

# Élelmiszerek minősége 1967-ben Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete vizsgálatai alapján

## A hatósági minőségellenőrzés új szempontjai

V A J D A Ö D Ö N

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

### Hatósági minőségellenőrzés

A gazdasági élet reformjára készült irányelvek alkalmazása a gyakorlatban egyre szélesebben gyűrűzik, egyre több gondolatot vet fel és egyre sürgetőbben írja elő új módszerek alkalmazását a termelés, értékesítés, tehát a gazdasági élet valamennyi területén. Szinte sablonosan hangzik, ha azt írjuk, hogy a hatósági élelmiszer minőségellenőrzés különösen az érdeklődés középpontjába került és jelentősége progresszív módon fokozódott az új gazdasági mechanizmus bevezetésének már első időszakában is. Számos eredmény született az új gazdaságirányítás első hónapjaiban is és tisztán látható az a perspektíva, amelyet a dolgozók, a társadalom összességének és egyedeinek fejlődésében, életszínvonal emelésében mindez jelenteni fog (1).

Az élelmiszerek minőségének jelentőségét bizonyítja az a tény is – és ezt nem lehet véletlennek tekinteni hogy – egyéb fogyasztási cikkekétől eltérően – a világ minden országában, ahol egyáltalán minőségellenőrzéssel foglalkoznak, az élelmiszereket *hatósági* minőségellenőrzésnek vetik alá (2), (3). A lakos, a fogyasztó érdekvédelme követeli meg, hogy olyan pártatlan és független szervezet, intézmény vizsgálja rendszeresen, szűrőpróbaszerűen és reprezentatíven az élelmiszerek minőségét, amely kizárólag a fogyasztó érdekvédelmét szolgálja. Tehát a hatósági élelmiszer minőségellenőrzésnek függetlennek kell lennie mind a termelő, mind a forgalmazó vállalatoktól, illetve az ezeket irányító szervektől. Nem véletlen, hogy hazánkban a hatósági élelmiszer minőségellenőrzés a *tanácsokhoz* tartozik, amelyek – köztudomásúan – a lakosság választott testületei. Nem véletlen az a törekvés, hogy valamennyi fővárosi és megyei Minőségvizsgáló Intézet az illetékes tanács (fővárosi, megyei) végrehajtó bizottságának elnökéhez vagy elnökhelyetteséhez tartozzék közvetlenül, a mindennemű befolyástól való mentesség fenntartás nélküli biztosítása érdekében. Teljesen érthető, ha a fogyasztók védelmét olyan intézetek látják el ebben a tekintetben, amelyek – mint már említettük – nem csak gazdaságilag, hanem erkölcsileg és etikailag is függetlenek.

A hatósági minőségellenőrzést jelenleg Magyarországon a Fővárosi Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézet és a Megyei Minőségvizsgáló Intézetek látják el, amelyek a fenti gondolatmenetnek megfelelően az illetékes tanács végrehajtó bizottságának vannak alárendelve és hatósági funkciójukat, mint a Tanács Végrehajtó Bizottságának szerve, látják el. A hatósági funkciók ellátása központi kérdés és bár ennek a cikknek nem tartozik témájába a hatósági feladatok részletes kifejtése, annyit azonban szükségesnek látunk megemlíteni, hogy az erre történő felhatalmazást elsősorban a tanácstörvény (1954. X. 1.), az élelmiszertörvény (1958. 27. tvr.), illetve annak végrehajtási utasítása (50/1958. Korm.

sz. rendelet) és az ezeken felépült miniszteri, együttes miniszteri rendeletek, utasítások szabályozzák. Mindezeknek a lényege az, hogy a hatósági élelmiszer minőségellenőrző szervnek joga és kötelessége a működési területén fekvő valamennyi, a lakosság ellátását szolgáló üzem, üzlet stb. rendszeren ellenőrzése, az előállított, illetve forgalombahozott termékek minőségének ellenőrzése, meg nem felelő minőség esetén törvényes eljárás megindítása, amely akár szabálysértési, akár bűnvádi eljárás lehet, illetve szükség esetén együttjárhat a meg nem felelő élelmiszer tételének elkobzásával, illetve megsemmisítésével. Tisztában vagyunk azzal, hogy az előbbiekből néhány szóban ismertetett hatósági feladat és jogkör korántsem teljes és pusztán azért kívántunk említést tenni ezekről a bevezetőben, mert az 1967. év során végzett ellenőrzések eredményeiből levont következtésekhez, illetve az új feladatok kijelöléséhez, úgy véltük, egy ilyen vázlatos körvonalazása a feladatoknak, szükségesnek mutatkozik. Szükséges ez annál is inkább, mert ha ezeket a főbb elveket, jogokat és kötelességeket körülírjuk, akkor megállapítható, hogy ezek nagyjában és egészében egybeesnek más országok gyakorlatával.

Az élelmiszerek minőség ellenőrzése nem tekinthető teljesen önálló és elszigetelt feladatnak, összefüggéseiben és dinamikájában kell szemlélünk. Az élelmiszer minőségellenőrzés nem határolható el teljesen az élelmezésegészségügyi, illetve állategészségügyi kérdésektől, nem választható el ezektől, de különválasztható és egyértelműen megállapíthatjuk, hogy a jelenleg fennálló gyakorlat és az érvényben levő jogszabályok kialakították és helyesen alakították ki eles profi-lokkal a különböző hatósági intézmények számára előírt feladatokat. Így a FŐVEGY és a Megyei Minőségvizsgáló Intézetek számára az élelmiszerek minőségellenőrzését, a KÖJÁL-oknak az élelmezésegészségügyi és higiénés vizsgálatok és ellenőrzések elvégzését, a szakállatorvosi szolgálat (Állategészségügyi Felügye-let) számára pedig az állati termékek bakteriológiai állategészségügyi vizsgálátát. A feladatok különválasztása és egybehangolása ahhoz a kitűnő eredmény-hez vezetett, hogy — legalább is Intézetünk területén — a három intézmény közösen készített, egyeztetett munkatervek alapján dolgozik, s ilyen módon a vizsgálati eredmények hatékonysága és az alkalmazott intézkedések hatásossága jelentős mértékben növekedett.

A hatósági minőségellenőrzés fontosságát mutatja és jellemzi, hogy Intézetünk gyakorlatilag több, mint 100 éve végez ilyen jellegű vizsgálatokat. Intézetünk múltját a BUDAPEST egyik cikkében vázoltuk (4), azonban a FŐVEGY szerepe, jelentősége azóta messze túlnőtt ezeken a kereteken. Kétségtelen, hogy a jelenleg fennálló rendelkezések értelmében a főváros és a hozzánk tartozó terü-letek ellenőrzése az Intézet szervezetszerű fő feladata. Azonban meg kell emlí-teni, hogy az Intézet ezen túl számos olyan munkát végez el, amelyek kihatásai országos jelentőségűek. A teljesség igénye nélkül különösen utalunk a szabványosításban, a matematikai statisztikai módszerek kidolgozásában és alkalmazásában, az egységes országos jelentérendszer kialakításában, az élelmiszer-vizsgálati módszertan kutatásainak összefogásában az Egységes Élelmiszer-vizsgálati Módszerkönyv kidolgozásában végzett és végzendő munkánkra.

Talán először kellett volna az országos jelentőségű és jellemző feladatok között megemlíteni, a sugárfigyelőszolgálat megszervezésében, szakmai irányítá-sában való részvételünket, tekintettel arra, hogy Intézetünk 1959 óta foglalkozik rendszeresen és folyamatosan az élelmiszerek mesterséges radioaktivitásának vizsgálatával, a vizsgálati metodikák kidolgozásával és az itt szerzett tapasztala-tokat szervezett úton bocsátja az Országos Sugárfigyelő Hálózat rendelkezésére az egyes állomások kiépítésére, illetve fejlesztésére.

Az élelmiszerellenőrzésnek a szocialista társadalomban kettős jellege van, egyrészt a hibák feltárása nyomán a hatósági jellegből folyó megtorló intézkedések folyamatba tétele, másrészt a hibákat előidéző okok feltárásával



és közlésével, segítségnyújtás ezeknek a hibáknak a kiküszöbölésére, illetve megelőzésére. Kétségtelen azonban az is – és erre a gazdasági irányítás reformjának már első időszakának tapasztalatai is rávilágítottak – előtérbe kell hogy kerüljön a hatósági funkció, megtorló intézkedések folyamatba tétele, ezek szigorúságának növelése. Sajnálatos módon azt kellett tapasztalni, hogy nem egy esetben ún. lazító tendenciákkal találkozunk és a választék bővítését, a nagyobb lehetőségeket sok esetben a minőség kárára használják fel. Ez annál nagyobb veszélyt jelent, mert ezeknek a minőségi hibáknak egy jórésze rejtett (pl. hasznosanyagtartalom-hiány) és a fogyasztó nem veszi észre, pusztán a vegyvizsgálat tudja megállapítani, hogy a fogyasztót becsapták-e vagy sem. Nem beszélve arról, hogy számos új termelő jelentkezik új termékeivel a piacon olyan termelők, akiknek műszaki felkészültsége hiányos, műszaki tradíciói nincsenek, minőségellenőrző szervezetük gyakorlatilag nincs. Még azt a veszélyt is magukban rejtik az ilyen termékek, hogy egészségkárosodást okoznak, amire nem csak az Intézet tapasztalataiból következtethetünk, hanem a napi sajtó ilyen tárgyú, elég gyakori híradásaiból is.

Kétségtelen azonban, hogy sok esetben jószándékkal találkozunk mind az iparvállalatok, mind a kereskedelem vezető szervei részéről. Úgy tapasztaltuk, hogy a legtöbb iparágban a trösztök vezetői és az egyes vállalatok vezetői javaslatainkat szívesen fogadják és valósítják meg a termelés, helyesebben a termékek minőségének megjavítására. Anélkül, hogy más iparágakat mellőzni akarnánk, különösen pozitívan fogadják figyelmeztetéseinket és javaslatainkat az állami húsiparban (Húsipari Tröszt), az állami konzerviparban (Konzervipari Tröszt), a sütőiparban (Fővárosi Sütőipari Vállalat) és így tovább. Hasonló a helyzet a Fővárosi Tanács a termelésben, illetve forgalmazásban érdekelt osztályaival fennálló kapcsolatunkban is. Különösen ki kell emelni a Kereskedelmi Osztály olyan törekvéseit, hogy jónak ítélte javaslatainkat, figyelmeztetéseinket a bolt-hálózatban hasznosítsák, a dolog természetéből adódóan szoros és közös munkát végzünk a Fővárosi Tanács Mezőgazdasági és Élelmezési Osztályával. És ez utóbbival való kapcsolatnak kell majd elsősorban realizálódnia a felügyeletük alá tartozó termelőszövetkezeti melléküzemek termékei minőségének javításában, illetve a megfelelő minőség biztosításában. Talán elsőként kellett volna megemlíteni kitűnő kapcsolatunkat a Mezőgazdasági és Élelmezési Minisztérium különböző szerveivel, elsősorban az Élelmezési Hivatal Műszaki Főosztályával, amely úgy véljük, hasznosan tudja alkalmazni Intézetünk ellenőrzéseinek, vizsgálatainak eredményeit, tapasztalatait.

Az élelmiszer ellenőrző intézetek, felügyeleti hatóságok, iparági, vállalati laboratóriumok vagy egyéb intézmények közötti kapcsolatok kiépítésében fontos szerepet játszik az „Élelmiszervizsgáló Közlemények”. A folyóirat a tudományos kutatások eredményeinek közlése mellett rendszeresen ismerteti a minőségvizsgáló intézetek munkájában felmerült tapasztalatokat, az új élelmiszeripari cikkeket vagy import termékeket.

Az új feladatok és új irányok új formákat és módszereket követelnek meg az ellenőrzésben is, az ellenőrzés hatékonyságának és hatásosságának növelésére. A hatósági funkciók kiszélesednek egy területileg működő, de mégis az Intézet munkájával centralizált *inspektor rendszerrel*. A kerületi tanácsok kereskedelmi osztályainak *társadalmi ellenőrei*, akiket a kereskedelmi osztályok Állandó Bizottságaival egyetértésben 1967. évtől képeztünk ki, illetve képezzük ki folyamatosan arra, hogy szakszerűen tudjanak üzlethálózati ellenőrzést lefolytatni és a szabványoknak megfelelő módon mintát venni. Ezzel az ellenőrző hálózat megnőtt, egy-egy kerület állandó, begyakorlott, megfelelő szakértelemmel rendelkező társadalmi ellenőrök felügyelete alatt áll, az Intézet pedig ilyen módon sokkal szorosabb és élőbb kapcsolatban van a fogyasztóval, a lakossal. 1967-ben (és 1968 első hónapjaiban) csaknem valamennyi kerület kereskedelmi osztályá-



nak vezetőjével írásbeli megállapodást létesítettünk. Elképzelésünk szerint minden kerületben 8–12 társadalmi ellenőr működne a fent elmondott módszerekkel. Az inspektor-rendszer kialakítása nemcsak az élelmiszerminőségellenőrzés kiterjesztését jelentené, hanem új vonást adna annak; az ellenőrzés társadalmatiságát, amely a szocialista társadalom karakterének tökéletesen megfelel.

Kisebbségi jelentés az ellenőrzésben, de nem kevésbé jelentős, hogy 1967-ben a Fővárosi Tanács KISZ-szervezetének 55 tagja összesen 534 óra társadalmi munkát végzett – természetesen megfelelő kiképzés után – élelmiszerminőségellenőrzésben. Az általuk vett 931 db minta csupán 1,3%-át jelenti az Intézet összmintaszámának, de társadalmi jelentősége ennek a munkának túlnő a számadatokon.

### **Az élelmiszerek, italok, háztartásvegyipari és kozmetikai készítmények minősége a FŐVEGY vizsgálati alapján 1967. évben**

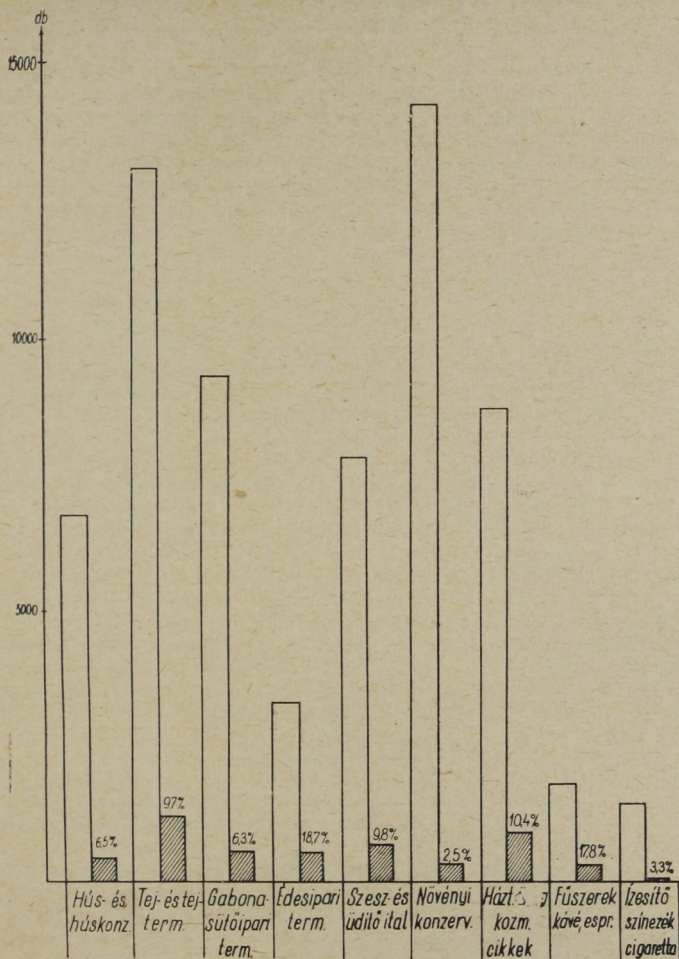
1967-ben az Intézet 71 524 db mintát vizsgált. Ebből levonva a gyanú és egyéb ok miatt nem értékelhető mintákat, az élelmiszerek minőségének jellemzésére alkalmas mintaszám 66 892 db, ennek 8%-a esett kifogás alá. 1966-ban az értékelhető mintaszám 62 028 db volt, ebből 8,8% nem felelt meg. A kifogásolási százalék kismértékű csökkenést mutat, de ez nem szignifikáns változás. Az Intézet a fennálló rendelkezések szerint nemcsak Budapesten, hanem más megyék területén is végez ellenőrzést. A vidéki körzetből származó minták az összes értékelhető mintából csupán 5%-ot tesznek ki, a kifogásolás ezek figyelembevételével is 8,0%. Minthogy a fővárosi előállítású élelmiszerek egy része vidéken kerül forgalomba, továbbá, minthogy a főváros lakosságának száma a kétszerese az általunk ellenőrzött vidéki területek lakossága számának, nem tartjuk szükségesnek a mintáknak ilyenértelmű további kiválasztását. Érdemes azonban figyelembe venni, hogy az összmintaszámon belül igen nagy (33%) az exportminták aránya és kifogásolásuk csupán 2,3%, ez jellemző az exporttermékek átlagosnál jobb minőségére.

A gyártmányok sokfélesége miatt az alábbiakban gyártmánycsoportonként jellemezzük az élelmiszerek minőségét. Ezeknek megoszlását az 1. ábra mutatja.

*Hűsítési termékek, hús- és halkonzervek.* A hűsítési termékek kifogásolásának mértéke az elmúlt évhez viszonyítva csökkent. A *füstölthús és szalonna minták* kifogásolásának a csökkenése 10,9%-ról 2,8%-ra – szignifikáns, kevesebb volt a túlsózott termék. A *füstölthúsok* minősége általában kielégíti ugyan a szabvány követelményeit, azonban ízük nem mindig kifogástalan. A *gyulai kolbász* minták elég gyakran estek kifogás alá, részben a megengedettnél nagyobb zsirtartalom, részben érzékszervi hibák miatt, különösen nyári időszakban a termék rövid idő alatt a kívántnál jobban kiszáradt. A *felvágottfélék* minősége a korábbi évekhez képest nem változott: kifogásoknak nagyobb részét a nem megfelelő összetétel. Kisebbségi részét az érzékszervi hiba okozta. Az üzlethálózatból vett felvágott minták érzékszervi tulajdonságai kedvezőtlenebbek voltak, mint az üzemből vett mintáké, mert a gyorsan romló élelmiszerek tárolása nem kielégítő – különösen nyáron – kevés hűtőszekrény, azok is gyakran megbíbasodnak, javításuk elhúzódik. Többször tapasztaltuk azt is, hogy az üzletekben olyan nagy mennyiségű árut helyeztek a polcokra és kirakatokba, amennyit egész nap sem tudtak eladni. Az *ételkonzervek* minősége változó, gyártásuk nincs összhangban a keresettel, ezt bizonyítja, hogy a vizsgált minták több, mint felének lejárt a szavatossági ideje.

*Tej és tejtermékek.* Az elmúlt évhez képest a *tejjéleségek* minősége – a palacktej kivételével – javult. A kereskedelmi hálózatban is felére csökkent a kifogásolás aránya, vízzel való hamisítás elvétve fordult elő. A *tejföl* összetétele meg-





1. ábra. A vizsgált és kifogásolt minták gyártmánycsoportonként csoportosítva

felelt, de savanykás íze miatt többször kifogásolható. A vaj kifogásolása a bázisidőszakhoz képest 12,7%-ról 18,8%-ra növekedett, ami szignifikáns, oka a víztartalom pontatlan beállítása, illetve íz- és szaghiba. A *túrófélék* kifogásolásának mértéke – 16,0%-ról 27,8%-ra – szignifikánsan nagyobb, mint az elmúlt évben. A kifogás okát a nem megfelelő összetétel, savtartalom és érzékszervi hiányosságok okozták. A *sajtféléknek* igen nagy hányadát, 27%-át kifogásoltuk, mert sem összetételük, sem jelzésük nem ekégitette ki a szabvány követelményeit. A *tojások* kifogásolásának mértéke 8,7%. Romlott tojás az előző évhez képest ritkán

fordult elő. A kifogások oka főleg súlyhiány, a megengedettnél nagyobb légkamra, a hég szennyezettsége és feltehetően takarmányozásból eredő íz és szaghiba volt.

*Gabona, sütő- és tésztaipari termékek.* 1967. évben is együttműködtünk a Fővárosi Tanács VB Ipari Osztályával a sütőipari termékek fokozottabb ellenőrzésében. Az átlagosnál jóval nagyobb számú minta vizsgálata alapján a kenyér kifogásolásának 5,5%-ról 3,2%-ra való csökkenése szignifikáns. A kenyérminták kifogásolásának legfőbb oka változatlanul a gyenge sütésből eredő nem megfelelő érzékszervi tulajdonság. A péksütemény minták közül a vízestésztából készült mintáknak 4,8%-át, a zsiradékot tartalmazó mintáknak 14,9%-át kifogásoltuk. A vizes termékek kifogásolásának 2/5-ét súlyhiány, 3/5-ét érzékszervi tulajdonságok okozták. A zsírral készült péksüteményekből a nem megfelelő minták 85%-át zsírhiány, 6%-át súlyhiány, 6%-át érzékszervi tulajdonságok és 3%-át egyéb ok miatt kifogásoltuk. A zsírhiányban szerepe van annak is, hogy a fehér-sütőüzemek igen tekintélyes részében nincs lisztmérésre alkalmas mérleg, a járulékos anyagok súlyát pedig elfogadják névleges súlyban (csomagolóanyagokat is beleszámítva). A száraztészta minták 7,8%-os kifogásolása a gyárak és az őstermelők által előállított tészták tojáshiányából, valamint egyes tészta minták meg nem felelő főzési tulajdonságaiból származott.

*Édesipari termékek.* Kifogásolási arányszámuk igen nagy, 18,7%. A cukrászati puhaáru kifogásolása nagyrészt nem megfelelő érzékszervi tulajdonságok, kisebbrészt az előírt anyagnormák be nem tartása miatt történt. A nápolyi ostyá, keksz és mézesmintáknál legtöbb kifogásolás a kereskedelemből vett mintáknál fordul elő, avas, állott íz, szívós állag miatt. A cukorkafélék közül a krém és konzum szaloncukor minták a megengedettnél jóval több hibás szemet tartalmaztak. A csokoládéval mártott konzum és desszert szaloncukor minták mártási hányada az elmúlt évhez képest javult. A csokoládé és nugátfélék közül főként a kereskedelemben vett mintákat kifogásoltuk lejárt szavatossági idejük, illetve érzékszervi tulajdonságaik miatt. A magánkisiparosok által előállított keleti csemege mintáknak a zöme kevés olajosmagot tartalmazott. Számos esetben javasoltuk, hogy ezektől a kisiparosoktól vonják be gyártási engedélyüket, mert évek óta silány minőségű termékeket gyártnak. Mokka-cukor mintákat nagyobb mállási idő miatt kifogásoltunk, ugyanakkor meg kell említenünk a kereskedelemben kapható, exportra gyártott, mokka-cukor szép színű, formáját és gyors oldódását, a különbség feltűnő. A fagyaltminták 24%-a nem felelt meg. A forró nyár miatt könnyebb értékesítési lehetőség következtében az elmúlt évhez viszonyítva több volt a hamisított fagyaltminta és a hamisítás mértéke is nagyobb volt.

*Szeszes- és üdítőitalok.* A borminták nagyrészt a vendéglátóiparból származtak. Főként a borhigítványoknál állapítottunk meg szándékos visszaélést (vizezést). A borok minőséggrontásához jelentős mértékben hozzájárul az is, hogy a Tsz borkimérésekben minőségileg nem ellenőrzött, rosszul kezelt italokat árusítanak.

A sörminták kifogásolása szintén a vendéglátóiparban jelentős a térfogatcsonkítás miatt. Javulás állapítható meg a palackozott üdítőitaloknál, ahol a kifogásolás 36,8%-ról 11,3%-ra csökkent. A kimért árunál azonban még most is a minták 35,1%-át kifogásoltuk. Megállapítottuk, hogy a vendéglátóiparban főként a színházak, mozik, strandok és fürdők büféiben gyakori a visszaélés. A kifogások jelentékeny része térfogatcsonkításból, illetve vizezésből származik, de gyakori egyszerre mindkét hiba. A palackozott szeszesitalok minősége a gyártó vállalatoktól vett minták alapján kielégítő volt.

*Növényi konzervek.* 1967. évben nőtt ugyan a belföldi forgalomból származó minták száma, azonban még ez évben is a 15 000 mintának mintegy 92%-a exportminta volt. Az állami ipar termékeinél változatlanul sok kifogás merült



fel a csomagolóanyagokkal szemben, elsősorban a konzervdoboz és lapka gyártásához felhasznált ónozott acéllemez korróziója miatt. Különösen a *paradicsom-készítményeknél* tapasztalható a dobozok önleamaródása, a *zöldborsó* konzerveknél pedig a lapka fekete elszíneződése. Az üzemek a termékek címkéjén gyakran nem tüntetik fel a szabványban előírt megjelöléseket. Többször tapasztaltuk azt is, hogy export célra gyártott, idegen nyelvű címkével ellátott termékeket belföldön hoztak forgalomba, ennek következtében sem a fogyasztó, de még a kereskedő sem tudja mit vásárol, illetve ad el. Igen jelentős mértékben nőtt az elmúlt év folyamán a szövethuzati, elsősorban MGTSZ üzemek által előállított tartósított növényi készítmények mennyisége. Főként különféle savanyúságot, szörpöket és gyümölcsaszalványokat hoztak forgalomba a fővárosi üzletekben és piacokon. E termékek minősége az állami ipar hasonló gyártmányainál általában gyengébbnek bizonyultak. Ellenőrzéseink alkalmával tapasztaltuk, hogy ezen üzemek gyártási körülményei igen kezdetlegesek.

*Növényolaj, háztartásvégyipari és kozmetikai készítmények.* Az *étolajok, margarinok* minősége megfelelt, de a kiszerelt termékek súlya – a szabványos túréren belül – a névleges súlynál rendszeresen kisebb volt.

A *mosószerek* összetétele általában megfelelt, de a dobozok szóródása nem javult. A pasztaállagú és a folyékony mosószereket tartalmazó műanyag edények egy része rosszul zárt, megpedett, tartalma kiszivárgott és színe sem volt megfelelő. A *piperezszappanok* illata, szappantartalma a gyártás után általában megfelelő volt, sőt a vállalat rendszeresen az előírtnál nagyobb szappantartalmat ad ki. A szappanok felülete azonban – főleg a márka és a márkajellegű szappanoké összevert, préselési hibás, továbbá illata gyenge, mert túl hosszú idő telik el a gyártás és az eladás között.

*Kozmetikai krémek* minősége megfelelt, javult a helyzet a hosszú idő óta javasolt műanyag zárólapok bevezetése miatt. Hibák, inkább külső vagy meg nem felelő jelölések miatt adódnak. A *rúzsok, púdere*k választékát több új és jó cikk növeli. Az újak minősége, csomagolása eléri a világszínvonalat. Hiba, hogy az ipar az elavult készítmények megjavítására nem fordít akkora gondot, mint az új cikkek előállítására. Az egyéb kozmetikai cikkek közül csupán a *körömlakkok* már többször kifogásolt színeltérése áll fenn változatlanul, a többi megfelelt. A *fogkrémek* közül az Amodent végre egy kellően habzó készítmény, kár, hogy rossz kalkuláció miatt nem kellően illatosítva és ízesítve hozták forgalomba. Az *aerosolos készítményeknél* előfordult hatóanyagtartalom és töltősúlyhiány, de általában megfelelték, épp úgy a *kölnivizek* is.

*Fűszer, kávé, tea, étkezési magvak.* A *fűszerminták* minősége az év folyamán általában változatlanul megfelelt. A *pörkölt szemeskáv*é keverékekre a fogyasztók részéről sok és jogos panasz merült fel. Az év első felében főként az I. osztályú kávék fanyar vagy savanyú mellékízűek és aromátlanok voltak, és ez többnyire egyértelműen a szokványosnál világosabb pörköléssel. Októberben I. és II. osztályú rendkívül kellemetlen ízű kávéfajtát tartalmazó kávékeverékek kerültek forgalomba. A vendéglátóipari *teitalok* mintáinak 68%-a az előírtnál lényegesen kevesebb – 25%-ban csak negyedrésznyi – tea felhasználását mutatta. Az *étkezési magvak* 15,5%-a izhibás, csökkentértékű vagy romlott volt. Az év vége felé aránylag sok volt a nagymennyiségű alapkészletekből származó, emberi fogyasztásra alkalmatlan mákminta. A *presszókávé minták* kifogásolási aránya 22,5% volt (gyakorlatilag a tavalyival egyező). A III. és IV. oszt. egységekben főzött kávéitalok fokozottabb ellenőrzése a kifogásolási arány nagymértvű emelkedését (36,2% a III. negyedévben) eredményezte. A IV. negyedévben a kifogásolási arány újra csökkent (21,9%-ra), amiből arra lehet következtetni, hogy ellenőrzésünk fokozása ezekben az egységekben eredményes volt és jobb kávékat főztek az alacsonyabb osztályba sorolt vendéglátó egységekben is.

*Ízesítők, cigaretták, színezékek és egyéb vizsgálatok.* Az *ízesítő* minták minősége



általában megfelelt. Az év folyamán 94 *cigaretta* tételt mintáztunk meg, a kifogásolás 47,9% volt. Leggyakrabban előforduló hibák: nagyon egyenlőtlen, illetve nagyon kemény kitöltés, kihullás, nem megfelelő víztartalom, külső hibák.

Különösen nagy jelentőséget tulajdonítottunk az üzlethálózat ellenőrzésének nem csak az ott található élelmiszerek minőségének megállapítására, hanem az árusítás (tárolás) körülményeinek felderítésére is, éppen az előbb már elmondott segítségi elv alkalmazása érdekében. A mintaszám változásában egyelőre még 1967. évben nem tükröződik a kereskedelem fokozottabb ellenőrzése, mert ennek az idő- és munkabeli fedezetét voltaképpen az exportvizsgálatok megszűnése, illetve csökkenése fogja adni, s ez csak 1968. január 1-ével következett be. Azonban már 1967. évben is látható módon növeltük ezeket az ellenőrzéseket. A teljességre való törekvés nélkül meg kell említeni, hogy a raktározási körülmények beleértve a hűtőkapacitás hiányos voltát, illetve a nem működő hűtőpultok nagy számát is, sokszor nem kielégítő. Bár kétségtelen, hogy alapvetően a termelés során dől el a termék minősége, a szállítás és a forgalmazás, tehát a raktározás és árusítás körülményei még sokat ronthatnak az élelmiszerek minőségén. Egy példát említünk meg csupán, kétségtelen, hogy helyes törekvés, ha – a lakosság, közvetlen fogyasztása céljából – meleg kolbászt árusítanak, de bizonyos, hogy teljesen elhibázott olyan módon készíteni a főtt kolbászt, hogy gőzelszívó berendezés az üzletben nincsen és a fagyasztott húrok a közvetlen közelben lógnak a kampókon. Ez a hús minőségét bizonyosan károsan fogja befolyásolni. Nyilvánvalóan a hűtőkapacitás hiánya szintén károsan befolyásolja számos termék minőségét, szóljunk akár az üdítő italokról, vagy a tejről. Sajnálatos módon igen sok a kereskedelemben a lejárt szavatossági idejű áru, készletek gyakran a szavatossági idő kétszeresét vagy háromszorosát is túllépik. De találunk még olyan eredeti csomagolású szappant is, melynek a gyártási ideje 1965. július 1. volt.

Ehhez a témakörhöz tartozik és feltétlenül beszélni kell arról, hogy a visszaélések száma – sajnálatos módon – nem csökken. A vendéglátóiparban vett minták 22%-a nem felelt meg. És hogy gyakran milyen okok idézhetik elő, arra jellemző 1967-ben a fagyalt kifogásolásának mértéke aránytalanul megnőtt, amit elsősorban az igen meleg nyár okozott, gyakorlatilag „mindent” el lehetett adni.

Általánosságban el lehet mondani, hogy a nem kellően ellenőrzött területeken a rossz minőségű élelmiszerek aránya kétségtelenül növekedik. Ezt tapasztaltuk presszókávénál, teaitaloknál olyan területeken, amelyeknek az ellenőrzése az ezt megelőző időszakban nem volt eléggé rendszeres. A mintavételi helyek szerint csoportosítva a vizsgált és kifogásolt mintákat jellemző képet kapunk, amelyet a 2. sz. ábrán mutatunk be.

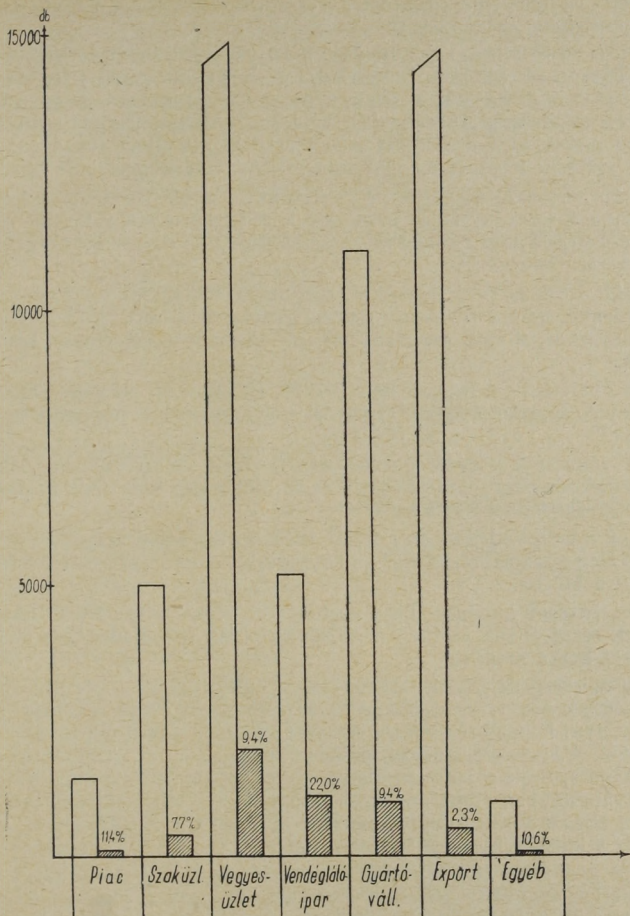
Nem térünk ki az előzőekben a módszertani kutatásokban végzett munkák ismertetésére, tekintettel arra, hogy ezekről külön egyes kutatási munkák lezárásakor szándékozunk beszámolni.

Ugyancsak nem tértünk ki a mesterséges radioaktív kontamináció mértékének ellenőrzésében végzett vizsgálati eredményekre. Pusztán annyit kívánunk e helyütt megemlíteni, hogy az 1967-ben mért szennyezettségi értékek az előző év hasonló adataihoz viszonyítva szignifikáns eltérést nem mutatnak.

### Levonható tapasztalatok, következtetések

Az élelmiszerek, italok, háztartásvegyipari és kozmetikai készítmények minősége általánosságban jellegzetes változást nem mutat. Egyes gyártmánycsoportok, gyártmányok azonban határozottan javuló tendenciájuk. Kétség-





2. ábra. A vizsgált és kifogásolt minták a mintavételi helyek szerint csoportosítva

telen, hogy egyes iparágak jelentős erőfeszítéseket tesznek a minőség javítására a választék bővítésére. Az ellenőrzés nyomán alkalmazott eljárások hatásossága azonban sokszor nem megfelelő. Különösen fel kell figyelni erre az egyre növekvő számú – az állami iparon kívül álló – termelők gyártmányai miatt is.

A következőkben néhány olyan általános hibát említünk, amely hátrányosan befolyásolja az élelmiszerek minőségét:

1. A vállalatok a termékek egy részénél a kötelezően előírt minimális összetételt nem tartják be, illetve a kiszertelt termékek tényleges súlyát általában – bár részben a szabvány türésein belül – rendszeresen a névleges súly alatt tartják, ezáltal meg nem engedett haszonhoz jutnak. Gyakori a hivatko-

zás az előírt anyagnorma korlátozó hatására. A szabványos értékek és az anyagnormák összehangolását meg kell vizsgálni.

2. Nem egyértelmű, vagy teljesen hiányzik a különféle termékeken a gyártási idő, lejáratí idő jelölése. Ennek folytán szinte lehetetlen a fogyasztó tájékozódása. Sokszor elhagyják a címkén a jelölést, a gyártó megnevezését stb., ellentétben az élelmiszer törvénnyel, a szabványokkal. Emiatt nem állapítható meg, hogy mikor, ki, hol állította elő a terméket, sőt olyan konzerv is előfordult, amelyről azt sem lehetett megállapítani, hogy voltaképpen mit tartalmaz.

3. Nem elegendő a gyáraknál az új cikkek tárolási próbájára fordított idő, ezért a hiba a sorozatgyártás után és a kereskedelemben a tárolás során tűnik ki, pl. folyékony és pasztaállagú mosószerek flakonjai repedtek és ezért tartalmuk kifolyik a tárolás során.

4. Előfordul, hogy új cikkeket, melyre az érvényben levő szabvány alkalmazható lenne, nem a szabvány szerint gyártanak (nincs rajta a csomagoláson a szabványszám, illetve szabványjel), pl. füstszűrős cigaretta, Amodent fogkrém stb.

5. A gyártók nem tartják be a 3/1959. Él. Min. sz. rendelet előírásait az új gyártmányok engedélyezésére. Gyártási engedély nélkül hoznak forgalomba új termékeket.

6. A vállalatok a gyártógépek, berendezések alkatrészeinek időbeni pótlásáról sok esetben nem gondoskodnak és amikor a gép már nem megfelelően működik, szabványfelmentést kérnek.

7. Sok a kereskedelemben a lejárt szavatossági idejű áru, részben túltárolás miatt, de elég gyakori, hogy már a nagykereskedelem lejárt szavatosságú termékét szállít a boltba.

8. Az Intézet minőségi hiba esetén tett kifogásait, illetve javaslatait az érdekeltek részéről sok esetben nem követi olyan intézkedés, ami a hiba megszüntetését hozza magával.

9. A minőségellenőrzés hatékonyságát csökkenti az a körülmény, hogy az áruszabványok sok terméknel csak a kereskedelem és az ipar közötti átadás, átvétel tárgyát képező tételek minősítését szabályozzák a mintavétel módjának a leírásával. A kereskedelemben történő ellenőrzés során, azonban az árukészlet sokszor kisebb, mint a szabványban a mintázás alapját képező legkisebb tétel, tehát a szabványban előírt mintamennyiséget nem lehet elhozni. Sok esetben a törvényes eljárás során kifogást emeltek az ilyen „nem szabványos” mintavétel miatt. Ez a körülmény megköveteli a hatósági mintavétel szabályozását.

10. A gazdasági élet reformja számos olyan termék előállítását teszi lehetővé, amelyre szabvány nincs. A szabványosításnak a jövőben alkalmazandó új rendszere ezt lehetővé teszi egyes szabványok részbeni, vagy teljes felfüggesztésével, azonban ugyanez az élelmiszerek egyes fajtáinak az ellenőrzésénél nehézségeket fog okozni, ezért szükséges keretszabványok alkotása, illetve a Magyar Élelmiszerködex elkészítése a FAO előírásaival összhangban.

11. Az élelmiszerek minőségének biztosítását, ellenőrzését, illetve intézkedések megtételét akadályozza az a körülmény, hogy sok rendelet és utasítás teljesen vagy részben elavult. Intézetünk részletes javaslatot dolgozott ki az élelmiszerek minőségével és ellenőrzésével kapcsolatos rendeletek átdolgozására, amelyben tételesen felsoroltuk, hogy mely rendeletek és milyen módosítását javasoljuk.

A teljesség igénye nélkül megkíséreltük felvetni azokat a problémákat, amelyek az élelmiszer minőségellenőrzés hatékonyságának és hatásosságának gátját jelenthetik, illetve igyekeztünk utalni azokra a megoldásokra, amelyek



alkalmasak arra, hogy ezeket a nehézségeket csökkentsék, illetve elhárítsák. Úgy véltük, hogy a hatósági minőségellenőrző szervek, tehát a FŐVEGY és a Megyei Minőségvizsgáló Intézetek vezetőinek rendszeres időközönként megismétlődő testületserű tanácskozása, ezen keresztül a közös álláspont kialakítása és annak érvényesítése a kormányzati szerveknél feltétlenül eredményesen mozdítaná elő a hatósági ellenőrzést és annak alapvető célkitűzéseit a fogyasztó érdekében.

#### IRODALOM

- (1) VII. Élelmiszeripari Tudományos Ülésszak előadásai és korreferátumai I–III. kötet, MÉTE, 1967.
- (2) Vajda, Ö., Zoltán, T.: ÉVIKE 7, 36, 1961.
- (3) Vajda, Ö., Zoltán, T.: ÉVIKE 8, 65, 1962.
- (4) Vajda, Ö.: Budapest, 5, 1967.

WHITE, J. W. jr.:

#### Citruszmézek metilantranilát-tartalma

(*Methyl anthranilate content of citrus honey*)

J. Food Sci. 37, 102, 1966.

A citruszméz metilantranilát-tartalma által különböztethető meg más mézfajtáktól. Meghatározására egy fotometrikus módszer szolgál, amely diazotálás és kapcsolás után egy azo-festék színeződésén alapszik. A metilantranilát elkülönítése a mézből lepárlással történik. Szerző és munkatársai 21 különböző eredetű és különböző szüretelési periódusból származó citruszmézet és 12 másfajta mézet vizsgáltak meg. Az 1956/57-es szüretből származó minták vizsgálata 6 évi  $-20^{\circ}\text{C}$  hőmérsékleten tárolás után történt; szobahőmérsékleten megfelelő tárolás mellett metilantranilát veszteség lépett fel, amely évente kb 15%-ot tett ki. Az elvégzett vizsgálatok szerint a citruszmézek átlagos metilantranilát-tartalma  $2,87\mu\text{g/g}$ , (szórási értékek  $0,84-4,4\mu\text{g/g}$ ); a többi 12 méz minta átlagos metilantranilát-tartalma  $0,07\mu\text{g/g}$  volt. A módszer pontos leírása és a vizsgálati eredmények terjedelmes táblái az eredeti közleményben megtalálhatók.

Kieselbach Gy. (Budapest)

MONTGOMERY, H. A. C. és COCKBURN, A.

#### A mintavétel hibái a vízben oldott oxigén meghatározása céljából

(*Errors in sampling for dissolved oxygen*)

Analyst 89, 679, 1966.

A vizsgálatok a vízben oldott oxigén meghatározására szolgáló Winkler-féle módszer különböző hibalehetőségeivel foglalkoznak. Nyomás, hőmérséklet és egyéb adottságok a mintavétel helyén nem kerültek figyelembe. A vizsgálatok kizárólag a mintavétel módjára, a felhasznált eszközökre és a gyűjtőedényekre vonatkoztak. Kitént, hogy a munkamódszerek szerint több százaléig terjedő meghatározási hibák léphetnek fel és hogy a hibaforrások reprodukálhatósága gyakran nehéz. A táblázatban összeállított eredmények és azok fejtegetése azonban azt is bizonyítják, hogy bizonyos feltételek mellett ezek a hibák igen erősen csökkenthetők. A gyűjtőedények nagysága és a mintavétel módja ebben fontos szerepet játszanak.

Kieselbach Gy. (Budapest)

## Vizsgálatok a pangaminsav (B<sub>15</sub>-vitamin) kimutatására, illetőleg meghatározására.

TELEGDY KOVÁTS LÁSZLÓ, BERNDORFERNÉ,

KRASZNER ÉVA és DÉVAI ANNA

Budapesti Műszaki Egyetem Élelmiszerkémiai Tanszék

Érkezett: 1968. június 8.

Az utolsó évtizedek rendszeres biokémiai kutatásai nyilvánvalóvá tették, hogy a B-vitamin komplex összes tagjai még korántsem ismertek. Az élő szervezetben lejátszódó bonyolult folyamatok eddig ismeretlen katalizátorainak legalább egy része is ide kell, hogy tartozzék. Ennek az elméleti elgondolásnak gyakorlati bizonyítéka az a vegyület, amelyet *Tomiyama* 1950-ben (1) bika májából, *Krebs* és munkatársai pedig (2) sárgabarack mag vizes kivonatából különítették el. Később egyéb természetes anyagokból is kinyerték.

Csakhamar megállapították, hogy az új hatóanyag: a pangaminsav, igen kis mennyiségben hatásos, valódi biokatalizátor, mely a természetben mindenütt előfordul, ahol a B-vitamincsoport tagjai jelen vannak. Ezért a pangaminsav elnevezés mellett a B<sub>15</sub>-vitamin jelzést is megkapta – mint a B-vitamincsoport – soronkövetkező tagja.

Tekintettel arra, hogy állatkísérletek, majd klinikai tanulmányok a vegyület biológiai szerepét és gyógyászati jelentőségét korán kimutatták, a pangaminsav szintézise szükségszerűen nélkülözhetetlen lett.

*Krebs Sr.* és *Krebs Jr.* (3) 1955-ben szabadalmat jelentettek be a pangaminsav szintézisére, leírták a vegyületet, származékait és előállításuk módját.

*Bukin* és *Garkina* (4) pedig 1964-ben a *Krebs* által kidolgozott módszertől eltérő új utat dolgoztak ki a pangaminsav szintézisére, amelynek hatásosságát biológiai és klinikai kísérleteken igazoltak (4,5).

Mai ismereteink alapján a pangaminsav (B<sub>15</sub>-vitamin, pangametin) szerkezete a következő: D-glükono-dimetil-aminoacetát (1. ábra).

A pangaminsav molekulában levő metilcsoportoknak igen fontos biológiai hatásai vannak. Az élő szervezetben a metilezési és transzmetilezési reakciókban vesznek részt. Tehát a kolinhoz és metioninhoz hasonlóan az anyagcserében játszanak szerepet. A metilcsoportok számának növelésére *Krebs* (3) olyan pangaminsav származékokat is előállított, amelyek 4, 8, sőt 12-metilcsoportot tartalmaznak. A természetben ezek nem fordulnak elő. Jellegzetes képviselőjük – ha a pangaminsav molekulában a dimetil-amino csoportot di-izopropil-amino csoportra cseréljük ki – ez a tetrametil származék (2. ábra).

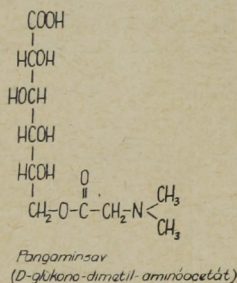
A pangaminsav molekulásúlya 281. Bruttó képlete: C<sub>10</sub>H<sub>19</sub>O<sub>8</sub>N. Fehér, kristályos vegyület, jól oldódik vízben, nem oldódik éterben, acetonban és más zsirolószerekben. Nátrium és kalcium sója ismeretes, felhasználása a gyógyászatban ezek formájában történik. Nátrium sója fehér por, nem oldódik éterben, kloroformban, benzolban, acetonban. Hígroszkópos olvadáspontja 196 °C. A kalcium-pangamát fehér, amorf por, könnyen oldódik vízben, nem oldódik szerves oldószerekben. Savas közegben ellenálló, lúgos közegben nem. A pornak gyenge,



aminra emlékeztető szaga van, enyhén keserű ízű. 100 C°-ig hevítve nem szenved változást.

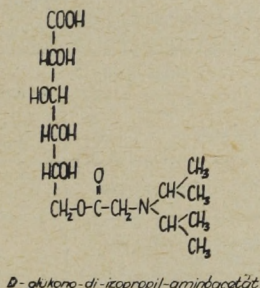
A pangaminsav klinikai alkalmazása labilis metilcsoportjain alapszik, s igen széleskörű kedvező hatásáról nagyszámú adat áll rendelkezésünkre. Kutatók egész sora tanulmányozta a pangaminsav fiziológiai szerepét a szervezetben, ami lipotróp hatásban, a szövetek sejtjeiben az oxigéncsere aktiválásában és detoxikáló hatásban mutatkozik meg (6, 7, 8, 9, 10).

Az utóbbi évek mindezen kutatásai rámutattak a pangaminsav jelentőségére, széleskörű alkalmazhatóságára. Az elért pozitív eredmények bizonyítják a vegyület fontos szerepét az élő szervezetben és gyógyászatban. Annak ellenére, hogy előfordulása széleskörű, természetes anyagokból való kinyerését, szintézisét megvalósították és a vegyületet klinikailag alkalmazzák, mégsem ismeretes olyan módszer, amely a pangaminsav kimutatására és mennyiségi meghatározására vonatkozna.



1. ábra

Pangaminsav (D-glükono-dimetil-aminoacetát)



2. ábra

D-glükono-di-izopropil-aminoacetát

E hiányosságot pótlandó a pangaminsav (B<sub>15</sub>-vitamin) meghatározására gyors és egyszerű módszert kívántunk kidolgozni. Figyelembe véve azt a tényt, hogy a pangaminsav természetes anyagokban fordul elő – tehát a kísérő vegyületektől történő elválasztása is megoldásra váró probléma – a rétegekromatográfia különösen alkalmas módszernek látszott. Kontroll készítményként a Szovjet Tudományos Akadémia Vitamin Kutató Intézete (Moszkva) által az Élelmiszerkémia Tanszék számára rendelkezésre bocsátott szintetikus készítményt – kalcium pangamátot – használtuk. Új módszerünket pedig a szovjet gyártási ellenőrzésnél alkalmazott nitrogén meghatározással és a pangaminsav ultraibolya abszorpciós színe alapján ellenőriztük.

Eljárásunk a következő volt: a kalcium-sóból sósavval felszabadítottuk a pangaminsavat és annak 1 mg/ml koncentrációjú vizes oldatával végeztük a kimutatásra irányuló kísérleteinket. A rétegekromatográfiai vizsgálatok pontos végrehajtásához számos tényező állandóságát kell biztosítanunk. Elsősorban a megfelelő adszorbens, a futtató elegy és az előhívó reagens kiválasztása fontos.

Adszorbensek közül: Alumíniumoxid G (Merck) és Kieselgel G (Merck) 1 : 1 arányú keverékét, Kieselgel G (Merck) és Kieselgur G (Merck) réteget aktív és inaktív formában próbáltunk ki. Az aktív és inaktív megjelölés a felkent réteg szárítási módjára vonatkozik, az aktív réteg 30 perces 100 C°-on történő, az inaktív pedig szobahőmérsékleten több órás szárítással készült.

Az oldószer elegyek közül az alábbiakat tanulmányoztuk:

n-butanol : jégecet : víz	(60 : 30 : 10)
n-butanol : aceton : víz	(40 : 50 : 10)
benzol : jégecet : metanol	(20 : 20 : 60)
piridin : etilacetát : víz	(20 : 70 : 10)
piridin : etilacetát : jégecet : víz	(50 : 50 : 10 : 30)
n-propanol : etilacetát : víz : 25%-os NH <sub>3</sub>	(50 : 10 : 30 : 10)

Standard oldatokkal végzett kísérleteink során az említett adszorbensek és oldószerek közül a 100 C°-on aktivált Kiesegel G (Merck) rétegen n-propanol : etilacetát : víz : 25%-os NH<sub>3</sub> (50 : 10 : 30 : 10) oldószer eleggyel értük el a legjobb eredményeket, jól definiált határozott körvonalú, szabályos alakú foltokat és jól reprodukálható R<sub>F</sub>-értékeket kaptunk (1. táblázat).

7. táblázat

**Pangaminsav R<sub>F</sub> × 100 értékei**  
(különböző adszorbenseken, különböző oldószerekkel)

Futtatószer \ Adsorbens	Alusil (Aluminiumoxid G – Kiesegel G (1:1))		Kiesegel G	
	Inaktív	Aktív	Inaktív	Aktív
n-butanol : jégecet : víz 60 : 30 : 10	57	49	48	40
n-butanol : aceton : víz 40 : 50 : 10	39	43	64	56
benzol : jégecet : metanol 20 : 20 : 60	54	59	75	68
piridin : etilacetát : víz 20 : 70 : 10	28	39	53	66
piridin : etilacetát : jégecet : víz 50 : 50 : 10 : 30	82	—	80	86
n-propanol : etilacetát : : víz : NH <sub>3</sub> (25%) 50 : 10 : 30 : 10	56	45	54	43

A pangaminsav szintelen vegyület, ezért az adszorbens rétegen láthatóvá tételéhez megfelelő előhívó reagens volt szükséges. Számos reagenssel próbálkoztunk.

*Abdel-Ahker* és *Smith* (11) szellemes módszert dolgoztak ki az aldonsavak laktonjainak és észtereinek papírkromatográfiás kimutatására hidroxámsavszármazékok alakjában. A kromatogramot először frissen készült alkalikus hidroxilamin oldattal, majd szárítás után kevés vas(III)-kloridot tartalmazó 1%-os vizes oldattal permetezik be. A módszer aldonsav- és uronsavészterek, laktonok, amidok és metilamid származékok kimutatására alkalmas.

*Hais* és *Maček* (12) monogliceridek és nem redukáló szénhidrátok előhívására aljánlja vízmentes benzolban oldott 1%-os ólomtetraacetát oldatot. A kromatogramon barna háttérben fehér foltként jelennek meg a reagált vegyületek.

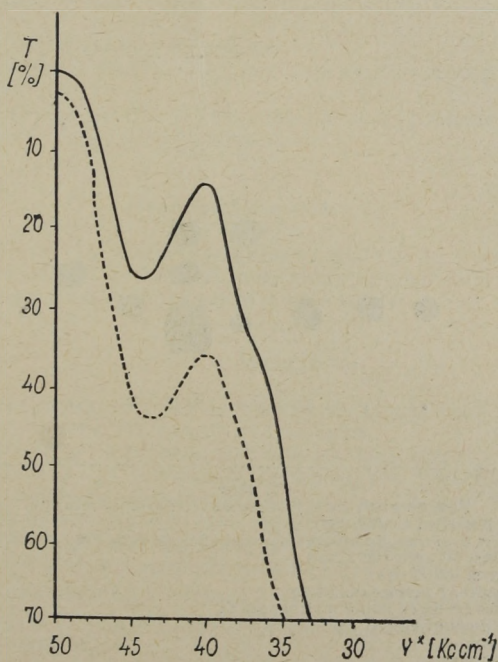
Kipróbáltuk még a brómfenolkék-bórsav előhívószert is. Cukoralkoholok kék háttérben sárga foltként jelennek meg használatkor.



A fenti reagensek nem adtak színreakciót a pangaminsavval. Számos próbálkozás után megállapítottuk, hogy színreakciót lúgos káliumpermanganáttal érhetünk el. 1%-os káliumpermanganát és 10%-os nátriumhidroxid vizes oldatával bepermetezve a lemezt, a pangaminsav lilásszínű háttérben sárga foltként jelent meg. (Reakciómechanizmust vizsgáljuk.)

### A módszer kivitelezése

Kieselgel G (Merck) rétegen, amelyet használat előtt 30 percig 100 C°-on aktíváltunk, n-propanol : etilacetát : víz : 25%-os NH<sub>3</sub> (50 : 10 : 30 : 10) oldószer elegyével végeztük a pangaminsav futtatását. A pangaminsav 1 mg/1 ml koncentrációjú vizes oldatából 10 µl-t vittünk fel a rétegre. A vizsgálati anyagot a lemez szélétől 2 cm-re cseppentettük fel. A startpontok egymástól való távolsága 2 mm volt. Az üveglapok két oldalán 1–1 cm szélességben az adszorbenst eltávolítottuk, hogy a foltok laterális vándorlását minimálisra csökkentjük. Mikor az oldószerfront a startponttól számított 14 cm-t elérte, a lapokat kivéve a kádból 10 percig 60 C°-on szárítószekrényben tartottuk. Szobahőmérsékletre lehűlése után az előhívó reagenssel permeteztük be.



3. ábra

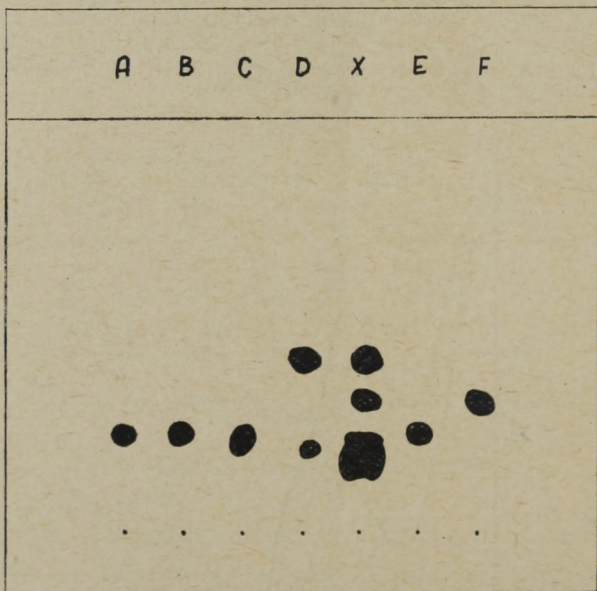
Pangaminsav ultraibolya abszorpciós színe:

- = kromatográfálás után eluált pangamin
- = 1 mg/ml koncentrációjú pangaminsav oldat

## A pangaminsav kimutatásának ellenőrzése

A rendelkezésünkre álló gyógyszerkészítmény nemcsak pangaminsavat tartalmazott, ezért megnéztük, hogy az általunk megfigyelt folt valóban pangaminsavat tartalmaz-e. Ennek eldöntésére egyrészt nitrogén meghatározást végeztünk. 2 mg pangaminsavat felvive a lemezre futtattuk, a lemez kis részén történő előhívás után a megfelelő távolságban az adszorbenst kikapartuk és az így kapott mintából végeztük el a nitrogénmeghatározást (13). A meghatározás pozitív eredményt adott, a pangaminsav nitrogénjét sikerült kimutatni. 3. ábra

A vegyület azonosításának másik módjául ultraibolya abszorpciós szinképének vizsgálatát választottuk. Unicam SP 700-as spektrofotométerrel a pangaminsavat tartalmazó vizes oldat és a kromatogramról eluált folt vizes oldatának abszorpciós szinképét vizsgáltuk. Összehasonlító oldat desztillált víz volt. A vizsgálatok során a két minta azonos hullámszámnál mutatott maximális fényelnyelést. Az áteresztőképesség a koncentráció különbségek miatt tér el.



4. ábra

Pangaminsav és egyéb savak rétegekromatogramja

Réteg: Kieselgel G (Merck)

Oldószer: n-propanol : etilacetát : víz : 25 %-os  $\text{NH}_3$  (50 : 10 : 30 : 10)

Aktiválás: 30 perc 100 C°-on

Fejlesztési idő: 2 óra

Oldószerfront távolsága: 14 cm

Előhívószér: lúgos káliumpermanganát

Felvitt mennyiség: 10  $\mu\text{g}$

1. almasav

2. galaktonsav

3. glükonsav

4. pangaminsav

5. almasav, galaktonsav, glükonsav, pangaminsav, galakturonsav, glükuronsav

6. galakturonsav

7. glükuronsav



Végül annak megállapítására, hogy a pangaminsav hasonló típusú, természetes anyagokban előforduló savaktól ezzel a módszerrel elválasztható-e; pangaminsavat almasav, galaktonsav, glükonsav, galakturonsav, glükuronsav (Merck p. a.) keverékével együtt futattunk, Bebizonyosodott, hogy e savak  $R_f$  értékei a pangaminsav  $R_f$  értékétől szignifikánsan különböznek. Az almasav, galaktonsav és a glükonsav egymástól való elválasztása azonban ilyen körülmények között nem valósítható meg. 4. ábra

2. táblázat

**Pangaminsav elválasztása különböző savaktól**

Jelölés	A vegyület neve	Felvitt mennyiség ( $\mu\text{g}$ )	$R_f$
A	Almasav	10	24
B	Galaktonsav	10	24
C	Glükonsav	10	23
D	Pangaminsav	10	43
E	Galakturonsav	10	25
F	Glükuronsav	10	32

*Előhívószér:* lúgos káliumpermanganát.

*Réteg:* Kieselgel G (Merck); *Oldószér:* n-propanol : etilacetát : víz : 25%-os  $\text{NH}_3$  (50 : 10 : 30 : 10).

*Aktíválás:* 30 perc 100  $^\circ\text{C}$ -on; *Fejlesztési idő:* 2 óra; *Oldószérfront távolsága:* 14 cm; *Előhívószér:* lúgos káliumpermanganát.

**Mennyiségi meghatározás**

*Purdy és Truter* (14) szerint rétegekromatogramon az anyag mennyisége a folt nagyságából meghatározható. A mennyiségi meghatározásra alkalmazható grafikus és matematikai módszer közül a súly-terület arányt a következő empirikus egyenlet írja le:

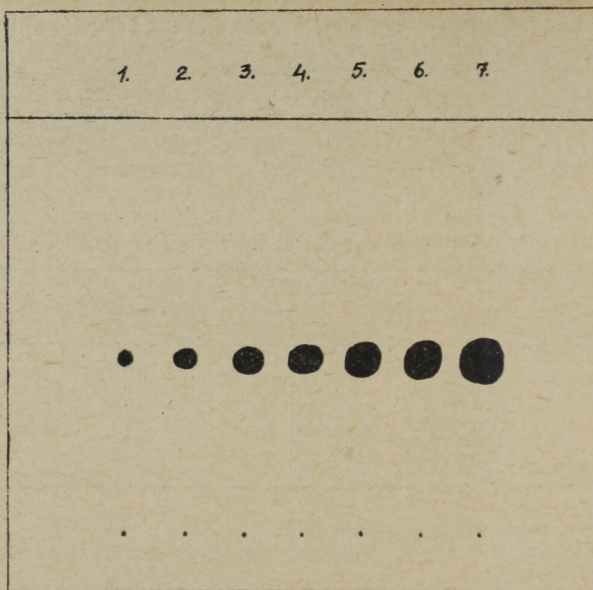
$$\sqrt{A} = M \log W + c$$

azaz a foltterület ( $A$ ) négyzetgyöke és a felvitt anyagmennyiség ( $W$ ) logaritmusai között lineáris összefüggés áll fenn.  $M$  és  $c$  állandók.

A közölt összefüggés kipróbálására tiszta anyaggal mérésorozatot készítettünk. Gyakorlatilag 2–27 mikrogram tartományban végeztük a méréseket, melyek során – a futtatás eredményeképpen – 17–169  $\text{mm}^2$  területű foltokat kaptunk. A területmérést grafikus úton végeztük. Általában nagyobb foltterület pontosabb meghatározást tesz lehetővé, ami arra mutat, hogy e mérés bizonytalansági tényezője a terület meghatározásában van. 5. ábra 6. ábra

A mérésorozat adatait a következő 3. táblázat közli; az adatokból a hivatkozott összefüggés ( $\sqrt{A} - \log W$ ) alapján kalibrációs görbét készítettünk, amelyet a 6. ábrán mutatunk be.

A kalibrációs görbéből ismeretlen töménységű oldat pangaminsav tartalma jól olvasható. Tapasztalataink arra mutatnak, hogy a leírt és kipróbált – szemi-quantitatív – módszer a gyakorlati igényeknek megfelelő és mennyiségi meghatározásra célszerűen alkalmazható.



5. ábra

Pangaminsav különböző koncentrációjú rétegekromatogramja  
 Réteg: Kieselgel G (Merck)  
 Oldószer: n-propanol : etilacetát : víz : 25 %-os  $\text{NH}_3$  (50 : 10 : 30 : 10)  
 Aktiválás: 30 perc 100 C°-on  
 Fejlesztési idő: 2 óra  
 Oldószerfront távolsága: 14 cm  
 Előhívószer: lúgos káliumpermanganát

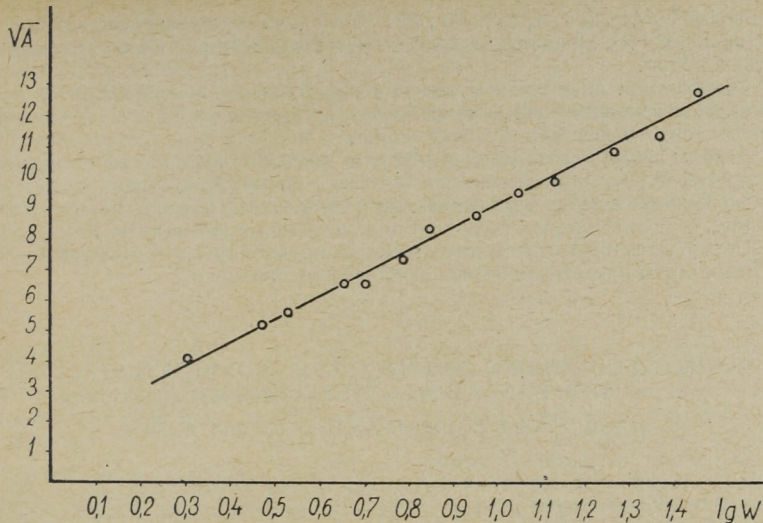
1. 3 mg	5. 14,5 mg
2. 4,5 mg	6. 18,0 mg
3. 6,0 mg	7. 22,4 mg
4. 9,0 mg	

3. táblázat

### Kalibrációs diagram adatai

W (%)	A (mm <sup>2</sup> )	lgW	$\sqrt{A}$ (mm)
2,0	17	0,3010	4,12
3,0	28	0,4771	5,29
3,4	32	0,5315	5,66
4,5	43	0,6532	6,56
5,0	45	0,6990	6,70
6,0	56	0,7782	7,48
7,0	72	0,8451	8,48
9,0	80	0,9542	8,94
11,0	95	1,0414	9,70
13,4	103	1,1271	10,15
18,0	122	1,2553	11,05
22,4	134	1,3502	11,60
27,0	169	1,4314	13,00





6. ábra  
Kalibrációs diagram

#### IRODALOM

- (1) Tomiyama, T., Jone, V.: Ref. Chem. Abstr., 48, 5961 1954.
- (2) Krebs, E. T. Sr., Krebs, E. T. Jr., Beard, H. H., Malin, R., Harris, A. T., Bartlett, C. L.: Intern. Record Med., 104, 18, 1951.
- (3) Krebs, E. T. Sr., Krebs, E. T. Jr.: U. S. Patent 2, 710, 876, 1955.
- (4) Garkina, I. N.: Voproszj Medicinszkoy Himii. 8, 236, 1962.
- (5) Bukin, V. N.: Vitamin B<sub>15</sub> (pangamovaja kislota). Moszkva. 1965.
- (6) Beard, H. H., Wofford, G.: Exper. Med. Surg. 14, 169, 1956.
- (7) Cupadlla, E., Dispensa, E.: Minerva Med. 48, 3428, 1957.
- (8) Idzumia, M.: Vitamins (Japan), 16, 279, 1959.
- (9) Marschall, F. N., Adamson, R. H., Long, J. P.: Proc. Soc. Exper. Biol. and Med., 107, 240, 1961.
- (10) Bertelli, A., Casentini, S., Lanzetta, A.: Minerva Med. 48, 3425, 1957.
- (11) Abdel-Ahker, M. A., Smith, F.: J. Amer. Chem. Soc. 73, 5859, 1951.
- (12) Háis, J. M., Maček, K.: Papirkromatográfia kézikönyve. Budapest, 1961.
- (13) Mázor L.: Szerveskémiai analízis I. Budapest. 1961.
- (14) Purdy, S. J., Truter, E. V.: Chemistry and Industry. 506, 1962.

#### ИССЛЕДОВАНИЯ ВОБЛАСТИ ОБНАРУЖЕНИЯ И ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАНГАМИНОВОЙ КИСЛОТЫ (витамина B<sub>15</sub>)

Л. Телегди Ковач, Е. Краснер Берндорфер и А. Дэваи

Авторы разработали метод слоистой хроматографии для качественного выявления и количественного определения пангаминной кислоты, найденной в 1950 г., идентифицированной и синтезированной в 1951–55 гг. Отделяя пангаминную кислоту на слое Кизелгел Г. (Мэрцк) активированного при температуре 100° С в смеси растворителя н-пропанол : этилаце-

тат : вода : 25%-ный  $\text{NH}_3$  (50 : 10 : 30 : 10) получили хорошо репродуцируемую величину  $R_f$ . Проявление проводили в щелочном растворе марганцево-кислого калия.

Разработали оптимальные условия обнаружения и наблюдали за возможными мешающими действиями прочих органических кислот имеющихся в естественных веществах подобного типа.

Авторы двумя методами проверяли тот факт, что обнаруженное соединение действительно является ли пангаминовой кислотой, а именно; определением содержания азота и на основании спектральной ультрафиолетовой абсорпции. У обоих методов получили положительные результаты.

Попытались провести и количественное определение пангаминовой кислоты. Результаты представляют обнадеживающие признаки.

## UNTERSUCHUNGEN ZUM NACHWEIS UND BESTIMMUNG DER PANGAMINSAURE (VITAMIN $\text{B}_{15}$ )

*L. Telegdy Kováts, É. Berndorfer Kraszner und A. Dévai*

Zum qualitativen Nachweis und quantitativen Bestimmung der im 1950. zum erstenmal isolierten und in 1951–55. synthetisierten Pangaminsäure haben die Verfasser eine dünn-schichtchromatographische Methode ausgearbeitet. An einer bei 100 °C aktivierten Kieselgel G (Merck) Schicht, mit einem Gemisch von n-Propanol : Aethylacetat : Wasser : 25%-igem Ammoniak (50 : 10 : 30 : 10) als Fliessmittel konnte man gut reproduzierbare  $R_f$ -Werte erhalten; zur Sichtbarmachung der Pangaminsäure wird alkalische Kaliumpermanganatlösung verwendet.

Die Verfasser haben auch die optimalen Bedingungen für den Nachweis und die Bestimmung ausgearbeitet, und den eventuellen störenden Einfluss von organischen Säuren, die in Naturstoffen am häufigsten vorkommen, untersucht.

Für die Identifizierung der nachgewiesenen Verbindung – also dass diese Verbindung wirklich Pangaminsäure ist – wurden zwei Methoden angewendet: die Bestimmung des Stickstoff-Gehaltes und eine Kontrolle auf Grund der UV-Spektren: Resultate beider Methoden bestätigten die Originalbefunde. Auch die Versuche zur quantitativen Bestimmung der Pangaminsäure zeigten günstige Ergebnisse; die Methode scheint einfach und doch verlässlich zu sein.

## INVESTIGATIONS ON THE DETECTION AND DETERMINATION OF PANGAMETIC ACID (VITAMIN $\text{B}_{15}$ )

*L. Telegdy Kováts, É. Berndorfer – Kraszner and A. Dévai*

A new method, based on thin-layer chromatography, was evolved by the authors for the detection and determination of pangametic acid, first isolated in 1950 and then synthesized in 1951–1955. Well reproducible  $R_f$ -values were obtained on a layer of Kieselgel G (Merck), activated at 100°C, using a 50 : 10 : 30 : 10 solvent mixture of n-propanol : ethyl acetate : water : 25% ammonia as developer. Visualization of pangametic acid was carried out by spraying the chromatogram with an alkaline solution of potassium permanganate.



The optimum conditions for the detection and determination were studied and the possible interfering effects of organic acids usually simultaneously present were investigated.

Two different tests were used for the identification of the compound detected, to prove its identity with pangamic acid: the determination of its nitrogen content, and a control test based on ultraviolet spectra. The results of both tests confirmed the identity of pangamic acid.

Experiments as regards the quantitative determination of pangamic acid gave similarly favourable results; the evolved new method appears to be a simple but reliable one.

HEINTZE, K.:

**A kénssav oxidációssebességének befolyásolása gyümölcs- és zöldségtermékekben**

*(Beeinflussung der Oxidationsgeschwindigkeiten der schwefeligen Säure in Obst- und Gemüseprodukten.)*

Industr. Obst- in Gemüseverwert. 49: 185, 1966.

Kénssavval kezelt gyümölcsvelők, izek, aszalt gyümölcsök stb. elemzési eredményeinek összehasonlítása azt mutatta, hogy egyes készítményeknek hosszú tárolás után még nagy volt a  $\text{SO}_2$ -tartalmuk, míg mások gyorsabban oxidáltak. Szerzők azért modellkísérletekben vizsgálták meg a készítmények különböző tartalmi anyagainak oxidációs hatását kénssavra. A kísérletek azt mutatták, hogy már vas- és rézionok igen csekély nyomai katalikusán erősen gyorsítják az oxidációt. Az irodalomban említett vas- és rézmennyiségek a mindenkori gyümölcs-hamukban ezerszeresen meghaladják azokat a mennyiségeket, amelyeket a modellkísérletben használtak fel. Szul-

fitoldatok oxidációja a gyakorlatban mégis lassabban fut le. Ezért azt gondolták, hogy gátló anyagok vannak jelen, pl. polifenolok. Megfelelő kísérletek azután azt mutatták, hogy vas-ionokat hatásukban polifenolok erősen gátolnak, rézionokat ellenben nem. Ezt a fém-fenolkomplexumoknak eltérő állandóságával magyarázzák különböző pH-értékek mellett.

Karbonilvegyületek készletetik az oxidációt a hidrogénszulfitionoknak a karbonilcsoporthoz kötése által. Szerves savak tekintetében a vegyi szerkezet és az oxidatív hatás között összefüggést nem lehetett megállapítani, így pl. oxál- és szorbinsav oxidációt gátlók, aszkorbin- és citromsav, továbbá foszforsav erősen prooxidatív viselkedést mutatnak. Prooxidatív viselkedést mutatnak  $\text{NH}_2$ -csoportokkal bíró anyagok is. Alkoholos OH-csoportok közömbösen viselkednek. Ez vonatkozik monofenolok fenolos OH-csoportjaira is. A környezet pH-értéke mindenkor döntő szerepet játszik, mind egy túl magas, mind egy túl alacsony – pH 3,2 alatti – érték az oxidációt előmozdítja.

Kieselbach Gy. (Budapest)

## D-vitamin és ergoszterin meghatározása takarmányélesztőben

### III. Egyes tényezők szerepe a D-vitamin keletkezésénél besugárzás hatására takarmányélesztőjében

SPANYÁR PÁL, BLAZOVICH MÁRTA és GÁBOR ISTVÁNNÉ

Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1968. február 3.

Az erőtakarmányhoz adott takarmányélesztőt jelenleg hozzáadott D-vitamin-készítménnyel komplettálják. Minthogy a takarmányélesztőben jelentékeny mennyiségű ergoszterin van, kézenfekvőnek látszott az a gondolat, hogy a szükséges D-vitamint magában az élesztőben ibolyántúli sugárzás behatására a jelenlevő ergoszterinből állítsák elő. Ennek kapcsán néhány laboratóriumi kísérletet végeztünk annak megállapítására, hogy melyek azok a paraméterek, amelyek mellett az élesztőjében a legnagyobb mennyiségű D-vitamin állítható elő.

Kísérleteinkhez ipari sűrített torula élesztőtejet használtunk. A besugárzást egy magyar gyártmányú analitikai kvarclámpával végeztük, amelynek Theta típusú égője 220 V üzemi feszültség és 3,8 A áramerősség mellett működött. A 836 W teljesítményű égő sugárzási adatait nem ismerjük. Ismeretes azonban, hogy hasonló típusú és teljesítményű égők ultraibolya sugárzása a teljes teljesítmény 5–10%-ának felel meg s ebből a sugárzás nagyobb része (közel 90%-a) a 3200–3800 Å hullámhossz tartományban történik. A vizsgálatokhoz saját, korábban ismertetett (1, 2, 3) vizsgálati módszerünket használtuk.

Néhány előkísérlet után – egyébként azonos körülmények között – vizsgáltuk, hogy a sugárforrás és a sugárzásnak kitett felület közti távolság, a besugárzás időtartama, továbbá az élesztőtej töménysége, ill. kémhatása mily módon befolyásolja a D-vitamin keletkezését. Eredményeinket a következőkben foglaljuk össze:

1. A 105 C°-on szárítással mérve 22% szárazanyag-tartalmú 100 mg% ergoszterint tartalmazó, D-vitamint nem tartalmazó és pH 6,0 kémhatású sűrített élesztőtejből 10 g-ot olyan 10 cm átmérőjű Petri-csészébe helyeztünk, amelyben a vizsgálandó anyag felülete 78,5 cm<sup>2</sup>, rétegvastagság kb. 1,3 mm volt. A besugárzás 70 percig tartott. A kísérlet során a hőhatás következtében előállított nedvesség veszteséget 5 percenként pótoltuk. Az anyag felületétől az égőt 4, 6 és 8 cm távolságra állítottuk. Az égő méretei (2×11 cm) alapján feltehető, hogy a sugárzás a besugárzott felületet minden esetben egyenletesen érte.

A kísérletek eredményét az 1. ábrán mutatjuk be. Látható, hogy a D-vitamin mennyisége a besugárzás távolságával csökken. Kísérleteink szerint az alkalmazott legkisebb (4 cm) távolságnál keletkezett legnagyobb mennyiségű D-vitamin. A távolság további csökkentésére nem volt lehetőség, mert ezen túl az égő hőhatása fokozottabban érvényesült, s már a kísérlet első öt percében az élesztőtej beszáradt.

A kísérletek folyamán az ergoszterin mennyisége lényegesen lecsökkent. Noha ez a csökkenés kisebb távolság esetén növekszik, mégis a bomlás csak rész-



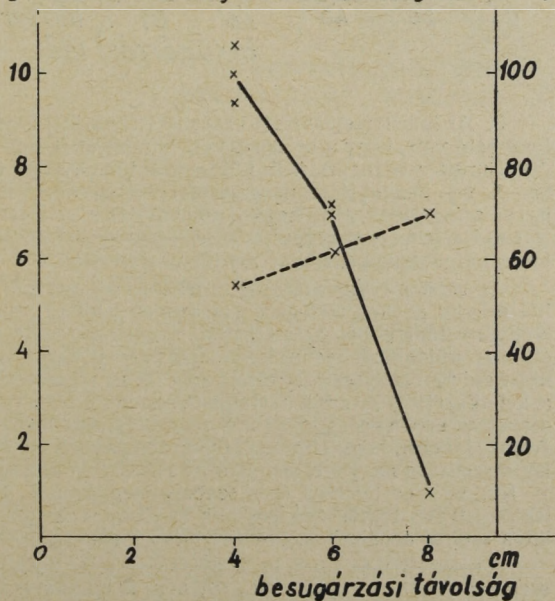
ben tulajdonítható a D-vitamin keletkezésének. Az elbomlott ergoszterin mennyi-  
 sege ugyanis lényegesen meghaladja a keletkezett D-vitamin mennyiségét.  
 (Elméletileg azonos mennyiségű ergoszterinből azonos mennyiségű D-vitamin  
 keletkezik.) Feltehető, hogy a hiányzó ergoszterin teljes mennyisége, vagy nagy  
 része előbb D-vitaminná alakult át, s a keletkezett D-vitamin egy része még a  
 besugárzás időtartama alatt tovább bomlott. Lehetséges az is, hogy a besugárzás  
 hőhatására az ergoszterin más módon bomlott meg. Valószínű, hogy a bomlás  
 mindkét módja párhuzamosan következett be. A bomlástermékek jelenléte a  
 rétegekromatogramon jól megfigyelhető.

2. Az előző pontban körülírt élesztőtejből – különben azonos körülmények  
 között – az egyes mintákat 4 cm-es besugárzási távolságból különböző idő-  
 tartam alatt sugároztuk be.

A 2. ábrán levő grafikon mutatja, hogy a besugárzási időtartamnak opti-  
 muma van. Az optimális 70 perc alatt emelkedik a D-vitamin töménysége a  
 legnagyobbra. Feltehető, hogy a kísérlet elején a D-vitamin keletkezése és az  
 ergoszterin bomlása egyaránt kicsi, a besugárzási időtartam növekedésével  
 egyideig a D-vitamin keletkezés viszonylag nagyobb, később az ergoszterin  
 bomlás mértéke a D-vitamin keletkezését jóval meghaladja. Az optimum az az  
 időtartam, amely alatt a D-vitamin keletkezése és ergoszterin bomlás egyensúly  
 a legkedvezőbb. Feltevésünket a rétegekromatogramok is igazolják. Ezek szerint  
 a besugárzás előrehaladásával a bomlástermékek száma és mennyisége is állan-  
 dóan nő.

Keletkezett  
 D-vitamin  
 mg/100 g élesztőtej

megmaradt  
 ergoszterin  
 mg/100 g élesztőtej

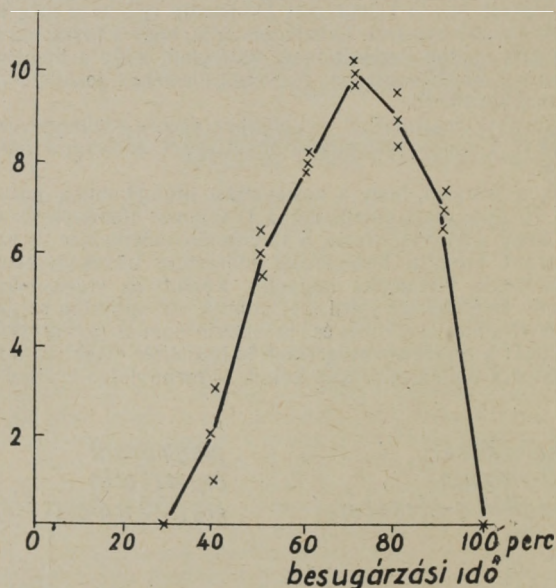


7. ábra. A besugárzási távolság befolyása a D-vitamin keletkezésére élesztőtejben

— D-vitamin,  
 - - - ergoszterin

(A vonalak a párhuzamos adatok számtani középértékeit kötik össze)

Keletkezett  
D-vitamin  
mg/100 g élesztőtej



2. ábra. A besugárzás időtartamának befolyása a D-vitamin keletkezésére élesztőtejben  
— D-vitamin

(A vonalak a párhuzamos adatok számtani középértékeit kötik össze)

3. Az iparilag előállított besűrített élesztőtej szárazanyagtartalma kb. 22%. Feltehető volt, hogy a besugárzás szempontjából nem ez a legkedvezőbb *töménység*. Ennek megállapítására különböző töménységű élesztőtejekeket sugároztunk be. A tej töményítése nem látszott célszerűnek. Korábbi kísérleteinkből (2) ugyanis ismeretes volt, hogy a töményítés érdekében alkalmazott hőhatás feltétlenül a jelen levő ergoszterin jelentékeny bomlásával jár. Ezért a különböző töménységű szuszpenziókat hígítással állítottuk elő.

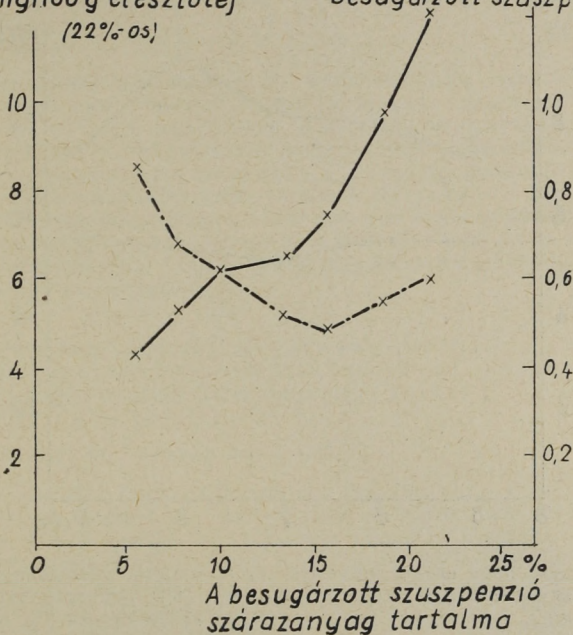
Az azonos rétegvastagság érdekében különböző töménységű szuszpenziókból mindig azonos térfogatú (és azonos felületű) élesztőtejet sugároztunk be. Nyilvánvalóan ebben az esetben az azonos térfogatú, de különböző töménységű oldatok különböző mennyiségű ergoszterint tartalmaznak. A 3. ábra szerint ilyen esetben az élesztőtej töménység (és az ergoszterin tartalom) növekedésével a keletkezett D-vitamin tartalom abszolút értéke rohamosan nő. Ha azonban ezeket az értékeket %-osan a besugárzott szuszpenzió mennyiségére vonatkoztatjuk, kiderül, hogy 15%-osnál nem töményebb élesztőtejek esetén a hígabbakból viszonylag nagyobb mennyiségű D-vitamin keletkezik, mint a töményebbekből. — Kb. 15%-os tejkénel ez a szabály megváltozik. Ezen túl már %-osan is a legtöményebb tejből lesz nagyobb D-vitamin tartalmú oldat, közelebbi vizsgálatok szerint azonban az utóbbi változás már szignifikánsnak nem tekinthető.

A kísérletből az tűnik ki, hogy az élesztőtej hígítása a D-vitamin keletkezésére szempontjából nem szükséges, sőt nem is kívánatos.



Keletkezett  
D-vitamin  
mg/100 g élesztőtej  
(22%-os)

Keletkezett  
D-vitamin mg/20 g  
besugárzott szuszpenzió



3. ábra. Az élesztőtej töménységének befolyása a D-vitamin keletkezésére besugárzás hatására azonos rétegvastagság mellett  
— D-vitamin mg,  
- - - D-vitamin mg %

4. Az élesztőtej eredeti kémhatása pH 6,0 körül van. Megvizsgáltuk, hogy a besugárzás által nyerhető optimális D-vitamin keletkezése szempontjából ez a kémhatás a legmegfelelőbb-e, vagy esetleg célszerű azt valamilyen irányba megváltoztatni. Ezért az élesztőtej pH-ját változtatva pH 5,0 és 9,0 között végeztünk – egyébként az optimális feltételek mellett – besugárzási kísérleteket. A pH-t telített nátriumhidrogén-, dinátriumhidrogén-, ill. trinátriumfoszfát oldatokkal állítottuk be. Ezáltal valamennyi élesztőtej-mintát egyformán kb. 30%-kal felhígítottuk.

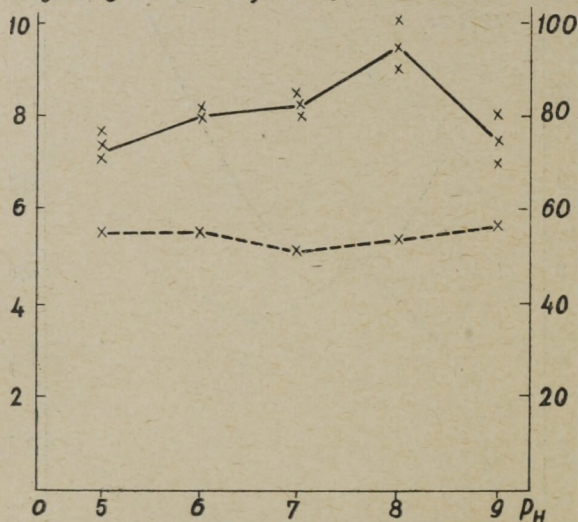
A 4. ábrából látható, hogy az élesztőtejben az ergoszterinből besugárzás hatására mutatkozó D-vitamin keletkezésének pH optimuma van, amely nem azonos az élesztőtej eredeti kémhatásával. Ez az optimum pH 8,0-nál határozottan megmutatkozik. Számításunk szerint a pH 8 és pH 7, ill. a pH 8 és pH 9-nél keletkezett D-vitamin mennyiségek között szignifikáns különbség van. A kísérlet kiterjesztése még alacsonyabb, ill. még magasabb pH területekre nem volt szükséges, minthogy pH 8,0-tól felfelé és lefelé egyaránt csökkenő irányú a D-vitamin keletkezése.

Az ergoszterin bomlása és a D-vitamin keletkezése között jelen esetben párhuzamosság nem fedezhető fel. Az ergoszterin bomlása – a hibahatárokon belül – független a kémhatástól: csaknem állandó.

Az élesztőtej az élesztőgyártás folyamán átmeneti terméknek tekinthető, a továbbiakban azt besűrítik, beszárítják. Korábbi kísérleteinkből ismeretes

Keletkezett  
D-vitamin  
mg/100 g élesztőtej

megmaradt  
ergoszterin  
mg/100 g élesztőtej



4. ábra. Az élesztőtej kémhatásának befolyása a D-vitamin keletkezésére besugárzás hatására

— D-vitamin,  
- - - - ergoszterin  
(A vonalak a párhuzamos adatok számtani középértékeit kötik össze)

volt, hogy ezek a műveletek az ergoszterin jelentékeny bomlásával járnak. Az akkor használt szeparált, mintegy 89% nedvességtartalmú élesztőtej kb. 35 mg% ergoszterint tartalmazott, az ebből készült 8% nedvességtartalmú szárított élesztő ergoszterin tartalma már csak 33 mg% volt. A két készítmény nedvességtartalmának figyelembevétele mellett megállapítható, hogy az eredeti ergoszterintartalom mintegy 90%-a elveszett.

A tapasztalt veszteség felkeltette bennünk azt az aggodalmat, hogy az élesztőtejben létesített, viszonylag igen érzékeny D-vitamin a technológiai eljárás további folyamán nem fog-e az ergoszterinhez hasonlóan elbomlani.

Az ipari technológia hatását nem volt módunkban kipróbálni, minthogy iparilag előállított D-vitamintartalmú élesztőtej nem állott rendelkezésünkre. Ezért előkísérletképpen 105 °C-on végzett 3 órás laboratóriumi besugárzás hatását vizsgáltuk meg. E kísérletekből kiderült, hogy a 22% szárazanyagot és mintegy 10 mg% D-vitamint tartalmazó tej, 95% szárazanyagot és 5 mg% D-vitamint tartalmazó végterméket adott. A veszteség tehát ebben az esetben közel áll a 90%-hoz. Ezek alapján az élesztőtej besugárzásának gondolata megfontolást érdemel.

#### IRODALOM

- (1) Spanyol P., Blazovich M., Gábor I.-né: ÉVIKE 13, 77, 1967.
- (2) Spanyol P., Blazovich M., Gábor I.-né: ÉVIKE 13, 130, 1967.
- (3) Spanyol P., Blazovich M., Gábor I.-né: Élelmiszertudomány 1, 24, 1967.



## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВИТАМИНА „Д” И ЭРГОСТЕРИНА В КОРМОВЫХ ДРОЖЖАХ

### III. РОЛЬ НЕКОТОРЫХ ФАКТОРОВ ПРИ ОБРАЗОВАНИИ ВИТАМИНА „Д” В КОРМОВОМ ДРОЖЖЕВОМ МОЛОКЕ ВЛИЯНИЕМ ОБЛУЧЕНИЯ

*П. Шпаняр, М. Блазович и Н. Габор*

Авторы помощью аналитической кварцевой лампы облучали молоко полуготового продукта кормовых дрожжей содержащего 22% сухого вещества и приблизительно 100 мг/% эргостерина. Увеличением расстояния между источником излучения и поверхностью подверженной облучению уменьшалось количество образующегося витамина „Д”. Оптимальная продолжительность облучения составляла 70 минут. Оптимальный рН среды = 8. Эта величина по отношению к концентрации дрожжевого молока сначала является малой а в случае концентрации дрожжевого молока (5 – 15%) в процентном отношении является высшим, а позже (выше 15%-ой концентрации) с повышением концентрации увеличивается.

## BESTIMMUNG VON VITAMIN D UND ERGOSTERIN IN MASTHEFE III. EINFLUSS EINIGER FAKTOREN BEI DER BILDUNG VON VITAMIN D IN MASTHEFEMILCH NACH EINSTRABLUNG

*P. Spanyol, M. Blazovich und I. Gabor*

Die Verfasser setzten ein 22% Trockensubstanz und cca. 100 mg% Ergosterin enthaltendes halbfertiges Produkt, die Masthefemilch, der Einwirkung der Quarzlampestrahlen aus. Die Quantität des gebildeten Vitamins D verreinigte sich mit der Vergrößerung der Entfernung zwischen der Strahlenquelle und der bestrahlten Oberfläche. Die optimale Zeitdauer der Einstrahlung betrug 70 Minuten, das pH Optimum des Mediums 8. Mit der Konzentration (und dem höheren Ergosteringehalt) der Hefemilch nimmt auch die absolute Menge des gebildeten Vitamins D zu. Dieser Wert ist auf die Konzentration der Hefemilch berechnet zu Beginn – im Falle von geringerer (5 – 15%) Hefemilch-Konzentration – prozentual höher, später (über 15%) nimmt er mit steigender Konzentration zu.

## DETERMINATION OF VITAMIN D AND ERGOSTEROL IN FEED YEAST III. ROLE OF CERTAIN FACTORS IN THE FORMATION OF VITAMIN D IN FEED YEAST MILK UNDER THE EFFECT OF IRRADIATION

*P. Spanyol, M. Blazovich and I. Gabor*

Milk of 22% dry matter content and containing about 100 mg% of ergosterol, serving as a halfproduct of feed yeast has been exposed by the authors to irradiation by an analytical quartz lamp. The amount of the formed vitamin D proved to diminish with the increase of the distance between the radiation source and the surface exposed to irradiation. The optimum duration of irradiation was 70 minutes while the optimum pH value of the medium ranged 8. Along with the concentration of yeast milk (and with its higher contents of ergosterol) also the absolute amounts of the formed vitamin D increased. This

value was at the beginning, at lower (5 to 15%) concentrations of yeast milk, percentually higher, while later (at concentrations over 15%) it increased with the rise of concentration.

### DOSAGE DE LA VITAMINE D ET DE L'ERGOSTÉRINE DANS LA LEVURE DE FOURRAGE. III. LE RÔLE DE DIVERS FACTEURS LORS DE LA PRODUCTION DE LA VITAMINE D SOUS L'EFFET DE L'IRRADIATION DANS LE LAIT DE LEVURE

*P. Spányár, M. Blazovich et I. Gábor*

Les auteurs ont soumis aux irradiations d'une lampe de quartz analytique du lait, demi-produit de la préparation de la levure de fourrage, contenant 22% de matière sèche et environ 100 mg/% d'ergostérine. La quantité de la vitamine D formée devient moindre si l'on augmente la distance entre la source lumineuse et la surface irradiée. La durée optima de l'irradiation est 70 minutes. Le pH opt. du milieu est 8. Plus le lait est concentré (et sa teneur en ergostérine est plus grande) la quantité absolue de la vitamine D augmente aussi. Dans le cas d'une faible concentration (5–15%) ce chiffre rapporté à la concentration du lait est plus grand pourcentuellement, au-dessus de 15% de concentration il augmente.

HERMANN, J.:

#### **A tartósítás tankönyve. Élelmiszerek és takarmányok frissentartása, tartósítása és tárolása**

*(Lehrbuch der Vorratspflege. Haltbar-machen, Frischhalten und Lagern von Lebens- und Futtermitteln.)*

VEB Deutscher Landwirtschaftsverlag, Berlin kiadása. 1963.

E tekintélyes kötet sokkal többet ad az olvasónak, mint amit címében kifejez; a mű voltaképpen mindazokat az élelmiszerkémiái, fizikai, mikrobiológiai és technológiai ismereteket összefoglalja, amelyek tartósítási szempontból fontosak. A hatalmas anyagot a mintegy 1000 oldalas munka két részre tagolva tárgyalja: az első rész az élelmiszerkémia alapvető ismeretein túl növényi és állati termelvények illetőleg ipari termékek (élelmiszerek és takarmányok) összetevőivel, összetételével, majd a minőségi változást okozó, különböző tényezők hatására beálló dinamikus folyamatokkal foglalkozik. Ugyanez a rész kitér az előnytelenséget okozó megakadályozó ké-

miai, fizikai és biológiai módszerek elméleti és gyakorlati vonatkozásainak ismertetésére is. A tankönyv második része a tartósítási különböző ágazatok sajátos problémáit tárgyalja és részletesen kitér – többek között – zöld takarmányok, gabonafélék, olajos magvak, zöldségek és fűszerek, gyümölcsök és gyümölcskészítmények, dohány, fűszerek és más növényi eredetű takarmányok, illetőleg élelmiszerek frissen tartásának, tartósításának és tárolásának különleges kérdéseire; foglalkozik továbbá állati eredetű fogyasztási cikkek: tojás, tej és tejtermékek, hús és húspárlatok, készítmények, halak és más tengeri élelmiszerek tartósítási ipari feldolgozásának módozataival, tárolásuk lehetőségeivel. Bár a munka eredetileg a berlini Humboldt egyetem mezőgazdasági karának hallgatói számára készült, szerzőjének nagy elméleti tudása, és gyakorlati készsége olyan művet alkotott, melyet eredményesen tanulmányozhatnak biokémikusok, orvosok és műszakiak is. A kiadó munkája, a könyv külalakja, nyomása, a táblázatokat és ábrákat a mű értékéhez méltóak.

*Telgydy Kováts László (Budapest)*



## A lisztek amilolites állapotának meghatározása Hagberg-féle készülékkel

MOLNÁR ERZSÉBET és SZILLI MÁRTA

Sütőipari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1967. szeptember 27.

A búza- és rozslisztek sütőipari értékét nagymértékben befolyásolja az őrlésmény amilolites állapota, amely a liszt amilázaktivitásától és a keményítő megtámadhatóságától függ. Kenyérliszteknél általában a nagy keményítóbontó aktivitás okoz hibát, amely onnan ered, hogy az őrlésre kerülő búzában megkezdődött a csírázás. A csírázott búza lisztjéből sült kenyeret kettévágva a bél rugalmatlan, ragacos tapintású, olyan mintha nem süttették volna meg.

A sütemények, különösen pedig a cukoradagolás nélkül készült zsemle-félék gyártásánál inkább a kis amiláztevékenység jelent hibaforrást. A csökkent keményítóbontás miatt nem termelődik a tésztaiban elegendő cukor az élesztők számára, emiatt lassú a gáztermelés, ami kistérfogatú, tömött belü terméket eredményez.

A nagyon kis amilázaktivitás a kenyérlisztnél is hátrányos, a kis termékterfogat mellett az ilyen lisztből sült kenyér gyorsabban öregszik.

Mind a nagy, mind pedig a kis amilázaktivitás káros hatásai csökkenthetők, ha a feldolgozás előtt arról tudomást szereznek. Emiatt régi törekvés az amilázaktivitás, főleg pedig a csírázottság kimutatására alkalmas gyors és megbízható módszer kidolgozása. Ma már számos eljárás ismert, egy részük a tézstaérés hőmérsékletén, egy részük pedig a keményítő csirizesedési hőmérsékletén vagy afölötti tartományban méri a keményítóbontó tevékenységet. A módszerek között találunk olyanokat, amelyeknél a liszt eredeti amiláza bontja az eredeti keményítőt, de vannak olyan eljárások is, amelyeknél a lisztből kivont amilázt standard keményítővel reagáltatnak és úgy mérik az aktivitását, vagy ismert aktivitású enzimek hatását figyelik a saját enzimjeitől megszabadított liszt keményítőre.

A tézstaérés hőmérsékletén vizsgált *Rumsey* módszere (1), amely a 27 C°-os liszt-víz szuszpenzióban 1 óra alatt termelt maltóz mennyiségét méri. Itt kell megemlíteni a tézsta gáztermelőképességének vizsgálatára alkalmas eljárásokat is, mint pl. a zimotachigráfos vizsgálat (2), a Brabender-féle fermentográfus mérés és a Gasztonyi-féle fermentométeres vizsgálat (3).

Az izolált amiláz aktivitását méri szobahőmérsékleten *Wohlgemuth* (4).

Nagyon pontos módszert dolgozott ki az izolált alfaamiláz alacsony hőmérsékleten mutatott aktivitásának meghatározására *Sandstedt*, *Kneen* és *Blish* (5.) Az eljárást elsősorban tudományos jellegű vizsgálatok során célszerű alkalmazni.

A keményítő csirizesedési hőmérsékletén, vagy előlött vizsgált módszerek közül a legelterjedtebb a Brabender-féle amilográfus meghatározás. Alapelve az, hogy a lisztből előírt mennyiségű vízzel szuszpenziót készít, amelyet elcsirizesít. A csiriz viszkozitását, amely az amilolites állapottól függ, regisztrálja a rotációs viszkoziméter.

Az elcsirizesített liszt viszkozitását méri *Szalai* készüléke is (6).

*Auerman* (7) penetrométerrel vizsgálja a rozslisztek amilolites állapotát.

Az enzimek számára optimális hőmérsékleten lehet tanulmányozni az izolált enzimek tevékenységét Mühlhaus eljárásával (8), amelyet Ritter (9) tökéletesített. Hazai módosítású változata (10) üzemi laboratóriumainkban nagyon elterjedt.

Az évtizedek során kialakult és alkalmazott módszerek általános hibája volt részben a hosszú vizsgálati idő, részben pedig az, hogy a méréshez drága műszerre volt szükség.

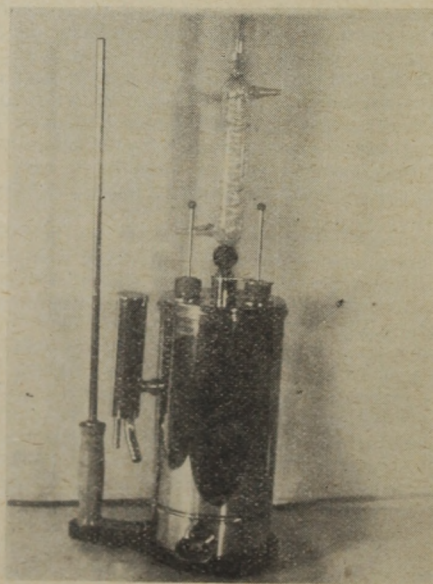
Az amilolites állapot nagy technológiai jelentősége miatt dolgozott ki Hagberg és Perten (11, 12, 13) olyan eljárást, amelyhez nagyon egyszerű, olcsó berendezés szükséges csupán és a vizsgálatot néhány perc alatt el lehet végezni. Az új módszer Hagberg-féle esési szám (Fallzahl) meghatározás néven ismert a szakirodalomban.

Elve a következő: egy megfelelően megválasztott, alján zárt üvegsőben liszt-víz szuszpenziót készít, az üvegsővel együtt forró vízfürdőbe helyezi, ahol a keményítő elcsirizesedik és méri a keményítő viszkozitását, amely jellemző az amilolites állapotra.

### A Hagberg-féle készülék leírása

A vizsgálathoz szükséges készülék az 1. és 2. ábrán látható. Öt fő részből áll:

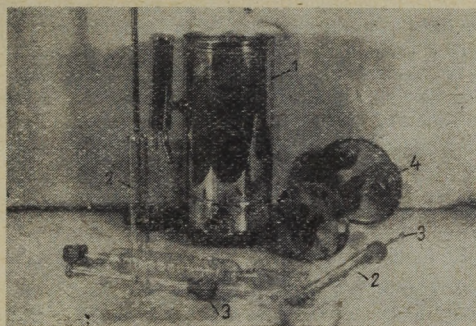
1. vízfürdő (1) magassága 200 mm, átmérője 150 mm,
2. a vízfürdőbe elhelyezett fűtőspirál (átmérője 150 mm, fűtőteltjesítménye 600 Watt),
3. tartóállvány (4), a reagensüvegek részére,
4. reagens üvegek (2) belső átmérőjük  $21 \pm 0,08$  mm, hosszúságuk  $220 \pm 1$  mm, középen átfúrt dugóval,



1. ábra. Hagberg-féle készülék összeszerelt állapotban



2. ábra. A Hagberg-féle  
készülék tartozékai
- 1 vízfürdő, 2 reagens üveg,  
3 keverő viszkoziméter,  
4 tartóállvány reagens üveg  
részére



5. keverő viszkoziméter két jellel ellátva (3) súlya 25 g.  
A mérésekhez szükséges még vízhűtő, fogó és egy stopperóra.

### Az ejtésszám meghatározás leírása

A módszer alkalmas gabona és lisztek amilázaktivitásának meghatározására egyaránt.

A gabonát a vizsgálathoz előzetesen meg kell őrölni, a továbbiakban ugyanúgy kell eljárni mint a lisztnél.

Lisztre a vizsgálatot a következő módon kell végezni: a megfelelően elkészített, homogenizált lisztmintából  $7 \pm 0,05$  g-ot a reagens üvegbe kell mérni, hozzáadni 25 ml 20 C°-os desztillált vizet és húszszori kézi rázással csomómentes szuszpenziót kell készíteni. Ezután a szuszpenziót tartalmazó üvegcsővet bele kell állítani az erősen forró vízfürdőbe, miközben a keverőt behelyeztük a szuszpenzióba. Pontosan abban a pillanatban, amikor az üvegcső eléri az edény alját, be kell kapcsolni a stopperórát és a csövet rögzíteni kell a megfelelő karral. A stopperóra megindításától számított 5 mp múlva megkezdjük a szuszpenzió kézi keverését úgy, hogy másodpercenként két keverést végzünk (egy keverés egy lefelé és egy felfelé történő mozgásnak felel meg). A keverő le- és felfelé haladó mozgásának határát a keverőn levő jelek szabják meg. A keverést 55 mp-en keresztül kell végezni  $110 \pm 1$  keverőmozdulattal.

Amikor a stopperóra 59 mp-et mutat, a keverőt felső állásba hozzuk úgy, hogy az alsó határoló gyűrű a vezető dugóhoz tapadjon. A keverőt 0,5 mp-en át ebben az állásban tartjuk, majd a 60 másodperc elérésekor elengedjük. Ezután a keverő saját súlyánál fogva a csiriz viszkozitásától függően kisebb vagy nagyobb sebességgel süllyed. Amikor a keverő felső határgyűrűje elérte a vezető dugó felső szélét, a másodpercmutatót megállítjuk. A stopperóra bekapcsolásától a keverő süllyedésének befejeződéséig eltelt idő másodpercekben kifejezve adja az esési számot. Minél kisebb az esési szám, annál nagyobb a keményítőbontó tevékenység.

Az esési számból meghatározható az ún. diasztatikus szám, keverési szám, vagy elfolyósítási szám (az elnevezés szerzők szerint változik) a következő módon

$$D = \frac{6000}{\text{esési szám} - 50}$$

ahol

$D$  = diasztatikus szám, keverési szám, vagy elfolyósítási szám,  
50 = a keményítő elcsirizedésének időtartama mp-ben.

Az elcsirizedés után válik a keményítő az amilázok számára hozzáférhetővé, ezután következik be a gyors lebontás, amivel együtt jár az elfolyósodás. A keverő a csirizben annál gyorsabban halad felfelé, minél rövidebb idő alatt be következik az elfolyósodás. Ezért minél kisebb az esési szám és az 50 (az elcsirizedési szám) közötti különbség, annál nagyobb mértékű a keményítő lebontása abban az esetben pedig a tört értéke nő, nagyobb lesz a diasztatikus szám. Nagy diasztatikus szám fokozott amilolites tevékenységet jelent.

## A Hagberg-féle módszerrel végzett vizsgálatok eredményei

### a) Külföldi eredmények

A Hagberg-féle módszert Svédországban 1964. augusztus 1-től kötelező vizsgálatként előírták a gabona minőségi átvételére. Ehhez azonban Hagberg és Perten (11, 14, 15) számos összehasonlító vizsgálatot végeztek. Méréseik eredményei alapján megállapítható, hogy az esési szám jó korrelációt mutat a maltózsammal, a Lemmerzahl-féle dextrinértékkel, valamint amilográfus vizsgálat eredményeivel.

Schneeweiss (16, 17) ugyancsak részletesen elemzi az esési szám és az amilolites állapot meghatározására alkalmas más módszerek eredményei közötti összefüggést. Az eredmények alapján levonja következtetésként, hogy az esési szám alkalmas a gabona és liszt amilolites állapotának vizsgálatára. Lehetővé teszi, hogy a termelőktől a gabonát az esési szám figyelembevételével vásárolják meg, a kedvezőbb esési számú gabonáért az áron felül prémiumot fizessenek, az előírtnál alacsonyabb esési számú rozst, búzát pedig csak megfelelően csökkentett áron vásárolják meg. A malmok a rendelkezésre álló gabonátételek esési számának ismeretében állíthatják össze a legmegfelelőbb őrlési keveréket.

Az NDK-ban a módszer elterjesztése érdekében már 1965-ben több malmot elláttak a Hagberg-féle készülékkel és 1965 decemberében 15 malomban végeztek összehasonlító vizsgálatot. Az eredményekről Schneeweiss (18) számol be. Megállapítja, hogy a különböző helyeken végzett vizsgálatok eredményei között a korreláció jó és felsorolja a leggyakrabban előforduló hibákat, amelyek főleg az előírás be nem tartásából származtak. Az 1966-os évben már az NDK-ban 21 készülék volt (17).

Széleskörű vizsgálatot végeztek a Hagberg-féle készülékkel Lengyelországban is. Az eredményeket Zelazowska – Major és Brudka ismertetik (19). Méréseik szerint jó összefüggés van az esési szám és az amilográfus vizsgálat eredménye között, továbbá az összehasonlító sütéspróbák azt bizonyították, hogy a kenyérbél minősége nagy mértékben függ az esési számmal kimutatott amilolites állapottól. Megállapították, hogy különböző esési számú lisztekből készült keverékek esési száma a keverési aránnyal lineárisan változik. Méréseik során „CEREAS” enzimmélesztmény hatását is vizsgálták az esési számra. Meghatározták a módszer hibáját is.

### b) Saját vizsgálataink eredményei

Vizsgálataink lengyel gyártmányú készüléken végeztük. Kísérleteinkhez különböző mértékben csirázott gabonából származó búza- és rozsörlemenyeket, valamint ezek keverékeit használtuk fel. Összehasonlító vizsgálatként a lisztek amilográfus minősítettük és laboratóriumi sütéspróbát végeztünk. Kísérleteink eredményeit a következőkben ismertetjük.

Először a módszer hibáját vizsgáltuk. A meghatározáshoz lisztmintaként 10 párhuzamos vizsgálatot végeztünk. Kiszámítottuk a középhibát ( $S$ ), standard



hibát ( $R$ ) és a középérték középhibáját ( $S_{\bar{x}}$ ). A számításokat a következő összefüggések alapján végeztük:

$$S = \pm \sqrt{\frac{\Sigma(x - \bar{x})^2}{n - 1}},$$

ahol

$S$  = középhiba,  
 $x$  = az egyes mérési eredmények,  
 $\bar{x}$  = a mérési eredmények matematikai átlaga,  
 $n$  = a mérések száma.

$$R = \frac{S \cdot 100}{\bar{x}},$$

ahol

$R$  = relatív standard hiba,  
 $S$  és  $x$  jelentése ugyanaz, mint előbb.

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}},$$

ahol

$S_{\bar{x}}$  = a középérték középhibája,  
 $S$  és  $n$  jelentése ugyanaz, mint előbb.

A kísérletek során megállapították, hogy a hiba az esési szám emelkedésével nő, ezért célszerűnek látszott a mérési hibákat különböző esési szám tartományra felbontva elemezni. A 65–70, 150–160, 270–280, 390 körüli esési tartományokban a módszer hibáját az 1. táblázatban foglaltuk össze.

1. táblázat

Középhiba ( $S$ ) relatív standard hiba ( $R$ ) és a középérték középhibája néhány mérési tartományban

Hiba \ Esési szám tartomány	65–70	150–160	270–280	390 körül
$S$ .....	± 1,5%	± 4,0%	± 5,5%	± 7,9%
$R$ .....	± 2,6%	± 2,0%	± 2,0%	± 2,0%
$S_{\bar{x}}$ .....	± 2,8%	± 1,5%	± 1,4%	± 2,6%

A módszer hibája független a liszt fajtájától, ezért a különböző típusú lisztekkel végzett vizsgálatok eredményeit lisztfajtánként nem ismertetjük. A hibaforrásokkal *Walter* és munkatársai (20) foglalkoztak nagyon részletesen. Vizsgálták a vízfürdőben a vízszint magasság, a vízfürdő hőmérsékletének, a víz ásványi anyagtartalmának, a liszt szemcseméretének, a vizsgált minta súlyának, a minta nedvességtartalmának, a lisztszuspenzió készítmény módjának, a keverőmozdulatok számának, a gabona őrlési módjának a vizsgálat eredményére gyakorolt hatását. A legnagyobb hibát a vízfürdő hőmérsékletének változása okozza, ami összefügg a barometrikus nyomással. A reprodukálhatóság érdekében az előírást pontosan be kell tartani.

Több szerző szerint a módszer nagy előnye, hogy különböző gabona vagy liszt-tételek elfolyósítási számának ismeretében ki lehet számítani az optimális keverési arányt. Ugyanis a lisztkeverékek esetében az esési szám nem additív tevődik össze a komponensek esési számából, az elfolyósítási szám viszont addi-

tív, ezért egy keverék mért diasztatikus száma megegyezik a számitottal. Két komponensből történő keverés esetén a következő módon kell számolni:

$$K_D = \frac{x \cdot y}{100} + \frac{(100 - x) \cdot z}{100},$$

ahol

- $K_D$  = a keverék diasztatikus száma,  
 $y$  = az egyik komponens diasztatikus száma,  
 $z$  = a másik komponens diasztatikus száma,  
 $x$  = az  $y$  diasztatikus számú komponensből adagolandó mennyiség %-ban,  
 $100 - x$  = a  $z$  diasztatikus számú komponensből adagolandó mennyiség %-ban (a kettő összege 100).

Példaként különböző esési számú rozsliszt, búzaliszt és búza-rozsliszt keverékek számitott, valamint ténylegesen mért esési számait a 2. táblázatban mutatjuk be.

Lisztkeverékek esési száma és diasztatikus száma

2. táblázat

A liszt neve	Keverési arány	Számitott	Mért	Számitott	Mért
		esési szám		diasztatikus szám	
Rozsliszt	a : b 17,1 : 82,9	130	140,8	75,0	66,0
Búzaliszt	c : d 14,5 : 85,5	200	207,5	40,0	38,0
Búza- és rozsliszt	a : d 10,25 : 89,75	180	217,2	46,2	35,9
Keverék	c : b 21,3 : 78,7	150	134,3	60,0	71,2

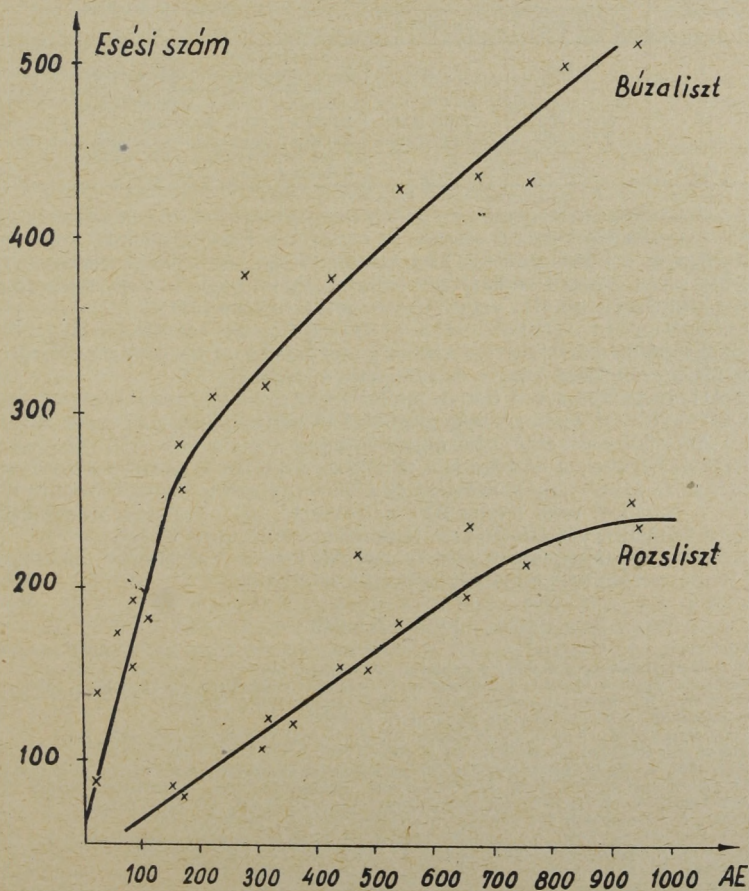
A keverék készítéséhez felhasznált lisztminták esési száma és diasztatikus száma a következő volt:

- rozsliszt esési szám 70,4, diasztatikus szám 294,1,
- rozsliszt esési szám 251,0, diasztatikus szám 29,9,
- búzaliszt esési szám 85,0, diasztatikus szám 171,4,
- búzaliszt esési szám 387,0, diasztatikus szám 17,8.

Méréseink eredményei nem mindig egyeztek a külföldi szerzők megfigyeléseivel. Sorozatvizsgálatainknál a számitott és mért diasztatikus számok általában ritkán fedték egymást, a kettő között kisebb nagyobb eltérés volt. Ezt bizonyítják a példaként közölt adatok is. Véleményünk szerint az eltérést az okozza, hogy a keveréshez felhasznált komponenseknél az amiláz aktivitása és a keményítő megtámadhatósága is más. Például, ha egy nagy amilázaktivitású lisztet, amelyben a keményítő elég nehezen támadható meg, összekeverünk egy kis amilázaktivitású, de megtámadható, sok sérült keményítőszemcsét tartalmazó őrlémmel, a keverék esési száma valószínűleg lényegesen kisebb lesz a számitottnál. Ennek ellenére a diasztatikus számok alapján a keverési arány előzetes kiszámítása célszerűnek látszik, azonban a keverékre is el kell végezni a vizsgálatot és a keverési arányt szükség szerint módosítani kell az optimális amilolites állapot eléréseig.



A módszer értékeléséhez összehasonlításként amilográfus vizsgálatot végeztünk. Az összefüggéseket a 3. ábra szemlélteti külön a búza- és külön a rozslisztekre. Az ábráról leolvasható, hogy a két vizsgálat eredménye között az összefüggés nagyon jó, ezt bizonyítja a korrelációs koefficiens értéke is, amely  $r = 0,8$ . Ugyanakkor szembetűnő különbség van a búza és rozslisztekre vonatkozó görbék alakja között. *Perten* (14, 15) szerint ezt a következő módon magyarázhatjuk. Mind a két módszerrel egy lisztesiriz viszkozitását mérjük ugyan, azonban amilográfus vizsgálatnál a csirizesedés befejeződéséig (a görbe eléri a maximumot) regisztrálja a műszer a viszkozitás változást, ezzel szemben az esési szám meghatározásánál a csirizesedés befejeződése után mérjük a viszkozitást. Az amilázok számára a csirizesedés befejeződése után válik a keményítő



3. ábra. Összefüggés az esési szám és AE egység között

jobb hozzáférhetővé. *Perten* kísérletei egyértelműen bebizonyították, hogy a rozskeményítőnek nagyobb a megtámadhatósága mint a búzskeményítőé, ezért azonos amilográfus vizsgálathoz mindig jóval alacsonyabb esési szám tartozik, mint a búzalisztnél.

Az összehasonlító laboratóriumi sütőpróbák eredményei szerint jó összefüggés van az esési szám és a bélzettulajdonságok (rugalmasság, ragacsosság) között. A kétféle módszerrel kapott eredmények összevetése alapján a liszteket esési szám szerint 4 minőségi csoportba sorolhatjuk. A csoportosítást a 3. táblázat tartalmazza.

A lisztek csoportosítása esési szám alapján

3. táblázat

Minőségi csoport	Esési szám tartomány		Az őrlemény értékelése
	búzalisztnél	rozslisztnél	
I.	>400	>200	Enzimszegény, önmagában feldolgozva morzsálékos bélszerkezetű, gyorsan öregedő bélzetű termék süthető belőle
II.	300–400	150–200	Sütőipari célra megfelelő
III.	200–300	100–150	Sütőipari célra csökkent értékű, csak erőteljes savanyítással lehet feldolgozni
IV.	<200	<100	Sütőipari célra alkalmatlan

Az első minőségi csoportba a 400-nál nagyobb esési számú búzalisztek és a 200-nál nagyobb esési számú rozslisztek tartoznak. Ezekre jellemző a kis amidázaktivitás és a keményítő kis megtámadhatósága. Az ilyen őrlemények feldolgozása során célszerű amidázkészítményt adagolni vagy ha van rá lehetőség, keverni kismennyiségű III. vagy IV. csoportba tartozó liszttel.

Sütőipari célra legalkalmasabb a 300–400 esési számú búzaliszt és a 140–200 esési számú rozsliszt. Ezekből a szokásos hazai technológiai eljárásokkal megfelelő minőségű kenyér és sütemény készíthető.

A III. csoportba sorolt lisztek amidázaktivitása a kívántnál nagyobb, erőteljes savanyítással azonban még megfelelő bélzettulajdonságú kenyér süthető mind a 200–300 esési számú búzalisztből, mind pedig a 100–150 esési számú rozslisztből. Ezeknek a liszteknek a feldolgozása esetén azonban a kenyér savfoka nagyobb a szabvány előírásánál és a kenyér élvezeti értéke csökkent.

Ha a búzaliszt esési száma 200, a rozsliszté 100 alatt van, az őrlemény sütőipari termékek készítésére nem használható fel.

Azokban az országokban, ahol savanyúbb kenyeret készítenek, az őrlemények természetesen más minőségi csoportba sorolhatók.

#### I R O D A L O M

- (1) *Rumsey, L. A.*: Diastatic enzymes of wheat flour and their relation to flour strength. American Institut of Baking's Bulletin 1922. 8.
- (2) Sütőipari Kutató Intézet: Laboratóriumi vizsgálati módszerek I–II. 1963., 1966.
- (3) *Gasztonyi, K.*: Fermentómeter. Sütő- és Tésztaipar, 128 o. 1959.
- (4) *Wohlgenuth, J.*: Biochemische Zeitschrift. 9, 1908.
- (5) *Sandstedt, E. M., Kneen, E. és Blish, M. J.*: Cereal Chemistry. 16, 712, 1939.
- (6) *Szalai, L.*: Sütő- és Tésztaipar. 99 o. 1956.
- (7) *Auerman, L. J. és Jakovleva, L. V.*: Predelenie chlebopekarnych svoystv rzanoy muki na penetrometre. Izv. Vyss. Ucebn. Zaved., Piscev. Technol., Krasnodar 6, 1961.
- (8) *Mühlhaus, A.*: Zeitschrift für das gesamte Getreidewesen. 17, 224, 1930.
- (9) *Ritter, K.*: Zeitschrift für das gesamte Getreidewesen. 29, 20, 1942.
- (10) *Schneller, M. és Kard, A.*: Sütő- és Tésztaipari Kísérleti Intézet közleményei. 21, 1960
- (11) *Hagberg, S.*: Brot und Gebäck. 14, 3, 41, 1960.
- (12) *Hagberg, S.*: Cereal. Chem. 38, 2, 202, 1961.
- (13) *Perten, H.*: Getreide u. Mehl. 12, 4, 37, 1962.
- (14) *Perten, H.*: Brot u. Gebäck 18, 9, 181, 1964.
- (15) *Perten, H.*: Cereal Chem. 41, 3, 127, 1964.



- (16) Schneeweiss, R. és Hermes H.: IGV-Mitteilungen 1, 2, 35, 1965.  
 (17) Schneeweiss, R.: IGV-Mitteilungen 2, 3, 79, 1966.  
 (18) Schneeweiss, R.: IGV-Mitteilungen 2, 3, 82, 1966.  
 (19) Zelazowska-Major, Z. és Brudka, J.: Przegl. Piek. i Cuk. 14, 11, 245, 1966  
 (20) Walter, T. és Morris, H.: Cereal Science Today, 12, 5, 182, 1967

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ АМИЛОЛИТИЧЕСКОГО СОСТОЯНИЯ МУКИ ПРИБОРОМ ХЕГБЕРГ-А

*Э. Молнар и М. Силли*

Авторы для испытания амилолитического состояния муки применяли прибор Хегберг-а. Изучали ошибки метода, а также зависимость между числом падения и результатами амилографических испытаний. Серийными измерениями проверяли, что число падения мучной смеси в какой степени расходится от величин вычисленных предварительно на основании числа падения одиночных компонентов.

С учетом результатов полученных на основании числа падения при сравнительных пробах выпечки, испытуемую муку распределили в 4 группы по качеству.

На основании полученных результатов испытаний установили следующее:

Прибор Хегберг-а соответствует для испытания амилолитического состояния пшеничной и ржаной муки. Прибор применяемый к испытанию является простым и уход за ним легко усвоимый. Быстро возможно провести определение, проведение одного испытания требует несколько минут и поэтому, этот метод подходящий для проведения серийных испытаний. На основании проведенных испытаний установили, что релятивная ошибка метода находится в пределах 1,4 – 2,8 (таблица № 1).

Установили, что в случае изготовления мучных смесей диастатическое число смеси часто отклоняется от рассчитанных величин, всетаки целесообразно изготовить смесь муки с учетом диастатического числа компонентов, но во всех случаях необходимо провести испытания смеси.

Между числом падения и результатом амилографического испытания имеется хорошая корреляция  $r = 0,8$ . К определенному числу падения ржаной муки относится более высокая амилографическая величина чем к пшеничной муки.

Авторы, на основании числа падения, пшеничную и ржаную муку распределили в 4 – 4 группы по качеству. С учетом специфичности венгерского хлеба и применимого технологического процесса, хороший хлеб выпекается тогда, если число падения у ржаной муки будет 150 – 200, а у пшеничной муки 300 – 400. Ниже этих величин амилазная активность будет очень большая, а выше этих величин очень малая.

Авторы предлагают расширить этот метод в мукомольной и в хлебопекарной промышленности.

## BESTUMMUNG DES AMYLOLYTISCHEN ZUSTANDES VON MEHL MIT DEM HAGBERG-APPARAT

*E. Molnár und M. Szilli*

Zur Prüfung des amylolytischen Zustandes von Mehl wurde von den Verfasserinnen der Apparat nach Hagberg erprobt.

Sie studierten den Fehler der Methode, sowie den Zusammenhang zwischen der Gefällezahl und den amylographischen Prüfungsergebnissen. Mit serien-

weisen Messungen wurde untersucht, in welchem Masse die Gefällezahl der Mehlmischungen von dem auf Grund der Gefällezahl der einzelnen Komponenten im voraus berechneten Wert abweicht.

Mit Berücksichtigung der Ergebnisse vergleichender Backproben wurden die Mehle in 4 Qualitätsgruppen eingereiht.

Auf Grund der Prüfungsergebnisse stellten die Autoren Folgendes fest:

Der Hagberg-Apparat eignet sich zur Prüfung des amylolytischen Zustandes von Mahlprodukten aus Weizen und Roggen. Der Apparat ist einfach, seine Handhabung leicht zu erlernen. Die Bestimmung geht rasch, die Untersuchung ist in einigen Minuten durchführbar, deshalb ist die Methode für Serienprüfungen geeignet.

Nach ihren Untersuchungen beträgt der relative Fehler der Methode 1,4–2,8% (Tabelle 1.).

Es wurde festgestellt, dass bei der Bereitung von Mehlmischungen die diastatische Zahl des Gemisches oft vom berechneten Wert abweicht, dennoch ist es zweckmässig die Gemische in Kenntnis der diastatischen Zahl der Komponenten zusammenzustellen, jedoch müssen auch die Mischungen in jedem Falle geprüft werden.

Die Korrelation zwischen Gefällezahl und des amylographischen Prüfungsergebnisses ist gut,  $r = 0,8$ . Zu einer bestimmten Gefällezahl gehört bei Roggenmehl ein höherer amylographischer Wert, als bei Weizenmehl.

Die Verfasser reihten auf Grund der Gefällezahl die Weizen- und Roggenmehle in 4–4 Qualitätsgruppen ein.

Zehit man Eigenart des ungarischen Brotes sowie das angewendete technologische Verfahren in Betracht, kann einwandfreies Brot gebacken werden, falls der Wert der Gefällezahl bei Roggenmehl 150–200, bei Weizenmehl 300–400 beträgt. Unter diesen Werten ist die Amylaseaktivität schädlich hoch, über denselben aber viel zu gering.

Die Autoren empfehlen die Einführung der Methode in der Mühlen-, sowie in der Backindustrie.

## DETERMINATION OF THE AMYLOLYTIC STATE OF FLOURS WITH THE AID OF THE HAGBERG APPARATUS

*E. Molnár and M. Szilli*

In order to investigate the amylolytic state of flours, the Hagberg apparatus has been tested by the authors.

The errors of the method, further the correlations between falling value and the results of amylographic tests were studied. A series of measurements has been carried out in order to check the deviations of the falling values of flour mixtures from the data previously calculated from the falling values of the single components.

On taking into account the results of comparative baking tests, flours are being classified into four groups of quality, based on the falling values.

On the basis of the test results, the following conclusions were made.

The Hagberg apparatus is suitable for the investigation of the amylolytic state of wheat and rye flours. The device required for this test is simple, its operation can be learnt easily. The determination is rapid, a test requires only a few minutes. Thus, the method lends itself to serial routine tests.

According to the investigations of the authors, the relative error of the method ranges from 1.4 to 2.8 per cent (cf. Table 1).

It was found that on preparing flour mixtures the diastase number of the mixture frequently deviates from the calculated value. Still, it is advisable to



formulate the mixtures in the knowledge of the diastase numbers of the components. However, the investigation of the ready-made mixtures is always indispensable.

Between the falling value and the result of the amylographic test a fair correlation ( $r = 0.8$ ) exists. In the case of rye flours, a higher amylographic value belonged to a definite falling value than in the case of wheat flours.

On the basis of the falling values, the authors classified both wheat flours and rye flours into four groups of quality.

On taking into account the character of Hungarian bread and the applied technological method, unobjectionable bread can be baked only in the case when the falling value ranges 150 to 200 for rye flours and 300 to 400 for wheat flours. Below this limit, amylase activity is detrimentally high while over the limit it is rather low.

The extended use of the method is suggested both in flour mills and in the baking industry.

## EXAMINATION DE L'ÉTAT AMILOLYTIQUE DES FARINES AVEC L'APPAREIL DE HAGBERG

*E. Molnár et M. Szilli*

Les auteurs ont fait l'essai de l'appareil de Hagberg employé pour l'examen de l'état amilyotique des farines.

Elles ont étudié l'erreur de la méthode et la corrélation existant entre le chiffre de chute et les données obtenues avec l'amilographe. Elles ont contrôlé par des séries de mesurage la grandeur de la déviation du chiffre de chute des mélanges de farine de la valeur calculée préalablement d'après le chiffre de chute de leurs composants pris isolément.

En tenant compte d'essais comparatifs de cuisson elles ont classé les farines en 4 groupes de qualité selon leur chiffre de chute.

Elles ont établi d'après leurs recherches les conclusions suivantes: L'appareil de Hagberg peut utilement être employé pour l'examen de l'état amilyotique des moutures de blé et de seigle. L'appareil est simple, sa manipulation est facile à apprendre. Le mesurage se fait rapidement, un examen peut être fait en quelques minutes, ce qui rend la méthode utile pour les mesurages en série.

L'erreur relative de la méthode varie entre 1,4–2,8 (Tabl. 1.) Elles ont établi que dans le cas des mélanges de farines le chiffre diastatique du mélange diffère souvent de la valeur calculée, nonobstant il est utile de préparer les mélanges en connaissance du chiffre diastatique de leurs composants, mais en tout cas il est nécessaire d'examiner aussi les mélanges.

La corrélation entre les chiffres de chute et les résultats obtenus avec l'amilographe est bonne,  $r = 0,8$ . Dans les cas des farines de seigle un chiffre de chute donné a pour correspondant une valeur amilographique plus élevée que dans le cas des farines de blé.

Les auteurs ont classé les farines de blé et de seigle en 4 groupes de qualité selon leurs chiffres de chute.

En tenant compte du caractère du pain hongrois et du procédé technologique employé l'on peut obtenir par cuisson du pain irréprochable si la valeur du chiffre de chute est 150–200 pour la farine de seigle et 300–400 pour la farine de blé. Au-dessous de ces valeurs l'activité amilasique est nuisiblement forte et au-dessus elle est trop faible.

Les auteurs recommandent la propagation de la méthode aussi bien dans la meunerie que dans l'industrie boulangère.

## Borostyánkősav meghatározása gyümölcsökben

W. JURICS ÉVA

Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

Érkezett: 1968. január 2.

A gyümölcs ízének kialakításában fontos szerep jut a szerves savaknak, ugyanis a gyümölcsök üdítő hatása, savanykás íze e vegyületektől származik. Ezért a hazai gyümölcsök szerves sav-tartalmának megállapítására irányuló vizsgálatainkat az almasav, borkősav, citromsav (1) és a hidroxifahéjsavak (2) gyümölcsökben végzett mennyiségi meghatározása után kiterjesztettük a borostyánkősavra is.

A gyümölcsök savtartalmát régebben acidimetriás úton állapították meg (3). Ez a módszer azonban csak a gyümölcs összes savtartalmára ad felvilágosítást, de nem alkalmas a gyümölcsökben levő savak minőségének és egyenkénti mennyiségének megállapítására. Később a gyümölcsök savanyú ízét befolyásoló anyagok külön-külön történő meghatározására dolgoztak ki eljárásokat. A borostyánkősav mérésére leggyakrabban használt módszerek a következők:

*Kunz* (4) titrimetriásan határozta meg a borostyánkősav mennyiségét. A vizsgálandó anyagból kénsavval szabadabbá tett borostyánkősavat bárium-sója alakjában különítette el a meghatározást zavaró anyagoktól, majd a borostyánkősav bárium-sóját ezüstnitrát oldattal ezüstsóvá alakította át, végül az ezüstnitrát feleslegét ammóniumrodanid oldattal megtittrálta. Az ismert és a titrálással meghatározott ezüstnitrát mennyiségek közötti különbség megfelel a borostyánkősav tartalomnak.

*Dimotaki-Kourakou* (5) módosította a *Kunz*-féle eljárást, mégpedig úgy, hogy ioncserélő gyanta segítségével végzett előtisztítást, majd éteres extrakciót alkalmazott. Az extrakt alikvot részében végezte el a borostyánkősav meghatározását *Kunz* szerint.

*Wollmann és Pohloudek-Fabini* (6) potenciometrikus titrálással állapította meg növényi anyagok borostyánkősav-tartalmát. A növényből nyert vizes extraktot anion- és kationcserélő gyanták segítségével tisztították. Ezután a vizsgálandó savakat papírkromatográfiás úton szétválasztották, a borostyánkősavat eluálták és potenciometrikus titrálással megállapították mennyiségét.

Meghatározható a borostyánkősav mennyisége acidimetriásan is a gyümölcsből nyert alkoholos extrakt kation- és anioncserélő gyantával történő tisztítása, majd az egyes savak oszlopkromatográfiával való szétválasztása után (7, 8). *Scheffer* és munkatársai (9) ioncserélő-oszloppal választották szét a vizsgálandó savakat, majd 0,01 n NaOH-val titrimetriásan állapították meg mennyiségüket.

A borostyánkősav meghatározására papírkromatográfiás eljárást is használnak (10).

*Lehmann és Martinod* (11) fehér borbán határozta meg a borostyánkősav mennyiségét vékonyréteg-kromatográfia segítségével.



## Kísérleti rész

Az ismertetett módszerek eléggé nehezen kivitelezhetők, sorozatvizsgálatra való alkalmazásuk körülményes. Ezért szükségesnek tartottuk, hogy a gyümölcsökben előforduló borostyánkősav mennyiségi meghatározására módszert dolgozzunk ki.

Az első problémát az jelentette, hogy a kipréselt gyümölcslezből meghatározható-e közvetlenül, azaz extrahálás nélkül a borostyánkősav, illetve, hogy melyik oldószer a legalkalmasabb a vizsgálandó sav gyümölcsökből történő kivonására.

Közvetlenül a gyümölcs kipréselt levéből nem sikerült a borostyánkősavat meghatározni, mert ahhoz, hogy jól mérhető borostyánkősav foltot kapjunk, olyan nagy mennyiségű gyümölcslevet kellett a papírra felvenni, amely kiértékelhetetlen kromatogramot adott.

Ezért a borostyánkősav kivonásához a vizsgálatra felhasznált gyümölcsöt turmix készülékkel felaprítottuk, majd vízmentes nátriumsulfáttal eldörzsölve Soxhlet készülékben extraháltuk. A borostyánkősav kivonását a leggyakrabban használt extrahálószerekkel kíséreltük meg, mégpedig acetonnal, etanollal, etilacetáttal és metanollal. Vizsgálataink szerint a legjobbnak bizonyult a metanollal végzett extrahálás, eredményeink az 1. táblázatban láthatók.

A megfelelő oldószer kiválasztása után megállapítottuk a borostyánkősav extrahálásához szükséges időt. A 2. táblázat eredményei azt mutatják, hogy 20 óra elegendő a borostyánkősav kivonására. Az extrahálás befejezése után a borostyánkősavat tartalmazó kivonatot vízfürdőn besűrítettük és ezt használtuk fel a továbbiakban vizsgálat céljára.

1. táblázat

**A borostyánkősav kivonása különböző oldószerekkel**

Oldószer megnevezése	Borostyánkősav mg/100 g birs
Aceton .....	86
Etanol .....	144
Etilacetát .....	53
Metanol .....	238

2. táblázat

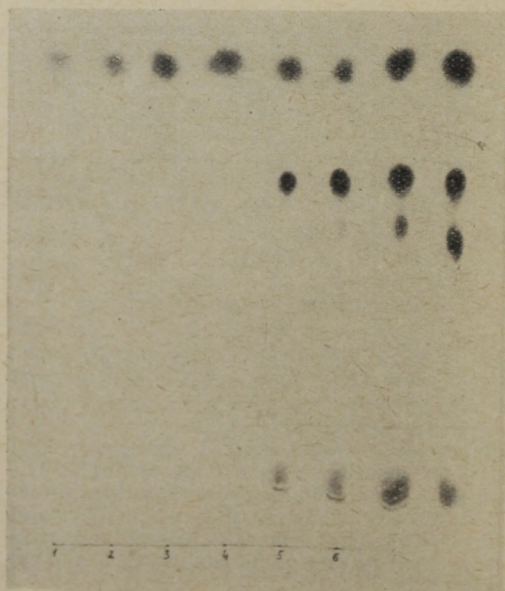
**Az extrahálás időtartamának hatása a metanollal kivonható borostyánkősav mennyiségére**

Extraktió időtartama óra	Borostyánkősav mg/100 g birs
2	48
5	106
10	170
15	205
20	262
25	259

A borostyánkősav meghatározását zavaró anyagok eltávolítására papírkromatográfiai eljárást használtunk. A borostyánkősav, valamint a gyümölcsökben a szerves savak közül a leggyakrabban és legnagyobb mennyiségben előforduló almasav, borkősav, citromsav papírkromatográfiai szétválasztásához kipróbált futtatószerkeket, valamint az egyes savak  $R_f$  értékeit Schleicher – Schüll 2043 b Mgl papíron a 3. táblázat tartalmazza. Vizsgálataink szerint az etilacetát-jégecet-víz 3 : 1 : 1 arányú kromatografáló elegy mutatkozott a legjobbnak felszálló futtatás esetén. E futtatószer alkalmazásakor a borostyánkősav kerek, jól értékelhető foltokat ad. Azonban a gyümölcsökből végzett borostyánkősav meghatározáskor felszálló ismételt futtatást kell alkalmazni, hogy megfelelő, értékelhető elválasztást kapjunk.

A vizsgált szerves savak papirkromatografálásánál kipróbált futtatószer

Futtatószer összetétele	Almasav	Borkősav	Borostyánkősav	Citromsav
	<i>R<sub>f</sub></i> értékek			
Éter-hangyasav-víz 13:1:1 .....	0,44	0,17	0,79	0,29
Éter-jégecet-víz 13:1:1 .....	0,38	0,14	0,73	0,26
Éter-90%-os hangyasav-víz 60:14:9 ...	0,73	0,56	0,92	0,66
n-butanol-hangyasav-víz 10:1:5 .....	0,56	0,31	0,79	0,46
n-butanol-hangyasav-víz 15:10:15 .....	0,53	0,47	0,73	0,52
n-butanol-hangyasav-víz 18:2:9 .....	0,54	0,33	0,75	0,45
n-butanol-ecetsav-víz 4:1:1 .....	0,45	0,22	0,75	0,33
n-butanol-hangyasav-víz 4:1:1 .....	0,53	0,32	0,76	0,40
n-butanol-benzilalkohol-hangyasav-víz 7:7:1:1 .....	0,35	0,12	0,65	0,27
n-butanol-hangyasav-víz 4:1:5 .....	0,54	0,33	0,75	0,47
Fenol-víz-hangyasav 75:24:1 .....	0,52	0,35	0,76	0,45
Fenol-víz-hangyasav 3:1:1 .....	0,62	0,52	0,81	0,56
Etanol-fenol-víz 50:25:25 .....	0,59	0,51	0,75	0,56
Etanol-víz-ammónia 80:16:4 .....	0,26	0,20	0,32	0,06
Etilacetát-hangyasav-víz 3:1:1 .....	0,69	0,51	0,88	0,61
Etilacetát-jégecet-víz 3:1:1 .....	0,60	0,44	0,80	0,52
i-amilalkohol-kloroform-hangyasav (vízzel telített) 4:1:1 .....	0,26	0,09	0,55	0,15
Pentán-5m hangyasav 1:1 .....	0,88	0,86	0,89	0,90
Amilalkohol-jégecet-víz 4:1:2 .....	0,31	0,12	0,61	0,18
Propanol-ammónia 70:30 .....	0,16	0,13	0,24	0,05



1. ábra. Meggyből kapott borostyánkősav-tartalmú extrakt kromatogramja

Futtatószer: etilacetát-jégecet-víz 3:1:1 (ismételt futtatás)

Előhívó: anilin, glükóz etanolos oldata

1., 2., 3., 4. kalibrációs sorozat, mennyiségek: 20, 30, 40, 50  $\mu\text{g}$  borostyánkősav

5. 20  $\mu\text{g}$  borostyánkősav + 2  $\mu\text{l}$  extrakt

6. 3  $\mu\text{l}$ -, 7. 5  $\mu\text{l}$ -, 8. 7  $\mu\text{l}$  extrakt



A vizsgált szerves savak színe az alkalmazott reagensek hatására

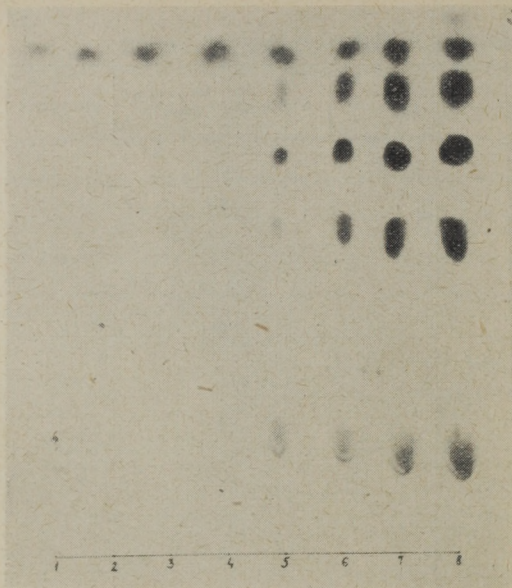
Előhívó reagens megnevezése	Almasav	Borkősav	Borostyánkősav	Citromsav
Metilvörös-indikátor (12)	vörös			
Metilvörös-metilénkék-ind. (13)	piros			
Brómfenolkék-indikátor (14)	sárga			
Brómtimolkék-indikátor (13)	sárga			
Brómkrezolöld-indikátor (15)	sárga			
Ecetsavanhidrid-piridintartalmú előhívó (16)	szintelen			sárga
p-dimetilaminobenzaldehid-tartalmú előhívó (17)	szintelen	lila	halv. ibolya	ibolya
Schweppe-féle reagens (18, 19)	barna			
8-hidroxi kinolin tartalmú-reagens (20)	UV fényben lila			
Jodid-jodát-reagens (21)	kék			
Brómkrezolöld-brómfenolkék-káliumpermanganát-nátrium karbonát tartalmú előhívó (22)	narancs-sárga	bíbor-piros	vörös	ibolya
Diazotált $\alpha$ -naftilaminreagens (23)	piros			

A borostyánkősav elválasztása után újabb problémát jelentett olyan megfelelő előhívó alkalmazása, amely a papíron történő közvetlen mennyiségi meghatározást denzitométer segítségével lehetővé teszi. A szerves savak előhívására az általánosan használt – általunk is kipróbált – előhívók hatására keletkezett szint a 4. táblázat tartalmazza.

Irodalmi adatok szerint legelterjedtebb a savbázis-indikátorokkal történő előhívás. Az indikátorokkal végzett kimutatásnak azonban az a hátránya, hogy a színkontraszt a folt és a háttér között nagyon gyorsan eltűnik.

Az általunk kipróbált előhívók közül legmegfelelőbbnek – az almasav, borkősav, citromsav előhívására is jól alkalmazható (1) – Schweppe-féle reagenst találtuk. Az előhívás lényegében a Maillard-reakción alapszik, a cukor és az aminok között hő hatására lejátszódó reakciót a jelen levő szerves sav katalizálja. Schweppe-féle reagenssel bepermetezve a papírt, hőkezelés után barna színnel jelenik meg a savfolt fehér alapon. Az 1. ábra meggyből, a 2. ábra pedig egresből kapott borostyánkősav-tartalmú extrakt kromatogramját mutatja.

Mint már említettem, a borostyánkősav mennyiségét denzitometriásan mértük, azaz meghatározásához a folterület nagysága, színintenzitása és az anyag mennyisége közötti összefüggést használtuk fel. A 3. ábrán Schweppe-féle reagenssel előhívott kromatogramot, denzitogramot és az annak alapján szerkesztett kalibrációs görbét láthatjuk.



2. ábra. Egresből kapott borostyánkősav-tartalmú extrakt kromatogramja

Futtatószer:  
etilacetát-jégecet-víz 3 : 1 : 1  
(ismételt futtatás)

Előhívó: anilin, glükóz  
etanolos oldata

1., 2., 3., 4. kalibrációs sorozat,  
mennyiségek: 20, 30, 40, 50 µg  
borostyánkősav

5. 20 µg borostyánkősav  
+ 2 µl extrakt

A meghatározás pontosságának ellenőrzésére kétféle mérést végeztünk. Egyrészt meghatároztuk a mérés reprodukálhatóságát standard oldatokból történő futtatás esetében a kalibrációs görbe készítéséhez használt legkisebb, középső és legnagyobb koncentrációkkal. Az 5. táblázatból láthatók vizsgálati eredményeink.

5. táblázat

A kidolgozott módszer pontossága

A borostyánkősav mennyisége µg-ban	Az egyes mérések hibája az átlag %-ában
20	± 10,1
35	± 8,0
50	± 6,8

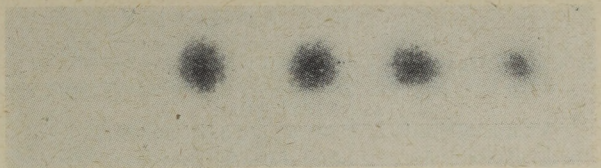
6. táblázat

A gyümölcshez hozzáadott borostyánkősav visszanyerése

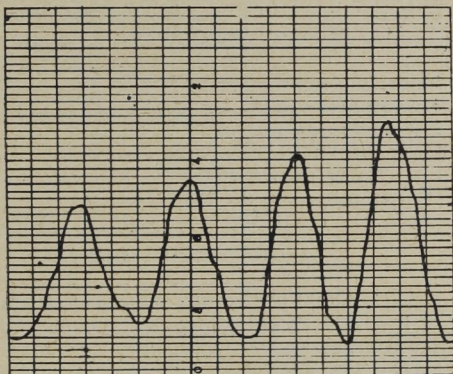
Gyümölcs neve	Hozzáadott	Visszanyert	Visszanyerés %
	borostyánkősav µg/µl		
Birs .....	20	19,2	96,0
Egres .....	20	19,5	97,5
Meggy .....	20	18,3	91,7



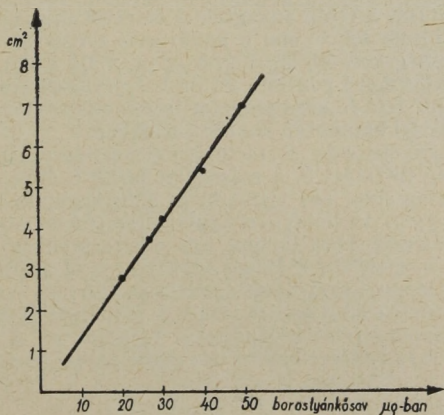
a.



b.



c.



3. ábra. A borostyánkősav értékelése

a) Borostyánkősav kromatogramja

Mennyiségek: 20, 30, 40, 50  $\mu\text{g}$  borostyánkősav

b) Borostyánkősav denzitogramja

c) Kalibrációs görbe

A módszer pontosságának további tisztázása céljából egyes gyümölcs-extraktoknál vizsgáltuk a mintához hozzáadott borostyánkősav visszanyerhetőségét, vagyis azt, hogy a munkafolyamat milyen veszteséggel jár. Ezért a vizsgálandó, megfelelően aprított gyümölcshöz ismert mennyiségű tiszta borostyánkősavat adtunk – mégpedig annyit, hogy az extrakt 1  $\mu\text{l}$ -e 20  $\mu\text{g}$  hozzáadott borostyánkősavat tartalmazzon – és a kialakított vizsgálati eljárás szerint mértük a borostyánkősav mennyiségét. A kapott eredményeket a 6. táblázat tartalmazza.

## A módszer leírása

Szükséges vegyszerek és eszközök:

Standard anyag: p. a. borostyánkősav 1%-os vizes oldata (gyártó cég: REANAL)

Vízmentesítéshez: vízmentes nátriumszulfát

Extrahálószer: p. a. metanol

Futtatószer: etilacetát-jégecet-víz 3 : 1 : 1

Előhívó oldat: 20 g glukózt 200 ml desztillált vízben oldunk, majd az oldatot 20 ml frissen desztillált anilinnal, 200 ml etanolal elegyítjük és n-butanollal 1000 ml-re feltöltjük

Papír: Schleicher – Schüll 2043 b Mgl

Turmix készülék

Extraháló eszköz: Soxhlet készülék

Kromatografáló berendezés

Locarte-féle denzitométer

Planiméter

## Eljárás

100 g gyümölcsöt turmix készülékkel felaprítunk. A turmixolt anyagból 40 g-ot lemérünk és nátriumszulfáttal eldörzsöljük. Ezután Soxhlet készülékben 20 órán át végezzük a borostyánkősav kivonását. Az extrahálás befejezése után a kivonatot kb. 5–8 ml-re vízfürdön besűrítjük, lehülés után 10 ml-re feltöltjük.

Az extraktból papírkromatográfiás úton végezzük a borostyánkősav elválasztását a többi anyagtól. A startvonalra először a borostyánkősav-standardot visszük fel – ami a kalibrációs sorozatot adja – mégpedig a következő mennyiségeket: 20, 30, 40, 50  $\mu\text{g}$ -ot, majd a startvonalnak a kalibrációs sorozat után következő pontjára 20  $\mu\text{g}$  borostyánkősavat és néhány  $\mu\text{l}$  extraktot csepentünk fel. A kromatogram startvonalára ezután a vizsgálandó extraktot visszük fel különböző koncentrációkban.

Egy éjszakán át tartó kondicionálás után végezzük a kromatografálást. Az első futtatást 2, a másodikat pedig 6 órán át folytatjuk. Futtatás után a kromatogramot egy éjszakán át állni hagyjuk, hogy az oldószer a papírról elpárologjon. Az előhívóval bepermetezett kromatogramot 5–10 percig 125 C°-os szárítószekrényben tartjuk, míg a borostyánkősav fehér alapon barna folt alakjában megjelenik. Előhívás után a kromatográfiás úton elválasztott borostyánkősav mennyiségét denzitometriásan mérjük, ezután a denzitogram alapvonala és a csúcsok által bezárt területet planimetráljuk. Helyes értéként ötször végzett planimetrálás középértékét fogadjuk el. A keresett ismeretlen borostyánkősav mennyiségét kalibrációs görbe segítségével határozzuk meg.

## Eredmények

Az előbb elmondottak alapján kidolgozott módszerrel megvizsgáltuk kereskedelemből beszerzett 17 féle friss, hazai gyümölcs borostyánkősav-tartalmát. Eredményeink a 7. táblázatban láthatók. A táblázatból kitűnik, hogy a cukor és a görögdió kivéve, gyümölcsaink tartalmaznak borostyánkősavat. Vizsgálati eredményeinket nem tudtuk összehasonlítani más szerzők adataival, mert a rendelkezésünkre álló irodalomban nem találtunk olyan munkát, amely a gyümölcsök borostyánkősav-tartalmára felvilágosítást adna.



**A vizsgált gyümölcsök  
borostyánkósav-tartalma**

Gyümölcs neve	Borostyánkósav mg/100 g gyümölcs
Alma .....	23
Birs .....	300
Cukordinnye .....	0
Cseresznye .....	78
Egres .....	215
Görögdinnye .....	0
Körte .....	60
Málna .....	48
Meggy .....	198
Naspolya .....	65
Őszibarack .....	55
Ribizke (piros) ..	78
Sárgabarack .....	70
Szamóca .....	85
Szilva .....	163
Szőlő .....	62
Zöldringlő .....	200

I R O D A L O M

- (1) *W. Jurics Éva, Lindner K.: ÉVIKE 11, 40, 1965.*
- (2) *W. Jurics Éva: Z. U. L. 132, 193, 1966.*
- (3) *Vuk M., Sándor Z., Vas K.: Élelmiszerek és élvezeti cikkek vizsgálata Hungária MTE XXVIII. Molekula csoportja Budapest, 1943.*
- (4) *Kunz R.: Z. U. L. 6, 721, 1903.*
- (5) *Dimotaki-Kourakou V.: Ann. Falsif. Expert. Chim., 54, 70, 1961.*
- (6) *Wollmann H., Pohloudek-Fabini R.: Pharmazie, 16, 548, 1961.*
- (7) *Wolf J.: Planta (Berlin), 51, 547, 1958.*
- (8) *Enebo L., Blomgren G., Johnson E.: J. Inst. Brewing, 61, 408, 1955.*
- (9) *Scheffer F., Kickuth R., Lorenz H.: Qualitas Plantarum et Mater. veget., 12, 342, 1965.*
- (10) *Becker E.: Z. U. L., 98, 249, 1954.*
- (11) *Lehmann G. s Martinod P.: Z. U. L., 130, 269, 1966.*
- (12) *Schormüller J., Langner H.: Z. U. L., 113, 104, 1960.*
- (13) *Pertusz T., Jeney K.: Magyar Kémiai Folyóirat, 61, 13, 1955.*
- (14) *Ribereau-Gayon P.: Ann. Falsif. Fraudés., 47, 3, 1954.*
- (15) *Bajnok I.: ÉVIKE, 4, 242, 1958.*
- (16) *Buch M. L., Montgomery R., Porter W. L.: Anal. Chem., 24, 489, 1952.*
- (17) *Schreier K., Hack E.: Naturwissenschaften, 43, 178, 1956.*
- (18) *Pohloudek-Fabini R., Wollmann Chr., Wollmann H.: J. Chromat., 2, 525, 1959.*
- (19) *Smith F., Spriestersbach D.: Nature (London), 174, 466, 1954.*
- (20) *Resnik F. E., Lee L. A., Powell W. A.: Anal. Chem., 27, 928, 1955.*
- (21) *Pohloudek-Fabini R., Wollmann H.: Pharmazie, 16, 57, 1961.*
- (22) *Paskova J., Munk V.: J. Chromat., 4, 241, 1960.*
- (23) *Schmidt G. C., Fischer C., McOwen J. M.: J. Pharm. Sci., 52, 468, 1963.*

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЯНТАРНОЙ КИСЛОТЫ В ФРУКТАХ

Е. В. Юрич

Автор разработал метод определения содержания янтарной кислоты в фруктах помощью бумажной хроматографии. Применением повторной восходящей наводки в смеси этил - ацетат - уксусная кислота - вода 3 : 1 : 1, из метанолового экстракта фруктов отделил янтарную кислоту от веществ

мешающих определению. Количество таким образом отделенной янтарной кислоты и проявленная реагентом Швеппе определил денситометрически. Хорошо измеримое самое меньшее количество вещества 20 микрограмм. Точность метода 10%. При исследованиях автор определил содержание янтарной кислоты в 17 видах фруктов.

## BESTIMMUNG DER BERNSTEINSÄURE IN OBST

*W. É. Jurics*

Verfasserin arbeitete eine papierchromatographische Methode zur Bestimmung des Bernsteinsäuregehaltes von Obst aus. Aus dem Methanolextrakt des Obstes wurde mit dem Laufmittel Aethylacetat-Eisessig-Wasser 3 : 1 : 1 wiederholt aufsteigend die Bernsteinsäure von den störenden Substanzen getrennt. Die Menge der so getrennten und mit dem Schweppe'schen Reagens entwickelten Bernsteinsäure wurde densitometrisch ausgewertet. Die gut messbare geringste Substanzmenge beträgt 20  $\mu$ g. Genauigkeit der Methode ist  $\pm 10\%$ . Im Laufe der Untersuchungen wurde der Gehalt an Bernsteinsäure von 17 Obstarten bestimmt.

## DETERMINATION OF SUCCINIC ACID IN FRUITS

*É. W. Jurics*

A paper chromatographic method was evolved by the author for the determination of the contents of succinic acid in fruits. A methanolic extract of the fruit has been subjected to repeated ascendent runnings, and succinic acid has been separated from substances which interfere with the determination, in a 3 : 1 : 1 mixture of ethyl acetate: glacial acetic acid: water. The amount of succinic acid separated in this way and developed with Schweppe's reagent has been evaluated by densitometry. The minimum quantity of substance which can be measured reliably ranged 20  $\mu$ g. The error of the results obtained by the method is  $\pm 10$  per cent. In the course of the investigations, the contents of succinic acid have been determined in 17 varieties of fruits.

## DOSAGE DE L'ACIDE SUCCINIQUE DANS LES FRUITS

*E. W. Jurics*

L'auteur a élaboré une méthode de chromatographie au papier pour le dosage de l'acide succinique dans les fruits. Elle a séparé l'acide succinique des corps perturbateurs en faisant courir par ascension plusieurs fois l'extrait méthanolique du fruit dans un mélange d'acétate éthylique-acide acétique glacial - eau 9 : 1 : 1. Elle a évalué par densitométrie la quantité d'acide succinique ainsi isolé et développé avec le réactif de Schweppe. La plus petite quantité d'acide succinique que l'on peut encore doser avec exactitude est 20 mg. L'exactitude de la méthode est  $\pm 10\%$ . Au cours de son travail elle a déterminé la teneur en acide succinique de 17 sortes de fruits.



# Kísérlet gyümölcslevek és dzsemek hőkezeltségének jellemzésére hidroximetilfunfurool-tartalmuk alapján

DWORSCHÁK ERNŐ

Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

és

ERDÉLYI LAJOSNÉ

Kertészeti és Szőlészeti Főiskola, Élelmiszertudományi és Mikrobiológiai Tanszék, Budapest

Érkezett: 1968. január 19.

## Bevezetés és irodalmi áttekintés

A gyümölcslevek és dzsemek tartósítására jelenleg a hőkezelés a leggyakrabban alkalmazott eljárás. Egyrészt egyes szerzők (1, 2), másrészt saját (3) adataink azt mutatták, hogy ennél a műveletnél, különösen intenzív hőkezelésre a gyümölcslevek biológiailag értékes anyagainak több-kevesebb elbomlásával és az élvezeti érték csökkenésével kell számolni. Ezért már régóta történnek törekvések abban az irányban, hogy a gyümölcslevek hőkezelésének mértékét objektív vizsgáló módszerekkel megállapítsák.

*Koch* (4, 5, 6) munkásságában felhívta a figyelmet a gyümölcslevekben keletkező 5-hidroximetilfurfuroolra (HMF), amelynek mennyisége – véleménye szerint – közvetlen arányban van a hőkezeléssel. Úgy találta, hogy almalében 5 mg/l, szőlőlében 10 mg/l mennyiségnél több HMF kedvezőtlen organoleptikus sajátságokat eredményez, amely kizárja a gyümölcslé természetes tisztaságának fogalmát. *Bötticher* (7) hasonló határértéket ad meg szőlőlében, azonkívül hangsúlyozza, hogy keletkezhetsz HMF a gyümölcslevekben nemcsak a hőkezelés alkalmával, hanem a tárolás során is. *Koch* (8) újabb vizsgálataiban kimutatta, hogy a gyümölcslevek savtartalma is növeli a HMF képződést. Régebbi kísérleteinkben (3) megállapítottuk, hogy a HMF mennyisége a hőkezelés nagyságán kívül arányos a gyümölcslevek fruktóz és szerves sav tartalmával; egyedül az almalé mutatott némi eltérést ettől a kvalitatív összefüggéstől. Gyümölcslevek-nél a cukor- és savtartalomnak a HMF keletkezésében való szerepére hívta fel a figyelmet *Trifiro* (9) is.

Az eddigi eredményekből kitűnik, hogy a gyümölcslevekben a hőkezelés nagysága és az organoleptikus tulajdonságok ezzel többé-kevésbé párhuzamos rosszabbodása, valamint a HMF képződés között az összefüggés bonyolult. Példának említtjük, hogy a madeira-borban 100–1200 mg/l HMF is előfordul és ez mégsem idéz elő minőségromló elváltozásokat (7). Azonos mértékű hőkezelés után általában eltérő HMF tartalmat találtak a különböző gyümölcslé fajtákban.

A dzsemekben hőkezeléskor keletkező HMF vizsgálatával eddig kevesen foglalkoztak. *Trifiro* (9) szerint a dzsemekben levő HMF mennyiségéből csak a technológia ismerete alapján lehet a hőkezelés mértékére következtetni. A dzsemekben és sűrített gyümölcskészítményekben a HMF-t még kíméletes hőkezelés után is ki lehet mutatni (10).

Mivel a gyümölcskészítmények bonyolult rendszerek a HMF képződés törvényszerűségeinek tanulmányozásához, sokan cukormodellokat használtak

erre a célra. *Telegdy Kováts* (11) hangsúlyozza, hogy glukóz oldatban történt hevítés után az oldatból a HMF-en kívül oxycetilfuránt, dioxiacetont és laevulinsavat is találtak. *Romann* (12) azt találta, hogy glukóz és fruktóz oldatokban a HMF képződés pH = 3–4 között a legkisebb. A HMF keletkezése függ a jelen levő szerves sav minőségétől is. Megállapította, hogy a HMF savkatalizátor hatására laevulinsavvá alakul át. *Diemair* (13) a hőmérséklet, a pH és a cukor-koncentráció szerepét vizsgálta glukóz, fruktóz és szaharóz oldatokban a HMF keletkezésére. Glukózból csak viszonylag hosszú idő (17 óra) után jutott mérhető mennyiségű HMF-hez. Ezt a megállapítást saját modellkísérleteinkkel is alátámasztottuk: a gyümölcskészítmények hőkezelésének körülményei között (maximálisan 100 C° 30 perc hevítés) glukóz oldatban nem tudunk HMF-t kimutatni (3). Megjegyezzük, hogy a HMF szerkezeti okok miatt keletkezik nehezebben glukózból mint fruktózból (14, 15). Újabbban az üveg-edény felületének katalizáló hatását a HMF keletkezésére *Órsi* (16) mutatta ki.

Továbbfejlesztve az irodalomban ismert eljárásokat, formál-kinetikai úton fruktóz és szaharóz oldatokban a hevítés hatására létrejött HMF mennyisége és a keletkezését befolyásoló tényezők (hőmérséklet, cukor-koncentráció és idő) között viszonylag egyszerű összefüggéseket állapítottunk meg (17). A HMF fruktózból többlepcsős reakcióiban keletkezik, így a tényleges kinetika megállapítása bonyolult és a jelen esetben nem is célravezető. Bruttó-reakciósebességi egyenlet formájában a HMF keletkezésének sebessége fruktózból a következő:

$$\frac{[\text{HMF}]}{t} = k_1 \cdot [\text{Fr}], \quad I.$$

ahol (HMF) és (Fr) a hidroximetilfurfurol és fruktóz koncentrációit,  $t$  az időt jelöli. A I. egyenletben szereplő  $k_1$  látszólagos sebességi állandó értékét citrom- és borkósavas oldatban, pH = 2,4–4,3 között, 50–100 C° hőmérsékleti tartományban a II. egyenlet adja meg.

$$k_1 = 1,56 \cdot 10^{17} \cdot [\text{H}^+]^{0,786} \cdot e^{-\frac{33600}{1,98 T}}. \quad II.$$

Szaharóz oldatban az itt nem ismertett differenciálegyenlet integrálása után a III. kifejezés mutatja meg a hevítés hatására keletkező HMF mennyiségét:

$$[\text{HMF}] = [\text{Sa}]_0 \cdot k_1 \cdot \left( t + \frac{e^{-k_2 t}}{k_2} - \frac{1}{k_2} \right). \quad III.$$

Az egyenletben ( $\text{Sa}_0$ ) a szaharóz kezdeti koncentrációja,  $k_2$  a szaharóz inverziójának sebességi állandója. A felsorolt összefüggésekben a koncentrációkat mol/l-ben, a hőmérsékletet (T) Kelvin-fokban, az időt percben fejeztük ki. Az egyenletek levezetését illetően előző közleményünkre utalunk (17).

Jelen munkánkban célul tűztük ki, hogy a fruktóz és szaharóz modelloldatoknál kapott formálkinetikai egyenleteket megpróbáljuk kiterjeszteni a gyümölcslevekre és dzsemekre. Amennyiben a fenti kifejezések bizonyos határon belül érvényesek gyümölcskészítményekben a HMF keletkezésére, úgy lehetőség nyílik a HMF-tartalom és néhány paraméter ismeretében egy adott konzervipari termék hőkezeltségének jellemzésére.

### Vizsgálati anyagok és módszerek

A gyümölcslevek négyféle (meggy, őszibarack, szőlő, alma) friss gyümölcsből, részben rostos állományban, részben tükrösre szűrve készültek. A gyártás a szokásos technológiának megfelelően történt, annak részleteit korábbi köz-



leményünkben ismertettük (3). A folyamat alatt, a 2–3 perces 100 C°-on történő előfőzéstől eltekintve lényeges hőbehatás nem történt. A natur őszibaracklevet, illetve velőt a szokásnak megfelelően szaharóz oldattal háromszorosára hígítottuk. A vizsgált gyümölcslevek refrakciói 13–16% között mozogtak. Az utolsó fázis, a gyümölcslevek hőkezelése Höppler-rendszerű ultratermosztátban, üvegdugóval lezárt kémcsőben mintegy 15 ml-nyi mennyiséggel történt. Ilyen körülmények között a felmelegedési és lehülési időszak elhanyagolható volt.

A dzsemek úgy készültek, hogy a gyümölcs alapanyagot 15 percig főztük, utána cukrot és borkósavat adtunk hozzá, melyeket forralás nélkül feloldottunk. A hőkezelés a gyümölcsleveknek leírt módon történt.

Mind a gyümölcslevek, mind a dzsemek többféle pH-ra való beállítását különböző mennyiségű citrom-, illetve borkósav hozzáadásával végeztük.

A cukrok meghatározását papírkromatográfiai elválasztás után denzitometriás kiértékeléssel hajtottuk végre (18).

A HMF-t az általunk kissé módosított (3) Örsi-féle módszerrel (19) határoztuk meg.

A pH-t Metrohm A. G. Titriskoppal állapítottuk meg. A dzsemeknél a tízszeresre hígított oldat pH-ját adtuk meg eredményül.

### Eredmények és értékelés

A többféle gyümölcs alapanyagból különböző hőkezelés után készült dzsemekben és gyümölcslevekben meghatározott, továbbá az előzőekben ismertetett I, II, III egyenletek segítségével számított HMF tartalmakat az I. táblázatban tüntetjük fel. A táblázatban közöljük a különböző termékekben a hevítés előtt mért szaharóz- és fruktóztartalmat, a pH értéket és a hevítés körülményeire vonatkozó adatokat.

A táblázatból látható, hogy a dzsemeknél a mért HMF koncentrációk sokkal nagyobbak a számított értékeknél, így a modelladatok esetében alkalmazott egyenletek segítségével a hőkezelés nagyságára nem lehet következtetni.

A gyümölcsleveknel a helyzet kedvezőbb, noha a számított értékektől való eltérés szórása itt is tekintélyes, a variációs koefficiens  $\pm 52\%$ . Az eredmények arra utalnak, hogy a gyümölcslevekben a hőkezeléskor lejátszódó reakciók sokkal bonyolultabbak, mint a cukor-modelloldatokban. Elsősorban a Maillard-reakció jelenlétével kell számolnunk. A zavaró körülmények ellenére, a gyümölcslevek HMF tartalma ismeretében mód nyílik a hőkezelés gyakorlati pontosságát kielégítő megállapítására.

Gyümölcslevekben a HMF képződését az I, II és III egyenletek tanúsága szerint a hevítés hőmérséklete és ideje, a fruktóz, illetve szaharóz koncentráció, valamint az oldat pH-ja szabja meg. A cukorkoncentráció és a pH, azonos technológiát betartva, csak kisebb ingadozásokat mutat. Egy gyártási sorozaton belül ezek az adatok kémiai és műszeres úton meghatározhatók. A fennmaradó két tényező, a hőkezelés paraméterei, a hőmérséklet és az idő. Mivel nincs lehetőség mindkét ismeretlen meghatározására, az egyiket egy állandó értékre kell rögzíteni, és a másik paramétert az előbbire vonatkoztatni. Az idő állandóvá tétele és az átlagos hevítési hőmérséklet megállapítására való törekvés látszott helyesebb útnak. A hőmérséklet ugyanis sokkal nagyobb befolyást gyakorol a kémiai reakciókra, így a hőkezeléskor jelentkező káros változásokra, mint az idő. Azonkívül a gyümölcslé-gyártó üzemben a hőkezelés ideje jobban ismert, mint a termék átlagos hőmérséklete, amely a többszörös hevítés és lehülés miatt állandóan változó értékekből összegeződik.

A hőkezelés idejét, a gyakoribb technológiai eljárásokat figyelembe véve, 15 percben rögzítettük. A feladat a továbbiakban az volt, hogy a különböző

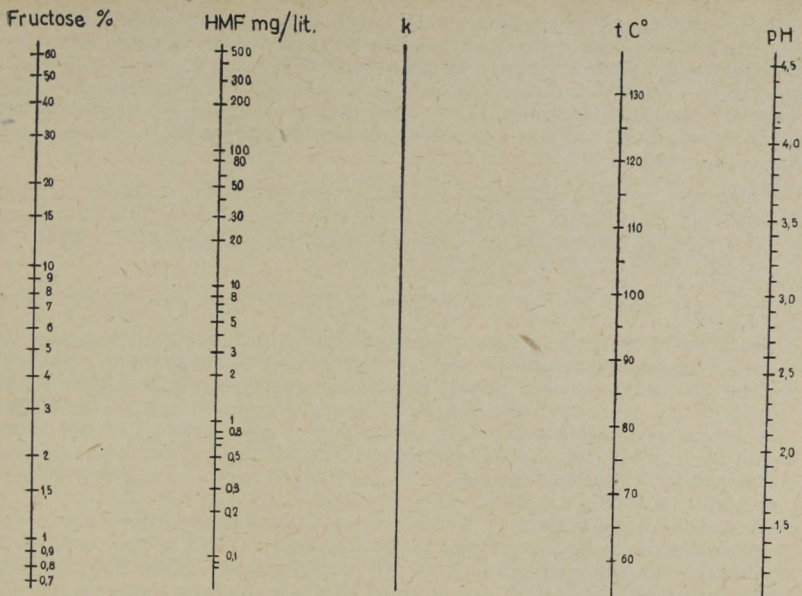
Ultrafermosztátban hevített dzsemek és gyümölcslevek vizsgálati adatai  
és az I., III. egyenletekkel számított HMF értékei

Megnevezés	Szaha- róz	Fruktóz	pH	Hevítés		HMF ppm		A mért HMF kon- centráció %-os elté- rése a szá- mitottra vo- natkoztatva
	tartalom hevítés előtt %-ban			hőmérs. t, C°	ideje (perc)	számi- tott	mért	
Fekete ribizke dzsem	18,5	6,8	3,25	85	120	7,0	22	+ 214
Fekete ribizke dzsem	18,5	6,8	3,25	100	60	35,3	49	+ 39
Sárgabarack dzsem	40,0	2,9	3,50	85	120	3,6	17,4	+ 384
Sárgabarack dzsem	40,0	2,9	3,50	100	20	4,1	13,0	+ 217
Sárgabarack dzsem	40,0	2,9	3,50	100	45	14,5	33,0	+ 127
Sárgabarack dzsem	40,0	2,9	3,50	100	60	22,6	49,0	+ 117
Szamóca dzsem	38,5	3,8	3,15	85	120	10,9	30,0	+ 175
Natúr meggylé, szűrt	1,7	4,4	3,25	85	120	3,3	5,2	+ 57
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	3,18	100	45	13,2	7,5	- 44
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	3,18	100	60	20,0	12,1	- 39
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	2,93	85	30	0,87	1,7	+ 96
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	2,93	85	60	2,6	4,3	+ 65
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	2,93	85	90	4,9	7,6	+ 55
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	2,93	85	180	13,2	11,6	- 12
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	2,93	100	30	15,3	13,3	- 13
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	2,93	100	60	38,3	42,0	+ 10
Őszibaracklé, rostos	15,0	0,9	2,93	100	90	62,0	75,0	+ 21
Szőlőlé	-	7,1	3,34	85	60	2,8	1,1	- 67
Szőlőlé	-	7,1	3,34	100	60	21,0	22,0	+ 4,8
Szőlőlé	-	7,1	3,34	100	75	26,0	33,0	+ 27
Szőlőlé	-	7,1	2,90	85	17	1,5	1,2	- 20
Szőlőlé	-	7,1	2,90	85	60	6,1	6,0	- 1,5
Szőlőlé	-	7,1	2,90	85	75	7,6	9,7	+ 28
Almalé	2,45	4,5	3,50	100	30	4,3	2,9	- 32
Almalé	2,45	4,5	3,50	100	45	6,6	9,1	+ 38
Almalé	2,45	4,5	3,50	100	60	9,0	16,6	+ 84
Almalé	2,45	4,5	2,84	100	15	7,3	12,2	+ 67
Almalé	2,45	4,5	2,84	100	30	15,3	40,0	+ 162
Almalé	2,45	4,5	2,84	100	45	23,6	64,0	+ 170
Almalé	2,45	4,5	2,84	100	60	32,0	100,0	+ 212
Almalé	2,45	4,5	2,84	85	45	2,9	4,2	+ 45
Almalé	2,45	4,5	2,84	85	60	3,8	8,2	+ 116

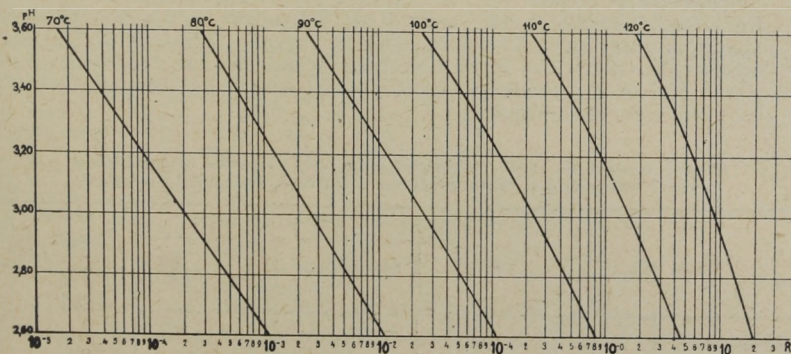
módon hőkezelt gyümölcslevek HMF tartalmából kiszámítjuk azt a hőmérsékletet, amely 15 perc alatt a HMF keletkezése szempontjából a ténylegesen végbe menttel egyenértékű hőkezelést biztosítana. A képletekből való számolás túlságosan nehézkes, ezért a művelet végrehajtásához nomogramokat szerkesztettünk. Az I. ábrán az I és II egyenlet összehasonlásából készült összetett nomogram látható. A III. egyenletből vonalseres nomogramot szerkesztettünk, amelyen

1-1 görbe egy adott hőmérsékletnek megfelelő összefüggést ad a pH és a  $\frac{[HMF]}{[Sa_0]}$  koncentráció viszony (az utóbbit R-nek neveztük el) között (2. ábra). Meg-





1. ábra. I. és II. egyenletekből készült nomogram (magyarázatot lásd a szövegben)



2. ábra. III. egyenletből készült vonalsereges nomogram

$$R = \frac{[HMF] \text{ mg/l}}{[Sa_0] \%}$$

jegyezzük, hogy a képletekkel ellentétben a nomogramokon a fruktóz- és szaharóz koncentrációk %-ban, a HMF mg/lben, a hőmérséklet C°-ban értendők.

A hőkezelés előtt egyedül szaharózt (pl. szilvalé) vagy fruktózt (pl. szőlőlé) tartalmazó gyümölcsleveknel vagy a 2. vagy az 1. ábrán levő nomogramot használjuk. A legtöbb esetben azonban mindkettőre szükségünk van. Ilyenkor

a HMF tartalom nem ad felvilágosítást arról, hogy hányad része keletkezett fruktózból és hányad része szaharózból. Ha ez az eset áll fenn, akkor becsléssel állapítjuk meg a két cukorféleségből keletkező HMF arányt. A becslés úgy történik, hogy a fruktóz-szaharóz koncentrációk hányadosát 4-gyel megszorozzuk, a kapott szám közelítőleg megadja a fruktózból és szaharózból keletkező HMF hányadát. A 4-es szorzófaktorhoz empirikus úton, számos megfigyelés eredményeképpen jutottunk.

*Példa a számolásra:* őszibaracklé a hőkezelés előtt 0,9% fruktózt, és 15% szaharózt tartalmazott, pH-ja = 2,93. Hőkezelés után a HMF-tartalom 11,6 mg/l. A fruktóz-szaharóz koncentrációk hányadosa  $0,9/15 = 0,06$ . Az utóbbit 4-gyel szorozva 0,24-hez jutunk.

$\frac{x}{11,6-x} = 0,24$ , ahol x a fruktózból származó HMF koncentráció rész.

Kiszámolva x-et, becslésünk szerint 2,25 mg/l HMF keletkezik a fruktózból és 9,4 mg/l a szaharózból. Ezután az 1. ábrán levő nomogramon a fruktóz-tengelyen a 0,9-nél levő pontot és a HMF tengelyen a 2,25-nek megfelelő pontot egy egyenessel összekötjük és a meghosszabbításnak a k-tengellyel való metszéspontját megjelöljük. Ezt a pontot egy másik egyenessel összekötjük a pH-tengely 2,93-as pontjával. Az utóbbi egyenesnek t-tengellyel történő metszéspontja megadja a 15 perces hőkezelésnek megfelelő hőmérsékletet (105 C°).

A szaharózból származó HMF koncentráció 9,4, ezt elosztjuk a szaharóz-koncentrációval, így megkapjuk az R-hányadost:  $9,4/15 = 0,63 = R$ . A 2. ábrán felvesszük az R-érték és a pH = 2,93 által meghatározott pontot. A pont a 100 C° és a 110 C°-os izotermák közé esik, helyzete alapján a 104 C°-nak megfelelő helyre. A két nomogramon felvett értékeket átlagoljuk. Amennyiben az értékek közötti különbség a 6 C°-ot meghaladja, akkor a két-féle cukorból keletkező HMF arányát az alkalmazott becslés módosításával állapítjuk meg: amelyik cukorfajtából a nagyobb számított hőmérséklet adódott, annak a ráeső HMF koncentrációjának egy kis, önkényesen vett részét átvisszük a másikéra. Kellő gyakorlat után két becslésnél többet nem szükséges alkalmazni.

2. táblázat

Néhány gyümölcslé HMF tartalmából számított, 15 percre vonatkoztatott hevítési hőmérséklete, összehasonlítva a tényleges hőkezelési adatokkal

Megnevezés	pH	Tényleges hőkezelés		Számított hőmérséklet C°
		hőmérséklete C°	ideje (perc)	
Őszibaracklé .....	2,93	85	30	93
Őszibaracklé .....	2,93	85	180	104
Őszibaracklé .....	2,93	100	60	111
Őszibaracklé .....	3,18	100	60	109
Szőlőlé .....	2,90	85	60	97
Szőlőlé .....	2,90	85	75	100
Almalé .....	3,50	100	45	109
Almalé .....	2,84	85	45	95

A 2. táblázatban néhány gyümölcslének 15 percre vonatkoztatott kezelési hőmérsékletét mutatjuk be az előbb ismertetett számolási eljárással meghatározva. Összehasonlítva a tényleges hevítési adatokkal, a számított értékek reális



hőkezelési rangsorolást adnak. Mivel a HMF keletkezése a hőmérséklettel nagymértékben változik, a mért HMF adatoknak az elméleti értékektől való jelentékeny szórása csupán  $\pm 3^\circ\text{C}$  ingadozásban jelentkezik a 15 percre átszámított hőmérsékletekben. Ez az ingadozás még lehetővé teszi, hogy a HMF tartalomból a gyakorlat számára kielégítő módon következtessünk a hőkezelésre.

Az előbb vázolt, egy állandó időre vonatkoztatott hőkezelési rangsorolás a HMF keletkezési reakciója, valamint a szaharóz inverziós bomlása alapján történt. A számítással nyert hőmérsékleti értékből annál inkább lehet következtetéseket levonni más, a gyümölcsleiben előforduló anyagok (vitaminok, aromaanyagok) termikus bomlására, minél közelebb áll az illető anyag átalakulási reakciójának aktiválási energiája a HMF keletkezésének (33,6 Kkal) ill. a szaharóz inverziójának (25,6 Kkal) aktiválási energiájához. Ettől lényegesen eltérő reakcióknál azt tapasztalnánk, hogy az átalakulás nagysága a számítottól annál jobban különbözne, minél inkább eltérne a tényleges hevítési idő a 15 perctől. Mindenesetre az íz és illatanyagok bomlási reakcióinak valószínűleg hasonló nagyságú aktiválási energiája van, mert régebbi vizsgálatainkban a HMF tartalom növekedés és az organoleptikus sajátságok romlása között korrelációt tudtunk kimutatni (3).

Végezetül szeretnénk kihangsúlyozni, hogy a kapott összefüggések és adatok a hőkezelés után hosszabb ideig nem tárolt cukoroldatokra és gyümölcslevekre vonatkoznak. Saját kísérleteink szerint szobahőmérsékleten, 2,40-es pH-jú invertált szaharóz oldat HMF-tartalma 40 mg/l értékről 4 hónap alatt nem növekedett. Ugyanilyen körülmények között 11 mg/l HMF-et tartalmazó almalében a koncentráció növekedés 20%-os volt. Néhány hónapos tárolás tehát nincs lényeges befolyással az ismertetett összefüggésekre.

#### I R O D A L O M

- (1) *Wucherpennig K. és Bretthauer G.*: D. L. R., 59, 217, 1963.
- (2) *Pribela A. és Betusova M.*: Fruchtsaftindustrie, 9, 15, 1964.
- (3) *Erdélyi E., Dworschák E., Vas K., Lindner K., Telegdy Kováts M., Szőke-Szotyori K.*: Fruchtsaftindustrie, 12, 54, 1967.
- (4) *Koch J., Kleesaat R.*: D. L. R., 55, 246, 1959.
- (5) *Koch J.*: Med. u. Ernähr., 2, 151, 1961.
- (6) *Koch J. és Kleesaat R.*: Fruchtsaftindustrie, 6, 107, 1961.
- (7) *Böttcher W.*: Flüssiges Obst, 30, 34, 1963.
- (8) *Koch J.*: Flüssiges Obst, 33, 2069, 1966.
- (9) *Trifiro E. és Landi S.*: Industr. Conserve, 37, 260, 1962.
- (10) *Berry R. E. és Tatum J. H.*: J. Agric. Food. Chem., 13, 588, 1965.
- (11) *Telegdy Kováts L. és Rajky A.*: Nahrung, 2, 893, 1958.
- (12) *Romann E., és Staub M.*: Mitt. Geb. Lebensmittel. Hyg., 52, 44, 1961.
- (13) *Diemair E. és Jury E.*: Z. U. L., 113, 189, 1960.
- (14) *Haworth W. N. és Jones W. G. M.*: J. Chem. Soc., 667, 1944.
- (15) *Wolfrom M. L., Schuetz R. D. és Cavalieri L. F.*: J. Amer. Chem. Soc., 70, 514, 1948.
- (16) *Órsi F.*: Magyar Kémiai Folyóirat, 73, 1, 1967.
- (17) *Dworschák E., és Erdélyi E.*: Ernährungsforschung, 12, 417, 1967.
- (18) *Lindner K., Напка S., Krämer M., Szőke K.*: ÉVIKE, 5, 277, 1959.
- (19) *Órsi F.*: Budapesti Műszaki Egyetem, Élelmiszerkémiai Tanszék Közleményei, 34, 1962.

#### ОПЫТЫ ПО СОСТАВЛЕНИЮ ХАРАКТЕРИСТИКИ СТЕПЕНИ ТЕРМО- ОБРАБОТКИ ФРУКТОВ И ДЖЕМОВ НА ОСНОВАНИИ СОДЕРЖАНИЯ ГИДРОКСИМЕТИЛФУРФУРОЛА

Э. Дворшак и Л. Эрдели

Авторы в предыдущих работах построили формал – кинетическое уравнение относящееся на количество гидроксиметилфурфурола образующего в сахарном растворе по влиянию термообработки и между факторами

влияющих на его образование (температура, концентрация сахара, pH и срок). Эти соотношения были подходящие для того, чтобы из содержания гидроксиметилфурфула фруктов практической точностью, соответствующим образом, цифровыми данными могли определить степень термообработки. Авторы помощью номограмм, составленных из уравнения, вычислили в пределах точности  $\pm 3^\circ \text{C}$  температуру нагревания относящуюся на 15 минутую постоянную продолжительность нагрева и таким образом получили обзорную классификацию термообработки.

В модельном растворе полученные кинетические соотношения не могли применять для джемов.

### VERSUCH ZUR FESTSTELLUNG DER ERFOLGTEN HITZEBEHANDLUNG VON OBSTSÄFTEN UND JAMS AUF GRUND IHRES HYDROXIMETHYLFURFUROL-GEHALTES

*E. Dworschák und L. Erdélyi*

Die Verfasser stellten in einer früheren Arbeit formal-kinetische Gleichungen für Zuckerlösungen auf zwischen der durch Hitzebehandlung gebildeten Menge von Hydroxymethylfurfural und den dessen Entstehung beeinflussenden Faktoren (Temperatur, Zuckerkonzentration, pH und Zeit). Diese Zusammenhänge eigneten sich zu praktisch genauen, zahlenmässigen Folgerungen auf das Mass der erfolgten Hitzebehandlung in Obstsaften auf Grund ihres HMF-Gehaltes. Die Autoren berechneten mit Hilfe der von den Gleichungen konstruierten Nomogramme die Erhitzungstemperatur mit einer Genauigkeit von  $\pm 3^\circ \text{C}$ , auf eine konstante Zeitdauer von 15 Minuten bezogen und gelangten dadurch zu einer gut übersichtlichen Rangordnung der Hitzebehandlung.

Die in Modellösungen erhaltenen kinetischen Zusammenhänge waren für Jams nicht anwendbar.

### ATTEMPTS OF ESTABLISHING THE EXTENT OF HEAT TREATMENT IN FRUIT JUICES AND JAMS ON THE BASIS OF THEIR CONTENTS OF HYDROXIMETHYL FURFURAL

*E. Dworschák and L. Erdélyi*

In an earlier paper, formal kinetical equations had been derived by the authors in order to establish the correlation of the amounts of hydroxymethyl furfural formed in rucose solutions on the effect of heat treatment with the factors affecting the formation of hydroxymethyl furfural (such as temperature, sucrose concentration, pH value and duration of heat treatment). These correlations proved to be suitable for drawing numerical conclusions in respect to the extent of heat treatment on the basis of the hydroxymethyl furfural content of fruit juices, with an accuracy meeting practical requirements. With the aid of nomograms prepared on the basis of these equations, the heating temperatures referred to a constant duration of 15 minutes have been calculated by the authors with an accuracy of  $\pm 3^\circ \text{C}$ . In this way, an adequate table for evaluating heat treatments could be developed.

The kinetical correlations obtained in model solutions could not be applied to jams.



# ESSAI POUR CARACTÉRISER LE TRAITEMENT CALORIQUE DES JUS DE FRUITS ET DES CONFITURES PAR LEUR TENEUR EN HYDROXY-MÉTHYLFURFUROL

E. Dworschák et L. Erdélyi

Dans un travail antérieur les auteurs ont établi des équations cinétiques formales entre la quantité du hydroxyméthylfurfurole produit par le traitement calorique dans des solutions de sucre et les facteurs influençant sa formation (température, concentration de la solution de sucre, pH et temps.)

Ces corrélations peuvent servir à tirer des conclusions numériques, satisfaisantes pour la pratique, à partir de la teneur en HMF des jus de fruits concernant la grandeur du traitement calorique. A l'aide de nomogrammes basés sur ces équations les auteurs ont calculé avec une précision de  $\pm 3^\circ \text{C}$  la température d'échauffement rapportée à une période constante de 15 minutes, et ainsi ils sont arrivés à un classement des traitements caloriques facile à s'y reconnaître.

Les corrélations cinétiques obtenues dans les solutions modèles n'ont pas été applicables aux marmelades.

STRMISKA, F.:

## Az élelmiszerek tápértékének problémája

(Zur Problem dem Nährwertes der Lebensmittel)

Nahrung 9, 535, 1965.

Valamely élelmiszer tápértékét gyakran az energiaérték fogalmával hasonló értelemben használják. Ezen azonban gyakran valamely élelmiszernek a biológiai funkcionális, tehát a fehérje, zsír, szénhidrátok, vitaminok, ásványi anyagok és nyomelemek fajtáján és mennyiségén alapuló értékűségét is értik. Vannak olyan törekvések, hogy a tápértéket jelzőszámokkal fejezzék ki, ezekben a számokban a szükségleti normákon, meg a táp- és hatóanyagokon kívül a kihasználhatóságnak és más tényezőknek is kellene szerepelniük. Ezekből vezetik le azután képlet-szerűen a tápértéket. 10 tartalmi anyag figyelembevételével szerző kiszámítja a leggyakrabban használt élelmiszerek tápértékét, az eredményeket pedig megvitatja. Ökonómiai nézőpontból a tápértéket valamely élelmiszer használati értéke megismerésének meghatározó tényezőjeként definiálja.

Kieselbach Gy. (Budapest)

MIRIČ, M. és CUPRIČ, Z.:

## A tökmagok (*Cucurbita maxima*) zsíranyagai a növekedés és az érés folyamán

Hrana i ishrana 5, 429, 1966.

Szerzők a vizsgálatokat az emberi táplálkozás céljára szolgáló „fehér” és a takarmányozásra használt „piros” tök magjaival végezték. Az olajtartalom az érés utolsó 30 napján érte el a legnagyobb mennyiséget (az érett magban 46%), addig alacsony maradt (1,3–3,3%). Az elszappanosítatlan tartalma a vegetációs idő folyamán 22–28%-ról kb 2%-ra esett. A gáz-kromatográfia segítségével meghatározott zsírsavak egymáshoz való viszonya változó. A palmitinsavtartalom csökken, míg az olaj- és a linolsavtartalom emelkedik. Linolénsavat csak a zsírsavak bioszintézisének első fázisában találtak nagyobb mennyiségben (13,9–43,0%), az érett magvak olajában már nem volt jelen. Mirisztinsavat is csak a zsírsavszintézis első fázisában állapítottak meg kis mennyiségekben (0,35–1,7%), később teljesen eltűnt.

Kieselbach Gy. (Budapest)

## Egyszerű eljárás aszkorbinsav vegyületek és nitrit sók egymás melletti meghatározására

SPANYÁR PÁL és PETRÓ OTTÓNÉ  
Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest  
Érkezett: 1968. március 19.

Az aszkorbinsav vegyületeknek élelmiszertechnológiai felhasználása szükségessé tette, hogy az aszkorbinsavat olyan körülmények között is meghatározzuk, amilyenek között ilyen vizsgálatokra szükség eddig nem volt. Így újabban egyre gyakoribb, hogy húspácolásra használt sókeverékekben aszkorbinsav, ill. sói és nátriumnitrit egymás mellett előfordulnak. Ilyen esetben mind az aszkorbinsav, mind a nitrit meghatározásában nehézségek mutatkoznak. A tapasztalat azt mutatja, hogy már nedvesség hatására gyakran bomlás indul meg. Először a nitrit só bomlik, melyet azután az aszkorbinsav vegyület bomlása követ. Még gyorsabb a bomlás akkor, ha a feloldott sókeveréket megsavanyítjuk, amit az eddigi gyakorlat szerint mindenféle aszkorbinsav meghatározásnál alkalmazni kellett.

A kérdés megoldására két vizsgálati eljárást dolgoztunk ki. Az egyik eljárás folyamán a nitritet hatástalanítottuk, s annak elbomlása után határoztuk meg az aszkorbinsavat, a másik esetben az aszkorbinsav vegyületet oxidáltuk, ami után a nitrit meghatározása lehetővé vált. A bontást mindig olyan körülmények között kellett végezni, hogy a meghatározandó vegyület meghatározása biztonságos maradjon.

A módszerek kidolgozására vonatkozó kísérleteket, amelyekkel ezek megfelelő voltát megállapítottuk, érzékenységét, pontosságát, reprodukálhatóságát igazoltuk, máshol (1) közöltük. Az alábbiakban csak a két módszer leírását adjuk:

### 1. Aszkorbinsav meghatározás

1.1. *A módszer elve.* A sókeverék oldatában nátriumszulfittal és sósavval a nátriumnitritet redukáljuk, s a kéndioxid eltávolítása után a jelenlevő aszkorbinsavat bromatometriásan titráljuk.

### 1.2. Kémszerek

1. Nitrogéngáz gázpalackban
2. 10%-os nátriumszulfit oldat
3. 10%-os sósav
4. 0,1 n káliumbromát oldat
5. káliumbromid krist.
6. Indikátor. 0,2%-os p-etoxikrizoidin oldat 96%-os alkoholban oldva.

A kémszerek p. a. minőségűek.

### 1.3. Meghatározás

100 ml-es Erlenmeyer lombikba 10 ml vizsgálandó oldatot mérünk, s rajta keresztül lassan nitrogén gázt áramoltatunk. A gázáram bekapcsolása után



– várakozás nélkül 1 ml nátriumszulfid oldatot, majd 10 ml sósavat adunk hozzá. Minden oldat hozzáadása után az elegyet jól összerázzuk, majd a gázáram bevezetését 15 percen át folytatjuk. Ennek befejeztével az oldathoz kb. 0,5 g kristályos káliumbromidot és 2 csepp indikátort adunk, s azt 0,1 n káliumbromát oldattal az indikátor színének eltűnéséig titráljuk. Az átmenet igen éles. 1 ml káliumbromát oldat 8,806 mg aszkorbinsavnak, ill. 9.906 mg nátriumaszkorbát-nak felel meg.

#### 1.4. Számítás

$$\text{As \%} = \frac{8,806 \cdot a + 86,1x + 1,364}{100}$$

$$\text{NaAS \%} = \frac{9,906 \cdot a + 96,9x + 1,532}{100},$$

ahol  $a$  = a titrálással fogyott 0,1 n  $\text{KBrO}_3$  oldat (ml).

$x$  = a vizsgált anyag  $\text{NaNO}_2$  tartalma (%)

## 2. Alkalinitrit meghatározás

2.1. *A módszer elve.* A sókeverék oldatát trinátriumfoszfát oldattal erősen meglúgosítjuk, s tartós melegítés által az aszkorbinsavat oxidáljuk. Az aszkorbinsav-mentes – visszavasanyított – oldatban a nitrit a szulfanilsavas-  $\alpha$ -naphtilaminos reagenssel a szokott módon meghatározható.

### 2.2. Kémszerek:

1. 1%-os trinátriumfoszfát p. a.

2. 1%-os sósav p. a.

3. 15%-os ecetsav p. a.

4. Reagens oldat:

A) 0,5 g szulfanilsavat feloldunk 150 ml 15%-os ecetsavban

B) 0,1 g  $\alpha$ -naftilamin 20 ml forró desztillált vízben oldunk, majd hozzáöntünk 150 ml 15%-os ecetsavat.

Az A és B oldatokat összekeverjük, ha szükséges megsűrjük és az így nyert reagens oldatot barna üvegben kb. 2 hétig változatlanul eltarthatjuk.

### 2.3. Meghatározás

A vizsgálandó pácléből 2 ml-t 200 ml-es mérőlombikba pipetázunk. Hozzáadunk 5 ml 1%-os trinátriumfoszfát oldatot és 50 ml forró desztillált vizet, majd a lombikot  $80^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe helyezzük. 2 óráig tartó melegítés után a lombikot lehűtjük, hozzáadunk 1,5 ml 1%-os sósavat, majd desztillált vízzel jelíg töltjük. E törzsoldatból a várható nitrittartalomtól függően 1–5 ml-t 50 ml-es mérőlombikba pipetázunk és desztillált vízzel jelíg töltjük. Hozzáadunk 2 ml reagens oldatot, alaposan összerázzuk és 1 órai állás után a kialakult színt spektrofotométerrel mérjük, 515 mm-es hullámhossznál, 2 cm-es küvettában. A mérést vakpróbával szemben végezzük, mely 50 ml desztillált víz és 2 ml reagens oldatból áll.

A kapott extinkció értékekből az oldat nátriumnitrit tartalmát a következő képlettel állapítjuk meg:

$$A = \frac{526,3 \cdot E - 13,2}{a},$$

ahol

$A$  = a vizsgált oldat  $\text{NaNO}_2$  tartalma (mg%)

$E$  = a mért extinkció

$a$  = a színelőhíváshoz használt törzsoldat mennyisége (ml).

#### I R O D A L O M

1) *Spanyár P.* és *Petró M.*: Zeitschr. Leaensmittel-Unt. u. Forsch. 137. 163. 1968

### ПРОСТЫЕ МЕТОДЫ ПАРАЛЛЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИИ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ И НИТРИТА

*П. Шпаняр и О. Петро*

Для определения аскорбиновой кислоты после редукции нитрита в кислой среде сульфитом натрия а после устранения  $\text{SO}_2$  производится хрома тометрическим методом. После окисления осуществимый нагревом нитрита и аскорбиновой кислоты в щелочной среде, уже известным методом возможно определить реагентом сульфаниловой кислот  $-\alpha-$  нафтиламина.

### EIN EINFACHES VERFAHREN ZUR BESTIMMUNG VON ASCORBINSÄURE-VERBINDUNGEN UND NITRITSALZEN NEBENEINANDER

*P. Spanyol und O. Petró*

Die Bestimmung der Ascorbinsäure erfolgt nach Reduzierung des Nitrats mit Natriumsulfit bei saurer Reaktion und Entfernung von  $\text{SO}_2$  bromatometrisch. Das Nitrit kann nach Oxidation der Ascorbinsäure in alkalischem Medium unter Erwärmung mit dem Reagens Sulfanilsäure  $-\alpha-$  Naphthylamin auf die bekannte Weise bestimmt werden.

### A SIMPLE METHOD FOR THE DETERMINATION OF ASCORBIC ACID DERIVATIVES AND NITRITE SALTS IN THE PRESENCE OF EACH OTHER

*P. Spanyol and O. Petró*

Subsequent to reducing nitrates with sodium sulphite in an acidic medium and removal of sulphur dioxide, ascorbic acid is determined by bromatometry. Nitrite, in turn, is determined in the conventional way with the reagent sulphanic acid  $-\alpha-$  naphthylamine, after oxidizing ascorbic acid by heating the sample in an alkaline medium.

### PROCÉDÉ SIMPLE POUR LE DOSAGE DES COMPOSÉS ASCORBIQUES ET DES SELS NITREUX PRÉSENTS ENSEMBLE

*P. Spanyol et O. Petró*

Le dosage de l'acide ascorbique se fait par bromométrie après réduction du nitrite avec du sulfite de sodium en milieu acide et expulsion du  $\text{SO}_2$ . Le nitrite peut être dosé de la manière connue avec le réactif acide sulfanylique  $-\alpha-$  naphthylamine après oxydation de l'acide ascorbique en milieu alcalin avec échauffement.



## Tetrametil – tiuram – diszulfid hatóanyagú csávázószer maradékának szemikvantitatív meghatározása vékonyréteg kromatográfias módszerrel

MOLNÁR PÁL és RODLER IMRE

Baranya megyei Közegészségügyi és Járványügyi Állomás, Pécs.

Érkezett: 1968. február 12.

A növényvédelem keretében a kémiai növényvédelem gyors ütemű fejlődése és az azzal járó sokféle egészségügyi veszély elhárítása mind alaposabb szakismeretet kíván a toxikológiával foglalkozóktól. Az elmúlt években számtalan új növényvédőszer gyakorlati bevezetésére került sor, ami megköveteli ezen új szerek élelmi anyagokon, növényeken fellelhető maradékának pontos, gyors és nem utolsósorban olcsó meghatározását.

A mezőgazdasági terméshozam növelése szempontjából nagyon jelentős munka a vetőmagvak csávázása. Régebben a célra kizárólag szervesetlen vegyületeket alkalmaztak, azonban az utóbbi időben a gombaölő hatás emelésére, valamint a régi szerek aránylag nagy toxicitása miatt előtérbe került a szerves hatóanyagú fungicidek használata. E csoport közül a szerves higanyvegyületek klasszikus szerekeknek tekinthetők, maradékainak vizsgálata élelmiszerekben már régen megoldódott. Újabbán egyre nagyobb méreteket ölt a ditiokarbamát típusú növényvédőszer használata, melyek közül sok készítmény TMTD hatóanyagot tartalmaz (tetrametil-tiuram-diszulfid). Ismeretes szinonimái: Ob 72, Thiurad, Thiuram, TMTDS, TUADS, Thiram. Ilyen hatóanyagot tartalmaznak a következő gyári készítmények: Arasan, Fernasan, Linosan 20, Linosan 40, Pol-Thiuram, Pomarsol forte, Rhodisan, Thiotox, Thirosan, TMTD porcsávázó, TMTD+Lindan porcsávázó, hogy csak a legismertebbeket említsük. Úgyszintén elterjedtek az előbbi szerekhez kémiailag hasonló hatóanyagot tartalmazó DPTD (Thiuram DPTD, Dipirrodil-thiuram-diszulfid) készítmények.

Az előbbieken felsorolt készítményeket elsősorban kukorica nigrospora és fusarium ellen, palántadőlés, valamint drótféreg elleni talajfertőtlenítés céljából használják hazánkban. Az elkövetkező években várható a felhasználási terület kiszélesítése, ugyanis a TMTD Lindannal keverve máris használatos mind kombinált fungicid – inszekticid szer. Számos, a fentiekben említett hatóanyagot tartalmazó készítményt – egyenlőre mint kísérleti készítményt – gyümölcsösökben a fuzikladium fertőzés ellen használják preventív és kuratív hatással, 0,05 – 0,15% töménységben permetezve.

A TMTD és DPTD hatóanyagú szerek mint a ditiokarbamátok valamennyien a testfelszínen izgató hatásúak, önmagukban kevésbé mérgezők, de gátolják a szervezetben az aldehidoxidáz enzim működését, ami különösen alkoholfogyasztásnál jelentős, mert az alkohol normális oxidatív lebomlása vízre és szénsavra csökken, helyette acetaldehid szaporodik fel. Mérgezett állatokban a hatóanyag bomlástermékeként a rendkívül mérgező szénkéng is kimutatható. A szervezetből nagyon lassan ürülnek ki, idült mérgezéseket is okozhatnak. Embernél ennek egyik jelentkező formája a tartós alkohol intolerancia. (1)

A szerek használata egyenlőre még állategészségügyi problémákban jelentkezett, de számíthatunk arra, hogy az ember és állat kapcsolataként, valamint

a TMTD hatóanyagú készítmények gyümölcsösökben, konyhakertben történő használatakor toxikológiai problémák jelentkeznek közvetlenül a humán egészségügyben is.

A TMTD hatóanyagú növényvédőszer maradvékának kimutatása és meghatározása az eddig rendelkezésre álló spektrofotometriás eljárással hosszadalmas és költséges volt. A színreakción alapuló eljárások hátránya az, hogy a spektrofotométerrel mérhető szín kialakulását számtalan körülmény zavarhatja és ezzel a módszer sokszor nem specifikus. Hátránya a spektrofotometriás TMTD meghatározásnak még az is, hogy a meghatározáshoz a vizsgálati anyag nagy mennyisége szükséges (200 – 500 g) ami a hatóanyag kivonására szolgáló oldószer mennyiségét is megnöveli ezáltal a módszer költségessé válik. A szín kialakulását számtalan körülmény zavarhatja így pl. a TMTD kombinált szereknél a Lindan stb. A módszer nem eléggé érzékeny, ami a legnagyobb hátrányának róható fel.

Mindezek a tények arra késztettek bennünket, hogy a spektrofotometriás módszer helyett gyors, olcsó és jóval pontosabb, érzékenyebb módszert keressünk a TMTD és DPTD hatóanyagú növényvédőszer maradvékának meghatározására. Szempontunk volt még az is, hogy a módszer alkalmas legyen sorozatvizsgálatok elvégzésére is, mivel a régen használatos spektrofotometriás meghatározás sorozatvizsgálatokra szintén alkalmas volt. Az új módszer keresésénél és bevezetésénél a vékonyréteg kromatografiára gondoltunk, mert a könnyen kivitelezhető és ma már minden toxikológiai laboratórium be van rendezve vékonyréteg kromatografiás vizsgálatok végzésére. Lényegesnek tartottuk, hogy a vékonyréteg kromatografiás vizsgálati meghatározások szemikvantitatív jellegük ellenére pontosabbak, specifikusabbak a zavaró anyagok elválasztódása folytán mint az alkalmazott spektrofotometriás eljárások. Az ismertető módszer kiindulási alapja *N.G. Porter* hivatkozott közleménye volt, amelyet helyi körülményeinkhez adaptáltunk.

Intézetünkben bevezetésre került vékonyrétegekromatografiás TMTD, DPTD meghatározás lényege:

A gabonaszemek és egyéb vizsgálati anyagok TMTD maradvékát kloroformmal mossuk le, ezt a kivonatot szilikagél G vékonyrétegen kloroformszéntetraklorid vízzel telített elegyével futtatjuk majd a kifejlődő foltokat nátriumazidos jódoldattal előhívjuk.

#### *Szükséges vegyszerek, eszközök:*

1. Kloroform p.a.
2. Széntetraklorid p.a.
3. 0,1 n káliumjodidos jódoldat (Táramérlegben kis hengerpohárkában gyorsan lemérünk 13,0 g jódot, 1000 ml-es mérőlombikba visszük, 25,0 g KJ-al és 30 ml deszt vízzel addig rázzuk míg a jód teljesen fel nem oldódik, majd a lombikot a jelig feltöltjük)
4. Szilikagél G (kromatografiás célra)
5. Nériumazid p.a.
6. Keményítő p.a.
7. Vékonyrétegekromatografiás berendezés
8. Mikropipetták (10  $\mu$ l mennyiségek felvitelére alkalmas)
9. 10 ml-es mérőlombikok, vagy becsiszolt dugós mérőhengerek
10. 25 ml-es becsiszolt dugós mérőhenger
11. 1 ml-es pipetták
12. Üvegorlasztó (finom eloszlású aerosol készítésére alkalmas)



### *Standard sor készítése:*

A tiszta TMTD, DPTD és Ferbam hatóanyagokat kloroformban oldjuk fel, a hígításokat is kloroformmal végezzük. Célszerű olyan hígításokat készíteni a törzsoldatból, hogy annak  $10 \mu\text{l}$  mennyiségei,  $0,1 \mu\text{g}$ -  $2 \mu\text{g}$  tartományba essenek. Mivel a módszer  $0,1$ – $2 \mu\text{g}$  standard tartományban ad jól megkülönböztethető nagyságú foltokat, nagyobb mennyiségű  $10$ – $20$  mikrogramm-os standardokat a lemezre nem érdemes felvinni, itt ugyanis a kék alapon megjelenő fehér foltoknak csak a nagyságát lehet megkülönböztetni, a színmennyiséggel – minthogy mindegyik folt fehér – nem operálhatunk: a nagy mennyiségű standardok foltjai kb. egyenlőnek látszanak.

### *A vizsgálati anyag előkészítése:*

A vizsgálandó gabonaszemekről, vagy egyéb vizsgálati anyagokról a TMTD és DPTD maradékot kloroformmal mossuk le, illetve oldjuk ki. A módszer nagy érzékenysége lehetővé teszi, hogy igen kis vizsgálati anyagmennyiségekből induljunk ki. A vizsgálandó anyag  $1$ – $2$  g-ját pontosan lemérjük és azt  $25$  ml-es becsizolt dugós mérőhengerbe tesszük és  $10$  ml kloroformmal egy percig erőteljesen rázzuk. A TMTD és DPTD nagyon jól oldódik kloroformban és ez lehetővé teszi maradéktalan kioldódását. Gabonamagvak és száraz minták esetében a kloroformot a gabonaszemektől elválasztjuk, leöntjük és a kapott kloroformos extraktum alkalmas közvetlen felvitelre. Gyümölcsöknél, illetve nagy víztartalmú vizsgálati anyagoknál ha nemcsak felületi lemosást alkalmaztunk, hanem homogenizált mintából végezzük a kloroformos kioldást akkor vízmentesítés céljából az oldathoz kevés vízmentes nátrium szulfátot adunk majd a nátrium szulfátról a kloroformot leöntve alkalmas a vékonyrétegre való felvitelére.

### *A standard sor és a vizsgálati anyag felvitelére a vékonyrétegre:*

Öt darab  $20 \times 20$  cm-es üveglemezre számítva  $30$  g szilikagél G és  $65$  ml deszt. vízzel vizes szuszpenziót készítünk úgy, hogy a szuszpenzió eloszlatlan szilikagél részektől csomómentes legyen, majd a már előzőleg zsirtalanított üveglemezre, alkalmas rétegfelvívő készülékkel  $250$  mikron vastagságú réteget húzunk. Az üveglemezre felvitt szilikagél réteg megszáradása után a réteget aktiválni kell, e célból a lemezeket fél órára  $90^\circ\text{C}$ -ra beállított szárítószekrénybe helyezük. Aktiválatlan lemezeken a kromatogramok kifejlődése nem éles, erősen deformálódott, vagy hosszú farokképződés tapasztalható. A vizsgálat céljából, hogy a vizsgálati anyagunk szemikvantitatíve meghatározható legyen egy lemezen futtatjuk a standard sor különböző mennyiségeit és a vizsgálati anyagot. A standard és a vizsgálati anyag felvitelét alkalmas mikropipettával végezzük ügyelve arra, hogy a felviteli folt ne haladjon meg a  $2$ – $3$  mm-t. A foltok szétterülését a felvitelkor fuvással, vagy gyenge hideg fön áramoltatásával akadályozhatjuk meg. Erre a célra bármilyen hajszárító készülék állványba fogva megfelel. Ajánlatos a startpontokat egymástól  $2$  cm távolságokban felvinni, mert közelebbi startpontok esetén a felvitt anyagok nagyobb mennyiségei zavarhatják egymást. A standard értékeket célszerűen úgy válasszuk meg, hogy a felvitt sorban a vizsgálati anyaguk lehetőleg középértéket érjen el.

### *A kromatogramok kifejlesztése:*

A felvitel után a lemezeket alkalmas, lehetőleg csiszolt fedelű üvegládába állítjuk, melybe előzőleg már  $3 : 1$  arányú kloroform-széntetraklorid vízzel telített

elegyét öntöttünk futtató-szerként, hogy az az üvegcád légkörét gőzeivel telítse. Ügyelni kell arra, hogy csak annyi futtatószert szabad a kádba önteni, hogy a folyadékszint a startvonal alatt legyen kb. egy centiméterrel. A futtatást addig végezzük míg a futtatószer mintegy 15 cm magasságig nem ér fel a startvonaltól számítva.

### *A kifejlesztett kromatogramok előhívása:*

A futtatás befejeztével a lemezeket 37 °C-os termosztátba helyezük egy éjszakára. Célszerű ennek megfelelően a vizsgálati oldat és standard oldatok felvitelét, a futtatást a délutáni órákban végezni, mert így a munka befejeztével a termosztátban való szárítás, mint következő munkafázis természetesen nem akadályozza munkánk folyamatosságát. Az előhívást másnap reggel végezzük el. Előhívószerekül *F. Feigl* (2) nátriumazidos jódoldat spray-t javasol (3 g nátriumazid 100 ml 0,1 n jódoldatban oldva), mely előhívó nagyon alkalmas és érzékeny előhívószere a szilikagélen futtatott TMTD és DPTD-nek. Az így előhívott lemezen a TMTD foltok, különösen az egy mikrogrammnál kisebb mennyiségek rövid idő múlva értékelhetetlenekké válnak a háttér kivilágosodása következtében. A lemez közvetlen előhívás utáni 2%-os jódoldattal való befúvása stabilizálja a háttér színt. Sokkal kontrasztosabb képet és ezzel értékelhetőbb eredményt kapunk ha előhívás előtt nagyon finom eloszlású, saját tapasztalatunk szerint 3%-os keményítő oldat spray-t alkalmazunk mindaddig míg a lemezünk opalescensé nem válik. (3) A keményítő oldattal való befúvás után végezzük el az előhívóoldat lemezre való ráfúvását és az így végzett előhívás után a TMTD foltok hófehér foltok formájában jelentkeznek a kékes-fekete háttérben. A felvitt TMTD nagyobb mennyiségei (1–2  $\mu\text{g}$ ) néhány másodperc alatt láthatóvá válnak, de az 1  $\mu\text{g}$  alatti mennyiségek is 10–15 perc alatt határozottan kifejlődnek.

Több órai állás után a lemez kékes-fekete háttér színe elhalványul és világosbarnába megy át. Ilyenkor ha deszt. vízzel befújjuk a lemezt az eredeti háttér szín visszaáll.

### *Az előhívott foltok értékelése:*

Az előhívás utáni szembetűnő érdekesség, hogy a kifejlődött foltok  $R_f$  értékei a koncentrációval változnak, így a 0,01 mikrogrammtól 10 mikrogramm felvitelig az  $R_f$  érték 0,190-től 0,196-ig változik, a koncentráció növekedésével az  $R_f$  érték is nő.

Ha a felvitelnél a foltot 1 mm átmérőben sikerült felvinni, még 0,01 mikrogramm TMTD is kimutatható. Alkalmas standard sort használva és azt a vizsgálati anyaggal egylemezen futtatva a módszer szemikvantitativ  $\pm 0,5$  mikrogramm pontossággal jól használható.

### *Tapasztalatok*

1. A módszer csak szilikagél G vékonyrétegen vezet szép eredményhez. Alumíniumoxid G rétegen a foltok kifejlődése zavaros, nem a felvitt koncentrációknak megfelelő, alacsony koncentrációk ki sem fejlődnek. Sokszor tapasztaltuk, hogy a kerek, szabályos foltok helyett elnyúlt csíkok fejlődtek ki.
2. Szilikagélen a leírtak pontos betartása mellett a módszer érzékenysége a tapasztalataink szerint 0,1 mikrogramm.



3. Lényegesnek tartjuk a 8–10 órás 37 C°-on való szárítást a futtatás és előhívás szakasza között. A fentiek szerint futtatás után nem szárított lemezen az alacsonyabb értékek nem fejlődtek ki, előhívás után csak a magasabb értékek feleltek meg a párhuzamosan végzett és szárított lemezen levő azonos értékeknek.
4. A nátriumazidos jódoldat sötétben és hűvös helyen két hétig eltartható. Az ilyen előhívószerral a foltok kifejlődése a háttér színtabilitása ugyanolyan jó mint a friss előhívószerral történt előhívás után. Két hónapnál régebbi előhívószert is alkalmaztunk és azt tapasztaltuk, hogy a kromatogramok szépen előhívódtak, de a háttér színtabilitása meg sem közelíti a friss előhívószernél tapasztaltat. Ajánlatosnak tartjuk, hogy az előhívást friss, de legalábbis két hétnél nem régebbi előhívóoldattal végezzük.
5. Olyan növényvédőszerreknél mint pld. a TMTD+Lindan kombinált szerek a Lindan nem zavarja a vizsgálatokat, minthogy a Lindan a megadott előhívószerral (nátriumazidos jódoldat) nem hívható elő.
6. A módszer előnye, hogy gyors, jóval érzékenyebb mint az eddig rendelkezésre álló, TMTD maradékok meghatározására szolgáló eljárás, vegyszer- és eszközigénye csekély, s a minta kloroformos kivonatát közvetlenül; fáradtságos és esetenként költséges előtisztítás nélkül lehet vékonyréteg-kromatografálni.
7. Az eljárás a TMTD és DPTD hatóanyagú szereken kívül alkalmas még Ferbam (vas-N, N-dimetilditiokarbamát) meghatározására is mivel a Ferbam az előzőekben említett szerektől a vékonyrétegen jól elválik.

#### IRODALOM

- (1) *Bordás S.*: Veszélyes Növényvédőszerrek. Mezőgazdasági Kiadó, Budapest, 1967.
- (2) *Feigl F.*: Spot Tests. II. Organic Application, Elsevier, Amsterdam, 1954, p. 165.
- (3) *Kjaer A. és Rubinstein K.*: Acta Chim. Scand., 7, 528, 1953.
- (4) *Porter N. G.*: J. Chromatog., 28, 470, 1967.

### СЕМИКВАНТИТАТИВНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТКОВ ПРОТРАВЛИВАЮЩИХ ВЕЩЕСТВ СОДЕРЖАЩИХ АГЕНТА ТЕТРАМЕТИЛ – ТИУРАМ – ДИСУЛФИДА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

*П. Мольнар и. И. Родлер*

Авторы знакомят семиквантитативное определение остатков протравливающих веществ содержащих агента ТМТД методом тонкослойной хроматографии.

Метод следующий: из испытуемого материала отмывают остаток ТМТД хлораформом а вытяжку наводят на тонкослойный силикагель Г со смесью водонасыщенного хлораформ – тетраклорметана в соотношении 3 : 1, а появившиеся пятна проявляют водным раствором с азидом натрия.

Параллельной новодкой стандартного ряда испытуемым раствором, метод подходящий для определения остатка ТМТД чувствительностью 0,5 микрограмм.

SEMIQUANTITATIVE BESTIMMUNG DER RÜCKSTÄNDE  
VON DEN WIRKSTOFF TETRAMETHYL-THIURAM-DISULFID  
ENTHALTENDE BEIZMITTELN VERMITTELS DER  
DÜNNSCHICHTCHROMATOGRAPHIE

*P. Molnár und I. Rodler*

Die Verfasser beschreiben die semiquantitative Bestimmung von TMTD-wirkstoffhaltigen Beizmitteln mit der Dünnschichtchromatographie.

Das Verfahren ist Folgendes: Der Rückstand von TMTD wird von der zu prüfenden Probe mit Chloroform abgewaschen und dieser Auszug auf einer Silicagel G Schicht mit dem wassergesättigten Laufmittel Chloroform-Kohlen-tetrachlorid 3 : 1 chromatographiert; Entwicklung der Flecke erfolgt mit einer Natriumazid-Jodlösung.

Durch Mischchromatographieren einer Standardreihe eignet sich die Methode zur Bestimmung des TMTD-Rückstandes von 0,5 Mikrogramm.

SEMIQUANTITATIVE DETERMINATION OF RESIDUES  
OF TETRAMETHYLTHIURAMDISULPHIDE-BASE SEED  
DRESSING AGENTS BY THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY

*P. Molnár and I. Rodler*

A thin-layer chromatographic technique is described for the semiquantitative determination of residues of tetramethyldiuramdisulphide-base seed dressing agents (TMTD).

The method consists essentially of the following steps. Residues of TMTD are washed off the sample with chloroform. The extract is allowed to run on a thin layer of silicagel G, using a 3 : 1 mixture of chloroform and carbon tetrachloride, saturated with water. Subsequently, the evolved spots are developed with an iodine solution containing sodium azide.

Parallel with the test solution, also a standard series of known TMTD contents is allowed to run. The method lends itself to the determination of TMTD residues, with a sensitivity of 0.5 micrograms.

DOSAGE SÉMIQUANTITATIF DES RÉSIDUS DES MACÉRATEURS À  
BASE DE TETRAMÉTHYLTIURAM – DISULFITE PAR CHROMATO-  
GRAPHIE EN COUCHE MINCE

*P. Molnár et I. Rodler*

Les auteurs ont décrit dans leur mémoire le dosage des résidus des macérateurs à base de TMTD par chromatographie en couche mince.

La méthode est la suivante: on enlève de l'objet à examiner avec du chloroforme les résidus du macérateur à base de TMTD et on fait courir cet extrait sur une couche mince de silicagel G avec un mélange 3 : 1 de chloroforme-tétrachlorure de carbone saturé d'eau, puis on développe les taches avec une solution de iode contenant de l'azide de sodium.

L'on fait courir parallèlement à la solution à examiner une série standard. La méthode est bonne pour le dosage des résidus à TMTD avec une sensibilité de 0,5 microgrammes.



## Ivóvizek szulfáttartalmának módosított gravimetriás meghatározása

ifj. SARUDI IMRE, SISKA ELEMÉR

Megyei Minőségvizsgáló Intézet, Székesfehérvár

Érkezett: 1967. szeptember 25.

Az ivóvíz szulfáttartalmának báriumkloridos leválasztása előtt a kalciumot el kell távolítani az oldatból, mert ellenkező esetben mindig tartalmaz a csapadék kalciumszulfátot is (1). A báriumszulfát tisztasága érdekében az oldat vas-III. mentességéről is gondoskodni kell, mivel a kristály góccokhoz a ferri-ion ki nem mosható módon képes abszorbeálódni.

Az említett szennyező fémionok eltávolítása általában nátriumhidroxidos lágyítással történik.

A zavaró fémionok eltávolítására ioncserélő technikát is alkalmazhatunk (2, 3). Ennek egyik változata, hogy a több vegyértékű fémionokat nátriumionokra cseréljük ki, a másik lehetőség, hogy  $H^+$ -formára hozott kationcserélő műgyanta segítségével az oldat összes fémionját hidrogénionokra cseréljük. Az utóbbi esetben az alkáli vegyületek adszorpciójára sincs lehetőség.

A báriumszulfátot szennyező kationoknak ioncserélő oszloptechnika alkalmazásával történő eltávolítása előnyösen kombinálható azzal a leválasztási módszerrel, melyet „lecsapás extrém híg oldatból” néven ismerünk az irodalomból (4, 5). Az ioncserés előkészítő művelet és az ismert kis feleslegű lecsapási elv együttes alkalmazásával jól kifejezett és tiszta kristályok képződnek.

### A módszer leírása

Az ioncserélő gyanta: 50 ml-es Winkler-féle lecsapó burettába akkora térfogatú Varions KS gyanta-töltetet képezünk ki, hogy az duzzadt állapotban kb. 22 ml-t töltsön ki. A gyantát tartó réteget üvegyapottból alakítjuk ki. A gyantát úgy hozzuk  $H^+$ -formára, hogy 4–5 ml/perc átfolyási sebességgel 200 ml 4n sósavat bocsátunk át rajta, majd desztillált vízzel semlegesre mossuk.

*Munkamenet:* Az előkészített ioncserélő töltettel ellátott buretta alá azbesztes dróthálóra 400 ml-es főzőpoharat helyezünk, melybe 100 ml desztillált vizet öntünk, 1 csepp metilnaracs indikátort adunk hozzá, majd felforraljuk. A pohár fölé egy másik, szintén 50 ml-es Winkler-féle lecsapó burettát helyezünk, melybe kb. 50 ml 0,015 M báriumkloridot töltünk. A vizsgálandó vízből a várható szulfáttartalomtól függően 50–100 ml-t 150 ml-es főzőpohárba mérünk, és metilnaracs indikátor mellett n sósavval gyengén megsavanyítjuk. A megsavanyított vizmintát részletekben töltjük fel a gyantára. Az átfolyási sebesség 2–3 ml/perc legyen. A másik burettából kb. ilyen sebességgel báriumkloridot adagolunk. Miután az oszlopon a mintát teljes egészében átfolyattuk, desztillált vízzel semlegesre mossuk a gyantát. A lecsapószer adagolása után a forralást még 5 percig folytatjuk. A csapadék közepes porútsávságú szűrőpapíron 2 és 1/2 óra múlva jól szűrhető.

1 g báriumszulfát megfelel 0,4140 g szulfátióznak [a Winkler-féle javítószorzószám (1,006) figyelembevételével].

### Kísérleti eredmények

A reprodukálhatóságot vizsgálva egy vízmintából 6 párhuzamos meghatározást végeztünk (1. táblázat).

1. táblázat

Nr.	SO <sub>4</sub> mg	deviáció (Di)	D <sub>i</sub> <sup>2</sup>
1.	55,1	- 0,05	0,0025
2.	54,6	- 0,55	0,3025
3.	55,4	+ 0,25	0,0625
4.	55,8	+ 0,64	0,4225
5.	55,2	+ 0,05	0,0025
6.	54,8	- 0,35	0,1225

Az eredmények számtani középértéke: 55,15 mg.

Az egyes mérések standard deviációja: ±0,391.

Az egyes mérések relatív standard deviációja: 0,71%.

A középérték standard deviációja: ±0,160.

A középérték relatív standard deviációja: 0,29%.

2. táblázat

Nr.	SO <sub>4</sub> mg				Relatív eltérés %
	eredeti minta	hozzáadott	összesen talált	eltérés a számítottól	
1.	55,15	13,4	68,8	0,25	0,37
2.			68,6	0,05	0,07
3.			68,9	0,35	0,51
4.		20,1	75,6	0,35	0,46

3. táblázat

Nr.	SO <sub>4</sub> mg/100 ml		
	ioncsérés módszerrel	Winkler szerint	eltérés
1.	5,1	5,5	- 0,4
2.	21,6	21,5	+ 0,1
3.	28,7	28,2	+ 0,5
4.	53,7	54,3	+ 0,6
5.	66,2	67,4	- 1,2



A módszer pontosságát az ún. additív módszerrel ellenőriztük (2. táblázat). A modell ebben az esetben is a már vizsgált vízminta volt.

A következőkben néhány kísérletpár vizsgálati eredményeit mutatjuk be, melyeket a klasszikus Winkler-féle módszerrel, illetve az általunk javasolt módszerrel kaptunk (3. táblázat).

Ivóvíz szulfáttartalmának meghatározására a gyakorlati pontossági követelményeknek megfelelő és a klasszikus eljárásnál gyorsabb munkamenetet dolgoztunk ki. A módszer használhatóságát némileg korlátozza, hogy az ioncserélő oszloptechnika miatt csak tiszta ivóvízminta esetében javasolható.

#### I R O D A L O M

- (1) *Sarudi I.*: Szervetlen mennyiségi analízis, II. (Szeged, 1967.) 434 o.
- (2) *Inczedy J.*: Ioncserélők analitikai alkalmazása (Műszaki Könyvkiadó, Bp.) 1962.
- (3) *Bolberitz K., Csanády M.*: Hidrológiai Közlöny, 42, 524 (1962).
- (4) *Hahn F. I., Ottó I. R.*: Z. anorg. Chem. 126, 257 (1923).
- (5) *Erdei L.*: A kémiai analízis sülyszerinti módszerei I. (Akadémiai Kiadó, Bp.) 1960. 27 o.

### МОДИФИЦИРОВАННЫЙ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФАТА В ПИТЬЕВЫХ ВОДАХ

*И. м. Шаруди и Э. Шишка*

Авторы перед определением сульфата бария питьевых вод для устранения металлических ионов загрязняющих осадков, применяли ионообменную колонную технику взамен способа гидрата окиси натрия. Применяли смолу Варион КШ (H<sup>x</sup>). Ионообменный процесс применяют выгодно в комбинации с метоом Хан-а, а именно, осаждением из крайне жидкого раствора. Смесь кислоты стекающий из колоны разбавляют в кипящейся дистиллированной воде к которому бюреткой добавляют одновременно осадителя хлористого бария. Полученный таким образом осадок, с точки зрения морфологии, степени чистоты, распоряжается благоприятными свойствами. Время необходимое для определения гораздо меньше классического способа; возможность репродукции и точность результатов соответствует требованиям. Релятивная стандартная девиация: 0,71%.

### MODIFIZIERTE GRAVIMETRISCHE BESTIMMUNG DES SULFATGEHALTES VON TRINKWASSER

*I. Sarudi jun. und E. Siska*

Die Verfasser wenden vor der Abscheidung des Bariumsulfates anstatt der Abtrennung der den Niederschlag verunreinigenden Metallionen mit Natriumhydroxid eine Säulentechnik mit Ionenaustauschern an. Es wird der Harz Variom KS (H<sup>+</sup>) angewendet. Die Ionenaustauschertechnik wird mit der Abscheidungsmethode aus extrem verdünnten Lösungen nach Hahn vorteilhaft kombiniert. Das von der Säule abtropfende Säuregemisch wird in kochendem dest. Wasser verdünnt, zu welchem man gleichzeitig aus einer Bürette die Bariumchloridlösung zufließen lässt. Der so erhaltenen Niederschlag besitzt vorteilhafte morphologische Eigenschaften und ist genügend rein. Der Zeitaufwand der Bestimmung ist wesentlich geringer als derjenige der klassischen Methode und die Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der Resultate befriedigend. Die relative Standard-Deviation beträgt 0,71%.

## MODIFIED GRAVIMETRIC DETERMINATION OF THE SULPHATE CONTENT OF DRINK WATERS

*I. Sarudi Jr. and E. Siska*

Prior to precipitating barium sulphate, metal ions which may contaminate the precipitate are removed, instead of sodium hydroxide, by a technique based on ion exchange columns, employing the resin Varion KS ( $H^+$ ). The ion exchange technique is favourably combined by the authors with precipitation from an extremely dilute solution according to Hahn. The acid mixture dropping off the column is diluted in distilled water kept in constant boiling. At the same time, barium chloride solution as precipitant is added from a burette. Precipitates obtained in this way possess properties which are very favourable both from the aspect of morphology and the absence of contaminants.

The suggested technique of determination requires essentially less time than the conventional methods. The reproducibility and accuracy of the results are adequate. The relative standard deviation ranged 0.71 per cent.

## DOSAGE GRAVIMÉTRIQUE MODIFIÉ DE LA TENEUR EN SULFATES DES EAUX POTABLES

*I. Sarudi (jun.) et E. Siska*

Les auteurs emploient préalablement à la séparation du sulfate de barium une colonne de résine échangeur au lieu de la séparation des ions métalliques souillant le précipité par de l'hydroxyde de sodium. La résine employée est Varon KS ( $H^+$ ).

Ils combinent avantageusement le procédé d'échange avec la méthode de Hahn pour la précipitation en solution très diluée. Le mélange acide s'égouttant de la colonne est dilué dans de l'eau distillée en ébullition à laquelle ils ajoutent en même temps la solution de  $BaCl_2$  contenue dans une burette. Le précipité ainsi obtenu possède des qualités fort avantageuses au point de vue de la morphologie et de la pureté.

Le temps nécessaire pour le dosage est essentiellement plus court que dans le procédé classique, la reproductibilité et l'exactitude des résultats sont satisfaisantes. Déviation standard relative 0,71%.

### A SZERKESZTŐBIZOTTSÁGHOZ A KÖVETKEZŐ DOLGOZATOK ÉRKEZTEK

- Varga János: Új technika búzafehérje frakciók elválasztására molekulaszűrőssel. (1968. május 11.)
- Z. Kiss Endre, Szabó Ferencné és Kovács Jánosné: Szörpök viszkozitása és annak jelentősége üdítőitalok előállításánál. (1968. május 29.)
- Őrsi Ferenc: Szénhidrátok és egyéb élelmiszerösszetevők elektroforézise. (1968. május 30.)
- Őrsi Ferenc: Karamellszínanyag frakcionálása gélfiltrációval. (1968. május 31.)
- Varga János: Fehérje és egyéb nitrogéntartalmú anyagok elektroforézises vizsgálata. (1968. május 31.)
- Telegdy Kovács László, Berndorferné, Kraszner Éva és Dévai Anna: Vizsgálatok a pangaminsav ( $B_{15}$  vitamin) kimutatására, illetőleg meghatározására. (1968. június 8.)
- Pauli Péterné és Varga György: A Valorigráf, az új lisztminősítő műszer megbízhatósági vizsgálatairól. (1968. június 10.)



BRAAL, B. és NYMAN, M.

## A szójabab és repcemagolaj íze

(*Flavour of soya bean and rapeseed oil*)

Riv. Ital. Sostance Grasse, 43, 1966.  
133. Ref. Food Manufacture 1967,  
VI. 47.

Számos kísérletben vizsgálták a szagtalanított szójabab és repcemagolaj oxidálási stabilitását befolyásoló tényezőket és a mechanikai komplikációkat, melyek a növényolaj finomítóiban a kozmetikus szeparátorban fellépnek.

Kimutatták, hogy a jó izstabilitás érdekében a finomítás ideje alatt a levegő teljes kizárása szükséges. Még egy atmoszféra nyomású nitrogén használatra esetében is a folyadékban jelenlevő levegő elegendő, hogy a peroxid számot növelje.

Bár szagtalanítás nem vezet eredményre, az olaj foszfatidummal való kezelése azonban kedvező.

Ez a kezelés a foszfatidákat majdnem teljesen eltávolítja és javítja az iz stabilitást is.

Más kipróbált előkezelés, mint például a borkósavval, ecetsavanhidriddel nátronlúggal, vagy szódával való kezelés kevésbé voltak eredményesek.

Vágó P. (Budapest)

SCHMITZ, H. és ACKER, L.

## A keményítő lipidek (Gabonafeldolgozó ipar)

(*Wheat starch lipids*)

Stärke, 19, 17, 1967.

Ref. Food manufacture 1967. VI. 47.

Ismereteink a keményítő lipidekkel kapcsolatban elég hiányosak. Ennek egyik oka a lipidek mennyiségi kiválasztásával és kivonásával járó nehézség, a lényeges alkotórészként jelen-

levő zsírsavak, továbbá az amilázzal keletkező belső vegyületek.

A foszfatidakkal kapcsolatos ismereteink szintén elég hiányosak.

Vágó P. (Budapest)

FITELSON, J.:

## Szőlőlé hamisítás papírkromatográfiás kimutatása

(*Paper Chromatographic Detection of Adulteration in Concord Grape Juice*)

J. A. O. A. C. 50, 293 (1967)

Amerikai szőlő (*Vitis labrusca*) levének hamisításakor a szín erősségét európai (olasz gym.) szőlőlé kivonattal állítják be. Mivel a két szőlőfajta színező vegyületei eltérőek (főképpen delfinidin és cianidin, ill. malvidin és poenidin), az antocianidinek vizsgálatára elegendő a hamisítás kimutatására. Az antocianokat ólomsóként sűríti; kromatogramjukat butanol-ecetsav-víz 6 : 1 : 2 arányú elegyével fejleszti. Az antocianok 30 perces n-HCl-as hidrolízise a legkedvezőbb az antocianidinek kinyerésére; ezeket ecetsav-HCl-víz (5 : 1 : 2) eleggyel választotta szét. Leoldás után az 545  $\mu\text{m}$  körüli abszorpciós maximumok alapján értékel, 445–645  $\mu\text{m}$ -es háttér korrekcióval.

Kismarton K. (Miskolc)

LA., N.

## Csokoládéaprítás

(*Grinding of chocolate mass*)

Gordian 67, 1592, 18, 1967

Ref. Food manufacture 1967. VI. 47.

A csokoládémassza aprításánál és hengerlésénél a kakaó és cukor alkotóelemek nagyfinomságú aprításának és keverésének nagy fontossága van a

kész csokoládé íze és aromája szempontjából.

A finomság fokát, melyet mikronokban mérnek, a cukorkristályok részecskéinek mikroszkopikus vizsgálataival ellenőrzik.

Sok nagyüzemben a képeket kivétítik egy vetítővászonra, hogy lehetővé tegyék a folyamatok ellenőrzését.

Ajánlatos az erősen túlzsirozott csokoládé hengerlését elkerülni. Legkedvezőbb a kb. 25%-os zsírtartalom. Keserű csokoládé gyártásánál a kakaóvaj hozzáadása a töltethez megnehezíti a hengerlést. A modern hengermalmok működésére különösen az egyedi hengerek beállítását és hőmérséklete lényeges. Célserű hidraulikus nyomásjelzők használatát. Ezzel gyakorlati útmutatásokat kapunk a csokoládémassza arányos és optimális aprítására vonatkozóan.

Vágó P. (Budapest)

HAGAN, S. N. – MURPHY, E. W. – SHELLEY, L. M.:

**Zsírkiválás sovány marhahúsból, különböző oldószerekkel**

(*Extraction of Lipids from Raw Beef Lean by Using Various Solvent Systems*)

J. A. O. A. C. 50, 250 (1967)

Zsíradékok hőbomlásának vizsgálatakor nem közömbös a kioldás módja, amely meghatározza a triglicerid és egyéb lipid arányt. 5 mm-es tárcsán darált sovány marhahús felét kétszer újra darálva, másik felét aprítókeverőben egyenlősítve  $-20^{\circ}\text{C}$ -on tárolták. Az egyes mintákat  $95^{\circ}\text{C}$ -os szárítószekrényben (5 h),  $50^{\circ}\text{C}$ -os vákuumszáritóban (48 h), és fagyasztó-száritóban (16 h) szárították, majd minden szárított típust négyféle oldószerekkel (éter, petroléter, 1:1 éter-petroléter elegy és  $\text{CHCl}_3$ ) extraháltak Soxhlet készülékben 16h-ig. Összehasonlításképpen a nyershúst is extrahálták  $\text{CHCl}_3$ -metanol eleggyel, ill. sósavas feltárás ( $55^{\circ}\text{C}$ ) után. Az extraktumot vákuumban párolták be és szárították, majd

vékonyréteg kromatográfiával megállapították a triglicerid:foszfátid arányt. Nincs szignifikáns különbség lipid tartalomban az előkészítő műveletek hatására, a kiemelkedő zsírtartalmat nyújtó fagyasztó-száritást kivéve. A nyershús savas feltárása a legkevesebb,  $\text{CHCl}_3$ -metanolos kioldása a legtöbb nyerszsírt szolgáltatja (pl.  $1,99 \pm 0,24\%$  zsír esetén  $1,68 - 2,52\%$ ). A szórás terjedelme zsírosabb húsok mintáiban csökken. Poláris oldószerek komponens a foszfátid mennyiségét természetesen emeli.

Kismarton K. (Miskolc)

OWADES, J. L. – DONO, M. J.:

**Illósav és  $\text{SO}_2$  egyidejű mikrodiffúziós meghatározása szeszesitalokban**

(*Simultaneous Determination of Volatile Acid and Sulfur Dioxide in Alcoholic Beverages by Microdiffusion*)

J. A. O. A. C. 50, 307 (1967)

Desztillációs módszerek helyett a a szerzők sör, bor, égetett szeszesital (esetleg más élelmiszer) vizsgálatára ajánlják a mikrodiffúziós technika alkalmazását. Polipropilénből készült kb. 60 mm-es cella, közepén 35 mm-es titráló kamrával, a körülötte levő gyűrűben 6–9 g vízm.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ -tal. A töltettel felitatják a foszforsavval savanyított 0,5–1,0 ml-nyi vizsgálandó folyadékot, a titráló kamrába 2 ml Na-citrát oldatot öntenek (0,05n), a cellát légmentesen zárják átlátszó polisztirol fedővel és 11–19 órára  $55-60^{\circ}\text{C}$ -os termosztátba helyezik. Az oldatot diffundált összes illósavat 0,05n  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -dal mérik. Ha kénsavas  $\text{HgO}$  oldattal savanyítják az italt, különbségként mérhető a  $\text{SO}_2$  mennyiség. Modell-kísérletek során az adagolt ecetsavat és kéndioxidot 92–107%-os hozammal nyerték vissza. A szabványos módszerrel összehasonlítva 20–200 mg/100 ml illósav töménységű mintákban az átlagos eltérés 5 mg.

Kismarton K. (Miskolc)



# FIGYELŐ

## TÉSZTAIPAR

A *Budapesti Zöldség-, Gyümölcs Értékesítő Szövetkezet* V. 8 tojásos tészta-készítményeket hoz forgalomba (csigatészta, eperlevél). A termékek felülete kissé érdes, lisztcsíkos. Főzési tulajdonságaik megfelelőek. A minták főzési ideje nagyon ingadozott (8–14 perc).

A vizsgálati eredmények alapján II. osztályú tészta-készítményeknek minősültek.

*Szolnok és Vidéke Körzeti Ált. Fogyasztási és Értékesítő Szövetkezet* ugyancsak 8 tojásos tészta-készítményeket gyárt (csiga, kiskocka, eperlevél, rövidmetélt). A termékek felülete kissé érdes, lisztcsíkos. Főzési idejük változó 12–16 perc. Duzzadóképességük több, mint kétszerese az eredetinek. Az egyes termékek szétfővésének mértéke 10–12%. A 8 tojásos tészta az MSZ 11919 II. osztályára megállapított minőségi követelményeket elégtették ki.

A *Békéscsabai Konzervgyár* március hónapban vizsgált készítményeinek vizsgálati eredményét a következőkben ismertetjük:

	2 tojásos csótészta	2 tojásos spagetti	2 tojásos cérnametélt	2 tojásos rövid metélt
Külső átmérő, mm .....	3,9			
Falvastagság, mm .....	1,0			
Átmérő, mm .....		1,7	0,9	
Szélesség, mm .....				3,7
Vastagság, mm .....				1,0
Törmeléktartalom, % ...	9,7	9,1	8,6	10
Felület .....			sima	
Szerkezet .....			áttetsző	
Szín .....			egyöntetűen sárga	
Szag, íz .....		a készítményre jellemző		
Főzési idő, perc .....	10	18	9,0	9,0
Főzési tulajdonságok ...		szabványosak		

Mind a két, mind a négy tojásos termékek csak a vonatkozó szabvány II. osztályára megállapított követelményeket elégtették ki.

A *Budapesti Tésztagyár* március hónapban vizsgált négytojásos hosszú-metélt, kiskocka, csiga készítményei II. osztályú áruk voltak.

Az első negyedévben a kereskedelmi hálózathoz származó, különböző üzemekben gyártott tarhonyák többsége szabványon kívüli minőségű volt. A hibák főképp nem megfelelő szerkezetből (repedezettség) s kedvezőtlen főzési tulajdonságokból adódtak.

R. L. (Budapest)

### Import román tészta-készítmények

A Délker Vállalat fémzárral lezárt polietilén zacskókba csomagolt import román tészta-készítmények előmintáit mutatta be.

*Széles metélt.* „Fabrica de paste fainoase Brasov. Taitjei cu ou 250” g megnevezésű készítmény szélessége 7,3 mm, vastagsága 1,3 mm törmelék tartalma 6%, felülete érdes, szerkezete lisztcsíkos, főzési ideje 20 perc, tojástartalma 1, a szétfővés mértéke 12% volt.

*Csillag.* „F. U. Partizanu craiova paste fainoase cu ou 50 g”. elnevezésű készítmény átmérője 6 mm, falvastagsága nagyon változó (0,9–1,9 mm) törmelék tartalma 7%, felülete érdes, szerkezete lisztcsíkos, főzési ideje 13 perc, a szétfővés mértéke 35%. Tojástartalma lizs kg-onként 1.

*Apró korong.* „F. U. Partizanul craiova paste fainoase cu ou 250 g” termék átmérője 3,7 mm, magassága 1,4–3,0 mm, falvastagsága 1 mm, törmelék tartalma 4,2%, felülete érdes, szerkezete lisztcsíkos, főzési ideje 12 perc, főzési tulajdonságai szabványosak, tojástartalma 1.

*Apró csőtészta.* „F. U. Partizanul craiova paste fainoase cu ou 250 g” megnevezésű termék hossza 9–16 mm, átmérője 5 mm, törmelék tartalma 4%, felülete érdes, szerkezete lisztcsíkos, főzési ideje 15 perc, főzési tulajdonságai szabványosak, tojástartalma 1.

*Tarhonya.* Hossza 1,2–3,2 mm, átmérője 3,8 mm, törmelék tartalma 1,2%, felülete érdes, szerkezete lisztcsíkos, főzési ideje 19 perc, főzési tulajdonságai szabványosak, tojástartalma liszt kg-onként 1.

A csillagtészta repedezett szerkezete és kedvezőtlen főzési tulajdonságai miatt szabványon kívüli árunak minősült. A többi minta a STAS 756–64-nek megfelelt, a hazai szabványnak azonban csak II. osztályú követelményeit elégtették ki.

R. L. (Budapest)

## Lisztek

Az első negyedévben a kereskedelmi hálózatban vett BFF 55 és BL 55 lisztek minősége szabványos volt. Víz tartalmuk 13,2–14,8% közt, sütőipari értékcsoportjuk többségükben A<sub>2</sub> vagy B<sub>1</sub> volt.

R. L. (Budapest)

## Sütőipari termékek

### Sósperec

A Délker Vállalat „Salzbrezeln – 30 Inhalt 48–50 g. Bad Liebensteiner VEB Keksfabrik. Bad Liebenstein. Waren Nr. 68 759 000 TGL 88–021. Gütegewähr 3 Monate” megjelöléssel tetszetősen nyomott, lakkozott celofánba csomagolt (hegesztéssel lezárt) sósperec készítményt importált. A jellegzetes perec alakú tészadarabkák megfelelően átsültek, felületük fényes, karamell barna színű, sóval meghintett. Állag: száraz, omlós, íz: kellemesen sós. A termék víz tartalma 10%, szárazanyagra számított zsiradék tartalma 6,3%, sótartalma 4,6%.

*Sós rúd.* „Sticks premier” elnevezéssel, hegesztéssel zárt, lakkozott celofán-tasakba csomagolt NDK gyártású sós rudat importáltunk. A rudacskák hossza 11,5 cm, átmérője 4 mm, színe fényes, karamellbarna, felülete sóval meghintett. A tasakok tiszta súlya 100 g.

R. L. (Budapest)



## Hántolt termékek

A Ferencvárosi Malomban átdolgozott egyiptomi import rizs mintájának vizsgálati eredményét a következőkben ismertetjük:

Tisztaság:	99,8%
Idegen anyag:	0,2%
Darabos törmelék:	4,5%
Apró törmelék:	0,2%
Víztartalom:	14,6%
Szag, íz:	a rizsre jellemző
Főzési próba	az „Egységes vendéglátó konyhatechnológia és receptkönyv” előírásai szerint készített párolt rizs, illetve tejben rizs jellegzetes szagú és ízű volt.

A megvizsgált átlagminta az MSZ 4627-61 számú Hántolt rizsféleségek tárgyú szabvány fényezetlen I. A. minőségi követelményeit kielégíti.

R. L. (Budapest)

## TEJIPAR

### Túró

A Délpesti Általános Fogyasztási és Értékesítő Szövetkezet március hónapban vizsgált juhtúrói szabványos minőségűek voltak. A juhtúró minták szaga és íze jellegzetes, állaguk kissé morzslódó volt. Átlagos víztartalmuk 52,7%, szárazanyag zsírtartalmuk 46,5% volt.

A Budapest és Vidéke Tejipari V. egy juhtúró szállítmányából vett minta nem felelt meg. Érzékszervi vizsgálata: egyenletes színű, lágy, kenőcsös állagú, erjedt szagú, erősen csípős, keserű ízű. Víztartalma 55,1%, szárazanyagzsírtartalma 43,4% volt. A tapasztalt hiba után a hálózati ellenőrzések során fokozott figyelmet fordítottunk a Budapest és Vidéke Tejipari V. juhtúró termékére, a vett minták minősége megfelelő volt.

A Pannónia Szálloda és Vendéglátó V. Pest-Budai Önálló Egysége 1,15 kg-os szögletes dobozba töltött bolgár import túró mintát mutatott be. A doboz tartalma már romlott volt, felynitáskor kellemetlen szagú gázkifúvást tapasztaltunk. A beküldő vállalat ellenőrzésünkkor készlettel már nem rendelkezett. Állítása szerint a vizsgált dobozon kívül hibás árut nem tartott raktáron. A kereskedelem import bolgár túró nem hozott forgalomba.

### Sajtok

A „Sasad” MG Tsz törökbálinti sajtüzeme két sajt készítményét küldte be időszakos vizsgálatra. A *Pásztorsajt* korong alakú, egy irányban piskótatekercszerűen göngyölített, majd sajt alapanyagból készült lánccal lekötött. Átmérője 9,5 cm, magassága 4 cm. Állománya: rostos, tömör, rugalmas, szájban elomló. Szaga enyhén füstös. Íze füstölt sonkára emlékeztető, jellegzetesen zamatos, kissé sós. Szárazanyag zsírtartalma 50%.

*Imperial krémsajt* téglalakú, egyenletes, csontfehér színű. Állománya: sima, kenhető, szájban elomló. Szaga tiszta, enyhén savanykás, íze tiszta, kellemesen savanykás, enyhén sós. Szárazanyag tartalma 41,0%, szárazanyag zsírtartalma 53,5%.

*Óvári sajt.* A „Fehér akác” Mezőgazdasági Termelőszövetkezet sári üzemében gyártott óvári sajt alakja szabályos korong, mérete és súlya az előírtnak megfelel. Kérge sárgásbarna színű, sima, hibátlan, vékony. A sajtészta színe világos szalmasárga, szerkezete jellegzetes, mérsékelt számú erjedési lyuk is látható. Állománya félkemény, jól vágható. Szaga, íze jellegzetes, enyhén savanykás, tiszta. Szárazanyag tartalma 55,0%, szárazanyag zsírtartalma 40,0%.

### *Ementáli sajt*

Az első negyedévben vizsgált ementáli sajtok közül egy minta minősült szabványon kívülnek, mivel szárazanyag zsírtartalma nem érte el a minimális 48,0%-ot.

### *Holló ömlesztett sajt*

Március hónapban vizsgált minták közül egy tétel mintája kifogás alá esett, mivel súlya nem érte el az előírt 200 g-ot (180 g).

### *3,6%-os palacktej*

Az első negyedévben vizsgált minták átlagértéke: zsírtartalom 3,55%, savfok 6,4 SH°, sajsúly 31,22°.

### *Előrecsomagolt 5 dkg-os vaj*

Budapest és vidéke Tejipari V. által forgalomba hozott 5 dkg-os nyomott pergamenpapírba csomagolt vaj átlagos víztartalma 18,6% volt. A gyártótól beküldött mintákat 8 C°-on tárolva már a harmadik napon sárgulást és kezdődő avasodást észleltünk. A felületi avasodás a további tárolásnál erősödött. Az 5 dkg-os vajak minőségváltozás nélkül legfeljebb 3 napig voltak eltarthatók.

R. L. (Budapest)

## DOHÁNYIPAR

„Corvina” elnevezéssel dohányfóliába burkolt cigaretta előmintáját mutatta be a Magyar Dohányipar. A dohányfóliába burkolt termékek átmenetet képeznek a szivarok és a cigaretták közt. Korábban Kubából importált hasonló dohányipari termékek már voltak forgalomban. 1 db Corvina cigaretta hossza füstszűrővel 7,9 cm, füstszűrő nélkül 6,3 cm. 1 db cigaretta súlya füstszűrővel 1,02 g, füstszűrő nélkül 0,82 g. Az előminta víztartalma 9,50%, kocsánytartalma 3,8% volt.

A dohányfólia, amelyet Hollandiából importálnak a cigarettapapírnál érzékenyebb a mechanikai behatásokra. Könnyen szakad, csak a füstszűrőnél lehet a végét kézbe fogni. Az előminta égőképessége (szívás nélkül) 48% volt. Érzékszervi tulajdonságok: erős, kissé kaparó, keserű.

Csuklósfedelű s celofánba burkolt dobozba 20–20 cigarettát csomagolnak. Választékbővítő jellegű termék.

R. L. (Budapest)

### Import dohányipari termékek

#### *Angol cigaretták.*

Az elmúlt negyedévben több, a hazai A típusnak megfelelő cigaretta előmintát mutattak be.

„Special Filter Benson and Hedges” elnevezéssel 10, illetve 20 darabos csomagolásban King size típusú cigarettát mutattak be. 1 db cigaretta hossza füstszűrővel 8,4 cm, füstszűrő nélkül 6,9 cm. 1 db cigaretta súlya füstszűrővel 1,2 g, füstszűrő nélkül 1,1 g.

„555 State express” elnevezésű cigaretta 10-es csomagolású. 1 db cigaretta mind füstszűrővel, mind anélkül az előbbivel azonos. 1 db cigaretta súlya füstszűrővel 1,3 g, füstszűrő nélkül 1,1 g.

„Pall Mall” füstszűrős és „Pall Mall famous” füstszűrő nélküli cigaretták 10-es csomagolásúak. A 1 db füstszűrős cigaretta hossza 8,3 cm, füstszűrő nélkül 6,3 cm. 1 db cigaretta súlya füstszűrővel 1,19 g, füstszűrő nélkül 1,10 g.

Az angol import cigaretták égőképessége 100%. Érzékszervi (szívási) tulajdonságai a hazai „A” típusú cigarettáknál kevéssel jobbak.



*Albán cigaretta.* Albániából kisebb mennyiségben „Arberia” elnevezésű füstszűrős cigarettát importáltunk. 1 db cigaretta hossza füstszűrővel 6,9, füstszűrő nélkül 5,9 cm. 1 db cigaretta súlya füstszűrővel 1,09, füstszűrő nélkül 0,89 g. Az Arberia cigaretta érzékszervi (szívási) tulajdonságai alapján a hazai Savaria minőségét közelíti meg, annál kevéssel gyengébb.

#### *Francia cigaretták*

A Délker vállalat Gauloises, Gauloises Disque Bleu és Gitanes névvel három füstszűrő cigaretta előmintáját mutatta be. A cigaretták vizsgálati eredménye:

Cigaretták neve	Érzékszervi, szívási tulajdonságok	Égőképesség %	1 db cigaretta hossza cm-ben		1 db cigaretta súlya g-ban	
			füstszűrővel	füstszűrő nélkül	füstszűrővel	füstszűrő nélkül
Gauloises	a hazai „D” típusnak megfelelőek	100,0	7,0	5,9	1,13	0,97
Disque Bleu	a hazai „D” típusnak megfelelőek	99,0	7,0	5,9	1,08	0,93
Gitanes	a hazai „D” típusnak megfelelőek	99,0	7,0	5,9	1,04	0,90

A szívási tulajdonságok alapján a Gauloises és a Gauloises Disque Bleu a hazai „D” típusú Lotto cigaretta minőségét közelíti meg, a Gitanes a Lotto cigarettánál kevéssel erősebb.

#### *Kubai cigaretták*

A bemutatott hatféle kubai cigaretta vizsgálati eredményét a következőkben ismertetjük:

A cigaretta neve	Külső tulajdonságok	Érzékszervi (szívási) tulajdonságok	1 db cigaretta		Égőképesség %-ban
			súlya g-ban	hossza cm-ben	
Super Royal	megfelelőek	a hazai C <sub>1</sub> – C <sub>2</sub> típus közöttiek	0,92	7,0	86,2
767	megfelelőek	a hazai C <sub>2</sub> – D típus közöttiek	0,93	7,0	90,6
Habana 68	megfelelőek	a hazai C <sub>1</sub> típusnál erősebb	0,94	7,0	89,9
Varadero	megfelelőek	a hazai C <sub>1</sub> típusnál valamivel erősebb	0,90	7,0	87,0
CT	megfelelőek	a hazai „D” típusnál erősebb, csipős ízű, erősen kaparó	0,77	7,0	99,9
Partagas	megfelelőek	a hazai „D” típusnál erősebb, csipős ízű, erősen kaparó	0,71	7,0	100,0

A kereskedelem az ismertetett cigarettákból négy behozatalát tervezi. Ezeket a közel azonos minőségű hazai cigarettákkal összehasonlítva, a minősítést a következőkben adjuk meg:

1. *Super Royal* minőségi színvonal tekintetében a hazai „Daru” cigarettához áll közelebb, de annál erősebben csíp, kissé kapar, enyhén emelyítő, középerős, kevésbé tartalmaz cigarettát.
2. *767*. Izben a hazai „Turist” minőségét közelíti meg, de annál jobban csíp, középerősnél erősebb, kellemesen illatosított cigarettát. Ehhez hasonló erősségű, illatosított cigarettát nincs hazai forgalomban.
3. *Habana 68*. Enyhén illatosított, meglehetősen erős, kaparó, keserű, izhatásban talán a „Savaria” cigarettával (füstszűrő nélkül) hasonlítható össze.
4. *Varadero* a hazai Mentha cigarettánál lényegesen erősebb, közepesen kaparó, csipős ízű, gyengébb élvezeti értékű termék.

#### *Osztrák cigaretták*

„Falk Doppelfilter” elnevezéssel a hazai „B” típusnak megfelelő dohánykeverékből gyártott nikotin-szegény cigarettát. 1 db hossza füstszűrővel 8,0, füstszűrő nélkül 6,3 cm. 1 db cigarettát súly füstszűrővel 1,18, anélkül 1,0 g. Szívási tulajdonságai alapján a hazai 100-as cigarettához áll közel.

„Hobby filter” elnevezésű cigarettát füstjének kémhatása s a felhasznált dohányfélék alapján a C<sub>1</sub> típusnak felel meg. 1 db cigarettát hossza füstszűrővel 7,9, anélkül 6,3 cm. 1 db cigarettát súlya füstszűrővel 1,02, anélkül 0,8 g. Minőségileg a hazai Savaria cigarettához áll a legközelebb.

#### *Lengyel cigaretták*

A Délker vállalat árucserében több lengyel cigarettát behozatalát tervezi. A cigaretták közül több a hazai vásárlók előtt is ismert. Részben már forgalomba voltak, részben a budapesti Warszawa boltban kaphatók. A vizsgálati eredményeket a következőkben ismertetjük:

Minta neve	Érzékszervi (szívási) tulajdonságok	1 db cigarettát		1 db cigarettát		Égőképesség
		hossza füstszűrővel	cm-ben füstszűrő nélkül	súlya füstszűrővel	g-ban füstszűrő nélkül	
Wawel	megfelelőek	—	6,3	—	1,10	98,0
Piast	megfelelőek	8,4	7,0	1,37	1,11	88,0
Klubowe	megfelelőek	6,9	5,6	0,93	0,78	96,0
Silezia	megfelelőek	6,9	5,7	0,97	0,82	85,0
Ekstra füstszűrős	megfelelőek	6,9	5,6	1,16	0,86	63,0
Ekstra	megfelelőek	—	6,9	—	1,15	92,0

A Klubowe és a füstszűrős Ekstra cigaretták szívási tulajdonságaik alapján a hazai D típusú cigaretták közül a „Lotto” minőségét közelítik meg. A füstszűrő nélküli Ekstra a Munkás cigarettával közel azonos élvezeti értékű.

#### *Román cigaretták*

A vizsgált román cigarettát előminták vizsgálati eredményét a következő táblázat tartalmazza:



Cigaretta neve	Érzékszervi (szívási) tulajdonságok	Égőképesség %	1 db cigaretta hossza cm-ben		1 db cigaretta súlya g-ban	
			füstsűrővel	füstsűrő nélkül	füstsűrővel	füstsűrő nélkül
SNAGOV	„B” hazai típusnak (100 éves) megfelelő	97,0	8,0	6,5	1,13	0,98
LITORAL	a hazai C <sub>1</sub> (Savaria) tip. megfelelő	98,0	8,0	6,5	1,15	0,97
AMIRAL	a hazai C <sub>1</sub> (Savaria) tip. megfelelő	96,0	8,0	6,5	1,13	1,00
Diplomat	a hazai C <sub>1</sub> (Fecske) tip. megfelelő	96,0	8,0	6,5	1,14	1,00

Érzékszervi (szívási) tulajdonságok alapján a „Snagov” minősége a hazai „100-as”, a „Litoral” és „Admiral” a Savaria, a „Diplomat” a Fecske minőségét közelíti meg.

#### Szabványeltérési engedélyek

A Magyar Szabványügyi Hivatal hozzájárult ahhoz, hogy a Monimpex részére gyártott angol feliratú kartondobozba csomagolt MD cigarettát belsőleg forgalomba hozzák.

A továbbiakban a Magyar Dohányipar valamennyi szabványosított termékének címjelzékén a szabványjel helyett az MSZ emblémát tüntessék fel.

R. L. (Budapest)

## KÁVÉ

A nyerskávé készletek változásával szükségessé vált az I. és II. osztályú pörköltkávé keverékek megváltoztatása. Április hónap elejétől az I. osztályú bolti, illetve presszókávé a következő kávékeverékként hozza a Magyar Édesipar forgalomba:

Columbia extra .....	12%
Cuba Montana 1 .....	25%
Minas 2 .....	13%
Santos 1 .....	25%
Tansania 1 .....	25%

A II. osztályú pörköltkávé új keverési aránya a következő:

Miñas 2 .....	30%
Ecuador 2 .....	30%
Indiai Robusta .....	40%

Az elmúlt negyedévben a korábbiaknál kisebb víztartalmú pörköltkávék kerültek forgalomba. A nagykeresedelemből vett minták víztartalma nem haladta meg a 4,0%-ot. Jelentős volt azonban azoknak a kávételeleknek a mennyisége, amelyekben az olajos felületű szemek mennyisége meghaladta a 20%-ot. Ennek tulajdonítható, hogy a kiskereskedelemből és a vendéglátóiparból vett kávémintákból készített kávéitalok közül egyesek karcos mellékízűek és gyenge zamataúak voltak. Február hónaptól az Élelmiszer- és Vegyicikket Csomagoló V. a következő kávékeveréket hozta forgalomba:

<i>Extra</i>	Indiai extra .....	20%
	Columbia extra .....	40%
	Santos .....	40%
III. o.	Robusta .....	80%
	Viktória .....	20%

R. L. (Budapest)

## TEA

Március hónapban nagyobb mennyiségű kínai 9012-es tea érkezett a csomagoló vállalatához. A közel 50 000 kg átlagmintájának víztartalma 8,2%, vízben oldható része, szárazanyagra számítva 31,8% a 0,5 mm huzalközű szitán áteső rész 0,4% volt.

A részmintákból készített italok érzékszervi tulajdonságai alapján a teák III. osztályúnak lettek minősítve.

*Garzon tea.* Az 1,7 g tiszta súlyban „filterpapírba” tasakosan csomagolt teából 20 tasakot csomagolnak egy kartondobozba. A szűrőtasakos csomagolás lehetővé teszi, hogy a fogyasztó tetszés szerinti erősségben készítse el teáját. A hálózati ellenőrzések során vett mintákból készített italok vöröses színűek voltak s nem eléggé aromásak.

A Garzon tea forgalomba hozatala megkönnyíti a teák vendéglátóipari ellenőrzését.

R. L. (Budapest)

## FŰSZEREK

A február hónapban beérkezett indonéz *szerecsendió* 23,5%-ban tartalmazott penészes darabokat (teljes mintamennyiség hosszában való felvágása után a penészes darabok súlya százalékosan megadva). Illóolajtartalma (szárazanyagra számítva) 5,0%, víztartalma 7,5%. A tétel szabványon kívüli minőségű.

Az indonéz *szerecsendióvirág* zsírsolajtartalma, szárazanyagra számítva 46,6%, illóolajtartalma 2,3%, víztartalma 5,5% volt. Illóolajtartalma az előírt minimális értéket sem érte el. Szabványon kívüli, gyenge fűszerező hatású termék.

Az egyidejűleg beérkezett ugyancsak indonéz származású *fahéj* szárazanyagra számított illóolajtartalma 1,24%, víztartalma 11,5% volt.

A minta vizsgálati eredménye alapján a darabos fahéj III. osztályúnak minősült.

Március hónapban indonéz és sarawag *fehér bors* érkezett. 100 szem súlya (a minták átlagából) 4,8–5,0 g, idegen szervesetlen anyagtartalma 0,2%, illóolajtartalma (szárazanyagra számítva) 1,6, illetve 2,6%, víztartalma 12,5, illetve 13,0% volt. Mindkét fehér bors III. osztályú árunak minősült.

Március közepén beérkezett Bourbon vanília átlagosan 15 cm hosszú és 6 mm széles volt. Víztartalma 34,0%, vanillintartalma (szárazanyagra számítva) 3,4%. A víztartalom kivételével a termék szabványosnak minősült.

R. L. (Budapest)

## KÓKUSZRESZELÉK

Ceylonból két tétel kókuszreszelék érkezett. A minták víztartalma 2,2, illetve 2,6%, zsiradéktartalma (szárazanyagra számítva) 67, illetve 68% volt. A fehér színű, tisztátalanságtól mentes kókuszreszelék mintáknak érzékszervi tulajdonságai hibátlanok voltak.

R. L. (Budapest)