

## New concepts in chemical diagnostics of the effectiveness of heating chickpea seeds (*Cicer arietinum* L.)

# Nowe koncepcje w chemicznej diagnostyce skuteczności ogrzewania nasion ciecierzycy (*Cicer arietinum* L.)

DOI: 10.15199/62.2024.8.6

A modified soln. of the active substance (bromocresol violet) contg.  $\text{HNO}_3$  was used to test the heating efficiency of chickpea (*Cicer arietinum* L.) seeds. The amt. of adsorbed active substance in raw and heat-treated ( $121^\circ\text{C}$ , 2 h) chickpea seeds was detd. using UV. The research covered 49 variants of bromocresol violet solns., in which each of the 7 levels of its concn. in the soln. (0.02; 0.04; 0.06; 0.08; 0.10; 0.12 and 0.14 g/mL) corresponded to 7 levels of  $\text{HNO}_3$  concn. (0.02; 0.04; 0.06; 0.08 and 0.10 mol/L). The criterion for the suitability of the working soln. was the sensitivity of the anal. method in relation to heated chickpea seeds. The most useful was a soln. contg. 0.14 mg/mL of the active substance and 0.10 mol/L  $\text{HNO}_3$  soln.

Sprawdzono przydatność zmodyfikowanego roztworu substancji czynnej, purpury bromokrezolowej (5',5"-dibromo-o-krezolosulfonofaleina), w badaniu skuteczności ogrzewania nasion ciecierzycy (*Cicer arietinum* L.). Jako aktywator i mediator konwersji substancji czynnej w reakcji diagnostycznej zastosowano roztwory kwasu azotowego ( $\text{HNO}_3$ ) o zróżnicowanej koncentracji. Badaniami objęto 49 wariantów roztworu purpury bromokrezolowej, w których każdemu z siedmiu poziomów jej stężenia w roztworze (0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 i 0,14 g/mL) odpowiadało siedem poziomów stężenia  $\text{HNO}_3$  (0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 i 0,14 mol/L). Jako kryterium przydatności tych wariantów roztworu roboczego przyjęto czułość opracowanej metody analitycznej w odniesieniu do ogrzewanych nasion ciecierzycy. Najbardziej przydatny w badaniu skuteczności ogrzewania nasion ciecierzycy okazał się roztwór zawierający 0,14 mg/mL substancji czynnej, w którym stężenie  $\text{HNO}_3$  wynosiło 0,10 mol/L.

**Keywords:** chickpeas, seeds, heating, heating efficiency, test

**Słowa kluczowe:** ciecierzycy, nasiona, ogrzewanie, skuteczność ogrzewania, test

Nasiona ciecierzycy o pełnej dojrzałości fizjologicznej ze względu na duże walory użytkowe, zasobne w łatwo przyswajalne węglowodany, wysokowartościowe białko, witaminy (z grup B i E) oraz makro- i mikroelementy mogą mieć szerokie zastosowanie w przemyśle spożywczym, paszowym i gastronomicznym<sup>1)</sup>. Ich zastosowanie jako składnika żywności lub paszy wiąże się jednak z różnymi formami lub sposobami ogrzewania, które mają na celu zmniejszenie aktywności czynników antyodżywczych

i wykształcenie właściwych cech reologiczno-organo-leptycznych oraz zapewnienie właściwego poziomu higienicznego żywności lub pasz.

Zastosowanie obróbki termicznej wiąże się z ryzykiem niekorzystnych przemian surowca, który poddany zbyt długiemu czasowi lub zbyt wysokiej temperaturze tego zabiegu podlega niekorzystnym przemianom powodującym obniżenie rozpuszczalności białek i przyswajalności aminokwasów, obniżenie wartości odżywczo-



Dr inż. Marek DOMIN (ORCID: 0000-0002-8389-2811) w roku 2000 ukończył studia o specjalności inżynieria żywności na Wydziale Techniki Rolniczej Akademii Rolniczej w Lublinie (obecnie Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie). W 2008 r. uzyskał stopień doktora nauk rolniczych na Wydziale Inżynierii Produkcji Uniwersytetu Przyrodniczego w Lublinie. Jest adiunktem w Zakładzie Chłodnictwa i Energetyki Przemysłu Spożywczego wchodzącego w skład Katedry Biologicznych Podstaw Technologii Żywności i Pasz na tej samej uczelni. Specjalność – inżynieria mechaniczna.



Dr hab. Marek SZMIGIELSKI (ORCID: 0000-0002-4783-4614) w roku 1986 ukończył studia na Wydziale Chemii Uniwersytetu Marii Curie-Skłodowskiej w Lublinie. Jest doktorem habilitowanym nauk rolniczych, nauczycielem akademickim w Katedrze Biologicznych Podstaw Technologii Żywności i Pasz na Wydziale Inżynierii Produkcji Uniwersytetu Przyrodniczego w Lublinie. Specjalność – zagadnienia chemicznej i biochemicznej konwersji materiałów biologicznych spowodowanych procesami technologicznymi oraz przetwarzanie i zastosowanie odnawialnych źródeł energii.

\* Adres do korespondencji:

Katedra Biologicznych Podstaw Technologii Żywności i Pasz, Wydział Inżynierii Produkcji, Uniwersytet Przyrodniczy w Lublinie tel.: (81) 531-96-56, e-mail: marek.szmigielski@up.lublin.pl

czej tłuszczów i zmniejszenie aktywności witamin<sup>2)</sup>. Dlatego konieczne jest zastosowanie metod kontroli skuteczności ogrzewania nasion roślin strączkowych i wytworzonych z nich przetworów, tak aby możliwe było pogodzenie wzajemnie przeciwnych tendencji, zachowania odpowiednio wysokiej wartości żywieniowej i przyswajalności składników pokarmowych oraz wykształcenie właściwych walorów reologiczno-organoleptycznych i zmniejszenia aktywności czynników przeciwwyżwieniowych surowca<sup>2,3)</sup>.

Dynamicznie rozwijające się przetwórstwo rolno-spożywcze, którego cechą jest utrzymanie równocześnie dużej szybkości przetwórstwa oraz jego wielkotonażowa skala, narzuca konieczność zaprojektowania takich metod oceny skuteczności ogrzewania surowca, aby zachowawszy ich dużą czułość i precyzję oraz niską cenę i prostotę realizacji, możliwe było ich zastosowanie w warunkach realizacji procesu przemysłowego. Zastosowanie większości z dotychczas stosowanych tradycyjnych metod oceny do bieżącej kontroli jakości produktu prowadzonej w laboratorium przemysłowym napotyka na trudności z powodu dużej czasochłonności, pracochłonności, komplikacji procedur analitycznych i wieloetapowości oraz niewystarczającej czułości i precyzji<sup>3)</sup>.

W badaniach skuteczności ogrzewania nasion roślin strączkowych oraz rzepaku perspektywiczną koncepcję może stanowić zastosowanie tzw. metody wskaźnika purpury bromokrezolowej (BCPI<sub>BSM</sub>). Metodę tę, opracowaną na potrzeby badania skuteczności ogrzewania nasion soi<sup>2-5)</sup>, z powodzeniem zaadaptowano do analogicznych badań prowadzonych w przetwórstwie rolno-spożywczym dla nasion lędzianu siewnego<sup>6, 7)</sup>, fasoli<sup>8)</sup>, grochu<sup>9)</sup>, rzepaku<sup>10-12)</sup> i ciecierzycy<sup>13)</sup>. Na tle dotychczas stosowanych metod oceny wyróżniają się one równocześnie dużą czułością i precyzją oraz prostotą i szybkością wykonania, spełniając warunki brzegowe niezbędne dla procedur analitycznych stosowanych w laboratorium kontrolnym na linii technologicznej przetwórstwa rolno-spożywczego. W dotychczas realizowanych testach diagnostycznych BCPI<sub>BSM</sub> substancję czynną (purpurę bromokrezolową) aktywowano w środowisku chlorowodoru (HCl), dobierając przy tym jego stężenie tak, aby czułość oznaczenia była maksymalna.

Nasuwa się pytanie o wpływ innego niż HCl aktywatora i medium w reakcji konwersji substancji czynnej, purpury bromokrezolowej (5',5''-dibromo-*o*-krezolosulfonofaleina), na czułość tak zmodyfikowanej metody analitycznej ze standardowo przygotowaną próbą nasion ciecierzycy.

Celem badań było sprawdzenie przydatności zmodyfikowanych roztworów substancji czynnej (purpury bromokrezolowej) zawierających różne stężenia (mol/L) kwasu azotowego (HNO<sub>3</sub>), w badaniu skuteczności ogrzewania nasion ciecierzycy (*Cicer arietinum* L.).

## Część doświadczalna

### Materiały

W badaniach zastosowano nasiona ciecierzycy (*Cicer arietinum* L.) o pełnej dojrzałości, zakupione w 2022 r. na giełdzie rolno-spożywczej w Elizówce koło Lublina, woj. lubelskie (przedsiębiorstwo F.H. „Awiko” Polska).

### Metodyka badań

Zawartość białka ogólnego, tłuszczu surowego, popiołu i suchej masy nasion ciecierzycy oznaczono wg zalecanej metodyki opisanej w normach<sup>14-17)</sup>.

Opracowanie testu diagnostycznego do badania skuteczności ogrzewania nasion ciecierzycy ze zmodyfikowanym roztworem substancji czynnej, zawierającym kwas azotowy jako aktywator i medium reakcji diagnostycznej, polegało na weryfikacji 49 wariantów roztworu roboczego, w którym każdemu z 7 stężeń substancji czynnej, purpury bromokrezolowej, wynoszącym 0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 i 0,14 mg/mL, odpowiadało 7 stężeń HNO<sub>3</sub> (0,02; 0,04; 0,06; 0,08; 0,10; 0,12 i 0,14 mol/L). Zakres stężeń substancji czynnej i roztworów HNO<sub>3</sub> ustalono na podstawie wstępnej preselekcji i dotychczas prowadzonych badań<sup>9, 13)</sup>.

Jako kryterium przydatności tych wariantów roztworu roboczego przyjęto czułość metody ( $\chi$ ) opartej na zastosowaniu każdego z nich dla prób nasion ciecierzycy niepoddanych żadnej obróbce termicznej, zwanych nasionami surowymi, i nasion ogrzewanych w autoklawie (temp. 121°C przez 120 min), zwanych autoklawowanymi.

Czułość metody analitycznej opartej na zastosowaniu każdego z wariantów roztworu roboczego obliczano jako wartość bezwzględną współczynnika kierunkowego równania regresji liniowej zmian wartości sorpcji substancji czynnej (purpury bromokrezolowej)  $S$  w funkcji temperatury nasion. Za podstawę dopasowania równania wzięto wartości sorpcji substancji czynnej dla nasion surowych ( $S_s$ ) i autoklawowanych ( $S_a$ ). Wartości te obliczano dla każdego z wariantów roztworu roboczego ze wzoru (1):

$$S = \frac{(E_o - E_b) \cdot C \cdot V}{E_o \cdot M \cdot \frac{h}{100} \cdot \frac{z}{100}} \quad (1)$$

w którym  $S$  oznacza ilość zaadsorbowanej substancji czynnej, mg, w przeliczeniu na 1 g białka w suchej masie nasion,  $E_o$  absorbancję roztworu substancji czynnej,  $E_b$  absorbancję ekstraktu po kontakcie z porcją nasion,  $C$  stężenie substancji czynnej w roztworze roboczym, mg/mL,  $V$  objętość roztworu substancji czynnej dodaną do naważki nasion w kolbie, mL,  $M$  masę naważki nasion, g,  $h$  suchą masę nasion, %, a  $z$  zawartość białka w suchej masie nasion, %.

Wartość  $S_s$  oddzielnie dla nasion surowych ( $S_s$ ) i autoklawowanych ( $S_a$ ), obliczano ze wzoru (1), przy czym próby nasion stosowane w doświadczeniach rozdrabniano (do przesiewu przez sito o boku oczka 0,20 mm), po czym przygotowywano naważki o masie 0,1 g, które oddziel-

nie przenoszono do kolbek Erlenmeyera o objętości 100 mL, dodawano 50 mL jednego z wyżej wymienionych 49 wariantów roztworu roboczego i mieszano na mieszadle magnetycznym przez 30 min. Zawartość kolbki Erlenmeyera wirowano następnie przez 5 min z szybkością 3000 rpm. Ekstrakt z osadu w ilości 1 mL dodawano do 25 mL roztworu NaOH o stężeniu 0,02 mol/L, mieszano i po 10 min mierzono absorbancję roztworu przy długości fali równej 590 nm. Opisaną postępowanie powtórzono 5-krotnie dla każdego z wariantów roztworu substancji czynnej, wyliczając średnią i odchylenie standardowe. Na podstawie średnich oznaczeń dla każdego z 49 wariantów roztworu substancji czynnej obliczono czułość testu ( $\chi$ ).

Na podstawie obliczeń wskazano wariant roztworu roboczego (stężenie purpury bromokrezolowej i  $\text{HNO}_3$ ), który powinien być stosowany w badaniu skuteczności ogrzewania nasion ciecierzycy. Zaproponowano, aby metodę analityczną, w której zastosowano wskazany roztwór nazwać wskaźnikiem purpury bromokrezolowej w przeliczeniu na białko w suchej masie nasion z oznaczeniem w indeksie  $\text{HNO}_3$  ( $\text{BCPI}_{\text{BSM}(\text{HNO}_3)}$ ).

## Wyniki badań i ich omówienie

Skład chemiczny nasion ciecierzycy był typowy dla tego gatunku i stopnia dojrzałości. Nasiona zawierały 91,20% s.m. oraz 26,82% s.m. białka ogólnego, 5,85% s.m. tłuszczu surowego i 4,43% s.m. popiołu.

Cechą charakterystyczną danych doświadczalnych zgromadzonych w tabelach 1–7 była wysoka i wyrównana ich precyzja. Odchylenie standardowe było wyższe dla prób nasion surowych, kształtując się na poziomie nieprzekraczającym 4%, próby autoklawowane charakteryzował zaś współczynnik zmienności na poziomie nieprzekraczającym 2%. Podobnie wysoka była również precyzja oznaczeń w podobnych badaniach<sup>9, 13)</sup> przeprowadzonych dla nasion grochu i ciecierzycy.

W tabeli 1 zamieszczono dane doświadczalne dotyczące sorpcji substancji czynnej, purpury bromokrezolowej, z jej roztworu o stężeniu 0,02 mg/mL. Próby nasion autoklawowanych charakteryzowały się znacznie większą sorpcją substancji czynnej w porównaniu z nasionami surowymi, przy czym sorpcja ta zwiększała się w miarę zwiększania stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym. Sorpcja substancji czynnej dla nasion surowych podlegała znacznie większym zmianom, malejąc w zakresie stężeń  $\text{HNO}_3$  0,02–0,10 mol/L, po czym rosła dla stężeń  $\text{HNO}_3$  0,12 i 0,14 mol/L  $\text{HNO}_3$ , osiągając maksymalną wartość, gdy stężenie  $\text{HNO}_3$  wynosiło 0,14 mol/L.

Przebieg zmian sorpcji substancji czynnej z jej roztworu o stężeniu 0,02 mg/mL powodował, że największą czułością ( $\chi$ ) w badaniu nasion ciecierzycy charakteryzowały się roztwory robocze o stężeniu  $\text{HNO}_3$  wynoszącym 0,10 i 0,12 mol/L (tabela 1).

W tabeli 2 zamieszczono dane doświadczalne obejmujące wyniki badań przeprowadzonych dla roztworów roboczych o koncentracji substancji czynnej na poziomie 0,04 mg/mL. Sorpcja substancji czynnej przez nasiona autoklawowane była ok. 3-krotnie większa w porównaniu z wynikami analogicznych oznaczeń dla nasion surowych, a ponadto rosła w miarę zwiększania stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym (tabela 2). W przebiegu zmian sorpcji substancji czynnej dla nasion surowych obserwowano początkowo zmniejszenie tej sorpcji obejmujące zakres stężeń  $\text{HNO}_3$  0,02–0,10 mol/L,

Table 1. Sensitivity of the diagnostic method as a function of the  $\text{HNO}_3$  concentration in the working solution with an active substance concentration of 0.02 mg/mL

Tabela 1. Czułość metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym o koncentracji substancji czynnej 0,02 mg/mL

	Zawartość $\text{HNO}_3$ , mol/L						
	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14
$S_a$ , mg/g	182,72±2,88 (1,58)	185,11±3,06 (1,65)	192,72±2,53 (1,31)	194,42±2,44 (1,26)	196,87±3,28 (1,67)	196,33±2,73 (1,39)	197,51±3,66 (1,85)
$S_s$ , mg/g	62,52±2,24 (3,58)	58,93±1,86 (3,15)	57,47±1,66 (2,89)	55,54±1,34 (2,41)	55,26±1,22 (2,21)	57,83±1,67 (2,89)	58,11±1,76 (2,87)
Czułość metody, $\chi$	1,00	1,05	1,13	1,16	1,18	1,18	1,16

Table 2. Sensitivity of the diagnostic method as a function of the  $\text{HNO}_3$  concentration in the working solution with an active substance concentration of 0.04 mg/mL

Tabela 2. Czułość metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym o koncentracji substancji czynnej 0,04 mg/mL

	Zawartość $\text{HNO}_3$ , mol/L						
	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14
$S_a$ , mg/g	188,89±2,74 (1,45)	192,06±1,49 (0,78)	193,34±1,27 (0,66)	193,97±1,35 (0,70)	197,29±2,55 (1,29)	197,97±3,15 (1,59)	200,09±3,08 (1,54)
$S_s$ , mg/g	65,54±1,41 (2,15)	61,21±2,19 (3,58)	58,65±1,43 (2,44)	57,74±1,91 (3,31)	54,95±1,33 (2,42)	57,69±2,03 (3,52)	60,05±1,83 (3,04)
Czułość metody, $\chi$	1,03	1,09	1,12	1,14	1,18	1,17	1,17

a następnie jej zwiększenie, gdy koncentracja  $\text{HNO}_3$  wynosiła odpowiednio 0,12 i 0,14 mol/L.

Analiza danych doświadczalnych dla roztworów roboczych o stężeniu substancji czynnej na poziomie 0,04 mg/mL (tabela 2) wskazuje, że największą czułością ( $\chi$ ) w badaniu prób nasion ciecierzycy cechował się ten roztwór, w którym koncentracja  $\text{HNO}_3$  wynosiła 0,10 mol/L.

W tabeli 3 przedstawiono dane doświadczalne obejmujące wyniki eksperymentów, w których wykorzystano roztwory robocze o stężeniu substancji czynnej wynoszącym 0,06 mg/mL. Dla każdego z siedmiu przewidzianych zakresem badań stężeń  $\text{HNO}_3$  sorpcja substancji czynnej dla nasion autoklawowanych kształtowała się na znacznie wyższym poziomie w porównaniu z analogicznymi próbami nasion surowych, ponadto rosła w miarę zwiększania koncentracji  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym (tabela 3). Zmiany sorpcji substancji czynnej dla prób nasion surowych miała bardziej złożony przebieg, w którym po początkowym obniżeniu, obejmującym zakres stężeń  $\text{HNO}_3$  0,02–0,10 mol/L, następował jej wzrost dla koncentracji  $\text{HNO}_3$  0,10 i 0,12 mol/L.

Przebieg zmian sorpcji substancji czynnej z jej roztworów o stężeniu 0,06 mg/mL wskazuje, że największą czułością ( $\chi$ ) w odniesieniu do prób nasion ciecierzycy (tabela 3) cechował się roztwór  $\text{HNO}_3$  o koncentracji 0,10 mol/L.

Zamieszczone w tabeli 4 dane doświadczalne obejmują wyniki eksperymentów polegających na zastosowaniu wariantów roztworu roboczego o stężeniu substancji czynnej wynoszącym 0,08 mg/L. Dla każdego z siedmiu wariantów roztworu roboczego sorpcja substancji czynnej przez nasiona autoklawowane kształtowała się na kilkakrotnie wyższym poziomie w porównaniu z podobnymi próbami nasion surowych (tabela 4). W przebiegu zmian sorpcji substancji czynnej przez surowe nasiona ciecierzycy wystąpiło minimum lokalne, implikowane tendencją zmian wartości pomiarowej, która po początkowym spadku, obserwowanym dla zakresu stężeń  $\text{HNO}_3$  0,02–0,10 mol/L, podlegała wzrostowi, gdy stężenie  $\text{HNO}_3$  osiągnęło wartość 0,12 i 0,14 mol/L. Dane doświadczalne zamieszczone w tabeli 4 wskazują, że największą czułością w badaniu nasion cie-

Table 3. Sensitivity of the diagnostic method as a function of the  $\text{HNO}_3$  concentration in working solution with an active substance concentration of 0.06 mg/mL

Tabela 3. Czułość metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym o koncentracji substancji czynnej 0,06 mg/mL

	Zawartość $\text{HNO}_3$ , mol/L						
	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14
$S_a$ , mg/g	195,45±2,41 (1,23)	195,92±3,32 (1,69)	197,27±2,51 (1,27)	198,22±2,02 (1,02)	202,33±1,96 (0,97)	203,08±2,56 (1,26)	203,40±2,46 (1,21)
$S_s$ , mg/g	64,98±1,31 (2,02)	63,23±0,93 (1,47)	59,07±1,21 (2,05)	58,28±1,18 (2,02)	55,94±1,25 (2,23)	60,04±0,99 (1,65)	60,54±1,01 (1,67)
Czułość metody, $\chi$	1,09	1,11	1,15	1,17	1,23	1,19	1,19

Table 4. Sensitivity of the diagnostic method as a function of  $\text{HNO}_3$  concentration in the working solution with an active substance concentration of 0.08 mg/cm<sup>3</sup>

Tabela 4. Czułość metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym o koncentracji substancji czynnej 0,08 mg/cm<sup>3</sup>

	Zawartość $\text{HNO}_3$ , mol/L						
	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14
$S_a$ , mg/g	200,06±2,39 (1,19)	202,18±2,33 (1,15)	202,62±2,29 (1,13)	203,63±2,45 (1,20)	205,12±2,03 (0,99)	205,89±2,69 (1,31)	206,56±2,73 (1,32)
$S_s$ , mg/g	68,08±1,34 (1,97)	64,56±1,21 (1,87)	61,01±1,44 (2,36)	59,39±1,04 (1,75)	58,09±1,00 (1,72)	59,96±0,94 (1,57)	61,71±1,11 (1,80)
Czułość metody $\chi$	1,10	1,14	1,18	1,18	1,23	1,22	1,21

Table 5. Sensitivity of the diagnostic method as a function of  $\text{HNO}_3$  concentration in the working solution with an active substance concentration of 0.10 mg/mL

Tabela 5. Czułość metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym o koncentracji substancji czynnej 0,10 mg/mL

	Zawartość $\text{HNO}_3$ , mol/L						
	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14
$S_a$ , mg/g	203,11±1,97 (0,97)	205,29±2,37 (1,15)	205,63±2,55 (1,24)	209,37±2,64 (1,26)	211,47±2,25 (1,06)	212,08±2,85 (1,34)	212,73±3,15 (1,48)
$S_s$ , mg/g	67,98±1,54 (2,27)	66,26±1,77 (1,67)	60,09±1,84 (3,06)	59,95±1,78 (2,97)	59,06±2,08 (3,52)	63,08±2,32 (3,68)	65,28±1,94 (2,97)
Czułość metody $\chi$	1,13	1,16	1,21	1,25	1,27	1,24	1,23

Table 6. Sensitivity of the diagnostic method as a function of  $\text{HNO}_3$  concentration in the working solution with an active substance concentration of 0.12 mg/mL

Tabela 6. Czulość metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym o koncentracji substancji czynnej 0,12 mg/mL

	Zawartość $\text{HNO}_3$ , mol/L						
	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14
$S_a$ , mg/g	208,36±2,47 (1,19)	209,15±2,66 (1,27)	211,54±2,39 (1,13)	213,07±2,22 (1,04)	214,91±2,82 (1,31)	215,02±3,42 (1,59)	215,74±3,37 (1,56)
$S_s$ , mg/g	70,29±2,35 (3,34)	68,48±2,15 (3,14)	65,25±1,87 (2,87)	61,89±2,04 (3,30)	59,92±2,33 (3,89)	62,27±2,14 (3,44)	63,73±1,95 (3,06)
Czulość metody, $\chi$	1,15	1,17	1,22	1,26	1,29	1,27	1,27

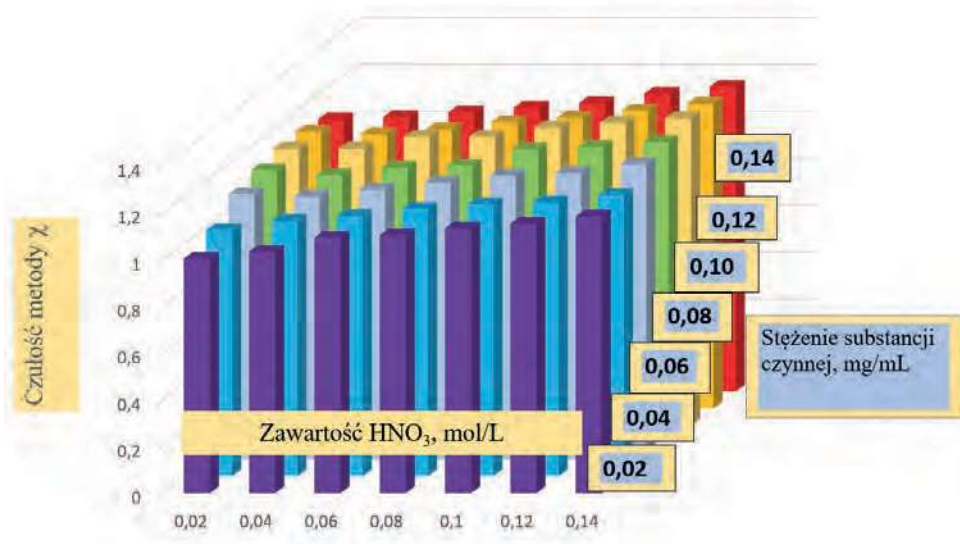


Figure. Sensitivity of diagnostic method for chickpea seeds

Rysunek. Czulość metody diagnostycznej dla nasion ciecierzycy

ciierzycy charakteryzował się ten wariant, w którym koncentracja  $\text{HNO}_3$  wynosiła 0,10 mol/L.

W tabeli 5 zamieszczono dane doświadczalne, w których zastosowano warianty roztworu roboczego, zawierające purpurę bromokrezolową o stężeniu 0,10 mg/mL różniące się koncentracją  $\text{HNO}_3$  w zakresie 0,02–0,14 mol/L. Każdy z tych wariantów charakteryzował się kilkakrotnie większą sorpcją substancji czynnej dla nasion autoklawowanych w porównaniu z surowymi oraz tendencją polegającą na zwiększaniu tej sorpcji wraz ze zwiększającym się stężeniem  $\text{HNO}_3$ . W przebiegu zmian sorpcji substancji czynnej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  dla surowych nasion ciecierzycy (tabela 5) zaobserwowano występowanie minimum lokalnego wynikającego ze zmiany tendencji sorpcji substancji czynnej z malejącej (w zakresie stężeń  $\text{HNO}_3$  0,02–0,10 mol/L) na rosnącą (gdy stężenie  $\text{HNO}_3$  wynosiło 0,12 mol/L i 0,14 mol/L). Zestawienie sorpcji substancji czynnej dla nasion autoklawowanych i surowych dla każdego z siedmiu wariantów roztworu roboczego (tabela 5) wskazuje, że wariantem o największej czulości cechował się ten, w którym występowało minimum lokalne dla sorpcji substancji czynnej w próbach surowych nasion (stężenie  $\text{HNO}_3$  równe 0,10 mol/L).

Dane doświadczalne obejmujące sorpcję substancji czynnej z jej roztworów o stężeniu 0,12 mg/mL różniących się koncentracją  $\text{HNO}_3$  (0,02–0,14 mol/L) przedstawiono w tabeli 6. Próby autoklawowanych nasion ciecierzycy charakteryzowały się tendencją wzrostową sorpcji w miarę zwiększania stężenia  $\text{HNO}_3$ . Zaobserwowano ponadto, że dla każdego z siedmiu badanych wariantów roztworu roboczego sorpcja substancji czynnej dla nasion autoklawowanych kształtowała się na kilkakrotnie wyższym poziomie w porównaniu z podobnymi próbami nasion surowych (tabela 6). Sorpcja substancji czynnej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  dla nasion surowych była zdominowana tendencją spadkową (w zakresie stężeń  $\text{HNO}_3$

0,02–0,10 mol/L) oraz trendem wzrostowym, gdy to stężenie wynosiło 0,12 mol/L i 0,14 mol/L. Taki przebieg sorpcji substancji czynnej dla nasion surowych implikował występowanie minimum lokalnego dla stężenia  $\text{HNO}_3$  równego 0,10 mol/L (tabela 6). Przebieg zmian sorpcji substancji czynnej dla nasion surowych i autoklawowanych (tabela 6) wskazuje, że największą czulością charakteryzował się wariant roztworu roboczego, w którym stężenie  $\text{HNO}_3$  wynosiło 0,10 mol/L.

W tabeli 7 zamieszczono dane doświadczalne zawierające wyniki doświadczeń polegających na sorpcji substancji czynnej z jej roztworów o stężeniu 0,14 mg/mL, różniących się koncentracją  $\text{HNO}_3$  w zakresie 0,02–0,14 mol/L. Dla każdego z wymienionych uprzednio siedmiu wariantów stężenia  $\text{HNO}_3$  sorpcja substancji czynnej dla prób autoklawowanych, w porównaniu z surowymi, kształtowała się na kilkakrotnie wyższym poziomie oraz tendencją polegającą na zwiększaniu tej sorpcji wraz z rosnącym stężeniem  $\text{HNO}_3$ . W przebiegu zmian sorpcji substancji czynnej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  dla surowych nasion ciecierzycy (tabela 7) zaobserwowano występowanie minimum lokalnego wynikającego ze zmiany tendencji sorpcji substancji czynnej z malejącej (w zakresie stężeń  $\text{HNO}_3$

Table 7. Sensitivity of the diagnostic method as a function of  $\text{HNO}_3$  concentration in the working solution with an active substance concentration of 0.14 mg/mL

Tabela 7. Czulość metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym o koncentracji substancji czynnej 0,14 mg/mL

	Zawartość $\text{HNO}_3$ , mol/L						
	0,02	0,04	0,06	0,08	0,10	0,12	0,14
$S_a$ , mg/g	213,44±2,37 (1,11)	215,06±2,78 (1,29)	218,88±2,57 (1,17)	220,43±3,07 (1,39)	222,96±3,33 (1,49)	223,93±3,59 (1,60)	224,04±3,83 (1,71)
$S_s$ , mg/g	72,22±1,85 (2,56)	70,69±1,64 (2,32)	68,27±1,45 (2,12)	66,53±1,18 (1,77)	65,32±1,38 (2,11)	67,59±1,49 (2,22)	67,99±1,33 (1,96)
Czulość metody, $\chi$	1,18	1,20	1,26	1,28	1,31	1,30	1,30

0,02–0,10 mol/L) na rosnącą (gdy stężenie  $\text{HNO}_3$  wynosiło 0,12 mol/L i 0,14 mol/L). Zestawienie sorpcji substancji czynnej dla nasion autoklawowanych i surowych dla każdego z siedmiu wariantów roztworu roboczego (tabela 7) wskazuje, że wariantem o największej czulości cechował się ten, w którym występowało minimum lokalne dla sorpcji substancji czynnej na próbach surowych nasion (stężenie  $\text{HNO}_3$  równe 0,10 mol/L).

Czulość projektowanego testu była zróżnicowana, zależna zarówno od stężenia substancji czynnej (purpury bromokrezolowej) oraz koncentracji  $\text{HNO}_3$  w roztworze roboczym (rysunek). Dla każdego z siedmiu poziomów stężenia substancji czynnej w roztworze roboczym (0,02–0,14 mg/mL) przebieg zmian czulości metody diagnostycznej w funkcji stężenia  $\text{HNO}_3$  miał podobny przebieg, który charakteryzował się występowaniem maksimum lokalnego, wynikającego ze zmiany tendencji zmian z rosnącą (w zakresie stężeń  $\text{HNO}_3$  0,02–0,10 mol/L) na malejącą (gdy stężenie  $\text{HNO}_3$  wynosiło 0,12 mol/L i 0,14 mol/L). Największą czulością charakteryzował się test, w którym zastosowano roztwór  $\text{HNO}_3$  o stężeniu 0,10 mol/L i koncentracji substancji czynnej 0,14 mg/mL. Zaproponowano, aby metodę analityczną, w której zastosowano ten roztwór roboczy nazwać wskaźnikiem purpury bromokrezolowej ( $\text{BCPI}_{\text{BSM}(\text{HNO}_3)}$ ). Zgodnie z propozycją autorów kalkulację wyników oznaczeń w metodzie ( $\text{BCPI}_{\text{BSM}(\text{HNO}_3)}$ ) należy prowadzić wg wzoru (1).

## Podsumowanie

Wskaźnik purpury bromokrezolowej ( $\text{BCPI}_{\text{BSM}(\text{HNO}_3)}$ ) okazał się przydatny do szybkiej oceny skuteczności ogrzewania nasion ciecierzycy i przetworów z tych nasion. Charakteryzuje się on równocześnie dużą czulością

i prostotą wykonania, umożliwiając zastąpienie w praktyce przetwórstwa rolno-spożywczego stosowanej dotąd skomplikowanej, czasochłonnej, pracochłonnej, przestarzałej i niepraktycznej metody polegającej na oznaczeniach aktywności antytrypsynowej (TIA)<sup>18–21</sup>.

Otrzymano: 25-06-2024

## LITERATURA

- [1] B. Skowera, A. Sękara, E. Jędryszczky, M. Poniedziałek, S. Dziamba, *Acta Agrophys.* 2007, **9**, nr 3, 767.
- [2] M. Szmigielski, *Wpływ obróbki termicznej na wybrane wskaźniki jakości nasion soi i ich przetworów*, Rozprawy Naukowe, Wyd. UP w Lublinie, 364.
- [3] M. Szmigielski, P. Sobczak, K. Zawiślak, D. Andrejko, G. Bielecka, J. Rubaj, J. Mazur, M. Szczepanik, *Sustainability* 2022, **14**, 1872, <https://doi.org/10.3390/su14031872>.
- [4] M. Szmigielski, *Pol. J. Food Nutr. Sci.* 2004, **13/54**, nr 1, 35.
- [5] M. Szmigielski, A. Sagan, S. Matyka, *Acta Sci. Pol. Technol. Aliment.* 2008, **7**, nr 4, 31.
- [6] M. Szmigielski, S. Matyka, *Pol. J. Food Nutr. Sci.* 2004, **13/54**, nr 3, 243.
- [7] M. Szmigielski, S. Matyka, *Pol. J. Food Nutr. Sci.* 2007, **57**, nr 3A, 137.
- [8] M. Szmigielski, S. Matyka, *Inż. Rol.* 2002, **37**, nr 4, 323.
- [9] M. Szmigielski, A. Marczuk, D. Andrejko, J. Kowalczyk, A. Kowalczyk-Juśko, K. Zawiślak, J. Mazur, A. Starek, M. Krajewska, *Przem. Chem.* 2017, **96**, nr 5, 1085.
- [10] M. Szmigielski, S. Matyka, *Acta Agrophysica* 2002, **6**, nr 1, 251.
- [11] M. Szmigielski, J. Rubaj, S. Matyka, *Acta Agrophysica* 2006, **8**, nr 1, 251.
- [12] M. Szmigielski, P. Kiczorowski, D. Andrejko, M. Szczepanik, *Przem. Chem.* 2021, **100**, nr 4, 375.
- [13] M. Szmigielski, *Przem. Chem.* 2020, **99**, nr 4, 602.
- [14] PN-EN ISO 665:2020, *Oilseeds. Determination of moisture and volatile matter content*.
- [15] PN-EN ISO 5983-1, *Feeds. Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content*.
- [16] PN-EN ISO 659, *Oilseeds. Determination of oil content (reference method)*.
- [17] PN-ISO 749:1977, *Oilseeds residues. Determination of total ash*.
- [18] K. Liu, *J. Amer. Oil Chem. Soc.* 2019, **96**, nr 6, 619.
- [19] K. Liu, *J. Amer. Oil Chem. Soc.* 2019, **96**, nr 6, 625.
- [20] V. Kumar, A. Rani, P. Mittal, M. Shuaib, *J. Food Meas. Charact.* 2019, **13**, nr 2, 1583.
- [21] S.P. Stanojevic, M.B. Barac, M.B. Pesic, B.V. Vucelic-Radovic, *J. Agric. Sci. Belgrade* 2016, **61**, nr 3, 271.