

TALLINNA INGLISE KOLLEDŽ
ANITA KUPRIJANOVITŠ

**RASVA JA VALGU SISALDUSE UURIMUS KUUES
ERINEVAS HOMMIKUHELBES JA VÕRDLUS NENDE
PAKENDIVÄÄRTUSTEGA**

JUHENDAJA LILIAN KIPPASTO

TÄNUSÕNAD

Soovin avaldada tänu isikutele, kes on mind uurimuse tegemise ajal aidanud ja toetanud.

Olen tänulik oma keemiaõpetajale Lilian Kippastole nõuannete ja motivatsiooni ning toetuse eest.

Eraldi soovin välja tuua Tallinna Tehnikaülikooli (TTÜ) Toiduainete Instituudi Toiduainete assistenti Erge Tedersood, kes juhendas mind TTÜ laboris, aitas toidukeemia põhimõtteid mõista ning abistas nõu ja küsimustega meetodi valmimisel.

Samuti sooviksin tänada oma kooli Tallinna Inglise Kolledžit, mis toetas minu uurimistööd TTÜ laboris rahaliselt.

Lõpetuseks tänan oma sõpru ja peret mõtete, toetuse ning minu koostatud küsimustikule vastamise eest.

SISSEJUHATUS

Uurimisküsimus on sõnastatud järgmiselt: milline on kuue erineva hommikuhelbemargi tegelik rasva- ja valgusisaldus ja kuidas erinevad väärtused pakendil antud väärtustest, kui hommikuhelbed on analüüsitud kuivatus-, Soxhleti toorrasva- ja Kjeldahli meetodi järgi?

Töö eesmärk on teha kindlaks, kas meetodid, mis on kasutuses tööstuslikus hommikuhelveste analüüsis, annavad sarnaseid tulemusi pakendiväärtustele, kui neid on analüüsitud Soxhleti toorrasva- ja Kjeldahli meetodi järgi.

Hommikusöök on kõige olulisem söögikord päevas ja hommikuhelbed pakuvad kõige toitainerikkamat ja madalarasvalisemat toiduvalikut hommikusöögiks.¹

Hommikuhelbed on pakendatud ja töödeldud toit, mis on mõeldud tarbimiseks hommikusöögiks.² Nad annavad olulise panuse päevase soovitatud toitainete koguse täitmiseks. Need soovitatavad toitained on tavaliselt jagatud viide rühma: süsivesikud, valgud, rasvad, vitamiinid ja mineraalid.³

Selles uurimistöös keskendusin ma valgu ja rasva analüüsile, sest süsivesikute, vitamiinide ja mineraalainete määramiseks on vaja täpsemaid teadmisi toidukeemia ja laboriseadmete kohta.

Minu uurimistöö tulemused on tähtsad seetõttu, et inimestel on vaja teada toitainete tõelisi väärtusi pakendatud toitutes, et olla kindlad oma dieeti tervislikkuses. Valed pakendiväärtused võivad põhjustada terviseprobleeme nagu toitainete üle- või alatarbimine. Tihtipeale võib see olla allergiate ja tõsiste tervisenähtude tekitajaks, ülesöömine ka surma põhjustajaks. Ülesöömisel ja terviseprobleemidel on keskkonnale väga suur mõju, sest nad põhjustavad liigset toodete tarbimist ning liigset energiakasutust, mõjutades negatiivselt ökoloogilist jalajälge⁴, mida iga isik endast keskkonnale maha jätab.

Minu uurimistöö on keskendunud lipiidide ja valkude ekstraheerimisele kuuest erinevast hommikuhelbetüübist, kasutades kuivatus-, Soxhleti toorrasva- ja Kjeldahli meetodit, mida kasutatakse ülikoolis toidukeemia kursusel. Valisin need meetodid seadmete kättesaadavuse tõttu ülikooli laboris, samuti täpsuse tõttu, mida need meetodid tagavad toiduanalüüsis.

Rasva ja valgu väärtuste sisalduse uurimine hommikuhelvestes on minu teemavalik sellepärast, et minu pere igapäevane dieet koosneb hommikuhelvestest. Seega uurisin, kas väide, et hommikuhelbed on madala rasva- ja kõrge valgusisaldusega, peab paika.

Samuti soovisin leida, kas on vahe minu analüüsist selgunud väärtustel ja pakendiväärtustel, et jagada tulemusi oma perekonna ja sõpradega, kes hommikuhelbeid söövad. Erinevate hommikuhelbemarkide arvu valik pärineb aparatuuri piirangutest; Soxhleti ja Kjeldahli aparaadid võivad teha maksimaalselt kuus proovi korraga. Kuna

¹“Importance of breakfast cereals” <http://www.agriculturalproductsindia.com/processed-foods-snacks/processed-foods-snacks-breakfast-cereals.html> (7.01.2013)

²*ibid.*

³“Breakfast cereals as sources of nutrition” http://ceereal.eu/documents/DOC_ASPE_BW2009_FLYER_2.pdf (7.01.2013)

⁴“Ecological footprint” <http://jalajalg.positium.ee/> (7.01.2013)

eksperimentaalne osa selles uuringus võttis aega kuni 20 tundi, siis enam kui kuue proovi uurimine oli ebasoodne.

Hommikuhelveste tüübid **valiti küsimustiku alusel**, mille palusin täita oma kooli keskkooliõpilastel. Küsimustik koostati internetis ning sisaldas küsimusi enimtarbitud hommikuhelveste nimede kohta. Küsimustik saadeti gümnaasiumiõpilastele ning pereliikmetele, kelle vastuste põhjal valisin kuus enimtarbitud hommikuhelbemarki.

Samuti olen arvestanud hommikuhelbeid, mida tarbime mina ja mu pere. Valisin kuus kõige sagedamini tarbitud hommikuhelbemarki oma pere ja kooliõpilaste seast, et anda tagasisidet pakendiväärtuste usaldusväärsuse kohta. Veel oli väga tähtis, et hommikuhelbed ei sisaldaks värvilisandeid, marju ega pähkleid, mis oleksid võinud minu uurimuse tulemusi mõjutada. Nimekiri kasutatud hommikuhelvestest on lisas 1.

1. TAUSTAINFO

1.1. HOMMIKUSÖÖGIHELVESTE KOOSTIS

Hommikusöögihelbed on valmistatud töödeldud teraviljast.⁵ Teravilja keemilist koostist iseloomustab suur tärglisesisaldus, suhteliselt kõrge valkude sisaldus ja suhteliselt madal rasvade sisaldus.⁶

1.2. HOMMIKUSÖÖGIHELVESTE TEHNILISED ASPEKTID

Teraviljade kasvatamiseks kasutatakse mitmeid erinevaid protsesse, mis mõjutavad lõpp-produkti tehnilisi ja toiteomadusi.⁷ Steriilse keskkonna tagamiseks kasutatakse töötlemisel roostevabast terasest masinaid, mida saab vajadusel põhjalikult puhastada ja veeauruga steriliseerida. Teravilja puhtust kontrollitakse tehasesse saabumisel, küpsetamisel ja lõpp-produkti vormimisel. Korrekse küpsetamise ja vormimise jaoks jälgitakse pidevalt teravilja temperatuuri- ja niiskuse taset.⁸

1.3. RASVADE JA VALKUDE MÕJU TERVISELE

Täiskasvanute tervislik toitumine tähendab seda, et kogu saadavast energiast peavad rasvad andma 25–30%, valgud 10–15% ja süsivesikud 55–60%.⁹

⁵ "Breakfast cereal" <http://www.madehow.com/Volume-3/Cereal.html> (15.12.2012)

⁶ "Chemical composition of cereals" <http://www.eolss.net/sample-chapters/c10/E5-08-07-00.pdf> (15.12.2012)

⁷ *ibid.*

⁸ *ibid.*

⁹ "Basics of healthy nutrition" <http://www.toitumine.ee/toitumise-pohitoed-2/> (last accessed 15.12.2012)

Rasvu on kehal vaja energia hoiustamiseks. Rasvad on pikaajalised energiahoiustajad – kuna nad vees ei lahustu, siis on nende transport kehas raskendatud. Rasvad aitavad kehal imendada rasvlahustuvaid vitamiine nagu A-, E-, D- ja K-vitamiin. Liigne rasvade tarbimine võib viia südame-veresoonkonna haigusteni. Küllastunud rasv on eriti kahjulik, kuna võib põhjustada kõrget kolesteroolitaset veres, mis omakorda põhjustab südamehaigusi ning infarkti. Kõrge rasvasisaldus täiskasvanud inimese dieedis tõstab artriidi-, diabeedi- ja vähiriski.¹⁰

Valgud on vajalikud organismi kasvuks ja arenguks, ensüümide ja hormoonide tootmiseks ning on seotud immuunsüsteemi kaitsmisega. Valkude ületarbimine võib kahjustada neerusid, sest aminohapetest tekkiv lämmastik eemaldatakse ja hõlmatakse uriini, mis väljutatakse neerude abiga. Samuti võib kõrge valkude sisaldus kehas mõjutada kaltsiumi tasakaalu ning soodustada mineraalainete kadu luudest.¹¹

Haigused, mida võivad tekitada rasvade ja valkude ülesöömine, mõjutavad peale indiviidi tervise ka keskkonda. Ülesöömise üks tagajärg on kaalutõus, mis mõjutab otseselt tööstuste ületootmist. Ülekaalulised inimesed kasutavad suuremas koguses toitu, ravimeid, energiat, vett ning väheliikuvad inimesed ka rohkem kütust. Inimesed, kes kannatavad ülesöömisest tekitatud haiguste all, vajavad suures koguses ravimeid. Suurenenud tarbimine reostab aga keskkonda ning mõjutab seeläbi kogu inimkonda.

1.4. RASVADE SISALDUS TOITUDES

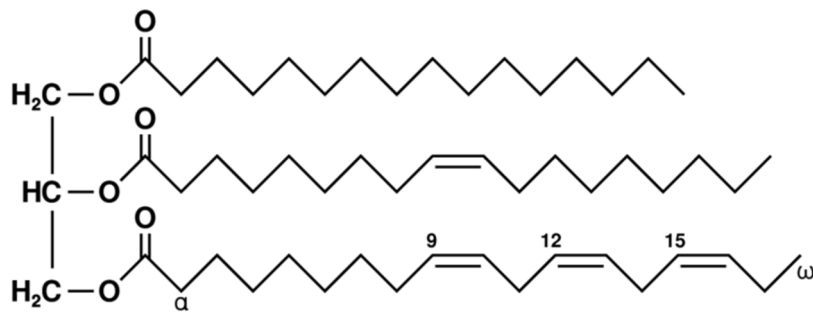
Toidud sisaldavad erinevaid rasvu, kuid üldjuhul on kõige tähtsamad neist mittepolaarsed triglütseriidid ja polaarsed fosfolipiidid. Vedelaid triglütseriide nimetatakse toatemperatuuril õlideks ja nad on üldiselt taimset päritolu. Tahkeid triglütseriide nimetatakse rasvadeks.¹²

¹⁰“Overconsumption of lipids“ <http://www.livestrong.com/article/367417-why-is-consuming-too-many-lipids-bad-for-you/#ixzz2GFoxYbKr> (last accessed 25.12.2012)

¹¹“Recommended value of proteins” <http://www.toitumine.ee/valgud-2/> (last accessed 25.12.2012)

¹²Nielsen S., “Food Analysis Laboratory Manual Third edition” lk 115 (2.01.2013)

Pilt nr 1. Triglutseriidide keemiline struktuur¹³



Definitsiooni järgi on lipiidid orgaanilises lahustis lahustuvad ja vees mittelahustuvad. Vees mittelahustuvus on põhiline omadus, mida kasutatakse toidus lipiidide eraldamiseks valkude, vee ja süsivesinike seast.

1.4.1. Analüütilised meetodid rasvasisalduse määramiseks

Glükolipiidid on hea lahustuvusega alkoholis ja madala lahustuvusega heksaanis. Triglutseriidid on jällegi hästi lahustuvad heksaanis ja petrooleumeetris, mis on mittepolaarsed lahustid. Lipiidide edukaks eraldamiseks on vaja lõhkuda sidemed lipiidide, valkude ja süsivesinike vahel, et lipiidid vabaneksid ja lahustuksid orgaanilises lahustis ekstraheerimisel.¹⁴

Proovi peab ette valmistama enne lipiidide uurimist. Seda tehakse vee eraldamise, osakeste suuruse vähendamise või lipiidide temaga seotud valkudest ja süsivesinikest eraldamise abil.¹⁵

1.4.1.1. Proovi eelkuivatus

Lipiide ei saa tõhusalt ekstraheerida, kui proov sisaldab vett, sest lahusti ei saa oma hüdrofoobsuse tõttu tungida läbi niiske toidu kudede. Esiteks tuleb proov kuivatada, kuid mitte liiga kõrgel temperatuuril, sest mõned lipiidid seonduvad valkude ja süsivesikutega ning neid on raskem orgaaniliste lahustitega ekstraheerida. Seega on vaakumahjus tehtud kuivatusmeetod hea valik, kuna madal temperatuur tõstab proovi pindala tõhusamaks lipiidide ekstraheerimiseks ning lõhub rasva-vee emulsiooni. See muudab rasva orgaanilises lahustis kergesti lahustuvaks ning aitab rasva vabastamisel toidukudedest.¹⁶

¹³ "Triacylglycerol structure" http://en.wikipedia.org/wiki/File:Fat_triglyceride_shorthand_formula.PNG (5.01.2013)

¹⁴ Nielsen S., "Food Analysis Laboratory Manual Third edition" lk 116 (2.01.2013)

¹⁵ *ibid.* (2.01.2013)

¹⁶ Nielsen S., "Food Analysis Laboratory Manual Third edition" lk 117 (2.01.2013)

1.4.1.2. Proovi osakeste suuruse vähendamine

Rasvade ekstraheerimise tõhusus kuivatatud proovist sõltub osakese suurusest, seega proovi piisav purustamine on väga tähtis. Paremaks ekstraheerimiseks asetatakse proov kiirekäigulisse purustamisaparaati, näiteks mikserisse.¹⁷ Selles uurimuses kasutasin kohvimikserit, et tagada kõigil hommikuhelvestel sama suurusega osakesi.

1.4.2. TOORRASVA SISALDUSE MÄÄRAMINE SOXHLETI MEETODIGA

Selles uurimuses kasutasin ma Soxhleti meetodit, sest Soxhleti meetod on toiduanalüüsis väga levinud ning seadmed on olemas TTÜ laboris. Meetodi kirjeldus on seletatud peatükis 5.2. Joonised 5–7 illustreerivad meetodis kasutatud aparatuuri ja seadmeid ning protsessi ennast. Soxhleti meetodis tuleb proovi pindala suurendada, et kiirendada ja aidata kaasa rasva ekstraheerimisel ning selles katses on kasutatud vaakumahju kuivatusmeetodit.¹⁸

1.4.2.1. Niiskusesisalduse määramine hommikuhelvestes kuivatusmeetodiga

Toidu niiskusesisaldust saab määrata mitme erineva meetodiga, millel on nii häid kui ka halbu külgi.¹⁹

Selles uurimuses on kasutatud vaakumahju kuivatusmeetodit seadmete olemasolu tõttu TTÜ laboris. Selles meetodis kuumutatakse proov määratletud asjaoludel ning massimuutust proovis kasutatakse niiskusesisalduse väljaarvutamiseks. Vaakumahju kuivatusmeetod kestab umbes 3–5 tundi.²⁰

1.5. VALKUDE SISALDUS TOITUDES

Valgud erinevad molaarmassis, laengu- ja polaarsetes omadustes, mis mõjutavad toiduainetes bioloogilist aktiivsust, toiteväärtust ja funktsionaalset rolli.²¹ Valgud koosnevad elementidest, mille seas on ka vesinik, süsinik, lämmastik, hapnik ja väävel, kuid kõige eristatavam element valkudes on lämmastik.

Valgusisalduse mõõtmiseks on välja töötatud arvukalt meetodeid. Nende meetodite peamised eesmärgid on lämmastiku, peptiidsidemete, aromaatsete aminohapete, valkude UV neeldumiskoeffitsiendi ja valguse hajutamise omaduste määramist. Mina olen oma katse jaoks

¹⁷ *ibid.* (2.01.2013)

¹⁸ Nielsen S., "Food Analysis Laboratory Manual Second edition" lk 21 (2.01.2013)

¹⁹ *ibid.*

²⁰ Nielsen S., "Food Analysis Laboratory Manual Second edition" lk 21 (2.01.2013)

²¹ Sikorski E.Z., "Chemical and Functional Properties of Food Components Third edition", lk 130, 2007

valinud lämmastiku sisalduse määramise meetodi, kuna see usutakse olevat kõige täpsemate tulemuste andja toiduanalüüsis.²²

1.5.1. Analüütilised meetodid valgusisalduse määramiseks lämmastiku määramisel

Valgusisaldust toitudes lämmastiku määramise abiga saab määrata Kjeldahli meetodi ja lämmastiku põlemise (Dumas') meetodite järgi. Kuigi Kjeldahli meetodit on kasutatud laialdaselt üle saja aasta, on automatiseeritud seadmete uuenduslikkus esile tõstnud Dumas' meetodi, mis on mitmel juhul Kjeldahli meetodi ka asendanud²³. Minu valikuks osutus siiski Kjeldahli meetod, sest see aparatuur oli ülikooli laboris olemas ja kättesaadav.

1.5.2. Valgusisalduse määramine Kjeldahli meetodi järgi

1.5.2.1. Põhimõte

Selle katse alus on orgaanilise ühendi oksüdatsioon, kasutades tugevat väävelhapet. Süsinik, mida sisaldab orgaaniline materjal, oksüdeerub süsinikdioksiidiks, ning vesinik veeks.

Lämmastik amiinrühmadest muudetakse ammooniumiooniks, mis lahustub oksüdeeruvas lahuses ning hiljem muudetakse ammooniumgaasiks. Analüüsi tulemused esindavad toorrasva sisaldust toidus, kuna lämmastik eraldub ka ühenditest, mis ei sisalda valku.²⁴ Protsesse saab kirjeldada üldise võrrandiga:

$2\text{NH}_2(\text{CH}_2)_2\text{COOH}$ (tahke) + $12\text{H}_2\text{SO}_4$ (vedel) = $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ (vesilahus) + 6CO_2 g + 12SO_2 g + $16\text{H}_2\text{O}$ (vedel)²⁵ ja on näidatud ka alapealkirja 5.3 all.

1.5.2.2. Üldine meetod

1. Lagundamine

Proov kaalutakse enne katset lagundamiskolbi, seejärel lagundatakse väävelhappe²⁶, veevaba naatriumsulfaadi²⁷ ja katalüsaatori (vask, seleen, titaan või elavhõbe)²⁸ juuresolekul. Seedimine muudab mis tahes lämmastiku toidus²⁹ ammoniaagiks ja muu orgaanilise aine CO₂-ks ja H₂O-ks. Ammooniumgaas ei ole lahuses vabanenud, sest ammoniaak ammooniumiooni (NH₄⁺) kujul on seondunud sulfaadi iooniga (SO₄²⁻) ja jääb seega

²² Nielsen S., "Food Analysis Laboratory Manual Third edition" lk 133 (2.01.2013)

²³ Nielsen S., "Food Analysis Laboratory Manual Second edition" lk 41 (2.01.2013)

²⁴ Food Analysis Laboratory Manual Second edition by S. Suzanne Nielsen lk 41 (2.01.2013)

²⁵ Tallinna Tehnikaülikooli arhiiv

²⁶ Oksüdeeriv aine, mille abil seeditakse toitu.

²⁷ Et reaktsiooni esinemist keemispunkti tõstmisega kiirendada.

²⁸ Et reaktsiooni esinemist kiirendada.

²⁹ Muu kui see, mis on nitraadi või nitriti kujul.

2. EKSPERIMENTAALNE OSA – MEETOD

(Vaata lisa 1 ainete ja materjalide nimekirja jaoks)

Rasva ja valgu sisalduse määramine hommikuhelvestes oli raske ülesanne, sest kõik meetodid olid keerukad ning sisaldasid tööpõhimõtteid, mida oli ilma neid enne koolis õppimata raske mõista. Meetodid põhinevad mitmel allikal ja on minu poolt modifitseeritud. Minu peamine allikas on Tallinna Tehnikaülikooli laboriarhiiv.

Rasva- ja valgusisaldus hommikuhelvestes on analüüsitud kolme eksperimendi kaudu. Esiteks määratakse niiskusesisaldus hommikuhelvestes, et lõhkuda rasva-veesegu, mis muudab rasva lahustis kergesti lahustuvaks ja laseb sellel toidukudedest vabaneda, aidates sellega kaasa rasva ekstraktsioonile.³⁶ Järgmiseks määratakse kolme sammuga valgusisaldus (lagundamine, neutralisatsioon, tiitrimine). Neist aeganõudvaim on valgu sisalduse määramine, mis sisaldab tagasitiitrimist ja arvutusi.

Eksperimentide jaoks püstitasin **hüpoteesi**: kui rasvade ja valkude kogust grammides analüüsitakse kuues erinevas hommikuhelbetüübis kuivatus-, Soxhleti toorrasva- ja Kjeldahli meetodiga, siis uurimuse tulemused on sarnased pakendiväärtustega, sest neid eksperimentaalseid meetodeid kasutatakse toidukeemia kursusel ülikoolides ja nende meetodite usaldusväärsus on toetatud kirjandusliku analüüsiga.

2.1. NIISKUSESISALDUSE MÄÄRAMINE KUIVATUSMEETODIL

Põhimõte

Vee eemaldamiseks kuumutatakse proov madala rõhuga keskkonnas. Proovi massimuutust kasutatakse niiskusesisalduse määramiseks arvutustega.

Meetod:

1. Vii kuumutuskapp ettenähtud temperatuurini (105 °C).
2. Märghista kaalukaunid ja kaalu neid täpselt ($\pm 0,01$ g).
3. Aseta puhtad ja nummerdatud kaalukaunid termostaatilisel kontrollitud kuumutuskappi 105 °C juurde kümneks minutiks.³⁷
4. Aseta kaalukaunid eksikaatorisse 15–20 minutiks³⁸ ja kaalu neid 0,01 g täpsusega.
5. Peenesta umbes 5 g proovi.
6. Kaalu umbes 5 g igasse kaalukaussi 0,01 g täpsusega.

³⁵ *ibid.*

³⁶ Food Analysis Laboratory Manual Third edition by S. Suzanne Nielsen lk 21 (2.01.2013)

³⁷ Kõik kaalukaunid peavad olema kuumutuskapis kuivatatud, enne kui neid eksperimendis kasutatakse. See on tähtis kaalukausside kaalust tuleneva vea vähendamisel.

³⁸ Kaalukausside kaaned peavad samuti olema kuivatatud enne kasutamist, et nende kaalu stabiliseerida.

7. Aseta avatud kaalukaasid ja alumiiniumkaaned (ära sulge kaalukausse kaantega)³⁹ kuumutuskappi 105 °C juurde kaheks tunniks.
8. Kuivatamise lõpus sulge kaalukaasid alumiiniumkaantega ja tõsta kaasid tiiglitangide abil kapist välja.⁴⁰
9. Aseta kaalukaasid eksikaatorisse ning jahuta neid 20–30 minuti jooksul.⁴¹
10. Kaalu kaalukaasid uuritava prooviga ($\pm 0,01$ g).
11. Arvuta välja uuritava proovi niiskusesisaldus.⁴²

Allpool on toodud pildid niiskusesisalduse määramisest ülikooli laboris:

Joonis nr 2. Kaalukausside asetamine kuivatuskappi niiskusesisalduse analüüsiks (7. samm)



Samm 7: asetatakse avatud kaalukaasid ja alumiiniumkaaned (ära sulge kausse!) kuivatuskappi 105 °C juurde. Sellel pildil on kaks suletud kaussi, sest pilt oli tehtud enne nende avamist.

Joonis nr 3. Kaalukausside väljatõstmine tiiglitangidega (8. samm)



Samm 8: kuivatusprotsessi lõppedes sulge tiiglitangide abil kaalukaasid alumiiniumkaantega ja tõsta kaasid tiiglitangide abil kuivatuskapist välja.

³⁹ Kui kaas on metallist, siis tuleb seda kuivatuskapis eraldi kuivatada, et aidata kaasa niiskuse aurustumisele

⁴⁰ Kasuta ainult tiiglitange kaalukausside väljatõstmiseks. Isegi näpupäljed lisavad kaalu.

⁴¹ Kaalukaasid peavad olema jahutatud kaalu stabiliseerimiseks.

⁴² Valem on lisas 2.

Joonis nr 4. Kaalukausside asetamine eksikaatorisse pärast kuivatust (samm 9)



Samm 9: aeta kaalukaussid eksikaatorisse 20–30 minutiks, kuni proov on jahtunud toatemperatuurini.

2.2. TOORRASVA SISALDUSE MÄÄRAMINE SOXHLETI MEETODIL

Põhimõte

Proovi ekstraheerimisel koguneb lahusti ekstraktsioonikambris 5–10 minutit ja siis ümbritseb proovi täielikult. Hiljem väljub see läbi poorsete ekstraktsioonitopside rasva kogumiseks ettenähtud klaastopsidesse.⁴³

Meetod:

1. Kaalu u 2,00 g eelnevalt kuivatatud proovi analüütilisel kaalul ($\pm 0,01$ g) spetsiaalsetesse tselluloosist ekstraktsioonitopsidesse, mille poorsus on piisav, et tagada heksaani kiire läbivool.⁴⁴
2. Kaalu rasva kogumiseks mõeldud tühjad klaasist topsid ($\pm 0,01$ g).
3. Ühenda ekstraktsioonitopsid kinnastatult magneti abil topsiadapteritega.
4. Tõsta topsid nuppude abil ülemisse asendisse.
5. Mõõda mõõtesilindriga u 50 ml heksaani ($\pm 0,05$ ml).⁴⁵
6. Kalla 50 ml heksaani klaasist kaalutopsidesse.
7. Aeta heksaaniga täidetud klaastopsid kütteleadile.
8. Järgi tootja juhiseid aparaadi sisselülitamiseks ja ekstraktsiooniprogrammi käivitamiseks.

⁴³ Food Analysis Laboratory Manual Third edition by S. Suzanne Nielsen lk 118 (4.01.2013)

⁴⁴ Hüdroliüs lõhub iooniliselt ja kovalentselt ühendunud rasvad kergesti ekstraheeruvateks.

⁴⁵ Lahusti peaks olema sobilik rasvade ekstraheerimiseks ja vähe- või mitesobilik valgu ja süsivesikute ekstraheerimiseks. Lahusti peaks olema kergesti aurustuv, ei tohiks jätta jääki, olema mittepeõlev ja mittekahjulik vedelas ja aurustunud olekus.

9. Pärast ekstraktsiooni lõppu aseta klaastopsid eksikaatorisse, kuni nad jahtuvad toatemperatuurini.
10. Kaalu klaastopse ($\pm 0,01$ g).
11. Arvuta välja toorrasvasisaldus helvestes.⁴⁶

Allpool on toodud pildid rasvasisalduse määramisest laboris.

Joonis nr 5. Soxhleti toorrasvaekstraktsiooniaparaat peapaneeliga



Joonis nr 6. Tselluloosist ekstraktsioonitopsid kasutatud eksperimendis



⁴⁶ Valem on lisa 2.

Joonis nr 7. Ekstraktsiooniprotsess Soxhleti aparaadiga



2.3. ÜLDLÄMMASTIKU MÄÄRAMINE KJELDAHLI MEETODI JÄRGI

Ohud, hoiatused!

Kontsentreeritud väävelhape ja naatriumhüdroksiid on söövitavad; väldi aurude sissehingamist ja kokkupuudet naha või riietega. Kanna korrosioonikindlaid kindaid ja kaitseprille kogu katse vältel. Lagundamisprotsess korralda tõmbekapi all.

Meetod:

1. Lagundamine (tee parallelelekspriimendid iga hommikuhelbemargi jaoks)

1. Käivita lagundamisplukk ja kuumuta see vajaliku temperatuurini.
2. Kaalu u 0,1–2,0 g igat hommikuhelbetüüpi ($\pm 0,01$ g). Märki nende kaal.
3. Märgista lagundamiseks mõeldud kolvid markeriga.
4. Aseta iga hommikuhelbes eraldi lagunduskolbi nii, et helbed ei puutuks kolviäärega kokku.
5. Lisa 15–20 ml kontsentreeritud väävelhapet (H_2SO_4) nii, et oleks võimalik maha pesta kolvikaelale sattunud uuritava aine osakesed.
6. Lisa ligikaudu 0,5 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ katalüsaatorit, liigutades kolbi nii, et uuritav aine kattuks ühtlaselt väävelhappega ja seguneks katalüsaatoriga.
7. Aseta lagunduskolvid lagundamisplukki. Kata kolvid veega täidetud ümarkorkidega. Kuumuta intensiivselt temperatuuril $330\text{ }^\circ\text{C}$.
8. Lõpeta keetmine, kui reaktsioonisegu on muutunud läbipaistvaks.
9. Jätka keetmist veel pool tundi, et veenduda lämmastiku täielikus üleminekus ammoniumsulfaadiks.
10. Lase kolvi sisul jahtuda.
11. Lahjenda proovi ettevaatlikult destilleeritud veega. Keeruta igat kolbi.

II. Destillatsioon

1. Järgi tootja juhiseid destillatsioonisüsteemi käivitamiseks.
2. Lisa mõõtesilindriga 50 ml destilleeritud vett ($\pm 0,05$ ml), aseta kolb seadmesse ja sulge süsteem.
3. Pipeteeri vastuvõtukolbi 20 ml 0,1 N väävelhappe (H_2SO_4) lahust ja lisa segaindikaatorit metüülpunane. Aseta vastuvõtukolb destillatsioonisüsteemi. Jälgi, et süsteemist tulev toru on asetatud vastuvõtukolvi väävelhappelahusesse.
4. Kui kolvis tekib tume sade, võib alustada destillatsiooniga. Kui aga sadet on liiga vähe, tuleb lisada NaOH lahust. Destillatsiooni käigus kogutakse destillaat vastuvõtukolbi.⁴⁷
5. Destillatsiooni lõppedes loputatakse vastuvõtukolbi ulatava toru ots destilleeritud veega.
6. Ühe proovi destilleerimise lõppedes jätkka samme 2–5 uue prooviga.
7. Pärast kõikide proovide analüüsimist järgi tootja juhiseid süsteemi sulgemiseks.

III. Tiitrimine

1. Märki leelise ja happe normaalsus⁴⁸, mida kasutad katses.
2. Tiitri tagasi 0,1 N happe liig, mis ei ole seotud üledestilleerunud ammoniaagiga 0,1 N leelisega, kuni värvuse üleminekuni roheliseks. Märki tiitrimiseks kulunud leelise hulk.
3. Arvuta ammoniaagiga seotud happe hulk milliliitrites.
4. Arvuta valgu sisaldus igas hommikuhelbeproovis.⁴⁹

⁴⁷ Kui kolvi sisu lillakas-punane värv muutub destillatsiooni käigus roheliseks, on kaalutud proovi kogus liiga suur ja eraldunud ammoniaak on täielikult neutraliseerinud vastuvõtukolvis oleva happe. Sellisel juhul tuleb hapet juurde pipeteerida.

⁴⁸ Normaalne kontsentratsioon ehk normaalsus näitab suurust, mis näitab lahustunud aine grammekvivalentide arvu ühes liitris lahuses.

⁴⁹ Valem on lisas 3.

Allpool on toodud pildid Kjeldahli eksperimentidist TTÜ laboris.



Joonis nr 8. Hommikuhelveste proov
Kjeldahli kolbides koos katalüsaatoriga enne keemist

Joonis nr 9. Värvitu reaktsioonisegu Kjeldahli kolbides pärast keemist



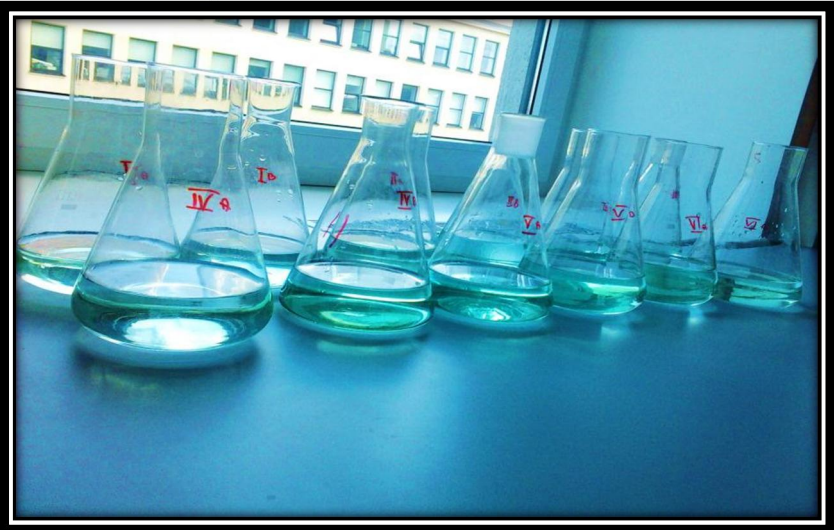
Joonis nr 10. Kjeldahli kolb vastuvõtukolviga ühendatud destillatsiooniühendi külge destillatsiooniprotsessi käigus



Joonis nr 11. Destillatsiooni protsessi tulemus enne tagasitiitrimist



Joonis nr 12. Tagasitiitrimise tulemus vastuvõtukolvis



3. EKSPERIMENTAALNE OSA – TULEMUSED

(Vaata lisa 2 kogutud andmetabelite ja arvutuste jaoks)

Lõplikud tulemused

Tulemused, mis näitavad rasva- ja valgusisaldust pakendiväärtustel minu katsetulemustega võrdluses, on esitatud tabelis nr 1; rasva- ja valgusisalduse võrdlus eraldi on näidatud graafikutel 1 ja 2.

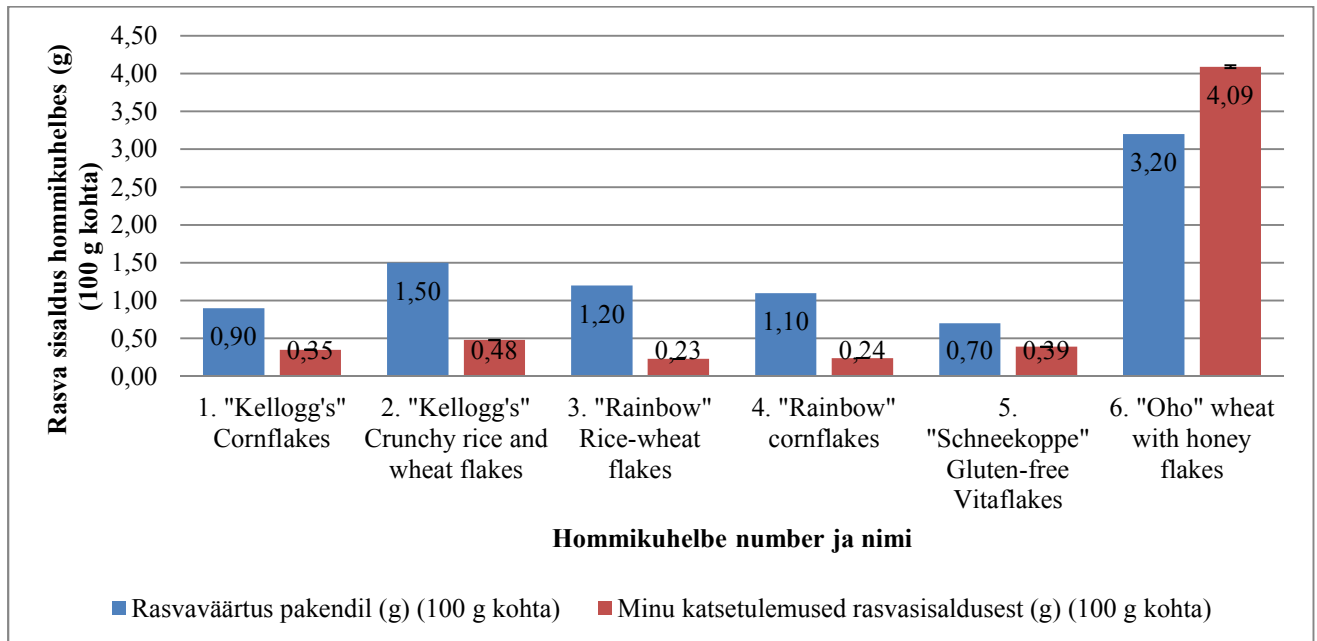
Tabel nr 1. Kuue erineva hommikuhelbe rasva ja valgu pakendiväärtused grammides 100 grammi kohta võrdluses minu katsete tulemustega

Hommikuhelbe number ja nimi	Rasvaväärtus pakendil (g) (100 g kohta)	Minu katsetulemused rasvasisaldusest (g) (100 g kohta) $\pm 1\%$ ⁵⁰	Valguväärtus pakendil (g) (100 g kohta)	Minu katsetulemused valgusisaldusest (g) (100 g kohta) $\pm 0.5\%$ ⁵¹
1. Kellogg's Cornflakes	0,90	0,35	7,00	6,25
2. Kellogg's Crunchy Rice and Wheat Flakes	1,50	0,48	14,00	14,07
3. Rainbow Rice-wheat Flakes	1,20	0,23	12,00	12,43
4. Rainbow Cornflakes	1,10	0,24	8,00	6,87
5. Schneekoppe Gluten-free Vitaflakes	0,70	0,39	7,00	5,61
6. Oho Wheat With Honey	3,20	4,09	7,50	7,23

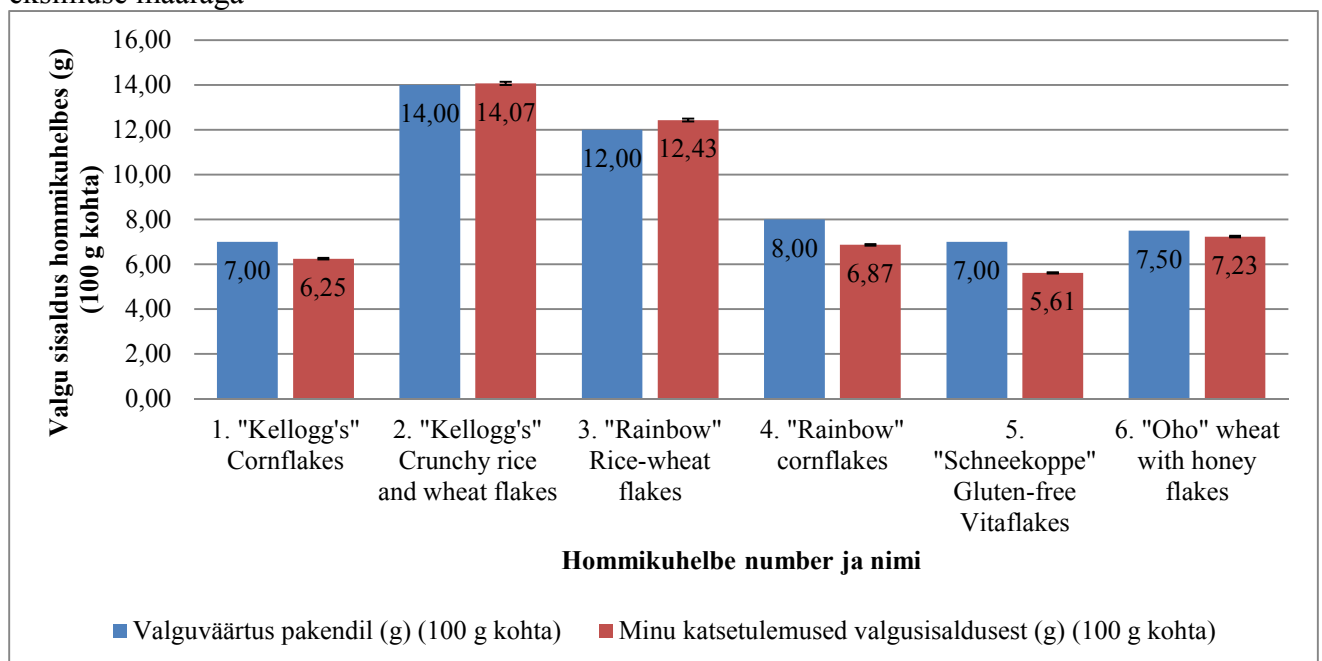
⁵⁰ Soxhleti aparraadi viga on $\pm 1\%$

⁵¹ Kjeldahli aparraadi viga on $\pm 0.5\%$

Graafik nr 1. Kuue erineva hommikuhelbemargi pakendiväärtuste rasvasisalduse võrdlus minu katsetulemustega grammides 100 grammi kohta koos aparaadiga kaasaantud võimaliku eksimuse määraga



Graafik nr 2. Kuue erineva hommikuhelbemargi pakendiväärtuste valgusisalduse võrdlus minu katsetulemustega grammides 100 grammi kohta koos aparaadiga kaasaantud võimaliku eksimuse määraga



Graafikute analüüs on alapealkirja 7.2. Tulemuste analüüs all.

4. EKSPERIMENTAALNE OSA – ANALÜÜS

4.1. PROTSENDI KÕRVALEKALLE

Tulemuste analüüsiks oli tähtis leida minu katse tulemuste ja pakendiväärtuste erinevus. Selleks kasutasin ma valemit protsendi kõrvalekalde arvutamiseks.⁵²

$$\text{Protsendi kõrvalekalle} = \left| \frac{\text{Katsetulemus} - \text{Leppeline väärtus}}{\text{Leppeline väärtus}} \right| \times 100$$

$$\text{Rasvasisaldus hommikuhelbes nr 1} = \left| \frac{0,35 - 0,90}{0,90} \right| \times 100 = 61,1 \%$$

$$\text{Valgusisaldus hommikuhelbes nr 1} = \left| \frac{6,5 - 7,0}{7,0} \right| \times 100 = 7,14 \%$$

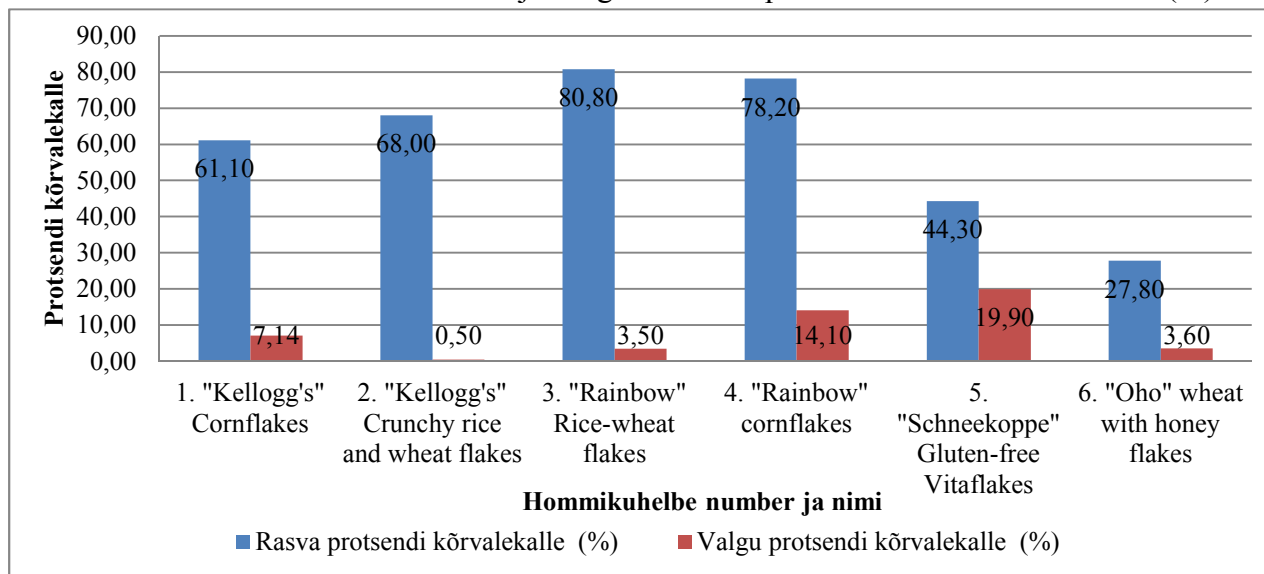
Nüüd on kõik katsetulemused protsendi kõrvalekaldega esitatud tabelis:

Tabel nr 2. Protsendi kõrvalekalde väärtus rasva ja valgusisalduses 100 grammi kohta kuues erinevas hommikuhelbes võrreldes minu katsetulemustega 100 grammi kohta

Hommikuhelbe number ja nimi	Rasva protsendi kõrvalekalle (pk) (%)	Valgu pk (%)
1. Kellogg's Cornflakes	61,1	7,14
2. Kellogg's Crunchy Rice and Wheat Flakes	68,0	0,50
3. Rainbow Rice-wheat Flakes	80,8	3,50
4. Rainbow Cornflakes	78,2	14,1
5. Schneekoppe Gluten-free Vitaflakes	44,3	19,9
6. Oho Wheat With Honey	27,8	3,60

Tabelis esitatud tulemused on allpool esitatud graafikus ning tulemused on analüüsitud alapealkirjas **7.2. Tulemuste analüüs**.

Graafik nr 3. Graafiline esitus rasva ja valgu väärtuse protsendilisest kõrvalekaldest (%)



⁵² Chemistry International Baccalaureate Book by John Green, Sadru Damji Chapter 1, lk 29 (15.01.2013)

4.2. TULEMUSTE ANALÜÜS

4.2.1. Rasvasisalduse analüüs

Minu **uurimuse eesmärk** teha kindlaks, kas ülikooli laboris järele proovitud meetodid, mis on kasutuses tööstuslikus hommikuhelveste analüüsis, annavad sarnaseid tulemusi pakendiväärtustele, oli täidetud ning **uurimisküsimus** oli vastatud järgmiste tulemustega.

Graafikutelt 1 ja 3 on näha, et **madalaima protsendi kõrvalekaldega** on hommikuhelbes nr 6, Oho Wheat With Honey Flakes, kus kõrvalekalle on 27,80%.

Kuna selles hommikuhelbes on kuuest hommikuhelbest kõige kõrgem rasvasisalduse pakiväärtus (4,09 g), siis suureneb võimalus minu tulemuste sarnanemisele pakendiväärtustega, sest ekstraktsiooniprotsessi ajal saab heksaanilahusti toimida kõige rohkem mittepolaarsete triglütseriididega. Erinevus kuuenda hommikuhelbemargi pakendi- ja katsetulemustel on $4,09 - 3,20 = 0,89$ (g).

Kasvavas järjekorras on viienda hommikuhelbetüübi protsendi kõrvalekalle 44,30%, pakendiväärtuste ja katsetulemuste erinevus on 0,31 (g). Protsendi kõrvalekalle hommikuhelbes nr 1 on 61,10% ja tulemuste erinevus on 0,55 (g). Protsendi kõrvalekalle hommikuhelbes nr 2 on 68,00% ja tulemuste erinevus on 1,02 (g). Protsendi kõrvalekalle hommikuhelbes nr 4 on 78,20% ja tulemuste erinevus on 0,86(g). **Suurima veaprotsendiga** on hommikuhelbed nr 3, kus viga on 80,80% ja tulemuste erinevus on 0,97 (g).

Graafikute 1 ja 3 andmetelt saab tuletada, et protsendi kõrvalekalle on kõrgeim hommikuhelvestes, milles on kuuest valitust tüübist kõige madalam rasvasisaldus. Kuigi minu katsetulemuste erinevus pakendiväärtustest on alates 0,31 (g) kuni 1,02 (g), mis ei ole suur erinevus, siis protsentides on see suur madalate numbriliste väärtuste tõttu pakenditel. Väike erinevus minu tulemustel pakendiväärtustest tõestab väidet, et hommikuhelbed on madala rasvasisaldusega.

Minu katsetulemusi toetab F. Bergetoni ja M. Benningi uurimus. Nende uurimistöös tehti Soxhleti aparaadiga katseid krõpsuproovidega ning uuriti rasvasisaldust valitud krõpsudes. Hiljem võrreldi rasvasisalduse tulemusi pakendiväärtustega. Tulemused näitasid, et 20 grammis krõpsudes oli Soxhleti aparatuuriga ekstraheerides rasvasisaldus 35,4%, tõeline pakendiväärtus aga 39,2%. Nende tulemused näitavad, et Soxhleti aparati kasutades sarnanevad katsetulemused pakendiväärtustega krõpsudes kuni 90%. Nende seletuse järgi mõjutab katsetulemusi see, et erinevate krõpsude valmistamiseks kasutatakse erinevaid õlisid, mis kõik varieeruvad polaaruse ja molaarmassi poolest. Samuti, nagu ka minu uurimuses, näitasid

nende tulemused, et madalama pakendiväärtusel antud rasvasisaldusega krõpsud andsid halvema tulemuse.⁵³

4.2.2. Valgusisalduse analüüs

Minu uurimisküsimus oli vastatud järgmiste tulemustega: graafikul 3 on näha, et **madalaima protsendi kõrvalekaldega** valguanalüüsis on hommikuhelbes nr 2, kus kõrvalekalle on 0,50%, ning erinevus pakendiväärtuste ja katsetulemuste vahel on $14,07 - 14,00 = 0,07 \text{ g}$ (graafik 2).

Kasvavas järjekorras on protsendi kõrvalekalle hommikuhelbes nr 3 3,50% ja tulemuste erinevus on 0,43 g. Protsendi kõrvalekalle hommikuhelbes nr 6 on 3,60% ja tulemuste erinevus on 0,27 g. Protsendi kõrvalekalle hommikuhelbes nr 1 on 7,14% ja tulemuste erinevus on 0,75 g. Protsendi kõrvalekalle hommikuhelbes nr 4 on 14,10% ja tulemuste erinevus on 1,13 g. **Kõrgeima protsendi kõrvalekaldega** on hommikuhelbes nr 5, kus see on 19,90% ja tulemuste erinevus on 1,39 g.

Tulemused erinevad alates 0,07 g kuni 1,39 g, mis toetab väidet, et hommikuhelbed on kõrge valgusisaldusega.

Dimas A. M. Zaia et al. uurimuse tulemused näitavad Kjeldahli meetodi tõhusust valgusisalduse määramisel pulberpiimaproovides,⁵⁴ toetades seega ka minu järeldust, et Kjeldahli meetod on tõhus ja täpne. Nende uurimistöös kasutati AOACi koostatud Kjeldahli meetodi juhist⁵⁵ ning meetodit võrreldi spektrofotomeetri meetodi tõhususega. Ekstraktsiooniprotsesse tehti pulberpiimatoodetes mõlema meetodiga ning saadud tulemusi võrreldi tootjate pakutud väärtustega. Samuti võrreldi korduvkatsete sarnasust mõlema meetodi puhul. Tulemused näitasid, et korduvkatsete tulemused olid järjekindlamad Kjeldahli meetodit kasutades ning et tulemused olid usaldusväärsemad.

KOKKUVÕTE

Selles töös uuriti, kui suur on erinevus rasva ja valgu sisalduses kuues erinevas hommikuhelbes, võrreldes pakendil määratud väärtusi katseliste tulemustega, kui hommikuhelbed on analüüsitud kuivatus-, Soxhleti toorrasva- ja Kjeldahli meetodi järgi.

⁵³ "Error in Soxhlet method" <http://web2.slc.qc.ca/jmc/www/Chemweb/oldchemweb/extractionmethods.htm> (20.01.2013)

⁵⁴ "Determination of total protein in cow milk powder samples" [http://www1.gantep.edu.tr/~balci/protein%20\(11\).pdf](http://www1.gantep.edu.tr/~balci/protein%20(11).pdf) (02.02.2013)

⁵⁵ "AOAC Kjeldahl method" http://www.aoac.org/omarev1/991_20.pdf (02.02.2013)

Töö eesmärk oli teha kindlaks, kas need meetodid annavad ülikoolilaboris tehtuna sarnaseid tulemusi pakendiväärtustele. Töö eesmärk oli täidetud positiivsete tulemustega ja uurimisküsimus sai vastuse.

Erinevus pakendiväärtustel katsetulemustega näitas kõrgemat protsendilist kõrvalekallet rasvaanalüüsis (27,80–88,30) (%), viidates rasva ekstraheerimise raskusele Soxhleti meetodi järgi hommikuhelveste madala rasvasisalduse tõttu (0,70–3,20) g (100 g kohta), ning viidates võimalikele vigadele kuivatusmeetodi kasutamises niiskusesisalduse määramisel hommikuhelvestes. Tulemuste erinevus grammides on alates 0,07 g kuni 1,39 g.

Valgusisalduse analüüsi katselised tulemused Kjeldahli meetodiga näitasid madalat protsendilist kõrvalekallet pakendiväärtustest (0,50–19,90) (%), viidates sellele, et Kjeldahli meetod sobib valgusisalduse määramisel hommikuhelvestes. Tulemuste erinevus grammides on alates 0,31 g kuni 1,02 g.

Pärast kõikide tulemuste analüüsi on kõige madalam protsendiline kõrvalekalle rasva- ja valgu analüüsis kokku hommikuhelbes nr 6 Oho Wheat with Honey Flakes, kus kõrvalekalle rasvaanalüüsis oli 27,80 (%), ja valguanalüüsis 3,60 (%), mis näitas, et selle hommikuhelbe pakendiväärtusi võib kõige rohkem usaldada. Hommikuhelbes nr 6 näitasid minu katsetulemused pakendiväärtustega võrreldes rasva puhul suuremat väärtust ja valgu puhul väiksemat tulemust. Suurim variatsioon protsendilises kõrvalekaldes rasva- ja valguanalüüsis kokku on hommikuhelbes nr 1 Kellogg's Cornflakes, kus kõrvalekalle rasvaanalüüsis oli 61,10 (%) ja valguanalüüsis 7,14 (%), näidates, et selle helbe pakendiväärtusi võib kõige vähem usaldada. Hommikuhelbes nr 1 näitasid minu katsetulemused rasva ja valgu puhul väiksemat väärtust pakendiväärtustega võrreldes. See näitab, et tulemused toetavad hüpoteesi, kuna nad on sarnased pakendiväärtustele.

Tulemuste erinevus oleks olnud väiksem, kui oleksin teinud rohkem kui kaks proovikatset. Tegin ainult kaks katset, sest aparatuur suudab teha ainult kaks paralleelkatset korraga ja katsed olid väga aeganõudvad.

Minu tulemuste sarnasus pakendiväärtustega on oluline selle tõttu, et inimestel on tähtis teada tõelist toitainete väärtust pakendatud toitudes, et järgida tervislikku toitumist ja seega ka oma tervist. Kui inimesed toituvad tervislikult, tarbivad nad vähem toitu ja tekitavad vähem jääke, millega nad hoiavad keskkonda. Minu katsetulemused näitavad, et pakenditulemusi saab usaldada, mis on tähtis faktor keskkonna mõjul inimeste tervisele. Tihti peale on valed pakendiväärtused tekitanud inimestel allergiaid ja kõrvalnähte, samuti on valed andmed olnud ülesöömise ja ülekaalulisuse põhjuseks. Kui aga pakendiväärtused vastavad tegelikele

arvudele, vähendatakse toitainete ületarbimist ning väheneb selliste krooniliste haiguste risk nagu südame- ja vereringehaigused.

Lõppkokkuvõttes valisin ma kuuenda hommikuhelbemargi pakendiväärtuse kõige usaldusväärsemaks ja leidsin, et hommikuhelbed, mida tarbivad mu pere ja sõbrad, on tõesti madala rasva- ja kõrge valgusisaldusega, panustades tervislikule dieedile. Samuti leidsin ülikoolilaboris tehtud katsete abil, et minu poolt pakutud meetodid annavad sarnaseid tulemusi pakendiväärtustele.

Lahendamata küsimused

Katsete ajal tekkinud küsimused olid erinevate õlide mõju kohta hommikuhelvestes, mis oleksid võinud mõjutada katsetulemusi. Soovisin uurida, millist õli on igas minu valitud hommikuhelbetüübis kasutatud, ning kas on seos minu tulemuste ja kasutatud õlitüüpide vahel.

Tahtsin ka täiendavalt uurida erinevate lahustite mõju Soxhleti aparatuuri efektiivsuse suurendamiseks, näiteks oleks isopropanooli lisamine toonud kaasa täpsemad rasvaanalüüsi tulemused. Soovisin uurida ka vitamiinide, mineraalide ning süsivesikute sisaldust hommikuhelvestes, kuid nagu eelnevalt mainitud, oleks selleks vaja olnud rohkem teadmisi, aega ja seadmeid. Samuti on võimalik teha katseid teiste hommikuhelbetüüpidega, et jagada tulemusi laiema tarbijaskonnaga. Need lahendamata küsimused sobivad edasiseks uurimiseks.

Veaallikad

Tuleb võtta arvesse, et pakendiväärtused ei kujuta täpset rasva- või valguväärtust hommikuhelvestes, sest ka tööstuslikus analüüsis esineb väikseid eksperimentaalseid vigu.⁵⁶ Samuti tuleb võtta arvesse, et selles töös on tehtud iga katse juures eraldi kaks paralleelkatset, mis on selle töö nõrkus, vaatamata masinate ja meetodite täpsusele. Kolm kuni neli korduskatset oleksid töö tulemusi kindlasti täpsemaks muutnud ning oleksid võinud mõjutada ka töö kokkuvõtet. Kahjuks ei olnud uurimise ajal võimalik teha rohkem kui kaks katset.

Niiskusesisalduse määramine

Tulemuste täpsust kuivatusmeetodi kasutamisel mõjutab kuivatustemperatuur, proovi suurus, proovi kordus ja aurustumistassi tüüp. Nende vigade vähendamiseks kasutasin ma alumiiniumist aurustumistasse, mis ei lase proovil kõrgel temperatuuril laguneda. Samuti

⁵⁶ "Food analysis typical methods and the interpretation of results" by Woodman. A. G. published in 1873. (15.01.2013)

tegin kaks paralleelkatset korraga, et vähendada võimalikku viga. Kaalumisel võis tekkida minu tulemustes väike viga, sest analüütiliste kaalu täpsus on $\pm 0,01$ g.

Soxhleti meetod

Soxhleti ekstraktsioonimeetod sisaldas väga täpseid mõõtmisi. Sellegipoolest võis klaastopside kaalumisel esineda viga ($\pm 0,01$ g), mis võis kergelt tulemusi mõjutada. Samuti on ülekuumenemise tõttu aparaadis võimalik proovi lagunemine, seega erinevad aparaadi kasutamisel tulemused ekstraktsioonijast. Selles katses kasutasin lahustina ainult heksaani, mis on mittepolaarne. Taimsed rakumembraanid sisaldavad aga ka polaarset rasvaosakesi, seega polaarset lahustit kasutamine lisaks heksaanile oleks võinud tulemusi parandada. Siis oleksid lahustid mõjutanud mõlemat mittepolaarset ja polaarset osa.⁵⁷

Kjeldahli meetod

Tulemused on täpsemad, sest kasutasin proovi lagundamise ja neutraliseerimise jaoks uut automatiseeritud Kjeldahli süsteemi, mis vähendas veaallikaid. Tiitrimisosa viisin ma aga läbi käsitsi, mis võis tuua kaasa väikese vea.

KASUTATUD KIRJANDUS

Raamatuallikad:

Archive or Tallinn University of Technology (18.06.2012)

Green J., Damji S., Chemistry International Baccalaureate Book. Chapter 1, lk 29 (15.01.2013)

Sikorski E.Z., Chemical and Functional Properties of Food Components Third edition, lk 130, 2007

Nielsen S., Food Analysis Laboratory Manual Second edition, lk 41 (2.01.2013)

Nielsen S., Food Analysis Laboratory Manual Third edition, lk 21, 87 115, 116, 117, 133 (2.01.2013)

Woodman. A. G., Food analysis typical methods and the interpretation of results. 1873. (15.01.2013)

Internetiallikad:

AOAC Kjeldahl method <http://www.aoac.org/omarev1/991_20.pdf> (02.02.2013)

Basics of healthy nutrition <<http://www.toitumine.ee/toitumise-pohitoed-2/>> (15.12.2012)

Breakfast cereal <<http://www.madehow.com/Volume-3/Cereal.html>> (15.12.2012)

⁵⁷ "Error in Soxhlet method" <http://web2.slc.qc.ca/jmc/www/Chemweb/oldchemweb/extractionmethods.htm> (20.01.2013)

Chemical composition of cereals <<http://www.eolss.net/sample-chapters/c10/E5-08-07-00.pdf>> (15.12.2012)

Determination of crude protein by Kjeldahl method
<http://www.brooklyn.cuny.edu/bc/ahp/SDKC/Chem/SD_KjeldahlMethod.html> (17.12.2012)

Determination of total protein in cow milk powder samples
<[http://www1.gantep.edu.tr/~balci/protein%20\(11\).pdf](http://www1.gantep.edu.tr/~balci/protein%20(11).pdf)> (02.02.2013)

Ecological footprint <<http://jalajalg.positium.ee/>> (7.01.2013)

Error in Soxhlet method
<<http://web2.slc.qc.ca/jmc/www/Chemweb/oldchemweb/extractionmethods.htm>> (20.01.2013)

Kjeldahl method for determining protein <<http://people.umass.edu/~mcclemen/581Proteins.html>> (17.12.2012)

Nutritional aspects of cereal <<http://www.hgca.com/publications/documents/cereals.pdf>> (15.12.2012)

Overconsumption of lipids <<http://www.livestrong.com/article/367417-why-is-consuming-too-many-lipids-bad-for-you/#ixzz2GFoxYbKr>> (25.12.2012)

Quality of cereals <<http://www.madehow.com/Volume-3/Cereal.html#ixzz2FFRurGMN>> (15.12.12)

Recommended value of proteins <<http://www.toitumine.ee/valgud-2/>> (25.12.2012)

Soxhlet extraction method <<http://people.umass.edu/~mcclemen/581Lipids.html>> (15.12.2012)

Pildiallikad:

Oho Nisu Meega <http://www.ahoi.ee/ru/hulgiladu/detail/oho-hommikusook-nisu-meega-150g/id/13733/> (15.01.2013)

Kellogg's Cornflakes http://www.kelloggs.com/en_US/home.html (15.01.2013)

Rainbow Breakfast Cereals <http://www.rainbow.fi/tuotteet/elintarvikkeet/murot-ja-myslit/> (15.01.2013)

Schneekoppe Vita Flakes http://shop.schneekoppe.de/popup_image.php/pID/121/imgID/0 (15.01.2013)

Soxhlet apparatus http://www.buechigmbh.de/uploads/media/Best_buchi_47_Soxlet_Hot_Extraction_E-812_816_en_LOW_04.pdf (2.01.2013)

Triacylglycerol structure http://en.wikipedia.org/wiki/File:Fat_triglyceride_shorthand_formula.PNG (5.01.2013)

LISAD (inglise keeles)

LISA I. Seadmete ja reagentide nimekiri

For the research I needed six different types of breakfast cereals, which are listed below with pictures of them:

Figure nr 13. Nr 1 cereal Kellogg's Cornflakes⁵⁸



Figure nr 14. Nr 2 cereal Kellogg's Crunchy rice and wheat flakes⁵⁹



⁵⁸ Kellogg's Cornflakes http://www.kelloggs.com/en_US/home.html (15.01.2013)

⁵⁹ *ibid.*

Figure nr 15. Nr 3 cereal Rainbow Rice-wheat Flakes⁶⁰



Figure nr 16. Nr 4 cereal Rainbow Corn flakes⁶¹



Figure nr 17. Nr 5 cereal Schneekoppe Vita flakes⁶²



⁶⁰ Rainbow breakfast cereals <http://www.rainbow.fi/tuotteet/elintarvikkeet/murot-ja-myslit/> (15.01.2013)

⁶¹ *ibid.*

⁶² Schneekoppe Vita Flakes http://shop.schneekoppe.de/popup_image.php/pID/121/imgID/0 (15.01.2013)

Figure nr 18. Nr 6 cereal Oho Wheat with honey⁶³



For the investigation, three types of apparatus were needed for the aforementioned experiments.

1. APPARATUS

For determination of moisture content by oven drying method:

Supplies

- Desiccator (with dried desiccant) to protect chemicals which are hygroscopic or which react with water from humidity
- Plastic tong
- 6 weighing pans – disposable aluminium open pans that will not be affected by the drying temperature, and is suitable for retaining the test sample without loss while permitting the water to evaporate (pre-dried at 100°C for 10 min)
- Vacuum oven (controlled heating chamber capable of maintaining a temperature of $110 \pm 5^\circ\text{C}$)
- Coffee grinder
- Cleaning tissues
- Spoon for taking the sample cereals
- Marker

For determination of crude fat by Soxhlet method:

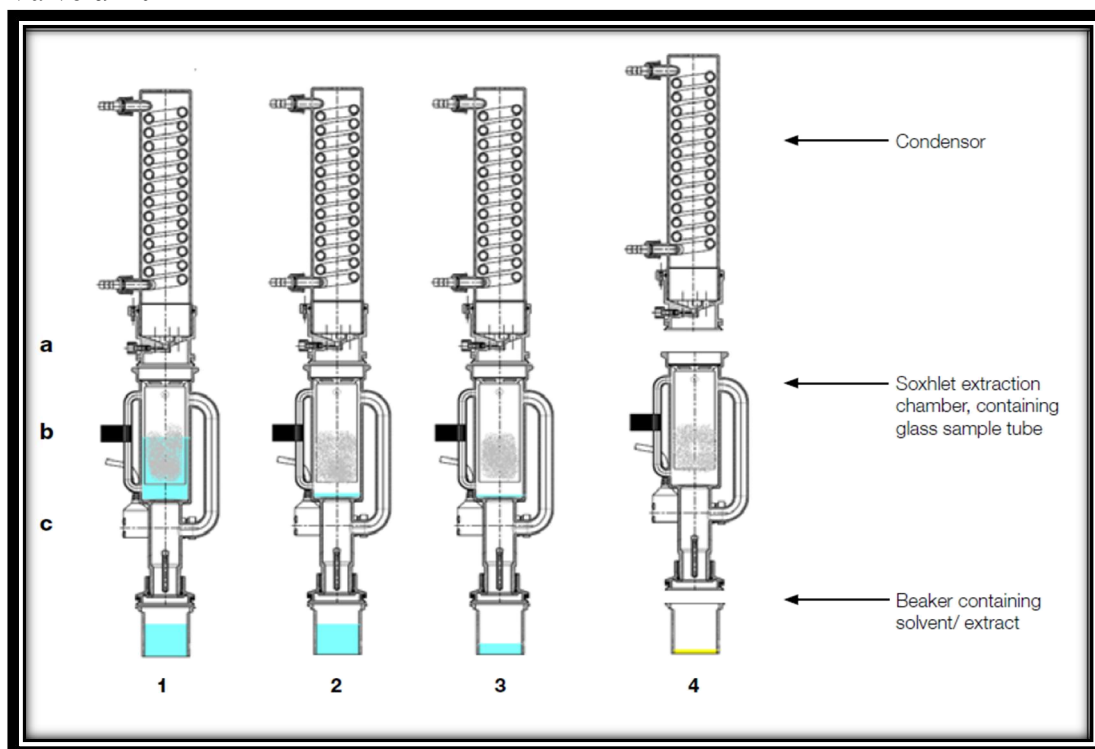
Supplies :

- Beaker, 250 ml ± 0.5 (ml)
- Graduated cylinder, 500 ml ± 0.5 (ml)
- Cellulose extraction thimbles (28 x80 mm)
- Desiccator with silica gel desiccant
- Tongs
- Marker
- Analytical balance ± 0.01 (g)

⁶³ “Oho nisu meega” <http://www.ahoi.ee/ru/hulgiladu/detail/oho-hommikusook-nisu-meega-150g/id/13733/> (15.01.2013)

- Electrical drying oven to be operated at $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.
- Fume cupboard
- Heat source, either electric heating
- Glass rod
- Soxhlet extractor, with glassware comprising: $\pm 1\%$
 - Round bottom flask, 150 mL
 - Soxhlet extractor with 60 mL

Figure nr 19. Schematic diagram of a Soxhlet extraction. a: Tank valve, b: Level sensor, c: Valve unit.⁶⁴



For determination of crude protein by Kjeldahl method:

Supplies

- 6 types of cereal
- 6 digestion tubes (300 ml)
- 6 Erlenmeyer flasks, 250 ml ± 0.5 (ml)
- Pipette (100 ml) ± 0.08 (ml)
- Receiving flask (250 ml) ± 0.5 (ml)
- Spatula
- Weighing paper

⁶⁴ "Soxhlet apparatus" http://www.buechigmbh.de/uploads/media/Best_buchi_47_Soxlet_Hot_Extraction_E-812_816_en_LOW_04.pdf (last accessed 2.01.2013)

- Marker
- Analytical balance ± 0.001 (g)
- Kjeldahl digestion system $\pm 0.5\%$
- Kjeldahl distillation system ± 1 °C
- 1 pipette pump
- 1 cap/stopper
- 1 stand for titration apparatus

2. REAGENTS / CHEMICALS

For determination of moisture content by oven drying method:

- 6 types of breakfast cereals (10 g of each, 60 g in total)

For determination of crude fat by Soxhlet method:

- Hexane as a solvent (50 ml \pm 0.5 ml)

For determination of crude protein by Kjeldahl method:

- Concentrated sulphuric acid (H_2SO_4)
- Catalyst $CuSO_4$ or CuO
- K_2SO_4 or Na_2SO_4
- 33% $NaOH$ (aq) solution
- 0.1 n H_2SO_4 solution
- 0.1 n $NaOH$ solution
- Indicator (methylred-methylblue in ethanol) In acidic solution indicator gives off red-violet, in basic solution green colour

LISA II. Kogutud andmed ja arvutused

10.1. DETERMINATION OF MOISTURE CONTENT BY OVEN DRYING METHOD

Below are the results for mass of weighing pans without the sample (m), with sample before vacuum drying (m_1) and with sample after the vacuum drying (m_2), then moisture was calculated using the formula below.

Table nr 2. The mass of weighing pans without the sample (m), with sample before vacuum drying (m_1) and with sample after the vacuum drying (m_2) for moisture analysis

Number of the cereal ⁶⁵	$m(g)\pm 0.01$ (g)	$m_1\pm 0.01$ (g)	$m_2\pm 0.01$ (g)
1	31.54	36.54	36.36
2	27.09	32.09	31.95

⁶⁵ Numbers of the cereals are on Figure 13–18

3	32.13	37.13	36.93
4	30.15	35.15	36.87
5	32.15	37.15	36.87
6	31.98	36.98	36.88

Calculations:

Moisture content W (%) is calculated after formula⁶⁶ :

$$W = \frac{(g_1 - g_2) \times 100}{g_1 - g}$$

Where:

m_1 is the mass of the container with the probe before drying (g)

m_2 is the mass of the container with the probe after drying (g)

m is the mass of an empty container (g)

$$\text{nr 1} = \frac{(36.54 - 36.36) \times 100}{36.54 - 31.54} = 3.6 \% \quad \text{nr 2} = \frac{(32.09 - 31.95) \times 100}{32.09 - 27.09}$$

$$\text{nr 3} = \frac{(37.13 - 36.93) \times 100}{37.13 - 32.13} = 4 \% \quad \text{nr 4} = \frac{(35.15 - 34.97) \times 100}{37.15 - 32.15} = 3.6 \%$$

$$\text{nr 5} = \frac{(37.15 - 36.87) \times 100}{37.15 - 32.15} = 5.6 \% \quad \text{nr 6} = \frac{(36.98 - 36.88) \times 100}{36.98 - 31.98} = 2 \%$$

10.2. DETERMINATION OF CRUDE FAT BY SOXHLET METHOD

Table nr 3. The mass of probe used for each cereal in Soxhlet extraction method

Number of the cereal ⁶⁷	The mass of cereal in the thimble A (g) ±0.01 (g)	The mass of cereal in the thimble B (g) ±0.01 (g)
------------------------------------	---	---

⁶⁶ Tallinna Tehnikaülikooli arhiiv

⁶⁷ Cerals are presented on Figure 13–18

1	1.93	2.77
2	4.03	-
3	4.14	-
4	4.10	-
5	2.14	2.51
6	2.32	2.48

Table nr 4. The mass of glass flasks used in Soxhlet extraction before and after the experiment where A and B indicate parallel experiments

Number of the cereal ⁶⁸	The mass of glass flask (g) before the experiment ± 0.01 (g)	The mass of glass flask (g) after the experiment ± 0.01 (g)
1	A – 74.51	A – 74.51
	B – 71.90	B – 71.91
2	72.52	72.54
3	73.48	73.49
4	73.88	73.89
5	A – 74.03	A – 74.03
	B – 74.13	B – 74.14
6	A – 74.17	A – 74.27
	B – 71.72	B – 71.82

Calculations:

Amount of crude fat X (%) is calculated after formula⁶⁹ :

$$X = \frac{(W_3 - W_2) \times 100}{W_1}$$

⁶⁸ Cerals are presented on Figure 13–18

⁶⁹ Tallinna Tehnikaülikooli arhiiv

Where:

X is the percentage concentration of lipids of crude fat (%)

W_1 is the mass of probe (g)

W_2 is the mass of empty glass (g)

W_3 is the mass of thimble with the crude fat(g)

$$\text{For amount of fat in 100(g): } \left(\frac{100\% - \text{moisture}\%}{100} \right) \times X \%$$

Calculations for fat:⁷⁰

$$\text{nr 1 } X = \frac{(71.91 - 71.90) \times 100}{2.77} = 0.36 \% \text{ In } 100(\text{g}): \left(\frac{100\% - 3.6\%}{100} \right) \times 0.36 \% = 0.35 \%$$

$$\text{nr 2 } X = \frac{(72.54 - 72.52) \times 100}{4.03} = 0.50 \% \text{ In } 100(\text{g}): \left(\frac{100\% - 2.8\%}{100} \right) \times 0.50 \% = 0.48 \%$$

$$\text{nr 3 } X = \frac{(73.49 - 73.48) \times 100}{4.14} = 0.24 \% \text{ In } 100(\text{g}): \left(\frac{100\% - 2.8\%}{100} \right) \times 0.24 \% = 0.23 \%$$

$$\text{nr 4 } X = \frac{(73.89 - 73.88) \times 100}{4.10} = 0.25 \% \text{ In } 100(\text{g}): \left(\frac{100\% - 3.6\%}{100} \right) \times 0.25 \% = 0.24 \%$$

$$\text{nr 5 } X = \frac{(74.14 - 74.13) \times 100}{2.51} = 0.40 \% \text{ In } 100(\text{g}): \left(\frac{100\% - 5.6\%}{100} \right) \times 0.40 \% = 0.39 \%$$

$$\text{nr 6 } X = \frac{(71.82 - 71.72) \times 100}{2.48} = 4.17 \% \text{ In } 100(\text{g}): \left(\frac{100\% - 2.0\%}{100} \right) \times 4.17 \% = 4.09 \%$$

10.3 DETERMINATION OF CRUDE PROTEIN BY KJELDAHL METHOD

Digestion

Table nr 5: Raw data of the mass of the probe used for digestion process in 300 ml Kjeldahl tubes

Nr of Kjeldahl	IA	IB	IIA	IIB	IIIA	IIIB	IVA	IVB	V A	V B	VI A	VI B
----------------	----	----	-----	-----	------	------	-----	-----	-----	-----	------	------

⁷⁰ Cerals are presented on Figure 13–18

tube												
Mass (g) ±0.001 (g)	2.05	2.05	2.06	1.56	2.05	2.03	2.02	2.05	2.08	2.08	2.08	2.08

Distillation

Table nr 6: Raw data of the amount of Sulphuric acid (H₂SO₄) used for distillation process for converting

Nr of Kjeldahl tube	IA	IB	IIA	IIB	IIIA	IIIB	IVA	IVB	V A	V B	VI A	VI B
H₂SO₄ (ml) ±0.08 (ml)	20	20	40	40	30	40	20	20	20	20	20	20

Titration

Table nr 7. Raw data from back-titration process between dilute 0.1 N Sodium Hydroxide (NaOH) and Sulphuric acid (H₂SO₄)

Number of the flask	Starting point (ml)±0.02 (ml)⁷¹	End point (ml) ±0.02 (ml)	Difference (ml) ±0.02 (ml)
I A	0.5	5.6	5.2
I B	5.6	10.0	4.4
II A	10.0	12.9	2.9
II B	12.9	25.8	12.9
III A	25.8	29.1	3.3
III B	29.1	32.1	3.0
IV A	32.1	35.4	3.3
IV B	35.4	38.8	3.4
V A	38.8	44.9	6.1
V B	0.0	5.9	5.9
VI A	5.9	7.2	1.3
VI B	7.2	8.1	0.9

Calculations

The amount of protein (%) is found by the following equation:

$$X = \frac{(V_1 \times n_1 - V_2 \times n_2) 14 \times 6.38 \times 100}{m \times 1000}$$

⁷¹ Error includes errors of measurement from start-point and end-point of titration

Where,

V_1 is the quantity of 0.1 N acid (H_2SO_4) added to the receiving flask (ml)

n_1 is the normality of the acid (N)

V_2 is the amount of 0.1 N alkaline (NaOH) used in back-titration (ml)

n_2 is the normality of alkaline solution

m is the mass of studied probe (g)

In this experiment, two different conversion factors were used:⁷²

Corn – 5.68

Maize- 6.0

The amount of protein in cereals:

$$(I A)X = \frac{(20 \times 0.1 - 5.1 \times 0.1)14 \times 6.0 \times 100}{2.05 \times 1000} = \frac{12.516}{2.050} = 6.10537 \%$$

$$(I B)X = \frac{(20 \times 0.1 - 4.4 \times 0.1)14 \times 6.0 \times 100}{2.05 \times 1000} = \frac{13.104}{2.050} = 6.3922 \%$$

$$(II A)X = \frac{(40 \times 0.1 - 2.9 \times 0.1)14 \times 5.68 \times 100}{2.06 \times 1000} = \frac{29.50192}{2.060} = 14.32132 \%$$

$$(II B)X = \frac{(40 \times 0.1 - 12.9 \times 0.1)14 \times 5.68 \times 100}{1.56 \times 1000} = \frac{21.54992}{1.560} = 13.81405 \%$$

$$(III A)X = \frac{(30 \times 0.1 - 3.3 \times 0.1)14 \times 5.68 \times 100}{2.05 \times 1000} = \frac{21.23184}{2.050} = 10.357 \%$$

$$(III B)X = \frac{(40 \times 0.1 - 3.0 \times 0.1)14 \times 5.68 \times 100}{2.03 \times 1000} = \frac{29.4224}{2.030} = 14.49379 \%$$

$$(IV A)X = \frac{(20 \times 0.1 - 3.3 \times 0.1)14 \times 6.0 \times 100}{2.02 \times 1000} = \frac{14.028}{2.020} = 6.94455 \%$$

$$(IV B)X = \frac{(20 \times 0.1 - 3.4 \times 0.1)14 \times 6.0 \times 100}{2.05 \times 1000} = \frac{13.944}{2.050} = 6.80195 \%$$

$$(V A)X = \frac{(20 \times 0.1 - 6.1 \times 0.1)14 \times 6.0 \times 100}{2.08 \times 1000} = \frac{11.676}{2.080} = 5.61346 \%$$

⁷² The archives of Tallinn University of Technology

$$(V B)X = \frac{(20 \times 0.1 - 5.9 \times 0.1)14 \times 6.0 \times 100}{2.08 \times 1000} = \frac{11.844}{2.080} = 5.61346 \%$$

$$(VI A)X = \frac{(20 \times 0.1 - 1.3 \times 0.1)14 \times 5.68 \times 100}{2.08 \times 1000} = \frac{14.87024}{2.080} = 7.14915 \%$$

$$(VI B)X = \frac{(20 \times 0.1 - 0.9 \times 0.1)14 \times 5.68 \times 100}{2.08 \times 1000} = \frac{15.10832}{2.080} = 7.30208 \%$$

For the final result, the results of two parallel experiments were added and divided by two to get an average of the results which is depicted in Table nr 1.