



УКРАЇНА

(19) UA (11) 62608 (13) A

(51) 7 C 12C3/00, G01J3/00

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВІНАХІДВидається під
відповідальність
власника
патенту

(54) ЕКСПРЕС-МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АЛЬФА-КИСЛОТ В ХМЕЛІ

1

2

(21) 2003043387

(22) 15 04 2003

(24) 15 12 2003

(46) 15 12 2003, Бюл. № 12, 2003 р.

(72) Воронцова Світлана Іванівна, Носенко Володимир Єрофійович, Мелетєєв Анатолій Євгенович, Троценко Павло Олександрович

(73) НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ХАРЧОВИХ ТЕХНОЛОГІЙ

(57) Експрес-метод визначення вмісту альфа-кислот в хмелі, що передбачає вимірювання інтенсивності спектра дифузного відбивання, який відрізняється тим, що визначення здійснюються в інтервалі довжин хвиль 2,22-2,29 мкм з попереднім подрібненням зразка та просіюванням часток хмелю крізь сито з розмірами отворів 0,294-1 мм

Винахід відноситься до харчової промисловості, а саме, до пивоварного виробництва

Вміст альфа-кислот (АК) в хмелі найчастіше визначають кондуктометричним і спектрофотометричними методами. Кондуктометричний метод (за діючим стандартом) ґрунтується на вимірюванні сили струму, що проходить через екстракт гірких речовин у процесі титрування його оцтовокислим свинцем. Спектрофотометричний метод базується на залежності поглинання світла речовиною, яку визначають, від довжини хвилі світлового променя, що падає на неї. [Домарецький В. А. Технологія солоду та пива. Підруч. для студентів вищ. закл. освіти, що навч. за спец. "Технологія бродильн. вир-в. і виноробства" – К. Урожай, 1999 - с. 544].

Проте перераховані методи аналізу характеризуються складністю та необхідністю наявності дорогих приладів та хімічних реактивів, тривалістю визначень, а також тим, що в процесі аналізу відбуваються зміни хімічних речовин, в тому числі АК.

За прототип винаходу прийнятий метод інфрачервоної (ІЧ) спектроскопії в ближній області спектра. Це неdestructивний, експресний, екологічно безпечний метод. [Спосіб визначення загального вмісту дієтичних волокон за допомогою відбиваючої спектроскопії в ближній ІЧ - області - в зернових продуктах. Prediction of total dietary fiber in cereal products using near-infrared reflectance spectroscopy. Пат. 614699 США, МПК⁷ G01N21/35 USA Secretary of Agriculture, Barton Franklin E., Kays Sandra R., Windham William R. № 08/978761, Заявл. 26 11 1997, Опубл. 05 09 2000, НПК250/339 09]

В основу винаходу поставлено задачу створення експрес-методу визначення вмісту АК в хмелі без зміни його фізико-хімічних властивостей та показників якості, а також прискорення швидкості аналізу шляхом вимірювання інтенсивності спектрів дифузного відбивання подрібненого хмелю.

Поставлена задача вирішується тим, що експрес-метод визначення вмісту АК в хмелі передбачає вимірювання інтенсивності спектра дифузного відбивання. Згідно винаходу визначення здійснюється в інтервалі довжин хвиль 2,22–2,29 мкм з попереднім подрібненням зразка та просіюванням часток хмелю крізь сито з розмірами отворів 0,294-1 мм.

Причинно-наслідковий зв'язок між запропонованими ознаками і очікуваним технічним результатом буде в наступному. Основною вимогою до підготовки зразків є однаковий ступінь їх подрібнення, що легко досягається при використанні одного і того ж помелочного пристрою та сита. Принцип вимірювання має порівняльний характер, тому потребує в калібруванні за допомогою стандартних методів. Після вимірювання калібрувальної серії зразків та задавши відсоткову величину даного компонента в кожній пробі, розраховується лінійна регресія, по закінченні якої прилад автоматично видає константи, а також статистичні параметри, що характеризують калібрування. Однією настройкою прилад забезпечує надійні результати тривалий час. Тривалість аналізу (процесом 2 хвилини) включає в себе зняття спектра еталону, який є в приладі (зразка порівняння),

(19) UA (11) 62608 (13) A

зняття спектра зразка, що аналізується, та обробку отриманих оптичних даних

В даний час існує велика кількість ІЧ-аналізаторів, серед яких є складні дослідницькі прилади та більш прості - для масових аналізів. До останнього класу належить ІЧ-аналізатор "Інфрапід-61", за допомогою якого можна аналізувати як тверді, так і рідкі та пастоподібні продукти.

На основі проведеного аналізу літератури для оцінки якості хмелю пропонуємо використати експрес-метод аналізу, який базується на дослідженнях спектрів дифузного відбивання хмелю в ближній ІЧ-області в діапазоні довжин хвиль $\lambda=1,33-2,37\text{мкм}$. Досліди проводили на ІЧ-аналізаторі "Інфрапід-61" при автоматичному режимі реєстрації повного розсіяного спектру відбивання хмелю.

Результати проведених досліджень показують, що для просювання часток хмелю оптимальними розмірами отворів сита є 0,294-1мм, тому що крізь зазначені сита проходить більша масова частина подрібненого хмелю, а його дисперсність забезпечує рівномірну інтенсивність відбитого ІЧ-світла.

Експериментально встановлено, що згідно закону Бугера-Ламберта-Бера в інтервалі довжин хвиль 2,22-2,29мкм оптична густина ІЧ-спектру

лінійно залежить від вмісту АК в хмелі. Максимум поглинання ІЧ-випромінювання припадає на довжину хвилі $\lambda=2,27\text{мкм}$.

Сукупність всіх ознак методу, що заявляється, дозволяє досягти суттєвого результату - провели визначення вмісту АК в хмелі за 2 хвилини без використання хімічних реактивів. При цьому не відбуваються зміни фізико-хімічних властивостей зразка.

Спосіб, що пропонується, полягає в наступному. Зразки хмелю розмелювали на дробарці та просіювали крізь відповідне сито. Отриману пробу завантажували в кюветне відділення та за допомогою відповідної команди вимірювали оптичні дані, за результатами яких визначали вміст АК в хмелі.

Інтенсивність відбитого світла, а тому і точність аналізу, залежить від дисперсності подрібненого хмелю та рівномірності його розподілу по відбиваючій поверхні. Для проведення аналізу необхідно використовувати один і той же подрібнювальний пристрій та сита. В прикладі використовували систему сит, які розділяють наважку на шість фракцій на п'яти ситах відповідно до даних, наведених у таблиці.

Таблиця

Результати ситового аналізу подрібненого гранульованого хмелю сорту "Тетнангер"

Номер сита	Вид сита	Розмір отворів, мм	Маса фракції (сходу), г	Схід на даному ситі, %(мас)
2	Металічні пробивні	2	7,844	15,688
1		1	12,790	25,580
25	Капронові	0,294	15,942	31,884
35		0,219	4,765	9,530
43		0,185	4,696	9,392
Днище	—	—	3,963	7,926

Як видно з таблиці, раціональніше користуватися ситами розмірами отворів 0,294-1мм, оскільки саме крізь ці сита проходить максимальна кількість подрібненого хмелю.

Розглянемо кількісне визначення вмісту АК в хмелі. Для цього підготуємо вищезазначеним способом зразки гранульованого хмелю сортів "Клон 18", "Люблінер", "Тетнангер", "Традиційний" та "Норден Бревер" з масовою часткою АК 3,2, 4,6, 8, 10 та 16% відповідно та виміряємо інтенсивність спектру дифузного відбивання в інтервалі довжин хвиль 2,22-2,29мкм. Після зняття спектру розрахо-

ується оптична густина при довжині хвилі $\lambda=2,27\text{мкм}$, на яку припадає максимум поглинання ІЧ-випромінювання. Вміст АК в зразках хмелю контролювали кондуктометричним методом.

Побудову градуовальної кривої здійснюємо по залежності оптичної густини від вмісту АК в хмелі (Фіг.) Ця залежність має лінійний характер та описується рівнянням $y=0,0081x+0,3777$ з величиною достовірності апроксимації $R^2=0,9957$, користуючись яким можна визначити вміст АК досліджуваного зразка хмелю.

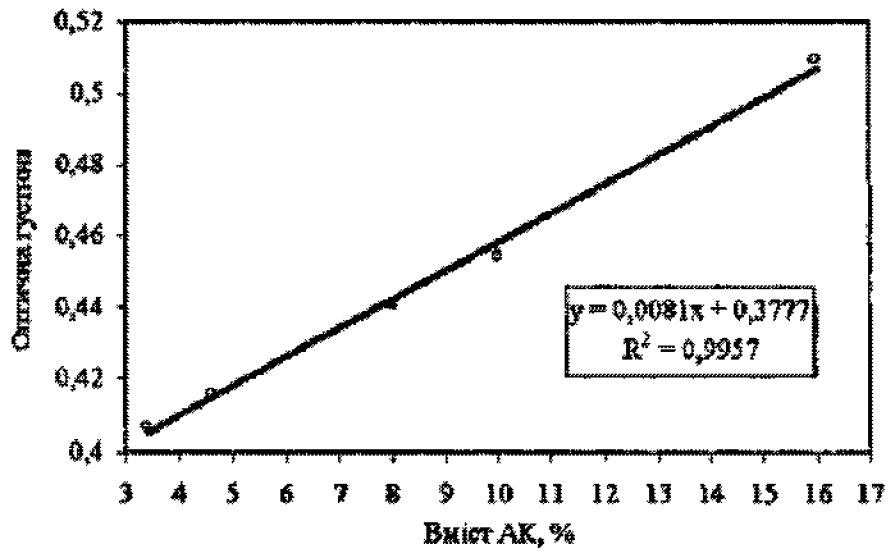


Рис. Залежність оптичної густини від вмісту АК в хмелі при $\lambda=2.27$