

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

Journal of Food
Investigations

Известия пищевой
промышленности

Mitteilungen über Lebens-
mitteluntersuchungen

AZ ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ KÖZPONT
ÉS A FŐVÁROSI ÉS MEGYEI ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI
ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

Szerkeszti a szerkesztőbizottság

Holló János (Budapest), a szerkesztőbizottság elnöke
Molnár Pál (Budapest) szerkesztő

Bartuczné Kovács Olga (Budapest)
Biacs Péter (Budapest)
Gasztonyi Kálmán (Budapest)
Horváth György (Kecskemét)
Kocsisné Horváth Ilona (Budapest)

Kovács Sándor (Budapest)
Lásztity Radomir (Budapest)
Rác Endre (Budapest)
Simon Dezsőné (Budapest)
Sohár Pálné (Budapest)

szerkesztőbizottsági tagok

СОДЕРЖАНИЕ

<i>P. Шебештьен и сотрудники:</i> Определение содержания кальция в озолённых радиологических пробах	194
<i>A. Сабо Ш. и сотрудники:</i> Активационный анализ в аналитике пищевых продуктов X. Рентгенофлуоресценционный анализ	204
<i>A. Богнар и П. Молнар:</i> Определение содержания витаминов с помощью жидкостной хроматографии высокого давления (HPLC)	215
<i>Я. Чапо и Ж. Чапонэ-Киш:</i> Определение содержания цистина в форме цистина в фураже и пищевых продуктах. Редукция, как источник погрешности при определении цистина	224
Информация о методах, распространяющихся на установление сроков потребления и сохраняемости пищевых продуктов	234
Формирование показателей качества прохладительных напитков	237

CONTENTS

<i>Sebestyén, R. and coworkers:</i> Determination of calcium content of radiological ash samples. Comparison of methods	194
<i>Szabó, S. A. and coworkers:</i> Activation analysis in food analysis V. X-rays fluorescence analysis	204
<i>Bognár, A. and Molnár, P.:</i> Determination of vitamin content of food by high pressure liquid chromatography (HPLC)	215
<i>Csapó, J. and Csapó-Kiss, Zs.:</i> Determination of cystine content of feed and food in the form of cysteine. Reduction as the source of error in cystine determination	224
Information on the procedure for determination of consumability and keeping quality period of food	234
Calculation of quality index for soft drinks	237

INHALT

<i>Sebestyén, R. und Mitarbeiter:</i> Bestimmung des Kalziumgehaltes von radiologischen Ascheproben — Methodenvergleich	194
<i>Szabó, S. A. und Mitarbeiter:</i> Aktivationsanalyse in der Lebensmittelanalytik V. Röntgenfluoreszenz — Analyse	204
<i>Bognár, A. und Molnár, P.:</i> Bestimmung des Vitamingehaltes von Lebensmitteln mit Hilfe der HPLC	215
<i>Csapó, J. und Zs. Csapó-Kiss:</i> Bestimmung des Cysteingehaltes in Futter- und Lebensmitteln in Form von Cystein; die Reduktion als Fehlerquelle der Cystinbestimmung	224
Information über die Ermittlung der Verbrauchs- und Qualitätserhaltungsfrist für Lebensmittel	234
Berechnung der Qualitätskoeffizienten für Erzeugnisse der Erfrischeungsgetränkeindustrie	237

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

AZ ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ KÖZPONT
ÉS A FŐVÁPOSI ÉS MEGYEI ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI
ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

TARTALOM

<i>Bestyén Róbert és munkatársai:</i> Radiológiai hamuminták kalciumtartalmának meghatározása. — Módszerösszehasonlító vizsgálat	194
<i>Labó S. András és munkatársai:</i> Aktivációs analízis az élelmiszeranalitikában V. Röntgenfluoreszcenciós elemzés	204
<i>Molnár Antal és Molnár Pál:</i> Élelmiszerek vitamintartalmának meghatározása nagynyomású folyadékkromatográfiával (HPLC)	215
<i>Labó János és Csapóné Kiss Zsuzsanna:</i> Takarmányok és élelmiszerek cisztintartalmának meghatározása ciszteinformában. A redukció mint a cisztinmeghatározás hibaforrása	224
<i>Labó János és Csapóné Kiss Zsuzsanna:</i> Megelőző vizsgálat az élelmiszerek fogyaszthatósági határidejének, ill. minőségmegőrzési időtartamának megállapítására vonatkozó eljárásról	234
<i>Labó János és Csapóné Kiss Zsuzsanna:</i> Minőségmutató-képzés üdítőitalokra	237
<i>Labó János és Csapóné Kiss Zsuzsanna:</i> Ásványismertető (<i>Katona Ábrissné</i>)	248
<i>Labó János és Csapóné Kiss Zsuzsanna:</i> Hírek és közlemények (Molnár Pál)	251
<i>Labó János és Csapóné Kiss Zsuzsanna:</i> Hírek és közlemények	252

A dolgozatokat lektorálták: Dr. Nedelkovics János, Dr. Kovács József,
Dr. Gasztonyi Kálmán, Dr. Őrsi Ferenc,

Radiológiai hamuminták kalciumtartalmának meghatározása

Módszerösszehasonlító vizsgálat

SEBESTYÉN RÓBERT*, LISZONYINÉ GACSÁLYI MÁRTA** és
KÖVECSES ISTVÁNNÉ*

* Megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás, Győr

** MEM Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ, Radiológiai Osztály, Budapest

Érkezett: 1985. február 18.

Bevezetés

Az embert és környezetét veszélyeztető mesterséges eredetű radionuklidok egyik legveszélyesebbike, a ^{90}Sr a kalciummal mutat kémiai rokonságot, tehát feldúsulására ott kell számítanunk, ahol magasabb kalcium-koncentráció fordul elő. Ez a kémiai rokonság az oka annak, hogy a ^{90}Sr aktivitását gyakran vonatkoztatják egy gramm kalciumra. Minthogy az egységnyi kalcium-koncentrációra vonatkoztatott ^{90}Sr -aktivitásokkal követhető nyomon ennek a nuklidnak a táplálkozási lánc egyes lépcsőiben bekövetkező dúsulása, illetve hígulása, a kalciumtartalom pontos és megbízható meghatározásának alapvető jelentősége van a Radiológiai Adatszolgáltató és Ellenőrző Hálózat munkájában.

A kalciumtartalom meghatározására a radiológiai módszerkönyvek (1–3) klasszikus titrimetriás, valamint lángspektrometriás módszereket javasolnak. A javasolt módszerek egyike sem mentes zavaró hatásoktól. A permanganometriás meghatározást a vas-, magnézium-, foszfát- és szilikátionok, valamint nagyobb mennyiségben jelenlevő szerves anyagok zavarják. A megsavanyításra használt savaknak nem szabad redukáló anyagokat tartalmazniuk (permanganát fogyasztás miatt). A vas- és foszfátonokat ammónium-acetát oldattal választhatjuk le, a magnézium elegendő mennyiségű ammónium-klorid jelenlétében oldatban marad. A szilikátokat sósavval szárazra párolva és dehidratálva eltávolíthatjuk, míg a nagyobb mennyiségű szerves anyagot kálium-kloráttal vagy ammónium-perszulfáttal főzve elroncsolhatjuk (4).

Biológiai anyagok (növényi és állati szövetek) esetén a komplexometriás meghatározást a magnézium-, vas-, mangán-, réz-, cink-, alumínium- és foszfátonok zavarják. A rezet és a cinket kálium-cianiddal maszkírozzuk. A magnézium által okozott zavaró hatás 8-hidroxi-kinolinnal, a vas és alumínium által okozott zavarás pedig trietanolaminnal küszöbölhető ki. A foszfát zavaró hatását ki tudjuk küszöbölni, ha a titrálendő oldatban a kalcium koncentrációját $3 \cdot 10^{-3}$ mol/l alatti értéknek választjuk (5,6).

A lángspektrometriában a kémiai természetű zavaró hatásokon felül további zavarásokkal is számolnunk kell. Ilyenek például az ún. optikai zavaró hatások (emissziós vagy abszorpciós vonalak koincidenenciája okozza), vagy a sokkal gyakoribb ionizációs zavaró hatások. Az optikai zavaró hatások háttérkompenzációval, vagy két hullámhosszúságon végzett méréssel szűrhetők ki. Az ionizáció mértéke ionizációs puffer hozzáadásával, vagy alacsonyabb hőmérsékletű láng alkalmazásával szorítható vissza (7,8). Ionizációs pufferként általában káliumot használnak

-10). A lángemissziós spektrofotometriában (lángfotometriában) a szulfát, fosz- és alumínium okoz kémiai zavaró hatást. Ezt a zavarást megszüntethetjük csapadékos, ioncserés vagy extrakciós módszerekkel (11), illetve valamilyen mentesítő reagens hozzáadásával. Mentesítő reagensként alkalmazható alumínium (12), óncium (13), lantán és az EDTA ammóniumsója (6, 11). Kémiai zavaró hatások in jól alkalmazható az ún. „végtelen zavarás módszere” (11, 12), kivéve a foszfát- rárast, amelynek esetén az emittált fény intenzitásának változása minimumon ad át a zavaró ion koncentrációjának függvényében. Egyes szerzők (1, 14) ment- ítő reagens hozzáadása nélkül végeztek méréseket.

Atomabszorpciós mérés technikával a kalcium mind levegő/acetilén, mind pedig itrogénoxid/acetilén lángban meghatározható. Dinitrogénoxid/acetilén láng almazásával a legtöbb kémiai zavarás kiküszöbölhető; a magasabb hőmérsék- okozta jelentősebb ionizációt ionizációs puffer hozzáadásával szoríthatjuk sa. A kisebb hőmérsékletű levegő/acetilénlángban a hőálló oxidokat evező elemek (Al, Be, Cr, Fe, P, Si, Ti, V, Zr), a szulfát és a fluorid zavarnak (9, 10). Ezek zavaró hatását szintén csapadékos, ioncserés vagy ekstrak- s elválasztással, illetve mentesítő reagens hozzáadásával szüntethetjük meg. Az omabszorpciós kalciumtartalom meghatározások során legelterjedtebben alk- alozott mentesítő reagens a lantán (7, 9 – 11, 13). A lantánon kívül a stroncium és az DTA is alkalmazható mentesítő reagensként. Az utóbbival különösen a biológiai detű minták fehérjetartalma által okozott zavaró hatást kiküszöbölhetjük ki ered- nyesen (7, 9, 13). Sarudi és Varga (15) a foszfátzavarás kiküszöbölésére nátrium- libdenátot és nátrium-metavanadátot alkalmaz; ezek nátriumtartalma egyúttal izációs pufferként is szolgál. Külön előnye eljárásunknak, hogy a kalcium mel- tt ugyanazon oldatban a foszfor is meghatározható.

Dolgozatunkban egy módszerösszehasonlító vizsgálatunk eredményeit ismer- jük. Különböző radiológiai hamuminták kalciumtartalmát határoztuk meg per- manganometriás, komplexometriás, lángfotometriás, illetve atomabszorpciós mód- rekekkel. Összehasonlító vizsgálatunk célja az volt, hogy

- meghatározzuk: van-e szisztematikus eltérés a különböző módszerekkel nyerhető kalciumtartalom értékek között;
- meghatározzuk: alkalmazták-e az egyes módszerek minden kiválasztott, általunk vizsgált mintafajta esetén;
- képet kapjunk a vizsgálati módszerek alkalmazásában rejlő bizonytalanság nagyságáról.

Vizsgálati anyag és módszerek

Az összehasonlító vizsgálat céljára felhasznált mintákat úgy választottuk meg, gy azok a biológiai eredetű hamuminták teljes körét felöleljék. A növényi ered- tű minták közül főzeléknövények (paraj, saláta, sóska), gyümölcsök (meggy, os ribizke, iraki datolya), gyomnövények (fekete üröm, mezei szulák) és takar- ányok, az állati eredetű minták közül állati csontok (növendékmarha és juh meta- rpus, halcsont), halhús és tejek kalciumtartalmát határoztuk meg.

A hamuminták vizsgálatra történő előkészítését az alábbiak szerint végeztük: ből, halhúsból és a növényi mintákból 0,500 g-ot, a csontmintákból 0,125 g-ot értünk be 100 ml-es főzőpohárba. Hozzáadtunk 20 ml 1:4 hígítású salétromsavat, majd óraüveggel lefedve egy éjszakán át állni hagytuk. Másnap kétszer desztillált zsel átmostuk 100 ml-es mérőlombikba, majd kétszer desztillált vízzel jelig töl- títettük.

A permanganometriás meghatározást ennek az oldatnak 20 ml-éből végeztük rdey (4) szerint. A permanganát mérőoldat faktorozását oxálsavoldattal végeztük.

A komplexometriás meghatározás a mintaoldat 2 ml-éből történt Borusné (1) eljárása alapján. Az EDTA mérőoldat faktorát eleinte kalciumra, később Sajó

(16) szerint magnéziumra állítottuk be. Utóbbi esetben a titrálást $\text{pH} = 10$ -en végeztük Eriokrómfekete T indikátor jelenlétében. Mivel a ftaleinkomplexon indikátor lila \rightarrow tükrossárga színátcsapásának észlelése nehézséggel járt, kipróbáltunk egy ftaleinkomplexont is tartalmazó keverékindikátort, amit valaha a klinikai laboratóriumi diagnosztikában alkalmaztak kalciumtartalom komplexometriás meghatározására (17). Ez a keverékindikátor 0,1 g ftaleinkomplexont, 0,05 g diamínzöldet (Fluka No. 32680), 0,005 g metilvöröst és 0,5 ml 25%-os ammóniaoldatot tartalmaz 100 ml vizes oldatban. Hűtőszekrényben legalább egy hétig eltartható. Az ekvivalenciapontban pirosból (lilából) zöld színbe történt az átcsapás.

A lángspektrometriás meghatározások során alkalmazott eszközök, a szokásos laboratóriumi felszerelésen kívül:

- AAS 1 (Carl Zeiss Jena) típusú atomabszorpciós spektrofotométer;
- kalcium vajtkatódlámpa (Narva CaHK);
- OH-814/1 (Radelkis) típusú laboratóriumi kompenzográf.

Anyakok:

1. Kalcium törzsoldat, 1 mg Ca/ml: Merck Titrisol-ból (No. 9943) készítve kétszer desztillált vízzel.
2. Kalcium kalibrációs sorozat atomabszorpciós meghatározáshoz: 10 ml 1-e oldatot 100 ml-es mérőlombikban kétszer desztillált vízzel jelig töltöttünk. Ebből az oldatból 100 ml-es mérőlombikokba bemértünk egyenként 2; 4; 6; 8; 10 ml-t, hozzáadtuk a megfelelő mentesítő reagenst, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. A sorozatok tagjai 2; 4; 6; 8; 10 μg kalciumot tartalmaztak ml-enként. Vakoldatokat is szükséges készíteni.
3. Kalcium kalibrációs sorozat lángfotometriás meghatározáshoz: 100 ml-es mérőlombikba bemértünk egyenként 1; 2; 3; 5; 8; 10 ml 1-es oldatot, hozzáadtuk a megfelelő mentesítő reagenst, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. A sorozatok tagjai 1; 2; 3; 5; 8; 10 mg % kalciumot tartalmaztak. Vakoldatokat is szükséges készíteni.
4. 10%-os lantanoldat: 267,35 g $\text{LaCl}_3 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ -t feloldottunk 730 ml kétszer desztillált vízben.
5. 10%-os stronciumoldat: 241,53 g $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ -t (VEB Jenapharm-Laborchemie Apolda) feloldottunk 760 ml kétszer desztillált vízben.
6. 10%-os EDTA-oldat: 110,72 g $\text{Na}_2 \cdot \text{EDTA} \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ -t feloldottunk 890 ml kétszer desztillált vízben.
7. 1 m AlCl_3 -oldat: 241,43 g $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ -t kétszer desztillált vízben feloldottunk, majd 1000 ml-es mérőlombikban kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük.
8. Pufferoldat: 400 ml 25%-os NH_4OH -t és 27,3 g NH_4Cl -t tartalmazott 1000 ml kétszer desztillált vizes oldatban.

A fenti oldatok mindegyikét polietilén palackban tároltuk. A mentesítő reagensek közül a lantan-, a stroncium- és az EDTA végső koncentrációja a mérendő oldatokban 1 %, az AlCl_3 végső koncentrációja pedig 50 tf % volt. A pufferoldatot az EDTA mentesítő reagenssel szükséges használni.

A mérendő oldatok előkészítése:

- Atomabszorpció: 100 ml-es mérőlombikba bemértünk 1 ml mintaoldatot hozzáadtunk 10 ml lantan-, stroncium-, vagy EDTA-oldatot, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. Mentésítő reagens nélkül is készítettünk oldatot. A méréseket így négy sorozattal végeztük.

– Lángfotometria: 25 ml-es mérőlombikba bemértünk 1 ml mintaoldatot, hozzáadtunk 12,5 ml AlCl_3 -oldatot, illetve 2,5 ml lantan-, stroncium-, vagy EDTA-oldatot, majd kétszer desztillált vízzel jelig töltöttük. Mentésítő reagens nélkül is készítettünk oldatot. A méréseket így öt sorozattal végeztük.

A lángspektrometriás meghatározásoknál alkalmazott készülékparamétereket a táblázat tünteti fel.

1. táblázat

A lángspektrometriás meghatározásoknál alkalmazott készülékparaméterek

	Lángfotometria	Atomabszorpció
hullámhosszúság, nm.	554,0	422,7
lésszélesség, mm	1,0	0,034
árampaáram, mA	—	3,5
EV-fokozat	1	3
erősítés	5	9
előállandó, s	1	1
göfej típusa	Méker	Háromréses
göfej magassági helyzete	14	18
göfej mélyégi helyzete	5	5
göfej szögállása	—	0°
áng átvilágítása	—	Háromszoros
kevegőmennyiség, l/h	500	500
acetilénmennyiség, l/h	80	100
szűrő	Fehér	Fehér

Az analitikai érzékenység – a mentésítő reagenstől függően – atomabszorpcióes meghatározásnál 0,10–0,13 $\mu\text{g Ca/ml}$ között, lángfotometriás meghatározásnál 0,4–0,17 mg % Ca között változott.

Vizsgálati eredmények

A különböző növényi és állati eredetű hamuminták kalciumtartalmának a titrimetriai módszerekkel meghatározott értékeit a 2. táblázat tartalmazza.

A kapott eredmények pontosságát ellenőrzendő, a zavaró hatások tekintetében a tisztább növényi eredetű mintákból addíciós tagokat készítettünk, és meghatároztuk azok kalciumtartalmát. Az addicionált kalcium mennyiségét úgy választottuk meg, hogy az oldatok az eredeti hamuminták oldataihoz képest 0,5; 1,0; illetve 2,0%-kal több kalciumot tartalmazzanak a hamura számítva. Ennek a vizsgálatnak az eredményeit a 3. táblázatban mutatjuk be.

Állati eredetű mintákra vonatkozóan a módszerek pontosságát nemzetközi referenciaminták kalciumtartalmának meghatározása révén ellenőriztük. A minták a Nemzetközi Atomenergia Ügynökségtől (IAEA) származtak. A vizsgálatok eredményeit a 4. táblázat tartalmazza.

Radiológiai hamuminták kalciumtartalma különböző módszerekkel történt meghatározás alapján, % Ca

Minta	Komplexometriá	Permanometriá	Atomabszorpció				Lángfotometriá				
			Mentesítő reagens				Mentesítő reagens				
			nélkül	1% La	1% Sr	1% EDTA	nélkül	50 tf% 1 m AlCl ₃	1% La	1% Sr	1% EDTA
Paraj	4,0	5,5	4,2	4,6	5,4	4,9	4,1	4,7	2,1	3,1	4,4
Saláta	5,0	5,5	4,9	5,4	5,9	5,1	4,3	5,2	2,7	3,9	5,2
Sóska	4,2	5,9	4,1	5,4	5,6	5,0	3,8	5,2	2,7	3,7	5,2
Meggy	2,4	3,5	2,9	2,5	3,8	2,5	2,4	2,7	∅	1,9	2,5
Piros ribiszke	3,1	4,0	3,5	3,7	3,9	3,2	3,2	3,2	0,9	2,1	3,2
Iraki datolya	3,0	3,6	3,1	3,0	3,6	2,8	2,7	2,9	0,7	1,9	3,0
Fekete üröm	10,2	13,4	12,0	13,0	10,5	12,4	10,7	13,2	9,9	9,3	12,6
Takarmány	5,9	7,1	6,4	6,5	6,1	6,2	5,9	6,7	4,1	4,9	6,4
Takarmány	4,7	6,7	5,5	6,3	6,6	6,3	8,7	6,2	3,6	5,0	6,1
Növ.marha metacarpus	32,3	41,2	37,6	42,4	36,4	42,4	33,6	32,6	28,6	31,0	40,4
Juh metacarpus	30,7	41,0	39,2	42,0	35,2	42,4	33,6	32,6	29,6	33,6	42,6
Halcsont	33,1	41,2	39,6	41,2	36,0	40,0	34,6	31,4	29,6	31,0	39,6
Halhús	8,2	10,7	9,5	10,8	9,3	10,1	9,1	10,1	7,6	8,9	11,9
Tej	14,5	16,3	14,4	15,4	11,0	15,1	12,9	18,3	13,6	13,8	15,5
Tej	14,1	15,9	13,7	15,7	11,3	15,4	12,5	17,1	12,9	14,0	15,3

∅ = Nem mutatható ki.

Növényi hamuminták, illetve addíciós tagjaik kalciumtartalma különböző módszerekkel történt meghatározás alapján, % Ca

Minta	Addíció	Komplexometria		Atomabszorpció			Lángfotometria	
		Ftalein- kompl.	Keverék ind.	Mentesítő reagens			Mentesítő reagens	
				nélkül	1 % La	1 % EDTA	nélkül	50 tf % 1 m aIc AlCl ₃
Paraj	—	4,5	4,5	5,3	5,0	5,4	4,8	6,5
	0,5 %	0,24	0,48	0,74	0,44	0,38	0,60	0,65
	1,0 %	0,59	0,95	1,24	1,02	1,02	1,10	1,50
	1,5 %	0,83	1,49	1,74	1,76	1,50	1,65	2,00
Saláta	—	5,2	5,1	5,9	6,1	6,4	5,4	7,4
	0,5 %	0,39	0,50	0,50	0,58	0,42	0,50	0,75
	1,0 %	0,93	1,09	1,10	1,12	1,00	1,05	1,35
	1,5 %	1,08	1,45	1,50	1,60	1,50	1,65	1,85
Sóska	—	3,8	4,1	4,5	4,8	5,2	4,2	6,0
	0,5 %	0,38	0,69	0,64	0,54	0,48	0,55	1,00
	1,0 %	0,94	0,73	0,94	1,12	1,12	0,60	1,15
	1,5 %	1,64	1,28	1,40	1,66	1,48	1,20	1,65
Mezei szulák	—	8,2	9,1	11,2	10,5	10,6	9,9	11,9
	0,5 %	0,64	0,50	0,50	0,50	0,50	0,25	0,50
	1,0 %	0,91	1,07	0,90	1,20	1,60	1,00	0,95
	1,5 %	1,38	1,65	1,50	1,60	1,60	1,25	1,50
Takarmány	—	7,9	7,6	9,6	9,7	9,9	8,7	10,9
	0,5 %	0,32	0,49	0,50	0,60	0,40	0,45	0,50
	1,0 %	1,06	1,11	1,00	1,30	1,20	1,00	1,00
	1,5 %	1,21	1,62	1,80	1,70	1,40	1,45	1,50
Átlag		5,91	6,08	7,29	7,21	7,49	6,60	8,53
Szórás		0,18	0,11	0,10	0,10	0,15	0,13	0,16

Szabadsági fok = 15

Átlagos visszanyerés	0,75 %	0,62	0,75	0,80	0,83	0,78	0,71	0,89
----------------------	--------	------	------	------	------	------	------	------

IAEA referenciaminták kalciumtartalma különböző módszerekkel történt meghatározás alapján ($\bar{X} \pm s$), % Ca

Módszer	Tejpor Milk powder IAEA A-7 (1974)	Izzított állati csont Calcined animal bone IAEA D-3/1 (1974)
Komplexometria ftaleinkomplexon ind.	1,303 ± 0,039	36,83 ± 0,37
keverékindikátor	1,166 ± 0,011	36,01 ± 0,04
Permanganometria	1,269	—
Atomabszorpció mentesítő reagens nélk.	0,988 ± 0,015	34,29 ± 0,32
1% La	1,212 ± 0,004	35,33 ± 0,18
1% EDTA	1,224 ± 0,004	35,92 ± 0,29
Lángemisszió mentesítő reagens nélk.	1,002 ± 0,011	34,87 ± 0,46
50 tf % 1 m AlCl ₃	1,412 ± 0,000	36,00 ± 0,00
Referenciaérték	1,23	*

Három párhuzamos mérendő oldatból végzett meghatározások.

* A mintához bizonylatot nem mellékeltek.

Az eredmények értékelése

A különböző típusú minták kalciumtartalmára kapott vizsgálati eredmények meglehetősen különböznek az alkalmazott módszertől függően (2. táblázat). Például takarmányok esetén 4,1–7,1%, valamint 3,6–8,7% kalciumtartalmat határoztunk meg egyazon mintában. Mivel a valódi kalciumtartalmakat nem ismertük, addíciós módszerrel – a bevitt kalcium mennyiségét ismerve – igyekeztünk képet kapni az egyes módszerek pontosságáról. Ugyanakkor az addíciót is tartalmazó mintaoldatok mérésével nyert értékek az addicionált mennyiségek levonása után párhuzamos vizsgálati adatokként is kezelhetők. Az adatok egyszempontos varianciaanalízissel történő feldolgozásával meghatározhattuk az egyes módszerek szórását. A pontosság ellenőrzésében a feltűnően eltérő, nagy bizonytalanságot sejtető módszereket nem vontuk be, így a kiterjesztett elemzésben csak a 3. táblázatban található módszerek szerepeltek. Ennek a vizsgálat sorozatnak eredményeképpen egymástól lényegesen nem különböző 0,10–0,18%-os szórásértékeket találtunk az egyes módszerekre vonatkozóan. Ezeknél jóval nagyobb, a vizsgálatok végrehajtásának bizonytalanságát meghaladó eltéréseket tapasztaltunk a mért kalciumtartalmakban az egyes vizsgálati módszertípustól (komplexometriás, atomabszorpciós, lángemissziós) függően. Növényi minták esetén tendenciózusan a legalacsonyabb kalciumtartalmakat komplexometriás meghatározással nyertünk. Nagyságban ezt követte a lángemisszió mentesítő reagens nélkül; legnagyobb értékeket atomabszorpciós mérés technikával kaptunk.

A 3. táblázat adataiból kiszámítottuk az átlagos visszanyeréseket. Ezekből, valamint a szórásértékekből az egyes módszerek alkalmazhatóságára vonatkozóan az alábbi megállapításokat tehetjük:

- Az egyes módszerek végrehajtási bizonytalansága nem tér el jelentősen egymástól. Szignifikáns eltérést csak a ftaleinkomplexon indikátor jelenlétében végzett komplexometriás meghatározásnál tapasztaltunk. Akár

a szórásértékek, akár az átlagos visszanyerést tekintve, kedvezőbbnek látszik a keverékindikátor alkalmazása, amely ráadásul a színátcsapás biztonságosabb vizuális észlelési lehetőségével is párosul.

- A lángemissziós meghatározás során – különösen növényi minták esetén – az $AlCl_3$ nem bizonyult felhasználásra alkalmas mentesítő reagenstnek.
- Az atomabszorpciós meghatározásokkal konzekvensen a legmagasabb kalciumtartalmakat mértük növényi minták esetén. Az átlagos visszanyerések is szignifikánsan magas értékeknek adódtak. Ennek a jelenségnek az okát kutatva arra a következtetésre jutottunk, hogy a levegő/acetilén lángban is számolnunk kell bizonyos mértékű ionizációs zavaró hatással. Mivel a mintákban jelenlevő nátrium és kálium kismértékben abszorpcionövelő hatású (7), feltétlenül kívánatos, hogy a kalibrációs oldatok nátrium- és káliumtartalmát a mintaoldatokéhoz illesszük (egy átlagos érték elfogadható). Ismertetett eljárásunk esetére $15 \mu g/ml$ káliumtartalmat és $0,5 \mu g/ml$ nátriumtartalmat találunk megfelelően.
- A vizsgálati adatok alapján megállapíthatjuk, hogy az egyes minták esetén meghatározott kalciumtartalmak módszerfüggőek. Ez nem meglepő, hiszen az irodalomban gyakran találkozunk olyan esettel, amikor az azonos mintákon különböző módszerekkel végzett zavarásmentes meghatározások eltérő eredményeket adnak. Példaként megemlítjük Gladney és társai munkáját, akik az USGS kőzetstandardok módszerfüggő összetételi adatait adják közre (18).

Az eredmények módszerfüggése feltétlenül azt jelenti a Radiológiai Adatszolgáltató és Ellenőrző Hálózat munkájára nézve, hogy az egyes laboratóriumok nem választhatják meg önkényesen a vizsgálati módszert, hanem egységes eljárást kell alkalmazni a hálózati adatszolgáltatásban.

I R O D A L O M

- (1) Élelmiszerek és mezőgazdasági termékek radioaktivitásának kialakulása és a szennyezettség vizsgálati módszerei (Szerk.: Nedelkovits J.), Budapest, 1968.
- (2) Polgári védelem az élelmiszer- és fagazdaságban. Radioaktív anyagok vizsgálati módszerei (Szerk.: Gábor Gy.), Budapest, 1975.
- (3) Vizsgálati módszerek a MÉM Radiológiai Adatszolgáltató és Ellenőrző Hálózatban, MÉM ÉVK Radiológiai Osztály, Budapest, 1980.
- (4) Erdéy L.; Bevezetés a kémiai analízisbe. Tércfogatos analízis, Tankönyvkiadó, Budapest, 1966
- (5) Borusné Böszörményi N.; ÉVIKE 20, 97, 1974.
- (6) Fábry Z., Percsényi E., Kántor D.; ÉVIKE 28, 25, 1982.
- (7) Price, W. J.; Atomabszorpciós spektrometria, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1977.
- (8) Magyar, B.; Guide-Lines to Planning Atomic Spectrometric Analysis, Akadémiai Kiadó, Budapest, 1982.
- (9) Datenblätter für die Atom-Absorptions-Flammenanalyse, 32-A 635/636, VEB Carl Zeiss Jena
- (10) Whiteside, P. J., Milner, B. A.; Atomic Absorptions Data Book, Pye Unicam Ltd., Cambridge, 1981.
- (11) Erdéy L., Mázor L.; Analitikai kézikönyv, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1974.
- (12) Analitikai laboratóriumi gyakorlatok II. Kézirat, VVE, Veszprém, 1973.
- (13) Koch, O. G., Koch-Dedic, G. A.; Handbuch der Spurenanalyse, Springer-Verlag, Berlin – Heidelberg – New York, 1974.
- (14) Szabó A., Bende E.; Magyar Állatorvosok Lapja 36, 404, 1981.
- (15) Sarudi I., Varga E.; ÉVIKE 28, 7, 1982.
- (16) Sajó I.; Komplexometria, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1973.
- (17) Klinikai laboratóriumi diagnosztika (Szerk.: Bálint P.), Medicina Könyvkiadó, Budapest, 1962.
- (18) Gladney, E. S., Burns, C. E., Roelandts, I.; Geostandards Newsletter 7, 3, 1983.

RADIOLÓGIAI HAMUMINTÁK KALCIUMTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA. MÓDSZERÖSSZEHALONLÍTÓ VIZSGÁLAT

Sebestyén Róbert, Liszanyi Imréné és Kővecses Istvánné

A szerzők áttekintik a kalciumtartalom különböző módszerekkel történő meghatározása során jelentkező zavaró hatásokat és azok kiküszöbölési lehetőségeit. A vizsgálat keretében különböző növényi és állati eredetű radiológiai hamuminták kalciumtartalmát határozták meg komplexometriás, permanganometriás, lángemissziós és atomabszorpciós módszerekkel. Az egyes módszerek pontosságáról addíciót követő visszanyerési próbával, illetve referenciáminták vizsgálatával igyekeztek képet kapni. Vizsgálati eredményeiket egyszempontos varianciaanalízissel értékelték. Kapott eredményeik alapján arra a következtetésre jutottak, hogy – bár az egyes módszerek végrehajtási bizonytalansága nem tér el jelentősen egymástól – az eredmények módszerfüggőek, tehát a hálózati adatszolgáltatási munkában egységes vizsgálati módszert szükséges használni.

DETERMINATION OF CALCIUM CONTENT OF RADIOLOGICAL ASH SAMPLES. COMPARISON OF METHODS

R. Sebestyén, I. Liszanyi, I. Kővecses

Disturbing effects occurring in the different methods for the determination of calcium content and the possibilities for their elimination are considered by the authors. In the frame of the examination calcium content of radiological ash samples of plant and animal origins were determined by complexometric, permanganometric, flame emission and atomic absorption methods. For the determination of the precision of the methods recovery tests were carried out after addition and reference samples were examined. The results were evaluated by one-way analysis of variance. On the base of the results it was concluded, that although the uncertainty of the methods did not differ significantly, the results are depending on the method, and for this reason it is necessary to use a uniform method in the data service of the radiological network.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ В ОЗОЛЁННЫХ РАДИОЛОГИЧЕСКИХ ПРОБАХ

Р. Шебештьен, И. Лисони и И. Кёвечеш

Авторы исследовали мешающие действия, возникающие при определении содержания кальция различными методами и возможности их устранения.

В рамках исследований определялись содержания кальция в разнообразных озолённых радиологических пробах растительного и животного происхождения. Были проведены комплексометрические, перманганометрические, пламенно-эмиссионные и атомно-абсорбционные определения содержания кальция. Точность отдельных методов определялась путем аддиции (добавок) и путем референтных проб.

Результаты испытаний оценивались методом вариационного анализа.

На основе полученных результатов определений авторы сделали следующий вывод: несмотря на то, что при сравнении ненадежностей проведения отдельных методов испытаний не наблюдались значительные отклонения – результаты анализов зависели от используемого метода испытания – и поэтому возникает необходимость разработки унифицированного метода испытаний, который будет применяться в работе сети контроля.

BESTIMMUNG DES KALCIUMGEHALTES VON RADIOLOGISCHEN ASCHEPROBEN – METHODENVERGLEICH

Sebestyén, R., Liszonyi, M. und Kövecses, I.

Verfasser geben einen Überblick über die störenden Einflüsse bei der Bestimmung des Kalziumgehaltes mit verschiedenen Methoden sowie über die Möglichkeiten ihrer Beseitigung. Im Rahmen der Untersuchungen wurde der Kalziumgehalt von radiologischen Ascheproben verschiedener pflanzlicher und tierischer Materialien mit komplexometrischen, permanganometrischen, Flammenemissions- und Atomabsorptionsmethoden bestimmt. Sie versuchten mittels Wiederfindungsrate bzw. Referenzproben ein Bild über die Genauigkeit der einzelnen Methoden zu erhalten. Die Versuchsergebnisse wurden mit der einfachen Varianzanalyse ausgewertet. Aus den Resultaten wurde die Schlußfolgerung gezogen, daß die Analysendaten methodenabhängig sind, obwohl die Durchführungunsicherheit der einzelnen Methoden voneinander nicht wesentlich abweicht. Für die Datenlieferung sollte deshalb in den einzelnen radiologischen Laboratorien eine einheitliche Analysenmethode verwendet werden.

Szakképzés a Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetemen

1987 tavaszán ismételtén indítják az *élelmiszeripari mikrobiológus szakképzést*.

Egyetemi diplomával rendelkezők jelentkezését várják. Részletesebb felvilágosítás: Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem, Oktatási és Továbbképzési Osztályán. 1118 Budapest, Villányi út 29. Tel.: 666–204.

Jelentkezési határidő: 1986. november 30.

V. rész

Röntgenfluoreszcenciás elemzés

SZABÓ S. ANDRÁS*, KISS BÉLA**, LISZONYINÉ GACSÁLYI MÁRTA**, TÖRÖK GÁBOR***

* Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem

** Allategészségügyi és Élelmiszerellenőrző Központ

*** Budapesti Műszaki Egyetem

Érkezett: 1985. november 5.

Bevezetés

Az aktivációs mérés technika élelmiszeranalitikában történő felhasználását bemutató cikksorozatunk I. részében (1) az aktivációs analitika elvi alapjait, II. részében (2) egyes mikroelemek neutronaktivációval történő meghatározását, III. részében (3) biológiai anyagok makroelem tartalmának radioaktivációval történő mérését, IV. részében (4) pedig a prompt aktivációs mérési eljárást ismertettük. A II. és III. részben leírt vizsgálati eljárás az ún. klasszikus (kélesztetett vagy radioaktivációs módszer) aktiváció elvén alapult, ez esetben a mérésre a besugárzás, tehát a felaktiválás után, a besugárzás következtében keletkezett, viszonylag hosszú felezési idejű radioaktív izotópok sugárzásának detektálásával került sor.

A IV. rész a fehérje- és börtartalom mérése kapcsán bemutatta a prompt neutronaktivációs eljárás élelmiszerkémiaiában történő alkalmazhatóságát. A prompt mérés technika esetében az ún. felaktiválási és mérési idő egybeesik, s detektálásra a gerjesztés vagy magreakció következtében keletkező prompt sugárzás kerül. Lényegében a prompt módszerek közé sorolható a röntgenfluoreszcenciás (XRF) vagy más néven röntgenemissziós (REA) analízis is, melynek élelmiszeranalitikában való alkalmazási lehetőségeit e cikkben ismertetjük. Az utóbbi 20 évben, egyébként ez a módszer széles körben elterjedt, s számos előnye – pl. gyors, roncsolásmentes eljárás – miatt a legkülönbözőbb anyagok vizsgálatára alkalmazzák.

A röntgenfluoreszcenciás analízis elve

A vizsgálandó anyag atomjait gerjesztve, azok a gerjesztett (nagyobb) energiaállapotból az eredeti (kisebb) energiaállapotba mennek át, s az energiakülönbséget az atomok kvantumszerű sugárzás formájában bocsátják ki. Miután a gerjesztés következtében a kérdéses atomban – különböző valószínűséggel – minden lehetséges elektronátmenet előfordul, így a karakterisztikus sugárzás az atomban előforduló belső energianívóknak megfelelő számú, diszkrét vonalból áll. A karakterisztikus röntgensugárzás tehát nem magreakciót közvetlenül követő prompt sugárzás, hanem olyan prompt sugáremisszió, amelynek keletkezési helye nem a mag, hanem az atom elektronhéja.

A karakterisztikus sugárzást attól függően, hogy mely elektronhéjakra való átmenet során keletkezik, K, L stb. sugárzásnak nevezzük. A legnagyobb energiájú a K-sugárzás, az L, M stb. héjak felé haladva a szomszédos energianívók

különbsége egyre kisebb, azaz egyre nagyobb hullámhosszúságú sugárzást kapunk. A karakterisztikus röntgensugárzás hullámhossza (λ) és a sugárzás emittáló elem rendszáma (Z) között összefüggés van, mely szerint a $K\alpha$ vonalra – ilyenkor az elektron az L-héjról lép át a K-héjra – felírható, hogy:

$$\frac{1}{\lambda} = R(Z-1)^2 \left(\frac{1}{1^2} - \frac{1}{2^2} \right),$$

ahol:

R a Rydberg állandó ($1,097 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-1}$)

A felírt összefüggés azt jelzi, hogy a $K\alpha$ vonal az 1 és 2 főkvantumszámú elektronhéjak közötti átmenetnek felel meg.

A kvalitatív mérésnek az az alapja, hogy az emittált röntgensugár hullámhosszúságának (energiájának) meghatározásával a mintában jelenlevő elemek azonosíthatók. A különböző energiájú sugárzások intenzitásának mérésével pedig az egyes elemek mennyisége is meghatározható.

A vizsgálandó minta összetételére jellemző karakterisztikus röntgensugárzás gerjesztésére 3 módszer ismert:

- gerjesztés röntgensugárzással
- gerjesztés elektronsugárral vagy más töltött részecskékkel
- gerjesztés γ -sugárzó radioaktív izotópokkal.

Az első módszer esetén a gerjesztésre szolgáló folytonos röntgensugárzást (primer sugárzás) izzókatódos, nagyvákuumú röntgensőben állítják elő. A röntgensőkvek üzemeltetéséhez szükséges nagyfeszültséget – 50–100 kV – röntgen-generátor szolgáltatja.

Széleskörűen használnak elektronnyalábot is gerjesztésre, s mivel az elektronnyaláb jól fókuszálható, így rendkívül kisméretű – μm nagyságrendű – minták vizsgálata is elvégezhető. A berendezést elektronsugaras mikroanalizátornak nevezik, magát a mérési technikát pedig mikroszondás vagy mikropróbás vizsgálatnak. Ez a módszer azonban élelmiszerkémiai szempontból nem túl jelentős, a mikroszonda ugyanis elsősorban lokális elemzésre alkalmas, az inhomogenitások kimutatására, az elemeloszlás feltérképezésére. Elektroszondával csak a felületi réteg összetételéről kapunk információt. Az élelmiszeranalitika oldaláról nézve ugyancsak alárendelt jelentőségű az a technika is, amikor gerjesztésre töltött részecskéket (pl. protonokat) alkalmaznak.

A röntgenfluoreszcenciás eljárás alkalmazási területe akkor nőtt meg nagymértékben, amikor sugárforrásként radioaktív izotópokat kezdtek alkalmazni. Ennek nagy előnye, hogy így viszonylag olcsó mérés technika kidolgozása vált lehetővé, a berendezésnek kicsi a helyigénye, s a sugárforrás intenzitása sem ingadozik.

A vizsgálandó anyag összetételétől függően különböző hullámhosszúságú fluoreszcens sugárzást kapunk, amelynek detektálására ma már csaknem kizárólag Ge(Li), Si(Li) félvezető detektorokat használnak. Az energiafelbontás értéke jó minőségű Si(Li) detektor esetében elérheti a 200–300 eV értéket is, s így az energiafelbontás tekintetében a félvezető detektorokat csak a kristály-diffúziós gammaspektrométerek múlják felül (5). A detektor jeleit pedig számítógéppel összekapcsolt sokcsatornás analizátor dolgozza fel.

Alkalmazási lehetőségek

A röntgenfluoreszcenciás mérés technika igen előnyösen alkalmazható a legkülönbözőbb élelmiszer minták makro- és mikroelem tartalmának vizsgálatára. Legelőnyösebb előnye, hogy rendkívül gyors módszer – a mérési idő perc nagyság-

rendű – a vizsgálat roncsolásmentes, s így többször is megismételhető, s egyidejű leg több elem koncentrációjának meghatározására is alkalmas. Hátránya, hogy csak a 10-nél nagyobb rendszámú elemek mérésére alkalmas.

Az elmúlt években rendkívül sok olyan dolgozat látott napvilágot, amelyekben a szerzők röntgenfluoreszcenciás mérés technikával kapott vizsgálatokról számoltak be. Említsünk meg ezek közül néhányat.

Bacsó és Kalinka (6) cigarettadohány és égéstermékai vizsgálatát végezték röntgenemissziós analízissel. Mintánként 28 elemet – P, S, Cl, K, Ca, Ti, V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ga, Pb, As, Se, Br, Rb, Sr, Y, Zr, Nb, Mo, Cd, Bi, Hg – kvantitatíve mértek, gerjesztő forrásként ^{55}Fe és ^{125}I izotópokat alkalmaztak. A vizsgálatokat Si(Li) félvezető detektoros spektrométer és EMG NT 31024 analízátor felhasználásával végezték. A rendszer energiafelbontása 6,4 keV energiánál 260 eV volt. Néhány vizsgálati eredmény az 1. táblázatban látható. A táblázat adatai azt bizonyítják, hogy egyes elemekre elég jelentős a hamvasztási veszteség (550°C-on végezték a hamvasztást), a szűrt füstbe viszont csak az eredeti elemtartalom egészen kis hányada jut.

1. táblázat

Az egyes elemek relatív (a dohány eredeti elemtartalmához viszonyított) mennyisége

Mért elem	% -os tartalom			
	dohány	hamu	pergő hamu	szűrt füst
K	100	98 ± 18	82 ± 15	0,06 ± 0,04
Ca	100	100 ± 17	75 ± 14	0,05 ± 0,04
Fe	100	65 ± 23	64 ± 20	0,06 ± 0,04
Cu	100	72 ± 29	59 ± 25	1,7 ± 1,1
Zn	100	72 ± 18	50 ± 12	1,3 ± 0,6
Pb	100	78 ± 39	85 ± 47	3,8 ± 1,6
Br	100	71 ± 10	64 ± 8	0,8 ± 0,2
Sr	100	99 ± 7	85 ± 7	0,04 ± 0,02

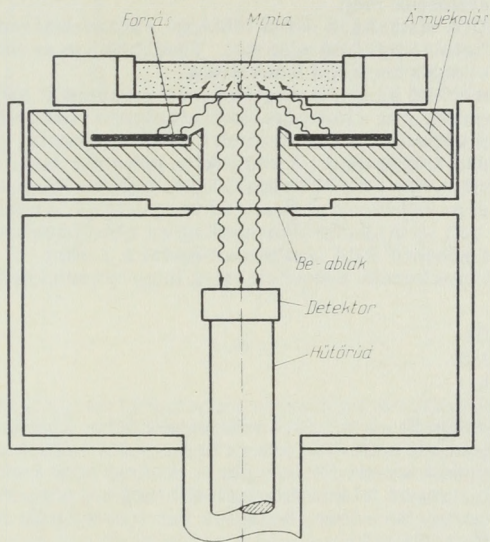
Növényi minták egyes makro- és mikroelemtartalmának röntgenfluoreszcenciás vizsgálatáról számol be Pázsit és Nagy (7). Meghatározták a K, Ca, Mn, Fe, Cu, Zn, Br, Rb, Sr, Zr, Mo koncentrációkat. A vizsgálatokat a K vonal mérése alapján végezték $Z < 25$ rendszám esetén ^{55}Fe , $25 < Z < 47$ rendszám tartományban ^{251}I gerjesztő forrást használva. $Z < 47$ esetén a mérés az L-vonal alapján végezhető. Detektálásra Si(Li) detektort használtak, a jeleket 1024-csatornás amplitúdóanalízátorral és MULTI-20 típusú kisméretű géppel értékelték. Egyetlen mérésből valamennyi elem meghatározható volt.

Összefoglaló jellegű cikket jelentettek meg az ökológiai vizsgálatokra használatos röntgenfluoreszcenciás mérési módszerekről Szmagunova és munkatársai (8). Közlésük szerint a REA technika mind a növényi, mind az állati szövetek vizsgálatára kiválóan alkalmas, egyidejűleg mérhető a legfontosabb makro- (Na, K, Ca, Mg, S, P) és mikro- (Zn, Cu, Fe, Al, Si, Pb stb.) elemek.

Vizek Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Mn, Mo, Ni, Pb, U és Zn tartalmának röntgenfluoreszcenciás vizsgálatáról számolnak be Burba és munkatársai (9). Gerjesztő sugárforrásként röntgensövet használtak, s a könnyebb elemeknél a $K\alpha$, a nagyobb rendszámúaknál az $L\alpha$ vonalat mérték félvezető Si-detektor s sokcsatornás analízátor alkalmazásával, 10 perces mérési időt alkalmazva. Ugyancsak víz REA technikával történő vizsgálatát végezték el Spevackova és munkatársai (10) is, gerjesztő forrásként ^{109}Cd izotópot alkalmaztak.

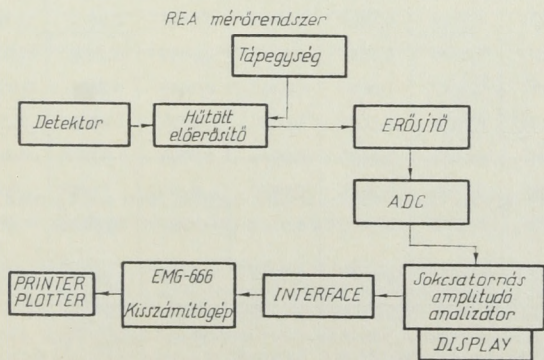
Saját vizsgálatok

Az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ Radiológiai Osztályán használt mérőrendszer ATOMKI gyártmányú. A minta, a sugárforrás és a detektor elhelyezését az 1. ábra mutatja.



1. ábra.

A gerjesztő forrás gyűrű alakú ^{125}I izotóp. A detektor felbontó képessége közelítőleg 250 eV 5,9 keV-nél. A spektrometriás mérőrendszer tömbvázlata a 2. ábrán látható.



2. ábra.

A mérőrendszer hitelesítésére standard addíciós módszert használunk egyedi elemek meghatározására. Sorozatban végzett vizsgálatoknál, hasonló összetételű mintáknál, így talajok és növényi hamuk esetén hatvány függvényt alkalmazunk a koncentráció számításánál. A hatvány függvény paramétereit az adott mérési geometriának és átlag rendszernek megfelelő, ismert elemi összetételű etalon sorozat mérésével határozzuk meg.

A végzett REA vizsgálatok döntő többsége a környezeti radioaktivitás ellenőrzéséhez szolgáltatott kiegészítő adatokat. Továbbiakban az ellenőrzés keretében végzett néhány vizsgálsorozatot ismertetünk.

A hazai atomerőmű indulását megelőző időszakban sokat foglalkoztunk az ún. alapszint felmérésével, azaz a működés előtti környezeti viszonyok rögzítésével. Az érintett 30 km-es körzetből 17 mintavételi helyről talajmintát gyűjtöttünk be és azokat sokoldalúan feldolgoztuk. A radioaktív jellemzők meghatározását (összes alfa és béta aktivitás, $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$ aktivitás) kiegészítettük a talajszerkezetre jellemző kötöttségi szám és az inaktív elemi összetétel vizsgálatával. A minták zömében csak Fe, Rb, Sr és Zr volt jól értékelhető mennyiségben a meghatározott REA spektrumokban. Talajra jellemző REA spektrumot mutat a 3. ábra.

A talajok átlagos kémiai összetétele mg/g talajértékben kifejezve a következő:

Fe: $8,8 \pm 3$
 Rb: $0,2 \pm 0,03$
 Sr: $0,38 \pm 0,05$
 Zr: $0,28 \pm 0,1$

A vizsgált jellemzők korrelációs rendszerét elemezve, kimutatható összefüggés volt a kötöttségi szám, a radioaktív jellemzők és a vastartalom között. A Sr-, Rb- és Zr- tartalom – a páros korrelációk alapján – nem mutatott kapcsolatot a vizsgált radioaktivitással, csupán a talajszerkezettől való függőség tételezhető fel stroncium esetében. Az összefüggésrendszert bemutató páros korrelációs együtthatók mátrixa a 2. táblázatban található.

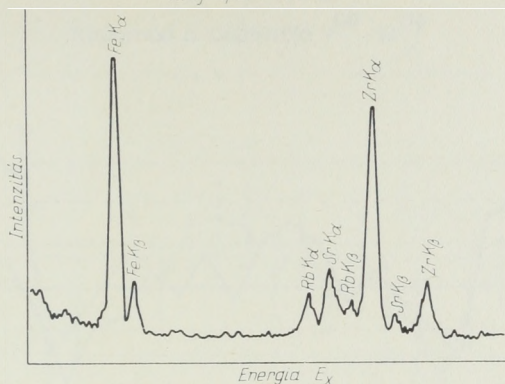
2. táblázat

Korrelációs mátrix

	$\alpha_{\bar{0}}$	$\beta_{\bar{0}}$	$^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$	Fe	Rb	Zr	Sr	Kötött s. szám
$\alpha_{\bar{0}}$	1,0000	0,7139	0,4207	0,7815	0,2491	0,3481	0,3903	0,6417
$\beta_{\bar{0}}$	0,7139	1,0000	0,5687	0,7978	0,5883	0,4669	0,4553	0,8093
^{90}Sr	0,4207	0,5687	1,0000	0,5422	0,2452	0,2618	0,3285	0,5338
Fe	0,7815	0,7978	0,5422	1,0000	0,4376	0,1855	0,5318	0,7465
Rb	0,2491	0,5883	0,2452	0,4376	1,0000	-0,0177	0,3585	0,5430
Zr	0,3481	0,4669	0,2618	0,1855	-0,0177	1,0000	-0,3629	0,0518
Sr	0,3903	0,4553	0,3285	0,5318	0,3585	-0,3629	1,0000	0,7209
Köt. szám	0,6417	0,8093	0,5338	0,7465	0,5430	0,0518	0,7209	1,0000

P = 0,1 %
 P = 1 %
 P = 5 %

n = 17
 FG = 15



3. ábra.

Ugyancsak az alapszint felméréséhez tartozott a Paks közvetlen szomszédságában levő Dunaszentgyörgyri származó birkaesontok vizsgálata. A csontkereső ^{90}Sr aktivitás koncentráció időszakos változását kívántuk nyomonkövetni havi mintavétellel kétéves időszak alatt. A veszélyes élelmiszerszennyezőnek minősített izotóp aktivitását nemcsak a szokásosan alkalmazott szárazanyagra, illetőleg a kémiaiilag hasonló tulajdonságú Ca tartalmára vonatkoztatva, hanem a REA módszerrel meghatározott inaktív stroncium mennyiségére számítva is kifejeztük. 1979. és 1980. évi mintavételekből származó birkaesontminták (192 db) stroncium tartalmát foglalja össze a 3. táblázat testtáji bontásban. Megállapítható, hogy a vizsgált csontfajták között nincs jelentős különbség.

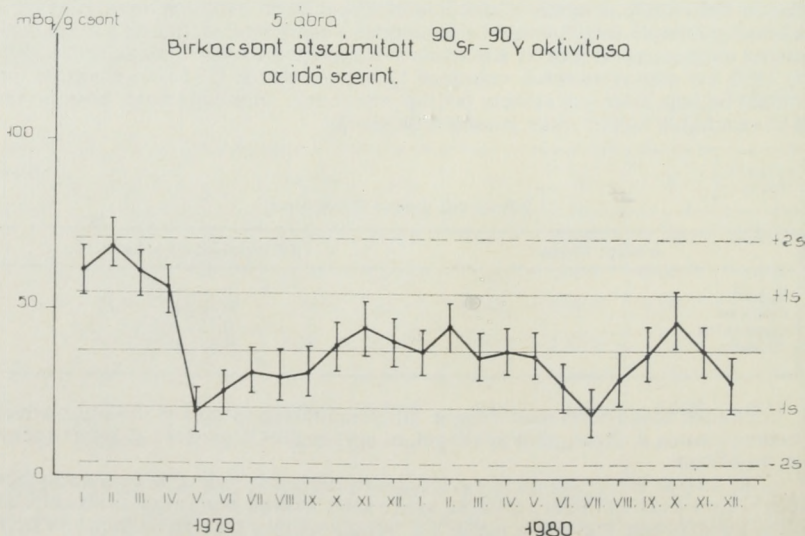
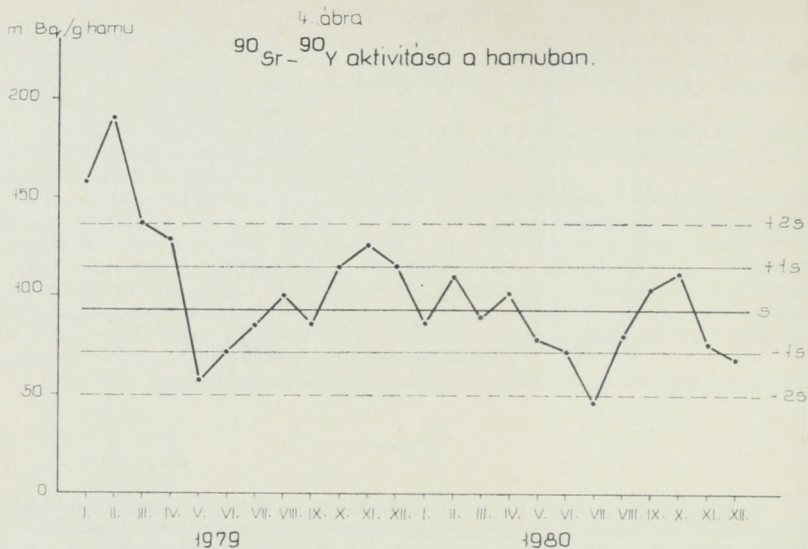
3. táblázat

Juhesontok inaktív Sr-tartalma

A csont típusa	Sr- tartalom mg/g hamu
Borda	$0,70 \pm 0,15$
Csigolya	$0,69 \pm 0,15$
Combsont	$0,76 \pm 0,16$
Lábszár	$0,68 \pm 0,13$

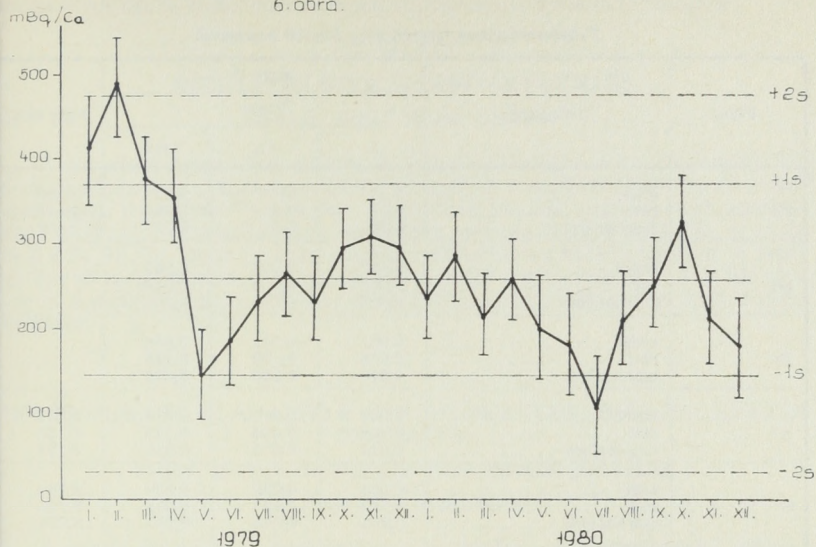
A csontok hamujában mért átlagos stronciumtartalom időbeli változása követhető nyomon a 4. ábrán, ahol az átlagot, az egyszeres és kétszeres szórásartományt is bejelöltük.

Az adatok értékelése során egyértelműen bebizonyosodott, hogy a környezetben bekövetkező változást a fajlagos, azaz a saját inaktív elemre számított aktivitás jelzi legélesebben. Ugyanis a másik két vonatkoztatási tényező a stroncium felvétel befolyásoló hatásoktól függetlenül is változhat a szervezet anyagcsere folyamataiban. Ez jól észlelhető, ha a különböző vonatkoztatási alapa számított értékek időbeli lefutását összehasonlítjuk. Az ábrákon az átlagot és a szórásartományokat (egyesített és csoporton belüli eltéréseket képviselő értékeket) megjelöltük.

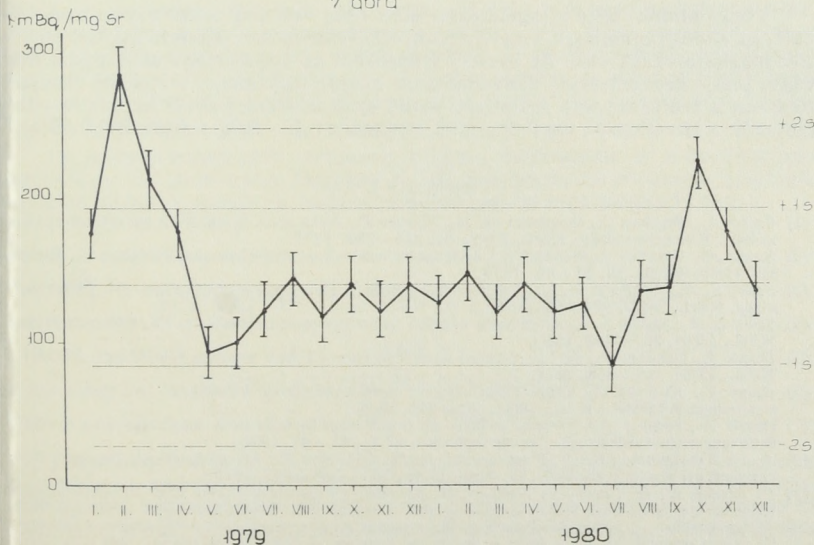


Az atomenergia- alkalmazás mezőgazdasági vonatkozásaiival kapcsolatban az Öntözési Kutatóintézetben többcélú gyeptermesztési kísérletet hajtottak végre tenyészedényekben. Paks körzetére jellemző talajtípusokat használtak fel. E kísér-

6. ábra.



7. ábra



letekből származó, különböző vágási időpontokban nyert fű és a tenyészedényekben levő talajokból vett minták elemi összetételét vizsgáltuk meg REA módszerrel. A meghatározott stabil elemek átlag koncentrációit foglalja össze a 4. táblázat.

Tenyészédényben termelt gyep kémiai összetevői

Elem	Talajtípus	mg/g fű			mg/g talaj
		Vágás			
		I.	II.	III.	
Fe	erdei	0,17	0,17	0,31	21,63
	réti	0,18	0,21	0,28	34,45
	csernozjom	0,17	0,23	0,32	22,03
Zn	erdei	0,067	0,054	0,057	
	réti	0,068	0,061	0,044	
	csernozjom	0,056	0,061	0,051	
Br	erdei	0,065	0,071	0,064	
	réti	0,076	0,109	0,118	
	csernozjom	0,078	0,106	0,078	
Rb	erdei	0,018	0,013	0,014	0,126
	réti	0,026	0,024	0,024	0,183
	csernozjom	0,014	0,015	0,015	0,109
Sr	erdei	0,036	0,029	0,030	0,184
	réti	0,053	0,054	0,058	0,162
	csernozjom	0,044	0,045	0,053	0,208

Vizsgálataink célja a táplálkozási lánc talaj–növény szakaszában érvényesülő, az anyagvándorlásra, ezzel a szennyeződésterjedésre jellemző átviteli tényezők meghatározása volt. Az átviteli tényezőket az összetartozó mintapárok (növény, talaj) koncentráció hányadosaként állapítottuk meg. Vizsgálati rendszerünkben a szárazanyagra számított, stabil elem koncentrációkból képzett átviteli tényezők a következők: vas 0,01–0,02, stroncium 0,16–0,94; rubidium 0,1–0,4.

IRODALOM

- (1) Szabó A., Bogács J., Gundorin A. N., Kovács Z.: Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában. Élelmiszervizsg. Közl., 23/5–6), 224–229, 1977.
- (2) Szabó A., Bogács J., Mihályi É.: Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában II. Élelmiszervizsg. Közl., 25, 61–66, 1979.
- (3) Szabó S. A., Gundorin A. N.: Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában. III. Élelmiszervizsg. Közl., 28(4), 183–186, 1982.
- (4) Szabó S. A., Szasin L. I.: Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában. IV. Élelmiszervizsg. Közl., 25(8), 227–233, 1982.
- (5) Bacsó J., Lakatos T.: Si(Li) röntgen spektrométer < 1 keV energia feloldással. ATOMKI Közl., 13(3), 107–114, 1971.
- (6) Bacsó J., Kalinka G.: Cigarettdohány és égéstermékének vizsgálata röntgenemissziós analízissel. ATOMKI Közl., 18(4), 565–575, 1976.
- (7) Pázsit A., Nagy P.: A növény makro- és mikroelem-tartalmának meghatározása röntgenfluoreszcencia-módszerrel. Izotóptechnika, 22(1), 41–47, 1979.
- (8) A. N. Szmagunova, Sz. V. Taraszenko, Je. N. Bazikina, O. M. Karpukova; Rentgenfluoreszcenčníj analiz v ekologij. Zs. Anal. Him., 34(2), 388–397, 1979.
- (9) P. Burba, K. H. Lieser, V. Neitzert, H. M. Röber; Preconcentration and determination of trace elements in fresh water and sea water. Fresenius Z. Anal. Chem., 291–273277, 1978.
- (10) V. Spevackova, J. John, M. Prazska; Determination of uranium by XRF analysis following its preconcentration with some organic precipitants. J. Radioanal. Chem., 80(1–2), 115–120, 1983.

AKTIVÁCIÓS ANALÍZIS AZ ÉLELMISZER-ANALITIKÁBAN

V. RÉSZ

RÖNTGENFLUORESZCENCIÁS ELEMZÉS

Szabó S. András és munkatársai

A szerzők a dolgozatban ismertetik a röntgenfluoreszcenciás analízis (XRF) elvét, az alkalmazható sugárforrásokat, s tárgyalják a módszer élelmiszeranalitikai lehetőségeit. Ismertetik ^{125}I izotópos gerjesztéssel végzett vizsgálataikat, amelyek során talaj-, gyp- és csontminták összetételét mérték. Talajnál a Fe, Rb, Sr és Zr, fűnél a Fe, Zn, Br, Rb és Sr, állati csontnál a Sr-tartalmat határozták meg. A mérések szerint pl. a juhcsontok átlagos Sr tartalma 0,7 mg/g hamu volt. A XRF vizsgálatok hasznos kiegészítő adatokat szolgáltattak a környezeti radioaktivitás ellenőrzéséhez.

AKTIVACIONНЫЙ АНАЛИЗ В АНАЛИТИКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ V-Я ЧАСТЬ

РЕНТГЕНОФЛУОРЕСЦЕНЦИОННЫЙ АНАЛИЗ

A. Szabó III. и сотрудники

Авторы знакомят с принципом рентгенофлуоресценционного анализа (XRF), с применимостью источников излучения и обсуждают перспективы метода в аналитике пищевых продуктов. Авторы знакомят с испытаниями, проведенными с помощью возбуждения изотопа ^{125}I , в результате которых были измерены составы почвы, дерна и костей. В пробах почвы авторы определяли содержание Fe, Rb, Sr и Zr; в костях животных авторами определялось содержание Sr; в пробах травы авторы определяли содержание Fe, Zn, Br, Rb, и Sr.

По данным измерений, например, среднее содержание Sr в костях овец составляло 0,7 мг/г золы. Анализы X RF предоставили полезные дополнительные данные в области контроля радиоактивности окружающей среды.

ACTIVATION ANALYSIS IN FOOD ANALYSIS

PART V

X-RAYS FLUORESCENCE ANALYSIS

S. A. Szabó and coworkers

The principle of X-rays fluorescence analysis, the applicable radiation sources are presented, and the possibilities of the method in food analysis are discussed in the paper. Examinations with iodine-125 induction are presented, in course of which composition of soil, grass and bone samples were measured. Fe, Rb, Sr and Zr in soil, Fe, Zn, Br, Rb and Sr in grass, Sr in animal bone were determined. According to the measurements e. g. the mean Sr content of sheep bones was 0.7 mg/g ash. XRF examinations gave useful additional data for the control of environmental radioactivity.

AKTIVATIONSANALYSE IN DER LEBENSMITTELANALYTIK V. RÖNTGENFLUORESZENZ-ANALYSE

Szabó, S. A. und Mitarbeiter

Verfasser erläutern das Prinzip der Röntgenfluoreszenz-Analyse (XRF), die einsetzbar en Strahlenquellen und die lebensmittelanalytischen Möglichkeiten der Methode. Sie gehen auf die mit ^{125}I Isotopen durchgeführten Untersuchungen ein, wobei die Zusammensetzung der Boden-, Gras- und Knochenproben gemessen wurde. Im Boden wurde der Fe-, Rb-, Sr- und Zr-, im Gras der Fe-, Zn-, Br-, Rb- und Sr- sowie im Knochen der Sr - Gehalt bestimmt. Nach den Ergebnissen beträgt beispielsweise der durchschnittliche Sr- Gehalt der Schafsknochen 0,7 mg/g Asche. Die XRF-Untersuchungen liefern nützliche ergänzende Daten zur Kontrolle der Umweltradioaktivität.

Élelmiszerek vitamintartalmának meghatározása nagynyomású folyadékkromatográfiával (HPLC)¹

BOGNÁR ANTAL* és MOLNÁR PÁL**

* Bundesforschungsanstalt für Ernährung, Stuttgart
** Allategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ, Budapest

Érkezett: 1985. október 31.

A legtöbb vitamin kémiai összetételénél fogva fényvel, oxigénnel és hővel szemben érzékeny anyag. Az élelmiszerekben előforduló egyéb anyagok mennyiségével összehasonlítva a vitaminkoncentráció igen alacsonynak mondható. Ezért természetes, hogy a meghatározási módszerek sokszor bonyolultak és nem a legpontosabbak. A több mint 10%-os eltérések igen gyakoriak a klasszikus kémiai és mikrobiológiai vitaminanalitikában. Egy közelmúltban lezárt B₁-vitamin körvizsgálatnál, amelyben 10 laboratórium vett részt, a kapott eredmények 15%-os szórást mutattak annak ellenére, hogy a minták egyneműsítettek voltak, az alkalmazott tiokrómmódszer pedig DIN szabványban már korábban rögzített eljárás. Így nem véletlen, hogy jelenleg még alig van nemzetközileg is elismert vitaminanalitikai standard módszer annak ellenére, hogy az élelmiszerek minősítése és a nemzetközi élelmiszerkereskedelem ezt már hosszabb idő óta igényli.

A nagynyomású folyadékkromatográfia (HPLC) fejlődése, az érzékeny UV és leginkább a fluoreszcenciás detektorok használata az utóbbi években lehetővé tette számos új vitaminanalitikai módszer kidolgozását. Ezek az eddig használt klasszikus módszereknél gyorsabbak és pontosabbak. Tapasztalataink szerint a HPLC alkalmazása a vitaminpreparátumok analízisének nagyon jól bevált, az élelmiszerek vitamintartalmának meghatározására azonban közvetlenül nem minden esetben adaptálható. A tulajdonképpeni HPLC-méréshez a vitaminokat az élelmiszerekből ki kell vonni, a koncentráció növelése érdekében pedig további extrahálásra, valamint dúsításra van szükség. Ezek a következő tényezőktől függenek:

- a vitamin fajtájától,
- az élelmiszer típusától,
- a vitamin mennyiségétől és
- a választott detektálási módszertől.

A vitaminok érzékenysége, bomlékonysága folytán az alkalmazott analitikai műveleteket megfelelő körülményekkel kell végezni, szükség esetén fény és oxidáló hatású anyagok kizárásával. Az analízisnek sok esetben előfeltétele, hogy a természetben előforduló vitaminszármazék a feltárás alatt felszabaduljon. Így a legtöbb élelmiszerben a B₁, B₂ és B₆ vitaminok egyrésze foszfáthoz kötött formában van jelen, feltárásuk ezért enzimes hidrolízis nélkül nem teljes. Az utóbbi években a vitaminok meghatározására rendkívül sok HPLC-módszert dolgoztak ki és közöltek a nemzetközi szakirodalomban. Ebben a dolgozatban ezek közül csak azokról a módszerekről számolunk be, amelyek az élelmiszerek rutin vizsgálatánál a Szövet-ségi Táplálkozástudományi Kutatóintézet laboratóriumában a gyakorlatban is beváltak.

¹ Az Élelmiszer-minőségellenőrzés VI. Tudományos Konferenciáján Zalaegerszegen, 1985. október 22-én elhangzott előadás alapján.

A-vitamin meghatározása

Az eredetileg az A-vitaminnal dúsított tápszerek vizsgálatára kidolgozott módszer azon alapszik, hogy az észter formában kötött A-vitamint alkoholos káliumhidroxiddal felszabadítjuk, majd n-hexánnal vagy petroléterrel extraháljuk. Az extraktum bepárlása után a maradékot a HPLC eluensben feloldjuk és megfelelő koncentrációra hígítjuk.

Az A-vitamin meghatározása HPLC segítségével élelmiszerekben a következő lépésekben végezhető el:

I. Mintaelőkészítés

1. Elszappanosítás
2. Extrakció
3. Bepárlás
4. Mintaoldat elkészítése

II. HPLC mérési körülmények

Készülék: Waters M 590

Oszlop: Anyag: rozsdamentes acél

Hossza: 15 cm

Belső átmérője: 4 mm

Töltet: Spherisorb ODS 5 μm

Eluens: metanol – víz (98:2)

Áramlási sebesség: 1,5 cm³/min (all transz- és 13-cisz A-vitamin-alkohol)

Injektált mintaoldat térfogat: 2 – 50 μl

(50 – 300 ng A-vitamin-alkohol)

Detektor: UV-fotométer 325 nm vagy

fluorométer gerjesztési hullámhossz: 325 nm

emissziós hullámhossz: 470 nm

III. Kiértékelés

HP integrátorral a görbe alatti terület alapján

Külső standard módszer

A módszer alkalmazhatóságát A-vitamin-palmitáttal, illetve -acetáttal dúsított zabpehelyen, tejporon, valamint egyéb élelmiszereken mint pl. sertésmájon, tojáson, tejen és margarinton próbáltuk ki.

A módszer reprodukálhatóságát egy körvizsgálat keretében vizsgálták meg, amelyben 13 laboratórium – köztük a Szövetségi Táplálkozástudományi Kutatóintézet laboratóriuma – vett részt. Az eredmények statisztikai értékelése azt mutatta, hogy a módszer jól reprodukálható és kellően megbízható. Ezért a módszer bekerült az NSZK Élelmiszervizsgálati Módszertkönyvébe (1).

A módszer mind a természetben előforduló, mind pedig az élelmiszerekhez dúsítás céljából hozzáadott A-vitamin mennyiségének meghatározására alkalmas.

B₁-vitamin (tiamin) meghatározása

A tiamint az élelmiszerekből savas (0,2n H₂SO₄) és enzimes hidrolízissal szabadjuk fel. Az oldhatatlan részek leszűrése után a tiamint lúgos oldatban káliumhexacianoferrát (III-)al tiokrómmá oxidáljuk. Ez utóbbit izo-butanollal a vizes oldatból extraháljuk. Az extraktumot Lichrosorb RP 8 oszlopon kromatografáljuk és az elválasztott tiokrómot fluorometriásan meghatározzuk.

A tiamin (B₁-vitamin) meghatározása HPLC segítségével élelmiszerekben a következő lépésekben végezhető el:

I. Minta-előkészítés

1. Homogenizálás, konzerválás
2. Savas feltárás (0,2 n H₂SO₄, 15 min, 120 °C)
3. Enzimatiskus hidrolízis (15 óra 37 °C)
4. Tiokróm reakció

II. HPLC mérési körülmények

Készülék: Perkin Elmer LC 601
Oszlopok: Anyaga: Rozsdamentes acél

Hossza: 8, ill. 25 cm
Belső átmérője: 4,6 mm
Töltet: Lichrosorb RP 8 10 μm

Eluens: metanol – acetonitril – ISO-butanol (80:10:10)

Áramlási sebesség: 2 cm³/min

Retenciós idő: 2,25 min

Injektált mintaoldat térfogata: 50 μl (1 – 10 ng tiaminklorid)

Detektor: Spektrofluorométer (Kontrom SMF 23)

Gerjesztési hullámhossz: 425 nm

Emissziós hullámhossz: 370 nm

III. Kiértékelés

HP integrátorral a görbe alatti terület alapján

Külső standard módszer

Az ismertetett módszert eddig 60 különböző élelmiszer B₁-vitamintartalmának meghatározásánál próbáltuk ki (1. táblázat). Az analitikai eredmények jól reprodukálhatók. A mintákhoz adott tiamin 94 – 105%-ban volt kimutatható. A legkisebb meghatározható mennyiség 5 μg tiamin 100 g élelmiszerben. A kidolgozott vizsgálati módszer aránylag egyszerű és megbízható. Egy munkaerő naponta – amennyiben a minták már enzimesen hidrolizálva vannak – 12–20 vizsgálatot tud elvégezni. A HPLC oszlop több mint 3000 vizsgálathoz használható fel.

B₂-vitamin (riboflavin) meghatározása

A riboflavint élelmiszerekből a tiaminéhoz hasonló módon szabadítjuk fel. A hidrolízis után a leszűrt oldatot közvetlenül a HPLC oszlopra adjuk és az elúció után fluorometriásan meghatározzuk.

A riboflavin (B₂-vitamin) meghatározása HPLC segítségével élelmiszerekben a következő lépésekben végezhető el:

I. Minta-előkészítés

1. Homogenizálás, konzerválás
2. Savas feltárás (0,2 n H₂SO₄, 15 min, 120 °C)
3. Enzimatiskus hidrolízis (15 óra, 37 °C)

II. HPLC mérési körülmények

Készülék: Perkin-Elmer LC 601
Oszlopok: Anyaga: Rozsdamentes acél

Hossza: 8, ill. 25 cm
Belső átmérője: 4,6 mm
Töltet: Lichrosorb NH₂ 10 μm

Eluens: metanol-Na-acetát puffer pH = 4,5 (50:50)

Áramlási sebesség: 2 cm³/min

Retenciós idő: 2,3 min

B₁-vitamin (tiamin) kimutatása élelmiszerekben HPLC-analízissel

Élelmiszer	Hozzáított tiamin μg/100 g minta	HPLC-módszer						Hagyományos módszer ¹					
		Tiamintartalom μg/100 g minta				Visszanyerési arány %		Tiamintartalom μg/100 g minta				Visszanyerési arány %	
		n	\bar{x}	s	v	\bar{x}	s	n	\bar{x}	s	v	\bar{x}	s
Nyers karfiol	—	6	49	2	4	—	—	3	47	4	9	—	—
	30	6	94	2	2	98	2	3	88	4	5	91	5
Főtt burgonyagombóc	—	4	85	4	5	—	—	—	—	—	—	—	—
	60	4	146	4	3	102	3	—	—	—	—	—	—
Burgonyapüré	—	3	58	1	2	—	—	3	55	3	5	—	—
	30	3	87	3	3	97	5	3	82	4	4	90	5
Sós burgonya (mélyhűtött)	—	1	45	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
	50	1	97	—	—	104	—	—	—	—	—	—	—
Nyers sertéshús	—	6	807	56	7	—	—	3	800	65	8	—	—
	600	6	1410	112	8	101	3	3	1382	75	5	97	3
Liofilizált sertéshús	—	10	2720	190	7	—	—	5	2850	342	12	—	—
	1490	7	4260	213	5	103	—	5	4570	686	15	115	—
	3040	7	5580	167	3	94	—	5	5170	1240	24	76	—

¹ Rettenmaier szerint (5) \bar{x} = számtani középérték; s = szórási; v = relatív szórási (%)

Injektált mintaoldat térfogata: 50 μg (2–10 ng riboflavin)

Detektors: Spektrofluorométer (Kontrom SMF 23)

Gerjesztési hullámhossz: 467 nm

Emissziós hullámhossz: 525 nm

III. Kiértékelés

HP integrátorral a görbe alatti terület alapján

Külső standard módszer

A módszert a legkülönbözőbb élelmiszerek vitamintartalmának meghatározására alkalmaztuk (2. táblázat). A kimutatás alsó határa 5 μg riboflavin 100 g ételminőségben. Vizsgálataink bizonyították, hogy a HPLC-vel történő riboflavin-meghatározás a klasszikus humiflavin módszernél jóval egyszerűbb és pontosabb. Egy munkaező naponta kb. 20 vizsgálatot tud elvégezni. Automatikus mintafeladó használatával ez a szám akár a többszörösére is növelhető.

B₆-vitamin meghatározása

A B₆-vitamin hatású vegyületek a piridoxin (PN), piridoxamin (PM), piridoxál (PL) és ezek foszforsav észterei az élelmiszerekből 0,2 n kénsavas hidrolízissel tárhatók fel. A leszűrt extrakciós oldat közvetlenül a Spherisorb ODS oszlopra adható és 0,08 n kénsavas eluennel a piridoxamin, a piridoxin és a piridoxál egymástól elválasztható. A koncentráció fluoreszcenciás detektorral mérhető.

A B₆-vitamin meghatározása HPLC segítségével élelmiszerekben a következő lépésekben végezhető el:

I. Minta-előkészítés

1. Homogenizálás, konzerválás
2. Savas feltárás
3. Ultraszűrés

II. HPLC mérési körülmények

Készülék: Waters M 590 (WISP 710 B)

Oszlopok: Anyaga: Rozsadmentes acél

Hossza: Előoszlop 10 cm, főoszlop 25 cm

Belső átmérő: 4 mm

Töltet: Spherisorb ODS (Phase Sep England) 10 μm

Eluens: I. 0,08 n H₂SO₄ II. Metanol – Víz (95:5) mosóoldat

Áramlási sebesség: I. 2 cm³/min II.: 3 cm³/min

Retenciós idők: Piridoxamin: 1,9 min

Piridoxál: 5,8 min

Piridoxin: 8 min

Injektált mintaoldat térfogata: 50 μl ultraszűrt oldat

(2–20 ng piridoxamin, piridoxal vagy piridoxin)

Detektor: Fluorométer gerjesztési hullámhossz: 290 nm

emissziós hullámhossz: 395 nm

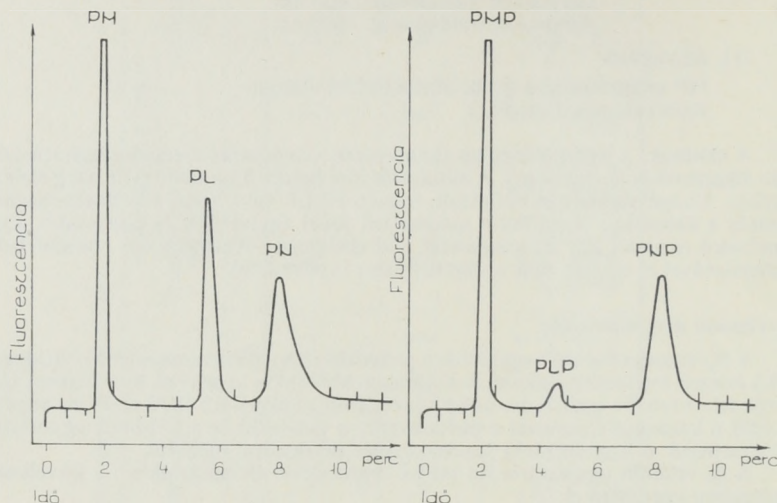
III. Kiértékelés

HP integrátorral a görbe alatti terület alapján

Külső standard módszer

A hat különböző B₆-vitamin derivát kromatogramkjából – amint azt az 1. ábra is szemlélteti, jól látható, hogy az előzőekben ismertetett HPLC körülmények között a szabad piridoxamin és a piridoxin retenciós ideje azonos a foszforsav észterével. A piridoxál és a piridoxálfoszfát azonban különböző kromatográfiai tulaj-

1. ábra B₆-vitaminszörmacékok kromatogrammjá.



donságot mutat. A B₆-vitamin derivátumok fluoreszcenciás aktivitása eltérő, így a kvantitatív meghatározás alapfeltétele a különböző származékok kvalitatív elválasztása.

A legtöbb élelmiszerben előforduló egyéb anyag, mint pl. a purin- és pirimidinbázisok ilyen feltételek mellett szintén fluoreszkálnak és a kromatográfias oszlopról vizes eluenssel csak lassan moshatók le. Az analízisidő lerövidítése céljából ezért ajánlatos az oszlop alkoholos mosása, így egy minta analízise kb. 30 percet vesz

3. táblázat

B₆-vitamin kimutatása élelmiszerekben HPLC-analízissel

Élelmiszer	n	B ₆ -vitamin a)			
		μg/100 g minta		Visszanyerési arány (%) b)	
		\bar{x}	s	\bar{x}	s
Marhahús	3	248	10	100	2
Sertéshús	5	570	13	99	6
Tojás	4	85	9	—	—
Burgonya	7	79	10	100	5
Zöldborsó (gyorsfagyasztott)	4	293	38	100	—
Fejes saláta	3	57	3	101	5
Búzaliszt	3	244	15	98	3
Tejbedara (gyermekétel) ...	3	824	25	118	5
Csokoládemassza	4	4009	162	100c)	3

a) Piridoxamin (PM), piridoxal (PL) és piridoxin (PN) összege piridoxinra számítva

b) 15–100 μg PM, PL és PN /100 g minta a feltárás előtt hozzáadva

c) Hozzáadott piridoxin az előállító adata alapján

B₂-vitamin (riboflavin) kimutatása élelmiszerekben HPLC-analízissel

Élelmiszer	Hozzáított riboflavin μg/100 g minta	HPLC-módszer						Hagyományos módszer ¹					
		Riboflavin-tartalom μg/100 g minta				Visszanyerési arány %		Riboflavintartalom μg/100 g minta				Visszanyerési arány %	
		n	\bar{x}	s	v	\bar{x}	s	n	\bar{x}	s	v	\bar{x}	s
Nyers karfiol	–	3	86	5	6	–	–	1	84	–	–	–	–
	30	3	117	6	5	103	–	–	–	–	–	–	–
Burgonyapüré	–	3	71	3	4	–	–	3	74	6	8	–	–
	ismeretlen 70	3	451	8	2	–	–	3	460	10	2	–	–
		3	140	5	4	99	3	–	–	–	–	–	–
Főtt rizs	–	3	17	1	6	–	–	3	18	1	5	–	–
	20	3	37	3	8	100	–	3	–	–	–	–	–
Főtt burgonya	–	3	28	1	4	–	–	3	27	3	11	–	–
	30	3	57	2	4	97	–	3	56	4	7	97	4
Nyers sertéshús	–	5	250	4	2	–	–	5	237	9	4	–	–
	200	5	446	4	1	98	2	5	427	14	3	95	6
Teljes kiőrlésű lisztből készült kenyér	–	3	293	5	2	–	–	2	276	10	4	–	–
	200	3	489	3	1	98	1	–	–	–	–	–	–

¹ Lumiflavin-módszer \bar{x} = számtani középérték; s = szórás; v = relatív szórás (%)

igénybe. A módszer eddig számos élelmiszer B₆-vitamintartalmának meghatározására eredményesen alkalmaztuk (3. táblázat). Az élelmiszerekhez adott vitamint 94-től 102%-ban sikerült a mintákban kimutatni. A kvalitatív analízis alsó kimutatási határa PM esetén 5 µg; PL, ill. PN esetén 10 µg/100 g élelmiszerben. A klaszszikus mikrobiológiai módszernél a HPLC-vel történő B₆-vitamin-meghatározás jóval pontosabb és reprodukálhatósága is jobb. Az oszlop kb. 1000 vizsgálathoz használható fel.

Az előzőekben vázolt módszereket a szakirodalom részletesen ismerteti (2,3). Különösen ajánlható egy, a közelmúltban megjelent vitaminanalitikai módszereket tartalmazó angol nyelvű könyv (4), melyben a HPLC-módszerek előkelő helyet kaptak.

Összefoglalva megállapítható, hogy a vitaminok analízise HPLC segítségével az utóbbi időben széles körben elterjedt. A HPLC-módszer legfontosabb előnyeiként a gyorsaság, a jó reprodukálhatóság sorolható fel. Hátránynak a berendezések magas ára tekintendő, de ez megfelelő kihasználtsággal kompenzálható.

I R O D A L O M

- (1) Bestimmung von Vitamin A in diätetischen Lebensmitteln Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG. Teil 4. L49.00-3 Beuth Verl. Berlin – Köln 1985
- (2) *Bognár, A.*; Bestimmung von Riboflavin und Thiamin in Lebensmitteln mit Hilfe der Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographie (HPLC). Deutsch. Lebensm.-Rundschau 77 (1981) 12, 431 – 436
- (3) *Bognár, A.*; Bestimmung von Vitamin B₆ in Lebensmitteln mit Hilfe der Hochdruck-Flüssigkeits-Chromatographie (HPLC) Z. Lebensm. Unters. Forsch. 181 (1985), 200 – 205
- (4) *Brubacher, G., Müller-Mulot, W. and Southgate, D. A. T.*; Methods for the Determination of Vitamins in Foods Appl. Science Publ. Essex 1985.
- (5) *Rettenmaier, R., J. P. Vuilleumier, w. M. Müller-Mulot*; Zur quantitativen Vitamin-B₁ – Bestimmung in Nahrungsmitteln und biologischem Material. Z. Lebensm. Unters. Forsch. 168 (1979), 120

ÉLELMISZEREK VITAMINTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA NAGYNYOMÁSÚ FOLYADÉKKROMATOGRÁFIÁVAL (HPLC)

Bognár Antal és Molnár Pál

A szerzők bemutatják az élelmiszerekben levő és hozzáadott vitaminok meghatározására kidolgozott, illetve adaptált HPLC-analízis fontosabb módszereit. A vizsgált mintákban a HPLC-módszerrel és valamelyik elfogadott hagyományos eljárással mért természetes és hozzáadott A, B₁, B₂ és B₆ vitamintartalmat táblázatosan hasonlították össze. A HPLC-módszer előnye a gyorsaság, a jó reprodukálhatóság és az automatizálhatóság, ami különösen a sorozatvizsgálatokhoz szükséges.

DETERMINATION OF VITAMIN CONTENT OF FOOD BY HIGH PRESSURE LIQUID CHROMATOGRAPHY (HPLC)

A. Bognár and P. Molnár

The important elaborated and adopted HPLC methods for determination of vitamins either present in foods or added to them are discussed by the authors. Natural or added A, B₁, B₂ and B₆ vitamin contents of the examined samples measured by a conventional and an HPLC method are compared in tables. The advantages of the HPLC method are quickness, good reproducibility and easy automatization, which are highly important especially in routine examinations.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИН С ПОМОЩЬЮ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ (HPLC)

А. Богнар и П. Молнар

Авторы познакомили с наиболее важными условиями анализа HPLC, разработанного для определения содержания находящихся в продуктах и добавленных к продуктам витамин. Авторами, в табличной форме, приведено сравнение количеств витамин А, В₁, В₂, В₆, содержащихся в анализируемых пробах продуктов и добавленных к ним, которые были определены традиционным методом и методом HPLC.

Преимущество метода HPLC заключается в быстроте и хорошей воспроизводимости, а также в возможности автоматизации испытаний, что является необходимым для проведения серийных испытаний.

BESTIMMUNG DES VITAMINGEHALTES IN LEBENSMITTELN MIT DER HOCHDRUCK-FLÜSSIGKEITS-CHROMATOGRAPHIE (HPLC)

Bognár, A. und P. Molnár

Verfasser geben die wichtigsten Bedingungen der für die Bestimmung von in Lebensmitteln vorhandenen und zugesetzten Vitaminen ausgearbeiteten bzw. adaptierten HPLC-Analysen-methode. Der Gehalt an Vitaminen A, В₁, В₂ und В₆ in den mittels HPLC- und eines traditionellen Verfahrens untersuchten Proben wurde tabellarisch verglichen. Vorteile der HPLC-Methode sind die Schnelligkeit, gute Reproduzier- und Automatisierbarkeit, die insbesondere für Serienuntersuchungen notwendig sind.

Takarmányok és élelmiszerek cisztintartalmának meghatározása ciszteinformában. A redukció mint a cisztinmeghatározás hibaforrása

CSAPÓ JÁNOS és CSAPÓNÉ KISS ZSUZSANNA

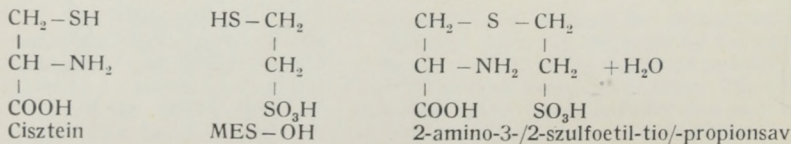
Mezőgazdasági Főiskola Kaposvár

Érkezett: 1985. augusztus 15.

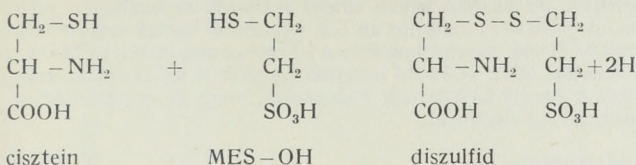
A szerzők egy korábbi tanulmányban (Csapó, 1983) beszámoltak arról, hogy a merkaptó-etán-szulfonsavval végzett fehérjehidroliziskor a vizsgált anyagok triptofántartalma a legnagyobbak adódott az összes hidrolízis módszer között, a módszer hibája viszont, hogy a cisztintartalmat nem lehet vele meghatározni a cisztin ciszteinné történő redukciója és a cisztein és a merkaptó-etán-szulfonsav (MES-OH) szulhidril csoportja között feltételezhetően létrejövő tioéter kötés miatt. Jelen dolgozatukban a cisztein ioncserés oszlopkromatográfiával történő meghatározásáról és a ciszteinen keresztül élelmiszerek és takarmányok MES-OH-as hidrolízissel mért cisztintartalmának meghatározásáról számolnak be. A cisztinból és a MES-OH-ból előállított ciszteint használva standardként, a különböző minták cisztintartalmát a Moore és Stein (1963) által javasolt 6 mólos sósavas, a Liu és Chang (1971) által javasolt 3 mólos para-toluol-szulfonsavas és a Hirs (1956) által javasolt perhangyasavas oxidációt követő 6 mólos sósavas hidrolízis utáni meghatározás eredményeivel jól össze lehet vetni. A cisztein aminosavanalízatoron történő meghatározásánál a mintákhoz hozzáadott cisztint 90%-nál jobb hatásfokkal nyerték vissza.

Penke és munkatársai (1974) a fehérje triptofántartalmának meghatározására MES-HO-val hidrolizálták a fehérjét. A triptofántartalmat 22 órás hidrolízis után 5 analízis átlagában 94,5%-ban kapták vissza, bár a szerzők megjegyzik, hogy módszert nem alkalmazták élelmiszerek triptofántartalmának meghatározására. 1983-ban végzett vizsgálat sorozataink (Csapó, 1983) teljes mértékben alátámasztották fenti szerzők állításait, így mi is az általunk vizsgált hidrolízis módszerek közül a MES-OH-val végzett hidrolízis esetében kaptuk a legnagyobb értéket a triptofánra. A szulfonsavak optimális hidrolízis hőmérsékletén 125 °C-on végezve a hidrolízist, a cisztin kivételével az összes aminosavra megfelelő eredményeket lehet kapni, sőt a redukáló közeg miatt a minták metionintartalma lényegesen magasabb, mint az egyéb hidrolízis módszerek esetében. A módszer igen nagy hátránya a gyakorlód szakember számára, hogy a cisztin redukciója és a MES-OH és a cisztein szulhidril csoportja között valószínűleg létrejövő tioéter kötés miatt cisztint a vizsgált mintákból nem lehet kimutatni. A tioéter kötés létrejöttének közvetett bizonyítéka a képződött kénhidrogén. A kénhidrogén meghatározás alapján közvetlenül azonban nem lehet a tioéter kötésben szereplő cisztein mennyiségére következtetni, mert a kénhidrogén nemcsak ebben a reakcióban keletkezik, hanem származhat a MES-OH bomlásából is a hidrolízis folyamán.

A reakció feltételezett egyenlete a következő:



Livermore és Muecke (1954) szerint a cisztein egyéb jelenlevő szulfhidril vegyületekkel kevert diszulfidokká is képezhető. Fenti állítás szerint feltételezhető egy diszulfidképződés is, melynek valószínű reakció egyenlete a következő:



Bár a tiolok oxidációval szemben rendkívül érzékenyek és már enyhe oxidációs hatásra is diszulfidokká dehidrogénezhetőek, a diszulfidképződéshez vezető reakció a MES-OH redukáló közegében nem valószínű. Sokkal valószínűbb az első reakció, amikor a két szulfhidril csoport között tioéter kötés jön létre.

Annak bizonyítására, hogy vajon a fenti átalakulással kapott 2-amino-3-/2-szulfotil-tio-/propionsav (a továbbiakban tioéter) ioncserés oszlopkromatográfiával elválasztható-e a többi aminosavtól és mennyiségét hozzáadva a redukcióval keletkezett ciszteinhez a minták cisztintartalma meghatározható-e, illetve a cisztein és a kapott esetleg ninhidrin pozitív vegyület valamelyik aminosav csúcsba bemosódva meghamisítja-e annak mérési eredményét, végeztünk kísérleteket. Kísérleteink eredményéről az alábbiakban számolunk be.

1. Anyag és módszerek

1.1. A vizsgált anyagok

Vizsgálatainkat egy alacsony és egy magas cisztintartalmú mintával végeztük el. Alacsony cisztintartalmú mintának a tejpört választottuk, melyet holstein-fríz tehének tőgyéből fejve azonnali liofilizációval állítottuk elő (OE-950. típus. Labor MIM, Magyarország) -50 °C-on. A tejpor nyersfehérje-tartalma 35,4% melyet a Kjell-Foss gyorsnitrogén elemzővel (Kjell-Foss 16 200, Foss Electric, Dánia) határoztuk meg. A magas cisztintartalmú mintának a toll-lisztet választottuk, melyhez a tollat fehér broilerekéről tépéssel nyertük ügyelve arra, hogy a pehely és a fedőtollak aránya lehetőleg azonos legyen a csirke tollarányával. A tollat szárítószekrényben 24 órán át 60 °C-on megszáritottuk, ollóval 2-3 mm-es darabokra összevágtuk, és mikroculatti dörzsmalomban (DFH-48, Janke-Kunkel, NSZK) lisztfinomságúvá megőröltük. A toll-liszt nyersfehérje-tartalma 90,8%. A tejpor esetében a nyersfehérje-tartalmat a $N\% \times 6,38$; a toll-liszt esetében $N\% \times 6,25$ szerint számoltuk.

1.2. Hidrolízis és a hidrolizátum feldolgozása

A vizsgált mintákból - előzetes zsírtalanítás után - 50 mg-ot mértünk be egy előzetesen króm kénsavval mosott 10 cm³-es ampullába. A bemért anyaghoz hozzáadtuk 10 cm³ 3 mólos merkaptó-etán-szulfonsavat (MES-OH) (*Pierce*, Product Number: 25555), és 24 órán át *Liu és Chang* (1971) által javasolt 125 °C-on hidrolizáltuk. Lehűlés után az ampullákat feltörtük, majd pH-ját állandóan só-jég hűtőkeverékben tartva, ügyelve arra, hogy a hőmérséklet a 30 °C-ot ne haladja meg, 4 mólos nátrium-hidroxiddal pH = 2,2-re állítottuk be. Ezt követően az egész hidrolizátumot 50 cm³-es mérőlombikba mostuk át pH = 2,2-es citrát-pufferrel, majd a jelretöltés után Filtrak 388-as szűrőpapíron szűrtük és az automatikus aminosavanalizátorba történő betáplálásig (LKB 4101, LKB Biochrom Ltd., Anglia) -25 °C-on mélyhűtőpulton tároltuk teflonedényekben.

1.3. Analízis

A minták aminosavtartalmának meghatározását az LKB 4101-es típusú automatikus aminosavanalizátorral végeztük MERCK gyártmányú aminosav kalibrációs standardot használva. Az analízis egyéb adatai azonosak az analizátor gépkönyvében leírtakkal. A cisztein standardot az 1.2. fejezetben leírtak szerint állítottuk elő és dolgoztuk fel 50 mg cisztint bemeve a 10 cm³-es ampullába és 125 °C-on 24 órán át 5 cm³ 3 mólos MES-OH-val kezeltük. A reakció lejátszódása után kapott cisztein csúcsot a továbbiakban úgy használtuk, hogy az egyenértékű a megfelelően meghígított 50 mg cisztinnel.

1.4. A kromatogramok értékelése

A minták egyes aminosavjainak mennyiségi kiértékelését a kromatogramon kapott csúcs alatti területnek ismert koncentrációjú aminosav standard csúcs alatti területhez történő hasonlítással végeztük el. A cisztein mennyiségi meghatározására az 1.2. pontban leírtak szerint előállított standardot használtuk.

1.5. Statisztikai analízis

A kapott eredmények középértékét és a szórásokat, a középértékek összehasonlítását, az egyszempontos varianciaanalízis számolását a PTK-1096 típusú zsebszámológéppel (Hiradástechnikai Szövetkezet Budapest, Magyarország) végeztük el. Az összehasonlított mérési eredmények homogenitás vizsgálatát előzetesen Bartlett-próbával elvégeztük.

2. Eredmények

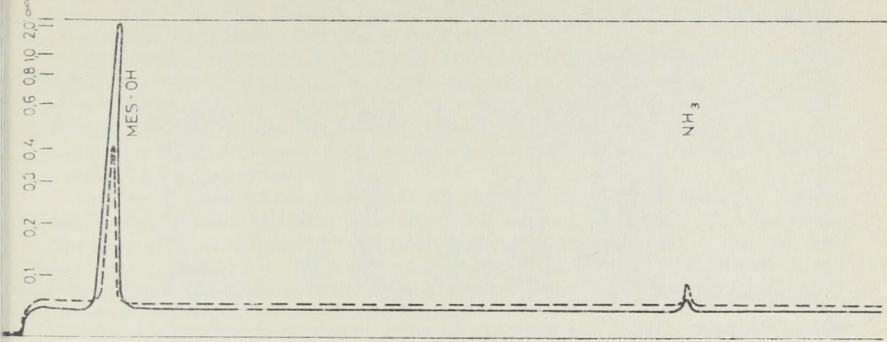
Az 1. ábrán a 24 órán 125 °C-on tartott MES-OH kromatogramja látható. A kromatogramon a front után közvetlenül jelenik meg a ninhidrin pozitív csúcs amelynek abszorpciója 440 nm-en többszöröse az 570 nm-en mért abszorpciónak. A kromatogramon az ammónia helyén az értékelhetőség határán levő ninhidrin pozitív csúcsot kaptunk. (Az ábrákon a következő rövidítéseket használtuk: MES-OH = merkapto-etán-szulfonsav, Asp = aszparaginsav, Thr = treonin, Ser = szerin, Glu = glutaminsav, Pro = prolin, Gly = glicin, Ala = alanin, Val = valin, Met = metionin, Ile = izoleucin, Leu = leucin, Tyr = tirozin, Phe = fenilalanin, NH₃ = ammónia, Lys = lizin, His = hisztidin, Arg = arginin).

A 2. ábrán a 125 °C-on 24 órán át 5 cm³ MES-OH-val kezelt 50 mg cisztin 250 szoros hígítás utáni kromatogramja látható. A MES-OH csúcsa az analízis kezdete után a ciszteinsav helyén jelenik meg, ezt követően a cisztein a prolinhoz igen közel, kissé a glicin felé az analízis 44. percében okoz abszorpciót, és jól értékelhető a minimális mennyiségben jelen levő ammónia. A cisztein 440 nm-en mért fényelnyelése az általunk használt puffer ninhidrin arány mellett 65,4%-kal több (a kapott csúcs alatti területek alapján) mint az 570 nm-en mért fényelnyelés.

A 3. ábrán a MES-OH, a cisztein és az analizátorba betáplálás előtt a hidrolizátumhoz hozzámért 50 mg cisztin 250 szoros hígítása látható. A cisztein csúcs az analízis 44. percében a cisztin csúcs pedig az analízis 57. percében éri el maximumát. A kromatogramon jól értékelhető az ammónia. A 2. és 3. ábrán a MES-OH csúcsa után a kromatogramon nyíllal jelölt helyen jól szembetűnő, bár a mennyiségi analízis szempontjából használhatatlan, a MES-OH-ba részlegesen beleolvadt válcúcsot kaptunk. Mivel az 1. ábrán ezt a csúcsot nem lehet azonosítani, feltételezhető, hogy ez a csúcs a ciszteinhez képest igen kis mennyiségben keletkezett tioéter.

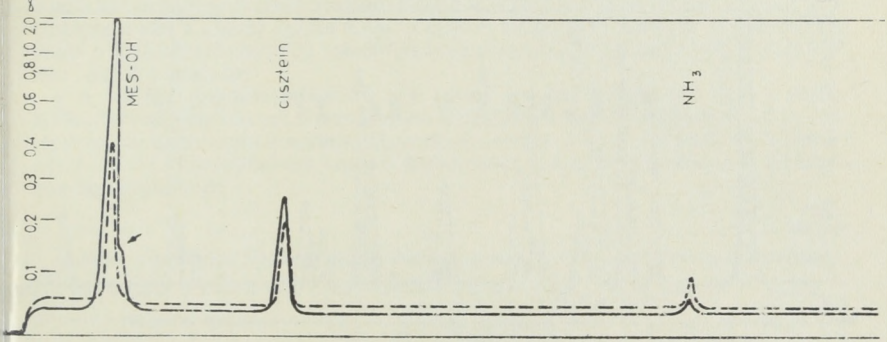
1. ábra

Merkapto - etán - szulfonsav (MES - OH)



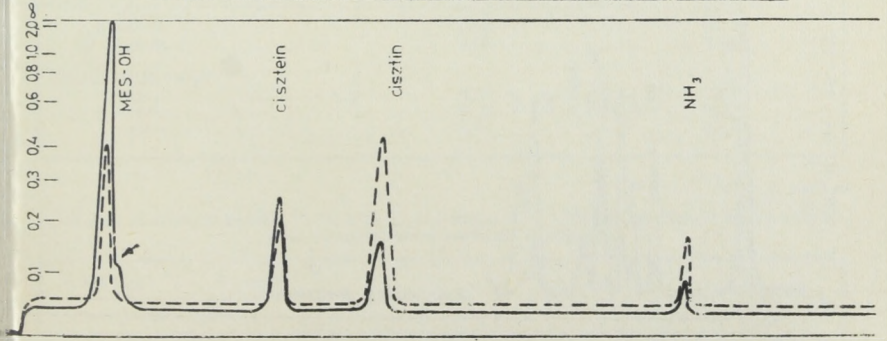
2. ábra

MES-OH + cisztin + 125 °C-on 24 órán át

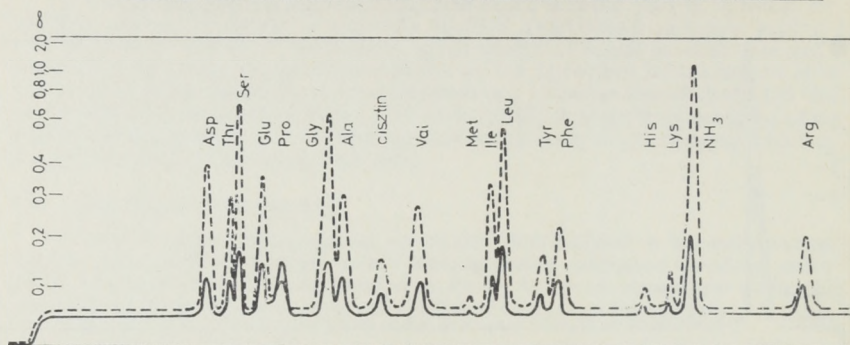


3. ábra

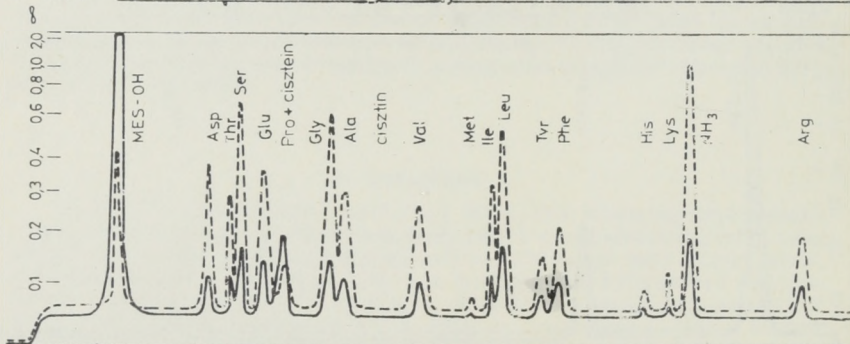
MES-OH + cisztin 125 °C-on 24 órán át + cisztin



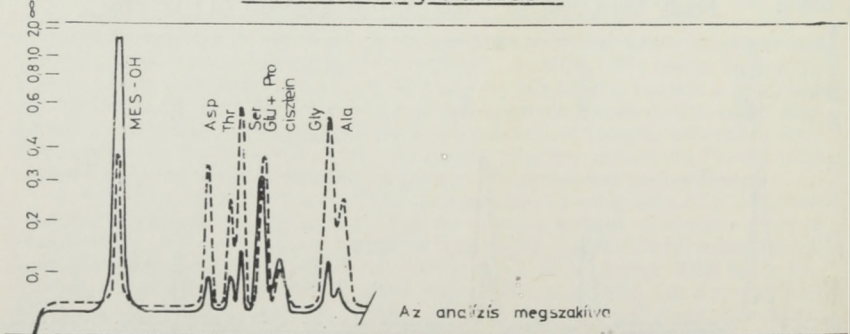
4. ábra A toll-liszt kromatogramja 6 mólos sósavval hidrolizálva



5. ábra A toll-liszt kromatogramja 3 mólos MES-OH-vel hidrolizálva



6. ábra A cisztein meghatározása



A 4. ábrán a toll-liszt 6 mólos sósavval 110 °C-on 24 órán át végzett hidrolízisének eredménye látható. A kromatogramból kiténik, hogy a toll-liszt sok cisztint és igen kevés metionint, lizint és hisztidint tartalmaz. A kromatogramról természetesen hiányzik a MES – OH és a cisztein csúcsa.

Az 5. ábrán a toll-liszt 3 mólos MES – OH-val 125 °C-on 24 órán át végzett hidrolízisének eredménye látható. A MES – OH csúcsa után jelennek meg a savas aminosavak, a prolin és a cisztein csúcsa az alkalmazott pufferrendszerrel összemósodik, külön-külön nem értékelhető, hiányzik az alanin és a valin között a cisztin csúcsa, a többi aminosav pedig a 6 mólos sósavval végzett hidrolízisnél kapott csúcsokkal jól összevethető.

A 6. ábrán látható kromatogramot az alábbiak szerint állítottuk elő. Az ioncserélő oszlop hőmérsékletét 30 °C-ra állítottuk be. Az I. puffer pH-ját 3,25 helyett 3,55-re; az alkohol koncentrációját pedig 1,25-szörösére növeltük. Ezzel elértük, hogy a prolin beleolvadt a glutaminsavba, a prolin helyén a kromatogramon pedig megjelent a jól értékelhető cisztein csúcsa. A prolin csúcsának glutaminsavba mosódását hozzáadott prolinnal ellenőriztük.

A MES – OH és a feltételezetten tioéter csúcs elválását ezzel a módszerrel sem sikerült javítani.

A toll-liszt MES – OH-as hidrolízisét követően meghatároztuk az alacsony cisztintartalmú tejpor aminosavösszetételét is a MES – OH-as hidrolízissel. A kromatogramon a cisztin csúcsa teljesen eltűnt, azonban az igen kis koncentrációk miatt a keletkezett ciszteint semmiféle kromatografálási technika alkalmazásával sem tudtuk kimutatni.

A toll-liszt ciszteintartalmára a 6 mólos sósavas hidrolízissel és a 3 mólos MES – OH-as hidrolízissel 5 párhuzamos vizsgálattal kapott eredményeket 1. táblázatban, az egyszempontos varianciaanalízis eredményeit a 2. táblázatban, a hozzáadott cisztin visszanyerésére végzett kísérleteink eredményeit pedig a 3. táblázatban foglaltuk össze.

1. táblázat

A fehér tyúktoll-liszt cisztintartalma 6 mólos sósavas és 3 mólos MES – OH-as hidrolízissel

Hidrolízis módszer	Cisztintartalom	
	g. aminosav/100 g toll	g. aminosav/100 g fehérje
6 mólos sósav		
átlag	6,33	7,50
± szórás	0,19	0,23
szórás %	3,00	3,10
3 mólos MES – OH		
átlag	6,13	7,26
± szórás	0,29	0,35
szórás %	4,73	4,82

2. táblázat

A toll-liszt cisztintartalmára 6 mólos sósavas és 3 mólos MES – OH-as hidrolízissel kapott eredmények egyszempontos varianciaanalízise

A számláló	A nevező	Kapott F-érték	F-érték a táblázatból	Szignifikancia szint
szabadsági foka				
1	8	1,41	25,42 P = 0,1 %	

A hozzáadott cisztin visszanyerésére végzett kísérletek eredménye

Cisztintartalom (g. aminosav/100 g minta)	Hidrolízis módszer	
	6 mólos sósavas	3 mólos MES-OH-as
Toll-liszt	6,33 (100%)*	6,13 (100%)
99 mg toll-liszt + 1 mg cisztin ...	7,28 (99%)	6,92 (97%)
98 mg toll-liszt + 2 mg cisztin ...	8,19 (98%)	7,84 (96%)
97 mg toll-liszt + 3 mg cisztin ...	9,12 (98%)	8,72 (96%)
95 mg toll-liszt + 5 mg cisztin ...	11,10 (98%)	10,58 (95%)
90 mg toll-liszt + 10 mg cisztin ...	15,99 (98%)	14,63 (91%)

* A zárójelben az elméletileg várható értékhez viszonyított visszanyerés százalékát tüntették fel.

A mennyiségi meghatározásra a 1.2. pontban leírtak szerint előállított cisztein standardot úgy használtuk, hogy azt egyenértékűnek vettük azzal a cisztinnel, amit a cisztein előállításához felhasználtunk és az egyéb átalakulásokat (tioéter, esetleg diszulfid) és a bomlást figyelmen kívül hagytuk.

3. Következtetések

Az 1–6. ábrából világosan kitűnik, hogy a MES-OH-val végezve a fehérjék hidrolízisét, a frontban megjelenik a MES-OH csúcsa, melynek abszorpciója a 440 nm-es hullámhosszon többszöröse az 570 nm hullámhosszon mértnek. Cisztint adva a MES-OH-hoz, a hidrolízist követően a prolin helyén, de kissé a glicinhez közelebb jelenik meg a MES-OH és a cisztin közötti reakció révén keletkezett cisztein. A cisztein fényelnyelése 440 nm-en az általunk használt puffer-ninhidrin arány mellett 65,4%-kal több, mint az 570 nm-en mérté.

A 3. ábrából jól látható, hogy a cisztin jóval később jelenik meg a kromatogrammon, mint a cisztein, és a csúcs jellege, valamint fényelnyelése is egészen más mint a ciszteiné.

A 2. és 3. ábrán a MES-OH-ba részlegesen beleolvadva mennyiségileg értékelhetetlen ninhidrin pozitív csúcs jelent meg a kromatogramon, ami feltételezhetően a keletkezett tioéter. Összehasonlítva a toll-liszt kromatogramját 6 mólos sósavval, illetve 3 mólos MES-OH-val végzett hidrolízis után megállapítható, hogy a 3 mólos MES-OH-as hidrolízis után a kromatogramon eltűnik a cisztin, és a keletkezett cisztein jelentősen megnöveli a prolin csúcsot. Fentiekből következik, hogy normál kromatografálási technikával, amely minden aminosavra közel optimális elválasztást ad, a ciszteint a prolintól nem lehet elválasztani. Ha megnöveljük az I-es puffer pH-ját és alkoholtartalmát, valamint lecsökkentjük az oszlop hőmérsékletét, akkor ezzel a prolin és a cisztein egymástól elválasztható, a cisztein értékelhetővé válik a kromatogramon. Ezzel szemben értékelhetlenné válik a glutaminsav és a prolin és erősen romlik az elválás a glicin és az alanin között.

Az 1. táblázat adataiból a világosan kitűnik, hogy nincs szignifikáns különbség a 6 mólos sósavas hidrolízis után cisztin alakban, vagy a 3 mólos MES-OH-as hidrolízis után cisztein alakban meghatározott cisztintartalom között a toll-liszt esetében, bár a cisztein mérések átlaga valamivel kisebb a cisztinformában meghatározott átlagnál. A 3. táblázat adatai egyértelműen bizonyítják, hogy a hozzáadott cisztint cisztein formában meghatározva 90%-nál jobb hatásokkal lehet visszamérni. Méréseinknél a cisztein standardot cisztinból állítottuk elő, a kapott

ciszteint egyenértékűnek vettük a cisztinnel, figyelmen kívül hagyva az egyéb átalakulásokat és a bomlást. A kapott eredmények ellenére a cisztintartalom meghatározására sorozatmérések esetén véleményünk szerint a MES-OH-as hidrolízis nem használható, mert igaz ugyan, hogy a 6 mólos sósavas és a 3 mólos MES-OH-as hidrolízissel meghatározott cisztintartalomban nincs lényeges különbség és a MES-OH-val a mintához hozzáadott cisztint is 90%-nál jobb hatásokkal lehet visszanyerni, de az analízis körülmények megváltoztatása nem éri meg a fáradságot. Ha MES-OH-s hidrolízis esetén ugyanabból a hidrolizátumból akarnánk meghatározni az összes aminosavat, akkor két külön analízist kellene végezni, hisz a megváltoztatott I-es pufferrel a glutaminsavat és a prolint nem lehet, a glicint és az alanint pedig csak pontatlanul lehet kiértékelni. A módszer hibája azonban ezenkívül az is, hogy csak nagy cisztintartalmú fehérjéknél lehet használni. Alacsony cisztintartalmú anyagoknál, mint amilyenek az élelmiszerek és a takarmányok nagy része, a ciszteint kimutatni igen nehéz.

Az elmondottakat összegezve lehet ugyan nagy cisztintartalmú anyagoknál a MES-OH-as hidrolízissel cisztint meghatározni, de a metodikai nehézségek miatt ez nem ajánlható. Célszerűbb lenne a cisztint külön perhangyasavas oxidációval ciszteinsav formában gyorsított betáplálással (Csapó, 1982) aminosavanalízatoron, illetve Holz (1981) módszere szerint fotometriásan meghatározni.

Vizsgálataink eredményeként tekinthető az is, hogy felhívtuk a figyelmet arra, miszerint a MES-OH-as hidrolízisnél a cisztinből létrejött cisztein a prolin helyén jelenik meg a kromatogramon és ez különösen magas cisztintartalmú fehérjék esetében a prolin vizsgálati eredményeket meghamisíthatja.

I R O D A L O M

- Csapó J. (1982): Gyors módszer élelmiszerek és takarmányok cisztintartalmának meghatározására ioncserés oszlopkromatográfiával. (A quick method for the determination of the cystine content of foods and feeds by means of ion exchange column chromatography). *Élelmiszer-vizsgálati Közlemények*, 4. 163-172.
- Csapó J. (1983): Takarmányok és élelmiszerek aminosav-összetételének meghatározása különböző fehérjehidrolízis módszerekkel. (Determination of amino acid composition of foods and feeds using by different methods of protein hydrolysis). *Élelmiszervizsgálati Közlemények*, 3-4. 159-171.
- Hirs, C. H. W. (1956): The oxidation of ribonuclease with performic acid. *J. Biol. Chem.*, 219. 611-621.
- Holz, F. (1981): Automatisierte, photometrische Direktbestimmung von Methionin und Cystein. *Landwirtsch. Forschung*, 34. 35-50.
- Liu, T. Y. et. Chang, Y. H. (1971): Determination of tryptophan. Hydrolysis of protein with p-toluene-sulfonic acid. *J. Biol. Chem.*, 246. 2842-2848.
- Livermore, A. H.- Muecke, E. C. (1954): Formation of a mixed disulphide of cysteine and glutathione. *Nature*, 173. 265-266.
- Moore, S. et. Stein, W. H. (1963): Chromatographic determination of amino acids by the use of automatic recording equipment. *Methods in Enzymology*, 6. 819-831. x
- Penke, B.- Ferenczy, R. et Kovács, K. (1974): A new acid hydrolysis method for determining tryptophan in peptides and proteins. *Anal. Biochem.*, 60, 45-50.

TAKARMÁNYOK ÉS ÉLELMISZEREK CISZTINTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA CISZTEINFORMÁBAN. A REDUKCIÓ MINT A CISZTIN-MEGHATÁROZÁS HIBAFORRÁSA

Csapó János és Csapóné Kiss Zsuzsanna

A merkaptó-etán-szulfonsavval (MES-OH) végzett fehérjehidrolíziskor a cisztintartalmat nem lehet meghatározni a cisztin ciszteinné történő redukciója és a cisztein és a MES-OH szulfhidril csoportja között feltételezhetően létrejövő tioéter kötés miatt. A MES-OH hatására keletkezett cisztein az ioncserés oszlop-

kromatográfiás meghatározáskor a prolin helyén jelenik meg a kromatogramon és különösen magas cisztintartalmú fehérjék esetében ez az összemosódás a prolin vizsgálati eredményeit meghamisítja. A szerzők által kidolgozott módszerrel a ciszteint és a prolint el lehet választani egymástól, de ezzel egyidőben romlik a glicin és az alanin elválása és a prolin és a glutaminsava gyakorlatilag összemosódik. A fenti metodikai nehézségek miatt a szerzők nem javasolják a cisztin meghatározására a MES—OH-as hidrolizist.

DETERMINATION OF CYSTINE CONTENT OF FEED AND FOOD IN THE FORM OF CYSTEINE. REDUCTION AS THE SOURCE OF ERROR IN CYSTINE DETERMINATION

Csapó, J. and Csapó-Kiss, Zs.

In the protein hydrolysis performed with mercaptoethanesulfonic acid (MES—OH) the cystine content can not be determined because of the reduction of cystine into cysteine and the thioether link presumably formed between the cysteine and the sulfhydryl group of MES—OH. In the ionic exchange chromatographic determination the cysteine formed by the effect of MES—OH appears on the chromatogram in the place of proline, and this overlapping causes error in the proline content, especially in case of proteins with high cystine content. Using the method worked out by the authors cysteine and proline can be separated, but in the same time the separation of glycine and alanine worsens and proline and glutamic acid become unseparable. Owing to the methodical problems mentioned above, the hydrolysis with MES—OH is not recommended by the authors for the determination of cystine.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЦИСТИНА В ФОРМЕ ЦИСТЕИНА В ФУРАЖЕ И ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ. РЕДУКЦИЯ, КАК ИСТОЧНИК ПОГРЕШНОСТИ ПРИ ОПРЕДЕЛЕНИИ ЦИСТИНА

Я. Чапо и Ж. Чапонэ—Кисш

При гидролизе белков, проведенном меркапто-этан-сульфоновой кислотой (MES—OH), невозможно определить содержание цистина из-за редукции цистина в цистеин и возможного образования тио-эфирной связи между цистеином и MES—OH сульфогидрильной группой. Полученный в результате действия MES—OH цистеин, при определении с помощью ионнообменной колончатой хроматографии, появляется на хроматограмме на месте пролина и поэтому, в случае белков с большим содержанием цистина, это совпадение на хроматограмме приводит к неверным результатам определения пролина. Разработанный авторами метод дает возможность отделить цистеин от пролина, однако, при этом, одновременно ухудшается отделение глицина и аланина, и практически, пролин и глутаминовая кислота накладываются друг на друга. Из-за приведенных выше методических трудностей, авторы для определения цистина не рекомендуют гидролиз меркапто-этан-сульфоновой кислотой.

BESTIMMUNG DES CYSTINGEHALTES IN FUTTER-UND
LEBENSMITTELN IN FORM VON CYSTEIN; DIE REDUKTION ALS
FEHLERQUELLE DER CYSTINBESTIMMUNG

Csapó J. und Zs. Cs. Kiss

Bei der Eiweißhydrolyse mit Merkaptoethansulphonsäure (MES-OH) kann der Cystingehalt wegen der Reduktion des Cystin zu Cystein und wegen vermutlichen Entstehen einer Thioäther-Bindung zwischen Cystein und der Sulphydryl-Gruppe von MES-OH nicht bestimmt werden. Das durch MES-OH entstehende Cystein erscheint bei der Ionenaustauscher-Säulenchromatographie auf der Stelle von Prolin, und diese Vermischung verfälscht die Untersuchungsergebnisse für Prolin insbesondere bei Eiweißprodukten mit hohem Cystingehalt.

Mit der von Verfassern ausgearbeiteten Methode können Cytein und Prolin voneinander getrennt werden, aber damit gleichzeitig wird die Trennung von Glycin und Alanin schlechter sowie Prolin und Glutaminsäure werden praktisch vermischt. Wegen dieser methodischen Schwierigkeiten wird die Hydrolyse mit MES-OH für die Bestimmung von Cystin nicht empfohlen.

A SZERKESZTŐSÉGHEZ A KÖVETKEZŐ DOLGOZATOK ÉRKEZTEK

Buza Balázs: Mágneses magrezonancia spektroszkópia (NMR) alkalmazása élelmiszervizsgálatokban

Gábor Miklósné: A spektrofotometriás fehérjetartalom meghatározás alkalmazása új feltárási eljárással különböző húсок és húsipari termékek esetén

Horváthné Almássy Katalin: Újabb módszer fehérje PAGE ferrogramok ezüst színezésére

Ormainé Cserhalmi Zsuzsanna és Kucsora István: Fehérjealapú adalékanyagok emulziókapacitásának meghatározása

Korán Kornél és Gasztonyi Kálmán: Mesterséges élelmiszerszínezékek intenzív folyadékkromatográfiás (HPLC) elválasztása

Zalainé Fundák Rita, Soós Katalin és Gergely Anna: Hazai élővizekből származó halak összeshigany és metil-higany tartalmának vizsgálata

Szabó Erzsébet, Molnár Pál, Gólya Istvánné és Ács Pál: Érzékszervi körvizsgálat eredményei üdítőitaloknál

Tájékoztató

az élelmiszerek fogyaszthatósági határidejének, ill. minőségmegőrzési időtartamának megállapítására vonatkozó eljárásról

Az élelmiszerek fogyaszthatósági határidejének és minőségmegőrzési időtartamának megállapításánál az élelmiszerekről szóló 1976. évi IV. törvény (ÉT) és a végrehajtására kiadott rendelkezések (ÉT. 22. § és a kiegészített és módosított 25/1976. (VII. 11.) MÉM sz. rendelet 41–44. §, valamint az Állategészségügyi és Élelmiszerhigiéniai Főosztály Közleménye MÉM É. 1983. 15. száma) alapján kell eljárni.

Az időtartamok meghatározása érdekében tárolási kísérleteket kell végezni. A területileg illetékes megyei (fővárosi) állategészségügyi és élelmiszer ellenőrző állomások megbízás alapján – vizsgálati díj ellenében – a tárolási kísérletek végzésében részt vehetnek. A kísérletek tervezésénél és kivitelezésénél a következők szerint célszerű eljárni.

A tárolási kísérletek végrehajtásának szakaszai

1. Tárolási terv készítése

A tárolási kísérletek végrehajtása előtt *célszerű* – az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központtal előzetesen egyeztetett – tárolási tervet készíteni, melynek a következőket kell tartalmaznia:

- a termék megnevezését,
- a vizsgálandó termék összetételének rövid leírását,
- az alkalmazott csomagolóanyag, ill. csomagolási mód ismertetését,
- a tárolási körülmények leírását,
- a tárolás során vizsgálandó tulajdonságok kijelölését,
- a vizsgálati módszerek és minősítő normák rövid leírását vagy utalást a szabványra, előírásra, mely szerint végzik,
- a tárolás várható időtartamát,
- a vizsgálatok gyakoriságát.

2. A minta kiválasztása

A legyártott készletből a szükséges számú sértetlen csomagolású elemi mintát véletlenszerűen kell kivenni. Mintavételre olyan tételt kell kiválasztani, melynek gyártási körülményei, üzemi átfutása (nyersanyagtárolás, technológia, csomagolás stb.) az átlagosnak megfelelő. Ha az azonos elnevezésű termékek gyártási körülményeiben lényeges eltérések vannak (pl. friss és tartósított nyersanyagból készül, különböző típusú csomagolásban forgalmazzák), akkor a tárolási kísérleteket mindegyik „körülmény kombinációra” el kell végezni.

3. A tárolási körülmények meghatározása

A mintát a termékszabvány vagy egyéb rá vonatkozó előírásban rögzített körülmények között kell a kísérlet alatt tárolni.

- A romlási folyamatot a hőmérséklet jelentős mértékben befolyásolja. Ezért a tárolási kísérleteket legalább két hőmérsékleten, a kívánatos, és a feltételezhető legkedvezőtlenebb hőmérsékleten *szükséges* elvégezni. Ha a romláshőfok összefüggésben jelentős minőségváltozás várható, célszerű kettőnél több hőmérsékleten elvégezni a tárolási kísérletet.
- Vízgőz áteresztő csomagolású élelmiszert két különböző páratartalmú térben kell vizsgálni.

- A fényérzékeny élelmiszert sötét és világos helyen egyaránt kell vizsgálni.
- Ha hűtött tárolás az előírás, – a kereskedelmi hűtőlánc megbízhatatlansága miatt – a tárolási kísérletet szobahőmérsékleten is el kell végezni.
- Gyorsfagyasztott élelmiszerek esetében a tárolási kísérleteket az előírt optimális tárolási hőmérsékleten és egy, a fagyponthoz közeli olyan hőmérsékleten is el kell végezni, melyen a termék még fagyott állapotban tartható.

4. A vizsgálandó kritikus jellemzők kiválasztása

A kritikus jellemzőt a szabványban előírt tulajdonságok közül kell kiválasztani.

- Az eddigi tapasztalatok azt mutatják, hogy a tárolás során az érzékszervi tulajdonságok vagy ezek közül egyesek változnak a leggyorsabban. Ez utóbbi esetben a kritikus jellemző nem az érzékszervi összképet jellemző összpontszám, hanem a leggyorsabban romló érzékszervi tulajdonságra, ill. tulajdonságokra külön adott értékelés.
- Az összetételi jellemzők közül a fogyaszthatóság szempontjából legfontosabb paramétereket kell jelölni és változásukat figyelemmel kísérni.
- A mikrobiológiai minőség (mely a romlást okozó és az egészségre káros mikroorganizmusok tevékenységétől függ) szintén kritikus jellemző. Vizsgálata tehát elengedhetetlen párhuzamosan, illetve egyidőben az érzékszervi vizsgálattal. A 6/1978. (VII. 14.) EüM. sz. r. értelmében az élelmiszereknek a fogyaszthatóságra, illetőleg a minőség megőrzésére vonatkozó időpontig – utóbbi meghosszabbítása esetén annak időpontjáig – meg kell felelnie az élelmiszerélelmiszerügyi mikrobiológiai követelményeknek. Ezért a tárolási kísérlet során a rendelkezés megfelelő mikrobiológiai vizsgálatokat úgy kell elvégezni (megfelelő időpontban és gyakorisággal), hogy az eredmény alapján megítélhető legyen, hogy a kívánt időpontig az élelmiszer aggálymentesen fogyasztható-e. A tárolás alatti vizsgálatokat ki kell terjeszteni – a szűkebb körű mérteknél – a romlást okozó mikroorganizmusok meghatározására is, amelyek elsősorban az élelmiszerek érzékszervi tulajdonságait befolyásolják (pl. zavarosság, savanyodás).

5. A tárolási kísérletek időtartama, vizsgálatok gyakorisága

- A fogyaszthatósági határidőt, illetve a minőségmegőrzési időtartamot az élelmiszer-előállítási folyamatának befejezésétől kell számítani. A tej- és húspari termékeknél a 6010/1982. (MÉM. É. 16. sz.) számú MÉM állásfoglalás az irányadó.
- A tárolási kísérletet annyi ideig kell folytatni, míg a termék élelmiszerélelmiszerügyi, mikrobiológiai állapota, érzékszervi tulajdonsága, valamint a jó gyártási gyakorlat megvalósítása azt valószínűsíti, illetve, míg a termék minősége az előírt minimális szint alá csökken. A romlási görbe felvételéhez legalább 5 adat szükséges. Ezért a kísérlet várható idejét több, de legalább 4 szakaszra kell osztani, és az időszakok végén a kijelölt kritikus tulajdonságok vizsgálatát el kell végezni.
- Az elemi minták esetleges inhomogenitása zavaró hatásának csökkentésére az egyes minőségi jellemzőket 2–3 elemi mintából párhuzamosan kell meghatározni és az eredmények számtani átlagát kell a továbbiakban használni.
- Azokat a kémiai-fizikai jellemzőket, melyek a tárolás során nem változnak, a kísérlet kezdetén egy esetben, a tárolás során feltehetően változókat pedig a tárolási kísérlet során folyamatosan a mikrobiológiai és érzékszervi vizsgálatokkal egyidőben kell vizsgálni.

6. A tárolási kísérletek értékelése

A tárolási kísérletek befejezését követően a vizsgált minőségi jellemzők változását a tárolási idő függvényében ábrázolva meg kell határozni, hogy értékük

mennyi idő alatt csökken vagy emelkedik a termékszabvány vagy egyéb előírásban megengedett érték alá vagy fölé. Az így kapott időtartamok közül a legrövidebb (a leggyakrabban változó, kritikus minőségi jellemző által meghatározott) a fogyaszthatósági határidő, illetve a minőségmegőrzési időtartam. A javasolt minőségmegőrzési időtartam a meghatározottnál 1/3-mal rövidebb legyen.

7. *A fogyaszthatósági határidő, illetve minőségmegőrzési időtartam megállapítása*
A tárolási kísérletek eredményeit az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ (1095, Budapest, Mester u. 81.) részére kell felterjeszteni.

A 3 teljes példányban felterjesztett dokumentációnak tartalmaznia kell:

- a) A gyártástechnológia és a tárolási kísérlet rövid, szabatos leírását;
- b) a tárolási kísérlet eredményei alapján javasolt fogyaszthatósági határidőt, illetve minőségmegőrzési időtartamot;
- c) Mellékletben:
 - a kiválasztott jellemző vizsgálati eredményeit táblázatosan a tárolási hőmérséklet és a tárolási idő függvényében (ha az előírttól eltérő hőmérsékletű tárolásra is sor került, akkor külön táblázatban ennek eredményeit);

Vizsgált jellemző	Tárolási hőmérséklet ... °C	Tárolási hőmérséklet ... °C
	Tárolási idő ban	Tárolási idő ban

- a fogyaszthatósági határidőt, illetve minőségmegőrzési időtartamot meghatározó kritikus jellemző időbeli változását (kritikus jellemző – tárolási idő) mutató diagramot; (ha az előírttól eltérő hőmérsékletű tárolás is volt, akkor külön az erre vonatkozó diagramot is), valamint ajánlatos
- a területileg illetékes Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás szakvéleményét is megadni.

Az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ véleményezi a beküldött dokumentációkat és véleményével együtt megküldi szakintézeti egyeztetésre az Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézethez (OÉTI), valamint a Kereskedelmi Minőségellenőrző Intézethez (KERMI). Egyetértés esetén a javasolt fogyaszthatósági határidőt, illetve minőségmegőrzési időtartamot felterjeszti a Mezőgazdasági és Élelmezésügyi Minisztériumnak (MÉM) jóváhagyásra. A MÉM a jóváhagyott fogyaszthatósági határidőt, illetve minőségmegőrzési időtartamot a MÉM Értesítőben közlemény formájában teszi közzé.

Minőségmutató-képzés az üdítőitalokra

A minőségmutató-képzés módosításáról, esetleges kiterjesztéséről új termékek megjelenése, új szabvány stb. függvényében – előállítói, ill. hatósági élelmiszer-minőségellenőrzés kezdeményezésére – a MÉM Állategészségügyi és Élelmiszer-higiéniai Főosztálya rendelkezik.

1. Fogalommeghatározás

Az üdítőitalok minőségmutatója a kiválasztott legfontosabb minőségi jellemzők természetes mértékegységben kifejezett mérőszámai egy- vagy többlépcsős transzformálásának és összegezésének az eredménye, amely egy mérőszámban fejezi ki az üdítőitalok minőségét. A termék-minőségmutató megfelelő összegzése után egy vagy több termékcsoport, főtermékcsoport, ill. üzem, vállalat, iparág termékei minőségi színvonalának jellemzésére is alkalmas.

Az üdítőitalok minőségmutatóját, melynek maximális értéke 4,00, jelenleg a következő mutatókomponensekből (tulajdonságcsoportok transzformált mérőszámaiból) kell képezni:

MK_1 = érzékszervi mutatókomponens

MK_2 = összetételi mutatókomponens

MK_3 = térfogat mutatókomponense

MK_4 = csomagolás és jelölés mutatókomponense

Ha egy termék mutatóképzésében valamennyi mutatókomponens (tulajdonságcsoport) szerepel, akkor egy-egy tulajdonságcsoport mutatókomponensének maximális értéke 1,00.

2. A minőségmutató-képzés köre

Jelen előírás szerint kell képezni az MSZ 21388/1. sz. szabvány hatálya alá tartozó ipari csomagolású szénsavas alkoholmentes üdítőitalok minőségmutatóját. A mutatóképzés a csendes üdítőitalok kivételével valamennyi alapanyag-változatú termék valamennyi kiserelési egységére kiterjed.

A termékek besorolását a minőségmutatóképzéshez az 1. melléklet tartalmazza. A minőségmutató-képzést értelemszerűen kell alkalmazni a mutatóképzésbe bevont termékkör új választékaira is.

3. A minőségmutató képzése

3.1. Általános képzési elvek

Az üdítőitalok minőségmutató képzésének az alapelve, hogy a mutatókomponensek pontszámait – a térfogat és szárazanyag mutatóképzése kivételével – egy minta mérési eredményéhez kell rendelni. Egy termék minőségmutatója az egyes mutatókomponensek, ill. számtani átlaguk összege. A minőségmutatóképzés a gyártmánykönyvi adatokra épül. Az érzékszervi tulajdonság minden esetben elsődrendűen kritikus jellemző, ami azt jelenti, hogy az érzékszervi mutatókomponens 0,00 értéke valamennyi többi jellemző mutatókomponensének értékét – függetlenül azok nagyságától – törli és így a minta (termék) minőségmutatója is 0,00. Pontszám nélküli elsődrendűen kritikus jellemző az ártalmas vegyi szennyeződésnek a megengedett (4/1978. EüM. sz. rendelet) meghaladó értéke és az élelmézéségszégügyi határértékek (6/1978. EüM. sz. rendelet) túllépése.

Az összetételei mutatókomponensen belül kijelölt kritikus jellemző (szénsavtartalom) nem megfelelő érték (a részkomponens pontszáma 0,00) esetén törli a többi összetételei jellemző részkomponensének (pontszámának) értékét úgy, hogy az összetételei mutatókomponens értéke 0,00.

A fogyasztói kiszerelesű termékeknél pontszám nélküli kritikus jellemző a jelölés és ha nem megfelelő, a csomagolásra adott pontszámot törli.

3.2. Érzékszervi mutatókomponens (MK_1)

Az érzékszervi bírálat végrehajtását és a minősítést a szabványelőírásoknak megfelelően kell végezni. Az érzékszervi tulajdonságok elsőrendűen kritikus jellemzők. Az érzékszervi mutatókomponens képzésénél az érzékszervi összpontszámon túlmenően az egyes tulajdonságsoportokra előírt minimális pontszám teljesülése is követelmény. Az érzékszervi mutatókomponens képzési módját a 2/1 – 2. mellékletek 1. fejezetei tartalmazzák.

3.3. Összetételei mutatókomponens (MK_2)

A vizsgálatokat az érvényes szabványokban, ill. a Módszerkönyvben leírt módszerekkel kell végezni.

A szénsavtartalom mérési eredményekhez egyenként kell a rész-mutatókomponenst hozzárendelni, majd átlagolni. Amennyiben a szénsavtartalom az érvényes minősítő előírások szerint nem megfelelő, az összetételei mutatókomponens – a jellemző kiritikusságát figyelembevéve – 0,00. A minőségmutatóképzéshez a vizoldható szárazanyag-tartalom értékelését az alábbiak szerint kell végezni úgy, hogy a szénsav- és szárazanyag-tartalom mérések száma azonos legyen:

- Megfelelő egyedi szénsavtartalom értékek esetén a szárazanyag-tartalom mérési eredmények átlagához rendeljük a részmutatókomponenst.
- Ha a szénsavtartalom értékek között nem megfelelő is előfordul, de a termék szénsavtartalma a – 10, ill. + 20 %-os határhoz viszonyítva a hatálys minősítő előírásoknak megfelel, akkor a szárazanyag-tartalom mérési eredményekhez a szénsavtartalom kiritikusságát figyelembevéve egyenként kell a részmutatókomponenseket hozzárendelni, majd átlagolni.

Az összetételei mutatókomponens-érték szénsavas, nem diabetikus üdítőitalok esetén a szénsav- és szárazanyag-tartalom mérési eredményekhez rendelt pontszámok átlagának az összege, amennyiben a szénsavtartalomra kapott részmutatókomponens értéke nem 0,00.

Az összetételei mutatókomponens képzési módját a 2/1 – 2. mellékletek 2. fejezetei tartalmazzák.

3.4. Térfogat-mutatókomponens (MK_3)

A térfogatmutatókomponenst a mérési eredmények átlagához kell rendelni. Pontszám nélküli kritikus jellemző az egyedi térfogattűrési. Ha a terméknekgyed térfogata nem éri el a névleges érték 93%-át, akkor a térfogatmutatókomponense 0,00.

A térfogatmutatókomponens képzési módját a 2/1 – 2. mellékletek 3. fejezetei tartalmazzák.

3.5. Csomagolás-jelölés mutatókomponense (MK_4)

A csomagolás jelölés elbírálása előtt az érvényes előírások alapján a csomagolás jelölés szabványos követelményeinek kielégítéséről kell meggyőződni. Ha a csomagolás jelölés a szabványos követelményeket nem elégítik ki, a mutatókomponens 0,00. Amennyiben a csomagolás jelölés a követelményeknek megfelel, a csomagolás jelölés színvonalának értékelését 13 palackon vagy gyűjtőcímkén egyenként kell elvégezni.

A jelölés pontszám nélküli kritikus jellemző, a nem megfelelő jelölésű palack-csomagolás-jelölés mutatókomponense 0,00.

A csomagolás-jelölés mutatókomponense – a jelölés kritikusságát mind a palackon, mind a gyűjtőcímkén figyelembevéve – az egyedenként értékelt 13 palack csomagolására adott átlagpontszám.

A csomagolás-jelölés mutatókomponens képzési módját a 2/1 – 2. melléklet 4. fejezetei tartalmazzák.

4. A minőségmutatók eredmények vezetése, nyilvántartása

A minőségmutató termékcsoportok szerinti vezetésének ajánlott módját a 3. melléklet tartalmazza. A minőségmutató és az azokhoz tartozó vizsgálati eredmények dokumentálása olyan legyen, hogy azok vezetésének helyessége ellenőrizhető legyen.

A vizsgálatok gyakoriságáról és a vezetendő nyilvántartásokról belső (hatósági, vállalati, illetve üzemi) szabályzatok rendelkeznek.

5. Előállítói, hatósági és komplex minőségmutató összegzése

Az üzemekben az egyes termékcsoportokra célszerű havonta minőségmutatót képezni az adatok számtani átlagolásával. A havi minőségmutatók volumenarányos átlagolásával kell képezni a termékcsoport üzemi, vállalati, ipari eredő minőségmutatóját éves szinten. Az előállítói minőségmutató összefoglaló számítására ajánlott táblázatot a 4. melléklet tartalmazza.

A hatósági minőségmutatók adatok összesítése a vizsgált tétel szám szerint súlyozva történik. A komplex minőségmutató a hatósági és ipari minőségmutatók számtani átlaga. A minőségi színvonal változásának egységes megítéléséhez az 5. mellékletben foglaltak adnak támpontot.

1. melléklet

Termékek csoportosítása a minőségmutató-képzéshez

Főtermék-csoport	Termékcsoport	Termékek, ill. vonatkozó szabványok
Szénsavas üdítőitalok	szőlő alapú üdítőitalok	MSZ 21338/1 szerint, diabetikusok kivételével
	egyéb hazai gyümölcs alapú üdítőitalok	MSZ 21338/1 szerint (alma, körte, ribizske, meggy, málna, vegyes gyümölcs, bodza, őszibarack, kajszibarack stb.), diabetikusok kivételével
	citrusfélék	MSZ 21338/1 szerint (citrom, narancs, graep fruit), diabetikusok kivételével
	colafélék	MSZ 21338/1 szerint, diabetikusok kivételével
	tonik típusú üdítőitalok	MSZ 21338/1 szerint, diabetikusok kivételével
	egyéb üdítőitalok	MSZ 21338/1 szerint, a gyümölcsízű üdítőitalok, továbbá az egyéb, be nem sorolható ízesítésű üdítőitalok (pl. banán, mangó), diabetikus kivételével
	diabetikus üdítőitalok	MSZ 21338/1 szerint, ízesítésről függetlenül

Szénsavas, nem diabetikus üdítőitalok minőségmutató-képzése*

1. Érzékszervi tulajdonság** (MK₁)

MSZ 21338/2 szerint vizsgálva

 \bar{X} = bármely tulajdonságcsoport átlagpontszáma

Súlyozott összpontszám		Pontszám
és	17,6 – 20 $\bar{X} \geq 2,8$	1,00
és	15,2 – 17,5 $\bar{X} \geq 2,8$	0,75
és	13,2 – 15,1 $\bar{X} \geq 2,8$	0,50
és	11,2 – 13,1 $\bar{X} \geq 2,8$	0,25
vagy	< 11,2 $\bar{X} < 2,8$	0,00

* Az 1. sz. melléklet szőlő alapú, egyéb hazai gyümölcs alapú, citrusfélék, colafélék, tonik típusú, egyéb üdítőitalok termékcsoportjaira vonatkozik.

** Elsőrendűen kritikus jellemző.

2. Összetételei jellemzők (MK₂)

2.1. Szénsavtartalom*

N = névleges, gyártmánykönyvben

szereplő érték g/l

X = mért érték g/l

Minőségi jellemző	Pontszám
$N + 0,10N \geq X \geq N - 0,05N$	0,50
$N - 0,05N > X \geq N - 0,10N$ vagy $N + 0,20N \geq X > N + 0,10N$	0,25
$X < N - 0,10N$ vagy $X > N + 0,20N$ vagy $X > 8,2$	0,00

* Kritikus jellemző

2.2. Vizoldható szárazanyag-tartalom

N = névleges szárazanyag-tartalom (t%)

X = mért szárazanyag-tartalom (t%)

Minőségi jellemző	Pontszám
$N \pm 0,3 \text{ t\%} \geq X \geq N - 0,3 \text{ t\%}$	0,50
$N - 0,3 \text{ t\%} > X \geq N - 0,5 \text{ t\%}$ vagy $N + 0,5 \text{ t\%} \geq X > N + 0,3 \text{ t\%}$	0,25
$X < N - 0,5 \text{ t\%}$ vagy $X > N + 0,5 \text{ t\%}$	0,00

3. Térfogat (cm³) (MK₃)
Átlagtérfogat

Minőségi jellemző			Pontszám
N = 200 cm ³	N = 250 cm ³	N = 1000 cm ³	
≥ 197	≥ 246	≥ 986	1,00
és bármelyik elemi minta			
≥ 186	≥ 232	≥ 930	
195,6 – 196,9	244,3 – 245,9	979,3 – 985,9	0,75
és bármelyik elemi minta			
≥ 186	≥ 232	≥ 930	
194,3 – 195,5	242,6 – 244,2	972 – 979,2	0,50
és bármelyik elemi minta			
≥ 186	≥ 232	≥ 930	
193 – 194,2	241 – 242,5	966 – 972,5	0,25
és bármelyik elemi minta			
≥ 186	≥ 232	≥ 930	
< 193	< 241	< 966	0,00
vagy bármelyik elemi minta			
< 186	< 232	< 930	

4. Csomagolásjelölés (MK₄)

Csomagolás	Pontszám
Kifogástalan kivitelezésű csomagolás, vagy legfeljebb kisebb, a fogyasztó tájékozódását nem befolyásoló esztétikai hibák (kismértékű kopás a litográfián vagy a szitanyomáson; ferde, vagy kissé gyűrött, vagy kissé beszakadt címke)	1,00
Éles végződésektől mentes, kézzel nyitható csavarzár	
A fogyasztó tájékozódását megnehezítő esztétikai hibák (erősebb kopás, rozszul olvasható szitanyomás v. litográfia, v. rekeszkártya). Csak segédeszközzel nyitható vagy körbefogó csavarzár kisebb szennyeződés a palackon, címkén vagy záróelemen.	0,50
Csorba vagy törött, haszálrepedt üveg, a palack folyat; erősebben szennyezett üveg vagy címke, vagy záróelem; olvashatatlan szitanyomás vagy litográfia; olyan mértékben szakadt címke, hogy azon egyes feliratok nem olvashatók; rozsdás záróelem; idegen anyag	0,00

Jelölés***

megfelelő;

A jelölés mind az egyedi, mind a gyűjtőcsomagoláson az előírásoknak megfelelő; a dátum jól olvasható, egyértelmű jelölés.

nem megfelel;

A jelölés akár az egyedi, akár a gyűjtőcsomagoláson nem felel meg az előírásoknak, vagy a dátum olvashatatlan, vagy nem egyértelmű a jelölés.

*** Pontszám nélküli kritikus jellemző

Szénsavas diabetikus üdítőitalok minőségmutatóké-pzése

1. Érzékszervi tulajdonság** (MK₁)

MSZ 21338/2 szerint vizsgálva

 \bar{X} = bármely tulajdonságcsoport átlagpontszáma

Súlyozott összpontszám		Pontszám
és	17,6 – 20 $\bar{X} \geq 2,8$	1,00
és	15,2 – 17,5 $\bar{X} \geq 2,8$	0,75
és	13,2 – 15,1 $\bar{X} \geq 2,8$	0,50
és	11,2 – 13,1 $\bar{X} \geq 2,8$	0,25
vagy	< 11,2 $\bar{X} < 2,8$	0,00

** Elsőrendűen kritikus jellemző

2. Összetételei jellemzők (MK₂)

2.1. Szénsavtartalom

N = névleges, gyártmánykönyvben szereplő érték g/l

X = mért érték g/l

Minőségi jellemző	Pontszám
$N + 0,10N \geq X \geq N - 0,05N$	1,00
$N - 0,05N > X \geq N - 0,10N$ vagy $N + 0,20N \geq X > N + 0,10N$	0,50
$X < N - 0,10N$ vagy $X > N + 0,20N$ vagy $X > 8,2$	0,00

3. T_{ér}fogat (cm³) (MK₃)

Átlagtérfogat			Pontszám
N = 200 cm ³ ≥ 197	N = 250 cm ³ ≥ 246	N = 1000 cm ³ ≥ 986	1,00
és bármelyik elemi minta			
≈ 186	≈ 232	≈ 930	
195,6 – 196,9	244,3 – 245,9	979,3 – 985,9	0,75
és bármelyik elemi minta			
≈ 186	≈ 232	≈ 930	
194,3 – 195,5	242,6 – 244,2	– 972,6 – 979,2	0,50
és bármelyik elemi minta			
≈ 186	≈ 232	≈ 930	
193 – 194,2	241 – 242,5	966 – 972,5	0,25
és bármelyik elemi minta			
≈ 186	≈ 232	≈ 930	
< 193	< 241	< 966	0,00
vagy bármelyik elemi minta			
< 186	< 232	< 930	

4. Csomagolásjelölés (MK₄)

Csomagolás	Pontszám
Kifogástalan kivitelezésű csomagolás, vagy legfeljebb kisebb, a fogyasztó tájékozódását nem befolyásoló esztétikai hibák (kismértékű kopás a litográfián vagy a szitanyomáson; ferde vagy kissé gyűrött, vagy kissé beszakadt címke) Éles végződésektől mentes, kézzel nyitható csavarzár.	1,00
A fogyasztó tájékozódását megnehezítő esztétikai hibák (erősebb kopás, rozszul olvasható szitanyomás, v. litográfia, v. keresztkártya). Csak segédeszközzel nyitható vagy körbeforgó csavarzár Kisebb szennyeződés a palackon, címkén vagy záróelemen.	0,50
Csorba vagy törött, hajszálepedt üveg, a palack folyat; erősebben szennyezett üveg vagy címke vagy záróelem; olvashatatlan szitanyomás vagy litográfia; olyan mértékben szakadt címke, hogy azon egyes feliratok nem olvashatók; rozsdás záróelem; idegen anyag	0,00

Jelölés***

megfelelő:

A jelölés mind az egyedi, mind a gyűjtőcsomagoláson az előírásoknak megfelelő; a dátum jól olvasható, egyértelmű jelölés.

nem megfelelő:

A jelölés akár az egyedi, akár a gyűjtőcsomagoláson nem felel meg az előírásoknak, vagy a dátum olvashatatlan, nem egyértelmű a jelölés.

*** Pontszám nélküli kritikus jellemző

Vállalat

4. melléklet

Üzem

Összefoglaló táblázat az üdítőitalok minőségmutatójának alakulásáról

Termékcsoport, Főtermékcsoport megnevezése	Összes termelés (hl)	Mutatókomponens				Minőségmutató
		MK ₁ (Érzékszervi)	MK ₂ (összetételi)	MK ₃ (térfogat)	MK ₄ (csomagolás- jelölés)	
Szőlő alapú	V ₁	MK ₁₁	MK ₂₁	MK ₃₁	MK ₄₁	MM ₁
Egyéb hazai gyümölcs alapú	V ₂	MK ₁₂	MK ₂₂	MK ₃₂	MK ₄₂	MM ₂
Citrusfélék	V ₃					
Colafélék	V ₄					
Tonikfűszű	V ₅					
Egyéb üdítők	V ₆					
Diabetikus	V ₇					
Szénsavas üdítőitalok Vállalat/üzem mindösszesen	V _E	MK _{1E}	MK _{2E}	MK _{3E}	MK _{4E}	MM _E

$$V_E = V_1 + V_2 + \dots + V_7$$

$$MM_E = MK_{11} + MK_{21} + MK_{31} + MK_{41}$$

$$MK_{1E} = \frac{V_1 \cdot MK_{11} + V_2 \cdot MK_{12} + \dots + V_7 \cdot MK_{17}}{V_E}$$

$$MM_E = MK_{1E} + MK_{2E} + MK_{3E} + MK_{4E}$$

A minőségi színvonal változásának megítélése

Tételszám a vizsgált időszakban n_v		A tárgyévi és az előző évi minőségmutató értékeinek különbsége ($MM_v - MM_b = \Delta MM$)				
		változatlan	kismértékben javult	javult	kismértékben romlott	romlott
		ha a változás				
Előírás	150 alatt	$< \pm 0,04$	+ 0,05 és + 0,08 között van	+ 0,08-nál nagyobb	- 0,05 és - 0,08 között van	- 0,08-nál nagyobb
	150 felett	$< \pm 0,02$	+ 0,03 és + 0,05 között van	+ 0,05-nél nagyobb	+ 0,03 és - 0,05 között van	- 0,05-nél nagyobb

MM_b = minőségmutató bázisévben
 MM_v = minőségmutató tárgyévben

SZABVÁNYISMERTETŐ

Összeállította: Katona Ábrisné

Az 1986. január 1. és 1986. június 30. közötti időszakban a következő országos és ágazati élelmiszeripari szabványokat hagyták jóvá, módosították vagy hatálylanították:

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatályba- lépés (hatály- talanítás) időpontja
9609 – 85	Vaj (az MSZ 9609 – 80 korszerűsítése)	1986. 04. 01
12254 – 85	Pasztőrözött és ultrapasztőrözött tej (az MSZ 12254 – 79 és MSZ 12254 – 79 M korszerűsítése)	1986. 02. 01
12274 – 85	Termelői tejszín (az MSZ 12274 – 72 korszerűsítése)	1986. 04. 01
12284 – 85	Edámi sajt (az MSZ 12284 – 78 korszerűsítése)	1986. 04. 01
828 – 85	A cukor gyártásközi termékeinek gyors mikrobiológiai vizsgálata (új szabvány)	1986. 04. 01
6313 – 85	Birs (az MSZ 6313 – 74 korszerűsítése)	1986. 04. 01
19944 – 85	Tojásgyümölcs (az MSZ 19944 – 74 korszerűsítése)	1986. 04. 01
6337 – 85	Retek (az MSZ 6337 – 76 korszerűsítése)	1986. 04. 01
14484 – 85	Citrustermékek illóolaj-tartalmának meghatározása (új KGST SZT 3448 – 81)	1986. 04. 01
19815 – 85	Zsírok és olajok sűrűségének meghatározása (az MSZ 19615 – 74 korszerűsítése)	1986. 04. 01
21386 – 85	Gyorsfagyasztott gombóc (új szabvány)	1986. 04. 01
9463 – 85	Borok extrakttartalmának meghatározása piknométeres módszerrel (az MSZ 9463 – 72 korszerűsítése KGST SZT 4255 – 83)	1986. 07. 01 1986. 07. 01
19561 – 85	Étkezési sertéstépertő és sültzalonna előírásai (hibák helyesbítése)	
14475/38 – 85	Peszticid maradékok vizsgálata élelmiszerekben. Fenarimol meghatározása nagy víztartalmú terményekben (új szabvány)	1986. 04. 01
20490 – 85	Sütőipari terminológia (új szabvány)	1986. 04. 01
6367/8 – 85	Élelmезési, takarmányozási, ipari magvak és hántolt termények vizsgálata. Állati kártevők és kártételük kimutatása (az MSZ 6367/8 – 76 korszerűsítése)	1986. 07. 01
6229 – 85	Kínai kel (új szabvány)	1986. 07. 01
919 – 85	Vágott házinyúl (új szabvány)	1986. 07. 01
20633/2 – 85	Cukordrazsé. Mintavétel, vizsgálat és minősítés (az MSZ 20633/2 – 75 korszerűsítése)	1986. 07. 01
20986 – 85	Ostyák mintavétele, vizsgálata és minősítése (az MSZ 20986 – 76 korszerűsítése)	1986. 07. 01
20698 – 85	Azonnal oldódó kávékészítmények (az MSZ 08 – 1496/1 – 78 és az MSZ 08 – 1496/2/79 korszerűsítése)	1986. 07. 01
21338/1 – 86	Alkoholmentes üdítőital. Általános műszaki előírások (az MSZ 21338/1 – 80 korszerűsítése)	1986. 10. 01

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatályba- lépés (hatály- talanítás) időpontja
9465-85	Borok, borpárlatok szabad- és összes kénessav-tartalmának meghatározása (az MSZ 9465-72 korszerűsítése KGST SZT 4257-83)	1986. 07. 01
9480-85	Borok és brandyk cukortartalmának meghatározása Bertrand módszerrel (az MSZ 9480-82 korszerűsítése KGST SZT 4256-83)	1986. 07. 01
17045-85	Ipari cukorrépa (az MSZ 17045-79 korszerűsítése)	1986. 09. 01
18776-84	A minőség szabályozás fogalom meghatározásai c. szabvány 5.7. szakaszának módosítása: 5.7. Állami szabványjel: hordó alakú keretbe foglalt MSZ betűket tartalmazó jel, amely azt tanúsítja, hogy a termék megfelel minden rá vonatkozó állami (országos és ágazati) szabványnak.	1986. 04. 15
3640/23-85	Húsok és húsalapú élelmiszerek vizsgálata. A Staphylococcus aureus számának meghatározása szilárd tápközegben telepszámlálással (az MSZ 3640/9-77 korszerűsítése)	1986. 07. 01
6989-85-85	Hús és hústermékek fogalom meghatározásai (új szabvány KGST SZT 4718-84)	1986. 07. 01
14853-85	Borok glükóz- és fruktóztartalmának meghatározása (az MSZ 14843-74 korszerűsítése)	1986. 07. 01
11890-83	Fejeskáposzta (hibák helyesbítése)	
6369/2-85	Lisztvizsgálati módszerek. Idegen anyagok kimutatása és meghatározása (az MSZ 6369/2-70 korszerűsítése)	1986. 07. 01
8761/2-86	Sör. Mintavétel, tételminősítés (az MSZ 8761/2-77 korszerűsítése)	1986. 07. 01
14852-85	Borpárlatok szabadaldehid-tartalmának meghatározása (új KGST 4259-83)	1986. 07. 01
6949-86	A méhviasz mintavétele és vizsgálata (az MSZ 6949-74 korszerűsítése: 9. és 10. fejezete hatályt veszti)	1986. 07. 01
19810-84	Növényi foszfatidok vizsgálati módszerei (módosítás, ill. hibák helyesbítése)	
MI 18783-85	Vállalati minőségbiztosítás. A minőség megvalósításának feltételei (az MI 18783-79 helyett)	
MI 18817-85	A vállalati minőségügyi szabályzat tartalmi elvei (új irányelv)	
10180-83	Hőkezeléssel tartósított gyermekétel (módosítás)	1986. 06. 01
21338/2-86	Alkoholmentes üdítőital. Érzékszervi pontozásos bíráló (az MSZ 21338/2-80 korszerűsítése)	1986. 07. 01
10889/3-86	Ásvány- és gyógyvízvizsgálat. Kalcium és magnézium meghatározása (új szabvány)	1986. 07. 01
14476-86	Élelmiszer adalékanyagok és technológiai segédanyagok (az MSZ 14476-82 korszerűsítése)	1986. 10. 01
MI 18969/2-86	A vállalati minőség szabályozás felülvizsgálata. A felülvizsgálat elvégzése (új irányelv)	
MSZ 20660-85	Fűszerek. Hosszúbars (hatálytalanítva)	1986. 05. 01

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatályba- lépés (hatály- talanítás) időpontja
MSZ 6949 – 74	Méhviasz méhészeti és ipari célra (hatálytalanítva); a hatálytalanított szabvány 1 – 8. fejezeteit az MSZ 6890 – 84, a 9. és 10. fejezeteit pedig az MSZ 6949 – 86 jelzetű szabvány helyettesíti)	1986. 07. 01
MSZ 08 – 1392 – 80	Finomlisztet tartalmazó kenyerek. Általános előírások (hatálytalanítva)	1086. 03. 15
MSZ 08 – 1496/1 – 78	Liofilezett kávékészítmények. „LIO” oldható tejszínes kávépor (hatálytalanítva)	1986. 07. 01
MSZ 08 – 1496/2 – 79	– „LIO” oldható kávépor (hatálytalanítva)	1986. 07. 01
08 – 1002 – 85	Pácolt-füstölt libamell és műbélbe töltött pácolt-füstölt libamell, pácolt-füstölt libacomb (az MSZ 08 – 1002 – 78 korszerűsítése)	1985. 12. 01
08 – 1121 – 85	Natur libamáj (az MSZ – 08 1121 – 78 korszerűsítése)	1985. 12. 01
08 – 0140 – 83	Csépelt zöldborsószem (kifejtő és velőborsó) (módosítás)	
08 – 1444 – 85	Ízesített és dúsított száraztészták (új szabvány)	1986. 01. 01
08 – 1606 – 85	Boripari készítmények (az MSZ 08 – 1606 – 76 korszerűsítése)	1986. 03. 01
08 – 0111 – 85	Keményítőcukor és keményítőszirup kimutatása mézben. Dextrintartalom meghatározása mézben (új szabvány)	1986. 04. 01
08 – 0112 – 85	A krajnai méh állami törzskönyvezése. Tenyésztőtelepek elismerése (új szabvány)	1986. 04. 01
08 – 0110 – 85	Propoliszos méz. Minőségi követelmények, mintavétel (új szabvány)	1986. 04. 01
08 – 1457 – 80	Szárított zöldségek. Szárított hagymafélék (módosítás)	
08 – 1459 – 80	Szárított zöldségek. Szárított zöldséglevelek (módosítás, ill. hibák helyesbítése)	
08 – 1470 – 80	Tartósított majonéz (módosítás, ill. hibák helyesbítése)	
01 – 10007 – 82 M (1985)	Étkezési só (nátrium-klorid) (új szabvány)	1986. 01. 01
01 – 30004 – 85	Étkezési száraz termények előrecsomagolása (új szabvány)	1986. 03. 01
08 – 1213 – 82	Camembert típusú sajt (módosítás)	1986. 04. 15

HAZAI LAPSZEMLE
Összeállította: Molnár Pál

- Szarvas T. és Nagel V.: Mintavételi és minősítési eljárások fejlesztésének lehetőségei. Élelmezési Ipar XL (1986) 4, 123–126
- Szántó Gy.-né és munkatársai: Diabetikus üdítőitalok előállítása; érzékszervi, fizikai és kémiai tulajdonságai. Élelmezési Ipar XL (1986) 4, 146–148
- Pulai M.: Minőség és versenyképesség. Szabvány és Világ 38 (1986) 5, 6–10
- Kiss T.: A méh felvásárlása és minősítése. Méhészet XXXIV. (1986) 6, 8
- Horváth Z.-né: Méz minőség, minőségi átvétel. Méhészet XXXIV. (1986) 7, 5
- Sólyom L. és Farkas K.-né: A szeszipari termékek minőségének alakulása 1985-ben. Szeszipar 34 (1986) 2, 67–69
- Kanyó G.-né: Minőségfejlesztés- minőségpolitika az édesiparban. Édesipar XXXVI. (1986) 2, 33–37
- Főzy I.-né és Horváth É.: Gyors vizsgálati módszer ét- és tejcsokoládé szénhidrátösszetételének meghatározására. Édesipar XXXVII. (1986) 2, 38–42
- Teleky-Vámosy Gy.: Érzékszervi vizsgálati módszerek és alkalmazási területeik. Édesipar XXXVII. (1986) 2, 45–51
- Czabaffy A. és munkatársai: Közeli infravörös diffúz reflexiós és transzmissziós technika alkalmazása az élelmiszerminősítésben. Konzerv- és Paprikaipar (1986) 1, 28–30.
- Nyers G.: Minőségstatisztikai információk az iparban. Minőség és Megbízhatóság XX. (1986) 2, 79–91
- Kömöcsyné R. G.: Érdekeltség a minőség javításában. Minőség és Megbízhatóság XX. (1986) 2, 92–98
- Cséry L.: Műszaki szabályozás és minőségfejlesztés. Minőség és Megbízhatóság XX. (1986) 2, 102–106
- Donald H. Kropf: Víz- és zsírmeghatározó gyors módszerek. Húsipar XXXV. (1986) 3, 97–103
- Zackel E. és Jaros M.: Különböző fogyasztási és tárolási hőmérsékletek hatása a sertéshús minőségére. Hűtőipar XXXII. (1986) 3, 80–87
- Szalánczy É. és Pap S.-né: Búza lizin- és metionintartalmának vizsgálata INFRA-PID–61 készülékkel. Gabonaipar XXXIII. (1986) 2, 45–46
- Tóth Á.: A mintavétel és a mintaelőkészítés egyes kérdései a keveréktakarmánygyártásnál. Gabonaipar XXXIII. (1986) 2, 52–53
- Horváth E., Petres J. és Czukor B.: Szója eltarthatóságával kapcsolatos vizsgálatok II. Különböző ideig tárolt szójababból gyártott teljes olajtartalmú extrudált szójaliszta eltarthatóságának vizsgálata. Gabonaipar XXXIII. (1986) 2, 54–56
- Malya E.: Az oxidáció hatása a fehér borok összetételére és minőségére I. Borgazdaság XXXIV. (1986) 2, 48–54
- Kállay M., Bárdi Gy. és Timár A.: Acetaldehid-meghatározási módszerek összehasonlító vizsgálata. Borgazdaság XXXIV. (1986) 2, 58–59
- Oláh L. és Török S.: A titrálható savtartalom és a pH- viszonyáról. Borgazdaság XXXIV. (1986) 2, 59–65
- Balázs F. és Béndek Gy.: A „SCABA” automatikus sőranalizátor üzemeltetése során szerzett tapasztalatok. Sőripar XXXIII. (1986) 2, 41–45
- Deák T.: Az élesztőgombák jellemzése, rendszerezése és meghatározása V. rész. Sőripar XXXIII. (1986) 2, 51–58
- Duschanek V.: A húsminőség előrejelzése. Magyar Mezőgazdaság 41. (1986) 32, 14

Szakmai hírek

AZ MTA—MÉM ÉKB ÉLELMISZERANALITIKAI MUNKABIZOTTSÁGÁNAK ÜLÉSÉRŐL

Az MTA—MÉM ÉKB Élelmiszeranalitikai Munkabizottsága 1986. február 26-án tartotta alakuló tudományos ülését.

Az ülésen

1. Pungor Ernő akadémikus: Az analitikai kémia új trendjei
 2. Varsányi Iván: Beszámoló „Élelmiszerek objektív minősítése” tárgy körben végzett 1981—85. évi kutatás főbb eredményeiről
 3. Biacs Péter: Az Élelmiszeranalitikai Munkabizottság főbb célkitűzései és programja, valamint 1986. évi munkaterve
 4. Molnár Pál: Beszámoló az „Élelmiszervizsgálati Közlemények” című szakfolyóirat jelenlegi helyzetéről és a további feladatokról
- címmel tartott előadást.

Pungor Ernő akadémikus, az MTA Analitikai Kémiai Bizottságának elnöke szemléletesen mutatta be az analitikai kémia helyét a világban és annak egyre növekvő, szélesedő jelentőségét. A legnagyobb változás főként a vizsgált anyag mennyiségének csökkenésében és a meghatározandó anyag csekély koncentrációjában jelentkezik. Kiemelte az analitikai kémia gazdaságosságára ható szabályozó szerepét és az analitikai kémia trendjének bemutatásával eljutott a teljesen automatizált rendszer jellemzéséhez.

Varsányi Iván az 1981—85. évi kutatás irányait és egyes eredményeit a következő szakterületeken mutatta be:

- érzékszervi vizsgálati rendszerek fejlesztése
- mintavételi eljárások fejlesztése
- műszerek és elemző készülékek fejlesztése
- fűszerpaprika objektív minősítése
- fűszerek minőségváltozásának vizsgálata
- objektív gyors élelmiszervizsgálati módszerek fejlesztése
- a kidolgozott módszerek értékelése körvizsgálatokkal.

A kutatás során elért eredmények tudományos újraértékelése az Élelmiszeranalitikai Munkabizottság feladata, amely ezen az ülésen megkezdődött. A kutatások folytatása az OKKFT G 8-as Kormány szintű programjának 1. sz. alprogramjában biztosított.

Biacs Péter utalt a hazai élelmiszeranalitikai hagyományokra, a *Spanyár Pál* és *Telegdy-Kovács László* által vezetett élelmiszeranalitikai albizottságok eredményes munkájára. Ismertette az ülés elé terjesztett munkabizottsági programot, melyet a résztvevők megvitattak és elfogadtak.

A munkabizottság megvitatta és kiegészítéssel elfogadta 1986. évi tervét.

Hozzászólásában *Takácsné Keszege Márta*, az MTA Kémiai Tudományok Osztályának tudományos titkára felhívta a figyelmet, hogy az Analitikai-kémiai Bizottság egyes munkabizottságai több élelmiszeranalitikai metodikai problémával foglalkoznak és a szoros együttműködés kialakítása igen kívánatos.

Gasztonyi Kálmán, az Élelmiszertudományi Komplex Bizottság alelnöke hangsúlyozta a *Spanyár Pál* és *Telegdy-Kováts László* által megkezdett munka folyamatosságának biztosítását. Kérte a munkabizottság tagjait, hogy az Élelmiszeripari Egyetem alakulásánál az élelmiszeralitikus-képzéshez például a tárgyak összeállításánál nyújtsanak segítséget. Bejelentette, hogy előreláthatólag 1987-ben tankönyv kiadására kerül sor „Élelmiszeralitika I. Általános módszerek és II. Iparági módszerek” címmel.

Farkas József, az Élelmiszertudományi Komplex Bizottság titkára hozzászólásában kiemelte, hogy ez a munkabizottság gondolja azt a módszertant, amely az élelmiszertudomány fejlesztéséhez szükséges. Ezzel összefüggésben hangsúlyozta a kutatás és oktatás egységét.

Molnár Pál, az „Élelmiszervizsgálati Közlemények” c. szakfolyóirat felelős szerkesztője ismertette az új szerkesztőségi irányelveket és kérte a munkabizottság tagjait, hogy módszertani dolgozatokkal segítsék elő a folyóirat szakmai színvonalának további emelését.

Az MTA—MÉM Élelmiszertudományi Komplex Bizottsága Élelmiszeralitikai Munkabizottságának célkitűzései és programja

Az MTA—MÉM Élelmiszertudományi Komplex Bizottságának Élelmiszeralitikai Munkabizottsága azzal a céllal létesült, hogy elősegítse a kémiai, fizikai-kémiai, biokémiai, biológiai, mikrobiológiai és érzékszervi vizsgálati módszerek, valamint matematikai-statisztikai értékelésük fejlesztését és adaptálását élelmiszerek vizsgálatára. E Munkabizottságnak ugyancsak feladata a legkorszerűbb vizsgálati módszerek elterjesztése a hazai élelmiszeripari kutató-fejlesztő és minőségellenőrző hálózatban a hazánkban előállított és forgalmazott élelmiszerek állandó jó minőségének, valamint exportképességének biztosítására.

A Munkabizottság céljának elérésére

- aktívan közreműködik a korszerű fejlődési irányok kijelölésében és az új technikák megvalósításában, valamint a javaslatok kialakításában a műszeres analitika eszközeinek és módszereinek elterjesztésére az élelmiszer-gazdaságban;
- részt vesz az élelmiszervizsgálatok — mint alkalmazott kutatási terület — fejlesztésére irányuló hazai analitikai kutatásokban és értékeli az elért eredményeket;
- együttműködik és rendszeres kapcsolatot tart az MTA Kémiai Tudományok Osztálya Analitikai Bizottságával és Munkabizottságaival, az MTESZ tudományos egyesületeivel és szakosztályaival, továbbá a FAO/WHO Codex Alimentarius Bizottságaival;
- tudományos kollokviumokon, konferenciákon és más nagy rendezvényeken részt vesz és előadásokat tart az élelmiszeralitikai módszerek és eljárások terjesztése és ismertetése érdekében;
- közleményeket készít és jelentet meg a magyar folyóiratok közül elsősorban az *Acta Alimentaria*-ban, illetve az *Élelmiszervizsgálati Közlemények*-ben;
- kihelyezett munkabizottsági üléseken ismerkedik meg az egyes élelmiszeripari kutató-fejlesztő vagy vizsgáló intézmények, üzemi laboratóriumok élelmiszeralitikai munkájával;
- az élelmiszeralitikai szakterületen tudományos fokozatok elérésére készített disszertációk munkahelyi védésének lebonyolítását vállalja.

A Munkabizottság a következő főbb működési területeket fogja át:

- elválasztástechnika (kromatográfiai módszerek, gél- és immuno-elektroforézis módszerek stb.);
- spektroszkópia (pl. UV, IR, NIR, PAS, NMR, MS, AAS);
- elektrokémia és radioanalitika (szelektív membrán-elektrodok, polarográfiai módszerek, izotop-technika stb.);
- reológia és szerkezetvizsgálatok (konziszto- és texturométerek, DTA, DSC-módszerek, kristallográfiai és mikroszkópos módszerek stb.);
- enzimanalitikai eljárások;
- érzékszervi vizsgálatok, az érzékszervi és műszeres analitikai vizsgálati módszerek és eredmények összehasonlítása, komplex élelmiszerminősítő módszerek;
- matematikai-statisztikai értékelő eljárások, adat- és jelfeldolgozás, alakfelismerés stb.

Beszámoló a NIR/NIT konferenciáról

Az élelmiszerek vizsgálatának, minőségük, összetételük meghatározásának egy különleges fizikai, közelebbről optikai módszeréről – az úgynevezett NIR-technikáról – május 12. és 16. között széles körű nemzetközi konferenciát rendezett a Magyar Élelmiszeripari Tudományos Egyesület. A MÉM és az MTA védnöksége alatt, a Központi Élelmiszeripari Kutatóintézet közreműködésével szervezett „Nemzetközi közeli infravörös diffúz reflexió/transzmissziós spektroszkópiai konferenciának”, a Magyar Tudományos Akadémia Roosevelt téri székháza adott otthont. A konferenciához műszerkiállítás is kapcsolódott. A kiállításon öt amerikai, egy nyugat-német és egy magyar cég állította ki NIR/NIT műszereit.

A NIR/NIT-technika lényege a következő. Az élelmiszere, illetve az anyagmintára közeli infravörös sugárzást bocsátanak. A sugárzás az anyagmintáról visszaverődik, vagy keresztülhalad rajta. A visszavert, illetve az áthatolt sugárzás spektrumából azután a szakemberek különféle matematikai módszerekkel meg tudják határozni az anyagminta – lett legyen az búza, liszt, húsfélecs, tejtermék, bor vagy egyéb ital stb. – összetételét, például hogy mennyi benne a fehérje, a nedvesség, a zsír, az alkohol, a cukor, a keményítő stb. Vagyis meg lehet mérni minden olyan tulajdonságát, amit a hagyományos kémiai analitikai módszerekkel meg lehet határozni. Az utóbbiakkal szemben azonban igen nagy előnye, hogy ily módon egyetlen vizsgálattal az anyagminta több összetevőjét lehet egyszerre igen gyorsan, nagyon pontosan meghatározni, mégpedig roncsolásmentesen.

A NIR-technika jelentőségét és egyben fejlődőképességét is bizonyította egyebek közt, hogy már a konferencia megnyitó ülésén elhangzott az a javaslat is, hogy ennek az eljárásnak a művelői önálló nemzetközi szervezetbe tömörülve az eddiginél is hatékonyabban, közsően folytassák további munkájukat.

De ugyancsak a témakör fontossága tette érthetővé, hogy a tanácskozáson négy világrész 18 országából több mint 100 szakember vitatta meg öt szekcióban a NIR-technikával kapcsolatos elméleti, módszertani, műszerfejlesztési és alkalmazási kérdéseket.

Az elméleti szekció az elektromágneses sugárzás és az anyag kölcsönhatásának mechanizmusával, a sugárzás diffúz szóródásának vizsgálatával, a visszavert vagy áthatolt sugárzás spektrális eloszlásának értelmezésével, a vizsgált anyagminta kémiai és fizikai tulajdonságainak összefüggésével foglalkozott.

A módszertani szekció a vizsgált anyagmintáról visszavert vagy az azon áthatolt sugárzás spektrumában rejlő információk kiértékelésének módszereit tárgyalta, alkalmazva a klasszikus és a modern matematikai módszereket és összehasonlítva azokat a műszerek kalibrálásának pontossága és gyorsasága szempontjából.

A műszer szekció keretében a nagy műszergyárak legnevesebb szakemberei ismertették műszereik felépítését, a műszerek által ma nyújtott lehetőségeket, rávilágítva a fejlődés várható irányaira.

A mezőgazdasági szekcióban a NIR/NIT technika alkalmazásának eredményeiről számoltak be gabonafélék, takarmányok, zöldségfélék, gyümölcsök stb. összetételének, aminosav-eloszlásának gyors meghatározása terén, míg az élelmiszeripari szekcióban a technika élelmiszeripari termékek gyors, roncsolásmentes minősítése terén elért eredményeket ismertették a húsipar, növényolajipar, szeszipar, tejipar stb. területéről.

EURO FOOD CHEM IV

A IV. Európai Élelmiszerkémiai Konferenciát
1987. június 1 – 4-ig a norvégiai Leonban
tartják

*Gyors meghatározási módszerek az élelmiszer előállításában
és az élelmiszer ellenőrzésben*
címmel

A konferencia felöleli a gyors és automatikus módszerek mindazon szempontjait, amelyek az élelmiszer-ellenőrzés, a laboratórium, valamint az élelmiszer-termelés céljait szolgálja. Hasznosítható információkat nyújthat az élelmiszeripari szakemberek és technológusok számára egyaránt, akár az élelmiszeripari üzemekben, akár az állami vezetésben, akár a kutatóintézetekben vagy az egyetemeken dolgoznak. A különböző európai országokból meghívott tudósok a következő témákról fognak előadást tartani:

Nyitóelőadások

A laboratóriumban alkalmazható gyors meghatározási módszerek általános szempontjai (H, MARTENS, NORWAY)
Az élelmiszeripari üzemekben alkalmazható gyors meghatározási módszerek (S. JENSEN, DENMARK)

Korreferátumok témái:

Műszeres mérési módszerek (roncsolásmentes módszerek, kromatográfia, ionszelektív módszerek), teszt módszerek (Spot-teszt, enzimes tesztek), a fizikai tulajdonságok mérésében történt előrehaladás (képelemzés, automatikus osztályozás, szemcseméret eloszlás mérés, reológia, szín, intenzitás és refraktív index), gyors biokémiai módszerek, gyors mikrobiológiai módszerek, érzékszervi analízis, adatkezelés és felhasználás a laboratóriumokban és az üzemekben.

A konferenciára lehet még jelentkezni előadással, vetítéssel vagy poszterrel. Az előadás és vetítés időtartama 15 perc. A poszterbemutató a konferencia egész időtartama alatt látható lesz.

A konferencia hivatalos nyelve *angol*.

Az összefoglalók beküldésének határideje:	1986. dec. 1.
A visszajelzés határideje:	1987. jan.
Az elfogadott előadások beküldésének határideje:	1987. márc. 1.
A részvétel befizetésének határideje:	1987. márc. 15.

A jelentkezéseket az alábbi címre kell küldeni:
Euro Food Chem IV.
Conference Secretariat
Norwegian Food Research Institute
P. O. Box 50
N - 1432 As-NLH Norway

A Söripari Kutató kiadásában megjelent
a SÖRIPARI LABORATÓRIUMI MÓDSZERGYŰJTEMÉNY

I. kötete, ami az általános és kémiai módszereket tartalmazza.

Tárgyköre: árpa, maláta és pótanyagok, komló, sörlé és sör, valamint a sör ipar legfontosabb segédanyagainak analitikai vizsgálati módszerei.

Források: az érvényes magyar szabványok, az Analytica EBC, a Methodsammlung der Mitteleuropäischen Brautechnischen Analysenkommision, az American Society of Brewing Chemists analitikai módszergyűjteménye és az Institute of Brewing módszergyűjteménye.

A gyűjtemény gyűrűs kötésben, kivehető lapokkal, bővíthető kivitelben készült, terjedelme 270 oldal ábrákkal + 84 oldal táblázat, külön füzetekbe kötve. Ár: 2800 Ft. Postán megrendelhető a Söripari Kutatónál (Bp. X. Jászberényi út 7-11.), fizetés a kötethez mellékelt számla alapján a Kőbányai Sörgyár MNB egyszámlájára.

A söripari mikrobiológiai módszereket tartalmazó II. kötet 1987. I. félévében jelenik meg.

Útmutató a szerzők részére

dolgozatok tárgyköre

Az „Élelmiszervizsgálati Közlemények” szerkesztősége csak tartalmilag értékes, más helyen nem közölt, vagy közlésre máshol nem leadott dolgozatot közöl a következő tárgykörökben:

-) Élelmiszerek vagy hasonló összetételű biológiai anyagok kémiai, fizikai, fizikai-kémiai, műszeres, érzékszervi, mikrobiológiai, toxikológiai, radiológiai és higiéniai vizsgálati módszerei;
-) A Magyar Élelmiszervizsgálati Módszerkönyv összeállításához és a módszerek szabványosításához szervezett körvizsgálatok, beleértve a véglegesített módszerleírásokat is;
- c) Élelmiszerek mintavételi és minősítési módszerei;
-) Beszámolók élelmiszerek minőség alakulásáról;
-) Az élelmiszerellenőrzés, az élelmiszeripari minőség szabályozás az élelmiszervizsgálatokhoz kapcsolódó kérdései.

kéziratok tartalmi és formai követelményei

A kéziratokat 2 példányban, a magyar nyelvű összefoglalót 3 példányban kell az ÉVIKE szerkesztőségének címére beküldeni; elkészítésüknél a következő formai és tartalmi követelményeket kell figyelembe venni:

-) A dolgozat címét és esetleges alcímét kétszer alá kell húzni. Alatta kell feltüntetni – nagybetűkkel – a szerző(k) vezeték- és keresztnévét. Az alatt kell megadni a szerző(k) munkahelyét, több szerző esetén a munkahelyeket – a név és munkahely mögött egy, két stb. csillaggal jelölve – egymás alá kell írni.
- b) A kéziratokat gépirással 1 1/2-es sorközökkel, soronként 50–55 leütéssel kell írni, a baloldalon 4 cm-es margót hagyva. A kézirat utolsó oldalán zárójelben meg kell adni az első helyen levő szerző (a továbbiakban: szerző) teljes nevét, beosztását, valamint munkahelyét és annak címét.
- c) A dolgozatok lehetőség szerint a következő szerkezetben készüljenek:
 - rövid bevezetés (irodalmi összefoglaló, célkitűzés)
 - anyagok és módszerek
 - a kísérleti eredmények ismertetése és értékelése.
- d) *Táblázatok és ábrák* az eredmények megadásának legáttekinthetőbb módja. Az eredmények kettős megadását azonban kerülni kell. A táblázatokat és ábrákat egymástól függetlenül arab számmal sorszámozni kell. Mind a táblázatokhoz, mind az ábrákhoz rövid címet és – szükség esetén – magyarázó szöveget (címkiegészítést) kell írni. A táblázatokat és ábrákat egyenként külön lapon kell a kézírathoz csatolni. Az ábrák A/4-es nagyságú fehér papíron vagy pauszon teljes terjedelmében arányosan, a közlésre szánt méret háromszorosára nagyítva – a műszaki rajz követelményeinek megfelelően – készítenődök el. Az esetleges fénykép felvételek jó minőségűek legyenek. Az ábrákhoz külön lapon ábrajegyzéket kell készíteni, amely tartalmazza az ábra sorszámát, címét és az esetleges

magyarázó szöveget (címkiegészítést). A táblázatok és ábrák helyét a kéziratban a baloldali 4 cm-es margón csak jelölni kell.

- e) A *mértékegységeket* az SI-rendszer szerint kell megadni.
- f) A szövegben előforduló *irodalmi hivatkozásokat* a kézirat végén külön lapon „Irodalom” cím alatt kell a szövegben használt számozásnak megfelelően folytatólagos számozással közölni. Az irodalmi felsorolásban a szerző(k) vezetéknevét és keresztnévének kezdőbetűjét (betűit), a dolgozat címét, folyóirat nevét, köfetszámát, évszámát (zárójelben), füzetszámát és oldalszámát tól-ig kell megadni a következő módon: Pl. Büki I. és Tabajdi-Pintér V.: Izoszórp mikrobiológiai minőségének alakulása, *ÉVIKE* 3 (1985) 4, 208–216
Könyv esetében a szerző(k) vezetéknevét és keresztnévének kezdőbetűjét (betűit), a könyv címét, a kiadót, a megjelenés évét, és a kiadás helyét kell feltüntetni.
- g) Az *Összefoglaló* külön lapokon 3 példányban kell mellékelni. Felülre a dolgozat címe – nagybetűvel írva – kerüljön, alá a szerző(k) vezetéknevét és keresztnévének kezdőbetűjét (betűit) kell – egyszer aláhúzva – írni. A rövid, tömör összefoglaló terjedelme a 15 gépelt sort nem haladhatja meg.

3. Általános szerkesztőségi információk

- a) A kézirat beérkezésétől és elfogadásától a szerző egy hónapon belül írásbeli értesítést kap. Elutasítás esetén a szerző a kézirat mindkét példányát vissza kapja.
- b) A kézirat elfogadásával és annak közzétételével, kiadásának joga – a szabványosításban való felhasználás és a Magyar Élelmiszervizsgálati Módszerkönyvben való megjelenítés kivételével – a szerkesztőségre száll át.
- c) A szerző a lektori véleményt csak jelentősebb (tartalmi, szerkesztési stb.) átdolgozás kérése esetén kapja meg a kézirat egy példányával együtt. A kisebb módosítások jogát a szerkesztőség fenntartja magának.
- d) A szerző kapja a szerzői honoráriumot, amelyet a társszerzők között saját hatáskörben oszt fel.
- e) Valamennyi önálló cikk szerzője az *ÉVIKE* vonatkozó füzetének egy példányát tiszteletpéldányként kézhez kapja. Külön lenyomat megküldésére a jövőben nincs lehetőség.

Szerkesztőség

Szerkesztő: dr. Molnár Pál
Szerkesztőség: 1095 Budapest IX., Mester u. 81.
Felelős kiadó: Siklósi Norbert – Kiadja a Lapkiadó Vállalat
Budapest VII., Lenin körút 9–11.
Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ, bev. szla. Budapest
232–90174–0798. sz. csekkszámára,
Előfizetési díj: 1 évre 260,- Ft
Külföldön terjeszti a Kultúra Külkereskedelmi Vállalat
H–1389 Budapest, Postafiók 141
86.1279. Állami Nyomda, Budapest
Felelős vezető: Mihalek Sándor igazgató
