

Udio ergot alkaloida i fizikalna svojstva tjestenine s dodatkom raži

Mikulinjak, Mateja

Master's thesis / Diplomski rad

2017

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **Josip Juraj Strossmayer University of Osijek, FACULTY OF FOOD TECHNOLOGY / Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku, Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:109:359954>

Rights / Prava: [In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-04-19**

REPOZITORIJ

PTF

PREHRAMBENO-TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK

dabar
DIGITALNI AKADEMSKI ARHIVI I REPOZITORIJ

Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of Food Technology Osijek](#)



SVEUČILIŠTE JOSIPA JURJA STROSSMAYERA U OSIJEKU

PREHRAMBENO-TEHNOLOŠKI FAKULTET OSIJEK

Mateja Mikulinjak

**UDIO ERGOT ALKALOIDA I FIZIKALNA SVOJSTVA TJESTENINE S
DODATKOM RAŽI**

DIPLOMSKI RAD

Osijek, rujan, 2017.

Sveučilište Josipa Jurja Strossmayera u Osijeku
Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek
Zavod za prehrambene tehnologije
Katedra za tehnologiju ugljikohidrata
Franje Kuhača 20, 31000 Osijek, Hrvatska

Diplomski sveučilišni studij Prehrambeno inženjerstvo**Znanstveno područje:** Biotehničke znanosti**Znanstveno polje:** Prehrambena tehnologija**Nastavni predmet:** Opasnosti vezane uz hranu**Tema rada** je prihvaćena na III. izvanrednoj sjednici Fakultetskog vijeća Prehrambeno-tehnološkog fakulteta Osijek u akademskoj godini 2016./2017. održanoj 3. srpnja 2017.**Mentor:** doc. dr. sc. *Bojan Šarkanj***Komentor:** izv. prof. dr. sc. *Đurđica Ačkar***Udio ergot alkaloida i fizikalna svojstva tjestenine s dodatkom raži***Mateja Mikulinjak, 367-DI*

Sažetak: Cilj ovog rada bio je ispitivanje fizikalnih svojstava sušene i kuhane tjestenine proizvedene od durum krupice uz dodatak krupica 10 različitih uzoraka raži prikupljenih slučajnim odabirom od hrvatskih proizvođača te određivanje količine ergot alkaloida u sušenoj i kuhanoj tjestenini pomoću LC/MS-MS metode. Ražene krupice koje su sadržavale određenu količinu ergot alkaloida dodavane su u durum krupicu u udjelu od 30 %. Tjestenina je proizvedena procesom ekstruzije na jednopužnom laboratorijskom ekstruderu, nakon čega je osušena u kontroliranim uvjetima temperature i vlage. Analiza udjela ergot alkaloida provedena je na osušenim i skuhanim uzorcima. Dobiveni rezultati pokazali su da su se ergot alkaloidi nalazili samo u uzorcima tjestenine u kojima je bila raž te da im se količina u tjestenini reducirala kuhanjem. Ukupna promjena boje u odnosu na kontrolni uzorak bila je veća kod sušene tjestenine, a kuhanjem su se promijenili svi parametri boje u odnosu na odgovarajući sušeni uzorak. Optimalno vrijeme kuhanja tjestenine kretalo se od 8,38 do 9,28 min. Svi uzorci imali su visoke vrijednosti za indeks apsorpcije vode (WAI), a niske vrijednosti indeksa bubrenja (SI) i gubitka kuhanjem (CL). Ispitivanje teksturalnog profila kuhane tjestenine pokazalo je da dodatkom različitih krupica raži u durum krupicu nema značajnih promjena u pogledu tvrdoće, adhezivnosti i kohezivnosti.

Ključne riječi: tjestenina, durum krupica, raž, ergot alkaloidi, ekstruzija**Rad sadrži:** 42 stranica
12 slika
7 tablica
0 priloga
31 literaturnih referenci**Jezik izvornika:** hrvatski**Sastav Povjerenstva za ocjenu i obranu diplomskog rada i diplomskog ispita:**

- | | |
|--|---------------|
| 1. prof. dr. sc. <i>Jurislav Babić</i> | predsjednik |
| 2. doc. dr. sc. <i>Bojan Šarkanj</i> | član-mentor |
| 3. izv. prof. dr. sc. <i>Đurđica Ačkar</i> | član-komentor |
| 4. doc. dr. sc. <i>Antun Jozinović</i> | zamjena člana |

Datum obrane: 26. rujna 2017.

Rad je u tiskanom i elektroničkom (pdf format) obliku pohranjen u Knjižnici Prehrambeno-tehnološkog fakulteta Osijek, Franje Kuhača 20, Osijek.

BASIC DOCUMENTATION CARD

GRADUATE THESIS

University Josip Juraj Strossmayer in Osijek
Faculty of Food Technology Osijek
Department of Food Technologies
Subdepartment of Carbohydrate Technology
Franje Kuhača 20, HR-31000 Osijek, Croatia

Graduate program of Food Engineering

Scientific area: Biotechnical sciences

Scientific field: Food technology

Course title: Foodborne hazards

Thesis subject was approved by the Faculty of Food Technology Osijek Council at its extraordinary session no. III held on July 3, 2017.

Mentor: *Bojan Šarkanj*, PhD, assistant prof.

Co-mentor: *Đurđica Ačkar*, PhD, associate prof.

The share of ergot alkaloids and the physical properties of pasta with added rye

Mateja Mikulinjak, 367-DI

Summary: The aim of this thesis was to examine the physical properties of dried and cooked pasta produced from durum wheat with the addition of grits from 10 different samples of rye collected randomly from Croatian manufacturer, and determination of the quantity of ergot alkaloids in dried and cooked pasta using LC/MS-MS method. Rye containing a certain amount of ergot alkaloids were added to the durum wheat in a proportion of 30%. Pasta was produced by extrusion process on a single laboratory extruder, after which it was dried under controlled conditions of temperature. The analysis of the ergot alkaloid fraction was performed on dried and cooked samples. The obtained results showed that ergot alkaloids were found only in pasta samples with rye and the amount of ergot alkaloids was reduced by cooking. The total color change was higher in dried pasta in relation to the control sample, and in comparison to the corresponding dried sample all color parameters were changed by cooking. The optimum cooking time for pasta ranged from 8.38 to 9.28 min. All samples had high WAI and low WSI and CL values. Testing of the textural profile of cooked pasta showed that by adding different rye grits to durum wheat there are no significant changes in terms of hardness, adhesiveness and cohesiveness.

Key words: pasta, durum wheat, rye, ergot alkaloids, extrusion

Thesis contains: 42 pages
12 figures
7 tables
0 supplements
31 references

Original in: Croatian

Defense committee:

- | | |
|--|-----------------------|
| 1. <i>Jurislav Babić</i> , PhD, prof. | chair person |
| 2. <i>Bojan Šarkanj</i> , PhD, assistant prof. | supervisor |
| 3. <i>Đurđica Ačkar</i> , PhD, associate prof. | member, co-supervisor |
| 4. <i>Antun Jozinović</i> , PhD, assistant prof. | stand-in |

Defense date: September 26, 2017

Printed and electronic (pdf format) version of thesis is deposited in Library of the Faculty of Food Technology Osijek, Franje Kuhača 20, Osijek.

SADRŽAJ

1. UVOD	1
2. TEORIJSKI DIO	3
2.1. PODJELA TJESTENINE	4
2.2. SIROVINE ZA PROIZVODNJU TJESTENINE.....	4
2.2.1. Durum pšenica.....	4
2.2.2. Raž	5
2.2.3. Voda.....	5
2.2.4. Dodatne sirovine	6
2.3. ERGOT ALKALOIDI.....	6
2.4. PROIZVODNJA TJESTENINE	6
2.4.1. Priprema sirovina za proizvodnju tjestenine	7
2.4.2. Doziranje sirovina	7
2.4.3. Zamjes ili miješanje sirovina	7
2.4.4. Oblikovanje tjestenine.....	7
2.4.5. Sušenje vlažne tjestenine	9
2.4.6. Kuhanje tjestenine.....	10
2.4.7. Pakiranje i skladištenje tjestenine	10
3. EKSPERIMENTALNI DIO	13
3.1. ZADATAK	14
3.2. MATERIJALI I METODE	14
3.2.1. Izrada tjestenine	14
3.2.2. Sušenje tjestenine	15
3.2.3. Fizikalna svojstva tjestenine	15
3.2.4. Određivanje udjela ergot alkaloida u uzorcima sušene i kuhane tjestenine.....	20
3.2.5. Statistička obrada podataka	21
4. REZULTATI.....	22
5. RASPRAVA.....	33
6. ZAKLJUČCI	37
7. LITERATURA	39

1. UVOD

Tjestenina je vrlo zastupljena namirnica koja se dobiva miješanjem krupice ili namjenskog brašna s vodom. Mogu se koristiti i drugi sastojci poput: jaja, jaja u prahu, jajni melanž, sojino brašno, kukuruzno brašno, mlijeko i mliječni proizvodi, proizvodi od voća i povrća, meso i mesni proizvodi, biljne masti, brašno mahunarki, pšenični gluten, pšenične klice, prehrambena vlakna, začini, minerali i dr. (MP, 2016). Tjestenina ima visoku kalorijsku vrijednost i dobre je probavljivosti, ali sadrži nizak udio mineralnih tvari i prehrambenih vlakana (Krušelj, 2016). Svrstava se u „zdravu“ namirnicu zbog niskog udjela masti i natrija, visokog udjela ugljikohidrata i relativno niskog glikemijskog indeksa. Također, ima dugi rok trajanja u sušenom obliku, brzo i lako se priprema za jelo i prihvatljive je cijene, što doprinosi njenoj rasprostranjenosti i prihvaćenosti u cijelom svijetu (Kill i Turnbull, 2001; Foschia i sur., 2015). U ljudskoj prehrani tjestenina uz ostale proizvode od žitarica čini bazu piramide pravilne prehrane (Krnjak, 2010). Male je higroskopnosti, a tijekom čuvanja ne stari. U promet se stavlja u svježem, polusušenom, osušenom i prženom stanju (Krnić, 2012). Prvi korak u proizvodnji tjestenine je priprema sirovina. Nakon pripreme, sirovine se doziraju u mjesilicu gdje se formira zamjes te se oblikuje tjestenina. Oblikovanje tjestenine može biti stanjivanjem između valjaka ili procesom ekstruzije. Oblikovana tjestenina se suši i pakira.

Proces ekstruzije jedan je od najznačajnijih procesa u proizvodnji hrane. Primjenjuje mehanički i termički proces te vrlo često zamjenjuje istovremeno dva ili više tradicionalnih procesa. Prilikom ekstruzije materijal se prisiljava na gibanje (pomoću klipa ili prolazom između jednog ili dva rotirajuća puža i stacionarnog kućišta) te izlazi van kroz sapnicu određenog oblika (Lovrić, 2003).

Cilj ovog rada bio je ispitati fizikalna svojstva tjestenine proizvedene od durum krupice i krupica 10 različitih uzoraka raži prikupljenih slučajnim odabirom od hrvatskih proizvođača u udjelima 30 % i odrediti količinu ergot alkaloida u tjestenini pomoću LC-MS/MS metode. Tjestenina je proizvedena primjenom laboratorijskog jednopužnog ekstrudera. Dobivena svježa tjestenina sušena je do vlažnosti ispod 13,5 % prema Pravilniku o žitaricama, mlinskim i pekarskim proizvodima, tjestenini, tijestu i proizvodima od tijesta (MP, 2016).

2. TEORIJSKI DIO

2.1. PODJELA TJESTENINE

Prema tehnološkom postupku tjestenine se razvrstavaju i stavljaju na tržište pod nazivom:

- svježa tjestenina;
- sušena tjestenina;
- predkuhana tjestenina;
- brzo zamrznuta tjestenina (MP, 2016).

Prema sastojcima tjestenine se razvrstavaju i stavljaju na tržište pod nazivom:

- obična tjestenina;
- tjestenina s jajima;
- tjestenina s dodacima;
- punjena tjestenina (MP, 2016).

2.2. SIROVINE ZA PROIZVODNJU TJESTENINE

Najbolja sirovina za proizvodnju tjestenine je krupica dobivena meljavom durum pšenice (*Triticum durum*). U nedostatku durum pšenice može se koristiti brašno ili krupica obične pšenice (*Triticum aestivum*) uz obavezno dodavanje jaja (Krnjak, 2010).

Krupica durum pšenice može se miješati sa drugim žitaricama u raznim omjerima. Proizvodnja tjestenine od durum pšenice s 30 % ražene krupice ispitana je u ovom radu.

2.2.1. Durum pšenica

Tjestenina najbolje kvalitete dobiva se od krupice durum pšenice. Iako postoje uvjeti za proizvodnju durum pšenice, u Hrvatskoj se za proizvodnju tjestenine često koristi krupica običnih pšenica koja je znatno slabije kvalitete (manji udio pepela, proteina, vlažnog lijepka i karotenoidnih pigmenata) (Krnjak, 2010).

Pšenična krupica je proizvod dobiven mljevenjem endosperma pšenice nakon izdvajanja ljuske i klice pri čemu do 20 % ukupne mase smije imati veličinu čestica manju od 200 µm (MP, 2016). Karakteristike durum pšenice su visoka tvrdoća (koja je povezana s udjelom i

kvalitetom proteina), visok udio karotenoidnih pigmenata (koji su odgovorni za žutu boju) te žilav endosperm (Krnić, 2012).

2.2.2. Raž

Raž (*Secale cereale* L.) je jednogodišnja biljna vrsta iz porodice trava, te je osim pšenice glavna krušna žitarica u Europi (Gelemanović, 2013). Najčešće se koristi u proizvodnji kruha i ostalih prehrambenih proizvoda, a koristi se i za hranidbu životinja (Rakha i sur., 2010). Boja zrna varira od sivožute do sivozelene, a može biti i smeđa ili crvenosmeđa. Na površini zrna su blagi nabori. Duljina zrna kreće se od 4 do 8 mm, a širina od 1,4 do 3,4 mm (Gelemanović, 2013).

Raž je bogat izvor vitamina B i E, zbog čega je pogodna sirovina za proizvodnju funkcionalne hrane. Raž se smatra zdravom žitaricom ponajprije zbog visokog sadržaja dijetetskih vlakana (Rakha i sur., 2010), sadrži i minerale (Ca, Fe, F), lizin i oleinsku kiselinu (Gumul i sur., 2007).

Udio makronutrijenata (škrob, lipidi, proteini) u raži isti je kao i kod drugih žitarica. Za razliku od pšenice sadrži veći udio pentozana (oko 10 %), šećera i vlakana, a niži udio škroba i proteina što utječe na tehnološka svojstva raženog brašna. Proteini raži siromašni su glutenom, zbog čega raženo brašno ima slabija svojstva za proizvodnju pekarskih proizvoda (Gelemanović, 2013).

Raž se dodaje različitim prehrambenim proizvodima zbog poboljšanja nutritivnih i organoleptičkih svojstava. Zbog smanjenog udjela glutena u zrnu raži, raženo brašno se miješa s pšeničnim u različitim udjelima u proizvodnji raznih proizvoda poput kruha ili tjestenina (Glitsot i Knudsen, 1999).

2.2.3. Voda

Voda koja se koristi u proizvodnji tjestenine mora odgovarati kvaliteti vode za piće (MP, 2006). Povećan udio natrijevih, kalcijevih i magnezijevih iona u vodi daje tjestenini nepoželjan okus i boju. Optimalna temperatura pri kojoj se voda najbrže apsorbira u brašno je od 35 do 45 °C (Dalbon i sur., 1996).

Voda se prije upotrebe temperira da bi se dobila željena temperatura tijesta pri zamjesu (Krnić, 2012).

2.2.4. Dodatne sirovine

Dodatne sirovine koje se mogu koristiti u proizvodnji tjestenine su: jaja, jaja u prahu, jajni melanž, mlijeko i mliječni proizvodi, proizvodi od voća i povrća, meso i mesni proizvodi, biljne masti, brašno mahunarki, pšenični gluten, pšenične klice, prehrambena vlakna, začini, minerali i drugo. Dodaju se u svrhu povećanja nutritivne vrijednosti tjestenine (MP, 2016).

2.3. ERGOT ALKALOIDI

Ergot alkaloidi (EA) su mikotoksini koje primarno proizvode gljivice roda *Claviceps*. Najznačajnija je *Claviceps purpurea* koja se nalazi na sjemenkama biljaka za vrijeme cvjetanja. Osim gljiva, ergot alkaloidi mogu sintetizirati i neke biljke (*Convolvulaceae* sp.), kao i druge vrste plijesni unutar *Claviceps* skupine (npr. *C. africana*) ili van skupine (npr. *Acremonium coenophialum*). Gljivične infekcije najčešće su prisutne u raži i pšenoraži zbog otvorenih cvatova, a prisutne su i u pšenici i ostalim sitnim žitaricama (Krska i Crews, 2008).

Ergot alkaloidi u kontaminiranoj hrani i hrani za životinje su amidni ili ciklički tripeptidni derivati lizerginske kiseline, od kojih ih je 12 koji su prirodno izolirani i identificirani. Ukoliko se ergot alkaloidi (zaraženim zrnom) unesu u tijelo mogu izazvati ergotizam kod ljudi i životinja (Fajardo i sur., 1995).

Opća kategorizacija ergotizma je na gangrenozni i grčeviti oblik, no može imati i neobične i djelomično nepredvidive oblike. Najčešći simptomi trovanja ergotom su opća slabost, glavobolja, mučnina, povraćanje, bolovi u želucu i proljev i mogu se pojaviti već unutar jednog sata nakon konzumacije zaražene hrane. Osim toga, mogu se pojaviti i drugi simptomi poput prekomjernog znojenja i snažne žeđi te halucinacije zbog sličnosti sa strukturom dietilamida lizerginske kiseline (LSD-a) (Alm i Elvevåg, 2012).

2.4. PROIZVODNJA TJESTENINE

Tehnološki proces proizvodnje tjestenine sastoji se od sljedećih operacija:

- priprema sirovina;
- doziranje sirovina;
- zamjes ili miješanje sirovina;

- oblikovanje tjestenine;
- sušenje vlažne tjestenine;
- pakiranje tjestenine;
- skladištenje tjestenine (Krnić, 2012).

2.4.1. Priprema sirovina za proizvodnju tjestenine

Krupica i brašno koje se koristi za proizvodnju tjestenine mora biti svježije samljeveno i neodležano. Prije zamijesivanja mora se prosijati i propustiti preko magneta. Prosijavanjem se odstranjuju sve nečistoće organskog i anorganskog porijekla, a propuštanjem preko magneta svi metalni dijelovi (Krnjak, 2010).

2.4.2. Doziranje sirovina

Doziranje sirovina može se provoditi kontinuirano ili diskontinuirano. Kontinuirano doziranje provodi se pomoću dozatora koji je sastavni dio mjesilice, a diskontinuirano se provodi tako da se za svaku šaržu posebno odmjerava potrebna količina sirovina (Krnić, 2012).

2.4.3. Zamjes ili miješanje sirovina

Miješanje se provodi radi postizanja homogene smjese i optimalne konzistencije tijesta. U brašno se dodaje znatno manja količina vode nego što brašno ima moć upijanja vode. Dužina zamjesivanja tijesta kreće se od 10 do 20 min ovisno o kvaliteti brašna, veličini čestica brašna, količini dodane vode i temperature zamjesa.

S obzirom na vlažnost tijesta razlikuju se tri vrste zamjesa:

- tvrdi zamjes, s vlažnošću tijesta 28 – 30 %;
- srednji zamjes, s vlažnošću tijesta 30 – 32 %;
- meki zamjes, s vlažnošću tijesta 32 – 34 % (Krnić, 2012).

2.4.4. Oblikovanje tjestenine

Tjestenina se može oblikovati ekstrudiranjem ili stanjivanjem između valjaka (Pagani i sur., 1989). Proces ekstrudiranja podrazumijeva primjenu mehaničke energije puža što uzrokuje prolazak mokrog zamjesa krupice i vode kroz ekstruder te formiranja tijesta izlaskom kroz

sapnicu koja može biti teflonska ili brončana (Haraldsson, 2010; Wrigley i sur., 2004). Čestice krupice izlučuju fibrile te se stvara glutenska mreža, a tijesto postaje kohezivno (Kosović, 2017). Za elastičnost tijesta najzaslužniji su glijadin i glutenin, jer tijekom zamjesa reagiraju te se stvaraju disulfidne veze, pri čemu nastaje gluten koji daje tijestu elastičnost (Zweifel, 2001; Sissons, 2008).

Prilikom ekstrudiranja razvija se temperatura koju uzrokuje smicanje i visoki tlakovi (od 80 do 120 bara). Da bi se temperatura tijesta smanjila ispod 50 °C, dovodi se rashladna voda temperature 38 do 40 °C kroz plašt oko kućišta ekstrudera (Krnić, 2012).

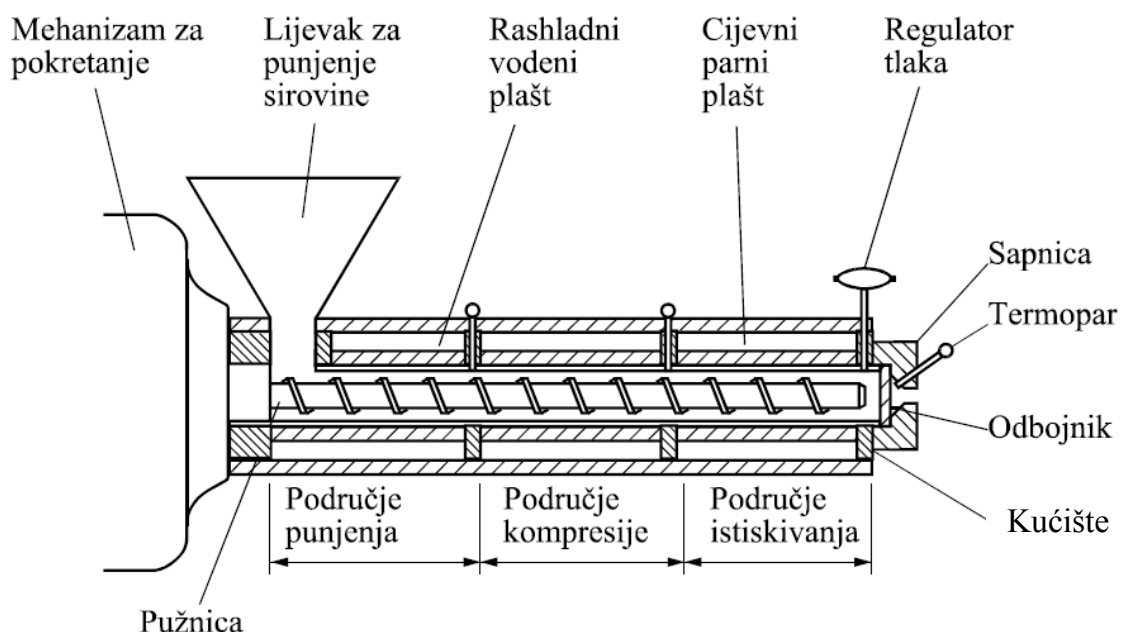
Tri osnovna postupka ekstruzije koji se koriste u prehrambenoj industriji su: hladno ekstrudiranje, želatinizacija (geliranje) i toplo ekstrudiranje (Lovrić, 2003).

Slika 1 prikazuje zone jednopužnog ekstrudera na kojima se zasniva princip njegovog rada (ali i rada svih ostalih ekstrudera). To su: zona punjenja (uvlačenja), zona prijelaza (kompresije) i zona istiskivanja.

Zona punjenja obuhvaća prihvrat, transport i tlačenje materijala do istisne zone. U prijelaznoj zoni vrši se kompresija materijala i plastificiranje (zbog pretvorbe mehaničke energije u toplinsku, tj. porasta temperatura) materijala koji je u početku bio praškast ili u vidu granula. Najvažnija zona je zona istiskivanja u kojoj se stlačeni materijal homogenizira (zbog sile smicanja i miješanja uslijed uzdužnog i poprečnog gibanja materijala kroz cilindar) i potiskuje kroz sapnicu pri konstantnom tlaku (Gelemanović, 2013).

U tehnologiji prehrambenih proizvoda ekstruderi se dijele s obzirom na termodinamičke uvjete (adijabatski, izotermni, politropski), s obzirom na način stvaranja tlaka u uređaju (ekstruderi direktnog i indirektnog tipa) i s obzirom na veličinu smicanja (nisko-, srednje-, i visoko-smični ekstruderi). U ekstruderima koji rade pri približno adijabatskim uvjetima (toplina se razvija iz mehaničke energije prilikom gibanja materijala kroz uređaj) toplina se niti odvodi niti dovodi, dok se u izotermnim ekstruderima određena temperatura održava odvođenjem topline. Politropski ekstruderi rade u uvjetima između adijabatskih i izotermnih. Ekstruderi direktnog tipa (ekstruderi pozitivnog tlaka) rade pomoću klipa ili jednog/dva puža. Koriste se kod proizvoda kod kojih nije poželjna promjena svojstava ekstrudata s obzirom na početni materijal (kobasice, flips, čokolada, žvakaće gume). U ekstruderima indirektnog tipa (ekstruderi viskozno-vlačnog toka) dolazi do promjene svojstava početnog materijala jer se materijal tijekom prolaza kroz ekstruder ponaša kao ne-Newtonski fluid.

S obzirom na broj pužnica, ekstruderi se dijele na jednpužne i dvopužne. Osnovna razlika između jedno- i dvopužnih ekstrudera je u načinu transporta materijala unutar uređaja. Jednpužni ekstruderi su prikladni za postizanje visokih tlakova, a transport materijala proizlazi iz razlika sila trenja i smicanja na mjestima dodira materijala s pužnicom i kućištem. U dvopužnim ekstruderima s uzajamno zahvaćajućim pužnicama materijal se ne okreće zajedno s pužnicom te je kod njih trenje od manjeg značenja (Lovrić, 2003).



Slika 1 Presjek jednpužnog ekstrudera s odgovarajućim zonama (Lovrić, 2003)

2.4.5. Sušenje vlažne tjestenine

Glavni cilj sušenja tjestenine je smanjiti sadržaj vlage u cijelom proizvodu do razine koja osigurava mikrobiološku stabilnost. Također, sušenje uključuje optimiranje boje i teksture čime se postiže odgovarajuća kvaliteta proizvoda. Poboljšanje teksture očituje se u povećanju ukrštavanja proteina pri višim temperaturama. Na taj način se poboljšava stezanje, tj. sprječava se otpuštanje škroba. Poboljšanje boje postiže se na dva načina. Prvi način podrazumijeva brzo uklanjanje enzima lipoksigenaze pri visokim temperaturama u prvoj fazi sušenja. U protivnom bi lipoksigenaza razgradila β -karoten prisutan u tjestenini. Drugi način su Maillardove reakcije pri čemu nastaju pigmenti i aromatične tvari. Završna faza sušenja podrazumijeva zonu staklastog prijelaza tjestenine gdje se ona hladi. U ovoj fazi

želi se postići da konačni proizvod bude što bliže sobnoj temperaturi (Kill i Turnbull, 2001). Sušenje se provodi u uređajima s mogućnošću kontrole temperature, vlažnosti i strujanja zraka (**Slika 2**).



Slika 2 Uređaj za sušenje tjestenine (Web 1)

2.4.6. Kuhanje tjestenine

Prije konzumacije tjestenina zahtijeva kuhanje do optimalnog vremena pri čemu nestane središnji bijeli dio uzoraka tjestenine, tj. neželatinizirani škrob. Kuhanjem dolazi do procesa difuzije i hidracije proizvoda. Strukturna i teksturalna svojstva kuhane tjestenine određuju škrob (koji želatinizira) i proteini (koji koaguliraju) (Kosović, 2017).

2.4.7. Pakiranje i skladištenje tjestenine

Nakon što je tjestenina osušena i ohlađena odlazi na skladištenje. Duga tjestenina se najčešće pohranjuje u "jedinicama za slaganje" pod kontroliranom vlagom, dok se kratka tjestenina pohranjuje u sustavu silosa koji može zadržavati do nekoliko tona proizvoda (**Slika 3**). Tjestenina se pakira u PVC folije, kartonsku ambalažu i papirnate vrećice. Pakiranjem tjestenina se štiti od mikrobioloških, biokemijskih i fizikalnih promjena koje mogu dovesti do značajnog gubitka kvalitete. Upakirana tjestenina odlazi u skladište i tamo ostaje sve do transporta na prodajna mjesta (Varriano-Marston i Stones, 1996). Temperatura skladištenja tjestenine iznosi 20 °C (Šimonji, 2011).



Slika 3 Silos za pohranu tjestenine marke Cusinato (Kill i Turnbull, 2001)

3. EKSPERIMENTALNI DIO

3.1. ZADATAK

Cilj ovog rada bio je:

- ispitati mogućnost primjene ražene krupice od 10 različitih proizvođača iz Republike Hrvatske u proizvodnji tjestenine od durum krupice;
- odrediti fizikalna svojstva sušene i kuhane tjestenine (boja, tekstura, udio suhe tvari, optimalno vrijeme kuhanja, indeks bubrenja, indeks apsorpcije vode, gubitak kuhanjem);
- utvrditi utjecaj ekstruzije na količinu ergot alkaloida u uzorcima sušene i kuhane tjestenine pomoću LC/MS-MS-a.

3.2. MATERIJALI I METODE

Sirovine korištene za proizvodnju tjestenine su durum krupica - Sgambaro, Italija, uvoznik Gatti d.o.o., Zagreb te 10 uzoraka raži (žetva 2016.) prikupljenih slučajnim odabirom od hrvatskih proizvođača. Nakon mljevenja raži na mlinu za usitnjavanje IKA MF 10, odvojene su frakcije brašna, krupice i mekinja na analitički vibrirajućem uređaju za prosijavanje (Retsch GmbH; Model: AS200) sa sitima promjera 1,6 mm u trajanju od 5 min.

3.2.1. Izrada tjestenine

Za proizvodnju tjestenine izvagano je 350 g (70 %) durum krupice i 150 g (30 %) ražene krupice. Nakon toga smjesa je promiješana u laboratorijskom mikseru kako bi se postigla ravnomjerna raspodjela čestica durum krupice i ražene krupice. Nakon toga vlažnost smjese korigirana je na 34 % vlage dodavanjem vodovodne vode temperature 40 °C pomoću špricaljke da bi se ravnomjerno rasporedila po smjesi. Za vrijeme dodavanja vode zamjes se kontinuirano miješao u laboratorijskom mikseru te nakon što je dodana sva količina vode, smjesa se miješala još 10 min.

Tako pripremljene smjese ostavljene su 20 min u vrećicama sa zatvaračem te su ekstrudirane u jednupužnom laboratorijskom ekstruderu. Temperaturni režim ekstrudera iznosio je 35 °C u prvoj zoni ekstrudera i 40 °C u drugoj zoni uz hlađenje strujanjem vodovodne vode u trećoj zoni. Oblikovana tjestenina koja je izlazila iz ekstrudera kroz sapnicu 7 mm širine i 2 mm

debljine. Oblikovana tjestenina po izlasku iz ekstrudera rezana je ručno u obliku traka i slagana na perforirane metalne pladnjeve.

3.2.2. Sušenje tjestenine

Svježa tjestenina zajedno s pladnjevima stavljena je u komoru za sušenje. Predsušenje se provelo pri 40 °C i 60 % vlažnosti zraka kroz 30 min. Zatim je slijedilo glavno sušenje pri 90 °C i 70 % vlažnosti zraka kroz 120 min.

Nakon sušenja, tjestenina je ostavljena na sobnoj temperaturi radi kondicioniranja te je pakirana u plastične vrećice sa zatvaračem i čuvana do analize.

3.2.3. Fizikalna svojstva tjestenine

Fizikalna svojstva tjestenine ispitivana u ovom radu su: boja kuhane i sušene tjestenine, optimalno vrijeme kuhanja, gubitak kuhanjem, indeks apsorpcije vode, indeks bubrenja te tekstura.

Boja kuhane i sušene tjestenine

Boja kuhane i sušene tjestenine određena je pomoću Konica Minolta CR-400 uređaja (**Slika 4**). Uređaj je prije korištenja kalibriran pomoću kalibracijske pločice. Uzorci sušene tjestenine uzeti su nakon sušenja. Uzeto je 5 uzoraka koji su poslagani jedan uz drugi na bijelu površinu nakon čega je određena boja. Uzorci kuhane tjestenine uzeti su nakon sušenja, kuhanja do optimalnog vremena, ispiranja vodom i cijeđenja. Poslagani su na isti način kao i uzorci sušene tjestenine te je određena boja. Provodilo se 5 mjerenja za svaki uzorak, a rezultat je izražen kao srednja vrijednost tih mjerenja uz prikaz standardne devijacije. Ukupna promjena boje ΔE računata je po formuli **(1)**:

$$\Delta E = \sqrt{(L - L_0)^2 + (b - b_0)^2 + (a - a_0)^2} \quad (1)$$

L_0 , b_0 i a_0 predstavljaju vrijednosti boje za kontrolni uzorak durum krupice, odnosno tjestenine od durum krupice, a vrijednosti za promatrani uzorak su:

- L (bijelo/crno);
- a (crveno/zeleno) i
- b (žuto/plavo)



Slika 4 Kromametar Konica Minolta CR-400 (Jozinović, 2015)

Optimalno vrijeme kuhanja

Optimalno vrijeme kuhanja podrazumijeva vrijeme koje je potrebno da središnji, bijeli dio tjestenine nestane, tj. da škrob potpuno želatinizira. To se provjerava tako da se tjestenina stisne između dvije staklene pločice. Za određivanje optimalnog vremena kuhanja odvaže se 10 g uzorka sušene tjestenine i odmjeri 200 mL destilirane vode. Destilirana voda u laboratorijskoj čaši stavi se na električni rešo, poklopi sa satnim stakalcem kako voda ne bi isparila i zagrijava do ključanja. U proključalu vodu stavi se 10 g uzorka tjestenine i pokrene se vrijeme na štopericu. Čaša se ponovo poklopi satnim stakalcem, te se po potrebi regulira temperatura na rešou kako voda s uzorkom ne bi prejaklo. Svake minute uzorak se pomiješa pomoću vilice da nebi došlo do ljepljenja tjestenine za stjenke čaše. Nakon 5 min kuhanja slijedi provjera je li tjestenina kuhana na način da se uzorak tjestenine izvadi pomoću pincete i provjeri je li središnji bijeli dio nestao. Ako tjestenina nije kuhana, vraća se natrag u čašu i kuha još 30 s te se ponovno provjerava. Postupak se ponavlja sve dok tjestenina nije kuhana. Kada je tjestenina kuhana, uzorak se procijedi preko cjediljke te se u čašu doda 50 mL destilirane vode, malo promiješa i uzorak tjestenine ispere u malim obrocima na cjediljci. Vrijeme potrebno da se tjestenina skuha bilježi se kao optimalno vrijeme kuhanja. Mjerenje je provedeno u dvije paralele za svaki uzorak, a rezultat izražen kao srednja vrijednost uz prikaz standardne devijacije.

Gubitak kuhanjem (CL)

Gubitak kuhanjem predstavlja gubitak čvrste tvari u vodi koji je vidljiv kao talog koji zaostaje nakon kuhanja. Što je manji gubitak kuhanjem, tjestenina je bolje kvalitete i obrnuto.

Odvaže se 10 g sušene tjestenine i kuha u 200 mL destilirane vode do optimalnog vremena kuhanja nakon čega se uzorak ispere s 50 mL destilirane vode i procijedi. Voda u kojoj se uzorak kuhao i voda s kojom se ispirao izliju se u jednu čašu koja se stavi na rešo, a zatim u sušionik (115 °C) sve dok voda ne ispari. Suhi ostatak zaostao u čaši se izvaže te se izračuna gubitak kuhanjem prema formuli (2):

$$CL [\%] = \frac{\text{masa suhog ostatka nakon uparavanja}}{\text{masa sušene tjestenine}} \times 100 \quad (2)$$

Za svaki uzorak provedena su 2 mjerenja.

Indeks apsorpcije vode (WAI)

Indeks apsorpcije vode određen je prema metodi Chillo i sur. (2011). Izvaže se 10 g uzorka tjestenine, duljine 40 mm. Uzorak se kuha do optimalnog vremena kuhanja. Kuhana tjestenina procijedi se, ispere se s 50 mL destilirane vode i ostavi u cjedilu 2 min. Procijeđen uzorak se izvaže, stavi u poklopac Petrijeve zdjelice i suši u sušioniku na 105 °C do konstantne mase.

Indeks apsorpcije vode računa se prema formuli (3):

$$WAI [\%] = \frac{\text{masa kuhane tjestenine} - \text{masa sušene tjestenine}}{\text{masa sušene tjestenine}} \times 100 \quad (3)$$

Indeks bubrenja (SI)

Indeks bubrenja određen je na isti način kao i indeks apsorpcije i izračunat je prema sljedećoj formuli (4):

$$SI [\text{g vode/g sušene tjestenine}] = \frac{\text{masa kuhane tjestenine} - \text{masa tjestenine nakon sušenja}}{\text{masa tjestenine nakon sušenja}} \quad (4)$$

Analiza teksturalnog profila uzoraka kuhane tjestenine

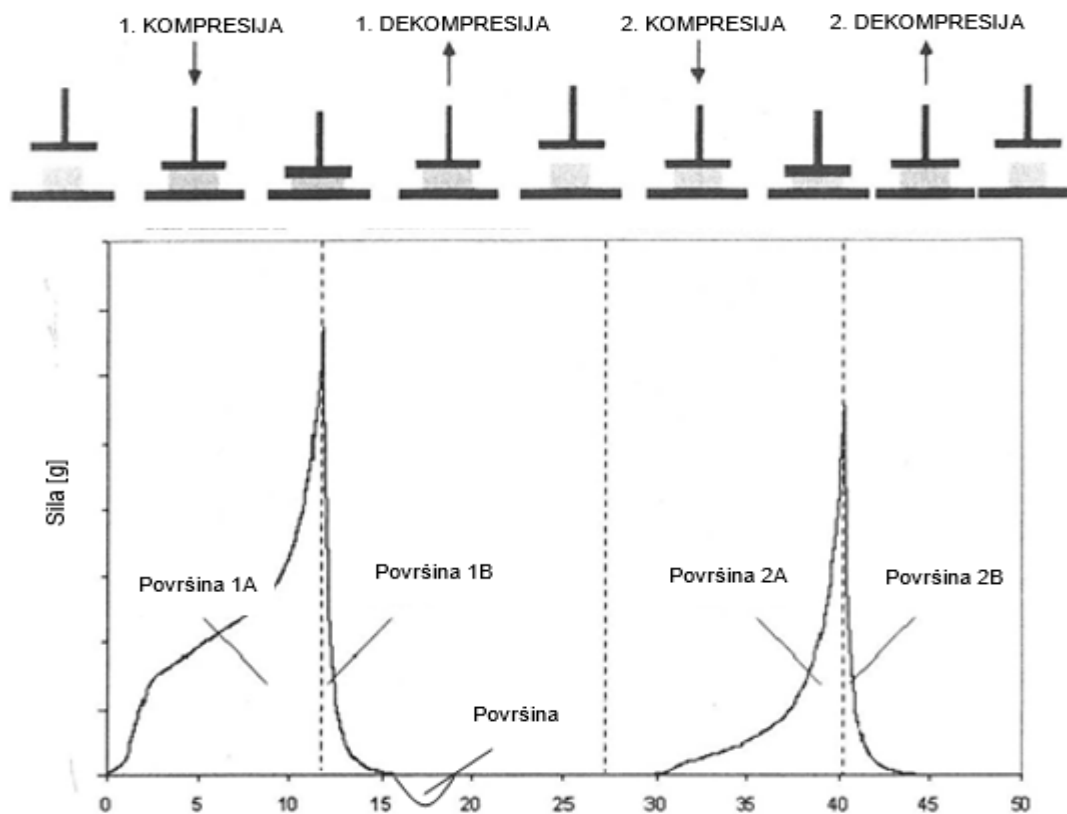
Odvaže se 10 g uzorka tjestenine i skuha u 300 mL destilirane vode do optimalnog vremena kuhanja. Skuhani uzorak tjestenine ispere se sa 100 mL destilirane vode, procijedi, posloži na plastične pladnjeve i ostavi 15 min na sobnoj temperaturi kako bi se uklonio višak vode s uzorka. Nakon toga, uzorak tjestenine podvrgava se analizi teksture. Za određivanje teksturalnog profila tjestenine koristi se uređaj TA.XT Plus (Stable Micro Systems, Velika Britanija), koji je prikazan na **Slici 5**. Uzorci kuhane tjestenine veličine najmanje 12x12 mm se fiksiraju na bazu analizatora teksture pomoću plastičnog držača koji na sebi ima okrugli otvor promjera 11 mm. Kroz taj otvor uzorci se podvrgavaju dvostrukoj kompresiji aluminijskim cilindričnim nastavkom promjera 10 mm prema sljedećim parametrima:

- kalibracija visine: 10 mm;
- brzina prije mjerenja: 1 mm/s;
- brzina mjerenja: 5 mm/s;
- dubina prodiranja cilindra: 40 %;
- vrijeme zadržavanja između dvije kompresije: 5 s;
- potrebna sila za početni signal: 5 g (Kosović, 2017).

Krivulja koja prikazuje promjenu sile potrebnu za kompresiju uzoraka u određenom vremenu prikazana je na **Slici 6**, a krivulja dobivena ispitivanjem uzoraka tjestenine iz ovog rada na **Slici 7**.



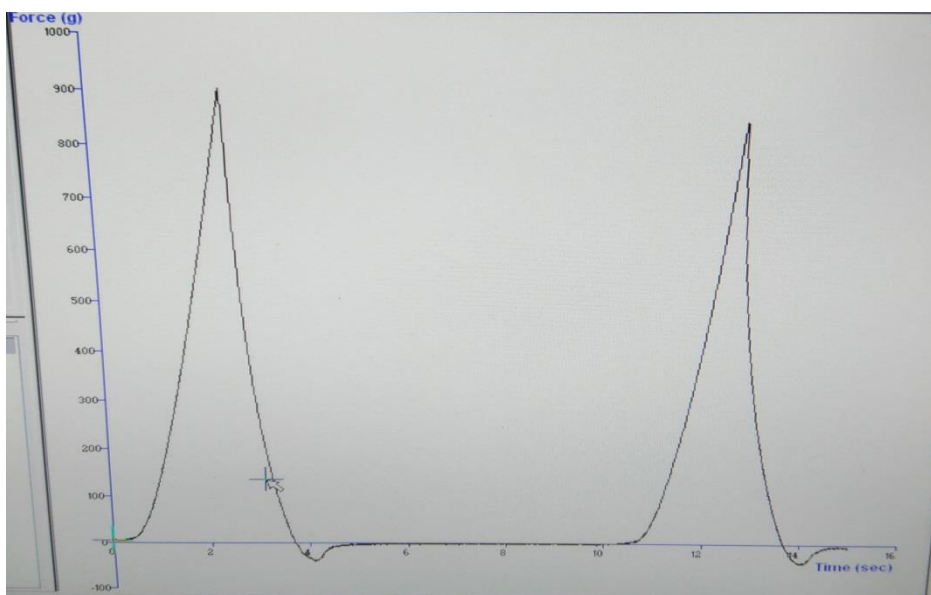
Slika 5 Analizator teksture TA.XT Plus



Slika 6 Krivulja ispitivanja teksturalnog profila tjestenine metodom dvostruke kompresije (Kosović, 2017)

Iz dobivenih rezultata očitane su sljedeće vrijednosti:

- čvrstoća - predstavlja visinu prvog pika izražen u gramima (g);
- kohezivnost - predstavlja snagu unutrašnjih veza materijala potrebnih da zadrže uzorak koherentnim pri deformaciji, a definirana je omjerom površina ispod drugog i prvog pika (Površina 2AiB/Površina 1AiB);
- elastičnost - predstavlja omjer visina uzorka do koje se on vraća tijekom vremena koje prođe između kraja prve kompresije i početka druge kompresije i početne visine uzorka;
- otpor žvakanju predstavlja energiju koju je potrebno utrošiti za žvakanje uzorka, a izračunava se kao umnožak čvrstoće, kohezivnosti i odgođene elastičnosti i izražava u gramima (g);
- adhezivnost – predstavlja ljepljivost uzorka, a definirana je površinom C ispod pika koji se pojavljuje ispod apscise i izražava se u gram sekundama (g s).



Slika 7 Krivulja ispitivanja teksturalnog profila kuhane tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice (30 %), metodom dvostruke kompresije

3.2.4. Određivanje udjela ergot alkaloida u uzorcima sušene i kuhane tjestenine

Priprema uzoraka

Priprema uzoraka izvršena je prema Malachovoj i sur. (2014). Odvagano je 5 g svakog uzorka u koji je dodano 20 mL otapala za ekstrakciju (acetonitril:voda:octena kiselina 79:20:1). Ekstrakcija je trajala 90 min pomoću tresilice nakon čega je slijedilo centrifugiranje (2 min, 3000 o/min). Ekstrakti su prebačeni u staklene bočice pomoću pipeta, 500 mL alikvota razrijeđeno je s istim volumenom otapala za razrjeđivanje (acetonitril:voda:octena kiselina 20:79:1). Nakon miješanja, 5 μ L razrijeđenog ekstrakta injektirano je u LC-MS/MS sustav bez prethodnog pročišćavanja.

Instrumenti i uvjeti

Mjerenje udjela ergot alkaloida izvršeno je prema validiranoj metodi Malachove i sur. (2014). Analiza je provedena pomoću QTrap 5500 MS/MS sustava (AB SCIEX, Foster City, CA, US) s ionskim raspršivačem kao ionskim izvorom (ESI) i UHPLC sustavom serije 1290 (Agilent Technologies, Waldbronn, Njemačka). Kromatografsko razdvajanje provedeno je pri 25 °C na

Gemini C18 koloni (Phenomenex, Torrance, CA, US). Eluiranje je provedeno u binarnom gradijentnom modu, pomoću metanola/vode/octene kiseline (eluent A 10:89:1 i eluent B 97:2:1). Oba eluenta su sadržavala i 5 mM amonijeva acetata. Kvalitativna i kvantitativna obrada podataka rađena je pomoću softvera Analyst version 1.6.3, odnosno MultiQuant 3.0.2. softvera.

3.2.5. Statistička obrada podataka

Rezultati su prikazani kao srednja vrijednost ponavljanja $\pm$ standardna devijacija. Statistička obrada podataka provedena je pomoću programa Statistica (StatSoft) i Microsoft Excel 2016. Kod obrade rezultata u programu Statistica 12 korištena je analiza glavnih faktora (Main effects ANOVA), te Fischerov test najmanje značajne razlike (engl. least significant difference).

4. REZULTATI

Tablica 1 Boja uzoraka sušene tjestenine

Uzorak	L*	a*	b*	ΔE
0	70,07 ± 0,40 ^h	0,32 ± 0,08 ^a	32,11 ± 0,53 ^f	
3	47,50 ± 0,45 ^b	9,20 ± 0,25 ^d	22,93 ± 0,64 ^b	25,93
4	46,60 ± 0,35 ^a	9,93 ± 0,17 ^f	23,01 ± 0,40 ^b	26,94
7	48,11 ± 0,41 ^{c,d}	8,51 ± 0,27 ^{b,c}	20,00 ± 0,44 ^a	26,38
9	50,75 ± 0,43 ^g	8,25 ± 0,31 ^b	23,20 ± 1,04 ^{b,c}	22,70
10	50,26 ± 0,24 ^{f,g}	9,49 ± 0,15 ^e	24,19 ± 0,38 ^d	23,22
12	49,80 ± 0,49 ^f	10,23 ± 0,32 ^g	27,00 ± 0,76 ^e	23,13
13	50,82 ± 0,28 ^g	9,44 ± 0,21 ^{d,e}	23,81 ± 0,56 ^{c,d}	22,85
14	48,44 ± 0,40 ^{d,e}	10,56 ± 0,10 ^h	23,20 ± 0,20 ^{b,c}	25,54
16	48,96 ± 0,76 ^e	9,34 ± 0,18 ^{d,e}	22,95 ± 0,51 ^b	24,71
20	48,97 ± 0,57 ^e	8,37 ± 0,08 ^c	20,45 ± 0,51 ^a	25,53

ΔE – ukupna promjena boje u odnosu na uzorak bez dodatka raži
srednje vrijednosti pet mjerenja ± standardna devijacija (SD)

Vrijednosti u istoj koloni s različitim eksponentima (a-f) su statistički značajno različite (p<0,05) ANOVA, Fisher's LSD.

0 – uzorak tjestenine od durum krupice; 3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice

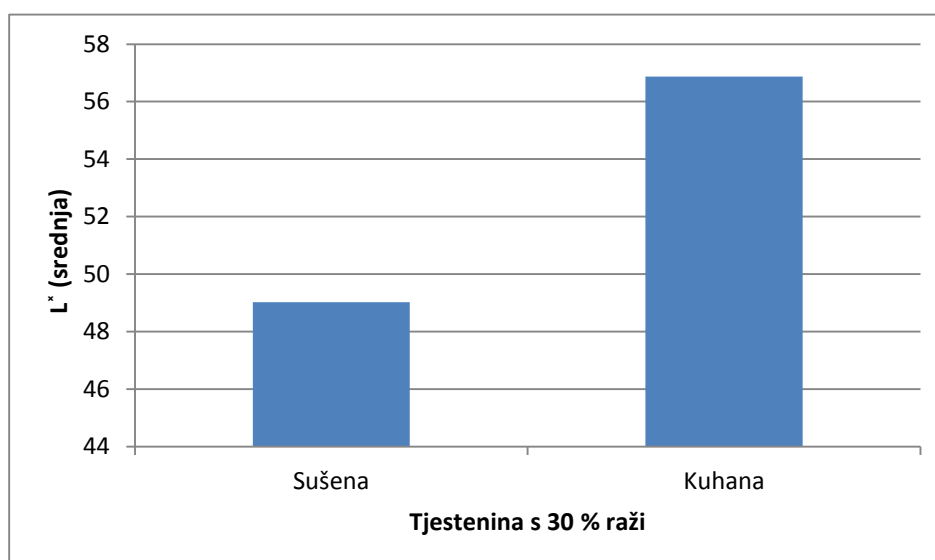
Tablica 2 Boja uzoraka kuhane tjestenine

Uzorak	L*	a*	b*	ΔE
0	76,77 ± 0,15 ^f	-1,11 ± 0,05 ^a	25,63 ± 0,27 ^e	
3	56,73 ± 0,46 ^{b,c,d}	7,74 ± 0,35 ^{c,d,e}	22,97 ± 0,61 ^b	22,08
4	56,05 ± 0,49 ^b	7,32 ± 0,28 ^{b,c}	22,20 ± 0,24 ^a	22,63
7	56,90 ± 0,52 ^{c,d}	7,53 ± 0,19 ^{b,c,d}	21,92 ± 0,52 ^a	21,99
9	56,56 ± 1,10 ^{b,c}	7,42 ± 0,54 ^{b,c,d}	23,52 ± 0,92 ^{c,d}	22,04
10	56,11 ± 0,49 ^b	7,44 ± 0,42 ^{b,c,d}	21,92 ± 0,74 ^a	22,67
12	59,16 ± 0,40 ^e	7,06 ± 0,22 ^b	23,21 ± 0,39 ^c	19,57
13	58,75 ± 0,54 ^e	7,84 ± 0,26 ^{d,e}	24,01 ± 0,35 ^d	20,19
14	56,61 ± 0,65 ^{b,c}	8,52 ± 0,30 ^f	23,91 ± 0,84 ^{c,d}	22,42
16	57,39 ± 0,45 ^d	7,58 ± 0,44 ^{c,d}	22,30 ± 0,61 ^{a,b}	21,51
20	54,46 ± 0,49 ^a	8,21 ± 0,62 ^e	21,59 ± 0,62 ^a	24,52

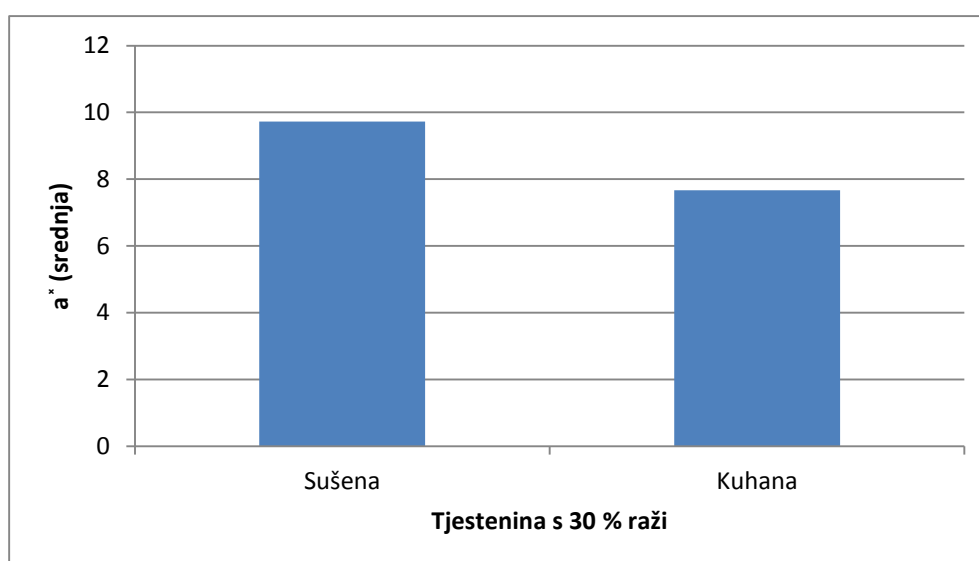
ΔE – ukupna promjena boje u odnosu na uzorak bez dodatka raži
srednje vrijednosti pet mjerenja ± standardna devijacija (SD)

Vrijednosti u istoj koloni s različitim eksponentima (a-f) su statistički značajno različite (p<0,05) ANOVA, Fisher's LSD.

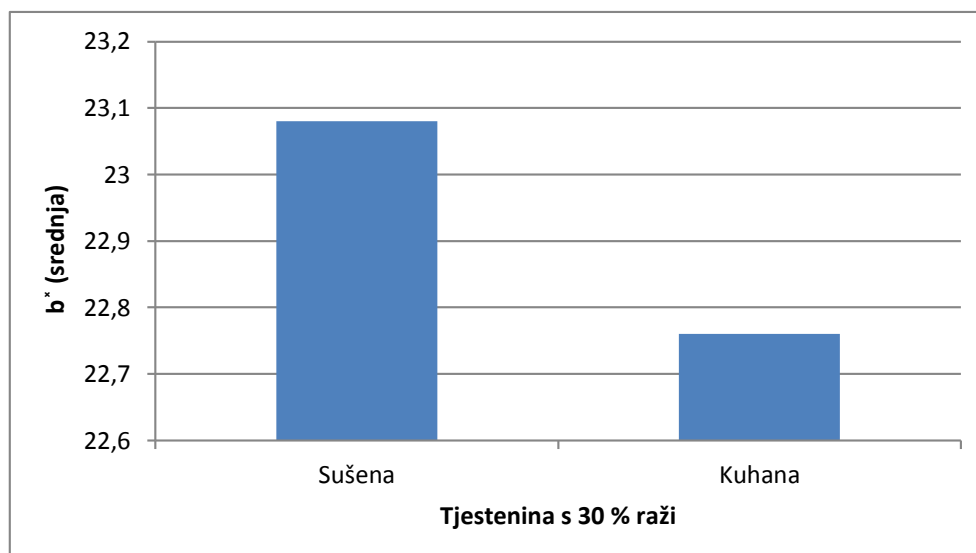
0 – uzorak tjestenine od durum krupice; 3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice



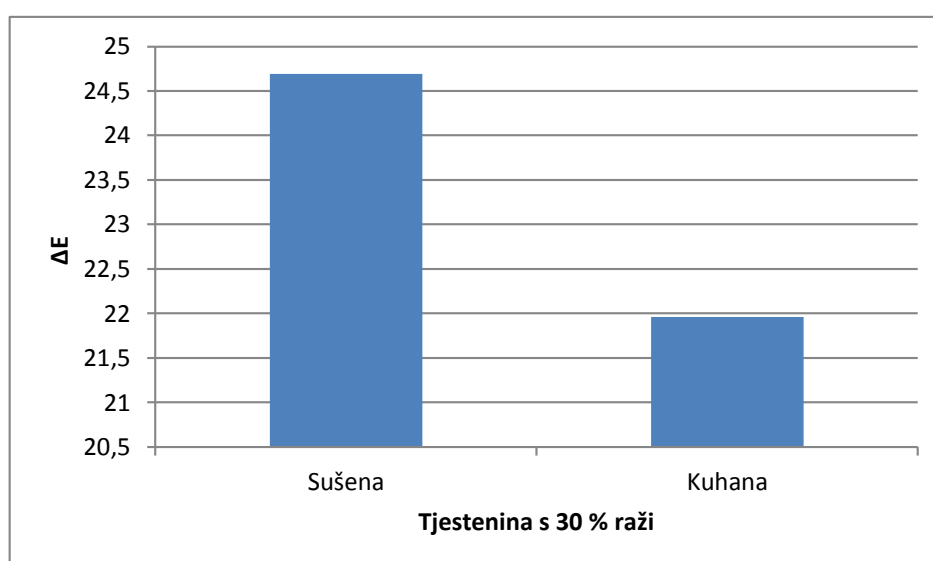
Slika 8 Grafički prikaz ovisnosti parametra L^* u kuhanoj i sušenoj tjestenini



Slika 9 Grafički prikaz ovisnosti parametra a^* u kuhanoj i sušenoj tjestenini



Slika 10 Grafički prikaz ovisnosti parametra b^* u kuhanoj i sušenoj tjestenini



Slika 11 Grafički prikaz ovisnosti ukupne promjene boje (ΔE) u kuhanoj i sušenoj tjestenini

Tablica 3 Optimalno vrijeme kuhanja uzoraka tjestenine

Uzorak	Optimalno vrijeme kuhanja [min]
0	$10,33 \pm 0,06^{ab}$
3	$9,05 \pm 0,07^c$
4	$9,28 \pm 0,04^c$
7	$9,03 \pm 0,04^{b,c}$
9	$9,08 \pm 0,04^c$
10	$9,03 \pm 0,04^{b,c}$
12	$9,05 \pm 0,07^c$
13	$9,00 \pm 0,00^{b,c}$
14	$8,38 \pm 0,11^a$
16	$8,75 \pm 0,35^b$
20	$8,4 \pm 0,14^a$

Srednje vrijednosti dva mjerenja $\pm$ standardna devijacija (SD)

Vrijednosti u istoj koloni s različitim eksponentima (a-c) su statistički značajno različite ($p < 0,05$) ANOVA, Fisher's LSD.

0 – uzorak tjestenine od durum krupice; 3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice

Tablica 4 Indeks apsorpcije vode, indeks bubrenja i gubitak kuhanjem uzoraka kuhane tjestenine

Uzorak	Indeks apsorpcije vode (%)	Indeks bubrenja (%)	Gubitak kuhanjem (%)
0	$154,24 \pm 7,32^{bc}$	$1,92 \pm 0,09^{bd}$	$3,95 \pm 0,23^{ba}$
3	$146,11 \pm 3,59^{b,c}$	$1,45 \pm 0,52^a$	$3,73 \pm 0,38^a$
4	$149,34 \pm 5,44^c$	$1,89 \pm 0,05^b$	$4,60 \pm 0,97^a$
7	$146,44 \pm 1,22^{b,c}$	$1,83 \pm 0,02^b$	$5,71 \pm 0,19^c$
9	$147,38 \pm 3,63^{b,c}$	$1,88 \pm 0,05^b$	$6,26 \pm 0,45^{b,c,d}$
10	$141,59 \pm 0,62^{a,b,c}$	$1,79 \pm 0,03^{a,b}$	$5,62 \pm 0,12^{b,c}$
12	$137,26 \pm 1,99^a$	$1,82 \pm 0,01^{a,b}$	$6,84 \pm 0,53^d$
13	$143,24 \pm 6,40^{a,b,c}$	$1,86 \pm 0,06^b$	$6,10 \pm 0,47^{b,c,d}$
14	$137,54 \pm 4,66^a$	$1,78 \pm 0,07^{a,b}$	$5,75 \pm 0,21^{b,c}$
16	$141,09 \pm 2,89^{a,b}$	$1,82 \pm 0,02^{a,b}$	$5,89 \pm 0,44^{b,c,d}$
20	$145,30 \pm 1,81^{a,b,c}$	$1,90 \pm 0,03^b$	$6,77 \pm 0,05^d$

srednje vrijednosti dva mjerenja $\pm$ standardna devijacija (SD)

Vrijednosti u istoj koloni s različitim eksponentima (a-d) su statistički značajno različite ($p < 0,05$) ANOVA, Fisher's LSD.

0 – uzorak tjestenine od durum krupice; 3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice

Tablica 5 Tekstura (tvrdoća, adhezivnost i kohezivnost) uzoraka kuhane tjestenine

Uzorak	Tvrdoća (g)	Adhezivnost (g s)	Kohezivnost
0	1359,48 ± 24,15 ^{ch}	-17,86 ± 0,35 ^{bef}	0,79 ± 0,01 ^{abc}
3	1061,17 ± 14,15 ^{d,e}	-31,58 ± 10,05 ^{a,b}	0,79 ± 0,009 ^c
4	1036,67 ± 77,03 ^d	-36,25 ± 7,43 ^b	0,76 ± 0,014 ^{b,c}
7	963,99 ± 66,10 ^{a,b,c,d}	-25,69 ± 8,61 ^{a,b}	0,76 ± 0,016 ^{a,b}
9	912,32 ± 48,17 ^a	-35,20 ± 4,59 ^{a,b}	0,77 ± 0,030 ^{b,c}
10	1023,79 ± 62,52 ^{c,d}	-33,28 ± 11,02 ^{a,b}	0,77 ± 0,014 ^{b,c}
12	951,86 ± 42,65 ^{a,b,c}	-35,84 ± 10,46 ^b	0,75 ± 0,025 ^{a,b}
13	1018,86 ± 75,55 ^{c,d}	-28,72 ± 10,93 ^{a,b}	0,76 ± 0,021 ^{a,b}
14	990,63 ± 32,36 ^{b,c,d}	-27,64 ± 5,93 ^{a,b}	0,76 ± 0,019 ^{a,b}
16	969,17 ± 66,13 ^{a,b,c,d}	-29,81 ± 4,32 ^{a,b}	0,75 ± 0,024 ^{a,b}
20	939,80 ± 60,82 ^{a,b}	-24,57 ± 8,06 ^a	0,73 ± 0,027 ^a

srednje vrijednosti pet mjerenja ± standardna devijacija (SD)

Vrijednosti u istoj koloni s različitim eksponentima (a-h) su statistički značajno različite ($p < 0,05$) ANOVA, Fisher's LSD.

0 – uzorak tjestenine od durum krupice; 3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice

Tablica 6 Količina ergot alkaloida (EA) u uzorcima sušene tjestenine

Vrsta EA	0	3	4	7	9	10	12	13	14	16	20
Agroklavin (g/kg)	<LOD	2,21	<LOD	12,21	<LOD	144,11	<LOD	<LOD	6,98	<LOD	2,33
Kanoklavin (g/kg)	<LOD	1,02	1,98	7,91	<LOD	17,54	0,89	11,71	19,39	<LOD	4,84
Ergin (µg/kg)	<LOD	1,27	2,5	6,04	<LOD	7,75	0,47	1,5	6,84	0,47	4,06
Ergokornin (g/kg)	<LOD	<LOD	7,72	17,3	<LOD	13,66	<LOD	5,43	17,79	6,45	15,43
Ergokorninin (g/kg)	<LOD	0,94	9,61	21,44	<LOD	19,59	<LOD	8,38	23,77	8,05	21,17
Ergokristin (g/kg)	<LOD	30,09	47,45	149,14	<LOD	288,69	21,5	43,91	133,26	6,89	139,09
Ergokristinin (g/kg)	<LOD	27,27	44,4	128,91	<LOQ	260,11	18,61	38,17	124,8	6,45	121,37
Ergokriptin (g/kg)	<LOD	57,12	23,23	29,6	<LOD	89,15	<LOD	31,29	77,39	12,93	28,08
Ergokriptinin (g/kg)	<LOD	72,93	4,62	9,86	<LOD	20,33	<LOQ	4,69	23,1	2,03	10,62
Ergometrin (g/kg)	<LOQ	16,48	361,03	1390,86	<LOQ	5049,14	97,07	908,8	1752	125,6	437,94
Ergometrinin (g/kg)	<LOD	<LOQ	5,07	16,66	<LOD	40,96	1,25	11,6	21,57	1,61	5,69
Ergozin (g/kg)	<LOD	78,53	86,06	251,31	<LOD	313,71	46,81	83,74	244,8	36,48	246,97
Ergozinin (g/kg)	<LOD	36,3	36,77	101,78	<LOD	143,54	18,8	33,33	110,07	15,95	113,02
Ergotamin (g/kg)	<LOD	41,67	18,29	63,27	<LOD	138,63	7,07	15,5	61,28	4,06	41,17
Ergotaminin (g/kg)	<LOD	10,85	5,15	20,48	<LOD	44,93	2,13	5,03	20,33	1	13,03
Paspalična kiselina (g/kg)	<LOD	<LOQ	<LOQ	4780,57	<LOD	6709,71	<LOD	<LOQ	5291,43	<LOQ	4126,8 6
Ukupni udio (g/kg)	<LOD	373	652	2207	<LOD	6430	214	1191	2617	228	1198

LOD (engl. *limit of detection*) – limit detekcije; LOQ (engl. *limit of quantification*) – limit kvantifikacije

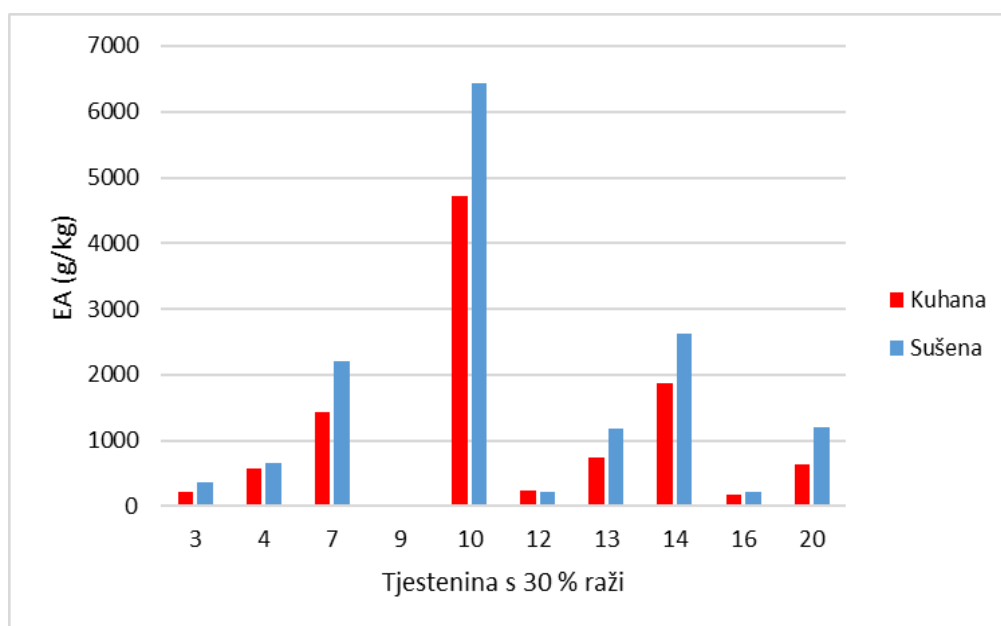
0 – uzorak tjestenine od durum krupice; 3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice

Tablica 7 Količina ergot alkaloida (EA) u uzorcima kuhane tjestenine

Vrsta EA	0	3	4	7	9	10	12	13	14	16	20
Agroklavin (g/kg)	<LOD	<LOD	<LOD	4,01	<LOD	124,34	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD	<LOD
Kanoklavin (g/kg)	<LOD	0,66	1,2	5,1	<LOD	13,44	0,64	7,23	12,87	<LOD	2,79
Ergin (µg/kg)	<LOD	0,91	2,6	5,33	<LOD	7,27	0,43	1,12	6,5	0,48	2,53
Ergokornin (g/kg)	<LOD	<LOD	8,69	14,72	<LOD	11,05	<LOD	<LOQ	17,7	8,43	8,64
Ergokorninin (g/kg)	<LOD	<LOQ	11,89	17,95	<LOD	16,48	<LOQ	3,88	24,81	10,44	12,03
Ergokristin (g/kg)	<LOD	29,01	50,33	129,37	<LOD	250,97	16,59	31,54	141,94	7,06	85,3
Ergokristinin (g/kg)	<LOD	23,99	44,89	112,47	1,03	227,31	13,71	29,19	130,86	6,21	71,29
Ergokriptin (g/kg)	<LOD	26	25,38	24,59	<LOD	84,96	<LOQ	17,51	68,07	11,67	22,39
Ergokriptinin (g/kg)	<LOD	30,5	4,41	6,63	<LOD	17,59	<LOQ	2,96	15,81	2,03	5,48
Ergometrin (g/kg)	<LOQ	11,63	295,09	816,46	<LOQ	3581,71	166,29	555,66	1062,86	79,62	249,83
Ergometrinin (g/kg)	<LOD	<LOD	3,32	9,03	<LOD	31,73	1,92	6,61	12,81	0,97	3,05
Ergozin (g/kg)	<LOD	53,15	76,75	156	<LOD	227,31	23,37	46,69	207,89	22,66	97,28
Ergozinin (g/kg)	<LOD	28,64	36,67	77,19	<LOD	115,2	10,24	22,08	101,66	12,06	45,35
Ergotamin (g/kg)	<LOD	11,97	16,88	47,37	<LOD	110,91	6,33	12,71	63,82	5,04	25,21
Ergotaminin (g/kg)	<LOD	3,36	4,58	13,52	<LOD	30	1,45	3,39	16,78	1	8,48
Paspalična kiselina (g/kg)	<LOD	<LOQ	2025,14	3918,86	<LOD	5664	<LOD	<LOQ	5635,43	<LOQ	2187,43
Ukupni udio (g/kg)	<LOD	219	581	1431	1	4712	240	733	1872	168	637

LOD (engl. *limit of detection*) – limit detekcije; LOQ (engl. *limit of quantification*) – limit kvantifikacije

0 – uzorak tjestenine od durum krupice; 3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine od durum krupice s dodatkom ražene krupice



Slika 12 Usporedba ukupnih količina ergot alkaloida (EA) u kuhanoj i sušenoj tjestenini

3, 4, 7, 9, 10, 12, 13, 14, 16, 20 – uzorci tjestenine (kuhane i sušene) od durum krupice s dodatkom ražene krupice

5. RASPRAVA

Parametri boje (L^* , a^* i b^*) za uzorke sušene tjestenine prikazani su u **Tablici 1**, a za uzorke kuhane tjestenine u **Tablici 2**.

Parametar L^* pokazuje svjetlinu uzorka i kreće se u rasponu od 0 (crno) do 100 (bijelo).

U **Tablici 1** i **Tablici 2** vidljivo je da su najveće vrijednosti za parametar L^* kod tjestenine bez dodatka raženog brašna (70,07 za sušenu i 76,77 za kuhanu tjesteninu) i ta tjestenina je ujedno i najsvjetlija. Uzorci sušene tjestenine s dodatkom raženog brašna (**Tablica 1**) i uzorci kuhane tjestenine s dodatkom raženog brašna (**Tablica 2**) imaju manje vrijednosti za parametar L^* što znači da dodatak raži utječe na potamnjenje tjestenine. Srednje vrijednosti za parametar L^* prikazane na **Slici 8** i veće su kod kuhane tjestenine nego kod sušene što znači da je kuhana tjestenina tamnija. Razlog tomu mogao bi biti u većoj vlažnosti kuhane tjestenine.

Parametar a^* predstavlja udio zelene (negativne vrijednosti), odnosno udio crvene boje (pozitivne vrijednosti), u ispitivanom uzorku. Za sve uzorke sušene tjestenine parametar a^* je pozitivan (**Tablica 1**), što znači da su svi uzorci u domeni crvene boje. Najveće vrijednosti su u uzorcima s dodatkom raženog brašna, što znači da raž doprinosi crvenoj boji uzoraka. Svi uzorci kuhane tjestenine s dodatkom raženog brašna (**Tablica 2**) također imaju pozitivne vrijednosti, dok uzorak bez raženog brašna ima negativnu vrijednost, odnosno u domeni je zelene boje. Srednje vrijednosti za parametre a^* (**Slika 9**) veće su kod sušene tjestenine nego kod kuhane, što znači da sušena tjestenina ima veći intenzitet crvene boje (pozitivne vrijednosti). To se može objasniti nastankom produkata Maillardovih reakcija (melanoidina) do kojih dolazi prilikom sušenja na povišenim temperaturama (Feillet i sur., 2000; Zweifel i sur., 2003).

Parametar b^* predstavlja područje plave (negativne vrijednosti), odnosno žute boje (pozitivne vrijednosti), u ispitivanim uzorcima. Vrijednosti za parametar b^* kod uzoraka sušene tjestenine (**Tablica 1**) i uzoraka kuhane tjestenine (**Tablica 2**) slične su za sve uzorke tjestenine što znači da se intenzitet žute komponente boje nije značajnije promijenio. Srednje vrijednosti za parametar b^* (**Slika 10**) veće su kod sušene tjestenine nego kod kuhane.

S obzirom na dobivene podatke za L^* , a^* i b^* vrijednosti može se zaključiti da dodatak raženog brašna utječe na sve navedene parametre boje.

Rezultat navedenih promjena je ukupna promjena boje. Iz rezultata (**Tablica 1**, **Tablica 2**) je vidljivo da je dodatak raženog brašna rezultirao velikom razlikom u boji u odnosu na durum

krupicu kao kontrolni uzorak. Ukupna promjena boje kod uzoraka sušene tjestenine veća je nego kod uzoraka kuhane tjestenine što je vidljivo na **Slici 11**.

Tablica 3 prikazuje optimalno vrijeme kuhanja uzoraka tjestenine. Optimalno vrijeme kuhanja je fizikalno svojstvo tjestenine na koje utječe kvaliteta osnovne sirovine, dodatak drugih sirovina, procesni parametri itd. S obzirom da su svi uzorci proizvedeni od durum krupice i 30 % ražene krupice nema velikog odstupanja u optimalnom vremenu kuhanja koje se kreće od 8,38 kod uzorka 14, do 9,28 min kod uzorka 4.

Indeks apsorpcije vode, indeks bubrenja i gubitak kuhanjem uzoraka tjestenine prikazani su u **Tablici 4**. Indeks apsorpcije vode predstavlja sposobnost škroba da upija vodu. Indirektan je pokazatelj potpune želatinizacije granula škroba. Indeks bubrenja predstavlja mjeru potpune narušenosti strukture granula škroba pri čemu su prisutne veće količine molekula manje molekularne mase (Jozinović, 2015).

Najmanju WAI vrijednost imao je uzorak 12 (137,26 %), dok je najvišu vrijednost imao uzorak 0 (154,24 %). Kohajdova i sur. (2007) utvrdili su da veći udio proteina u brašnu rezultira većom apsorpcijom vode, dok su Da Silva i sur. (2009) utvrdili da povećanje sadržaja vode pridonosi povećanju apsorpcije vode.

Uzorak 3 imao je najmanju vrijednost za SI (1,45 %) i najmanju CL vrijednost (3,73 %), dok uzorak 0 ima najveću SI (1,92 %), a najvišu CL vrijednost uzorak 12 (6,84 %). Povećanje udjela vode dovodi do nižih vrijednosti SI (Da Silva i sur., 2009).

Chillo i sur. (2011) pronašli su razlog zbog kojeg se povećava CL vrijednost, a to je slabljenje mreže proteina koja ima manju sposobnost zadržavanja suhe tvari tijekom kuhanja prilikom čega suha tvar izlazi u vodu i povećava se ljepljivost tjestenine.

Tekstura kuhane tjestenine ovisi o nekoliko čimbenika od kojih su najvažnija svojstva sirovine. Tijekom kuhanja tjestenine, škrob želatinizira, a proteini koaguliraju. Na taj način se stvara tipična struktura tjestenine. U optimalno kuhanoj tjestenini sadržaj vode se smanjuje od 90 do 39 g / 100 g od vanjskog sloja prema centru (Zweifel i sur., 2003).

Tablica 5 prikazuje rezultate određivanja tvrdoće, adhezivnosti i kohezivnosti uzoraka tjestenine. Najveću tvrdoću imao je uzorak 0 (1359,48 g), a uzorak 9 najmanju (912,32 g). Zweifel i sur. (2003) zaključili su da zbog sušenja tjestenine na visokim temperaturama dolazi do nastanka kompaktnije mreže glutena koja utječe na povećanje tvrdoće uzoraka.

Adhezivnost kuhane tjestenine pokazuje koliko je tjestenina ljepljiva (Sozer i sur., 2007). Rezultati adhezivnosti prikazani u **Tablici 5** kreću se od -17,86 g s (uzorak 0) do -36,25 g s (uzorak 4). Sozer i sur. (2007) povezuju adhezivnost s količinom škroba i njegovom želatinizacijom. Također istaknuli su kako je adhezivnost najveća u ranim fazama kuhanja, a s vremenom se smanjuje dok su pri optimalnom vremenu kuhanja najmanje vrijednosti adhezivnosti jer se voda ne može raspršiti u unutarnje slojeve i ne razvija se proteinska mreža, a škrob izlazi u vodu.

Kohezivnost kuhane tjestenine pokazuje koliko se dobro struktura tjestenine može održati za vrijeme kuhanja. Rezultati kohezivnosti (**Tablica 5**) značajno se ne razlikuju (od 0,73 do 0,79). Sozer i sur. (2007) istaknuli su da proizvodnjom tjestenine na ekstruderu nastaje jaka glutenska mreža.

U **Tablici 6** prikazana je količina EA u uzorcima sušene tjestenine. U uzorku tjestenine od durum krupice nije pronađena dovoljna količina navedenih EA koja bi zadovoljila LOD (svi navedeni EA osim ergometrina) ili LOQ (samo ergometrin) te stoga ukupna količina EA u tjestenini od durum krupice iznosi <LOD. U **Tablici 7** koja prikazuje količinu EA u uzorcima kuhane tjestenine ukupna količina EA u tjestenini od durum krupice također iznosi <LOD, što nam pokazuje da je korištena visokokvalitetna pšenična krupica.

U uzorcima sušene i kuhane tjestenine s 30 % ražene krupice deset različitih sorti pronađena je određena količina EA.

Ukupna količina EA u uzorcima sušene tjestenine (**Tablica 6**) najveća u uzorku 10, a najmanja u uzorku 9, identično kao kod uzoraka kuhane tjestenine (**Tablica 7**).

Na **Slici 12** vidljivo je da je ukupna količina EA veća u uzorcima sušene tjestenine, a manja u uzorcima kuhane tjestenine, pa se može zaključiti da se kuhanjem reducira količina ergot alkaloida i to u prosjeku za 27 %.

Fajardo i sur. (1995) istaknuli su da su EA stabilni tijekom prerade u kruh, tjesteninu i rezance te tijekom prerade i pečenja kruha. Također, otkrili su da je prilikom kuhanja tjestenine i dalje prisutan značajan udio ergot alkaloida, no da su neki alkaloidi izgubljeni što se podudara s rezultatima dobivenim u ovom radu.

6. ZAKLJUČCI

Na osnovi rezultata istraživanja provedenih u ovom radu, mogu se izvesti sljedeći zaključci:

1. EA su se nalazili samo u uzorcima tjestenine u kojima je raž.
2. Količina EA u tjestenini smanjila se kuhanjem u prosjeku 27 %.
3. Kuhanjem tjestenine mijenjali se svi parametri boje. L^* vrijednost se povećala, odnosno tjestenina je postala svjetlija. Vrijednost a^* je opadala zbog smanjenja udjela crvene komponente, a parametar b^* je opadao zbog smanjenja udjela žute komponente.
4. Ukupna promjena boje u odnosu na kontrolni uzorak bila je veća kod sušene tjestenine, a kuhanjem su se promijenili svi parametri boje u odnosu na odgovarajući sušeni uzorak.
5. Optimalno vrijeme kuhanja bilo je slično kod svih ispitivanih uzoraka zbog istih udjela svih komponenti u uzorcima tjestenine.
6. Svi uzorci imali su visoku WAI vrijednost i niske SI i CL vrijednosti.
7. Ispitivanje teksturalnog profila kuhane tjestenine pokazalo je da nema značajnih promjena u pogledu tvrdoće, adhezivnosti i kohezivnosti.

7. LITERATURA

- Alm T, Elvevåg B: Ergotism in Norway. Part 1: The symptoms and their interpretation from the late Iron Age to the seventeenth century. *History of Psychiatry* 24(1):15–33, 2012.
- Chillo S, Ranawana DV, Henry CJK: Effect of two barley β -glucan concentrates on *in vitro* glycaemic impact and cooking quality of spaghetti. *LWT - Food Science and Technology* 44:940-948, 2011.
- Da Silva M C, De Carvalho CWP, Andrade CT: The effects of water and sucrose contents on the physicochemical properties of non-directly expanded rice flour extrudates. *Ciência e Tecnologia de Alimentos, Campinas* 29(3): 661-666, 2009.
- Dalbon G, Grivon D, Pagani MA: *Pasta, Continuous manufacturing process. In Pasta and Noodle Technology*. J.E. Kruger, R.B. Matsuo, J.W. Dick, American Association of Cereal Chemists, Inc. St. Paul, Minnesota, USA, 13-55, 1996.
- Fajardo JE, Dexter JE, Roscoe MM, Nowicki TW: Retention of Ergot Alkaloids in Wheat During Processing. *Cereal Chemistry* 72(3):291-298, 1995.
- Feillet P, Autran JC i Icard-Vernière C: Pasta Brownness: An Assessment. *Journal of Cereal Science* 32:215–233, 2000.
- Foschia M, Peressini D, Sensidoni A: How combinations of dietary fibres can affect physicochemical characteristics of pasta. *LWT - Food Science and Technology* 61:41-46, 2015.
- Gelemanović M: Svojstva ekstrudiranih proizvoda na bazi kukuruzne krupice s dodatkom raži. *Diplomski rad*. Prehrambeno-tehnološki fakultet, Osijek, 2013.
- Glitsot LV, Knudsen Bach KE: Milling of Whole Grain Rye to Obtain Fractions with Different Dietary Fibre Characteristics. *Journal of Cereal Science* 29: 89-97, 1999.
- Gumul D, Korus J, Achremowicz B: Influence of Extrusion Parameters on Nutritional and non-nutritional Components of New Rye Cultivars. *Electronic Journal of Polish Agricultural Universities (EJPAU)* 10:2-16, 2007.
- Haraldsson J: Development of a Method for Measuring Pasta Quality Parameters. *Degree project work*, Linnaeus University, 2010.
- Jozinović A: Svojstva kukuruznih snack proizvoda obogaćenih s nusproizvodima prehrambene industrije. *Doktorska disertacija*, Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek, 2015.
- Kill RC i Turnbull K: *Pasta and Semolina Technology*. Blackwell Science, 2001.

- Kohajdová Z, Karovičová J: Effect of incorporation of spelt flour on the dough properties and wheat bread quality. *Nauka Technologia Jakość* 36 – 45, 2007.
- Kosović I: Mogućnosti primjene ječma u proizvodnji nutritivno poboljšane tjestenine – utjecaj udjela ječma i procesnih parametara. *Doktorska disertacija*, Prehrambeno-tehnološki fakultet Osijek, 2017.
- Krnić J: Utjecaj vremena miješanja i udjela vode u zamjesu na kvalitetu tjestenine. *Diplomski rad*. Prehrambeno-tehnološki fakultet, Osijek, 2012.
- Krnjak M: Ispitivanje kvalitete tjestenine s dodatkom brašna ječmasorte „Bingo“ uroda 2008. /2009. Godine. *Diplomski rad*. Prehrambeno-tehnološki fakultet, Osijek, 2010.
- Krska R, Crews C: Significance, chemistry and determination of ergot alkaloids: A review. *Food Additives and Contaminants* 25:722–731, 2008.
- Krušelj M: Amilografsko ispitivanje kvalitete tjestenine s dodatkom ječmenog brašna. *Diplomski rad*. Prehrambeno-tehnološki fakultet, Osijek, 2016.
- Lovrić T: *Procesi u prehrambenoj industriji s osnovama prehrambenog inženjerstva*. Zagreb, 2003.
- Malachová A, Sulyok M, Beltrán E, Berthiller F, Krska R: Optimisation and validation of a quantitative liquid chromatography-tandem mass spectrometric method covering 295 bacterial and fungal metabolites including all regulated mycotoxins in four model food matrices. *Journal of Chromatography A* 1362:145-156, 2014.
- MP, Ministarstvo poljoprivrede, šumarstva i vodnog gospodarstva RH: Pravilnik o žitaricama, mlinskim i pekarskim proizvodima, tjestenini, tijestu i proizvodima od tijesta. Narodne novine 81/2016, 2016.
- Pagani MA, Resmini P, Dalbon G: Influence of the extrusion process on characteristics and structure of pasta. *Food Microstructure* 8:173-182, 1989.
- Rakha A, Lman P, Andersson R: Characterisation of dietary fibre components in rye products. *Food Chemistry* 119:859–867, 2010.
- Sissons M: Role of Durum Wheat Composition on the Quality of Pasta and Bread. *Food* 2, 75-90, 2008.
- Sozer N, Dalgiç AC, Kaya A: Thermal, textural and cooking properties of spaghetti enriched with resistant starch. *Journal of Food Engineering* 81:476-484, 2007.

- Šimonji K: Ispitivanje kvalitete tjestenine proizvedene od mješavine krupica pšenica *Triticum durum* i *Triticum aestivum*. *Diplomski rad*. Prehrambeno-tehnološki fakultet, Osijek, 2011.
- Varriano-Marston E, Stones F: Pasta Packaging. U: *Pasta and Noodle Technology* (ur. Kruger JE, Matsuo RB, Dick JW). American Association of Cereal Chemists, Inc. St. Paul, Minnesota, USA, str. 75-93, 1996.
- Web 1 http://www.seting-inzenjering.hr/uploads/kks10_3.jpg, preuzeto 4.8.2017.
- Wrigley C, Corke H, Walker CE: *Encyclopedia of Grain Science*. Elsevier Academic Press, 409-418, 2004.
- Zweifel C: Influence of High-Temperature Drying on Structural and Textural Properties of Durum Wheat Pasta. *Doctoral thesis*, ETH, 2001.
- Zweifel C, Handschin S, Escher F, Conde-Petit B: Influence of High-Temperature Drying on Structural and Textural Properties of Durum Wheat Pasta. *Cereal Chemistry* 80(2):159-167, 2003.