

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

A MEGYEI ÉS FŐVÁROSI ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI
ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

TARTALOM

Engelhardt, M.: Nagynyomású folyadékkromatográfia Néhány szempont az élelmiszeranalitikai alkalmazáshoz	130
Molnár Pál: A CMA minőségi jel szerepe és alkalmazása az NSZK élelmiszergazdaságában	143
Temesvári János és Hoschke Ágoston: Amiláz-aktivitás mérésére alkalmas kromogén szubsztrát előállítása	148
Harkayné Vinkler Margit és Hajdú Félix: A-provitaminok vizsgálata növényi nyersanyagokban és növényi alapú késztermékekben	154
Nguyen Hung, Adányiné Kisbocskói Nóra és Molnár Pál: Ionszelektív elektródok alkalmazása az élelmiszeranalitikában IV. Klorid-ion meghatározása	168
Módszerismertető	174
Külföldi lapszemle	180
Szakmai hírek	189
Hazai lapszemle	190

A dolgozatok lektorálták: Dr. Halász Anna, Dr. Molnár Pál, Dr. Váradi Mária

NAGYNYOMÁSÚ FOLYADÉKKROMATOGRÁFIA

Néhány szempont az élelmiszeranalitikai alkalmazáshoz

H. ENGELHARDT*

1. Bevezetés

A korszerű oszlop folyadékkromatográfia, az angol kezdőbetűkből összeállított szóként HPLC vagyis High Performance (eredetileg Pressure) Liquid Chromatography — nagy hatékonyságú (eredetileg nyomású), illetve intenzív folyadékkromatográfia, az utóbbi 20 évben a korszerű laboratóriumok nélkülözhetetlen elemzési eljárásává fejlődött (1—4). Az alkalmazás lehetőségei — a gázkromatográfiával kiegészítve — a nehezen illó, ill. a bomlás nélkül el nem párologtatható vegyületek elválasztásától a polimer vegyületekig terjednek (5). Az eljárás rohamos fejlődése a kémiailag kötött, elsősorban fordított fázisok (reversed phases) bevezetésének köszönhető, ahol a mintákat közvetlenül vizes oldatból lehet a kromatográfias rendszerbe vinni. A 10 μm -nél kisebb szemcseátmérőjű oszloptöltetekkel hatékony elválasztásokat rövid időn belül, azaz jelentős elemzési sebességgel lehet elvégezni. A jelenlegi standard a 25 cm hosszú, 10000-es tányérszámú elválasztó oszlop. A pumpákkal előállítható (többnyire 400 bar) nyomás korlátozza a legfeljebb elérhető, mintegy 200000-es tányérszámot. Ez azonban mégsem hátrány, mert a folyadékkromatográfiában a szelektivitás — a gázkromatográfiával szemben — az eluensek megválasztásával széleskörűen változtatható, optimálható. A kapilláris oszlopok, amelyek a gázkromatográfiában jelentős felbontást tesznek lehetővé, a folyadékkromatográfiában szinte alig nyerne gyakorlati alkalmazást, mert nem rendelkezünk olyan detektorokkal, amelyek a komponensek érzékeny és igen kis (1 nl-es) térfogatban történő kimutatását lehetővé tennék (6).

A sokrétű fázisok ellenére az elválasztó oszlop eluátumában a minta elválasztott komponenseinek érzékeny detektálása még mindig nehézséget jelent, ami a HPLC általános alkalmazását korlátozza. A látható, ill. az ultraibolya sugarakat abszorbeáló, ill. azok hatására fluoreszcens sugárzást kibocsátó anyagok detektálása nem jelent gondot. Erősen abszorbeáló komponensek analitikai kimutatása a ng tartományban is könnyen megoldható. Épp az élelmiszerkémia számos fontos anyaga (pl. zsírok, cukrok stb.) azonban a kedvező hullámhossztartományban nem mutat kielégítő abszorpciót, így kellő érzékenységgel nem detektálható. A nyomelemek (pl. a kontaminánsok) kimutatása is jelentős követelményeket támaszt a kromatográfias rendszerrel szemben. Ezért a következőkben meg kell kísérelni azoknak a lehetőségeknek a feltárását, amelyekkel ezek a korlátok elkerülhetők: a kimutatás érzékenysége jobb, a minőségi azonosítás biztosabb.

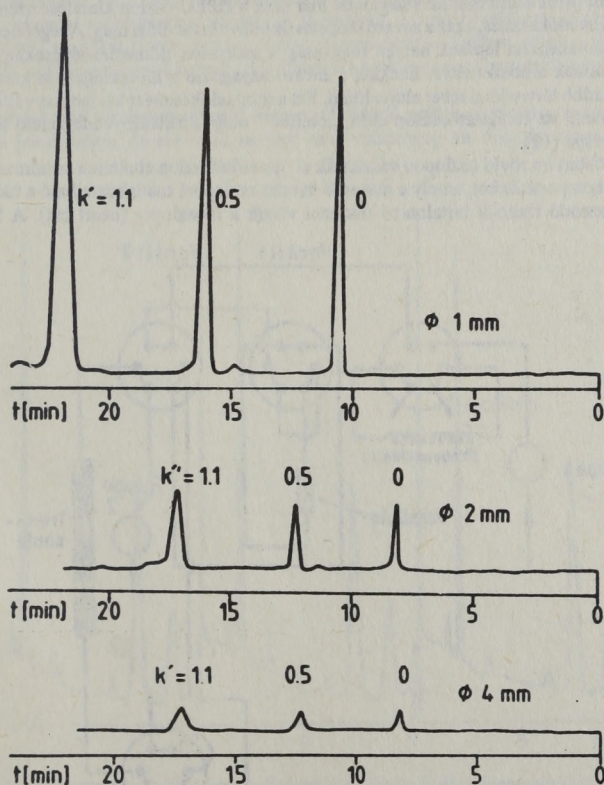
2. A kimutatás érzékenységének javítása kis átmérőjű oszlopok (Micro bore columns) alkalmazásával

A mintasávnak a kromatográfias oszlopon bekövetkező vándorlása során sávészélesedés, az anyag hígulása következik be, vagyis a mintaösszetevők szétválasztásakor az elválasztott sávokat az eluens folytonosan hígítja: a komponens koncentrációja és így a csúcsmagasság csökken. Ebből következik, hogy a HPLC-ben kizárólagosan használt, koncentrációérzékeny detektorok érzékenysége is csökken. Minél kisebb a sávészélesedés, annál nagyobb a csúcsmagasság és így a koncentráció. Ezt úgy érik el, hogy kis szemcseátmérőjű oszloptölteteket alkalmaznak (a nagyobb szemcseátméretű kisebb sávészélesedésnek, csekélyebb hígulásnak felel meg), s ez nagyobb érzé-

*Prof. Dr. H. Engelhardt (Fachbereich Physikalische Chemie, Universität des Saarlandes D—6000 Saarbrücken munkája, amely a „Hochdruck—Flüssigkeits—Chromatographie. Einige Betrachtungen zum Einsatz in der Lebensmittelanalytik” címmel a „Lebensmittel- und Biotechnologie” osztrák szakfolyóirat 1989/2. számában jelent meg és amelyet Szarvas Tibor fordításában, a kiadó engedélyével teszünk közzé.

kenységet eredményez. A különleges elválasztási feladathoz szükséges (adott szelektivitású) kisebb részecskékkel töltött, rövidebb oszloppal csökkentett elemzési idő alatt sikerül az elválasztást megoldani (7). Jelenleg a nagyobb elválasztási sebesség és érzékenység érdekében $3\mu\text{m}$ átmérőjű szemcsékkel töltött, 3–6 cm hosszú oszlopokat alkalmaznak (8). Korszerű készülékkel szemben alapvető követelmény a kis holtterefogat (rövid, 0, 25 mm-nél kisebb belső átmérőjű összekötő csövek) és a kis időállandójú detektor.

Az ún. micro bore oszlopok (9). nyommennyiségek kimutatására jól alkalmazhatók. Általánosan használatosak az 1–2 mm belső átmérőjű oszlopok. Változatlan mintamennyiség esetén az oszlopátmérő csökkentésével a csúcsmagasság vagyis a koncentráció 4–16-szorosára növelhető. Az 1. ábra bemutatja ezt 4, 2 és 1 mm-es belső átmérőjű oszlopon, amelyeknél azonos mintamennyiséget vittek fel mindegyik oszlopra (10). Természetesen a 4 mm belső átmérőjű oszlopon 16-szoros mintamennyiség azonos terhelést jelent.



1. ábra. A kis belső átmérőjű elválasztó oszlopok előnyei azonos mennyiség esetén.

Az oszlopok méretei: 250X2, ill. 4 mm és 300X1 mm.

A töltet: RP 18, szemcsemérete $10\mu\text{m}$, az eluens: metanol.

A minták: fenol ($k=0$), antracén ($k=0.5$), krizén ($k=1.6$)

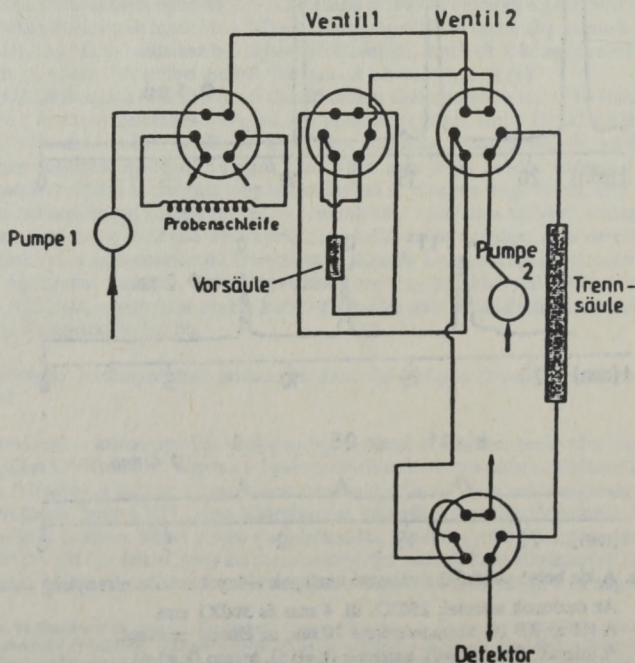
A minta mennyisége mindenkor 1 μl .

A nyomelemek kimutatására a mikrooszlopok előnye valóban csak akkor érvényesülhet, ha kellően érzékeny detektorral rendelkezünk, amely megfelelő kis cellatérfogatban megtartja a detektoroknak a normál elválasztó oszlopoknál alkalmazott rétegvastagságot. A mikrooszlopok üzemeltetéséhez szükséges kis térfogatsebességhez (50–100 $\mu\text{l}/\text{perc}$ 1 mm belső átmérőjű oszlopoknál) más pumpák, a maximálisan kb. 1 μl mintatérfogatok miatt pedig módosított mintabemérők szükségesek. A HPLC gyakorlatában nagy tapasztalat szükséges, hogy a készülék hatását a kromatográfiai eredményekre vonatkozóan megismerjük és kiküszöböljük. Szigorúan korlátozott mintamennyiség esetén a kromatográfiai elemzés előnyös. A kisebb térfogatsebesség eluens megtakarítását teszi lehetővé.

3. Mintaelőkészítés és mintakonzentrálás oszlopváltással

A bonyolult összetételű minták vizsgálatát már csak a HPLC-oszlop kémelése szempontjából is gyakran mintaelőkészítés, azaz a zavaró összetevők eltávolítása előzi meg. A régebben szokásos sokoldalú szétválasztási lépések helyett manapság a szorpciós előtisztító lépésekhez alkalmas álló fázisok állnak rendelkezésre. Ezekkel a zavaró anyagokat a kromatográfiai készülék előtt a legkülönbözőbb töltetekkel lehet eltávolítani. Ezt a mintaelőkészítést két hatutas váltószeleppel lehet közvetlenül az elválasztóoszlop előtt, „on.line” megvalósítani. A megfelelő elrendezést a 2. ábra mutatja (11).

A mintát többnyire rövid oszlopon választják el. Az előtétoszlop eluátuma tartalmazza a meghatározandó komponenseket, amely a második hatutas szeleppel csatlakoztatható a főoszlophoz. A meghatározandó frakciót tartalmazó részletet viszik a főszlagra (heart cut). A két oszlop

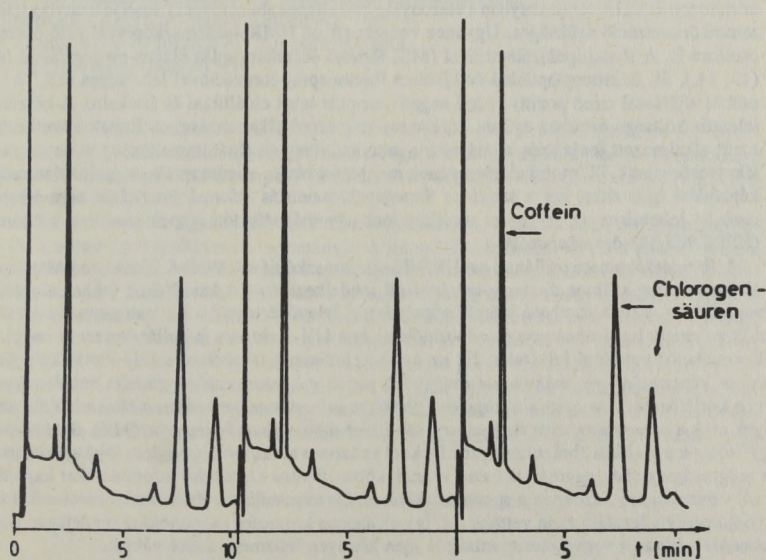


2. ábra. Az oszlopok csatlakoztatásának vázlatos elrendezése a minták előzetes tisztítására, ill. dúsítására.

egymással csak az átvitel időtartama alatt van összekötve. Amíg a főoszlopon elvégzik a szétválasztást — célszerűen, ha erre másik pumpa áll rendelkezésre — az előtétoszlopot regenerálják, ill. ismét mintával terhelik. A harmadik szelep lehetővé teszi, hogy az előtét-, ill. a főoszlopot a detektorral váltakozva összekapcsolják vagy ne kapcsolják össze. Az előtétoszlop álló fázisának alkalmas megválasztásával és a főoszlophoz való illesztésével, az oszlopváltással a sávészéledést korlátozni lehet. Ennek során kedvező, ha a meghatározandó komponens az előtétoszlopon kevésbé erősen kötődik, mint a főoszlopon. Miután a mintát mind az előtét-, mind a főoszlopon átengedték az eluenst természetesen váltani, azaz eluálókészségét növelni kell. A fordított fázisok kombinálásakor az előtétoszlopban rövid alkilcsoportok, a főoszlopban pedig RP C18 csoportok alkalmazása előnyös.

Hasonló összeállítással anyagok dúsítása is lehetséges, ha a minta koncentrációja kicsi. Viszonylag apoláris anyagokkal ez könnyen elvégezhető. A dúsítási tényezőt ilyen esetben 1:100 arányig lehet növelni. A 3. ábra koffein dúsítását mutatja koffeinmentesített kávéból, valamint a dúsítási folyamat reprodukálhatóságát (12). Esetenként 1,5 ml kávéfőzetet (8)0,4 g kávét 10 ml forró vízzel vesz fel) 10 mm hosszú előtétoszlopon dúsít. A koffein csúcsa a 3. ábrán megfelel 0,05% koffeintartalmú kávénak. Az eljárással a klorogénsav egyidejű meghatározása is lehetséges.

Ez a dúsítási mód alkalmazható még vízben jól oldódó poláris anyagokra is apoláris mintaszeletevők jelenlétében, de ebben az esetben csak viszonylag kis dúsítási tényező érhető el.



3. ábra Nyommenyiségek dúsítása: koffeinmeghatározás koffeinmentesített kávéban

Mintamennyiség: 1,5 ml kávépor 0,4%-os vizes oldata

Előtétoszlop: 10X4 mm-es Hypersil ODS-sel töltve

Főoszlop: 250X4 mm-es Lichrosorb RP 18

Eluensek: dúsításra víz, elválasztásra acetonitril+0,015 m H₃PO₄ (10—90)

Háromszoros ismétlésnek kell a reprodukálhatóságot igazolnia.

Mindezek ellenére az eljárás alkalmasnak látszik italokban vízdoldható vitaminok (pl. B2 vitamin) mennyiségi meghatározására is (11).

Meg kell jegyezni azonban azt, hogy az ilyen oszlopváltással végrehajtott dúsító és meghatározó eljárás optimalása viszonylag jelentős időráfordítást igényel és az eljárás ezért elsősorban rutinmeghatározásokra látszik alkalmazhatónak. Ez vonatkozik különösen arra az esetre, amikor a meghatározandó komponensek és a zavaró összetevők között a szorpcióerősség különbsége nem elég nagy. Ha a hasonlóan abszorbeálódó anyagok koncentrációja nagy a retenció időik jelentéktelen ingadozása az elemzési adatok (csúcsvesztés, nem kívánatos összetevők megjelenése a főoszlopon stb.) értékelését megbízhatatlanná teszi.

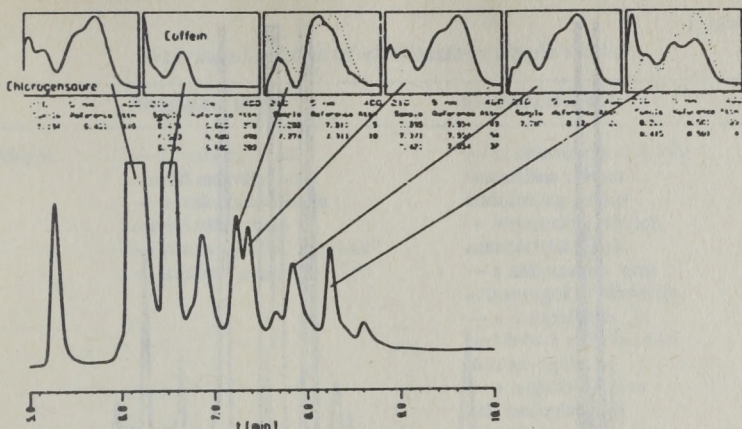
4. A HPLC összekapcsolása UV/VIS-spektroszkópiával

A kromatográfias eredmény a HPLC-ben elsődlegesen csupán mennyiségi. A detektorok megadják az oszlopról eluálódó anyagok koncentrációit g/ml-ben. A minőségi hozzárendelés csak közvetve, a megfelelő összehasonlító anyagokkal való egyeztetés, a retenció idő alapján lehetséges. A minőségi eredmények biztonságára érdekében célszerű az elválasztást legalább egy másik rendszerben megismételni. Emiatt kísérlék meg a HPLC-t más fizikai-kémiai elemzési eljárással összekapcsolni.

A folyadékromatográfia közvetlen összekapcsolása más fiziko-kémiai elemzési eljárással zavartalanul csak az UV/VIS spektroszkópiával sikerült. Az IR-spektroszkópiával történő összekapcsolás elvileg lehetséges, de a használható kromatográfias eluensek megválasztása erősen korlátozott és az IR-tartományban a viszonylag kis fajlagos abszorbancia miatt viszonylag jelentős mintakonzentráció szükséges. Ugyanez vonatkozik az NMR-spektroszkópiával való összekapcsolásra is. A tömegspektrometriával (MS) történő összekapcsolás eluens-megosztással (split) (13, 14.), ill. mikrooszlopokkal és újabban thermospray-ionizációval lehetséges (15, 16.) Az utóbbi eljárással mind pozitív, mind negatív ionokat lehet előállítani és értékelni. A készülékek jelentős költsége azonban erősen korlátozza rutinszerű alkalmazásukat. Ennek következtében az itt alkalmazott ionizációs eljárásokat szinte kizárólag az eluátummal befogott anyagok molekulacsúcsainak, ill. molekulatömegének meghatározására alkalmazzák. A molekulatöredékek képződése igen ritka, így a szokásos tömegspektrometriás információtartalom nem érhető el, csak ha lehetséges az így nyert molekulaiont egy második tömegspektrométeren szétfordelni (HPLC/MS/MS-összekapcsolás).

A folyadékromatográfianak az UV/VIS-spektroszkópiával történő közvetlen összekapcsolására jelenleg számos diodasor-detektor áll rendelkezésére. A készülékek (ehhez alapfeltétel megfelelően csatlakoztatható számítógéprendszer) lehetővé teszik a kromatogram (koncentrációk valamely hullámhosszon az adott időben) és a UV-spektrum (a hullámhossznak megfelelő extinkció) egyidejű felvételét. Ez az ún. háromdimenziós ábrázolás (3D-Plots) különösen színes képernyőn igen hatásos, de meggyőző erejük a kromatográfus számára ennek ellenére igen korlátozott (pl. a nagy abszorpció csúcsok más komponensek csúcsait eltakarhatják, amelyek csak a háromdimenziós ábrázolások tükrözése útján válnak felismerhetőkké). Sokkal meggyőzőbbek a grafikus ábrázolások, amelyeknél az azonos abszorpciójú pontok, mint a térképeken a magasságvonalak, egymással össze vannak kötve. Fontos kiegészítő információkat kapunk a csúcs tisztaságáról, azoknak a spektrumoknak az összehasonlítása által, amelyeket a csúcs fel- majd pedig a leszálló ágán vettünk fel. Így az azonos kromofor csoportokkal rendelkező komponensek (azonos vegyületcsoportból) is igen könnyen felismerhetőkké válnak.

A 4. ábra zöld kávé vizes kivonatának kromatogram-részletét mutatja (17). A kromatogram mellett a különböző időpontokban felvett UV-spektrumok is szerepelnek. Ezáltal lehetővé vált a csúcsok anyagának azonosítása. A 6,52 percnél eluálódó csúcs egyértelműen a koffeinnek felelt meg. A spektrumok felmenő (6,47 perc) és leszálló ága (6,58 perc) jellemző. A csúcs nem tartalmaz más összetevőt. A spektrumok összehasonlításával a klorogénsav különböző izomérjei azonnal felismerhetők. Így ha a különböző összetevők együttesen eluálódnak, azok akkor is könnyen meghatározhatók (pl. a jobb oldali spektrumfelvétel, a spektrumot a 8,22, ill. 8,42



4. ábra Diodosor-detektor

Kromatogram-részlet bemutatása az egyes komponensek UV-spektrumával.

Zöld kávéextrakt (Robusta) vizes kivonatának kromatográfiája.

Elválasztás: RP 18-on gradiens elucióval.

A eluens: 0,5%-os foszforsav; B eluens: metanol

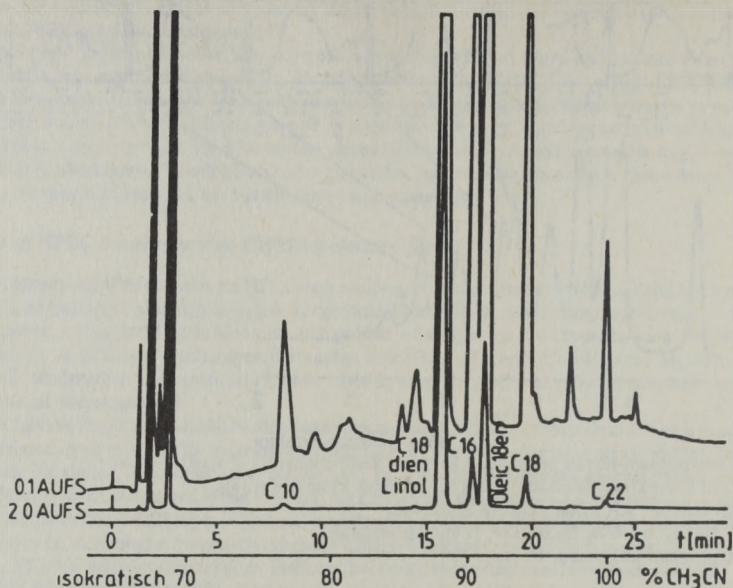
A program időtartama 10 perc

percen vették fel). Ennek során nélkülözhetetlen, hogy a nyers adatokat a számítógép elraktározza és a továbbiakban feldolgozza. Például elvégezheti az egyes komponensek mennyiségi meghatározását mindenkor az abszorpciós maximumban, de a kalibrációs görbe szélesebb, lineáris tartományát is felöllelheti.

Ezen túlmenően ez az abszorpciós spektrumok (a spektrumok maximuma, minimuma és lefutásuk, a normalizált spektrumok tartományának integrálása és annak lefutása által stb.) azok retenció ideje és karakterisztikája még a spektrumkönyvtárban megtalálható spektrumok adataival is összehasonlítható, így lehetővé válik a keverékekben az ismert komponensek egyértelmű minőségi azonosítása (18). Ehhez a feladathoz a számítógép-ráfordítás nem túlzottan jelentős, természetes a kromatográfia körülményeit állandónak kell tartani, mivel az abszorpció helye és erőssége az UV-spektrumok esetén szolvokrom hatással jelentősen befolyásolható. Ilyen számítógépes eljárással lehetőség mutatkozik olyan anyagok egyértelmű azonosítására, amelyek spektrumai kis hullámhossznál csak végabszorpciót mutatnak. Természetesen az ilyen összehasonlításnál a minta koncentrációja nem lehet kevesebb 10 ppm-nél, mert különben a számítógép zaja hibás értékelést okozhat.

5. A kimutatás érzékenységének javítása származékképző reakciókkal

A kimutatás érzékenységének javítására színes származékok előállítására a minták komponenseinek elválasztása előtt vagy után kerülhet sor. A hagyományos eljárásnál az elválasztás előtti származékképző reakció alkalmazása esetén egyáltalán nincsenek korlátozások. Kedvező mindenesetre az elválasztó rendszert úgy optimalni, hogy a reagenssel esetleg képződő melléktermékek a minta meghatározandó komponenseitől elválva elújlódjanak, hogy azok a meghatározást ne zavarják. Az 5. ábra a zsírsavak fenacilésztereinek szakaszos eluciójára mutat be példát zsírhidrolizátumból (18). Esetenként az elválasztást megelőző származékképzés a



5. ábra Zsír-sav-fenacilészter szakaszos aluciója margarinból

Grádiens-elució RP 18-on

A eluens: 70% acetónitril vízben, B eluens: acetónitril

A program időtartama 20 perc

mennyiségi meghatározást megnehezíti. Például a több funkció csoporttal rendelkező vegyületek gyakran különböző származékokat adnak.

Jóllehet az előtétoszlopos származékképzés tulajdonképpen jellegzetes off-line eljárás, újabban a HPLC-készülékekhez kiegészítő tartozék járul, s így az on-line előtétoszlopos származékképzés közvetlenül az elválasztóoszlop előtt lehetséges. Kereskedelemben kaphatók olyan előtétoszlopok, amelyekkel az aminosavak o-ftál-aldehiddel (OPA) és 9-fluorenil-metil-klór-hangyasavészterrel (FMOC) alkotott származékok képezhetők. Az 1. táblázat a származékképzés előnyeit és hátrányait foglalja össze az elválasztás előtt és után.

Az oszlop után történő származékképzés esetén a kémiai reakcióval és a detektorokkal szemben egészen mások a követelmények (19). Az eluátumban levő anyag és a reagens között lejátszódó reakciónak teljesnek és mennyiséginek kell lennie és ez alatt a mintaszámban zavaró mértékű diszperzió nem léphet fel. A jelentős diszperzió mindig a kimutatás érzékenységének romlásához vezet. Az eluensnek és a reagensnek természetesen nem szabad egymással reagálnia. A reagensétől eltérőnek kell lennie a reakciótermékek abszorpciójának és/vagy fluoreszcenciájának. A készülék költségráfordítása jelentősen nagyobb oszlop utáni származékképzés esetén. A reagens szállítására az állandó átfolyást lökésmentesen szolgáltató, korrozíóálló pumpa szükséges. Reaktorként töltött oszlopokat, szakaszosan átengedő nyitott csöveket vagy mértani alakzatú nyitott csöveket lehet alkalmazni (20). A 2. táblázatban a reaktorok különböző detektor-rendszereinek előnyeit és hátrányait állították össze. Az igen lassú (az 5 percet meghaladó idejű) reakciók esetén a szakaszos rendszer előnyös, míg a rövid (mintegy 1 perces) reakcióidők és agresszív

Származékképzés az elválasztás előtt és után

Elválasztás előtt	Elválasztás után	
Előnyök	<ul style="list-style-type: none"> — a reakciófeltételek szabad megválasztása — a reakcióidő tetszés szerint választható — standard HPLC készülék* — standard oszlopok 	<ul style="list-style-type: none"> — az összetevők szelektív detektálása számos kísérőanyag mellett — folyamatos, teljesen automatizált eljárás — a származékot nem adó anyagok elválasztása — a reagensek és az eszközök a szétválasztást nem zavarják — a reakciónak nem kell mennyiségileg lefutnia — megfelelő összetett készülék kell — a reaktorban hígít a reagensadagolás és a sávok kiszélesednek — az eluenssel össze kell hangolni a reagent és a reakciófeltételeket — a reagens és a reakciótermékek optikai tulajdonságainak különbözniük kell
Hátrányok	<ul style="list-style-type: none"> — a reakciónak egyértelműen és mennyiségileg le kell futnia — zavarok — a reagensfelesleg és az eszközök miatt — a többfunkciós vegyületek sokféle származéka képződhet — olykor szükséges előtisztítási lépés — a származékoknak azonos stabilitásúaknak kell lenniük 	

reagensek esetén a hurokszerűen kialakított reaktorok előnyösek. A diszperzió hurokszerű reaktorok esetén sem függ az áramlás sebességétől.

Oszlop utáni származékképzéshez csatlakozó reakciódetektor alkalmazásakor a kromatográfiai rendszer változatlan marad. Az aminosavak elválasztása ioncserélő kromatográfiával elérhető. Korszerű (pl. hurokszerű reaktorok alkalmazásával és OPA-del az aminosavak a pg-tartományban detektálhatók. A 6. ábra vörösbor aminosavainak kationcserélő oszlopon való szakaszos elucióját mutatja, ahol a detektálás OPA-reakciódetektorral történt (21).

A cukrok erősen alkálikus közegben ($\text{pH} > 10$) anioncserélőn választhatók el (22). A redukáló és a nem redukáló cukrok kimutatása timol/kénsav-reagenssel elvégezhető (23). Még ilyen erősen viszkozus és agresszív reagensek is használhatók. A cukrok kimutatása optimális rendszerekkel ng-tartományban is sikerült (24). A 7. ábra különböző vidékek fehér borait hasonlítja össze eltérő cukortartalmuk alapján. Mindkét bor teljesen kiforrott volt, mivel fruktóz- és glükóz-tartalmuk jelentéktelenül tért el a többi cukorétól. Lehetségesnek mutatkozik a borok különböző cukrainak koncentráció-viszonyai alapján a szőlők érettségét jellemezni.

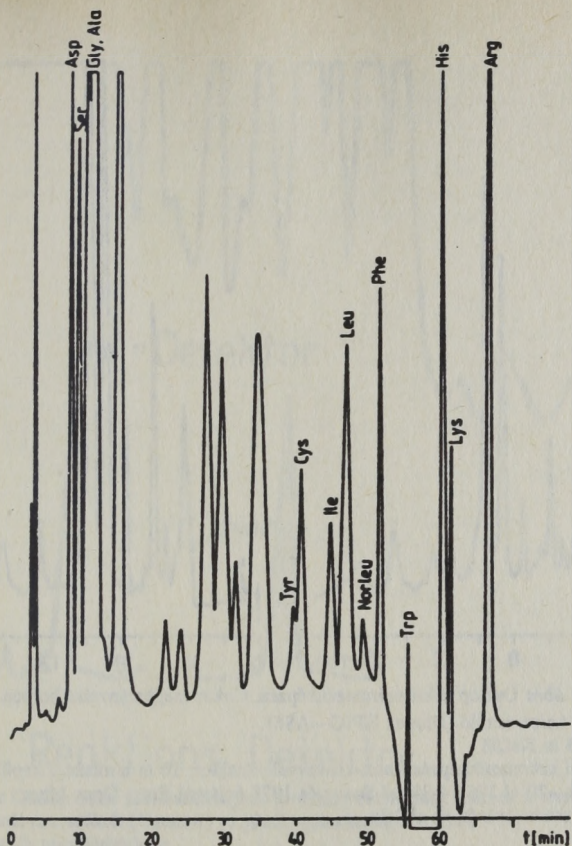
*nem érvényes HPLC-készülékhez kapcsolt automatikus oszlop előtti származékképzés esetén

Reaktortípusok összehasonlítása a reaktordetektorok számára

	Töltött reaktorok	Nyitott reaktorok	
		burkolt	légbuborékkal elválasztott
Előnyök	<ul style="list-style-type: none"> — egyszerűen előállítható — a töltet a reakcióhoz megválasztható (katalízis) — lehetséges nagyobb hőmérséklet alkalmazása 	<ul style="list-style-type: none"> — egyszerűen előállítható — a diszperzió nem függ az átfolyástól — jó hőcserélő — a nagyobb hőmérséklet nem okoz gondot (120 °C-ig teflon, felette acél) 	<ul style="list-style-type: none"> — csekélyebb nyomásnövekedés — lehetséges hosszabb reakcióidő — többlépcsős reakciók könnyen végrehajthatók — olcsó reagens pumpák (tömlős szivattyúk)
Hátrányok	<ul style="list-style-type: none"> — dugulás veszély — a töltet agresszív reagensekkel szembeni stabilitása — a töltet hőfelvétele rossz — a nyomásesés összeadódik egészen az össznyomásig 	<ul style="list-style-type: none"> — a nyomásesés adódik egészen az össznyomásig (a tényező 2—3-szor nagyobb, mint egyenes csöveknél) 	<ul style="list-style-type: none"> — fázisválasztásnál erős keveredés — korlátozott hőmérséklet-tartomány (gőznyomás) — a cső anyaga (nedvesedés) befolyásolja a diszperziót
Optimális felépítés	<ul style="list-style-type: none"> 15 μm-es szemcseméret 20 μm-es szemcse méret 	<ul style="list-style-type: none"> 0,25 mm-es belső átmérő használatos 10—25 cm hosszú oszlopon 3—5 μm-es szemcseátmérő 0,35 mm-es belső átmérő 	<ul style="list-style-type: none"> — 1 mm-es belső átmérő, az elválasztási gyakoriság mp-ként: 2 buborék
	Töltött elválasztó oszlopok esetén használatos 7—10 μ m-es szemcseátmérő		
Optimális reakcióidő	<ul style="list-style-type: none"> 5 és 1 perc között 	<ul style="list-style-type: none"> 0,35 mm-es belső átmérő esetén 5 és 1 perc között 0,25 mm-es belső átmérő esetén 1 perc alatt 	<ul style="list-style-type: none"> 5 perc alatt

További előny mutatkozik a kémiai reakció szelektivitásából adódóan, ami lehetővé teszi számos nem reagáló kísérőanyag mellett egyes anyagok, ill. vegyületsoportok összetett rendszerben történő kimutatását. Az előbb említett példa szerint lehet a borban mind az aminosavakat, mind a cukrokat mindenkor szelektíven detektálni. A többi összetevő előzetes vagy utólagos elválasztása nem történik meg. A detekció ilyen szelektivitásának előnyei jelentősek, pl. a zöldségek karbamát-pesticid maradéka elemzése esetén (25).

Gázkromatográfias meghatározáshoz a növényi kivonat költséges és veszteséges tisztítása szükséges többszörös megoszlási lépéssel. A HPLC esetében reakciódetektorral egyszerű metanol extrakciót követő centrifugálás elegendő. Amint a 8. ábra mutatja a reakciódetektoros meghatározás mindenkor lehetséges. A kromatogram, amelyet itt UV-detektorral vettek fel, nem tesz lehetővé azonosítást és mennyiségi meghatározást. A meghatározásokhoz itt többlépcsős reakciódetektort alkalmaztak. Az első lépésben a karbamátokat nátronlúggal elszappanosítják, majd a második reakciórendszerben ebből metilamint képeznek, amely OPA-del fluoreszkáló vegyületet ad és ezt határozták meg mennyiségileg.



6. ábra Oszlop utáni származékképzés, vörösbor aminosavainak grádiens-eluciója.

Oszlop: kationcserélő szilikagélén, grádiens, litiumcitrát-puffer pH2—pH7,5

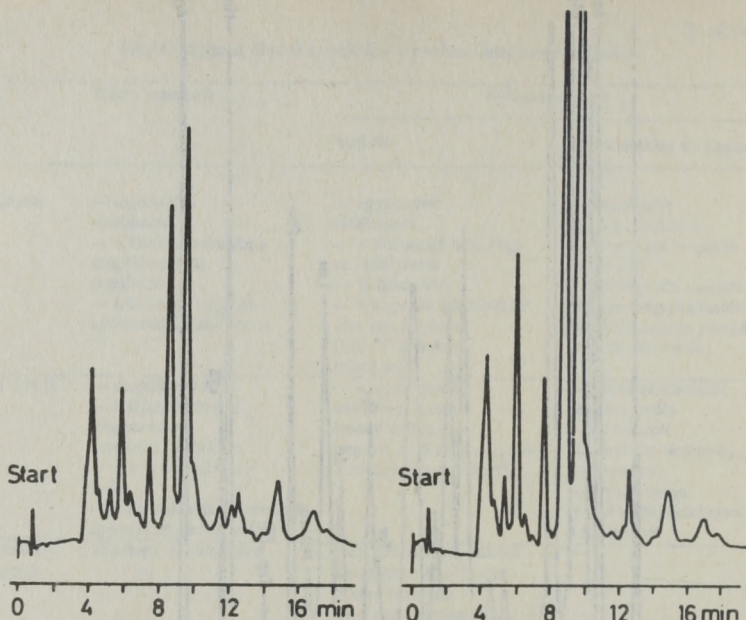
Oszlop utáni származékképzés o-ftal-aldehiddel, 10 m-es hurokszerű kapillárisban fluoreszcens-detekcióval.

Mintamennyiség: 5 μ l.

Az ilyenfajta reakciódetektor-rendszereket egy-egy adott meghatározásra optimálják. A vázolt nehézségek ellenére biztos, hogy a közeljövőben a származékképzési reakciók további lehetőségeit tárják majd fel, kiterjesztve ezzel azok alkalmazhatósági körét.

6. Kilitások

A HPLC analitikai módszerként való elterjedése még határozottan a növekedés szakaszában van. A komponensek kimutatásának korlátozása az UV/VIS spektrumtartományban nem jár súlyos következményekkel. A kémiai reakciódetektorban a hátrány megkerülésének lehetősége nyitva áll. Az utóbbi időben terjed a cseppfolyós (szuperkritikus) gázok, különösen a széndioxid mozgó fázisként való alkalmazása. Ennek előnye az, hogy a nehezen illó vegyületek kisebb hőmérsékleten és ezáltal kíméletesebben választhatók el, mint gázkromatográfiával. Az érzékeny



7. ábra Oszlop utáni származékképzés. Cukor meghatározása borban.

Elválasztás: anioncserélő (Dionex HPIC—AS6)

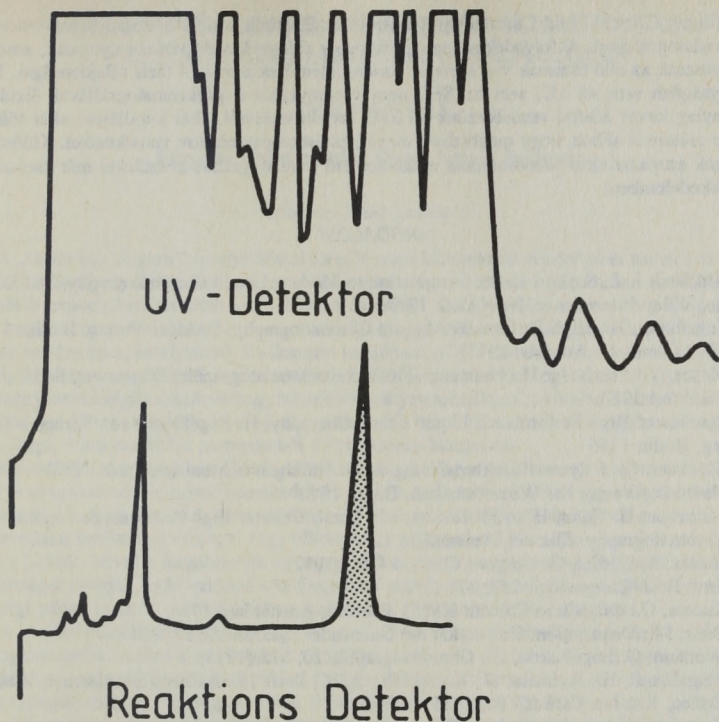
Eluens: 0,15 m NaOH

Oszlop utáni származékképzés timol-kénsavval. Reaktor: 10 m hurkszerű kapilláris. Minta-mennyiség: 20—20 ul 1982 évjáratú Soave és 1978 évjáratú Enter Deux Mers.

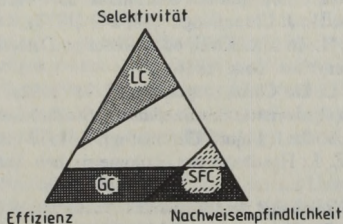
Mindkét fő csúcs fruktóz és glükóz.

lángionizációs detektorok is használhatók itt, ami a komponensek érzékeny kimutatását nem színes vegyületek esetén is lehetővé teszi. Mindenesetre ekkor széndioxidra, kéjgázra és xenonra (1 kg: 6000 DM) korlátozódik a használat. Minthogy e cseppfolyós közegek fizikai-kémiai tulajdonságai inkább a folyadékokhoz, mint a gázokéhoz hasonlít, a kapilláris gázkromatográfia nagy hatékonyságát a mozgó fázisként való elválasztással biztosan nem lehet elérni, hanem azok ugyancsak csekély diffúziós tényezőjük miatt közelebb állnak a folyadékkromatográfiai oszlopokéhoz. A nagy forráspontú apoláris anyagok elválasztására a szuperkritikus gázokat mozgó fázisként alkalmazó kromatográfia mégis bizonyos előnyöket nyújthat. Ennek az elválasztási rendszernek a szelektivitása, még a gáz-, ill. a folyadékkromatográfiaiban eddig alkalmazott álló fázisokkal is, teljesen ismeretlen. A cseppfolyós közegek eluálóképessége úgy látszik sűrűségükkel növekszik. További előnyt jelent a szuperkritikus gázokkal való extrakció kombinációja a kromatográfiával ugyanabban a közegben. A 9. ábra a mai szemlélet alapján értelmezi a kromatográfiai eljárás előnyeit három különböző mozgó fázis esetén.

A gázkromatográfia előnyei az elemzés gyorsasága és a detektorok érzékenysége (pl. a lángionizációs /FID/ és az elektronbefogó /ECD/ detektor stb.). Ezenkívül a gázkromatográfia egyszerűen összekapcsolható más fizikai-kémiai eljárással, mint amilyen többek között az MS-, az FTIR spektroszkópia. Ha mozgó fázisként cseppfolyós széndioxidot alkalmaznak, akkor az ún.



8. ábra Oszlop utáni származékképzés szelektív detektálása számos kísérőanyag mellett. Karbamát-maradékok (Curaterr) meghatározása kelkáposztában
Kétlépcsős reakciódetektor



9. ábra A különböző mozgó fázisú (gáz, folyadék, cseppfolyós) kromatográfiai eljárások előnyei

szelektivitas
hatékonyság érzékenység
LC folyadékkromatográfia
GC gázkromatográfia
SFC szuperkritikus folyadékkromatográfia

SFC (Super Critical Fluid Chromatography)-ról beszélhetünk, amely biztosan összevethető a gázkromatográfiával. A folyadékkromatográfia nagy előnye szelektivitásán nyugszik, amelyben nemcsak az álló fázisnak van szerepe, hanem jelentősek a mozgó fázis tulajdonságai. Hatékonyágban sem az LC, sem az SFC nem versenyezhet a gázkromatográfiával. Ezideig viszonylag kevés adattal rendelkezünk az SFC szelektivitásáról, akár kapilláris-, akár töltött oszlop esetére is ahhoz, hogy megbízható megállapítást tehesünk erre vonatkozóan. Különböző cégek szuperkritikus széndioxiddal működtethető kromatográfiás készülékei már kaphatók a kereskedelemben.

IRODALOM

- (1) Kirkland, J. J., Snyder, L. R.: Introduction to Modern Liquid Chromatography, 2nd Edition, Wiley-Interscience, New York 1979
- (2) Engelhardt, H.: High Performance Liquid Chromatography, Springer-Verlag, Berlin 1979 (Deutsche Ausgabe 1977)
- (3) Meyer, V.: Praxis der Hochleistungs-Flüssigkeitschromatographie, Diesterweg-Salle, Frankfurt 1983
- (4) Practice of High Performance Liquid Chromatography, H. Engelhardt, ed., Springer-Verlag, Berlin 1986
- (5) Glöckner, G.: Polymercharakterisierung durch Flüssigkeitschromatographie, VEB Deutscher Verlag der Wissenschaften, Berlin 1980
- (6) Guiochon, G. Colin, H. in Pl. Kucera, ed., Micro Column High Performance Liquid Chromatography, Elsevier, Amsterdam 1984
- (7) Halász, I., Görlitz, G.: Angew. Chem. 94, 50 (1982)
- (8) Emi, F.: J. Chromatogr. 282, 371 (1983)
- (9) Kucera, O.: ed., Micro Column HPLC, Elsevier, Amsterdam 1984
- (10) Dühr, M.: Dissertation, Universität des Saarlandes, Saarbrücken 1985
- (11) Jaumann, G. Engelhardt, H.: Chromatographia 20, 615 (1985)
- (12) Engelhardt, H., Jaumann, G., König, Th.: ASIC, Paris 1986; Chemical Abstracts-Zitat: Colloq. Sci. Int. Café (C. R.) 1985, 11th, 213
- (13) Guiochon, G., Arpino, P. J.: J. Chromatogr. 271, 13 (1983)
- (14) Arpino, P. J.: J. Chromatogr. 323, 3 (1985)
- (15) Alexander, A. J. Kebarle, P.: Anal. Chem. 58, 471 (1986)
- (16) Günther, W.: Labo, Mai 1986, S. 94 ff.
- (17) König, Th.: Dissertation, Universität des Saarlandes, Saarbrücken 1986
- (18) Engelhardt, H., Elgass, H.: J. Chromatogr. 158, 249 (1978)
- (19) Lillig, B., Engelhardt, H.: in I. S. Krull, ed., „Reaction Detection in Liquid Chromatography”, Marcel Dekker, New York; 1986
- (20) Engelhardt, H., Neue, U. D.: Chromatographia 15, 91 (1982)
- (21) Lillig, B.: Dissertation, Universität des Saarlandes, Saarbrücken 1984
- (22) Rocklin, R. D., Pohl, A. C.: J. Liquid Chromatogr. 6, 1577 (1983)
- (23) Kakác, B., Vejdelek, Z. J.: Handbuch der photometrischen Analysen, Verlag Chemie, Weinheim 1974—83
- (24) Ohs, P.: Dissertation Universität des Saarlandes, Saarbrücken 1986
- (25) Engelhardt, H., Lillig, B.: Chromatographia 21, 136 (1986)

A CMA MINŐSÉGI JEL SZEREPE ÉS ALKALMAZÁSA AZ NSZK ÉLELMISZERGAZDASÁGÁBAN

MOLNÁR PÁL

Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1990. január 31.

A „Gutes aus Ungarn” megjelöléssel forgalmazott kiemelkedő minőségű és használati értékű mezőgazdasági és élelmiszeripari termékek a német nyelvterületen (elsősorban az NSZK-ban) jelentős exportsikereket értek el. A kiadott és ismert szabályozók szerint erre a megjelölésre — meghatározott termékkörben — a minőség szempontjából azok a termékek pályázhatnak a siker reményében, amelyeknek érzékszervi tulajdonságaik kiválóak, csomagolásuk korszerű és melyek minden egyéb érvényes beltartalmi, toxikológiai, mikrobiológiai, radiológiai stb. követelményeket kielégítenek. A védjegy használatát elnyert termékigazda köteles továbbá termékének egyenletes jó minőségét és az eredetileg elfogadott mintával való egyezőségét mind műszaki-minőségi, mind esztétikai szempontból folyamatosan biztosítani.

Az eredetjelző védjegyként (Herkunftbezeichnung) elfogadott „Gutes aus Ungarn” megjelölés egyes nyugatnémet élelmiszerkereskedők és a CMA szakemberei szerint ugyanolyan eredetjelző jelleggel bír, mint pl. a „Lübecker Marzipan”. Az ilyen eredetjelző, de egyben magas minőségi színvonalat érzékeltető védjegy nagy túlkínálattal jellemezhető piacokon egyre jelentősebb szerepet játszik. Mivel a forgalmazók és fogyasztók az ilyen eredetjelző védjegy által deklarált jó minőséget elvárják, ezért ezekkel a védjegyekkel szemben egyre inkább a megkülönböztető minőségi jelhez hasonló minőségi követelményeket, elvárásokat kell támasztani.

A kínálati piacok telítettségétől függően a minőségi követelmények jellege és köre állandóan átfogalmazódik. A piac a minőség és a kifogástalan teljesítés és az ellátási biztonság értelmében legtöbbször magától értetődőnek tekinti és egyre inkább tovább bővíti. A termék szempontjából másodlagos, mint pl. ökológiai, etikai és az előállítási biztonsággal kapcsolatos szempontok, minőséget meghatározó követelményekké lépnek elő. Ezeket az elvárásokat erősítik olyan jogi rendelkezések, melyek az importáló felelősségének növelésére és a belföldi előállítóval való egy szintre hozására, valamint az okozótól független termékfelelősség kiterjesztésére irányulnak.

Mindezeket a tendenciákat erősítik és felgyorsítják azok az erőfeszítések, melyek az Európai Közösség országai piacának 1993. január 1-től kezdődő egységesítésére irányulnak. Az Európai Közösség Bizottsága által kinyilvánított alapelv, amely szerint az Európai Közösség országaiban az egyes országok jogi előírásait megfelelő deklarálás esetén kölcsönösen elfogadják, annyi hátrányt jelent a harmadik országok számára, hogy előírásaikat valamelyik tagország (jelen esetben elsősorban az NSZK) előírásaival tartalmilag azonosná kell tenni. Ezért szükségesnek látszik a legfontosabb piacok sajátos követelményrendszerének, szabványainak, előírásainak pontos ismerete, alkalmazása az odaszállított exporttermékekre vagy szükség esetén adaptálása és érvényesítése hazai előírásként.

Mindezek előrebocsátásával célszerűnek látszik a „Gutes aus Ungarn” („jó minőségű magyar élelmiszer”) védjegy hazai és külföldi piacokon elismert minőségi jelle alakítása előtt alaposan tanulmányozni és elemezni a CMA (Centrale Marketing-gesellschaft der deutschen Agrarwirtschaft=A Német Agrárgazdaság Központi Marketing Társaság) működését. Célszerű ezzel annak ellenére foglalkozni, hogy a CMA kizárólag a német vagy túlnyomórészt német eredetű élelmiszerek piaci részarányának növelésére törekszik.

A CMA szakembereinek véleménye szerint a forgalmazó és fogyasztó szemszögéből egyre inkább eltűnnek a különbségek, melyek a védjegyek, eredetjelző védjegyek és minőségi jelek között konstrukciójuknál fogva fennállnak. A fogyasztó és így a forgalmazó is a valamilyen

különleges jellel ellátott élelmiszertől különlegesen jó minőséget vár el. Ennek előrebocsátásával kerül ismertetésre a CMA minőségi jel kialakítása és használata.

Az ún. nagy koalíció idején 1969-ben fogadta el a Szövetségi Köztársaság Parlamentje a forgalmazást bővítő alapítványról szóló törvényt. E szerint pl. sertésenként 1 DM fizetendő be az akkor létrehozott Marketing Alapba. Ez csak nyugatnémet élelmiszerekre vonatkozik, melynek keretén belül 1972-ben hozták létre a CMA minőségi jelet. A CMA minőségi jel elnyerésével és alkalmazásával kapcsolatos lépéseket és feladatokat az 1. ábra mutatja be. A RAL a Szövetségi Köztársaság teljes területén egyetlen élelmiszeripari minőségi jelként ismerte el a CMA minőségi jelet. Ezt a minőségi jelet borok és haltermékek kivételével valamennyi élelmiszeripari terméknel alkalmazzák. CMA a többi minőségi jelet „ál” minőségi jelnek tekinti, de elismeri, hogy ezek az eredetjelző védjegyekkel együtt a marketingben fontos szerepet kaphatnak.

A CMA minőségi jel elnyerése és használata a következő lépések szerint valósul meg:

I. Az előállítóhely engedélyezett felülvizsgálata

Csak termelő üzemek nyújthatnak be pályázatot, amely ingyenes, de a további ellenőrzések és vizsgálatok díjtételkötelesek. Az engedélyezett felülvizsgálat a helyszínen a következőkre irányul.

- az élelmiszerjogi előírások betartása;
- műszaki-technológiai feltételek;
- higiéniai feltételek.

Ha a vizsgálat eredménye pozitív, akkor kerül sor a termék engedélyezett vizsgálatára.

II. A termék engedélyezett felülvizsgálata

Az ellenőrzések során alkalmasnak bizonyult élelmiszerelőállító pályázó termékeinek vizsgálatát neves független laboratóriumok vagy intézetek végzik. Ebben a munkában kiemelkedően fontos szerepet játszik a Deutsche Landwirtschaftsgesellschaft (DLG), azaz a Német Mezőgazdasági Társaság, amelynek a minőségi kritériumait veszik alapul a minőségi jel odaítélésénél. Ez az intézmény a hangsúlyt az érzékszervi tulajdonságok vizsgálatára helyezi és a többi vizsgálatot kiegészítő jelleggel végzi, ill. az eredményeket — nem megfelelés esetén — kizáró jelleggel alkalmazza. A DLG az érzékszervi pontszámok és a kizáró jelleggel alkalmazott egyéb vizsgálatok eredményei alapján nagydíjat (minőségi értékszám: 5,00), ezüst díjat (minőségi értékszám: 4,50 és 4,99 között) és bronz DLG díjat (minőségi értékszám: 4,00 és 4,49 között) adományoz. A CMA minőségi jelének elnyeréséhez a minőségi értékszámnak 1989-ig 4,00-át, majd jelenleg 4,25-öt kell elérnie. A CMA minőségi jelet a csomagoláson vagy a címkén megfelelő nagyságban, jól látható helyen és az előírt formában a „Kötelező formatervezési katalógus” szerint kell elhelyezni. Az előállítónak címketervezetet is be kell nyújtani, amelyen a minőségi jelet úgy kell elhelyeznie, hogy az a címke, ill. az egész csomagolás integrált része legyen.

III. Szerződéskötés a minőségi jel használatára

Amennyiben a termékvizsgálat is eredményes volt és a termék az előírt 4,25 minőségi értékszámot elérte, akkor CMA az előállítóval a minőségi jel használatáról határidő nélküli szerződést köt. Ez a szerződés az előállítót feljogosítja, hogy a megfelelő terméken a minőségi jelet feltüntesse és hogy az azzal dokumentált minőséget reklámozza. A szerződés tartalmazza azt is, hogy az előállítónál időszakonként helyszíni ellenőrzéseket, az előállítónál és a kereskedelemben célirányos mintavételeket és rendszeres termékvizsgálatokat végeznek, melynek költségeit az előállító viseli.

Normál körülmények között az előállító feltételrendszerének felülvizsgálatára kétévben legalább egyszer kerül sor. A termékvizsgálatok gyakorisága igen különböző, átlagosan évente 4 alkalommal végeznek mintavételt és vizsgálatokat. Ezen átlagon belül pl. a tojás minőségvizs-

A CMA-minőségi jel iránti érdeklődés jelzése a CMA-nak

Tárgyalási időpont egyeztetése az érdeklődővel

Tájékoztató a minőségi jel használatának előnyeiről és reklámozásáról

Az előállító hely engedélyezett felülvizsgálata, ami annyit jelent, hogy az előállítónak kielégítő, tiszta és a célnak megfelelő helyiségekkel, műszaki és higiéniai feltételekkel és berendezésekkel kell rendelkeznie, hogy kívánt minőségű termékeket elő tudjon állítani

Ha a vizsgálat eredménye pozitív:

A termék engedélyezett felülvizsgálata egy független intézetben a minőségi és vizsgálati előírásokban meghatározott minőségi kritériumok szerint.
Előírt minőségi értékszám: 4,25

A csomagolással kapcsolatos elképzelés vizsgálata:
A CMA-minőségi jelet a csomagoláson vagy a címkén megfelelő nagyságban, jól látható helyen és az előírt formában a „Kötelező formatervezési katalógus” szerint kell elhelyezni. Arra is kell ügyelni, hogy a minőségi jel az egész csomagolás integrált része legyen

Ha a vizsgálat eredménye:

pozitív

negatív

Szerződéskötés a CMA-val, amely az nincs szerződéskötés előállítót feljogosítja, hogy a megfelelő terméken a minőségi jelet feltüntesse és hogy az azzal dokumentált minőséget reklámozza

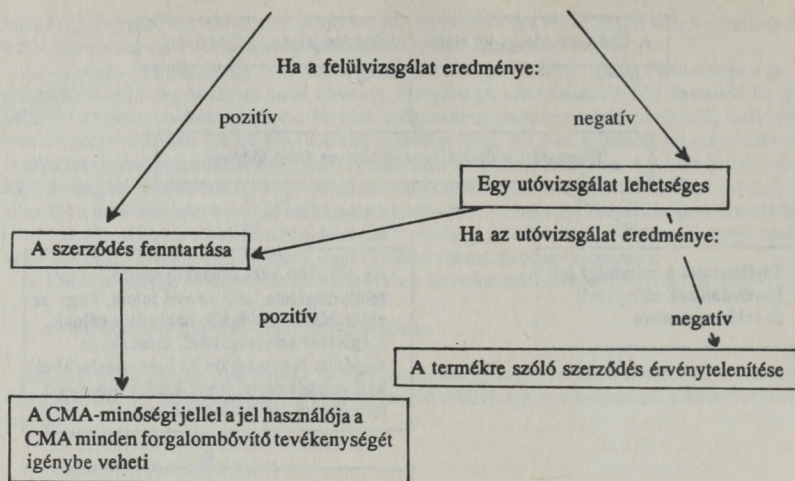
Utóvizsgálat lehetséges

Ha a vizsgálat eredménye: pozitív

negatív

nincs szerződéskötés

A minőségi jelet viselő termék rendszeres felülvizsgálata



1. ábra: A CMA minőségi jel elnyerése és alkalmazása

gálatát havonta, a feldolgozott élelmiszerek általában négyszer egy évben és a szeszesitalokat legalább kétszer egy évben vizsgálják. A friss, tehát nem feldolgozott élelmiszereket az átlagnál jóval gyakrabban, a tojáshoz hasonló vizsgálati gyakorisággal ellenőrzik. Nem megfelelés esetén utóvizsgálatra kerül sor. Egy utóvizsgálat lehetséges csak, melynek pozitív eredménye esetén a szerződést érvényben tartják, negatív eredmény esetén érvénytelenítik. Az utóvizsgálat az esetek döntő többségében előállítói felülvizsgálatot is jelent.

A CMA minőségi jelet 21 termékcsoportra alkalmazzák. Jelenleg összesen 5000 élelmiszer-előállító 11000 minőségi jellel rendelkezik, melyek különösen a friss élelmiszerek vonatkozásában előállítóként 1—1 terméket jelentenek (pl. alma). A CMA az előállítói és a termékjegyzéket számítógépen tárolja és gondozza. A kidolgozott program tesz javaslatot a termékenkénti vizsgálatra és formálisan tájékoztatja a DLG-t, illetve az illetékes vizsgáló intézetet is.

A CMA minőségi jelnek közel 80%-os az ismertségi indexe, a kereskedelem az ezeket 90%-ában előnyben részesíti a rendszeresen — semleges intézmény — által ellenőrzött termékeket. Ennek megfelelően kész többet is fizetni. Ez pl. a tojások esetében 10%-os felárat jelent. A CMA minőségi jel reklámhatása rendkívül nagy. Igen sok szórólap, ismertető, tájékoztató reklámfüzet áll rendelkezésre. Különböző folyóiratok a termékekről és a CMA minőségi jel előnyeiről rendszeresen ismertetést adnak. Különösen nagy jelentősége van a helyi sajtónak, mert az kiemelten figyeli a CMA minőségi jel odaítélését és közvetlen hatást gyakorol a helyi vásárlókra.

A CMA szakemberei az Európai Közösség egységes piacának kialakulása után a Szövetségi Köztársaságban még nagyobb versenyre számítanak. Ebből eredően a CMA minőségi jel hatása, jelentősége ebben az időszakban még nagyobbra prognosztizálható, mert a minőségi jel és a védjegy a kínálati piacon, a legélesebb versenyben a leghatékonyabb.

1989-ben a CMA összesen 44000 termékvizsgálatot tervez elvégeztetni. Ezt a DLG-n kívül 36 semleges intézet bevonásával végzik el, melyekben neves szakemberek és magasan kvalifikált laboratóriumi személyzet áll rendelkezésre. A legutóbbi felmérések szerint a fogyasztók 90%-a visszaigazolja, hogy a CMA minőségi jellel deklarált termékek vonatkozásában jobb minőséget és kedvezőbb friss állapotot talált. Igen kedvező az a fogyasztói vélemény, amely szerint a fo-

gyasztók 71%-a az élelmiszerek minőségének védjegygel vagy más jellel való megkülönböztetését és a mögötte meghúzódó semleges ellenőrzést feltétlenül szükségesnek tartja és azt bevásárlásainál irányadónak tekinti.

A CMA a fentiekben túlmenően minden évben különböző csomagolási és más jellegű versenyekeket rendez, melyeken a CMA minőségi jelet viselő termékek vesznek részt. Az ezen a versenyeken kiemelkedő helyezéseket elért termékeket külön premizálják és a különböző szakmai lapokban, folyóiratokban és más formában közzéteszik.

Összefoglalóan elmondható, hogy a CMA minőségi jel különösen az elmúlt néhány évben nagy jelentőségre tett szert. Ennek elsődleges oka, hogy az NSZK-ban is erőteljes fogyasztói differenciálódás ment végbe. Az élelmiszerárak viszonylagos alacsony szintje miatt a fogyasztók az ár helyett egyre inkább a minőséget helyezik vásárlási döntésük középpontjába. Ebben a CMA minőségi jel rendkívül jó iránytű. A másik oldalon még az NSZK-ban is megtaláljuk azt a fogyasztói réteget, amely az olcsóbb termékek iránt érdeklődik. Mivel azonban a megfigyelések szerint létszámuk jelentősen csökken, a növekvő számú igényes fogyasztó a középső árfekvésű termékektől pártol át a kiváló vagy igen jó ellenőrzött és különleges minőségi jelekkel vagy védjegyekkel ellátott élelmiszerek irányába.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

GODINHO, O.S., DE SOUZA, N.E., ALEXIO, L.M., IVASKA, A.U.: *Borkósav valamint az almasav és citromsav összegének meghatározása szőlőlében potenciometrikus titrálással* (Determination of Tartaric Acid and the Sum of Malic and Citric Acids in Grape Juices by Potentiometric Titration)

J. Assoc. Off. Anal. Chem. 71 (1988) 5, 1028—1032

Borkósav és almasav elegyének potenciometrikus titrálásánál egy lineáris algebrai módszer alkalmazásával lehetőség nyílik arra, hogy mindkét sav koncentrációját külön-külön megadják. Ezt a két savat citromsavat nem tartalmazó szőlőlében is meghatározták úgy, hogy bárium-só formájában kicsapatták, majd szelektíven oldották almasavat és citromsavat együttesen vonták ki a szőlőléből. 0,1 M nátrium-hidroxidot hozzáadva 10%-os bárium-kloriddal kicsapatták. Ezután a csapadékot szűrték, majd vízben oldották, majd ismét szűrték. A szűrletet potenciometrikus titrálták. Ezt követően az Ivaska és Nagypál által felállított egyenlet segítségével számították ki az eredményt. Az összetett számítási módszert a közlemény részletezi. A vizsgálat során mesterségesen bekevert savegeyet és a szőlőléből kivont savegeyet is megtitráltak. Mindkét esetben vizsgálták a citromsav hatását. Ha a minta citromsavat nem tartalmaz, akkor a módszerrel a borkósav és almasav koncentrációja külön-külön meghatározható. Ha citromsavat is tartalmaz a minta, akkor a borkósav mennyisége valamint az almasav és citromsav összege határozható meg. Az almasav meghatározás hibája a jelenlévő citromsav mennyiségétől és a kívánt pontosságtól függ. Mivel a szőlőlében általában kevés a citromsav, és az almasav meghatározás elvart pontossága —5%, így a módszer alkalmas az almasav szőlőlében történő meghatározására.

A módszert összehasonlították az AOAC megfelelő referencia módszerével, és mind a citromsavat tartalmazó, mind a citromsav nélküli mintáknál jó egyezést tapasztaltak.

Visi Gy.
(Kaposvár)

AMILÁZ AKTIVITÁS MÉRÉSÉRE ALKALMAS KROMOGÉN SZUBSZTRÁT ELŐÁLLÍTÁSA

TEMESVÁRI JÁNOS ÉS HOSCHKE ÁGOSTON

Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1989. szeptember 20.

Az amiláz aktivitás meghatározására többféle módszer használatos. Ezek között jelentősek a jódszín-változás, a turbidimetriás, a redukáló cukor növekedés mérésén alapuló módszerek. Mindegyik esetben az enzim szubsztrátja a keményítő.

Újabbban a keményítőhöz kapcsolt színezék az enzim által felszabaduló színintenzitás növekedésén alapuló módszerekkel kísérleteztek. RINDERKNECHT és munkatársai (1967) Remazol Brillant Blue színezékekkel jelezték a keményítőt. Az enzim hatására megváltozott színintenzitást 595 nm hullámhosszon mérték oldatban. Ezen az elven alapszik az amilázteszt tablettá gyártására szabadalmazott eljárás (LUDOVIT és munkatársai, 1981). CESKA és munkatársai (1969) kék színű keményítő polimert Cibacron blau F3G—A (a továbbiakban: Cb F3G—A) színezékkel kapcsoltak.

Az orvosi gyakorlatban kiterjedten alkalmazzák a svéd gyártmányú Phadebas Amylase Test tablettákat vészérum, vizelet, nyál vizsgálati anyagok alfa-amiláz aktivitásának mérésére. A Phadebas tablettá Cb F3G-A színezékhez kovalensen kötött keményítőt és puffersókat tartalmaz. A gyári útmutatóban (ANON, 1982) közlik az abszorbancia és az amilázaktivitás matematikai összefüggését, amelynek alapján számítható a vizsgálati minta enzimaktivitása.

Az egyszerű felhasználási mód miatt nemcsak az egészségügy, hanem a biológiai iparok, az élelmiszeripar, a biotechnológia területén is igény van ilyen tesztre, a tablettá összetétel és a pH körülmények szükségesség változtatása után.

Az időszertűvé vált kérdés megoldása érdekében, foglalkoztunk az alfa-amiláz mérésére alkalmas kromogén szubsztrát hazai gyártástechnológiájával. Vizsgáltuk az alkotórészeiből előállítható amiláz-teszt tablettá tulajdonságait. Megvalósítottuk a keményítő térhálósítását, a színezék rögzítését a keményítőhöz. Laboratóriumi méretekben kidolgoztuk az amiláz-aktivitás mérésére alkalmas színes szubsztrátum előállításának egyszerű gyártástechnológiáját, a minimális reagensszükséglet felhasználása mellett.

A keményítő térhálósítása

A keményítő térhálósítására epiklórhidrint alkalmaztunk eredményesen. A művelet lépései a következők voltak: 100 rész keményítőt 200 rész 0,1 mól/l nátriumhidroxid oldatban Vibrotherm készülékben rázattunk, 50 °C hőmérsékleten, 30 percig, ezután 1,44 rész epiklórhidrint adtunk hozzá, 60 percig rázattuk a fentiekhez hasonló módon (200 rpm). Majd 200 rész 0,1 mól/l nátriumhidroxid hozzáadása után 20 óráig 50 °C-on rázattuk.

Különböző eredetű keményítőfajtákat vizsgáltunk, ezek: burgonya, kukorica (Chinoín, Bp.), búza-keményítő (Reanal, Bp., Merck, Darmstadt). A keményítők térhálósítás utáni duzzadási értékei 4—4,5-szeres térfogatnövekedési érték között változtak. Az egyes keményítőfajták között nem volt jelentős különbség, ezért a továbbiakban a Reanal gyártmányú búzakeményítőt használtuk.

A nátriumhidroxid oldattal előkezelt keményítő az epiklórhidrin hozzáadása után 1 óra elteltével sűrű, pépes konzisztenciájú lett. A rövid ideig tartó kezelés után nem adott jó eredményt, ezért csökkentettük a közeg koncentrációját és hosszabb ideig kevertük. Így a keményítő és a 0,1 mól/l nátriumhidroxid oldat 1:2 arányú hígításával, 20 órai keveréssel elértük azt, hogy az előállított termék az eredeti térfogat 4,5-szeresére nőtt, ami a térhálósítás eredményes befejezését tükrözte.

A színezék rögzítése a keményítőhöz

A színezék rögzítése előtt azt vizsgáltuk, hogy a rendelkezésünkre álló Cibavron kék F3G-A (Pract., SERVA, Heidelberg) koncentrációja és a 620 nm-en mért abszorbancia (A) között lineáris-e az összefüggés. Az 54 mérési pont alapján számított egyenes egyenlete a következő volt:

$A = 0.0152 + 76,2 c$, $r^2 = 0.998$ ($c =$ A Cb F3G-A színezék koncentrációja, g/100 ml, $r^2 =$ determinációs együttható).

A számítások szerint az összefüggés lineárisnak tekinthető.

A Cb F3G-A színezék azínklorid-csoportot tartalmaz.

A kémiai reakcióban bázikus közegben a klór leválik és az azin-csoport kovalens kötéssel kapcsolódik a keményítő molekulához (1. ábra).

A keményítőhöz való rögzítésének lépései a következők: A bázikus, térhálósított keményítőhöz 10%-os vizes oldatban CbFP3G-A színezéket adtunk (100 rész keményítőhöz 4 rész színezék oldatot), 3 órán át kevertettük 25 °C-on. Desztillált vízzel és 70%-os etanollal lúgmentesre mostuk (pH 6,0-ig), majd megszáritottuk, maximálisan 60 °-on. A keményítő mosását dekantálással, illetve centrifugálással végeztük.

Az amiláz aktivitás mérés lényegében a keményítő hidrolízise közben felszabaduló kék színezék mérésén alapszik. A percnkénti színintenzitás változás nagysága arányos az enzim-aktivitással. Az enzimreakció lejátszódásához optimális pH-t kell biztosítani az oldatban, ezt a Phadebas tablettá módszeréhez hasonlóan pH 7,0-ben állapítottunk meg. A száraz pufferelegy összetételét a következő foszfátos összetételben alkalmaztuk:

$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 5,732 g

$\text{N}_2\text{H}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 2,456 g

A 8,188 g puffertárhoz 0,24 g nátriumkloridot és 11,572 g a fentiekben leírt színezékkel rögzített keményítőt kevertünk. A komponenseket dörzsmozsárban megőröltük, a nagyobb mennyiségű adagot golyósmalomban homogenizáltuk (6–10 óra).

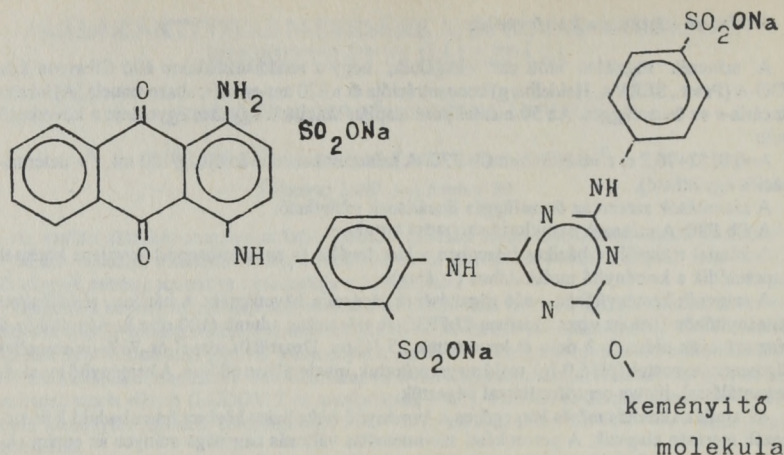
Az így előállított amiláz teszt pH 7,0-es értékét vizes oldatban ellenőriztük.

A tabletták szilárdsága érdekében az amiláz teszthez cellulózport adtunk, 1:1 tömegarányban. A cellulózzal kevert tabletták 0,5 MPa egységnél kisebb nyomáson, kézi erővel formálhatók voltak. A cellulóz az amiláz aktivitás mérését nem befolyásolta. Egy amiláz teszt tablettá tömege: 0,4 g, átmérője 13 mm, vastagsága 2 mm volt. A tabletták felülete fényes sima, nem törekény, vízben jól szuszpendálódtak.

Az amiláz-aktivitás meghatározása

A szubsztrát elegyet úgy készítettük, hogy 1—1 db tablettát 5—5 ml desztillált vízben rázattunk 5 percig, 37 °C-on, az így előállított oldatban a következő koncentráció értékek voltak: a foszfát-só 0,1 mol/l, nátrium-klorid 0,008 mol/l, keményítő 23 mg/l. Az enzimoldat hozzáadása után 0 és 20 perc között inkubáltuk az oldatot (37 °C), majd 2%-os (m/v) nátriumhidroxiddal leállítottuk az enzimreakciót és szűrtük. Az abszorbancia változást (ΔA) vakpróbával szemben 620 nm hullámhosszon mértük. A vakpróba enzimoldatot nem tartalmazott. Az amiláz-aktivitást 1U egységben határoztuk meg, $1 \text{ U} = 10^{-1} \Delta A \text{ min}^{-1}$.

Az új amiláz teszt ellenőrzését a svéd Phadebas tablettával hasonlítottuk össze és standardként SERVA gyártmányú alfa-amilázt használtunk. Az új amiláz tesztel meghatározott amiláz-aktivitást a Phadebas módszerrel mért értékek függvényében a 2. ábrán mutatjuk be. A két módszer igen jó korrelációt adott ($r = 0,978$), $Y = -39,2 + 0,95 X$, ahol $Y =$ a Phadebas módszerrel mért amiláz aktivitás, $X =$ az új teszt módszerrel mért amiláz-aktivitás. Az egyenesek meredeksége, $b = 0,95$ szignifikánsan nem tér el a $b = 1,00$ értéktől, az egyenesek meredekségei (b) azonosnak vehetők. A regresszióanalízis számítása alapján közös egyenlet alkalmazható, amelynek az egyenlete $Y' = -37,23 + 1,04 X'$ és nem tér el a hipotetikus $b = 1,00$ meredekségű egyenestől.



1. ábra. A keményítőhöz rögzített Cibacron F3G—A képlete

Következtetések

Az eddigi vizsgálatok alapján a költséges, importból beszerezhető Phadebas Amylase Test tablettát hazai készítménnyel helyettesíthető.

Lehetőség van az amiláz teszt alkalmazásának további fejlesztésére. Könnyen változtatni lehet a színezett szubsztrát koncentrációján, vagy a pH értéken, a mérni kívánt amiláz tartalmú mintának megfelelően. Ezáltal az amiláz teszt nemcsak egyfajta vizsgálatra, hanem az élelmiszeripar, a biotechnológia területén és a rutinszerű analízisekben széles körben felhasználhatóvá válik.

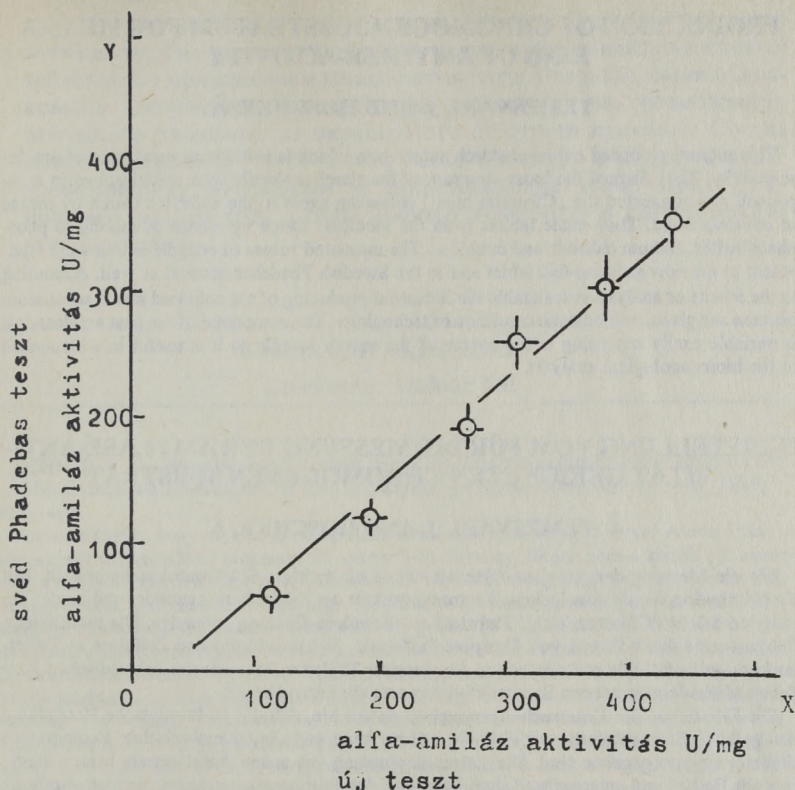
Irodalom

ANON (1982): Direction for use Phadebas Amylase Test Pharmacia Diagnostics Uppsala, Sweden.

CESKA, M., HULTMAN, E. and INGELMAN, B. (1969): A new method for the determination of alfa-amylase. *Experientia*, 25, 5, 555—556.

LUDOVIT, K. and JURAJ, Z. (1981): Spôsob prípravy chromogénneho skrobu pre sérióné kvantitatívne stanovenie alfa-amylázy v biologickom materiáli. Česloslovenská Patent, 192210, Bratislava.

RINDRKNÉCHT, H., WILDING, G. and HARERBACK, B., J. (1967): A new method for determination of alfa-amylase. *Experientia*, 23, 10, 805.



2. ábra. Az új és a svéd Phadebas módszerrel mért alfa-amiláz aktivitás összehasonlítása.
 $Y = -39,2 + 0,95X$, $r = 0,978$

AMILÁZ AKTIVITÁS MÉRÉSÉRE ALKALMAS KROMOGÉN SZUBSZTRÁT ELŐÁLLÍTÁSA

TEMESVÁRI J. ÉS HOSCHKE Á.

Az amiláz-aktivitás mérésére alkalmas színes keményítő szubsztrátumot állítottak elő. Epiklorhidrin vegyülettel a keményítő molekula térhálósított, laza szerkezetét alakították ki és az aktivált keményítőhöz kovalens kötással „Cibacron kék” színezéket kapcsoltak. A módosított keményítőt foszfát-puffersó, nátrium-klorid és cellulóz hozzáadásával tablettázták. Az előállított új amilázteszt tablettával és a svéd Phadebas módszerrel mért enzimaktivitás értékek megegyeztek.

A vizsgálatok eredményei arra utalnak, hogy a színezett keményítő szubsztrátum üzemi előállítására megvalósítható, a gyártástechnológia hazai feltételei adottak. Az új amilázteszt összetételén könnyen lehet változtatni az igényeknek megfelelően, ahogyan a vizsgálati minta eredete megköveteli, ezért a biotechnológiai analízisekben széles körben alkalmazható.

PRODUCTION OF CHROMOGEN SUBSTRATUM FOR MEASURING OF AMYLASE-ACTIVITY

TEMESVÁRI, J. AND HOSCHKE, Á.

The authors produced coloured starch substratum which is suitable to measuring of amylase-activity. They formed the loose structure of the starch molecule with epichlorohydrin compound and connected the „Cibacron blue” colouring agent to the activated starch by means of covalent bond. They made tablets from the modified starch by means of mixing to phosphate-buffer, sodium chloride and cellulose. The measured values of enzyme activity were equivalent to the new amylase-test tablet and to the Swedish Phadebas method as well. According to the results of analysis is realizable the industrial producing of the coloured starch substratum because are given the domestic condition of technology. The compound of the new amylase-test is variable easily according to the source of the survey sample so it is useful in wide-spread in the biotechnological analysis.

HERSTELLUNG VOM FÜR DIE MESSUNG DER AMYLASE-AKTIVITÄT GEEIGNETEN CHROMOGENEN SUBSTRAT

TEMESVÁRI, J. AND HOSCHKE, Á.

Für die Messung der Amylase-Aktivität wurde ein farbiges Stärkesubstrat hergestellt. Mit Epichlorhydrin wurde eine lockere Raumnetzstruktur der Stärke herausgebildet und zu der aktivierten Stärke „Cibacron blau” Farbstoff mit Kovalens-Bindung gebunden. Die modifizierte Stärke wurde durch Zusatz von Phosphat-Puffersalz, Natriumchlorid und Zellulose in Tablettenform gebracht. Die mit den neuen Amylasetest-Tabletten bzw. mit der schwedischen Phadebas-Methode gemessenen Enzymaktivitätswerte stimmten überein.

Die Ergebnisse der Untersuchungen weisen darauf hin, daß die großtechnische Herstellung des gefälten Stärkesubstrats verwirklicht werden kann und die technologischen Bedingungen dafür in Ungarn gegeben sind. Die Zusammensetzung des neuen Amylasetests kann einfach, je nach Bedarf und entsprechend dem Ursprung des Prüfmusters verändert werden, wodurch dieser Test in einem breiten Spektrum der biotechnologischen Analysen eingesetzt werden kann.

ПРОИЗВОДСТВО ХРОМОГЕННОГО СУБСТРАТА, ПРИГОДНОГО ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ АМИЛАЗНОЙ АКТИВНОСТИ

П. Темешвари и А. Хошке

Для измерения амилазной активности был произведен подходящий для этого цветной субстрат крахмала. С помощью эпихлоргидрина крахмал принял рыхлую, пространственно-сеточную структуру, после чего к активированному крахмалу ковалентной связью присоединили краситель „Цибаурон синий”. Измененный таким образом крахмал — после добавления к нему пуфферной соли, хлорида

натрия и целлюлозы — прессовали в таблетки. Значения энзимной активности, измеренные с помощью полученных амилазно-тестовых таблеток и с применением шведского метода Пхадевас, были одинаковыми. Результаты исследований указывают на возможность заводского производства окрашенного субстрата крахмала. Состав нового амилазного теста можно легко изменить в соответствии с требованиями, зависящими от происхождения испытываемых проб, поэтому данный тест можно широко применять в биотехнологическом анализе.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

SCHMID, R. D.: *Bioszenzorok fejlettségi szintje az élelmiszeranalitika szempontjából* (Entwicklungsstand von Biosensoren für die Lebensmittel-Analytik) *Lebensmitteltechnik* (1989) 9, 490—493.

Annak ellenére, hogy ez első enzim-elektrodákról már több mint 25 évvel ezelőtt írtak, a közvetlenül felhasználható bioszenzorok száma igen alacsony. Ennek nem a kisebb pontosság vagy a stabilitás hiánya az oka, hanem a konkuráló mérés technológiák pl. a nedves kémiai vagy az enzimatikus analízis. A biotechnológia fejlődése és a bioszenzorok könnyű automatizálhatósága következtében azonban ezen mérőérzékelők gyakorlati alkalmazásának növekedésére számíthatunk a következő években. Az Európai Közösség az élelmiszeranalitika területén is érezhető harmonizáló törekvésének eredményeként e módszerekre nagy jövő vár. A közlemény az enzimes folyóinjekciós-berendezés koncepciója alapján bemutatja az alkohol folyamatos gyors meghatározását. Az elemzési frekvencia ennél a mérőberendezésnél percenkénti, amely lineárisan tovább állítható. A másik példa szerint a hal és hús friss állapotára használják a bioszenzorokat, amelyek az elektrokémiai H_2O_2 meghatározására alapulnak. Az enzimelektrodák könnyen miniaturizálhatók és mindenekelőtt idegen csírák, toxinok vagy növényvédőszer maradványok immunanalízisére alkalmasak. Sokat ígérők az immunszenzoros megoldások a viszkozitás változások meghatározására. Miniatűrben dolgoznak az aromák bioszenzoros meghatározásán, de itt még nem sikerült az élő szervezetek érzékelő sejteinek kielégítő érzékenységű utánzását elérni.

Molnár P.
(Budapest)

REEFMAN, R.: *On-line ellenőrzési rendszer az élelmiszeripar számára* (On-line, Inspektionsysteme für die Lebensmittelindustrie) *Internationale Zeitschrift für Lebensmittel-Technologie und Verfahrenstechnik* 39 (1988) 7, 585—588

A technika mai állása mellett az üvegek (palackok) jelentős töltési sebességét figyelembe véve azok szubjektív ellenőrzése nem kielégítő. A korszerű, teljesen automatizált on-line ellenőrzési rendszer lehetővé teszi még a nagyteljesítményű szállítószalagon is az idegen anyag tartalom kivül az üvegek legcsekélyebb hibáinak kimutatását az üvegek fenékrészén, falán, vagy szájrészén is. Az eljárás rugalmasan alkalmazható fémdobozon és műanyag edényen is. Előnyösen használható élelmiszer, illetve élvezeti nyersanyagok ellenőrzésére, idegen anyagoktól történő elválasztására is.

Szarvas T.
(Budapest)

A-PROVITAMINOK VIZSGÁLATA NÖVÉNYI NYERSANYAGOKBAN ÉS NÖVÉNYI ALAPÚ KÉSZTERMÉKEKBEN

HARKAYNÉ VINKLER MARGIT*—HAJDÚ FÉLIX**

*Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem, Élelmiszerkémiai és Táplálkozástudományi Tanszék, Budapest

**Központi Kémiai Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1989. október 9.

Az elmúlt időszakban megkülönböztetett figyelem fordult a biológiailag aktív vegyületek felé, közöttük is a vitaminok kerültek az érdeklődés középpontjába. Ezek ugyanis olyan anyagok, amelyek elősegítik, gyorsítják az emberi szervezetben lejátszódó folyamatokat, de azokban nem vesznek részt és elméletileg nem használódnak el.

Nagyon sok biológiailag aktív anyag vitamin voltárról még vita folyik jelenleg. A vitamin kritériumához ugyanis hozzátartozik az is, hogy ne legyen az emberi szervezet számára testidegen anyag, azaz bármilyen csekély mennyiségben, de a szervezetben megtalálható legyen.

Az A-vitaminról először 1913-ban történt említés. Az A-vitamin, hivatalos nevén retinol, fedezése a hiány tüneteinek gyógyításával kapcsolatos. Az A-vitamin a biológiai membránhátrák épségét védi, újabban fontos szerepet tulajdonítanak neki a fehérjék felépítésében. Hiánya zavart okoz a fehérje-szintézisben, elsősorban a genetikai információk sikeres továbbításának gátlásával. Ezért feltételezik, hogy egyes daganatkeltő folyamatoknál megelőző szerepe lehet. Hiányában gyakoribb a vese- és az epeköképződés is (TANGL 1962, BIRÓ 1987).

Tüladagolása is jellegzetes tüneteket mutat; miután zsírban oldódó vitamin, zsírszövetekben és a májban raktározódik el, a szervezetből nagyon nehezen ürül ki.

Az A-vitamin — főleg palmitinsavval észterezett formájában — vaj, tojás, halmájolajok stb. fogyasztásával jut a szervezetünkbe. Az A-vitamin ellátás nagyobb részét a nem tiszta vitaminból, hanem annak elővitaminjából, a beta-karotinból fedezzük. Provitamin hatású vegyület még az alfa- és a gamma-karotin, valamint a beta-kriptoxantin is.

A táplálékkal elfogyasztott növényi pigmentekből a 15,15' — dioxigenáz és a retinilaldehidreduktáz enzimek segítségével alakul ki, az első enzim hatására a beta-karotinból két molekula retinilaldehid keletkezik, majd redukció útján tovább alakul retinollá (BLASKOVITS 1988). A beta-karotinnak kb. egyhatoda, az egyéb karotinoidoknak csupán egytizenketted része képes átalakulni. A szükségletek kielégítésében betöltött fontos szerepük miatt bevezették a retinolekvivvelens fogalmát:

1 retinolekvivalens=1 µg retinol=6 µg beta-karotin=12 µg egyéb provitamin hatású karotinoid

Amennyiben a szervezet A-vitaminnal telített, az elfogyasztott karotin nem alakul át, hanem kiürül; a túlzott bevitel pedig egyenesen károsnak tekinthető. A szakemberek nagy része ezért azt javasolja, hogy a napi A-vitamin igény 3/4 részét provitamin (sütőtök, sárgarépa, paprika, barack, paraj stb.) tartalmú növényi élelmiszer, míg a fennmaradó hányadot a tiszta vitamint tartalmazó állati termékek fogyasztásával próbáljuk meg fedezni (DWORSCHÁK, 1985).

Az A-vitamin és -provitaminok táplálkozásélettani viselkedése

Az A-vitamin savakkal, lugokkal szemben alig érzékeny, oxigén és fény hatását azonban kerülni kell felhasználásakor. A jelenleg alkalmazott különböző konyhatechnikai eljárások által az élelmiszerekben levő vitamintartalomban — közöttük az A-vitaminban és A-provitaminokban — bekövetkező csökkenést az 1. táblázat foglalja össze.

Mind az A-vitamin, mind provitaminjai a különböző zsiradékokkal elkészített élelmiszerekből különböző mértékben szívódnak fel. A legjobban a tejszírokkal előállított termékekből, megközelítően 74%-ban, közepes mértékben a margarinokkal és a napraforgóolajjal készültkéből,

Vitamin megnevezése	Konyhatechnikai eljárás					
	I	II	III	IV	V	VI
A	40	—	—	0	—	—
Karotin	30	—	—	—	—	—
D	40	—	—	0—20	—	—
E	55	—	—	—	—	—
K	5	—	—	—	—	—
B1	80	65—70	15—50	10—30	20—40	5—40
B2	75	25—40	10—70	0—10	10—20	5—30
Nikotinsavamid	70	30—70	30—40	0	10—30	—
Pantoténsav	50	30—50	30	0	20	—
B6	50	30—60	40	0—50	0—40	—
Biotin	60	—	—	0	—	—
Folsav	100	—	20—50	0—50	—	—
B12	—	—	—	50	—	—
C	100	—	10—75	10—70	—	20—50

I. Hagymányos főzés

II. Sütés

III. Zöldség, gyümölcs főzése felöntőlében

IV. Különböző hőkezelések alkalmazása a tej és tejtermékeknél

V. Húsok grillezése

VI. Zöldség, gyümölcs sütése

kb. 46%-ban, legrosszabbul a hazai táplálkozási szokásainkban legnagyobb mértékben használt sertézsírral készült ételünkéből.

A nem kedvező táplálkozási szokásaink is indokolják, hogy részletes ismeretekkel rendelkezőnk növényi nyersanyagaink A-provitamin tartalmáról.

Vizsgálati anyagok

Növényi nyersanyagaink közül két olyat választottunk vizsgálatunk tárgyául, amelyek a hazai lakosság részére könnyen hozzáférhetőek, viszonylagos közkedveltségnek örvendenek és ezek mellett jó A-provitamin forrásnak tekinthetők.

1. Sütőtök (Cucurbita Maxima Duch. — Cucurbitaceae)

Feldolgozottsági foka nagy, széles skálája van forgalomban a belőle készített ivóleveleknek, püréknek; így az irodalomban találunk a provitamin tartalmára adatokat, azonban új fajták, fajtajelöltek kerülnek a köztermesztésbe, amelyek igénylik a vizsgálatokat. Méréseinket az alábbi vizsgálati mintákkal végeztük:

a) „Sütőtök 1” a hagyományos Nagydobosi fajta

b) „Sütőtök 2” fajtajelölt

c) „Sütőtök 3” fajtajelölt

A három fajtán kívül analizáltunk a Békéscsabai Konzervgyárban előállított sütőtök püré, sütőtök ivólé és sütőtök-narancs összetételű ivólé mintákat is.

2. Csemegekukorica (Zea mays L. var. tunicata Larranh. — Gramineae)

Vizsgálatát — az előző mintától eltérően — szerkezeti adottságai és részben eltérő karotinoid összetétele tette indokolttá.

Az A-provitaminok élelmiszeranalitikai problematikája

Valamely élelmiszer A-vitamin hatásának pontos értékeléséhez az egyes provitaminok mennyiségét külön-külön kellene pontosan ismerni. Gyakorlati szempontból — általában — eddig kielégítőnek tartották együttes mennyiségük meghatározását.

Az élelmiszerekben levő karotinok meghatározásának legfontosabb három lépése a következő:

a) A karotinoidok *kivonása* a vizsgálandó élelmiszermintából: e művelet során két ellentétes irányú követelményt kell kielégíteni ill. a kettő közötti egyensúlyt kell megtalálni. A karotinoidokat ki kell szabadítani a sejtekből, ez általában valamilyen mechanikai kezelést és még hőkezelést is jelenthet; ugyanakkor ismeretes, hogy hő, fény és oxigén érzékenységük folytán nagyon kíméletes bánásmódot igényelnének. Így a különböző irodalmi utalások hol a kezelés egyik, hol a másik irányában tesznek engedményeket, azaz írnak le változatos hőfok-intervallumokat, feltérési formákat (KRAMERNÉ 1979).

b) A *biológiaiilag hatástalan karotinoidoktól* történő elválasztás leggyakoribb formája a megoszláson alapuló: a különböző poláris és apoláris oldószerek közötti szétválasztás, vagy a kromatográfiás módszerek valamilyen formája. A minősítő laboratóriumokban gyakran alkalmazott rétegekromatográfia — közismert előnyei mellett — igényli mindenkor a standard sor felvitelét és egyidejű futtatását is.

c) A *provitaminok mennyiségi meghatározására* a nagy hatékonyságú folyadékkromatográfia teszi lehetővé a legpontosabb kimutatást.

Alkalmazott vizsgálati módszerek

Napjainkban a hazai szabványosítási gyakorlat — kivételt képez a C-vitamin — a vitaminokra nem írt elő szabványos vizsgálati módszert. A KGST szabványosítási munkafolyamat keretében kidolgozásra került és az MSZH által 1989. évi hazai honosításra elfogadott „Feldolgozott gyümölcs és zöldségtermékek. Karotin meghatározási módszer”-rel végeztük meghatározásainkat. A módszer előírásai szerint a vizsgálandó mintát — mechanikai feltérás után — acetonnal extraháljuk, majd a kioldódott karotinoidokat hexánba visszük át. A mennyiségi meghatározáshoz standard beta-karotin törzsoldattal készített kalibrációs görbét kell használni. Vizsgálatainkat 8452A DIODA ARRAY SPECTROPHOTOMETER (HEWLETT-PACKARD) készülékekkel végeztük, a kalibrációs görbét MERCK beta-karotin készítménnyel mértük ki. A standard oldat-sorozat spektrumának görbéit és a kalibrációs egyenest az 1. ábra tartalmazza.

A biológiaiilag aktív A-provitamin tartalom pontos mennyiségének meghatározására a HPLC technikát alkalmaztuk. A vizsgálatához használt készülék és a vizsgálati körülmények adatait 2. táblázat foglalja össze.

2. táblázat

Alkalmazott készülék

ISCO HPLC rendszer:

2350 típus. HPLC pumpa,

V4 típus. változtatható hullámhosszú detektor,

7125 típus. Rheodyne injektor, 20 µl-es,

ISCO ChemResearch vezérlő és adattároló rendszer,

250X4,6 mm-es analitikai oszlop (Labor MIM)

HPLC VIZSGÁLATI KÖRÜLMÉNYEK:

Álló fázis: Chromsil C—18, 10 µm, 250X4,6 mm

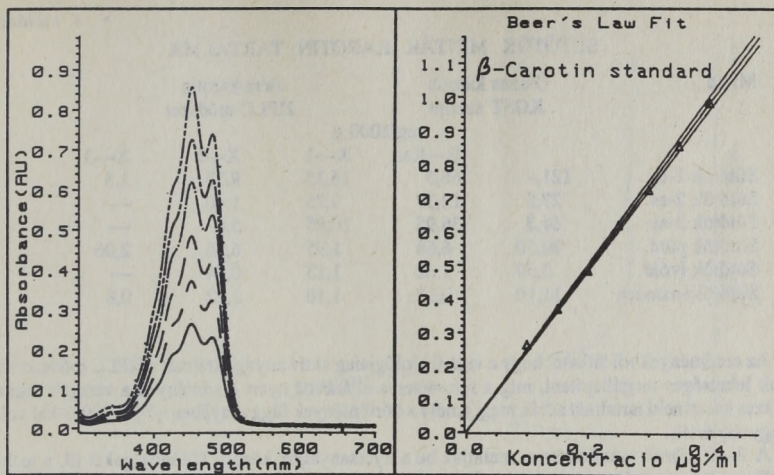
Mozgó fázis: Acetonitril—izopropanol—víz (39:57:4)

Áramlás: 1,0 ml/min

Detektálás: 458 nm, 0,05 abs

Injektálás: 20 µl

Készülék: ISCO HPLC rendszer



1. ábra: Merck-féle beta-karotin standard oldatsorozat spektrumai és az adatokból számított kalibrációs görbe

Standardként ebben a meghatározásban is a MERCK-készítményt alkalmaztuk, a 2. ábra mutatja be.

Vizsgálati eredmények értékelése

A csemegekukorica és a sütőtök ill. készítményei két vizsgálati módszerrel elvégzett analízisének eredményeit a 3. és 4. táblázatok tartalmazzák.

3. táblázat

CSEMEGEKUKORICA KAROTIN TARTALMA

Minta	Összes karotin KGST SZT szerint mg/100 g	Béta-karotin HPLC-módszer
Csőves, szobahőm. I	0,44	0,29
Csőves, szobahőm. II	0,33	0,28
Csőves, főzve	0,41	0,22
Csőves, főzve II	0,25	0,23
Morzsol, szobahőm. I	0,30	0,26
Morzsol, szobahőm. II	0,27	0,27
Morzsol, főzve	0,35	0,23
Morzsol, szobahőm.	0,25	0,25

SÜTŐTÖK MINTÁK KAROTIN TARTALMA

Minta	Összes karotin KGST szerint	mg/1000 g			
		B—Kar.		Béta-karotin HPLC-módszer	
		X—1	X—2	X—3	
Sütőtök 1-es	121,4	66,5	16,15	9,75	1,5
Sütőtök 2-es	27,5	12,37	9,75	1,40	—
Sütőtök 3-as	64,3	36,95	10,85	5,0	—
Sütőtök püré	20,50	6,68	1,95	6,58	2,06
Sütőtök ivólé	3,50	1,62	1,13	0,44	—
Sütőtök+narancs	11,10	6,12	1,10	2,22	0,8

Az eredményekből látható, hogy a valódi biológiai aktív anyagtartalmat a HPLC módszerrel volt lehetséges megállapítani, míg a fotométeres eljárással nyert eredmények a vizsgált minta összes karotinoid tartalmát adták meg, amely a körülmények függvényében +74..+209%-kal volt nagyobb érték.

A 3.—8. ábrák szemléletesen mutatják be a nyersanyagok közötti különbségeket ill. a technológiai folyamat által előidézett változásokat és több — karotinoidokat egyaránt tartalmazó — nyersanyag együttes alkalmazása esetén lehetőséget nyújt az összetétel pontosítására.

Következtetés

Vizsgálati eredményeink alapján szeretnénk javasolni, hogy a honosításra kerülő szabvány mindkét eljárást tartalmazza, a fotometriás módszert — címének „Összes karotinoid tartalom meghatározási módszer”-re történő módosítása után — mint tájékoztató vizsgálatot, a HPLC módszert, mint döntő eljárást. Indokolja ezt az az igény is, hogy 1992-ben létrejövő Egyesült Európai Közösség az export—import forgalomban a HPLC vizsgálati módszereket kívánja alkalmazni.

IRODALOMJEGYZÉK

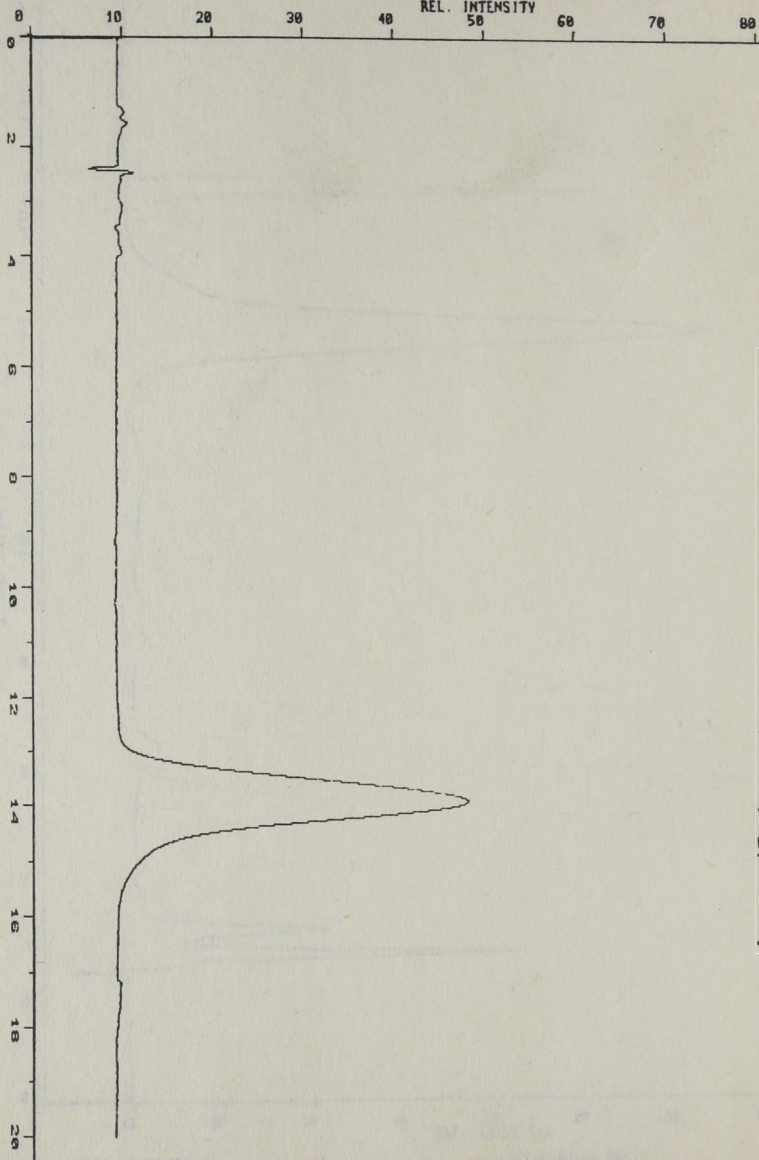
- Biró Gy. (1987): Az éhezéstől az elhízásig Medicina Könyvkiadó, Budapest
 Biró Gy., Lindner K. (1988): Tápanyagtáblázat Medicina Könyvkiadó, Budapest
 Blaskovits A. (1988): Lipidek hatása a retinol és retinil-észterek felszívódására Kandidátusi értekezés, Budapest
 Blaskovits A., Gampe L., Ruby M., Borvendég J. (1987): Absorption of vitamin A dissolved in various oils and fatty acids of different chain length in rats. Acta Alimentaria 16, 331—337
 Dworschák E. (1985): Élelmiszer-tápanyag Mezőgazdasági Kiadó, Budapest
 Gasztonyi K. (1979): Az élelmiszerkémia alapjai Mezőgazdasági Kiadó, Budapest
 Krámeré, Falus M. (1979): Karotin és A-vitamin meghatározása élelmiszerekben MÉTE Vitamin Bizottság kiadványa, Budapest
 Snyder L. R., Kirkland J. J. (1979): Bevezetés az intenzív folyadékkromatográfiába Műszaki Könyvkiadó, Budapest
 Tangl H. (1962): A táplálkozás Gondolat Könyvkiadó, Budapest

Isco ChenResearch

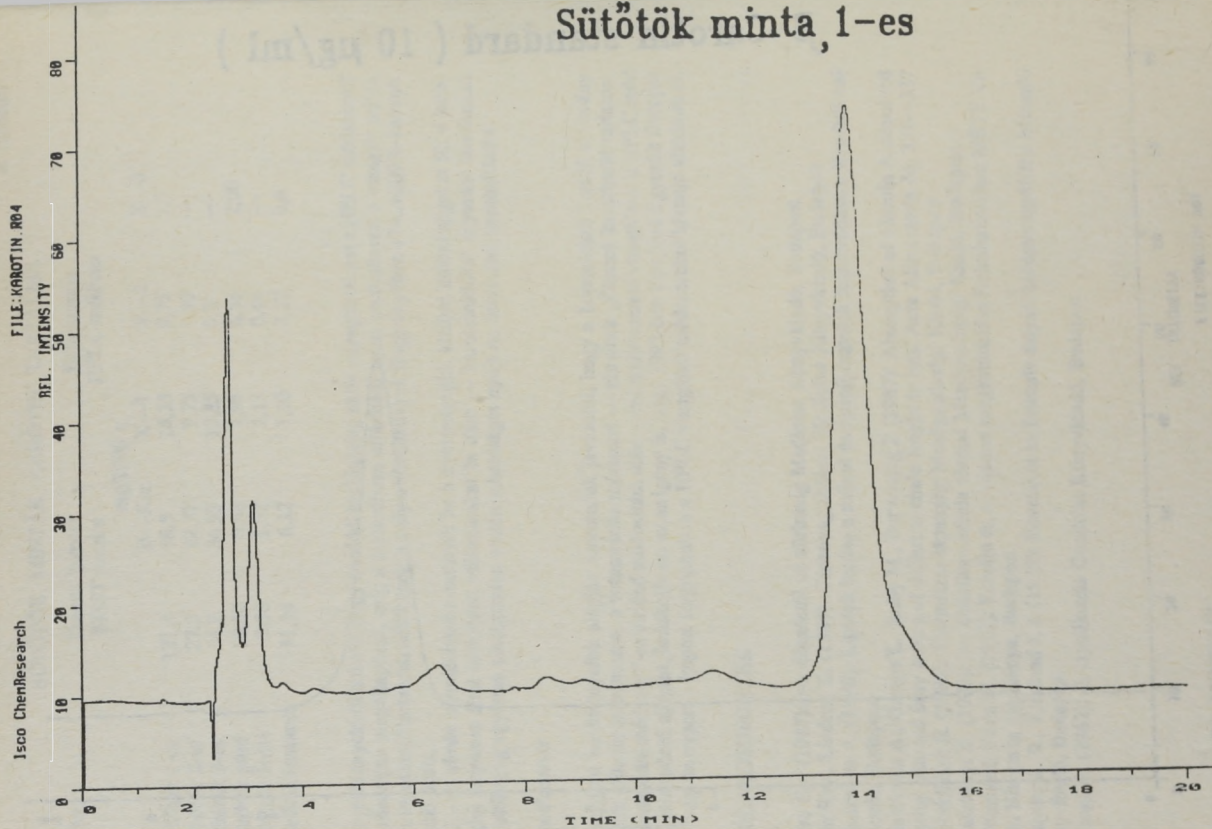
FILE:KOROTIN 001

REL. INTENSITY

50

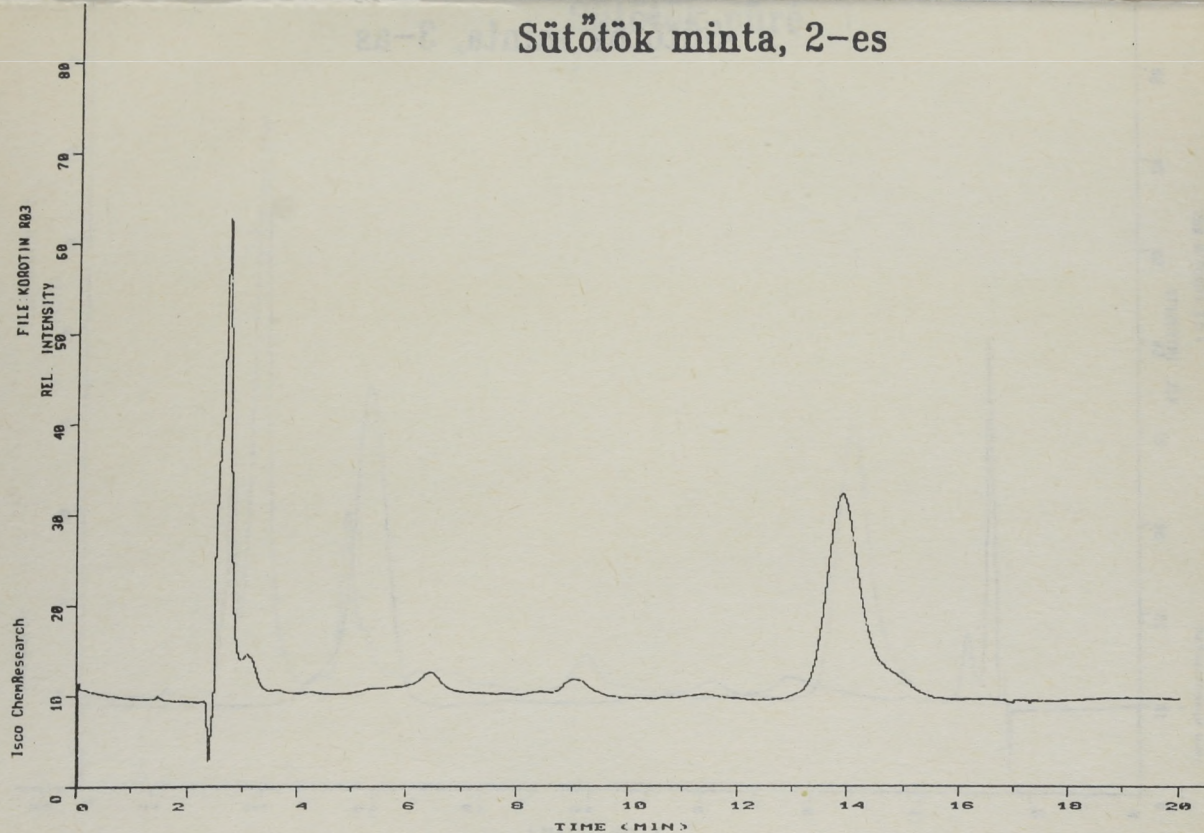
2. *delta*: Beta-karotin standard HPLC spektruma β -Carotin standard (10 $\mu\text{g}/\text{ml}$)

Sütötök minta, 1-es



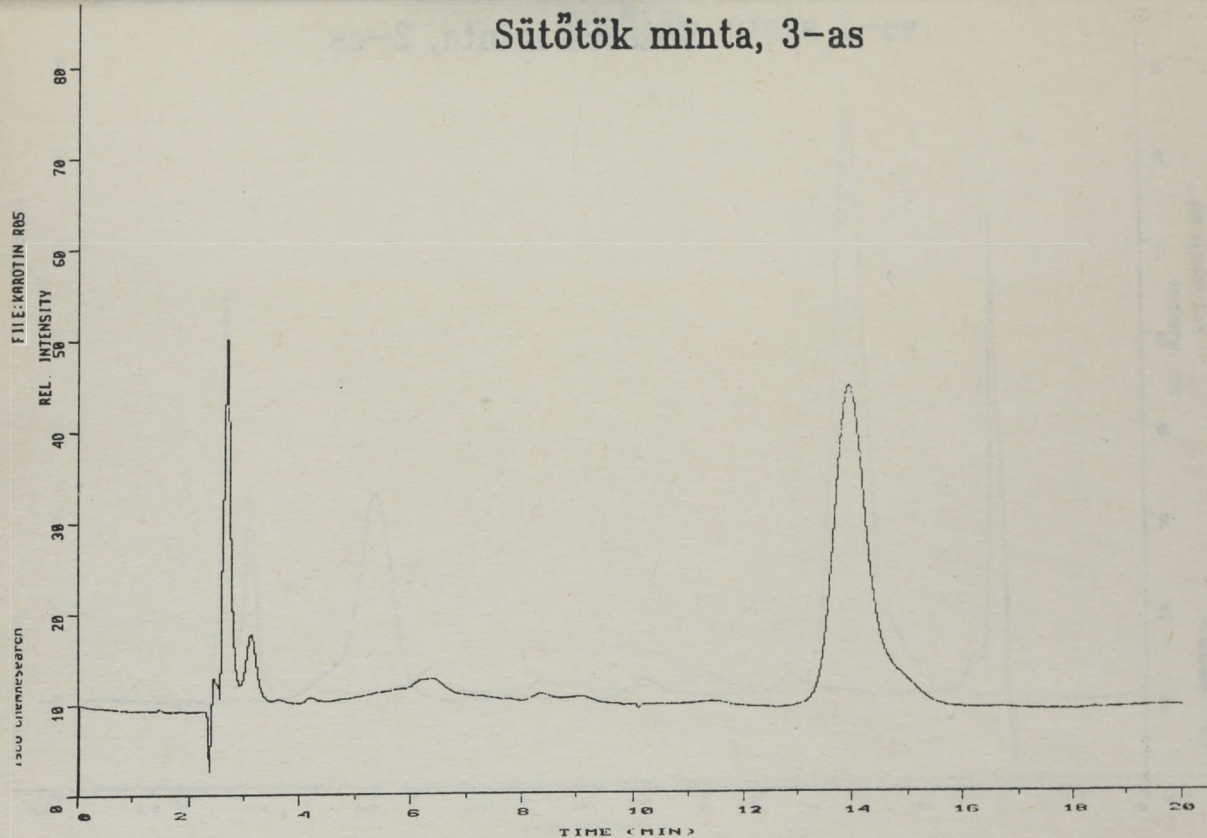
3. ábra: Sütötök 1. minta HPLC spektruma

Sütötök minta, 2-es



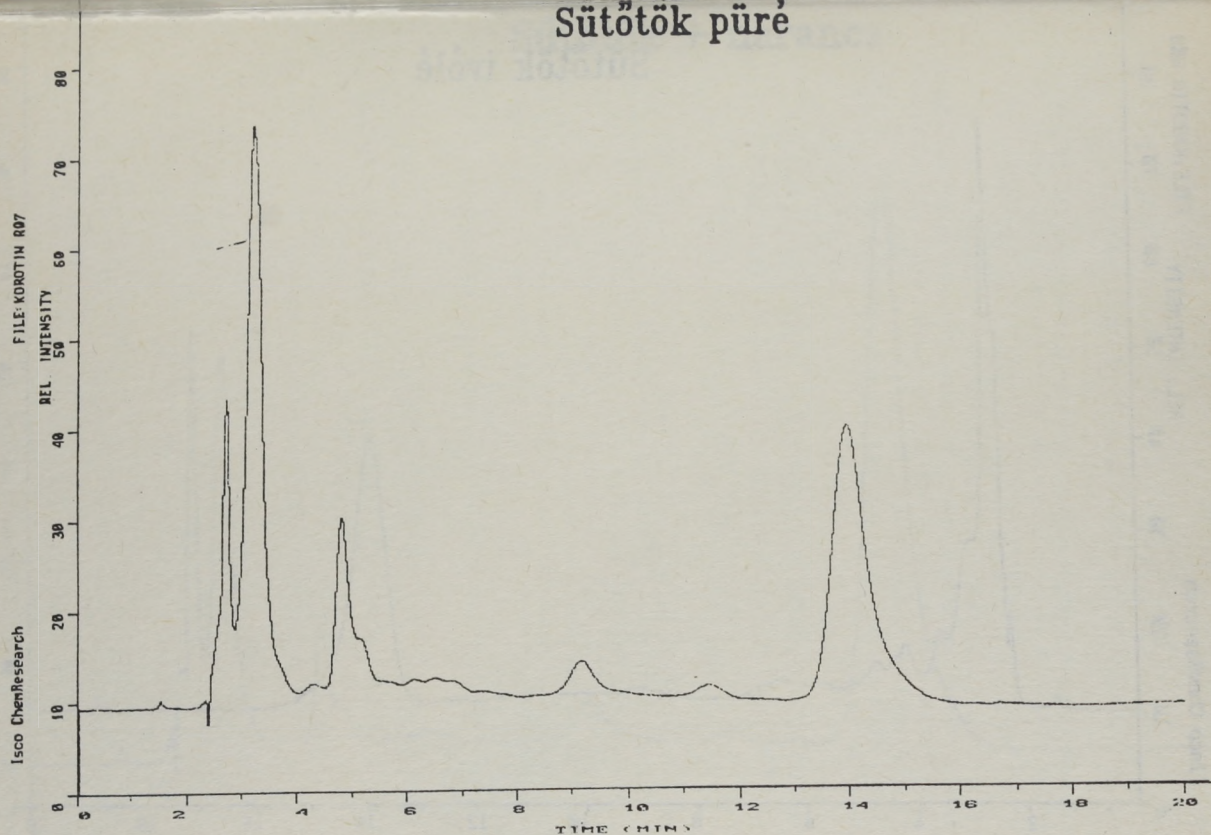
4. ábra: Sütötök 2. minta HPLC spektruma

Sütötök minta, 3-as



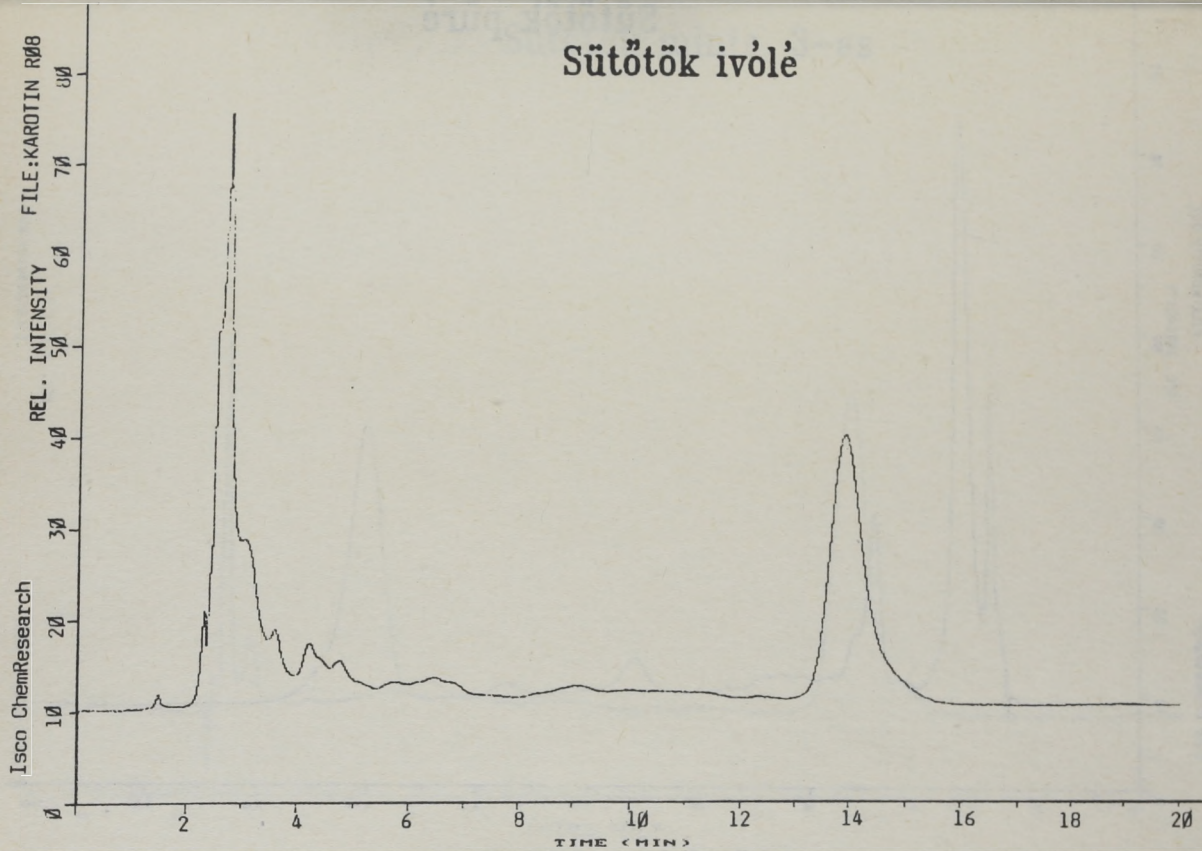
5. ábra: Sütötök 3. minta HPLC spektruma

Sütötök püre



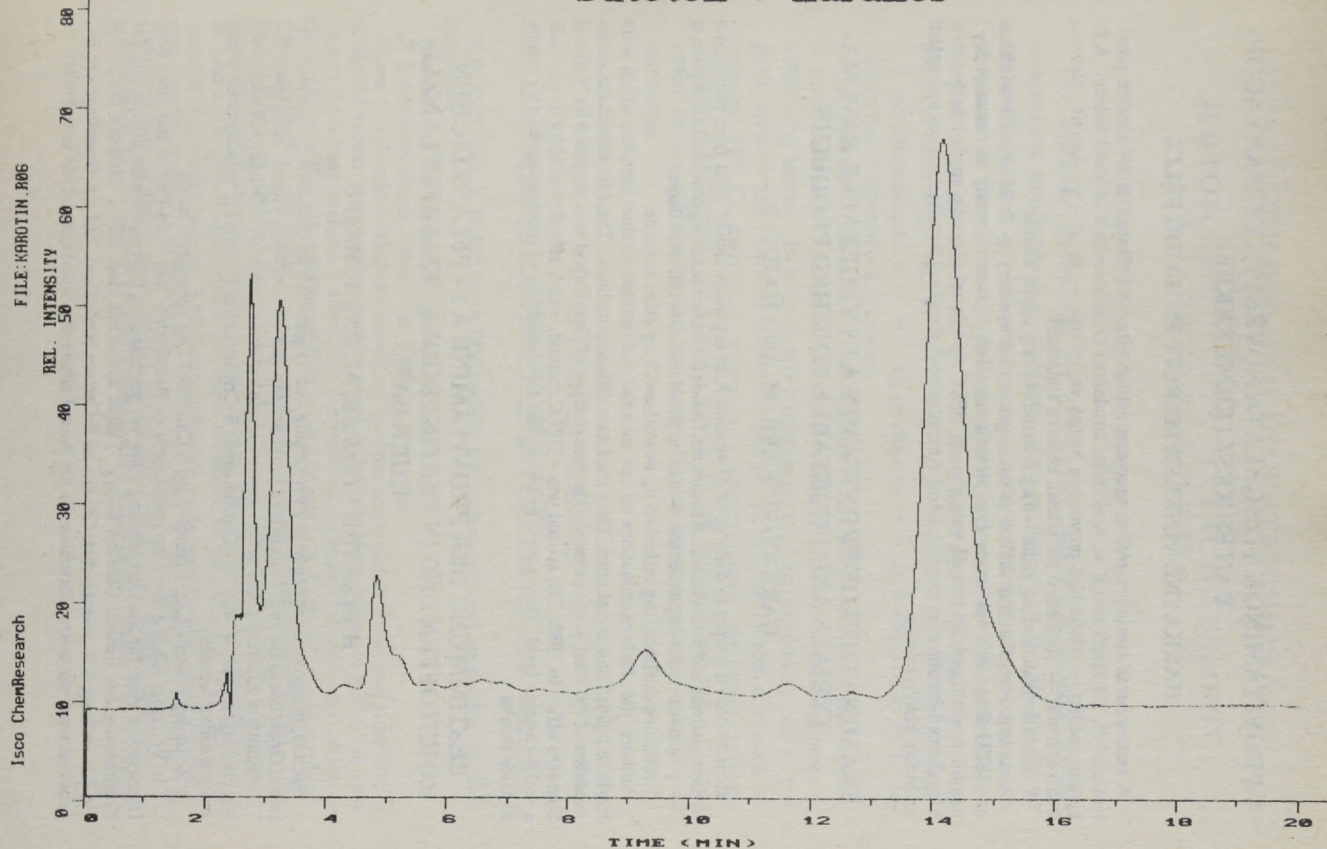
6. ábra: Sütötök püre HPLC spektruma

Sütőtök ivólé



7. ábra: Sütőtök ivólé HPLC spektruma

Sütötök + narancs



8. ábra: Sütötök és narancsvélő tartalmú ivólé HPLC spektruma

A-PROVITAMINOK VIZSGÁLATA NÖVÉNYI NYERSANYAGOK- BAN ÉS KÉSZTERMÉKEKBEN

HARKAYNÉ VINKLER MARGIT ÉS HAJDÚ FÉLIX

A szakemberek szerint az emberi szervezet napi A-vitamin szükségletét 3/4 részben provitaminjaiból, 1/4 részét magát az A-vitamint tartalmazó élelmiszerekből célszerű fedezni. A β -karotin mellett — előforduló provitamin hatású vegyületek — az α -, γ -karotin, illetve a β -kriptoxantin — különböző mértékben képesek átalakulni:

1 retinolekvalens=1 μ g retinol=6 μ g β -karotin=12 μ g egyén karotin

A szerzők vizsgálataikat sütőtök és csemegekukorica nyersanyag- és késztermék mintákon az MSZH által 1989. évi bevezetésre javasolt vizsgálati módszerrel, amely az összes (α, β, γ) karotin meghatározására szolgál, valamint egy HPLC módszerrel végezték, amely lehetővé teszi a tényleges β -karotin szint megállapítását. Az eredmények alapján új javaslatot tesznek a vizsgálati szabvány kidolgozására.

EXAMINATION OF PROVITAMIN A IN VEGETABLE RAW MATERIALS AND VEGETABLE FINISHED PRODUCTS

HARKAY-VINKLER, M. AND HAJDÚ, F.

Experts deem it proper to daily need of vitamin A in organism should meet from provitamin to three quarters and from vitamin A to a quarter. Beside β -carotene occurring provitamin compounds — α - γ carotene and β -criptoxantine — can be transformed in different degree:

1 retinolequivalent=1 μ g retinol=6 μ g β carotene=12 μ g other carotene.

Authors did their examinations on raw material and finished product samples, which were made in squash and sweet corn. They used two different methods. The first served the determination of the total (α, β, γ) carotene. The introduction of this method was proposed by National Standard office in 1989. The second was a HPLC method, which afford possibility to establish a real β -carotene level. They gave a new proposal for elaboration of standard-method by means of their results.

BESTIMMUNG DER PROVITAMINE A IN PFLANZLICHEN ROHSTOFFEN UND IN FERTIGPRODUKTEN AUF PFLANZLICHER BASIS

HARKAYNÉ VINKLER, M. UND F. HAJDÚ

Nach Meinung der Experten ist es zweckmäßig, den Tagesbedarf an Vitamin A für den menschlichen Organismus bis zu 3/4 aus seinen Provitaminen und bis zu 1/4 aus Vitamin A enthaltenden Lebensmitteln zu decken. Die neben dem β -Carotin vorkommenden als Provitamin A wirkender Verbindungen, wie α - und γ -Carotin sowie β -CRIPTOXANTHIN können auf verschiedene Weise umgewandelt werden:

1 Retinolequivalent=1 μ g Retinol=6 μ g β -Carotin=12 μ g sonstiges Carotin

Die Verfasser führten ihre Untersuchungen an Backkürbis- und Mais-Proben mit einer vom Ungarischen Amt für Standardisierung 1989 vorgeschlagenen Untersuchungsmethode, die der Bestimmung des Gesamt-Carotins (α, β, γ) dient sowie mit einer HPLC-Methode durch, die die Feststellung des tatsächlichen Gehalts an β -Carotin ermöglicht. Auf der Grundlage der Ergebnisse wird ein neuer Vorschlag für die Ausarbeitung der Standardmethode unterbreitet.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОВИТАМИНОВ А В СЫРЬЕВЫХ МАТЕРИАЛАХ И В ГОТОВЫХ ПРОДУКТАХ РАСТИТЕЛЬНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

М. Харкайнэ Винклер и Ф. Хайду

По мнению специалистов организму человека целесообразно покрывать необходимую дневную дозу витамина А на 3/4 части из провитаминов и на 1/4 часть из пищевых продуктов, содержащих витамин А. Встречающиеся наряду с β -каротином соединения провитаминового действия, т.е. α -, γ -каротины, и также β -криптоксантин в различной мере могут превращаться согласно нижеследующему:

1 ретинолэквивалент = 1 μg ретинола = 6 μg β -каротина = 12 μg некоторого другого каротина.

Авторы провели испытания свежих тыквенных и кукурузных проб и проб готовых продуктов по рекомендованному для внедрения в 1989 году методу Венгерского Управления по стандартизации, который служит для общего определения (α , β , γ) каротинов, а также по методу HPLC, который позволяет определение действительного уровня β -каротина. На основе результатов испытаний авторы делают новое предложение для разработки стандарта на методы испытания.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

K.O. HONIKEL, I. POPPLER, R.EGGINGER: *Gliceridemulgeátorok meghatározása főzőkolbászban*

(Bestimmung von Glyceridemulgatoren in Brühwurst)

Z. Lebensmitt. Unters. Forsch. 186. (1988) 5. 422—426.

Mono- és digliceridek valamint észterek, tej- és citromsavval elegyítve a húspari termékekben emulgeáló hatásuk következtében adalékanyagul szolgálnak. Mennyiségük az NSZK-ban 1982 óta max. 0,5%-ban megengedett, a bevitt hús- és zsiradékmennyiségre vonatkoztatva. A határérték ellenőrzésére megbízható analitikai módszer mindaddig nem volt. A szerzők egy vékonyrétegtromatográfiás módszert ajánlanak, mely a textiliparban használatos optikai fehéritőszert („Blankophor BBA” Fa. Bayer, Leverkusen) felhasználva mennyiségi meghatározást tesz lehetővé. Az optikai fehéritőszert a vékonyréteg alapanyagába keverik, fluoreszkáló tulajdonságánál fogva, 366 nm-s UV fénynél egyenletesen kék alapot szolgáltat, az emulgeátor vegyületek ezzel szemben világos foltot hagynak. A húspari termékekből — az emulgeátorhoz viszonyítva 70—80 szoros zsírtartalomból — az emulgeátort ki kell extrahálni. A vékonyrétegen kialakult foltokat Aminco-Bowan fluoriméterrel összekötve, vékonyréteg kiértékelő-készülékkel értékelik ki.

Emulgeátor típustól függően a beadott emulgeátor újra meghatározási aránya 70—94 százalék.

Varju I.
(Pécs)

IONSZELEKTÍV ELEKTÓRÓDOK ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALÍTIKÁBAN IV. KLORID-ION MEGHATÁROZÁSA

NGUYEN HUNG*—ADÁNYINÉ KISBOCSKÓI NÓRA**—MOLNÁR PÁL***

*Veszprém megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőző Állomás, Veszprém

**Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

***Állategészségügyi és Élelmiszervizsgáló Szolgálat, Élelmiszervizsgáló Intézet, Budapest

Érkezett: 1988. augusztus 25.

A klorid-tartalom víz-, biológiai és élelmiszermintákban mg/dm^3 nagyságrendtől g/dm^3 -ig terjed. A klorid-ionok a természetben különböző koncentrációban mindenhol megtalálhatók.

A potenciometriás klorid-ion meghatározáshoz általában heterogén vagy homogén szilárd érzékelő elektródot alkalmaznak. A heterogén ezüst-kloridból készül, melyet szilikongumbba vagy polietilénbe építenek, a homogén lehet ezüst-klorid egy kristály, vagy ezüst-kloridból és ezüst-szulfidból, esetleg higany (I)-kloridból és higany (II)-szulfidból készített.

A klorid-ion-szelektív elektród funkcióját illetően hasonlóan viselkedik, mint az ezüst-ezüst-klorid másodfajú elektród. Előnye a másodfajú elektróddal szemben, hogy szelektivitása jobb, erős oxidáló közegben is alkalmazható, mérési tartománya szélesebb (1). Hulanicki A. és munkatársai (2) is felhívták a figyelmet a klorid-ion szelektív elektród fényérzékenységére; ha napfénytől óvjuk, élettartama meghosszabbítható.

A különböző típusú ionszelektív elektródok kalibrációs görbéje általában 10^{-4} mól/dm^3 koncentrációig lineáris (3).

Selmer A. R. és munkatársai (4) vizek klorid-tartalmát határozták meg klorid-ion-szelektív elektróddal, a mintaoldat $0,5$ mól/dm^3 ammónium-nitrátot és $0,3$ mól/dm^3 salétromsavat tartalmazott. 5 mg/dm^3 koncentráció felett jobb eredményeket kaptak, mint spektrofotometriás módszerrel. Weiss D. (5) 100 cm^3 vízmintához $0,2$ cm^3 1:1 kénsavat, 10 cm^3 1 mól/dm^3 kálium-nitrát oldatot adott és az így kezelt mintát mintegy a felére párolta. Ezt követően direkt potenciometriás módszerrel mérte a vízminta klorid-tartalmát.

Van Loan J. C. (6) heterogén klorid-ion szelektív elektróddal 1 — 312 mg/dm^3 tartományban vizsgálta a vizek klorid-tartalmát. Hulanicki A. és munkatársai (7) standard addíciós módszerrel mérték a vizek klorid-tartalmát. A szulfid-ionok zavaró hatásának kiküszöbölésére a mintához a mérés előtt hidrogén-peroxidot és salétromsavat adtak.

Jagner D. és Aren K. (8) 1:1 arányú etilalkohol—víz elegyben végeztek klorid-tartalom meghatározásokat.

Reynold E. (9) higany (I)-klorid és higany (II)-szulfid elektródot használt természetes- és csapadékvizek klorid-ion-tartalmának meghatározására. Az ionerősség beállítására kálium-nitrátot használt, a mérést $\text{pH}=2$ mellett végezte. Ezen elektródot alkalmazták szupertiszta vízben és nehézvízben levő klorid-ion-tartalom meghatározására is. A mintában levő szulfid zavaró hatását bizmut-nitráttal küszöbölték ki.

Marshall G. B. és Midgley D. (10) grafit felületre felvitt sókeverékből állítottak elő elektródokat, melyekkel jó eredményeket értek el. Melegvizek klorid-ion tartalmát határozták meg $0,01$ mg/dm^3 határkoncentrációig, a vas (III)-ionok zavaró hatását nátrium-fluorid adagolásával küszöbölték ki.

Trojanowisz M. (11) csapvíz klorid-, fluorid- és nitrát-tartalmát határozták meg egyidejűleg acetát pufferes folyamatos rendszerben.

Hara H. (12) kétpontos Gran titrálással határozta meg csapvíz klorid tartalmát. A kapott eredmények eltérése $0,2$ — $2,0\%$ között volt.

Az utóbbi időben számos szerző ajánl folyamatos mérőrendszert klorid-ion meghatározására. Tomlinson K. (13) szupertiszta vízben levő klorid-ion tartalmát ezüst-klorid másodfajú elekt-

róddal határozta meg. Bertier G. (15) folyamatos, automatikus rendszerben kútvíz és felszíni vizek klorid-ion tartalmát határozta meg.

Papp E. és Pungor E. (16) az emberi és lóvérszérum klorid-ion tartalmának meghatározására dolgoztak ki mérő módszert ionszelektív elektród alkalmazásával. A módszer előnye, hogy a proteinek nem kell eltávolítani a rendszerből.

A klorid-ion szelektív elektródokat az élelmiszeranalitikában is alkalmazzák. Holsinger és munkatársai (17) saját klorid-ion-tartalmát mérték ionszelektív elektróddal. A tehéntej klorid-ion tartalma közvetlenül mérhető klorid-ion szelektív elektróddal. Harim M (18) cukorban és melaszban határozott meg kloridot. Jodid és bromid zavarás kiküszöbölésére 3 mol/dm^3 salétomsavat használt.

Barok klorid tartalmának meghatározására a vonatkozó magyar szabvány (19) klorid-ion-szelektív elektródot használ.

Anyagok és módszerek

A klorid-ion meghatározások során OP—C1—0711P indikátorelektrodot alkalmaztunk. Az indikátorelektrodot első használat előtt 10^{-3} mol/dm^3 kálium-klorid oldatban, mérés előtt 10^{-4} mol/dm^3 kálium-klorid oldatban áztattuk, melynek kálium-nitrát koncentrációja $0,1 \text{ mol/dm}^3$ volt.

Összehasonlító elektródként OP—0830P típusú elektródot alkalmaztunk.

A klorid-ion meghatározásokat 5 pH-jú acetát pufferban végeztük, melyet az alábbiak szerint készítettünk:

$13,9 \text{ cm}^3$ 96%-os ecetsavat és $76,817 \text{ g}$ nátrium-acetátot 1000 cm^3 -es mérőlombikba mérünk, desztillált vízzel történő oldás után jelig töltjük a lombikot. A méréshez 1:3—1:5 puffer:oldat arányt alkalmaztunk.

Az összes ionerősség beállítására $0,2 \text{ mol/dm}^3$ kálium-nitrát oldatot alkalmaztunk. A kalibrációs görbe $2 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ klorid-ion koncentrációig egyenes (1. ábra).

A továbbiakban a klorid-ion meghatározását közleménysorozatunk harmadik részében publikált módszerleírás szerint végeztük (20).

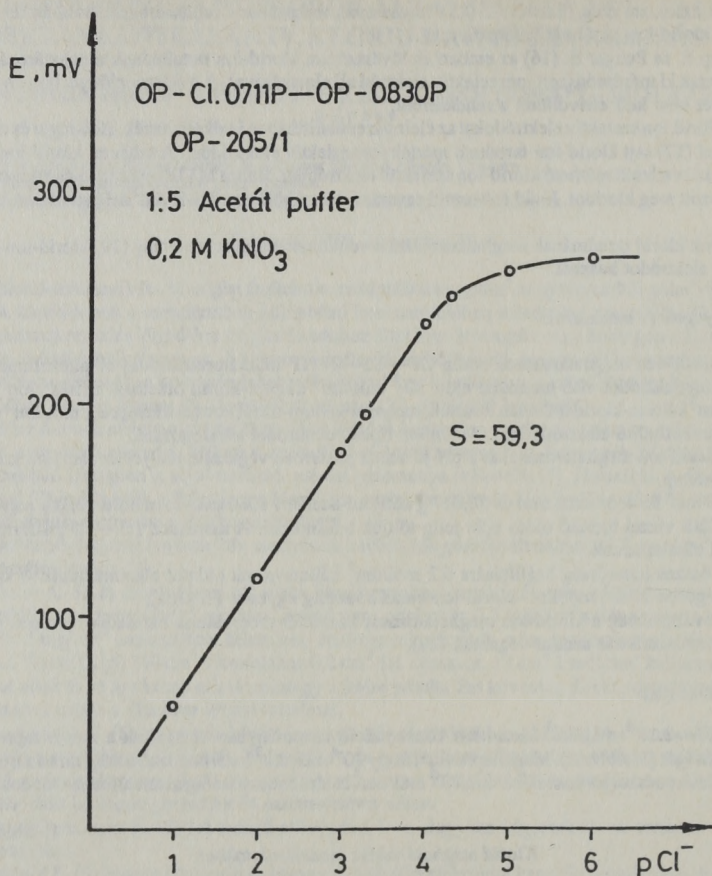
Eredmények

$5 \cdot 10^{-4}$ — $2 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ klorid-ion koncentráció tartományban vizsgáltuk a mérés reprodukálhatóságát (1. táblázat). Megállapítottuk, hogy 10^{-4} mol/dm^3 határkoncentrációig mind a három értékelési módszer jól használható. $2 \cdot 10^{-5} \text{ mol/dm}^3$ határkoncentrációig azonban csak a módosított

1. táblázat

Klorid meghatározása modelloldatokban

Beállított koncentráció (mol/dm^3)	Megállapított koncentráció (c) és szórása (s) (mol/dm^3)			
		Kalibrációs módszer	Addíciós	Módosított Gran módszer
$5 \cdot 10^{-4}$	c	$4,99 \cdot 10^{-4}$	$4,99 \cdot 10^{-4}$	$5,00 \cdot 10^{-4}$
	s	$2,76 \cdot 10^{-6}$	$2,29 \cdot 10^{-6}$	$1,24 \cdot 10^{-6}$
10^{-4}	c	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,02 \cdot 10^{-4}$	$1,01 \cdot 10^{-4}$
	s	$4,08 \cdot 10^{-6}$	$4,12 \cdot 10^{-6}$	$1,47 \cdot 10^{-6}$
$5 \cdot 10^{-5}$	c	$5,21 \cdot 10^{-5}$	$4,98 \cdot 10^{-5}$	$5,00 \cdot 10^{-5}$
	s	$1,34 \cdot 10^{-6}$	$1,52 \cdot 10^{-6}$	$0,51 \cdot 10^{-6}$
$2 \cdot 10^{-5}$	c	$2,32 \cdot 10^{-5}$	$2,36 \cdot 10^{-5}$	$2,01 \cdot 10^{-5}$
	s	$3,15 \cdot 10^{-6}$	$2,33 \cdot 10^{-6}$	$0,90 \cdot 10^{-6}$



1. ábra. Klorid-ion kalibrációs görbéje

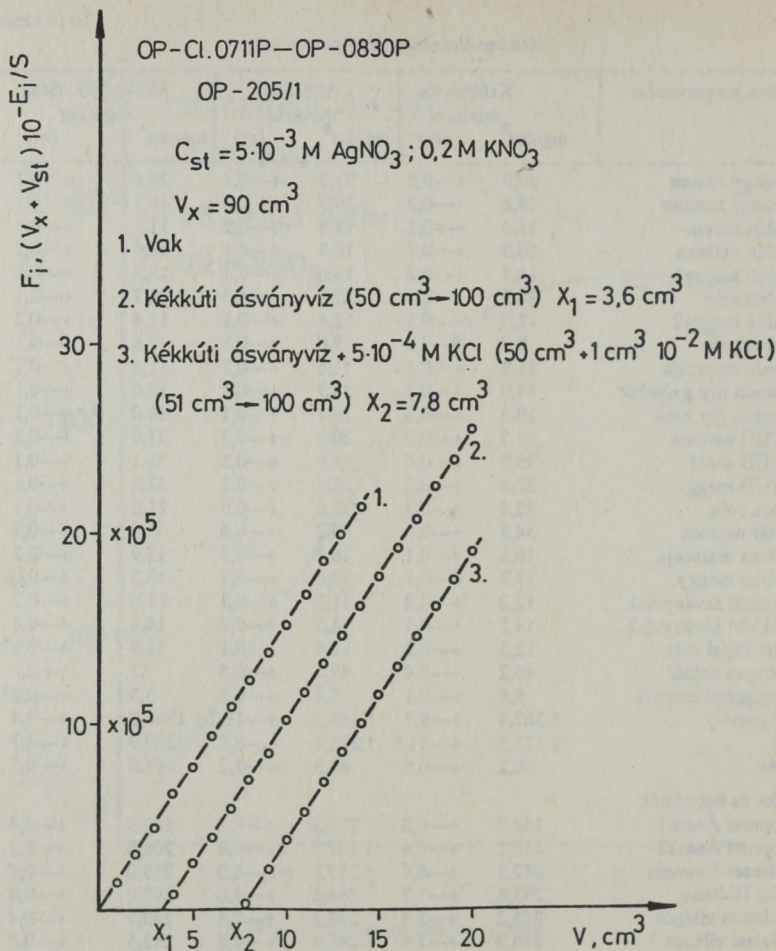
Gran-féle értékelés szolgáltat jól reprodukálható és pontos eredményeket. A kidolgozott módszert különböző élelmiszerek (tej, üdítő, ásványvíz, sör, bor) klorid-ion koncentrációjának meghatározására használtuk. A minta előkészítése az alábbi volt: 50 cm³ vizsgálandó mintához 1 cm³ 65%-os salétomsavat adunk, ezután az oldatot enyhén forraljuk (széndioxid és szulfid eltávolítása), szükség szerint (pl. tej) szűrjük.

A vizsgált élelmiszerek három értékelési módszerrel kapott klorid-ion meghatározási eredményeit a 2. táblázatban foglaltuk össze. A mérési eredmények regressziós analízise is igazolja, hogy mind a három értékelési módszer egyező eredményt szolgáltat. A direkt potenciometriás mérőmódszert főleg alacsony klorid-tartalmú minták vizsgálata esetén javasoljuk.

Élelmiszerek klorid tartalmának meghatározására az esetek többségében argentometriás tit-

Néhány élelmiszer klorid-tartalma

Minta megnevezése	Kalibrációs módszer		Addíciós módszer		Módosított Gran módszer	
	mg/dm ³	(x ₁)	mg/dm ³	(x ₂)	mg/dm ³	(x ₃)
Gyöngy citrom	20,9	+0,2	21,2	+0,4	20,4	+0,1
Gyöngy narancs	19,8	+0,2	19,9	+0,3	19,7	+0,1
Rubin citrom	11,4	+0,1	11,4	+0,2	11,3	+0,1
Rubin narancs	10,8	+0,2	10,8	+0,1	10,6	+0,2
Rubin meggy1	13,5	+0,2	13,6	+0,2	13,3	+0,2
Rubin kiwi	20,9	+2,3	27,0	+4,3	26,7	+0,1
Rubin meggy2	12,5	+0,1	12,6	+0,1	12,4	+0,2
Traubisoda	9,7	+0,1	9,8	+0,1	9,6	+0,1
Rubin maracuja	11,9	+0,1	11,6	+0,2	11,6	+0,2
Canada dry gyömbér	14,0	+0,2	13,7	+0,1	13,6	+0,1
Canada dry tonic	10,3	+0,1	10,1	+0,1	10,0	+0,1
ETÜD narancs	21,3	+0,2	20,9	+0,2	21,0	+0,1
ETÜD szőlő	33,5	+0,4	33,0	+0,3	33,1	+0,1
ETÜD meggy	32,9	+0,3	32,4	+0,3	32,3	+0,1
Coca cola	22,4	+0,3	21,6	+0,5	21,8	+0,1
Sztár narancs	34,5	+0,4	35,2	+0,6	35,0	+0,3
Márka maracuja	16,3	+0,1	16,1	+0,3	15,9	+0,2
Márka meggy	13,9	+0,1	13,6	+0,1	13,5	+0,03
Kékkúti ásványvíz1	12,2	+0,2	11,3	+0,3	11,0	+0,2
Kékkúti ásványvíz2	14,5	+0,1	14,5	+0,2	14,5	+0,1
Diet Pepsi cola	12,5	+0,1	12,6	+0,1	12,3	+0,02
Narancs netár	46,2	+0,4	45,4	+0,6	43	+0,2
Veszprémi csapvíz	5,4	+0,1	5,4	+0,1	5,3	+0,05
tej (tartós)	1.362,4	+9,7	1.363,3	+11,7	1360,0	+3,4
tej	1.225,2	+11,3	1.223,4	+8,6	1220,0	+4,2
méz	50,2	+0,6	45,3	+1,2	42,8	+0,1
Sör- és borminták						
Soproni Ászok1	163,2	+0,8	160,2	+0,5	160,5	+0,4
Soproni Ászok2	210,2	+0,4	207,2	+0,8	206,6	+0,2
Pilsener Holstein	252,5	+0,6	253,8	+1,3	253,0	+0,5
Bier Holstein	295,6	+1,2	284,1	+1,6	293,0	+0,4
Balatoni világos	245,2	+2,4	243,2	+2,8	243,7	+0,4
Kinizsi világos	246,2	+1,8	245,4	+1,8	242,5	+0,5
Fehér bor (Bad. ÁG)	60,2	+0,4	56,8	+0,8	51,7	+0,4
Vörös bor (Bad. ÁG)	42,2	+0,3	44,6	+0,5	44,0	+0,1
Pezsgő (Törley)	53,6	+0,6	54,2	+0,7	52,5	+0,2
Fehér bor1	68,8	+0,6	65,8	+0,8	68,1	+0,2
Fehér bor2	64,4	+0,4	63,2	+1,2	62,4	+0,1
Fehér bor3	67,2	+0,5	62,4	+0,6	64,8	+0,2
Fehér bor4	65,3	+0,3	64,4	+1,5	64,0	+0,2
	x1=	f(x ₁)	x2=	f(x ₂)	x1=	f(x ₂)
0-d fokú együttható	-1,042		-0,332		-0,697	
elsőfokú együttható	0,998		0,998		0,999	
korrelációs együttható	0,99998		0,99999		0,99999	



2. ábra. Klorid-meghatározás indirekt titrálási görbéje módosított Gran-szerinti értékeléssel

rálást alkalmaznak. Ehhez példaként mutatjuk be a klorid indirekt potenciometriás, argentometriás meghatározását módosított Gran-szerinti értékeléssel. Két Kékkúti ásványvíz minta (eredeti és növelt klorid tartalmú) vizsgálata során kapott titrálási görbe a 2. ábrán található.

A titrálási görbék jól látható linearitása egyértelműen igazolja a Gran-szerinti értékelés megalapozottságát a klorid-ion meghatározása esetén is.

IRODALOM

- (1) Harzdorf C. Z., *Z. Anal. Chem.*, 23 (1974) 270.
- (2) Hulanicki A., *ISEs. Rew. Vol. 1* 207
- (3) Müller H., 3th. Sym. on ISEs., (1980) 279.
- (4) Selmer A., R., Orim A., *Analyst* 98 (1973) 412.
- (5) Weiss D., *Chemlisty*, 65 (1971) 805.
- (6) Van Loan J. C., *Anal. Chim. Acta*, 54 (1971) 23.
- (7) Hulanicki A., Augustowska Z., Trojanowisz M., *Chem. Anal. (Warsaw)*, 22 (1977) 955.
- (8) Jagner D., Aren K., *Anal. Chim. Acta*, 52 (1969) 491.
- (9) Reynold E., *Water Res.*, 7 (1971) 133.
- (10) Marshall G. B., Midgley D., *Analyst*, 103 (1978) 138.
- (11) Trojanowisz M., *Anal. Chim. Acta*, 151 (1983) 77.
- (12) Hara H., Wakizaka Y., Okazaki S., *Anal. Chem.*, 58 (1983) 77.
- (13) Tomlinson K., Torance K., *Analyst*, 102 (1977) 1.
- (14) Betier G., *Analysis*, 2 (1974) 722.
- (15) Anderputte K., *Anal. Chim. Acta*, 91 (1977) 113.
- (16) Papp E., Pungor E., *Anal. Chem.*, 246 (1969) 26.
- (17) Holsinger V., H., *J. Daing Sci.*, 50 (1967) 1189.
- (18) Harim M. J., *J. Food Technol.*, 21 (1986) 559.
- (19) MSz 9476—76, „Borok kloridtartalmának meghatározása”.
- (20) Nguyen Hung, Siska E., Adányiné Kisbocksói N. és Molnár P.: *ÉVIKE* 35 (1989) 4.

IONSZELEKTÍV ELEKTÓDOK ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALÍTIKÁBAN IV. KLORID-ION MEGHATÁROZÁSA

NGUYEN HUNG, ADÁNYINÉ KISBOCSKÓI NÓRA, MOLNÁR PÁL

Közleménysorozatunk negyedik részében beszámoltunk a klorid-ion meghatározásával kapcsolatos módszertani kísérleteinkről, valamint modelloldatokban és egyes folyékony élelmiszerekben (üdítők, ásványvizek, csapvíz, tej, sör, bor, pezsgő és méz) kapott mérési eredményeinkről. Egyúttal vizsgáltuk a klorid-mérés pontosságát és reprodukálhatóságát a kalibrációs, addíciós és a módosított Gran értékelő eljárással. Példaként mutattuk be a klorid-ion indirekt potenciometriás, argenometriás meghatározását két Kékkúti ásványvízmintában a módosított Gran-szerinti értékeléssel.

USE OF IONSELECTIVE ELECTRODES IN FOOD ANALYTICS IV. DETERMINATION OF CHLORIDE-ION

NGUYEN, H., ADÁNYI-KISBOCSKÓI, N., MOLNÁR, P.

The authors reported on methodological tests of determination of Chloride-ion in the fourth part of series. They reported on survey data of model solutions and of certain liquid foodstuffs (soft drinks, mineral waters, milk, beer, wine, champagne and honey) as well. They examined the accuracy and reproducibility of determination of chloride-ion by means of the calibrational, the additional and the modified Gran-method. They demonstrated the indirect potentiometrical, argentometrical determination of chloride-ion in two mineral water „Kékkúti” samples with the Gran-method.

ANWENDUNG DER IONSELEKTIVEN ELEKTRODEN IN DER LEBENSMITTELANALYTIK IV. BESTIMMUNG DES CHLORID- IONS

NGUYEN HUNG, N. K. ADÁNYINÉ, P. MOLNÁR

Im vierten Teil der Publikationsreihe wurde über unsere methodischen Experimente zur Bestimmung des Chlorid-Ions sowie über Messergebnisse in Modelllösungen und in ausgewählten flüssigen Lebensmitteln (alkoholfreie Erfrischungsgetränke, Mineralwasser, Leitungswasser, Milch, Bier, Wein, Sekt und Honig) berichtet.

Gleichzeitig wurden die Präzision und Reproduzierbarkeit der Chlorid-Bestimmung mit dem Kalibrierungs-, Additions- und modifizierten Auswertungsverfahren nach Gran untersucht. Als Beispiel konnte die indirekte potentiometrische, argoentometrische Bestimmung des Chlorid-Ions in zwei Mineralwasserproben „Kékúti“ mit dem modifizierten Auswertungsverfahren nach Gran vorgestellt werden.

ПРИМЕНЕНИЕ ИОН СЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ В АНАЛИТИКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИД-ИОНОВ

X. Нгуен, Н. Аданинэ Кишбочкаи, П. Молнар

In der vierten Teil der Reihe dieser Artikel berichten die Autoren über methodische Experimente zur Bestimmung von Chlorid-Ionen sowie über Messergebnisse in Modelllösungen und in ausgewählten flüssigen Lebensmitteln (alkoholfreie Erfrischungsgetränke, Mineralwasser, Leitungswasser, Milch, Bier, Wein, Sekt und Honig). Neben dem Kalibrierungs-, Additions- und modifizierten Auswertungsverfahren nach Gran wird die indirekte potentiometrische, argoentometrische Bestimmung des Chlorid-Ions in zwei Mineralwasserproben „Kékúti“ mit dem modifizierten Auswertungsverfahren nach Gran vorgestellt.

MÓDSZERISMERTETŐ Szerkeszti: Draskovics Imelda

Az ÉVIKE e számától kezdődően új módszertani sorozat indul. A sorozat célja a lap szerkesztőinek szándéka szerint, hogy megismertesse a T. Olvasóit a jelenleg Nyugat-Európában használt legfontosabb vizsgálati módszerek részletes magyar nyelvű leírásával.

E lap hasábjain is jelentek meg közlemények, amelyek az Európa felé nyitás fontosságát az arra való felkészülés számos elemét és részleteit taglalták, kiemelve a minőségüggyel összefüggő kérdéseket.

A módszertani sorozat e kérdéskör egyik fontos területének, a vizsgálati módszerek részletes ismertetésének kíván lehetőséget adni.

A választás a nyugatnémet módszercsőnyvben (Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 35 LMBG) leírt módszerekre esett, azért mert ez tartalmazza legteljesebben a Közös Piac országáiban alkalmazott analitikai módszereket, illetve eltérés esetén az azokra való utalást.

Természetesen illuzórikus lenne egy negyedévenként megjelenő folyóiratban az élelmszeranalitikáról a maga bonyolultságában felölelő teljes képet adni. Ezért a sorozat inkább abban kíván tájékoztatni, hogy az alapul vett nyugatnémet (közös piaci) hivatalos módszer melyen vizsgálati eljárást tartalmaz, ez mennyiben tér el vagy egyezik meg a hazai szabványok, a svájci és az amerikai módszerleírásoktól. Az összehasonlítás alapja az MSZ, a Schweizerisches Lebensmittelbuch és a Methods of Association of Official Chemists (AOAC) módszerleírásai.

A sorozat indulásaként két módszerleírás fordítását közöljük a Nyugatnémet Módszercsőnyvből. A későbbiekben igyekszünk úgy válogatni, hogy az ismertetések képet adjanak mind a klasszikus kémiai összetételi jellemzők, mind a szennyező anyagok, mind a táplálkozástudományi szempontból fontos összetevők vizsgálatáról.

Paradicsomsűrítmény káliumtartalmának meghatározása (AAS vagy lángfotometriás eljárás)

L26.11.03—10a

1988. december

1. Az alkalmazás köre

Az eljárást kell alkalmazni bármely koncentrációjú paradicsomsűrítmény és azt tartalmazó termék esetében.

2. Alapelv

A mintát elhamvasztjuk és a hamuban a káliumot atomabszorpciós spektrometriával vagy lángfotometriával határozzuk meg.

3. Vegyszerek

Kalcium-karbonát puriss. Kálium-klorid p.a. Magnézium-klorid. 6H₂O p.a. Nátrium-klorid puriss. Sósav 30 s %-os¹, puriss. Víz, kétszer desztillált. Hidrogén-peroxid 30 s %-os.

Oldatok

Sósav 10 s %-os, kétszer desztillált vízzel készítve.

Eszközök

Háromláb

Exsziikkátor, szárítónyaggal. Mérőlombikok, 100 ml-es, 1000 ml-es. Mérőpipetták, 5 ml-es, 10 ml-es. Tokoskemence 500 °C-ra állítható. Kvarccsészék, 40 mm magas, Ø kb. 60 mm.

Teklu-égő

Tégelyfogó platinasaruval. Kerámiaháromszög. Tölcsérek Ø 40 mm, Ø 55 mm. Szárítószekrény 105 °C-ra állítható. Pipetták 1, 2, 5 és 10 ml-es.

5. Mintavétel és a minta előkészítése.²

Egy vagy több teljesen zárt csomag tartalmát használjuk fel úgy, hogy az átlagminta lehetőleg 200 g-ot tegyen ki. A mintát zártan, 2—6 °C-on, sötétben kell tárolni, hogy a változástól megvédjük. Elemzés előtt a minta egyenletesen szobahőmérsékletű legyen. Szükséges előzetes átkeverés kézi erővel.

6. Végrehajtás

6.1 A vizsgálandó oldatok elkészítése

Kvarccsészébe 10 g-nyi mintát 1 mg pontossággal kell mérni. A mintát a csésze alján egyenletesen kell szétteríteni. 105 °C-ra beállított szárítószekrényben 2—3 óras szárítás következik. Ezután óvatosan kell hamvasztani Teklu-égő felett. Az így nyert izzítási maradékot 500 °C-os tokoskemencében gyakorlatilag fehér maradék eléréséig kell izzítani. Ha a maradék nem lesz

1) s=tömegrész

2) a mintavételi-vizsgálat terve a hatósági gyűjtemény keretében még nem áll rendelkezésre

fehér, akkor lehülés után néhány csepp hidrogénperoxiddal kell felvenni, majd óvatos bepárlás után ismételt 500 °C-os izzítás következik.

Az izzítási maradékokat 10%-os sósavval vesszük fel és mennyiségileg 100 ml-es mérőlombikba vesszük át. Kétszer desztillált vízzel jelig töltjük fel. Átkeverés után az oldat 10 ml-ét vesszük ki és 100 ml-es mérőlombikba ismét kétszer desztillált vízzel jelig töltjük.

Ezt az oldatot használjuk a 6.2., ill a 6.3. szakaszokban leírt vizsgálatokhoz.

6.2. Lángfotometria

6.2.1. A készülékkel kapcsolatos feltételek

A meghatározás végrehajtásának feltételei a készülék-gyártók kézikönyvében található.

A legkedvezőbb vizsgálati feltételeket (a lángot adó gázelegy összetétele, gáznomás mérési tartomány, erősítő beállítása, stb.) tájékozódó előkísérletekkel kell beállítani.

6.2.2. A hígító oldat elkészítése (lásd a megjegyzéseket)

A hígító oldat készítéséhez 8 mg NaCl-ot, 21 mg CaCO₃-ot és 100 mg MgCl₂·6H₂O-t, mind-egyiket 0,1 mg pontossággal mérünk 1000 ml-es mérőlombikba, 100 ml 10%-os sósavat adunk hozzá és kétszer desztillált vízzel jelig töltjük.

6.2.3. A kalibráló oldat készítése

6.2.3.1. Törzsoldat

A törzsoldat készítéséhez 105 °C-on szárított, 572 mg KCl-ot 0,1 mg pontossággal 100 ml-es mérőlombikba mérünk és a 6.2.2. szakaszban leírt hígító oldattal jelig töltjük. Ez az oldat 100 ml-ben 300 mg K-ot tartalmaz.

6.2.3.2. Kalibráló oldat

A kalibráló oldat elkészítéséhez 100 ml-es mérőlombikba egyenként 1, 2, 3, 5, 8, 10 ml törzsoldatot mérünk és a hígító oldattal (6.2.2.) jelig töltjük mindegyiket. Az oldatok 3, 6, 9, 15, 25, 30 mg K-ot tartalmaznak 100 ml-ben.

Ezekkel az oldatokkal kalibrációs görbét készítünk grafikusán vagy regressziószámítás útján ($y = \text{mg K}/100 \text{ ml}$, $x = \text{jelnagyság}$).

6.2.4. Meghatározás

A 6.1. szakasz szerint készült vizsgálandó oldatot lángfotométerrel mérjük és a jel nagyságot (skálaosztást) leolvassuk. Ebből a 6.2.3. szakasz szerint felvett kalibrációs görbe segítségével a vizsgált oldat káliumtartalmát mg/100 ml-ben meghatározzuk (a).

6.2.5. Számítás

A paradiocsomsűrítmény káliumtartalmát w -t mg/100 g-ban kifejezve a következő képlettel számítjuk:

$$W = \frac{a \cdot 1000}{m}$$

ahol

a a kalibrációs görbén leolvasott, vagy a regressziós egyenessel számított káliumtartalom a vizsgált oldatban (lásd a 6.2.3.2. szakaszt)

m paradiocsomsűrítmény-bemérés g-ban

6.3. Atomabszorpciós spektrometria

6.3.1. A készülékkel kapcsolatos feltételek

Atomabszorpciós spektrofotométer égőfejjel, Digitális mérő- vagy fró-készülék, K-vájtatód-lámpa.

Vizes oldatok láng-AAS-es K-meghatározásának feltételei a készüléket gyártó kézikönyvében található. Előnyös hidrogén-levegőlággal a 404,7/404,4 mm-es duplettnél dolgozni.

6.3.2. A hígító- és a kalibráló oldat készítése a 6.2.2. és a 6.2.3. szakaszokkal egyezően történjen.

6.3.3. Meghatározás

A 6.1. szakasz szerint készült vizsgálandó oldatot az AAS-készülékkel mérjük és a jel nagyságot leolvassuk. Ebből a kalibrációs görbe segítségével az oldat K-tartalmát mg/100 ml-ben (a) határozzuk meg.

6.3.4. Számítás

A paradicsomsűrűtmény káliumtartalmát a w mg/100 g-ban a következő képlet alapján számítjuk:

$$W = \frac{a \cdot 1000}{m}$$

ahol

a a kalibrációs görbén leolvasott, vagy a regressziós egyenessel számított káliumtartalom a vizsgált oldatban (lásd a 6.2.3.2. szakaszt)

m paradicsomsűrűtmény-bemérés g-ban

7. Kiértékelés

7.1. Az eljárás megbízhatósága

7.1.1. Ismételhetőség (r)

$r=65$ mg/100 g, $s(r)=\pm 23$ mg/100 g

7.2. Összehasonlíthatóság (R)

$R=142$ mg/100 g, $s(R)=\pm 50$ mg/100 g

8. Vizsgálati bizonylat

A vizsgálati bizonylatban erre az eljárásra való utalással meg kell adni:

- a termék pontos megnevezését,
- a mintavétel helyét, idejét és módját,
- a csomagolási nagyságot,
- a tárolóedény megnevezését,
- az alkalmazott készülék (lángfotométer vagy AAS) megnevezését,
- az egyes mért adatokat, adott esetben a középértéket és a szórást,
- a vizsgálat idejét.

9. Megjegyzés

A paradicsomsűrűtményben vagy lében a kálium mellett jelenlevő nátrium, kalcium és magnézium elemek jelentősen befolyásolják a lángfotometriás kálium-meghatározást és ezért hitelesítő görbe felvételekor erre figyelemmel kell lenni.

Ez történik a hígítóoldat alkalmazásával, amelynek összetétele a paradicsomlé, illetve sűrűtmény említett összetételén alapul.

Jóllehet a láng-AAS-t ezek az összetevők kevésbé zavarják, mint a lángfotometriás meghatározást, ajánlatos láng-AAS vizsgálat esetén is ezt a hígítóoldatot alkalmazni.

GABONAALAPÚ ÉLELMISZEREK OLDHATATLAN, SZERVES BALLASZTANYAGAINAK MEGHATÁROZÁSA

Módosított semleges-detergens -eljárás ∞ -amiláz kezeléssel kiegészítve Roberston és van Soest szerint

L 16.00—01

1985. május

1. A cél és az alkalmazás köre

Ez a hatósági eljárás rutinmódszer gabonaalapú élelmiszerek oldhatatlan, szerves ballasztanyagainak meghatározására.

2. Fogalom

Az 1. szakaszban nevezett termékek oldhatatlan, szerves ballasztanyagai alatt az itt leírt eljárás szerint túlnyomóan cellulóz, oldhatatlan hemicellulózok és lignin meghatározott részarányát értjük. Az oldható, szerves ballasztanyagokat: a pektint, a növényi mézgát stb. nem határoztuk meg.

Az oldhatatlan, szerves ballasztanyag-tartalmat g/100 g-ban adjuk meg.

3. Rövid leírás

Az aprított élelmiszermintát semleges-detergens-oldattal és hőálló α -amiláz hozzáadásával tárjuk fel. Kimosás, szárítás és hamvasztás után az oldhatatlan, hamumentes maradék és az oldhatatlan, szerves ballasztanyag-tartalom mértékét különbségméréssel határozzuk meg.

4. Vegyszerek

Amíg más nincs megadva, addig analitikai tisztaságú vegyszereket kell használni. A vizet vagy desztillálni kell, vagy annak megfelelő tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Aceton

4.2. Petróleumbenzin

4.3. Semleges-detergens-oldat

„a” oldat: 6,8 g dinátrium-tetraborát-10 hidrát és 4,6 kristályvízmentes dinátrium-hidrogén-szulfát, 222 ml meleg vízben oldva. Ezután 19,7 g etilén-dinitro-tetraecetsv-dinátriumsót (di-hidrát) adunk hozzá.

„b” oldat: 30,0 g dodecil-nátrium-hidrogén-szulfát 778 ml vízben oldva.

A semleges-detergens-oldat előállítására az „a” és „b” oldatot elővigyázatosan elegyítjük és ezt követően 10 ml etilén-glikol-monoetilétert adunk hozzá.

24 órás állás után a pH-értéket ellenőrizni, és ha szükséges 6,9—7,1-re beállítani szükséges.

Utalás:

A semleges-detergens-oldat tárolásakor 20 °C alatt a detergens kiválik. A kivált detergenst kb. 60 °C-ra történő felmelegítésével ismét oldatba lehet vinni.

4.4. Amiláz-oldat

2 g α -amiláz, Bacillus subtilisből, 50—100 U/mg¹/ 90 ml hideg vízben oldva és (az 5.2. szakasz szerinti) szűrőn szűrve. Ezt követően 10 ml etilén-glikol-monoetilétert adunk hozzá. Az oldat 4 °C-on legalább 4 hétig eltartható.

Utalás:

Abból a célból, hogy a Bacillus subtilis eredetű α -amiláz-preparátumoknál alkalmasint jelenlevő, az elemzést zavaró hemicellulóz-mellékfolyamatot egyértelműen korlátozzuk, ajánlatos a kipróbált Sigma- α -amiláz Nr. A 1278 Type XI—A-t használni. Más Bacillus subtilis α -amilázokat tekintettel a végeredményre ehhez kell mérni.

4.5. Jód-oldat, c=0,05 mol/l (0,1 n²)

5. Készülékek és segédanyagok

5.1. pH-mérőkészülékek pH-mérőlánc (üveg- és vonatkozási elektródok vagy kombinált elektródok)

5.2. Gyorsan szűrő, mennyiségi elemzésre szolgáló hamumentes szűrőpapír (pl. feketesávú Schleicher és Schüll Nr 589¹ vagy ezzel egyező), Ø 12,5 cm.

5.3. Laboratóriumi malom 0,5 mm-es rostabetéttel vagy más laboratóriumi malom, amely lehetővé teszi 0,5 mm-es, vagy annál kisebb részecskeméretre történő teljesen homogén mintaap-rítást.

5.4. Melegítőlap, fokozatmentesen beállítható.

5.5. Főzőpohár, 250 ml-es magas alakú, vagy 200 ml-es NS 29-es csiszolatú Erlemeyer-lombik.

5.6. NS 29 csiszolatú visszafolyóhűtő.

5.7. Óraüveg, Ø 7 cm.

5.8. Szűrőtégely (üveg vagy kvarcszűrőlappal D 4), 50 ml-es vagy az 5.2. szakaszban leírt papírszűrőhöz tölcser.

5.9. Szárítószekrény, amely alkalmas 103 °C⁺ 2 °C hőmérséklet tartásra.

5.10. Exszikkátor

5.11. Tégelykemence, 500—520 °C-ra beállítható.

1) Az enzim mennyiségét 1 Nemzetközi egységben (IU) adják meg, ami szabványos feltételek mellett —25 °C hőmérséklet mellett — percenként 1/μ mol szubstrátum átalakítását katalizálja.

2) c = anyagkoncentráció

6. Mintavétel

6.1. Mintavételi vizsgálati terv (hatósági gyűjtemény keretében még nem áll rendelkezésre)

7. Végrehajtás

7.1. A minta előkészítése

A vizsgálandó élelmiszerből vett reprezentatív mintát — adott esetben előzetes szárítás után — laboratóriumi malomban maradék nélkül — 0,5 mm-es részecskeméretűre aprítjuk és jól átkeverjük.

7.2. Meghatározás

Az aprított minta pontosan 0,5 g-nyi mennyiségét 250 ml-es főzőpohárba vagy 200 ml-es Erlenmeyer-lombikba mérjük, majd 50 ml semleges-detergens-oldattal látjuk el és melegítőlapon (Erlenmeyer-lombik visszafolyó hűtővel!) óvatosan melegítjük forrássig, az erős habzást kerülni kell.

Megjegyzés: 10 %³⁾-ot meghaladó zsírtartalmú mintákat bemérés után, a detergensnek hozzáadása előtt, hidegen zsírtalanítjuk 2—3-szoros petróleumbenzin felöntéssel, amelyet minden egyes ülepítés után óvatosan dekantálunk. Az oldószermaradékokat hagyjuk elpárologni.

Amint a szuszpenzió egyenletesen forr, akkor a főzőpoharat óráüveggel lefedjük és 30 percig továbbmelegítjük. Az egyenletesen maradó, nem túl erős forrásra ügyelni kell.

Ezután a főzőpoharat vagy az Erlenmeyer-lombikot a melegítőlapról azonnal levesszük és az edény belső faláról 50 ml semleges-detergens-oldattal — a falhoz tapadó szilárd anyagrészeket gumi törleleszközzel — lemossuk. 2 ml amilázoldat hozzáadása után ismét forrásig melegítjük.

Az újbóli forrás kezdetétől számított 60 perc után a főzőpohár vagy az Erlenmeyer-lombik tartalmát még melegen, előzetesen 103 °C ± 2 °C-on szárított és pontosan lemért üvegszűrő-lappal ellátott szűrőtégelyen szűrjük. Igen lassú szűrés esetén gyenge szívatást alkalmazunk.

A szűrőtégely tartalmát a semleges-detergens-oldat kimosására meleg vízzel mossuk addig, amíg a lejövő szűrlet már nem habzik. Ezután 30 ml 80 °C-os vizet és 2 ml amiláz-oldatot adunk a tégelybe, 15 percig állni hagyjuk és ezt követően leszívattjuk. A teljes keményítő-lebontás ellenőrzésére a szűrőn maradt anyagra 1—2 csepp jóoldatot adunk. Felületének nem szabad kékbolyára színeződnie, egyes mintegy 0,1 mm nagyságú sötét részecske elhanyagolható. Ezt követően a maradékot kétszer 30 ml forró vízzel mossuk és háromszor 15—15 ml acetonnal öblítjük.

A szűrésre előre szárított, lemért, hamumentes szűrőpapír is alkalmazható megfelelő analitikai tölcsérrel. A szűrőn levő maradék 15 perces amiláz-utókezelése alatt a tölcsér szárát zárjuk le. A további kezelés úgy történik, mint a szűrőtégely esetében.

Utalás:

Nem megfelelő szűrés (a tégely, ill. a szűrő eldugulásakor), valamint jelentősen pozitív jódteszt esetén a szűrőn lévő anyagot el kell távolítani és új elemzést kell kezdeni. A szűrőtégelybe kitarált finom üvegyapot betéttel a nehezen szűrhető, ballasztzegény minták szűrését megkönnyíthetjük, továbbá az üvegszűrőlap eltömődését csökkenthetjük.

A szűrőtégelyt vagy a szűrőpapírt egy éjszakán át 103 °C ± 2 °C-on szárítjuk, majd exsikkátorban szobahőmérsékleten hagyjuk lehűlni és mérjük. A száraz maradékot a szűrőtégelyben vagy a kiszárított szűrőpapírt megfelelő hamvasztó tégelyben 500—520 °C hőmérsékletű tégelykemencében elhamvasztjuk, exsikkátorban, szobahőmérsékleten hagyjuk lehűlni és mérjük.

8. Kiértékelés

8.1. Számítás

A minta oldhatatlan, szerves ballasztanyag tartalmát w⁴⁾/g/100 g-ban kifejezve a következő egyenlet alapján számítjuk:

$$W = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{m_0}$$

3) tömeg %

4) w=tömegrész

ahol

m_1 a szűrőtégelyben vagy a szűrőpapíron (szárítás után) maradt tömeg g-ban

m_2 a hamu tömege g-ban

m_0 a bemért minta tömege g-ban

Az eredményt tizedesjegy nélkül adjuk meg.

8.2. Az eljárás megbízhatósága

A következő adatokat korpatartalmú müzli- és búzakorpa minták körvizsgálatával nyertük.

8.2.1. Ismételhetőség (r)

	korpatartalmú müzli	búzakorpa
r	1,7 g/100 g	1,8 g/100 g
s(r)	± 0,6 g/100 g	± 0,6 g/100 g

8.2.2. Összehasonlíthatóság (R)

	korpatartalmú müzli	búzakorpa
r	4,0 g/100 g	6,0 g/100 g
s(r)	± 1,4 g/100 g	± 2,1 g/100 g

9. Vizsgálati bizonylat

A vizsgálati bizonylatban erre a hatósági eljárásra történő utalással legalább a következőket kell közölni:

- a minta megnevezését, származását, jelölését,
- a mintavétel módját és idejét,
- a beérkezés és a vizsgálat idejét,
- a vizsgálat eredményét.

Az indokolást, ha ettől a hatósági eljárástól eltértek.

10. Tájékoztató és utalások

A hatósági gyűjtemény bevezető részében az „Útmutató az eljárások szerkesztéséhez” keretében közölt általános tájékoztatásra utalunk.

Ezt a hatósági eljárást a „Dietetikus élelmiszeriparban bejegyzett szövetség egyesülete” a „Tápérték-jelölés rendeletének megfelelő termékek” munkabizottsága dolgozta ki és a szövetségi egészségügyi intézmények részvételével végzett körvizsgálattal ellenőrizték.

11. Irodalom

Robertson, J. B., von Soest, J. P.: *J. Anim. Sci. (Suppl. 1.)*, 254 (1977)

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

WEHLING, R. L., PIERCE, M.M.: *A Cheddar sajt nedvességtartalmának meghatározása közeli infra reflektációs spektroszkópiás módszerrel* (Determination of Moisture in Cheddar Cheese by Near Infrared Reflectance Spectroscopy)

J. ASSOC. OFF. ANAL. CHEM. 71 (1988) 3, 571—574

A közeli infra reflektációs (NIR) spektroszkópiás eljárást alkalmazták a Cheddar sajt nedvességtartalmának meghatározására, többszörös lineáris regressziós analízissel, három hullámhossz kalibrációval, hagyományos szűrő monokromátoros készülékkel.

A módszer alkalmazhatóságának értékelésére összehasonlították az így mért adatokat a hagyományos szárítószekrényben végzett eljárás adataival. A módszerek közti korrelációs együttható négyzete 0,92, a módszer standard hibája (SEP) 0,38%. A spektroszkópiás jelet a minta hőmérséklete szignifikánsan befolyásolja. Feltehetőleg azért, mert a hőmérséklet változás hatására részben a víz abszorpciós koefficiense, részben a sajt minta fizikai állapota változik és ezek a minta reflektivitását befolyásolják. Ezért igen fontos, hogy a NIR meghatározás előtt a minta hőmérséklete kiegyenlített legyen. A hűtőben tárolt mintát engedjük szobahőmérsékletre felmelegedni, és a spektrumát a mintarészlet készülékbe való helyezését követően azonnal vegyük fel.

A sajt érettsége (érelési ideje) is befolyásolhatja a NIR karakterisztikáját. A 200 napon túl érlelt sajtknál ez a hatás még erősebb, bár kalibrális segítségével elég hosszú érlelési időtartamon belül ez a hatás kiküszöbölhető.

A módszer előnye a hagyományos szárításos eljárással szemben, hogy közvetlen, gyors és roncsolásmentes nedvesség, zsír, fehérje és egyéb anyag meghatározást tesz lehetővé szilárd és félig szilárd anyagokban.

A meghatározáshoz alkalmazott készülék: Technicon InfraAlyZerTM 300 C NIR spektrométer (Technicon Systems, Tarrytown, NY). Előzetesen 10 különböző hullámhosszon (1445—2310 nm) mérnek, ezekből az adatokból választják ki azt a spektrumot illetve 3 hullámhosszot, amely a nedvességtartalom meghatározásához a legmegfelelőbb. Ez a Cheddar sajt esetében 1818, 1734 és 1445 nm. A NIR módszer 39% nedvességtartalomig alkalmazható. A Cheddar sajt esetében ez egyben az USA-ban megengedett maximális nedvességtartalom.

Visi Gy.
(Kaposvár)

WERDMULLER, G.A., BOESMA, S.: *A vaj vizsgálati eredmények értékelésére, felülvizsgálatára szolgáló interlabor tesztprogram* (Continuous Interlaboratory Test Program for Monitoring the Quality of Analytical Results in Butter)

J. ASSOC. OFF. ANAL. CHEM. 71 (1988) 3, 575—578

Csaknem 25 éve annak, hogy Hollandia központi országos laboratóriuma bevezetett egy folyamatos programot az élelmiszer termékek minőségellenőrzésére. A termékek analizését egyedi (magán) laboratóriumokban végzik, de az országos laboratórium ellenőrzi azt. Ez biztosítja, hogy az egyes laborok a megfelelő analitikai módszereket megfelelően hajtják végre, és az analitikai eredmények összehasonlíthatók.

Minden hónapban 3,5 kg vajat gondosan homogenizálnak és 150 grammos adagokba kimérik. Minden, a vizsgálatban résztvevő laboratórium 2—2 mintát kap, és a napi mintáikkal együtt ezeket a teszt mintákat is megvizsgálják. A teszt mintákat a központi laboratóriumban is elemzik. A meghatározásokhoz (víz, zsír, só tartalom) gyors, szabványos módszereket alkalmaznak. A vizsgálati eredményeket a központi laboratóriumba küldik, ahol az adatokat statisztikusan értékelik. Meghatározzák az egyes laboratóriumi eredmények eltérését az átlagtól, a laboratóriumon belül a mérés reprodukálhatóságát (egy adott időtartamon belül), az egyes laborok közti reprodukálhatóságot. A tapasztalatok szerint ez a kettő igen közel esik egymáshoz. Ha az eltérések esetleg nagyobbak, a laborok felülvizsgálhatják az elemzés környezeti körülményeit, az egyes lépéseket. Minden évben összesítő jelentést készítenek és az eredményeket grafikusán is ábrázolják. Összesítés készül öt évenként is.

Visi Gy.
(Kaposvár)

GOLDEN, D.A., BEUCHAT, L.R., BRACKETT, R.E.: *A Listeria monocytogének detektálási módszereinek történelmi áttekintése* (Direct Plating Technique for Enumeration of Listeria monocytogenes in Foods)

J. ASSOC. OFF. ANAL. CHEM. 71 (1988) 3, 644—646

A Listeria monocytogének kicsiny, esetlegesen anaerob, rúd alakú (bacillus alakú) baktériumok,

melyek számos helyen előfordulnak a környezetben. A 20. század elejétől ismeretes, hogy számos fertőzés okozója az emberi és állati szervezetben a *Listeria*. Ennek különböző fajait — *Bacillus hepatitis*, *Bacterium monocytogenes*, *Listerella hepatolitica*, stb. — izolálták nyulak, egerek májából és jellemezték. A *Listeria* törzsek közül az *L. ivanovii* csak ritka esetben humán-patogén. Humán patogén szempontból a *Listeria monocytogenes* a legjelentősebbek. A *Listeria* törzseket a következő biokémiai reakciók szerint különböztetik meg: nitrát reakciója, manna cukor fermentáció és a CAMP teszt.

A *Listeria* törzsek izolálására több lehetőség kínálkozik. Klinikai mintákból egy nem szelektív környezetben való lefagyasztás előzi meg az izolálást (hideg dúsítási technika). Az erősen szennyezett környezetekből különböző szelektív reagensekkel — káliumtellurit, nitrofurán vegyületek, pl. guanofuracín, furacín és furadatin, kloramfenicilsó, amfotericin és polymycin B — izolálják a *Listeria* törzseket.

Az U.S. Food and Drug Administration a különböző élelmiszerekből történő izolálásra fejlesztett ki módszert. A 25 g terméket 225 g *Listeria* dús táptalajba (LEB) dúsítják. A LEB tripszines, szója alapú táptalaj, melyhez 0,6% keményítő kivonatot, 50 mg ciklo-hexamitot, 15 mg acriflavín-HCl-t és 40 mg nalidixin savat adnak, ezt 1 literre töltik fel. Ebben dúsítják a mintát 30 °C-on 24 óráig illetve 7 napig, majd izolálják a törzseket. Ezt az izolálási eljárást többen módosították, az előbbiétől többé-kevésbé eltérő táptalajokon. A cikkben rövid összefoglalás van erről. A *Listeria* jelenlétének ellenőrzése az élelmiszerekben, a szennyezés mértékének ismerete igen fontos a közegészségügy szempontjából.

Visi Gy.
(Kaposvár)

PROSKY, L., ASP, N.-G., SCHWEIZER, T.F., DeVRIES, J.W., FURDA, I.: *Oldhatatlan, oldható és összes étkezési rostanyag meghatározása élelmiszerekben és élelmiszer termékekben: Körvizsgálat*

(Determination of Insoluble, Soluble, and Total Dietary Fiber in Foods and Food Products: Interlaboratory Study)

J. Assoc. Off. Anal. Chem. 71 (1988) 5, 1017—1023

13 laboratórium részvételével körvizsgálatot végeztek az élelmiszerek és élelmiszer termékek oldhatatlan (IDF), oldható (SDF) és összes rostanyagának (TDF) meghatározására. Az alkalmazott módszer alapvetően annak az enzimatis és gravimétriás eljárásnak a kombinációja, melyet a TDF meghatározására dolgoztak ki, és melyet az AOAC elfogadott hivatalos módszernek. A következő módosításokat alkalmazták: a vizsgálathoz használt foszfát puffer koncentrációját 0,05 M-ról 0,008 M-ra növelték, a nátrium-hidroxid koncentrációját 0,171 N-ről 0,275 N-ra változtatták, és foszforsav helyett sósavval dolgoztak. Így nincs szükség a savas termékek (pl.: gyümölcs velő) elemzésénél pH állításra (a nagyobb puffer kapacitás miatt).

A körvizsgálat során két-két párhuzamos vizsgálattal szójakivonatot, fehér búza lisztet, rozskenyeret, burgonyát, rizst, kukorica korpát, zabot, búzakupát, Fabulous rostot és nagy rost tartalmú gabonát analizáltak. Szárítás után a 10%-nál nagyobb zsírtartalom esetén a zsírt kioxtrahálták, a maradékot Termamyl-lal (hőre stabil -amiláz) elkoecsonyásították, és enzimatis eljárással eltávolították a fehérjét és keményítőt. A maradékot megszárták. A szárított maradt anyag az IDF. A szárletréből kicsapatták az SDF-t. A TDF önálló meghatározásával illetve az IDF és SDF összeadásával kapott TDF értékek variációs koefficiense 15 illetve 18%-nál jobb volt, kivéve a rizs és szójakivonat esetében, melyek csak 1% körüli TDF-t tartalmaznak. Az IDF variációs koefficiensek a Fabulous rost kivételével — ahol szűrési problémák adódtak — ugyancsak jók voltak. Az SDF variációs koefficiensei viszonylag magasak voltak, feltehetőleg a vizsgált termékek alacsony SDF tartalma miatt. A szerzők javasolják az AOAC módszer módosítását elfogadni.

Visi Gy.
(Kaposvár)

KARAM, L.R., SIMIC, M.G.: Besugárazott élelmiszerek vizsgálata, hidroxil gyököt tartalmazó biológiai jelző anyagok alkalmazása

(Detecting Irradiated FOODS: Use of Hydroxyl Radical BIOMARKERS)

Analytical Chemistry 60 (1988) 19, 1117A—1119A

A nemrég engedélyezett ionizációs besugárazási módszer egyre inkább terjed az USA-ban az élelmiszerek tartósítására. Ezért is szükséges olyan eljárás kifejlesztése, mellyel a besugárazás mértéke meghatározható. A post-irradiációs doziméter (PID) — azaz a besugárazást követően a sugárzás mértékét jelző doziméter — jól alkalmazható erre a célra. Az utólagos manipulálás lehetőségének kizárása érdekében a legbiztonságosabban olyan PID alkalmazható, amely szorosan hozzá tartozik a besugárazott termékekhez. Ezért a termékben előforduló olyan biológiai anyagot célszerű kiválasztani, mely az ionizációs sugárral reakcióba lép. A keletkező reakció termékkel jellemezhető a sugárzást. A biológiai jelző anyagot úgy kell megválasztani, hogy belőle a sugárzás hatására képződő termék rutin analitikai módszerekkel meghatározható legyen, valamint az élelmiszer tervezett tárolási időtartama alatt stabil legyen. Ilyen módszert mutatnak be a szerzők nyers húsról. Mivel a nyers húsnak több, mint 50%-a víz, az ionizációs sugárzás hatására a vízből szabad hidroxil gyök képződik és hidratált elektron, ezek a fehérjében lévő aminosavakkal reakcióba lépnek. A keletkező hidroxilezett termékek analitikailag meghatározhatók, és így belső doziméterként alkalmazhatók. A csirkehús esetében a besugárazás után kb. 5—10 mg mintát sósavval hidrolizálnak, trimetilszilillel könnyebben detektálható származékot állítanak elő az aminosavból, majd tömegspektroszkópiával összekapcsolt gázkromatográfiás vizsgálatot végeznek fused-silica kapillár kolonnán, szelektív ion monitoring módszerrel történő szétválasztás után, tömegszelektív detektorral. Elsősorban a fenil-alanin hidrolízisével keletkezett 2- és 3-hidroxil-fenil-alanin alkalmazható belső doziméterként.

Visi Gy.
(Kaposvár)

Méréstechnika a húsipari üzemek részére

(Wägetechnik für die Fleischbetriebe)

Lebensmitteltechnik (1989) 9, 494

A tömegellenőrzéses árfolyamat a vágástól kezdve a feldolgozáson és csomagoláson keresztül egészen az eladásig a húsiparban is a hatékony gazdálkodás egyik lényeges előfeltétele. A technológiai eljárásból következő veszteségek így minimalizálhatók és a gyártóberendezések kihasználtsága optimalizálható. Ezeknek a követelményeknek teljes mértékben megfelel a Giessenben gyártott Mettler elnevezésű gyártmányosorozat, melyből kiemeljük a zsírmeghatározási gyorsmódszert a tömegmérés alapján. A feldolgozási folyamaton belül a húsrészek zsírtartalmának meghatározási ideje lényegesen csökkenthető, maximálisan 3 percre. Az újonnan kifejlesztett műszer pontossága a hivatalosan elfogadott laboratóriumi módszerrel 1—2%-ban tér el. Mivel a friss hús zsírtartalma szoros korrelációban áll fajsúlyával, annak mérése és számítása egyszerű. Ennek megfelelően a vákuumba csomagolt mintát először normál körülmények között, majd vízben mérítve mérjük. A mérleg egy szabadon programozható számítógéppel van összekapcsolva, amely a megfelelő program alapján a fajsúlyból a zsírtartalmat közvetlen meghatározza és rögzíti. A hűskészítmények receptúráinak optimalizálása és pontos betartása szintén a mérleg-berendezés alkalmazási körébe sorolható.

Molnár P.
(Budapest)

F.K.KÄFERSTEIN: *Az élelmiszerek biztonsága, védelme a következő évtizedben — áttekintés* (Food Safety in the Next Decade — a World Overview) Archiv für Lebensmittelhygiene 39 (1988) 4, 94—97

A modern technológiák ellenére az élelmiszerek tisztaságának biztosítása az egész világon a közegészségügy problémája. Számatalan betegséget idézhetnek elő az élelmiszerekben előforduló szennyező anyagok, melyeknek csak kis hányada kerül nyilvánosságra. A fejlődő országokban pl. 1980-ban több, mint 1,000 millió esetben észleltek 5 év alatti gyerekeknél hasmenéses megbetegedést, ebből 5 millió halálos kimenetelű volt. Az USA-ban a hasmenéses esetek mintegy harmad részét az élelmiszerekben előforduló kórokozók idézik elő. A szerző táblázatban megadja néhány kórokozó előfordulási helyét, a terjesztés módját. Az élelmiszerekben előforduló szennyező anyagok lehetnek mikrobiológiai (pl. Salmonella), kémiai (pl. nehézfémek) eredetűek, valamint mikotoxinok és tengeri biotoxinok. A pillanatnyilag rendelkezésre álló adatok szerint az élelmiszerekben előforduló szennyező anyagok közül a biológiai eredetűek idézik elő a legtöbb megbetegedést. A megelőzés lehetőségét vizsgálva megállapítható, hogy számos olyan tudományos eredmény ismeretes, melyek alkalmazásával a megbetegedések jelentős része elkerülhető lenne. 1983-ban a Közös FAO/WHO Codex Alimentarius Commission irányelvet dolgozott ki az élelmiszerek minőségének biztosítására szolgáló technológiákra vonatkozóan. A megelőzés eszköze lehet még a fogyasztók széleskörű tájékoztatása az élelmiszerek kezelésére, higiénikus tárolására vonatkozóan. Mindazok a rendezvények, szemináriumok, melyek a jó minőségű élelmiszerek előállítására szolgáló új technológiai, biotechnológiai megoldásokat bemutatják, segítséget nyújtanak ahhoz, hogy a felelős szervek, ipari szakemberek és fogyasztók együttműködve oldják meg az élelmiszerek szennyezettségéből adódó problémákat.

Visi Gy.
(Kaposvár)

MOSSOBA, M.M., CHEN, J.T., BRUMLEY, W.C., PAGE, S.W.: *Gázkromatográfia (Matrix izoláció) Fourier transzformációs infravörös spektrometria alkalmazása etilkarbamát meghatározására alkohol tartalmú italokban és élelmiszerekben*

(Application of Gas Chromatography/Matrix Isolation/Fourier Transform Infrared Spectrometry to the Determination of Ethyl Carbamate in Alcoholic Beverages and Foods)

Anal.Chem. 60 (1988) 9, 945—948

A tömegspektrometriás (MS) módszereket tartották sokáig a legjobb bizonyító vizsgálatoknak. Az infravörös spektrofotometriás módszerek ugyancsak jók voltak bizonyító vizsgálatokhoz, de viszonylag kis érzékenységük miatt a nyomokban előforduló anyagok meghatározására nem voltak alkalmasak. A gázkromatográfias/matrix izolációs/Fourier transzformációs infravörös spektrométer rendszer (GC/MI/FT-IR) viszont lehetővé teszi nanogrammnál kisebb mennyiségek IR spektrometriás meghatározását. Ez abból adódik, hogy képes a rendszer mikroszkópikus méretű mintafelületet befogni, vizsgálni, a spektromot hosszabb időre átlagolni, valamint a rotációs spektrum hiányában rendkívül éles sáv nyerhető. Egy kapilláris kolonnával rendelkező GC/FT-IR mikrospektrométer 2,4 ng nitrobenzol kimutatására képes a környezeti hőmérsékletnél alacsonyabb hőfokon. Ezt a rendszert alkalmazták az etilkarbamát (EC) meghatározására alkohol tartalmú italokban és élelmiszerekben ppb szinten. Belső standardként izotóppal jelzett EC-t (ECL) alkalmaztak. Ismert módszerekkel whiskyből, kenyérből, joghurtból, sörből és szójaszószból kiextrahálták az EC-t. A méréseket Mattson Sirius 100 FT-IR spektrométerrel végezték, amely egy 5890 Hewlett-Packard típusú gázkromatográfhoz csatlakozott. A gázkromatográfias elválasztás DBWAX—300 W kapillár kolonnán történt. A spektromot 4 cm^{-1} felbontásban vették fel, 300 letapogatás ideje 2 perc 43 másodperc volt. Az EC spektruma még nanogram szint alatt is olyan jó volt, hogy az 5 legerősebb sáv (1763, 1326, 1583, 1373 és 1093 cm^{-1}) alapján jól lehetett értékelni. Az így nyert eredmények jó egyezést mutattak az MS mérési eredményekkel.

Visi Gy.
(Kaposvár)

CABANIS, M.T., CASSANAS, G., CABANIS, J.C., BRUN, S.: *Négy feltérési módszer összehasonlítása élelmiszerek nyomnyi mennyiségű kadmium tartalmának meghatározására lüngmentes atomabszorpciós spektrofotometrián*

(Comparison of Four Methods for Digesting Food Samples for Determination of Trace Levels of Cadmium by Flameless Atomic Absorption Spectrophotometry)

J.Assoc.Off.Anal.Chem. 71 (1988) 5, 1033—1037

Négyféle módszert alkalmaztak háromféle élelmiszer kadmium tartalmának meghatározására lüngmentes atomabszorpciós spektrofotometrián. A roncsolási módszerek: kénsav-salétromsav eleggyel nyitott lombikban, salétromsavval nyomás alatt, kénsav-salétromsav eleggyel refluxálva és salétromsav-sósav-hidrogén-peroxid eleggyel refluxálva.

A vizsgált élelmiszerek: rizs, marhahús és krémsajt. A vizsgált tételeket homogenizálták, majd felosztották néhány mintacsoportra. A mintacsoportokat 4 párhuzamos vizsgálatban analizálták. A műszeres mérés HGA 76 típusú grafit kemencével rendelkező Perkin-Elmer Model AA 420 típusú készülékkel, deutérium háttér korrekcióval történt, 228,8 nm hullámhosszon. Összehasonlították az eredményeket a párhuzamos minták, a mintacsoportok illetve a feltérési módszerek között, és a két utas variancia analízissel értékelték azokat. A vizsgált szempontok közül a kadmium meghatározása során a feltérési módszer hatása a legszignifikánsabb ($P 10^{-4}$), az élelmiszer fajtáknál a rizs és a hús esetében nem, míg a krémsajt esetében kissé ($P 10^{-2}$) szignifikáns különbséget észleltek. Az élelmiszerekhez ismert mennyiségű kadmiumot hozzáadva vizsgálták a visszanyerést. Megállapították, hogy a négy feltérési mód közül a kénsav-salétromsav eleggyel végzett refluxálás a leghatékonyabb. Jó eredményt adott még a salétromsavas feltérési nyomás alatt, de van két kedvezőtlen tényezője: 1. a nagyon kicsi minta mennyiség, 2. a kadmium specifikus hullámhosszán (228,8 nm) a salétromsav jelentős, nonspecifikus abszorpciót mutat.

Visi Gy
(Kaposvár)

PERTEN, H.: *Gluténindex — gyorsmódszer a nedves-sikértulajdonságok mérésére* (Der Glutenindex — eine Schnellmethode zur Messung der Feuchtklebereigenschaften Getreide, Michl und Brot 43 (1989) 4, 101—103)

Egy tészta reológiai tulajdonságai, melyek a proteintartalommal együtt a búzaliszt sütőipari értékét meghatározzák, főként a sikértartalomtól függenek. A közleményben ismertetett gyorsmódszer a nedves-sikér tulajdonságainak mérésére alkalmas, amihez a centrifugális erőt használják fel, mert általa a nedves-sikér egy része pontosan meghatározott feltételek mellett egy speciális szitán átnyomódik. A nedves-sikér minőségi tulajdonságainak objektív méréséhez a Glutomatic sikér-mosó készülékre van szükség, amely egy speciális centrifugát is magában foglal. Az ún „Gluténindex-et az összes sikér mennyiségből határozzák meg, amelynél a pótlólagos munkaráfordítás abból áll, hogy a sikért kétszer kell mérni: a szitán átnyomott részt és a szitamadarékat. Ebből a két értékből határozzák meg a gluténindexet. A gluténindex meghatározható a teljes kiőrlésű darára vonatkozóan is, amelynél a finomsági fok az esésszám méréshez hasonlítson. Ezért nem szükséges a sikér kimosáshoz speciális lisztek előállítását. A gluténindex alkalmas búza és búzalisztek nedves-sikértulajdonságainak gyors meghatározására, valamint a száraz-sikértermékek minősítésére is.

Molnár P.
(Budapest)

PUCHWEIN G.: *Kalibrációs minták kiválasztása a közeli-infravörös spektrometriás mérések faktor analízissel történő értékeléséhez*

(Selection of Calibration Samples for Near-Infrared Spectrometry by Factor Analysis Spectra) Anal. Chem. 60 (1988) 6, 569—573

A minták közeli-infravörös spektrumát 19 megadott hullámhosszon veszik fel. Az abszorpciós (elnyeléses) faktor analízise után a minták faktor együtthatói felhasználhatók a faktor-köz

elhatárolásához. A faktor-közök területének nagysága és az adatpontok egymástól való távolsága alkalmas arra, hogy ennek alapján a fölösleges mintákat ismétlődően eltávolíthassuk. A visszamaradó minták jól képviselik az eredeti anyagot és alkalmasak arra, hogy lineáris modellezéssel kalibrációt készíthessünk.

A szelekciós algoritmus felállításának ezt a lehetőségét — a fehérje, nedvesség és olajtartalom kalibrációjának elkészítését — kukorica és repcemag mintákon próbálták ki. A módszerrel a laboratóriumban végzett analitikai munka jelentősen lecsökkenthető anélkül, hogy a kívánt ill. elérhető pontosság romlana. Ugyanezen az alapon új minta elemzésére is felhasználható a kalibráció.

A közeli infravörös méréseknél korábban sok-sok minta mérésével készítették kalibrációt és ha az ismeretlen eredetű minta szerkezete jelentősen eltért a kalibrációhoz használt mintáéktól, nagy volt a hibalehetőség.

Itt a spektrum adatok alapján lehetséges van szelekcióra. A kalibrációs minta spektrum adatok mátrixait IBM-hez illeszthető (kompatibilis) személyi számítógépekben tárolják, új minta elemzésénél ezen adatok faktor analízisét alkalmazzák.

Visi Gy.
(Kaposvár)

KISSINGER, P.T., PACHLA L.A.: *Aszkorbinsav és dehidroaskorbinsav meghatározása folyadékkromatográfián UV és elektrokémiai detektorok alkalmazásával*

(Determination of Ascorbic Acid and Dehydroascorbic Acid Using Liquid Chromatography with Ultraviolet and electrochemical Detection)

Food Technology 41 (1987) 11, 108—111

A cikk áttekintést ad az askorbinsavat (AA) és dehidroaskorbinsavat (DHAA) meghatározó módszerekről, külön tekintettel a folyadékkromatográfiás eljárásokra. Rövid táblázat foglalja össze az AA meghatározási módszereket:

Optikai spektroszkópia

oxidált redox indikátor

2,6—diklór—indofenol

számozékképző reagensek

2,4—dinitrofenil—hidrazin

0—fenilén—dimain

Elektrokémia

Voltametria

poltametria

polarográfia

szilárd elektród technika

Amperometria

átfolyásos injektálásos analízis

folyadékkromatográfia (elektrokémiai detektálás)

Coulometriás titrálások

Enzimatis reakciók

Aszkorbinsav oxidáz

aszkorbeát fogyás

oxigén fogyás

Kromatográfia

Síkbeli kromatográfia (vékonyréteg, papír)

Gázkromatográfia

Folyadékkromatográfia

optikai abszorbancia detektálás

elektrokémiai detektálás fluoreszcenz detektálás

Az utóbbi évtizedben nagyon fejlődött a folyadékkromatográfia, így előtérbe került az AA és DHAA meghatározásban is. Különböző oszlopok — gyenge és erős kationcserélők, kation detegenssel módosított C18 — alkalmazhatók. A legtöbb módszerben az AA-t egyedül határozják meg, van azonban olyan is, ahol szulfhidrideket (pl.: D,L — homocisztein vagy ditiortreitól) adnak a mobil fázishoz, hogy az AA-t stabilizálják. Ezekkel a DHAA-t is redukálják AA-ra még az injektálás előtt. Az AA-t a DHAA-tól az újabb módszerekben a detektálás előtt választják szét.

A detektálás UV detektorral történhet, de ennek szelektivitása nem túl jó. Jobb a fluoreszcencia mérés, de ebben rendszerint származékot kell előállítani. A legjobb az elektrokémiai detektálás, amely szabályozott potenciálú amperometriás mérésen alapul. A módszerrel pikomol mennyiségű anyag is detektálható, igen szelektív az AA-ra, de nem alkalmazható a DMAA meghatározására. Az UV detektor mindkettőre használható. Optimális megoldásnak a két detektor együttes használata látszik.

Visi Gy.
(Kaposvár)

CAPUTI, A. Jr., WALKER D.R.: Borok széndioxid tartalmának meghatározása titrálással — Laboratóriumok közti tanulmány

(Titrimetric Determination of Carbon Dioxide in Wine: Collaborative Study)

J. Assoc. Off. Anal. Chem. 70 (1987) 6, 1060—1062

A borok széndioxidtartalmának meghatározására vonatkozó hivatalos AOAC módszer nagyon hosszadalmas és nem alkalmazható az újabb, magasabb karbonátion tartalmú borok vizsgálatára. Ezért egy ettől eltérő módszert próbáltak ki körvizsgálattal, melyben a borhoz NaOH-ot adnak és ezzel a benne lévő széndioxidot karbonáttá alakítják. Az oldatot ezután egy standard (.0455 N) kénsavval megtirálják és feljegyzik a titerét pH 8.6 és 4.0 értékek között. Ugyanennek a bormintának egy másik, gázmentesített részletét is ugyanígy analizálják, ez adja a háttér értéket. Ezt a titeret kivonják az előző értékből és ennek alapján határozzák meg a széndioxid koncentrációját.

A körvizsgálatban 10 laboratórium vett részt, 6—6 db 200—380 mg széndioxid/100 cm³ koncentráció tartományba eső mintával. Két laboratórium eredményeit kizárták. A minták kereskedelemben forgalmazott borok voltak, melyek széndioxid tartalma tág tartományban változhat — a palackozáshoz használt berendezésektől függően.

A reprodukálhatóság szórása (standard deviációja) 10.97, az ismételt (párhuzamos) mintáké 9.96 volt. A közleményben leírt módszer 400 mg széndioxid/100 cm³ bornál nem nagyobb koncentrációtartományban való mérésre alkalmas. Elfogadták hivatalos módszernek.

Visi Gy.
(Kaposvár)

KOHORST, W.: Színmérés az élelmiszerfeldolgozás során

(Farbmessung in der Lebensmittelverarbeitung) Lebensmitteltechnik (1989) 10, 602—603

Az élelmiszerfeldolgozás számos területén a színek, vagy a színintenzitások fontos szerepet játszanak. Az élelmiszerek a feldolgozás során színváltozásokat szenvednek, amelyek a folyamatok lefolyásának következményei. A nyersanyagok ingadozó színeit kiegyenlített végtermékké kell alakítani. Gyakran szükséges a nyersanyagok szín szerinti válogatása is. Ezekhez az alkalmazásokhoz a színmérés vonalán részben igen eltérő követelményeket kell támasztani. A válogató készülékeknek gyorsan kell reagálniuk, amikor az egyenletes színű termék előállításakor és a folyamatellenőrzés során az igényes mérési pontosság az igény. Valamely termék színe csupán a teljes színképpel jellemezhető. A spektrum felvétele a termelési folyamatban technikai szempontból áldozatos és drága. A spektrum értékelése gyakran arra mutat, hogy a

szín megítélése szűk hullámhossz-tartományban, vagy akár csak egyetlen hullámhosszon is ki-
elegendő. Ezért elegendő a színintenzitást állandó hullámhossz-tartományban igen megbízható is-
mételhetőséggel mérni.

Az Quakenbrück-i Német Élelmiszertechnikai Intézetben (Deutschen Institut für Lebensmittel-
technik; a továbbiakban: DIL) olyan készüléket fejlesztettek ki, amely meghatározott hullám-
hosszon igen jó felbontást és megbízható ismételhetőséget nyújt. A DIL színellenőrző készülék
a tárgyról visszavert színintenzitás mérésére szolgál. Közben a vizsgálandó anyagot speciális
lámpa világítja meg. A mért értéket digitális készülék mutatja. A folyamatszabályzó részére ki-
egészítőleg 0—10 V-os kimenet és két relé-kapcsolókimenet áll rendelkezésre. A jelentős sza-
bályozó adatokat, mint amilyen az előírt értékek és a késleltető időállandó, a készüléken be
kell állítani. A kapcsolási hiszterézist, az erősítést és a nullpontot belső kiegyenlítő szerkezet
(trimmer) változtatja. A fényforrás modulálása az érzékelő jelet szinkronegyenirányítóval adja,
az idegen fény és az elektromos besugárzás befolyását elfojtja. Vastagfalú alumíniumház gon-
doskodik az azonos hőmérsékletről és az érzékelő érzékeny építőelemeinek védelméről. Von-
natkoztatási érzékelő szabályozó kapcsolásával érik el az állandó érzékenységet. Az érzékelők
különösen stabilizált előerősítővel rendelkeznek. Mindezek alapján ezzel a készülékkel igen je-
lentős felbontást érnek el. Még a szemmel fel nem ismerhető különbségeket is világosan mutatják
ki. Még számos közbeeső fokozatot is nehézség nélkül fel lehet ismerni.

Színmérés a termelésben

A készülék lehetővé teszi a színintenzitás mérését a közeli infravöröstől a teljes látható tar-
tományig. Ehhez a sáv szélesség és a pontos hullámhossz a mindenkori alkalmazásra megállapított.
Valamely meghatározott termékhez történő alkalmazás érdekében a DIL a minta színeképet fel-
veszi laboratóriumi mérőkészülékkel. A jellemző hullámhossz-tartományok kiválasztása után a
színellenőrző berendezést megfelelően beállítják.

Eredetileg a készüléket péksütemények barna színének mérésére fejlesztették ki. Ezek lazán
egy sávban helyezkednek el. A sütemények azonban a sávot nem fedik teljesen. Ezért szükséges
a sáv teljes szélességében színintenzitás-mérést végezni, hogy a középértéket lehessen képezni.
A terhelés sűrűségének rövid időn belüli ingadozását a készülék időbeli teljesítőképességének
beállításával küszöböljük ki. A színellenőrző berendezés két részből áll: a színérzékelőből és
a szabályozó készülékből. A színérzékelő igen jól szigetelt, így a termelési folyamat nyers kör-
nyezetébe közvetlenül beállítható. A termék felett 25 cm távolságra szerelve 22°-os nyílásszöggel
9,5 cm-es átmérőjű körben érzékeli a színintenzitást. De kiegészítő beállítás nélkül 10—15 cm-es
távolság alkalmazása is lehetséges. Ettől eltérő távolságok a belső érzékelő újabb beállítását kö-
vetelik meg.

A színmérő készülék beszerelése után valamely igen kedvező mintát mérjünk. Ez a mért érték
szolgáljon megkívánt értékként és erre állítjuk be a készüléket. A megfelelő kapcsolási kimenetnél
pl. a kemence bekapcsol. Annak a lehetősége is fennáll, hogy kifejezetten világos, vagy nagyon
sötét mintát alkalmazzunk. Ezeket az értékeket felső és alsó határértékként állítják be és ezzel
lehetővé tesszük a hárompont szabályozást.

A DIL színellenőrző készüléket már sok különböző alkalmazásnál sikerrel használták. Át-
alakítására és fejlesztésére kezdtek, hogy pl. folyadékok vagy kisebb minták is mérhetőek le-
gyenek. A színmérések számos területen jelentősek, de mindig újabb, más készüléket igényelnek.
Így gyakran előáll az igény egyszerűbb, vagy gyorsabb termékadagoló készülékre. Ezért az in-
tézetben a termelési folyamatok színmérési feladataihoz további fejlesztéseket terveznek.

Szarvas T.
(Budapest)

Az MTA-MÉM Élelmiszertudományi Komplex Bizottság azzal a céllal hozta létre 1986-ban az Élelmiszeralitikai Munkabizottságot, hogy elősegítse a kémiai, fizikai-kémiai, biológiai, mikrobiológiai és érzékszervi vizsgálati módszerek, valamint matematikai-statisztikai értékelésük fejlesztését és adaptálását élelmiszerek vizsgálatára.

A Munkabizottság 24 taggal alakult meg, jelenlegi létszáma 26 fő. Tudományos minősítésük szerint a tagok közül kettő a tudományok doktora és 17 kandidátus.

A Munkabizottság 1986-ban a KÉKI-ben tartotta alakuló ülését, melyen Pungor Ernő, Varsányi Iván, Biacs Péter és Molnár Pál előadásaihoz kapcsolódva megvitatásra kerültek a bizottság célkitűzései és programja. A Munkabizottság második ülését a Budapesti Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központban tartotta. Az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ tevékenységének megismerésén kívül az „Enzimalitikai, elektroforetikus és immuntechnikák az élelmiszerek vizsgálatában” ankét eredményeit értékelte a Munkabizottság.

A Munkabizottság 1987-ben Szegeden kibővített tudományos ülést tartott. Az ülésen — a munkabizottsági tagokon kívül — részt vett Burger Kálmán, egyetemi tanár (JATE), aki „A műszeres analitika szerepe a bioaktív vegyületek vizsgálatában” címmel előadást tartott, valamint Gasztonyi Kálmán, az ÉKB alelnöke és Takácsné Keszegh Márta, az MTA Kémiai Osztályának tudományos titkára. Az ülés résztvevői megvitaták a vendéglátó Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem Élelmiszeripari Karának az OKKFT G/8 kutatási-fejlesztési program 1. Alprogramjának keretén belül végzett analitikai kutató tevékenységét, valamint megtekintették a Központi Laboratóriumot és egyes oktatási egységeket. A Munkabizottság a Gabonatermesztési Kutató Intézetben tájékozódott a gabonafélék nemesítésével kapcsolatos eredményekről és feladatokról, valamint látogatást tett az Intézet Lisztlaboratóriumában. A Csongrád megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomáson előadást hallgattak meg az élelmiszeralitikai jellegű fejlesztésekről és megtekintették az Állomás Élelmiszervizsgáló Laboratóriumát.

A Munkabizottság 1988-ban az éves munkatervének megfelelően a BME Általános és Analitikai Kémiai Tanszékén, valamint a Székesfehérvári Hűtőipari Vállalatnál két tudományos ülést tartott. Az első ülésen megtárgyalta és elfogadta a Munkabizottság alapokmányát, melyet a MTA Kémiai Osztályának benyújtott. Ezen az ülésen került sor a Munkabizottság 7 tudományos munkacsoportjának létrehozására és koordinátorainak felkérésére is. Külön ülésen tartottuk meg Nguyen Hung vietnami aspiráns „Szelektív membránelektronok alkalmazása élelmiszer-min-tákbán levő néhány szerves ion meghatározásához” témájú kandidátusi disszertációjának munkahelyi védését.

A Munkabizottság 1989 januárjában a Bács megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás tevékenységével ismerkedett és a Kecskeméti Konzervgyár minőségellenőrző laboratóriumát tekintette meg. Az 1989. május 31-én megtartott kihelyezett ülésen az Országos Élelmiszer és Táplálkozástudományi Intézet feladatait és munkáját ismertette Dr. Bíró György, majd a Munkabizottság megfogadta az OÉTI laboratóriumait. A novemberi kihelyezett ülésen a KÉE Élelmiszeripari Főiskolai Kar (Szeged) megtekintésén túl a spektroszkópiás módszerek élelmiszeralitikai alkalmazásáról ankétot tartottak. A hat előadás a hagyományos módszerek mellett felvette a PAS, a NIR/NIT és a színmérési technikák fejlődését is.

A Munkabizottság 1990-re a KERMI munkájának megismerését és az MTA-KKKI GC-MS nagyműszerének megtekintéséhez kapcsolódó tömegspektroszkópiás ankét megtartását tervezi.

A Munkabizottság a következő tudományos rendezvények rendezőjeként, illetve társrendezőjeként működött közre:

— Az MTA Kromatográfia Munkabizottságával és a MÉTÉ-vel együttműködve 1987 november 19—20-án Budapesten „Nagyhatékonyságú folyadékkromatográfias (HPLC-s) módszerek fejlesztése és alkalmazása az élelmiszeralitikában” c. tudományos ülést szervezett.

- Az Európai Minőségügyi Szervezet (EOQC) Élelmiszeripari Bizottságának 2. Konferenciája „Current Trends in Quality Control in the Food Industry” Zurich, 1987 szeptember 16—18.
 - Az Élelmiszer-Minőségellenőrzés VII. Tudományos Konferenciája Eger, 1987 október 30—31
 - Az OKKFT G-8/1. Alprogram poszterbemutatója „A minőségmérés objektív módszerei” címmel 1988 március 3—4-én Budapesten.
 - Élelmiszeralitikai Ankét, Székesfehérvár, 1988 május 18.
 - Az 1988 május 26—27-én Budapesten megtartott VII. Élelmiszertudományi Konferencia.
 - Az Élelmiszer- és Agroanalitikai Szekció ülése az 1988. július 13—16 között Pécsen megtartott Vegyészkonferencia keretén belül.
 - „Reológiai Élelmiszervizsgálati módszerek” témájú tudományos ankét 1988. október 13-án Martonvásáron.
 - 5. Enzimológiai ankét 1988 november 17—18-án Budapesten.
 - Az Élelmiszer-Minőségellenőrzés VIII. Tudományos Konferenciája Szombathely, 1989. szeptember 21—23
 - Kromatográfiai Vándorgyűlés Balatonszéplak, 1989 szeptember 4—6.
 - MTA-MEM ÉKB, MÉTE és KÉKI Tudományos Kollokviumai.
- A Munkabizottság tevékenységét hasonló célkitűzéssel a következő időszakban — további fiatal szakemberek bevonásával — folytatni kívánja, amiről az ÉVIKE hasábjain a jövőben ismét számot adunk.

HAZAI LAPSZEMLE

Összeállította: Molnár Pál

- Szakácsiné Dobozi M. és Halász A.*: Immunanalitikai módszerek alkalmazása az élelmiszervizsgálatokban II. Élelmezési Ipar 43 (1989) 12, 436—441
- Moskocis L.-né.*: Húsalapú nyersanyagok gyártásközi ellenőrzésében alkalmazott objektív vizsgálati módszerek. Konzerv- és Paprikaipar (1989) 1, 22—25.
- Bikfalvi I.-né és Mtsai.*: Gyümölcspálinkák egyes aromaanyagai és érzékszervi tulajdonságai közötti összefüggés. Szeszpar 37 (1989) 3, 91—94.
- Bikfalvi I.-né és Pándi F.*: Szeszesitalok minőségét meghatározó összetevők és azok kialakulásának fizikai, kémiai és mikrobiológiai folyamatai. I. Az élesztő mint a szeszesitalok illat- és ízanyagainak egyik legfontosabb forrása. Szeszpar 37 (1989) 3, 95—100.
- Rácz E.*: A hatósági élelmiszer-minőségellenőrzés tevékenységének korszerűsítéséről. Sütőipar 36 (1989) 3, 126—128.
- Bozó A.*: A sütőipari termékek minősége az 1988. évben. Sütőipar 36 (1989) 3, 131—133.
- Molnár P. és Pallóné Kisérdi I.*: Irányelvek az élelmiszer-minőségcsökkenés mértékének meghatározásához. Sütőipar 36 (1989) 3, 136—139.
- Rippel E. és Mtsai.*: Epifluoreszcenciás technika alkalmazása penészfonal szennyezettség meghatározására. Konzerv- és Paprikaipar (1989) 3, 87—88.
- Prokopp L. és Fábri I.*: FAO/WHO Codex Alimentarius higiéniai-mikrobiológiai irányelvei. Konzerv- és Paprikaipar (1989) 3, 95—97.
- Fogarasyné Cseh J. és Mtsai.*: Konzervminták penészszám vizsgálata membránszűrési technika alkalmazásával. Konzerv- és Paprikaipar (1989) 3, 97—98.
- Solyó L. és Bikfalvi I.-né.*: A szeszipari szabványbázis tevékenysége. Szeszpar 37 (1989) 4, 122—124.
- Molnár P. és Komáromy A.-né.*: Szeszipari termékek pontozásos érzékszervi bírálatának korszerűsítése. Szeszpar 37 (1989) 4, 125—131.
- Pándi F. és Bikfalvi I.-né.*: Szeszesitalok minőségét meghatározó összetevők és azok kialakulásának kémiai, fizikai és mikrobiológiai folyamatai. II. Az alapanyag-összetétel és gyártás-

technológia hatása a szeszesitalok íz-, illat- és színyanyagainak kialakulására. Szeszpar 37 (1989) 4, 131—138.

Kővári K.: Zsiradékok szilárd zsirtartalmának meghatározása pulzáló NMR-készülékkel. Olaj, szappan, kozmetika 38 (1989) 4, 105—110.

Megyeriné Kánya E.: Az atomspektroszkópia és alkalmazási lehetőségei a cukoriparban. Cukoripar 42 (1989) 4, 150—155.

Kállay M. és Bárdi Gy.: Összehasonlító vizsgálatok hazai előállítású enzimtesztekkel. Bor-gazdaság 37 (1989) 4, 140—144.

Mohos F.: A minőség, mint a felzárkózás alapvető követelménye. Édesipar 40 (1990) 1, 1—8.

Oláhné Nagy Cs.: Kávékeverékek kávéartalmának meghatározása klorogénsav-tartalom vizsgálata alapján. Édesipar 40 (1990) 1, 16—18.

Kiadja: az Amicus Kiadó

Felelős kiadó: Tóth Endre

Szerkesztő: Dr. Molnár Pál

Szerkesztőség: Budapest II., Herman Ottó út 15.

Előfizetési díj: 1 évre 260,— Ft.

Külföldön terjeszti a Kultúra Külkereskedelmi Vállalat

H—1389 Budapest, Postafiók 141

Index: 26212

AGRO-PRINT Kft. Gyál, 90-181

Felelős vezető: Tóth Antal

Új komplex minősítő módszer a vállalati minőségbiztosítási rendszerben!

A G/8-as kutatási program keretében tudományosan megalapozott minősítő rendszer került kidolgozásra az ÁÉSZ Élelmiszervizsgáló Intézetben (Bp. XI., Mester u. 81., telefon: 133—63—68). A rendszer számszerű információt tud szolgáltatni Commodore 64/128 vagy IBM típusú számítógépes program támogatásával az élelmiszerek minőségének objektív megítéléséhez.

A termék minőségét olyan matematikai egyenlettel fejezi ki, amelyben a termék tulajdonságai mint az egyenlet változói szerepelnek. A termékminőséget tükröző természetes laboratóriumi adatokból (elektronikus labornapló) transzformált értékek mind a közvetlen termelésirányítás, mind a felsőbb vezetési szintek számára megbízható, pontos objektív értékelést ad. A számítógépen feldolgozott és értékelt adatok igény szerint tetszőlegesen rendelkezésre állnak, a rendszer az ipari gyakorlatban sikeresen alkalmazott egyben alapul szolgál a vállalati minőségi bérezéshez is.

A komplex minősítő módszer továbbfejlesztett válfaja a külföldi ipari gyakorlatban is használt módszereknek (pl. NSZK), alkalmazása hazai referencia üzemben napi gyakorlat.