, зваженого на вагах IV-го класу, відстоюють 24 год. і переганяють над гідроксидом калію.

*1 % водний розчин $AgNO_3$* – 1 г $AgNO_3$ розчиняють у невеликій кількості води й об'єм доводять водою до 100 мл.

*0,1 % водний розчин $KMnO_4$* – 3,16 г $KMnO_4$ розчиняють у 1 л дистильованої води, доводять розчин до кипіння і підтримують температуру, близьку до кипіння, протягом 1 год., закривши горло колби конічною лійкою. За випадання осаду $MnO_2$, його видаляють фільтруванням крізь пористий фільтр або скляну вату і встановлюють титр розчину за оксалатом натрію, як описано нижче.

Оксалат натрію перед використанням перекристалізовують. Для цього 15 г оксалату натрію розчиняють у 500 мл дистильованої води, підлужують його до pH 9–10 розчином гідроксиду натрію (100 мл 40 % водного розчину) і дають осісти нерозчинним у воді речовинам. Потім розчин фільтрують і випаровують до 1/10 початкового об'єму. При

цьому випадають кристали оксалату натрію. Осад відокремлюють фільтрацією крізь паперовий фільтр, розтирають у ступці на порошок і промивають у ступці двічі дистильованою водою. Осад оксалату підсушують між аркушами фільтрувального паперу й висушують за температури 240–250ºС.

Для визначення титру наважку оксалату натрію (0,2–0,25), взяту на вагах ІІ-го класу з записом результату до 4-ї після коми цифри, переносять у конічну колбу місткістю 250 мл, розчиняють у 100 мл дистильованої води, нагрітої до 50–90ºС, додають 10 мл сірчаної кислоти, розведеної водою у співвідношенні 1:1, і титрують 0,1 Н розчином $KMnO_4$ до слабко-рожевого забарвлення, яке не зникає впродовж 1 хв. Поправку до титру розчину $KMnO_4$ ($K$) розраховують за формулою:

$$K = \frac{m}{V \times 0.0067},$$

де: $m$ – маса оксалату натрію, г;

$V$ – об'єм 0,1 Н розчину $KMnO_4$, який витрачено на титрування оксалату натрію, мл;

0,0067 – маса оксалату натрію в г, еквівалентна 1 мл 0,1 Н розчину $KMnO_4$.

40 % водний розчин NaOH. 40 г NaOH розчиняють у невеликій кількості води і доводять об'єм розчину водою до 100 мл.

**Приготування ферменту.** Насіння білої гірчиці подрібнюють на електромлинку. На вагах IV-го класу зважують близько 50 г подрібненого насіння з точністю до 0,01 г, суспензують протягом 1 год. у 300 мл охолодженої до 4ºС дистильованої води. Насіння попередньо перевіряють на схожість. Протягом 72 год. має прорости щонайменше 80 % насінин.

Потім осад відокремлюють центрифугуванням упродовж 20 хв. за частоти обертання 3000–4000 об/хв і надосадову рідину змішують із 300 мл охолодженого до 4ºС 90 % етилового спирту. Суміш витримують у холодильнику за температури 4ºС 15 хв. і центрифугують протягом 30 хв за тієї самої частоти обертання.

Білий осад, що випав, промивають 100 мл 70 % етилового спирту (перемішують скляною паличкою) і знову центрифугують 20 хв. за тієї ж частоти обертання.

Осад після центрифугування якомога ретельніше відокремлюють декантацією, заливають 50 мл дистильованої води та відстоюють 12 год. за температури 18–20ºС. Через 12 год. осад відокремлюють фільтрацією крізь паперовий фільтр або центрифугуванням протягом 20 хв., з наступною декантацією водного розчину ферменту.

Розчин ферменту зберігають за температури 4ºС не більше 2-х тижнів.

**Підготовка насіння, макухи і шроту до аналізу.** З середньої проби насіння, макухи або шроту відбирають 50–60 г, подрібнюють на лабораторному млині і просівають крізь сито з отворами 0,25 мм.

Насіння перед аналізом прогрівають за температури 90ºС протягом 15 хв. для інактивації ферментів. Прогрівають у закоркованій реактивній колбі (для запобігання втрат летких ізотіоціанатів, які можуть перебувати у вільному стані).

У насінні, макусі і шроті визначають уміст вологи та летких речовин.

Визначають масову частку ізотіоціанатів і вінілтіооксазолідонів в одній наважці досліджуваної проби.

Наважку прогрітого насіння близько 5 г, зважену на вагах ІІ-го класу з записом результату до 4-го знаку після коми, вносять у круглодонну колбу ємністю 500 мл, додають 300 мл дистильованої води, 1 г фтористого натрію, 20 мл етилового спирту і 5 мл розчину ферменту. Колбу закривають корком і залишають для проведення ферментативного розщеплення глюкозинолатів на 3 год. за температури 18–22ºС.

Наважку макухи чи шроту 5 г, зважену на вагах ІІ-го класу з записом результату до 4-го знаку після коми, вносять у круглодонну колбу ємністю 500 мл, додають 300 мл дистильованої води, 1 г фтористого натрію, 20 мл етилового спирту і 5 мл розчину ферменту. Колбу щільно закривають і проводять ферментаційне розщеплення тіоглюкозидів, які можуть зберігатися в незмінному вигляді.

**Визначення масової частки ІТЦ.** Після закінчення ферментування колби ставлять на колбонагрівач, обгортають їх азбестом і приєднують до холодильника установки за допомогою перехідної трубки.

За аналізу макухи, шроту в колбу для запобігання піноутворення та перекидання додають кілька скляних кульок і 0,5 мл алілового спирту.

До нижнього кінця холодильника через насадку приєднують послідовно дві колби місткістю 250 мл: прийомну і конічну. У прийомну приливають 30 мл, а в контрольну – 15 мл 15 % водного розчину аміаку.

На прийомній колбі роблять позначку, яка відповідає об'єму рідини 200 мл. Кінці приєднаних за допомогою шліфів до колб і трубок насадки, мають бути занурені в розчин аміаку. Вмикають колбонагрівач і відганяють близько 170 мл води разом з леткими ізотіоціанатами у прийомну колбу. Потім продовжують відгонку ще 2–3 хв. Леткі ізотіоціанати у прийомній колбі сполучаються з аміаком з утворенням нелетких тіопохідних.

По закінченні відгонки від'єднують разом із насадкою прийомну та контрольну колби, а потім вимикають колбонагрівач. Це потрібно для запобігання зворотного засмоктування дистиляту в холодильник і реакційну колбу. Холодильник споліскують дистильованою водою (2–3 мл), збираючи промивну воду у прийомну колбу.

Вміст прийомної і контрольної колб переносять у мірну колбу ємністю 500 мл, колби споліскують водою, яку виливають у ту саму колбу. Доводять об'єм рідини в мірній колбі дистильованою водою до 500 мл, ретельно перемішують і використовують для визначення вмісту ізотіоціанатів.

Із мірної колби відбирають 50 мл дистиляту, переносять у конічну колбу ємністю 250 мл і додають 2,5 мл концентрованої сірчаної кислоти. Підготовлену пробу титрують 0,1 Н водним розчином $KMnO_4$ до появи слабко-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом декількох секунд.

**Визначення масової частки вінілтіооксазолідонів.** Залишок із реактивної круглодонної колби переносять на складчастий фільтр і відокремлюють водну фазу фільтрацією в колбу ємністю 250 мл. Осад двічі промивають водою, використовуючи по 20 мл води. Промивні води збирають у ту саму колбу. Доводять pH водної фази до 10,5 1 Н розчином NaOH, фіксуючи pH за допомогою pH-метра або індикаторного паперу. Потім водну фазу переносять у мірну колбу ємністю 250 мл, об'єм у колбі доводять дистильованою водою до 250 мл і ретельно перемішують.

Із підготовленої проби відбирають піпеткою 2 мл, переносять у ділильну воронку ємністю 50 мл та екстрагують вінілтіооксазолідони діетиловим ефіром, струшують у лійці, використовуючи для екстракції 10 мл ефіру. Екстрагують ефіром тричі. Екстракти об'єднують у мірній колбі ємністю 50 мл. Об'єм у колбі доводять до 50 мл діетиловим ефіром і використовують для визначення вмісту вінілтіооксазолідону.

Вимірюють оптичну щільність екстрактів на спектрометрі в кюветі з товщиною шару 1,0 см за довжиною хвиль 230, 248 і 266 нм відносно діетилового ефіру та визначають поглинання в максимумі смуги поглинання за довжиною хвилі 248 нм з урахуванням фону за формулою:

$$Д_{248} = \frac{Д_{230} + Д_{266}}{2},$$

де: $Д_{230}$ – оптична щільність досліджуваного розчину за 230 нм;

$Д_{266}$ – оптична щільність досліджуваного розчину за 266 нм;

$Д_{248}$ – оптична щільність досліджуваного розчину за 248 нм з урахуванням фонового поглинання.

Оптична щільність ($Д$) проби не повинна перевищувати 0,8–1,0, у випадку більш високого значення $Д$ належить зробити розведення й вести розрахунок з його урахуванням.

**Обчислення результатів.** Масову частку ізотіоціанатів у насінні, макусі і шроті (в перерахунку на 3-бутил-ізотіціанат) обчислюють на суху обезжирену речовину за формулою:

$$ЩТ = \frac{28{,}29 \times V_1 \times V_0 \times F}{V_2 \times m[100 - (M + B_л)]}\%,$$

де: 28,29=0,002829 × $10^4$/0,002829 маса 3-бутеніл-ізотіоціанату в г, еквівалентна 1 мл 0,1 Н розчину $KMnO_4$;

$V_1$ – об'єм 0,1 Н розчину $KMnO_4$, який витрачено на титрування проби, мл;

$V_2$ – об'єм дистиляту, взятого на титрування, мл;

$V_0$ – вихідний об'єм дистиляту.

За низького вмісту ВТО у пробі брати на екстракцію слід 3–5 мл.

$F$ – поправка до титру 0,1 Н розчину $KMnO_4$;

$m$ – маса досліджуваної проби, г;

$M$ – олійність досліджуваної проби, %;

$B_л$ – вміст вологи та летких речовин у досліджуваній пробі, %.

*ВТО* – масову частку 5-вініл-2-тіооксазолідону у насінні, макусі і шроті розраховують на абсолютно суху речовину за формулою:

$$ВТО = \frac{Д_{248} \times V_1 \times V_2 \times 10}{d \times K_{248} \times V_2 m - [100 - (M + B_л)]}\%,$$

де: $Д_{248}$ – оптична щільність досліджуваного розчину при 248 нм з урахуванням фонового поглинання;

$V_1$ – об'єм ефірного екстракту, який містить 5-вініл-2-тіооксазолідону, взятий для вимірювання, мл;

$V_2$ – об'єм водної фази, яка містить 5-вініл-2-тіооксазолідону в розчині діетилового ефіру при 248 нм, обчислений з урахуванням фонового поглинання, г-л/см;

$M$ – олійність досліджуваної проби, %;

$B_л$ – вміст вологи і летких речовин у досліджуваній пробі, %;

10 – коефіцієнт перерахунку, отриманий за виведення формули.

Вміст тіоглюкозидів обчислюють за формулою:

$$ТГ = ІТЦ \times 3{,}43 + ВТО \times 3{,}82,$$

де: *ІТЦ* – вміст *ІТЦ*, визначений після оброблення проби ферментним препаратом, %;

3,43 – коефіцієнт перерахунку, що дорівнює відношенню молекулярних мас глюконапіну і 3-бутаналізотіоцианаміду;

*ВТО* – вміст 5-вініл-2-тіооксазолідону, який визначається після оброблення проби ферментом;

3,82 – коефіцієнт перерахунку, що дорівнює відношенню молекулярних мас прогойтрину і 5-вініл-2-тіооксазолідону.

**Контроль точності вимірювання.** Критерієм вимірювання масової частки ізотіоціанатів є повнота їхньої відгонки.

Пробу на повноту відгонки ізотіоціанатів беруть, використовуючи 1 % водний розчин азотнокислого срібла. Для цього від'єднують насадку від колби і збирають 1–2 мл дистиляту в пробірку. До зібраного дистиляту додають дві краплі 1 % водного розчину азотнокислого срібла.

Якщо розчин не мутніє, відгонку вважають закінченою. В іншому випадку насадку знову приєднують до прийомної колби і продовжують відгонку. За вказаних умов досліду відгонка ізотіоціанатів складає 100 % (встановлено за індивідуальним аллілізотіоціанатом).

Критерієм точності вимірювання масової частки вінілтіооксазолідону є повнота екстракції. Якщо при цьому: $Д_{248} = \frac{Д_{248} - Д_{230} + Д_{266}}{2}$ <0,02, то екстракцію зупиняють, а четвертий екстракт відкидають. Якщо $Д_{248}$>0,02, то четвертий екстракт приєднують до отриманих раніше, а для контролю отримують п'ятий екстракт.

### 2.2.7 Газохроматографічний метод визначення жирнокислотного складу олії у насінні ріпаку, гірчиці, суріпиці, соняшника

В основі методу лежить одержання з олії метилових ефірів вищих жирних кислот за допомогою 3 або 10 % розчину гідроксиду калію в метанолі, в середовищі неполярного вуглеводного розчину з наступним їхнім розділенням газоридинною хроматографією.

**Реактиви.** Гідроксид калію (3 або 10 % розчин), метанол, сульфат натрію безводний, гідрокарбонат натрію, сірчана кислота (концентрована), гексан.

**Прилади і матеріали.** Газовий хроматограф; генератор водню; компресор медичний; лабораторний прес; мікроколонки; пробірки скляні; піпетки 0,1 та 1,0 мл; паперовий індикатор; мікрошприци «МШ-10»; воронки скляні; плитка електрична; колби мірні на 50, 100, 500 мл, колонка скляна завдовжки 250 мм з внутрішнім діаметром 3 мм; секундомір; вата; марля; медичні груші на 50, 100, 500 мл.

**Хід аналізу.** Олію з насіння вичавлюють на лабораторному пресі за тиску 150 атм.

У пробірку, в якій міститься 1–2 краплі олії проби, піпеткою додають 1 мл 10 % розчину гідроксиду калію в абсолютизованому метанолі, нагрівають 1 хв. до повного розчинення. По краплях додають концентровану сірчану кислоту – 6 крапель. Випадає білий осад. Струшують 5 хв.

Паперовим індикатором перевіряють pH, який має бути нейтральним. Але, як правило, довести pH до 7 не вдається, середовище залишається кислим.

Нейтралізують залишки кислоти гідрокарбонатом натрію в суміші з сульфатом натрію. Для цього використовують мікроколонку. В неї вкладають шматочок вати, насипають суміш $NaHCO_2 : N_2SO_2 = 2:1$.

У пробірку з білим осадом додають 1 мл гексану й енергійно струшують протягом 10 хв. Верхній прозорий шар переносять у мікроколонку.

Метилові ефіри збирають у маленьку пробірку. Перед введенням у випаровувач додають 1–2 краплі гексану до розчинення ефірів.

Розділяють метилові ефіри вищих жирних кислот на газовому хроматографі «Хром-4».

Швидкість пропускання через колонку 30–50 мл/хв. Температура термостата 176ºС. Температура детектора 220ºС (для ріпаку, гірчиці, свиріпи), 196–240ºС (для соняшника). Швидкість стрілки самописця 0,15 або 0,30 см/хв.

Мікрошприцем «МШ-10» пробу вводять у випарювач у кількості 0,8–1,4 мкл.

**Розшифровка хроматограм, розрахунки.**

$$C_k = ht(e)ik100,$$

де: $C_к$ – кількість компонента, %;

$h$ – висота піка, мм;

$t(e)$ – час виходу піка (віддаль від вершини до лінії виходу гексану);

$i$ – чутливість приладу;

$k$ – відповідний поправочний коефіцієнт до кожної кислоти.

## 2.3 Овочеві, баштанні види та картопля

### 2.3.1 Основні показники хімічного складу та підготовка середніх проб до аналізу

В усіх пробах сортів овочевих, баштанних видів і картоплі визначають уміст сухої речовини. Більшість видів аналізують також на вміст загального цукру і вітаміну С (табл. 36).

Таблиця 36

**Види рослин і кількісних аналізів проб**

| Види рослин | Види аналізів | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | нітрати | суха речовина | цукор загальний | суха речовина соку | сахароза | вітамін С | каротини | азот загальний | клітковина | кислот. заг. |
| Капуста білоголова | + | + | + | – | + | + | – | + | – | – |
| Капуста цвітна | + | + | + | – | – | + | – | + | + | |
| Огірок посівний | + | + | + | – | – | – | – | – | – | – |
| Цибуля городня | + | + | + | – | – | + | – | + | – | – |
| Часник | + | + | - | – | – | + | – | + | – | – |
| Помідор їстівний | + | + | + | + | – | + | + | – | – | + |
| Перець однорічний | + | + | + | – | – | + | – | – | + | – |
| Баклажан | + | + | – | – | – | – | – | – | – | – |
| Квасоля звичайна | + | + | – | – | – | + | – | + | + | – |
| Горох посівний | + | + | + | – | – | + | – | + | + | – |
| Морква посівна | + | + | + | – | – | – | + | – | – | – |
| Буряк столовий | + | + | + | – | – | – | – | – | – | – |
| Редиска, редька | + | + | – | – | – | + | – | – | – | – |
| Кукурудза цукрова | + | + | + | – | – | – | – | + | + | – |
| Селера (листя) | + | + | – | – | – | + | – | + | – | – |
| Петрушка городня (листя) | + | + | – | – | – | + | – | + | – | – |
| Салат посівний | + | + | – | – | – | + | – | + | – | + |
| Шпинат городній | + | + | – | – | – | + | – | + | – | + |
| Щавель кислий | + | + | – | – | – | + | – | – | – | + |
| Ревінь (черешки) | + | + | + | – | – | + | – | – | + | + |
| Кавун звичайний | + | + | + | – | – | + | – | – | – | – |
| Диня посівна | + | + | + | – | – | + | – | – | – | – |
| Гарбузи | + | + | + | – | – | + | + | – | – | – |
| Кабачки | + | + | + | – | – | – | – | – | – | – |
| Картопля | + | + | – | – | – | + | – | – | – | – |
| Кріп пахучий | + | + | – | – | – | + | – | – | – | – |

У пробах цибулі і часнику, крім того, визначають ефірну олію. Сахарозу в білоголовій капусті слід визначати тільки в тих сортів, які використовують для квашення, клітковину в капусті білоголовій і буряку столовому – за окремим завданням.

### 2.3.2 Відбирання та подрібнення середніх проб для визначення вмісту аскорбінової кислоти (вітамін С)

Для визначення вмісту аскорбінової кислоти (вітамін С) готують спеціальну пробу одночасно з підготовкою середньої проби для інших аналізів.

Зважаючи на надзвичайну нестійкість вітаміну С, а також його неоднаковий вміст не тільки в різних частинах рослини, але навіть в одному й тому ж органі, дуже важливо правильно взяти середню пробу. Всі операції, пов’язані з підготовкою проби до аналізу (подрібнення, розтирання тощо) виконують швидко. Сушіння та консервування свіжого матеріалу не допускається, тому що при цьому вітамін руйнується.

Спеціальну пробу готують таким чином. Від кожної одиниці, яка входить до проби й очищена, як описано за підготовки середньої проби для визначення вмісту сухої речовини та інших аналізів, відрізують ножем із нержавіючої сталі його частину, але так, щоб до неї пропорційно входили усі тканини.

Плоди помідорів і перцю, головки капусти розрізають уздовж на 4, 8, 16 частин залежно від розмірів, від кожної проби беруть не менше, ніж 200 г. Пробу швидко подрібнюють на склі ножем. Бульби картоплі, цибулини, коренеплоди редьки, редиски розрізують на чотири частини. Для аналізу на вміст вітаміну С беруть 1/4 частину від кожної одиниці, але ці частини не подрібнюють на склі, а відрізають від них тонкі пластинки. Не можна подрібнювати пробу, в якій визначають вміст вітаміну С, у подрібнювачі тканин або в будь-якому млині.

Щоб відібрати пробу гороху чи квасолі, треба загальну пробу розкласти тонким шаром, а потім відібрати з кількох місць потрібну кількість бобів, лопаток або зерен і подрібнити, як було вказано вище.

У селери кожний листок загальної проби розрізають навпіл уздовж осі ножем із неіржавіючої сталі. Половину проби грубо подрібнюють, добре перемішують, відбирають середню пробу масою приблизно 200 г і подрібнюють ножем. У салату головчастого від кожної головки вирізують сегмент і подрібнюють. У салату листкового, петрушки, щавлю відбирають із загальної проби в середню кожний третій листок, а два інших такого ж розміру кладуть у середню пробу для визначення вмісту сухої речовини та білка.

У баштанних видів беруть два сегменти з протилежних боків кожного плоду.

Якщо плід гарбуза або дині дуже великий, то від кожного сегменту (уздовж нього) відрізують пластинку завтовшки 3–5 мм, і з них створюють пробу.

### 2.3.3 Відбирання та подрібнення середніх проб для визначення вмісту сухої речовини та інших аналізів

Наважки для визначення вмісту сухої речовини, загального цукру, загальної кислотності, сухої речовини соку, азоту, крохмалю, клітковини й каротину беруть з однієї подрібненої середньої проби.

***Капуста білоголова і цвітна.*** Головки очищають від верхніх покривних листків, розрізають їх на 2, 4 або 8 частин (уздовж осі) залежно від їхнього розміру так, щоб у кожну частину входили у відповідній пропорції всі тканини. Для середньої проби беруть одну частину від кожної головки, залишки вирізують і відкидають.

Відібрані проби старанно подрібнюють за допомогою фрезерного електромлина, шинковки з електроприводом або вручну ножем-сікачем.

Головки цвітної капусти очищають від листків і зрізають ніжки біля самого суцвіття. Великі головки розрізають на 2 або 4 частини уздовж (по осі) суцвіття й беруть одну частину для подрібнення. Подрібнювати цвітну капусту зручніше на гомогенізаторі.

***Помідор, перець, баклажан, огірок.*** Помідор, баклажан, огірок аналізують з насінням, перець – без насіння. Всі плоди перед аналізом потрібно добре витерти. Плодоніжки видаляють. Великі плоди розрізають на 2–4 частини уздовж осі, для аналізу беруть 1/2 або 1/4 частину та подрібнюють на гомогенізаторі. Плоди помідора подрібнюють у роздрібнювачі тканин.

***Цибуля городня і часник.*** Цибулини очищають від покривних лусок, зрізують денце й суху шийку, подрібнюють на гомогенізаторі. Великі цибулини розрізають на 2–3 частини і для аналізу беруть одну з них.

***Овочеві бобові види і цукрова кукурудза.*** Відібрані для аналізу проби гороху і квасолі подрібнюють на гомогенізаторі. Боби, лопатки або зерно, вилущене з бобів, подрібнюють також на гомогенізаторі. Проби сортів цукрової кукурудзи доставляють у лабораторію в качанах. Для аналізу потрібно акуратно зрізати ланцетом або гострим ножем зерна зі стрижня та подрібнити на гомогенізаторі.

***Столові коренеплоди (буряк, морква, редиска, редька).*** Коли на аналіз надходять проби великих коренеплодів, слід від кожного взяти по 1/2, розрізаючи корені хрестоподібно вздовж, і подрібнити на гомогенізаторі.

***Селера, петрушка, шпинат, салат, щавель, ревінь***. Проби, які залишились від визначення вмісту вітаміну С, листя селери, петрушки, салату, шпинату і щавлю, а також черешки ревеню подрібнюють ножем.

***Баштанні види (кавун, диня, гарбуз і кабачок*).** Із плодів знімають верхній неїстівний шар (шкірку), видаляють насіння й досліджують тільки їстівну частину. Плоди

розрізають на дві частини повздовж від місця прикріплення плоду до сліду від квітки таким чином, щоб у кожну половину потрапили затінена й освітлена сонцем частини.

Якщо плоди великі, їх поділяють на сегменти по 6–8 см завтовшки по колу плоду і беруть 2–4 сегменти з протилежних боків кожного плоду. Дині, гарбузи, кавуни добре подрібнювати за допомогою гомогенізатора.

***Картопля.*** Бульби миють, насухо витирають, подрібнюють на тертушці або гомогенізаторі. Якщо вони великі, то беруть половину від кожної.

### 2.3.4 Визначення вмісту сухої речовини

Із середньої подрібненої проби овочів після ретельного перемішування беруть щонайменше дві наважки по 25–50 г з точністю до 0,01 г та кладуть у попередньо зважені фарфорові чашки або чашки Петрі. Після зважування чашки з наважками переносять до сушильної шафи, нагрітої до 120ºС (температура в шафі одразу ж знижується) і витримують 20–30 хв. за температури 100–102ºС для гальмування життєвих процесів у матеріалі. Потім висушують за 60–70ºС у сушильній шафі до повітряно-сухого стану. Легка ламкість матеріалу показує, що основну масу води видалено. Після цього його сушать протягом 4 год. за температури 100ºС.

Для висушування наважок дині, картоплі, які містять багато цукрів або крохмалю, 4 год. недостатньо, тому тривалість висушування потрібно збільшити до 6 год. Вологість таких видів краще визначати іншим методом.

Охолоджені в ексикаторі чашки з сухою речовиною зважують і знову сушать упродовж години за температури 100ºС. Далі знову охолоджують і зважують. Якщо різниця між двома зважуваннями перевищує 0,01–0,02 г, сушать ще півгодини, знову охолоджують і зважують.

**Визначення вмісту сухої речовини у помідорах.** Із середньої подрібненої проби помідорів після ретельного перемішування беруть не менше двох наважок по 10 г з точністю до 0,01 г та кладуть у попередньо зважені фарфорові чашки або чашки Петрі. Чашки ставлять у сушильну шафу і сушать за температури 80…85ºС протягом 10 год. Потім охолоджують їх в ексикаторі і зважують. Знову висушують протягом години за температури 80–85ºС. Якщо різниця між двома зважуваннями понад 0,01–0,02 г, сушать ще півгодини, охолоджують і зважують.

**Реактиви:** хлористий кальцій прожарений.

**Посуд:** фарфорові чашки діаметром 100–110 мм або чашки Петрі.

Дані записують у журнал (табл. 37).

Таблиця 37

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер чашки | Маса, г | | | | | | | % води |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | чашки | чашки з наважкою | наважки | чашки з наважкою після висушування | | | води, яка випарувалась | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| | | | | | | | | | |

### 2.3.5 Визначення вмісту аскорбінової кислоти (вітаміну С)

Метод базується на редукуючих властивостях аскорбінової кислоти. Синя фарба (індикатор), 2,6-дихлорфеноліндофенол відновлюється в безбарвну сполуку екстрактами рослин, які містять аскорбінову кислоту.

Кислотні витяжки з рослин титрують розчином барвника (відомого титру) до рожевого забарвлення, зумовленого надлишком барвника в кислому середовищі.

**Хід аналізу.** У фарфорові ступки вливають по 25 мл суміші соляної та метафосфорної кислот і зважують їх на технічних вагах з точністю до 0,01 г. Потім зі спеціально приготованої, грубо подрібненої проби овочів кладуть у ці ступки дві наважки по 5–10 г, залежно від умісту аскорбінової кислоти в рослинах. У картоплі, цибулі, редьки й редиски наважки складають із тонких пластинок, які вирізають з якомога більшої

кількості бульб, цибулин, коренеплодів. Зручно зважувати наважки на угорських сантиграмових вагах на 50 г. У чашку вагів додають 25 мл суміші кислот, зважують її, шматочки досліджуваної проби занурюють у кислоту. Взяту наважку з кислотою переносять у ступку.

Потім наважки розтирають до утворення однорідної маси. Грубі тканини рослин розтирають з невеликою, завжди однаковою (приблизно 0,25 г) кількістю скляного порошку. Розтерту масу переносять до мірної колби ємністю 100 мл. Зручно користуватися колбами Кольрауша. Ступку й товкачик споліскують кілька разів сумішшю кислот, яку виливають у ту ж мірну колбу. Цією сумішшю вміст колби доводять до мітки, закорковують, добре перемішують і залишають на п’ять хв. Потім частину екстракту (близько 50 мл) фільтрують крізь сухий подвійний фільтр у суху склянку.

Соляна кислота вилучає з рослинної тканини вільну і зв’язану аскорбінову кислоту в екстракт. Метафосфорна кислота осаджує білки та підвищує стійкість аскорбінової кислоти в екстракті.

Із отриманого фільтрату беруть піпеткою 10 мл розчину, наливають у стакан чи колбу і титрують із мікробюретки 0,001 Н розчином барвника до рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 0,5–1,0 хв. Аналіз від узяття наважки до титрування слід провести дуже швидко, без перерви.

**Розрахунки результатів.** Уміст аскорбінової кислоти (*С*) у рослинах виражають у мг на 100 г досліджуваної речовини (мг%) та обчислюють за такою формулою:

$$C = \frac{100 \times A \times T \times B}{в \times a},$$

де: *А* – кількість барвника, яку витрачено на титрування екстракту, мл;

*Т* – титр барвника, обчислений за аскорбіновою кислотою, мг;

*В* – об’єм витяжки, отриманої із наважки, мл;

*в* – кількість фільтрату, витрачена на титрування (зазвичай 10 мл);

*а* – наважка досліджуваного матеріалу, г.

Допустима різниця між паралельними визначеннями для картоплі, редиски, цибулі й редьки – 10 %, якщо знайдений відсоток вітаміну С прийняти за 100, а для інших видів – 5 %.

*Приклад розрахунку.* Наважка помідорів – 10 г, витяжка доведена до 100 мл, аскорбінова кислота, визначена в 10 мл, на титрування витрачено 1,23 мл барвника з міліграм-титром 0,1081.

Підставляючи ці дані в наведену для розрахунку формулу, отримаємо, мг%:

$$C = \frac{100 \times 1{,}23 \times 0{,}1081 \times 100}{10 \times 10} = 13{,}30$$

Записи ведуть у журналі за формою (табл. 38).

Таблиця 38

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер ступки | Маса ступки з кислотою, г | Маса ступки з кислотою та наважкою, г | Наважка, г | Об’єм витяжки, г | Кількість фільтрату для титрування, мл | Витрачено барвника на титрування, мл | Титр барвника, мл | Вміст аскорбінової кислоти, мг% |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| | | | | | | | | | |

**Визначення вмісту вітаміну С у забарвлених витяжках.** За аналізу проб, витяжки з яких забарвлені, належить користуватися наступним доповненням до викладеного методу.

Беруть наважки, вилучення та фільтрування здійснюють, як наведено вище. Потім з отриманого фільтрату беруть піпеткою по 5 мл і наливають у дві ретельно вимиті й витерті

сухі пробірки. Додають у кожну по 3 мл розчинника – чотирихлористого вуглецю (можна циліндром), обережно збовтують, дають відстоятися протягом півхвилини і титрують із мікробюретки 0,001 Н розчином барвника до жовто-рожевого забарвлення.

**Техніка титрування.** Обидві пробірки беруть в одну руку й повільно по краплях додають розчин барвника з мікробюретки в одну з пробірок, друга є контрольною. При цьому обидві пробірки струшують одночасно після кожної краплини. Уважно слідкують за зміною забарвлення розчинника (нижній безбарвний шар) у цій пробірці, порівнюючи з контрольною пробіркою на білому фоні. Коли з'являється жовто-рожеве забарвлення, титрування припиняють. Точно так титрують проби з фільтрату паралельної наважки тієї ж проби й розраховують за формулою, вказаною в основній методиці.

**Реактиви:**

1. *Суміш 2 % соляної і 2 % метафосфорної кислот*. 44,3 мл концентрованої соляної кислоти густиною 1,19 г/см$^3$ наливають у мірну колбу на 1 л, у яку вже налито воду, потім додають 20 г метафосфорної кислоти й доводять водою до 1 л.

2. *2 % сірчана кислота*. 11,6 мл концентрованої кислоти густиною 1,84 г/см$^3$ розводять водою до 1 л.

3. Аскорбінова кислота, кристалічна.

4. Йодистий калій, кристалічний.

5. *Розчин крохмалю* (*індикатор*). 1 г розтертого розчинного крохмалю збовтують із 20 мл холодної дистильованої води й виливають цю суміш у 80 мл гарячої води. Потім кип'ятять 3 хв. на електроплитці. Розчин фільтрують гарячим; для користування придатний протягом 3 діб (за зберігання в холодильнику).

6. *0,001 Н розчин йодату калію* (*$KJO_3$*). На аналітичних вагах зважують 0,3568 г йодату калію, висушеного протягом 2-х год. за температури 102ºС, розчиняють у воді й доводять до 1 л. Отриманий 0,01 Н розчин розбавляють у 10 разів і зберігають у добре закритій посудині в теплому місці.

7. *0,001 Н розчин 2,6-дихлорфеноліндофенолу* (*барвника*). На чистому годинниковому склі зважують 60 мг сухої фарби, переносять у мірну колбу на 200 мл, додають 100–150 мл теплої дистильованої води і 4–5 крапель 0,01 Н лугу. Колбу ретельно збовтують 10 хв., потім доливають до мітки водою, ще раз збовтують і фільтрують крізь щільний фільтр у суху колбу. Розчин барвника готують перед використанням, ним можна користуватися протягом 3-х діб, за умови обов'язкового встановлення титру в день застосування. За зберігання в холодильнику розчин можна використовувати протягом 7-ми діб.

Титр розчину 2,6-дихлорфеноліндифенолу встановлюють за йодатом калію. Цей метод засновано на паралельному титруванні розчину аскорбінової кислоти барвником 0,001 Н розчином йодату калію.

Титр барвника легко розрахувати, тому що 1 мл 0,001 Н розчину йодату калію еквівалентний 0,088 мг аскорбінової кислоти.

Для встановлення титру барвника розчиняють кілька кристалів ($KJO_3$), близько 1,0–1,5 мг аскорбінової кислоти (зважування не потрібне), у 50 мл 2 % сірчаної кислоти. Піпеткою беруть 5 мл цього розчину в невелику склянку й титрують фарбою з мікробюретки до рожевого забарвлення, яке не зникає протягом півхвилини. Одразу ж після цього титрують такий же об'єм розчину аскорбінової кислоти із мікробюретки 0,001 Н розчином йодату калію з додаванням у колбочку перед титруванням кількох кристалів (близько 5–10 мг) йодистого калію і 2–3 краплель розчину крохмалю, до появи блакитного забарвлення. Якщо з'явиться буре або фіолетове забарвлення, слід приготувати свіжий розчин крохмалю. Застосування більшої кількості йодистого калію недопустиме, тому що за високої концентрації цієї солі окислення аскорбінової кислоти йодом гальмується. Розраховують титр барвника (*Т*) за формулою:

$$T = \frac{0{,}088 \times a}{б},$$

де: *а* – кількість точно 0,001 Н розчину йодату калію, мл;

*б* – кількість розчину барвника, мл.

**Обладнання:** 2 мікробюретки з градуюванням на 0,01 мл, ємністю 2–5 мл; піпетки на 5, 10 і 100; мірні колби на 100, 200, 1000 мл; конічні колби на 100–200 мл; мірні циліндри на 10 і 50 мл; хімічні стакани на 50–100 мл; воронки діаметром 100–110 мм; фарфорові ступки діаметром 100–120 мм; ножі з неіржавіючої сталі; скляний порошок (чисте прозоре лабораторне скло, подрібнюють у ступці і просівають крізь сито з отворами діаметром 1,0–1,5 мм).

### 2.3.6 Визначення вмісту цукрів (за Бертраном)

**Суть методу.** Метод кількісного визначення вмісту цукрів базується на здатності редукуючих цукрів, які мають вільну альдегідну або кетонну групу, відновлювати в лужному середовищі сірчанокислу мідь у закисну. Осад закису міді розчиняють у сірчанокислому залізі у присутності сірчаної кислоти. При цьому закис міді окислюється залізом, відновлюючи його в закисне, а останнє окислюється розчином перманганату калію. Вміст дицукрів визначають за цим методом, але лише після гідролізу їх розведеними мінеральними кислотами.

Слід мати на увазі, що кількість цукрів, які містяться в розчині, не пропорційна масі осаду закису заліза міді, тому що проходить деякий розклад фелінгової рідини за нагрівання (з утворенням також закису міді) та розкладання частини моноцукрів унаслідок лужності фелінгової рідини. Тому таблиці Бертрана – відношення між масою осаду, який випав, закису міді і присутності в розчині глюкози – складені чисто емпірично. Будь-яке відхилення від умов рекомендованого методу (температури, тривалості нагрівання, концентрації розчину, ступеня його лужності тощо) спричиняє відхилення в результатах.

**Реактиви:**

1. 30 % розчин оцтовокислого свинцю (середнього), 300 г. $(CH_3COO)_2Pb\times 3H_2O$ розчиняють у 700 мл води, розчин фільтрують і зберігають у щільно закритому скляному посуді, тому що на повітрі він стає лужним.
2. Насичений розчин – двозаміщеного фосфорнокислого натрію або сірчанокислого натрію. 200 г $Na_2HPO_4\times 12H_2O$ розчиняють у 1 л дистильованої води за температури 30–35ºС.
3. Соляна кислота х. ч., концентрована (густина – 1,19 г/см$^3$).
4. 20 % розчин соляної кислоти. 497 мл соляної кислоти густиною 1,19 г/см$^3$ наливають у літрову мірну колбу з дистильованою водою, охолоджують розчин до 20ºС і доводять його водою до мітки.
5. Розчин вуглекислого натрію (соди) для нейтралізації кислотності витяжок і розчинів 180 г $Na_2CO_3\times 10H_2O$ розчиняють у 1 л дистильованої води (розчинення відбувається швидше за температури 30–35ºС). Вуглекислий натрій можна замінити їдким натрієм. 100 г їдкого натрію розчинити у 900 мл дистильованої води.
6. Розчин сірчанокислої міді. 40 г солі $CuSO_4\times 5H_2O$ розчиняють дистильованою водою в літровій колбі й доводять розчин до мітки. Реактиви фільтрують крізь паперовий фільтр у стакан. Зберігається довго в герметичному посуді.
7. Лужний розчин сегнетової солі. 200 г виннокислого калій-натрію $C_4H_4O_6KNa\times 4H_2O$ розчиняють у дистильованій воді, а потім туди ж додають 150 г їдкого калію або їдкого натрію і після охолодження доводять об'єм дистильованою водою в мірній колбі до 1 л. Реактив фільтрують крізь азбестовий фільтр.
8. Розчин сірчанокислого окисного заліза. 50 г $Fe(SO_4)\times 9H_2O$ розчиняють у дистильованій воді в літровій колбі й додають 200 г (108,7 мл) сірчаної кислоти густиною 1,84 г/см$^3$, після охолодження доводять об'єм розчину до 1 л дистильованою водою та фільтрують. Сірчанокислий окис заліза можна замінити на 86 г залізоамонійних галунів $Fe(NH_4)(SO_4)_2\times 12H_2O$. Розчини сірчанокислого окисного заліза або залізоамонійних галунів, що використовують для визначення цукрів, не повинні містити сірчанокислого закису заліза. Це перевіряється таким чином: до 20 мл розчину додають одну-дві краплини 0,1 Н перманганату, при цьому має з'явитися рожеве забарвлення, яке не зникає. Якщо ж перманганат втрачає забарвлення, то це вказує на наявність закисних солей і тоді реактив не можна використовувати.
9. Сірчана кислота, х. ч., концентрована (густиною 1,84 г/см$^3$).

10. Розчин індикатора – метилового червоного (метилроту) – готують так, як описано за визначення вмісту загального азоту.

11. 0,1 Н розчин марганцевокислого калію (перманганату калію). На технічних вагах зважують 3,161 г перманганату калію з розрахунку на 1 л, переносять до колби й доливають до 1 л дистильованою водою, нагрівають до кипіння та кип'ятять 30–40 хв. Потім колбу закривають корком із трубкою, яка наповнена сухим натронним вапном і дають охолонути. Залишок кількості води, необхідний для приготування розчину, також кип'ятять, охолоджують і виливають у стакан.

Після цього розчин фільтрують крізь подвійний паперовий фільтр у посудину з темного скла з кип'яченою водою, щільно закорковують і залишають на декілька діб. Звичайну склянку можна загорнути у чорний папір або пофарбувати в чорний колір.

Через 4–5 діб визначають титр розчину перманганату. Якщо потрібно використати цей розчин раніше, наприклад, у день приготування або на наступний день, то обов'язково визначають його титр для обчислення результатів аналізу. Для наступної роботи з цим розчином визначення титру потрібно повторити, тому що він буде іншим. Через 4–5 діб після приготування розчину титр стабілізується і майже не змінюється протягом двох-трьох місяців за правильного зберігання. Через 2–3 місяці титр перевіряють. Якщо розчин зберігають довше, титр перевіряють знову. Краще визначити титр за перекристалізованим щавлевокислим натрієм. Перед тим, як взяти наважки, сіль висушують у термостаті у скляному бюксі протягом двох годин за температури 120ºС, охолоджують в ексикаторі й беруть кілька наважок на аналітичних вагах приблизно від 0,18 до 0,25 г і кладуть у колби для титрування. В них додають по 50 мл дистильованої води і 2,5 мл концентрованої сірчаної кислоти, нагрівають до 70ºС і гарячу рідину титрують розчином перманганату до рожевого незникаючого забарвлення.

За відсутності щавлевокислого натрію титр перманганату можна встановити за щавлевою кислотою, також попередньо перекристалізованою.

Окислення перманганатом базується на тому, що 2 грам-молекули марганцевокислого калію віддають у кислому розчині 5 грам-атомів кисню: $2KmnO_4=K_2O+2MnO+O_5$. Щоб оксиди, що утворюються, перетворились у сірчанокислі солі, завжди має бути надлишок кислоти (сірчаної).

Титр перманганату виражають у міліграмах міді, виходячи з рівняння:

$5Na_2C_2O_4+2KMnO_4+8H_2SO_4=10CO_2+2MnSO_4+K_2SO_4+5Na_2SO_4+8H2O$

$10FeSO_4+2KMnO_4+8H_2SO_4=5Fe_2(SO_4)_3+2MnSO_4+K_2SO_4+8H_2O$

З рівняння видно, що 5 молекул щавлевокислого натрію відповідають 10 молекулам сірчанокислого закисного заліза або 10 атомам заліза.

З рівняння: $Cu_2O+Fe_2(SO_4)_3+H_2SO_4=2CuSO_4+2FeSO_4+H_2O$ видно, що двом атомам заліза відповідають два атоми міді. Відповідно, одній молекулі щавлевокислого натрію відповідають два атоми міді $2Cu\text{-}Na_2C_2O_4$. На основі цього рівняння складаємо співвідношення: $X=\frac{2\times 63{,}54}{134{,}01}=0{,}9483 \qquad X=1.$

У випадку встановлення титру за щавлевою кислотою співвідношення буде таким: $2CuC_2H_2O_4\times 2H_2O$

$$X=\frac{2\times 63{,}54}{126{,}07}=1{,}0080 \qquad X=1.$$

Перемножуючи наважку (г) щавлевокислого натрію або щавлевої кислоти на коефіцієнт, знаходимо кількість міді, відповідну до об'єму перманганату, який витрачено на титрування наважки.

Поділивши цю кількість міді на кількість витраченого розчину перманганату, мл, отримуємо титр його за міддю у г, перемножуючи останній на 1000, виражаємо титр у мг міді. Отримане число має бути близьким до 6.

Обчислення перманганату ($X$) зручно виконувати за такою формулою:

$$X=k\times\frac{a}{b},$$

де: *k* – коефіцієнт 0,9483 за встановлення титру перманганату за щавлевокислим натрієм і 1,0080 – за щавлевою кислотою;

*a* – наважка щавлевокислого натрію або щавлевої кислоти, г;

*b* – кількість перманганату, мл, яку витрачено на титрування наважки щавлевокислого натрію і щавлевої кислоти. Різниця між титрами, отриманими для різних наважок щавлевокислого натрію, допускається тільки у сотих частках мг.

З отриманих значень титру (не менше трьох близьких між собою) виводять середнє.

**Перекристалізація щавлевокислого натрію.** Розчиняють сіль – 6,33 г у 100 мл води за температури 100ºС. Розчин підлужнюють і залишають до повного освітлення. За цей час усі домішки (особливо щавлевокислий кальцій) осядуть на дно. Потім фільтрують і випаровують фільтрат до 1/10 його об'єму, при цьому щавлевокислий натрій випадає у вигляді кристалів, домішки залишаються в розчині. Рідину відсмоктують, а осад подрібнюють у порошок і кілька разів промивають невеликими порціями води. Перекристалізовану сіль висушують на повітрі, зберігають у герметичному посуді.

**Приготування азбестового фільтру.** Для приготування фільтру використовують циліндричну, звужену на одному кінці скляну трубку (трубка Алліна). Вузька її частина має бути заввишки 50–70 мм, зі внутрішнім діаметром 5–7 мм, довжина широкої частини – 100–120 мм.

Можна користуватися очищеним азбестом «для тиглів Гуча», які не потребують додаткового оброблення. Неочищений азбест належить попередньо прожарити, після цього нагріти в концентрованій азотній кислоті, в чотири рази розведеній дистильованою водою, а потім відмити водою та облити гарячою дистильованою водою до нейтральної реакції.

Фільтр готують таким чином: трубку Алліна з гумовим корком вставляють у колбу Бунзена, з'єднану з водоструменевим або масляним насосом. У вузьку частину трубки закладають зверху скляну кульку з відростками, а на поверхню кладуть шар скляної вати й довговолокнистого азбесту. Потім вмикають насос і у трубку наливають скаламучений у дистильованій воді дрібноволокнистий азбест. За відсмоктування він лягає рівним шаром на довговолокнистий. Загальна висота азбестового шару в трубці має складати 7–8 мм. Азбест легко ущільнюють скляною паличкою біля країв. Фільтр служить тривалий час. Замість трубки Алліна краще використовувати фільтруючі воронки з пористою скляною пластиною №№ 1 або 2, на яких за розрідженого повітря накладається скаламучений у воді азбест шаром 5–7 мм.

Правильно виготовлений фільтр не має пропускати осад, інакше результати паралельних визначень не будуть відповідати допустимим нормам. Якщо фільтр пропускає осад, то азбестовий шар замінюють новим. Можна використовувати також азбест, який уже був у використанні на фільтрах (попередньо його потрібно скаламутити у воді і знову розмістити шарами на фільтрі).

**Обладнання:** водяна баня; колби конічні на 100, 250, 300 мл; мірні колби Кольрауша на 200, 300 мл; колби мірні на 100 і 200 мл; бюретки на 25 і 50 мл; чашки фарфорові діаметром 70–100 мм; воронки діаметром 50–70, 100–120 мм; трубки Алліна з азбестовими фільтрами або воронки фільтрувальні з пористою скляною пластинкою №№ 1 або 2, колби Бунзена на 500 мл; стакани на 1–5 л; пісочні годинники на 3, 5, 8, 10 хвилин.

**Хід аналізу.** З подрібненої, добре перемішаної середньої проби беруть по дві наважки, кладуть у відтаровані чашки і зважують на технічних вагах з точністю до 0,01 г. Можна брати по одній наважці кожної проби, але із однієї проби на серію, досліджувану впродовж дня, беруть дві наважки. Якщо паралельні визначення при цьому не співпадають, аналізи всієї серії слід повторити.

Наважка залежно від кількості цукру складає 24–50 г. Треба врахувати, що в кінцевих 20 мл розчину, взятих для аналізу, має міститися не менше 10 і не більше 100 мг цукру (краще 40–50) для того, щоб можна було користуватися таблицями Бертрана. Таку кількість цукру можна отримати, беручи певну наважку (більшу або меншу, залежно від умісту цукру в досліджуваних рослинах) за певного розведення (потрібно мати мірні колби різного об'єму).

Наважку кладуть у ступку та ретельно розтирають з невеликою кількістю (1–2 г) чистого кварцевого піску або скляного порошку, потім переносять її до колби Кольрауша

на 200–300 мл, сполоскуючи ступку кілька разів дистильованою водою, доливають воду до 2/3 об'єму колби. За аналізу проб, які не мають грубих тканин, розтирання не потрібне.

За потреби визначення не тільки вмісту загального цукру, а й сахарози в пробах, які багаті органічними кислотами (наприклад, помідори), то за кислого середовища витяжки в колбу поступово додають (до нагрівання її в бані) розчин вуглекислого натрію або вуглекислого кальцію для нейтралізації, перевіряючи при цьому реакцію витяжки за лакмусом.

Колбу ставлять на 15 хв .на водяну баню для вилучення цукрів за температури 80ºС, занурюючи її до рівня рідини в ній, і часто збовтують. Температуру відзначають за термометром, який опускають у контрольну колбу з дистильованою водою або в одну із колб з досліджуваною наважкою. Як водяну баню можна використовувати ультратермостат або ж підтримувати належну температуру у відкритій посудині за допомогою універсального термостата.

За визначення цукрів у пробах зі значним умістом крохмалю нагрівання ведуть за температури 40ºС протягом 30 хв.

По закінченні нагрівання витяжки освітлюють 30 % розчином оцтовокислого свинцю. Розчин свинцю додають по краплях у теплу, не доведену до повного об'єму, витяжку до закінчення утворення осаду. Спочатку осад випадає у вигляді великих пластівців, а потім спостерігається лише помутніння. Зазвичай додають 5–10 мл розчину, після цього вміст колби перемішують і відстоюють 5 хв. Коли з'являється прозорий шар рідини над осадом, це свідчить про те, що відбулося повне осадження.

За аналізу сортів одного виду на одній з двох проб слід попередньо встановити кількість розчину оцтовокислого свинцю, необхідну для освітлення витяжки, і за аналізу всіх інших проб додавати однакову кількість розчину. Надлишку солі свинцю слід уникати.

Потім колбу охолоджують до кімнатної температури (8–20ºС) і приливають мірним циліндром 18–20 мл насиченого розчину двозаміщеного фосфорнокислого або сірчанокислого натрію для осадження надлишку оцтовокислого свинцю. Вміст колби добре перемішують і дають осаду відстоятися. Якщо надлишок оцтовокислого свинцю осаджують двозаміщеним фосфорнокислим натрієм, то для відстоювання достатньо 10 хв.; за використання сірчанокислого натрію потрібно 24 год.

Коли розчин відстоїться, перевіряють повноту осадження надлишку свинцю. Для цього по стінці шийки колби приливають кілька крапель розчину фосфорнокислого або сірчанокислого натрію. Якщо в місці з'єднання рідин не з'явиться помутніння, то до вмісту колби доливають дистильовану воду до мітки, ретельно перемішують і через 1–2 хв. фільтрують крізь сухий складчастий фільтр у суху колбу. За виникнення помутніння додають ще 8–10 мл реактиву, збовтують, дають відстоятися і знову повторюють аналіз на повне осадження надлишку оцтовокислого свинцю. Витяжки з помідорів не потребують освітлення, фільтрат і без додавання освітлювачів виходить прозорим. Тому під час аналізу немає потреби додавати розчин оцтовокислого свинцю та реактиви для видалення надлишку солі свинцю.

Для аналізу моноцукрів беруть дві порції фільтрату й визначають вміст цукру за Бертраном, як вказано в наступному розділі «Визначення вмісту моноцукрів».

Щоб перевести сахарозу в моноцукри, належить провести інверсію.

**Інверсія.** Дві паралельні проби фільтрату по 50 мл переносять у мірні колби об'ємом 100 мл і ставлять на нагріту водяну баню. Одночасно туди ж поміщають контрольну колбу з 50 мл води та термометром.

По досягненні в контрольній колбі температури 60ºС колби виймають і за допомогою мірного циліндра або піпетки додають до них по 3 мл соляної кислоти густиною 1,19 г/см$^3$ або 5,5 мл 20 %.

Потім колби знову занурюють у гарячу водяну баню і витримують 8 хв. за температури 68–70ºС, відлік часу ведуть з моменту досягнення такої температури в контрольній колбі.

Колби виймають, швидко охолоджують, рідину в них нейтралізують насиченим розчином вуглекислого натрію або розчином їдкого натрію за метиловим червоним

(метиловим оранжевим) до переходу червоного забарвлення розчину в золотистий або жовтуватий (реакція розчину має бути нейтральною або слабокислою).

Багаторазовим збовтуванням звільняють розчин від вуглекислого газу, який виділяється за нейтралізації содою, доводять до мітки водою та добре перемішують (у разі отримання каламутних розчинів уміст колби фільтрують). Отриманий після інверсії розчин містить тільки моноцукри і служить для визначення вмісту інвертованого цукру.

**Визначення вмісту моноцукрів.** Дві паралельні проби фільтрату по 5–20 мл (залежно від умісту цукру) переносять піпеткою до конічних колб ємністю 100–200 мл. Коли фільтрату взято менше 20 мл, то для збереження однакових об'ємів реагуючих речовин доливають дистильовану воду. До кожної колби перед кип'ятінням додають по 20 мл розчину сірчанокислої міді й лужного розчину сегнетової солі. Суміш цих розчинів називають фелінговою рідиною. Вміст колб обережно перемішують і ставлять на електроплитку. Суміш має кипіти рівно 3 хв. (відлік часу ведуть окремо для кожної проби). Після цього закис міді протягом 1–2 хв. має відстоятися, а потім рідину фільтрують.

Коли розчин містить значно більше або менше цукру, ніж передбачали, то після 3-х хв. кип'ятіння осад закису міді може не утворитися (мало цукру в розчині) або вся мідь відновлюється в закисну (багато цукру), що визначають за зникненням синього забарвлення або великим осадом. В обох випадках аналіз слід повторити.

Якщо для аналізу було взято 20 мл розчину й осад не утворився або його було дуже мало (на титрування витрачено лише 1–2 мл перманганату), дослід потрібно повторити. Слід узяти більшу наважку, розвести витяжку до того ж об'єму або ж зменшити розведення, взявши меншу колбу за тієї ж наважки. Концентрація цукру в розчині при цьому підвищиться. У процесі нагрівання суміші зникає синє забарвлення, тобто вся сірчанокисла мідь витрачена на визначення вмісту цукру, кількість розчину зменшують, наприклад, замість 15–20 мл беруть тільки 5–10 мл і доводять об'єм розчину до 20 мл водою. Коли й це не допоможе, можна 10 мл розчину довести водою в мірній колбі до 100 мл, перемішати і взяти звідти для аналізу 10–20 мл.

**Фільтрування та розчинення осаду закису міді.** Рідину фільтрують крізь азбестовий фільтр у колбу Бунзена, користуючись водоструменевим або масляним насосом Косовського. Потім осад у колбі промивають тричі гарячою дистильованою водою шляхом декантації (не переносячи на фільтр більшої частини осаду), приливаючи кожного разу до колби по 5–10 мл води доти, поки промивна вода буде мати тільки блакитнуватий відтінок. Під час роботи потрібно ретельно слідкувати за тим, щоб осад на фільтрі і в колбі весь час був вкритий водою, для запобігання його руйнування на повітрі. Після промивання виливають фільтрат і всі промивні води з колби Бунзена, кілька разів ретельно споліскують її спочатку водогінною водою і востаннє – дистильованою. Фільтр установлюють знову в колбу Бунзена. Осад закису міді приливають, додають 15–20 мл розчину залізо-амонійних галунів або окисного сірчанокислого заліза. Закис міді окислюється в сірчанокислу мідь, а відповідна кількість заліза переходить із окисної форми в закисну: $Cu_2O+Fe_2(SO_4)_3+H_2SO_4=2CuSO_4+2FeSO_4+H_2O$, утворюючи прозору світло-зелену рідину, яку фільтрують крізь той же фільтр для розчинення закису міді, який залишився на фільтрі. Рідину на фільтрі відсмоктують не відразу, щоб частинки повністю розчинились. Для прискорення розчинення осаду обережно перемішують паличкою верхній шар. Колбу, в якій був розчин, кілька разів споліскують гарячою дистильованою водою, змиваючи її також на фільтр.

**Титрування рідини, що містить закисну сіль заліза.** Гарячий фільтрат у колбі Бунзена відразу ж титрують розчином 0,1 Н перманганату калію із бюретки зі скляним краном аж поки не з'явиться рожеве забарвлення (від останньої краплі перманганату), яке не зникає протягом півхвилини.

Перманганат калію в кислому середовищі окислює утворене закисне залізо в окисне за рівнянням: $2KMnO_4+10FeSO_4+8H_2SO_4=5Fe_2(SO_4)_3+2MnSO_4+K_2SO_4+8H_2O$.

За титрування двох паралельних проб різниця має бути не більше 0,05 мл за витрати на пробу 6–8 мл розчину перманганату калію, а якщо витрачається 10–12 мл, то допускається розходження на 0,1 мл. Визначення вмісту цукру, починаючи з моменту додавання реактивів і до кінця титрування, має тривати не більше 15–20 хв.

**Аналіз даних.** Коли відома кількість 0,1 Н розчину перманганату калію, яку витрачено на титрування, і титр перманганату за міддю, за таблицею глюкози знаходять уміст у досліджуваному розчині моноцукрів (додаток 2), а за таблицею інвертованого цукру – вміст інвертованого цукру (додаток 3).

Для визначення вмісту цукрів у відсотках до досліджуваної речовини (за природної вологості), слід визначити, яка наважка відповідає кількості розчину, взятого для аналізу. Припустимо, що наважка речовини дорівнює 24 г. Об'єм витяжки був доведений до 300 мл. Для визначення вмісту моноцукрів брали 10 мл розчину з додаванням такої ж кількості води. Тоді 10 мл відповідають 800 мг овочів. Звідси відсоток моноцукрів (інверту):

$$x = \frac{a \times 100}{800}$$

За інвертування цукру досліджуваний розчин було розбавлено у два рази (50 до 100 мл). Тоді 20 мл такого розчину відповідають 800 мг овочів і відсотку інвертованого цукру:

$$y = \frac{б \times 100}{800}$$

У такому прикладі обидві формули мають однаковий знаменник через те, що за визначення вмісту моноцукрів витяжка була розведена у 30 разів і для аналізу взято 10 мл, за визначення ж умісту інвертованого цукру витяжку розвели у 60 разів, але для аналізу взяли 20 мл розчину.

Через величини *x* і *y*, можна знайти відсоток сахарози:

$$Z = 0{,}95 \times (y - x)$$

Коефіцієнт 0,95 вводиться через те, що 1 г інвертованого цукру отримують із 0,95 г сахарози.

*Приклад розрахунку кількості різноманітних форм цукрів***.** Наважки білоголової капусти – 24 г, витяжка доведена до 300 мл, уміст моноцукрів визначений в 10 мл; на титрування витрачено 11,45 мл розчину перманганату з титром 6,29 мг за міддю. Звідси 11,45 × 6,29 = 72 мг міді, що відповідає 37 мг глюкози (за таблицею визначення вмісту глюкози). Ця кількість цукру міститься в 100 мг розчину, які відповідають 800 мг речовини.

$$\text{Тоді: моноцукрів} = \frac{37 \times 100}{800} = 4{,}63\%.$$

### 2.3.7 Визначення вмісту інвертованого цукру

50 мл із тієї самої витяжки, в якій визначали вміст моноцукрів, після інверсії доведені до 100 мл. Із них для визначення вмісту цукру взято 20 мл. На титрування витрачено 13,20 мл розчину перманганату або 13,2 × 6,29 = 83 мг міді, що відповідає 43 мг цукру (за таблицею визначення інвертованого цукру). Така кількість цукру міститься в 20 мл розчину, яка відповідає 800 мг речовини. Звідси випливає, що $\frac{43 \times 100}{800}$ = 5,38 % інвертованого цукру.

Тепер можна розрахувати кількість сахарози в досліджуваній пробі капусти:

$$0{,}95\ (5{,}38 - 4{,}63) = 0{,}71\ \%.$$

Для обчислення загального вмісту цукрів у випадках, коли визначають сахарозу, належить скласти результати визначення вмісту моноцукрів і цукрів (табл. 39).

Бажано визначити вміст цукру за один день. Якщо такої можливості немає, аналіз краще перервати після проведення інверсії соляною кислотою. Колби терміново охолодити та залишити на ніч.

Можна також залишити на 24 год витяжку після вилучення цукрів і додавання оцтовокислого свинцю. У такому разі надлишок солі свинцю потрібно осадити сірчанокислим натрієм.

Таблиця 39

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер колби | Наважка, г | Розведення | | | Кількість рослинної речовини у пробі розчину, що аналізується, мл | Кількість перманганату, використаного на титрування, мл | Титр перманганату за міддю, мг | Кількість міді за використаним перманганатом, мг | Кількість цукру за міддю у пробі розчину для аналізу, мг | % цукру |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | I | II | III | | | | | | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** | **12** |
| | | | | | | | | | | | |

### 2.3.8 Визначення загальної кислотності у плодах помідора

Органічні кислоти вилучають із подрібненої наважки, нагріваючи її з дистильованою водою на водяній бані. Потім у певній порції фільтрату методом титрування 0,1 Н розчином лугу встановлюють загальну кількість кислот. Знайдену величину перераховують на яблучну кислоту множенням на коефіцієнт 0,0067.

**Реактиви:** 0,1 Н розчин натрію з точно встановленим титром (спосіб приготування викладено за опису методу визначення вмісту загального азоту); розчин фенолфталеїну: 1 г індикатора розчиняють у 100 мл 96%-ого етилового спирту.

**Обладнання:** водяна баня; колби мірні на 200–300 мл (краще Кольрауша); колби конічні на 250–300 мл; піпетки на 20, 25, 50 мл; воронки діаметром 100–110 мм.

**Хід аналізу.** З подрібненої середньої проби після ретельного перемішування зважують на технічних вагах у відтарованій фарфоровій чашці 20–30 г речовини. Для одного визначення із серії проб, так само, як і за визначення вмісту цукрів, беруть дві паралельні наважки. Наважку ретельно змивають дистильованою водою в мірну колбу ємністю 200–300 мл. Об’єм рідини в колбі доводять водою приблизно до 2/3. Ставлять колбу на водяну баню і витримують 15 хв. за температури 80ºС, за термометром, який опущено в одну з колб з аналізованою пробою. Для повного вилучення кислот уміст колби час від часу збовтують.

Після охолодження (до 20ºС) рідину в колбі доводять дистильованою водою до мітки, збовтують і фільтрують крізь сухий фільтр у суху колбу. Дві паралельні проби фільтрату по 50 мл піпеткою переносять до конічних колб ємністю 250 мл і титрують 0,1 Н розчином лугу до рожевого забарвлення, попередньо додаючи до титрованого фільтрату кілька крапель індикатора (фенолфталеїну).

Вилучають органічні кислоти так само, як і цукри, тому за визначення загальної кислотності можна цю операцію не повторювати, а брати фільтрат, отриманий за вилучення цукрів без додавання освітлювача.

Перемножуючи кількість мл використаного на титрування 0,1 Н лугу на поправку до її титру та на відповідний коефіцієнт, знаходять уміст розчинних кислот (у перерахунку на яблучну кислоту) в наважці відповідно до взятої кількості фільтрату. Для вираження кислотності у відсотках слід отриманий результат перемножити на число, яке дозволяє розрахувати вміст кислот у 100 г досліджуваної речовини.

Різниця між двома паралельними визначеннями має бути не більше, ніж 0,02 %. Записи ведуть за формою, наведеною у таблиці 40.

Таблиця 40

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер колби | Наважка, г | Об'єм витяжки, мл | Кількість | | | Поправка до титру їдкого натрію, мл | Кількість 0,1 Н їдкого натрію, мл | Кислотність, % К=0,0067 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | фільтрату для титрування, мл | овочів (г), що відповідають взятому для титрування об'єму фільтрату | їдкого натрію, титрування, мл | | | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| | | | | | | | | | |

### 2.3.9 Визначення вмісту сухої речовини соку в плодах помідора (рефрактометричний метод)

Метод базується на різному заломленні променя світла, який проходить крізь розчини різної концентрації. Чим вища концентрація розчину, тим більший показник заломлення.

**Обладнання:** рефрактометр «РПЛ-2» (або іншої марки); універсальний термостат або ультратермостат, скляні оплавлені палички.

**Хід аналізу.** Для аналізу беруть середню пробу плодів помідора, подрібнених на гомогенізаторі, або іншим способом. Визначають показники заломлення рефрактометра за температури 20ºС, яку зручно підтримувати за допомогою ультратермостата або універсального термостата.

Перед початком роботи, коли відрегульовано постачання води, яка підтримує постійну температуру в рефрактометрі, потрібно перевірити нульову точку приладу обов'язково за температури 20ºС. Коли прилад перевірено, оплавленою скляною паличкою наносять на нижню призму рефрактометра 1–2 краплі пульпи (соку) помідорів і щільно прикривають другою призмою. Встановивши повертанням вентиля чітку межу розподілу поля на дві частини (темну і світлу), роблять відлік. За виникнення кольорів райдуги на межі розподілу, їх усувають. За кожного паралельного визначення роблять 3–5 відліків. Показники записують щоразу після порушення і встановлення чіткої межі розподілу. З отриманих 3–5 відліків знаходять середнє. За кожною пробою виконують два паралельні визначення, різниця між якими не повинна перевищувати 0,2 %.

Після кожного визначення паличку споліскують дистильованою водою, висушують фільтрувальним папером, а призми рефрактометра протирають ватою, змоченою водою, а потім насухо – м'якою серветкою. Найточніші результати отримують, коли аналізи проводять за температури 20ºС.

Улітку, коли температура води підвищується, що не дає можливості визначати за 20ºС, слід приєднати до універсального термостата охолоджуюче контактне реле.

У разі неможливості проводити визначення за температури 20ºС, слід за кожного відліку відзначати та записувати показники термометра, що знаходиться на рефрактометрі, користуючись таблицею поправок на температуру.

Відсоток сухої речовини знаходять за спеціальними таблицями, які є в інструкції до приладу або безпосередньо на шкалі рефрактометра, залежно від системи приладу. Записи ведуть за формою (таблиця 41).

Таблиця 41

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер проби | Відліки за рефрактометром | | Вміст сухої речовини соку, % | Температура за спостереження, ºС | Поправка на температуру | Вміст сухої речовини соку за 20ºС, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | I, II, III, IV, V | середнє | | | | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** |
| | | | | | | | |

### 2.3.10 Визначення вмісту каротину в плодах помідора (за Сапожніковим)

У помідорах міститься у великій кількості біологічно неактивний лікопен, присутність якого ускладнює визначення вмісту каротину. Метод, який пропонується, ґрунтується на здатності каротину відокремлюватися від інших пігментів за нанесення ацетонового екстракту каротиноїдів на хроматографічний папір петролейним ефіром і визначення його в цій витяжці на фотоелектричному колориметрі. Каротин у гарбузах визначають цим же методом.

**Побудування градуйованої шкали.** На аналітичних вагах зважують 14,5 мг азобензолу та розчиняють у 100 мл спирту; 1 мл такого розчину відповідає за забарвленням 0,00235 мг або 2,35 мікрограмів (мкг) каротину.

Далі наведено рекомендовані розведення зразкового розчину для отримання шкал розчинів і показники приладу за їхнього колориметрування (табл. 42). Слід ураховувати, що величини оптичної щільності зразкових розчинів і відповідні їм показники вмісту каротину подані тут для орієнтування, а за роботи на приладах різних марок, як і за роботи на різних приладах однієї марки, будуть отримані величини і криві, що відрізняються від наведених нижче (табл. 42).

Таблиця 42

**Орієнтовні показники вмісту каротину й оптичної щільності зразкових розчинів**

| Номери колб | Взято зразкового розчину, мл | Додано спирту, мл | Вміст каротину, мкг/мл | Оптична щільність, од. |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 1 | 4 | 0,47 | 0,079 |
| 2 | 2 | 3 | 0,94 | 0,120 |
| 3 | 3 | 2 | 1,41 | 1,160 |
| 4 | 4 | 1 | 1,88 | 0,198 |
| 5 | 5 | 0 | 2,35 | 0,238 |

Оптичну щільність розведених розчинів вимірюють на фотоколориметрі іншим способом, описаним в інструкції до приладу. При цьому застосовують синій світлофільтр і кювети на 10 мм, закриваючи їх кришками. Ґрунтуючись на отриманих даних, будують градуйовану криву на міліметровому папері. На осі ординат відкладають знайдені значення оптичної щільності, на осі абсцис – відповідну їм кількість каротину в мкг/мл. Градуйована крива, що з'єднує точки перетину відкладених величин, має являти собою пряму лінію з нахилом близько 45º.

Градуйовану криву слід будувати на початку сезону аналізу овочів і повторювати у разі зміни режиму роботи фотоколориметра (його ремонту тощо).

Це стосується й інших колориметричних методів, описаних у даній методиці.

**Обладнання:** фотоелектричний колориметр; хроматографічна камера; циліндри мірні на 100 мл; ступки фарфорові з товкачиками; піпетки на 1, 2, 5, 10 мл; пробірки мірні на 5 мл; папір хроматографічний марки «С»; колби Бунзена; склянки Тищенка; чашки Петрі.

**Реактиви:** ацетон; петролейний ефір; сірчаний ефір; висушені над сірчанокислим натрієм кальцій вуглекислий ($CaCO_3$) або натрій вуглекислий ($NaCO_3$); азобензол (краще перекристалізований зі спирту); натрій сірчанокислий безводний.

**Хід аналізу.** Дві наважки по 3–5 г беруть із середньої проби свіжих помідорів (краще використати матеріал, що залишився після відбирання наважок на вміст вітаміну С), розтирають у ступках з 20 мл ацетону й невеликою кількістю кварцевого піску та вуглекислого натрію (на кінчику ножа одного і другого). Подрібнюють до отримання однорідної маси, особливо ретельно слід розтирати шкірку помідорів. У ступку додають 10–15 г сірчанокислого натрію та добре перемішують.

Відмивають каротиноїди від осаду ацетоном за допомогою водоструменевого або масляного насосів у колбу Бунзена через фільтруючі воронки з пористою скляною пластинкою № 1 або № 2. При цьому приливають до осаду невеликі порції ацетону, ретельно розтираючи у ступці всю масу, намагаючись не переносити її на фільтр.

Відмивання припиняють, коли нова порція ацетону вже не забарвлюється.

Після повної екстракції каротиноїдів екстракт із колби Бунзена переносять до мірного циліндра на 100 мл, споліскуючи колбу двічі невеликою кількістю ацетону, вимірюють об'єм з точністю до 1 мл і перемішують.

**Хроматографія.** На аркуш хроматографічного паперу (20 × 30 см), залежно від умісту каротину в помідорах, на нижній край вужчого боку аркуша, відступивши від краю на 4–5 см, наносять від 5 до 10 мл екстракту. Його наносять кілька разів, даючи попередній порції злегка підсохнути у струмені теплого повітря, потім звертають у трубку, з'єднуючи верхні кінці канцелярською скріпкою і кладуть на дно камери для хроматографії, де розміщено чашку Петрі з петролейним ефіром.

Хроматографічна камера – це скляний циліндр діаметром 20–25 см і заввишки 50–55 см, обгорнутий чорним папером. Після завантаження камеру закривають скляною пластинкою (краще, якщо кришка притерта до циліндра).

Замість камери можна використати звичайну 3-літрову банку, в яку наливають петролейний ефір на дно та накривають кришкою. Бажано камеру заповнити петролейним ефіром за 1–2 доби до її використання. Через 30–45 хв., коли відбудеться чітке відокремлення каротину від супутніх пігментів (каротин іде догори по хроматограмі першим), хроматограму виймають із камери, відрізають смужку паперу з плямою каротину, розрізають вирізану смужку на дрібні частини і кладуть у пробірку, куди додають 2–3 краплі сірчаного ефіру (для послаблення абсорбційних зв'язків каротину з папером) і 3 мл петролейного ефіру. Пробірку закорковують, уміст добре струшують і ставлять на 30 хв. у темне місце для переходу каротину з паперу в розчин. Після цього розчин зливають у мірну колбу з міткою на 5 мл, споліскують частинки паперу малими порціями петролейного ефіру до його знебарвлення, зливаючи їх кожного разу в ту саму мірну пробірку. Доводять об'єм петролейним ефіром до 5 мл, закорковують, добре перемішують і колориметрують на фотоелектроколориметрі проти петролейного ефіру з синім світлофільтром у кюветах на 10 мм, які закривають кришками. Якщо вміст каротину перевищує показники градуйованої кривої, досліджуваний розчин розводять удвічі, добре перемішують і колориметрують, а результат подвоюють.

Після вимірювання оптичної щільності досліджуваного розчину знаходять на градуйованій шкалі вміст каротину. Для цього з точки на осі ординат, яка відповідає знайденій оптичній щільності, ставлять перпендикуляр до перетину з градуйованою кривою і з точки перетину опускають перпендикуляр на вісь абсцис. Точка перетину перпендикуляру з віссю абсцис відповідає вмісту каротину (*C*), мкг/мл. Обчислюють результати аналізу за формулою:

$$\text{мг\% каротину} = \frac{\tilde{N} \times \hat{A}_1 \times \hat{A}_3 \times 100}{\hat{A}_2 \times \grave{a} \times 1000} = \frac{\tilde{N} \times \hat{A}_1 \times \hat{A}_3}{\hat{A}_2 \times \grave{a} \times 10},$$

де: $B_1$ – об'єм, отриманий після екстракції ацетоном із наважки, мл;

$B_2$ – об'єм, узятий для нанесення на хроматографічний папір, мл;

$B_3$ – об'єм петролейного ефіру, витрачений на екстракцію каротину, мл;

*a* – наважка досліджуваної речовини, г;

100/10000 – для переводу в мг%.

*Приклад розрахунку.* Наважка помідорів 5 г (*a*), ацетоновий екстракт із наважки 70 мл ($B_1$), для нанесення на хроматографічний папір взято 5 мл ($B_2$), для вимивання

каротину з паперу взято 5 мл петролейного ефіру ($B_3$), показання фотоколориметра – 0,124, а вміст каротину за градуйованою шкалою 1,02 ($C$).

Підставляючи усі ці значення у формулу, отримаємо:

$$мг\%\ каротину = \frac{1{,}02 \times 70 \times 5}{5 \times 5 \times 10} = 1{,}43.$$

Записи ведуть за формою (табл. 43).

Таблиця 43

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер ступки | Наважка, г | Об'єм, мл | | | Оптична щільність | Вміст каротину | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | $B_1$ | $B_2$ | $B_3$ | | за градуйованою кривою, мл | мг% |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** |
| | | | | | | | | |

### 2.3.11 Визначення вмісту каротину в моркві

Каротин вилучають бензином із наважки моркви, попередньо зневодненої спиртом. Супутні каротину інші каротиноїдні пігменти (ксантофіли, лікопин тощо) і хлорофіл із бензинового розчину не видаляють, тому що кількість їх у моркві дуже мала, і вони не впливають на результати аналізу. Кількість каротиноїдів визначають за інтенсивністю жовтого забарвлення розчину методом порівняння його на колориметрі з розчином двохромовокислого калію або азобензолу, які стандартизовані за чистим каротином.

**Обладнання:** фотоелектроколориметр «ФЕК-М» або іншої марки; колориметр Дюбоска або іншої системи; баня водяна; холодильник Лібіха; ступки фарфорові діаметром 70–90 мм; колби для фільтрування під вакуумом (Бунзена) на 250–500 мл; воронки ділильні 300–500 мм; воронки фільтруючі з пористою скляною пластинкою №№ 1 і 2; воронки скляні діаметром 50–70 мм; циліндри мірні на 100–200 мл; колби конічні на 100–200 мл.

**Реактиви:**

1. Зразковий розчин двохромовокислого калію для колориметрування на «ФЕК-М». 720 мг тричі перекристалізованої солі розчиняють у 1 л води, 1 мл розчину відповідає за забарвленням 0,00416 мг або 4,16 мкг каротину.

Зразкові розчини двохромовокислого калію або азобензолу для роботи на колориметрі. *Розчин двохромовокислого калію* – 360 мг розчиняють у 1 л дистильованої води. Один мл такого розчину відповідає за забарвленням 0,00208 мг каротину в 1 мл бензину. *Розчин азобензолу* – 14,5 мг кристалічного х. ч. азобензолу розчиняють у 100 мл 96 % етилового спирту, 1 мл такого розчину за забарвленням відповідає 0,00235 мг каротину в 1 мл бензину. Зразкові розчини зберігають у добре закритих склянках із темного скла в темному місці.

2. Спирт етиловий, 96 %.
3. Бензин (фракції, що киплять в межах 60–100ºС) може бути отриманий методом фракційної перегонки авіаційного бензину.

**Хід аналізу.** Наважку моркви (3 г), зважену на технічних вагах, ретельно розтирають у невеликій фарфоровій ступці з кварцовим або скляним піском, з 3-ма мл етилового спирту. З кожної проби беруть дві паралельні наважки. Вміст ступки після розтирання переносять на воронку з пористою скляною пластиною № 1 або № 2, вставлену в колбу Бунзена, ретельно змиваючи стінки ступки етиловим спиртом (25 мл). Рідину за допомогою насоса відсмоктують у колбу Бунзена (при цьому морква зневоднюється). Саме тут, на фільтрі, проводять багаторазову екстракцію каротиноїдів чистим безбарвним бензином, весь час перемішуючи вміст скляною паличкою. Нові порції бензину приливають доти, поки він стане цілком безбарвним.

Для впевненості в повному вилученні каротиноїдів наважку переносять із фільтру скляною паличкою знову до ступки, приливають ще трохи бензину й розтирають товкачиком. Якщо бензин не забарвлюється, вилучення каротиноїдів пройшло достатньо повно. Коли ж бензин забарвлюється, то його зливають у ту ж колбу Бунзена через той

самий фільтр, а наважку знову обробляють бензином у ступці до отримання безбарвних витяжок. Уміст колби Бунзена після вилучення каротиноїдів переносять у ділильну воронку для відокремлення водно-спиртового шару від бензинового. Водно-спиртовий шар зливають у другу воронку і промивають 2–3 рази бензином порціями по 10 мл. Усі бензинові витяжки зливають разом і вимірюють отриманий об'єм циліндром з точністю до 1 мл.

Частину бензинової витяжки фільтрують крізь паперовий фільтр у чисту суху колбу, а потім колориметрують і результат обчислюють до 0,1 мг%.

**Визначення на фотоелектричному колориметрі (ФЕК).** Спочатку потрібно побудувати градуйовану криву. Для цього готують низку розчинів із відомими концентраціями каротину в досліджуваному розчині. Наприклад, рекомендується побудувати таку криву, користуючись розчином двохромовокислого калію, приготування якого викладено в кінці опису цього методу; 1 мл зразкового розчину відповідає за забарвленням розчину, що містить 4,16 мкг каротину. Можна приготувати розчини наступних концентрацій (табл. 44)

Таблиця 44

**Концентрації зразкових розчинів**

| Номери колб | Об'єм зразкового розчину, мл | Додано води, мл | Вміст каротину, мкг/мл |
|---|---|---|---|
| 1 | 20 | 80 | 0,832 |
| 2 | 40 | 60 | 1,664 |
| 3 | 60 | 40 | 2,496 |
| 4 | 80 | 20 | 3,328 |
| 5 | 100 | 0 | 4,160 |

Колориметрують у кюветі з відстанню між робочими гранями 10 мм при синьому світлофільтрі.

Після вимірювання оптичних щільностей, указаних у таблиці розчинів, будують градуйовану криву, як описано вище за визначення вмісту каротину в помідорах.

Маючи градуйовану криву, можна визначити невідому концентрацію каротину в розчині. Для цього визначають оптичну щільність розчину з невідомою концентрацією каротину в тій самій кюветі і на тому ж барабані, для яких отримано градуйовану криву. Потім за кривою знаходять концентрацію, яка відповідає отриманому значенню оптичної щільності, обчислюють уміст каротину за формулою:

$$мг\%\ каротину = \frac{C \times B \times 100}{a \times 1000},$$

де: $C$ – вміст каротину, встановлений за градуйованою кривою, мкг/мл;

$B$ – об'єм бензинової витяжки з наважки, мл;

$a$ – наважка досліджуваної речовини, г;

$\frac{100}{1000}$ – для переведення в мг%.

Запис ведуть за формою (таблиця 45).

Таблиця 45

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер ступки | Наважка, г | Загальний об'єм бензинової витяжки, мл | Оптична щільність | Вміст каротину | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | за градуйованою кривою, мкг/мл | мг% |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** |
| | | | | | | |

**Визначення на колориметрі Дюбоска або іншої системи**

За колориметрування встановлюють скляний стаканчик із зразковим розчином на будь-яку постійну поділку шкали колориметра (10 мм), а висоту стовпа досліджуваного розчину визначають кілька разів (не менше, ніж 5). Для розрахунків беруть середній результат. Уміст каротину в моркві обчислюють за наступною формулою:

$$мг\%\ каротину = \frac{0{,}00208 \times X \times B \times 100}{X_1 \times a},$$

де: 0,00208 – кількість каротину в 1 мл бензинового розчину, який відповідає за забарвленням зразковому розчину двохромовокислого калію, мл;

$B$ – загальний об'єм бензинової витяжки, мл;

$a$ – наважка моркви, г;

$X$ – значення шкали зразкового розчину, мм;

$X_1$ – значення шкали досліджуваного розчину, мм.

Запис ведуть за формою (табл. 46).

Таблиця 46

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер ступки | Наважка, г | Загальний об'єм бензинової витяжки, мл | Показники шкали колориметра, мм | | | Вміст каротину, мг% |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | зразковий розчин | досліджуваний розчин | | |
| | | | | | відлік 1, 2, 3, 4, 5, 6 | середнє | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** |
| | | | | | | | |

### 2.3.12 Визначення вмісту загального азоту

У крохмалистих і цукристих видах рослин із високим умістом води (картопля, капуста, цибуля, часник, кукурудза цукрова, горох мозговий, горох лущильний) вміст азоту рекомендовано визначати в сирій речовині.

Середні проби овочевих, узяті з подрібненої маси, розмелюють на гомогенізаторі або розтирають у ступці до такого стану, щоб увесь матеріал проходив крізь сито з отворами діаметром 0,5 мм. Аналіз виконують так само, як і по зернових видах. Для перерахунку отриманих даних на сиру речовину використовують ту саму формулу, якою користувались за визначення вмісту клітковини у висушених пробах овочів.

**Відбирання наважки сирої речовини для аналізу і спалювання білкових речовин.** Для визначення сирої речовини овочів і плодів зважують на технічних вагах у фарфорову чашку або бюкс із добре подрібненої проби по дві наважки від 3 до 10 г (залежно від умісту азоту в речовині). Для капусти та картоплі можна брати 7 г. Наважку без утрат переносять у колбу для спалювання, змиваючи залишки частинок невеликою кількістю води. Для прискорення процесу спалювання і зменшення спінювання рідини воду з колби попередньо випаровують, слідкуючи за тим, щоб речовина не обвуглилась. Чим більше буде видалено води, тим менше буде пінитися рідина за спалювання. Потім до колби приливають концентровану сірчану кислоту з розрахунку 12 мл на 1 г сухої речовини. Для попередження спінювання до колби додають 1 мл етилового спирту. Коли виділення білих парів припиняється, додають 2 г каталізатора та підсилюють нагрівання колби. Далі процес такий самий, як і за визначення вмісту азоту в зернових видах. Коефіцієнт перерахунку азоту на сирий білок для овочевих – 6,25.

### 2.3.13 Поляриметричний метод визначення вмісту крохмалю в бульбах картоплі (за Еверсом)

Метод базується на перетворенні крохмалю в цукор безпосередньо гідролізом соляною кислотою та на здатності продуктів гідролізу повертати площину поляризації в певному напрямку на певну величину. Аналіз виконують за допомогою цукроміра.

**Обладнання:** цукромір «СУ-2» (або іншої системи); колби мірні на 100 мл (краще Кольрауша); колби конічні на 100–200 мл; воронки скляні діаметром 90–110 мм, піпетки на 50 мл.

**Реактиви:** 25 % розчин соляної кислоти, 4 % розчин фосфорно-вольфрамової кислоти, 30 % розчин сірчанокислого цинку, 15 % розчин залізистосинеродистого калію (приготування перерахованих розчинів описано в розділі «Зернові та зернобобові види. Кукурудза на зерно»).

**Хід аналізу.** За визначення крохмалю в картоплі велике значення має ретельність відбирання проби. Маса подрібненої на тертушці картоплі розшаровується. Крохмаль осідає на дно, а зверху відокремлюється рідина, при цьому розшарування йде дуже швидко, взяти правильно 5-ти грамову наважку нелегко, тому картоплю розмелюють у гомогенізаторі, який дає пінисту добре збиту масу. Попередньо бульби подрібнюють уручну, а потім завантажують у гомогенізатор і розмелюють протягом 5–8 хв.

На технічних вагах у маленьку фарфорову чашку беруть наважку (5 г) досліджуваних бульб і змивають її 50 мл дистильованої води в мірну колбу ємністю 100 мл. Приливають до неї 3 мл 25 % соляної кислоти, ставлять колбу на бурхливо киплячу водяну баню і тримають, часто помішуючи (особливо спочатку), 15 хв. Після цього колбу виймають, додають води до загального об'єму 80–90 мл і охолоджують до 20ºС. Для осадження білків і освітлення розчину додають 2 мл розчину фосфорновольфрамової кислоти, потім доливають до мітки водою, збовтують і фільтрують крізь подвійний складчастий фільтр у суху колбу. Фільтрат негайно поляризують у трубці завдовжки 200 мм, за відсутності фосфорновольфрамової кислоти для освітлення можна застосовувати розчини сульфату цинку і залізистосинеродистого калію. Спочатку додають 1 мл розчину сульфату цинку, після енергійного перемішування додають 1 мл розчину залізистосинеродистого калію і знову перемішують уміст колби. Якщо після додавання осаджувачів утворюється піна, її можна усунути додаванням 1–2 крапель сірчаного ефіру або спирту. З кожної проби беруть дві наважки.

**Обчислення вмісту крохмалю в бульбах.** За поляризації середнє з п'яти вимірювань градусів множать на 1,78 (коефіцієнт Еверса) для картопляного крохмалю й отримують уміст крохмалю у відсотках у досліджуваних бульбах певного сорту.

Розходження між паралельними визначеннями не повинно перевищувати 0,5 %.

Запис ведуть за формою (табл. 47).

Таблиця 47

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер колби | Наважка, г | Показники шкали цукроміра | | | | | Середнє | Вміст крохмалю, % |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | I | II | III | IV | V | | |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| | | | | | | | | | |

## 2.4 Плодові, субтропічні, цитрусові, горіхоплідні та ягідні види

### 2.4.1 Основні показники хімічного складу

Для характеристики сортів перелічених видів виконують аналізи на вміст речовин, зазначених (+) у таблиці 48.

Таблиця 48

**Перелік ботанічних видів і видів аналізів сировини**

| Ботанічні види | Види аналізів | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | суха речовина | цукор загальний | вітамін С | каротин | загальна кислотність | pH | пектинові речовини | дубильні речовини | катехіни | жир |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** | **11** |
| **Плодові** | | | | | | | | | | |
| Яблуня | + | + | + | – | + | + | + | – | + | + |
| Груша | + | + | – | – | + | – | – | – | + | – |

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Айва | + | + | – | – | + | – | + | – | + | – |
| Горобина | + | + | + | – | – | – | – | – | + | – |
| Слива | + | + | – | – | + | + | + | – | + | – |
| Алича | + | + | – | – | + | + | + | – | + | – |
| Вишня | + | + | + | – | + | – | – | – | + | – |
| Черешня | + | + | – | – | + | – | – | – | – | – |
| Абрикос | + | + | – | + | + | + | + | – | – | – |
| Персик | + | + | – | + | + | | – | – | + | – |
| **Субтропічні** | | | | | | | | | | |
| Гранатник | – | + | + | – | + | + | – | + | – | – |
| Інжир | + | + | – | – | + | – | + | – | – | – |
| Хурма | + | + | + | – | – | – | – | + | – | – |
| Фейхоа | + | + | – | – | + | – | – | – | – | – |
| Маслина | + | – | – | – | – | – | – | – | – | + |
| **Цитрусові** | | | | | | | | | | |
| Лимон | + | + | + | – | + | – | – | – | – | – |
| Апельсин | + | + | + | – | + | + | – | – | – | – |
| Мандарин | + | + | + | – | + | + | – | – | – | – |
| Грейпфрут | + | + | + | – | + | – | – | – | – | – |
| **Горіхоплідні** | | | | | | | | | | |
| Горіх грецький | – | + | – | – | – | – | – | – | + | + |
| Мигдаль | – | + | – | – | – | – | – | – | – | + |
| Фундук | – | + | – | – | – | – | – | – | – | + |
| **Ягідні** | | | | | | | | | | |
| Суниця | + | + | + | – | + | + | + | – | + | – |
| Малина | + | + | + | – | + | – | + | – | + | – |
| Смородина | + | + | + | – | + | + | + | – | + | – |
| Агрус | + | + | + | – | + | – | + | – | + | – |
| Шипшина | + | + | + | + | + | – | – | – | + | – |
| Виноград | – | + | + | – | + | + | – | + | – | – |

### 2.4.2 Відбирання та подрібнення середніх проб різних видів плодів, ягід та горіхів

Плоди перед подрібненням слід очистити від бруду, пилу та ін., для цього кожний із них витирають рушником і сушать на повітрі.

***Плоди зерняткових.*** Плоди *яблуні, груші, айви* розрізають на чотири частини, з яких складають середні проби для аналізів. Одну використовують для визначення вмісту катехінів, другу, за потреби – для визначення вмісту аскорбінової кислоти. Частини, що залишаються, подрібнюють на гомогенізаторі після видалення насінних комірок для виконання інших аналізів.

***Плоди кісточкових.*** Для визначення вмісту аскорбінової кислоти й катехінів у плодах *вишні* слід відібрати окрему пробу масою близько 200 г. Для цього загальну пробу розкладають на столі в один шар і з різних місць беруть плоди. Видаляють кісточки і швидко подрібнюють на склі ножем із неіржавіючої сталі чи у фарфоровій ступці. За визначення катехінів у *сливах* і *персиках* окремі проби масою близько 200 г складають із половинок або четвертинок плодів залежно від їхніх розмірів. Плоди *вишні* звільняють від кісточок і подрібнюють на гомогенізаторі.

***Плоди субтропічних.*** Проби плодів *інжиру* подрібнюють на гомогенізаторі, добре перемішують і беруть наважки для аналізів.

Плоди *гранатнику* очищають від шкірки та перетинок і вибирають зерна. Сік вичавлюють на соковижималці, зливають у колби або стакани, дають протягом години відстоятися або ж фільтрують. Аналізують відстояний сік або фільтрат. Результати аналізів виражають у відсотках соку.

Плоди після видалення насіння подрібнюють разом зі шкіркою на гомогенізаторі. Для визначення вмісту вітаміну С готують середню пробу так само, як і за аналізу яблук.

Із плодів *маслини* видаляють кісточки, а м'якоть подрібнюють на гомогенізаторі.

***Плоди цитрусових.*** У *лимона, апельсина, мандарина* і *грейпфрута* видаляють флаведо (поверхневу шкірку) й альбедо (внутрішній білий шар, який щільно прилягає до м'якоті), а також насіння. Складають окрему пробу для визначення вмісту вітаміну С таким чином: від кожного плоду відокремлюють 1/4 або 1/8 частину у вигляді сегменту, отриману пробу подрібнюють ножем із металу, що не окислюється, або у фарфоровій ступці. Проби, що залишились від відбирання на вміст вітаміну С, подрібнюють на гомогенізаторі.

***Горіхоплідні.*** Проби *мигдалю, горіха грецького* і *фундука* очищають від шкаралупи. Кожне ядро розрізають уздовж на дві частини й одну з них видаляють. Із половинок ядра відбирають середню пробу масою щонайменше 100 г. Підготовлені таким чином проби розмелюють на лабораторному млинку «Пірует».

***Ягідні.*** Для визначення вмісту вітаміну С і катехінів у пробах *суниці, смородини, агрусу* й *малини*, що надійшли до лабораторії масою 2 кг кожна, відбирають проби цілих ягід масою близько 200 г. Для цього загальну пробу розкладають на столі в один шар і з різних місць беруть по кілька ягід. Відібрані проби швидко подрібнюють у фарфорових ступках або на склі.

Ягоди, що залишились, подрібнюють або розмелюють для всіх інших аналізів.

***Шипшина.*** Для визначення вмісту вітаміну С і катехінів готують окрему пробу. Від кожного плоду беруть половинку, ланцетом вичищають із неї насіння, половинку подрібнюють на склі ножем із неіржавіючої сталі.

Половинки, що залишились, очищають від насіння, розмелюють на гомогенізаторі для приготування загальної середньої проби.

***Виноград.*** Аналізують сік. Ягоди кладуть у торбинку з бязі й вичавлюють сік за допомогою лабораторного преса або вручну. Сік перемішують і дають йому відстоятися. Час відстою може бути різним для різних сортів. Визначення всіх показників ведуть негайно після відстоювання, поки в соку не почався процес бродіння.

### 2.4.3 Визначення вмісту сухої речовини, аскорбінової кислоти, цукрів, каротину

Визначають ці показники за методами, описаними в розділі «Овочеві, баштанні види та картопля». За визначення вмісту аскорбінової кислоти в *яблуках* і *хурмі* вирізають із якомога більшої кількості четвертинок плодів тоненькі частинки у формі півмісяця, які доходять у *яблук* до насінних камер. Слід мати на увазі, що для визначення вмісту цукрів у плодах деяких видів (*слива, яблуня, абрикос, персик* тощо) отримують водні витяжки, які погано освітлюються оцтовокислим свинцем. У таких випадках для осадження білкових і фарбуючих речовин можна застосовувати такі реактиви: розчин лугу – 32 г їдкого натрію в 1 л води і розчин азотнокислого свинцю – 340 г в 1 л води.

Після вилучення цукрів до колби Кольрауша спочатку додають розчин лугу з розрахунку 3–4 мл на 100 мл освітлюваної витяжки і збовтують уміст, потім приливають такий самий або дещо більший об'єм розчину азотнокислого свинцю через те, що надлишок їдкого натрію руйнує глюкозу. Коли розчин не висвітлиться протягом 5–7 хв., додають ще по 1–2 мл обох розчинів.

Для видалення надлишку свинцю до освітленого розчину, нагрітого до 60ºС, приливають 3–4 мл (із розрахунку на 100 мл освітленої витяжки) насиченого розчину сірчанокислого натрію та залишають за цієї температури протягом 10 хв. на водяній бані. В таких умовах утворюються великі кристали сірчанокислого свинцю, які легко утримуються фільтром.

Вміст каротину у пробах *абрикоса* й *персика* визначають за методом Сапожнікова так само, як і у помідора.

### 2.4.4 Визначення активної кислотності (pH)

Активну кислотність соку визначають електрометрично в невеликій кількості мезги ламповим потенціометром «ЛП-58», «ЛПУ» або іншого типу.

Для визначення pH на «ЛП-58» користуються скляним і каломельним електродами менших розмірів. Для налагодження приладу (коригування шкали) необхідно мати 1–2 буферних розчини з зазначенням pH від 2 до 5, тобто в межах значень соку плодів. Можна приготувати ацетатний буфер з pH-4,62. Дозволяється користуватися й іншими рецептами приготування буферних сумішей або готувати їх зі спеціальних пігулок, наявних у продажу.

Можна застосувати також іншу пару електродів – каломельний і платиновий. У такому разі до стакана з досліджуваним соком вносять 40–50 мг (на кінчику ножа) хінгідрону й розмішують його електродами. Налаштовують прилад за буферним розчином або за інструкцією з користування ним.

**Приготування буферного розчину.**

*Ацетатний буфер pH-4,62.* У мірній колбі на 1 л змішують 200 мл 0,5 Н розчину їдкого натрію і 400 мл 0,5 Н розчину оцтової кислоти (або еквівалентні їм кількості розчинів кислоти й лугу близькі до 0,5 Н концентрації), доводять об'єм до мітки водою, звільненої від вуглекислоти, та ретельно перемішують.

*0,5 Н розчин їдкого натрію.* Для приготування одного літра 0,5 Н розчину беруть близько 23 г х. ч. лугу. Титр отриманого розчину встановлюють за янтарною кислотою.

*0,5 Н розчин оцтової кислоти.* 30 мл х. ч. льодяної оцтової кислоти доводять у літровій мірній колбі водою до мітки, а потім методом титрування розчином 0,5 Н лугу перевіряють титр приготованої кислоти.

Для приготування буферного розчину слід користуватися двічі перегнаною дистильованою водою (бідистилят).

За визначення pH на «ЛПУ-01» потрібно дотримуватися всіх інструкцій до приладу, наприклад, за використання автоматичної температурної компенсації показники відліковують не раніше, ніж через 1–2 хв. після занурення електродів і компенсатора в розчин.

Налаштовують цей прилад за буферними розчинами, фіксанали яких постачаються разом із приладом.

### 2.4.5 Визначення загальної кислотності електрометричним титруванням

У невеликі скляні посудини піпеткою наливають по 20–50 мл витяжки (залежно від умісту кислот), приготованої за методикою, складеною для визначення загальної кислотності в плодах помідора. У розчин занурюють два електроди, ті самі пари, що й за визначення pH. Реохорд на «ЛП-58» ставлять на значення pH-7,0 (точка нейтралізації) і вмикають прилад натиском і поворотом кнопки за годинниковою стрілкою. Потім із бюретки у стакан приливають по краплях 0,1 Н розчину їдкого натрію доки стрілка гальванометра не підійде до нуля. При цьому рідину у стакані обережно перемішують паличкою або ж для перемішування використовують магнітну мішалку.

Для кожної проби беруть по дві порції фільтрату. Розбіжність між двома паралельними визначеннями не повинна перевищувати 0,02 %.

Обчислення загальної кислотності та форма запису даних у журналі ті ж самі, що і за визначення загальної кислотності помідорів (табл. 40).

За аналізу плодів цитрусових, *гранатника* і *смородини* користуються коефіцієнтом лимонної кислоти – 0,0064, за аналізу всіх інших плодових і ягідних – коефіцієнтом яблучної кислоти – 0,0067, за аналізу *винограду* – коефіцієнтом винної кислоти – 0,0075.

**Реактиви та обладнання.** 01,Н розчин їдкого натрію з точно встановленим титром, приготування цього розчину описано при викладенні методу визначення загального азоту; хінгідрон; потенціометр; скляні посудини діаметром 80мм і висотою 40мм; піпетки на 25, 50мл; бюретка на 25мл.

## 2.5 Кормові види

Суху речовину в зеленій масі трав визначають за відбирання проб для аналізів. За дослідження сортів усіх кормових видів хімічні лабораторії Інституту визначають уміст загального азоту та білка (сирого протеїну). Важливим показником для характеристики сортів трав, а також *сорго, соняшнику* та інших видів на силос є вміст сирої клітковини.

Крім вмісту загального азоту і клітковини, у пробах *люпину* у вегетативній масі і в зерні визначають вміст алкалоїдів; у *буряках цукрових* і *кормових*, у *моркві* й інших коренеплодах – вміст сухої речовини, загального цукру, а в *моркві кормовій*, крім указаних показників, – і каротину.

У цьому розділі наведено також опис методів визначення вмісту сирого жиру й золи та способи обчислення безазотистих екстрактивних речовин (БЕР). Ці аналізи виконують із визначенням вмісту білка (сирого протеїну) та сирої клітковини у разі, коли потрібно дати оцінку різним кормовим видам або одному з них у різні фази розвитку за вмістом кормових одиниць у 100 кг корму.

### 2.5.1 Подрібнення проб і відбирання середніх проб

Проби сортів багаторічних і однорічних трав, за винятком кормових коренеплодів та баштанних видів, лабораторія має отримувати в повітряно-сухому стані.

Перед розмелюванням проби підсушують за температури 40–50ºС, після цього їх пропускають один раз через електричний дисковий млин (типу Ексцельсіор), молотковий млин або млин з робочими органами у вигляді ножів (типу Уайлі).

Подрібнену масу просіюють крізь сито з розміром отворів 1 мм. Залишок на ситі розмелюють на тому ж млині і знову просіюють, якщо залишок на ситі незначний, то його змішують з пробою. За розмелювання потрібно слідкувати, щоб речовина не розпилялася, тому просіюють крізь сито з піддоном і кришкою. Якщо на дисковому чи молотковому млині важко розмолоти пробу до належного стану, залишок на ситі можна пропустити через електромлин пропелерного типу («Терцеп», «ЛМЗ»), а потім приєднати його до розмеленої проби.

Вегетативну масу та зерно *люпину* для визначення вмісту алкалоїдів, а також проби інших видів, які аналізують на вміст крохмалю, жиру, білка слід розмелювати до такого стану, щоб частинки речовини проходили крізь сито з розміром отворів 0,5 мм.

Коли проба велика, після грубого розмелу з неї відбирають середню пробу масою 50–100 г. За визначення вмісту тільки сирого протеїну беруть пробу масою близько 30 г і розмелюють до належного стану. Середні проби масою 20 г для визначення вмісту білка зручно розмелювати на пропелерному млині без просіювання. Відбирання проб для визначення вмісту сирого протеїну та порядок зберігання їх описано у розділі «Зернові та зернобобові види. Кукурудза на зерно». Зважаючи на те, що сухі подрібнені стебла й листя рослин легші за подрібнене (розмелене) зерно, то для висушування та відбирання наважок за аналізу на вміст азоту (сирого протеїну) до металевого бюксу кладуть не 20 г речовини, а не більше половини бюкса.

Проби кормових коренеплодів готують до аналізу так само, як і столових. Уміст сухої речовини визначають так само, як і в столових коренеплодах.

### 2.5.2 Визначення вмісту загального азоту, сирої клітковини, сирого жиру, сирої золи, гігроскопічної вологи

Методи проведення цих аналізів подано у розділі «Зернові та зернобобові види. Кукурудза на зерно». Коефіцієнт перерахунку загальної кількості азоту на білок (сирий протеїн) – 6,25. За визначення вмісту золи у пробах багаторічних і однорічних трав не потрібно додавати будь-який реактив-прискорювач, тому що озолення відбувається легко. Коли озолення, не дивлячись на запобіжні заходи, супроводжується утворенням оплавлення золи і проходить повільно, процес прискорюють наступним чином. Речовину, яка містить ще недогорілі частинки вугілля, охолоджують, обробляють кількома краплями дистильованої води. Воду випаровують і прожарювання продовжують. Коли вміст загального азоту і сирої клітковини визначають у сирій речовині кормових коренеплодів, то керуються положеннями, викладеними у розділі «Овочеві, баштанні види та картопля». Визначають уміст золи і клітковини в повітряно-сухому матеріалі, законсервованому та розмеленому для аналізу, як описано у тому ж розділі. Якщо визначають уміст золи в сирій речовині, то в прожарений і зважений тигель поміщають близько 10 г добре перемішаного матеріалу, ставлять у сушильну шафу, випаровують воду й повністю висушують за температури 100ºС. Озолення й подальший хід аналізу ведуть звичайним методом.

Для визначення гігроскопічної вологи беруть наважку від 2 до 2,5 г, зважують на аналітичних вагах.

Різниця між окремими парними визначеннями вмісту клітковини в одній і тій самій пробі сорго, однорічних і багаторічних трав – 0,5 %. Розходження за сирою золою не повинно перевищувати 0,05 %, для стебел і листя однорічних і багаторічних трав – 0,15 %. За проведення аналізів у зерні кормових видів, а також за визначення гігроскопічної води, слід керуватися вказівками, прийнятими для зернових і зернобобових видів.

Розходження між паралельними пробами за визначення вмісту азоту так само, як і за аналізу зернових і зернобобових видів, не повинно перевищувати 2 %, якщо прийняти обчислений відсоток азоту за 10 (тобто 0,06 % за вмісту азоту в досліджуваній пробі близько 3 і 0,03 % за вмісту азоту 1,5 %).

**Розрахунки безазотистих екстрактивних речовин.** БЕР визначають арифметично, віднімаючи від 100 суму отриманих даних за сирим протеїном, сирою клітковиною, сирою золою і сирим жиром у відсотках до абсолютно сухої речовини. Коли у пробах кормових видів жир не визначають, то БЕР і жир обчислюють сумарно.

### 2.5.3 Визначення вмісту алкалоїдів у кормовому люпині нефелометричним методом (у модифікації Бойко)

Алкалоїди осаджують розчином кремнієвольфрамової кислоти, при цьому отримують різні комплексні сполуки, які утворюють у розчині стійкий мул. Інтенсивність помутніння розчину пропорційна сумарному вмісту алкалоїдів. Отриманий каламутний розчин проглядають за фотоелектричного колориметрування або у колориметр-нефелометрі, порівнюючи інтенсивність помутніння з інтенсивністю помутніння зразкового розчину, концентрація алкалоїдів у якому відома.

Чутливість методу – 1 мкг алкалоїдів у 500 мл розчину.

**Приготування титрованого зразкового розчину алкалоїдів.** Для кожного виду люпину готують окремий зразковий розчин із насіння будь-якого сорту даного виду, який у певних умовах вирощування містить підвищену кількість алкалоїдів (близько 0,2 %). Зважують на технічних вагах наважку 10 г подрібненої повітряно-сухої речовини, поміщають у конічну колбу на 250–300 мл із притертою пробкою, приливають 50 мл хлороформу, 100 мл сірчаного ефіру і 10 мл 15 % розчину їдкого натрію. Колбу закорковують. Суміш добре струшують і залишають на ніч для вилучення алкалоїдів. Потім уміст колби фільтрують через ділильну циліндричну воронку з паперовим простим або беззольним фільтром (біла стрічка). Осад на фільтрі промивають 3–4 рази невеликою кількістю сірчаного ефіру. Щоб ефір не випаровувався, воронку під час фільтрації закривають годинниковим склом.

Для вилучення алкалоїдів з ефірохлороформової витяжки до фільтрату у ділильну воронку приливають 100 мл 1 % соляної кислоти, ретельно збовтують протягом 3-х хв. і дають відстоятися. Рідина в ділильній лійці ділиться на два шари: верхній – жовтого забарвлення та нижній – водний розчин соляної кислоти, який містить алкалоїди. Останній має бути прозорим і безбарвним. Нижній шар зливають у мірну колбу ємністю 500 мл. Операцію вилучення повторюють ще двічі, приливаючи кожного разу в ділильну воронку по 100 мл 1 % соляної кислоти і зливаючи витяжки у ту ж колбу, після цього рівень рідини у колбі доводять до мітки 1 %-ою соляною кислотою і добре збовтують.

Із отриманого зразкового розчину беруть піпеткою тричі по 50 мл рідини в хімічні стакани ємністю 200 мл, ставлять їх на гарячу водяну баню та витримують на ній до повного видалення запаху ефіру і хлороформу. Вміст стаканів охолоджують і до нього по краплях додають по 1 мл 10 % розчину кремнієвольфрамової кислоти. Повноту осадження перевіряють, приливаючи обережно по стінці стакана 2–3 краплі розчину кремнієвольфрамової кислоти.

Легкими круговими рухами перемішують осад на дні стакана й залишають на 18–20 год. Потім надосадову рідину фільтрують крізь попередньо прожарений і зважений тигель Гуча з азбестовим фільтром, переносять осад на фільтр за допомогою дуже малої кількості 1 % соляної кислоти і висушують за температури 100ºС протягом 2 год. Тигель із сухим осадом ставлять у муфельну піч і спалюють за темно-червоного розжарювання.

Алкалоїд згоряє, а в тиглі залишається незгоріла частина кремнієвольфрамової кислоти, яка зв'язала алкалоїд. Масу тигля з кремнієвольфрамовою кислотою, яка залишилась після згоряння, доводять до постійної маси; зазвичай маса після другого перевірочного прожарювання співпадає з масою після основного прожарювання. Вміст алкалоїдів у 1 мл зразкового розчину (*X*) обчислюють за формулою:

$$X = \frac{a \times K}{в},$$

де: *а* – маса прожареного залишку кремневольфрамової кислоти, г;

*в* – об'єм розчину, взятого для аналізу, мл;

*К* – коефіцієнт для обчислення кількості алкалоїдів, що міститься в певному виді люпину: жовтому – 0,1645, синьому (вузьколистому) – 0,1744, білому – 0,1777.

*Приклад розрахунку.* За визначення вмісту алкалоїдів у зразковому розчині, який отримали з жовтого люпину, взято 50 мл витяжки. Маса прожареного залишку кремнієвольфрамової кислоти складає 0,0123 г. Коефіцієнт для даного виду люпину дорівнює 0,1645. Підставивши ці значення у вищенаведену формулу, отримаємо:

$$\tilde{O} = \frac{0{,}0123 \times 0{,}1645}{50} = 0{,}00004 \text{ г},$$

40 мкг алкалоїдів у 1 мл зразкового розчину.

**Побудова градуйованої кривої.** У пронумеровані мірні колби ємністю 50 мл наливають із точно градуйованої бюретки чи піпетки по 1, 2, 3,…10 мл зразкового розчину, що складає 40, 80, 120, 160,...400 мкг алкалоїдів і таку ж кількість 1 % соляної кислоти, щоб загальний об'єм суміші становив 10 мл. В одну з колб наливають тільки 10 мл 1 % соляної кислоти, без зразкового розчину алкалоїдів (контрольний розчин).

У всі колби додають по 1 мл 10 % розчину кремнієвольфрамової кислоти, перемішують, відстоюють 20–25 хв., доводять об'єм водою до мітки, знову перемішують і через 15 хв. продивляються у фотоелектричному колориметрі чи колориметрі-нефелометрі з синім світлофільтром у кюветах з відстанню між робочими гранями 50 мм. Величину оптичної щільності відліковують за барабаном праворуч. Нульове положення стрілки гальванометра фотоелектроколориметра попередньо встановлюють за контрольним розчином через 15–20 хв. після вмикання фотоколориметра в електромережу.

По закінченні вимірювання оптичної щільності зразкових розчинів будують на міліметровому папері градуйовану криву. На осі абсцис відкладають значення концентрації алкалоїдів у зразкових розчинах, виражені у мкг на 50 мл розчину, на осі ординат – відповідні їм величини оптичної щільності. Зразкові розчини можуть зберігатися в закритих посудинах тривалий час без змін. Перед аналізом чергової партії проб слід перевірити криву, використовуючи ті ж самі розчини. Якщо крива змінилась, потрібно знову визначити вміст алкалоїдів у вихідному зразковому розчині ваговим методом і побудувати нову градуйовану криву.

**Реактиви:** ефір сірчаний; хлороформ; 15 % розчин їдкого натрію (15 г NaOH розчиняють у 85 мл щойно кип'яченої та охолодженої дистильованої води); 1 % соляна кислота; 10 % кремнієвольфрамова кислота: 10 г реактиву розчиняють у 90 мл дистильованої води й фільтрують крізь подвійний беззольний фільтр; титрований зразковий розчин алкалоїдів.

**Обладнання:** фотоелектричний колориметр або колориметр-нефелометр; баня електрична водяна; воронки ділильні циліндричні на 100, 200, 500 мл; воронки діаметром 50–70 мм; колба Бунзена на 500 мл; колби конічні з притертими корками на 100, 250, 300 мл; бюретки на 25–50 мл; піпетка градуйована на 10 мл; піпетки звичайні на 1, 10, 25 і 50 мл; колби мірні на 50 і 500 мл; стакани хімічні на 200 мл; циліндри мірні на 10 і 100 мл; скло годинникове.

**Приготування азбестових фільтрів.** Беруть азбест для тиглів Гуча, кладуть у стакан, заливають водою і скаламучують. Воду разом із дрібними частинками азбесту змивають у другий стакан. Частинки великі й середні за довжиною волокон азбесту, що осіли на дно першого стакана, переносять скляною паличкою на дно тигля Гуча. Потім тигель вставляють у корок колби Бунзена, сполучену з водоструменевим насосом і за

слабкого розрідження приливають суспензію дрібного азбесту. Загальна товщина азбестового фільтра близько 1 см.

**Хід аналізу.** 1 г повітряно-сухої речовини насіння або зеленої маси люпину кладуть до конічної колби ємністю 100 мл з притертою пробкою, приливають 5 мл хлороформу, 10 мл сірчаного ефіру і 1 мл 15 % розчину їдкого натрію. Суміш періодично й обережно збовтують протягом години й залишають на ніч (не менше 16 год.) для вилучення алкалоїдів. Потім збовтують і фільтрують крізь беззольний фільтр (біла стрічка) у ділильну циліндричну воронку ємністю 100–200 мл. Колбу й залишок на фільтрі промивають 4 рази невеликими порціями сірчаного ефіру. Під час фільтрації воронку накривають годинниковим склом для запобігання втрат ефіру. До отриманого фільтрату до ділильної воронки приливають 25 мл 1 % соляної кислоти, ретельно збовтують протягом 3 хв., дають відстоятися. Алкалоїди переходять у розчин кислоти, утворюючи солянокислу сіль, прозору безбарвну рідину, яку зливають у колбу чи стакан. Одночасно можна працювати з 10–12 лійками, тобто з 5–6 пробами.

Піпеткою беруть 10 мл алкалоїдного розчину в мірну колбу на 50 мл і приливають туди 1 мл 10 % кремнієвольфрамової кислоти, перемішують, залишають на 20–25 хв., а потім доводять водою до мітки. Колбу закорковують, добре перемішують уміст, плавно перекидаючи її (до 20 разів) для рівномірного розподілення осаду. Через 15 хв. приступають до нефелометрування. Паралельно виконують контрольне визначення, тільки замість алкалоїдного розчину беруть 10 мл 1 % соляної кислоти. Цей розчин служить для встановлення нуля приладу.

Користуючись показниками фотоелектроколориметра, знаходять за градуйованою кривою концентрацію алкалоїдів у досліджуваному розчині, після чого обчислюють уміст їх у 100 г рослинної сухої речовини за формулою:

$$\%\ алкалоїдів = \frac{C \times B \times 100 \times 100}{a \times b \times (100 - y) \times 1000000} = \frac{C \times B}{a \times b \times (100 - y) \times 100},$$

де: С – вміст алкалоїдів у витяжці, взятій для аналізу (знаходять за градуйованою кривою та оптичною щільністю), мкг;

В – загальний об’єм алкалоїдної витяжки, мл;

*a* – наважка, г;

*b* – об’єм алкалоїдної витяжки, взятої для аналізу, мл;

*y* – вміст гігроскопічної води в аналізованій речовині, %;

1000000 – переведення у грами.

Розходження між паралельними визначеннями не повинно перевищувати 5 % відносних.

*Приклад розрахунку*. Для дослідження взято 1 г подрібненого повітряно-сухого зерна люпину жовтого. Загальний об’єм алкалоїдної витяжки 25 мл. Для аналізу взято 10 мл алкалоїдної витяжки. Оптична щільність досліджуваного розчину виміряна на фотоколориметрі з синім світлофільтром і товщиною шару рідини в кюветі 50 мм складає 0,15, що відповідає 120 мкг алкалоїдів (за градуйованою кривою). Вміст гігроскопічної води у досліджуваній речовині 10 %. Підставляючи отримані дані в наведену вище формулу, отримаємо:

$$\%\ алкалоїдів = \frac{120 \times 25}{1 \times 10 \times (100 - 10) \times 100} = 0{,}0333.$$

Записи ведуть у формі (табл. 49).

Таблиця 49

**Форма запису даних у журнал**

| Назва сорту (код) | Номер колби | Наважка, г | Загальний об'єм витяжки, мл | Об'єм витяжки для аналізу, мл | Оптична щільність | Вміст алкалоїдів за градуйованою кривою, мкг | Вміст, % | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | | | алкалоїдів у повітряно-сухій речовині | гігроскопічної води | алкалоїдів в абсолютно сухій речовині |
| **1** | **2** | **3** | **4** | **5** | **6** | **7** | **8** | **9** | **10** |
| | | | | | | | | | |

### 2.5.4 Методика визначення перетравності кормів

Проби зеленої маси кормових видів відбирають і готують так само, як і для інших видів аналізів, відповідно до Загальної частини методики.

**Обладнання:** лабораторний млин, який забезпечує розмелювання проб до частинок розміром до 1 мм; ваги аналітичні; термостат з температурою нагріву 40–50ºС; шафа сушильна лабораторна; прилад «штучний рубець».

**Реактиви:** пепсин медичний; пектофостидин (ПКС 90–100 од.); лимонна кислота ($C_6H_8O_7 \times H_2O$); двозаміщений фосфорнокислий натрій безводний; соляна кислота.

**Приготування реактивів:** а) *пепсиновий розчин* – 2 г пепсину розчиняють у 1 л 0,1 Н HCl, об'єм розчину – 3,5 л; б) *цитратно-буферний розчин 3,5 л*: лимонної кислоти – 39,154 г, натрію двозаміщеного безводного – 23,1245 г, пектофостидину – 5 г.

Після розмелювання проби додатково висушують 4 год. до абсолютно сухого стану за температури 100–105ºС.

**Хід аналізу.** Наважку 500 мг беруть з точністю до 0,001 г у попередньо зважені торбинки з поліамідної тканини. Всього до приладу кладуть 23 проби у трикратній повторності.

Торбинки з пробами навішують на штативи. У ванну приладу заливають пепсиновий розчин, підігрітий до 45ºС. Встановлюють штативи з торбинками й закривають кришку.

«Штучний рубець» встановлюють на 4 год. у термостат з температурою 45ºС. Попередньо потрібно обов'язково перевірити, чи працює двигун на кришці приладу і чи всі штанги гойдаються. Після 24 год. «перетравлення» прилад виймають із термостату, знімають кришку, штанги з торбинками виймають із ванни й виливають пепсиновий розчин. Ванну промивають водою, заливають цитратно-буферним розчином (3,5 л) за температури 45ºС і встановлюють штанги з торбинками. Торбинки після першої стадії перетравлення не промивають водою. Таким чином, pH буферного розчину буде дорівнювати 3,5. Ванну знову закривають кришкою, герметизують пластичною замазкою і ставлять у термостат на 48 год.

Після цього прилад виймають із термостата, знімають кришку, торбинки промивають під струменем дистильованої води. Штанги з пробами залишають для стікання води. Потім торбинки з пробами висушують у сушильній шафі протягом 8 год. за температури 105ºС, охолоджують і зважують.

Перетравність кормів (%) розраховують за формулою:

$$\frac{\textit{маса наважки брутто} \times \textit{маса залишку брутто} \times 100}{\textit{наважка (нетто)}}$$

Оскільки активність пектофостидину дещо нижча від активності природного шлункового соку, то для низки видів кормових рослин дослідним шляхом підібрані коефіцієнти перерахунку (*К*)*:*

– для капусти кормової, конюшини білої, еспарцету, сої, канарнику – 1,1;

– конюшини рожевої та червоної, ріпаку, тонконогу – 1,2;

– люцерни, горошку озимого та ярого, гороху, суданської трави – 1,3;

– грястиці збірної – 1,6;
– тимофіївки – фаза виходу в трубку – 1,7, пізніші фази – 2,2;
– стоколосу безостого – 1,8.

Кінцева формула розрахунку перетравності корму, % на суху речовину:

$$\frac{\textit{маса наважки брутто} \times \textit{маса залишку брутто} \times 100}{\textit{наважка (нетто)} \times K}$$

# Частина 3. Методики електрофорезу запасних білків

## 3.1 Методика електрофоретичного розділення гордеїнів ячменю (*Hordeum vulgare* L.)

Гордеїнами називають спирторозчинну фракцію запасних білків ячменю. Встановлено, що синтез гордеїнів контролюють 7 генів, які локалізовані на короткому плечі 5-ої хромосоми та успадковуються зчеплено. Аналіз складу гордеїнів заснований на визначенні продуктів алельних варіантів цих генів, які на електрофореграмах виглядають як серії блоків або наборів блоків. На основі такого розподілу розрізняють 4 групи гордеїнів: A, B, C, D. Гордеїни A, ймовірно, не належать до проламінів та не входять до складу білкових гранул. Гордеїни B (ген *Hor 2*) і C (ген *Hor 1*) містять значну кількість окремих білків, які становлять 95 % загального вмісту гордеїнів. Гордеїни D (ген *Hor 3*) представлені однією фракцією, що складає 2–4 %. Усі групи гордеїнів мають різну електрофоретичну рухливість – найбільш рухливою є група D, найменш – A.

Алелі кожного локусу можуть бути позначені літерами або цифрами; або їх комбінацією, що дає змогу створити генетичну формулу сорту.

**Суть методу:** розділення запасних білків гордеїнів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі з буферною системою на основі мурашиної кислоти та додаванням денатуруючого агента невисокої концентрації.

**Реактиви та обладнання**

Гістидин-HCl; акриламід; N,N’-метиленбісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($FeSO_4 \times 7\ H_2O$); амонію персульфат (ПСА); Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова кислота; мурашина кислота; бутанол; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; ацетон; мікроцентрифужні пробірки 0,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об’єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об’ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки): один на 28, другий на 29 лунок; електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

**Приготування розчинів.**

Для приготування 50 мл <u>екстракційного буферу</u> потрібно:

| | |
|---|---|
| сечовина | 16,516 г; |
| піронін G | 5 мг; |
| дистильованою водою довести об’єм до 50 мл. | |

<u>Робочий розчин Bind-Silan</u>:

| | |
|---|---|
| Bind-Silan A 100 | 500 мкл; |
| етиловий спирт (95 %) | 100 мл; |
| крижана оцтова кислота | 10 мл. |

До складу стокового розчину MSS входить:

| | |
|---|---|
| акриламід | 60,08 г; |
| N,N'-метиленбісакриламід | 3,2 г; |
| розчин $FeSO_4$ (44 мг/100 мл $H_2O$) | 9,1мл; |
| аскорбінова кислота | 490 мг; |
| дистильована вода | до 200 мл. |

До складу стокового розчину SGB входить:

| | |
|---|---|
| гістидин-HCl | 1,2 г; |
| крижана оцтова кислота | 1,6 мл; |
| дистильована вода | до 50 мл. |

Готові стокові розчини MSS та SGB зберігають за температури 4°C.

Для приготування 100 мл розділяючого гелю потрібно об'єднати такі розчини:

| | |
|---|---|
| MSS | 22 мл; |
| 4,44 М сечовина | 67,5 мл; |
| крижана оцтова кислота | 6 мл; |
| дистильована вода | 4,5 мл. |

Для приготування 25 мл концентруючого гелю потрібно з'єднати такі розчини:

| | |
|---|---|
| SGB | 4,25 мл; |
| MSS | 3,95 мл; |
| 4,44 М сечовина | 16,8 мл. |

Для приготування розчину MSS зважують акриламід, N,N'-метиленбісакриламід та аскорбінову кислоту, поміщають у мірний стакан і доводять дистильованою водою до мітки 170 мл. Розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Після розчинення додають розчин $FeSO_4 \times 7\ H_2O$ і доводять до 200 мл.

Розчин $FeSO_4 \times 7\ H_2O$ готують методом розчинення 44 мг $FeSO_4 \times 7H_2O$ в 100 мл дистильованої води і зберігають за температури 4°C.

Для приготування розчину SGB зважують гістидин-HCl, поміщають у мірний стакан і доводять дистильованою водою до мітки 40 мл. Розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Після розчинення додають крижану оцтову кислоту й доводять об'єм до 50 мл.

Для приготування стокового розчину 4,44 М сечовини зважують 266,7 г сечовини й розчиняють у 1 л дистильованої води на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Стоковий розчин зберігають за кімнатної температури.

Для приготування електродного буферу потрібно:

буфер для верхньої камери (+):

| | |
|---|---|
| мурашина кислота | 1,66 мл; |
| дистильована вода | до 1 л |

буфер для нижньої камери (–):

| | |
|---|---|
| мурашина кислота | 3,33 мл; |
| дистильована вода | до 1 л |

Розчин для фарбування та фіксації білків:

| | |
|---|---|
| кумасі R | 300 мг; |
| крижана оцтова кислота | 60 мл; |
| 100 % ТХУ | 120 г; |
| дистильована вода | до 1 л |

**Хід аналізу**

**1. Підготовка зразків та екстракція білка**

Відбирають 50 зерен досліджуваного сорту та 7 зернівок 4-х стандартних сортів. Стандартні сорти – сорти із 100 % чистотою та відомими електрофоретичними спектрами. Кожну зернину подрібнюють за допомогою ступки Абіха та поміщають в окрему пробірку об'ємом 0,5 мл. До подрібненого матеріалу в кожну пробірку додають по 320 мкл 70 % розчину етилового спирту, перемішують на вортексі 10–20 с та інкубують протягом 4 год. за температури +45ºС.

Після того, як білки перейшли в спирт, їх знову ретельно перемішують на вортексі та центрифугують при 2000 об/хв. протягом 5 хв. Потім відбирають 90 мкл супернатанту в чисті пробірки й висушують у термоблоці за температури +60ºС.

До висушеного зразка додають по 50 мкл екстракційного буферу й витримують мінімум 2 год. за кімнатної температури.

**2. Приготування та заливка гелю**

Перед тим, як зібрати гелеві касети, скляні пластини знежирюють спиртом. Після чого спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю, як зазначено в інструкції виробника.

Готовий розділяючий гель використовують для формування пробки. Для цього до 30 мл гелю додають каталізатори полімеризації: 150 мкл 10 % розчину ПСА та 15 мкл розчину ТЕМЕД, обережно перемішують і заливають в зібрані касети шаром 7 мм. Полімеризація триває 5–10 хв.

Для заповнення однієї касети використовують 35 мл розділяючого гелю, до якого додають каталізатори: 150 мкл 10 % розчину персульфату амонію і 20 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують. Заповнюють касету гелем, залишаючи 3–5 см від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю. Зверху на розділяючий гель нашаровують 500 мкл бутанолу для вирівнювання гелю. Полімеризація триває 15 хв., після чого бутанол зливають та ретельно промивають дистильованою водою. За допомогою фільтрувального паперу позбуваються залишків вологи з внутрішніх поверхонь скляних пластин та з поверхні гелю.

Потім касети повністю заповнюють розчином концентруючого гелю. До 25 мл гелю додають 200 мкл 10 % розчину ПСА і 20 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують і заливають в гелеві касети. У заповнені касети відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває протягом 15 хв.

**3. Підготовка електрофоретичної камери та внесення зразків**

До верхньої камери приладу для електрофорезу приєднують касети з гелем за допомогою затискачів. Обережно виймають лункоутворювач, видаляють залишки вологи за допомогою фільтрувального паперу і вносять екстракт досліджуваних зразків у гель. Об’єм екстракту залежить від обладнання, яке використовують, зазвичай для кожної гелевої доріжки використовують 20 мкл екстракту. За допомогою автоматичного дозатора обережно нашаровують верхній електродний буфер у лунки. Наливають у верхню та нижню камери електродний буфер, накривають запобіжною кришкою та підключають електроди до блоку живлення таким чином, щоб верхній електрод виконував функцію катоду, а нижній – аноду.

**4. Режим електрофорезу**

Параметри електрофорезу: I = 15 мА – 30 хв. – до виходу піроніну G із лунок, I = 30 мА – переміщення піроніну G в розділяючий гель, I = 90 мА – до закінчення електрофорезу. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують електрофоретичну рухливість барвника, який перебуває в екстракті: час, за який піронін G вийде з гелю, фіксується та його значення подвоюється. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають верхній і нижній електродні буфери.

**5. Фарбування та фіксація білків**

Фарбування та фіксацію білків проводять одночасно. Для цього касети з гелем розбирають, а пластину з гелем опускають в пластиковий контейнер, який містить 1 л розчину фарби, закривають контейнер кришкою й залишають на 8 год. Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають стандартні сорти та документують з допомогою системи, що складається з трансілюмінатору видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою та аналізують.

**6. Опрацювання даних**

У генетично чистого сорту ячменю, як правило, всі зерна вибірки дають один, характерний для даного сорту, тип спектрів гордеїнів. Наявність зерен з іншими типами спектрів свідчить про його забрудненість.

Отримані на гелевій пластині електрофоретичні спектри гордеїнів кожної зернини, що аналізується, порівнюють з еталонними спектрами відповідного стандартного сорту.

Сортову чистоту ($Ч$) сорту виражають у відсотках і обчислюють за формулою:

$$Ч = \frac{E \times 100}{K}, \text{ де:}$$

$E$ – кількість ідентичних електрофоретичних спектрів, шт.;

$K$ – кількість проаналізованих зернівок, шт.

За наявності в зразку кількох електрофоретичних спектрів підрахунок за кожним ведуть за ідентичністю однорідних типів спектрів та виражають у відсотках вміст кожного.

**Використана література**

1. Созинов А. А. Полиморфизм белков и его значение в генетике и селекции / А. А. Созинов – М.: Наука, 1985. – С. 134–152.

2. Поморцев А. А. Использование электрофоретического анализа запасных белков зерна в лабораторном контроле сортовых качеств семян / А. А. Поморцев, Е. В. Лялина // Вестник семеноводства в СНГ. – 2000. – № 4. – С. 20–24.

3. Brzezinski W. Improved PAGE procedure for identification of wheat, triticale, barley and oat cultivars / W. Brzezinski, P. Mendelewski // [XII EUCARPIA Congr. (Febr. 28, 1989). Gottingen: Vortrage fur Pflanzenzuchtung]. – 1989. – P. 15.

4. Brzezinski W. Polyacrylamide gel electrophoresis of wheat gliadins: the use of moving boundary for improved resolution. / W. Brzezinski, W.M.J. Van Gelder, P. Mendelewski, P. Kolster // Euphytica. – 1989. – №40. – P. 207–212.

## 3.2 Методика електрофоретичного розділення геліантинів соняшнику (*Helianthus annuus* L.)

Компоненти запасних білків насіння соняшнику (геліантиніни) контролюються як мінімум шістьма локусами: HEL1, HEL2, HEL3, HEL4, HEL5, HEL6. Гени HEL1 і HEL6 представлені одним (гомозигота) або двома алелями (гетерозигота). Гени, що кодують синтез запасних білків, зібрані в кластери у вигляді одного компонента або у вигляді єдиної групи (блоку). Блок електрофоретичних компонентів є фенотиповим маркером відповідного локусу на рівні білкових молекул. Алелі мають різну рухливість і інтенсивність, що дозволяє ідентифікувати різні серії алельних варіантів по кожному кластеру, ідентифікувати гомозиготи по кожному алелю (ознака самозапильних ліній), гетерозиготи (ознака гібридності). Алелі кожного локусу розташовані за зростанням рухливості і зменшенням молекулярної маси від HEL1 до HEL 6.

Методика застосовується для визначення типовості самозапилених ліній та рівня гібридності насіння першого покоління ($F_1$) на етапах селекції та насінництва соняшнику, визначення генетичної однорідності гібридів та ідентифікації окремих генотипів.

**Суть методу:** розділення запасних білків геліантинінів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі з буферною системою гліцин-оцтова кислота.

**Реактиви та обладнання**

Акриламід; N,N'-метиленбісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); 2-меркаптоетанол; ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($FeSO_4 \times 7\ H_2O$); амонію персульфат (ПСА); н-гексан; Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова кислота; гліцин; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; мікроцентрифужні пробірки 0,5 та 1,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та

короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки); електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

**Приготування розчинів**

Розчин для екстракції геліантинінів:

| | |
|---|---|
| сечовина | 150 г; |
| 20 % розчин етилового спирту | 150 мл; |
| 2-меркаптоетанол | 5 мл; |
| піронін G | 0,1 мг; |
| дистильована вода | до 500 мл. |

Розчин $A_{2,6}$ містить:

| | |
|---|---|
| N,N'-метиленбісакриламід | 6,4 г; |
| акриламід | 240 г; |
| дистильована вода | до 600 мл. |

Розчин 0,1 % $FeSO_4 \times 7\ H_2O$:

| | |
|---|---|
| $FeSO_4 \times 7\ H_2O$ | 0,01 г; |
| дистильована вода | 10 мл. |

Розчин 3 % ПСА:

| | |
|---|---|
| амонію персульфат | 0,3 г; |
| дистильована вода | до 10 мл. |

Розчини 0,1 % $FeSO_4 \times 7\ H_2O$ та 3 % ПСА використовувати в день приготування.

Гель для проведення електрофорезу має наступний склад:

| | |
|---|---|
| гліцин | 0,12 мл; |
| крижана оцтова кислота | 2,4 мл; |
| сечовина | 28,8 г; |
| розчин $A_{2,6}$ | 48 мл; |
| ТЕМЕД | 0,36 мл; |
| аскорбінова кислота | 0,12 г; |
| дистильована вода | до 120 мл. |

Для приготування розчинів, які містять сечовину, наважку переносять в мірний стакан та додають 50–150 мл дистильованої води та розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. Після розчинення додають інші компоненти.

До складу електродного буферу входить:

| | |
|---|---|
| крижана оцтова кислота | 6,0 мл; |
| гліцин | 0,6 г; |
| дистильована вода | до 1,5 л. |

Розчин для фарбування та фіксації білків:

| | |
|---|---|
| кумасі R | 300 мг; |
| крижана оцтова кислота | 60 мл; |
| 100 % ТХУ | 120 г; |
| дистильована вода | до 1 л. |

**Хід аналізу**

**1. Підготовка зразків та екстракція білка**

Відбирають 40 зернівок соняшнику, звільняють від лушпиння та подрібнюють за допомогою ступки Абіха. Переносять у мікроцентрифужну пробірку об'ємом 1,5 мл та додають 1 мл н-гексану. Перемішують 30–40 с на вортексі та інкубують протягом 30 хв. за кімнатної температури. Після чого супернатант видаляють. Очищення н-гексаном повторюють ще двічі. Після видалення н-гексану на останньому етапі осад підсушують під витяжною шафою протягом 1,5–2 год. До знежиреного шроту додають 1 мл розчину для екстракції геліатинінів, перемішують на вортексі 30–40 с та інкубують протягом 12–18 год. за кімнатної температури. Після екстракції суміш інкубують проягом 5 хв. при 95°С, охолоджують та центрифугують при 4000 об/хв. протягом 5 хв.

**2. Заливка гелю та внесення зразків**

Перед збиранням касет для заливки гелю, скляні пластини знежирюють спиртом. Після чого спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом

20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю, як зазначено в інструкції виробника. Приготований гель використовують для формування пробки. Для цього до 20 мл гелю додають 300 мкл розчину $FeSO_4 \times 7\ H_2O$ та 300 мкл розчину ПСА, ретельно перемішують і заливають в зібрані касети шаром 7 мм. Полімеризація триває 10 хв.

Для заповнення однієї касети використовують 45 мл гелю, до якого додають 450 мкл розчину $FeSO_4 \times 7\ H_2O$ та 450 мкл розчину ПСА, ретельно перемішують. Заповнюють касету гелем та відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває протягом 10 хв. Після полімеризації збирають прилад і виймають гребінку з утвореного гелю. За допомогою фільтрувального паперу видаляють залишки вологи із слотів. Для проведення електрофорезу 20 мл супернатанту вносять в лунки гелю. За допомогою автоматичного дозатора обережно нашаровують верхній електродний буфер в лунки. Верхню та нижню камери заповнюють електродним буфером.

**3. Режим електрофорезу та фіксація білків**

Параметри електрофорезу: I = 15 мА – 20 хв.; I = 35 мА – 15 хв.; I = 40 мА – до завершення, тривалість процесу – 3 год. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають електродний буфер. Під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем помішіють у розчин для фіксування та фарбування білків на ніч.

Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають відповідні гібриди або батьківські компоненти та документують з допомогою системи, що складається з трансілюмінатору видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, та аналізують.

**4. Опрацювання даних**

Опрацювання результатів електрофоретичного розподілу геліантинінів залежить від мети аналізу. Для визначення генетичної (сортової) чистоти гібриду його порівнюють з відповідним стандартом з відомими електрофоретичними спектрами та виражають у відсотках (формула для обчислення – с. 125).

При визначенні ступеня гібридності, на одну скляну пластину з гелем вносяться зразки гібриду, що аналізується, та батьківські компоненти. За отриманими електрофоретичними спектрами батьківських компонентів визначається маркерна зона (відмінні за молекулярною масою поліпептиди у материнського та батьківського компоненту, які успадковуються гібридом) та підраховують кількість гібридних спектрів. Ступінь гібридності (*Сг*) виражають у відсотках і обчислюють за формулою:

$$Сг = \frac{Г \times 100}{B}, \text{ де:}$$

*Г* – кількість гібридних електрофоретичних спектрів, шт.;

*В* – кількість проаналізованих зернівок, шт.

**Використана література**

1. Аксенов И. В. Идентификация белковых спектров в гибридных комбинациях подсолнечника / И. В. Аксенов // Науково-технічний бюлетень Інституту олійних культур УААН. – 2009. - № 14. – С. 3-7.

2. Созинов А. А. Полиморфизм белков и его значение в генетике и селекции / А. А. Созинов. – М.: Наука, 1985. – С. 134–152.

3. Поморцев А. А. Использование электрофоретического анализа запасных белков зерна в лабораторном контроле сортовых качеств семян / А. А. Поморцев, Е. В. Лялина // Вестник семеноводства в СНГ. – 2000. – № 4. – С. 20–24.

4. Попереля Ф. О. Генетична інтерпритація електрофореграм геліантиніну насіння $F_1$ соняшнику / Ф. О. Попереля // Цитология и генетика. – 2000. – Т. 34. - № 2. – С. 84–90.

5. Brzezinski W. Improved PAGE procedure for identification of wheat, triticale, barley and oat cultivars / W. Brzezinski, P. Mendelewski // [XII EUCARPIA Congr. (Febr. 28, 1989). Gottingen: Vortrage fur Pflanzenzuchtung]. – 1989. – P. 15.

6. Brzezinski W. Polyacrylamide gel electrophoresis of wheat gliadins: the use of moving boundary for improved resolution. / W. Brzezinski, W.M.J. Van Gelder, P. Mendelewski, P. Kolster // Euphytica. – 1989. – №40. – P. 207–212.

### 3.3 Методика електрофоретичного розділення зеїнів кукурудзи (*Zea mays* L.)

Зеїни – спирторозчинні запасні білки кукурудзи, які являють собою поліморфну білкову систему, компоненти якої кодуються великим полігенним комплексом. Поліморфізм зеїну був виявлений при аналізі проламінів інбредних ліній кукурудзи за допомогою різних методів фракціонування білків. Значний внутрішньовидовий поліморфізм проламінів кукурудзи передбачає існування множинних алелів за зеїн-кодуючими локусами. У результаті багаторічних генетичних досліджень було виявлено три основних зеїнкодуючих локуси, що являють собою мультигенні мультиалельні кластери, та ідентифіковано за цими локусами 33 алелі. Було показано, що зеїнкодуючи гени розташовані на хромосомах 4 та 7 у кукурудзи.

Метод електрофорезу запасних білків дозволяє виявити високий рівень поліморфізму зеїнів, що робить його незамінним для ідентифікації сортів та сортової сертифікації. За допомогою цього методу, можна проводити визначення генетичної однорідності ліній, визначення ступеня гібридності гібридів кукурудзи. Такі дослідження мають велике значення для селекціонерів та товаровиробників насіння.

**Суть методу:** розділення запасних білків – зеїнів за допомогою електрофорезу в поліакриламідному гелі з буферною системою гліцин-оцтова кислота.

**Реактиви та обладнання**

Акриламід; N,N'-метиленбісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); 2-меркаптоетанол; ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($FeSO_4 \times 7\ H_2O$); амонію персульфат (ПСА); Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова кислота; гліцин; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; мікроцентрифужні пробірки 0,5 та 1,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки); електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

**Приготування розчинів**

Буфер для нанесення:

| | |
|---|---|
| крижана оцтова кислота | 5 мл; |
| сечовина | 24,02 г; |
| 2-меркаптоетанол | 1,5 мл; |
| піронін G | 2,5 мг; |
| дистильована вода | до 50 мл. |

Розчин А для приготування гелю:

| | |
|---|---|
| акриламід | 10,62 г; |
| N, N'-метиленбісакриламід | 0,27 г. |

Розчин Б для приготування гелю:

| | |
|---|---|
| сечовина | 56,3 г; |
| гліцин | 0,12 г; |
| крижана оцтова кислота | 2,48 мл. |

Сечовину та гліцин поміщають в мірний стакан та додають 50 мл дистильованої води. Суміш акриламіду та N,N'-метиленбісакриламіду розчиняють в 30 мл дистильованої води. Розчиняють на водяній бані або на магнітній мішалці з підігрівом. З'єднують розчини А та Б, після чого додають крижану оцтову кислоту та каталізатори для полімеризації гелю: аскорбінова кислота – 68,75 мг, $FeSO_4 \times 7\ H_2O$ – 625 мкл. До кінцевого об'єму доводять дистильованою водою (125 мл).

До складу електродного буферу входить:

| | |
|---|---|
| крижана оцтова кислота | 6,0 мл; |
| гліцин | 0,6 г; |
| дистильована вода | до 1,5 л. |

Розчин для фарбування та фіксації білків:

| | |
|---|---|
| кумасі R | 300 мг; |
| крижана оцтова кислота | 60 мл; |
| 100 % ТХУ | 120 г; |
| дистильована вода | до 1 л. |

**Хід роботи**

**1. Підготовка зразків та екстракція білка**

Для проведння аналізу із зернівки кукурудзи видаляють зародок, подрібнюють за допомогою ступки Абіха та поміщають в мікроцентрифужну пробірку об'ємом 1,5 мл та додають 500 мкл 70 % етилового спирту. Екстракцію проводять 1,5–2 години за кімнатної температури. Перемішують зразок струшуванням і центрифугують 10 хв. при 12000 об/хв. Відбирають весь спиртовий супернатант і випарюють у термостаті за температури +60°С. Висушені поліпептиди розчиняють у 50–100 мкл буферу нанесення.

**2. Приготування гелю та підготовка електрофоретичної камери**

Скляні пластини для гелю попередньо знежирюють спиртом, спейсерні пластини, до яких прикріплюється гель, обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю за інструкцією виробника. Приготований гель використовують для формування пробки: в 20 мл розчину вносять 60 мкл ТЕМЕД та 100 мкл 10 % розчину ПСА. Полімеризація триває 10 хв.

Для заповнення однієї касети використовують 40 мл гелю, до якого додають 120 мкл ТЕМЕД та 200 мкл 10 % розчину ПСА, ретельно перемішують. Заповнюють касету гелем та відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває протягом 15 хв. Після полімеризації збирають прилад і заповнюють електрофоретичну камеру електродним буфером. Виймають гребінку з утвореного гелю та промиваємо лунки буфером шляхом вакуумування від залишків гелю.

Перед внесенням в гель розчин білків витримують 5 хвилин за температури +95°С. Для проведення електрофорезу в лунки гелю вносять по 20 мл розчину білків.

**3. Режим електрофорезу та фіксація білків**

Електрофорез проводять за постійної напруги 500 V протягом 5 годин. Після закінчення відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають електродний буфер. Під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем поміщають у розчин для фіксування та фарбування білків на ніч.

Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають відповідні гібриди або батьківські компоненти та документують з допомогою системи, що складається з трансілюмінатору видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою та аналізують.

**4. Опрацювання даних**

Для визначення генетичної (сортової) чистоти гібриду його порівнюють з відповідним стандартом з відомими електрофоретичними спектрами та виражають у відсотках (формула для обчислення – с. 125).

При визначенні ступеня гібридності, на одну скляну пластину з гелем вносяться зразки гібриду, що аналізується, та батьківські компоненти. За отриманими електрофоретичними спектрами батьківських компонентів визначається маркерна зона (відмінні за молекулярною масою поліпептиди у материнського та батьківського компоненту, які успадковуються гібридом) та підраховують кількість гібридних спектрів за формулою (с. 127).

**Використана література**

1. Заякина Г. В. Идентификация нового зеинкодирующего локуса у кукурузы с помощью электрофореза в полиакриламидном геле в кислой среде / Г. В. Заякина, А. Л. Созинов // Генетика. – 1997. – Т. 33. – № 4. – С. 489–494.

2. Zayakina G. V. Inheritance of zeins: The catalogue of zein alleles of three multigenic loci and its potential for maize breeding / G. V. Zayakina, A. L. Sozinov // Plant Breeding. – 2000. – Vol. 119. – P. 51–57.

## 3.4 Методика електрофоретичного розділення високомолекулярних глютенінів пшениці (*Triticum* L.)

Високомолекулярні глютеніни (ВМГ) білкового матриксу відповідають за властивості, пов'язані з в'язкістю–розтяжністю клейковини. Високомолекулярні глютеніни є продуктами експресії двох міцно зчеплених генів типу «х» та «у» локусів Glu-A1, Glu-B1 і Glu-D1, що знаходяться на довгому плечі хромосом відповідно 1A, 1B, 1D. Електрофоретичний поділ цих білкових систем показав, що вони поліморфні, генетично стабільні і можуть маркувати генетичну систему. Використання високомолекулярних глютенінових білків у ролі маркерних ознак при доборі вихідних батьківських форм підвищує відсоток вдалих комбінацій у селекційній роботі. Забезпечення контролю наявності у спектрі запасних білків встановлених алелей, які визначають високі ознаки якості зерна, на всіх етапах селекційного процесу допомагає селекціонеру проводити добори кращих елітних рослин на ранніх поколіннях і ліній у розсадниках.

**Суть методу:** електрофоретичне розділення запасних білків пшениці з метою подальшої ідентифікації сортів цієї культури та вивчення сортової чистоти партій зерна.

**Реактиви та обладнання**

Гліцерин, SDS (додецилсульфат натрію); Tris-HCl; 2-меркаптоетанол; бромфеноловий синій; акриламід; N, N'-метиленбісакриламід; персульфат амонію (ПСА); ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); кумасі синій R-250; трихлороцтова кислота (ТХУ); семи водний сульфат заліза ($FeSO_4 \times 7H_2O$); Bind Silan (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); крижана оцтова кислота; етиловий спирт; мікроцентрифужні пробірки 0,5 та 1,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об'єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об'ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки); електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

**Приготування розчинів**

Екстракційний буфер:

| | |
|---|---|
| гліцерин | 11 мл; |
| 10 % розчин SDS | 20 мл; |
| 1M Tris-HCl (pH 6,8) | 8 мл; |
| 2-меркаптоетанол | 5 мл; |
| дистильована вода | до 95 мл; |
| бромфеноловий синій (БФС) | кілька кристалів. |

Робочий розчин Bind-Silan:

| | |
|---|---|
| Bind-Silan A 100 | 500 мкл; |
| етиловий спирт (95 %) | 100 мл; |
| крижана оцтова кислота | 10 мл. |

Розділяючий гель:

| | |
|---|---|
| 30 % розчин акриламіду | 37,5 мл; |
| 1 % розчин N,N'-метиленбісакриламід | 9,3 мл; |
| 1,5 M Tris-HCl (pH 8,7) | 32,5 мл; |
| 10 % розчин SDS | 0,9 мл; |
| дистильована вода | 19,5 мл. |

Концентруючий гель:

| | |
|---|---|
| 30 % розчин акриламіду | 5,01 мл; |
| 1 % розчин N,N'-метиленбісакриламіду | 4,4 мл; |
| 1,5 M Tris-HCl (pH 6,8) | 3,75 мл; |
| 10 % розчин SDS | 0,3 мл; |

| | | |
|---|---|---|
| | дистильована вода | 16,8 мл. |
| Електродний буфер: | | |
| | Tris | 3 г; |
| | гліцин | 14,4 г; |
| | SDS | 1 г; |
| | дистильована вода | до 1 л. |
| Розчин для фарбування та фіксації білків: | | |
| | кумасі R | 200 мг; |
| | 96 % етанол | 170 мл; |
| | крижана оцтова кислота | 60 мл; |
| | 60 % ТХУ | 100 мл; |
| | дистильована вода | до 1 л. |

**Хід роботи**

**1. Підготовка зразків та екстракція білка**

До подрібненої за допомогою ступки Абіха зернівки додають 400 мкл екстракційного буферу. Екстракцію проводять протягом 4-х годин. Перед нанесенням проби нагрівають до 100°С та інкубують протягом 3–7 хв. Для денатурації високомолекулярних білків.

**2. Приготування гелю та підготовка електрофоретичної камери**

Скляні пластини для гелю попередньо знежирюють спиртом, спейсерні пластини, до яких прикріплюється гель обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю за інструкцією виробника.

До приготованого розділяючого гелю на 100 мл додають каталізатори полімеризації: 10 % розчин ПСА – 400 мкл, ТЕМЕД – 40 мкл та заливають скляними пластинами, залишаючи 3–5 см від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю, та нашаровують 500 мкл дистильованої води.

Після полімеризації розділяючого гелю дистильовану воду зливають. В концентруючий гель додають каталізатори полімеризації (10 % розчин ПСА – 300 мкл, ТЕМЕД – 30 мкл) і заливають поверх розділяючого гелю. У концентруючий гель вставляють гребінки для формування лунок. Після полімеризації концентруючого гелю гребінки виймають і наносять у кожну лунку по 15–18 мкл екстракту (див. пункт 1).

**3. Режим електрофорезу та фіксація білків**

Верхню та нижню камеру заповнюють електродиним буфером. Електрофорез проводять за таких параметрів: I =3 0 мА – до виходу бромфенолового синього з лунок (приблизно протягом 30 хв.); I = 40 мА – до входу бромфенолового синього в розділяючий гель; I = 75 мА – до закінчення електрофорезу. Тривалість електрофорезу залежить від приладу. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують барвник, який знаходиться в екстракті. Після того, як барвник дійде до низу гелевих касет, відключають блок живлення та зливають буфер. Під холодною проточною водою знімають короткі скляні пластини, а спейсерні пластини з гелем помішіють у розчин для фіксування та фарбування білків на ніч.

Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають відповідні сорти та документують з допомогою системи, що складається з трансілюмінатору видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, та аналізують.

**Використана література**

1. Laemmli U. K. Cleavage of structural proteins during the assembly of the head of bacteriophage T4 / U. K. Laemmli // Nature. – 1970. – Vol. 227. – P. 680–685.

2. Злацька А. В. Ідентифікація алеля Glu-B1a1 високомолекулярних глютенінів та його вплив на ознаки хлібопекарської якості у пшениць, придатних до поширення в Україні / А. В. Злацька // Физиология и биохимия культ. Растений. – 2010. – Т. 42. – № 4. – С.315–321.

З. Усова З. В. Алелі високомолекулярних глютенінів у родоводах сучасних сортів пшениці м’якої озимої / З. В. Усова // Селекція і насінництво. – 2011. – Вип.99. – С. 130–138.

### 3.5 Методика проведення електрофорезу проламінів злаків (гордеїнів, гліадинів, авенінів)

Проламіни є найбільш характерними білками для зерна більшості злакових культур. Вони розчиняються в 60–80 % розчині етанолу. До проламінів відносять гліадин із зерна пшениці і жита (складова частина клейковини), гордеїн – ячменю, зеїн – кукурудзи, авенін – вівса. Проламіни містять понад 40 % залишків глютамінової кислоти і близько 15 % проліну, та містять низьку кількість лізину. Гетерогенна структура проламінів дозволяє розділити їх за допомогою хроматографії і електрофорезу на компоненти, близькі за амінокислотним складом, але різняться за молекулярною масою та електричним зарядом.

**Суть методу:** електрофоретичне розділення запасних білків злаків з метою подальшої ідентифікації сортів рослин та вивчення сортової чистоти партій зерна.

**Реактиви та обладнання**

Гістидин-HCl; акриламід; N,N’-метиленбісакриламід; сечовина; трихлороцтова кислота (ТХУ); ТЕМЕД (Тетраметилендіамін); семиводний сульфат заліза ($FeSO_4 \times 7\ H_2O$); амонію персульфат (ПСА); Bind-Silane (Methacryloxypropyltrimethoxysilane); аскорбінова кислота; крижана оцтова кислота; мурашина кислота; бутанол; етиловий спирт; піронін G; кумасі синій R-250; ацетон; мікроцентрифужні пробірки 0,5 мл; наконечники на автоматичні дозатори 100–1000 мкл, 20–200 мкл; автоматичні дозатори змінного об’єму 100–1000 мкл, 20–200 мкл; ступка Абіха; вортекс; центрифуга; термоблок; шпатель та лоток для зважування реактивів; ваги аналітичні; мірні циліндри різних об’ємів; мірні стакани; скляні пластини для гелевих касет (20 × 20 см) – спейсерні та короткі; спейсери товщиною 1 мм; лункоутворювачі (гребінки): один на 28, другий на 29 лунок; електрофоретична камера; джерело струму; магнітна мішалка з підігрівом; пластиковий контейнер з кришкою для фарбування гелів; фільтрувальний папір; гумові рукавички.

**Приготування розчинів.**

Робочий розчин Bind-Silan:

| | |
|---|---|
| Bind-Silan A 100 | 500 мкл; |
| етиловий спирт (95 %) | 100 мл; |
| крижана оцтова кислота | 10 мл. |

До складу стокового розчину MSS входить:

| | |
|---|---|
| акриламід | 60,08 г; |
| N,N’-метиленбісакриламід | 3,2 г; |
| розчин $FeSO_4$ (44 мг/100 мл $H_2O$) | 9,1мл; |
| аскорбінова кислота | 490 мг; |
| дистильована вода | до 200 мл. |

До складу стокового розчину SGB входить:

| | |
|---|---|
| гістидин-HCl | 1,2 г; |
| крижана оцтова кислота | 1,6 мл; |
| дистильована вода | до 50 мл. |

Готові стокові розчини MSS та SGB зберігають за температури 4°C.

Розділяючий гель (100 мл):

| | |
|---|---|
| MSS | 22 мл; |
| 4,44 М сечовина | 67,5 мл; |
| крижана оцтова кислота | 6 мл; |
| дистильована вода | 4,5 мл. |

Концентруючий гель (25 мл):

| | |
|---|---|
| SGB | 4,25 мл; |
| MSS | 3,95 мл; |
| 4,44 М сечовина | 16,8 мл. |

Для приготування електродного буферу потрібно:

буфер для верхньої камери (+):

мурашина кислота 1,66 мл;
дистильована вода до 1л.

буфер для нижньої камери (–):

мурашина кислота 3,33 мл;
дистильована вода до 1л.

Розчин для фарбування та фіксації білків:

кумасі R 200 мг;
ацетон 170 мл;
крижана оцтова кислота 60 мл;
100 % ТХУ 60 мл;
дистильована вода до 1 л.

**Хід аналізу**

**1. Підготовка зразків та екстракція білка**

До подрібненої за допомогою ступки Абіха зернівки додають 400 мкл 70 % розчину етанолу. Екстракцію проводять протягом 4-х годин. Після екстракції перемішують на вортексі та центрифугують 5 хв. при 3000 об/хв. Потім відбирають 90 мкл супернатанту в чисті пробірки й висушують у термоблоці за температури +60ºС. Отриманий осад розчиняють у 50 мкл 5,5 М розчину сечовини. Готовий екстракт використовують для електрофоретичного розділення.

**2. Приготування та заливка гелю**

Перед тим, як зібрати гелеві касети, скляні пластини знежирюють спиртом. Після чого спейсерні пластини обробляють 50 мкл Bind-Silan та підсушують протягом 20–30 хв. за кімнатної температури. Потім збирають касети для гелю, як зазначено в інструкції виробника.

Для заповнення однієї касети використовують розділяючий гель (100 мл), до якого додають каталізатори: 400 мкл 10 % розчину персульфату амонію і 40 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують. Заповнюють касету гелем, залишаючи 3–5 см від верхнього краю скляних пластин для концентруючого гелю. Зверху на розділяючий гель нашаровують 500 мкл бутанолу для вирівнювання гелю. Полімеризація триває 15 хв., після чого бутанол зливають та ретельно промивають дистильованою водою. За допомогою фільтрувального паперу позбуваються залишків вологи з внутрішніх поверхонь скляних пластин та з поверхні гелю.

Потім касети повністю заповнюють розчином концентруючого гелю. До 25 мл гелю додають 150 мкл 10 % розчину ПСА і 15 мкл ТЕМЕД, обережно перемішують і заливають в гелеві касети. У заповнені касети відразу вставляють лункоутворювачі. Полімеризація триває протягом 15 хв.

**3. Підготовка електрофоретичної камери та внесення зразків**

До верхньої камери приладу для електрофорезу приєднують касети з гелем за допомогою затискачів. Обережно виймають лункоутворювач, видаляють залишки вологи за допомогою фільтрувального паперу і вносять екстракт досліджуваних зразків у гель (по 20 мкл екстракту). За допомогою автоматичного дозатора обережно нашаровують верхній електродний буфер у лунки. Наливають у верхню та нижню камери електродний буфер, накривають запобіжною кришкою та підключають електроди до блоку живлення таким чином, щоб верхній електрод виконував функцію катоду, а нижній – аноду.

**4. Режим електрофорезу**

Параметри електрофорезу: I = 15 мА – 30 хв. – до виходу піроніну G із лунок, I = 30 мА – переміщення піроніну G в розділяючий гель, I = 90 мА – до закінчення електрофорезу. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують електрофоретичну рухливість барвника, який перебуває в екстракті: час, за який піронін G вийде з гелю, фіксується та його значення подвоюється. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку і зливають верхній і нижній електродні буфери.

**5. Фарбування та фіксація білків**

Фарбування та фіксацію білків проводять одночасно. Для цього касети з гелем розбирають, а пластину з гелем опускають в пластиковий контейнер, який містить 1 л

розчину фарби, закривають контейнер кришкою й залишають на 8 год. Після фіксації та фарбування скляну пластину з гелем відмивають під проточною водою, підсушують за кімнатної температури, позначають сорти та документують з допомогою системи, що складається з трансілюмінатору видимого світла та відеосистеми з цифровою камерою, та аналізують.

**6. Опрацювання даних**

У генетично чистого сорту, як правило, всі зерна вибірки дають характерний для даного сорту тип спектрів проламінів. Наявність зерен з іншими типами спектрів свідчить про його забрудненість. Отримані на гелевій пластині електрофоретичні спектри кожної зернини, що аналізується, порівнюють з еталонними спектрами відповідного стандартного сорту. Сортову чистоту виражають у відсотках (формула для обчислення – с. 125). За наявності в зразку кількох електрофоретичних спектрів підрахунок за кожним ведуть за ідентичністю однорідних типів спектрів та виражають у відсотках вміст кожного.

**Використана література**

1. Ларченко К. А. Ознаки якості зерна пшениці та методи їх поліпшення / К. А. Ларченко, Б. В. Моргун // Физиология и биохимия культурных растений. – 2010. – Т. 42. – № 6. – С. 463–474.

2. Brzezinski W., Mendelewski P. Improved PAGE procedure for identification of wheat, triticale, barley and oat cultivar // XII EUCARPIA Congr. (Febr. 28, 1989) / Gottingen: Vortrage fur Pflanzenzuchtung. – 1989. – P. 15.

# Частина 4. Молекулярно-генетичний аналіз

## 4.1 Методика виділення ДНК із рослинного матеріалу за допомогою CTAB-методу*

**Вступ.** Дезоксирибонуклеїнова кислота (ДНК) – один із двох типів природних нуклеїнових кислот, який забезпечує зберігання, передачу та реалізацію генетичної програми розвитку й функціонування живих організмів. Основна роль ДНК у клітинах – довготривале зберігання інформації про структуру РНК і білків. У клітинах еукаріотів (наприклад, тварин, рослин або грибів) ДНК міститься в ядрі клітини у складі хромосом, а також у деяких клітинних органелах (мітохондріях і пластидах).

З хімічної точки зору, ДНК – це довга полімерна молекула, що складається з послідовних блоків – нуклеотидів. Кожний нуклеотид складається з азотистої основи, цукру (дезоксирибози) і фосфатної групи. У більшості випадків макромолекула ДНК складається з двох ланцюгів, орієнтованих азотистими основами один проти одного.

Відомо чотири види азотистих основ: аденін, гуанін, тимін і цитозин, які сполучені за принципом комплементарності: аденін з'єднується тільки з тиміном, гуанін – тільки з цитозином. Послідовність нуклеотидів дозволяє «кодувати» інформацію щодо різних типів РНК, найважливішими з яких є інформаційні, або матричні (мРНК), рибосомальні (рРНК) і транспортні (тРНК). Усі типи РНК синтезуються на матриці ДНК. Крім кодуючих послідовностей, ДНК містить послідовності, що виконують регуляторні і структурні функції.

Для отримання якісного результату за проведення их полімеразно-ланцюгової реакції (ПЛР) необхідно в процесі виділення отримати максимально чисту, оптимальної концентрації ДНК. На сьогодні універсальним методом виділення ДНК є CTAB-метод, заснований на здатності нуклеїнової кислоти утворювати стабільні та розчинні сполуки з цетилтриетиламоній бромідом (CTAB) за високих концентрацій солей. Із зменшенням концентрацій солі NaCl нижче 0,4 М комплекс CTAB / н. к. випадає в осад. Після руйнування клітин білки денатурують та екстрагують сумішшю хлороформу з ізоаміловим спиртом. CTAB видаляють осадженням етанолом.

**Призначення:** отримання препарату ДНК.

---

***** Цю методику та наступні підготували: Шаюк Л. В., к. б. н., Шовгун О. О., с. н. с., Король Л. В., с. н. с., Присяжнюк Л. М., с. н. с., Коровко І. І., н. с., Костенко А. В., н. с., Гончарова С. О., с. н. с., Український інститут експертизи сортів рослин, 2014.

**Принцип методу.** Метод охоплює стадію лізису та кілька стадій видалення контамінантів: полісахаридів, білків та жирів.

Концентрація солей на стадії екстракції є дуже важливою для видалення забруднювачів. За низької концентрації солі (<0,4M NaCl) за кімнатної температури комплекс CTAB / ДНК випадає в осад, тоді як забруднюючі домішки не осаджуються й можуть бути вилучені. Збільшуючи концентрацію солі (>1,4M NaCl), видаляють денатуровані білки й полісахаридні комплекси, а нуклеїнові кислоти розчиняються. Хлороформ використовують для відокремлення нуклеїнової кислоти від комплексу полісахарид / білок і CTAB. Хлороформ денатурує білки та полегшує розділення водної та органічної фаз. Зазвичай водна фаза є верхньою.

Завершальна стадія – очищення нуклеїнових кислот осадженням ізопропіловим та промивання етиловим спиртами.

**Реактиви та обладнання**

Гексадецилтриметиламоніум бромід CTAB ($C_{19}H_{42}BrN$); натрію хлорид (NaCl); Тріс (гідроксиметил)-амінометан (Tris) ($C_4H_{11}NO_3$); натрієва сіль етилендіамінтетраоцтової кислоти ($Na_2EDTA$); хлороформ ($CHCl_3$); ізопропанол [$CH_3CH(OH)CH_3$]; спирт етиловий ($C_2H_5OH$); деіонізована вода; мікропробірки на 1,5 та 2 мл; дозатори змінного об'єму (10–20 мкл, 20–200 мкл і 100–1000 мкл); аналітичні ваги; мікроцентрифуга (не менше, ніж 12 000 g); термостат; вортекс; витяжна шафа; сушарка вакуумна; шпатель та плашка для зважування; холодильник з морозильною камерою на –20°C; спектрофотометр; одноразові кювети.

**Хід роботи**

***Розчини:***

| CTAB-буфер для екстракції (pH=8): | на 100 мл |
|---|---|
| CTAB – 20 г/л | 2 г |
| NaCl – 1,4 моль/л | 8,181 г |
| Tris – 0,1 моль/л | 1,211 г |
| $Na_2EDTA$ – 0,02 моль/л | 0,744 г |
| CTAB-буфер для преципітації (pH=8): | на 100 мл |
| CTAB – 5 г/л | 0,5 г |
| NaCl – 0,04 моль/л | 0,234 г |

Натрій хлорид розчин, (NaCl)=1,2 моль/л

7,013 NaCl на 100 мл

| TE-буфер (pH = 8): | на 100 мл |
|---|---|
| Tris – 0,01 моль/л | 0,121 г |
| $Na_2EDTA$ – 0,001 моль/л | 0,037 г |

**1. Підготовка зразків**

Зерновий зразок попередньо подрібнюють за допомогою комерційних блендерів (наприклад, GM200). Подрібнення потрібно проводити на окремій території зі змінними чашками, щоб запобігти забрудненню інших приміщень та зразків.

**2. Лізис**

2.1 Помістити в штатив та підписати відповідну кількість пробірок об'ємом 2 мл.

2.2 Внести по 100–300 мг гомогенізованого зразка у відповідні пробірки.

2.3 Додати 1,5 мл підігрітого (+65°C) CTAB-буфера для екстракції.

2.4 Вміст пробірок перемішати на вортексі й помістити в термостат для інкубації за температури +65°C протягом 30 хв.

2.5 Центрифугувати пробірки протягом 10 хв. при 12000 g.

2.6 Перенести 750 мкл верхньої фази в чисті пробірки об'ємом 1,5 мл.

**3. Відмивання та преципітація**

3.1 Внести по 750 мкл суміші хлороформ: ізоаміловий спирт (24:1) до пробірок (п. 2.6) та перемішати протягом 3 хв.

3.2 Центрифугувати пробірки протягом 15 хв. при 12000 g.

3.3 Перенести 350 мкл верхньої водної фази в чисті пробірки об'ємом 1,5 мл та додати 700 мкл CTAB-буферу для преципітації. Перемішати на вортексі 10 с.

3.4 Інкубувати протягом 30–60 хв. за кімнатної температури.

3.5 Центрифугувати пробірки протягом 15 хв. при 12000 g.

3.6 Видалити надосадову рідину й додати 350 мкл NaCl (1,2 моль/л), ресуспендувати осад протягом 30 с перемішуванням на вортексі.

3.7 Додати суміш 350 мкл хлороформ: ізоаміловий спирт (24:1), перемішати вміст пробірок протягом 3 хв.

3.8 Центрифугувати пробірки 15 хв. при 12 000 g.

3.9 Перенести 250 мкл верхньої водної фази в чисту пробірку об'ємом 1,5 мл та додати 170 мкл охолодженого ізопропанолу, обережно перемішати й залишити на 2 хв. за кімнатної температури.

3.10 Центрифугувати пробірки протягом 15 хв. при 12000 g, за температури +4°C.

**4. Відмивання**

4.1 Надосадову рідину обережно видалити й додати 500 мкл 70 % розчину етанолу. Обережно перемішати вміст пробірок.

4.2 Центрифугувати пробірки протягом 10 хв. при 12000 g.

4.3 Видалити надосадову рідину й висушити осад ДНК протягом 10–15 хв. у вакуумному концентраторі за температури +60°C.

**5. Розчинення**

5.1 Внести у пробірки з висушеним осадом ДНК 50 мкл ТЕ-буферу.

5.2 Інкубувати за температури 37°C протягом 35 хв.

5.3 Осадити краплі центрифугуванням на вортексі протягом 30 с при 5000 об/хв.

Виділену ДНК можна зберігати тиждень за температури 2–8°C і протягом року за температури –16°C.

## 4.2. Визначення кількості та якості виділеної ДНК

### 1. Визначення кількості та оцінювання якості ДНК за допомогою спектрофотометрії

Кількісний вміст нуклеїнової кислоти може визначатись безпосередньо у водному розчині в розведеному або нерозведеному вигляді вимірюванням величини поглинання А (оптична густина, OD) ультрафіолетових променів світла в діапазоні довжини хвиль від 210 нм до 300 нм. Якщо дослідний зразок достатньо очищений (тобто без домішок, таких як білки, фенол чи агароза), спектрофотометричне визначення кількості ультрафіолетового світла, що поглинається азотистими основами, є точним і простим. Для цього методу ідеальним є буфер з низькою іонною концентрацією (наприклад, ТЕ-буфер). Концентрація нуклеїнових кислот визначається за довжини хвилі 260 нм у порівнянні зі стандартним розчином. Оскільки білки поглинають за довжини хвилі 280 нм, відношення $A_{260}/A_{280}$ використовується для визначення чистоти нуклеїнових кислот. Чиста ДНК повинна бути з величиною відношення приблизно 1,8, тоді як чиста РНК – 2,0. Поглинання за довжини хвилі 230 нм відображує забруднення зразка такими сполуками як вуглеводи, пептиди, феноли або ароматичні вуглеводні. Якщо зразки чисті, то відношення $A_{260}/A_{230}$ складає приблизно 2,2. Важливо відзначити, що домішки РНК у розчині ДНК не можуть бути виявлені методом спектрофотометрії. Саме через це рекомендується використовувати ензиматичне видалення РНК на прикінцевих етапах виділення ДНК.

### 2. Оцінка якості та кількості виділеної ДНК методом електрофорезу в агарозному гелі з фарбуванням бромистим етидієм

Альтернативний метод електрофорезу ДНК в агарозному гелі з подальшим фарбуванням бромистим етидієм дозволяє визначити кількісний вміст ДНК та аналізувати її фізичний стан (ступінь деградації, наявність залишкової кількості РНК) у випадках доступності обмеженої кількості ДНК. У даному випадку кількість нуклеїнових кислот може бути встановлена методом порівняння з набором стандартних концентрацій за інтенсивністю флюоресценції, що випромінюється бромистим етидієм за опромінення УФ-світлом.

**Використана література**

1. Блюм Я. Б. Впровадження методів оцінки наявності та вмісту генетично модифікованих компонентів у продуктах харчування, кормах і парфюмерно-косметичних

виробах. / Я. Б. Блюм, М. О. Банникова, П. А Карпов [та інші]. Наука та інновації. – 2008. – Т 4. – № 2. – С. 40–48.

2. ДСТУ ISO 21571:2008 «Продукти харчові – Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом – Екстрагування нуклеїнової кислоти».

3. ДСТУ-П CEN/TS 15568:2008 «Продукти харчові – Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом – Відбирання проб».

4. Paoletti C., Donatelli M., Kay S., and van den Ede G. Simulating kernel lot sampling: the effect of heterogenety on the detection of GMO contaminations // Seed Sci. Technol. – 2003. – 31. – P. 629–638.

5. Plant Molecular Biology (A Laboratory Manual) / Melody S. Clark (Ed.) Springer-Verlag Berlin Heidelberg. – 1997. – P. 1–25.

## 4.3 Методика використання мікросателітних маркерів (SSR) для ідентифікації сортів сої

**Вступ.** Мікросателіти відомі як прості повтори нуклеотидних послідовностей (англ. *Simple Sequence Repeats, SSR*), або короткі тандемні повтори (англ. *Short Tandem Repeats, STR* – один із типів тандемних повторів, поліморфні ділянки ДНК геномів усіх або більшості організмів, що складаються з повторів 1–6 п. н. (пар нуклеотидів) завдовжки (від 1–2 до 4–10 п. н.), а повний розмір ділянки, зазвичай, складає до 150 п. н.) Мікросателітні послідовності мають кодомінантний тип успадкування та розташовані в районах некодуючої ДНК.

Варіабельність кількості повторів в одному мікросателітному локусі складає число, яке є унікальним для окремого індивідууму, що дозволяє використовувати їх як молекулярно-генетичні маркери. За дослідження локалізації мікросателітів і кількості їхніх повторів у сортів сої можна скласти унікальну генетичну формулу або ідентифікаційний запис кожного окремого сорту.

**Призначення:** вивчення внутрішньосортового та міжсортового поліморфізму, що дозволяє оцінити генетичне різноманіття, а також відтворити генетичний профіль для кожного сорту сої. Система ідентифікації та паспортизації представляє форму сорту, що відображує алельний стан добраних локусів.

**Суть методу:** ампліфікація мікросателітної послідовності ДНК, що досліджується методом end-point ПЛР з подальшим визначенням її молекулярної маси, методом розділення продуктів ампліфікації в агарозному гелі.

**Реактиви та обладнання:** ампліфікатор (термоциклер); мікроцентрифуга з ротором для мікропробірок; мікроцентрифуга з ротором під плашки; вортекс; мікропіпетки змінного об’єму: 0,5–10 мкл, 10–100 мкл, 20–200 мкл, 100–1000 мкл; наконечники для мікропіпетки; пробірки на 1,5–2 мкл; стріповані пробірки або плашки; кришки для стріпованих пробірок або покривна плівка для плашок; система для горизонтального електрофорезу; аналітичні ваги; шпатель; мікрохвильова піч; бутель на 500 мл з гвинтовою кришкою; система гель-документації; трансілюмінатор; набір рекомбінантної Taq DNA Polymerase (Fermentas), dNTP Mix (Fermentas); прямий і зворотній праймери; деіонізована вода для молекулярної біології; агароза; етидіум бромід; 6×Loading buffer (Fermentas); маркери молекулярної ваги; дистильована вода; Tris; борна кислота; EDTA.

**Хід роботи**

**1. Добір праймерів**

Добір найефективніших праймерів проводять здебільшого за літературними даними, але з урахуванням прийнятих вимог. До таких вимог належать:

– розмір праймера має бути 16–25 нуклеотидів;

– різниця між температурами прямого та зворотнього праймерів не повинна перевищувати 6°С;

– кількість G-C-пар має бути 50–60 %;

– для покращення якості гібридизації рекомендується добирати праймери так, щоб останні кілька нуклеотидів 3’-кінця праймера містили GC-основи;

– праймери мають бути не само- або не взаємно комплементарні.

Для ідентифікації та диференціації сортів сої рекомендовано використовувати наступні праймери (табл. 50).

Таблиця 50

**Характеристика SSR праймерів для ідентифікації та диференціації сортів сої**

| № п/п | Назва праймеру | Нуклеотидна послідовність праймерів 5’ ……. 3’ | Температура гібридизації, °С |
|---|---|---|---|
| 1. | Satt726 | gCgTTTTTAgTATggATAATgTTTT<br>gCgAAgggACAAgAgTgAT | 55 |
| 2. | Satt063 | AAATgATTAACAATgTTTATgAT<br>ACTTgCATCAgTTAATAACAA | 50 |
| 3. | Satt114 | gggTTATCCTCCCCAATA<br>ATATgggATgATAAggTgAAA | 55 |
| 4. | Satt 228 | TCATAACgTAAgAgATggTAAAACT<br>CATTATAAgAAAACgTgCTAAAgAg | 60 |

**2. Приготування реакційної суміші**

Перед початком роботи потрібно зробити всі необхідні розрахунки, провести підготовку робочого місця (протерти спиртом стіл, дозатори, робочу поверхню УФ-боксу), підписати пробірки, стріпи або плашку.

Розрахунок кількості реагентів робочої суміші проводять множенням об’єму кожного реагента (окрім ДНК, кількість якої на кожну реакцію – 2 мкл), потрібного для проведення однієї реакції, на кількість реакцій. При цьому, коли кількість реакцій збільшується кратно восьми, то кількість кожного реагента необхідно збільшити ще на одну реакцію.

*Приготування реакційної суміші починають лише після повного розморожування всіх реагентів, окрім Taq полімерази.*

Отже, склад реакційної суміші для проведення однієї реакції має такий вигляд:

| | |
|---|---|
| $10^X$ПЛР-буфер (без $MgCl_2$) | 2,5 мкл |
| розчин $MgCl_2$, 25 моль/дм$^3$ | 2,0 мкл |
| розчин dNTP, 10 моль/дм$^3$ | 0,5 мкл |
| суміш праймерів F+R, 10 мкмоль/дм$^3$ | 0,5 мкл |
| Taq ДНК-полімераза, 5 од/мкл | 0,2 мкл |
| деіонізована вода | 17,3 мкл |
| зразок ДНК | 2,0 мкл |
| загальний об’єм | 25,0 мкл |

У пробірку об’ємом 1,5 або 2 мкл додають послідовно усі компоненти суміші. Taq полімеразу слід додавати останньою, дістаючи її безпосередньо з морозильної камери й відразу після проведення маніпуляції повернути назад. Готову реакційну суміш перемішують на вортексі, центрифугують протягом 30 с при 7000 g.

Наносять по 23 мкл реакційної суміші до кожної ямки стрипованої пробірки чи плашки й додають туди ж, кожного разу піпетуючи, по 2 мкл ДНК. Стріпи щільно закривають кришками або ретельно заклеюють плашку плівкою, після цього центрифугують протягом 1 хв. при 3700 g.

**3. Умови проведення ПЛР**

Готові зразки поміщають в ампліфікатор і запускають програму проведення ПЛР. Загалом вона має однакові параметри для всіх SSR праймерів, змінюється лише температура гібридизації праймерів ($T_A$), яка є індивідуальною для кожної пари праймерів.

**Програма проведення ПЛР**

| Етапи | Температура, °С | Час, хв. | Процес | Кількість циклів |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 95 | 2:00 | денатурація ДНК | 1 |
| 2 | 95 | 0:35 | денатурація ДНК | 38 |
| 3 | $T_A$ | 0:35 | гібридизація | |
| 4 | 72 | 0:50 | елонгація | |

Загальна спрощена формула розрахунку оптимальної температури гібридизації ($T_A$) праймера має такий вигляд:

$T_A=T_m–4°C$;

$T_m=[(A+T)×2°C]+[(G+C)×4°C]$ (якщо сумарна довжина олігонуклеотида не перевищує 20-ти основ);

$T_m=22+1,46×([2×(G+C)]+(A+T))$ (якщо сумарна довжина олігонуклеотида складає 20–30 основ), де $T_m$ – температура плавлення.

Проте розрахована таким чином температура не завжди дає задовільний результат, а тому часто потребує емпіричного доопрацювання.

**4. Візуалізація SSR продуктів ампліфікації (електрофорез)**

Візуалізація продуктів ПЛР здійснюється розділенням їх в агаровому гелі з концентрацією 3 %. Для забарвлення ампліконів використовують етидіум бромід, який не хімічно зв'язується з ДНК і має здатність світитися в ультрафіолетовому світлі.

Для приготування 230 мл 3 % агарозного гелю необхідно розплавити 6,9 г агарози в $0,5^X$TBE буфері, який також є електродним буфером. Для приготування $0,5^X$TBE буферу потрібно в мірний циліндр відлити 100 мл стокового розчину $5^X$TBE буферу й довести його водою до 1 л. До складу $5^X$TBE буферу входять такі компоненти:

Tris……54,0 г
борна кислота…….. 27,5 г
EDTA…….3,722 г
дистильована вода…….. до 1 л

Розплавити агарозу можна в мікрохвильовій печі, періодично ретельно її перемішуючи. До готового гелю додають 1 мкл етидіума броміду, обережно перемішують і заливають у попередньо приготовану форму з лункоутворювачами. Гель полімеризується протягом 40 хв.

По закінченні полімеризації гель переносять до електрофоретичної камери та видаляють лункоутворювачі.

До кожного зразка додають по 4 мкл 6×Loading buffer (буферу для нанесення), піпетують зразок, після чого в лунки агарозного гелю вносять по 9 мкл суміші продукту ампліфікації та буферу для нанесення. В перший та останній лунки вносять по 4 мкл маркера довжин фрагментів ДНК (як правило, на 20 чи 100 пар нуклеотидів).

Електрофорез проводять за напруженості електричного поля 5 V/см. Тривалість електрофорезу складає для даного об'єму гелю 1 год 20 хв. Для визначення оптимального часу електрофорезу використовують 6×Loading buffer, який було внесено до зразків. Після закінчення електрофорезу відключають блок живлення, знімають запобіжну кришку. Гель обережно виймають на трансілюмінатор для візуалізації продуктів ампліфікації і фотографують за допомогою системи гель-документації.

**5. Опрацювання даних**

Задокументовані електрофореграми редагують за допомогою комп'ютерної програми графічного редактора для того, щоб отримати максимально чітке зображення. Розмір фрагментів ДНК визначають за допомогою комп'ютерної програми TotalLab v 2.01. Він визначається програмою відносно маркера довжин фрагментів ДНК.

Різноманітність алелів SSR локусів визначають за допомогою індексу поліморфності локусу PIC (Polymorphic Index Content) за формулою:

$$PIC_i = 1 - \sum_{j=1}^{n} p_{ij}^2$$

де: $P_{ij}$ – частота j алеля для маркера і,
n – загальна кількість алелів.

**Використана література**

1. Брик А. Исследование генетического разнообразия сои (Glycine max L.) с помощью ПП-ПЦР анализа. / А. Брик, Ю. Сиволап, В. Сичкарь. // Молекулярно-генетические маркеры растений: Тезисы докл. межд. конф. – К., 1996. – С. 12–13.

2. Использование ПЦР-анализа в генетико-селекционных исследованиях. / Научно-методическое руководство. // Под. ред. Сиволапа Ю. М. – К.: Аграрна наука, 1998. – 156 с.

3. Рамазановы С. А. ДНК-генотипирование на основе SSR-маркеров Апрбирование и подбор оптимальных условий для Glycine max (L) Merr. / С. А. Рамазанові, С. З. Гучетль, Т. С. Антонова // НТБ ВНИИМК Масличные культуры. – Краснодар, 2007. – № 2 (137) – С. 78–80.

4. Nei M. Molecular evolutionary genetics / Nei M. – New York: Columbia Univ. Press, 1987. – 512 p. ISBN 0231063210.

5. Cregan P. B. An integrated genetic linkage map of the soybean / P. B. Cregan, T. Jarvik, A. L. Bush, R. C. Shoemaker, K. G. Lark, A. L. Kahler, N. Kaya, T. T. VanToai, D. G. Lohnes, J. Chung, J. E. Specht // Crop Sci. – 1999. – Vol. 39. – P. 1464–1490.

6. Shoemaker R. C. Molecular linkage map of soybean (Glycine max L. Merr.) / R.C. Shoemaker, T.C. Olson // Genetic maps: Locus maps of complex genomes. Cold Spring Harbor Laboratory Press. – 1993. – P. 6131–6138.

## 4.4 Методика якісного аналізу чужорідного генетичного матеріалу у сортах сої за допомогою методу ПЛР у реальному часі з використанням тест-системи «ГМО-соя» (35S/NOS скринінг)

**Вступ.** Лабораторний метод ґрунтується на застосуванні ПЛР в режимі реального часу. Включає в себе одночасно детекцію та кількісне визначення специфічної послідовності ДНК у зразку.

Одним із популярних методів ПЛР у реальному часі є метод із використанням флуоресцентної проби (5’-екзонуклеазний). Ця проба являє собою олігонуклеотид, до двох кінців якого приєднані відповідно: репортер флюоресценції – до 5’-кінця та його гасник – до 3’-кінця. Коли проба не зв’язана з матрицею, репортерна флюоресценція гаситься близько розташованою фарбою-гасником. Флюоресцентно мічена проба зв’язується з відповідною ділянкою матриці-мішені, яка міститься між двома праймерами за принципом комплементарності. Під час етапу подовження Taq-полімераза за рахунок 5’-екзонуклеазної активності руйнує пробу, розташовану на матриці, тим самим від’єднуючи від 5’-кінця проби флуоресцентний барвник. Відстань між фарбою-репортером та фарбою-гасником різко збільшується і рівень флюоресценції зростає. Відповідна оптична система приладу фіксує збільшення рівня флюоресценції після кожного циклу ПЛР. Оптичний сигнал обчислюється за спеціальною програмою та відтворюється на дисплеї графічно. З огляду на те, що посилення флюоресценції відбувається лише за умови відпалювання обох праймерів та флюоресцентно міченої проби, ПЛР у режимі реального часу має вищу специфічність, ніж класична ПЛР. Відносна кількість гена-мішені дає можливість побудувати стандартні криві, використовуючи відомі кількості додаткових ендогенних генів.

**Суть методу:** проведення одночасної детекції трьох послідовностей ДНК з використанням реакційної суміші, що містить праймери та мічені флуоресцентними барвниками зонди.

**Реактиви та обладнання:** тест-система «ГМО-соя» (35S/NOS скринінг) (ДП «Укрметртестстандарт»); ампліфікатор типу iQ iCycler BIO-RAD; мікроцентрифуга з

ротором для мікропробірок; центрифуга з ротором під плашки; вортекс; дозатори змінного об'єму: на 0,5–10 мкл, 10–100 мкл, 20–200 мкл, 100–1000 мкл; наконечники на дозатори; пробірки на 1,5–2 мкл; плашки або стриповані пробірки; покривна плівка для плашок або кришки для стрипованих пробірок; УФ-бокс; ламінарний бокс; штатив-робоче місце.

**Хід роботи**

До складу тест-системи входить такий набір реагентів:

| | | |
|---|---|---|
| Негативний контрольний зразок (НКЗ) | 50 мкл | 1 |
| Позитивний контрольний зразок (ПКЗ) | 50 мкл | 1 |
| ПЛР-РЧ суміш | 1,8 мкл | 1 |
| Taq-полімераза | 20 мкл | 1 |

Реакційна суміш (ПЛР-РЧ) цієї тест-системи вже містить праймери до тестованих послідовностей, тобто до послідовності промотора вірусу мозаїки цвітної капусти (35S CaMV) і термінатора нопалинсинтази (NOS) з *Agrobacterium tumefaciens*, які входять до складу багатьох трансгенних конструкцій, а також гена лектину (Lec) сої як ендогенного видоспецифічного контролю проходження ПЛР реакції. Крім того, до її складу також включено специфічні до цих послідовностей зонди, мічені відповідно барвниками: FAM – до 35S-промотора; ROX – до NOS-термінатора; JOE – до Lec-гена.

**1. Приготування робочої суміші**

*Для запобігання контамінації реактивів для ПЛР у реальному часі приготування робочої суміші та внесення ДНК має проводитись у різних приміщеннях або УФ-боксах.*

1.1 Перед початком роботи потрібно зробити всі необхідні розрахунки та провести підготовку робочого місця (протерти спиртом стіл, дозатори, робочу поверхню УФ-боксу та ламінарного боксу).

1.2 Відібрати необхідну кількість ПЛР пробірок, включаючи негативний та позитивний контролі, негативний контроль виділення ДНК (НКВ). Усі зразки, що досліджуються, дублюються. Їх необхідно промаркувати.

1.3 Розморозити пробірку з ПЛР-РЧ сумішшю та ретельно її перемішати на вортексі. Осадити краплі нетривалим центрифугуванням.

1.4 Приготувати робочу суміш за пропорціями (табл. 51):

Таблиця 51.

**Склад робочої суміші**

| Компоненти<br>ПЛР-РЧ суміш<br>Taq-полімераза | Кількість зразків (мкл) | |
|---|---|---|
| | 1 | N |
| | 18,0 | (18×N+1*) |
| | 0,2 | (0,2×N+1*) |
| В кожну пробірку внести по 18 мкл реакційної суміші | | |
| ДНК зразка | 2 мкл | |
| Загальна кількість реакційної суміші 20 мкл | | |

*Якщо більше 10 зразків.

*Для запобігання деградації реактивів усі розчини для ПЛР мають бути захищені від прямих сонячних променів і перебувати в розмороженому стані не більше 1 год.*

1.5 Готову робочу суміш ретельно перемішати на вортексі, краплі осадити центрифугуванням. По 18 мкл готової робочої суміші додати окремим наконечником з аерозольним бар'єром в чисті пробірки.

1.6 Використовуючи наконечник з аерозольним фільтром, додати по 2 мкл ДНК зразка в пробірки з робочою сумішшю.

1.7 У пробірку негативного контрольного зразка внести 2 мкл розчину НКЗ (–), у пробірку позитивного контролю зразка внести 2 мкл ПКЗ (+).

**2. Умови проведення ПЛР у реальному часі**

2.1 Створити планшетний документ відповідно до інструкції для ампліфікатора, задаючи детекцію флуоресцентних барвників FAM (35S-промотор), ROX (NOS-термінатор), JOE* (Lec). У випадку користування ампліфікатором для оцінки фонової флуоресценції в якості пасивного барвника ROX, відключити цю функцію.

2.2 Розмістити підготовлені пробірки в планшет ампліфікатора відповідно до підготовленого планшетного документа. Задати програму ампліфікації, що наведена нижче (табл. 52):

Таблиця 52

**Базовий протокол ампліфікації****

| Етапи | Температура, °С | Час, хв. | Процес | Кількість циклів |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 94 | 3:00 | денатурація ДНК | 1 |
| 2 | 95 | 0:20 | денатурація ДНК | 45 |
| 3 | 60 | 0:40, зйомка | гібридизація та елонгація (детекція флуоресценції) | |

*Замість каналу флуоресцентного барвника JOE можна використовувати канали HEX та VIC.
**Програма ампліфікації має бути оптимізована під конкретний ампліфікатор.

**3. Опрацювання та оформлення результатів вимірювань**

3.1 За допомогою програмного забезпечення оцінюють криві ампліфікації негативних і позитивних контрольних зразків, отриманих для барвників FAM, JOE, ROX.

3.2 Криві ампліфікації НКЗ та НКВ, отримані для згаданих барвників, не повинні перевищувати базову лінію, а значення порогового циклу Ct мають бути відсутніми.

3.3 Криві ампліфікації ПКВ, отримані для всіх згаданих барвників, мають бути сигмовидної форми, повинні бути присутні значення порогового циклу Ct. В іншому випадку необхідно повторити процес, починаючи з виділення ДНК.

3.4 За допомогою програмного забезпечення оцінити криві ампліфікації і значення порогового циклу Ct зразків.

Інтерпретація отриманих результатів проводиться за даними таблиці 53.

Таблиця 53

**Інтерпретація отриманих результатів**

| Наявність кривої та значення Ct | | | Висновок |
|---|---|---|---|
| JOE | FAM | ROX | |
| – | – | – | Зразок не містить ДНК сої, промотора 35S та термінатора NOS |
| + | – | – | Зразок містить ДНК сої, не містить промотора 35S та термінатора NOS |
| + | + | – | Зразок містить ДНК сої та промотор 35S, не містить термінатора NOS |
| + | – | + | Зразок містить ДНК сої та термінатор NOS, не містить промотора 35S |
| + | + | + | Зразок містить ДНК сої, промотор 35S та термінатор NOS |
| – | + | + | Зразок не містить ДНК сої, але містить промотор 35S та термінатор NOS |

3.5 У зразку виявлено ДНК сої, якщо для нього визначено значення порогового циклу $Ct \leq 40$. За отримання значення $Ct > 40$, необхідно повторити процес для даного зразка, починаючи з етапу виділення ДНК. За повторного отримання подібних значень зразок вважається таким, що не підлягає аналізу через низький відсоток умісту ДНК сої.

3.6 У зразку виявлено промотор 35S, якщо по каналу FAM для нього визначено значення порогового рівня Ct.

3.7 У зразку виявлено термінатор NOS, якщо по каналу ROX для нього визначено значення порогового рівня Ct.

**Використана література**

**1.** ДСТУ ISO 21570:2005 «Продукти харчові. Методи виявлення генетично модифікованих організмів і продуктів з їхнім вмістом. Кількісні методи на основі аналізування нуклеїнової кислоти».

**2.** ПЦР «в реальном времени» / [Ребриков Д. В., Саматов Г. А., Трофимов Д. Ю. и др.]; под ред. Д. В. Ребриков. – М.: Бином. Лаборатория знаний, 2009. – 223 с.

**3.** Higuchi R. Kinetic PCR Analysis: Real-time monitoring of DNA amplification reactions// Biotechnology. – 1993. – № 11. – 1026–1030.

## 4.5 Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для вивчення молекулярно-генетичного поліморфізму сортів рослин за допомогою ISSR і SSR маркерів та візуалізації продуктів ампліфікації

**Сфера застосування**

Ця методика встановлює процедуру проведення полімеразної ланцюгової реакції для вивчення поліморфізму сортів рослин за допомогою молекулярно-генетичних маркерів. Методика може бути використана для аналізу геному сортів усіх видів рослин.

**Підготовка та проведення аналізу**

1. Зразок тестованої ДНК – 1 мкл розчину (вихідна концентрація 1мкг/мл) переносять у мікроцентрифужну пробірку об’ємом 0,2 або 0,5 мл.

2. В мікроцентрифужну пробірку з аліквотою тестованого зразка додають 24 мкл реакційної суміші наступного складу в розрахунку на 1 зразок:

| | |
|---|---|
| 10×буфер | 2,5 мкл |
| 10мМ дНТФ | 0,5–1,6 мкл |
| Праймери 10 мкМ/дм$^3$ | 0,5–1 мкл |
| 25 µM $MgCl_2$ | 1,5–2,5 мкл |
| Taq-полімераза | 0,4 мкл |
| Деіонізована вода | до 25 мкл |

3. Пробірку із аліквотою ДНК тестованого зразка та реакційною сумішшю центрифугують при 13000 g, щоб осадити краплини на стінці пробірки.

4. На отриманий розчин нашаровують 15 мкл мінеральної олії, щоб запобігти випаровуванню протягом проведення полімеразної ланцюгової реакції.

5. Пробірки переносять у термоциклер.

6. Після проведення реакції проводять електрофоретичне розділення продуктів ампліфікації у 2 %-ому агарозному гелі.

7. Для приготування 60 (170) мл агарозного гелю (відповідно до об’єму столика для заливки гелів) концентрацією 2 % зважують 1,2 (3,4) г агарози, переміщують її в мірну ємність та доливають ТВЕ буфер до мітки 60 мл (170 мл) відповідно.

8. Гель розтоплюють до консистенції рідини, додають 7 (15) мкл етидію бромистого, ретельно перемішують, заливають в електрофоретичний столик та вставляють гребінки для формування слотів для нанесення продуктів ампліфікації.

9. Після того як гель заполімеризувався, його переміщують в камеру для горизонтального електрофорезу, заповнену ТВЕ буфером (350 мл для малої камери і 800 мл – для великої) та виймають гребінки.

10. У перший з отриманих слотів додають 7–8 мкл маркеру 100 п. н. (100 b. p. DNA Ladder), у наступні слоти наносять зразки, отримані в результаті ампліфікації (п. 5–6). При чому 15 мкл зразка змішують з 5–8 мкл 6×Loading Dye.

11. Після нанесення всіх зразків під’єднати електричний струм та провести електрофорез.

12. Візуалізацію продуктів ампліфікації проводять в ультрафіолеті на трансілюмінаторі після їх електрофоретичного розділення.

**Використана література**

1. Прикладная экобиотехнология / [Кузнецов А. Е., Градова Н. Б., Лушников С. В. и др.]. - М.: Бином. Лаборатория знаний, 2012. - Т.1. - 629 с.
2. Резяпкин В. И. Прикладная молекулярная биология: пособие / Резяпкин В. И. – Гродно: ГрГУ, 2011. – 167 с.
3. Plant Molecular Biology (A Laboratory Manual). – 1997. – Melody S. Clark (Ed.) Springer-Verlag Berlin Heidelberg. – P. 54–74, 305–328.

## 4.6 Методика проведення полімеразної ланцюгової реакції для визначення генетичних модифікацій у геномах сортів рослин

**Сфера застосування**

Ця методика встановлює процедуру детектування генетичних модифікацій у рослинах методом полімеразної ланцюгової реакції (ПЛР). Метод базується на багаторазовій ампліфікації певної ділянки ДНК, франкованій відповідними праймерами, та може бути використаний для аналізу наявності ГМ компоненту в сортах рослин.

**Підготовка та проведення аналізу**

1. Тестовану ДНК зразка (1 мкл розчину – вихідна концентрація 1 мкг/мл) переносять в мікроцентрифужну пробірку об'ємом 0,2 або 0,5 мл.

2. Потім додають 19 мкл реакційної суміші наступного складу в розрахунку на 1 зразок:

| | |
|---|---|
| 10×буфер | 2 мкл |
| 10 мМ дНТФ | 0,6–0,8 мкл |
| Праймери 10 мкМ/дм$^3$ | 0,5–1 мкл |
| 25 μ MMg$Cl_2$ | 1,2–1,6 мкл |
| Taq-полімераза | 0,4 мкл |
| Деіонізована вода | до 20 мкл |

3. Послідовності праймерів до тестованих структурних елементів трансгенних конструкції (35S промотор, NOS трамінатор) наведені в таблиці 54.

Таблиця 54

**Характеристика праймерів для ідентифікації 35S промотора та NOS-термінатора**

| Тестовані послідовності | Прай-мери | Нуклеотидна послідовність 5' ……. 3' | Кількість нуклео-тидів, п. н. | Температура гібридизації, °С |
|---|---|---|---|---|
| 35S промотор | 35S-1 | gcTccTAcAAATgccATcA | 19 | 55 |
| | 35S-2 | gATAgTgggATTgTgcgTcA | 20 | |
| NOS термінатор | NOS-1 | gAATccTgTTgccggTcTTg | 20 | 58 |
| | NOS-2 | TTATccTAgTTTgcgcgcTA | 20 | |

4. Пробірку з аліквотою ДНК тестованого зразка та реакційною сумішшю центрифугують при 13000 g, щоб осадити краплини на стінці пробірки.

5. Пробірки переносять у термоциклер.

6. Після проведення реакції проводять електрофоретичне розділення продуктів ампліфікації у 2 % агарозному гелі.

7. Для приготування 60 (170) мл агарозного гелю (відповідно до об'єму столика для заливки гелів) концентрацією 2 % зважують 1,2 (3,4) г агарози, переміщують її в мірну ємність та доливають ТВЕ буфер до мітки 60 мл (170 мл) відповідно.

8. Гель розтоплюють до консистенції рідини, додають 1 (2) мкл етидію бромистого, ретельно перемішують, заливають в електрофоретичний столик та вставляють гребінки для формування лунок для нанесення продуктів ампліфікації.

9. Після того як гель заполімеризувався, його переміщують в камеру для горизонтального електрофорезу, заповнену ТВЕ буфером (350 мл для малої камери і 800 мл – для великої) та виймають гребінки.

10. У перший з отриманих слотів додають 7–8 мкл маркеру 100 п. н. (100 b. p. DNA Ladder), у наступні лунки наносять зразки, отримані в результаті ампліфікації (п. 5–6). При чому 15 мкл зразка змішують з 5–8 мкл 6×Loading Dye.

11. Візуалізацію продуктів ампліфікації проводять в ультрафіолеті на трансілюмінаторі після їх електрофоретичного розділення.

**Використана література**

1. Пірко Я. В. Впровадження методів контролю генетично модифікованих компонентів у насіннєвому матеріалі сільськогосподарських культур та стандартизація їх нормативного забезпечення / Я. В. Пірко, В. І. Корховий, Г. П. Кашеваров, І. К. Комарницький, А. І. Ємець, М. В. Кучук, Б. В. Сорочинський, Я. Б. Блюм // Наука та інновації. – 2009. – Т. 5. – № 2. – С. 38-49.

2. Lin H.-Y. Detection of Genetically Modified Soybeans and Maize by the Polymerase Chain Reaction Method / H.-Y. Lin, L.-C. Chiueh, D. Y.-C. Shih // Journal of Food and Drug Analysis. – 2000. – Vol. 8. – № 3. – P. 200-207.

3. Shrestha H. K. Detection of genetically modified maize (*Zea mays* L.) in seed samples from Nepal / H. K. Shrestha, K.-K. Hwu, M.-C. Chang // African Journal of Biotechnology. – 2010. – Vol. 9. – № 34. – P. 5581-5589.

4. Plant Molecular Biology (A Laboratory Manual). – 1997. – Melody S. Clark (Ed.) Springer-Verlag Berlin Heidelberg. – P. 54–74, 305–328.

# Частина 5. Методика з визначення типу крохмалю в насіннєвому матеріалі зернових і круп'яних культур (якісний метод)

В сучасних умовах ведення сільського господарства сорт є одним з важелів гарантії для товаровиробника сільськогосподарської продукції і сировини. Заключним етапом селекційного процесу створення сорту рослин можна вважати проведення державної науково-технічної експертизи. Об'єктивні результати, отримані в ході проведення польових та лабораторних досліджень, забезпечують подальше внесення сортів до Державного реєстру сортів рослин та Реєстру патентів України.

З метою повної комплексної оцінки сортів-кандидатів використовуються уніфіковані дослідження. Сьогодення постійно впливає на розвиток селекційного процесу в напрямі створення сортів для виробництва натуральних продуктів здорового харчування. Інновацією в селекції сортів зернових та круп'яних культур є створення безамілозних сортів з генетично зміненим фракційним складом крохмалю. Крохмаль, який містить переважно амілопектин, краще перетравлюється у шлунково- кишковому тракті людини і тварин.

Використання сортів з підвищеним вмістом амілози чи переважанням амілози або амілопектину є дуже вигідним, адже це дозволяє одержати крохмалі з різними технологічними характеристиками і харчовою цінністю, а також істотно зменшити витрати на хімічну, фізичну модифікацію крохмалю та його фракціонування. Оскільки амілоза і амілопектин мають різні споживчі властивості, за допомогою селекції намагаються створити сорти, у крохмалі яких переважає один з цих сополімерів.

В свою чергу при проведенні кваліфікаційної експертизи сортів-кандидатів постійно виникає необхідність у вивченні та впровадженні нових досліджень в тому чи іншому напрямі використання сорту рослин.

Методичні рекомендації з визначення типу крохмалю в насіннєвому матеріалі зернових і круп'яних культур (якісний метод) (далі – Методичні рекомендації) розроблено з метою визначення безамілозного (амілопектинового) типу крохмалю сортів пшениці м'якої, ячменю звичайного, кукурудзи звичайної, рису посівного, проса посівного та сорго звичайного (двокольорового) під час проведення кваліфікаційної експертизи.

В Методичних рекомендаціях викладено основи процесу визначення типу крохмалю, а саме наведено порядок виконання роботи в лабораторних умовах щодо наявності звичайного, високоамілозного та безамілозного (амілопектинового) типів крохмалю.

1. Загальні відомості

Полісахарид крохмаль є основним джерелом вуглеводів у харчуванні людини та годівлі сільськогосподарських тварин. Це основна запасна речовина зерна пшениці м'якої, ячменю звичайного, кукурудзи звичайної, рису посівного, проса посівного та сорго звичайного (двокольорового). Природній крохмаль складається з двох фракцій: лінійної амілози (α-(1→4)-глюкан) та розгалуженого амілопектину (α-(1→4; 1→6)-глюкан). В середньому крохмаль зернових і круп'яних культур містить 15–25 % амілози та 75–86% амілопектину.

На сьогодні ведеться селекція зі створення сортів із різним співвідношенням амілози й амілопектину в складі крохмалю. Одним із напрямів селекції є створення сортів з безамілозним (амілопектиновим) типом крохмалю *waxy* зернових і круп'яних культур. Такі сорти отримують завдяки наявності мутації гену *waxy*, який порушує структуру та функцію ферменту біосинтезу амілози. Безамілозний тип крохмалю складається виключно на 99% із амілопектину. Однак сорти можуть містити 1–5 % амілози.

Зерно восковидних сортів сільськогосподарських культур відрізняється матовою, гладкою поверхнею, непрозорістю ендосперму, який за консистенцією нагадує твердий

Методику підготували: Костенко Н. П., канд. с.-г. наук, Гринів С. М., канд. с.-г. наук, старш. наук. співроб., Лікар С. П., Таганцова М. М., Іваницька А. П., Хоменко Т. М., канд. с.-г. наук, Димитров С. Г., канд. с.-г. наук, Руденко О. А., Український інститут експертизи сортів рослин, 2021.

віск. Всередині має борошнисту структуру. М'якоть має клейку консистенцію.Тому безамілозний тип крохмалю має високу дієтичну харчову цінність, низькі температури клейстеризації та утворення гелю (драглів), стійкість до механічних впливів за умов розморожування та заморожування, а зерно має широке використання в харчовій, фармацевтичній промисловості, для виробництва технічного біоетанолу.

Наступним перспективним напрямом у селекції є створення сортів із високим вмістом амілози, зокрема у кукурудзи звичайної, пшениці м'якої, які отримують за наявності мутантного гену, що контролює високий вміст амілози. Вміст амілози в зерні становить 35 % і більше, порівняно з оптимальним її вмістом – 25 %. Продукти харчування, виготовлені з високоамілозних сортів, мають високу стійкість до впливу перетравних ферментів і є джерелом дієтичних волокон.

Тип крохмалю за вмістом амілози й амілопектину в його складі визначають декількома методами:

1) спектрофотометричним методом за визначенням вмісту амілози (міжнародний стандарт ISO 6647-1-2007*Рис. Визначення вмісту амілози. Частина 1. Контрольний метод., ідентичний стандарту ОСТ ISO 6647-1-2015). Оптичну щільність розчину йод–амілози вимірюють на спектрофотометрі за довжиною хвилі 720 нм. Масову частку амілози у відсотках на суху речовину вираховують за калібрувальним графіком стандартних розчинів–порівняння із відомою концентрацією амілози картоплі.

Аналогічно вимірюють оптичну щільність йод-крохмального комплексу при довжині хвилі спектрофотометру 640-650 нм. Вміст амілопектину визначають за різницею вмісту крохмалю та амілози.

2) методом ПЛР-аналізу із використанням мікросателітних алель-специфічних маркерів. Цей метод використовують для ідентифікації та маркування генетичної однорідності інбредних ліній, гібридів восковидної кукурудзи та інших культур.

3) Визначення типу крохмалю за допомогою якісної реакції крохмалю з 1 % водним розчином йоду KJ–$J_2$.

2. Визначення типу крохмалю

*1) Метод визначення.* Визначення типу крохмалю якісним методом в насіннєвому матеріалі пшениці м'якої, ячменю звичайного, кукурудзи звичайної, рису посівного, проса посівного та сорго звичайного (двокольорового) ґрунтується на кольоровій реакції крохмалю з 1 % водним розчином йоду KJ–$J_2$.

Співвідношення амілози й амілопектину в складі крохмалю зерна фіксують за забарвленням зернівки.

*2) Матеріал*. В усіх сортах пшениці м'якої, ячменю звичайного, кукурудзи звичайної, рису посівного, проса посівного та сорго звичайного (двокольорового) першого року дослідження здійснюють перевірку за типом крохмалю до закладання дослідів в польових умовах.

Для визначення амілопектинового типу крохмалю відбирають зразок насіннєвого матеріалу вагою 25 г із загального насіннєвого зразка, якій надає заявник для проведення експертизи першого року дослідження.

За необхідності можливе визначення типу крохмалю в зразках зібраного врожаю з дослідних ділянок за проведення державної науково-технічної експертизи. З метою уникнення перезапилення перехреснозапильного сорту (кукурудза звичайна, сорго звичайне (двокольорове)) з амілопектиновим типом крохмалю, обов'язковою умовою є дотримання просторової ізоляції, не менше 200 м, від сортів із звичайним типом крохмалю.

Велику увагу необхідно приділяти інформації, наведеній заявником у документах заявки щодо особливостей умов вирощування, типу крохмалю, тощо.

*3) Реактиви.* Калію гідроксид, «хч» або «ч.д.а».
Калію йодистий, «хч» або «ч.д.а».
Йод, «хч» або «ч.д.а».
Вода дистильована

*4) Обладнання.* Ваги лабораторні, електронні 3-го класу точності.

Лабораторний млинок (або ступка)
Чашки Петрі
Папір глянцевий
Піпетка
Скальпель
Посуд лабораторний
Колби мірні місткістю 100 мл, 1000 мл.

*5) Приготування реактивів.* 1Н розчин КОН. 56,11 г КОН розчиняють у невеликій кількості дистильованої води і доводять об'єм розчину водою до 1л.

Розчин йоду в йодистому калії $KJ–J_2$ готують змішуванням 0,5 г йоду і 1 г йодистого калію, які переміщають в мірну колбу на 100 мл і доводять дистильованою водою до мітки.

*6) Хід проведення досліду*. Із зразка насіннєвого матеріалу відбирають 25 г. З метою визначення типу крохмалю зразок розмелюють на млинку чи подрібнюють ступкою або розрізають насінину навпіл. На лабораторних вагах зважують 1 г подрібненого / розмеленого зразка та вміщують у чашки Петрі. На пробу наносять 5 – 6 крапель 1Н розчину КОН для проходження процесу клейстеризації і залишають за кімнатної температури впродовж 15–30 хвилин. Після закінчення цього терміну до проби додають 1-2 краплі 1% водного розчину йоду в йодистому калії $KJ–J_2$ і встановлюють тип крохмалю. Встановлення типу крохмалю в розрізаній насінині є аналогічним.

Звичайний тип крохмалю, на прикладі насіннєвого матеріалу виду кукурудзи звичайної (*Zea mays* L.) утворює комплекс йод–амілоза–амілопектин темно-синього забарвлення в подрібненому, розмеленому та розрізаному вигляді (рис. 1 – 3).

Рис. 1. Звичайний тип крохмалю на подрібненому зерні кукурудзи звичайної

Рис. 2. Звичайний тип крохмалю на розмеленому зерні кукурудзи звичайної

Рис. 3. Звичайний тип крохмалю на розрізаному зерні кукурудзи звичайної

Безамілозний (амілопектиновий) тип крохмалю (*waxy*) на прикладі насіннєвого матеріалу підвиду кукурудзи восковидної (*Zea mays* var. *ceratina* L.) утворює комплекс йод–амілопектин червоно-бурого забарвлення зображено на рисунках 4 – 6.

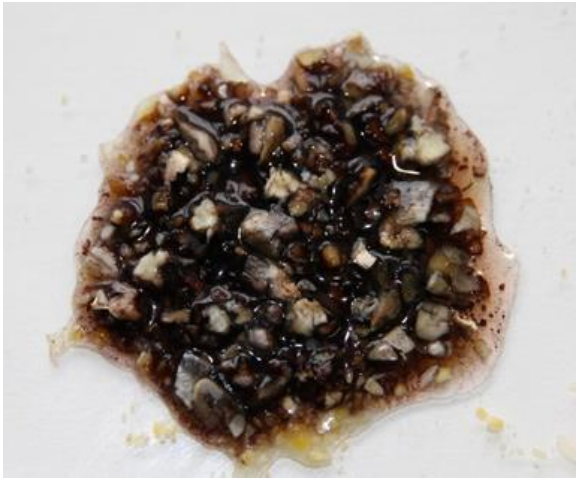


Рис. 4. Безамілозний тип крохмалю на подрібненому зерні кукурудзи восковидної

Рис. 5. Безамілозний тип крохмалю на розмеленому зерні кукурудзи восковидної

Рис. 6. Безамілозний тип крохмалю на розрізаному зерні кукурудзи восковидної

Описаний метод характеризується простотою, низькою вартістю та високою відтворюваністю. Тому він може бути застосований для тестування зразків зернових і круп'яних культур в ході проведення кваліфікаційної експертизи сортів рослин в Україні, в селекції для добору рослин із зміненим перерозподілом амілози та амілопектину, а також у насінництві.

3. Список використаних літературних джерел

1. Боме, Н. А., Тетянников, Н. В., Вайсфельд, Л., Колоколова, Н. Н., Вассерман Л. А., Гольдштейн, В. Г., Адикаева, Л. В. Содержание крахмала и амилозы в зерне мутантных популяций ячменя. Химия растительного сырья. – 2020 – № 4. – С. 243-250.

2. Вакула С. И., Орловская О. А., Хотылева Л. В., Кильчевский А. В. SSR-локусы, потенциально ассоциированные с высоким содержанием амилопектина в эндосперме зерна

кукурузы. Вавиловский журнал генетики и селекции. – 2018. – № 22(6). – С. 640-647 DOI 10.18699/VJ18.405.

3. Закирова А. Ш., Ягофаров Д. Ш., Канарский А. В., Сидоров Ю. Д. Применение фотоколориметрического метода для количественного определения амилозы в крахмале. Химические науки. https://cyberleninka.ru › article › primenenie-fotokolori.

4. Козаченко, М. Р., Наумов, О. Г., Васько, Н. І., Солонечний, П. М., Солонечна, О. В., Важеніна, О. Є., Зимогляд, О. В. Генетичні закономірності селекції зі створення вперше в Україні сорту ячменю ваксі Шедевр. Фактори експериментальної еволюції організмів. –2019. – № 24. – С. 104-108.

5. Левченко, О. С. Поліморфізм wx генів у колекційних зразків тритикале озимого. Засновник, редакція, видавець і виготовлювач: Білоцерківський національний аграрний університет (БНАУ). – 2020. – № 1. – С. 80-87.

6. Моргун, В. В., & Рибалка, О. І. Стратегія генетичного поліпшення зернових злаків з метою забезпечення продовольчої безпеки, лікувально-профілактичного харчування та потреб переробної промисловості. Вісник НАН України. – 2017.– № 3. – С. 54-64.

7. Рибалка, О., Поліщук, С., Моргун, Б. Нові напрями в селекції зернових культур на якість зерна. Вісник аграрної науки. – 2018. – № 96(11).– С. 120-133.

8. О.І. Рибалка, М. В. Червоніс, Б. В. Моргун, В.М. Починок, С. С. Поліщук Генетичні та селекційні критерії створення сортів зернових культур спирто-дистилятного напряму технологічного використання зерна Физиология и биохимия культурых растений. 2013. – Т. 45. № 1. – С. 3-19.

9. ISO 6647 Rice — Determination of amylose content — Part 1: Reference method // URL : https://www.sis.se › api › document › preview.

10. Rysbekova, A. B., Dusibaeva, E. N., Zhirnova, I. A., Esenbekova, G. T., Seytkhozhaev, A. I., & Zhakenova, A. Y. Биохимический скрининг отечественной и мировой коллекции проса на содержание амилозы в зерне. Вестник КазНУ. Серия биологическая. – 2018. – 76(3). – С. 97-106.

10. Test Guidelines for the conduct of tests for distinctness, uniformity and stability of Maize (*Zea mays* L.) (TG /02/7, UPOV) // Geneva. 2009-04-01. – p. 29 // URL : www.upov.int/edocs/tgdocs/en/tg002.pdf.

11. Test Guidelines for the conduct of tests for distinctness, uniformity and stability of Rize (*Oryza sativa* L.) (TG /16/8, UPOV) // Geneva. 2004-03-31. – p. 33 // URL : www.upov.int/edocs/tgdocs/en/tg016.pdf.

12. Test Guidelines for the conduct of tests for distinctness, uniformity and stability of Common Millet (*Panicum miliaceum* L.) (TG /248/1, UPOV) // Geneva. 2007-03-28. – p. 24 // URL : www.upov.int/edocs/tgdocs/en/tg248.pdf.

Додаток 1

**Таблиця коефіцієнтів рефракції олії та відповідних їм йодних чисел за температури 20°С**

| Коефіцієнт рефракції | Йодне число | Коефіцієнт рефракції | Йодне число | Коефіцієнт рефракції | Йодне число |
|---|---|---|---|---|---|
| 1,4720 | 106 | 1,4761 | 141 | 1,4801 | 175 |
| 1,4721 | 107 | 1,4762 | 142 | 1,4802 | 175 |
| 1,4722 | 108 | 1,4763 | 142 | 1,4803 | 176 |
| 1,4723 | 108 | 1,4764 | 143 | 1,4804 | 177 |
| 1,4724 | 109 | 1,4765 | 144 | 1,4805 | 178 |
| 1,4725 | 110 | 1,4766 | 145 | 1,4806 | 179 |
| 1,4726 | 111 | 1,4767 | 146 | 1,4807 | 180 |
| 1,4727 | 112 | 1,4768 | 147 | 1,4808 | 181 |
| 1,4728 | 113 | 1,4769 | 147 | 1,4809 | 181 |
| 1,4729 | 114 | 1,4770 | 148 | 1,4810 | 182 |
| 1,4730 | 114 | 1,4771 | 149 | 1,4811 | 183 |
| 1,4731 | 115 | 1,4772 | 150 | 1,4812 | 184 |
| 1,4732 | 116 | 1,4773 | 151 | 1,4813 | 185 |
| 1,4733 | 117 | 1,4774 | 152 | 1,4814 | 186 |
| 1,4734 | 118 | 1,4775 | 153 | 1,4815 | 186 |
| 1,4735 | 119 | 1,4776 | 153 | 1,4816 | 187 |
| 1,4736 | 119 | 1,4777 | 154 | 1,4817 | 188 |
| 1,4737 | 120 | 1,4778 | 155 | 1,4818 | 189 |
| 1,4738 | 121 | 1,4779 | 156 | 1,4819 | 190 |
| 1,4739 | 122 | 1,4780 | 157 | 1,4820 | 191 |
| 1,4740 | 123 | 1,4781 | 158 | 1,4821 | 192 |
| 1,4741 | 124 | 1,4782 | 158 | 1,4822 | 192 |
| 1,4742 | 125 | 1,4783 | 159 | 1,4823 | 193 |
| 1,4743 | 125 | 1,4784 | 160 | 1,4824 | 194 |
| 1,4744 | 126 | 1,4785 | 161 | 1,4825 | 195 |
| 1,4745 | 127 | 1,4786 | 162 | 1,4826 | 196 |
| 1,4746 | 128 | 1,4787 | 163 | 1,4827 | 197 |
| 1,4747 | 129 | 1,4788 | 164 | 1,4828 | 197 |
| 1,4748 | 130 | 1,4789 | 164 | 1,4829 | 198 |
| 1,4749 | 131 | 1,4790 | 165 | 1,4830 | 199 |
| 1,4750 | 131 | 1,4791 | 166 | 1,4831 | 200 |
| 1,4751 | 132 | 1,4792 | 167 | 1,4832 | 201 |
| 1,4752 | 133 | 1,4793 | 168 | 1,4833 | 202 |
| 1,4753 | 134 | 1,4794 | 169 | 1,4834 | 203 |
| 1,4754 | 135 | 1,4795 | 169 | 1,4835 | 203 |
| 1,4755 | 136 | 1,4796 | 170 | 1,4836 | 204 |
| 1,4756 | 136 | 1,4797 | 171 | 1,4837 | 205 |
| 1,4757 | 137 | 1,4798 | 172 | 1,4838 | 206 |
| 1,4758 | 138 | 1,4799 | 173 | 1,4839 | 207 |
| 1,4759 | 139 | 1,4800 | 174 | 1,4840 | 208 |
| 1,4760 | 140 | – | – | – | – |

Додаток 2

**Таблиця до визначення вмісту глюкози за Бертраном, мг**

| Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 20,4 | 10,00 | 25,1 | 12,40 | 29,8 | 14,79 | 34,5 | 17,15 |
| 20,5 | 10,05 | 25,2 | 12,45 | 29,9 | 14,84 | 34,6 | 17,20 |
| 20,6 | 10,10 | 25,3 | 12,50 | 30,0 | 14,89 | 34,7 | 17,25 |
| 20,7 | 10,15 | 25,4 | 12,55 | 30,1 | 14,95 | 34,8 | 17,30 |
| 20,8 | 10,20 | 25,5 | 12,60 | 30,2 | 15,00 | 34,9 | 17,35 |
| 20,9 | 10,25 | 25,6 | 12,65 | 30,3 | 15,05 | 35,0 | 17,40 |
| 21,0 | 10,30 | 25,7 | 12,70 | 30,4 | 15,10 | 35,1 | 17,45 |
| 21,1 | 10,35 | 25,8 | 12,75 | 30,5 | 15,15 | 35,2 | 17,50 |
| 21,2 | 10,40 | 25,9 | 12,80 | 30,6 | 15,20 | 35,3 | 17,55 |
| 21,3 | 10,45 | 26,0 | 12,85 | 30,7 | 15,25 | 35,4 | 17,60 |
| 21,4 | 10,50 | 26,1 | 12,90 | 30,8 | 15,30 | 35,5 | 17,65 |
| 21,5 | 10,55 | 26,2 | 12,95 | 30,9 | 15,35 | 35,6 | 17,70 |
| 21,6 | 10,60 | 26,3 | 13,00 | 31,0 | 15,40 | 35,7 | 17,75 |
| 21,7 | 10,65 | 26,4 | 13,05 | 31,1 | 15,45 | 35,8 | 17,80 |
| 21,8 | 10,70 | 26,5 | 13,10 | 31,2 | 15,50 | 35,9 | 17,85 |
| 21,9 | 10,75 | 26,6 | 13,15 | 31,3 | 15,55 | 36,0 | 17,90 |
| 22,0 | 10,80 | 26,7 | 13,20 | 31,4 | 15,60 | 36,1 | 17,95 |
| 22,1 | 10,85 | 26,8 | 13,25 | 31,5 | 15,65 | 36,2 | 18,00 |
| 22,2 | 10,90 | 26,9 | 13,30 | 31,6 | 15,70 | 36,3 | 18,05 |
| 22,3 | 10,95 | 27,0 | 13,35 | 31,7 | 15,75 | 36,4 | 18,11 |
| 22,4 | 11,00 | 27,1 | 13,40 | 31,8 | 15,80 | 36,5 | 18,16 |
| 22,5 | 11,05 | 27,2 | 13,45 | 31,9 | 15,85 | 36,6 | 18,21 |
| 22,6 | 11,11 | 27,3 | 13,50 | 32,0 | 15,90 | 36,7 | 18,26 |
| 22,7 | 11,16 | 27,4 | 13,55 | 32,1 | 15,95 | 36,8 | 18,32 |
| 22,8 | 11,21 | 27,5 | 13,60 | 32,2 | 16,00 | 36,9 | 18,37 |
| 22,9 | 11,26 | 27,6 | 13,65 | 32,3 | 16,05 | 37,0 | 18,42 |
| 23,0 | 11,32 | 27,7 | 13,70 | 32,4 | 16,10 | 37,1 | 18,47 |
| 23,1 | 11,37 | 27,8 | 13,75 | 32,5 | 16,15 | 37,2 | 18,53 |
| 23,2 | 11,42 | 27,9 | 13,80 | 32,6 | 16,20 | 37,3 | 18,58 |
| 23,3 | 11,47 | 28,0 | 13,85 | 32,7 | 16,25 | 37,4 | 18,63 |
| 23,4 | 11,53 | 28,1 | 13,90 | 32,8 | 16,30 | 37,5 | 18,68 |
| 23,5 | 11,58 | 28,2 | 13,95 | 32,9 | 16,35 | 37,6 | 18,74 |
| 23,6 | 11,63 | 28,3 | 14,00 | 33,0 | 16,40 | 37,7 | 18,79 |
| 23,7 | 11,68 | 28,4 | 14,05 | 33,1 | 16,45 | 37,8 | 18,84 |
| 23,8 | 11,74 | 28,5 | 14,11 | 33,2 | 16,50 | 37,9 | 18,89 |
| 23,9 | 11,79 | 28,6 | 14,16 | 33,3 | 16,55 | 38,0 | 18,95 |
| 24,0 | 11,84 | 28,7 | 14,21 | 33,4 | 16,60 | 38,1 | 19,00 |
| 24,1 | 11,89 | 28,8 | 14,26 | 33,5 | 16,65 | 38,2 | 19,05 |
| 24,2 | 11,95 | 28,9 | 14,32 | 33,6 | 16,70 | 38,3 | 19,10 |
| 24,3 | 12,00 | 29,0 | 14,37 | 33,7 | 16,75 | 38,4 | 19,15 |
| 24,4 | 12,05 | 29,1 | 14,42 | 33,8 | 16,80 | 38,5 | 19,20 |
| 24,5 | 12,10 | 29,2 | 14,47 | 33,9 | 16,85 | 38,6 | 19,25 |
| 24,6 | 12,15 | 29,3 | 14,53 | 34,0 | 16,90 | 38,7 | 19,30 |
| 24,7 | 12,20 | 29,4 | 14,58 | 34,1 | 16,95 | 38,8 | 19,35 |
| 24,8 | 12,25 | 29,5 | 14,63 | 34,2 | 17,00 | 38,9 | 19,40 |
| 24,9 | 12,30 | 29,6 | 14,68 | 34,3 | 17,05 | 39,0 | 19,45 |
| 25,0 | 12,35 | 29,7 | 14,74 | 34,4 | 17,10 | 39,1 | 19,50 |
| 39,2 | 19,55 | 43,9 | 22,00 | 48,6 | 24,47 | 53,3 | 26,95 |
| 39,3 | 19,60 | 44,0 | 22,05 | 48,7 | 24,53 | 53,4 | 27,00 |
| 39,4 | 19,65 | 44,1 | 22,11 | 48,8 | 24,58 | 53,5 | 27,05 |
| 39,5 | 19,70 | 44,2 | 22,16 | 48,9 | 24,63 | 53,6 | 27,11 |
| 39,6 | 19,75 | 44,3 | 22,21 | 49,0 | 24,68 | 53,7 | 27,16 |
| 39,7 | 19,80 | 44,4 | 22,26 | 49,1 | 24,74 | 53,8 | 27,21 |
| 39,8 | 19,85 | 44,5 | 22,32 | 49,2 | 24,79 | 53,9 | 27,26 |

| Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 39,9 | 19,90 | 44,6 | 22,37 | 49,3 | 24,84 | 54,0 | 27,32 |
| 40,0 | 19,95 | 44,7 | 22,42 | 49,4 | 24,89 | 54,1 | 27,37 |
| 40,1 | 20,00 | 44,8 | 22,47 | 49,5 | 24,95 | 54,2 | 27,42 |
| 40,2 | 20,05 | 44,9 | 22,53 | 49,6 | 25,00 | 54,3 | 27,47 |
| 40,3 | 20,11 | 45,0 | 22,58 | 49,7 | 25,05 | 54,4 | 27,53 |
| 40,4 | 20,16 | 45,1 | 22,63 | 49,8 | 25,11 | 54,5 | 27,58 |
| 40,5 | 20,21 | 45,2 | 22,68 | 49,9 | 25,16 | 54,6 | 27,63 |
| 40,6 | 20,26 | 45,3 | 22,74 | 50,0 | 25,21 | 54,7 | 27,68 |
| 40,7 | 20,32 | 45,4 | 22,79 | 50,1 | 25,26 | 54,8 | 27,74 |
| 40,8 | 20,37 | 45,5 | 22,84 | 50,2 | 25,32 | 54,9 | 27,79 |
| 40,9 | 20,42 | 45,6 | 22,89 | 50,3 | 25,37 | 55,0 | 27,84 |
| 41,0 | 20,47 | 45,7 | 22,95 | 50,4 | 25,42 | 55,1 | 27,89 |
| 41,1 | 20,53 | 45,8 | 23,00 | 50,5 | 25,47 | 55,2 | 27,95 |
| 41,2 | 20,58 | 45,9 | 23,05 | 50,6 | 25,53 | 55,3 | 28,00 |
| 41,3 | 20,63 | 46,0 | 23,11 | 50,7 | 25,58 | 55,4 | 28,05 |
| 41,4 | 20,68 | 46,1 | 23,16 | 50,8 | 25,63 | 55,5 | 28,11 |
| 41,5 | 20,74 | 46,2 | 23,21 | 50,9 | 25,68 | 55,6 | 28,16 |
| 41,6 | 20,79 | 46,3 | 23,26 | 51,0 | 25,74 | 55,7 | 28,21 |
| 41,7 | 20,84 | 46,4 | 23,32 | 51,1 | 25,79 | 55,8 | 28,26 |
| 41,8 | 20,89 | 46,5 | 23,37 | 51,2 | 25,84 | 55,9 | 28,32 |
| 41,9 | 20,95 | 46,6 | 23,42 | 51,3 | 25,89 | 56,0 | 28,37 |
| 42,0 | 21,00 | 46,7 | 23,47 | 51,4 | 25,95 | 56,1 | 28,42 |
| 42,1 | 21,05 | 46,8 | 23,53 | 51,5 | 26,00 | 56,2 | 28,47 |
| 42,2 | 21,11 | 46,9 | 23,58 | 51,6 | 26,05 | 56,3 | 28,53 |
| 42,3 | 21,16 | 47,0 | 23,63 | 51,7 | 26,11 | 56,4 | 28,58 |
| 42,4 | 21,21 | 47,1 | 23,68 | 51,8 | 26,16 | 56,5 | 28,63 |
| 42,5 | 21,26 | 47,2 | 23,74 | 51,9 | 26,21 | 56,6 | 28,68 |
| 42,6 | 21,32 | 47,3 | 23,79 | 52,0 | 26,26 | 56,7 | 28,74 |
| 42,7 | 21,37 | 47,4 | 23,84 | 52,1 | 26,32 | 56,8 | 28,79 |
| 42,8 | 21,42 | 47,5 | 23,89 | 52,2 | 26,37 | 56,9 | 28,84 |
| 42,9 | 21,47 | 47,6 | 23,95 | 52,3 | 26,42 | 57,0 | 28,89 |
| 43,0 | 21,53 | 47,7 | 24,00 | 52,4 | 26,47 | 57,1 | 28,95 |
| 43,1 | 21,58 | 47,8 | 24,05 | 52,5 | 26,53 | 57,2 | 29,00 |
| 43,2 | 21,63 | 47,9 | 24,11 | 52,6 | 26,58 | 57,3 | 29,05 |
| 43,3 | 21,68 | 48,0 | 24,16 | 52,7 | 26,63 | 57,4 | 29,11 |
| 43,4 | 21,74 | 48,1 | 24,21 | 52,8 | 26,68 | 57,5 | 29,16 |
| 43,5 | 21,79 | 48,2 | 24,26 | 52,9 | 26,74 | 57,6 | 29,21 |
| 43,6 | 21,84 | 48,3 | 24,32 | 53,0 | 26,79 | 57,7 | 29,26 |
| 43,7 | 21,89 | 48,4 | 24,37 | 53, | 26,84 | 57,8 | 29,32 |
| 43,8 | 21,95 | 48,5 | 24,42 | 53, | 26,89 | 57,9 | 29,37 |
| 58,0 | 29,42 | 62,7 | 31,95 | 67,4 | 34,50 | 72,1 | 37,06 |
| 58,1 | 29,47 | 62,8 | 32,00 | 67,5 | 34,56 | 72,2 | 37,11 |
| 58,2 | 29,53 | 62,9 | 32,06 | 67,6 | 34,61 | 72,3 | 37,17 |
| 58,3 | 29,58 | 63,0 | 32,11 | 67,7 | 34,67 | 72,4 | 37,22 |
| 58,4 | 29,63 | 63,1 | 32,17 | 67,8 | 34,72 | 72,5 | 37,28 |
| 58,5 | 29,68 | 63,2 | 32,22 | 67,9 | 34,78 | 72,6 | 37,33 |
| 58,6 | 29,74 | 63,3 | 32,28 | 68,0 | 34,83 | 72,7 | 37,39 |
| 58,7 | 29,79 | 63,4 | 32,33 | 68,1 | 34,89 | 72,8 | 37,44 |
| 58,8 | 29,84 | 63,5 | 32,39 | 68,2 | 34,94 | 72,9 | 37,50 |
| 58,9 | 29,89 | 63,6 | 32,44 | 68,3 | 35,00 | 73,0 | 37,56 |
| 59,0 | 29,95 | 63,7 | 32,50 | 68,4 | 35,06 | 73,1 | 37,61 |
| 59,1 | 30,00 | 63,8 | 32,56 | 68,5 | 35,11 | 73,2 | 37,67 |
| 59,2 | 30,06 | 63,9 | 32,61 | 68,6 | 35,17 | 73,3 | 37,72 |
| 59,3 | 30,11 | 64,0 | 32,67 | 68,7 | 35,22 | 73,4 | 37,78 |
| 59,4 | 30,17 | 64,1 | 32,72 | 68,8 | 35,28 | 73,5 | 37,83 |
| 59,5 | 30,22 | 64,2 | 32,78 | 68,9 | 35,33 | 73,6 | 37,89 |

| Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 59,6 | 30,28 | 64,3 | 32,83 | 69,0 | 35,39 | 73,7 | 37,94 |
| 59,7 | 30,33 | 64,4 | 32,89 | 69,1 | 35,44 | 73,8 | 38,00 |
| 59,8 | 30,39 | 64,5 | 32,94 | 69,2 | 35,50 | 73,9 | 38,05 |
| 59,9 | 30,44 | 64,6 | 33,00 | 69,3 | 35,56 | 74,0 | 38,11 |
| 60,0 | 30,50 | 64,7 | 33,05 | 69,4 | 35,61 | 74,1 | 38,16 |
| 60,1 | 30,56 | 64,8 | 33,11 | 69,5 | 35,67 | 74,2 | 38,21 |
| 60,2 | 30,61 | 64,9 | 33,16 | 69,6 | 35,72 | 74,3 | 38,26 |
| 60,3 | 30,67 | 65,0 | 33,21 | 69,7 | 35,78 | 74,4 | 38,32 |
| 60,4 | 30,72 | 65,1 | 33,26 | 69,8 | 35,83 | 74,5 | 38,37 |
| 60,5 | 30,78 | 65,2 | 33,32 | 69,9 | 35,89 | 74,6 | 38,42 |
| 60,6 | 30,83 | 65,3 | 33,37 | 70,0 | 35,94 | 74,7 | 38,47 |
| 60,7 | 30,89 | 65,4 | 33,42 | 70,1 | 36,00 | 74,8 | 38,53 |
| 60,8 | 30,94 | 65,5 | 33,47 | 70,2 | 36,05 | 74,9 | 38,58 |
| 60,9 | 31,00 | 65,6 | 33,53 | 70,3 | 36,11 | 75,0 | 38,63 |
| 61,0 | 31,05 | 65,7 | 33,58 | 70,4 | 36,16 | 75,1 | 38,68 |
| 61,1 | 31,11 | 65,8 | 33,63 | 70,5 | 36,21 | 75,2 | 38,74 |
| 61,2 | 31,16 | 65,9 | 33,68 | 70,6 | 36,26 | 75,3 | 38,79 |
| 61,3 | 31,21 | 66,0 | 33,74 | 70,7 | 36,32 | 75,4 | 38,84 |
| 61,4 | 31,26 | 66,1 | 33,79 | 70,8 | 36,37 | 75,5 | 38,89 |
| 61,5 | 31,32 | 66,2 | 33,84 | 70,9 | 36,42 | 75,6 | 38,95 |
| 61,6 | 31,37 | 66,3 | 33,89 | 71,0 | 36,47 | 75,7 | 39,00 |
| 61,7 | 31,42 | 66,4 | 33,95 | 71,1 | 36,53 | 75,8 | 39,06 |
| 61,8 | 31,47 | 66,5 | 34,00 | 71,2 | 36,58 | 75,9 | 39,11 |
| 61,9 | 31,53 | 66,6 | 34,06 | 71,3 | 36,63 | 76,0 | 39,17 |
| 62,0 | 31,58 | 66,7 | 34,11 | 71,4 | 36,68 | 76,1 | 39,22 |
| 62,1 | 31,63 | 66,8 | 34,17 | 71,5 | 36,74 | 76,2 | 39,28 |
| 62,2 | 31,68 | 66,9 | 34,22 | 71,6 | 36,79 | 76,3 | 39,33 |
| 62,3 | 31,74 | 67,0 | 34,28 | 71,7 | 36,84 | 76,4 | 39,39 |
| 62,4 | 31,79 | 67,1 | 34,33 | 71,8 | 36,89 | 76,5 | 39,44 |
| 62,5 | 31,84 | 67,2 | 34,39 | 71,9 | 36,95 | 76,6 | 39,50 |
| 62,6 | 31,89 | 67,3 | 34,44 | 72,0 | 37,00 | 76,7 | 39,56 |
| 76,8 | 39,61 | 81,5 | 42,22 | 86,2 | 44,88 | 90,9 | 47,50 |
| 76,9 | 39,67 | 81,6 | 42,28 | 86,3 | 44,94 | 91,0 | 47,56 |
| 77,0 | 39,72 | 81,7 | 42,33 | 86,4 | 45,00 | 91,1 | 47,61 |
| 77,1 | 39,78 | 81,8 | 42,39 | 86,5 | 45,06 | 91,2 | 47,67 |
| 77,2 | 39,83 | 81,9 | 42,44 | 86,6 | 45,11 | 91,3 | 47,72 |
| 77,3 | 39,89 | 82,0 | 42,50 | 86,7 | 45,17 | 91,4 | 47,78 |
| 77,4 | 39,94 | 82,1 | 42,56 | 86,8 | 45,22 | 91,5 | 47,83 |
| 77,5 | 40,00 | 82,2 | 42,61 | 86,9 | 45,28 | 91,6 | 47,89 |
| 77,6 | 40,06 | 82,3 | 42,67 | 87,0 | 45,33 | 91,7 | 47,94 |
| 77,7 | 40,11 | 82,4 | 42,72 | 87,1 | 45,39 | 91,8 | 48,00 |
| 77,8 | 40,17 | 82,5 | 42,78 | 87,2 | 45,44 | 91,9 | 48,06 |
| 77,9 | 40,22 | 82,6 | 42,83 | 87,3 | 45,50 | 92,0 | 48,11 |
| 78,0 | 40,28 | 82,7 | 42,89 | 87,4 | 45,56 | 92,1 | 48,17 |
| 78,1 | 40,33 | 82,8 | 42,94 | 87,5 | 45,61 | 92,2 | 48,22 |
| 78,2 | 40,39 | 82,9 | 43,00 | 87,6 | 45,67 | 92,3 | 48,28 |
| 78,3 | 40,44 | 83,0 | 43,6 | 87,7 | 45,72 | 92,4 | 48,33 |
| 78,4 | 40,50 | 83,1 | 43,11 | 87,8 | 45,78 | 92,5 | 48,39 |
| 78,5 | 40,56 | 83,2 | 43,17 | 87,9 | 45,83 | 92,6 | 48,44 |
| 78,6 | 40,61 | 83,3 | 43,22 | 88,0 | 45,89 | 92,7 | 48,50 |
| 78,7 | 40,67 | 83,4 | 43,28 | 88,1 | 45,94 | 92,8 | 48,56 |
| 78,8 | 40,72 | 83,5 | 43,33 | 88,2 | 46,00 | 92,9 | 48,61 |
| 78,9 | 40,78 | 83,6 | 43,39 | 88,3 | 46,06 | 93,0 | 48,67 |
| 79,0 | 40,83 | 83,7 | 43,44 | 88,4 | 46,11 | 93,1 | 48,72 |
| 79,1 | 40,89 | 83,8 | 43,50 | 88,5 | 46,17 | 93,2 | 48,78 |
| 79,2 | 40,94 | 83,9 | 43,56 | 88,6 | 46,22 | 93,3 | 48,83 |
| 79,3 | 41,00 | 84,0 | 43,61 | 88,7 | 46,28 | 93,4 | 48,89 |

| Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 79,5 | 41,06 | 84,1 | 43,67 | 88,8 | 46,33 | 93,5 | 48,94 |
| 79,4 | 41,11 | 84,2 | 43,72 | 88,9 | 46,39 | 93,6 | 49,00 |
| 79,6 | 41,17 | 84,3 | 43,78 | 89,0 | 46,44 | 93,7 | 49,06 |
| 79,7 | 41,22 | 84,4 | 43,83 | 89,1 | 46,50 | 93,8 | 49,11 |
| 79,8 | 41,28 | 84,5 | 43,89 | 89,2 | 46,56 | 93,9 | 49,17 |
| 79,9 | 41,33 | 84,6 | 43,94 | 89,3 | 46,61 | 94,0 | 49,22 |
| 80,0 | 41,39 | 84,7 | 44,00 | 89,4 | 46,67 | 94,1 | 49,28 |
| 80,1 | 41,44 | 84,8 | 44,06 | 89,5 | 46,72 | 94,2 | 49,33 |
| 80,2 | 41,50 | 84,9 | 44,12 | 89,6 | 46,78 | 94,3 | 49,39 |
| 80,3 | 41,56 | 85,0 | 44,18 | 89,7 | 46,83 | 94,4 | 49,44 |
| 80,4 | 41,61 | 85,1 | 44,24 | 89,8 | 46,89 | 94,5 | 49,50 |
| 80,5 | 41,67 | 85,2 | 44,29 | 89,9 | 46,94 | 94,6 | 49,56 |
| 80,6 | 41,72 | 85,3 | 44,35 | 90,0 | 47,00 | 94,7 | 49,61 |
| 80,7 | 41,78 | 85,4 | 44,41 | 90,1 | 47,06 | 94,8 | 49,67 |
| 80,8 | 41,83 | 85,5 | 44,47 | 90,2 | 47,11 | 94,9 | 49,72 |
| 80,9 | 41,89 | 85,6 | 44,53 | 90,3 | 47,17 | 95,0 | 49,78 |
| 81,0 | 41,94 | 85,7 | 44,59 | 90,4 | 47,22 | 95,1 | 49,83 |
| 81,1 | 42,00 | 85,8 | 44,65 | 90,5 | 47,28 | 95,2 | 49,89 |
| 81,2 | 42,06 | 85,9 | 44,71 | 90,6 | 47,33 | 95,3 | 49,94 |
| 81,3 | 42,11 | 86,0 | 44,76 | 90,7 | 47,39 | 95,4 | 50,00 |
| 81,4 | 42,17 | 86,1 | 44,82 | 90,8 | 47,44 | 95,5 | 50,06 |
| 95,6 | 50,12 | 100,3 | 52,82 | 105,0 | 55,53 | 109,7 | 58,22 |
| 95,7 | 50,18 | 100,4 | 52,88 | 105,1 | 55,59 | 109,8 | 58,28 |
| 95,8 | 50,24 | 100,5 | 52,94 | 105,2 | 55,65 | 109,9 | 58,33 |
| 95,9 | 50,29 | 100,6 | 53,00 | 105,3 | 55,71 | 110,0 | 58,39 |
| 96,0 | 50,35 | 100,7 | 53,06 | 105,4 | 55,76 | 110,1 | 58,44 |
| 96,1 | 50,41 | 100,8 | 53,12 | 105,5 | 55,82 | 110,2 | 58,50 |
| 96,2 | 50,47 | 100,9 | 53,18 | 105,6 | 55,88 | 110,3 | 58,56 |
| 96,3 | 50,53 | 101,0 | 53,24 | 105,7 | 55,94 | 110,4 | 58,61 |
| 96,4 | 50,59 | 101,1 | 53,29 | 105,8 | 56,00 | 110,5 | 58,67 |
| 96,5 | 50,65 | 101,2 | 53,35 | 105,9 | 56,06 | 110,6 | 58,72 |
| 96,6 | 50,71 | 101,3 | 53,41 | 106,0 | 56,11 | 110,7 | 58,78 |
| 96,7 | 50,76 | 101,4 | 53,47 | 106,1 | 56,17 | 110,8 | 58,83 |
| 96,8 | 50,82 | 101,5 | 53,53 | 106,2 | 56,22 | 110,9 | 58,89 |
| 96,9 | 50,88 | 101,6 | 53,59 | 106,3 | 56,28 | 111,0 | 58,94 |
| 97,0 | 50,94 | 101,7 | 53,65 | 106,4 | 56,33 | 111,1 | 59,00 |
| 97,1 | 51,00 | 101,8 | 53,71 | 106,5 | 56,39 | 111,2 | 59,06 |
| 97,2 | 51,06 | 101,9 | 53,76 | 106,6 | 56,44 | 111,3 | 59,12 |
| 97,3 | 51,11 | 102,0 | 53,82 | 106,7 | 56,50 | 111,4 | 59,18 |
| 97,4 | 51,17 | 102,1 | 53,88 | 106,8 | 56,56 | 111,5 | 59,24 |
| 97,5 | 51,22 | 102,2 | 53,94 | 106,9 | 56,61 | 111,6 | 59,29 |
| 97,6 | 51,28 | 102,3 | 54,00 | 107,0 | 56,67 | 111,7 | 59,35 |
| 97,7 | 51,33 | 102,4 | 54,06 | 107,1 | 56,72 | 111,8 | 59,41 |
| 97,8 | 51,39 | 102,5 | 54,11 | 107,2 | 56,78 | 111,9 | 59,47 |
| 97,9 | 51,44 | 102,6 | 54,17 | 107,3 | 56,83 | 112,0 | 59,53 |
| 98,0 | 51,50 | 102,7 | 54,22 | 107,4 | 56,89 | 112,1 | 59,59 |
| 98,1 | 51,56 | 102,8 | 54,28 | 107,5 | 56,94 | 112,2 | 59,65 |
| 98,2 | 51,61 | 102,9 | 54,33 | 107,6 | 57,00 | 112,3 | 59,71 |
| 98,3 | 51,67 | 103,0 | 54,39 | 107,7 | 57,06 | 112,4 | 59,76 |
| 98,4 | 51,72 | 103,1 | 54,44 | 107,8 | 57,12 | 112,5 | 59,82 |
| 98,5 | 51,78 | 103,2 | 54,50 | 107,9 | 57,18 | 112,6 | 59,88 |
| 98,6 | 51,83 | 103,3 | 54,56 | 108,0 | 57,24 | 112,7 | 59,94 |
| 98,7 | 51,89 | 103,4 | 54,61 | 108,1 | 57,29 | 112,8 | 60,00 |
| 98,8 | 51,94 | 103,5 | 54,67 | 108,2 | 57,35 | 112,9 | 60,06 |
| 98,9 | 52,00 | 103,6 | 54,72 | 108,3 | 57,41 | 113,0 | 60,12 |
| 99,0 | 52,06 | 103,7 | 54,78 | 108,4 | 57,47 | 113,1 | 60,18 |
| 99,1 | 52,12 | 103,8 | 54,83 | 108,5 | 57,53 | 113,2 | 60,24 |

| Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза | Мідь | Глюкоза |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 99,2 | 52,18 | 103,9 | 54,89 | 108,6 | 57,59 | 113,3 | 60,29 |
| 99,3 | 52,24 | 104,0 | 54,94 | 108,7 | 57,65 | 113,4 | 60,35 |
| 99,4 | 52,29 | 104,1 | 55,00 | 108,8 | 57,71 | 113,5 | 60,41 |
| 99,5 | 52,35 | 104,2 | 55,06 | 108,9 | 57,76 | 113,6 | 60,47 |
| 99,6 | 52,41 | 104,3 | 55,12 | 109,0 | 57,82 | 113,7 | 60,53 |
| 99,7 | 52,47 | 104,4 | 55,18 | 109,1 | 57,88 | 113,8 | 60,59 |
| 99,8 | 52,53 | 104,5 | 55,24 | 109,2 | 57,94 | 113,9 | 60,65 |
| 99,9 | 52,59 | 104,6 | 55,29 | 109,3 | 58,00 | 114,0 | 60,71 |
| 100,0 | 52,65 | 104,7 | 55,35 | 109,4 | 58,06 | 114,1 | 60,76 |
| 100,1 | 52,71 | 104,8 | 55,41 | 109,5 | 58,11 | 114,2 | 60,82 |
| 100,2 | 52,76 | 104,9 | 55,47 | 109,6 | 58,17 | 114,3 | 60,88 |
| 114,4 | 60,94 | 114,7 | 61,12 | 115,0 | 61,29 | 115,3 | 61,47 |
| 114,5 | 61,00 | 114,8 | 61,18 | 115,1 | 61,35 | 115,4 | 61,53 |
| 114,6 | 61,06 | 114,9 | 61,24 | 115,2 | 61,41 | 115,5 | 61,59 |

Додаток 3

**Таблиця до визначення вмісту інвертованого цукру за Бертраном, мг**

| Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 20,6 | 10,00 | 24,5 | 11,95 | 28,4 | 13,95 | 32,3 | 15,90 |
| 20,7 | 10,05 | 24,6 | 12,00 | 28,5 | 14,00 | 32,4 | 15,95 |
| 20,8 | 10,10 | 24,7 | 12,05 | 28,6 | 14,05 | 32,5 | 16,00 |
| 20,9 | 10,15 | 24,8 | 12,11 | 28,7 | 14,10 | 32,6 | 16,05 |
| 21,0 | 10,20 | 24,9 | 12,16 | 28,8 | 14,15 | 32,7 | 16,10 |
| 21,1 | 10,25 | 25,0 | 12,21 | 28,9 | 14,20 | 32,8 | 16,15 |
| 21,2 | 10,30 | 25,1 | 12,26 | 29,0 | 14,25 | 32,9 | 16,20 |
| 21,3 | 10,35 | 25,2 | 12,32 | 29,1 | 14,30 | 33,0 | 16,25 |
| 21,4 | 10,40 | 25,3 | 12,37 | 29,2 | 14,35 | 33,1 | 16,30 |
| 21,5 | 10,45 | 25,4 | 12,42 | 29,3 | 14,40 | 33,2 | 16,35 |
| 21,6 | 10,50 | 25,5 | 12,47 | 29,4 | 14,45 | 33,3 | 16,40 |
| 21,7 | 10,55 | 25,6 | 12,53 | 29,5 | 14,50 | 33,4 | 16,45 |
| 21,8 | 10,60 | 25,7 | 12,58 | 29,6 | 14,55 | 33,5 | 16,50 |
| 21,9 | 10,65 | 25,8 | 12,63 | 29,7 | 14,60 | 33,6 | 16,55 |
| 22,0 | 10,70 | 25,9 | 12,68 | 29,8 | 14,65 | 33,7 | 16,60 |
| 22,1 | 10,75 | 26,0 | 12,74 | 29,9 | 14,70 | 33,8 | 16,65 |
| 22,2 | 10,80 | 26,1 | 12,79 | 30,0 | 14,75 | 33,9 | 16,70 |
| 22,3 | 10,85 | 26,2 | 12,84 | 30,1 | 14,80 | 34,0 | 16,75 |
| 22,4 | 10,90 | 26,3 | 12,89 | 30,2 | 14,85 | 34,1 | 16,80 |
| 22,5 | 10,95 | 26,4 | 12,95 | 30,3 | 14,90 | 34,2 | 16,85 |
| 22,6 | 11,00 | 26,5 | 13,00 | 30,4 | 14,95 | 34,3 | 16,90 |
| 22,7 | 11,05 | 26,6 | 13,05 | 30,5 | 15,00 | 34,4 | 16,95 |
| 22,8 | 11,10 | 26,7 | 13,10 | 30,6 | 15,05 | 34,5 | 17,00 |
| 22,9 | 11,15 | 26,8 | 13,15 | 30,7 | 15,10 | 34,6 | 17,05 |
| 23,0 | 11,20 | 26,9 | 13,20 | 30,8 | 15,15 | 34,7 | 17,11 |
| 23,1 | 11,25 | 27,0 | 13,25 | 30,9 | 15,20 | 34,8 | 17,16 |
| 23,2 | 11,30 | 27,1 | 13,30 | 31,0 | 15,25 | 34,9 | 17,21 |
| 23,3 | 11,35 | 27,2 | 13,35 | 31,1 | 15,30 | 35,0 | 17,26 |
| 23,4 | 11,40 | 27,3 | 13,40 | 31,2 | 15,35 | 35,1 | 17,32 |
| 23,5 | 11,45 | 27,4 | 13,45 | 31,3 | 15,40 | 35,2 | 17,37 |
| 23,6 | 11,50 | 27,5 | 13,50 | 31,4 | 15,45 | 35,3 | 17,42 |
| 23,7 | 11,55 | 27,6 | 13,55 | 31,5 | 15,50 | 35,4 | 17,47 |
| 23,8 | 11,60 | 27,7 | 13,60 | 31,6 | 15,55 | 35,5 | 17,53 |
| 23,9 | 11,65 | 27,8 | 13,65 | 31,7 | 15,60 | 35,6 | 17,58 |
| 24,0 | 11,70 | 27,9 | 13,70 | 31,8 | 15,65 | 35,7 | 17,63 |
| 24,1 | 11,75 | 28,0 | 13,75 | 31,9 | 15,70 | 35,8 | 17,68 |
| 24,2 | 11,80 | 28,1 | 13,80 | 32,0 | 15,75 | 35,9 | 17,74 |
| 24,3 | 11,85 | 28,2 | 13,85 | 32,1 | 15,80 | 36,0 | 17,79 |
| 24,4 | 11,90 | 28,3 | 13,90 | 32,2 | 15,85 | 36,1 | 17,84 |
| 36,2 | 17,89 | 40,9 | 20,26 | 45,6 | 22,74 | 50,3 | 25,26 |
| 36,3 | 17,95 | 41,0 | 20,32 | 45,7 | 22,79 | 50,4 | 25,32 |
| 36,4 | 18,00 | 41,1 | 20,37 | 45,8 | 22,84 | 50,5 | 25,37 |
| 36,5 | 18,05 | 41,2 | 20,42 | 45,9 | 22,89 | 50,6 | 25,42 |
| 36,6 | 18,10 | 41,3 | 20,47 | 46,0 | 22,95 | 50,7 | 25,47 |
| 36,7 | 18,15 | 41,4 | 20,53 | 46,1 | 23,00 | 50,8 | 25,53 |
| 36,8 | 18,20 | 41,5 | 20,58 | 46,2 | 23,05 | 50,9 | 25,58 |
| 36,9 | 18,25 | 41,6 | 20,63 | 46,3 | 23,11 | 51,0 | 25,63 |
| 37,0 | 18,30 | 41,7 | 20,68 | 46,4 | 23,16 | 51,1 | 25,68 |
| 37,1 | 18,35 | 41,8 | 20,74 | 46,5 | 23,21 | 51,2 | 25,74 |
| 37,2 | 18,40 | 41,9 | 20,79 | 46,6 | 23,26 | 51,3 | 25,79 |
| 37,3 | 18,45 | 42,0 | 20,84 | 46,7 | 23,32 | 51,4 | 25,84 |
| 37,4 | 18,50 | 42,1 | 20,89 | 46,8 | 23,37 | 51,5 | 25,89 |
| 37,5 | 18,55 | 42,2 | 20,95 | 46,9 | 23,42 | 51,6 | 25,95 |
| 37,6 | 18,60 | 42,3 | 21,00 | 47,0 | 23,47 | 51,7 | 26,00 |

| Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 37,7 | 18,65 | 42,4 | 21,05 | 47,1 | 23,53 | 51,8 | 26,05 |
| 37,8 | 18,70 | 42,5 | 21,11 | 47,2 | 23,58 | 51,9 | 26,11 |
| 37,9 | 18,75 | 42,6 | 21,16 | 47,3 | 23,63 | 52,0 | 26,16 |
| 38,0 | 18,80 | 42,7 | 21,21 | 47,4 | 23,68 | 52,1 | 26,21 |
| 38,1 | 18,85 | 42,8 | 21,26 | 47,5 | 23,74 | 52,2 | 26,26 |
| 38,2 | 18,90 | 42,9 | 21,32 | 47,6 | 23,79 | 52,3 | 26,32 |
| 38,3 | 18,95 | 43,0 | 21,37 | 47,7 | 23,84 | 52,4 | 26,37 |
| 38,4 | 19,00 | 43,1 | 21,42 | 47,8 | 23,89 | 52,5 | 26,42 |
| 38,5 | 19,05 | 43,2 | 21,47 | 47,9 | 23,95 | 52,6 | 26,47 |
| 38,6 | 19,10 | 43,3 | 21,53 | 48,0 | 24,00 | 52,7 | 26,53 |
| 38,7 | 19,15 | 43,4 | 21,58 | 48,1 | 24,06 | 52,8 | 26,58 |
| 38,8 | 19,20 | 43,5 | 21,63 | 48,2 | 24,11 | 52,9 | 26,63 |
| 38,9 | 19,25 | 43,6 | 21,58 | 48,3 | 24,17 | 53,0 | 26,68 |
| 39,0 | 19,30 | 43,7 | 21,74 | 48,4 | 24,22 | 53,1 | 26,74 |
| 39,1 | 19,35 | 43,8 | 21,79 | 48,5 | 24,28 | 53,2 | 26,79 |
| 39,2 | 19,40 | 43,9 | 21,84 | 48,6 | 24,33 | 53,3 | 26,84 |
| 39,3 | 19,45 | 44,0 | 21,89 | 48,7 | 24,39 | 53,4 | 26,89 |
| 39,4 | 19,50 | 44,1 | 21,95 | 48,8 | 24,44 | 53,5 | 26,95 |
| 39,5 | 19,55 | 44,2 | 22,00 | 48,9 | 24,50 | 53,6 | 27,00 |
| 39,6 | 19,60 | 44,3 | 22,05 | 49,0 | 24,56 | 53,7 | 27,05 |
| 39,7 | 19,65 | 44,4 | 22,11 | 49,1 | 24,61 | 53,8 | 27,11 |
| 39,8 | 19,70 | 44,5 | 22,16 | 49,2 | 24,67 | 53,9 | 27,16 |
| 39,9 | 19,75 | 44,6 | 22,21 | 49,3 | 24,72 | 54,0 | 27,21 |
| 40,0 | 19,80 | 44,7 | 22,26 | 49,4 | 24,78 | 54,1 | 27,26 |
| 40,1 | 19,85 | 44,8 | 22,32 | 49,5 | 24,83 | 54,2 | 27,32 |
| 40,2 | 19,90 | 44,9 | 22,37 | 49,6 | 24,89 | 54,3 | 27,37 |
| 40,3 | 19,95 | 45,0 | 22,42 | 49,7 | 24,94 | 54,4 | 27,42 |
| 40,4 | 20,00 | 45,1 | 22,47 | 49,8 | 25,00 | 54,5 | 27,47 |
| 40,5 | 20,05 | 45,2 | 22,53 | 49,9 | 25,05 | 54,6 | 27,53 |
| 40,6 | 20,11 | 45,3 | 22,58 | 50,0 | 25,11 | 54,7 | 27,58 |
| 40,7 | 20,16 | 45,4 | 22,63 | 50,1 | 25,16 | 54,8 | 27,63 |
| 40,8 | 20,21 | 45,5 | 22,68 | 50,2 | 25,21 | 54,9 | 27,68 |
| 55,0 | 27,74 | 59,7 | 30,22 | 64,4 | 32,78 | 69,1 | 35,20 |
| 55,1 | 27,79 | 59,8 | 30,28 | 64,5 | 32,83 | 69,2 | 35,27 |
| 55,2 | 27,84 | 59,9 | 30,33 | 64,6 | 32,89 | 69,3 | 35,33 |
| 55,3 | 27,89 | 60,0 | 30,39 | 64,7 | 32,94 | 69,4 | 35,40 |
| 55,4 | 27,95 | 60,1 | 30,44 | 64,8 | 33,00 | 69,5 | 35,47 |
| 55,5 | 28,00 | 60,2 | 30,50 | 64,9 | 33,05 | 69,6 | 35,53 |
| 55,6 | 28,05 | 60,3 | 30,56 | 65,0 | 33,11 | 69,7 | 35,60 |
| 55,7 | 28,11 | 60,4 | 30,61 | 65,1 | 33,16 | 69,8 | 35,67 |
| 55,8 | 28,16 | 60,5 | 30,67 | 65,2 | 33,21 | 69,9 | 35,73 |
| 55,9 | 28,21 | 60,6 | 30,72 | 65,3 | 33,26 | 70,0 | 35,80 |
| 56,0 | 28,26 | 60,7 | 30,78 | 65,4 | 33,32 | 70,1 | 35,87 |
| 56,1 | 28,32 | 60,8 | 30,83 | 65,5 | 33,37 | 70,2 | 35,93 |
| 56,2 | 28,37 | 60,9 | 30,89 | 65,6 | 33,42 | 70,3 | 36,00 |
| 56,3 | 28,42 | 61,0 | 30,94 | 65,7 | 33,47 | 70,4 | 36,05 |
| 56,4 | 28,47 | 61,1 | 31,00 | 65,8 | 33,53 | 70,5 | 36,11 |
| 56,5 | 28,53 | 61,2 | 31,05 | 65,9 | 33,58 | 70,6 | 36,16 |
| 56,6 | 28,58 | 61,3 | 31,11 | 66,0 | 33,63 | 70,7 | 36,21 |
| 56,7 | 28,63 | 61,4 | 31,16 | 66,1 | 33,68 | 70,8 | 36,26 |
| 56,8 | 28,68 | 61,5 | 31,21 | 66,2 | 33,74 | 70,9 | 36,32 |
| 56,9 | 28,74 | 61,6 | 31,26 | 66,3 | 33,79 | 71,0 | 36,37 |
| 57,0 | 28,79 | 61,7 | 31,32 | 66,4 | 33,84 | 71,1 | 36,42 |
| 57,1 | 28,84 | 61,8 | 31,37 | 66,5 | 33,89 | 71,2 | 36,47 |
| 57,2 | 28,89 | 61,9 | 31,42 | 66,6 | 33,95 | 71,3 | 36,53 |
| 57,3 | 28,95 | 62,0 | 31,47 | 66,7 | 34,00 | 71,4 | 36,58 |
| 57,4 | 29,00 | 62,1 | 31,53 | 66,8 | 34,05 | 71,5 | 36,63 |

| Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 57,5 | 29,05 | 62,2 | 31,58 | 66,9 | 34,10 | 71,6 | 36,68 |
| 57,6 | 29,11 | 62,3 | 31,63 | 67,0 | 34,14 | 71,7 | 36,74 |
| 57,7 | 29,16 | 62,4 | 31,68 | 67,1 | 34,19 | 71,8 | 36,79 |
| 57,8 | 29,21 | 62,5 | 31,74 | 67,2 | 34,24 | 71,9 | 36,84 |
| 57,9 | 29,26 | 62,6 | 31,79 | 67,3 | 34,29 | 72,0 | 36,89 |
| 58,0 | 29,32 | 62,7 | 31,84 | 67,4 | 34,33 | 72,1 | 36,95 |
| 58,1 | 29,37 | 62,8 | 31,89 | 67,5 | 34,38 | 72,2 | 37,00 |
| 58,2 | 29,42 | 62,9 | 31,95 | 67,6 | 34,43 | 72,3 | 37,06 |
| 58,3 | 29,47 | 63,0 | 32,00 | 67,7 | 34,48 | 72,4 | 37,11 |
| 58,4 | 29,53 | 63,1 | 32,06 | 67,8 | 34,52 | 72,5 | 37,17 |
| 58,5 | 29,58 | 63,2 | 32,11 | 67,9 | 34,57 | 72,6 | 37,22 |
| 58,6 | 29,63 | 63,3 | 32,17 | 68,0 | 34,62 | 72,7 | 37,28 |
| 58,7 | 29,68 | 63,4 | 32,22 | 68,1 | 34,67 | 72,8 | 37,33 |
| 58,8 | 29,74 | 63,5 | 32,28 | 68,2 | 34,71 | 72,9 | 37,39 |
| 58,9 | 29,79 | 63,6 | 32,33 | 68,3 | 34,76 | 73,0 | 37,44 |
| 59,0 | 29,84 | 63,7 | 32,39 | 68,4 | 34,81 | 73,1 | 37,50 |
| 59,1 | 29,89 | 63,8 | 32,44 | 68,5 | 34,86 | 73,2 | 37,56 |
| 59,2 | 29,95 | 63,9 | 32,50 | 68,6 | 34,90 | 73,3 | 37,61 |
| 59,3 | 30,00 | 64,0 | 32,56 | 68,7 | 34,95 | 73,4 | 37,67 |
| 59,4 | 30,06 | 64,1 | 32,61 | 68,8 | 35,00 | 73,5 | 37,72 |
| 59,5 | 30,11 | 64,2 | 32,67 | 68,9 | 35,07 | 73,6 | 37,78 |
| 59,6 | 30,17 | 64,3 | 32,72 | 69,0 | 35,13 | 73,7 | 37,83 |
| 73,8 | 37,89 | 78,5 | 40,44 | 83,2 | 43,11 | 87,9 | 45,78 |
| 73,9 | 37,94 | 78,6 | 40,50 | 83,3 | 43,17 | 88,0 | 45,83 |
| 74,0 | 38,00 | 78,7 | 40,56 | 83,4 | 43,22 | 88,1 | 45,89 |
| 74,1 | 38,05 | 78,8 | 40,61 | 83,5 | 43,28 | 88,2 | 45,94 |
| 74,2 | 38,11 | 78,9 | 40,67 | 83,6 | 43,33 | 88,3 | 46,00 |
| 74,3 | 38,16 | 79,0 | 40,72 | 83,7 | 43,39 | 88,4 | 46,06 |
| 74,4 | 38,21 | 79,1 | 40,78 | 83,8 | 43,44 | 88,5 | 46,11 |
| 74,5 | 38,26 | 79,2 | 40,83 | 83,9 | 43,50 | 88,6 | 46,17 |
| 74,6 | 38,32 | 79,3 | 40,89 | 84,0 | 43,56 | 88,7 | 46,22 |
| 74,7 | 38,37 | 79,4 | 40,94 | 84,1 | 43,61 | 88,8 | 46,28 |
| 74,8 | 38,42 | 79,5 | 41,00 | 84,2 | 43,67 | 88,9 | 46,33 |
| 74,9 | 38,47 | 79,6 | 41,06 | 84,3 | 43,72 | 89,0 | 46,39 |
| 75,0 | 38,53 | 79,7 | 41,12 | 84,4 | 43,78 | 89,1 | 46,44 |
| 75,1 | 38,58 | 79,8 | 41,18 | 84,5 | 43,83 | 89,2 | 46,50 |
| 75,2 | 38,63 | 79,9 | 41,24 | 84,6 | 43,89 | 89,3 | 46,56 |
| 75,3 | 38,68 | 80,0 | 41,29 | 84,7 | 43,94 | 89,4 | 46,61 |
| 75,4 | 38,74 | 80,1 | 41,35 | 84,8 | 44,00 | 89,5 | 46,67 |
| 75,5 | 38,79 | 80,2 | 41,41 | 84,9 | 44,06 | 89,6 | 46,72 |
| 75,6 | 38,84 | 80,3 | 41,47 | 85,0 | 44,12 | 89,7 | 46,78 |
| 75,7 | 38,89 | 80,4 | 41,53 | 85,1 | 44,18 | 89,8 | 46,83 |
| 75,8 | 38,95 | 80,5 | 41,59 | 85,2 | 44,24 | 89,9 | 46,89 |
| 75,9 | 39,00 | 80,6 | 41,65 | 85,3 | 44,29 | 90,0 | 46,94 |
| 76,0 | 39,06 | 80,7 | 41,71 | 85,4 | 44,35 | 90,1 | 47,00 |
| 76,1 | 39,11 | 80,8 | 41,77 | 85,5 | 44,41 | 90,2 | 47,06 |
| 76,2 | 39,17 | 80,9 | 41,82 | 85,6 | 44,47 | 90,3 | 47,11 |
| 76,3 | 39,22 | 81,0 | 41,88 | 85,7 | 44,53 | 90,4 | 47,17 |
| 76,4 | 39,28 | 81,1 | 41,94 | 85,8 | 44,59 | 90,5 | 47,22 |
| 76,5 | 39,33 | 81,2 | 42,00 | 85,9 | 44,65 | 90,6 | 47,28 |
| 76,6 | 39,39 | 81,3 | 42,06 | 86,0 | 44,71 | 90,7 | 47,33 |
| 76,7 | 39,44 | 81,4 | 42,11 | 86,1 | 44,76 | 90,8 | 47,39 |
| 76,8 | 39,50 | 81,5 | 42,17 | 86,2 | 44,82 | 90,9 | 47,44 |
| 76,9 | 39,56 | 81,6 | 42,22 | 86,3 | 44,88 | 91,0 | 47,50 |
| 77,0 | 39,61 | 81,7 | 42,28 | 86,4 | 44,94 | 91,1 | 47,56 |
| 77,1 | 39,67 | 81,8 | 42,33 | 86,5 | 45,00 | 91,2 | 47,61 |
| 77,2 | 39,72 | 81,9 | 42,39 | 86,6 | 45,06 | 91,3 | 47,67 |

| Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 77,3 | 39,78 | 82,0 | 42,44 | 86,7 | 45,11 | 91,4 | 47,72 |
| 77,4 | 39,83 | 82,1 | 42,50 | 86,8 | 45,17 | 91,5 | 47,78 |
| 77,5 | 39,89 | 82,2 | 42,56 | 86,9 | 45,22 | 91,6 | 47,83 |
| 77,6 | 39,94 | 82,3 | 42,61 | 87,0 | 45,28 | 91,7 | 47,89 |
| 77,7 | 40,00 | 82,4 | 42,67 | 87,1 | 45,33 | 91,8 | 47,94 |
| 77,8 | 40,06 | 82,5 | 42,72 | 87,2 | 45,39 | 91,9 | 48,00 |
| 77,9 | 40,11 | 82,6 | 42,78 | 87,3 | 45,44 | 92,0 | 48,06 |
| 78,0 | 40,17 | 82,7 | 42,83 | 87,4 | 45,50 | 92,1 | 48,12 |
| 78,1 | 40,22 | 82,8 | 42,89 | 87,5 | 45,56 | 92,2 | 48,18 |
| 78,2 | 40,28 | 82,9 | 42,94 | 87,6 | 45,61 | 92,3 | 48,24 |
| 78,3 | 40,33 | 83,0 | 43,00 | 87,7 | 45,67 | 92,4 | 48,29 |
| 78,4 | 40,39 | 83,1 | 43,06 | 87,8 | 45,72 | 92,5 | 48,35 |
| 92,6 | 48,41 | 97,3 | 51,12 | 102,0 | 53,82 | 106,7 | 56,59 |
| 92,7 | 48,47 | 97,4 | 51,18 | 102,1 | 53,88 | 106,8 | 56,65 |
| 92,8 | 48,53 | 97,5 | 51,24 | 102,2 | 53,94 | 106,9 | 56,71 |
| 92,9 | 48,59 | 97,6 | 51,29 | 102,3 | 54,00 | 107,0 | 56,76 |
| 93,0 | 48,65 | 97,7 | 51,35 | 102,4 | 54,06 | 107,1 | 56,82 |
| 93,1 | 48,71 | 97,8 | 51,41 | 102,5 | 54,12 | 107,2 | 56,88 |
| 93,2 | 48,76 | 97,9 | 51,47 | 102,6 | 54,18 | 107,3 | 56,94 |
| 93,3 | 48,82 | 98,0 | 51,53 | 102,7 | 54,24 | 107,4 | 57,00 |
| 93,4 | 48,88 | 98,1 | 51,59 | 102,8 | 54,29 | 107,5 | 57,06 |
| 93,5 | 49,94 | 98,2 | 51,65 | 102,9 | 54,35 | 107,6 | 57,11 |
| 93,6 | 49,00 | 98,3 | 51,71 | 103,0 | 54,41 | 107,7 | 57,17 |
| 93,7 | 49,06 | 98,4 | 51,76 | 103,1 | 54,47 | 107,8 | 57,22 |
| 93,8 | 49,11 | 98,5 | 51,82 | 103,2 | 54,53 | 107,9 | 57,28 |
| 93,9 | 49,17 | 98,6 | 51,88 | 103,3 | 54,59 | 108,0 | 57,33 |
| 94,0 | 49,22 | 98,7 | 51,94 | 103,4 | 54,65 | 108,1 | 57,39 |
| 94,1 | 49,28 | 98,8 | 52,00 | 103,5 | 54,71 | 108,2 | 57,44 |
| 94,2 | 49,33 | 98,9 | 52,06 | 103,6 | 54,76 | 108,3 | 57,50 |
| 94,3 | 49,39 | 99,0 | 52,11 | 103,7 | 54,82 | 108,4 | 57,56 |
| 94,4 | 49,44 | 99,1 | 52,17 | 103,8 | 54,88 | 108,5 | 57,61 |
| 94,5 | 49,50 | 99,2 | 52,22 | 103,9 | 54,94 | 108,6 | 57,67 |
| 94,6 | 49,56 | 99,3 | 52,28 | 104,0 | 55,00 | 108,7 | 57,72 |
| 94,7 | 49,61 | 99,4 | 52,33 | 104,1 | 55,06 | 108,8 | 57,78 |
| 94,8 | 49,67 | 99,5 | 52,39 | 104,2 | 55,12 | 108,9 | 57,83 |
| 94,9 | 49,72 | 99,6 | 52,44 | 104,3 | 55,18 | 109,0 | 57,89 |
| 95,0 | 49,78 | 99,7 | 52,50 | 104,4 | 55,24 | 109,1 | 57,94 |
| 95,1 | 49,83 | 99,8 | 52,56 | 104,5 | 55,29 | 109,2 | 58,00 |
| 95,2 | 49,89 | 99,9 | 52,61 | 104,6 | 55,35 | 109,3 | 58,05 |
| 95,3 | 49,94 | 100,0 | 52,67 | 104,7 | 55,41 | 109,4 | 58,11 |
| 95,4 | 50,00 | 100,1 | 52,72 | 104,8 | 55,47 | 109,5 | 58,17 |
| 95,5 | 50,06 | 100,2 | 52,78 | 104,9 | 55,53 | 109,6 | 58,23 |
| 95,6 | 50,12 | 100,3 | 52,83 | 105,0 | 55,59 | 109,7 | 58,29 |
| 95,7 | 50,16 | 100,4 | 52,89 | 105,1 | 55,65 | 109,8 | 58,35 |
| 95,8 | 50,24 | 100,5 | 52,94 | 105,2 | 55,71 | 109,9 | 58,41 |
| 95,9 | 50,29 | 100,6 | 53,00 | 105,3 | 55,76 | 110,0 | 58,47 |
| 96,0 | 50,35 | 100,7 | 53,06 | 105,4 | 55,82 | 110,1 | 58,52 |
| 96,1 | 50,41 | 100,8 | 53,12 | 105,5 | 55,88 | 110,2 | 58,58 |
| 96,2 | 50,47 | 100,9 | 53,18 | 105,6 | 55,94 | 110,3 | 58,64 |
| 96,3 | 50,53 | 101,0 | 53,24 | 105,7 | 56,00 | 110,4 | 58,70 |
| 96,4 | 50,59 | 101,1 | 53,29 | 105,8 | 56,06 | 110,5 | 58,76 |
| 96,5 | 50,65 | 101,2 | 53,35 | 105,9 | 56,12 | 110,6 | 58,82 |
| 96,6 | 50,71 | 101,3 | 53,41 | 106,0 | 56,18 | 110,7 | 58,88 |
| 96,7 | 50,76 | 101,4 | 53,47 | 106,1 | 56,24 | 110,8 | 58,94 |
| 96,8 | 50,82 | 101,5 | 53,53 | 106,2 | 56,29 | 110,9 | 59,00 |
| 96,9 | 50,88 | 101,6 | 53,59 | 106,3 | 56,35 | 111,0 | 59,05 |
| 97,0 | 50,94 | 101,7 | 53,65 | 106,4 | 56,41 | 111,1 | 59,11 |

| Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 97,1 | 51,00 | 101,8 | 53,71 | 106,5 | 56,47 | 111,2 | 59,17 |
| 97,2 | 51,06 | 101,9 | 53,76 | 106,6 | 56,53 | 111,3 | 59,23 |
| 111,4 | 59,29 | 116,1 | 62,12 | 120,8 | 64,94 | 125,5 | 67,76 |
| 111,5 | 59,35 | 116,2 | 62,18 | 120,9 | 65,00 | 125,6 | 67,82 |
| 111,6 | 59,41 | 116,3 | 62,24 | 121,0 | 65,06 | 125,7 | 67,88 |
| 111,7 | 59,47 | 116,4 | 62,29 | 121,1 | 65,12 | 125,8 | 67,94 |
| 111,8 | 59,52 | 116,5 | 62,35 | 121,2 | 65,18 | 125,9 | 68,00 |
| 111,9 | 59,58 | 116,6 | 62,41 | 121,3 | 65,24 | 126,0 | 68,06 |
| 112,0 | 59,64 | 116,7 | 62,47 | 121,4 | 65,29 | 126,1 | 68,13 |
| 112,1 | 59,70 | 116,8 | 62,53 | 121,5 | 65,35 | 126,2 | 68,19 |
| 112,2 | 59,76 | 116,9 | 62,59 | 121,6 | 65,41 | 126,3 | 68,25 |
| 112,3 | 59,82 | 117,0 | 62,65 | 121,7 | 65,47 | 126,4 | 68,31 |
| 112,4 | 59,88 | 117,1 | 62,71 | 121,8 | 65,53 | 126,5 | 68,38 |
| 112,5 | 59,94 | 117,2 | 62,76 | 121,9 | 65,59 | 126,6 | 68,44 |
| 112,6 | 60,00 | 117,3 | 62,82 | 122,0 | 65,65 | 126,7 | 68,50 |
| 112,7 | 60,06 | 117,4 | 62,88 | 122,1 | 65,71 | 126,8 | 68,56 |
| 112,8 | 60,12 | 117,5 | 62,94 | 122,2 | 65,76 | 126,9 | 68,63 |
| 112,9 | 60,18 | 117,6 | 63,00 | 122,3 | 65,82 | 127,0 | 68,69 |
| 113,0 | 60,24 | 117,7 | 63,06 | 122,4 | 65,88 | 127,1 | 68,75 |
| 113,1 | 60,29 | 117,8 | 63,13 | 122,5 | 65,94 | 127,2 | 68,81 |
| 113,2 | 60,35 | 117,9 | 63,19 | 122,6 | 66,00 | 127,3 | 68,88 |
| 113,3 | 60,41 | 118,0 | 63,25 | 122,7 | 66,06 | 127,4 | 68,94 |
| 113,4 | 60,47 | 118,1 | 63,31 | 122,8 | 66,12 | 127,5 | 69,00 |
| 113,5 | 60,53 | 118,2 | 63,38 | 122,9 | 66,19 | 127,6 | 69,06 |
| 113,6 | 60,59 | 118,3 | 63,44 | 123,0 | 66,25 | 127,7 | 69,12 |
| 113,7 | 60,65 | 118,4 | 63,50 | 123,1 | 66,31 | 127,8 | 69,18 |
| 113,8 | 60,71 | 118,5 | 63,56 | 123,2 | 66,38 | 127,9 | 69,24 |
| 113,9 | 60,76 | 118,6 | 63,63 | 123,3 | 66,44 | 128,0 | 69,29 |
| 114,0 | 60,82 | 118,7 | 63,69 | 123,4 | 66,50 | 128,1 | 69,35 |
| 114,1 | 60,88 | 118,8 | 63,75 | 123,5 | 66,56 | 128,2 | 69,41 |
| 114,2 | 60,94 | 118,9 | 63,81 | 123,6 | 66,63 | 128,3 | 69,47 |
| 114,3 | 61,00 | 119,0 | 63,88 | 123,7 | 66,69 | 128,4 | 69,53 |
| 114,4 | 61,06 | 119,1 | 63,94 | 123,8 | 66,75 | 128,5 | 69,59 |
| 114,5 | 61,13 | 119,2 | 64,00 | 123,9 | 66,81 | 128,6 | 69,65 |
| 114,6 | 61,19 | 119,3 | 64,06 | 124,0 | 66,88 | 128,7 | 69,71 |
| 114,7 | 61,25 | 119,4 | 64,12 | 124,1 | 66,94 | 128,8 | 69,76 |
| 114,8 | 61,31 | 119,5 | 64,18 | 124,2 | 67,00 | 128,9 | 69,82 |
| 114,9 | 61,38 | 119,6 | 64,24 | 124,3 | 67,06 | 129,0 | 69,88 |
| 115,0 | 61,44 | 119,7 | 64,29 | 124,4 | 67,12 | 129,1 | 69,94 |
| 115,1 | 61,50 | 119,8 | 64,35 | 124,5 | 67,18 | 129,2 | 70,00 |
| 115,2 | 61,56 | 119,9 | 64,41 | 124,6 | 67,24 | 129,3 | 70,06 |
| 115,3 | 61,63 | 120,0 | 64,47 | 124,7 | 67,29 | 129,4 | 70,13 |
| 115,4 | 61,69 | 120,1 | 64,53 | 124,8 | 67,35 | 129,5 | 70,19 |
| 115,5 | 61,75 | 120,2 | 64,59 | 124,9 | 67,41 | 129,6 | 70,25 |
| 115,6 | 61,81 | 120,3 | 64,65 | 125,0 | 67,47 | 129,7 | 70,31 |
| 115,7 | 61,88 | 120,4 | 64,71 | 125,1 | 67,53 | 129,8 | 70,38 |
| 115,8 | 61,94 | 120,5 | 64,76 | 125,2 | 67,59 | 129,9 | 70,44 |
| 115,9 | 62,00 | 120,6 | 64,82 | 125,3 | 67,65 | 130,0 | 70,50 |
| 116,0 | 62,06 | 120,7 | 64,88 | 125,4 | 67,71 | 130,1 | 70,56 |
| 130,2 | 70,63 | 134,9 | 73,56 | 139,6 | 76,44 | 144,3 | 79,38 |
| 130,3 | 70,69 | 135,0 | 73,63 | 139,7 | 76,50 | 144,4 | 79,44 |
| 130,4 | 70,75 | 135,1 | 73,69 | 139,8 | 76,56 | 144,5 | 79,50 |
| 130,5 | 70,81 | 135,2 | 73,75 | 139,9 | 76,63 | 144,6 | 79,56 |
| 130,6 | 70,88 | 135,3 | 73,81 | 140,0 | 76,69 | 144,7 | 79,6 |
| 130,7 | 70,94 | 135,4 | 73,88 | 140,1 | 76,75 | 144,8 | 79,69 |
| 130,8 | 71,00 | 135,5 | 73,94 | 140,2 | 76,81 | 144,9 | 79,75 |
| 130,9 | 71,06 | 135,6 | 74,00 | 140,3 | 76,88 | 145,0 | 79,81 |

| Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 131,0 | 71,13 | 135,7 | 74,06 | 140,4 | 76,94 | 145,1 | 79,88 |
| 131,1 | 71,19 | 135,8 | 74,13 | 140,5 | 77,00 | 145,2 | 79,94 |
| 131,2 | 71,25 | 135,9 | 74,19 | 140,6 | 77,06 | 145,3 | 80,00 |
| 131,3 | 71,31 | 136,0 | 74,25 | 140,7 | 77,13 | 145,4 | 80,06 |
| 131,4 | 71,38 | 136,1 | 74,31 | 140,8 | 77,19 | 145,5 | 80,13 |
| 131,5 | 71,44 | 136,2 | 74,38 | 140,9 | 77,25 | 145,6 | 80,19 |
| 131,6 | 71,50 | 136,3 | 74,44 | 141,0 | 77,31 | 145,7 | 80,25 |
| 131,7 | 71,56 | 136,4 | 74,50 | 141,1 | 77,38 | 145,8 | 80,31 |
| 131,8 | 71,63 | 136,5 | 74,56 | 141,2 | 77,44 | 145,9 | 80,38 |
| 131,9 | 71,69 | 136,6 | 74,63 | 141,3 | 77,50 | 146,0 | 80,44 |
| 132,0 | 71,75 | 136,7 | 74,69 | 141,4 | 77,56 | 146,1 | 80,50 |
| 132,1 | 71,81 | 136,8 | 74,75 | 141,5 | 77,63 | 146,2 | 80,56 |
| 132,2 | 71,88 | 136,9 | 74,81 | 141,6 | 77,69 | 146,3 | 80,63 |
| 132,3 | 71,94 | 137,0 | 74,88 | 141,7 | 77,75 | 146,4 | 80,69 |
| 132,4 | 72,00 | 137,1 | 74,94 | 141,8 | 77,81 | 146,5 | 80,75 |
| 132,5 | 72,06 | 137,2 | 75,00 | 141,9 | 77,88 | 146,6 | 80,81 |
| 132,6 | 72,13 | 137,3 | 75,06 | 142,0 | 77,94 | 146,7 | 80,88 |
| 132,7 | 72,19 | 137,4 | 75,12 | 142,1 | 78,00 | 146,8 | 80,94 |
| 132,8 | 72,25 | 137,5 | 75,18 | 142,2 | 78,06 | 146,9 | 81,00 |
| 132,9 | 72,31 | 137,6 | 75,24 | 142,3 | 78,13 | 147,0 | 81,06 |
| 133,0 | 72,38 | 137,7 | 75,29 | 142,4 | 78,19 | 147,1 | 81,13 |
| 133,1 | 72,44 | 137,8 | 75,35 | 142,5 | 78,25 | 147,2 | 81,19 |
| 133,2 | 72,50 | 137,9 | 75,41 | 142,6 | 78,31 | 147,3 | 81,25 |
| 133,3 | 72,56 | 138,0 | 75,47 | 142,7 | 78,38 | 147,4 | 81,31 |
| 133,4 | 72,63 | 138,1 | 75,53 | 142,8 | 78,44 | 147,5 | 81,38 |
| 133,5 | 72,69 | 138,2 | 75,59 | 142,9 | 78,50 | 147,6 | 81,44 |
| 133,6 | 72,75 | 138,3 | 75,65 | 143,0 | 78,56 | 147,7 | 81,50 |
| 133,7 | 72,81 | 138,4 | 75,71 | 143,1 | 78,63 | 147,8 | 81,56 |
| 133,8 | 72,88 | 138,5 | 75,76 | 143,2 | 78,69 | 147,9 | 81,63 |
| 133,9 | 72,94 | 138,6 | 75,82 | 143,3 | 78,75 | 148,0 | 81,69 |
| 134,0 | 73,00 | 138,7 | 75,88 | 143,4 | 78,81 | 148,1 | 81,75 |
| 134,1 | 73,06 | 138,8 | 75,94 | 143,5 | 78,88 | 148,2 | 81,81 |
| 134,2 | 73,13 | 138,9 | 76,00 | 143,6 | 78,94 | 148,3 | 81,88 |
| 134,3 | 73,19 | 139,0 | 76,06 | 143,7 | 79,00 | 148,4 | 81,94 |
| 134,4 | 73,25 | 139,1 | 76,13 | 143,8 | 79,06 | 148,5 | 82,00 |
| 134,5 | 73,31 | 139,2 | 76,19 | 143,9 | 79,13 | 148,6 | 82,07 |
| 134,6 | 73,38 | 139,3 | 76,25 | 144,0 | 79,19 | 148,7 | 82,13 |
| 134,7 | 73,44 | 139,4 | 76,31 | 144,1 | 79,25 | 148,8 | 82,20 |
| 134,8 | 73,50 | 139,5 | 76,38 | 144,2 | 79,31 | 148,9 | 82,27 |
| 149,0 | 82,33 | 153,7 | 85,31 | 158,4 | 88,31 | 163,1 | 91,31 |
| 149,1 | 82,40 | 153,8 | 85,38 | 158,5 | 88,38 | 163,2 | 91,38 |
| 149,2 | 82,47 | 153,9 | 85,44 | 158,6 | 88,44 | 163,3 | 91,44 |
| 149,3 | 82,53 | 154,0 | 85,50 | 158,7 | 88,50 | 163,4 | 91,50 |
| 149,4 | 82,60 | 154,1 | 85,56 | 158,8 | 88,56 | 163,5 | 91,56 |
| 149,5 | 82,67 | 154,2 | 85,63 | 158,9 | 88,63 | 163,6 | 91,63 |
| 149,6 | 82,73 | 154,3 | 85,69 | 159,0 | 88,69 | 163,7 | 91,69 |
| 149,7 | 82,80 | 154,4 | 85,75 | 159,1 | 88,75 | 163,8 | 91,75 |
| 149,8 | 82,87 | 154,5 | 85,81 | 159,2 | 88,81 | 163,9 | 91,81 |
| 149,9 | 82,93 | 154,6 | 85,88 | 159,3 | 88,88 | 164,0 | 91,88 |
| 150,0 | 83,00 | 154,7 | 85,94 | 159,4 | 88,94 | 164,1 | 91,94 |
| 150,1 | 83,06 | 154,8 | 86,00 | 159,5 | 89,00 | 164,2 | 92,00 |
| 150,2 | 83,13 | 154,9 | 86,06 | 159,6 | 89,06 | 164,3 | 92,07 |
| 150,3 | 83,19 | 155,0 | 86,13 | 159,7 | 89,13 | 164,4 | 92,13 |
| 150,4 | 83,25 | 155,1 | 86,19 | 159,8 | 89,19 | 164,5 | 92,20 |
| 150,5 | 83,31 | 155,2 | 86,25 | 159,9 | 89,25 | 164,6 | 92,27 |
| 150,6 | 83,38 | 155,3 | 86,31 | 160,0 | 89,31 | 164,7 | 92,33 |
| 150,7 | 83,44 | 155,4 | 86,38 | 160,1 | 89,38 | 164,8 | 92,40 |

| Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор | Мідь | Цукор |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 150,8 | 83,50 | 155,5 | 86,44 | 160,2 | 89,44 | 164,9 | 92,47 |
| 150,9 | 83,56 | 155,6 | 86,50 | 160,3 | 89,50 | 165,0 | 92,53 |
| 151,0 | 83,63 | 155,7 | 86,56 | 160,4 | 89,56 | 165,1 | 92,60 |
| 151,1 | 83,69 | 155,8 | 86,63 | 160,5 | 89,63 | 165,2 | 92,67 |
| 151,2 | 83,75 | 155,9 | 86,69 | 160,6 | 89,69 | 165,3 | 92,73 |
| 151,3 | 83,81 | 156,0 | 86,75 | 160,7 | 89,75 | 165,4 | 92,80 |
| 151,4 | 83,88 | 156,1 | 86,81 | 160,8 | 89,81 | 165,5 | 92,87 |
| 151,5 | 83,94 | 156,2 | 86,88 | 160,9 | 89,88 | 165,6 | 92,93 |
| 151,6 | 84,00 | 156,3 | 86,94 | 161,0 | 89,94 | 165,7 | 93,00 |
| 151,7 | 84,06 | 156,4 | 87,00 | 161,1 | 90,00 | 165,8 | 93,06 |
| 151,8 | 84,13 | 156,5 | 87,07 | 161,2 | 90,07 | 165,9 | 93,13 |
| 151,9 | 84,19 | 156,6 | 87,13 | 161,3 | 90,13 | 166,0 | 93,19 |
| 152,0 | 84,25 | 156,7 | 87,20 | 161,4 | 90,20 | 166,1 | 93,25 |
| 152,1 | 84,31 | 156,8 | 87,27 | 161,5 | 90,27 | 166,2 | 93,31 |
| 152,2 | 84,38 | 156,9 | 87,33 | 161,6 | 90,33 | 166,3 | 93,38 |
| 152,3 | 84,44 | 157,0 | 87,40 | 161,7 | 90,40 | 166,4 | 93,44 |
| 152,4 | 84,50 | 157,1 | 87,47 | 161,8 | 90,47 | 166,5 | 93,50 |
| 152,5 | 84,56 | 157,2 | 87,53 | 161,9 | 90,53 | 166,6 | 93,56 |
| 152,6 | 84,63 | 157,3 | 87,60 | 162,0 | 90,60 | 166,7 | 93,63 |
| 152,7 | 84,69 | 157,4 | 87,67 | 162,1 | 90,67 | 166,8 | 93,69 |
| 152,8 | 84,75 | 157,5 | 87,73 | 162,2 | 90,73 | 166,9 | 93,75 |
| 152,9 | 84,81 | 157,6 | 87,80 | 162,3 | 90,80 | 167,0 | 93,81 |
| 153,0 | 84,88 | 157,7 | 87,87 | 162,4 | 90,87 | 167,1 | 93,88 |
| 153,1 | 84,94 | 157,8 | 87,93 | 162,5 | 90,93 | 167,2 | 93,94 |
| 153,2 | 85,00 | 157,9 | 88,00 | 162,6 | 91,00 | 167,3 | 94,00 |
| 153,3 | 85,06 | 158,0 | 88,06 | 162,7 | 91,06 | 167,4 | 94,07 |
| 153,4 | 85,13 | 158,1 | 88,13 | 162,8 | 91,13 | 167,5 | 94,13 |
| 153,5 | 85,19 | 158,2 | 88,19 | 162,9 | 91,19 | 167,6 | 94,20 |
| 153,6 | 85,25 | 158,3 | 88,25 | 163,0 | 91,25 | 167,7 | 94,27 |
| 167,8 | 94,33 | 170,0 | 95,80 | 172,2 | 97,20 | 174,4 | 98,63 |
| 167,9 | 94,40 | 170,1 | 95,87 | 172,3 | 97,27 | 174,5 | 98,69 |
| 168,0 | 94,47 | 170,2 | 95,93 | 172,4 | 97,33 | 174,6 | 98,75 |
| 168,1 | 94,53 | 170,3 | 96,00 | 172,5 | 97,40 | 174,7 | 98,81 |
| 168,2 | 94,60 | 170,4 | 96,06 | 172,6 | 97,47 | 174,8 | 98,88 |
| 168,3 | 94,67 | 170,5 | 96,13 | 172,7 | 97,53 | 174,9 | 98,94 |
| 168,4 | 94,73 | 170,6 | 96,19 | 172,8 | 97,60 | 175,0 | 99,00 |
| 168,5 | 94,80 | 170,7 | 96,25 | 172,9 | 97,67 | 175,1 | 99,07 |
| 168,6 | 94,87 | 170,8 | 96,31 | 173,0 | 97,73 | 175,2 | 99,13 |
| 168,7 | 94,93 | 170,9 | 96,38 | 173,1 | 97,80 | 175,3 | 99,20 |
| 168,8 | 95,00 | 171,0 | 96,44 | 173,2 | 97,87 | 175,4 | 99,27 |
| 168,9 | 95,07 | 171,1 | 96,50 | 173,3 | 97,93 | 175,5 | 99,33 |
| 169,0 | 95,13 | 171,2 | 96,56 | 173,4 | 98,00 | 175,6 | 99,40 |
| 169,1 | 95,20 | 171,3 | 96,63 | 173,5 | 98,06 | 175,7 | 99,47 |
| 169,2 | 95,27 | 171,4 | 96,69 | 173,6 | 98,13 | 175,8 | 99,53 |
| 169,3 | 95,33 | 171,5 | 96,75 | 173,7 | 98,19 | 175,9 | 99,60 |
| 169,4 | 95,40 | 171,6 | 96,81 | 173,8 | 98,25 | 176,0 | 99,67 |
| 169,5 | 95,47 | 171,7 | 96,88 | 173,9 | 98,31 | 176,1 | 99,73 |
| 169,6 | 95,53 | 171,8 | 96,94 | 174,0 | 98,38 | 176,2 | 99,80 |
| 169,7 | 95,60 | 171,9 | 97,00 | 174,1 | 98,44 | 176,3 | 99,87 |
| 169,8 | 95,67 | 172,0 | 97,07 | 174,2 | 98,50 | 176,4 | 99,93 |