

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

A MEGYEI ÉS FŐVÁROSI ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI
ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

TARTALOM

<i>Mohos Ferenc, Kocsányi László, Váradi Mária és Biacs Péter: A fotoa- kusztikus spektroszkópia (PAS) alkalmazási lehetősége az élelmiszeripari nyers- és adalékanyagok minősítésében</i>	194
<i>Váradi Mária és Tóth Árpád: A NIT/NIR spektroszkópai alkalmazása az élelmiszerminősítésben</i>	209
<i>Czeplédi-Jankó Gézáné, Éliás Ida és Nagy Edit: Hús és húskészítmények szénhidrát-, nitrát- és fehérjetartalmának meghatározása spektroszkópiás eljárásokkal</i>	219
<i>Nguyen Hung, Siska Elemér, Adányiné Kisbocskói Nóra és Molnár Pál: Ionszelektív elektródok alkalmazása az élelmiszeranalitikában V. Jodid- és cianid-ion meghatározása</i>	229
Szakmai hírek	238
Hazai lapszemle	240
Külföldi lapszemle	241
Módszerismertető	245

A dolgozatokat lektorálták: Dr. Gábor Miklósné, Dr. Váradi Mária

XXXVI.

1990.

4. füzet

A FOTOAKUSZTIKUS SPEKTROSKÓPIA (PAS) ALKALMAZÁSI LEHETŐSÉGE AZ ÉLELMISZERIPARI NYERS- ÉS ADALÉKANYAGOK MINŐSÍTÉSÉBEN^(1.)

MOHOS FERENC*, KOCSÁNYI LÁSZLÓ**, VÁRADI MÁRIA*, BIACS PÉTER*

*Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

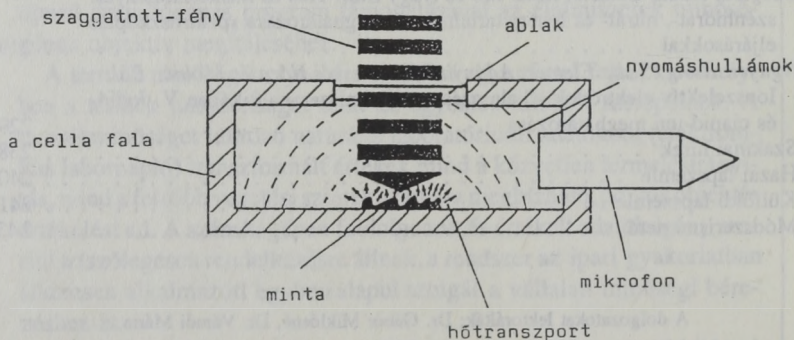
**Budapesti Műszaki Egyetem Atomfizikai Tanszék, Budapest

Az Alexander Graham BELL által 1880-ban felfedezett optoakusztikus vagy másik nevén fotoakusztikus effektus e század harmincas éveitől egyre több érdeklődést váltott ki, valójában azonban csak a hetvenes években alakult ki olyan mérés technika, amely a korszerű anyagvizsgálási módszerekkel egyenrangúnak tekinthető. A téma irodalmát Rosencwaig⁽¹⁾, ill. Tom⁽²⁾ monográfiái tekintik át. Magyar nyelven Miklós, Diószeghy⁽³⁾, Kőfalvy⁽⁴⁾ cikkei jelentek meg.

A BME Atomfizika Tanszék a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézettel közösen kifejlesztett egy fotoakusztikus spektroszkópot⁽⁵⁾, jelen közleményben részint e berendezés továbbfejlesztéséről, részint a vele végzett mérésekről számolunk be.

A fotoakusztikus jel keletkezése és információ tartalma

A fotoakusztikus effektus:



1. ábra: A fotoakusztikus cella működési elve

A vizsgálandó anyagot egy olyan zárt térbe helyezik, amely tartalmaz egy mikrofont és a mintával szemben levő falon egy ablakot, amelyen keresztül a vizsgáló fénysugár (célszerűen monokromatikus fénysugár) a mintára esik. A mintát az ablakon keresztül megvilágítva a minta a fénysugár bizonyos hányadát abszorbeálja, másik hányadát visszaveri. A fénysugárabszorpció következtében a minta felmelegszik és vele együtt melegszik a minta fölötti légtér is.

Következésképp megnövekszik a légtér nyomása, hiszen mindez zárt térben játszódik le.

Ha a mintára szaggatott fénysugár érkezik, a fénysugár szaggatási frekvenciája (f) és a légtérben keletkező nyomásingadozás frekvenciája azonos lesz. A nyomásingadozásokat a zárt térben elhelyezett mikrofon elektromos jellel alakítja, amely erősíthető és a kiértékelés szempontjából

¹⁾Az ÉKB Élelmiszeralitikai Munkabizottság Spektroszkópiás Ankétján 1989. november 9-én Szegeden elhangzott előadás alapján átdolgozott kézirat

célszerű transzformációk is elvégezhetők rajta. A fotoakusztikus jel *négy alapvető fizikai folyamat* eredménye.

- *periodikus fényabszorpció*, amely a vizsgált minta molekuláit gerjeszti,
- az abszorpciót követő *hőkibocsátás*,
- az abszorpció helyén a periodikus hőemisszió *hőhullámokat* gerjeszt a minta fölötti légtérben,
- a minta fölötti *légtér nyomása periodikusan változik* (a gáztörvény értelmében).

Fontos fogalom a *csillapodási úthossz* (μ_s) vagy *termikus úthossz*, amely az elnyelődés helyekről kiinduló termikus hullám csillapodásának úthosszát jelenti, számszerűen

$$\mu_s = \sqrt{\frac{2k}{\rho c \omega}} \quad [\text{cm}] = \sqrt{\frac{2a}{\omega}}$$

ahol k : a minta hővezetőképessége

ρ : a minta sűrűsége

c : a minta fajhője

ω : a szaggatási körfrekvencia

a : a minta hőmérsékletvezetési együtthatója

A csillapodási úthossz nem tévesztendő össze a *fényabszorpciós úthosszal* (μ_α), amelyen a teljes fény a mintában gyakorlatilag elnyelődik, számszerűen

$$\mu_\alpha = \frac{1}{\alpha} \quad [\text{cm}]$$

ahol α : a minta fényabszorpciós koefficiense (lásd Lambert—Beer-törvény)

A kétféle úthossz és a minta vastagságának (L) viszonya határozza meg azokat a körülményeket, amelyek biztosításával elérhető, hogy a *fotoakusztikus jel fényabszorpcióval arányos mennyiséget mérjen*.

Konkrétan:

- ha a minta átlátszó, azaz $L \leq \mu_\alpha$, az ω körfrekvencia változtatásával a

$$\mu_s = \sqrt{\frac{2a}{\omega}}$$

reláció szerint változik a fotoakusztikus jellel arányos μ_s értéke is

— ha viszont a minta nem átlátszó, azaz $L > \mu_\alpha$ továbbá értelemszerűen $\mu_\alpha < a$, az abszorbeálódott fényenergiának csak a μ_s -nyi mélységig abszorbeálódott része járul hozzá a fotoakusztikus jelhez.

Ez az eset azonban mindig előállítható, hiszen a körfrekvencia növelésével μ_s tetszőleges értékre csökkenthető.

Fentieket *összegezve*:

Az elmondottakból kiderül, hogy a fotoakusztikus jel, a szaggatási frekvencián keresztül minden anyagnál beállítható úgy, hogy a fényabszorpcióval arányos mennyiséget mérjen, azaz abszorpciós spektrum felvételére legyen alkalmas.

Ehhez a μ_s -et kisebbé kell tenni a μ_α -nál, amit az ω megfelelő beállításával lehet elérni — ilyenkor *nem-telítési spektrumot* kapunk.

A fotoakusztikus jel másik lényeges tulajdonsága, hogy a szaggatási frekvencia változtatásával különböző mélységekből kapunk információt. Ez mélységi profilok vizsgálatára nyújt lehetőséget.

A fotoakusztikus spektroszkópia sajátosságai előnyei:

— Nagy abszorpció mellett is mindig elérhető, hogy ne telítési spektrumot nyerjünk — ezt a szaggatás gyorsításával oldhatjuk meg.

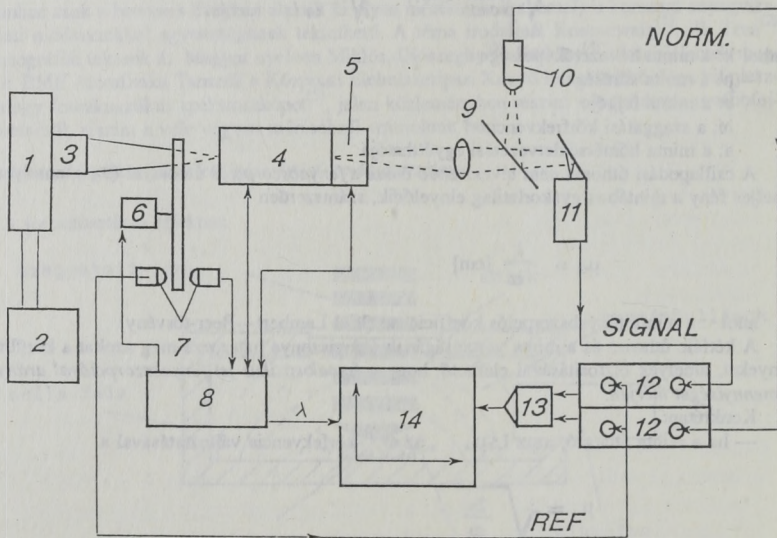
— A módszer igen érzékeny: pl. kondenzátor-mikrofonnal 10^{-5} Kelvin-foknyi hőmérséklet-különbségek is érzékelhetők és ez ppb-nagyságrendű gázkoncentrációk mérését teszi lehetővé.

— A szaggatási frekvencia változtatásával mélység szerinti felbontás valósítható meg a hullámhossz szerinti felbontás mellett.

— Szórt fényre érzéketlen, mivel a szórt fény nem kelt jelet.

Anyagok és módszerek

A BME Atomfizikai Tanszék által készített fotoakusztikus spektroszkóp szerkezeti felépítése



2. ábra: Az alkalmazott fotoakusztikus spektroszkóp felépítése

1. Xenon ívlámpa és háza,
2. Xenon ívlámpa tápegysége,
3. Kondenzorpár,
4. Rácsos monokromátor,
5. Szűrőkészlet a magasabb rácsdiffrakciós rendek kiszűrésére,
6. Fényszagató,
7. Referencia jeladó,
8. Mikroprocesszoros vezérlő,
9. Gyűjtőlencse,
10. Piroelektromos detektor,
11. Fotoakusztikus cella,
12. Lock-in erősítők,
13. Analóg osztoáramkör,
14. X—Y író.

A nagyteljesítményű xenon ívlámpa (1) fényét a kondenzor lencsepár (3) összegyűjti, a fényzaggató (6) pedig megszaggatva a rácsos monokromátorra (4) bocsátja. A szűrőkészlet (5) a magasabb diffrakciós rendeket kiszűri, majd egy gyújtólencsén (9) áthaladva a fénynyaláb részint a piroelektromos detektorra (10), részint a mintát tartalmazó fotoakusztikus cella ablakára (11) esik.

E megosztás két egyidejű jelet eredményez, amelyek a lock-in erősítőn (12) keresztül az X—Y kiúrhoz (14) kerülnek.

A lock-in erősítőkhöz érkezik be a fényzaggató referencia-jele is. A piroelektromos detektorról érkező jel a normálást szolgálja, amelyhez a fotoakusztikus celláról érkező jelet hasonlítjuk. A jelfeldolgozás bonyolult műveleteit a mikroprocesszoros vezérlő (8) hangolja össze.

A spektroszkóp néhány jellegzetessége:

— A *xenon-lámpa* teljesítménye 500 W — a szokásos teljesítmények a PAS-technikánál 350—1200 X W. Meg kell jegyezni, hogy a xenon-lámpák az 1000 nm-hez közeli tartományban nagy intenzitást eredményeznek, viszont az intenzitás 2150 nm-nél nagyobb hullámhosszokon már olyan kicsi, hogy a spektrumnak ezt a tartományát a *zaj* nagy hányada miatt gyakorlatilag nem lehet használni kiértékelésre.

— A *szagatási frekvencia* (f) 10 és 1000 Hz között változtatható, 0,01 Hz elvi pontosság mellett (a meghajtómotor 2,5 mV-ra stabil).

— *Nem valódi kétutas rendszerrel* van szó, mivel a fényugár megosztásával csökkenne a fényintenzitás, márpedig ez igen hátrányos lenne. A normálást ezért piroelektromos detektorral oldják meg, és valamennyi spektrumot a szén spektrumához mint referenciához hasonlítunk.

— *Érzékenység*: 4,5 mV/5 mV fényteljesítmény *fekete szénre* vonatkoztatva 50 Hz szagatási frekvencia mellett. A környezeti zajszint ugyanekkora. Ettől a lock-in rendszer „tisztítja” meg a hasznos jelet.

Vizsgálatainkat néhány, az élelmiszeriparban használt anyagra végeztük (tej különböző viz-es higításokban, többféle keményítő szárítás nélkül és szárítással). A Rodamin—B színezék azért képezte érdeklődésünk tárgyát, mivel jól definiált anyag, és ezért mintegy a műszer tesztelésére is alkalmasnak látszott.

A kísérleti eredmények ismertetése és értékelése

Rodamin—B PA-spektruma

A vizsgálathoz a Rodamin—B-t alkoholban oldottuk, majd az alkoholos oldatot szilikagéllel felitattuk, és a kapott preparátumot 105 °C-on súlyállandóságig szárítottuk.

A spektrumokból látható, hogy a szagatási („chopping”) frekvencia változásával a spektrum is változik. A 8 Hz-es spektrum telítést mutat, a 64 Hz-es már egyáltalán nem.

Különböző tej-minták NIR- és PA-spektruma

A 4. ábra egy tejminta (3,8% zsírtartalommal) Infrapid 61-gyel készült NIR-spektrumát, ugyanakkor az 5. ábra ennek a mintának PA-spektrumát mutatja.

A 6. ábra a 3,8% zsírtalmú tej különböző koncentrációjú vizes oldatainak PA-spektrumát mutatja.

Burgonya- és búzakeményítők vizsgálata

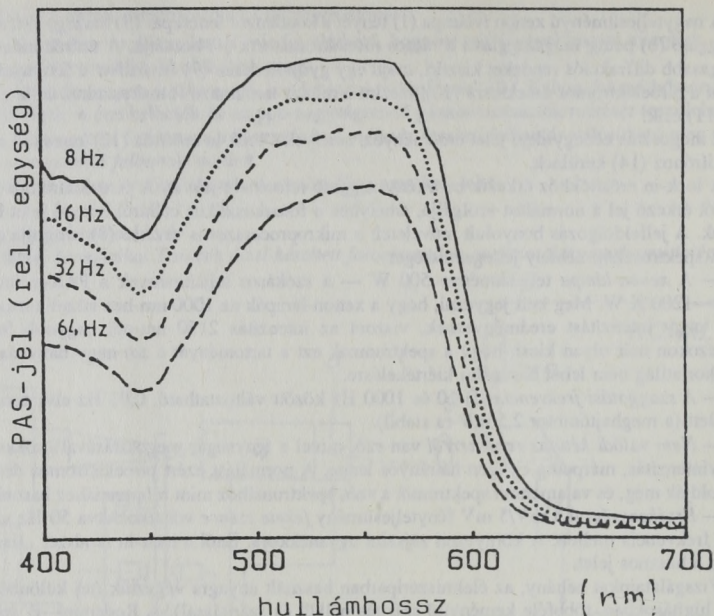
A kétféle keményítőt szárítás előtt és szárítás (60 °C-on 8 órán keresztül) után vizsgáltuk.

A 7. ábra burgonyakeményítő PA-spektrumát mutatja szárítás előtt és után.

A 8. ábra búzakeményítő PA-spektrumát mutatja szárítás előtt és után.

A 9. ábra búzakeményítő és burgonyakeményítő PA-spektrumát mutatja szárítás előtt.

A 10. ábra búzakeményítő és burgonyakeményítő PA-spektrumát mutatja szárítás után.



3. ábra: Rodamin—B PA-spektrum

A szárítás hatása a spektrumban úgy mutatkozik meg, hogy a vízre jellemző 1440 nm-es értékben jelentős különbségek mutatkoznak meg, de a fizikai állapotok különbözősége (szárítás előtt ill. után) a spektrumokban egyéb lényeges változást nem okoz.

Reprodukció-vizsgálat burgonyakeményítőre

Ez a vizsgálat a műszer reprodukálóképességéről ad információt. A két PA-spektrum felvétele között 2 óra telt el.

A vizsgálatok alapján az alábbi észrevételek tehetők:

— A NIR- és a PA-spektrumok között bizonyos hasonlóságok figyelhetők meg. Az egyezésekre és az esetleges különbségekre vonatkozóan azonban csak beható vizsgálatok alapján lehet határozott álláspontot kialakítani. (6)

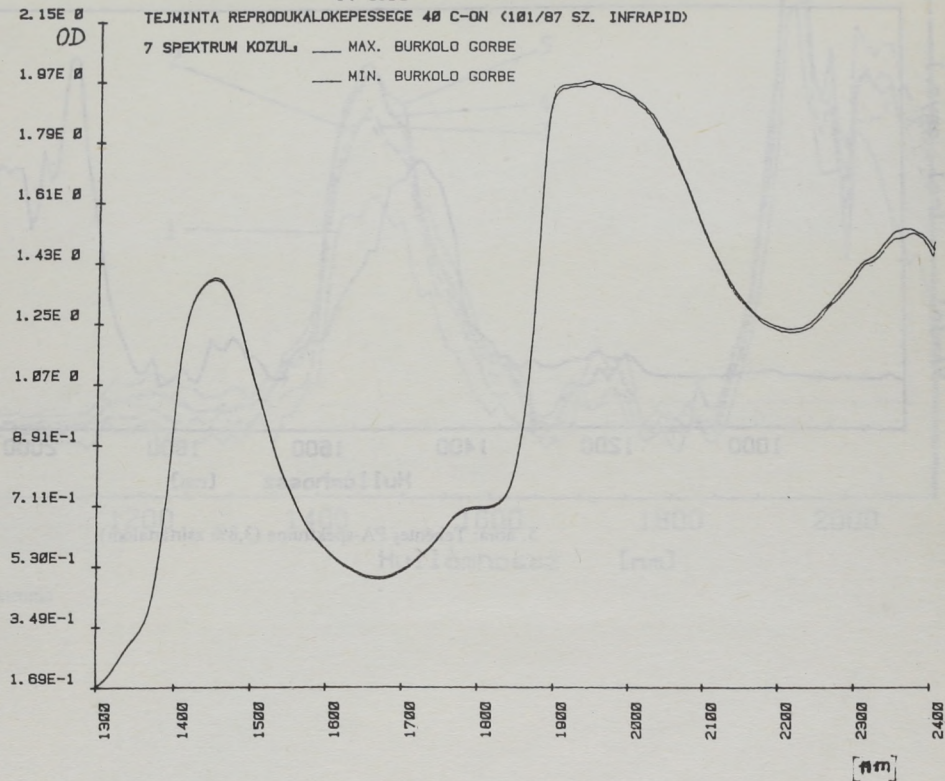
— A szagatási frekvencia változtatásával elérhető mélységi analízis előnyeit az élelmiszeranalitikában is célszerű részletesen megvizsgálni.

Egy ilyen analízisről számolnak be Kocsányi és munkatársai (7).

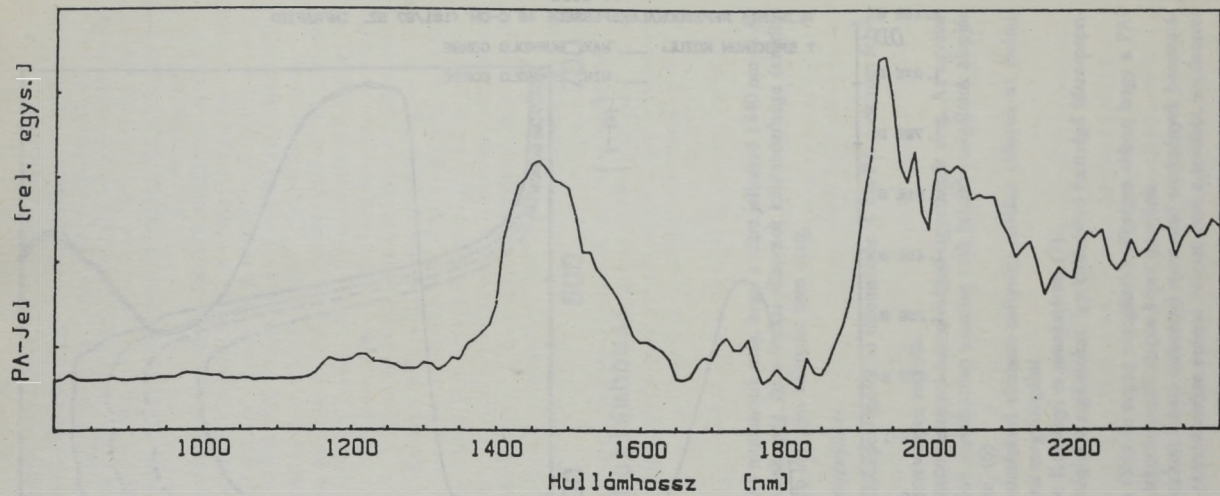
Nagel és munkatársai növényfiziológiai vizsgálatokat, így különböző érettségű fűszerpaprika tanulmányozását végezték el (8).

— Sokkal nagyobb mintaszám és többféle anyag vizsgálata szükséges ahhoz, hogy a PA-technika élelmiszeripari alkalmazási lehetőségeiről alapos képet nyerjünk.

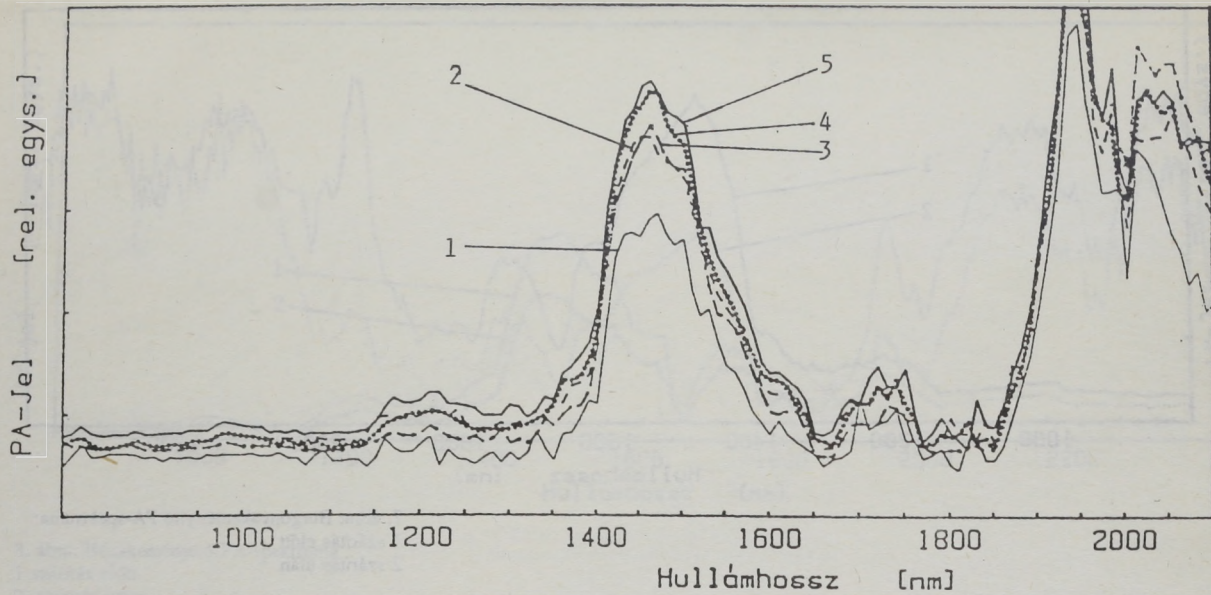
Jelen közlemény egy újonnan kialakított kutató műszerrel nyert első eredmények bemutatását tűzte ki feladatául, ezért a fenti észrevételekre érdemi választ csak a további, módszeres vizsgálatok adhatnak.



4. ábra: Tejminta reprodukálóképessége 40 °C-on (101/87 sz. INFRAPID)



5. ábra: Tehéntej PA-spektruma (3,8% zsírtartalom)



6. ábra: Tehéntej PA-spektruma

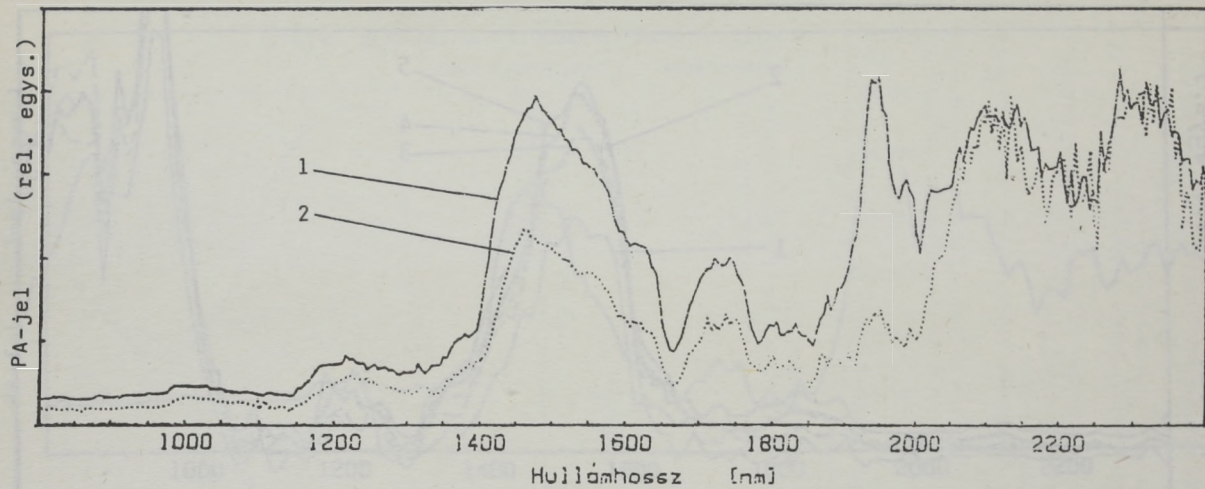
1 tej (3,8% zsírtartalom)

2 75% tej—víz

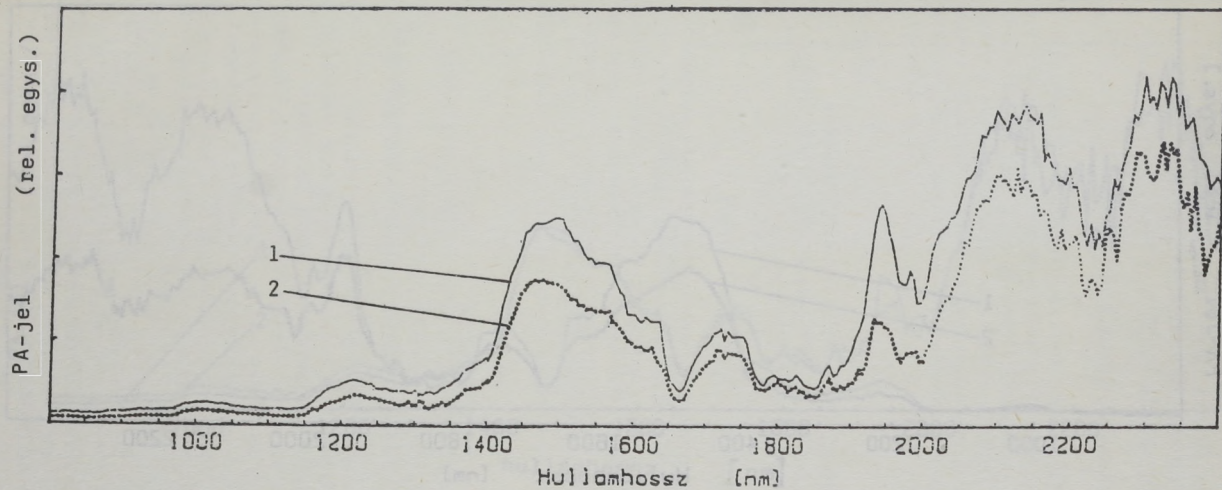
3 50% tej—víz

4 25% tej—víz

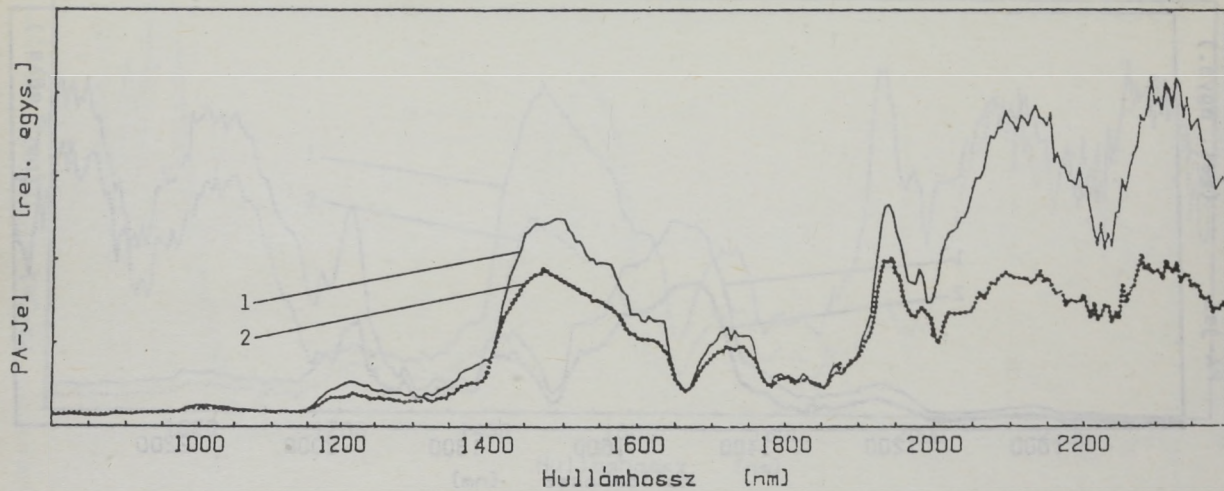
5 víz



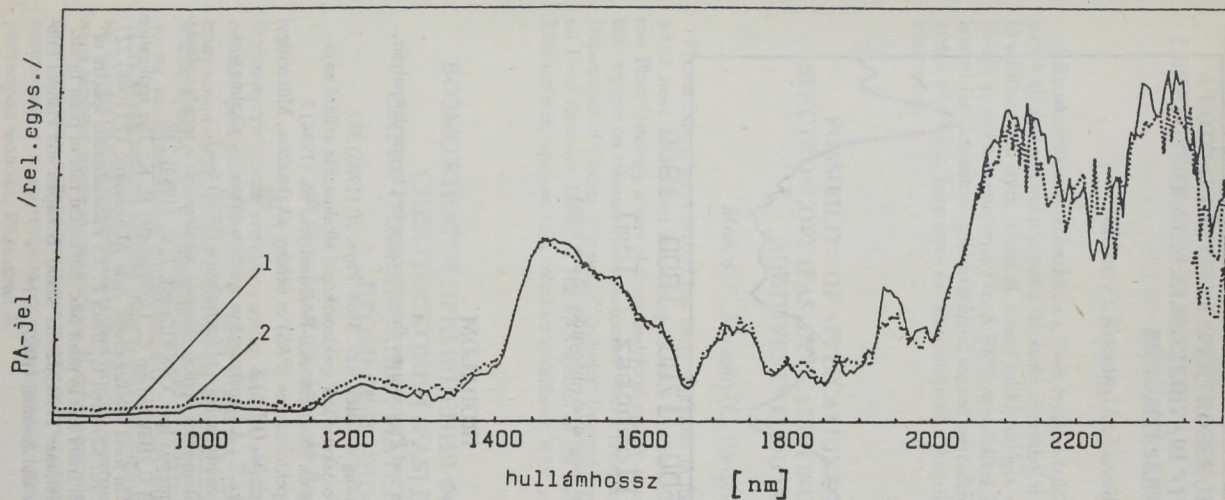
7. ábra: Burgonyakeményítő PA-spektruma:
 1 szárítás előtt
 2 szárítás után



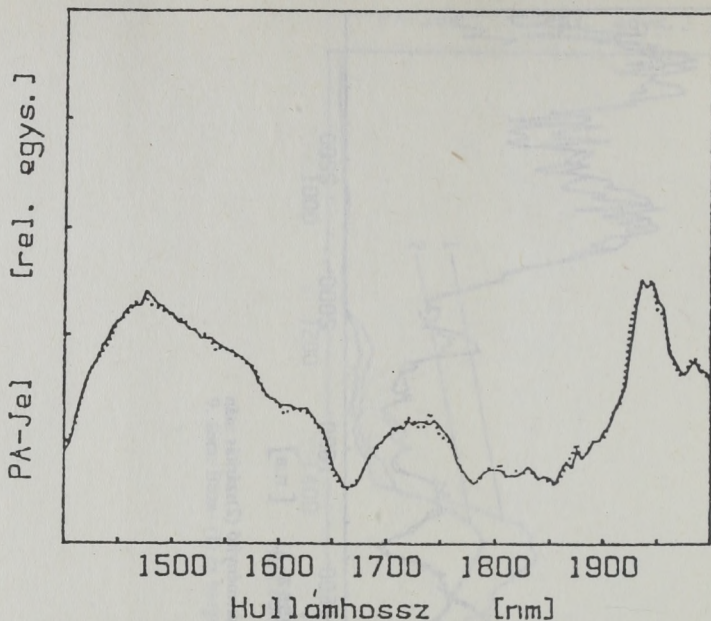
8. ábra: Búzakeményítő PA-spektruma
 1. szárítás előtt
 2. szárítás után



9. ábra: Búza- (1) és burgonyakeményítő (2) szárítás előtt



10. ábra: Búza- (1)és burgonyakeményítő (2)szárítás után



11. ábra: Reprodukciós vizsgálat burgonyakeményítőre (2 óra után)

IRODALOM

- (1) Rosencwaig A.: Photoacoustics and Photoacoustic Spectroscopy in Chemical Analysis, Vol. 57., John Wiley; (1980)
- (2) Tam A. C.: Photoacoustic sensing technics. *Rev. Mod. Phys.* 20 (1986) 381.
- (3) Miklós A., Diószeghy T.: A fotoakusztikus spektroszkópia alkalmazása szilárd anyagok vizsgálatában. *Műszerügyi és Méréstechnikai Közlemények.* 36. (1984) 3.
- (4) Kőfalvi J.: A fotoakusztikus spektroszkópia (PAS) és néhány alkalmazása, *Műszerügyi és Méréstechnikai Közlemények* 31. (1986) 5.
- (5) Kocsányi L., Richter P., Kaffka K.: A fotoakusztikus spektroszkópiai és alkalmazása élelmiszerek vizsgálatára. *Finommechanika—Mikrotechnika* (1986) 6—7.
- (6) Biacs P., Kaffka K.: A roncsolásmentes optikai eljárások alkalmazása a mezőgazdaságban és élelmiszeriparban. *Élelmezési Ipar XXXVIII. évf. 7. sz.* (1984) 248.
- (7) Kocsányi L., Richter P., Nagel E., Buschmann C., Lichtenthaler H. K.: The application of photoacoustic spectroscopy in food investigations. *Acta Alimentaria*, 17 (1988) 227.
- (8) Nagel E. M., Lichtenthaler H. K., Kocsányi L., Biacs P. A.: Photoacoustic spectra of chlorophylls and carotenoids in fruits and in plant oils. *Biological role of plant lipids.* Eds. Biacs P. A., Gruiz H., Kremmer T. Akadémiai Kiadó, Budapest and Plenum Publishing Corporation New York and London, (1989) 271.

А ФОТОАКУСТИЧЕСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ (PAS) АЛКАЛМАЗАСИ ЛЕХЕТОСЕГЕ АЗ ЭЛЕЛМШЕРИПАРИ НЫЕРС- ЭС АДАЛЕКАНЫАГОК МИНОСИТЕСЕБЕН

Mohos F., Kocsányi L., Váradi M., Biacs P.

А фотоакустикус спектросzkópia а 70-ес éveккен феjлödött ки эс кúлөнösen олян терüлетекен терjедт еl, ахол а мiнта феlүлетёлт тáволабби рéтегеkből иs szűксéг ван аз аныгсзекзетре ута-лó информáциóра. Иллен терüлет пл. а нóвёныи হিসزتología, де кёзенфеkвő алкalmazási терüлетнек лáстзик аз элелмшертудомáны иs. А ВМЕ Атомфизикаи Тансзékэн а КÉКI-vel кóзösen кифеj-лестетт фотоакустикус спектросzkóппал вёгзетт мёрескёрл, Rodamin—B, кúлөнбöző вizes хигитáсу теjoldatok, бургона- эс бúзакемёнытёг PA-спектрумának визсгалатáрол számол бе а кóзлемёны.

POSSIBILITY OF APPLICATION OF PHOTOACOUSTIC SPECTROSCOPY (PAS) IN QUALIFYING RAW MATERIALS AND ADDITIVES IN FOOD INDUSTRY

Mohos, F., Kocsányi L., Váradi, M., Biacs, P.

Photoacoustic spectroscopy has been developed in the seventies and was spread in fields which need information concerning material structure of layers further from sample surface, too. Plant histology is one of them, and food science also seems to be a possible field. The article reports on measurements performed with a photoacoustic spectroscope developed in the Department of Nuclear Physics of Technical University of Budapest in cooperation with Central Food Research Institute. The PAS spectra of the following substances were investigated: Rhodamin B, aqueous milk solutions in different dilutions, potato and wheat starch.

ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ ФОТОАКУСТИЧЕСКОЙ СПЕКТРОСКОПИИ (PAS) ДЛЯ ОЦЕНКИ СЫРЬЯ И ДОБАВОЧНЫХ МАТЕРИАЛОВ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Ф. Мохош, Л. Кочани, И. Варади, П. Биач

Фотоакустическая спектроскопия начала развиваться в 70-е годы и получила особое распространение в таких областях, где возникла необходимость для получения информации о структуре материала из более отдаленных от поверхности пробы слоев. Такой областью явилась, например, растительная гистология, но повидимому сподручной областью применения окажется также и область науки продуктов питания. В статье опубликованы измерения, проводимые на совместно разработанном факультетом атомной физики БПИ и Центральным Научно-исследовательским Институтом пищевой промышленности фотоакустическом спектрокопе, а также дается отчет об исследованиях РА-спектра пшеничного и картофельного крахмалов, различной концентрации водных растворов молока, Родамина-Б.

A NWENDUNGSMÖGLICHKEIT DER PHOTOAKUSTISCHEN SPEKTROSKOPIE (PAS) BEI DER QUALITÄTSBEURTEILUNG VON ROH- UND ZUSATZSTOFFEN FÜR DIE LEBENSMITTELINDUSTRIE

Mohos, F. und Mitarb.

Die photoakustische Spektroskopie wurde in den 70 er Jahren entwickelt und wird insbesondere auf solchen Gebieten angewandt, wo Informationen über die Materialstruktur nicht nur von der Oberfläche der Probe, sondern auch von tieferen Schichten benötigt werden. Ein solches Gebiet ist z.B. die pflanzliche Hystologie, aber auch die Lebensmittelwissenschaft kann als ein geeignetes Anwendungsgebiet angesehen werden. Im vorliegenden Artikel werden über die mit dem am Lehrstuhl für Atomphysik der Technischen Universität Budapest gemeinsam mit dem Zentralinstitut für Lebensmittelforschung entwickelten photoakustischen Spektroskop durchgeführten Messungen und über die Untersuchungen des PA-Spektrums von Rodamin—B, verschiedener wäßriger Verdünnungen von Milchlösungen sowie Kartoffeln und Weizenstärke berichtet.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE SZERKESZTI: MOLNÁR PÁL

KALINOSKI H. T., SMITH R. D.: Programozott nyomású microbore oszloppal működő szuperkritikus folyadék kromatográfiás-tömegspektrometriás eljárás szerves foszfortartalmú rovarölőszerek meghatározására (Pressure Programmed Microbore Column Supercritical Fluid Chromatography- Mass Spectrometry for the Determination of Organophosphorus Insecticides) Anal. Chem. 60 (1988) 6, 529—535

Nagy áramlási sebesség (HFR) alkalmazása — a kifejlesztett interface egységen keresztül — a szuperkritikus folyadékkromatográfia (SFC) — tömegspektrometria (MS) során olyan feltételeket biztosít, melyekkel igen hatékony — programozott nyomású — elválasztás érhető el, megfelelő microbore HPLC oszlop szilárd fázisa által biztosított jó szelektivitás és a szuperkritikus folyadék változtatható szolváló képessége együttesen teszi ezt lehetővé. A töltött oszlopok használata nagyobb terhelést (az injektált oldószerten nagyobb koncentráció) és alacsonyabb kimutathatósági határt tesz lehetővé (a kereskedelemben kapható kapillárkolonnákhoz képest). A poláris folyadék modifikálók kis koncentrációi — melyek a töltött kolonnás SFC alkalmazásához szükségesek — úgy működnek, mint a gyenge kémiai ionizációs reagensek. Számos témikusan instabil, nagyobb molekulásúlyú, közepesen poláris növényvédőszer azonosítható FSC—MS módszerrel, amely érzékeny, szelektív és széles területen alkalmazható a növényvédőszer azonosítására és PPB szintű kimutatására.

A microbore kolonnák (pl. HPLC típusú) alkalmazása az SFC—MS-ben azért előnyös, mert a fázis arány (az álló fázis mozgó fázishoz viszonyított aránya) lényegesen jobb, mint az 50 µm belső átmérőjű <0,25 µm filmvastagságú olvasztott szilika kapillár kolonnáké, ill. az álló fázisnál nagyobb összterfogatot lehet választani. A nagyobb arány lehetővé teszi az injektált minta mennyiségének növelését, fokozza a detektor érzékenységét ill. a szelektivitás javítható azzal, hogy sokféle álló fázis alkalmazható.

A cikkben leírt módszer jó alap lehet pl. annak a tanulmányozására, hogy hogyan lehet más ionizációs technikát vagy MS/MS technikát az érzékenység fokozása érdekében alkalmazni, vagy a szuperkritikus fluid extrakciót a növényvédőszer hatékonyabb kinyerésére felhasználni.

Visi Gy.
(Kaposvár)

A NIR/NIT SPEKTROSKÓPIA ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERMINÓSÍTÉSBEN¹⁾

VÁRADI MÁRIA—TÓTH ÁRPÁD

Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

Élelmiszeriparunk export temelésének fokozása, valamint az egészséges táplálkozás iránti igény szükségessé teszi élelmiszereink minőségének rendszeres ellenőrzését. A minőség értékelésén túl a minőségmeghatározás egyre növekvő fontosságot kap az automatikus folyamat- és gyártásirányítás megvalósításánál is. A technológiai folyamatok során a nyersanyagok, félkész- és késztermékek összetételének ellenőrzése lehetővé teszi a gazdaságos temelést és ugyanakkor biztosítja élelmiszereink minőségét.

Mindezek alapján nyilvánvaló, hogy az élelmiszer- és agroanalitikában az utóbbi években előtérbe kerültek a fizikai módszerek. Ezek közül kiemelt jelentőségre tett szert a közeli infravörös diffúz reflexiós és transzmissziós technika, amelynek angol megnevezése (Near Infrared Diffuse Reflectance/Transmittance Spectroscopy) alapján a NIR/NIT rövidítés használata terjedt el a gyakorlatban.

A NIR/NIT spektroszkópai lehetőséget ad az élelmiszeripari és mezőgazdasági termékek optikai tulajdonságainak mérése alapján a kémiai, esetleg biológiai minőségi jellemzők 1—2 perc alatt történő meghatározására. A technika legfontosabb jellemzői az alábbiak:

— roncsolásmentes módszer; nem igényel kémiai feltárással, roncsolással járó mintaelőkészítést,

— gyors; 1—2 perc alatt egyidejűleg több összetevő (pl. fehérje, nedvesség, olaj/zsír, keményítő, rost stb.) meghatározható alkalmazásával,

— gazdaságos és környezetkímélő,

— reprodukálhatósága jobb, mint a hagyományos kémiai módszereké,

— pontossága a kalibráló kémiai módszerektől függ.

Jelen közleményben a NIR/NIT spektroszkópia legfontosabb mérés technikai alapjait kívánjuk bemutatni, összehasonlítjuk más analitikai módszerekkel és végül áttekintést adunk a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézetben az elmúlt években folytatott NIR/NIT kutatásokról.

A NIR/NIT technika mérési elve

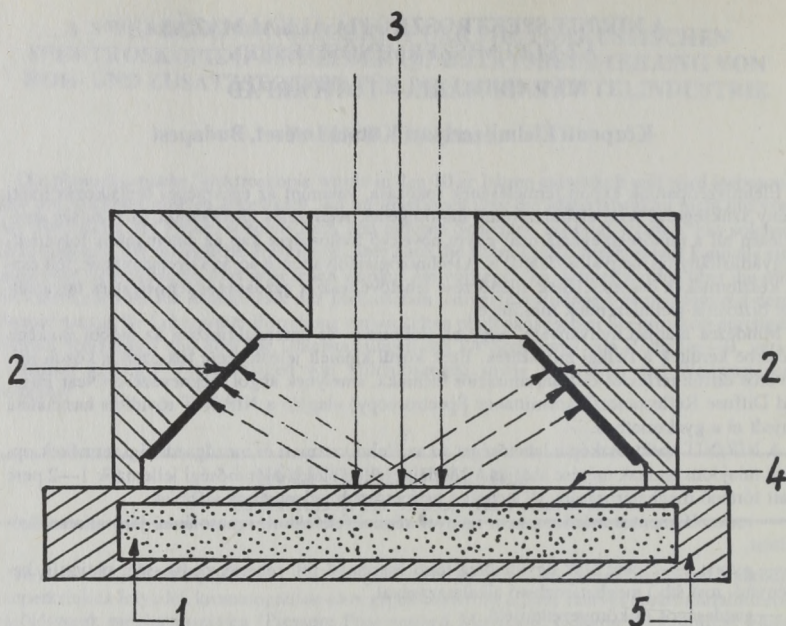
Mivel az élelmiszerösszetevők jelentős részének abszorpciós csúcsa a 850—2500 nm közötti közeli infravörös spektrális tartományban van, így ez a tartomány különösképpen alkalmasnak bizonyul élelmiszertermékek összetételének meghatározására. A vizsgálandó anyagot közeli infravörös fényvel megvilágítva a reflektált/transzmittált fény intenzitás változása és a minta beltartalmi értékei között megállapítható korreláció az összetételi adatok gyors meghatározására ad lehetőséget.

A kétféle technika mérési elrendezésének elvi bloksémáját Norris nyomán (1) az 1. és 2. ábra mutatja.

A reflexiós technika esetében a monokromatikus fényvel megvilágított etalon (közel ideálisan reflektáló anyag), illetve minta felületéről diffúzan reflektált fényt a gömbszimmetrikusan elhelyezett detektorok érzékelik. A mérésekhez a mintát megfelelő szemcseméretűre szükséges őrölni, ezáltal biztosítva a diffúz reflexióhoz szükséges felületet.

Az analitikailag hasznosítható információt tehát a minta felületéről, mindössze néhány tized milliméter felületi rétegről kapjuk.

¹⁾ Az ÉKB Élelmiszeralitikai Munkabizottságnak Spektroszkópiás Ankétján 1989. november 9-én Szegeden elhangzott előadás alapján átdolgozott kézirat



1. ábra

A transzmissziós méréstechnika alkalmazásával nagyobb energiájú fénysugár alkalmazásával az etalonon (pl. levegő), illetve a mintán áteső fényt mérik. Az analitikai jelképzésben így a minta kb. 1—2 cm rétegvastagsága vesz részt, a mérés a minta öröletlen állapotában (pl. gabonák esetén) egész szemből történik.

Az élelmiszerek legnagyobb részének transzmissziós vagy reflexiós spektruma komplex az abszorpciós sávok átfedése és az abszorpciós csúcsok elmosodottsága következtében. Így a komponensek százalékos arányának meghatározásához különféle matematikai módszereket kell alkalmazni, az eredeti spektrumok transzformáltjait képezve. A leggyakrabban alkalmazott lineáris egyenlet a következő:

$$\% = K_0 + K_1 T[O_1] + \dots + K_n T[O_n]$$

ahol

% — a mérendő komponens koncentrációja

$K_0, K_1 \dots K_n$ — regressziós koeficiens

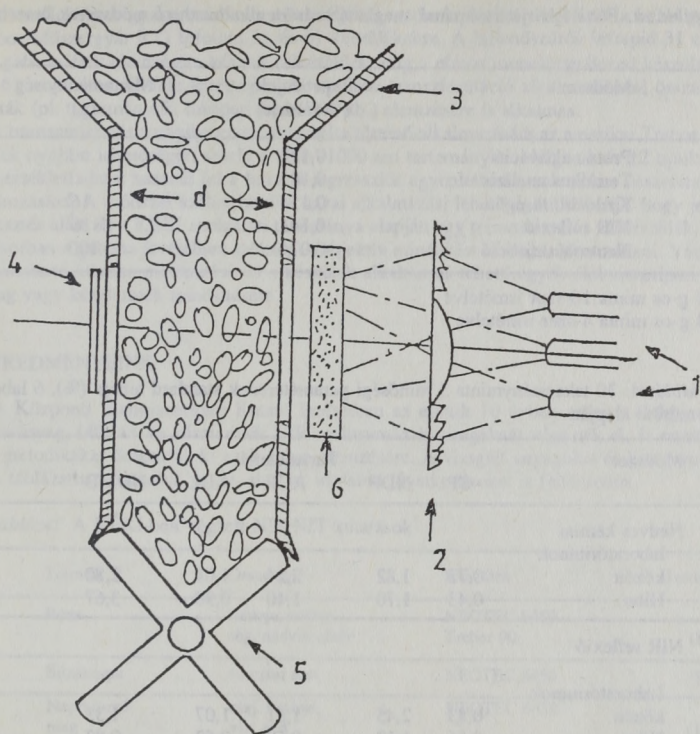
T — az alkalmazott matematikai transzformáció

O — az adott hullámhosszon mért optikai jel

1...n — karakterisztikus hullámhosszak

A konstansok meghatározása regresszióanalízissel történik, amelyhez 50—80 mintából álló halmazzt célszerű felhasználni. A megfelelő minőségű és mennyiségű kalibráló minta összegyűjtése sok esetben jelent nehézséget a módszer gyakorlati bevezetésénél.

A különféle matematikai transzformációk közül célszerű kiemelni az optikai jel negatív lo-



2. ábra

garitmusát, mint alaptranszformációt, valamint az első, illetve második derivált képzését, mint a legtöbbször alkalmazott transzformációkat.

A NIR/NIT technika összehasonlítása más analitikai módszerekkel

Az USDA (Amerikai Mezőgazdasági Minisztérium) Beltsville-i Kutató Intézetében Norris és munkatársai (2) által a 70-es években kidolgozott NIR/NIT technika alkalmazása egyre szélesebb körben terjedt el az élelmiszeripari és mezőgazdasági laboratóriumokban az utóbbi években. A különféle alkalmazási lehetőségekről számos összefoglaló közlemény (3, 4, 5), konferencia kiadvány (6) jelent meg. Williams és Norris 1987-ben kiadott összefoglaló műve (1) az elméleti alapok ismertetése mellett foglalkozik a különféle berendezésekkel, alkalmazási területekkel és mintegy 312 anyag NIR spektrumát tartalmazza.

A szerzők (1) a NIR technikát reprodukálhatóság vonatkozásában összehasonlították más analitikai módszerekkel búza fehérjetartalmának mérése során. Az eredményeket az 1. táblázat mutatja. A táblázat adatai alapján megállapítható, hogy mindössze a neutron aktivációs módszer biztosít a NIR spektroszkópiánál jobb reprodukációs értékeket. A mintamennyiség hatása

1. táblázat: Búza fehérjetartalmának meghatározására alkalmazható módszerek összehasonlítása

Módszer	Reprodukción (% fehérje)	Mintamennyiség (g)
Proton aktiváció	0,189	1
Termikus analízis	0,185	1
Kjeldahl nitrogén	0,154	16 ^a
NIR reflexió	0,141	16 ^b
Neutron aktiváció	0,074	100

^a 1 g-os minta 16-szor ismételve

^b 4 g-os minta 4-szer ismételve

2. táblázat: 30 takarmányminta 5 minőségi paraméterének standard hibája (%), 6 laboratórium mérése alapján

Módszer	Paraméterek				
	CP	NDF	ADF	ADL	NDMD
Nedves kémiai laboratóriumok között	0,75	1,82	2,24	1,01	2,80
Hiba	0,43	1,70	1,40	0,90	3,67
NIR reflexió					
Laboratóriumok között	0,83	2,45	1,81	1,07	1,33
Hiba	0,56	1,12	0,60	0,63	0,83

CP — nyers fehérje, NDF — neutrális detergens rost, ADF — sav detergens rost, ADL — sav detergens lignin, NDMD — in-vitro emészthetőség

is látható a táblázatból. A reprezentatív mintavétel szempontjából a nagyobb mintamennyiség kedvezőbb, s ez a mérések reprodukciójának javulásában is megmutatkozik.

Templeton és munkatársai (7) takarmányminták minőségi paramétereinek 6 laboratórium által meghatározott adatait hasonlították össze, eredményeiket a 2. táblázat foglalja össze. Az adatok azt mutatják, hogy az eredmények összevethetők, sőt az emészthető szárazanyag esetében a NIR technikával lényegesen kisebb hiba érhető el, mint a nedves kémiai eljárásokkal.

BERENDEZÉSEK

A Központi Élelmiszeripari Kutató Intézetben a kutatások a NEOTEC 6450 típusú kutató műszerrel folynak. A készülék a 250—2500 nm közötti hullámhossz tartományban működik. Ez a tartomány két monokromátor között oszlik meg, amelyek mindegyike két tartományban bizonyos átfedéssel dolgozik. A műszer felvehet és tárolhat 700 vagy 1400 hatjegyű transzmissziós vagy reflexiós adatot tartalmazó spektrumot minden 400 msec-ban, amelyből különféle programcsomagok segítségével az összetételi adatok számolhatók.

Az eredmények gyakorlati bevezetése céljából eredményeinket adaptáltuk a hazai gyártású (Labor Műszergyár RT) Infracid 31 és 61 készülékekre. A billenőszűrős Infracid 31 elsősorban gabonafélék elemzésére készült célkészülék, míg a rácsos monokromátorral készült Infracid 61 analízátor, 10-féle lehetséges matematikai transzformáció alkalmazásával összetettebb minták (pl. takarmányok, húspari termékek stb.) elemzésére is alkalmas.

A transzmissziós technika gyors, rutincélra történő alkalmazására az amerikai Trebor 90 készülék nyújtott lehetőséget, amely a 850—1050 nm tartományban dolgozik és 12 optikai és 2 hőmérséklet adatot használ fel a lineáris regressziós egyenletben a százalékos összetétel meghatározására. A módszer szélesebbkörű hazai alkalmazási lehetőségét biztosítja, hogy jelenleg fejlesztés alatt áll a KÉKI szolgálati találmánya alapján egy transzmissziós célkészülék, amely elsősorban a gabona átvételhez szükséges objektív minősítést kívánja előmozdítani. Várhatóan a mintatartó kivételével a készülék alkalmassá tehető egyéb élelmiszeripari nyersanyag vagy késztermék minősítésére.

EREDMÉNYEINK

A Központi Élelmiszeripari Kutató Intézetben az elmúlt 10 évben számos élelmiszeripari nyersanyag, félkész- és késztermék NIR spektrumának vizsgálatát végezték el, és ennek alapján metodikákat dolgoztak ki ezek gyors elemzésére. A vizsgált anyagokat és komponenseket a 3. táblázatban foglaltuk össze, ahol az irodalmi hivatkozásokat is feltüntettük.

3. táblázat: A KÉKI-ben végzett NIR/NIT kutatások

Termék	Összetevő	Készülék	Irodalom
Búza	fehérje, nedves-ség, nedves siker	NEOTEC 6450 Trebor 90	(8)
Búzakoopa	étkezési rost	NEOTEC 6450	(9)
Napraforgó mag	olaj, fehérje, víz, rost	NEOTEC 6450	(10)
Tészta- termékek	tojástart., zsír, fehérje, víz	NEOTEC 6450	(11) (12)
Nyershúsok	fehérje, víz, zsír	NEOTEC 6450 Infracid 61	(13, 14)
Vörösáru- pép	fehérje, víz zsír	NEOTEC 6450 Infracid 61	(15)
Csonthéjas gyümölcsök	érettség	NEOTEC 6450	(16, 17)
Csillagfürt	aminosavak	NEOTEC 6450	(18)
Kakaópor	zsír, fehérje, szénhidrát	NEOTEC 6450	(19)
Húsliszt	fehérje, zsír	NEOTEC 6450 Infracid 61	(20)
Vaj, margarin	víz	NEOTEC 6450	

Termék	Összetevő	Készülék	Irodalom
Kávé (őrölt)	víz	NEOTEC 6450 Infrapid	—
Bors, fűszer- paprika	víz	NEOTEC 6450	—
Dohány	víz, alkaloid, redukáló cukor, fehérje	NEOTEC 6450	—
Bor	alkohol, extrakt, cukor, titrálha- tósav	NEOTEC 6450	(21, 22)
Tej	fehérje, zsír	NEOTEC 6450	—

A táblázatban felsorolt módszerek közül elsősorban a gabonafélék, olajosmagvak, nyershú-
sok és húsipari termékek mérése terjedt el a gyakorlatban.

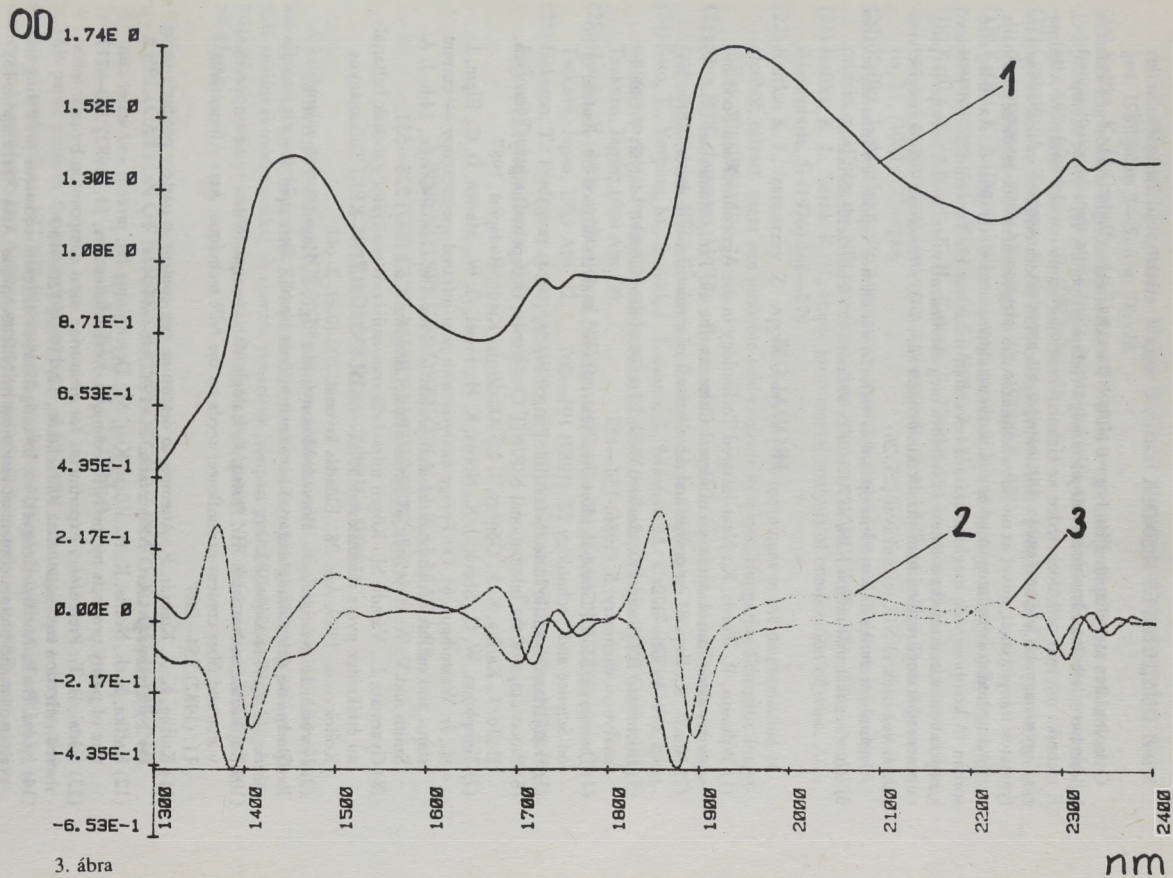
Példaként a 4. táblázatban bemutatjuk legújabb mérési eredményeinket, vörösáru gyártása

4. táblázat: Húspép mérésének statisztikai jellemzői

Össze- tevő	Méréstart. (%)	Matemat. transzf.	Kalibráció		Ellenőrzés	
			R	SEC (%)	R	SEP (%)
Zsír	8,8—19,4	OD	0,968	0,575	0,977	0,503
		D20D	0,974	0,524	0,978	0,483
Víz	67,4—77,8	OD	0,976	0,467	0,989	0,452
		D20D	0,986	0,356	0,987	0,396
Fehérje	8,8—12,8	OD	0,803	0,500	0,752	0,641
		D20D	0,903	0,359	0,902	0,450

- R — korrelációs együttható
 SEC (%) — Kalibráció hibája
 SEP (%) — Ellenőrzés hibája
 OD — Optikai denzitás
 D20D — Második derivált

során a kutterozás után húspép beltartalmi értékeire NIR technikával nyert statisztikai jellem-
zőket. A táblázat alapján megállapítható, hogy a NIR technika lehetőséget ad nemcsak a nyers-
anyag osztálybasorolására, hanem a gyártásközi gyors minőségellenőrzésre is. A táblázatban
feltűntettük a matematikai transzformáció hatását, ennek szemléltetésére a 3. ábra az alap-
spektrumot és első, valamint második deriváltját mutatja be. Látható, hogy a burkológörbe jel-
legű alapspektrumhoz képest az első és második derivált esetén sokkal élesebb csúcsok adódtak
a karakterisztikus hullámhossz értékeknél.



3. ábra

KÖVETKEZTETÉS ÉS TRENDK

Összefoglalva megállapíthatjuk, hogy a NIR/NIT módszerekben rejlő lehetőségek kutatása, fejlesztése és alkalmazása rendkívüli jelentőségű élelmiszeriparunk fejlesztése szempontjából. E technika ma már nélkülözhetetlen az élelmiszeranalitika szinte minden területén. Alkalmazása egyre nagyobb jelentőségűvé válik a minőségellenőrző laboratóriumok mellett az ipari folyamatok irányításánál, mivel az on-line alkalmazásokra a legkézenfekvőbb lehetőséget kínálja, továbbá az irodalomban megjelennek a módszer alkalmazásának új területei is. Az eddig elsősorban fő komponensek meghatározására bevezetett módszert kis koncentrációban jelenlevő komponensek kimutatására is sikerrel kísérelték meg alkalmazni, valamint alakfelismerési programcsomagok segítségével hamisítások kimutatását (23, 24), szenzorikus tulajdonságok vizsgálatát végezték el NIR technikával (25, 26).

A számítástechnika és a modern optikai és elektronikai elemek fejlődése várhatóan további új lehetőségeket nyit meg a NIR/NIT technika számára az élelmiszeranalitikában.

IRODALOM

- (1) Williams, P., Norris, K.: Near-Infrared Technology in the Agricultural and Food Industry American Association of Cereal Chemists, Inc. St. Paul, Minnesota, USA, 1987
- (2) Norris, K.: Reports on design and development of a new moisture meter. Agric. Eng. 45, (1964) 370—372
- (3) Buchanan, B., Honigs, D., Seattle, W. A.: Trends in near-infrared analysis Trends in analytical chemistry, 5, (1986) 154—157
- (4) Davies, A. M. C., Grant, A.: Review: Near infra-red analysis of food Int. Journal of Food Science and Technology 22, (1987) 191—207
- (5) Hungarian Scientific Instruments (Ed. Pungor E.) 58, (1984) 1—83
- (6) Proceedings of the International NIR/NIT Conference, Budapest, Hungary, 1986 (Eds. Holló, J., Kaffka, K. J., Gönczy, J. L.) Akadémiai Kiadó, Budapest, 1987
- (7) Templeton, W. C., Shenk, J. S., Norris, K. H., Fissel, G. W., Marten, G. C., Elgin, J. H., Jr, Westerhaus, M. O.: Forage analysis with near-infrared spectroscopy — current status and outline of national research project In: Proc. Int. Grassl. Congr., 14th, J. A. Smith and V. W. Hays, eds. Westview Press, Boulder, Co. (1987) 528—531
- (8) Gyarmati, L., Váradi, M.: Közeli infravörös transzmissziós analizátor gabonák beltartalmi értékeinek gyors minősítésére MTA—MÉM ÉKB—MÉTE—KÉKI Tudományos Kollokvium, 1989. Ápr. 28., Előadás kivonat, 202 füzet, 2. old.
- (9) Horváth, L., Norris, K. H., Horváth-Mosonyi, M., Rigó, J., Hegedűs-Völgyesi, E.: Study into determining dietary fiber of wheat bran by NIR technique. Acta Alimentaria, 13, (1984) 356—382
- (10) Kaffka, K. J., Norris, K. H., Perédi, J., Balogh, A.: Attempts to determine oil, protein, water and fiber content in sunflower seeds by the NIR technique. Acta Alimentaria, 11, (1982) 254—269
- (11) Kaffka, K. J., Kulesár, F.: Attempts to determine egg content in pastry products using the NIR technique. Acta Alimentaria, 11 (1982) 48—64
- (12) Kaffka, K. J., Norris, K. H., Rózsa-Kiss, M.: Determining fat, protein and water content of pastry products by the NIR technique. Acta Alimentaria, 11, (1982) 200—217
- (13) Nádai, B. T.: Preliminary experiments for measuring meat composition by near infrared reflection technique. Acta Alimentaria, 12, (1983) 120—130
- (14) Nádai, B. T., Mihályi-Kengyel, V.: Investigations of different equations predicting moisture, fat and protein content of raw meat by NIR-technique. Acta Alimentaria, 13, (1984) 344—353
- (15) Adányiné Kisbocskói, N., Váradi, M.: NIR technika alkalmazása a húsiparban vörösa-

ruk minőségének biztosítására. Magyar Biofizikai Társaság XV. Vándorgyűlése, Szeged, 1989 július 3—5, Abs. 78. old.

- (16) Kaffka, K. J., Czabaffy, A.: The correlation between quality parameters and optical transmittance of some stone fruits determined with a near-infrared composition analyzer. *Acta Alimentaria*, 10, (1981) 76—85
- (17) Czabaffy, A.: Attempts to elaborate a non-destructive optical method for measuring cherryripeness. *Acta Alimentaria*, 13, (1984) 84—95
- (18) Kaffka, K. J.: Determination of amino acids in lupine by near infrared reflectance spectroscopy. *Acta Alimentaria*, 17 (1988) 3—11
- (19) Kaffka, K. J., Norris, K. H., Kulcsár, F., Draskovics, I.: Attempts to determine fat, protein and carbohydrate content in cocoa powder by the NIR technique. *Acta Alimentaria*, 11, (1982) 272—288
- (20) Kaffka, J., Martin, A. P.: Attempts to determine protein, fat and moisture in „animal protein meal” by the NIR technique. *Acta Alimentaria*, 14, (1985) 309—318
- (21) Kaffka, K. J., Norris, K. H.: Rapid instrumental analysis of composition of wine. *Acta Alimentaria*, 5, (1976) 268—279
- (22) Kaffka, K. J., Jeszenszky, Z.: Applications of NIR techniques in the determination of alcohol, extract, sugar and titratable acid contents in wines. *Hungarian Scientific Instruments*, 58, (1984) 69—74
- (23) Cho, R. K., Iwamoto, M.: Use of near infrared spectra for purity identification of vegetable oils 2nd Int. NIRS Conference, Tsukuba, Japan, 1989 Abs. 38
- (24) Sato, T., Yoshino, M., Suzuki, J., Kawano, S., Iwamoto M.: Use of near infrared spectroscopy to detect foreign fat adulteration of dairy products 2nd Int. NIRS Conference, Tsukuba, Japan, 1989 Abs. 39.
- (25) Hosaka, Y.: New application of NIR for taste evaluation 2nd Int. NIRS Conference, Tsukuba, Japan, 1989 Abs. 42.
- (26) Isaksson, T.: Prediction of sensory quality of peas by NIR and NIT 2nd Int. NIRS Conference, Tsukuba, Japan, 1989 Abs. 54.

A NIR/NIT SPEKTROSKÓPIA ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERMINŐSÍTÉSBE

VÁRADI MÁRIA—TÓTH ÁRPÁD

A közlemény bemutatja a NIR/NIT technika mérés technikai alapjait, áttekintést ad analitikai alkalmazási lehetőségeiről, összehasonlítja pontosság és reprodukálhatóság szempontjából más analitikai módszerekkel. A szerzők ismertetik húsipari gyártási folyamat során a gyártás-közi fehérje-, zsír-, víztartalom meghatározására kidolgozott NIR módszer statisztikai jellemző adatait.

APPLICATION OF NIR/NIT SPECTROSCOPY IN FOOD QUALIFYING

VÁRADI, M., TÓTH, A.

This paper presents the methodological basis of NIT/NIR technics, gives a survey of their analytical applications. NIT/NIR is compared to other analytical methods with a view to accuracy and reproducibility. Authors report the statistical characteristics of NIR method developed for the determination of protein, fat and water content in intermediate products of a technological process in meat industry.

ПРИМЕНЕНИЕ NIT/NIR СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ОЦЕНКИ ПРОДУКТОВ ПИЩЕВОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

М. Варади, А. Тот

В статье излагаются основы техники измерения NIT/NIR дано обозрение о возможностях аналитического применения и приведено сравнение с другими аналитическими методами с точки зрения точности и воспроизводимости.

Авторы дают сообщение о характерных статистических данных разработанного NIR метода для определения содержаний белка, жира и воды в продуктах, полученных в межпроизводственном процессе в мясной промышленности.

ANWENDUNG DER NIR/NIT SPEKTROSKOPIE FÜR DIE QUALITÄTBEWERTUNG VON LEBENSMITTELN

VÁRADI, M. UND TÓTH, Á.

Im vorliegenden Artikel werden die meßtechnischen Grundlagen der NIR/NIT Technik dargestellt und die analytischen Anwendungsmöglichkeiten erläutert. Die entsprechenden Methoden werden hinsichtlich Richtigkeit und Reproduzierbarkeit mit anderen analytischen Verfahren verglichen. Die Verfasser geben die statistischen Kenndaten der für die Bestimmung des Eiweiß-, Fett- und Wassergehaltes von Fleischprodukten ausgearbeiteten NIR-Methode während des Produktionsprozesses in der Fleischindustrie an.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE SZERKESZTI: MOLNÁR PÁL

MAIER, H. G.: Szabványos eljárások kávé víztartalmának meghatározására (Standardmethoden zur Bestimmung von Wasser im Kaffee)

Deutsche Lebensmittel—Rundschau 85 (1989) 3, 69—72.

A nyers-, a pörkölt- és az oldható kávé víztartalmának megbízható meghatározása a minőségmegőrzés feltételei ill. az értékes összetevők szárazanyagra történő átszámítása szempontjából jelentős. A meghatározás nehézségei már a nyers ill. a pörkölt kávé órlésekor jelentkezhetnek, amit előszáritással célszerű kiküszöbölni, vagy lényegesen csökkenteni (az új szabvány ennek előírására nem tér ki!). Az egyértelmű meghatározást korlátozza.

— száritás esetén az egyéb illó összetevők távozása ill. a vizet termelő kémiai folyamatok bekövetkezése;

— titrálásor a környezetből történő vízfelvétel ill. a nem kívánatos kémiai folyamatok az extrakció során.

Számos száritásos és extrakciós eljárás körvizsgálata és bírálata alapján ismerteti a pörkölt kávé víztartalmának meghatározására kidolgozott DIN 10772 előírását, amely 9 laboratórium körvizsgálata alapján bizonyult megbízhatónak.

Az eljárás az üvegeszközök és az oldószer gondos előkészítése, vakpróba és a Karl—Fischer reagens ismétléses meghatározása után, az őrlött kávé visszafolyósos hűtésű extrakcióját követően coulometriás végpontjelzést alkalmaz.

Szarvas T.
(Budapest)

HÚS- ÉS HÚSKÉSZÍTMÉNYEK SZÉNHIDRÁT-, NITRÁT- ÉS FEHÉRJETARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA SPEKTROSZKÓPIÁS ELJÁRÁSOKKAL¹⁾

CZEGLÉDI - JANKÓ GÉZÁNÉ—ÉLIÁS IDA—NAGY EDIT

Országos Húspari Kutatóintézet, Budapest

A spektroszkópiás vizsgálatok a húspari minőségellenőrzésben igen elterjedtek, számos húspari vizsgálati szabvány írja elő döntő módszerként a hústermékek valamely komponensének színreakción alapuló spektrofotométeres meghatározását. Beszámolóinkban három olyan fotométeres eljárást ismertetünk, amelyet laboratóriumunkban fejlesztettünk ki, illetve adaptáltunk hústermékek kémiai vizsgálatához. E három eljárás mindegyike önálló közleményként is megjelenik a közeljövőben, jelen munkánkban csak a lényeg vázlatos ismertetésére szorítkozunk.

1. Hústermékek szénhidrát tartalmának meghatározása

A húspari készítményekben olyan kevés természetes eredetű szénhidrát van, hogy azok vizsgálatára, vagy éppen mennyiségi meghatározásukra a gyakorlatban eddig nem volt szükség. A legutóbbi években azonban a hústermékek választéka olyan termékekkel bővült, amelyek már figyelemre méltó mennyiségű mono- és diszacharidot tartalmaznak, mégpedig elsősorban glükózt, laktózt és szacharózt. Szükségessé vált tehát a kémiai vizsgálatok kiterjesztése ezekre a komponensekre is, ugyanis a szénhidrátoknak élelmezés-egészségügyi jelentősége is lehet (laktóz-intolerancia, cukorbetegség).

Glükózt általában a fóliacsomagolású, pácolt sertéshús-termékekhez adagolnak (fóliás sonka, lapocka stb.) a lékválás csökkentése céljából. Glükózt, laktózt, szacharózt egyedül, vagy kombinációban a szárazárúkhhoz is alkalmaznak; egyrészt a hagyományos termékeknél az érlelési folyamatok javítása céljából, illetve újabban a starterkultúrával készült kolbászféléknél fermentációt elősegítő anyagként. Megemlíthetők szénhidrátforrásként a töltelékes készítményekhez, sonkafélékhez adagolható, ún. színjavító, színtartósságt fokozó adalék anyagok is (pl. TARI-készítmények), mert ezek mindig tartalmazzak szénhidrátot.

Ezeknek az egyszerű szénhidrátoknak a meghatározása nem okoz különösebb nehézséget, mindenesetre tisztázni kellett a vizsgálati körülményeket, mert a szakirodalomban nem volt utalás e három szénhidrát húspari készítmények miliójében történő analitikájára.

Hosszabb múltra tekint vissza a keményítő adalékként való alkalmazása (hurkakészítmények, Luncheon Meat) és ennek kémiai vizsgálata. A hagyományos módszerek mellett vannak újszerű megoldások is. A Budapesti Műszaki Egyetem Biokémiai és Élelmiszertechnológiai Tanácskén, ÖRSI és munkatársai (1) a keményítő meghatározására a poliszacharid-jódkomplex kolorimetriás mérését CONTIFLO automata elemzőkészülékre adaptálták, amely eljárás jól alkalmazható a hústermékek minőségellenőrzésében.

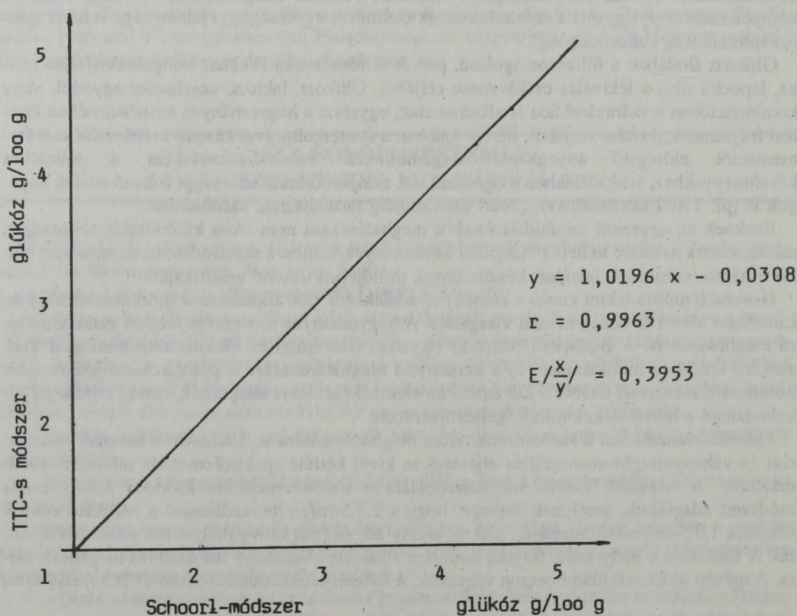
Laboratóriumunkban a szénhidrát tartalom meghatározására az általánosan használt titrimetriás és vékonyrétegkromatográfiai eljárásokon kívül kétféle spektrofotometriás módszert alkalmaztunk. A *redukáló cukrok* meghatározására a trifeniltetrazólium-kloridos kolorimetriás módszert adaptáltuk, amelynek lényege, hogy a 2,3,5-trifeniltetrazóliumsó a redukáló cukrok hatására 1,3,5-trifenil-formazánná alakul, amely alkoholban oldva fényvörös színeződést mutat. A formazán e mély színe folytán kitűnően alkalmas kvantitatív fotométeres meghatározásra. A mérést 488 nm hullámhosszon végezzük. A trifenil-tetrazólium-kloridos (TTC-s) eljárással

¹⁾ Az ÉKB Élelmiszeraanalitikai Munkabizottságnak Spektroszkópiás Ankétján 1989. november 9-én Szegeden elhangzott előadás alapján átdolgozott kézirat

és a régebben már alkalmazhatónak bizonyult Schoorl-Regenbogen-féle titrimetriás módszerrel összehasonlító vizsgálatokat végeztünk és az eredményeket az 1. ábrán tüntettük fel. Referencia-eljárás a Schoorl-féle módszer volt, a vízszintes tengelyen tehát, mint független változót a Schoorl-módszerrel nyert értékeket tüntettük fel, a függőleges tengelyen pedig a TTC-s eljárással meghatározott eredményeket. A pontok egyenes körül csoportosulnak, a két változó között az összefüggés lineáris. Az egyenes egyenlete: $y = 1,0196x - 0,0308$; $r = 0,9963$. Annak eldöntésére, hogy a két módszer egymással egyenértékű, azaz $y = x$ hipotézist alkalmazva, kiszámítottuk egymásra vonatkoztatott megbízhatóságukat, az érzékenységi hányadost (2). Ennek értéke 0,3953, tehát az x -módszer érzékenyebbnek mutatkozott. A két eljárás között azonban az összefüggés szoros és az átlagértékek nem tértek el szignifikánsan egymástól, így nagy a valószínűsége annak, hogy a Schoorl-módszer helyett a TTC-s eljárást is alkalmazni lehet.

A nem redukáló cukrok — szacharóz — meghatározására az ön. tiobarbitursavas eljárást adaptáltuk, melyet eredetileg TANAKA és munkatársai dolgoztak ki 1975-ben hüvelyes magvak szacharóz, raffinóz és sztachióztartalmának meghatározására (3). Ennek lényege — a vákonyrétegkromatográfiásan elválasztott szénhidrát-foltokat leparjuk a lemezről, majd vizes extrakció után az eluátumot koncentrált sósavval és tiobarbitursav-oldattal keverjük össze. Forralás, majd hűtés után a kialakult sárga színezék fényelnyelését 432 nm-en mérjük. A szacharóz-oldattal felvett kalibrációs görbe regressziós elemzése lineáris függvénykapcsolatot mutatott a koncentráció és az abszorbancia-értékek között, r értéke: 0,9996.

Megállapítható volt tehát, hogy a hústermékek vizsgálati mérésstartományában a redukáló cukrok meghatározásához adaptált trifenil-tetrazólium-kloridos módszert a minőségellenőrző



1. ábra A Schoorl-féle titrálás és a trifenil-tetrazóliumkloridos (TTC-s) módszer összefüggése

laboratóriumok jól alkalmazhatják és a nem redukáló cukrok (szacharóz) vizsgálatára az invertálás nélkül használt tiobarbitursavas eljárás ugyancsak aggály nélkül használható.

II. Hústermékek nitráttartalmának meghatározása

A húskészítményekben levő nitrit és nitrát egymás mellett történő meghatározásának legelterjedtebb módja a nitrit színreakcióján alapuló spektrofotométeres vizsgálat. Ehhez azonban a nitrátot is nitritté kell redukálni. A redukálószerként legáltalánosabban használt, nagy felületű fémek kadmium a nitrátot csak nitritté redukálja és így lehetővé válik az eredeti és a redukálás utáni összes nitrit különbsége alapján történő számítás. Az eljárás eléggé körülményes, időigényes, számos hibalehetőséggel terhelt, a kadmium ezen felül mérgező is. Indokolt volt tehát egyéb redukálószer keresése. Ezekkel viszont az a nehézség adódik, hogy a legtöbb — mint például a hidrazinszulfát is — a nitrátból redukált nitritet továbbredukálja (4).

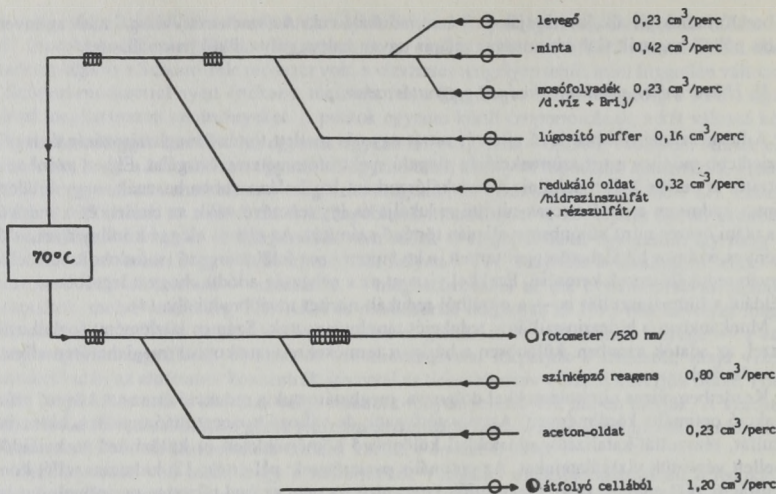
Munkánkban a hidrazinszulfátos redukciót tanulmányoztuk. Számos közlemény foglalkozik ezzel, az adatok azonban, különösen a húsipari termékekre vonatkozóak meglehetősen ellentmondásosak.

Kezdetben, vizes nitrátoldatokkal dolgozva, meghatároztuk a redukció és az ezt követő színreakció optimális körülményeit. Azonos térfogatú, de változó koncentrációjú puffer, hidrazinszulfát, rézszulfát-katalizátor oldatokkal különböző hőmérsékleten és különböző reakcióidők mellett végeztük vizsgálatainkat. Az optimális paraméterek: pH-érték: 12; hidrazinszulfát koncentráció: 600 mg/cm^3 (a hidrazinszulfát koncentrációt nem szabad túlzottan megnövelni, mert ilyenkor fokozódik a nitrátból keletkező nitrit továbbredukálódása is); a rézszulfát-katalizátor optimális koncentrációja 6 mg/dm^3 (ennél nagyobb mennyiségű rézszulfát gyakorlatilag már nem gyorsítja a reakciót).

A reakcióidő növelésével a redukáló hatás fokozódik, de a képződő nitrit mennyisége — a nitrit továbbredukálódása miatt — 5 percen túl már csökken. A hőmérséklet emelése természetesen fokozza a redukciót, 70°C -nál magasabbra azonban nem emeltük a hőmérsékletet, mert kísérleti rendszerünkben a feleslegben maradt hidrazinszulfát lekötésére acetont alkalmazunk (5). A mérési eredmények, különösen ami a redukáló ágens koncentrációját és a reakcióidőt illeti, a várakozásnak megfelelően egyértelműen azt igazolják, hogy a vizes oldat nitráttartalmának hidrazinszulfátos redukció alapján történő meghatározása, a kialakuló nitrit továbbredukálódása miatt, csak a reakciókörülmények legszigorúbb betartásával reprodukálható. Sorozatvizsgálatokat, azaz a standard-oldatokkal való összehasonlítást tehát, csak a folyamatosan azonos körülmények között dolgozó automatikus elemzőkészülékekkel, esetünkben CONTIFLO-val lehet végezni.

Ennek alapján összeállítottuk a 2. ábrán látható analitikai egységet (modult), amely különbözik a kereskedelembe kapható, talajvizsgálatokra kialakított egységtől. Ezzel a modullal $0,8\text{—}5,6 \text{ mikrogramm NO}_3^-/\text{cm}^3$ koncentrációtartományban a nitrát redukciója a keletkező nitrit színreakciója alapján a koncentrációval lineáris arányossággal játszódik le ($r = 0,9999$ a regresszió-analízis szerint).

A továbbiakban azt vizsgáltuk, hogy miképpen játszódik le a vizes oldatban az egymás mellett levő nitrát és nitrit együttes redukciója. Egyik régebbi megfigyelésünk szerint, amit szakirodalmi adatok is alátámasztottak, ekvivalens nitrit- és nitrátoldatok azonos körülmények között redukálva, színikifejlesztés után azonos abszorbanciát mutatnak. Eszerint a nitrát gyorsan redukálódik és a további nitritredukció már együtt halad. Feltételezésünk az volt, hogy amennyiben az ekvivalens oldatok azonos módon viselkednek, akkor azoknak bármilyen arányú keveréke is ugyanazt az abszorbanciát kell, hogy eredményezze. Méréseinket $0,1 \text{ mMol}$ koncentrációjú oldatokkal végeztük és az eredményeket általános formában a 3. ábrán tüntettük fel. A vízszintes szaggatott vonal mutatja a nitrit-nitrát elegyek abszorbanciáját. Az ekvivalens nitrátoldat helyett vizet alkalmazva a nitrátoldatok redukció utáni abszorbanciáját mutatja a szaggatott ferde vonal, míg a redukálás nélkül végzett színikifejlesztés utáni eredmények a folyamatos ferde vonalon láthatók. Ilyenkor az abszorbancia természetesen nagyobb lesz, hiszen a nitrit



2. ábra Nitráttartalom meghatározásához kialakított analitikai egység

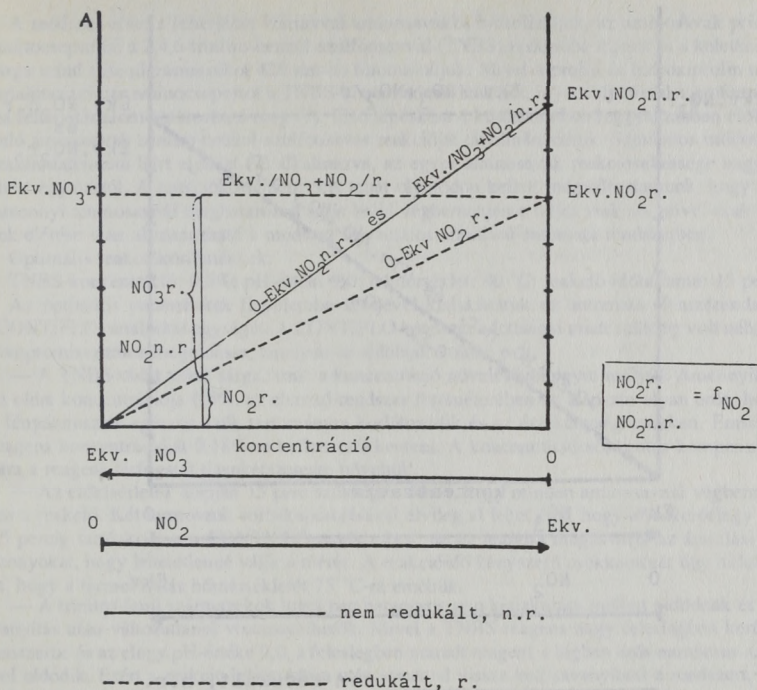
mennyisége nem csökkent a redukálás után. Könnyű belátni azt a mérésekkel is igazolt tény, hogy ugyanezen egyenes mentén helyezkednek el az ekvivalens nitrit-nitrát elegy sorozat redukció nélkül végrehajtott színreakciói után is az abszorbancia-értékek, mert a nem redukált nitrát nem ad színreakciót, a nitrit mennyiségét pedig nem csökkenti redukció.

Az ábrából egyszerű geometriai szerkesztéssel ki lehet számítani az oldatban levő nitrit és nitrát mennyiségét. A mérési tartományon belül meghatározzuk a redukált és a nem redukált nitrit abszorbancia-értékeit. Ezek aránya a mérési tartományon belül állandó. Nevezük nitrit-faktornak (f_{NO_2}). Tehát a redukálódott nitrát abszorbancia-értékét megkapjuk, ha a redukált nitrit-nitrátoldat elegyre kapott abszorbancia-értékből levonjuk a nitritfaktorral megszorított, nem redukált nitritre kapott abszorbancia-értéket:

$$A_{NO_3red.} = A_{(NO_3+NO_2)red.} - A_{NO_2n.} \cdot X_{fNO_2}$$

Ekvivalens oldatok vizsgálatából kiindulva tehát ahhoz a megállapításhoz jutottunk, hogy ismeretlen koncentrációjú nitrit-nitrát oldatból a mérési tartományon belül mindkét alkotórész koncentrációja kiszámítható, redukált és redukálatlan nitrit-standardsorozat segítségével. Nitrát-standardsorozatra nincs szükség, mert a nitritfaktor szigorúan azonos vizsgálati körülmények között állandó.

Mint hogy a nitrit és nitrát egymás melletti meghatározására hústermeknél van szükségünk, így nem vízzel, hanem a hús- és hústermek kivonattal is készítettünk ekvivalens nitrit- és nitrátoldatokat (vizes kivonat a szokásos módon: 10 g minta 250 cm³ desztillált vízben). A kivonatok vakértékeit meghatározva és számításba véve, az oldatok mérésénél azt a nem várt eredményt kaptuk, hogy húskivonatban a hidrazinszulfátos redukálás után a második lépés — a nitrit redukciója — nem játszódik le. Az összefüggéseket a 4. ábra mutatja. Ezen az előbbi — 3. ábrán — látható szaggatott ferde vonal és a folyamatos ferde vonal teljesen együtt halad, ami azt jelenti, hogy a húskivonatban a nitrit koncentrációja redukálás után nem változik. A nitrátnak nitritté történő redukciója viszont maradék nélkül lejátszódik. Amennyiben tehát meg akarjuk határozni ilyen húskivonatban a nitrit és a nitrát koncentrációját, csak nem redu-

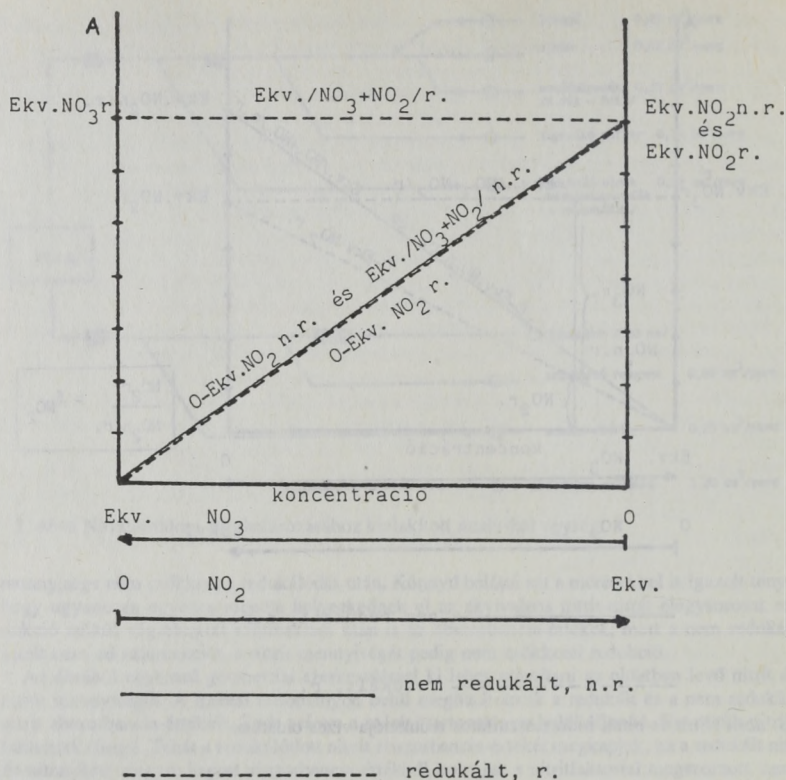


3. ábra Nitrit és nitrát hidrazinszulfátos redukciója vizes oldatban

kált nitrit-standardsorozatot használhatunk. A vizes nitrát-standardsorozat redukciójánál ugyanis a kialakuló nitrit továbbredukálódik és így az abszorbanciaértékek nem szolgálhatnak összehasonlítási alapul. Ez a megfigyelés arra is választ adott, hogy miért vezettek ellentmondásos adatokra azok a vizsgálatok, ahol a hústermékek kivonatában a nitráttartalmat vizes nitrát-standardsorozat segítségével kívánták meghatározni.

Összegezve megállapításainkat tehát, a hústermékek nitrit- és nitráttartalmának egymás melletti meghatározására a hidrazinszulfátos redukció automata elemző rendszerben (CONTIFLO) alkalmasnak bizonyult. Az eljárás használhatóságát a szabványos, kadmiumszlopos módszerrel való összehasonlítással is igazoltuk. A Deming-féle regresszió szerint a két eljárás egyenrangúnak tekinthető ($y=0,9517x+0,0918$; $r=0,9967$), az $y=x$ egyenlet torzításmentesen írja le az összefüggést, vagyis a két eljárás várható értéke azonos.

Vannak még tisztázandó kérdések. Nem foglalkoztunk még azzal, hogy a húskivonat mely komponensei fejtik ki a nitrit redukciójának gátlását. Ilyen irányú vizsgálatainknál először az aminosavak szerepét kívánjuk tanulmányozni. Az is kérdéses még, hogy meddig hígítható egy húskivonat, hogy a megállapítások még érvényben maradjanak és mikor fordul át a 4. ábrán látható összefüggés a vizes oldatok törvényszerűségeibe. Vizsgálatainkkal annyit már tisztáztunk, hogy a mérés ötszörös húskivonat-hígításban még elvégezhető. A hígíthatóságot különböző húskészítmények kivonataira is meg kell állapítani. Az eljárás mindenestre már jelenlegi formájában is alkalmazható, a szabványosnál lényegesen egyszerűbb és gyorsabb.



4. ábra Nitrit és nitrát hidrazinszulfátos redukciója húskivonatban

III. Hústermékek fehérjetartalmának meghatározása

A húskészítmények vizsgálatában talán a legfontosabb a fehérjetartalom meghatározása. Ez a fehérje nem egységes — izomfehérjéből és kötőszöveti fehérjéből áll. A jelenleg érvényben levő hazai szabványok az összfehérjetartalom alsó értékét írják elő, a kötőszöveti fehérjetartalom mennyiségének határértéke ma még nincs meghatározva. A fejlett nyugat-európai országok egy részében, így a Német Szövetségi Köztársaságban viszont előírás a kötőszövetmentes fehérjetartalom (BEFFE) feltüntetése és alsó határértékét termékcsoportonként szabályozzák. Az ilyen országokba irányuló szárazáru-export is szükségessé teszi a rutinszerűen végrehajtható, megbízható, pontos és viszonylag gyors módszerek kifejlesztését. A hidroxiprolintartalom alapján végzett kötőszövetmentes meghatározására már korábbi munkánkban kifejlesztettük a kézi módszer automata elemző rendszerre adaptált változatát (6). Jelen munkánk célja egy olyan kétcsatormós CONTIFLO-rendszer kialakítása volt, amelyben ugyanabból a minta-hidrolizátumból (az időigényes roncsolás elhagyásával) a kötőszöveti fehérjetartalom meghatározásával párhuzamosan mérhető a kötőszövetmentes fehérjetartalom is.

A módszer elve: a fehérjét kénsavval aminosavakká hidrolizáljuk, az aminosavak primer aminos csoportjai a 2,4,6-trinitro-benzol-szulfonsavval (TNBS) reakcióba lépnek és a keletkezett sárga színű trifenilszármazékot 420 nm-en fotometráljuk. Mivel a prolin és hidroxiprolin nem tartalmaz primer aminos csoportot a TNBS-al nem adnak reakciót, így az eljárással a prolinmentes fehérjetartalom határozható meg (7). Első lépésként a húsfehérjében leggyakrabban előforduló aminosavak trinitro-benzol-szulfonsavas reakcióját tanulmányoztuk. Sajnálatos módon, a szakirodalomban leírt eljárást (7) alkalmazva, az egyes aminosavak reakciósebessége nagyon eltért egymástól. A reakciókörülményeket tehát oly módon kellett megváltoztatnunk, hogy valamennyi aminosavnál meghatározott időn belül végbemenjen a teljes reakció, mivel csak ennek elérése után alkalmazható a módszer folyamatos áramlású automata rendszerben.

Optimális reakciókörülmények:

TNBS-koncentráció: 0,5%; pH-érték: 9,0; hőmérséklet: 40 °C; reakció időtartama: 15 perc.

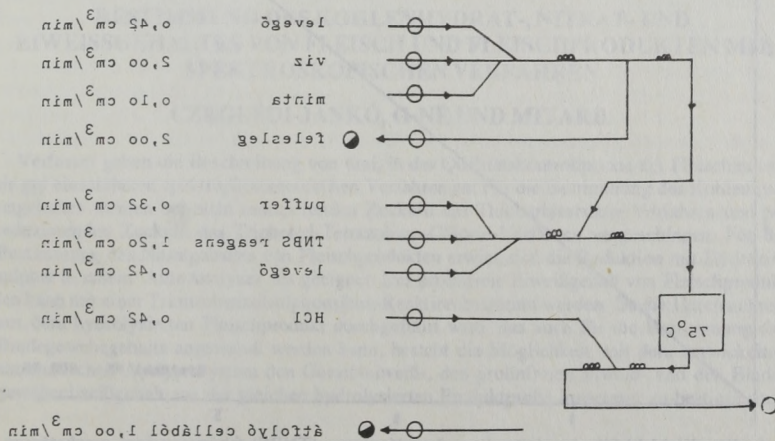
Az optimális paraméterek figyelembe vételével kialakítottuk az automata elemzőrendszer (CONTIFLO) analitikai egységét. A CONTIFLO-rendszer adottságai miatt szükség volt néhány kompromisszumos megoldásra, amelyek az alábbiak voltak:

— A TNBS-oldat színe sárga, ami a koncentráció növelésével egyre mélyül. Amennyiben az oldat koncentrációja 0,5%, az elemző-rendszer fotométerében az alapszín olyan erős, hogy a fényáteresztés egészen szűk tartományra korlátozódik és az érzékenység csökken. Emiatt a reagens koncentrációját 0,18%-ra kellett csökkenteni. A koncentrációcsökkentés kompenzálására a reagens térfogatát tizenkétszeresre növeltük.

— Az előkísérletek alapján 15 perc szükséges ahhoz, hogy minden aminosavnál végbemenjen a reakció. Két tomosztát sorbakapcsolásával elvileg el lehet érni, hogy a reakcióelegy kb. 15 percig tartózkodjon a CONTIFLO-rendszerben, de ez annyira megzavarja az áramlási viszonyokat, hogy lehetetlenné válik a mérés. A reakcióidő kényeszerű csökkentését úgy hidaltuk át, hogy a tomosztálás hőmérsékletét 75 °C-ra emeltük.

— A trinitro-fenil származékok lugokban narancsos szín kialakulása mellett oldódnak és savanyítás után változatlanul visszanyerhetők. Mivel a TNBS-reagens nagy feleslegben kerül a rendszerbe és az elegy pH-értéke 9,0, a feleslegben maradt reagens a lugban erős narancsos színnel oldódik. Ezért a reakció lejtásozódása után sósavval vissza kell savanyítani a rendszert, így a fotométeren mért színváltozás kizárólag a reakciótermék koncentrációjával arányos.

A kialakított analitikai egységet az 5. ábra mutatja be. Az új eljárással végzett vizsgálatok

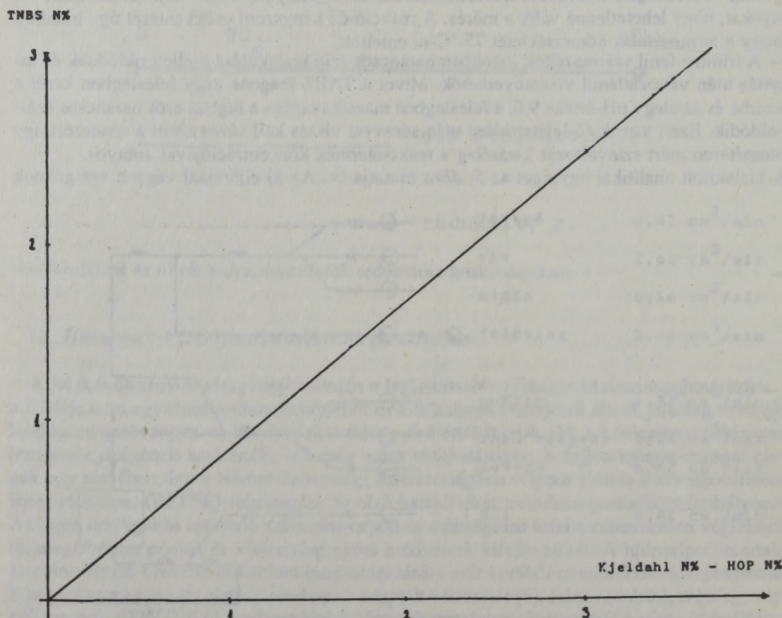


5. ábra Prolinmentes fehérjetartalom meghatározásához kialakított analitikai egység

eredményeit összehasonlítottuk a hagyományos módszerekkel nyert adatokkal. Összehasonlító eljárásaként a Kjeldahl-féle módszer fotométeres változatát (indofenol-módszer (8)), valamint a Szeredy—Csiba-féle hidroxiprolintartalom meghatározást (9) alkalmaztuk. Az összes nitrogéntartalomról levontuk a hidroxiprolinra vonatkozó nitrogént és az így kapott értékeket hasonlítottuk össze a trinitro-benzol-szulfonsavas módszerrel meghatározott nitrogén mennyiségével. 50 mintából (10—10 sovány marhahús, sovány sertéshús, párizsi, dobozolt sonka, szalámi) végeztünk vizsgálatokat és az eredményeket Deming-féle regressziószámítással értékeltük. A regressziós egyenes a 6. ábrán látható. $y=0,8312 x$; $r=0,9915$; érzékenységi hányados: 0,1864. A regressziós egyenes az origóból indul. Az érzékenységi hányados alapján a referenciamódszemek tekintett Kjeldahl-féle eljárás mintegy ötször érzékenyebb. Ennek ellenére a TNBS-módszer relatív szórása önmagában nem túl nagy, még akkor sem, ha a referencia-módszerre vetítjük. A referencia-módszer és az új eljárás közötti kis különbség oka az, hogy a két módszer nem pontosan ugyanazt az analitikai komponenszt méri (TNBS-eljárás a primer aminocsoportokat, Kjeldahl módszer az összes nitrogént). Az értékelésből kitűnik, hogy a kis különbség ellenére a trinitro-benzol-szulfonsavas eljárás javasolható a hústermékek minőségellenőrző vizsgálatában, előnye a munka- és időigényes Kjeldahl-féle roncsolás elhagyhatósága.

IRODALOM

- (1.) Örsi F., Ábrahámné Szabó Á.: Szénhidrátok kimutatása és meghatározása húspari termékekben. BME Jelentés, 1987.



6. ábra Kjeldahl-féle és trinitro-benzol-szulfonsavas (TNBS) fehérjetartalom meghatározások összefüggése

- (2.) Zúkál E., Fényes T., Kömendy L.: Kísérletügyi Közlemények, *LXIII.* (1970), 41—48
- (3.) Tanaka, M., Thananunko, D., et al.: A simplified method for the quantitative determination of sucrose, raffinose and stachyose *J. Fd. Sci.*, *40*, (1975), 1087—1088
- (4.) Usher, C. D., Telling, G. M.: Analysis of nitrate and nitrite in foodstuff. A critical review. *J. Fd. Agric.*, *26*, (1975), 1793—1805
- (5.) Terrey, D. R.: An automatic absorptiometric method for the determination of nitrate. *Anal. Chim. Acta*, *34*, (1966), 41—45
- (6.) Vakulya G.: Hús- és húsipari készítmények kötőszövettartalmának meghatározása CON-TIFLO automatikus elemzővel hidroxiprolin-tartalom alapján. BME—OHKI szakdolgozat, 1983.
- (7.) Armeth, W.: Semi-automatic protein determination in a sample hydrolysate. *Fleischwirtschaft*, *64*, (1984), 1086—1087

HÚS- ÉS HÚSKÉSZÍTMÉNYEK SZÉNHIRÁT-, NITRÁT- ÉS FEHÉRJETARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA SPEKTROSKÓPIÁS ELJÁRÁSOKKAL

CZEGLÉDI-JANKÓ G-NÉ—ÉLIÁS I.—NAGY E.

A szerzők három, a húsipari minőségellenőrző gyakorlatban jól alkalmazható spektrofotométeres eljárás kidolgozását ismertetik. A szénhidráttartalom meghatározására redukáló cukroknál a trifenil-tetrazólium-kloridos, nem redukáló cukroknál a tiobarbitursavas eljárást javasolják. Hústermékek nitrátartalmának meghatározására a hidrazinszulfátos redukció folyamatos áramlású automata rendszerben alkalmasnak bizonyult. A trinitro-benzol-szulfonsavas reakcióval meghatározható a hústermékek prolinmentes fehérjetartalma. Mivel a vizsgálat hústermék hidrolizátumból történik, amely hidrolizátumot a kötőszövetartalom meghatározására is fel lehet használni, a kidolgozott automata elemző rendszerrel mód van az összfehérje, prolinmentes fehérje és kötőszöveti fehérje egyazon minta-hidrolizátumból történő együttes meghatározására.

BESTIMMUNG DES KOHLENHYDRAT-, NITRAT- UND EIWEISSGEHALTES VON FLEISCH UND FLEISCHPRODUKTEN MIT SPEKTROSKOPISCHEN VERFAHREN

CZEGLÉDI-JANKÓ, G-NÉ UND MITARB.

Verfasser geben die Beschreibung von drei, in der Qualitätskontrollpraxis der Fleischindustrie gut einsetzbaren spektrophotometrischen Verfahren an. Für die Bestimmung des Kohlenhydratgehaltes werden bei nicht reduzierenden Zuckern das Thiobarbitursäure-Verfahren und bei reduzierenden Zuckern das Triphenyl-Tetrazolium-Chlorid-Verfahren vorgeschlagen. Für die Bestimmung des Nitratgehaltes von Fleischprodukten erwies sich die Reduktion mit Hydrazinsulphat in einem AutoAnalyzer als geeignet. Der prolinfreie Eiweißgehalt von Fleischprodukten kann mit einer Trinitrobenzolsulphonsäure-Reaktion bestimmt werden. Da die Untersuchung aus dem hydrolysierten Fleischprodukt durchgeführt wird, das auch für die Bestimmung des Bindegewebegehalts angewandt werden kann, besteht die Möglichkeit, mit dem entwickelten automatischen Analysensystem den Gesamteiweiß-, den prolinfreien Eiweiß- und den Bindegewebeeweißgehalt aus der gleichen hydrolysierten Produktprobe insgesamt zu bestimmen..

СПЕКТРОСКОПИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ УГЛЕВОДА, НИТРАТА И БЕЛКА В МЯСЕ И МЯСНЫХ ПРОДУКТАХ

Г. Цегледи-Янко, И. Елиаш, Э. Надь

В статье авторы сообщают о разработке трех спектрофотометрических методов успешно применяемых в практике контроля качества в мясной промышленности. Для измерения содержания углеводов авторы предлагают: в случае определения не редуцированного сахара тиоарбитурный кислотный метод, а в случае определения редуцированного сахара трифенил-тетразолиум-хлоридный метод. Для определения содержания нитрата в мясных продуктах оказалась пригодной гидразинсульфатная редукция в системе автомата непрерывного потока. С помощью тринитро-бензол-сульфонокислотной реакции можно поределять в мясных продуктах содержание белка свободного от пролина. Вследствие того, что испытание проводится из гидролизата мясных продуктов, который можно также использовать для определения содержания межтучной ткани, разработанная автоматическая анализирующая система делает возможным совместное определение из одного и того же гидролизата пробы общего белка, белка свободного от пролина и белка межтучной ткани.

DETERMINATION OF CARBOHYDRATE, NITRATE AND PROTEIN CONTENT OF MEAT AND MEAT PRODUCTS BY SPECTROSCOPIC METHODS

MRS. CZEGLÉDI-JANKÓ, G., ÉLIÁS, I., NAGY, E.

Authors report on the development of three spectrophotometric procedures useful for quality control practice in meat industry. For the determination of carbohydrate content triphenyl tetrazolium chloride is proposed in the case of reducing sugars, while in case of non-reducing sugars the thiobarbituric acid method is recommended. For the determination of nitrate content in meat products by continuous flow automatic instruments the reduction with hydrazine sulphate proved to be useful. Proline-free protein content of meat products can be measured with trinitrobenzenesulphonic acid. As the measurements are performed in the hydrolyzate of meat products, which can be further used for the determination of connective tissue content, the developed automatic analyzer system permits to measure the total protein, proline free protein as well as connective tissue protein simultaneously, from one sample hydrolyzate.

IONSZELEKTÍV ELEKTRÓDOK ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALITIKÁBAN V. JODID- ÉS CIANID-ION MEGHATÁROZÁSA

Nguyen Hung*—Siska Elemér*—Adányiné Kisbocskói Nóra**—Molnár
Pál***

* Veszprém megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás, Veszprém

** Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

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

Érkezett: 1988. augusztus 25.

A jód a természetben jodid, és jodát formájában fordul elő. Az élelmiszerekben a jód nyomni mennyiségben van jelen. A jódnak biofizikai jelentősége nagy, ezért az élelmiszerek jódtartalmának meghatározása fontos feladat.

Pungor E. és Hollós R. E. (1) által elkészített első ionszelektív elektród jodid elektród volt. Elméletileg a jodid-ion koncentráció $\mu\text{g}/\text{dm}^3$ határkoncentrációig meghatározó ionszelektív elektróddal. Gyakorlatban azonban csak tized mg/dm^3 jodid-ion koncentráció mérhető biztonságosan, mivel oldatban a jodid-ion könnyen oxidálódik és az elektród felületén gyorsan abszorbálódik (2). Hulanicki A. és munkatársai (3) aszkorbinsavat is tartalmazó oldatban a jodidot $10 \mu\text{g}/\text{dm}^3$ -nél kisebb koncentrációban is mérték. Pungor E. (4) kloridot, nitrátot és karbonátot tartalmazó vízmintában mérte a jodid koncentrációt. A szerző szerint a jodid-ion szelektív elektród 10^{-4} — 10^{-6} $\text{mól}/\text{dm}^3$ koncentrációjú jodid oldatok, valamint a három halogenidet együttesen tartalmazó oldatok potenciometriás vizsgálatára is alkalmas. Csákváry B. és Mészáros K. (5) jodid elektróddal 10^{-3} $\text{mól}/\text{dm}^3$ koncentrációban a három halogenid egymás melletti meghatározását végezték el potenciometriás titrálással, az oldat kondicionálásához $0,5$ — $0,05$ $\text{mól}/\text{dm}^3$ bárium-nitrát oldatot használtak. Ha a három halogenid iont együtt tartalmazó oldatot jodid szelektív elektród mellett titráljuk, és ha az oldat nem tartalmaz egyéb elektrolitot, akkor az egyes halogenid-ionok mennyiségét jelző végpont-értékek nem pontosak. Az eltérést az okozza, hogy a halogenid-ionok a csapadék felületén adszorbeálódnak. Ennek megakadályozására Küttel D. és munkatársai (6) $0,5$ $\text{mól}/\text{dm}^3$ nátrium-nitrát vagy $0,05$ — $0,005$ $\text{mól}/\text{dm}^3$ bárium-nitrát oldatot használtak.

Weiss D. (7) a természetes vizek jodid tartalmának meghatározását 6 — 8 pH-ra állított vízből közvetlenül végezte jodid ionszelektív elektróddal. $0,13$ — $1,1$ mg/dm^3 jodid koncentrációjú oldatok mérésének szórása $0,006$ — $0,02$ mg/dm^3 volt.

Van Standen J. F. (8) jódzott só jodid tartalmát határozta meg jodid szelektív elektróddal, kondicionáló oldatként $0,1$ $\text{mól}/\text{dm}^3$ káliumnitrátot és $0,02$ $\text{mól}/\text{dm}^3$ acétat puffert használva. Pungor E. és munkatársai (9) jodid-ion-szelektív elektród alkalmazásával ásványvizek jodid-ion tartalmát határozták meg.

Fukuzuki N. (10) víz és rizs, Lecroix D. E. (11) tej, Havas J. és munkatársai (12) gyógyvizek és gyógyszerkészítmények jodid tartalmának meghatározására dolgoztak ki módszert jodid-ion-szelektív elektróddal.

Néhány élelmiszer jodid tartalmának meghatározása ionszelektív elektróddal szulfid, illetve cianid tartalma miatt nehézségekbe ütközik. A nagy széndioxid-tartalom (pl. üdítőitalok) szintén zavarhatja a meghatározást. Ezért a mérés előtt ezen zavarokat el kell távolítani a mérendő oldatból.

A cianid-ion ezüst-jodid alapú ionszelektív elektróddal direkt potenciometriás módszerrel 10^{-6} $\text{mól}/\text{dm}^3$ határkoncentrációig mérhető.

Számos szerző (12, 13) bizonyította, hogy cianid-ion-szelektív elektróddal cianid-ion mérésekor 9 -nél kisebb pH-jú oldatban a potenciál nem csak a cianid-ion aktivitásától, hanem az

oldat pH-jától és puffer kapacitásától is függ. A cianid-ion-szelektív elektród csak 10,5-nél nagyobb pH-jú oldatban alkalmazható (14, 15, 16)

Pungor E. (14) $3,6 \times 10^{-2}$ mol/dm³ Britton-Robinson puffert javasolt. A szerző szerint az összes ionerősség beállítására 10^{-2} mol/dm³ kálium-nitrát oldat használható. Gupta A. és munkatársai (17) az ionerősség beállítására 2 mol/dm³ kálium-nitrátot javasoltak, a fémionokat (pl.: Cu²⁺, Cd²⁺, Zn²⁺) is tartalmazó minta esetén etilén-diamino-tetraecetsavat használtak.

Frant M. S. és munkatársai (18) a nagy cink-, kadmium-, és króm-ion tartalmú vízminták kis cianid-ion koncentrációjának meghatározását 11 pH-jú oldatban végezték, maszkírozószereként 10^{-2} mol/dm³ etilén-diamino-tetraecetsavat használtak.

Havas J. és munkatársai (12) szennyvizek cianid-ion tartalmának meghatározásakor az ionerősség beállítására 0,1 mol/dm³ kálium-nitrátot, az oldat pH-jának beállítására telített kalcium-hidroxidot alkalmazták. György K. (19) növényi anyagok cianid-tartalmának meghatározásához cianid-ion-szelektív elektródot használt. A módszert amigdalin tartalmú keserűmandula és őszibaracklevél vizsgálatára dolgozta ki.

Anyagok és módszer

A jodid-ion méréshez indikátor elektródként használt HOP-I-0711P típusú Radelkis gyártmányú jodid-ion-szelektív elektród mérés előtti előkészítése megegyezik a fluorid-ion-szelektív elektród előkészítésével (20), azzal az eltéréssel, hogy első felhasználás előtt 10^{-3} mol/dm³ kálium-jodid oldatban, mérés előtt 10^{-5} mol/dm³ kálium jodid oldatban — melynek kálium-nitrát koncentrációja 0,1 mol/dm³ — áztatjuk az elektródot. Összehasonlító elektródként kettős sóhidas ezüst-ezüstklorid — 0,1 mol/dm³ kálium-klorid — Radelkis OP—0820P típusú (külső oldat 0,1 mol/dm³ kálium-nitrát) elektródot használtunk.

Az összes ionerősség beállítására a mérésekhez kálium-nitrát oldatot alkalmaztunk. Vizsgálataink során azt tapasztaltuk, hogy az ionerősség beállítására 0,1—1,0 mol/dm³ kálium-nitrát koncentráció a legmegfelelőbb.

0,1 mol/dm³ kálium-nitrát oldatban felvett kalibrációs görbe 5×10^{-7} mol/dm³ határkoncentrációig lineáris (1. ábra).

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

A cianid-ion meghatározásaink során OP—CN—0711P típusú Radelkis gyártmányú cianid ionszelektív elektródot, mint indukátor elektródot, és OP—0820P típusú kettős sóhidas ezüst-ezüstklorid 0,1 mol/dm³ kálium-klorid referencia elektródot használtunk.

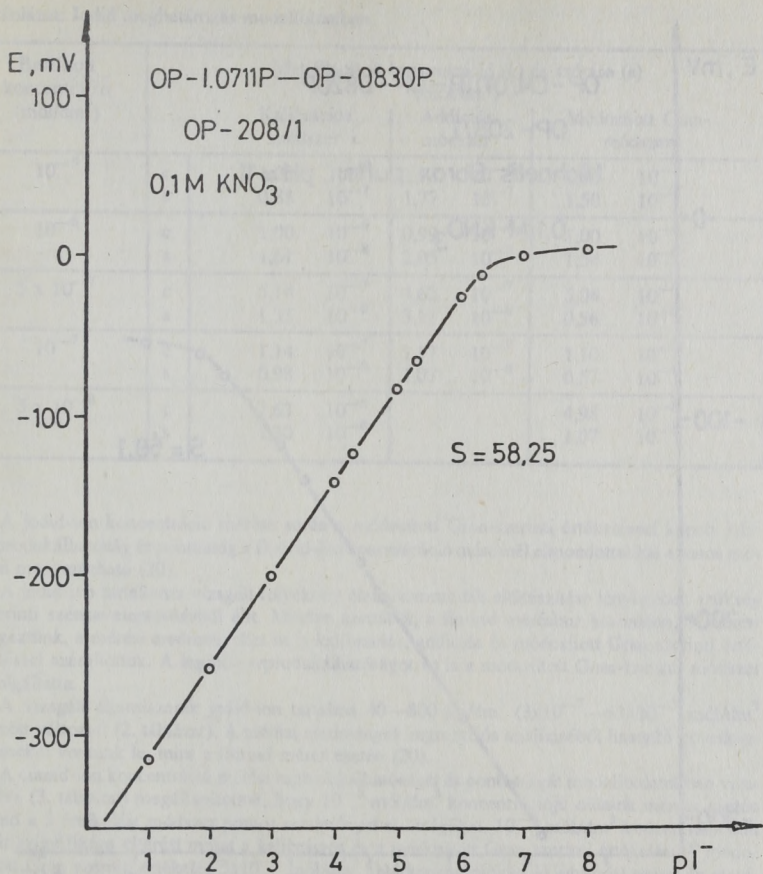
Az indikátor-elektód mérés előtti előkészítése megegyezik a jodid-ion-szelektív elektród előkészítésével azzal az eltéréssel, hogy a mérés előtti áztatáshoz használt 10^{-5} mol/dm³ kálium-jodid oldat a meghatározásoknál leírt arányban 11,04 pH-jú Michaelis-féle borát puffert tartalmazott. A 10-nél kisebb pH-jú oldatokban a cianid-ion néhány fémionnal komplexet képez. Ha az oldat pH-ja kisebb, mint 9, a mérendő oldat potenciálja nemcsak a cianid-ion mennyiségétől, hanem az oldat pH-jától is függ. Több szerző egyhangú véleménye, hogy az ezüstjodid csapadék alapú cianid-ion-szelektív elektród csak 10,5-nél nagyobb pH-jú oldatokban alkalmazható cianid-ion koncentráció meghatározására. Ezen megállapítást elfogadva cianid-ion koncentráció meghatározásaink során 11,4 pH-jú Michaelis-féle borát puffert alkalmaztunk a mérendő oldatok pH-jának beállítására.

A puffer készítése:

2g nátrium-hidroxidot 300 cm³ desztillált vízben oldunk (A-oldat). 6,18g bórsavat 50 cm³ 1 mol/dm³ nátrium-hidroxid oldatban oldunk, majd lassú keverés mellett 200 cm³ desztillált vizet adunk hozzá (B-oldat). Az A és B oldatot elegyítjük, és 1000 cm³ térfogatra töltjük fel.

A mérendő oldatok összes ionerősségének beállítására olyan Michaelis-féle borát puffer oldatot alkalmaztunk, amelynek kálium-nitrát koncentrációja 0,5 mol/dm³ volt.

A 0,5 mol/dm³ kálium-nitrát koncentrációjú borát puffer és vizsgálandó minta 1:4 arányú oldatában, mintegy 11 pH-jú oldatokban, felvettük a cianid-ion kalibrációs görbéjét (2. ábra) mely 2×10^{-6} mol/dm³ koncentrációig egyenes.

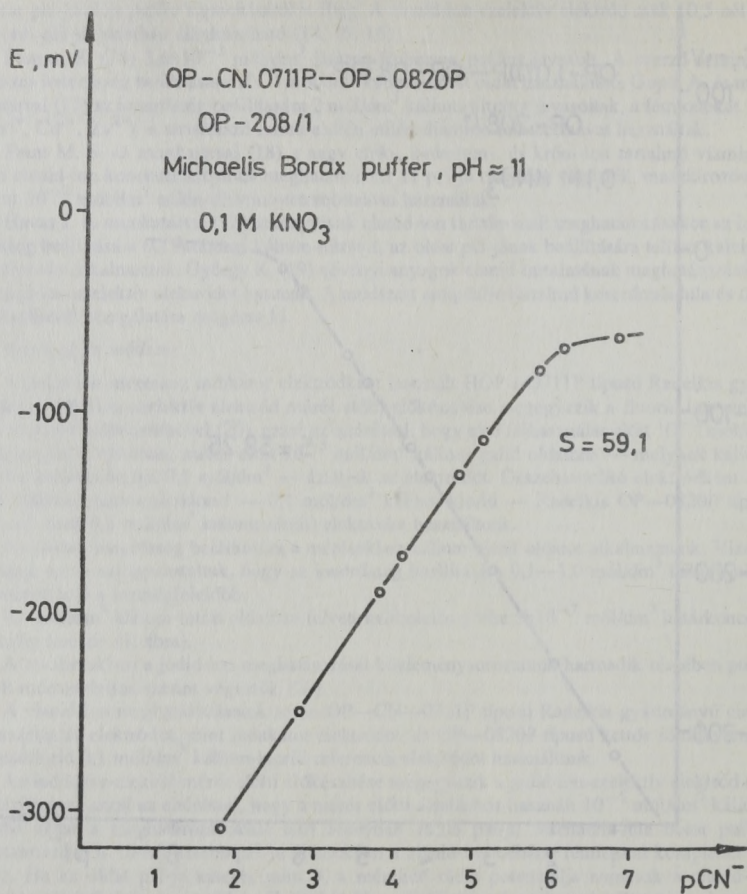


1. ábra. Jodid-ion kalibrációs görbéje

A cianid-ion tartalomra vizsgálendő pálinka-minták külön előkészítést nem igényelnek.

A manioka héjában lévő cianid-ion meghatározásához 5 g őrölt manioka héjat 100 cm³-es csiszolatos lombikba mérünk, 30 cm³ desztillált vízzel összerázunk, mágneses keverőt helyezünk a lombikba, majd 0,5 cm³ 1 mól/dm³ sósavat adunk a szuszpenzióhoz, ezt követően a lombikot azonnal lezárjuk. Az oldatot fűthető lapú mágneses keverőn 40—50°C-on 1 óra hosszan kevertetjük. Egy éjszakán át állni hagyjuk. 1 cm³ 1 mól/dm³ nátrium-hidroxid oldat hozzáadása után az oldatot összerázunk, jelig töltjük desztillált vízzel majd Schleicher-Schuell 589² szűrőpapíron szűrjük. A szűrlet alikvot részét használjuk a cianid-ion meghatározásához.

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



2. ábra. Cianid-ion kalibrációs görbéje

Eredmények

Vizsgáltuk a jodid mérés reprodukálhatóságát és pontosságát 10^{-5} – 5×10^{-8} mol/dm³ koncentrációtartományban. Mérési eredményeinket az 1. táblázatban foglaltuk össze. A táblázat alapján megállapítható, hogy 5×10^{-7} mol/dm³ koncentrációtól a kalibrációs és az addíciós értékeléssel kapott átlagkoncentráció értékek szignifikánsan eltérnek az elméleti értéktől, míg a módosított Gran-szerinti értékeléssel 5×10^{-8} mol/dm³ határkoncentrációig egyezés van a mért átlagkoncentráció és az elméleti érték között.

1 táblázat: Jodid meghatározás modelloldatban

Beállított koncentráció (mól/dm ³)	Megállapított koncentráció (c) és szórása (s)			
		Kalibrációs módszer	Addíciós módszer	Módosított Gran-módszer
10 ⁻⁵	c	1,00 10 ⁻⁵	1,01 10 ⁻⁵	1,00 10 ⁻⁵
	s	0,88 10 ⁻⁷	1,77 10 ⁻⁷	1,50 10 ⁻⁷
10 ⁻⁶	c	1,00 10 ⁻⁶	0,99 10 ⁻⁶	1,00 10 ⁻⁶
	s	1,61 10 ⁻⁸	2,05 10 ⁻⁸	1,54 10 ⁻⁸
5 x 10 ⁻⁷	c	5,14 10 ⁻⁷	4,62 10 ⁻⁷	5,04 10 ⁻⁷
	s	1,33 10 ⁻⁸	3,11 10 ⁻⁸	0,56 10 ⁻⁸
10 ⁻⁷	c	1,14 10 ⁻⁷	1,17 10 ⁻⁷	1,10 10 ⁻⁷
	s	0,98 10 ⁻⁸	1,07 10 ⁻⁸	0,57 10 ⁻⁸
5 x 10 ⁻⁸	c	7,63 10 ⁻⁸		4,98 10 ⁻⁸
	s	1,30 10 ⁻⁸		1,07 10 ⁻⁸

A jodid-ion koncentráció mérése során a módosított Gran-szerinti értékeléssel kapott jobb reprodukálhatóság és pontosság a fluorid-ion koncentráció mérésnél elmondottakkal azonos módon magyarázható (20).

A jodid-ion tartalomra vizsgált folyékony élelmiszerminták előkészítése lényegében szükség szerinti szénsavmentesítésből állt. Minden mintából, a fluorid méréshez hasonlóan, 9 mérést végeztünk, a mérési eredményeket itt is kalibrációs, addíciós és módosított Gran-szerinti értékeléssel számítottuk. A legjobb reprodukálhatóságot itt is a módosított Gran-szerinti módszer szolgáltatta.

A vizsgált élelmiszerek jodid-ion tartalma 40–800 µg/dm³ (3x10⁻⁷–63x10⁻⁷ mól/dm³ között változott (2. táblázat). A mérési eredmények regressziós analíziséből hasonló következtetéseket vontunk le, mint a fluorid mérés esetén (20).

A cianid-ion koncentráció mérési reprodukálhatóságát és pontosságát modelloldatokban vizsgálva (3. táblázat) megállapítottuk, hogy 10⁻⁵ mól/dm³ koncentrációjú oldatok mérése esetén mind a 3 értékelési módszer pontos eredményeket szolgáltat. 10⁻⁶ mól/dm³ koncentrációban már szignifikáns eltérést mutat a kalibrációs és a módosított Gran szerinti értékelés. A módosított Gran szerinti értékelés 5x10⁻⁷ mól/dm³ határkoncentrációig jó egyezést mutat az elméleti értékekkel. A vizsgált koncentrációtartományban a módosított Gran-szerinti értékeléssel kapott eredmények szórása a legkisebb.

A vizsgált pálinka- és manióka-minták mérési eredményeit a 4. táblázat tartalmazza.

Összefoglaló következtetések

A publikációsorozat első részében részletesen ismertettük az általunk módosított Gran-eljárás matematikai alapjait (21). A módosított Gran-szerinti értékelő eljárás egyszerűbb és gyorsabb kivitelezhetősége érdekében a Commodore—64 számítógépre programot készítettünk.

A számítógépes értékelés következtében a mérési eredmények reprodukálhatósága és pontossága lényegesen meghaladja a Gran-szerinti grafikus módszert.

A módosított Gran-módszert fluorid, jodid és klorid mérésére alkalmaztuk, azonban a módszer bármely potenciometriás mérésnél alkalmazható, ha az indikátor-elektrod viselkedése a Nemst egyenlettel leírható.

2. táblázat Néhány élelmiszer jodid tartalma

Minta megnevezése	Kalibrációs módszer		Addíciós módszer		Módosított Gran-módszer	
	$\mu\text{g}/\text{dm}^3$ (x1)		$\mu\text{g}/\text{dm}^3$ (x2)		$\mu\text{g}/\text{dm}^3$ (x3)	
Rubin citrom	86,2	$\pm 0,4$	83,5	$\pm 0,5$	84,0	$\pm 0,6$
Rubin narancs	70,3	$\pm 0,5$	69,2	$\pm 0,3$	68,0	$\pm 0,5$
Rubin meggy	90,4	$\pm 0,7$	89,0	$\pm 0,5$	88,0	$\pm 1,2$
Rubin maracuja	108,3	$\pm 1,2$	105,8	$\pm 0,8$	106,7	$\pm 1,30$
Canada dry						
Arany gyömbér	98,2	$\pm 0,7$	94,6	$\pm 1,2$	95,8	$\pm 0,5$
Canada dry tonic	44,2	$\pm 0,2$	42,3	$\pm 0,3$	42,0	$\pm 0,3$
Deit Pepsi Cola	68,2	$\pm 0,4$	65,8	$\pm 0,7$	65,6	$\pm 0,4$
ETÜD narancs	72,1	$\pm 0,7$	69,5	$\pm 0,6$	70,8	$\pm 0,7$
ETÜD szőlő	99,6	$\pm 0,6$	96,6	$\pm 1,1$	97,0	$\pm 0,8$
Márka maracuja	60,3	$\pm 0,4$	59,2	$\pm 1,0$	57,2	$\pm 0,4$
Márka meggy	64,2	$\pm 0,6$	63,3	$\pm 0,4$	62,3	$\pm 0,4$
Márka narancs	51,4	$\pm 0,4$	0,6	$\pm 0,8$	50,0	$\pm 0,3$
Márka szőlő	84,2	$\pm 0,2$	80,4	$\pm 0,3$	82,0	$\pm 0,6$
Márka gyömbér	4,6	$\pm 0,6$	71,8	$\pm 0,4$	73,2	$\pm 0,6$
Márka tonic	78,2	$\pm 0,2$	4,8	$\pm 0,6$	75,6	$\pm 0,5$
Márka meggy	58,4	$\pm 0,4$	58,1	$\pm 0,5$	57,8	$\pm 0,73$
Márka alma	68,2	$\pm 0,7$	67,2	$\pm 0,6$	66,5	$\pm 0,4$
Narancs nektár	81,2	$\pm 1,3$	80,4	$\pm 0,6$	79,8	$\pm 0,8$
Méz	1,2	$\pm 0,4$	70,4	$\pm 0,2$	70,0	$\pm 0,7$
Soproni Ászok1	428,5	$\pm 3,2$	426,2	$\pm 6,2$	425,0	$\pm 1,7$
Soproni Ászok2	760,0	$\pm 5,8$	760,3	$\pm 7,2$	758,0	$\pm 4,3$
Pilsener Holsten	427,6	$\pm 4,6$	426,6	$\pm 4,8$	426,2	$\pm 1,8$
Bier Holsten	438,3	$\pm 5,2$	435,2	$\pm 6,4$	435,0	$\pm 2,3$
Balatoni világos	315,2	$\pm 4,3$	313,4	$\pm 5,4$	312,8	$\pm 1,6$
Kinizsi világos	450,2	$\pm 6,6$	338,4	$\pm 5,8$	446,5	$\pm 2,3$
Fehér bor	390,4	$\pm 4,5$	385,6	$\pm 5,2$	386,0	$\pm 1,2$
Vörös bor	642,0	$\pm 4,7$	640,8	$\pm 5,3$	640,0	$\pm 1,7$
Pezsgő	543,0	$\pm 4,2$	542,3	$\pm 3,6$	542,0	$\pm 0,8$
Fehér bor1	184,2	$\pm 0,8$	181,4	$\pm 2,1$	180,0	$\pm 0,5$
Fehér bor2	184,6	$\pm 1,2$	181,5	$\pm 1,4$	182,0	$\pm 1,2$
Fehér bor3	182,4	$\pm 0,6$	186,0	$\pm 0,8$	180,0	$\pm 0,5$
Fehér bor4	182,8	$\pm 0,5$	180,6	$\pm 0,6$	181,0	$\pm 0,5$
		x1 f (x3)		x2 f(x3)		x1 f(x2)
C-d fokú együttható		5,807		0,055		2,005
elsőfokú együttható		0,994		1,002		0,999
korrelációs együttható		0,99852		0,99998		0,99997

Összehasonlítottuk a potenciometriás értékelési módszerek közül a kalibrációs, az addíciós és a módosított Gran-szerinti értékelési módszereket azonos mérésből származó mérési adatok alapján.

A módosított Gran-szerinti értékelésekkel a mérések határkoncentrációja egy nagyságrenddel kisebb, mint a kalibrációs vagy egyszeres addíciós módszereké. Ennek eredményeként számos élelmiszer fluorid, jodid, cianid és klorid tartalma egyszerű előkészítés után meghatározható a javasolt módszerekkel.

3. táblázat: Cianid meghatározása modelloldatban

Beállított koncentráció (mól/dm ³)	Megállapított koncentráció (c) és szórása (s) (mól/dm ³)						
		Kalibrációs módszer		Addíciós módszer		Módosított Gran-módszer	
10 ⁻⁵	c	1,03	10 ⁻⁵	1,02	10 ⁻⁵	1,00	10 ⁻⁵
	s	3,42	10 ⁻⁷	3,63	10 ⁻⁷	1,74	10 ⁻⁷
10 ⁻⁶	c	0,79	10 ⁻⁶			0,99	10 ⁻⁶
	s	8,24	10 ⁻⁸			1,65	10 ⁻⁸
5 x 10 ⁻⁷	c	2,89	10 ⁻⁷			5,40	10 ⁻⁷
	s	7,41	10 ⁻⁸			5,09	10 ⁻⁸

4. táblázat Néhány élelmiszer cianid tartalma

Minta megnevezése	Kalibrációs módszer μg/dm ³ (x1)	Addíciós módszer μg/dm ³ (x2)	Módosított Gran-módszer μg/dm ³ (x3)
Szilva pálinka 1.	285,4 ±2,4	281,5 ±1,6	282,0 ±4,2
Szilva pálinka 2.	303,5 ±3,2	305,4 ±2,6	304,0 ±4,0
Barack pálinka 1.	308,3 ±4,3	306,4 ±4,8	305,8 ±1,6
Barack pálinka 2.	331,4 ±4,6	329,3 ±4,5	328,0 ±2,2
Barack pálinka 3.	328,3 ±3,2	326,4 ±4,4	325,5 ±2,4
*Vietnami manióka 1.	16,6 ±0,2	15,8 ±0,3	15,6 ±0,7
*Vietnami manióka 2.	17,2 ±0,2	16,6 ±0,5	16,4 ±0,6
*Vietnami manióka 3.	17,1 ±0,5	16,5 ±0,6	16,8 ±0,8
	x ₁ = f(x ₃)	x ₂ = f(x ₃)	x ₁ = f(x ₂)
0-d fokú együttható	-0,006	0,004	-0,098
elsőfokú együttható	1,043	1,001	1,041
korrelációs együttható	0,99997	0,99999	0,99994

* mg/kg

A módszereket egyszerűségük, gyors kivitelezhetőségük, jó reprodukálhatóságuk és pontosságuk miatt alkalmasnak tartjuk szabványosításra.

A módosított Gran-szerinti értékelési mód megítélésünk szerint számítógéppel vezérelt titrálórendszerek esetén is alkalmazható.

Ezúton mondunk köszönetet a Veszprém megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás Élelmiszervizsgáló Laboratóriuma munkatársainak, elsősorban Horváth Katalinnak azért a sokoldalú segítségért, amellyel jelentős mértékben hozzájárultak Nguyen Hung — a publikációsorozat alapját képező — kandidátusi disszertációjának elkészítésével és a vonatkozó G—8 kutatási program témával kapcsolatos feladatainak megoldásához.

IRODALOM

- (1) Pungor E., Hollós R. E., *Acta Chem. Hung.*, 27 (1961) 63.
- (2) Tóth K., „Ionszelektív membránelektrodok elektrokémiai sajátosságai és néhány analitikai alkalmazása” Kandidátusi értekezés, Veszprém, 1969.
- (3) Hulaniczki A., Lewenstam A., Maj-zukawska M., *Anal. Chim. Acta*, 107 (1979) 121.
- (4) Pungor E., *Anal. Chem.*, 39 (1967) 28A
- (5) Csákváry B., Mészáros K., *Hung. sci. Instr.*, 11 (1968) 9.
- (6) Küttel D., Szabadka Ö., Csákváry B., Mészáros K., Havas J., Pungor E., *Magyar. Kém. Folyóirat*, 75 (1969) 181.
- (7) Weiss D., *Chem. Listy*, 66 (1972) 858.
- (8) Van Staden J. F., Fresenius Z. *Anal. Chem.*, 325 (1986) 247.
- (9) Pungor E., Tóth K., *The Analyst*, 95 (1970) 625.
- (10) Fukuzuki N., *Bunseiki Kagaku* (Japan), 28 (1979) 60.
- (11) Lecroix D. E., *J. Food Prot.*, 43 (1980) 672.
- (12) Havas J., Huber M., Szabó J., Pungor E., *Hung. Scientific Instr.*, 9 (1969) 19.
- (13) Gratzl M., Raikás F., Horvai G., Tóth K., Pungor E., *Anal. Chim. Acta*, 102 (1978) 85.
- (14) Pungor E., *Anal. Chim. Acta*, 156 (1984) 9.
- (15) Buffler J., *Anal. Chim. Acta*, 59 (1972) 439.
- (16) Llenado R., Rehnitz G. A., *Anal. Chem.*, 44 (1972) 468.
- (17) Gupta A., *Anal. Chim. Acta*, 171 (1985) 351.
- (18) Frant M., Ross J., Riesman J., *Anal. Chem.*, 44 (1972) 2227.
- (19) György K., „Ion szelektív elektrod alkalmazása” Szerkesztő Havas J. Budapest 1975.
- (20) Nguyen Hung, Siska E., Adányiné Kisbocksói N. és Molnár P.: *ÉVIKE* 35 (1989) 4.
- (21) Nguyen Hung, Siska E., Adányiné Kisbocksói N. és Molnár P.: *ÉVIKE* 34 (1988) 4, 212217.

IONSZELEKTÍV ELEKTRODOK ALKALMAZÁSA AZ ÉLELMISZERANALITIKÁBAN V. JODID- ÉS CIANID-ION MEGHATÁROZÁSA

NGUYEN HUNG—SISKA ELEMÉR—ADÁNYINÉ KISBOCSKÓI
NÓRA—MOLNÁR PÁL

Közleménysorozatunk utolsó részében ismertetést adtunk a jodid- és cianid-ion meghatározásával kapcsolatos módszertani kísérleteinkről. Meghatároztuk néhány folyékony élelmiszer (üdítőitalok, méz, sör, bor és pezsgő) jodid-, valamint pálinkafélék és vietnami manióka cianid-tartalmát. Egyúttal vizsgáltuk a jodid- és cianid-mérés pontosságát és reprodukálhatóságát a kalibrációs, az addíciós és a módosított Gran-értékelő eljárással. Rövid összefoglaló következtetésben az ionszelektív elektrodokat alkalmasnak minősítettük egy széles körű élelmiszeranalitikai hasznosításra és perspektívkusan a további szabványosításra.

USE OF IONSELECTIVE ELECTRODES IN FOOD ANALYTICS V. DETERMINATION OF JODINE — AND CYANIDE — ION

NGUYEN, H., SISKA, E., ADÁNYI—KISBOCSKÓI, N., MOLNÁR, P.

The authors reported on methodological tests of determination of iodine — and cyanide — ion in the last part of series. They determined the iodine content of certain liquid foodstuffs (soft drinks, honey, beer, wine, cahmpagne) and the cyanide content of hard drinks and of Vi-

et-Name *manioca*. They examined the accuracy and reproducibility of determination of iodine — and cyanide ion by means of the calibrational, the additional and the modified Gran — method.

They found, that use of ionselective electrodes is suitable for wide spread utilization in food analytics and in the further standardization.

ПРИМЕНЕНИЕ ИОН-СЕЛЕКТИВНЫХ ЭЛЕКТРОДОВ В АНАЛИТИКЕ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ V. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЙОДИД-ИОНОВ И ЦИАНИД-ИОНОВ

X. Нгуен, Э. Шишка, Н. Аданинэ Кишбочкаш, П. Молнар

В последней части серии статей авторы сообщают о методических опытных исследованиях, связанных с определением йодид-ионов цианид-ионов. Авторы определяли содержание йодида в нескольких жидких пищевых продуктах (безалкогольные напитки, мед, пиво, вино и шампанское), а также содержание цианида в палинковых изделиях и вьетнамской маниоке. Наряду с этим, авторы исследовали точность и воспроизводимость метода измерения йодида и цианида с помощью калибровочного и аддитивного методов и модифицированного метода оценки по Грану. В заключение авторы установили пригодность широкого применения ион-селективных электродов в аналитике пищевых продуктов и перспективность дальнейшей стандартизации.

ANWENDUNG DER IONSELEKTIVEN ELEKTRODEN IN DER LEBENSMITTELANALYTIK V. BESTIMMUNG DES JODID- UND CYANID-IONS

NGUYEN HUNG, E. SISKÁ, N. K. ADÁNYI, P. MOLNÁR

Im letzten Teil unserer Publikationsreihe wurden unsere methodischen Arbeiten zur Bestimmung des Jodid- und Cyanid-Ions erläutert. Es wurden der Jodid- Gehalt ausgewählter flüssiger Lebensmittel (alkoholfreie Erfrischungsgetränke, Honig, Bier, Wein und Sekt) sowie der Cyanid-Gehalt von Spirituosen und Manioka aus Vietnam bestimmt. Gleichzeitig wurden die Präzision und Reproduzierbarkeit der Jodid- und Cyanid- Messung mit dem Kalibrierungs-, Additions- und modifizierten Auswertungsverfahren nach Gran untersucht.

In einer kurzen zusammenfassenden Schlussfolgerung wurden die ionselektiven Elektroden für eine breite Anwendung in der Lebensmittelanalytik und perspektivisch auch für die weitere Standardisierung als geeignet beurteilt.

SZAKMAI HÍREK

Az Élelmiszertudományi Komplex Bizottság (ÉKB) Élelmiszeralitikai Munkabizottsága 1990. október 11-én a Központi Élelmiszeripari Kutatóintézetben kibővített ülést tartott. A kibővített ülés napirendje a következő volt:

1. Megnyitó
2. Az elmúlt 5 év munkájának ismertetése
3. Választás
4. Egyéb

1. Biacs Péter üdvözölte a kibővített ülés résztvevőit és külön köszöntötte a megjelentek közül Holló János akadémikust, az ÉKB elnökét és Takácsné Keszegh Mártát, az MTA Kémiai Tudományok Osztályának titkárát. Ismertette a kibővített ülés napirendjét és röviden értékelte a Munkabizottság munkáját az elmúlt 5 évben.

2. A Munkabizottság megalakulásának körülményeiről, melyben Holló János akadémikus kezdeményező szerepet vállalt, és az azóta végzett munkáról Molnár Pál számolt be.

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, melynek létszáma az állandó meghívottként megjelent érdeklődőkkel folyamatosan bővült. 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 Ivá, Biacs Péter és Molnár Pál előadásaihoz kapcsolódva megvitatásra kerültek a bizottság célkitűzései és programja. A Munkabizottság második ülését az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központban Budapesten tartotta. A 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 analitikai 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 Székesfehérvéri 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 ülést tartott Nguyen Hung vietnami aspiráns „Szelektív membránelektrodok ion meghatározásához” témájú kandidátusi disszertációjának munkahelyi védése lebonyolítására.

A Munkabizottság 1989 januárjában a Bács megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás tevékenységével ismerkedett meg és megtekintette a Kecskeméti Konzervgyár

minőségellenőrző laboratóriumát. Az 1989. május 31-én megtartott kihelyezett ülésen az Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet feladatait és munkáját ismertette Bíró György, majd a Munkabizottság meglátogatta az OÉTI laboratóriumait. A novemberi kihelyezett ülésen a KÉE Élelmiszeripari Főiskolai Kar (Szeged) megtekintésén túl a spektroszkópiás módszerek élelmiszeranalitikai alkalmazásáról ankétot tartottak. A hat előadás a hagyományos módszerek mellett felölelte a PAS, a NIR/NIT és a színmérési technikák fejlődését is.

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

— Az MTA Kromatográfia Munkabizottságával és a MÉTÉV-vel együttműködve 1987. november 19—20-án Budapesten „Nagy hatékonyságú folyadékkromatográfiai (HPLC-s) módszerek fejlesztése és alkalmazása az élelmiszeranalitikában” c. tudományos ülés.

— Az Európai Minőségügyi Szervezet (EOQC) Élelmiszeripari Bizottságának 2. Konferenciája „Current Trends in Quality Control in the Food Industry” Zürich, 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.

— Élelmiszeranalitikai 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.

— Spektroszkópiai Ankét, Szeged, 1989. november 9.

3. A Munkabizottság elnökének és tagjának megválasztására Markó Lászlónak, az MTA Kémiai Tudományok Osztálya osztályelnökének iránymutatása és felkérése alapján került sor. Az eredetileg jelentkezett 48 főből a választás időpontjáig 42 fő küldte meg, illetve adta le szavazatát az elnök személyére és jelölte meg az előírások szerinti 20 munkabizottsági tagot. A szavazólapok értékelése alapján a Munkabizottság elnökévé Biacs Pétert 22 szavazattal választották meg; rajta kívül szavazatot kapott még névsor szerint: Farkas József, Gasztonyi Kálmán, Horváth Gyögy, Kulcsár Ferenc, Molnár Pál, Petró Ottóné, Salgó András és Soós Katalin.

A szavazatban résztvevők a Munkabizottság tagjait a következő hároméves ciklusra névsorban az alábbiak szerint választották meg: Aczél Attila, Béndek György, Boross Ferenc, Domoki János, Dworschák Ernő, Gasztonyi Kálmán, Gábor Miklósné, Harkayné Vinkler Margit, Kaffka Károly, Kulcsár Ferenc, Mihályi Györgyné, Molnár Pál, Moór József, Petró Ottóné, Salgó András, Sarudi Imre, Sebők András, Selmeci György, Soós Katalin, Varsányi Iván, Várdi Mária, Farkas József akadémikus automatikusan tagja a Munkabizottságnak. A többiek állandó megbízottként vehetnek részt a munkabizottsági üléseken, gyakorlatilag ugyanazokkal a lehetőségekkel, mint a munkabizottsági tagok.

Az újonnan alakult Munkabizottság megválasztott elnöke Molnár Pált kérte fel ismét a titkári teendők ellátására.

4. A kibővített ülésen a következő kérdések megtárgyalása során alakult ki állásfoglalás, illetve kaptak tájékoztatást a megjelentek:

— A javasolt Élelmiszermínőségügyi Munkabizottságot a feladatoktól függetlenül továbbra is ad hoc bizottságként lenne célszerű működtetni.

— Az élelmiszerellenőrzés nemzetközi és hazai jelentősége az élelmiszeranalitika vonatkozásában tovább fog növekedni, ezért az illetékeseknek törekedni kellene a szervezeti kérdések mielőbbi megoldására.

— A KÉKI 1990. október 15-én „Nytott Nap”-ot tartott.

— Az „Élelmészügyi Világnap” alkalmából Dr. Mándy Endre, az FM közigazgatási államtitkára a KÉKI-ben 1990. október 16-án rendezett ülés keretében előadást tartott az élelmiszeripari fejlesztési elképzeléseiről.

— A Munkabizottság társrendezőként 1990. november 15-én Győrben az élelmiszeripari nyersanyagok minősítési kérdéseiről ankétot szervezett.

— A GC—MS vizsgálati rendszer megtekintésére a KKKI-ben egy későbbi munkabizottsági ülés alkalmával kerül sor.

HAZAI LAPSZEMLE

Összeállította: Molnár Pál

- Aubrecht E.*: Immunanalitikai módszerek alkalmazása az élelmiszervizsgálatokban. III. Élelmészeti Ipar 44 (1990) 1, 3—8.
- Szabó O-né és Peró O-né*: Citruszlevelek minősége és minőségellenőrzése. Élelmészeti Ipar 44 (1990) 1, 21—25.
- Gönczy Á.*: A kolozsvári élelmiszerellenőrzés rövid története (1889—1944). Élelmészeti Ipar 44 (1990) 1, 31—32.
- Somogyi L.*: Az élelmiszerek tárolásközbeni minőségváltozásának egy lehetséges modellje. Élelmészeti Ipar 44 (1990) 2, 61—63.
- Wágner A.*: A Gries-Ilosvay-féle nitrátkimutató reakciókinetikai méretezése. Tejipar 40 (1990) 1, 19—21.
- Kiss Gy. és Mtsai.*: Maradványszerek a tejben. A tisztántúli terület tehéntej- és juhtej maradványszertartalmának alakulása. Tejipar 40 (1990) 1, 22—26.
- Mohos F.*: A minőség, mint a felzárkózás alapvető követelménye. 2. rész. Édesipar 40 (1990) 2, 40—47.
- Farkas J.*: Az élelmiszerek jó mikrobiológiai minőségét szolgáló irányítási rendszer. Húsipar 39 (1990) 1, 11—14.
- Boros I-né.*: Vízkiválasztás jelentősége a húskészítmények minőségének megítélésében és becslésének lehetőségei. Húsipar 39 (1990) 1, 15—19.
- Szilli M.*: Konzerválószeret tartalmazó csomagolt kenyerek tárolhatósága. Sütőipar 36 (1989) 3, 206—210.
- Adamát J.*: Fejlesztés és termékminőség a sütőiparban. Sütőipar 36 (1989) 3, 212—217.
- Groska L. és Révész I-né.*: Borotvakréme minőségellenőrzési lehetőségeinek vizsgálata közeli infravörös reflexió (NIR) technikával. Olaj, szappan, kozmetika 39 (1990) 1, 18—22.
- Kiss R.*: A kozmetikai és háztartásvégipari termékek műanyag csomagolószereinek alkalmazási kérdései. Olaj, szappan, kozmetika 39 (1990) 1, 22—25.
- Boros L. és Mtsai.*: Gyártmánytervezési módszer alacsony kátrányhozamú cigaretták kialakításához. Magyar Dohányújság 98 (1990) 1, 19—24.
- Gönczy Á.*: A dohánygyártmányok minősége számokban (1970—1988) Magyar Dohányújság 98 (1990) 1, 25—27.
- Lékó L-né.*: Hazai és licenccigártmányok minőségellenőrzése és minősége az Egri Dohánygyárban. Magyar Dohányújság 98 (1990) 1, 30.
- Horváth G.*: Gondolatok az élelmiszervizsgálatok továbbfejlesztésére 1992 tükrében. Élelmészeti Ipar 44 (1990) 3, 85—88.

- Varsányi I.*: A műanyag alapú csomagolóanyagok hatása az élelmiszerek minőségmegőrzési idejére. *Élelmezési Ipar 44* (1990) 3, 93—97.
- Palágyi J. és Németh L.-né.*: A húsipari termékek minőségének alakulása és szabványosítás a húsiparban. *Élelmezési Ipar 44* (1990) 3, 107—108.
- Boros J.*: Minőségfejlesztés a dohánykutatószárművek súlypontjában I. *Élelmezési Ipar 44* (1990) 4, 132—135.
- Szarvas T.*: Ajánlás a minőségfelügyelet és szabványosítás megújítására. *Élelmezési Ipar 44* (1990) 4, 136—139.
- Juhász S.*: Beszámoló a Dél-bajorországi Egészségügyi Vizsgáló hivatalban tett tanulmányútról. *Élelmezési Ipar 44* (1990) 4, 154—157.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE SZERKESZTI: MOLNÁR PÁL

KOLAR, K.: Hidroxi-prolin kolorimetriás meghatározása a kollagén-tartalom mérése céljából húskban és hús készítményekben: NMKL körvizsgálat (Colorimetric Determination of Hydroxyproline as Measure of Collagen Content in Meat and Meat Products: NMKL Collaborative Study)

J. Assoc. Off. Anal. Chem. 73 (1990) 1, 54—57

A hidroxi-prolin kolorimetriás meghatározási körvizsgálatában 18 laboratórium vett részt. A módszer elve kénsavas hidrolízist követő oxidáció klóramin-T-vel, majd bíborvörös színű komplex képzése 4-dimetilamino-benzaldehiddel. Öt fagyasztott és három fagyasztva szárított mintát vizsgáltak, melyek hidroxi-prolin tartalma 0,11—0,88% illetve 0,39—4,0% között mozgott. Egy olyan mintából, melyhez hidroxi-prolint adtak, az átlagos visszanyerés 96,1% volt. Egy két másik mintából 2:5 arányban összekevert mintából mért 1,40% analitikai eredmény jól egyezett a számított 1,42%-kal. Az ISO analitikai eljárás alapján alapuló egyéb körvizsgálatokkal összehasonlítva, a módszer ismételhetősége és reprodukálhatósága jól egyezik azokéval. A módszert elfogadták hivatalos NMKL módszerként, egyben az AOAC is elfogadta „hivatalos első eljárásnak”.

T. Markus M.
(Budapest)

HEYMANN, H., HEDRICK, H. B., KARRASCH, M. A., EGEMAN, M. K., ELLERSIECK, M. R.: Különböző belső véghőmérsékletig sült disznóhús érzékszervi és kémiai jellemzői. (Sensory and Chemical characteristics of Fresh Pork Roasts Cooked to Different Endpoint Temperatures)

J. Food Sci. 55 (1990) 3, 613—617

A különböző anatómiai eredetű egybensült disznóhúsokat 163 °C-os sütőben különböző belső véghőmérsékletek eléréséig készítették el. az érzékszervi bírálók egy kilencpontos skálán értékelték a frissen sült hús porhanyósságát, lédúságát, rágósságát, szálasságát, fémessé ill. sült sertéshús ízet, barna és rózsaszín színének intenzitását. Megállapították, hogy a magasabb belső véghőmérséklet növelte a sütési veszteséget, csökkentette a hús levesességét, rózsaszín színét és fémessé ízet, fokozta a szálasságot, a barna színt és a sült disznóhús ízt. A magasabb belső hőmérséklet elősegítette a lipidek, fehérjék és egyes zsírsavak feldúsulását, de a vas és a koleszterin koncentráció szignifikánsan nem változott. Vizsgálták az anatómiai hely hatását is a fenti beltartalmi jellemzőkre. A mérések alapján az optimális belső véghőmérséklet a sütés során legalább 71,1 °C, de legfeljebb 76,7 °C. ezt statisztikai kiértékeléssel is alátámasztották.

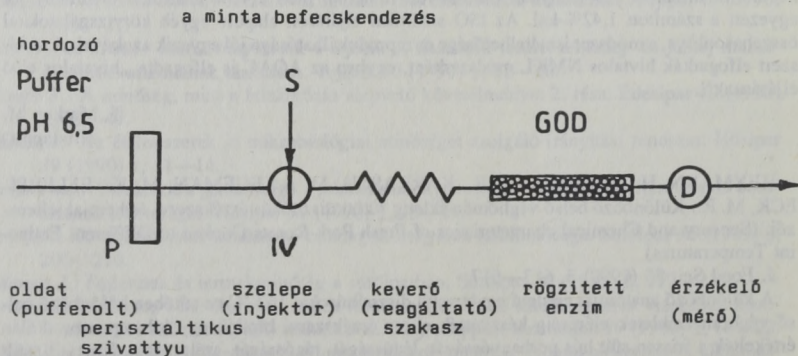
T. Markus M.
(Budapest)

SPOHN, V. és VOSS, H.: Áramló oldatos injektálásos mérés technika alkalmazása az élelmiszeralitókában (Zur Anwendung der Fliessinjektionsanalyse in der Lebensmitteltechnik). Lebensmittel — und Biotechnologie 5 (1988) 5, 235—241.

Az élelmiszeralitika üzemi- és folyamatellenőrzésben is alkalmazható korszerűsítéséhez nyújt kritikai áttekintést az áramló oldatos injektálásos mérés technika (Flow Injection Analysis, a továbbiakban FIA) bevezetésével foglalkozó cikk. A FIA elve, hogy valamely vizsgálandó mintaoldat pontosan meghatározott térfogatát áramló vivő- és reagensoldatban injektálják. Az élelmiszeralitika számára különös jelentőségűek az enzimés FIA-eljárások és a mikroát-folyós rendszerben az integrált, folyamatos dialízis-, gázdifúziós- és extrakciós technika. Az eljárás előnyösen alkalmazható a tej-, a gabona- és a húspár termékeinek, a tea, a kávé, az italok, valamint az élelmiszerszínezékek elemzéséhez.

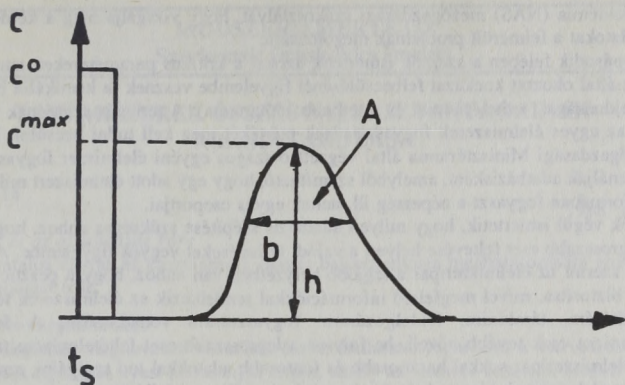
A hatékony elektronikus mérés technika a mikroprocesszor technikával összekapcsolva a minőségfelügyelet gyors fejlődését ígéri. A növekvő követelmények a minta adagolására, a pontosságra, a kimutathatóság határértékére, a szelektivitásra és az alkalmazhatóságra a széleskörű automatizálás révén helyet ad a folyadék- és a gázkromatográfia, az ibolyántúli- és a látható-, a közeli infravörös- és az infravörös, valamint az atom és a tömegspektrometria számára, az elemzés számítógépes megoldására is. A technológiai folyamatok felügyeletéhez szükséges on-line-analízist ma még sok esetben azért nem lehet megvalósítani, mert vagy a feladat mérés-technikai végrehajthatóságának, vagy a minőséget meghatározó feltételeknek ismerete hiányzik. Gyakran bizonyul kulcskérdésnek a reprezentatív mintavétel és a minőségmegállapítás megoldása és azok a részfeladatok, amelyek a szilárd anyagok elválasztásával, az extrakcióval, az enzimaktivitással, a zavaró komponensek maszkírozásával és a meghatározandók stabilitásával járnak.

A FIA-egycsatornás-rendszerének vázlata a következő



Az átfolyó csatorna-rendszeren a mintaoldat hígítását (D) a feladattól függően állítják be. A kis hígítású ($D < 3$) rendszereket közvetlen koncentrációmérésre (pl. ionérzékeny elektródokkal), közepes hígítással ($3 < D < 10$) konverziós- ill. indikátorreakciós meghatározásra, a nagy hígításúkat ($D < 10$) csúcshélesség-mérő, titrálásos eljárásra alkalmazzák általában.

A FIA-koncentráció(c)-idő-profilja alakulásának ábrája



ahol t_s — a minta befecskendezésének időpontja, C^0 — a minta koncentrációja, C^{max} — a koncentráció a csúcsmagasságban, A — a csúcs (peak) területe, b — a csúcs (peak) szélessége, h — a csúcs (peak) magassága.

Az alkalmazható elektrokémiai, elektromos, optikai és termikus átfolyós érzékelők nagy száma, valamint a folyamatosan működtethető elválasztó- és dúsító eljárások (dialízis, extrakció, ioncsere) bevezetése, az aktív és passzív mikroátfolyó reaktorok nyújtják a FIA számára a széleskörű használati lehetőséget az élelmiszeranalitikában.

Szarvas T.
(Budapest)

PETERSON B.—CHAISSON, C.: Növényvédőszer és maradványai az élelmiszerekben. Az élelmiszeripar szerepének vizsgálata a peszticidek értékelésében és szabályozásában. (Pesticides and Residues in Food. The food industry role in the evaluation and regulation of pesticides is examined)

Food Technology 42 (1988), 7, 59—64

Sokáig az élelmiszeripar szerepe a peszticidek vonatkozásában figyelmen kívül és felügyelő tevékenységre korlátozódott, a peszticidek használatának szabályozására ráhatása nem volt. A fogyasztói aggodalom fokozódásával azonban az élelmiszeripar felelőssége megnőtt, és az élelmiszerek biztonságos fogyasztásának elősegítése érdekében szükségessé vált, hogy beavatkozó szerepet kapjon. A szerzők először részletesen ismertetik a peszticid használat szövetségi szabályozásának folyamatát az USA-ban. A peszticidek használatára vonatkozó két fő törvény a FIFRA (Federal Fungicide, Rodenticide, and Insecticide Act) és az FFDCFA (Federal Food, Drug, and Cosmetic Act). Az előbbi törvény — amelyet a Környezetvédő Hivatal (EPA) hozott — a kemikáliák használatát szabályozza a mezőgazdaságban és előírja, hogy a peszticid előállítóknak megfelelő információkat kell szolgáltatniuk a peszticid lehetséges toxikus hatásaira, a felhasználási területére vonatkozóan és használati utasítást kell adniuk. A szabályozás középpontjában jelenleg az aktív alkotórész áll. Az inert anyagok, amelyek szintén lehetnek biológiailag aktívak és potenciálisan veszélyesek, most kezdenek a figyelem középpontjába kerülni. A másik törvénnyel (FFDCFA) kapcsolatban a szerzők felhívják a figyelmet azokra az anomáliákra, amelyek a törvény alkalmazása során felmerültek, mivel a törvény nem adja meg a karcinogén hatás definícióját, nincs analitikai módszer, amellyel a maradványok jelenlétét teljes biztonsággal ki lehet zárni, dilemmát okoz az elfogadható kockázat értelmezése. Ezek a kérdések nehézséget okoztak a törvény alkalmazása során, ezért az EPA megbízta a Tудо-

mányos Akadémia (NAS) mezőgazdasági szakosztályát, hogy vizsgálja meg a kérdést és tegyen javaslatokat a felmerült problémák megoldására.

A cikk második felében a szerzők ismertetik azokat a kritikus paramétereket, amelyeket a peszticidek által okozott kockázat felbecsülésénél figyelembe vesznek (a kemikália belső biokémiai tulajdonságai, terhelési szint és a terhelés időtartama). A terhelés szintjének meghatározásához az egyes élelmiszerek fogyasztásának mértékét meg kell tudni becsülni. Ehhez az USA Mezőgazdasági Minisztériuma által végzett országos egyéni élelmiszer fogyasztási felmérést használják adatbázisként, amelyből számítható, hogy egy adott élelmiszert milyen mértékben és formában fogyaszt a népesség ill. annak egyes csoportjai.

A szerzők végül ismertetik, hogy milyen adatbázis kiépítése szükséges ahhoz, hogy a konzervatív legrosszabb eset feltevése helyett a valódi terheléseket vegyék figyelembe. A szerzők véleménye szerint az élelmiszeripar a legjobb helyzetben van ahhoz, hogy a peszticidek szabályozását biztosítsa, mivel megfelelő információkkal rendelkezik az élelmiszerek termesztésére, szállítására, tárolására, feldolgozására, fogyasztására vonatkozóan. A fogyasztói bizalmatlanságot csak tovább növeli, ha folyton a legrosszabb eset feltételezésére támaszkodunk. Az élelmiszeripar sokkal hasznosabb és fontosabb adatokkal tud szolgálni, amelyek alkalmasak az élelmiszerek biztonságos fogyasztásának reális megítéléséhez.

Pallóné Kisérdi I.
(Budapest)

K.O. HONIKEL, I. POPPLER, R.EGGINGER: *Gliceridemuigeátorok meghatározása főzdkolbászban*

(Bestimmung von Glyceridemuigatoren in Brühwurst)

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

Mono- és digliceridek valamint észterek, tej- és citromsavval elegyítve a húsipari termékekben emulgeáló hatásuk következtében adalékanyagul szolgálnak. Mennyiségük az NSZK-ban 1982 óta max. 0,5%-ban megengedett, a bevitt hús- és zsíradékmenyiségre vonatkoztatva. A határérték ellenőrzésére megbízható analitikai módszer mindeddig nem volt. A szerzők egy vékonyrétegkromatográfiás 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 emulgenerátor vegyületek ezzel szemben világos foltot hagynak. A húsipari 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 százalékos.

Varju I.
(Pécs)

MÓDSZERISMERTETŐ
Szerkeszti: Draskovics Imelda

ÉLELMISZEREK ÖSSZES BALLASZTANYAGAINAK
MEGHATÁROZÁSA

L 00.00-18

1988. december

1.) A cél és az alkalmazás köre

Ez a hivatalos eljárás az élelmiszerek összes ballasztanyaga meghatározására enzimes-gravimetriás eljárást ír le.

2.) Fogalm meghatározás

Az 1. szakaszban megnevezett termékek összes ballasztanyagai alatt a szerves összetevőknek az itt leírt eljárással nyert részarányát értjük, amely az elemzés feltételei mellett alkalmazott enzimek által hidrolízist nem szenvedtek. Ezek között elsősorban az oldhatatlan és oldható nem keményítő szerkezetű poliszacharidokról (cellulózokról, hemicellulózokról, pektinanyagokról, hidrokolloidokról) és a ligninről van szó.

Az összes ballasztanyag-tartalmat g/100 g szárazanyagban adjuk meg. Egyes esetekben ajánlatos ezt a tartalmat nem szárazanyagra vonatkoztatni.

3.) Rövid leírás

A vizsgálatot mindenkor két, tömegükben egymástól csak kissé eltérő párhuzamos mintán végezzük.

A minta anyagát hőálló α -amilázzal kezeljük, ezáltal a keményítő elcsirízesedik és részben elbomlik. Proteáz hozzáadásával a fehérje bomlik le és ezt követően amilo-glukozidázzal a maradék keményítő is lebomlik. Az oldható ballasztanyagot többszörös mennyiségű etanollal ($v/v=95\%$) kicsapjuk, a csapadékot szűrjük és alkalmas módon kimossuk. A maradékot ezt követően szárítjuk és mérjük.

Az első mintamennyiség maradékában — Kjeldahl szerinti — nitrogén meghatározással a fehérjét, a második mennyiségből a hamut határozzuk meg. A két maradék középértékből a fehérje, a hamu és a vakpróba értékének levonásával kapjuk a termék összes ballasztanyag-tartalmát.

4.) Vegyszerek

Amennyiben nincs más előírás, akkor analitikai tisztaságú vegyszereket kell használni. A vizet vagy desztillálni kell, vagy annak megfelelő tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Celite 545, tisztított és izzított

4.2. Aceton

4.3. Etanol, $v/v=95\%$

4.4. Etanol, $v/v=78\%$

Az etanol (a 4.3. szakaszban megfelelő) vízzel 4+1 arányban elegyítjük.

4.5. Petroléter, 40—60°C forrponntartományú

4.6. Nátrium-hidroxid oldat, $c=0,275$ mol/l

11,0 g nátrium-hidroxidot kb. 700 ml vízben oldunk és 1000 ml-re töltünk fel.

4.7. Sósavoldat, $c=0,350$ mol/l

350 ml sósavat ($c=1$ mol/l) vízzel 1000 ml-re töltünk fel.

4.8. Jód oldat, $c=0,05$ mol/l (0,1N)

1,28 g jódot és 2,0 g kálium-jódit 100 ml vízben oldunk. Ezt az oldatot használat előtt vízzel 1+99 arányban töltjük fel.

4.9. Foszfát puffer oldat, $c=0,08$ mol/l, $pH=6,0$ 1,4 g dinátrium-hidrogén-foszfátot, Na_2HPO_4

(vagy 1,753 g dinátrium-hidrogén-foszfát-dihidrátot, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) és 9,68 g nátrium-dihidrogén-foszfát monohidrátot, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (vagy 10,94 g nátrium-dihidrogén-foszfát-dihidrátot, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) kb. 800 ml vízben oldunk. Ezt követően a pH-értéket ellenőrizzük és az oldatot vízzel 1000 ml-re töltjük fel.

4.10. Foszfát puffer oldat, $\text{pH}=4,0$

A 4.9. szakasz szerint készült foszfát puffer oldat 100 ml-ét foszforsavval $\text{pH}=4,0$ -ra állítjuk be.

4.11. Enzimek

A következőkben felsorolt enzimek kereskedelemben „Kit” formában kaphatók (pl. Fa. Sigma, Kit-Nr. TDF-100) idegen aktivitásra előzetesen ellenőrzöttek.

4.11.1. α -amiláz szuszpenzió, hőálló (pl. Sigma A 0164) A szuszpenzió 4°C -on legalább 1 évig eltartható. Az enzim aktivitását 3 havonta a következők szerint kell ellenőrizni (gyorsvizsgálat): — 50 ml-es főzőpohárban 1 g natív búza- vagy kukoricakeményítőt 15 ml hideg vízben szuszpendálunk

— mágneses keverőt helyezünk bele és fűtőlapon forrásig melegítjük, amíg sűrűn folyós oldatot képez

— 100 μl α -amiláz szuszpenziót adunk hozzá stopperórás ellenőrzés mellett, 10 mp után az oldatnak simává kell válnia

— ennek az oldatnak 1 ml-ét 2 perc után 1 ml kénsavat (0,5 mol/l=1 N) tartalmazó kémcsőbe pipettázunk

— lehűtve néhány csepp jód oldatot (4.8. szakasz szerinti) adunk hozzá.

A vizsgálatnak negatívnak kell lennie, ellenkező esetben az aktivitást 150 μl α -amiláz szuszpenzió vizsgálatával kell ellenőrizni. Ha a kék vagy a piros színeződés megmarad, akkor az enzimet ki kell cserélni.

4.11.2. Proteáz (pl. Sigma P 3910), fagyasztva szárított, 7—15 V/mg¹ aktivitásmaximum $\text{pH}=7,5$ -nél 60°C -on. Az enzim 0°C -on egy évig eltartható. A szuszpenzió vizsgálatát háromhavonta a következők szerint kell ellenőrizni (gyors vizsgálat):

— 100 ml-es főzőpohárban 1 g nátrium- vagy kalcium-kazeinátot 60 ml vízben szuszpendálunk és mágneses keverőt helyezünk bele

— a főzőpoharat keverővel 60°C hőmérsékletű vízfürdőbe helyezzük

— a pH értéket 7,5-re állítjuk be (pH mérővel) és 5 mg protázt adunk hozzá

— bürettából folyamatosan nátrium-hidroxid oldatot (0,1 mol/l=0,1 N) adagolunk azáltal a pH értéke 7,5-nél marad

10 perc után az adagolt NaOH oldat mennyiségének pontosan 6 ml-nek, vagy ennél nagyobbannak kell lennie. Egyébként a vizsgálatot 10 mg proteázzal kell megismételni. Ha az adagolt NaOH oldat mennyisége még mindig 6 ml alatt marad, akkor az enzimet ki kell cserélni.

4.11.3. Amilo-glükozidáz szuszpenzió (pl. Sigma A 9913) 1200—3000 V/ml.

A szuszpenzió 4°C -on legalább egy évig eltartható.

Az enzim aktivitását háromhavonta a következők szerint kell ellenőrizni:

— 50 ml-es főzőpohárban 1 g oldható keményítőt szuszpendálunk 15 ml foszfát-puffer oldatban ($\text{pH}=4,0$)

— mágneses keverőt helyezünk bele és fűtőlapon keverés közben forrásig melegítjük

— a főzőpoharat keverővel 60°C hőmérsékletű vízfürdőbe helyezzük

— amint a 60°C hőmérsékletet elérjük, 300 μl amilo-glükozidáz szuszpenziót adunk hozzá

— az oldat 1 ml-ét 15 perc után néhány csepp jód-oldatot (4.8. szakasz) tartalmazó kémcsőbe pipettázunk

Az oldat színének piros/barnáról narancs/sárgára kell változnia. Ha a szín kék marad, akkor az enzimet ki kell cserélni.

¹ Nemzetközi egységben (IV) adják meg az enzim mennyiségét (aktivitását), amely szabványos feltételek mellett (többek között 25°C hőmérsékleten) 1 μ -mol szusztrátum átalakulását katalizálja percenként.

5.) Készülékek és segédanyagok

5.1. Szűrőtégely (üvegtegely szűrőréteggel) 40 mm-es átmérővel, a porozítás 40—90 μm (G2)

Megjegyzés: a meghatározásra való előkészítés a 7.2. szakasz szerint: a tisztított tégelyt $0,9 \pm 0$ Celite 545-tel rétegeljük, éjszakán át 102 ± 2 °C-on szárítjuk, lehűlésre és tárolásra exszikkátorba helyezük. 30 mm átmérőjű szűrőtégely (G2) és 0,5 g Celite is alkalmazható. Természetesen akkor a szűrés hosszabb ideig tart.

5.2. Tégelykemence, 525 °C-ra beállítható

5.3. Vízfürdő, forrás hőmérsékletére és 60 °C-ra temoszáltható, keverőrendszerrel mind-egyik főzőpohár részére (mágneses keverő, vagy rázókészülék)

5.4 Főzőpohár, 400 ml-es, magas alakú

6.) Mintavétel

6.1. Mintavétel, vizsgálati terv

(a hatósági gyűjtemény keretében még nem áll rendelkezésre)

7.) A vizsgálat végrehajtása

7.1. A minta előkészítése

A $>0,3$ mm-es részecskeméretű mintákat, amelyek vízben nem oldhatók, vagy mozsárban nem apríthatók, laboratóriumi szitás malommal őröljük. A nagy víztartalmú élelmiszereket az őrlés előtt homogenizáljuk és szárítjuk, vagy liofilizáljuk. Abból a célból, hogy a ballasztanyag-tartalmat szárazanyagra tudjuk számítani, a minta nedvességtartalmát az élelmiszere, vagy az élelmiszercsoportra a hatósági gyűjteményben mindenkor közölt eljárással kell meghatározni.

Megjegyzés: általában a minta zsírtalanítása nem szükséges. Ha nagy zsírtartalom megakadályozza a rendes őrlési eljárást, akkor a zsírt a következő módon kell extrahálni:

100 ml-es főzőpohárba mintegy 10 g, 1 mg pontossággal bemért mintát teszünk és 20 ml petroléterrel mágneses keverővel 15 percig keverünk. Ezután legalább 1 percig hagyjuk állni. A tiszta petroléteres oldatot dekantáluk és az extrakciót további 15 ml petroléterrel a leírtak szerint megismételjük. A főzőpohárban maradt mintát vákuum-száritószekrényben 70 °C-on szárítjuk, ezt követően mérjük (a tömegvesztéséget az összes ballasztanyag számításánál figyelembe kell venni!) és őröljük.

7.2. Az összes maradék meghatározása

Megjegyzés: a következő szakaszokban leírt meghatározásokhoz (összes maradék, fehérje és keményítő) minta nélkül azonos feltételek mellett kétszeresen kivitelezett vakpróba meghatározást kell végezni. Új vegyszerek felhasználása esetén a meghatározásokat mindenkor újra el kell végezni.

Két 400 ml-es főzőpohárba egyenként 1 g mintát 0,1 mg pontossággal bemérünk — a két mintamennyiség között az eltérés nem lehet nagyobb 20 mg-nál — és 50 ml foszfát-puffer oldattal (pH=6,0) elegyítjük.

Megjegyzés: a nagy víztartalmú minták esetén 1 g szárazanyag-tartalomnak megfelelő mennyiséget kell bemérni. Savas termékek (pl. gyümölcsök) esetén a pH értéket mérni kell $<5,8$ mér érték esetén NaOH oldattal ($0,275 \text{ mol/l} = 0,275 \text{ N}$) pH/6,0-ra állítjuk be. Ennek során a pH-elektrodát lehetőleg kevés vízzel öblítjük le, hogy az összterfogat (70 ml) tömegre vonatkozó változásait elkerüljük.

A keményítő elcsirizetésére 100 μl α -amiláz szuszpenziót adunk hozzá, a főzőpoharat alumínium fóliával fedjük, 15 percig forró vízfürdőbe állítjuk és közben 5 percenként megrázzuk.

Megjegyzés: sekély vízfürdő esetén az inkubációs idő 30 percre is meg lehet hosszabbítani, hogy a főzőpohár tartalma a 100 °C hőmérsékletet biztosan felvegye.

Lehűlés után a pH értéket 10 ml NaOH oldat hozzáadásával ($0,275 \text{ mol/l} = 0,275 \text{ N}$) $7,5 \pm 0,2$ -re állítjuk be.

A fehérje lebontása érdekében 5 mg proteázt, vagy 1 ml foszfát-pufferben (pH=6,0) 50 mg enzimet tartalmazó 100 μl oldatot adunk hozzá, a főzőpoharakat alumínium fóliával fedjük és

állandó keverés mellett 30 percig 60 °C hőmérsékletű vízfürdőn tartjuk. Lehűlés és 10 ml sósav oldat (0,350 mol/l=0,350 N) hozzáadása után a pH értéket mérjük. Szükség esetén csep-penként savat adagolva pH=4,3—4,7 közötti értékre kell beállítani. Ezt követően a maradék keményítő lebontása érdekében 300 µl amilo-glükozidáz szuszpenziót adunk hozzá, a főzőpo-harakat ismét alumínium fóliával fedjük és 30 percig folyamatos keverés vagy rázás közben 60 °C hőmérsékleten inkubáljuk.

Az oldható balasztanyagokat 280 ml előzetesen 60 °C-ra felmelegített etanollal (v/v=95%) kicsapjuk és a főzőpoharakat a csapadék kialakulása érdekében 1 óra időtartamra szobahőm-érsékleten hagyjuk állni. Az etalonos oldatokat ezt követően enyhe vákuummal szűrjük (a mara-déket nem szabad ismét szuszpenzióba vinni!) és a mindenkori maradékot kis részletekben etanollal (v/v=78%) fecskendezőpalackkal kvantitatív az 5.1. szakasz szerint előkészített és 0,1 mg pontossággal elmért szűrőtégelybe mossuk. A szűrőtégelyben található maradékot minden-kor 3x20ml (v/v=78%) és 2x10ml (v/v=95%) etanollal öblítjük.

Megjegyzés: a termék természete következtében ragacos maradék képződhet, amely a szű-rést jelentősen lassítja. A Celite felület spatulával történő enyhe megkaparásával a szűrés gyor-sítható.

A maradék zsír eltávolítására 3x10 ml acetonnal és 2x10 ml petroléterrel kimossuk. Az ol-dószert eközben minden alkalommal 1—2 percig rendes nyomáson a maradékkal érintkezés-ben hagyjuk, mielőtt a vákuumot ismét létrehozuk. A szűrőtégelyt a maradékkal szárítószekrényben 102±2 °C-on éjszakán át szárítjuk, exsikkátorban hagyjuk kihűlni és 0,1 mg pontossággal lemérjük.

7.3. A fehérje meghatározása

A szűrőtégely egész maradékát kis Kjeldahl lombikba visszük át és a nitrogén-tartalmat Kjeldahl szerint határozzuk meg. 6,25-ös tényezővel történő szorzással a fehérje-tartalmat mg-ban számítjuk ki.

Megjegyzés: feltárcsövecskék használata (pl. Büchi rendszer) esetén a leülepedő Celite mi-att forráskésleltetés következhet be, amely néhány forró hozzáadásával, üvegyöngy helyett, megakadályozható. A forrókövek eddigi ismereteink szerint nem tartalmaznak nitrogént.

7.4. A hamu meghatározása

A második maradékot a szűrőtégelyben 525°C-os tégelykemencében 5 óra hosszat elham-vasztjuk. A szűrőtégely eltörésének megakadályozására a tégelykemence hőmérsékletét legfel-jebb 150 °C-ra állítjuk be és csak ezután emeljük 525°C-ra. A hamvasztás után a tégelyt előbb kemencében 200 °C-ra lehűtjük és ezt követően 1 órára exsikkátorba helyezzük. Ezután le-mérjük és a hamu-tartalmat mg-ban számítjuk.

Megjegyzés: Ha a vakpróbákra negatív hamu értéket kapunk, ez azt jelenti, hogy szűrősrök (7.2. szakasz) Cetile-vesztés, vagy a Cetile nem kielégítő szárítása következett be. Ha ez az 5 mg-ot meghaladja, akkor a tégelyt ki kell cserélni. A ténylegesen kapott hamu értéket (a ne-gatívot is) számításnál fel kell használni. Lehetséges G3 tégely használata is. Ebben az eset-ben a szűrés tovább tart.

8. Kiértékelés

8.1. Számítás

Az összes ballasztanyag-tartalmat w^2 g/100 g minta dimenzióban a következő képlet szerint számítjuk:

$$w = \frac{\frac{m_{R1} + m_{R2}}{2} - m_P - m_A - m_B}{\frac{m_1 + m_2}{2}} \cdot 100$$

² w = tömegszáz

ahol:

m_{R1} , m_{R2} a maradék tömege, mg
 m_P a maradék fehérje-tartalmának tömege, mg
 m_A a maradék hamu-tartalmának tömege, mg
 m_B a vakpróba értéke, mg
amelyben:

$$m_B = \frac{m_{R1vak} + m_{R2vak}}{2} - m_{Pvak} - m_{Avak}$$

m_1 , m_2 bemért minta, mg

Az eredményt egy tizedes pontossággal kell megadni.

8.2. Az eljárás megbízhatósága

A következő adatokat az alábbi táblázatban felsorolt termékek körvizsgálata során nyerték.

8.2.1. Ismételhetőség (r)

8.2.2. Összehasonlíthatóság (R)

	\bar{x}	r	R
	g/100g		
teljes gabonapép gyümölcsökkel	2,41	0,64	1,09
reggeli gabonakeverék	10,88	0,34	1,04
főzelékkészítmény	19,80	0,87	0,90

9.) Vizsgálati bizonylat

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

- a minta megnevezését, származását, jelölését,
- a mintavétel és a vizsgálat időpontját,
- a beérkezés és a vizsgálat dátumát,
- a vizsgálat eredményét.

Az indoklást, ha ettől a hatósági vizsgálati eljárástól eltértek.

10.) Tájékoztatások és utalások

A hatósági gyűjtemény bevezető részében az „Útmutató az eljárások szerkesztéséhez” keretében közölt általános tájékoztatásra utalunk. Ez a hatósági eljárás szakmailag lényegében egyezik a Svájci Élelmiszerkönyvben megjelent és körvizsgálatban összesen 15 résztvevővel vizsgált 22/8.1. „Összes élelmi rostok meghatározása” eljárással.

Az oldhatatlan és oldható szerves ballasztanyagok elválasztó meghatározása további vizsgálataira ajánljuk a módosított AOAC, vagy a módosított berlini eljárás alkalmazását.

IRODALOM

1. Schweizer, T. F.: Fortschritte in der Bestimmung der Nahrungsfasern. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 75:469—483 (1984)

2. Prosky, L. et al: Determination of total dietary fiber in foods and food products. Collaborative study. JAOAC 68:677—679 (1985)
3. Schweizer, T. F. et al: Ringversuch zur enzymatisch-gravimetrischen Bestimmung der Gesamtnahrungsfasern in Lebensmitteln. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 79:57—68 (1988)
4. Rabe, E. et al: Vergleichende Bestimmungen von unlöslichen, löslichen und Gesamtbalaststoffen in Getreiderzeugnissen. Getreide, Mehl und Brot 42:297—305 (1988)

(Szarvas Tibor)

KLORID MEGHATÁROZÁSA A KONYHASÓ-TARTALOM KISZÁMÍTÁSÁRA KENYÉRBEN, VALAMINT KENYÉRTÉSZTÁBÓL KÉSZÍTETT SÜTEMÉNYEKBEN

L. 17.00-6

1982. május

I.) A cél és az alkalmazás köre

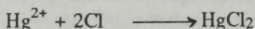
Ez a hivatalos eljárás a klorid-tartalom meghatározását írja le és ennek számítását a konyhasó-tartalomra kenyérből, beleértve a kenyértésztaból készített süteményeket is.

2.) Fogalom meghatározás

Az 1. szakaszban megnevezett termékek konyhasó-tartalma alatt az itt leírt eljárás szerint nyert nátrium-kloridra számított klorid-tartalmat értjük. Szárazanyag 100 g-jában lévő konyhasó-tartalmat g-ban adjuk meg, de egyes esetekben ajánlatos ezt a nem szárazanyagra vonatkoztatott anyagra (a termékre) közölni.

3.) Rövid leírás

Az L. 17.00-1 „A kenyér, valamint kenyértésztaból készített sütemények szárítási veszteségeinek meghatározása” után az előszárított és finomra aprított mintát (hamvasztás nélkül) vízzel extraháljuk, derítjük és a kloridot salétromsavas oldatban higany-nitráttal titrimetriásan a következő elv szerint határozzuk meg:



A higany(II)-ionok a klorid-ionokkal jól oldódó, de alig disszociáló komplexet képeznek. A titrálás végpontját nátrium-pentaciano-nitrozil-ferrát(II) „nitroprusszid-nátrium” jelzi, amely a Hg^{2+} -nal nehezen oldható higany-nitroprusszidot (fehér, opalizáló zavarodást) képez. A meghatározást nem szárított anyaggal is végre lehet hajtani.

4.) Vegyszerek

Analitikailag tiszta vegyszereket kell használni. A vizet vagy desztillálni kell, vagy annak megfelelő tisztaságúnak kell lennie. „Oldat” alatt vizes oldatot kell érteni.

4.1. nátrium-pentaciano-nitrozil-ferrát(II) „nitroprusszid-nátrium” $\text{Na}_2/\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}/2\text{H}_2\text{O}$, porítva vagy oldatban ($\rho = 4 \text{ g}/100 \text{ ml}$)¹

4.2. salétromsav c=kb. 2 mol/l (kb. 2 N)²

1 ρ = tömegkoncentráció

2 c = anyagkoncentráció

4.3. Carrez-oldat I.

Kálium-hexaciano-ferrát(II) $K_4/Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$

($\rho = 150 \text{ g/l}$)

4.4. Carrez-oldat II.

Cink-acetát oldat $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ($\rho = 230 \text{ g/l}$)

4.5. Higany(II)nitrát mérőoldat $c=0,05 \text{ mol/l}$ (0,1N)

5.) Készülékek és segédeszközök

5.1. Félmikro-büretta, 10 ml-es, 0,02 ml-es osztású

5.2. Rázókészülék, vagy mágneses keverő

5.3. Bothomogizátor (a nem szárított minták meghatározásához)

6.) Mintavétel

6.1. Mintavétel, vizsgálati terv

(a hatósági gyűjtemény keretében még nem áll rendelkezésre)

6.2. Mintavételi technika

Különösen sóval megszórta termékek esetén figyelemmel kell lenni arra, hogy a minta reprezentatív legyen.

7.) A vizsgálat végrehajtása

7.1. A minta előkészítése

A mintát az L 17.00-1 „A kenyér, valamint kenyértésztából készített sütemények szárítási veszteségének meghatározása” szerint előszárítjuk és finomra aprítjuk.

7.2. Meghatározás

Előzetes megjegyzés: a bemérést a várható nátrium-klorid-tartalom szerint mindig úgy kell változtatni, hogy a titrálandó oldat 40—50 mg, legfeljebb 55 mg nátrium-kloridot tartalmaz, ennek megfelelően a higany(II)nitrát mérőoldatból legfeljebb 9,4 ml fogyjon (0,05 mol/l = 0,1 N). A használatos készülék klorid-mentességére ügyelni kell.

10—20 g-nyi minták alkalmas főzőpohárba 0,01 g pontossággal bemérünk, vízzel elkeverjük, 200 ml-es mérőlombikba mennyiségileg átmoszuk és mintegy 15 percig rázzuk, vagy keverjük. Ezután 5—5 ml Carrez I. és Carrez II. oldattal derítjük, 20 °C-on jegig töltjük fel, hathatósan összerázzuk és redős szűrőn szűrjük. 100 ml-es Erlenmeyer lombikba, vagy megfelelő főzőpohárba 25,0 ml derített (!) szűrlethez 5 ml salétromsavat és mintegy 40 mg nátrium-pentaciano-nitrozilferrát(II)-ot adunk, az oldatot jól átkeverjük. Állandó mozgás közben higany(II)nitrát mérőoldatot (0,05 mol/l = 0,1 N) adunk a vizsgálandó oldathoz, fehér opalizáló zavarodás első megjelenéséig, amelynek még 3 perc után is felismerhetőnek kell lennie. A végpont jobb felismerése érdekében a térfogatot meghatározást fekete alátét és fekete háttér (fekete papír, fekete csempelap) alkalmazásával kell végezni. Az előbb leírtakkal azonos módon vakpróbával kell meghatározást végezni, ahol a nyert szűrlet helyett 25,0 ml vizet kell használni.

8.) Kiértékelés

8.1. Számítás

A w kloridtartalmat a minta szárazanyagra vonatkozó 100 g-ra kifejezett konyhasó (NaCl) g-tartalmára a következő képlet szerint számítjuk ki:

$$w = \frac{(a-b) \cdot 0,0058448 \cdot F \cdot 100}{m} \quad \frac{100}{(100-W_2)}$$

ahol:

a a higany(II)nitrát mérőoldat fogyása a mintára, ml

b a higany(II)nitrát mérőoldat fogyása a vakpróbára ml
 F hígítási tényező (a titrálendő oldat hányad része az össztérfogatnak)
 m bemérés, g
 w_2 szárítási veszteség g/100 g-ban az utólagos szárításkor (ld. az L 17.00-1 „A kenyér, valamint kenyértésztából készített sütemények szárítási veszteségének meghatározása” eljárás 8.1. szakaszát)

1 ml higany(II)nitrát mérőoldat (0,05 mol/l = 0,1N) 5,8448 mg nátrium-kloridnak felel meg.

8.2. Az eljárás megbízhatósága

8.2.1. Ismételhetőség (r)

		pirított kenyér	kenyér
	r	0,05g/100 g	0,06 g/100 g
	s_r	$\pm 0,02$ g/100 g	$\pm 0,02$ g/100 g

8.2.2. Összehasonlíthatóság (R)

		pirított kenyér	kenyér
	R	0,10 g/100 g	0,09 g/100 g
	S_r	$\pm 0,04$ g/100 g	$\pm 0,03$ 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 időpontját,
- a beérkezés és a vizsgálat dátumát,
- a vizsgálat eredményét.

Az indoklást, ha ettől a hatósági vizsgálati eljárástól eltértek.

10.) Tájékoztatások és utalások

Ezt a „Szövetéségi Élelmiszertörvény 35-a végrehajtására létrehozott Szövetéségi Egészségügyi Hatóság bizottságának”, a „Kenyer és péksütemények” munkabizottsága által kidolgozott eljárást körvizsgálattal ellenőrizték.

Ez a hatósági eljárás lényegében megegyezik a „Konyhasó meghatározás sütőporokban, lisztekben, kenyérfben és más süteményekben és tésztaákban” módszerrel, amely megjelent a gabonákra, lisztekre és kenyérrre vonatkozó szabványos eljárások között (5).

Az itt leírt eljárás időközben bevált az összes sütőipari terméken kívül más, különféle élelmiszerek esetében is, és azzal jellemezhető, hogy a klorid meghatározását hamvasztás nélkül, közvetlenül — természetesen teljesen derített — a mintaoldatból le lehet végezni. Ez az egyszerű titrálás (visszatitrálásos eljárás helyett) ennek következtében azt az előnyt nyújtja, hogy erősen savas közegben a gyakori kísérőanyagok (pl. foszfátok) zavaró hatása nélkül éles végpontot ad (a higagy(II)-ionokkal ugyancsak reagáló más: halogén és halogénszerű ionok többnyire nincsenek jelen, vagy elhanyagolhatók). A klorid titrálás pontosabbá tételét célzó Bode-féle vizsgálatok (6) szerint a következő feltételek betartása előnyös: az oldat térfogata 25—60 ml,

vagyis lehetőleg híg ne legyen, a nitroprusszid-nátrium indikátor 40—80 mg-os mennyiségét vagy szilárdan, vagy barna üvegben tárolt oldatból adagoljuk, azt a fény hatásától védve tároljuk és hetente újat készítünk.

A salétromsavas savanyítás ezzel szemben kevésbé döntő: 2—10 ml 2 N salétromsav (c=kb. 2 mol/l) eltérő adagolása nem befolyásolja a meghatározást. A meghatározásra kerülő nátrium-klorid mennyiség 40—55 mg között legyen. Ebben az esetben az elkerülhetetlen indikátorhibát, amennyire lehet, korlátozzuk. Ezt figyelembe vesszük, amikor a vakpróba meghatározását elvégezzük és annak eredményét az értékelésbe bevonjuk.

A színreakció kívánta átcsapási ponttal összehasonlítva a „fehér, opalizáló zavarodás első lépéseként” biztos felismerése — még fekete alátét és háttér alkalmazása esetén is — kezdetben bizonyos nehézségeket okoz. Összehasonlító vizsgálatok előtt ezért begyakorlás szükséges.

IRODALOM

1. Votocek, E.: Chemiker-Zeitung 42:257 (1918)
2. Rotsch, A.: Brot und Gebäck 7:39 (1953)
3. Meyer, H.: Deutsche Lebensmittel-Rundschau 58:138 (1962)
4. Schneider, E.: Mineralstoffe. 1. Die gemeinsame Bestimmung von Chlorid, Sulphat aus einem Ansatz, in: Handbuch der Lebensmittelchemie, II/2, S. 7. Springer, Berlin, 1967.
5. Arbeitsgemeinschaft für Getreideforschung: Standardmethoden für Getreide, Mehl und Brot. 6. Auflage, S. 198. Verlag Moritz Schäfer, Detmold 1978.
6. Brode, H.: Bericht über Versuche zur Bestimmung des Cl-Gehaltes von NaCl⁻-Lösungen durch Titration mit Hg(NO₃)₂-Lösung und „Natriumnitroprussitat“ als Indikator, unveröffentlichte Arbeit im Auftrag der „Kommission des Bundesgesundheitsamtes zur Durchführung des 35 LMBG“ und mit Unterstützung des Bundesgesundheitsamtes. Berlin, Februar 198.

(Szarvas Tibor)

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 naturális 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.

EURO-FOOD-CHEM VI. Konferencia

1991. szeptember 23—25, Hamburg

Az Európai Kémikus Egyesületek Szövetségének Élelmiszerkémiai Munkabizottsága (FECS—WPFCh) és a Német Élelmiszerkémiai Társaság (Lebensmittelchemische Gesellschaft, Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker) címben jelzett rendezvényén a következő témakörben kerülnek sorra előadások, illetve poster bemutatók:

1. Az élelmiszertörvény és élelmiszerellenőrzés problémái az EGK-ban.
2. Új járulékos- és adalékanyagok az élelmiszerekben.
3. Analitikai módszerek fejlesztése és szabványosítása az ipari ellenőrzés és a hatósági ellenőrzés részére
 - Nyersanyagok
 - Félkésztermékek
 - Késztermékek
4. Környezetszennyezés és élelmiszerminőség

Az előadások időtartama 15 perc. Mind az előadások, mind a poszterek abstract-jait 1991. V. 31-ig kell benyújtani. Ezek külön kiadványban fognak megjelenni, amelyet a konferencia résztvevői megkapnak a konferencia kezdetekor. A részvételi díj 300,— DM.

A konferencia hivatalos nyelvei: német, angol.

A rendezvény szervezői:

Prof. Dr. W. Baltes

Institut für Lebensmittelchemie der Technischen Universität Berlin, Strasse des 17. Juni 135. D—1000 Berlin 12.

Phone: (30) 314-2 22 26-7 27 01

Gesellschaft Deutscher Chemiker Abteilung Tagungen

P.O. Box 90 04 40, Varrentrappstr. 40—42., D—6000

Frankfurt am Main 90

Phone: (69) 79 17-360/366

Jelentkezési lapok és részletesebb információ kapható: Budapesti Műszaki Egyetem, Biokémiai és Élelmiszertechnológiai Tanszék, Dr. Lásztly Radomir egyetemi tanár, tanszékvezető

Tel.: 166-6325

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