

OBILOVINY (CEREÁLIE) A VÝROBKY Z NICH

Obsah kapitoly

- chemické složení
 - celého zrna
 - mouky
- analýza mouky
- analýza pekařských výrobků
- analýza těstovin

Složení celého zrna obilovin

	Pšenice	Žito	Oves	Ječmen	Kukuřice	Rýže
Voda (%)	13	13	13	12	13	10-11
Bílkoviny (%)	12	11	13	10	10	8
Tuk (%)	2	2	7	2-3	4	1-2
Škrob (%)	59	52	40	52	63	70
Ostatní sacharidy (%)	10	17	23	19	8	<1
Vláknina (%)	2	2	10	4	2	9
Popel (%)	2	2	3	3	1	5
Ca (mg/kg)	230-500	500	600	350	120	150
Fe (mg/kg)	33-66	35	38	40	50	28
Thiamin (mg/kg)	4	3	5	3	3	2,5
Riboflavin (mg/kg)	1	1	1	2	1	1
Niacin (mg/kg)	<1	12	13	70	15	10
Limitující AK	Lys	Lys	Lys	Lys	Trp, Lys	Lys, Thr

Bílkoviny cereálií

- frakce
 - **albuminy** (rozp. ve vodě)
 - **globuliny** (rozp. v roztocích solí)
 - **prolaminy** (rozp. v 70 % EtOH)
 - v pšenici *gliadin*
 - **gluteliny** (rozp. ve zředěných roztocích kyselin nebo zásad)
 - v pšenici *glutenin*
 - prolaminy a gluteliny jsou hlavní složky tzv. lepku
- aminokyselinové složení bílkovin
 - vyšší obsah **Glx** (všechny druhy: 15-30 %)
 - vyšší obsah **Asx** (oves)
 - vyšší obsah Pro (pšenice, žito, ječmen), **Gly** (oves), **Ala** a **Leu** (kukuřice, rýže)
 - nízký obsah Lys

Sacharidy cereálií

Škrob

- v pšeničném endospermu tvoří cca 95% všech sacharidů, podíl v klíčku je cca 30 %, a v otrubách jen 14 % sacharidů
- tvar a velikost škrobových zrn jsou charakteristické pro druh rostliny
- podíl amylosa/amylopektin cca 1:3, u kukuřice velmi závislé na odrůdě (často velmi malý obsah amylosy)
- ve šroubovici amylosy jsou uzavřeny molekuly fosfolipidů

Ostatní polysacharidy

pentosany, β -glukany, glukofruktany, celulosa

Monosacharidy a oligosacharidy

Glc, Fru, Mal, Raf, Sach, glukodifruktosa
(obsah v setinách až desetínách %)

Lipidy cereálií

- poměrně vysoký obsah u ovsa (6-8 %), u ostatních 1-2 %
- nejvíce tuku se nachází v klíčku
z kukuřičných a pšeničných klíčků se vyrábí olej – má příznivé složení MK (vysoký obsah linolové a olejové kyseliny)

Další složky

- fenolové látky – deriváty skořicové kyseliny
- pigmenty (karotenoidy)
- fytová kyselina – v pšenici 0,4-1,4 % (cca 70 % celk. fosforu)
- minerální látky

Pšeničná mouka, klíčky a otruby

složení mouk se liší podle stupně vymletí („extrakce“)

	Mouka 72 %	Mouka 80 %	Mouka 95-100 %	Klíčky	Otruby
Voda (%)	13-15	13-14	13-14	9-12	14
Bílkoviny (%)	8-13	8-14	10-15	25-30	12-16
Tuk (%)	0,9-1,4	1,0-1,6	1,5-2,5	8,5-11	3-4
Sacharidy (%)	65-70	64-70	60-68	39-45	-
Vláknina (%)	0,1-0,3	0,6-0,9	1,8-2,5	2-2,5	9-12
Popel (%)	0,3-0,5	0,6-0,9	1,2-2	4-4,5	4-6
Ca (mg/kg)	150	200	300	-	-
Fe (mg/kg)	12	17	25	-	-
Thiamin (mg/kg)	1	2,5	4	21	7
Riboflavin (mg/kg)	0,3	0,5	1,2	4,5	2,5
Niacin (mg/kg)	8	13	60	68	230

Analýza mouky a dalších mlýnských výrobků

Standardní metody

ČSN 56 0512 Metody zkoušení mlýnských výrobků

Voda / sušina (max. přípustný obsah 15 %)

- stanovení sušením
 - sušení při 105 °C do konstantní hmotnosti
 - navážka 5 g v misce s víčkem (průměr 4-7 cm), $t = 100^{\circ}\text{C}$, 5 hod
 - AOAC: 130°C 1 hod nebo 98-100°C 5 hod za sníženého tlaku
 - ČSN: 130°C 1 hod
 - rychlá metoda: 155°C 15 min (→ stanovený obsah vlhkosti je vyšší)
 - mikrovlnné sušení
 - sušení v exsikátoru nad P_2O_5 při 50 °C 100 hodin
- destilační stanovení: voda z 25 g vzorku se destiluje s xylenem, určí se objem
- NIR spektrometrie
- titrace podle K. Fischera

Popel

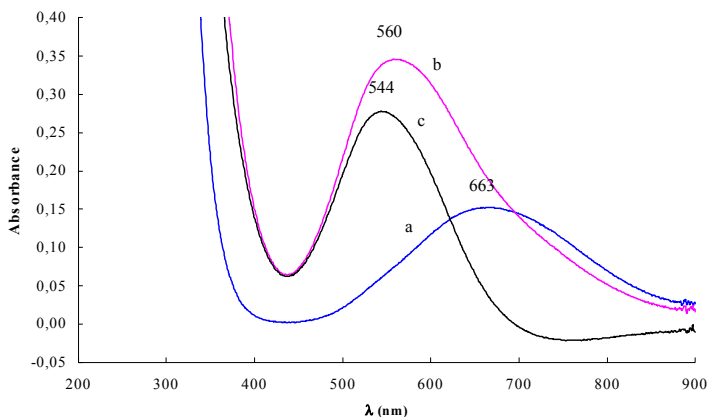
- důležitý ukazatel umožňující rozlišení jednotlivých druhů mouky podle stupně vymletí
- zpopelnění při konečné teplotě 550-600 °C, zvážení
 - *karbonátový popel*
 - při použití pomocného činidla H_2SO_4 → *sulfátový popel*
- zpopelnění při konečné teplotě 900 °C (nutno použít porcelánovou nebo Pt misku nebo kelímek)
 - popel složen převážně z fosforečnanů a oxidů kovů
- obvyklé složení karbonátového popela pšeničné mouky:
18 % P, 26 % K, 3 % Mg, 3 % Ca

Bílkoviny

obsah bílkovin v mouce má vliv na tzv. „sílu mouky“

- Kjeldahlova metoda
stanovení dusíku
obsah bílkovin = 5,7 · obsah dusíku
- NIR spektrometrie
- spektrofotometrie v UV nebo viditelné oblasti:
nutno převést bílkoviny do roztoku
 - UV spektrometrie (280 a 260 nm – absorpce aromatických AK, 220 nm – absorpce peptidových vazeb, málo specifické, problémy s kalibrací)
 - metody založené na vazbě org. barviv (např. Coomassie Brilliant Blue) na bílkoviny v roztoku
 - biuretová metoda – tvorba fialového komplexu s Cu^{2+} v alkalickém prostředí, měření A_{560}

Stanovení bílkovin biuretovou metodou – absorpční spektra



- a 4 ml činidla + 1 ml vody
- b 4 ml činidla + 1 ml vzorku (vaječný albumin 5 mg/ml)
- c rozdílová křivka

Lepek

- důležitý faktor kvality mouky; jeho obsah a jakost ovlivňuje *sílu mouky*; silná mouka je schopná vázat hodně vody, těsto z ní připravené zadružuje velký objem plynů vznikajících při fermentaci a pečivo si zachovává objem a tvar
- složení pšeničného lepku: prolaminy (43 %), gluteliny (39 %), ostatní bílkoviny (4 %), tuk (3 %), sacharidy (8 %)
- stanovení lepku: vypírání mouky vodou, zvážení
provedení: 10 g mouky + 5,5 ml 2% roztoku NaCl → kulička těsta, promnutí mezi prsty, promývání pod tekoucí vodou (15 min), zvážení, vylisování, zvážení (vlhký lepek), vysušení a zvážení (suchý lepek)
- důkaz přidaného cizího lepku: flotační separace cizího lepku ($\rho = 1,35 \text{ g/cm}^3$) a částic mouky ($\rho = 1,45 \text{ až } 1,5 \text{ g/cm}^3$) ve směsi toluen- CCl_4 (30:70)

Tuk

- přímé extrakční stanovení podle Soxhleta
→ volný tuk
- extrakční stanovení po částečné hydrolyze kys. chlorovodíkovou
→ celkový tuk
varianty: extrakce ethyletherem, petroletherem nebo směsí obou (1+1)
extrakce chloroformem

Škrob

- **hydrolytické metody:** škrob se hydrolyzuje na glukosu, ta se stanoví
 - titračně
 - spektrofotometricky po reakci s orcinolem nebo anthronem
 - spektrofotometricky enzymovou metodou
 - polarimetricky
 - amperometrickyobsah škrobu = 0,9 . obsah glukosy
- **nehydrolytické metody:**
 - polarimetrické stanovení
 - vážkové stanovení

Polarimetrické stanovení škrobu podle Ewerse (ČSN)

- extrakce 1,124 % HCl 15 min na vroucí vodní lázni
- čiření Carrezovými činidly
- filtrace
- měření otáčivosti

Měrné otáčivosti škrobu ve stupních kruhových

Škrob	Sodíková lampa $\lambda = 589,3 \text{ nm}$	Rtuťová lampa $\lambda = 546,1 \text{ nm}$
pšeničný	+182,7	+214,7
žitný	+184,0	+216,3
ječný	+181,5	+213,3
ovesný	+181,3	+213,1
rýžový	+185,9	+218,5
kukuřičný	+184,6	+217,0
neznámý obilný	+183,3	+215,5

Maltosové číslo

- míra aktivity β -amylasy (diastasy)
- vyjadřuje se v mg maltosy, která vznikne hydrolyzou škrobu v 10 g mouky
- určuje se suspendováním v octanovém pufru, inkubací 1 hod při 30 °C a stanovením maltosy v roztoku
- výsledek má být < 350 mg

Vláknina

za nerozpustnou vlákninu se považuje reziduum po kyselém, alkalickém nebo enzymové hydrolýze vzorku

- kyselá hydrolýza 0, 1275 M H₂SO₄, filtrace promytí zbytku etherem, zvážení
- kyselá a následně alkalická hydrolýza postup dle ČSN ISO 5498 (46 1018)
 - odtučnění vzorku (jen vzorky s obsahem tuku nad 10 %)
 - kyselá hydrolýza: záhřev 0,1275 M H₂SO₄, 95-100 °C, 30 min
 - filtrace, promytí vodou
 - alkalická hydrolýza: záhřev s 0,313 M NaOH 95-100 °C, 30 min
 - filtrace, promytí roztokem H₂SO₄, vodou, acetonem, ethylethetrem
 - zvážení zbytku
 - zpopelnění, zvážení popela

Výpočet: $m_{\text{vláknina}} = m_{\text{zbytek}} - m_{\text{popel}}$

Vláknina: enzymová metoda

- odtučnění vzorku (jen vzorky s obsahem tuku nad 10 %)
- suspendování navážky odtučněného vzorku v pufru pH=6 a inkubace 30 min při 95 °C s α -amylasou
- úprava na pH 7,5, inkubace 30 min při 60°C s proteasou
- úprava na pH 4,5, inkubace 30 min při 60°C s amyloglukosidasou
- (vysrážení rozpustné vlákniny přidavkem EtOH)
- filtrace nerozpustného zbytku (a sraženiny)
- promytí ethanolem a acetonem, vysušení a zvážení zbytku
- stanovení bílkovin a popela ve zbytku (paralelní vzorky)

Výpočet: $m_{\text{vláknina}} = m_{\text{zbytek}} - m_{\text{bílk.}} - m_{\text{popel}}$

Acidita mouky

stanovuje se titračně ve vodném výluhu (vyjádření obsahu jako mléčná kyselina nebo v etanolového výluhu (jako H_2SO_4); celozrnná mouka má vyšší obsah kyselin než bílá

Hodnota pH vodného výluhu

obvykle 6-6,8; nižší hodnoty indikují použití chloru při bělení

Důkaz přítomnosti námele (v žitné mouce)

námel vytváří v žitných klasech houba *Claviceps purpurea*

- mikroskopické vyšetření
- extrakce EtOH, měření absorbance při 499 a 538 nm

Aditiva mouky resp. těsta

- karamel
- křída – CaCO_3
- NaHCO_3
- askorbová kyselina, cystein
- fosforečnany $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$, $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$, $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$, $\text{NaAl}(\text{HPO}_4)_2$
- bělicí činidla: Cl_2 , ClO_2 , benzoylperoxid
- KBrO_3 , $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$
 - jodometrické stanovení bromičnanu:
$$\text{BrO}_3^- + 6 \text{I}^- + 6 \text{H}^+ \rightarrow 3 \text{I}_2 + \text{Br}^- + 3 \text{H}_2\text{O}$$
$$\text{I}_2 + 2 \text{S}_2\text{O}_3^{2-} \rightarrow 2 \text{I}^- + \text{S}_4\text{O}_6^{2-}$$
 - důkaz persíranu: 20 g mouky + 20 ml vody + ethanolový roztok benzidinu → modré zbarvení

Analýza chleba

Receptura: mouka, voda, droždí, sůl, přísady

	Celozrnný chléb	Tmavý chléb	Bílý chléb
Voda (%)	40	39	39
Bílkoviny (%)	8,5	9	8
Tuk (%)	2,7	2,2	1,7
Cukry (%)	2,1	1,8	1,8
Škrob a dextriny (%)	40	43	48
Vláknina (%)	8,5	5,1	2,7
Energie (kJ/100 g)	918	948	991

Standardní analytické metody

ČSN 56 0116 Metody zkoušení pekařských výrobků

Příprava předsušeného vzorku

- z bochníku se vyřízne výseč odpovídající 1/8 hmotnosti
- oddělí se kůrka ve vzdálenosti 15 mm od povrchu
- střídka se nakrájí na kostky o straně cca 5 mm
- kostky se zváží (hmotnost m_1) a vysuší při teplotě 45°C nebo při laboratorní teplotě a znovu zváží (hmotnost m_2)
- předsušený materiál se rozemele a uloží do prachovnice

Sušina

- odváží se přesně asi 10 g předsušeného vzorku (navážka m_3)
- vzorek se vysuší
 - při 130 °C po dobu 1 hod nebo
 - při 105 °C s mořským pískem do konstantní hmotnosti
- vzorek se znovu zváží (hmotnost m_4)

Výpočet: $p_{\text{suš}} = (m_2 / m_1) \cdot (m_4 / m_3) \cdot 100$ [%]

Další základní složky chleba

(bílkoviny, škrob, cukry, vláknina...):
stejně metody jako při analýze mouky

Chloridy resp. chlorid sodný

- příprava vzorku k analýze
 - buď zpopelnění a výluh popela v horké vodě
 - nebo výluh teplou vodou (50°C) bez předchozího zpopelnění, vysrážení bílkovin, neutralizace hydroxidem na fenolftalein
- argentometrické stanovení
 - Mohrova metoda (ČSN)
titrace roztokem AgNO_3 , indikátor K_2CrO_4
$$p(\text{NaCl}) = c_{(\text{Ag})} \cdot V_{(\text{Ag})} \cdot M_{(\text{NaCl})} / 10 \cdot m \quad [\%]$$
 - Volhardova metoda
reakce s nadbytkem AgNO_3 , zpětná titrace roztokem KSCN nebo NH_4SCN , indikátor $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$

Propionová kyselina

látka pro konzervaci chleba, která působí hlavně proti bakteriím *Bacillus subtilis* a *Serratia marcescens*, které vyvolávají barevné skvrny, nitkovitost a pach po hniječím ovoci a proti plísni *Monilia sitophila*, která vyvolává tvorbu červených skvrn

- izolace destilací s vodní párou nebo extrakcí ethylacetátem po okyselení
- stanovení metodou GC (nebo HPLC)

Analýza dalších druhů pečiva

Receptura může obsahovat také přidaný tuk, sacharosu (jiný cukr nebo náhradní sladidlo), med, vejce, mléko, kakao, ořechy, ovocnou složku...

Standardní metody

ČSN 56 0116 Metody zkoušení pekařských výrobků

ČSN 56 0130 Metody zkoušení cukrářských výrobků

Škrob

- vážkové stanovení
- polarimetrické stanovení: extrakce 0,31 M HCl, čiření Carrezovým činidlem, filtrace, měření otáčivosti; k 2. podílu extraktu se přidá 40 % EtOH (vysrážení škrobu), obsah škrobu se určí z rozdílu hodnot rotace obou roztoků

Sacharosa

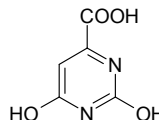
- polarimetrické stanovení: extrakce 80 % EtOH, čiření, měření otáčivosti
měrná otáčivost: + 66,5° ; po inverzi – 20,1° (invertní cukr)
- titrační stanovení po inverzi (hydrolyza HCl) reakcí s Cu²⁺ v alkalickém prostředí
 - podle Luffa-Schoorla
 - podle Schoorla
- HPLC

Tuk

vázkové stanovení extrakcí petroletherem po předchozí
částečné hydrolyze kys. chlorovodíkovou

Podíl mléka

- stanovení laktosy (normální obsah v sušině mléka 37 %)
- stanovení orotové kyseliny
spektrofotometrické stanovení:
extrakce vodou
reakce s p-dimethylaminobenzaldehydem
vznik oranžového zbarvení, měření A_{460}
obsah orotové kyseliny v sušině mléka je
430 (330-510) mg/kg



Podíl vajec (vaječného žloutku)

- stanovení cholesterolu
 - spektrofotometrická metoda (neselektivní)
 - enzymová spektrofotometrická metodaobsah cholesterolu v 1 žloutku cca 0,22 g
(nemusí pocházet jen z vajec ale i z živočišného tuku)
- stanovení celkových fosfolipidů:
extrakce lipidového podílu,
mineralizace směsí HNO_3 - H_2SO_4 , stanovení fosforu
hmotnost lecitinu ≈ 25 · hmotnost fosforu
obsah lecitinu v sušině vaječného žloutku: 20 %
průměrný obsah lecitinu v 1 vejci cca 1,2 g
obsah fosfolipidů v mouce cca 0,5 %

Podíl kakaa v pečivu

- stanovení theobrominu

- spektrofotometrická metoda
- HPLC

obsah theobrominu v kakau: 1,2 % (0,8-1,7)

- stanovení celkových alkaloidů:

extrakce chloroformem,

stanovení dusíku v extraktu podle Kjeldahla

obsah alkaloidů $\approx 3,36 \cdot$ obsah dusíku

obsah odtučněné kakaové hmoty = 33 \cdot obsah alkaloidů

Analýza a zkoušky těstovin

ČSN 56 0115

- Zkoušky vařením
 - 30 min záhřev při 96°C v 1 % roztoku NaCl
 - vaznost vody: zvýšení procentního obsahu vody po uvaření
 - bobtnavost: poměr objemu po a před uvařením
- Stanovení zlomků a příměsí, stanovení „očkovitosti“
- Stanovení vlhkosti: sušení při 130°C 60 min
- Stanovení popela: vážkově po zpopelnění při 900°C
- Stanovení písku: popel nerozpustný v 10 % HCl
- Stanovení kyselosti: roztření vzorku s vodou, vyluhování 30 min, titrace 0,1 M NaOH na fenolftalein
- Důkaz přibarvení: obarvení odtučněného bezbarvého vlněného vlákna

Vaječný obsah těstovin

- určení podle obsahu cholesterolu
- spektrofotometrické stanovení sterolů reakcí s acetanhydridem a kyselinou sírovou:
extrakce chloroformem, reakce s činidly při 55°C
→ modrozelené zbarvení, měření A_{620}
kalibrace v intervalu koncentrace cholesterolu 20-100 mg/l
stanovení není zcela specifické

Výpočet

počet vajec na 1 kg těstovin = $(a - 2900) / 2060$

a – stanovený obsah cholesterolu v těstovinách [mg/kg]

2900 střední obsah sterolů v pšeničné mouce [mg/kg]

2060 střední obsah cholesterolu v 1 vejci [mg]

Střední chyba cca 1/3 vejce/kg