

# Reološka i teksturna svojstva svježeg soka voća klementine (*Citrus x clementina*) obrađenog visokim hidrostatskim tlakom

---

Dorić, Martina

Undergraduate thesis / Završni rad

2016

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Food Technology and Biotechnology / Sveučilište u Zagrebu, Prehrambeno-biotehnološki fakultet**

Permanent link / Trajna poveznica: <https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:159:715256>

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

Download date / Datum preuzimanja: **2025-03-31**



Repository / Repozitorij:

[Repository of the Faculty of Food Technology and Biotechnology](#)



**Sveučilište u Zagrebu**  
**Prehrambeno-biotehnološki fakultet**  
**Preddiplomski studij Prehrambena tehnologija**

**Martina Dorić**  
6607/PT

**REOLOŠKA I TEKSTURNA SVOJSTVA SVJEŽEG SOKA VOĆA KLEMENTINE**  
**(*Citrus x clementina*) OBRAĐENOG VISOKIM HIDROSTATSKIM TLAKOM**

**ZAVRŠNI RAD**

**Modul: Inženjerstvo 3**

**Mentor: prof.dr.sc. Damir Ježek**

**Zagreb, 2016.**

**Sveučilište u Zagrebu**

**Prehrambeno-biotehnološki fakultet**

**Preddiplomski studij Prehrambena tehnologija**

**Zavod za procesno inženjerstvo**

**Laboratorij za tehnološke operacije**

**REOLOŠKA I TEKSTURNA SVOJSTVA SVJEŽEG SOKA VOĆA KLEMENTINE  
(*Citrus x clementina*) OBRADENOG VISOKIM HIDROSTATSKIM TLAKOM**

*Martina Dorić, 6607/PT*

**Sažetak:** U ovom radu ispitivan je utjecaj visokog hidrostatskog tlaka na reološka i teksturna svojstva svježeg soka voća klementine tijekom osam dana skladištenja. Određivane su promjene pH vrijednosti, viskoznosti, gustoće, boje te raspodjele veličine čestica na tri uzorka. Mehaničkim istiskivanjem svježeg voća klementine pripremljena su tri uzorka. Jedan uzorak ostao je netretiran, dok su preostala dva tretirana visokim hidrostatskim tlakom jakosti 200 i 400 MPa u trajanju od 4 minute.

Provedenim ispitivanjima utjecaja visokog hidrostatskog tlaka na reološka i teksturna svojstva svježeg soka voća klementine tijekom skladištenja utvrđeno je da takav tretman ne utječe na degradaciju organoleptičkih i nutritivnih svojstava uzoraka.

**Ključne riječi:** visok hidrostatski tlak, pH, viskoznost, gustoća, boja, veličina čestica

**Rad sadrži:** 23 stranice, 11 slika, 3 tablice, 19 literaturnih navoda

**Jezik izvornika:** hrvatski

**Rad je u tiskanom i elektroničkom (pdf format) obliku pohranjen u:** Knjižnica Prehrambeno-biotehnološkog fakulteta, Kačićeva 23, Zagreb

**Mentor:** Prof.dr.sc.Damir Ježek

**Pomoć pri izradi:** dr.sc.Sven Karlović

**Rad predan:** lipanj, 2016.

**University of Zagreb**  
**Faculty of Food Technology and Biotechnology**  
**Undergraduate studies Food Technology**  
**Department of Process Engineering**  
**Laboratory for Unit Operations**

**RHEOLOGICAL AND TEXTURAL PROPERTIES OF FRESH CLEMENTINE JUICE**  
**(*Citrus x clementina*) TREATED WITH HIGH HYDROSTATIC PRESSURE**

*Martina Dorić, 6607/PT*

**Summary:** In this paper, we tested the influence on high hydrostatic pressure on the rheological and textural properties of fresh clementine juice during a period of eight days of storage. We measured the changes in pH values, viscosity, density, color and particle size distribution of three samples. One sample remained untreated, while the two others were treated with high hydrostatic pressure of 200 to 400 MPa for 4 minutes.

The conducted tests of the influence of high hydrostatic pressure on the rheological and textural properties of fresh clementine juice during a period of eight days showed that this treatment does not affect the degradation of the organoleptic and nutritional properties of samples.

**Keywords:** high hydrostatic pressure, pH, viscosity, density, color, particle size

**Thesis contains:** 23 pages, 11 figures, 3 tables, 19 references

**Original in:** Croatian

**Final work in printed and electronic (pdf format) version is deposited in:** Library of the Faculty of Food Technology and Biotechnology, Kačićeva 23, Zagreb

**Mentor:** Ph.D. Damir Ježek, Full professor

**Technical support and assistance:** Ph.D. Sven Karlović

**Thesis delivered:** June, 2016

## SADRŽAJ

|  |           |
|--|-----------|
| <b>1. UVOD</b> .....                                 | <b>1</b>  |
| <b>2. TEORIJSKI DIO</b> .....                        | <b>2</b>  |
| 2.1. VISOKI HIDROSTATSKI TLAK.....                   | 2         |
| 2.1.1. PRINCIP RADA VISOKOG HIDROSTATSKOG TLAKA..... | 2         |
| 2.1.2. HPP U INDUSTRIJI VOĆA I POVRĆA.....           | 3         |
| 2.2. DEFINICIJA VOĆNOG SOKA.....                     | 4         |
| 2.3. NUTRITIVNI SASTAV VOĆA KLEMENTINA.....          | 4         |
| <b>3. EKSPERIMENTALNI DIO</b> .....                  | <b>6</b>  |
| 3.1. MATERIJAL.....                                  | 6         |
| 3.1.1. UZORCI.....                                   | 6         |
| 3.1.2. PRIBOR I APARATURA.....                       | 6         |
| 3.2. METODE RADA .....                               | 6         |
| 3.2.1. PRIPREMA SOKA .....                           | 6         |
| 3.2.2. PLAN PROVOĐENJA EKSPERIMENTA.....             | 6         |
| 3.2.3. PROVEDBA EKSPERIMENTA.....                    | 7         |
| 3.2.4. ODREĐIVANJE pH-VRIJEDNOSTI.....               | 8         |
| 3.2.5. ODREĐIVANJE VISKOZNOSTI.....                  | 8         |
| 3.2.6. ODREĐIVANJE GUSTOĆE.....                      | 8         |
| 3.2.7. ODREĐIVANJE BOJE.....                         | 8         |
| 3.2.8. ODREĐIVANJE RASPODJELE VELIČINE ČESTICA.....  | 9         |
| 3.2.9. ODREĐIVANJE TEKSTURE.....                     | 10        |
| <b>4. REZULTATI</b> .....                            | <b>11</b> |
| <b>5. RASPRAVA</b> .....                             | <b>18</b> |
| <b>6. ZAKLJUČAK</b> .....                            | <b>21</b> |
| <b>7. LITERATURA</b> .....                           | <b>22</b> |

## 1. UVOD

U današnje vrijeme potrošači sve više pažnje pridaju proizvodima koje konzumiraju te su u potražnji za što manje procesiranim i obrađenim proizvodima. Osnovni zahtjevi potrošača su zadržana početna nutritivna i organoleptička svojstva namirnica. Sukladno tome, u zadnje vrijeme se mnogo napora ulaže u nove metode procesiranja hrane, odnosno u metode minimalnog procesiranja umjesto obrade hrane konvencionalnim termalnim metodama.

Konvencionalne metode sterilizacije temelje se na zagrijavanju te neizbježno dovode do promjene boje, okusa i mirisa te gubitka hranjivih vrijednosti. Visoki hidrostatski tlak jedna je od alternativnih metoda termičkoj obradi, a postiže inaktivaciju mikroorganizama te produljenje roka trajanja namirnice/proizvoda uz zadržavanje nutritivnih svojstava i očuvanje teksture, boje i okusa. Visoki hidrostatski tlak smanjuje i vrijeme obrade namirnice te potrebu za dodatkom aditiva, što potrošači također cijene.

U ovom je radu ispitivan utjecaj visokog hidrostatskog tlaka na reološka i teksturna svojstva svježeg soka klementine. Ispitivane vrijednosti su: boja, pH vrijednost, viskoznost, gustoća, raspodjela veličine čestica. Ispitivana su tri različita uzorka soka, od kojih je jedan netretiran, a dva su tretirana visokim hidrostatskim tlakom različite vrijednosti (200 i 400 MPa). Prva ispitivanja rađena su na svježe cijedenom soku, odnosno soku tek obrađenom visokim tlakom, zatim su mjerenja ponovljena na istim uzorcima nakon četiri dana skladištenja te konačno nakon osam dana skladištenja.

## **2. TEORIJSKI DIO**

### **2.1. VISOKI HIDROSTATSKI TLAK**

Visoki hidrostatski tlak jedna je od novih metoda procesiranja hrane, a podrazumijeva podvrgavanje hrane (tekuće ili krute, sa ili bez ambalaže) djelovanju tlaka od 100 do 800 MPa, pri temperaturi od ispod 0 °C do iznad 100 °C, u trajanju od nekoliko sekundi do više od 20 minuta.

Prva istraživanja o djelovanju visokog tlaka na hranu proveo je Hite (1899) i prikazao da je djelovanjem visokog tlaka moguće odgoditi kvarenje mlijeka jer se reducira broj mikroorganizama u istom. 15 godina kasnije Hite i suradnici proširili su istraživanja i na konzerviranje voća i povrća, no zbog tehničkih problema s opremom, daljnje studije započinju tek sredinom 20. stoljeća, a 1990. u Japanu se pojavio voćni žele kao prva komercijalno dostupna hrana tretirana visokim tlakom (Krešić i sur., 2010).

Primjena visokog tlaka često se navodi kao alternativa termičkoj obradi, a osnovne prednosti se očituju u postizanju antimikrobnog učinka bez promjene senzorskih i nutritivnih značajki, znatno skraćivanje termičkog tretiranja koje slijedi nakon tretmana visokim tlakom, brza i ravnomjerna obrada proizvoda neovisno o volumenu, obliku ili sastavu te zadržavanje postojeće strukture namirnice tijekom zamrzavanja (Lelas, 2006). Obrada namirnice visokim tlakom također smanjuje potrebu za dodatkom aditiva.

Od svih navedenih, osnovna prednost visokog hidrostatskog tlaka leži u činjenici da su nutritivna i organoleptička svojstva namirnice tretirane visokim tlakom gotovo netaknuta, što je glavni zahtjev potrošača danas. Visokim tlakom moguće je udovoljiti tom zahtjevu, s obzirom da primjena istog djeluje da vodikove i ionske veze (čime razara bjelančevine, enzime i polisaharide), dok s druge strane ne djeluje na kovalentne veze pa su tako organoleptičke značajke (u vidu aroma i vitamina) praktički neosjetljive na njegovo djelovanje.

#### **2.1.1. PRINCIP RADA VISOKOG HIDROSTATSKOG TLAKA**

Sam princip djelovanja visokog hidrostatskog tlaka temelji se na Le Chatelierovom načelu smanjenja radnog obujma kako se tlak povećava (ako se promijene uvjeti pri kojima je neki sustav u ravnoteži, težit će se prema uspostavljanju prijašnjih uvjeta i vraćanju sustava u ravnotežu).

Za vrijeme obrade, promjene obujma namirnice dovode do kemijskih reakcija koje izravno utječu na intramolekulske interakcije unutar namirnice. Najčešće dolazi do pucanja slabih vodikovih, ionskih i hidrofobnih veza (Bosiljkov i sur., 2010).

Za razliku od toplinske obrade, tlak djeluje izostatsko, u svim točkama istovremeno, jednakim iznosom. Nije pogodan za suhe ili namirnice s malim udjelom vode, a nužna je fleksibilna ambalaža (sa do 15% elastičnosti).

Koriste se tlakovi do 1000 MPa, iako u industriji obično od 100 do 600 MPa, pri temperaturama od -20°C do preko 100°C.

Veličina tretiranog uzorka može varirati od 0,1 do preko 700 mL, a vrijeme obrade (5-10 min) je neovisno o veličini materijala.

### **2.1.2. HPP U INDUSTRIJI VOĆA I POVRĆA**

Visoki hidrostatski tlak potrošačima je predstavljen s naznakom potpuno prirodnog okusa hladene guacamole, a zatim i zrele polovice avokada s vremenom skladištenja do 30 dana.

Uporaba visokog hidrostatskog tlaka u tehnologiji voća i povrća kasnije se proširila na salsu, rezani luk, hladno prešani sok naranče, voćni frape te sok od jabuke.

Visoki hidrostatski tlak inaktivira Salmonelu, E. Coli i L.monocytogenes u voću, povrtnim tekućinama i polutekućim proizvodima. Boja voća i povrća te njihovih prerađevina u granicama tolerabilnog pH i temperature obično je očuvana. Primjećeno je i očuvanje svježije arome dulji period, nego prilikom konvencionalnih metoda termičke obrade (uz skladištenje pri optimalnim temperaturama u oba slučaja).

Visoki hidrostatski tlak nudi produljeno vrijeme skladištenja sokova i ostalih pića bez dodatka konzervansa ili primjene visoke temperature te je kao takav prihvaćen, a u proizvodnji pića postiže velik uspon zahvaljujući uspješnom udovoljavanju zahtjevima tržišta vezanim za nutritivnu vrijednost i sigurnost voća i povrća te njihovih napitaka, kokosove vode i voćnih kaša.

Tretiranje visokim tlakom koristi se i u HACCP programu (Koutchma, 2014).



## **2.2. DEFINICIJA VOĆNOG SOKA**

Prema Pravilniku o voćnim sokovima i njima sličnim proizvodima namijenjenim za konzumaciju donesenom od strane Ministarstva poljoprivrede na temelju članka 94. stavka 2. Zakona o hrani (»Narodne novine« broj 46/07., 84/08. i 55/11.), voćni sok je proizvod koji se može fermentirati, ali je nefermentiran, a proizvodi se od jestivog dijela voća koje je zdravo, svježe ili konzervirano hlađenjem ili smrzavanjem jedne ili više vrsta pomiješanih zajedno, a ima boju, aromu i okus karakterističan za sok od voća od kojega potječe.

Aroma, pulpa i čestice voćnog tkiva koji su dobiveni odgovarajućim fizikalnim postupcima iz iste vrste voća mogu biti vraćeni u sok.

U slučaju citrus voća, voćni sok se mora proizvesti iz endokarpa. Iznimno, sok limete može se proizvesti od cijelih plodova.

Ako se sokovi proizvode iz voća sa košticama, sjemenkama i korom, dijelovi ili sastavni dijelovi koštica, sjemenki i kore ne smiju se nalaziti u sokovima. Ova odredba se ne primjenjuje na slučajeve gdje se dijelovi koštica, sjemenki i kore ne mogu ukloniti primjenom dobre proizvođačke prakse.

U proizvodnji voćnog soka dopušteno je miješanje voćnog soka i voćne kaše.

Voće mora biti zdravo, odgovarajuće zrelosti i svježe ili konzervirano primjenom fizikalnih postupaka ili obradom, uključujući obradu nakon branja provedeno u skladu s propisima.

(Pravilnik o voćnim sokovima i njima sličnim proizvodima namijenjenim za konzumaciju, NN br. 46/07., 84/08. i 55/11)

## **2.3. NUTRITIVNI SASTAV VOĆA KLEMENTINA**

Klementina je voće iz porodice citrusa koje raste na području Mediterana i u Južnoj Africi, a nastala je kao rezultat križanja mandarine i naranče. Stablo klementine vrlo je slično stablu mandarina, ali dozrijeva sporo i nepravilno te samo jednom godišnje donosi plodove.

Klementine su po veličini najčešće malo manje od mandarina, te imaju glađu i sjajnu koru. Za razliku od naranče, klementina se lako ljušti, a plod je intenzivno narančaste boje sa 7-14 sočnih i slatkih djelova. I sam plod je sličan mandarini, ali crvenije boje. Što se tiče okusa ovog voća, klementina nema tu dozu citrusa kao i mandarina ili naranča, stoga su slađe, ali pored slatkoće imaju i određenu nijansu oporosti i gorčine (Anonymus 1, 2016).

Klementine se mogu konzumirati kao svježe voće, ali i kao sirovina u prehrambenoj industriji.

Sokovi citrusa općenito su bogat su izvor antioksidansa, uključujući vitamin C koji je prisutan u koncentraciji 49,4 mg/100 ml i druge hidrofilne fenolne spojeve koji imaju pozitivan učinak na zdravlje. Prisutni su također karotenoidi, osobito  $\alpha$ -karotene,  $\beta$ -karoten, lutein,  $\beta$ -kriptoksantin i violaksantin.

Opsežna istraživanja fizikalno – kemijskih i nutritivnih svojstava tradicionalnih sorti klementine provedena su još 1970-ih. Najzastupljeniji nutrijent u soku klementine je kalij, koji je u prosjeku prisutan sa 153,7 mg/100 ml. Osim kalija, važna je i prisutnost kalcijevih, magnezijevih i fosfatnih iona, a dominantne aminokiseline su prolin, arginin, asparagin, aspartat, glutamat, serin i  $\gamma$ -maslačna kiselina (Simmonds, 2015).

### **3. EKSPERIMENTALNI DIO**

#### **3.1. MATERIJAL**

##### **3.1.1. UZORCI**

600 mL 100% svježe cijedeći sok klementine.

##### **3.1.2. PRIBOR I APARATURA**

- Kućni sokovnik
- HPP High Pressure ISO-LAB system- Stansted Fluid Power LTD
- Digitalni pH-metar WTW- pH330i/SET
- Kolorimetar Konica Minolta- Spectrophotometer CD- 3500d
- Viskozimetar Fungilab- Rotational Viscometer, Alpha Series
- Uređaj za određivanje gustoće Metler Toledo- DM40 Density Meter
- Određivanje raspodjele veličine čestica: Malvern- Mastersizer 2000, Hydro 2000S
- Teksturometar Stable Micro System- Texture Analyser TA.HD. Plus

#### **3.2. METODE RADA**

##### **3.2.1. PRIPREMA SOKA**

Sok se priprema prema važećem Pravilniku o voćnim sokovima i njima sličnim proizvodima [izdanom od strane MINISTARSTVA POLJOPRIVREDE, na temelju članka 94. stavka 2. Zakona o hrani (»Narodne novine« broj 46/07., 84/08. i 55/11.)].

Svježe cijedeći voćni sok pripremljen je iz svježeg voća klementine, oguljenog, usitnjenog te procijedeći u kućnom sokovniku, pri čemu je pokožica zaostajala na filtru sokovnika, dok je sok prolazio kroz filter.

Napravljena su tri različita uzorka soka: netretiran, tretiran visokim hidrostatskim tlakom jakosti 200 MPa u trajanju od 4 min, te visokim hidrostatskim tlakom jakosti 400 MPa u trajanju također od 4 min.

##### **3.2.2. PLAN PROVOĐENJA EKSPERIMENTA**

Tijekom provedbe eksperimentalnog dijela koristilo se tri vrste uzorka za ispitivanje, jedan netretiran te dva tretirana visokim hidrostatskim tlakom (pri 200 MPa i 400 MPa).

Označavali su se metodologijom prikazanom u Tablici 1.

Tablica 1. Oznake ispitivanih uzoraka

| <i>OPIS UZORKA</i>                               | <i>OZNAKA UZORKA</i> |
|--|----------------------|
| <i>Netretirani sok</i>                           | NS                   |
| <i>Sok tretiran visokim hidrostatskim tlakom</i> | T1                   |
| <i>Sok tretiran visokim hidrostatskim tlakom</i> | T2                   |

Planom provođenja eksperimenta za uzorke T1 i T2 svježe cijedenog soka klementine tretiranog visokim hidrostatskim tlakom definirani su sljedeći parametri: vrijeme trajanja tretiranja (4 min), tlak (200, 400 MPa), što je prikazano u Tablici 2.

Tablica 2. Plan provođenja eksperimenta tretiranja soka visokim hidrostatskim tlakom

| <i>UZORAK</i> | <i>VRIJEME</i> | <i>TLAK</i> |
|---------------|----------------|-------------|
| <i>T1</i>     | 4 min          | 200 MPa     |
| <i>T2</i>     | 4 min          | 400 MPa     |

Prilikom analize svih uzoraka soka, mjerili su se sljedeći parametri: boja, pH, viskoznost, gustoća i raspodjela veličine čestica.

### **3.2.3. PROVEDBA EKSPERIMENTA**

Iz pripremljenog soka uzeli smo za sva tri uzorka po 100 mL. Prvi uzorak nismo tretirali visokim tlakom, već smo mu samo odredili boju, pH, viskoznost, gustoću i raspodjelu veličine čestica.

Ostale uzorke (dva puta po 100 mL) obrađivali smo visokim hidrostatskim tlakom prema parametrima u Tablici 2. Uzorci su bili u jednakoj ambalaži – plastičnoj bočici od 100 mL, a tlačno sredstvo bio je propilen glikol jer isti nije štetan za zdravlje ljudi.

Nakon tretiranja, na svakom smo uzorku odredili boju, pH, viskoznost, gustoću i raspodjelu veličine čestica.

Uzorke smo ostavili u hladnjaku ukupno osam dana. Mjerenja boje, pH, viskoznosti, gustoće i raspodjele veličine čestica je napravljeno prvi, četvrti i osmi dan.

#### **3.2.4. ODREĐIVANJE pH VRIJEDNOSTI**

pH vrijednost mjera je za kiselost tvari. Za određivanje se koristi skala od 0 do 14, pri čemu vrijednost 7 označava neutralnost, dok je sve ispod 7 kiselo, a sve iznad 7 lužnato.

U ovom radu pH vrijednost svih ispitivanih uzoraka određena je digitalnim pH-metrom WTW-pH330i/SET, uranjanjem elektrode u uzorak te očitanjem vrijednosti na ekranu uređaja nakon stabilizacije.

#### **3.2.5. ODREĐIVANJE VISKOZNOSTI**

Dinamička viskoznost mjerena je rotacijskim viskozimetrom Fungilab-Rotational Viscometer, Alpha Series, koji se temelji na mjerenju momenta i pretvaranju vrijednosti momenta u vrijednost dinamičke viskoznosti.

Mjerenje je provedeno uranjanjem cilindra viskozimetra u uzorak te očitanjem izmjerene vrijednosti na ekranu uređaja.

#### **3.2.6. ODREĐIVANJE GUSTOĆE**

Za određivanje gustoće uzorka u ovom radu korišten je Mettler Toledo DM40 mjerac gustoće koji ima raspon mjerenja od  $0,0000 \text{ g/cm}^3$  do  $3,0000 \text{ g/cm}^3$ , a mjerenje je provedeno na sobnoj temperaturi.

Gustoća je mjerena injektiranjem cca 1 mL uzorka u uređaj te očitanjem vrijednosti nakon 30-ak sekundi, s točnošću  $0,0001 \text{ g/cm}^3$ .

#### **3.2.7. ODREĐIVANJE BOJE**

Boja koju čovjek opaža zapravo je percepcija valne duljine koja s površine objekta dolazi na mrežnicu ljudskog oka. Izgled hrane može se promijeniti ovisno o količini svjetla, izvoru svjetla, kutu gledanja, veličini i pozadinskim razlikama. Unatoč tome, standardizirane su instrumentalne metode određivanja boje u prehrambenoj industriji, kao npr. metoda po Hunteru kojom se određuju parametri  $a^*$ ,  $b^*$  i  $L^*$ .

$L^*$  parametar je mjera svjetline/bjeline koja ima vrijednosti od 0 do 100 (bijelo ako je  $L^* = 100$ , crno ako je  $L^* = 0$ ),  $a^*$  je indikator crvenila i varira od  $-a^*$  do  $+a^*$  ( $-a^* =$  zeleno,  $+a^* =$  crveno), dok je  $b^*$  mjera žutila koja također varira iz minusa u plus, od  $-b^*$  za plavu do  $+b^*$  za žutu.

Održavanje prirodne boje voćnih sokova velik je izazov tehnologiji temeljenoj na visokom hidrostatskom tlaku, s obzirom da je boja prvo primjećeno svojstvo te predodređuje percepciju potrošača o svježini, kao i o okusu i kvaliteti samog proizvoda.

Promjene u prirodnoj boji voćnih sokova temeljene su na degradaciji pigmenata tijekom enzimskih i neenzimskih reakcija (Doona, 2010).

U ovom radu boje uzoraka određene su kolorimetrom Konica Minolta- Spectrophotometer CD-3500d.

Mjerenje se provodilo stavljanjem 25 mL netretiranog soka na predviđeno mjesto u kolorimetru te pokretanjem programa (SpectraMagic NX) i zatim mjerenju vrijednosti  $a^*$ ,  $b^*$  i  $L^*$ . Prema tim vrijednostima izračuna se ukupna razlika obojenosti tretiranih uzoraka u usporedbi s netretiranim ( $\Delta E$ ). Mjerenje se ponovi i s ostalim uzorcima. Prilikom mjerenja koristila se bijela podloga da bi se utjecaj okolnih boja sveo na minimum.

### **3.2.8. ODREĐIVANJE RASPODJELE VELIČINE ČESTICA**

Interes za mjerenjem raspodjele veličina čestica potječe od činjenice da svojstva disperznih materijala ovise o veličini čestica i uniformnosti raspodjele.

Počevši od znanstvenih istraživanja u područjima kao što su kemija i materijali, preko industrijskih istraživanja, kontrole i optimizacije proizvodnje lijekova, sirovina, prehrambenih i drugih proizvoda, postoji potreba za brzom i točnom on-line metodom za određivanje raspodjele veličina čestica.

Danas je, zbog jednostavnosti i preciznosti, metoda analize difrakcije laserske svjetlosti na česticama primarna metoda za ispitivanje raspodjela veličina u disperznim sustavima.

Analiza laserske difrakcije se svodi na unošenje uzoraka u sustav za mjerenje i pritiskanje gumba tako da se dobiju precizni (što ne znači i točni) rezultati u roku od desetak sekundi. Pritom je metoda mjerenja potpuno automatizirana zahvaljujući danom programskom paketu, tako da su sva mjerenja apsolutno ponovljiva.

Međutim, da bi se došlo do točnih podataka o analiziranim sustavima čestica najbitnije je razumjeti i uzeti u obzir više vrlo važnih faktora, kao što su priroda materijala, instrument, metodologija mjerenja i verifikacija rezultata (Stojanović i sur., 2010).

Instrument koji je korišten u ovom radu može mjeriti veličine čestica od 20 nm do 2 mm, a kao popratnu opremu koristi Hydro 2000S, vanjsku jedinicu za kontinuirani protok uzorka kroz

protočnu ćeliju. Hydro 2000S ima ugrađen ultrazvuk za razbijanje agregata, računalnu kontrolu protoka, ispiranje i čišćenje ćelije (Anonymus 2, 2005).

### **3.2.9. ODREĐIVANJE TEKSTURE**

Analiza teksture je mehaničko ispitivanje hrane i drugih proizvoda s ciljem mjerenja njihovih fizikalnih svojstava. Zbog svoje prilagodljivosti i ekonomičnosti, analiza teksture postala je često korišteno sredstvo u industriji prilikom ispitivanja ponašanja materijala – lomljenja, tečenja, ljepljenja, savijanja i slično.

Veliki proizvođači već rutinski primjenjuju analizu teksture kako u razvoju novih proizvoda, tako i tijekom rutinske kontrole svih faza proizvodnje, od sirovih materijala, pomoćnih tvari, poluproizvoda, ambalaže do gotovih proizvoda.

U tehnologiji voća i povrća mjerljive karakteristike su čvrstoća i žilavost, svježina, savijanje, fleksibilnost i slično. Osim toga, moguće je analizirati i ambalažu te volumen i dimenzije proizvoda (Anonymus 3, 2014).

U ovom radu tekstura se određivala na svježem voću, odnosno sirovini korištenoj u proizvodnji soka, direktnom metodom deformacije materijala s obzirom na primjenjenu silu. Metoda se temeljila na određivanju sile potrebne da sonda probije materijal do određene dubine.

#### 4. REZULTATI

U ovom poglavlju prikazani su rezultati eksperimentalnih mjerenja. Rezultati prikazuju promjenu pH vrijednosti, viskoznosti, gustoće, boje i raspodjele veličine čestica na tretiranim i netretiranim uzorcima. U vremenskom periodu od 8 dana provedena su tri mjerenja.

Promjena pH vrijednosti tijekom 8 dana skladištenja mjerena je pH-metrom, a rezultati su prikazani grafički na Slici 1. Mjerena su provedena prvi, četvrti i osmi dan.

Promjena viskoznosti također je mjerena tri puta kroz osam dana skladištenja te su vrijednosti prikazane grafički na Slici 2.

Vrijednosti promjene gustoće prikazane su na Slici 3.

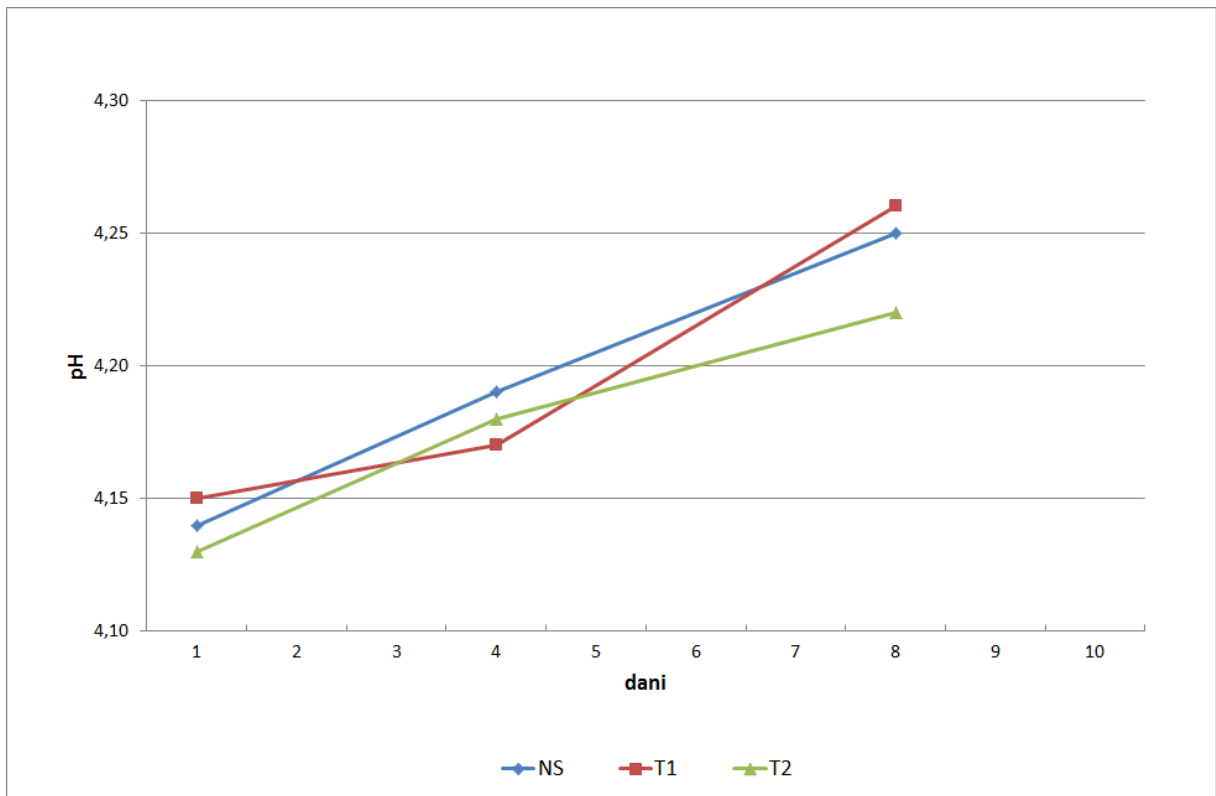
Parametri boje određivani su kolorimetrom i obrađeni u programu SpectraMagic NX. Promjene  $a^*$ ,  $b^*$  i  $L^*$  parametara u netretiranom uzorku prikazani su na Slici 4, a promjene u tretiranim uzorcima na Slici 5 i 6. Ukupna razlika obojenosti ( $\Delta E$ ) uzoraka T1 i T2 izračunata je prema formuli  $\Delta E = [(L-L_0)^2 + (a-a_0)^2 + (b-b_0)^2]^{1/2}$  (gdje su  $L_0$ ,  $a_0$  i  $b_0$  kontrolne vrijednosti netretiranog uzorka) (Huang i sur., 2013) te prikazana u Tablici 3.

Parametri su određivani prvi, četvrti i osmi dan skladištenja.

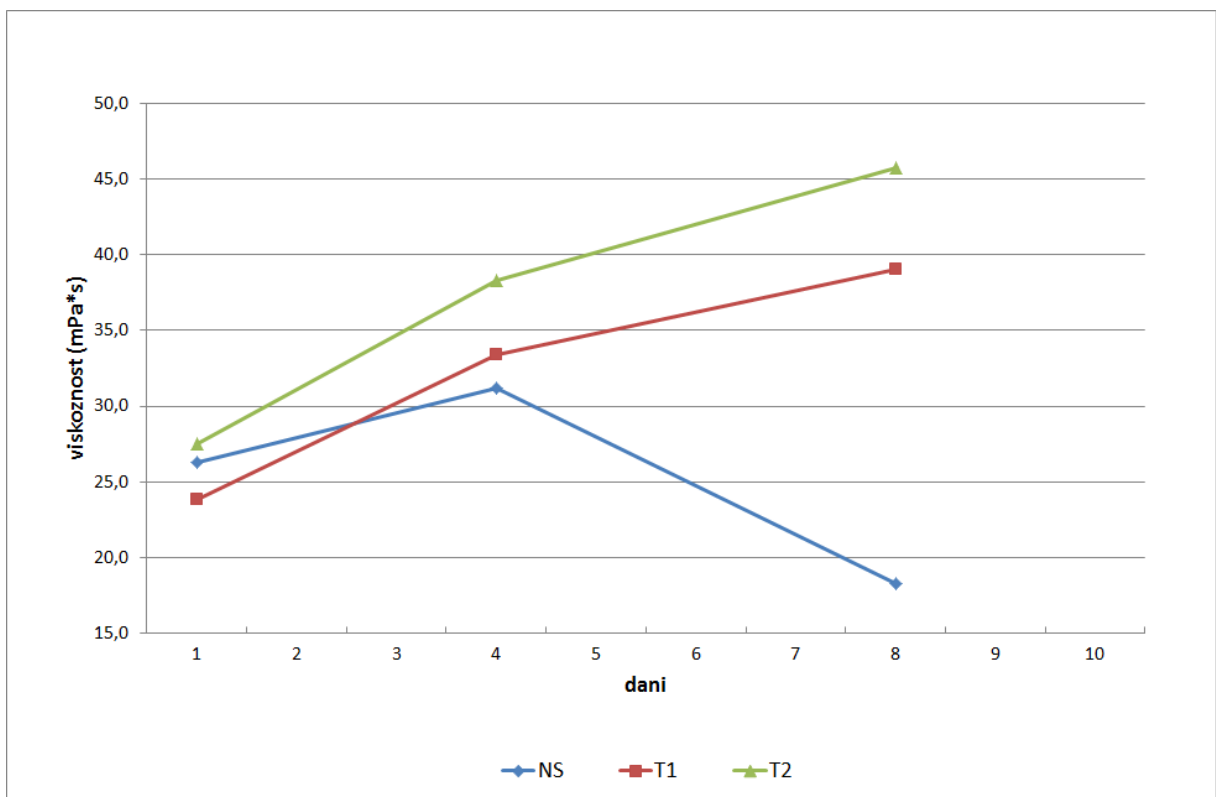
Na Slici 7 prikazana je raspodjela veličine čestica svih uzoraka.

Na Slikama 8 – 11 prikazana su tri paralelna mjerenja teksture sirovine te usporedba tih mjerenja.

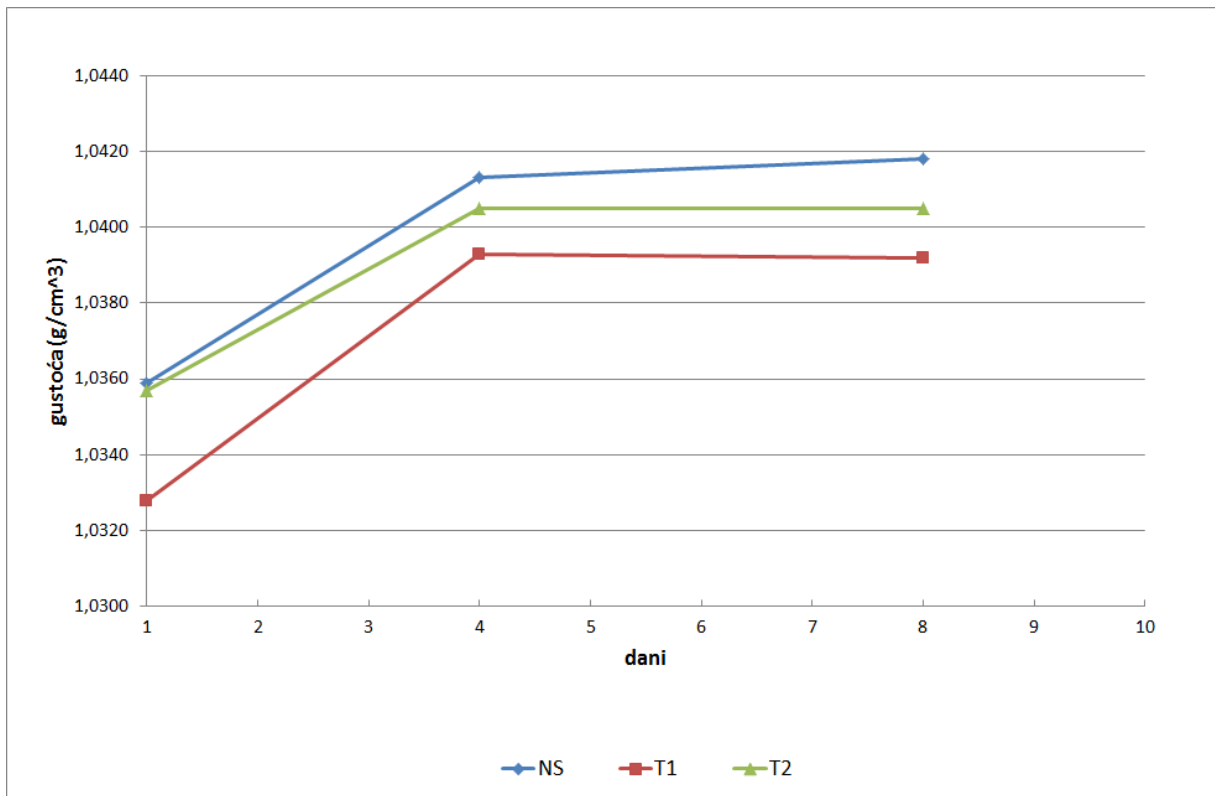




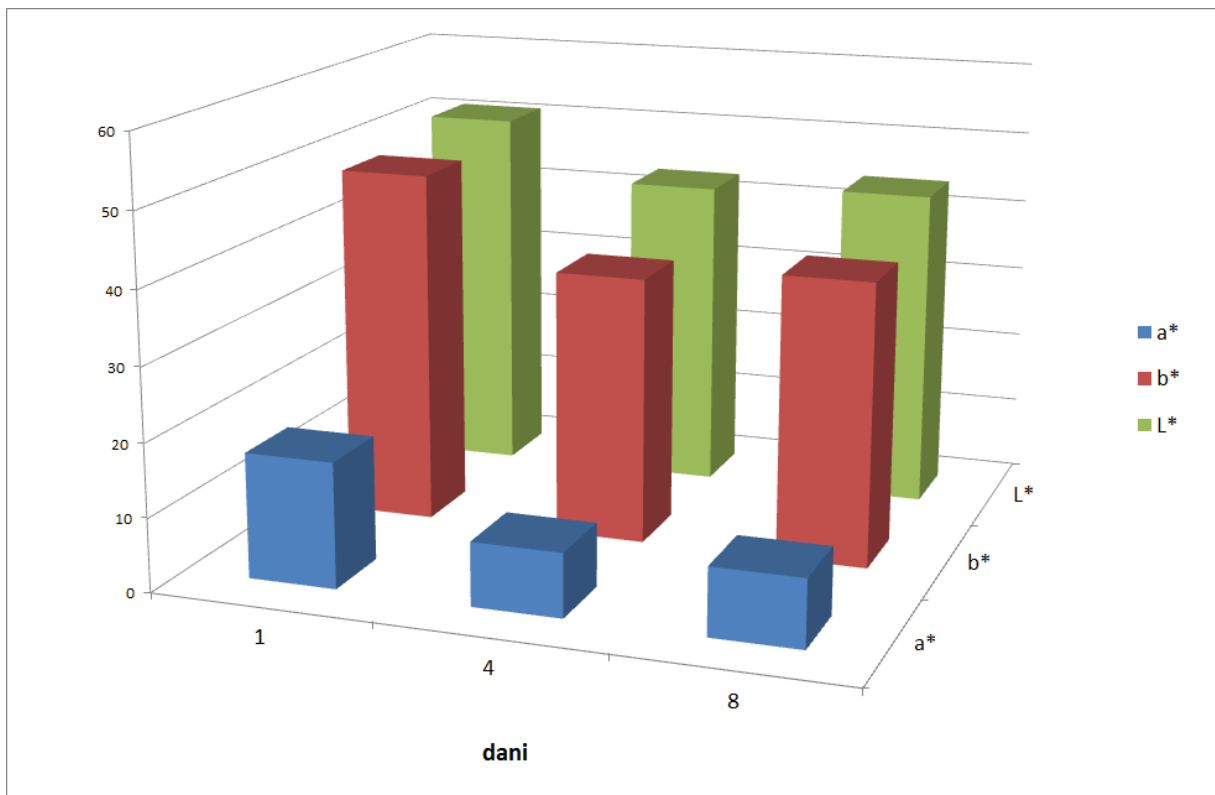
Slika 1. Promjena pH vrijednosti uzoraka.



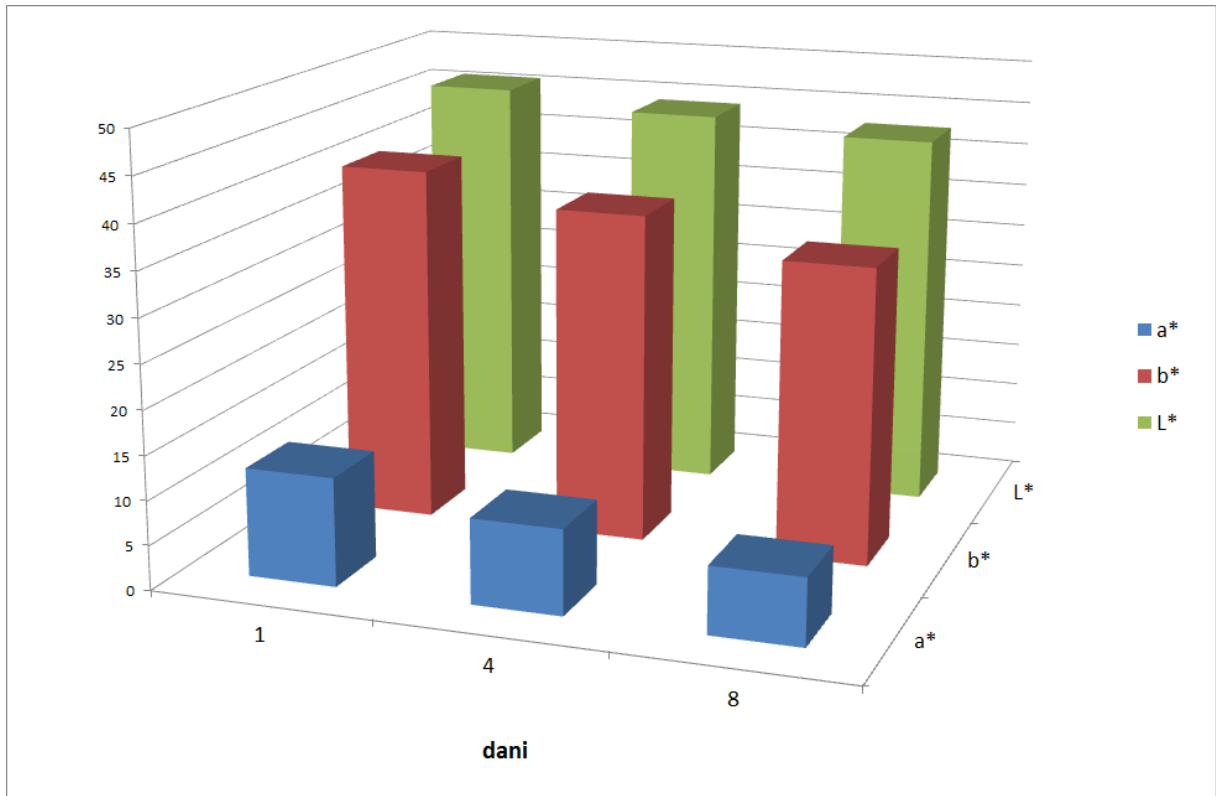
Slika 2. Promjena viskoznosti uzoraka.



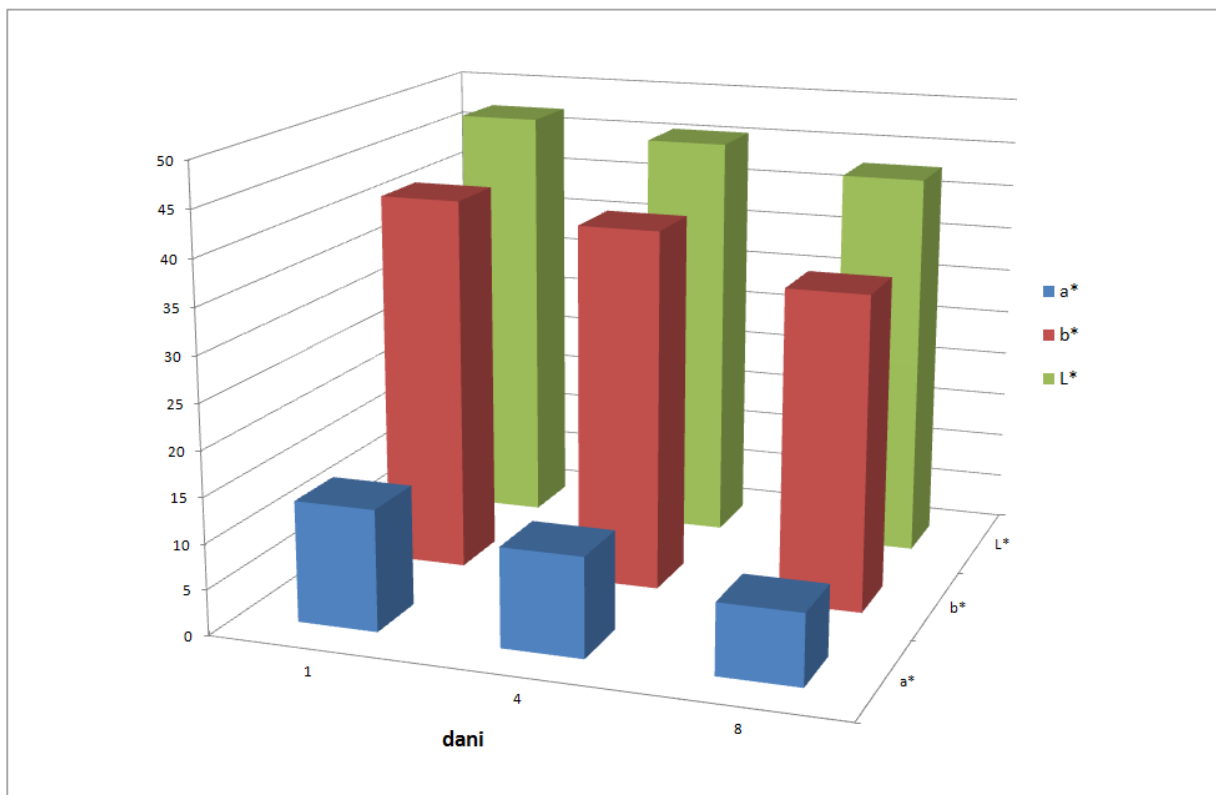
Slika 3. Promjena gustoće uzoraka.



Slika 4. Promjene parametara boje u netretiranom uzorku.



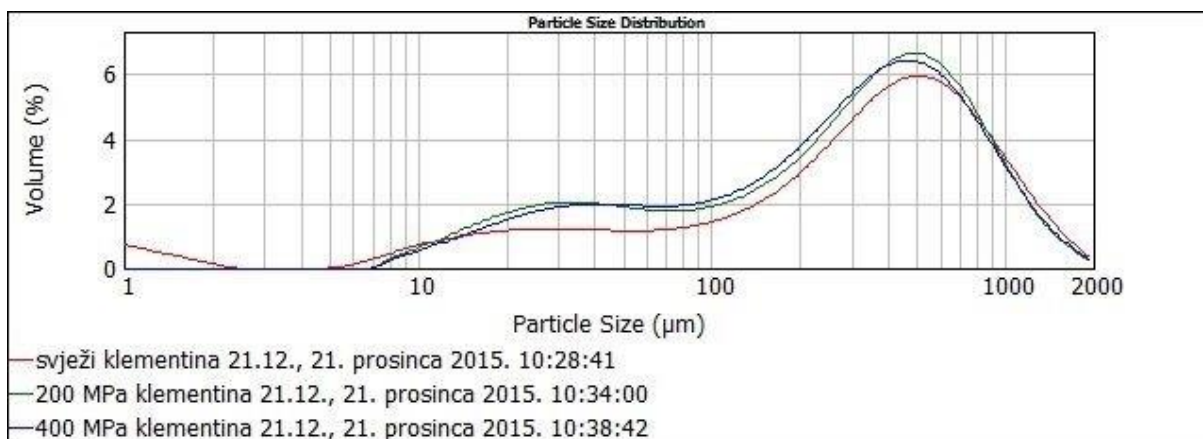
Slika 5. Promjene parametara boje u uzorku T1.



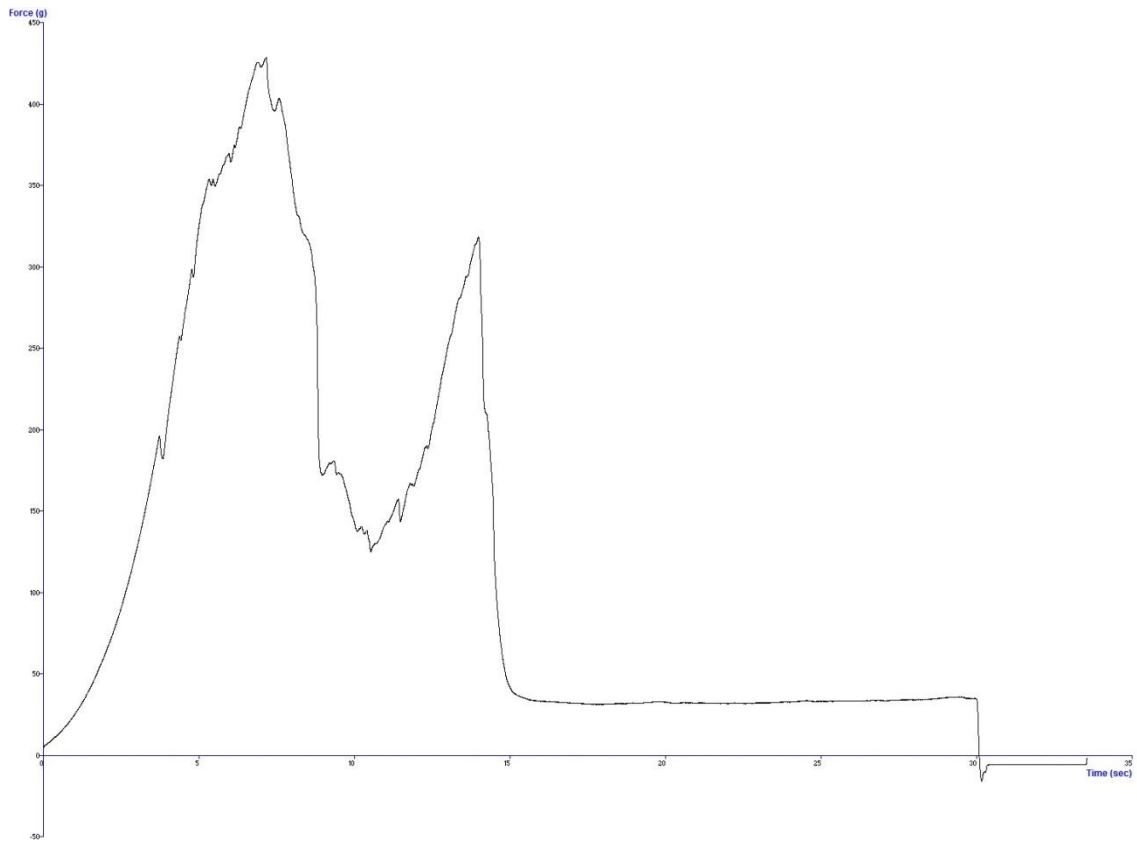
Slika 6. Promjena parametara boje u uzorku T2.

Tablica 3.  $\Delta E$  vrijednosti tretiranih uzoraka.

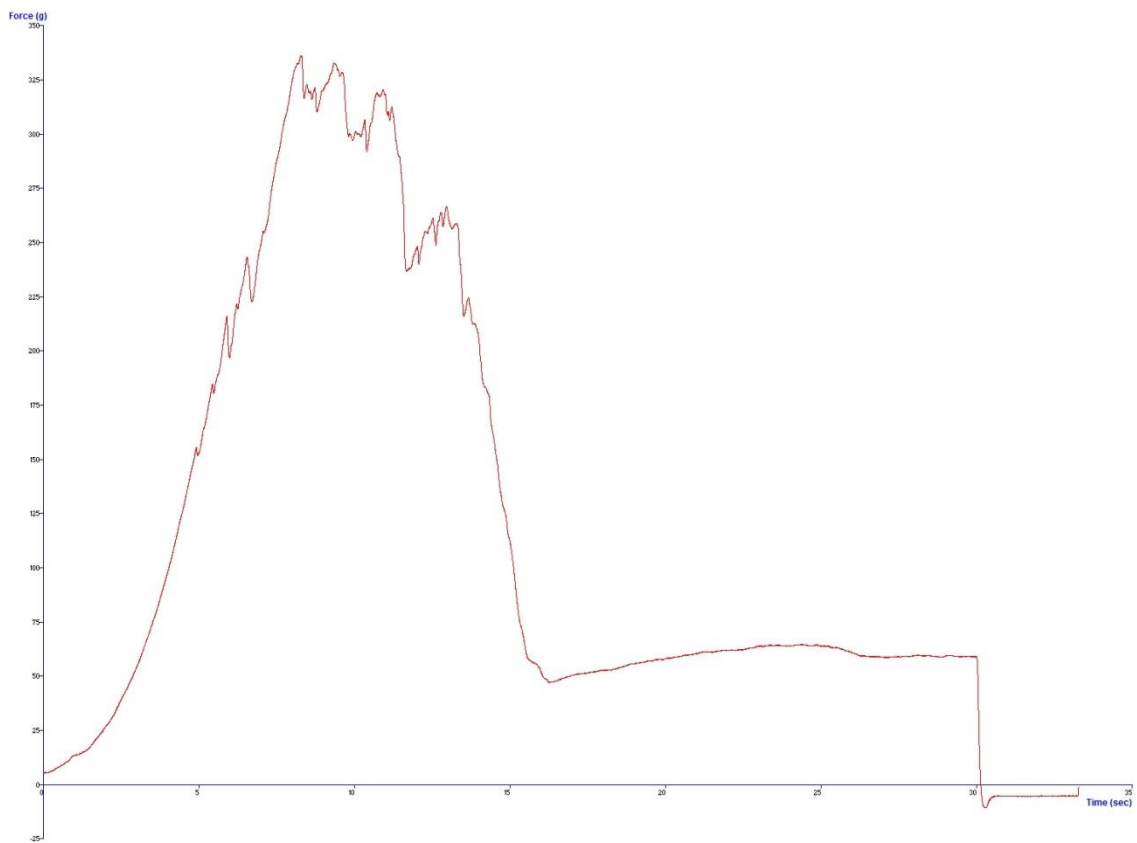
| <i>uzorak</i> | $\Delta E$                         | $\Delta E$                | $\Delta E$                |
|---------------|------------------------------------|---------------------------|---------------------------|
|               | <i>neposredno nakon tretiranja</i> | <i>4.dan skladištenja</i> | <i>8.dan skladištenja</i> |
| <i>T1</i>     | 10,53                              | 5,56                      | 1,65                      |
| <i>T2</i>     | 8,65                               | 2,05                      | 2,57                      |



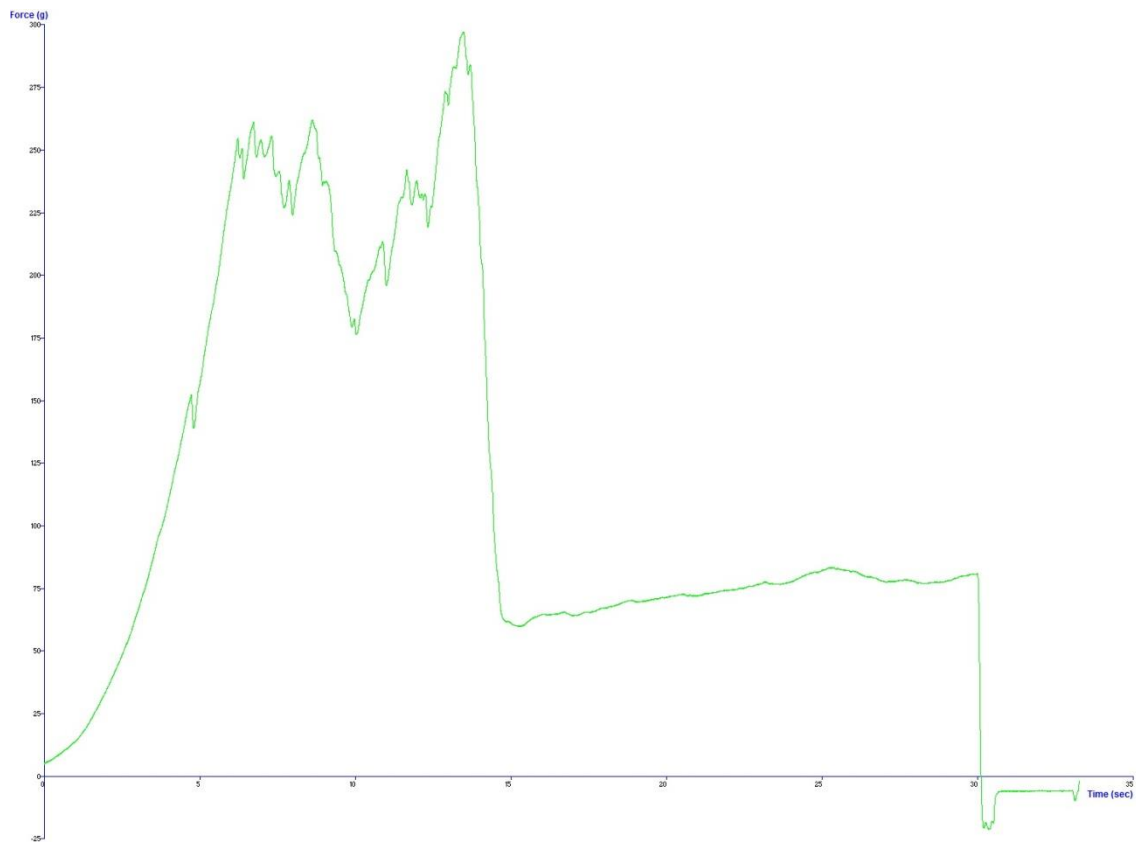
Slika 7. Raspodjela veličine čestica.



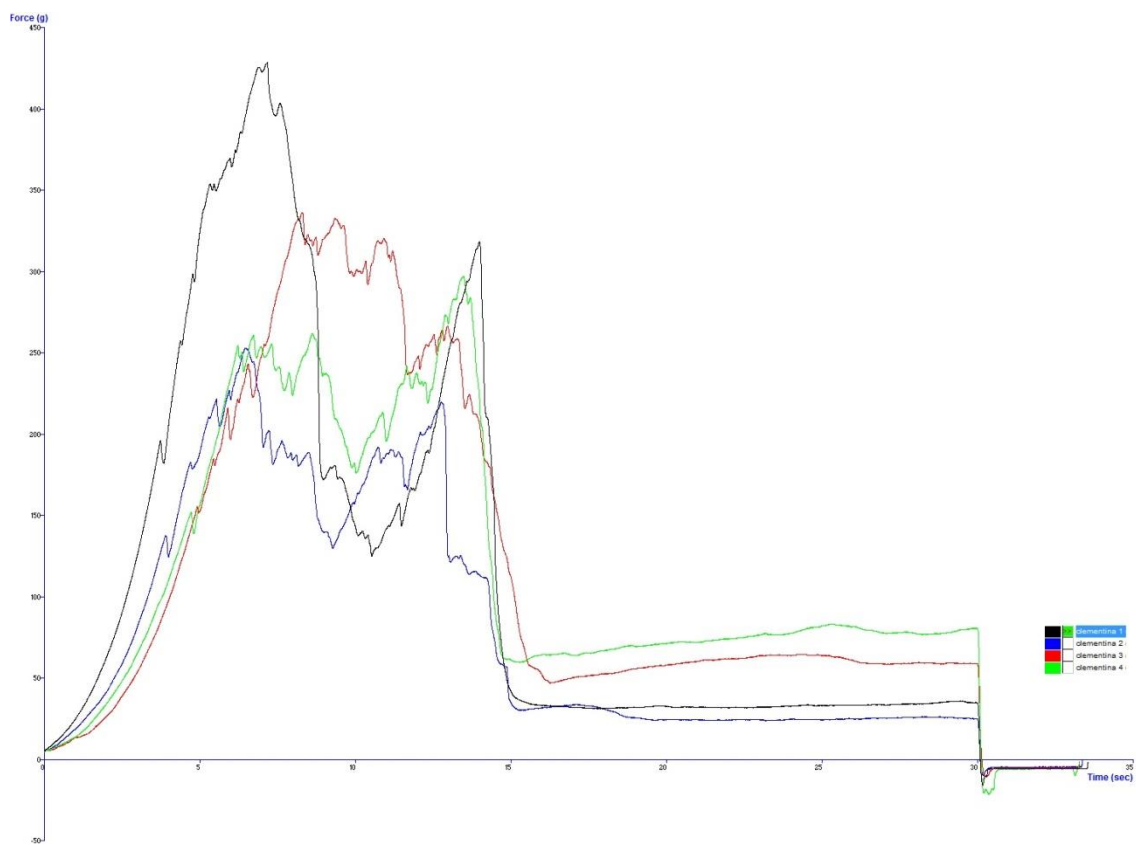
Slika 8. Tekstura sirovine.



Slika 9. Tekstura sirovine.



Slika 10. Tekstura sirovine.



Slika 11. Tekstura sirovine.

## 5. RASPRAVA

Rezultati fizikalno-kemijskih analiza uzoraka 100%-tnog svježe cijedenog soka voća klementina prikazani su na Slikama 1, 2 i 3.

Iz rezultata je vidljiv blagi, zanemariv porast pH vrijednosti tijekom 8 dana skladištenja. Razlika između pH netretiranog uzorka i uzoraka tretiranih visokim hidrostatskim tlakom je minimalna i može se smatrati zanemarivom.

Ovakvi rezultati slažu se s rezultatima Donsi i sur., Novotne i sur. te Gow i Hsina, gdje su tretirani sokovi od limuna i jabuke te guave pri temperaturi od 25 °C, tlaku 400-600 MPa tijekom 10 do 15 minuta, te je također zamijećen neznatan efekt na fizikalno – kemijska svojstva i okus proizvoda, a nije došlo ni do značajnog utjecaja na sadržaj askorbinske kiseline u istima (Cullen, 2012).

Rezultati mjerenja viskoznosti prikazuju značajan pad viskoznosti kod netretiranog uzorka, dok je kod tretiranih uzoraka vidljiv porast viskoznosti tijekom 8 dana skladištenja.

Mogući razlog pada viskoznosti kod netretiranog uzorka je degradacija pektina pod utjecajem pektin metil esteraze. Posljedično se smanjuje sposobnost pektina da formira gel strukturu i viskoznost opada.

S druge strane, prema Flouryju i sur. (2002; prema Patrignani i sur., 2009) glavni faktor porasta viskoznosti kod tretiranih uzoraka je promjena strukture makromolekula (proteina i polisaharida) te njihova interakcija s ostalim komponentama prisutnima u uzorku (npr. mastima i/ili polisaharidima; u ovom slučaju radi se o polisaharidima).

Gustoća uzoraka veća je kod tretiranih, nego netretiranog uzorka. Najveća je u uzorku T2, koji je tretiran najvećim tlakom. Takvi rezultati poklapaju se sa rezultatima Min i sur. (2009), koji su određivali promjenu gustoće kao funkcije tlaka na različitim uzorcima. Zaključili su da gustoća raste s porastom tlaka, ali se brzina rasta gustoće porastom tlaka usporava, što je također vidljivo i u rezultatima ovog rada.

Tijekom skladištenja gustoća se nije značajno promijenila. Razlika između prvog i četvrtog/osmog dana vidljiva je iz razloga što je prvi dan mjerena gustoća tek napravljenog uzorka koji je tad bio pri sobnoj temperaturi, dok je četvrti i osmi dan mjerena gustoća uzorka skladištenog u hladnjaku pri temperaturi cca +4 °C.

Često korišteno svojstvo kao indikator organoleptičkih i nutritivnih promjena tijekom obrade i naknadnog skladištenja je boja proizvoda. Najvažniji pigmenti u voću su karotenoidi i

antocijanini. U soku ispitivanom u ovom radu, osvrnut ćemo se na karotenoide koji su predstavnici pigmenata u voću klementine i daju mu narančastu boju.

Rezultati kolorimetrijskog određivanja boje prikazani su na Slikama 4-6.

Dosadašnja istraživanja pokazuju da su karotenoidi tijekom obrade visokim hidrostatskim tlakom na sobnoj temperaturi stabilni (Castro i Saraiva, 2014).

Međutim, prema Guerrero-Beltra'n i sur. (2005; prema Castro i Saraiva, 2014) promjene u boji uvelike ovise ne samo o stabilnosti pigmenata, već i o enzimskom posmeđivanju koje može biti posljedica tretiranja uzorka visokim hidrostatskim tlakom, ovisno o uvjetima tretiranja (jakost tlaka, vrijeme tretiranja, temperatura). Enzimsko posmeđivanje fenola, oksidacija askorbinske kiseline, karamelizacija, formiranje smeđe-crvenih polimera i Maillardove reakcije su glavni razlozi posmeđivanja u voćnim proizvodima obrađenim visokim hidrostatskim tlakom (Tortoe i sur., 2007, Vaikousi i sur., 2008.; prema Castro i Saraiva, 2014).

U ovom radu možemo primjetiti tamniju boju tretiranih uzoraka u usporedbi s netretiranim, odnosno nižu  $L^*$  vrijednost tretiranih uzoraka.

Također su smanjene vrijednosti  $a^*$  (crvenilo) i  $b^*$  (žutilo) tretiranih uzoraka, što je isto tako pokazatelj tamnije boje tretiranih uzoraka.

Uzrok tomu vjerojatno su zadržane aktivnosti polifenol-oksidge i peroksidaze, koje pobuđuju enzimsko posmeđivanje fenolnih komponenti u soku. Istraživanje Zhou i sur. (2008) (prema Castro i Saraiva, 2014) pokazuje da se promjena boje uzrokovana oksidacijom i polimerizacijom fenola može izbjeći skladištenjem na niskim temperaturama te podvrgavanjem uzorka visokom hidrostatskom tlaku u kombinaciji s askorbinskom kiselinom i cisteinom (Guerrero-Beltra'n i sur., 2005; prema Castro i Saraiva, 2014).

Ukupnu razliku obojenosti netretiranog i tretiranog uzorka možemo izraziti koristeći  $\Delta E$  vrijednost. Barba i sur. (2012; prema Huang i sur., 2013) razlike u percepciji boje svrstavaju u pet kategorija:

1. neprimjetne (0 – 0,5)
2. slabo primjetne (0,5 – 1,5)
3. primjetne (1,5 – 3,0)
4. dobro uočljive (3,0 – 6,0)
5. jako dobro uočljive (6,0 – 12,0).



U ovom radu najveću  $\Delta E$  vrijednost pokazao je uzorak T1 odmah nakon tretiranja, a kod oba tretirana uzorka ta je vrijednost tijekom skladištenja postajala niža, odnosno razlika obojenja u usporedbi s netretiranim uzorkom bila je manja.

Analizom raspodjele veličine čestica vidljiv je veći udio čestica veličine 50 do 100  $\mu\text{m}$  te 500 do 1000  $\mu\text{m}$  kod tretiranih uzoraka u usporedbi s netretiranim. Također je primjetno malo smanjenje veličine čestica tretiranih uzoraka u usporedbi s netretiranim.

Takvi su rezultati u korelaciji s rezultatima istraživanja homogenizacije pasirane rajčice pod visokim tlakom (Tan i Kerr, 2015), gdje je također vidljivo smanjenje veličine čestica nakon tretiranja. Vjerojatni razlog tomu je razaranje staničnih stijenki i posljedično uništenje nekih mikroorganizama pod djelovanjem visokog tlaka.

## 6. ZAKLJUČAK

Nakon tretiranja uzoraka i provedenih mjerenja, može se zaključiti sljedeće:

- visoki hidrostatski tlak tretman je koji ne utječe na promjenu nutritivnih i organoleptičkih svojstava proizvoda, odnosno promjene su minimalne, stoga zanemarive
- u proizvodima koji sadrže pektin, obradom visokim hidrostatskim tlakom moguće je zadržati njegovu sposobnost formiranja gela tijekom skladištenja jer dolazi do inaktivacije pektin metil esteraze (sudeći prema rezultatima, no za siguran zaključak trebalo je provesti istraživanje aktivnosti pektin metil esteraze u svim uzorcima)
- promjene boje tretiranih uzoraka u usporedbi s netretiranim tijekom skladištenja su minimalne
- promjena teksture, tj. raspodjele veličine čestica moguća je radi razaranja staničnih struktura prisutnih mikroorganizama u proizvodu
- za bolje razumijevanje djelovanja visokog hidrostatskog tlaka na fizikalno – kemijska svojstva proizvoda trebalo je provesti ispitivanje aktivnosti mikroorganizama i enzima prisutnih u uzorcima te sva ispitivanja provoditi tijekom duljeg vremena skladištenja

## 7. LITERATURA

- Anonymus 1 (2016) Klementine, <<http://www.tablicakalorija.com>>. Pristupljeno 4. svibnja 2016.
- Anonymus 2 (2005) Mastersizer, <[sestar.irb.hr](http://sestar.irb.hr)>. Pristupljeno 25. svibnja 2016.
- Anonymus 3 (2014) TA.HD plus Texture Analyser, <[www.stablemicrosystems.com](http://www.stablemicrosystems.com)>. Pristupljeno 15. svibnja 2016.
- Bosiljkov, T., Tripalo, B., Ježek, D., Brnčić, M., Karlović, S. (2010) Princip rada i primjena visokih tlakova u prehrambenoj industriji. *KUI*. **59**, 539-545.
- Cullen, P.J., Tiwari, B.K., Valdramidis, V. (2012) Novel Thermal and Non-Thermal Technologies for Fluid Foods. U: High-Pressure Processing of Fluid Foods, (Gupta, R., Balasubramaniam, V.M., ured.), Elsevier, London/New York, str. 109-133.
- Doona, C.J. (2010) Case studies in novel food processing technologies, 1.izd., Elsevier, London/New York, str. 51-53.
- Huang, W., Bi, X., Zhang, X., Liao, X., Hu, X., Wu, J. (2013) Comparative study of enzymes, phenolics, carotenoids and color of apricot nectars treated by high hydrostatic pressure and high temperature short time. *IFSET*. **18**, 74-82.
- Koutchma, T. (2014) Adapting High Hydrostatic Pressure (HPP) for Food Processing Operations, 1.izd., Elsevier, London/New York, str. 67-69.
- Krešić, G., Lelas, V., Režek Jambrak, A., Herceg, Z. (2011) Primjena visokog tlaka u postupcima obrade hrane. *KUI*. **60**, 11-19.
- Lelas, V. (2006) Nove tehnike procesiranja hrane. *Mljekarstvo*. **56**, 311-330.
- Min, S., Sastry, S.K., Balasubramaniam, V.M. (2009) Compressibility and density of select liquid and solid foods under pressures up to 700 MPa. *JFE*. **96**, 568-574.
- Patrignani, F., Vannini, L., Leroy, S., Kamdem, S., Lanciotti, R., Guerzoni, M.E. (2009) Effect on high pressure homogenization on *Saccharomyces cerevisiae* inactivation and physico-chemical features in apricot and carrot juices. *IJFM*. **136**, 26-31.
- Pravilnik o voćnim sokovima i njima sličnim proizvodima namijenjenim za konzumaciju (2011) *Narodne novine* **55**, Zagreb (NN 55/11).

Pravilnik o voćnim sokovima i njima sličnim proizvodima namijenjenim za konzumaciju (2008) *Narodne novine* **84**, Zagreb (NN 84/08).

Pravilnik o voćnim sokovima i njima sličnim proizvodima namijenjenim za konzumaciju (2007) *Narodne novine* **46**, Zagreb (NN 46/07).

Simmonds, M. (2015) Nutritional Composition of Fruit Cultivars. U: Nutritional Composition of Clementine (*Citrus x clementina*) Cultivars, (Fabroni, S., Romeo, F.V., Rapisarda, P., ured.), Elsevier, London/New York, str. 149-172.

Stojanović, Z., Marković, S., Uskoković, D. (2010) Merenje raspodele veličina čestica metodom difrakcije laserske svetlosti. *Novi materijali*. **19**, 5-15.

Sun, D.W. (2014) Emerging Technologies for Food Processing. U: High-Pressure Processing of Fruits and Fruit Products, (Castro, S.M., Saraiva, J.A., ured.), Elsevier, London/New York, str. 65-77.

Tan, J., Kerr, W.L. (2015) Rheological properties and microstructure of tomato puree subject to continuous high pressure homogenization. *JFE*. **166**, 45-54.