

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

A MÉM ÉLELMISZERELLENŐRZŐ ÉS VEGYVIZSGÁLÓ KÖZPONT
ÉS A FŐVÁROSI ÉS MEGYEI ÉLELMISZERELLENŐRZŐ
ÉS VEGYVIZSGÁLÓ INTÉZETEK KÖZLÖNYE

Szerkeszti a szerkesztő bizottság
Takó Éva (Budapest), a szerkesztő bizottság elnöke
Kottász József szerkesztő (Budapest)

Almási Elemér (Budapest)
Bartuczné Kovács Olga (Budapest)
Horváth György (Kecskemét)
Kacs Kovács Miklós (Pécs)
Kovács Sándor (Budapest)
Lásztity Radomir (Budapest)
Lindner Károly (Budapest)
Marosi József (Budapest)
Molnár Lászlóné (Budapest)

Nedelkovits János (Budapest)
Pollák Lászlóné (Budapest)
Ravasz László (Budapest)
Sarudi Imre (Kaposvár)
Selmeci György (Szeged)
Szakál Sándor (Budapest)
Szilágyi József (Budapest)
Vajda Ödön (Budapest)
Zukál Endre (Budapest)

szerkesztő bizottsági tagok

TARTALOM

<i>Bata Árpád, Ványi András és Lásztity Radomir: Mikotoxin vizsgálatok az élelmiszerekben. V. Néhány fusariotoxin párhuzamos kimutatása kapillaris gázkromatográfiával</i>	189
<i>Molnár István: Kis mennyiségű fehérjetartalom meghatározása borokban a biuret reakcióval megkötött réztartalom alapján</i>	195
<i>Rédei Endréné: Hazai dohányok klorofill és aminosav tartalmának változása a szárítás során</i>	201
<i>Kántor Dezső és munkatársai: Táptalajösszehasonlító vizsgálatok a sörök élesztő- és tejsavbaktérium számának meghatározására</i>	207
<i>Zenén E. Vidaud Candebat és Miguel O. Garcia Roché: Vékonyréteg-kromatográfiás módszer benzoésav specifikus kimutatására</i>	213
<i>Szabó S. András és Szórád László: Élelmiszeripari kutatások eredményei I. A K-11 jelű kormánybizt. program keretében végzett kutatómunka a gyakorlatnak átadott, ill. átadható eredményei</i>	219
<i>Szabó S. András és Szasin L. Igor: Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában IV.</i>	227
<i>Kántor Dezső: Néhány technikai eszköz alkalmazásának lehetősége mikrobiológiai laboratóriumokban</i>	235
<i>Lapszemle (Kacs Kovács Miklós)</i>	240

A dolgozatokat lektorálták: dr. Demeczky Mihály, dr. Kottász József, dr. Kovács Sándor, dr. Lásztity Radomir, dr. Lindner Károlyné, dr. Molnár Lászlóné és dr. Nedelkovits János.

СОДЕРЖАНИЕ

<i>Бата А., Вани А. и Ластить Р.</i> : Исследование микотоксинов в продуктах питания. V. Параллельное выявление некоторых фузариотоксинов капиллярной газовой хроматографией.	189
<i>Молнар И.</i> : Определение небольшого количества белка в винах на основании биуретовой реакции связанного содержания меди.	195
<i>Рэдеи Э.</i> : Изменение содержания хлорофиллов и аминокислот в течении сушки отечественного табака.	201
<i>Кантор Д. и сотрудники</i> : Сравнительные испытания питательных сред для определения числа пивных дрожжей и молочнокислых бактерий.	207
<i>Зенэн Е. Видауд Кандебат и Мигуел О. Гарция Рохэ</i> : Тонкослойно-хроматографический метод определения бензойной кислоты в пищевых продуктах новым проявителем.	213
<i>Сабо Ш. и Сорад Л.</i> : Результаты пищепромышленных исследований I – II. Результаты исследовательских работ проведенных в рамках Правительственной программы K – II и результаты переданные на практику.	219
<i>Сабо Ш. А. и Сашин Л. И.</i> : Анализ активации в пищевой аналитике IV.	227
<i>Кантор Д.</i> : Возможности применения некоторых технических средств в микробиологических лабораториях.	235

INHALT

<i>Bata, Á., Ványi, A. und Lásztity, R.</i> : Mycotoxinuntersuchungen in Lebensmitteln. V. Paralleler Nachweis einiger Fusariotoxine mittels kapillarer Gaschromatographie.	189
<i>Molnár, I.</i> : Bestimmung geringer Mengen von Proteinen in Weinen auf Grund des mittels der Biuretreaktion gebundenen Kupfergehaltes.	195
<i>Rédei, E.</i> : Änderungen des Chlorophyll- und Aminosäuregehaltes von ungarischen Tabaken während ihrer Trocknung.	201
<i>Kántor, D. und Mitarbeiter</i> : Vergleichende Untersuchungen von Nährböden zur Bestimmung der Anzahl von Hefen und Milchsäurebakterien in Bieren.	207
<i>Zenén E. Vidaud Candebat und Miguel O. Garcia Roché</i> : Eine dünn-schichtchromatographische Methode zum spezifischen Nachweis von Benzoesäure.	213
<i>Szabó, S. A. und Szórád, L.</i> : Forschungsergebnisse auf dem Gebiet der Lebensmittelindustrie, I. Der Praxis übergebene bzw. übergebene Ergebnisse der im Rahmen des Regierungsprogrammes K – 11 durchgeführten Forschungsarbeit.	219
<i>Szabó, S. A. und Szórád, L. I.</i> : Aktivationsanalyse in der Lebensmittelanalytik. IV.	227
<i>Kántor, D.</i> : Möglichkeit der Anwendung von einigen technischen Instrumenten in mikrobiologischen Laboratorien.	235

Mikotoxin vizsgálatok az élelmiszerekben

V. Néhány fusariotoxin párhuzamos kimutatása kapilláris gázkromatográfiával

BATA ÁRPÁD, VÁNYI ANDRÁS, LÁSZTITY RADOMIR

* Budapesti Műszaki Egyetem, Biokémiai és Élelmiszertechnológiai Tanszék, Budapest 1111, Műegyetem rkp. 3.

** Országos Állategészségügyi Kutató Intézet Budapest 1149, Tábornok utca 1.

Bevezetés

A takarmányok gyakran több gombafajjal is fertőzöttek lehetnek, de azonos gombafaj is több mikotoxint képes termelni. Ezért régi törekvés olyan analitikai módszer kidolgozása, amelynek segítségével egyidejűleg, egy elemzéssel több toxin kimutatható. *Stoloff és munkatársai* (1) aflatoxin, ochratoxin, zearalenon, sterigmatocistin és patulin egyidejű vizsgálatára kidolgozott módszert ismertetett.

Ezt az eljárást módosították *Scott és munkatársai* (2). *Roberts és munkatársai* (3) 14 toxin szimultán vizsgálatáról számoltak be. *Josefsson és Möller* (4), valamint *Pliszczynska és Jüszkiewicz* (5) is foglalkoztak ún. multimikotoxin kimutatói módszerek kidolgozásával. *Gimeno* (6) módszere 10 mikotoxin, míg *Takeda és munkatársai* (7) eljárása 14 toxin kimutatására alkalmas. Az említett szerzőkön kívül több kutató foglalkozott a kérdés megoldásával, azonban a gyakorlatban széles körben nem terjedtek el ezek a módszerek. Ennek oka az, hogy hosszadalmas tisztítási eljárást igényelnek, valamint az, hogy néhány toxin vonatkozásában az érzékenyséjük rossz, nem elégítik ki a gyakorlati igényeket.

Az előzőekben ismertetett vékonyréteg kromatográfiás vizsgálati módszereken túlmenően *Engström és munkatársai* (8) nagynyomású folyadék-kromatográfiás multimikotoxin meghatározási módszert dolgoztak ki.

Európa kontinentális éghajlatú országaiban, így Magyarországon is, a takarmányok gombás eredetű minőségromlásában és a mikotoxinok okozta állatmegbetegedések létrejöttében a *Fusarium* gombák fontos szerepet játszanak. Ezért igény merült fel olyan toxinkimutatói módszer iránt, amely alkalmas több fusariotoxin (4–6) párhuzamos kimutatására igen kis koncentrációtartományban.

Munkánk során kapilláris GLC-t alkalmaztunk *Fusarium* gombák által termelt leggyakoribb szekunder metabolitok kimutatására.

Módszer

Készülékek

- a) Vákuum rotadeszt készülék (MTA Kutatási Eszközök Kivitelező Vállalat, Hungary)
- b) Block Thermostat (MTA Kutatási Eszközök Kivitelező Vállalat, Hungary)

- c) Packard gázkromatográf, 427 modell, FID detektorral, HP 3390 A integrátorral
- d) Screw cap vials (Pierce, Rockford, I11. USA)
- e) Kolonna üveg kapilláris, Hewlett Packard gyártmányú kapilláris húzon húzva és Grob és munkatársai módszere szerint nedvesítve.

Reagenssek

- a) Minden felhasznált oldószer kereskedelmi készítmény volt (Reanal, Hungary), felhasználás előtt kétszer desztillálva.
- b) Mikotoxin standardok: 1 mg/cm³ zearalenon (Supelco 4-6318), 0,5 mg/cm³ T-2 toxin (Supelco 4-6322), 0,5 mg/cm³ diacetoxiscirpenol (Supelco 4-6315), 0,7 mg/cm³ deoxinivalenol, 0,5 mg/cm³ HT-2 toxin (dr. Palyusik M.).
- c) BSTFA (Pierce, Rockford I11. USA).
- d) Kieselgél 60 (Merck).

Extrakció és tisztítás

10 g búzát darafinomságúra darálunk. A megdarált búzát 200 cm³ etilacetáttal szobahőmérsékleten 2 órán keresztül extraháljuk úgy, hogy extrahálás közben az elegyet többször összerázzuk. Az extrakció befejeztével a szerves oldatot leszűrjük és félretesszük. A maradékot 200 cm³ metanol-víz (6+4 v/v) elegyével két órát szobahőmérsékleten újból extraháljuk. Az oldószert leszűrjük és a két szűrletet egyesítjük. Az oldatból a vizet 10 g vízmentes Na₂SO₄-tal megkötjük, majd az oldószert vákuum rotadeszt berendezéssel bepároljuk. A bepárlás után olajosan folyó maradékot kapunk. Ezt a maradékot 2 cm³ benzol-aceton (1+1 v/v) elegyben feloldjuk és 10×1 cm Kieselgél 60 géllal töltött oszlopra öntjük. Az oszlopról 20 cm³ benzollal az extrakt lipid tartalmát eluáljuk. A vizsgálandó mikotoxinokat 20 cm³ benzol-aceton (1+1 v/v) eleggyel eluáljuk. A toxinokat tartalmazó eluátumot vákuum rotadeszten ismételtelen bepároljuk.

Származékképzés

A szárazra párolt anyagot 2 cm³ acetonban oldjuk. Az acetonos oldatból 200 mm³-t egy screw cap vial edénybe tesszük és N₂ árammal bepároljuk. Az edénybe 200 mm³ BSTFA reagenst mérünk, jól lezárjuk azt és 15 percig 60 °C-on blokk termosztátban melegítjük. A reakcióelegyet a reakció lezajlása után lehűlni hagyjuk és a reakcióelegyből 1 mm³-t injektálunk be a gázkromatográfba.

Gázkromatográfiás meghatározás

A készülékben használt oszlopot 8 mm O.D., 3 mm I. D. Pyrex üvegből húztuk, Hupe Bush Hewlett Packard húzókészülékkel. Az üveg felületének dezaktiválását Grob (9, 10) szerint, míg a töltést statikus módszerrel végeztük el. A fázisarány β = gáztérfogat/nedvesítő térfogat = 250 volt.

Gázkromatográfiás paraméterek:

Oszlop: 14 m 0,25 mm I. D. SE 52-vel falon nedvesített üvegapilláris

Termosztát hőmérséklete: 180–260 °C 3 °C/min.

Injektor hőmérséklete: 260 °C

Detektor hőmérséklete: 260 °C

Vivógáz: H₂, belépő nyomás: 40 kPa

A módszer visszanyerésének és szórásának megállapítása

Az 1. táblázatban vizsgált 5 anyag 11 párhuzamos részéből számolt visszanyerés és szórás értékeket mutatjuk be 100 µg/kg koncentráció szinten.

1. táblázat

5 vizsgált *Fusarium* toxin visszanyerési és szórási értékei

Toxin neve	Visszanyerés %	Szórás %
Zearalenone	78	12
T-2 toxin	67	17
HT-2 toxin	75	13
Diacetoxiscirpenol	83	11
Deoxinivalenol	64	19

Eredmények és értékelésük

Az ismertetett módszerrel 19 db takarmánymintát vizsgáltunk meg. A mintákat úgy válogattuk össze, hogy azok az előzetes állatorvosi jelzések alapján *Fusarium* toxin pozitív gyanúsak voltak. Az eredmények közléséből kihagytuk azokat a mintákat (7 db), amelyekben mikotoxint kimutatni nem tudtunk. Az eredményeket a 2. táblázatban mutatjuk be. A táblázatban látható, hogy a vizsgált anyagok mindegyikét sikerült mintából is kimutatni. A minták nagy részénél több toxint találunk. Ez a vizsgálati tapasztalat alátámasztja azt a hipotézist, hogy *Fusarium*os fertőzés esetén egyszerre több mikotoxin keletkezik és az állatokban fellelő szindrómát több anyag mérgező hatásának az eredője. Esetenként előfordult, hogy egyes toxinok hatása dominál, akkor a vizsgálat is csak egy domináns toxint tudott kimutatni, a többi mennyisége ilyenkor a kimutatási határon alul van. Az 1. ábrán mind az öt mikotoxint tartalmazó minta kromatogramját mutatjuk be.

2. táblázat

Vizsgálati eredmények

Minta megnevezése	Zearalenone mg/kg	T-2 toxin mg/kg	HT-2 toxin mg/kg	Diacetoxiscirpenol mg/kg	Deoxinivalenol mg/kg
Feldebrő I.	5,7	0,3	Ø	0,8	Ø
Feldebrő II.	3,2	1,4	—	0,5	Ø
Adony I.	0,2	1,9	0,2	Ø	Ø
Adony II.	Ø	0,2	Ø	Ø	0,5
Adony III.	Ø	0,4	Ø	Ø	1,3
Import I.	7,5	Ø	Ø	2,1	Ø
Import II.	3,7	Ø	Ø	2,0	Ø
Pápa I.	Ø	4,1	Ø	Ø	Ø
Pápa II.	Ø	5,8	Ø	Ø	Ø
Baja I.	1,3	4,4	0,7	Ø	Ø
Baja II.	0,7	3,8	0,5	Ø	0,2

*1. ábra*

Mind az öt vizsgált mikotoxint tartalmazó kevert minta kromatogramja

Öt mikotoxin Kováts-index értékei

Sorszám	Név	Index
1	Deoxinivalenol	2287
2	Diacetoxiscirpenol	2362
3	HT-2	2714
4	T-2	3135
5	Zearalenon	3192

Index számítás

A gyakorlatban a legelterjedtebb az index számítási rendszer. A rendszer alapját, mint referencia anyagok, a n-alkánok képezik. Ezek kémiaiilag semlegesek, az általánosan használatban levő állófázisokon jól eluálthatók. A számítás módja (11):

$$I_x^T = 100 \left[n \left(\frac{\lg R_x - \lg R_z}{\lg R_{z+n} - \lg R_z} \right) + z \right]$$

- I = index érték az ismeretlen anyagra
 R_x = Az ismeretlen anyag korrigált retenciós ideje
 R_z = a z szénatomszámú normál alkán korrigált retenciós ideje
 R_{z+n} = a (z + n) szénatomszámú normál alkán korrigált retenciós ideje
 n = a két n-alkán szénatomszámainak különbsége
 T = hőmérséklet °K

A vizsgált öt mikotoxinra meghatároztuk a Kováts-féle retenciós indexet és azt a 3. táblázatban mutatjuk be.

Köszönetnyilvánítás

Köszönetünket fejezzük ki dr. Palyusik Mátyásnak a standardok rendelkezésünkre bocsátásáért.

IRODALOM

- (1) Stoloff, L. et al.: J.A.O.A.C. 54, 91 1970.
- (2) Scott, P. M. – von Walbeck, W. – Kennedy, B. és Amjati, D.: J. Agr. Food Chem. 20, 1103, 1972.
- (3) Roberts, B. A. – Patterson, W.: J.A.O.A.C. 58, 1178, 1975.
- (4) Josefsson, B.G.E. – Möller, T.E.: J.A.O.A.C. 60, 1369, 1977.
- (5) Pliszczynska, J. P. és Juszkievicz, T.: Archives de l'Institut Pasteur de Tunis, (3–4) 279, 1977.
- (6) Gimeno, A.: J.A.O.A.C. 62, 579, 1979.
- (7) Takeda, Y. – Isohata, E. – Amano, R. és Uchiyama, M.: J.A.O.A.C., 62, 573, 1979.
- (8) Engström, G.W. – Richard, J. L. és Cysewski, S. J.: Agr. Food. Chem. 25, 833, 1977.
- (9) Grob, K. – Grob, G. és Jr. Grob, K.: Chromatographia, 4, 181, 1977.
- (10) Jr. Grob, K. – Grob, G. és Grob, K.: J. Chromatogr. 156. 1, 1978.
- (11) Kovács, E.: Helv. Chim. Acta. 41, 1915, 1958.

ИССЛЕДОВАНИЕ МИКОТОКСИНОВ В ПРОДУКТАХ ПИТАНИЯ
V. Параллельное определение некоторых фузариотоксинов капиллярной газовой
хроматографией

А. Бата, А. Вани, Р. Ластить

Авторы разработали метод для параллельного определения пять фузария микотоксинов (деоксиниваленол, диацетоксисцирпенл, HT-2, Т-2, зеараленин).

Зерновые образцы экстрагировали этилацетатом, потом смесью метанол-вода в соответствии 6:4. Очистку образца проводили колонной хроматографией Кизельгель-60. На очищенных образцах проводили деривацию при помощи BSTFA (N,O-bis)триметилсиллил/трифлуорацетамидом. Исследования проводили на стене увлажненной капиллярной колоны SE-52. Определили индекс ретенции Ковача на 5-ти исследованных микотоксинах. Добавлением чистых микотоксинов к хлебным зернам исследовали возможность обратного их получения и их расщев. Обратное получение составляло 70-80%, расщев 10-18%. Разработанные методы применяли на практических образцах.

MYCOTOXINUNTERSUCHUNGEN IN LEBENSMITTELN
V. Paralleler Nachweis einiger Fusariotoxine mittels kapillarer
Gaschromatographie

Á. Bata, A. Ványi und R. Lásztity

Zum parallelen Nachweis von fünf Mycotoxinen (Deoxynivalenol, Diacetoxyscirpenol, HT-2, T-2, Zearalenon) wurde eine Methode entwickelt. Das Getreidemuster wurde mit Äthylacetat, sodann mit einem 6:4 Gemisch von Methanol:Wasser gereinigt. Das gereinigte Muster wurde mit BSTFA (N,O-bis/trimethylsilyl/trifluoracetamid) zu seinem Derivat umgesetzt. Die Untersuchungen wurden an einer mit SE 52 auf den Wänden benetzten kapillaren Säule durchgeführt. Der Kováts-sche Retentionsindex der untersuchten fünf Mycotoxine wurde bestimmt. Zurückgewinnungs- und Streuungsuntersuchungen wurden mit Gemischen von Getreiden und reinen Toxinen durchgeführt, wobei die Rückgewinnung 70-80%-ig, die Streuung 10-18%-ig war. Die entwickelte Methode wurde an Mustern aus der Praxis angewendet.

MYCOTOXIN INVESTIGATIONS IN FOODS
V. Parallel detection of some fusariotoxins by capillary gas chromatography

Á. Bata, A. Ványi and R. Lásztity

A method was developed for the parallel determination of five mycotoxins (desoxynivalenol, diacetoxyscirpenol, HT-2, T-2, zearalenon). The sample of the cereal was extracted by ethyl acetate and then by a 6:4 mixture of methanol and water. The purification of the sample was carried out by kieselgel 60 column chromatography. The purified sample was converted by BSTFA (N,O-bis/trimethylsilyl/trifluoracetamide) to its derivative. The investigations were carried out on a capillary column wetted with SE 52 on its walls. The retention index according to Kováts of the examined five mycotoxins was determined. Recovery and scattering tests were carried out with the use of pure toxins mixed up with cereals. The percentage of recoveries were between 70 and 80% whereas that of the scatterings between 10 and 18%. The developed methods were applied on samples withdrawn from the practice.

Kismennyiségű fehérjetartalom meghatározása borokban a biuret reakcióval megkötött réztartalom alapján

MOLNÁR ISTVÁN

Szőlészeti és Borászati Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1981. november 4.

A fehérjetartalom meghatározására kidolgozott módszer a peptidlánc szelektív meghatározásán alapul. A meghatározás lényege, hogy a fehérje a biuret reakcióban sztöchiometrikus mennyiségben köt meg rezet. A meg nem kötött rezet Sephadex G-25 gélen abszorpcióval megkötjük és a fehérjéhez kötött rezet atomabszorpciós spektrofotometriával meghatározzuk. A nem fehérje természetű anyagok a meghatározást csak abban az esetben zavarják, ha redukálják a biuret reagenst vagy komplexet képeznek a rézzel. A borokban levő kis mennyiségű fehérje meghatározására a módszer alkalmas, ha a meghatározást megelőzően a mintából eltávolítjuk a biuret reagenst redukáló anyagokat.

A fehérjék különleges fizikai és kémiai tulajdonságainak alapján számos analitikai módszert dolgoztak ki meghatározásukra. Egyik módszer sem mentes a belső bizonytalanságoktól és a külső zavaró hatásokra való érzékenységtől. A vizsgálati eredmények jelentős mértékben függenek a választott módszertől. A fehérjék mennyiségi meghatározását megnehezíti, hogy az egyes fehérjék nagymértékben eltérnek egymástól olyan tulajdonságaik tekintetében, amelyek alapján analitikai meghatározásuk történik. Természetes, hogy azok a legmegbízhatóbb meghatározási módszerek, amelyek a minden fehérjére jellemző közös tulajdonságokat hasznosítják.

Ilyen tulajdonság a fehérjék nitrogéntartalma és ritka kivételtől eltekintve, a peptidlánc rézmegkötő képessége alkalikus közegben. A biuret reakció gyakran nem elég érzékeny.

A fehérjék meghatározhatók az ultraibolya-tartományban való fényelnyelésük alapján is, de csak tiszta, zavaró anyagoktól mentes oldataikban. A Lowry (1) által kidolgozott módszer nagyon érzékeny, de hasonlóképpen érzékeny a zavaró hatásokra is.

A biuret módszert Nielsen (2) módosította oly módon, hogy érzékenységből összemérhetővé vált a Lowry módszer érzékenységgel. Westley és Lambeth (3) további módosításokat végzett a módszeren, majd Klungsöyr (4) alkalmazta a gél-szűrést a biuret reakciót követően főlöslégből maradt réz eltávolítására. Klungsöyr módszerére alapozva Goldberg (5) dolgozott ki egy ultraérzékeny fehérjemeghatározási módszert, amely 0,01 és 0,2 g/cm³ fehérjekoncentráció tartományban használható. Doetsch és Gadsden (6) írt le egy nagyon érzékeny fehérjemeghatározási módszert biológiai eredetű mintákra, amelyben ugyancsak a biuret reakcióban megkötött rezet határozta meg spektrofotometriásan, miután gél-szűréssel eltávolította a biuret reakcióban meg nem kötött rezet.

A borok fehérjetartalmának meghatározására kidolgozott módszeren a biuret reakción és a reakciót követően a fehérjéhez nem kötött rézfőlöszleg géliszűrővel való eltávolításán alapul. A borokban levő fehérje mellől alkoholos kicsapással eltávolítottam a meghatározást zavaró anyagokat, a fehérjét réz komplex formába vittem. A réz-fehérje komplexet Sephadex oszlopon átengedve elválasztottam a felesleges réz ionoktól és a fehérje által sztöchiometrikusan megkötött rezet atom-abszorpciós spektrofotometriával határoztam meg.

Anyagok és módszerek

Üvegből készült, 10 cm hosszú és 0,9 cm belső átmérőjű kromatográfiás oszlop, kis holt térfogattal. Sephadex G-25 médium típusú dextrán gél (Pharmacia, Uppsala) Biuret reagens: a reagent a *Weichselbaum* (7) reagens módosításával készítettem. A reagens nátriumhidroxid koncentrációja 1,0 mól/liter.

NaKC ₄ H ₄ O ₆ · 4H ₂ O	60 g
NaCH	40 g
CuSO ₄ · SH ₂ O	15 g
KI	5 g
Desztillált vízzel 1 literre hígítva.	

Nátriumhidroxid oldat: 0,2 M

Kénsav oldat: 0,2 M

Bovin szérim albumin (Sigma)

1 mg/cm³ koncentrációjú törzsoldat, amelyet 1 mg/liter nátriumazid hozzáadásával sötét üvegben hűtőszekrényben tároltam. A standard oldatokat a 20–500 mg/liter koncentrációjú tartományban a törzsoldatból hígítással állítottam elő. A hígítást 0,2 M koncentrációjú nátriumhidroxiddal végeztem.

A fehérje elválasztása a meghatározást zavaró anyagoktól alkoholos kicsapással:

50 cm³ vizsgálandó oldathoz 1 cm³ 10 százalékos sósavat és 180 cm³ 96 százalékos etilalkoholt adtam, 3 óráig állt, majd 3,9 cm³ 9 százalékos nátriumsulfát oldatot és 15 cm³ 96 százalékos etilalkoholt adtam hozzá és 4 óráig állni hagytam, utána szűrtem és mostan a következő mosófolyadékkal: 410 cm³ 96 százalékos etilalkohol, 82 cm³ desztillált víz, 10 cm³ 9 százalékos nátriumsulfát oldat és 5 cm³ 10 százalékos sósav. A szűrőpapír megszikkadása után a szűrőpapíron levő csapadékot földoldottam 50 cm³ 0,2 M NaOH oldatban oly módon, hogy az oldatot 15 percig 60 °C melegítettem keverés nélkül, enyhe rázogatóssal. A szobahőmérsékletre hűtött oldatból végeztem a meghatározást.

Géloszlop készítése: A 10×0,9 cm-es kromatográfiás oszlopba előzetesen 0,2 M NaOH oldatban duzzasztott Sephadex G-25 típusú gél-töltöttem 6 cm-es ágy-magasságig. A gélágyon keresztülengedtem 12 cm³ 0,2 M nátriumhidroxid oldatot és a folyadékszintet leengedtem a gélágy felszínéig.

Biuret reakció: A nátriumhidroxid oldatban oldott mintákból 5 cm³-t egy 25 cm³-es csiszoldtűgös üvegedénybe pipettáztam, hozzáadtam 5 cm³ biuret reagent és állni hagytam szobahőmérsékleten 15 percig.

A fehérjéhez nem kötött réz eltávolítása: A reakcióelegyből 2 cm³-t felvittem a gélágy tetejére és a lecsepegő oldatot egy 10 cm³-es körjeles csiszolt tűgös kémcsőbe gyűjtöttem. Az oldat lecsepegése után még 3×2 cm³-0,2 M nátriumhidroxid oldatot engedtem át a gélen és a lecsepegő oldatot ugyanabban a kémcsőbe fogtam föl. A kémcsövet ezután 0,2 M nátriumhidroxid oldattal jelig töltöttem.

A fehérjéhez kötött réz meghatározása: A meghatározást az Instrumentation Laboratory 751 típusú atomabszorpciós spektrofotométerével végeztem kétsuga-

A fehérjéhez kötött réztartalom és a réztartalomból számított BSA koncentráció középértéke és szórása

BSA standard mg/l	Mért réztartalom közép- értéke és az adatok szórása (S) ppm	A számított BSA koncentráció és a szórás mg/l
0	0,082±0,010	
20	0,235±0,010	18± 2
40	0,385±0,012	37± 2
50	0,468±0,014	48± 2
60	0,532±0,014	57± 2
80	0,699±0,018	79± 2
100	0,834±0,022	96± 2
200	1,610±0,034	197± 3
300	2,300±0,051	287± 6
400	3,019±0,065	381± 8
500	4,024±0,091	512± 12

ras üzemmódban 324,7 nm-es hullámhosszon. A mérések statisztikus kiértékelését a készülékbe épített mikroprocesszor végezte el.

A géloszlop regenerálása: A gélágyon 5 cm³-es részletekben 25 cm³ 0,2 M kén-savoldatot engedtem át. A savas eluciót követően 12 cm³ 0,2 M nátriumhidroxid oldattal regeneráltam az oszlopot.

Eredmények

Bovin szérum albuminra (BSA) vonatkoztatva meghatároztam a módszer statisztikus jellemzőit. Az 1. táblázat tartalmazza a 0–500 mg/liter koncentrációjú BSA standardok által megkötött réztartalmat a standard szórást 15 meghatározásból számolva, ppm-ben kifejezve.

A mérési adatokból kiszámítottam a fehérje és az általa megkötött réz mennyisége közötti összefüggést. Az összefüggés a 0 és 500 mg/liter fehérjekoncentráció között lineáris és a

$$\text{Cu mg/l} = 0,092 + 0,0077 \text{ mg/l BSA} \quad (1)$$

regressziós egyenlet írja le, amelynek korrelációs koefficiense $r = 0,9960$. A BSA által megkötött rézmennyiségből a

$$\text{mg/l BSA} = (130 \pm 3) \text{ ppm Cu} - 10 \quad (2)$$

egyenlettel fejezhető ki a fehérjetartalom.

A 2. táblázat tartalmazza a mért és az (1) összefüggéssel számított réz mennyiségét, valamint a különbségüket ppm-ben kifejezve, továbbá a mért réztartalomból a (2) összefüggéssel számított fehérjekoncentrációt, valamint a számított réztartalomból a (2) egyenlettel számított fehérjetartalmat. A táblázat utolsó oszlopa a mért és a számított fehérjetartalom közötti különbségeket tartalmazza a BSA standardok által átfogott koncentrációtartományban. A mért és számított fehérjetartalom eltérése nem számottevő. A módszerrel meghatároztam különböző borok fehérjetartalmát a BSA standardra vonatkoztatva. A réztartalmat a megfelelően hígított mintákból határoztam meg. Az öt ismételtesben végzett meghatározások eredményét és statisztikus értékelését a 3. táblázat tartalmazza.

A fehérjéhez kötött réztartalom és a réztartalomnak megfelelő BSA koncentráció mért és számított értékei

BSA standard mg/l	Réztartalom ppm		BSA tartalom mg/l	
	mért	számított	mért	számított
20	0,235	0,240	18	21
40	0,385	0,390	37	41
50	0,468	0,465	48	52
60	0,532	0,539	57	60
80	0,699	0,689	79	82
100	0,834	0,837	96	99
200	1,610	1,582	197	200
300	2,300	2,320	287	290
400	3,019	3,070	381	384
500	4,024	3,815	512	515

3. táblázat

Borok BSA-ra vonatkoztatott fehérjetartalmának átlagértékei és a meghatározás szórása

A bor megnevezése	A réztartalom középtérke és a szórása ppm	A fehérjetartalom középtérke és a szórás mg/l
1. Kecskeméti Furmint	0,739±0,025	86±3
2. Badacsonyi Olasz-rizling	0,778±0,026	91±3
3. Kecskeméti Olasz-rizling	0,831±0,025	95±3
4. Kecskeméti Tramini	0,906±0,027	107±3
5. Kecskeméti Sanvignon	0,941±0,029	112±4
6. Kecskeméti Zöldszilváni	1,015±0,031	122±4
7. Badacsonyi Rizlingszilváni	1,031±0,035	124±4
8. Kecskeméti Olasz-rizling	1,052±0,036	127±5
9. Badacsonyi Tramini	1,119±0,036	135±5
10. Pécsi Olasz-rizling	1,157±0,040	140±5
11. Pécsi Furmint	1,245±0,042	152±5
12. Pécsi Tramini	1,405±0,045	173±6
13. Tokaji Furmint	1,491±0,045	184±6
14. Tokaji Hárslevelű	1,670±0,047	207±6
15. Tokaji Szamorodni	1,887±0,049	235±6

Következtetések

A lúgos közegben tartaráttal oldatban tartott kétértékű réz ionokat a poliszacharidok, mint a dextrán alapú Sephadex gél, abszorpcióval megkötik *Klungsoyr*, (1), de nem adszorbeálják a fehérjéhez komplexben kötött rezet. Ily módon a biuret reakció végbemenetele után Sephadex gélen való gélzúréssal elválasztható a fehérjéhez komplexen kötött rézből a reagensben levő rézfölösleg. Abban az esetben, ha a fehérjét nem tartalmazó biuret reagenst engedtem át a gélágyon az adott meghatározási körülmények között állandó 0,080–0,085 ppm réznek megfelelő volt az eluátum réztartalma, amely az elucióhoz használt lúgból származott. Az alkalmazott mennyiségű és összetételű biuret reagensben levő réz elegendő volt ahhoz, hogy teljesen végbemenjen a fehérje-réz komplex képződése, nagy réztartalmú reagens használata fölöslegesen terhelte az oszlopot. A meghatározás előtt

viszont el kell távolítani a mintából minden olyan vegyületet, amely lúgos közegben redukálja a kétértékű rézionokat, hasonlóan zavarják a meghatározást a négy-nél több aminosavat tartalmazó peptidek. A zavaró anyagoktól legcélszerűbben a fehérjék alkohollal való kicsapásával lehet megszabadulni. A kicsapott fehérjék lúgos oldással mennyiségi változás nélkül oldatba vihetők.

A fehérjéhez komplexen kötött réz meghatározására megelőzően a réz nátriumdietilditiokarbammáttal való reakciója eredményeképpen keletkező szintermék spektrofotometriás meghatározását használtam (Molnár, 1978). A réz atomabszorpciós spektrofotometriával való meghatározása érzékenyebb, pontosabb, kisebb szórású módszer, mint a spektrofotometriás és a réz koncentrációja 0,2 és 4, Oppm tartományban határozható meg. Bovin szérum albuminra vonatkoztatva a 20–500 mg/liter koncentrációtartományban mérhető a fehérjetartalom. Az eredmények alapján 1 mg BSA 0,083 mg 0,083 mg rezet kötött meg, azaz 12,6 mg BSA kötött meg 1 mg rezet. Klungsöyr (4) és Doetsch (6) szerint az egyes fehérjék réz komplexeiben 10 mg körüli fehérjemennyiségre jut 1 mg réz, vagyis ez azt jelenti, hogy a fehérjét alkotó aminosavak és a megkötött rézionok számaránya nagyobb, mint négy. Strickland (8) szerint ez az állítás nem mond ellent a fehérje – biuret komplex kvaterner szerkezetének, mivel nagyon lúgos oldatban a peptidkötéseknek a kétharmada vesz részt a réz komplex képzésben, a maradék peptidkötés a föltekeredett (random) szerkezetet stabilizálja. Fontos tehát a megfelelően magas alkáli koncentráció, amely biztosítja a fehérje natív formából a random formába való gyors átalakulását.

A lúgos fehérje-réz komplex képződése a polipeptid lánc tulajdonsága és a meghatározás eredményét kevésbé befolyásolja a fehérje összetétele mint az egyéb fehérjemeghatározási módszerekkel kapott eredményeket. Végeredményben a réztartalom mérésére visszavezetett meghatározás rendelkezik a biuret módszer előnyeivel, ugyanakkor kiküszöböli annak egyetlen hátrányát, az érzéketlenségét. A módszer feltehetően alkalmas egyéb élelmiszerekben levő kis mennyiségű fehérjetartalom meghatározására.

IRODALOM

- (1) Lowry, O. H., Rosenbrough, N. J., Farr, L., Randall, R. J.: J. Biol. Chem, 193. 265, 1951.
- (2) Nielsen, H.: Acta Chem. Scand. 12, 38, 1958.
- (3) Westley, J., Lambeth, J.: Biochim. Biophys Acta 40, 364, 1960.
- (4) Klungsöyr, L.: Anal. Biochem. 27. 91, 1969.
- (5) Goldberg, M. L.: Anal. Biochem. 51, 240, 1973.
- (6) Doetsch, K., Gadsden, R. H.: Clin Chem. 19, 1170, 1973.
- (7) Weichselbaum, T. E.: Amer. J. Clin. Pathol. 16, 40, 1946.
- (8) Strickland, R. D., Freeman, M. L., Gurule, F. T.: Anal. Chem. 33, 545, 1961.
- (9) Molnár I.:

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕБОЛЬШОГО КОЛИЧЕСТВА БЕЛКА В ВИАХ НА ОСНОВАНИИ БИУРЕТЕВОЙ РЕАКЦИИ СВЯЗАННОГО СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ

И. Молнар

Метод разработанный для определения содержания белка основывается на селективном определении пептидо. Суть определения заключается в том, что белок в биуретовой реакции связывает медь в стехиометрическом количестве. Несвязанный медь связываем абсорпцией на Сефадексе Геле Г–25 а медь связанный к белку определили спектрофотометрической абсорпцией. Небелковые вещества только в том случае мешают определению если они редуцируют биуретовый реагент или если составляют комплекс с медью. Метод

соответствует для определения небольшого количества белка в вине в том случае, если до определения из образца удалим биуретовый реагент редуцирующее вещество.

BESTIMMUNG GERINGER MENGEN VON PROTEINEN IN WEINEN AUF GRUND DES MITTELS DER BIURETREAKTION GEBUNDENEN KUPFERGEHALTES

I. Molnár

Die zur Bestimmung des Proteingehaltes entwickelte Methode gründet sich auf die selektive Bestimmung der Peptidkette. Das Wesen der Bestimmung besteht darin, dass das Protein in der Biuretreaktion eine stöchiometrische Menge Kupfers festbindet. Die Menge des nicht gebundenen Kupfers wird sodann an Sephadex G-25 Gel durch Absorption gebunden, und das an Protein gebundene Kupfer mittels Atomabsorptionsspektrophotometrie bestimmt. Diese Bestimmung wird durch Substanzen nichtproteinischer Natur nur dann gestört, wenn das Reagens durch sie reduziert wird oder wenn sie mit dem Kupfer eine Komplexverbindung bilden. Die Methode ist zur Bestimmung der in den Weinen vorkommenden geringer Mengen von Proteinen geeignet, falls man vor der Bestimmung jene Substanzen vom Muster entfernt, die das Biuretreagens reduzieren können.

DETERMINATION OF LOW PROTEIN CONTENTS IN WINES ON THE BASIS OF THEIR COPPER CONTENT BOUND BY MEANS OF THE BIURET REACTION

I. Molnár

The method developed for the determination of the protein content is based on the selective determination of the peptide chain. The determination consists essentially in the binding of copper by the protein in a stoichiometric amount during the biuret reaction. The copper amount which has not been bound is then bound on Sephadex G-25 gel by absorption and the copper amount bound to protein determined by atomic absorption spectrophotometry. Substances of non-protein nature are interfering with this determination only in the case when they are reducing the biuret reagent or when they are forming a complex with copper. The method is suitable for the determination of the minute amounts of protein present in wines provided the substances reducing the biuret reagent are removed from the sample prior to the determination.

Hazai dohányok klorofill és aminosav tartalmának változása a szárítás során

RÉDEI ENDRÉNÉ

Kertészeti Egyetem, Élelmiszerkémiai Tanszéki Csoport, Budapest

Érkezett: 1981. július 1.

Bevezetés

A szántóföldről begyűjtött dohánylevelek nem alkalmasak közvetlenül élvezeti célokra. Az ipari végtermék előállítását megelőzően a letört dohánylevélnek át kell haladnia a szárítás és fermentálás technológiai folyamatán. A dohány szárítása nem egyszerű vízelvonó folyamat, hanem bonyolult kémiai, biokémiai, enzimátikus változások láncolata, melyek a minőség kialakítása szempontjából döntően fontosak. Különösen a szárítás első fázisában, a színesítés alatt játszódnak le ezek a folyamatok. A dohány színének igen fontos szerepe van a szárítási technológia irányításában.

A zöld szín lebontása, a xantofill és a karotinoidok előtűnése, tehát a levél sárgulása, barnulása vizuális jelzője a mélyreható kémiai változásoknak (például a minőség szempontjából káros fehérjetartalom enzimátikus lebontásának, illetve a szabad aminosav tartalom megnövekedésének).

A dohány színének kialakulásával és annak nyomonkövetésével több szerző is foglalkozott, például *Main* (1) és *Mc Cluse* (2). A dohány szabad aminosav tartalmának meghatározását a következő szerzők tartották fontosnak; *Arany S.-né* (3), *Matsuyama* (4), *Weybrew* (5), *Main* (6), *Davis* (7). Egyik szerző sem vizsgálta azonban a szárítás alatt bekövetkező aminosav-változást.

Kísérleti célkitűzés

Szárítási kísérleteim célja a szárítás első fontos fázisában bekövetkező színanyag-tartalom (klorofill és karotinoid), valamint a fehérjebomlást jelző szabad aminosav-tartalom mennyiségi nyomonkövetése spektrofotometriás eljárással. Ezen kívül szabad aminosav-extrakciós eljárást dolgoztam ki szárított dohányra, valamint fotometriás, meghatározást, a prolin kivételével, az összes szabad aminosavra.

Kísérleti módszerek

Az összes klorofill és összes karotinoid tartalom meghatározására a szakirodalomból ismert és *Weybrew* (8) által kidolgozott spektrofotometriás módszert választottam. Az összes szabad aminosav (prolin kivételével) mennyiségi meghatá-

rozására az alábbi extrakciós és fotometriás eljárást dolgoztam ki: A kiszáritott és porrá őrölt dohányból 2 g-t bemérünk 200 cm³-es Erlenmayer lombikba. Hozzáadunk 40 cm³ 80%-os etilalkoholt és 24 órán át állni hagyjuk, néha megrázogatjuk. Az extraktumot aktív szénnel derítjük, majd a dohányrészekről és az aktív széntől Büchner tölcserbe helyezhető szűrőpapíron át megsűrjük. A maradékot kétszer 10 cm³ 80%-os etilalkohollal mossuk. A szűrletet összegyűjtjük, majd Rotadest készüléken 35 ± 1 °C-on vagy hideg légáramban bepároljuk. A maradékot 10 cm³ mintabemosó pufferrel vagy desztillált vízzel felvesszük. Az így kapott extraktumot meghatározás előtt kollódium membránon átszűrve fehérjementesítjük. Az extraktumból 0,5 cm³-t veszünk ki az analízishez kalibrált kémcsőbe, melyhez 4,5 cm³ (tízszerez hígítás) előhívó ninhidrin reagenst adunk. A ninhidrin reagens összetétele a következő:

I-es oldat: 1 g ninhidrin 100 cm³ acetonban oldva

II-es oldat: 1 g kadmium-acetát 50 cm³ jégecet és 100 cm³ desztillált víz elegyében oldva.

Reagens: 100 cm³ I-es oldat és 20 cm³ II-es oldat.

Az 5 cm³ extraktum-ninhidrin reagens elegyet 20 percre 100 °C-os vízfürdőbe helyezzük, az esetleges térfogatcsökkenést ninhidrin reagenssel korrigáljuk 5 cm³-re és lehűtve 570 nm hullámhosszon tiszta ninhidrin reagenssel szemben mérjük az extinkciót.

Mennyiségi meghatározáshoz 1–10 μmol/cm³ koncentrációjú tiszta ciszte in adatokkal kalibrációs egyenest veszünk fel.

Kísérletek leírása

Néhány hazai termesztésű (Burley, Szabolcsi, Kerti, Kállói) dohányt választottam ki szárítási célra, mely dohányokat, ellenőrzött feltételek mellett, sárgásbarna szín kialakításig szárítottam Fentron típusú klímakamrában.

A színesítés légparaméterei a következők voltak: 40 °C hőmérséklet és 95–100% relatív páratartalom. A szárítás folyamán időközönként a szárítóból mintát vettem és a kivett mintákat 60 °C-os szárítószekrényben fixáltam. Az így kapott mintákat porrá őröltem és analízisig csiszolt dugós üvegekben tároltam. A kivett minták összes klorofill, összes karotinoid és összes szabad aminosav tartalmát a fent leírt módszerekkel spektrofotometriásan határoztam meg Spektromom 204 típusú készülékkel.

Kísérleti eredmények

Kísérleti eredményeimet az 1. táblázatban, valamint az 1–5. ábrákon közlöm.

Az 1. táblázatban soroltam fel a fent megjelölt dohányminták összes klorofill, összes karotinoid és összes szabad aminosav tartalmának számszerű értékeit. A klorofillt μg/g szárazdohányra vonatkoztatva adtam meg. Az összes szabad aminosavat μmol/g szárazdohányra vonatkoztatva közöltem, az 1–5. ábrákon látható a különböző típusú dohányoknak a szárítási idő függvényében felvett színanyag és szabad aminosav tartalma.

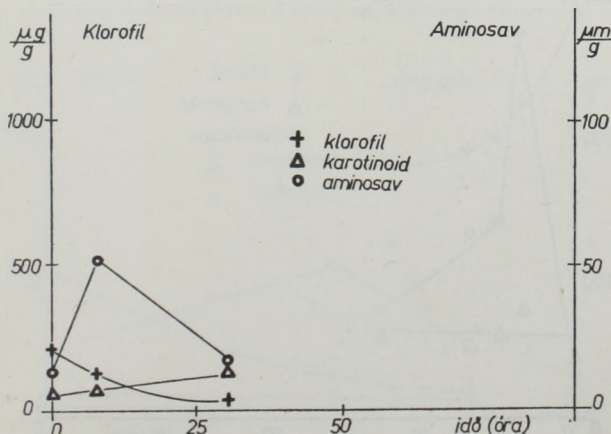
Kísérleti eredmények értékelése

Az 1–5. ábrákból kitűnik, hogy a szárítás során a klorofill-tartalom minden dohánynál jelentősen lecsökken, míg a karotinoid-tartalom állandó marad, vagy csak kis mértékben növekszik. Ugyanakkor a szabad aminosav-tartalom a szárítás

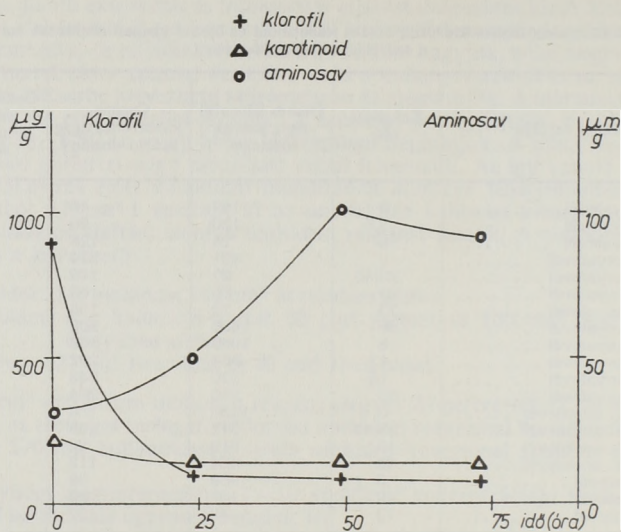
Hazai dohányaink összes klorofill, összes karotinoid és összes szabad aminosav tartalma a szárítási idő függvényében

Dohány fajtája	Szárítási idő	Összes klorofill ng/g száraz dohány	Összes karotinoid ng/g száraz dohány	Összes szabad aminosav $\mu\text{mol/g}$ száraz dohány
Burley anyalevél	0	197	46	12,76
Burley anyalevél	7,5	120	60	49,79
Burley anyalevél	30	28	128	16,76
Kállói 1. anyalevél	0	891	214	30,83
Kállói 1. anyalevél	23,45	97	149	49,22
Kállói 1. anyalevél	49	80	163	101,00
Kállói 1. anyalevél	73	72	138	91,56
Kállói 2. anyalevél	0	1400	200	15,37
Kállói 2. anyalevél	8	1080	360	132,46
Kállói 2. anyalevél	13	964	292	67,32
Kállói 2. anyalevél	18	920	248	63,66
Kállói 2. anyalevél	33	880	284	38,07
Szabolcsi 1. anyalevél	0	1480	184	7,95
Szabolcsi 1. anyalevél	23,45	743	199	16,30
Szabolcsi 1. anyalevél	49	619	90	16,17
Szabolcsi 1. anyalevél	73	364	112	12,18
Kerti anyalevél	0	469	39	18,00
Kerti anyalevél	49	107	22	48,57
Kerti anyalevél	73	43	27	20,01

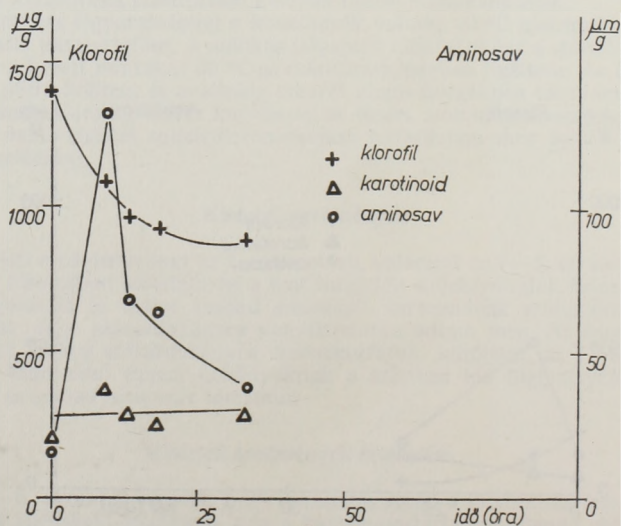
Megjegyzés: Minden egyes dohányfajtánál a szárítás körülményei ugyanazok voltak: hőmérséklet 40 °C, relatív páratartalom 95–100 %.



1. ábra. Burley dohány színanyag és aminosav tartalma

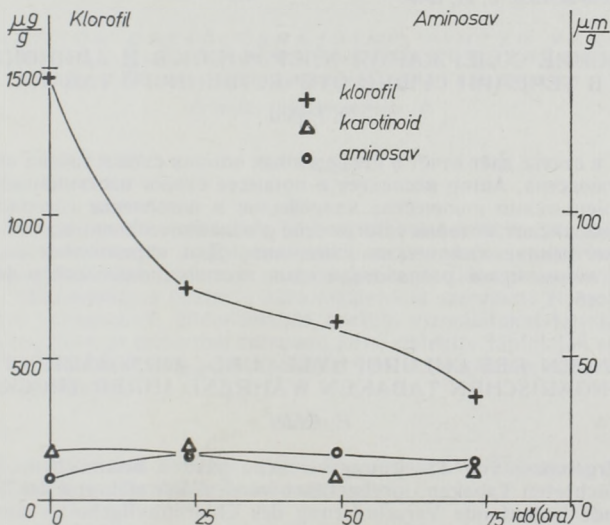


2. ábra. Kállói 1. anyalevél színanyag és aminosav tartalma

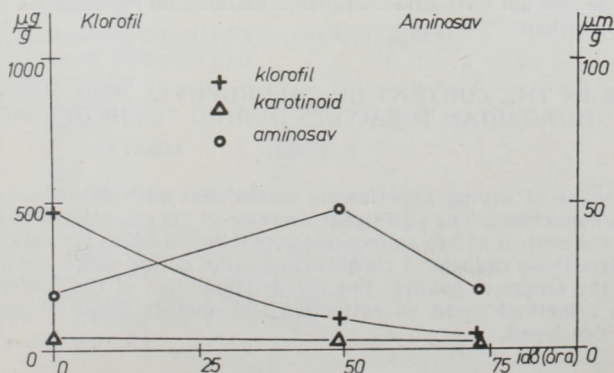


3. ábra. Kállói 2. anyalevél színanyag és aminosav tartalma

alatt minden dohányynál először jelentősen megnő (a zöld dohány csak nagyon kevés szabad aminosavat tartalmaz), jelezvén a minőségjavító proteolitikus fehérje-bomlást. A szárítás további fázisaiban azonban az aminosavak mennyisége ismét lecsökken, melynek oka a szabad aminosavak további reakciókban való részvétele (például dezaminálódás, dekarboxileződés, Maillard reakciók). Tehát jelentősen csökken a technológus szempontjából fontos szín kialakulása nyomán a klorofill-tartalom, továbbá a szívási minőség szempontjából jelentős fehérje-tartalom melynek indirekt nyomjelzője a szabad aminosav-tartalom megnövekedése.



4. ábra. Szabolcsi anyalevél színanyag és aminosav tartalma



5. ábra. Kerti anyalevél színanyag és aminosav tartalma

- (1) Main, C. E., Chaplin, J. F. and Elliot, F.W.: Tobacco Science 16, 102, 1972.
- (2) Mc Cluse, W. F.: Tobacco Science 13, 22, 1969.
- (3) Arany S.-né: Dohányipar 20, 95, 1973.
- (4) Matsuyama, S., Nishinaka, J., Nakinoda, M.: Bull. Hatono Tob. Exp. Stn. 93, 1971.
- (5) Weybrew, J. A.: Tobacco Science, 1, 1, 1957.
- (6) Main, C. E., Chaplin, J. F. and Sledge, J. M.: Tobacco Science 17, 121, 1973.
- (7) Davis, D.: Nitrogen Compocents of Leaf and Their Relationship ro Smoking Quality and Aroma. The 30 th Tobacco Chemists' Research Conference 1976 Nashville, Tennessee, 1976.
- (8) Weybrew, J. A.: The free and protein-bound amino acids of certein nicotiana species and hybrids Tobacco Science 13, 21, 1969.

ИЗМЕНЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРОФИЛЛОВ И АМИНОКИСЛОТ В ТЕЧЕНИИ СУШКИ ОТЕЧЕСТВЕННОГО ТАБАКА

Э. Рэдеи

Автор в статье даёт отчёт о проведенных опытах сушки табака отечественного производства. Автор исследует в процессе сушки наступившиеся значительные уменьшения количества хлорофиллов и повышение содержания свободных аминокислот, которые сами по себе обозначают, с точки зрения качества, важные внутренние химические изменения. Для определения содержания свободных аминокислот разработали один экстинкционный и фотометрический способ.

ÄNDERUNGEN DES CHLOROPHYLL- UND AMINOSÄUREGEHALTES VON UNGARISCHEN TABAKEN WÄHREND IHRER TROCKNUNG

E. Rédei

Die Ergebnisse von Trocknungsversuche werden beschrieben, die mit in Ungarn gezüchteten Tabaken durchgeführt wurden. Die während der Trocknung stattfindende bedeutende Verminderung des Chlorophyllgehaltes und die Erhöhung des Gehaltes an freien Aminosäuren werden verfolgt, die auch selbst die vom Gesichtspunkt der Qualität wichtigen Veränderungen von chemischer- und inhaltlicher Natur anzeigen. Zur Bestimmung des Gehaltes an freien Aminosäuren wurde eine auf Extinktion beruhende und eine auf Photometrie beruhende Methode entwickelt.

CHANGES IN THE CONTENT OF CHLOROPHYLL AND AMINOACIDS OF HUNGARIAN TOBACCOES DURING THEIR DRYING

E. Rédei

The results of drying experiments carried out with tobaccoes grown in Hungary are described. The significant decrease of the chlorophyll content and increase of the content of free aminoacids were followed which are indicating also by themselves those changes of chemical and other nature which are of importance from the aspect of quality. For the determination of the content of free aminoacids a method based on extinction and another based on photometry have been developed.

Táptalaj-összehasonlító vizsgálatok a sörök élesztő- és tejsavbaktérium számának meghatározására

KÁNTOR DEZSŐ, TABAJDINÉ, PINTÉR VERA*,
NAGEL VILMOS* és PERECSENYI ERZSÉBET

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Debrecen

Érkezett: 1981. szeptember 10.

A MÉVI Hálózat feladatköréhez tartozik többek között a sörök mikrobiológiai minőségének felmérése és a szabványosításhoz alapadatok szolgáltatása. Ehhez azonban megfelelő táptalajokra és módszerekre volt szükségünk. Kiválasztásukra az ÉVK Mikrobiológiai Osztálya körvizsgálatokat szervezett és az így szerzett ismereteket felhasználva, intézetünkben további vizsgálatokat folytattunk e témában. Vizsgáltuk az importból származó kész, szelektív táptalajok esetleges előnyeit, ill. a standard minőség befolyásoló szerepét. E vizsgálat sorozat eredményeiről kívánunk beszámolni.

Résztvevők:

Sőripari Vállalatok Trösztje, Pécsi Sörgyár, MÉVI Debrecen, MÉVI Pécs, FÉVI, MÉM ÉVK mikrobiológiai laboratóriumai.

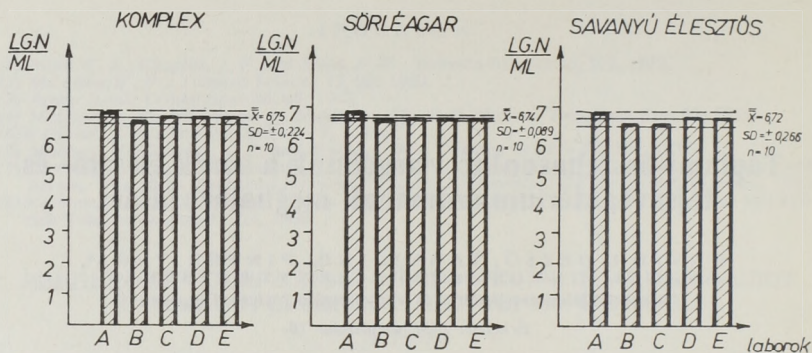
Anyagok, módszerek

Vizsgálati anyagok

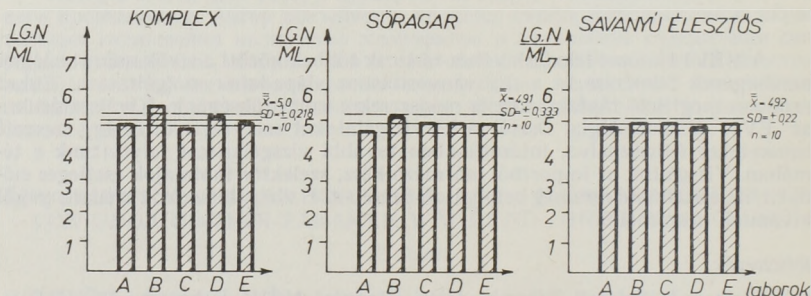
Az összehasonlító vizsgálatba bevont táptalajok:

- Komlózott sörle-agar (:1:)
- Komplex-agar
 - glükóz 40 g
 - pepton 10 g
 - élesztőkivonat 10 g
 - agar 20 g
 - desztillált víz 1000 cm³
- Savanyú-élesztő-agar (:2:)
- M.R.S.-agar Code: CM-361 MERCK
- Rogosa-agar Art. 5413 MERCK
- Sorbinsav-agar Art. 10451 MERCK
- L.B.S. MT-agar No: 11327 BBL
- Lacto-agar (:2:)

* MÉM Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Központ, Budapest



1. ábra. A L.G. tejsavbaktérium szám alakulása három táptalaj esetén, laboratóriumként



2. ábra. L.G. tejsavbaktériumszám alakulása három táptalaj esetén, laboratóriumonként, kevert mikrobaszennyezést alkalmazva

Vizsgálati módszer

Romlott sörből kitenyészített kevert mikrobákkal (élesztő és tejsavbaktériumok), valamint a Pécsi Sörgyár laboratóriuma által sörből izolált és rendelkezésünkre bocsájtott tejsavbaktérium-törzzsel beoltott és egy adott csíraszámra beállított sör élesztő és tejsavbaktérium-számát határoztuk meg lemezöntéssel, telepszámlálással.

Eredmények

Az eredményeket az 1–4. ábrákon mutatjuk be.

Értékelés — következtetések

A Hálózati körvizsgálat eredményeinek értékelését az ÉVK Mikrobiológiai Osztálya végezte el matematikai-statisztikai módszerrel, egy és két szempontos variancia-analízis alkalmazásával.

Az izolált tejsavbaktérium-törzzsel beoltott sör csíraszámának meghatározásának a laboratóriumon belüli szórása 0,130 lg érték alatti, tehát a reprodukálhatóság mind a három táptalaj és mind az öt laboratórium esetében az általánosan elfogadott 0,25 lg érték alatt maradt (1. ábra). A laboratóriumok között, valamint a három táptalajon meghatározott tejsavbaktérium-szám között nem mutatható ki különbség 95%-os megbízhatósági szinten.

Tejsavbaktérium-szám alakulásának kétszempontos variancia táblája a laboratóriumok és táptalajok összehasonlítására

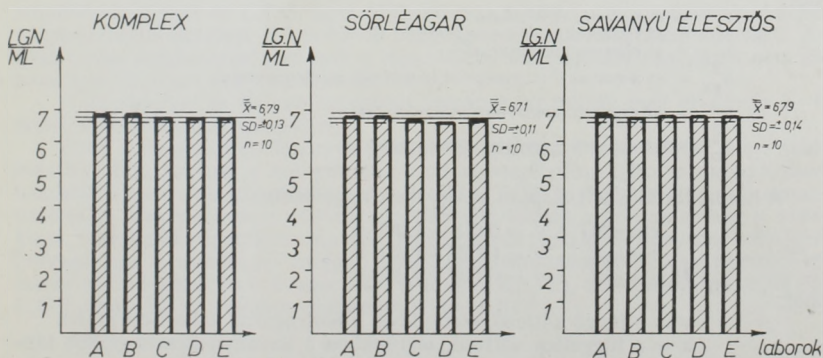
Variancia forrás	Négyzet- összeg	Szabadsági fok	Szórás négyzet	F számított	F Táblázati	Szignifikáns különbség
Összes	0,096	14				
Labor	0,050	4	0,012	4,142	4,460	Nincs
Táptalaj	0,022	2	0,011	3,570	3,840	Nincs
Maradék	0,024	8	0,003			

A tejsavbaktériummal és -élesztővel szennyezett sörminták vizsgálatának eredményei azt mutatták, hogy a laboratóriumokon belüli szórás a 0,25 lg értéket nem érte el, a reprodukálhatóság általános követelményeit kielégíti, mind a tejsav- és élesztőszám, mind pedig a táptalajok vonatkozásában.

A laboratóriumok eredményeinek összehasonlítása során megállapítottuk, hogy a tejsavbaktérium-szám sörágaron történő meghatározása esetén szignifikáns különbség mutatható ki 95%-os valószínűségi szinten (2. ábra), azonban ez mikrobiológiai szempontból nem mondható jelentősnek, mivel a maradék szórás igen alacsony 0,06 és ahogyan az a 2. ábrán is jól érzékelhető a két szélső érték közötti különbség a 0,25 lg értéket nem haladja meg.

A 3. ábrán található élesztőszám alakulása azt mutatja, hogy a Komplex táptalajon, 95%-os biztonsági szinten van kiugró laboratórium.

A kevert mikroba szennyeződés (élesztő- és tejsavbaktérium) kimutatására alkalmas táptalajok (komplex, Sörágar, Savanyú-élesztős) összehasonlításának eredményeit a 2. és 3. táblázat tartalmazza.



3. ábra. LG. élesztőszám alakulása három táptalaj esetén, laboratóriumonként, kevert mikrobaszennyezést alkalmazva

A táptalajok között nem mutatható ki mikrobiológiai szempontból szignifikáns különbség (95%) sem az élesztőszám, sem pedig a tejsavbaktérium-szám meghatározása során.

Élesztőszám alakulásának kétszemponos variancia táblája a laboratóriumok és táptalajok összehasonlítására

Variancia forrás	Négyzet- összeg	Szabadsági fok	Szórás négyzet	F számított	F Táblázati	Szignifikáns különbség
Összes	0,512					
Labor	0,305	4	0,076	3,318	3,84	Nincs
Táptalaj	0,024	2	0,012	0,524	4,46	Nincs
Maradék	0,182	8	0,023			

Kétváltozós lineáris regressziós-analízis legfontosabb paramétereinek alakulása a két vizsgálati sorozat, valamint az elméleti egyenes esetében

	r	a	b	S^2_{yx}	S^2_a	S^2_b
I. SOROZAT	0,996	0,025	1,010	0,018	0,002	0,000
II. SOROZAT	0,996	0,007	0,989	0,023	0,002	0,000
ELMÉLETI EGYENES	1,000	0,000	1,000	0,000	0,000	0,000

Ahol:

- r = korrelációs együttható
 a = az egyenes tengely metszete
 b = az egyenes meredeksége
 S^2_{yx} = az x-nek az y-ra gyakorolt hatásának szórásnégyzete
 S^2_a = az egyenes tengelymetszetének szórása
 S^2_b = az egyenes meredekségének szórása.

A harmadik táblázat alapján az egyenesek egyenlete:

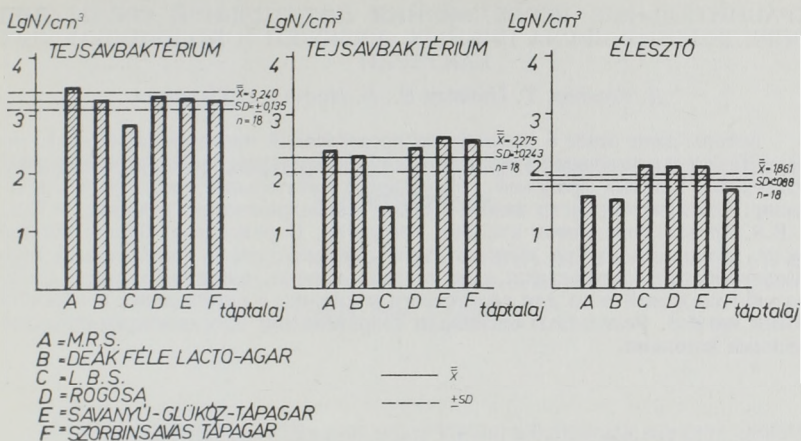
$$\begin{aligned}
 &\text{elméleti} && y = 0,00 + 1,000 x \\
 &\text{I. sorozat} && y = 0,025 + 1,010 x \\
 &\text{II. sorozat} && y = 0,007 + 0,989 x
 \end{aligned}$$

ahol:

y = a függő változó, esetünkben a Sörléagaron kapott csíraszám
 x = a független változó, esetünkben a Savanyú-élesztő-glükóz táptalajon fejlődött mikrobák számának logaritmus.

A táblázatban szereplő eredmények alapján megállapítottuk, hogy a két táptalaj nem különbözik egymástól.

Az iparban általánosan használt Sörléagar (3) a körvizsgálati eredmények alapján jól használható az élesztőszám kimutatására, de a Savanyú-élesztő-glükóz-agar is megfelelően jól alkalmazható, különös tekintettel a sörlé beszerzésének



4. ábra. Táptalaj-összehasonlító vizsgálatok eredményei

nehézségeire. Végző soron a két vizsgált táptalaj a sörben előforduló élesztők kimutatására és megszámlálására egyaránt alkalmas. Azt viszont ki kell hangsúlyozni, hogy a Savanyú-élesztős-glükóz-agar bizonyult a legjobbnak, mind a reprodukálhatóság (laboron belüli szórás), mind pedig ismételhetőség (laborok közötti szórás) tekintetében az élesztőszám kimutatására.

Ezek után a Savanyú-élesztős-glükóz táptalajt szembe állítottuk az ismeretes szelektív táptalajokkal, vizsgálva az utóbbiak esetleges előnyeit. Eredményeinket a 4. ábra szemlélteti. Mikrobiológiai szempontból 95%-os megbízhatósági szinten szignifikánsan csak az L.B.S. agar különbözik a többitől a tejsavbaktérium-szám meghatározása esetében, 10^2 és 10^3 -on nagyságrendű inokulum alkalmazásánál. Az élesztőszám meghatározására csak a tejsavbaktérium szelektív táptalajok nem alkalmasak, mint ezt az ábra is szemlélteti.

A Szorbinsav- és Rogosa-agaroknál hátrányként ítéltük meg azt, hogy 5–6 napos inkubációs időt igényelnek.

Ezek a vizsgálati eredmények igazolni látszanak azt a javaslatot, hogy több más termékcsoportnál e két mikroba csoport meghatározására is univerzálisan használt Savanyú-élesztős-glükóz-agar a söröknél is jól és biztonságosan alkalmazható (4,5). Ezt nemcsak a szakmai eredmények, hanem a gazdaságosság is indokolja. Ennek alátámasztására mutattuk be az egyes táptalajok előállításának költségeit (anyagárban a munka- és energia költségeket nem számoltuk), egy kiöntött lemezre vonatkozóan: M.R.S.-agar 5,0 Ft, Rogosa 6,63 Ft, Szorbinsav-agar 5,95 Ft, L.B.S.-agar 13,0 Ft, és Savanyú-élesztős-glükóz 0,62 Ft.

IRODALOM

- (1) Erőss, L.: Sörpar, 21, 179, 1974.
- (2) MSZ-08 1526/4-79-T Alkoholmentes üdítőital. Mikrobiológiai vizsgálati módszerek.
- (3) Erőss, I.: Sörpar, 2, 140, 1974.
- (4) Kántor, D., Perecsényi, E.: Sörök mikrobiológiai szintfelmérő vizsgálatainak minőségi és módszertani tapasztalatai. Előadás.
- (5) Kántor, D.: Világos sörök eltarthatóságának vizsgálati tapasztalatai. Előadás. 1980. Debrecen.

СРАВНИТЕЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПИТАТЕЛЬНОЙ СРЕДЫ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЧИСЛА ПИВНЫХ ДРОЖЖЕЙ И МОЛОЧНОКИСЛЫХ БАКТЕРИЙ

Д. Кантор, Т. Пинтэр В., В. Нагнл и Е. Перечэни

Авторы дают отчёт о результатах исследований проведенных с целью отбора питательной среды подходящего для определения числа молочнокислых бактерий и пивных дрожжей. Исследуемые питательные среды были следующие: комплексные, агар пивного сусла, кислородрождевая глюкоза, M.R.S., L.B.S., Rogosa, сорбиновая кислота, лактоагар. В результате оценки установили, что помимо агара пивного сусла применяемого в пивоваренной промышленности в контрольных лабораториях хорошо применим к кислото-дрожжевой-глюкозный агар для совместного и смежного определения и подсчёта обоих микроб. Результаты оценивали современными математически-статистическими методами.

VERGLEICHENDE UNTERSUCHUNGEN VON NÄHRBÖDEN ZUR BESTIMMUNG DER ANZAHL VON HEFEN UND MILCHSÄURE-BAKTERIEN IN BIEREN

D. Kántor und Mitarbeiter

Die Ergebnisse von jenen Untersuchungen werden beschrieben, die zur Auswahl von zur Bestimmung der Anzahl der in Bieren anwesenden Hefen und Milchsäurebakterien geeigneten Nährböden geeignet sind. Die untersuchten Nährböden waren: Komplex-, Bierwurz-, Säure-Hefe-Glucose-, M.R.S., L.B.S., Rogosa-, Sorbinsäure- und Lacto-agar. Auf Grund der Auswertung wurde bestätigt, dass neben dem in der Bierindustrie allgemein verwendeten Bierwurz-Agar auch der Nährboden Saures-Hefehaltiges-Glukosehaltiges-Agar in den Kontroll-Laboratorien vorzüglich zum gleichzeitigen d.h. simultanen Nachweis und zur Zählung beider Mikroben anwendbar ist. Die Ergebnisse wurden durch mathematisch-statistische Verfahren bewertet.

INVESTIGATIONS FOR THE COMPARISON OF CULTURE MEDIA SERVING FOR THE DETERMINATION OF THE NUMBER OF THE YEASTS AND LACTIC ACID BACTERIA IN BEERS

D. Kántor et al.

Results of investigations are reported which have been carried out in order to select culture media suitable for the determination of the number of yeasts and lactic acid bacteria present in beers. The investigated culture media were the following: Complex-, wort-, acidic-yeast-glucose-containing, M.R.S., L.B.S., Rogosa-, Sorbic acid- and Lacto-agars. On the basis of the evaluation of the tests it was found that besides the wort-agar generally used in the beer industry, acidic agar containing yeast and glucose can be excellently applied in the control laboratories for the simultaneous i.e. parallel detection and counting of both microbes. The obtained results were evaluated by mathematical-statistical methods.

Vékonyréteg-kromatográfiás módszer benzoésav specifikus kimutatására

ZENÉN E. VIDAUD CANDEBAT és MIGUEL O. GARCIA ROCHÉ*
Toxikológiai Laboratórium, I. N. H. E. M. Infanta 1158 Linea del Ferrocarril, Havanna, Kuba

Érkezett: 1982. január 2.

A benzoésavat és a szorbinsavat széles körben alkalmazzák növényi eredetű élelmiszerek tartósítására (pl. zöldség konzervek, gyümölcslé, bor, befőttek), mivel késlelteti a gombák szaporodását. A szalicilsavat hasonló célból használják fel, mostanában azonban ritkábban kerül sor alkalmazására. Ezek az adalékok enyhén toxikus hatásúak, és ezért néhány országban szabályozták a legmagasabb megengedhető szinteket.

Ezen és más fungisztikus anyagok kimutatására és mennyiségi meghatározására számos módszert használnak. A meghatározás előtt élelmiszerekből általában desztillálással vagy extrahálással történik az izolálás. A vékonyréteg-kromatográfiás módszerek is megfelelőek (1, 2, 3) annak ellenére, hogy a benzoé- és a szorbinsavat nehéz elválasztani. A szorbinsav specifikus reagensekkel mutatható ki (3), de a benzoésavra specifikus előhívó eddig még nem ismert, ezért élelmiszerekben egyidejű jelenlétük esetén kimutatásuk nem könnyű.

Ebben a közleményben olyan, a benzoésav kimutatására szolgáló módszert ismertetünk, amely alkalmazható egyéb fungisztikus anyagot (szorbinsavat vagy szalicilsavat) tartalmazó élelmiszerben is. Az ebből származó információ felhasználható az élelmiszerekben jelenlevő adalékok helyes spektrofotometriás mérésére.

Módszerek

1. Tartósítószer extrahálása paradicsompüréből.
Hígítsuk fel a mintát (25 g) 25 cm³ vízzel. Adjunk hozzá néhány csepp 85% foszforsavat és extraháljuk etiléterrel (2 × 10 cm³). Mossuk át az egyesített extraktokat vízzel, és szárítsuk vízmentes nátriumszulfáttal. Pároljuk be az étért, és a maradékot oldjuk fel 0,5 cm³ etanolban, és kromatografáljuk az aliquot részét vékonyrétegen.
2. Tartósítószer extrahálása borból
25 cm³ mintát hígítsunk fel 25 cm³ vízzel. Adjunk hozzá 2 cm³ 4N foszforsavat és kétszer extraháljuk etil-éter és 40–60 °C forrpointú petroléter 1:1 arányú keverékével, minden egyes alkalommal 25 cm³ keveréket használva. Mossuk át a keveréket vízzel (2 × 10 cm³), és szárítsuk vízmentes nátrium szulfáttal. Távolítsuk el az oldószert rotációs bepárlóban, oldjuk

* Szerzők magyarországi tanulmányútja alkalmával készült dolgozat (szerk.)

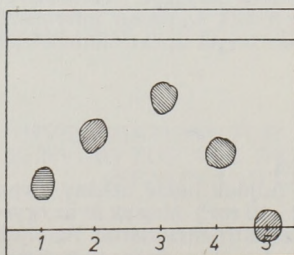
fel a maradékot 0,5 cm³ etanolban, és aliquot részt alkalmazunk a rétegekromatográfiás kifejlesztésénél.

3. Tartósítószer extrahálása sajtból.

25 g aprított mintához adjunk 25 cm³ vizet, 2 cm³ 4N foszforsavat, és homogénizáljuk, majd etil-éterrel extraháljuk az (1) szerint. Extraháljuk az éteres oldatot 0,1N nátriumhidroxiddal (2×10 cm³), a lipideket tartalmazó éterfázist dobjuk el. Savazzuk a vizes fázist foszforsavval és extraháljuk 2×10 cm³ etil-éterrel. Mossuk, szárítsuk és a továbbiakban a fent leírtak szerint járunk el.

Anyagok

- I. Szilikagél G rétegek, 20×20 cm×0,25 mm. Hevítéssel aktiváljuk min. 2 órán át 150–160 °C-on.
- II. Futtatókeverék: n-hexán, etil-éter és ecetsav 81:5:4 arányú keveréke.
- III. Brómfenol kék előhívó: 40 mg brómfenol kékét feloldunk kb. 5 cm³ etanolban. 0,01N nátriumhidroxidot adunk hozzá mikropipettával vagy kapillárisal, amíg kékeszöldd nem válik. (Lehetőleg ne legyen felesleg) 10 cm³-re hígítsuk vízzel.
- IV. Vasklorid reagens: 1% oldat híg HCl-ben
- V. Szorbinsav előhívó: a) 0,15% kálium-bikromát 50% alkoholban. b) Tio-barbitursav telített etanolos oldata. Permetezzük a)-val és 5 perc múlva b)-vel. Hagyjuk állni néhány percig, vagy hevítjük 80–90 °C-on, amíg a rozsdaszínű foltok fel nem tűnnek.
- VI. Benzoészav, szorbinsav és szalicilsav: standardok a.t.



-  szerves savak
-  benzoe- és fenilecetsav
-  antranilsav

1. ábra

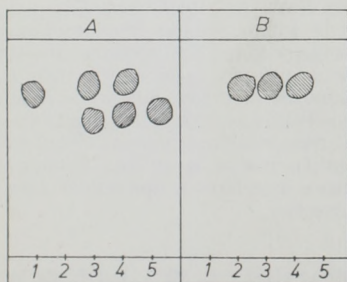
Aromás savak vékonyréteg kromatogramja. Réteg: szilikagél G, oldószer: n-hexán – etil-éter – ecetsav 81:5:14, előhívás: III. reagens (brómfenokék). 1 antranilsav, 2 szalicilsav, 3 benzoészav, 4 fenilecetsav, 5 ftálsav

Eredmények és megbeszélések

Az 1. ábra mutatja a különféle aromás savak kromatogrammjának alakulását a bromfenol reagenssel történő kezelés után. A szerves savak sárga színt adnak, néhány aromás sav foltja eltérő színű: a benzoel- és a fenil-ecetsav rózsaszínű, míg az antranilsav lila. A lemezről – háttérszíne piszkoszöld – az ecetsavat elektromos ventilátor segítségével a permetezés előtt el kell üzni.

A gyűrűben csak karboxil csoportot tartalmazó aromás savak jellegzetes narancs-rózsaszínűek. A benzoel- és a fenilecetsavak különféleképpen futnak és referencia standard segítségével azonosíthatók. Nem valószínű, hogy fenilecetsav található az élelmiszerekben, mivel nem használják adalékként és általában nem fordul elő élelmiszerként használt növényi anyagokban.

A 2. és 3. ábra mutatja a szorbin-, benzoel- és szalicilsavat tartalmazó élelmiszerek extraktjainak kromatogrammjait a különféle előhívók használata után (III., IV. és V.). A nagyobb R_f -ű pontok a 2A lemezen narancs-rózsaszínűek és a kisebb R_f értékűek sárgák. A 2B foltok rózsaszínűek és a 3. foltja lila. Látható, hogy a III. előhívó nem ad színt a szorbinsavval. Ha a lemezt nátrium karbonáttal lúgosított permanganát oldattal permetezzük, a szorbinsav sárga foltként jelentkezik és a háttérszín piszkoslila lesz. Látható, hogy a tartósítószer-minta extraktum kromatografálása standardek és előhívók felhasználásával megmutathatja, hogy mely tartósítószerre van jelen az élelmiszer mintában. Ez nagy segítséget jelenthet, ha az élelmiszer szorbin- és benzoesavat egyaránt tartalmaz, amelyek csaknem azonos R_f értékkel rendelkeznek még a második kifejlesztés után is. Ha egy nem specifikus reagenst, – mint a kálium permanganát – használnak, nem lehet tudni, hogy jelen van-e szorbin- vagy benzoesav (vagy mindkettő). Az V. előhívóval történő kezeléssel nyert rózsaszínű folt nem zárja ki a benzoesav jelenlétét. Egyes szerzők javasolják fluoreszkáló lemezek használatát (1) és UV alatti vizsgálatot, azonban az adalék sötét foltját nehéz megkülönböztetni, és mivel az R_f



szerves savak

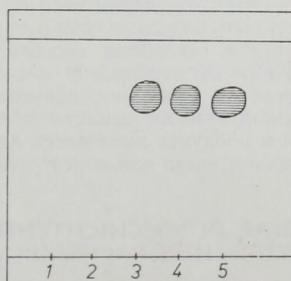


benzoel- és fenilecetsav

2. ábra

Élelmiszer-tartósítószer vékonyréteg kromatogramja szilikagél G rétegen a szövegben feltüntetett oldószerek keverékek felhasználásával. 1 benzoesav, 2 szorbinsav, 3 benzoeszorbin- és szalicilsavat tartalmazó paradicsompüré-extraktum, 4 benzoel-, szorbin- és szalicilsavat tartalmazó bor extraktum, 5 szalicilsav. Előhívás:

A – III. előhívó, B – V. előhívó



antranilsav

3. ábra

Élelmiszer-tartósítószer vékonyréteg kromatogramja szilikagél G rétegen. Oldószerek: n-hexán etil-éter – ecetsav 81:5:14. Előhívás: IV előhívó; 1, 2, 3, 4, és 5 a 2. ábra szerint.

értékek igen hasonlóak, így sem könnyű megbizonyosodni arról, hogy az egyik vagy mindkettő van-e jelen.

Miután megállapítottuk, melyik fungisztatikus anyag van jelen, a megfelelő meghatározást (általában UV spektrofotometria) alkalmazzuk.

Összegezve szerzők módszert mutattak be a benzoészav élelmiszerben történő kimutatására, amely vékonyréteg-kromatográfián és brómfenolkéket tartalmazó specifikus előhívó használatán alapszik. A módszer hasznos lehet, ha szorbinsav és benzoészav van ugyanabban az élelmiszerben. Az ugyanazon R_f értékű szorbin- és benzoészav kimutatható a kidolgozott módszerrel a javasolt két előhívót egymás után használva. Más előhívó is használható egyéb lehetséges fungisztatikus anyagnak a mintában történő kimutatására. Ha tudjuk, hogy melyik adalék van jelen, kiválaszthatjuk és alkalmazhatjuk a megfelelő módszert a mennyiségi meghatározásra.

I R O D A L O M

- (1) Cabezudo, M. D., de Gorestiza, E. F., y Llaguno C.: „Deteccion de conservadores en vinos por cromatografia en capa fina”, Revista Agroquimica y Tecnologia de Alimentos Vol. 11, 4, 526, 1971 (spanyolul)
- (2) Simon Bisbal, J. A., Pujol, M., Forn Ma de la Torre Boroniat; Alimentaria, 95, 1978. (spanyolul)
- (3) Stahl, E.: „Thin layer chromatography”, Verlag Springer, p. 636, Berlin, Heidelberg 1969.

ТОНКОСЛОЙНО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ БЕНЗОЕ КИСЛОТЫ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ НОВЫМ ПРОЯВИТЕЛЕМ

Зенэн Е. Видауд Кандебат, Мигуел О. Гарция Рохэ

Авторы знакомят метод выявления бензойной кислоты содержащейся в продуктах питания, основывающийся на тонкослойной хроматографии и применении специфического проявителя содержащего бромфенолсинь. Метод может быть полезным если в данном продукте питания содержится сорбиновая кислота и бензойная кислота. Разработанным методом можно определить величину R_f сорбиновой кислоты и бензойной кислоты если предлагаемые проявители применим поочередно. Для обнаружения прочих возможных фунгистатических веществ можно применять также и другие проявители. Зная в продукте имеющиеся добавки, можем выделить и применить соответствующий метод для определения их количества.

EINE DÜNNSCHICHTCHROMATOGRAPHISCHE METHODE ZUM SPEZIFISCHEN NACHWEIS VON BENZOESÄURE MIT EINEM NEUEN ENTWICKLER

Zenén E. Vidaud Candebat und Miguel O. Garcia Roché

Zum Nachweis der Benzoessäure in Lebensmitteln wird eine auf der Anwendung eines Bromphenolblau enthaltenden spezifischen Entwicklers beruhenden dünnstschichtchromatographischen Methode beschrieben. Diese Methode kann nützlich sein, falls ein Lebensmittel gleichzeitig Sorbinsäure und Benzoessäure enthält. Sorbinsäure und Benzoessäure von dem selben R_f -Wert sind nämlich mit der entwickelten Methode nachweisbar, wenn man beiden vorgeschlagenen Entwickler nacheinander anwendet. Auch andere Entwickler sind anwendbar zum Nachweis der Anwesenheit von anderen möglichen fungistatischen Sub-

stanzen im untersuchten Muster. Falls der anwesende Entwickler bekannt ist, kann sogar die zur quantitativen Bestimmung geeignete Methode ausgewählt und angewendet werden.

A THIN-LAYER CHROMATOGRAPHIC METHOD FOR THE SPECIFIC DETECTION OF BENZOIC ACID BY A NOVEL DEVELOPER

Zenén E. Vidaud Candebat and Miguel O. Garcia Roché

A novel method is presented for the detection of benzoic acid in foods. This thin-layer chromatographic method is based on the use of a specific developer containing bromophenolblue. The method may be useful when sorbic, acid and benzoic acid are simultaneously present in the same food. Sorbic acid and benzoic acid of the same R_f value can be detected by the developed method when the proposed two developers are used after each other. Also another developer may be suitable for the detection of other fungistatic substances in the sample. If the applied additive is known, an adequate method may be selected and applied even for its quantitative determination.

ÉVIKE

*„Ma-
ga-
zin”*



1983-tól

Élelmiszeripari kutatások eredményei I.

A K – 11 jelű kormánysszintű program keretében végzett kutatómunka a gyakorlatnak átadott, illetve átadható eredményei

SZABÓ S. ANDRÁS és SZÓRÁD LÁSZLÓ
Mezőgazdasági és Élelmiszerügyi Minisztérium, Budapest

Bevezetés

Az V. ötéves tervidőszakban a K – 11 jelű, „Az élelmiszerek választékának bővítése, feldolgozásuk és tartósításuk új irányai” c. kormánysszintű célprogram keretében folyó munka képezte a gerincét a hazai élelmiszer-ipari kutatásoknak. A K – 11 programvezető intézete a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet volt, itt folyt a kutatási tevékenység jelentős hányada s a KÉKI látta el a programban feladatot vállaló több mint 150 együttműködő kutatóhely (intézet, vállalat, egyetemi tanszék) munkájának koordinálását.

A K – 11 jelű célprogram 3 részprogramra tagolódott. Az első részprogram az „Élelmiszerkészleteink növelése”, a második az „Élelmiszerek tápértékének és minőségének javítása” a harmadik az „Élelmiszerek megőrzése” volt.

I.

Élelmiszerkészleteink növelése

Az „Élelmiszerkészleteink növelése” c. részprogramban a következő fontosabb – már bevezetett, vagy bevezetés előtt álló, ill. bevezetésre javasolható – kutatási eredmények jöttek létre:

- Enzimesen előkezelt, könnyen emészthető koncentrált tejfehérje gyártását kezdte meg a Vas megyei Tejipari Vállalat répcelaki üzeme, amelyet SPORTROBI néven hozott forgalomba. A készítmény elsősorban tejcukor-érzékenységben szenvedőknek, valamint fokozott fehérjebevitelt igénylő sportolóknak és betegeknek ajánlható.
- A diétás, ill. gyógyhatású termékek körét bővítve forgalomba került a humáncélú búzacsira. A gyártástechnológiát eddig 5 malomban vezették be. A búzacsira-gyártás bővítésére kidolgozott új technológiát az új malmok tervezésénél és a malmi rekonstrukcióknál veszik figyelembe.
- A búzamosást helyettesítő intenzív száraztisztítási eljárás hatásfoka jobb, az eljárás a beruházási és üzemeltetési költségeket tekintve előnyösebb. A fajlagos energiaszükséglet 5 – 10%-kal, az épületter igény közel 25%-kal csökken, ugyanakkor a kapacitás növekmény 10 – 20%.
- Az őrlés intenzitásának növelése, a technológiai és gépészeti paraméterek javítás a feltétele az egyenletes lisztminőség biztosításának. Az őrlőkapacitás felújításához és fejlesztéséhez szükséges pénzösszeg kb. 300 millió Ft.

- A sütőipari termékválaszték 3 féle új termékkel bővült. A fűszeres rozscipó változatokat, a sajtos kenyeret s a szíozsemlét ipari méretben, folyamatosan gyártják.
- A Malomipari Vállalat Törökszentmiklósi üzemében gyártott különböző extrudált szójatermékek a konzerv- s az édesipar valamint a közétkeztetés területén kerülnek felhasználásra. Ezen extrudált szójatermékek konzerv-, édes- és vendéglátó-ipari felhasználásával a nemes magvak és a hús kiváltásával jelentős megtakarítás érhető el.
- Kukorica-csiraolaj előállítására technológiát dolgoztak ki, amelyet a Csepeli Növényolajgyárban alkalmaznak. A nyers kukorica-csiraolajból a finomítás után nyert olajat margarin gyártáshoz használják fel.
- Eredményes laboratóriumi kísérleteket folytattak növényi fehérje (napraforgó, szója, lóbab) izolálására. Az élelmiszer-ipari bekeverési lehetőség megállapításához további üzemi kísérletek végzése szükséges.
- Megállapítást nyert a paradicsommag antioxidáns és fehérjedúsító hatása. A paradicsommag, mint konzervipari melléktermék, takarmányozásra használható. 1000 t/év konzervipari melléktermék paradicsommag takarmánytápokban való hasznosítása évi 20 millió Ft nyereséget s import extrahált szója kiváltást jelenthet.
- A tészta-, keksz- és édesipari lisztek mennyiségi igényei kielégítésére az őrlési technológiában gyakorlati alkalmazást nyert egy szétválasztó berendezés, amelyet az ipar folyamatosan alkalmaz az újonnan épülő s a rekonstrukcióra kerülő üzemekben.
- A hűtő- és a sütőiparban szójakészítmény, ill. sárgaborsóliszt került választékbővítés céljából felhasználásra.
- Diógyőrben kidolgozták a diabetikus csokoládék gyártástechnológiáját. Az új diabetikus termékek gyártásának kezdete várhatóan 1982.
- A tejszokoládé-készítmények zsirtartalmát csökkentve jelentős anyagmegtakarítást értek el. Íz- és minőségjavulást eredményezett a tejcrumb és a karamellizált tejpor felhasználása.
- Az édesiparban 34 féle új termék került bevezetésre. A fogszuvasodás megakadályozására xylit, szorbit, maltit felhasználásával végeztek sikeres gyártást.
- A Duna Csokoládégyárban a közeljövőben 3 új terméket, valamint félkész termékként szójás marcipán készítményeket állítanak elő. Az így várható nyereség mintegy 2 millió Ft-ra tehető évente.
- A sörlesztőtej kesertelenítését és szintelenítését kísérleti körülmények között megoldották, gyakorlati bevezetéséhez a technológiai feltételek megteremtése szükséges.
- Kidolgozták a zsíradékokból fermentációval történő, 50–55% fehérjetartalmú szárazlesztő gyártásának technológiáját.
- Hazai higiénikus vérvételi rendszert terveztek a vágóhídi vér humán célú hasznosítására. A vágóhídi melléktermékekből takarmányozásra alkalmas hidrolizátumokat állítottak elő. Az ipari méretű alkalmazás folyamatban van.

Élelmiszerek tápértékének és minőségének javítása

Az „Élelmiszerek tápértékének és minőségének javítása” c. részprogramban a következő fontosabb kutatási eredmények születtek:

- Új, automatizált, a hazai gyártású Contiflo műszercsaládra adaptált módszerek kerültek kidolgozásra a Budapesti Műszaki Egyetemen. A vizsgálati módszereket a Lacta Tápszergyár, a Pápai Húskombinát, a Cukortermelési Kutató Intézet és a Szeszipari Kutató Intézet alkalmazza.
- A búza műszeres átvételi minősítésére kidolgozott módszerek beépültek a termény átvételi rendszerébe.
- A Nyíregyházi Konzervgyár alma- és paradicsomfeldolgozó vonalának önműködő irányítására számítógépes folyamatirányítási módszer került kidolgozásra. A hasznosításból származó becsült nyereség kb. 800 ezer Ft/év.
- A mátészalkai gyümölcs és zöldség hűtőtárolóban végzett mérés technikai vizsgálatok eredményeként a tárolási veszteség mintegy 50%-kal, az energiafelhasználás pedig kb. 5%-kal csökkent. A hasznosításból származó évi nyereség 10 millió Ft-ra becsülhető.
- A Gabona Tröszt a kidolgozott lépcsőzetes szárítási technológiát alkalmazására modell üzemként a Tamási Körzeti Üzemet jelölte ki. A tapasztalatok alapján megállapítható, hogy a lépcsőzetes szárítási technológia beruházási költsége 1 éven belül, az aktív szellőztetést alkalmazó terménykezelési berendezések költsége 1–3 év alatt térül meg.
- A húsipari gyártásirányításban a VI. ötéves tervidőszakban új módszerek kerülnek bevezetésre. Az új módszerek alkalmazásának technológiai feltételeit jelenleg a Zala megyei Húsipari Vállalatnál alakítják ki. Így lehetővé válik az eddiginél gazdaságosabb fehérjefelhasználás.
- A valódi gyümölcspálinkák gyümölcs-eredetének és gyümölcs-fajlagosságának meghatározására minősítő eljárást dolgoztak ki, amelyet a szeszipar kíván alkalmazni.
- Megállapították, hogy a Technikon típusú automatikus analízátorok alkalmasak a maláta-extrakttartalom, amiláz- és proteáz-aktivitás, etilalkohol, keményítőszörp, dextrószörp és ivószörp vizsgálatára. Kíváncsú lenne mind az ipari, mind a hatósági ellenőrző-hálózatba az automatizált meghatározási eljárások elterjesztése.
- A gyorsfagyasztott téstészák készítmények reológiai vizsgálatára új módszert dolgoztak ki, ennek alapján az érzékszervi bírálati rendszer pontosítható.
- A lisztek hőkárosodásának, nedvesség-, protein- és zsirtartalmának, továbbá vízfelvevő képességének meghatározására korszerű ellenőrző vizsgálati módszert alakítottak ki, amelyet célszerű lenne minél szélesebb körben alkalmazni.
- Egyes konzerválószerke (Ca-propionát, K-szorbát) és az öregedést késleltető emulgálószerke meghatározására módszert dolgoztak ki.
- Hűtőtárolóban a klímaviszonyok megváltoztatásával és a rakatelrendezés módosításával mintegy felére csökkent a tárolási veszteség. A kifejlesztett távhőmérő beépítésével 5%-kal csökkenthető volt az energiafelhasználás. A már megépült hűtőtárolókra vonatkoztatva a várható nyereség kb. 140 millió Ft/év.
- A tartósítóipar részére a különböző típusú és eltérő tulajdonságú gyümölcsök és zöldségek objektív minősítéssel történő átvételére mintavételi tervek készültek. A mintavételek adatai statisztikai elemzésre kerültek, s a kapott eredmények alapján javaslat készült a minőség szerinti osztályba sorolás korszerűsítésére.
- Javaslatot dolgoztak ki a vágómarhák vágás utáni minősítésére. A minősítési eljárás a VI. ötéves terv időszakában bevezetésre kerül.

- A gyorsfagyasztott élelmiszerek választékbővítése révén az elmúlt terv időszakban 41 új termék (új típusú tészta készítmények, húsos termékek, gyümölcskrémek) került fogalomba. Az új termékből gyártott mennyiség kb. 15 000 t, termelési értéke mintegy 400 millió Ft.
- Élelmiszerek aromáját befolyásoló illó aminok, karbonilok és savak vizsgálatára alkalmas módszerek kerültek kidolgozásra. E módszereket a minőségellenőrző hálózat kívánja alkalmazni.

Gyártmányfejlesztési kutatások

- A diétás készítmény konzervek választéka 8 csirkehúsos bébiétel, 5 l-es töltésű zöldség ivóvelekkel, zöldség- és gyümölcskockákkal, coeliakiás megbetegedésben (lisztérzékenység) szenvedő gyermekek részére kukorica keményítővel készült termékekkel bővült.
- Kereskedelmi forgalomba került a Sztár Málna, Sztár King, Sztár Feketeribizske, valamint a C-vitaminnal dúsított Sztár Narancs üdítőital.
- Megindult a bébiétel-olaj gyártása 120 t/év mennyiségben, ez jelentős import megtakarítást eredményez.
- Megkezdődött a fagylaltzsír, krémzsír, bevonózsír, és a réteszsír gyártása, a hasznosításból származó nyereség mintegy 5 millió Ft évente.
- A szójával dúsított ételfélék fehérjeenergia tartalma átlagosan 5%-kal nőtt az eredeti költségnorma megtartása mellett. A szójatermékeket a közétkeztetésben a Gyermekekélelmelési Vállalat és a Dél-budai Vendéglátóipari Vállalat használja fel.
- Egyes élelmiszer-ipari termékek (paprikaőrlemény, fűszerkeverék) s komplett állattápok sugárkezelése, a sugár- és hőkezelés együttes alkalmazása (paprikaőrlemény), továbbá az etilénoxidos csíraszegényítés (paprikaőrlemény, szárított hagyma) toxikohigiénés kivizsgálása során megállapított fogyasztási ártalmatlanság új eljárás bevezetéséhez, ill. az exportminőség javításához járult hozzá.
- Az előzőekben említett enzimesen előkezelt, könnyen emészthető koncentrált tejfehérje gyártása – az üzemi kísérletek sikeres befejezése után – a Vas megyei Tejipari Vállalatnál megindult. A fogyasztói kereslet felmérése alapján évente legalább 50 t SPORTROBI gyártására volna szükség, ezt azonban csak új beruházással lehet megvalósítani.
- A dobozos étolaj gyártása 1982-ben indul, évi kb. 5000 t mennyiségben, export céljaira.
- Az Országos Húsipari Kutatóintézetben 5 féle diétás húsipari készítményt dolgoztak ki. A diétás készítmények ipari méretű gyártására a VI. ötéves tervidőszakban kerül sor.
- A sütőipari kutatások eredményeként az omlós és leveles tésztából készült termékek energiatartalma 8,4–17,7%-kal csökkent. Laboratóriumi szinten 5 termék receptúrája és technológiája került kidolgozásra. A termékek ipari méretű gyártása a csökkentett zsírtartalmú margarin hiánya miatt még nem indult meg.

II.

Az „Élelmiszerek tápértékének és minőségének javítása” c. alprogram Gyártásfejlesztési kutatások c. témacsoportjában a következő fontosabb, a gyakorlatba bevezetett, vagy bevezetésre javasolható eredmények születtek:

Tejipar

A Magyar tejgazdasági Kísérleti Intézetben megteremtették a liofilezett kultúrák előállításának feltételeit. Ennek révén 1979 óta a tejipar liofilezett kultúrával való ellátása megoldódott.

A Csornai Tejporgyár területén évi 350 t kapacitású, tejfehérje-koncentrátum port gyártó kísérleti üzemet létesítettek. A termék felhasználása megkezdődött a konzerv- és húsiparban s egyes más élelmiszer-ipari ágazatokban állományjavításra. A fehérje-koncentrátum előállításával nátrium-kazeinát import váltható ki.

Kisteleken membránszeparációs technológiával üzemelő, évi 2000 t kapacitású, tőkés exportra szállító krémfehérsajt üzem létesült. A gogánfai és a veszpremi üzemből beindult a camembert sajt gyártása.

Számos üzemből bevezették az ízesített tejkészítmények (csokoládés, kávé, karamellás tej) gyártását, ízesített krémtúrók gyártására pedig utóhőkezeléses technológiát alkalmaznak. Több tejüzemből adaptálták a Gervais Danone termék gyártási eljárását.

Savanyú tejtermékek és az étkezési tehéntúró gyártására új homogénezési technológiát vezettek be. Az új technológia alkalmazása jelentős gazdasági haszonnal jár.

Több üzemből kialakították az ízesített tejtermékek folytonos gyártóvonalát. A folytonos gyártóvonal alap- és adalékanyag, valamint energia megtakarítást eredményez.

Kialakításra került egy berendezés, amely a hazai gyakorlatban alkalmazott tejhűtő- és tárolótartályok gépi tisztítására alkalmas. Így a tisztítási munkálatok termelékenysége közel 40%-kal javult.

Stabilizáló szer oldására hazai gyártású dezaggregátor alkalmazására került sor. A berendezés alkalmazása azért is előnyös, mert mintegy 5% stabilizálószer-mennyiség csökkentést tesz lehetővé.

A savanyú tejtermékek mintegy 30%-ánál tervezhető a kifejlesztett kultúra és habarós technológia bevezetése. A habarási technológia alkalmazása feleslegessé teszi az eddig tőkés importból beszerzett gépeket. Az új kultúra felhasználásával pedig javítható a termékek minősége és eltarthatósága.

A fogyasztói tej homogénezésére eljárást dolgoztak ki, ennek teljes körű alkalmazása kb. 4000 t tejszírnak a fogyasztókhoz való juttatását eredményezné évente. Célszerű lenne az egyes sajátfeleségek alapanyagának homogénezése is, ami iparági szinten is jelentős nyereséggel járna.

Tejporgyártásra kidolgozták a „levegőmentes” porlasztásos technológiát. Ezáltal minőségjavulás érhető el, s teljes körű bevezetés esetén kb. 20% csomagolóanyag megtakarítást eredményez.

A tejipari termékek egy részének csomagolása a jövőben a hazai polipropilénből készült poharak alkalmazásával biztosítható. Így jelentős mennyiségű, importból származó csomagolóanyag takarítható meg.

Ipari alkalmazást nyert a Gervais Danone termékek és a vaj műanyag dobozos, peremezéses zárású, s a krémfehérsajt fémdobozos csomagolása. Széles körű bevezetésre került a PVC + alufóliás multivac rendszerű, valamint a hazai gyártmányú viszkóz + polietilén társított fóliát alkalmazó csomagolás.

Konzervipar

Az endo-poligalakturonáz enzim ipari gyártása megindult a Phylaxia Vállalatnál. Az enzim alkalmazása a paradicsom feldolgozásnál kb. 2% szárazanyag többletet és kb. 20%-os besűrítési idő csökkenést, ill. ugyanilyen mérvű kapacitásbővülést eredményezett. 100 kg sűrítmény előállításának energiaigénye mintegy 70 MJ-lal csökkenthető, ha a paradicsomlét enzimmal kezelik.

Az endo-poligalakturonáz enzim széles körű hasznosítása zöldség- és gyümölcsoktatók gyártását s a választék bővítést segítené elő. 10 millió liter zöldség- és gyümölcsoktató évenkénti gyártása esetén kb. 20 millió Ft népgazdasági haszon jelentkezne, s az ehhez szükséges beruházási költség mintegy 30 millió Ft lenne.

Kidolgozták a tartósítószer-mentes szőlőlé gyártástechnológiáját. A gyártástechnológia gyakorlati megvalósítása azonban jelenleg igen költséges, viszont az így előállítható termék a legszigorúbb exportkövetelményeket is kielégíti.

Megoldották a konzerviparban nagyon elterjedten alkalmazott HUNISTER osztott, hidrosztatikus sterilizálóberendezés korrózióvédelmét: s a módszert az iparban széleskörűen alkalmazzák.

A konzervipari termékek csomagolása terén új javaslatokat dolgoztak ki a zárószerkezet módosítására, a lemeztábla-méretek és a szabás-tervek változtatására. Az új csomagolási technika bevezetése jelentős nyereséggel járna.

Húsiipar

A vágómarhák vágás utáni minősítésének módosítására javaslat készült. A kidolgozott minősítési eljárás széles körű alkalmazása a VI. ötéves terv időszakában várható.

Cukoripar

Flexibilis elválasztórácsot alkalmaznak a Selypi Cukorgyárban présvíz tisztítására. 3 alapegység alkalmazásával az óránként mintegy 48 m³ mennyiségben keletkező présvízből kb. 50% répaszeletet nyertek vissza recirkulációs vízfelhasználás esetén.

Gabonaipar

Jelentős por- és zajcsökkenést értek el SZC F típusú szűrőciklon, zajcsillapító tokozást biztosító berendezés és hangtompító pneumatikus anyagmozgató rendszer alkalmazásával. A feltételek javulása jelentős termelékenységnövekedést eredményezett.

A K-11 jelű program az „Élelmiszerek megőrzése” c. részprogramjában a következő főbb kutatási eredmények jöttek létre:

Tárolási kutatások

Gabonaipar

Ömlesztett termékek mennyiségi és minőségi jellemzőinek meghatározására célműszert és mérési módszert dolgoztak ki, valamint új garatmegoldást fejlesztettek ki.

Konzervipar

A Nyíregyházi Konzervgyár számára gyümölcsök barnulását gátló vegyszer-receptúrák kidolgozására került sor.

Húsiipar

Kidolgozták az export célokat szolgáló, csökkentett nitrít, ill. nitráttartalmú szárazáru készítmények gyártási feltételeit. 1981-ben már csökkentett nitrít, ill. nitráttartalmú szárazáru került exportra.

Kidolgozásra került egy új, ún. egyensúlyi pácolási technológia, amelyet 1981-től a Pest – Nógrád megyei Húsipari Vállalat alkalmaz.

Tartósítási kutatások

Hűtőipar

A Magyar Hűtőipari Vállalat Csepeli gyárában eredményesen alkalmazzák a korszerű dielektromos technikát fagyasztott hústömbök felengedtetésére.

A málna termőhelyi folyékony széndioxidos fagyasztására eljárást dolgoztak ki. A módszert a Szondi Mgtsz, Drégelypalánk s a Börzsöny Mgtsz, Bernecebaráti 1982-től alkalmazza.

Konzervipar

Kidolgozták a laskagomba és a kínai kel konzervipari tartósításának módszerét. A technológia előnye, hogy a munkafolyamatok végzése a meglevő berendezéseken történhet.

Gabonaipar

Bevezették a tésztagyártmányok dielektromos technikával történő csíraszámcsökkentését a FSV Tésztagyárában. Az új, dielektromos csíraszámcsökkentés költsége (300–400 Ft/t) csak mintegy ötöde a hagyományos módszer (1600–2000 Ft/t) költségének.

Sugártartósítás

Sugárkezeléssel megoldották a burgonya és a vöröshagyma csírázásának késleltetését, s a tárolási idő meghosszabítását. A csírámentesített gumók minősége májusban – júniusban is megfelelő, kereskedelmi értékesítésre és továbbfeldolgozásra (pl. burgonyapehely gyártás) alkalmas. A besugárzással jelentősen csökkenthető a tárolási veszteség.

1981-ben sugárkezelt csiperkegomba és szamóca árusítására került sor. A sugárkezeléssel a friss állapot jelentősen hosszabb ideig tartható fenn, pl. 10 °C-on történő tárolás esetén a tárolhatósági idő 2 helyett 6–8 nap.

Fűszerek és fűszerkeverékek besugárzásos kezelése során megállapítást nyert, hogy 10 kGy dózis esetén nemkívánatos változások nem mennek végbe, toxikus anyagok nem keletkeznek.

A besugárzásos tartósítás – általában a sugárzástechnika mezőgazdaságban és élelmiszer-iparban történő – szélesebb körű alkalmazása megfelelő besugárzórendszerek kialakítását igényli. A sugárforrás lehet izotóp (^{60}Co , ^{137}Cs), vagy gépi (röntgen) jellegű.

Összegezés

Összegezve a K–11 jelű kormány szintű kutatási programban végzett munkát, megállapítható, hogy az eredeti célkitűzéseknek megfelelő, összességében eredményes munka folyt (1). A kutatási eredmények az élelmiszer-ipari termelés fejlesztését sokrétűen elősegítették.

A K–11 program folytatódik, e program keretében – figyelembe véve a tárcaszintű és ágazati szintű programokban megfogalmazott kutatásokat – a VI. ötéves tervidőszakban a kutatás súlypontjai a következők:

- élelmiszerek értékmeghatározása
- élelmiszerek minőségváltozása
- természetes alapú aromák és színezékek előállítása és kimutatása
- keményítő származékok alkalmazása
- új élelmiszer-ipari gyártástechnológiák kidolgozása és adaptálása

IRODALOM

- (1) Szórád L., Szabó S. A., Ember G.: A K-11 kutatómunka értékelése. Élelmezési Ipar, 35, 291, 1981.

Aktivációs analízis az élelmiszer-analitikában IV.

SZABÓ S. ANDRÁS* SZASIN L. IGOR**

* Mezőgazdasági és Élelmézésügyi Minisztérium, Szakoktatási és Kutatási Főosztály

** Egyesített Atomkutató Intézet, Neutronfizikai Laboratórium, Dubna, Szovjetunió

Érkezett: 1982. szeptember 5.

Bevezetés

Az aktivációs módszer élelmiszer-analitikai célokra történő alkalmazhatóságát bemutató cikksorozatunk I. részében (1) az aktivációs analitika elvi alapjait, a mérés technika lényegét, a mérőberendezéseket, II. részében (2) szárított paradicsom egyes mikroelemeinek neutronaktivációval történő meghatározását, III. részében (3) pedig különböző biológiai eredetű minták (állati testszövetek) makroelem tartalmának aktivációs analízissel történő mérését ismertettük. E vizsgálati eljárások az ún. klasszikus, vagy késleltetett aktivációs analízis elvén alapultak, azaz a minták megfelelő neutronfluxussal történő besugárzása (felaktiválása) után – a paradicsom minták mérésére a BME kísérleti atomreaktorán, az állati testszövetminták összetételének mérésére a dubnai Atomkutató Intézet IBR–30 elnevezésű impulzusüzemű reaktorán került sor – a besugárzás következtében keletkezett, adott felezési idejű radioaktív izotópok sugárzásának detektálásával történt a mérés.

Jelen közleményünkben a prompt aktivációs analitikai módszert ismertetjük, s bemutatjuk a fehérje- s a börtartalom meghatározásra történő alkalmazhatóságát.

A prompt aktiváció elve és analitikai jelentősége

A prompt aktivációs analízis alapja az, hogy a nukleáris kölcsönhatás (pl. neutronokkal történő besugárzás) következtében a vizsgálandó anyag atomjai gerjesztett állapotba kerülnek, s ebből a gerjesztett állapotból úgy szabadulnak meg, hogy a magreakció (pl. neutronbefogás) követő $10^{-10} - 10^{-15}$ s időtartamon belül – azaz lényegében a magreakcióval azonos időben – az adott elemre jellemző energiájú, ún. prompt γ sugárzást emittálnak. Ez a prompt sugárzás független a minta felaktiválódásából származó, ún. késleltetett sugárzástól, s regisztrálása csak a besugárzással azonos időben (s a sugárnyalábtól térben nem elválasztva) lehetséges.

Az utóbbi években egyre szélesebb körben kerültek alkalmazásra a különböző prompt mérési eljárások. Alkalmazásuk elsősorban akkor célszerű, ha a vizsgálandó komponensek klasszikus aktivációs módszerrel, azaz radioaktivációs úton nem mérhetők. Ilyen eset akkor fordul elő, ha a magreakcióban keletkező radioaktív izotópnak túl hosszú a felezési ideje (s így nagyon hosszú felaktiválásra lenne szükség), ha nagyon rövid a keletkező izotóp felezési ideje (azaz lebomlik, mire a besu-

gárhóhelyről a mérőhelyre jut), vagy ha a besugárzás következtében nem keletkezik γ -sugárzó izotóp.

A prompt módszer egyik nagy előnye, hogy azonos besugárzási fluxus esetén lényegesen nagyobb érzékenységu, mint a klasszikus radioaktivációs módszer (4). Hogy ennek ellenére jelenleg a legtöbb elemre a prompt módszer még nem versenyképes a radioaktivációs módszerrel, annak az az oka, hogy — lévén prompt mérési eljárás esetén a besugárzási és mérési idő egybeesik — a vizsgálandó minta reaktoros besugárzás esetén nem az aktív zónában, hanem a reaktor biológiai védelmén kívül, egy kollimált sugárnyalábban kerül besugárzásra, aminek következtében $10^4 - 10^6$ nagyságrendű fluxuscsökkenés lép fel az aktív zónában mérhető fluxushoz képest. Ezt a nagymérvű fluxuscsökkenést pedig a legtöbb esetben nem képes kompenzálni a prompt módszer nagyobb érzékenysége.

Hogy a prompt módszerek alkalmazhatóságának mégis igen komoly perspektívája van, az három okkal magyarázható. Az első az, hogy egyre több nagyfluxusú sugárforrás áll rendelkezésre, amelyek fluxusa bőven elegendő a prompt módszerrel végzendő, megkívánt pontosságú analízisekhez. A másik az, hogy az ún. tükrös neutronvezetők alkalmazása — ennek alapelve a termikus, tehát kis energiájú neutronok total-reflexiója — lehetőséget nyújt arra, hogy pl. a reaktor aktív zónájából a termikus neutronokat viszonylag kis fluxuscsökkenéssel kihozzuk a biológiai védelmen kívül, azaz a mérőhelyre. Ily módon, itt tehát nem érvényes az a törvény, mely szerint a fluxus a távolság négyzetével fordítottan arányos. Ilyen tükrös neutronvezetőket használnak pl. Grenoble-ban, a Laue-Langevin intézet reaktorán, vagy Dubnában, az IBR-2 elnevezésű, 4 MW teljesítményű impulzusüzemű reaktoron. A neutronvezetők alkalmazásának másik nagy előnye a nagymérvű γ háttér csökkenés. S végül a harmadik ok, az impulzusüzemű sugárforrásoknál az ún. repülési-idő technika (time-of flight technique) kihasználásának lehetősége, amellyel jelentős háttérscsökkentés érhető el. Miután pedig a mérési módszer érzékenységét alapvetően a hasznos/zavaró jel aránya határozza meg, az ily módon elérhető háttérscsökkentéssel viszonylag kisfluxus esetén is jó az érzékenység.

A következőkben két konkrét mérés (nitrogén- és bór meghatározás) kapcsán bemutatjuk a prompt neutronaktivációs mérőmódszer élelmiszer-kémiai jellegű vizsgálatokra történő felhasználhatóságát.

Nitrogén (fehérje)-tartalom mérés prompt (n, γ) reakcióval

Ismeretes, hogy az élelmiszer-kémiában a fehérjetartalom mérés döntő fontosságú, hisz élelmi anyagainknak talán leglényegesebb komponense a fehérje. Az utóbbi években a fehérjemeghatározás területén lényegében 2 fő irányban folytak a kutatások, részben a meghatározás automatizálása, részben pedig új, gyors módszerek kidolgozása irányában (5), (6). Az új, viszonylag gyors módszerek vagy az eredeti Kjeldahl-eljárás módosítására irányulnak, s azt meggyorsítják (7), (8), vagy pedig új, leggyakrabban spektrofotometriás mérésen alapuló vizsgálati eljárásról van szó (9), (10), (11), (12).

A fehérje-meghatározásra szolgáló kémiai analitikai módszerek roncsolásos eljárások. Újabbban azonban az élelmiszer-analitikán belül egyre kiterjedtebben alkalmaznak olyan fizikai ill. magfizikai elven alapuló mérési technikákat, amelyek az egyes komponensek roncsolásmentes meghatározását is lehetővé teszik. Ilyen roncsolásmentes mérésre nyújt lehetőséget pl. az ún. NIR (near infra-red) technikán alapuló optikai összetétel-analízis (13).

Roncsolásmentes fehérje (nitrogén)-meghatározást az aktivációs analízis is lehetővé tesz. A mérés alapelve az, hogy a nitrogéntartalmat a termikus neutronokra végbemenő

$$^{14}\text{N}/n, \gamma/^{15}\text{N}$$

magreakcióban a neutronbefogást követő prompt γ sugárzás mérésével határozzuk meg, a fehérjetartalmat pedig a nitrogéntartalomból számítjuk, hús esetében pl. 6,25-tel való szorzás útján.

Az 1. táblázat a neutronok energia szerinti csoportosítását, a 2. pedig néhány élelmiszer-kémiai szempontból fontos elem maximális prompt γ energiáját mutatja (14), (15). Megjegyezzük, hogy az aktivációs analitikában elsősorban a termikus tartomány használatos, a neutronenergia növekedésével ugyanis – általában – csökken a reakció neutronbefogási hatáskeresztmetszete, azaz a módszer érzékenysége. A termikus neutronok legvalószínűbb energiája egyébként 0,025 eV, s ez kb. 2170 m/s neutronsebességgel ekvivalens.

1. táblázat

A neutronok energia szerinti csoportosítása

Neutronok	Energiatartomány (eV)
Hideg neutronok	10^{-3}
Termikus neutronok	$10^{-3} - 0,5$
Epitermikus (rezonancia) neutronok	$0,5 - 10^5$
Gyors neutronok	$10^5 - 10^7$
Ültragyors neutronok	10^7

2. táblázat

Néhány élelmiszer-kémiai szempontból fontos elem legnagyobb prompt γ energiája

Elem	Maximális prompt	Energia (MeV)
N	10,83	
F	6,60	
Na	6,40	
Mg	9,28	
P	7,94	
S	8,64	
Cl	8,58	
K	7,77	
Ca	7,31	
Mn	7,27	
Co	7,49	
Cu	7,91	
Zn	9,12	
Mo	8,37	
Cd	9,04	
Sn	9,33	
I	6,74	
Hg	6,46	

A 2. táblázat alapján megállapítható, hogy a nitrogén kivételével valamennyi elem maximális prompt γ sugárzása 10 MeV-nél kisebb érték. Lévén a nitrogén esetében viszont 10,83 MeV a prompt γ sugárzás maximális energiája, e gamma vonal mérése nagyon érzékeny nitrogéntartalom mérést tesz lehetővé, hisz a zavaró γ háttér minimális.

Néhány éve a KFKI Kémiai Főosztályának aktivációs analitikával foglalkozó csoportja kezdett vizsgálatokat mezőgazdasági termékek (búza, kukorica) fehérjetartalmának prompt (n, γ)-reakcióval történő meghatározására (16), (17), (18), (19). Két mérőrendszert dolgoztak ki, az egyik – amely tetszőleges helyre telepíthető – neutronforrásként hordozható Pu – Be forrást alkalmaz, s mérésre egy NK-225 típusú spektrométerhez kapcsolt NaI(Tl) detektor szolgál. A másik rendszer a KFKI reaktorának

egyik vízszintes csatornájára van telepítve, s a mérőrendszer félvezető Ge(Li) detektorból sokcsatornás amplitúdóanalizátorból áll.

Ilyen prompt (n, γ) aktivációval határozta meg gabonák fehérjetartalmát Tiwari is (20), (21). Tiwari ^{241}Am – Be forrást használt, s a γ sugárzás regisztrálására NaI(Tl) detektorok szolgáltak, $10^6 \text{ n} \cdot \text{cm}^{-2} \text{ s}^{-1}$ fluxus esetén 100 g mintát 100 s ideig mérve a meghatározás standard deviációja mintegy 1%-nak adódott.

Bórmérés a prompt $^{10}\text{B}/n, \alpha/{}^7\text{Li}$ reakció alapján.

A bór a növényi szervezetek számára esszenciális mikroelem. Bórhány esetében jellegzetes tünetek lépnek fel, ilyen pl. a répa szívrothadása, gyümölcsökön barna, nektrotikus foltok jelentkezése. Az egyszikűek egyébként kevesebb bórt igényelnek, mint a kétszikűek.

Ugyanakkor egy adott koncentrációhatár felett a bór már toxikus hatású, s igen figyelemreméltó, hogy a szükséges bórellátottsági szint s a már toxikus határ közötti intervallum nem túl széles (22). A 3. táblázatban néhány növény fiziológiailag minimálisan szükséges bórkoncentrációja, valamint a már toxikus küszöbkoncentráció értéke látható (22), (23), (24). Magyarországon egyébként több helyen – pl. alföldi és badacsonyi szőlőültetvényeken – krónikus bórhány volt tapasztalható, s ezt csak bórtrágyázással lehetett megszüntetni (23).

3. táblázat

Az IBR – 30 impulzusüzemű reaktor reaktoros és gyorsító üzem módjára jellemző néhány paraméter

Jellemző paraméter	Reaktoros üzemmód	Gyorsító üzemmód
Átlagos teljesítmény (kW)	25	8
Frekvencia (s^{-1})	5	100
Vízmoderátor vastagság (cm)	9	4
Átlagos termikus neutronfluxus a 2. csatornán, 10 m-re az aktív zónától ($\text{n} \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$)	$\sim 10^7$	$\sim 10^7$
%-os neutronarány $E_n < 0,4 \text{ eV}$	38	11
$E_n < 0,4 - 400 \text{ eV}$	22	14
$E_n < 400 - 0,56 \cdot 10^6$	eV 23	29
$E_n < 0,56 \cdot 10^6 \text{ eV}$	17	46

Az emberi és állati szervezetek számára a bór toxikus, s az a bórkoncentráció, amit a növények még könnyedén elviselnek, emberen és állaton egyaránt súlyos, klinikai tünetekben is megnyilvánuló megbetegedést – bór-enteritisz – okozhat (25). Az a tény, hogy a bór a növények számára nélkülözhetetlen mikroelem, nagyobb koncentrációban azonban már fitotoxikus, s így a bórtrágyázást nagyon körültekintően, óvatosan kell végrehajtani, valamint, hogy emberre és állatra toxikus hatású, nagyszámú bóranalízist tesz szükségessé a talaj-növény-állat-ember biológiai lánc valamennyi elemében, s megköveteli érzékeny analitikai módszerek alkalmazását.

Bórvizsgálatra kiválóan alkalmas a prompt neutronaktiváció, ami roncsolásmentes mérést tesz lehetővé. A mérés a termikus neutronokra lejártszódo $^{10}\text{B}/n, \alpha/{}^7\text{Li}$ magreakción alapul, s a nagy érzékenységet a reakció extrém nagy neutronbefogási hatáskeresztmetszete ($\sigma \sim 3800$ barn) biztosítja. A természetes bórban egyébként 19,6%-os gyakorisággal fordul elő a ^{10}B izotóp.

A mérés során lényegében 2 lehetőség van a bórkoncentráció meghatározására. Vagy az (n, α) reakcióban keletkező α -részecskéket detektáljuk, vagy pedig γ -spektrometrián mérünk. Az (n, α) reakcióban ugyanis gerjesztett állapotú ${}^7\text{Li}$ mag keletkezik, amely úgy stabilizálódik, hogy 478 keV energiájú prompt γ fotónokat emittál.

Az ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK-ben korábban megjelent dolgozatunkban (26) már ismertettük a bórmérésre kidolgozott módszerünket, s beszámoltunk néhány növényi élelmiszer bórtartalmának vizsgálata során kapott eredményeinkről. Itt – az ismételések elkerülése céljából – csak néhány kiegészítést teszünk ezen prompt aktivációs módszer alkalmazhatóságát illetően.

A prompt aktiváció elvének ismertetésekor szó esett arról, hogy impulzusüzemű sugárforrások esetén lehetőség nyílik az ún. repülési-idő technika nyújtotta előnyök kihasználására, azaz a jelentős háttércsökkenés miatt jobb érzékenység érhető el. A repülési-idő technika alkalmazásának az az alapja, hogy a neutronok sebessége az energiájuktól függ. Az összefüggést az

$$E = \frac{5223}{\left| \frac{t^2}{L} \right|} \quad \text{képlet adja, ahol:}$$

E – neutronenergia (eV)

t – az időkapu ideje (μ s)

L – távolság az aktív zónától (m)

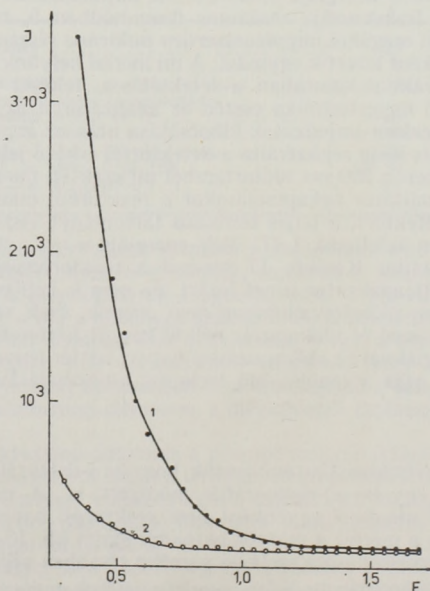
Mint említettük, a $^{10}\text{B}/\text{n}$, $\alpha/{}^7\text{Li}$ reakció termikus neutronokra játszódik le, amelyek legvalószínűbb energiája 0,025 eV. Az impulzusüzemű dubnai IBR–30 elnevezésű reaktor frekvenciája reaktoros üzemmódban 5, tehát másodpercenként 5-ször bocsát ki magából impulusszerűen nukleáris részecskéket, azaz az impulzusok 200 ms-onként követik egymást. A mi mérési helyünk kb. 16 m-re volt az aktív zónától. A vákuumkamrában α -detektálásos, felületi záróréteges Si(Au) detektort alkalmazó mérés technika esetén az analízátoron az időkaput úgy állítottuk be, hogy a reaktor-impulzusok kibocsátása után az analízátor 1 ms késleltetéssel indult, 16 ms ideig regisztrálta a detektorról érkező jeleket, s utána ismét lezárt. Így lényegében a 200 ms időtartamból mi csak 16 ms ideig detektáltuk a jeleket. Azaz az analízátor bekapcsolásakor a reaktorból érkező gyorsneutronok már elhagyták a detektort, a teljes termikus tartományt viszont az időkapu befogta, s a reakcióban keletkező, 1,471 MeV energiájú α -részecskéket gyakorlatilag hiánytalanul detektálta. Később, 17 ms-mal a reaktorimpulzusok kibocsátása után, az időkapuzott analízátor ismét lezárt, de nem is kell ezidőben detektálni, hisz hasznos jel ezen időintervallumban nem érkezik, csak zavaró háttérjel. Az 1. ábra az időkapuzással és időkapuzás nélkül kapott háttérrel mutatja. Látható, hogy alacsony energiáknál az időkapuzással kapott háttér lényegesen kisebb, mint időkapuzás nélkül, azaz a repülési-idő technika kihasználásával jelentős háttércsökkenés érhető el.

Előző közleményünkben (26) említettük, hogy az α -detektálásos bór meghatározásra kidolgoztunk egy (n, α)-radiográfiás módszert is. A mérési elrendezést a 2. ábra mutatja. E mérésnél egyébként nem reaktoros, hanem gyorsító üzem-módban mértünk, s a mérést a reaktor aktív zónájától kb. 10 m-re elhelyezett, a gyors neutronok termalizálására szolgáló paraffin tömbben végeztük.

Végezetül még hozzáfűzzük, hogy γ -spektrometriásan is végeztünk bór mérést. E méréseknél a reaktor aktív zónájától mintegy 16 m távolságra mértünk, s a vákuumkamrában történő, α -detektálásos módszerhez hasonlóan itt is kihasználtuk a repülési-idő technika alkalmazhatóságát. A prompt γ -sugárzást detektáló γ -spektrometriás mérési módszer során reaktoros üzemmódban mértünk, s a termikus: gyors neutronarány javítása céljából a neutronnyaláb útjába egy kb. 8 cm vastag Bi egykristály szűrőt helyeztünk. Az IBR–30 reaktor reaktoros és gyorsító üzem módjának néhány jellemző paraméterét a 3. táblázat, a bóranalízisre kidolgozott mérési módszerünk érzékenységét pedig az 4. táblázat mutatja.

A felületi záróréteges detektort alkalmazó, a radiográfiás és a prompt γ -spektrometriás mérés technika összehasonlítása 10 órás mérés esetén

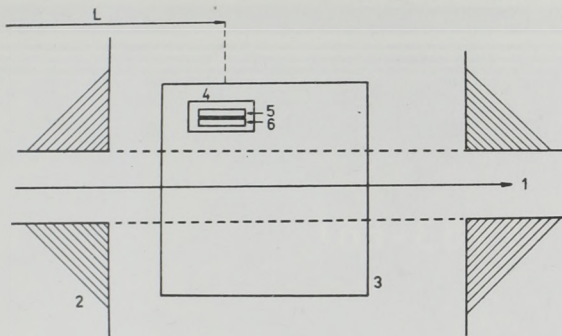
Vizsgálati módszer	Termikus neutronfluxus ($n \cdot cm^{-2}s^{-1}$)	A minta felülete, ill. tömege	Kimutatási határ szárazanyagra
α -detektálás vákuumkamrában felületi záróréteges Si/Au/detektorral	$(1-2) \cdot 10^6$	10 cm ²	~ 100 mg/kg
(n, α)-radiográfia	$\sim 10^7$	10 cm ²	$\sim 0,2$ mg/kg
prompt (n, γ) spektrometria	$5 \cdot 10^5 - 10^6$	1,0 g	~ 10 mg



1. ábra

Időkapuzás nélküli (1) és az impulzusüzemű IBR-30 reaktor adta lehetőségeket kihasználó, a repülési-idő technikát alkalmazó, időkapuzással (2) mért háttér vákuum-kamrában, Si(Au) detektorral mérve.

I – relatív intenzitás, E – energia (MeV)



2. ábra

Az (n, α)-radiográfiás bormérésre szolgáló berendezés vázlata.

1 — neutronnyaláb a reaktorból; 2 — kollimátor; 3 — paraffin tömb, a gyors neutronok lefékezésére, azaz termalizálására; 4 — a minta s a detektor elhelyezésére szolgáló, a paraffin tömbben vajt mélyedés; 5 — detektor (LR-115 jelű, Kodak gyártmányú, poliészter lemezre felvitt nitrátcellulóz nyomdetektor); 6 — minta; L — távolság a reaktor aktív zónájától.

I R O D A L O M

- (1) Szabó A., Bogács J., Gundorin A. N., Kovács Z.: 23, 224, 1977.
- (2) Szabó A., Bogács J., Mihályi É.: 25, 61, 1979.
- (3) Szabó S. A., Gundorin A. N.: (sajtó alatt)
- (4) Szabó E., Simonits A.: Aktivációs analízis. Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1973.
- (5) Lásztitly R.: Magyar Kémikusok Lapja, 28, 321, 1973.
- (6) Mihályi Gy.-én: Fehérjetartalom meghatározás automatizálással. Élelmészeti Ipar, 29, 200, 1975.
- (7) Montag A.: Gordian, 1974(6).
- (8) Lendvay Zs., Bányai É., Gimesi O., Pungor E.: Gabonaipar, 22, 138, 1975.
- (9) Toma S. I., Nakai S.: J. Food Sci., 36, 507, 1971.
- (10) Nagy J., Mihályi Gy.-né, Körmeny L.: Húsipar, 24, 170, 1974.
- (11) Gábor M.-né: ÉVIKE 24, 122, 1978.
- (12) Gábor E.: Acta Alim., 8, 157, 1979.
- (13) Rosenthal R. D.: Élelmészeti Ipar, 33, 371, 1979.
- (14) Szabó A., Gundorin A. N., Meister S.: Lebensmitt., Ind., 24, 299, 1977.
- (15) Rasmussen N. C., Hukai Y., Inouye T., Orphan V. J.: Thermal neutron capture gamma-ray spectra of the elements. Massachusetts Institute of Technology, Scientific Report No. 2., Jan. 1969.
- (16) Csöke A., Bakos L., András L.: Izotóptechnika, 17, 498, 1974.
- (17) András L., Bakos L., Csöke A.: In-beam neutron activation analysis for determining nitrogen content of agricultural protein carriers. KFKI-1977-94.
- (18) András L., Bálint A., Csöke A., Nagy Á. Z.: Selection of single grain seeds by $^{14}\text{N}/n$, $\gamma/^{15}\text{N}$ nuclear reaction for protein improvement. KFKI-1978-38.
- (19) András L., Bálint A., Csöke A., Nagy Á.: Növénytermelés, 28, 125, 1979.
- (20) Tiwari P. N.: Radiochem, Radioanal. Lett., 6, 363, 1971.
- (21) Tiwari P. N., Bergman R., Larsson B.: J. Appl. Rad. Isot., 22, 587, 1971.
- (22) Bowen J. E.: Of using enough, but not too much boron. Crops Soils Mag., Aug.-Sept., 12-14, 1977.
- (23) Mengel K.: A növények táplálkozása és anyagcseréje. Mezőgazdasági Kiadó, Budapest, 1976.
- (24) Pais I.: A mikrotápanyagok szerepe a mezőgazdaságban. Mezőgazd. Kiadó, Budapest, 1980.
- (25) Kozma A., Tölgyesi Gy.: Bot. Közl. 65. 29: 1978.
- (26) Szabó S. A.: ÉVIKE, 26, 251, 1980.

1983-tól

az

ÉVIKE

MAGAZIN-ja

**HÍRDETÉSEKET
KÖZÖL**

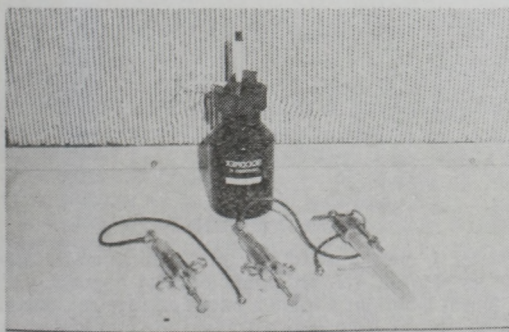
Néhány technikai eszköz alkalmazásának lehetősége mikrobiológiai laboratóriumokban

KÁNTOR DEZSŐ

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Debrecen

Érkezett: 1981. szeptember 10.

Közismert tény a mikrobiológiai laboratóriumokban dolgozók számára, az ott folyó munkaanyag, -eszköz igényessége. Különösen igaz ez bizonyos módszereknél pl. legvalószínűbb élőcsíraszám, azaz „Most probable number” (MPN)-meghatározása esetében. Egy jól begyakorlott rutinlaborban – havi szinten – több ezer kémcsőbe történő tápoldat leosztását, több száz, esetleg ezer pipetta mosását, csomagolását, sterilizését kell elvégezni. Ez eleve nagy eszközkészletek meglétét feltételezi, ugyanakkor a sterilizési tortúrák nagyon igénybe veszik eszközeinket. Sok a törés, csorbulás, balesetveszély, nő a pontatlanság. Ezekhez a gondokhoz járul még a létszám kérdés is és a gazdaságosságra való törekvés igénye. Mindezek együttesen készítettek bennünket arra, hogy próbáljunk magunkon segíteni és keressük azon eszközök alkalmazási lehetőségeit, ami idő és anyagmegtakarításhoz vezetnek, anélkül, hogy ez a pontosság rovására menne. Így vezettük be laboratóriumunkban néhány eszköz használatát, melyekről szerzett tapasztalatainkról számolunk be, és figyelmébe ajánljuk társintézeteinknek. (1. ábra)



Tápooldat beosztó eszközök

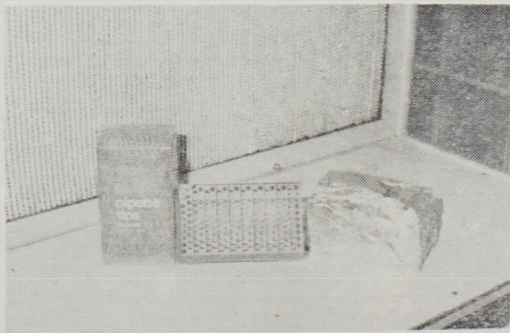
Oxford-pipettázó (SOXOREX DISPENSER – 10) Beszerezhető az OMKER-en keresztül. Beszerzési ára megközelítőleg 5000 Ft. Az adagoló szivattyú 10 cm³-ig beállítható. Korlátlanul kaphatók hozzá adagoló nélküli póttartályok. Kezelése könnyű, kényelmes, gyors. Dezinficiensekkel, nedves hővel sterilizálhatók. Tápooldatok, hígító oldatok leosztására alkalmazzuk.

Cornwall-fecskendő (BECTON, DICKINSON AND COMPANY, USA) Beszerezhető az OMKER-en keresztül. Ára ~ 4000 Ft. Többféle méretben kapható. Mi a 10 cm³ térfogatú változatát alkalmazzuk. Kezelése kényelmetlenebb az előzőnél, tisztántartása nehezebb. Hátrányait leszámítva jól használható tápooldatok, víz leosztására.

Horn-pipettázó

Szintén OMKER-től vásárolható, ára ~ 1100 Ft. Állítható dugattyújának felső határa 10 cm³. Kezelése gyakorlatot igényel. Sterilizése nedves hővel tökéletes. Állványra erősítve az egyik kéz felszabadul. A célnak megfelel.

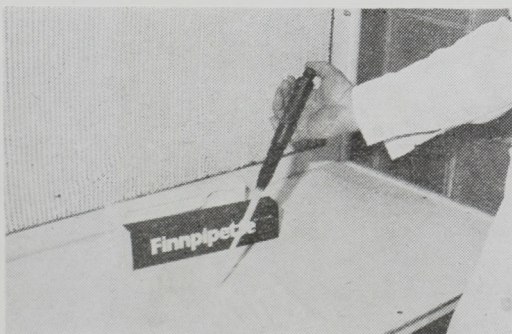
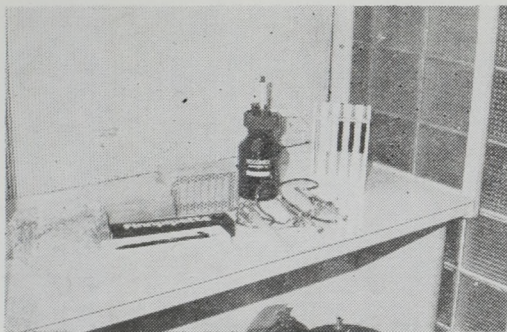
Ezen eszközök ismertetésének sorrendje egyben a rangsorolásukat is jelenti. (2. ábra)



Leoltó pipetták

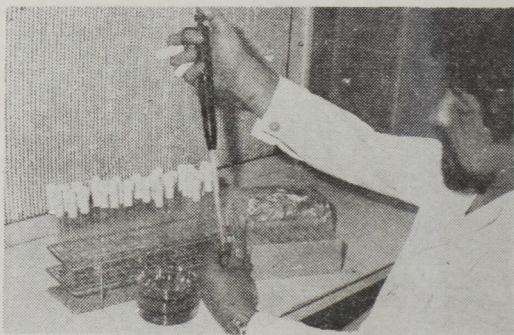
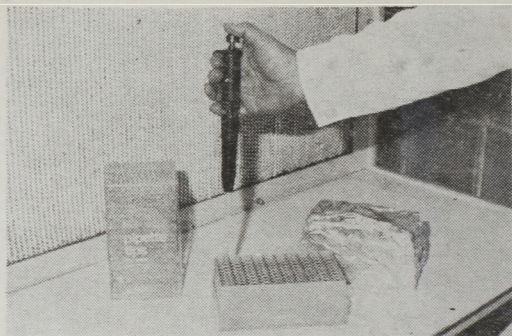
A bakterológiai 1 cm³-es osztott pipetták alkalmazása többféle. Van aki szájjal szívja fel az oldatot, van aki gumilabdacsot használ, vagy kis vákuum szivattyút stb. Rutin laborban a munka jellegétől függően az első kettő az elterjedt. Mindkettőnek vannak előnyei és hátrányai. Az első változat pontosabb, de a pipetta külön előkészítését igényli (vatta dugó védelem a szájvégeknél) és patogén mikrobákkal folyó munka esetén nem végezhető. A labdacsos technika sokkal gyorsabb, de pontatlanabb, nagy gyakorlatot igényel, viszont fertőző mikrobáknál is alkalmazható. Mind a kettőnél azonban figyelni kell a nívószint beállítására.

Az ismertetésre kerülő pipetták ezeket a hátrányokat kiküszöbölik, pontosságuk megfelelő, gyorsak és kényelmesek.



Finn-pipetta (FINNPIPETTE – 10) OMKER-től beszerezhető, ára: 3600 Ft. 5 cm³-es végtérfogatú, tűhegykivető nélküli változatát alkalmazzuk. A hozzá kapható tűk (műanyag hegyek) 1–5 cm³-es kivitelben (1,60–4,80 Ft/db) kerülnek forgalomba. Általunk használt típusok, Laptíp–2; Laptíp–3. A Finnpipettát 22 °C desztillált vízzel kalibráljuk be. Elérhető pontosság 5 μ l. A kalibrálás módszerét a mellékelt használati utasítás tartalmazza. Mi 1, 2 és 5 cm³-es térfogatok leoltására használjuk. Ahhoz, hogy a kémcsövekből történő hígításhoz és leoltáshoz is használható legyen (1–2 cm³ esetén) meg kell növelni a hegyhosszat. Az 5 cm³-es hegyet helyezzük a pipettába és a kúpos végét levágjuk annyira, hogy az erre csatlakozó 1–2 cm³-es hegyek légmentesen zárjanak. Így még a kémcső alján levő oldatok is biztonságosan felszívhatók. Az így összeállított alapkészlet a továbbiakban úgy használható, mint az MLA pipetta. A szerelt pipettát és a hegyeket a 3. ábra szemlélteti.

A használt hegyek könnyen tisztíthatók, moshatók és a szintén beszerezhető keretben tárolhatók. Sterilizhető 121 °C-on 15'-ig. Sterilezéskor a keretet alufóliába csomagoljuk, tartalma mérettől függően 100–200 db hegy. Lásd a 4. ábrát.



A Finnpipettával történő leoltás technikai kivitelezését az 5., 6. ábra mutatja be.

Az ismertetett Finnpipetta előnyei:

- különböző térfogatokra beállítható,
- adagolása, pontos,
- a hegyek jól sterilizálhatók, felfogatásuk, leolésük gyors, MLA hegyek is használhatók, kis helyen tárolhatók, olcsók, elhasználódásuk nem jelentős,
- a leoltás művelete gyors és kényelmes, nem kell figyelni a meniszkusz beállítására.

MLA-pipetta

Ez a pipetta típus kémiai laborokban már elterjedt. Számunkra az 100–500 μ l-es változata jó. Előnyei és használata ismertek. A hegyek kezelésére már a Finn-pipettánál leírtak vonatkoznak.

Ezúton kérünk elnézést azoktól, akik számára ezek az eszközök mikrobiológiai alkalmazhatóságuk ismertek voltak, de úgy gondoltuk, hogy hátha vannak olyan laboratóriumok, akiknek mégis csak tudtunk ötletet adni.

— Fogasztói
— tájékoztatást
— nyújt

1983-tól

az

ÉVIKE

MAGAZINJA

HAZAI LAPSZEMLE

Összeállította: Kacs Kovics Miklós

Tokai G., Tóth M., Cseh J.-né: Antikolinészteráz hatású inszekticidek mennyiségének változása az almasűrítő-mény-gyártás folyamán. Élelmezési Ipar. 35. 455, 1981.

Böllöni P.: Mérési hiba és mérési bizonytalanság. Szabványosítás. 33, 357, 1981.

Jakab L.-né: A zöldség-gyümölcs szabványok alkalmazásának problémái. Szabványosítás. 33, 381, 1981.

Rashed A. Musztafa, Buday F.: Hidegen tárolt nyers tejből izolált pszichotróf mikroorganizmusok identifikálása és anyagcsere-aktivitásának vizsgálata Tejipar. 30, 54, 1981.

Rashed A. Musztafa, Buday F.: A pszichotróf baktériumok hatása a tej oltós alvadására és hőstabilitására. Tejipar. 30, 57, 1981.

Csók J.: A hőkezelés és a tárolási hőmérséklet hatása az ömlesztett sajt barnulására, Tejipar. 30, 61, 1981.

Mihályi Gy.-né, Körmendy L., Rékasi K.-né: A FOSS-LET zsírmeghatározási eljárás értékelése. Húsipar. 30, 154, 1981.

Klein J.: Az 1981. évi kenyérgabona minőségéről. Sütőipar. 27, 121, 1981.

Tóth M., László E., Morvai J.: Sörlevek és sörök szénhidrát összetételének gyors meghatározása hagyományos folyadék kromatográfiával. Söripar. 28, 127, 1981.

Adel El Kady: Kukoricafehérjék vizsgálata II. A kukoricafehérjék makro frakciói. Gabonaipar. 28, 134, 1981.

Martin A.: INFRAPID 31 analízator alkalmazásának lehetőségei húslisztek vizsgálatára. Gabonaipar. 28, 138, 1981.

Molnár P., Vadadi K.: Korszerű pontozásos módszer alkalmazása a sütőipari termékek érzékszervi minősítéséhez. Szabványosítás. 34, 14, 1982.

Ravasz L.: A mennyiség, minőség, választék és a tájékoztatás az élelmiszer-ellátásban. Szabványosítás. 34, 24, 1982.

Ferenczi S., Kállay M., Bárdi Gy.: Boranalitikai körvizsgálatok értékelése. Borgazdaság. 29. 136, 1981.

Kállay M., Bajnóczy G., Nedelkovits J.: Magyar borok és pezsgők biogén-amin tartalmának vizsgálata különös tekintettel a hisztamin-koncentrációra. Borgazdaság. 29, 145, 1981.

Kállay M., Bárdi Gy.: Az antocianinvegyületek viselkedése hőhatással szemben. Borgazdaság 29, 154, 1981.

Perédi J., Kovács A.: A mágneses magrezonanciás módszer alkalmazásának vizsgálata olajmagok olajtartalmának meghatározásához. Olaj, Szappan, Kozmetika. 31, 5, 1982.

Chikány B.: A zsíradékok kristályosodási folyamatai és szerepük a margarintgyártásban II. Olaj, Szappan, Kozmetika. 31, 9, 1982.

Jáky M.: A napraforgóolaj zsírsavösszetételében a zsírsavegyedek arányainak változásai. Élelmezési Ipar. 36, 15, 1982.

Boldog F.-né: A sűrített paradicsom minőségjavításának lehetősége. Konzerv- és Paprikaipar. 29, 126, 1981.

Sulyok L. és mtsai: A Vanitrop előállításának vizsgálata. Olaj, Szappan, Kozmetika. 31. 28, 1982.

Lendvai J., Harkas T.-né, Dávid I.: Etefon hatóanyagú érésgyorsítók hatása

a fűszerpaprika-őrlemény minőségére. Konzerv- és Paprikaipar. 29, 135, 1981.

Kiss L.-né, Papy B., Forró E.: Konzervkészítményeken végzett kísérletek, a redoxpotenciál és a mikrobiológiai változások összefüggésének vizsgálatára. Konzerv- és Paprikaipar. 29, 139, 1981.

Vakány E.: Konzervdobozok zárásának ellenőrzéséből levonható tapasztalatok a Pápai Húskonbinátban. Konzerv- és Paprikaipar. 29, 145, 1981.

Kiss S.-né, Pogány I., Tóth I.: A PROGNOTAR gyorsdiagnosztikai táptalajok felhasználási lehetőségei a tartósítóiiparban. Konzerv- és Paprikaipar. 29, 154, 1981.

Kállay T., Gebri P.: A tárolt alma minőségellenőrzésének lehetőségei objektív mutatók alapján. Élelmészeti Ipar. 36, 65, 1982.

Kocsa Z., Ládi I.-né, Tóth K.: A komplex minőségsszabályozás vizsgálata. Élelmészeti Ipar. 36, 68, 1982.

Merész P., Hangyál K., Lásztity R.: A cukorrépa tárolás alatti változásainak vizsgálata. X. A polifenoloxidáz és pektinbontó enzimek aktivitásának alakulása. Cukoripar. 35, 24, 1982.

Vukov K.: A cukorgyári termékek invertcukor-tartalmának gyors meghatározása. Cukoripar. 35, 28, 1982.

Gyarmati L.: A tejtermékek minőségi értékelésének továbbfejlesztése. Szabványosítás. 34, 79, 1982.

Keserü J.: A különböző genotípusú szarvasmarhák húsmínőségét befolyásoló tényezők. Húsipar. 31, 49, 1982.

Farhad K. Mustafa: Érésgyorsító szer (CEPA) hatása a Virginia 76 dohány néhány fizikai és technológiai jellemzőjére. Dohányipar. 29, 58, 1982.

Hamza J.-né, Nagy S.-né, Szigeti K.-né: Fontosabb hazai dohányfajták égési tulajdonságai és füstösszetétele. Dohányipar. 29, 63, 1982.

Babella Gy., Unger A.: A magyartarka, a holstein-fríz és a keresztezésük-ből származó F₂ állományok tejének vizsgálata. I. A tej makroösszetétele. Tejipar. 31, 26, 1982.

Perczelné Zalai M.: Paradicsomzúzálek minősítése diszkriminancia-analízissel. Szabványosítás. 34, 200, 1982.

Kaffka K., és mtsai: Gyors, roncsolásmentes, műszeres élelmiszer-minősítési módszerek. Élelmészeti Ipar. 36, 201, 1982.

Moór J.: A tésztakonzisztencia mérése II. A tésztakonzisztencia üzemi ellenőrzésére alkalmas vizsgálati módszer kidolgozása, Sütőipar. 29, 42, 1982.

Kóta B.: Szemes kukoricák vízleadóképességének vizsgálata. Gabonaipar. 29, 41, 1982.

Szilli M., Pozsonyi F.-né: A sütőipari termékek mikrobiológiai állapota. Sütőipar. 29, 49, 1982.

Perédi J., Kornainé Szungyi M., Jerének M.: Sertésszár – hidrogénezett repceszíradék-elegyek, valamint pálmaolaj és kókuszszár véletlenszerű átészterezési lehetőségeinek vizsgálata. Olaj, Szappan, Kosmetika. 31, 70, 1982.

Órsi F., Lásztity R., Tóth I.: Az intenzív folyadékkromatográfia élelmiszertudományi alkalmazása. Élelmészeti Ipar. 36, 262, 1982.

Főzy I.-né, Horváth É., Polacsekzné Rácz M.: Hazai gyártású diabetikus csokoládé cukorösszetételének vizsgálata enzimes analitikai módszerekkel. Édesipar. 33, 75, 1982.

Ásvány Á.: Megjegyzések a borok glükóz-fruktóz arányáról. Borgazdaság. 30, 52, 1982.

Ferenczi S., Érczhegyi L.: Újabb bentonit-vizsgálatok. Borgazdaság. 30, 56, 1982.

Módos P.: A biológia almasavbomlás jelentősége a magyar minőségi vörös borok előállításában. Borgazdaság. 30, 60, 1982.

Séllyei G.: Marketing-tevékenység a borexportban. Borgazdaság. 30, 64, 1982.

Tóth Gy.: Hazai mustok, borok nitrógentartalmú anyagainak és fehérjeösszetételének jellemzése. Borgazdaság. 30, 65, 1982.

Ferenczi S., Kállay M., Bárdi Gy.: Vizsgálati módszer borászati aktívszerek minősítésére, Borgazdaság. 30, 74, 1982.

Ganter I., Kolozsvári J.: Élelmiszerek lehűtési folyamatainak energetikai vizsgálata. Hűtőipar. 31, 1, 1982.

* Sebők A., Schlotter Gy.-né: A burgo-nyapehely objektív minősítése. Hűtőipar. 31, 18, 1982.

Schäffer B., Vass A., Schmidt P.: A homogénezés hatása a tejzsír reszorpciójára. Tejipar. 31. 20, 1982.

Vukov K.: Nagy vízakaktivitású növényi élelmiszerek hőterhelésének néhány kérdése. Élelmezési Ipar. 36, 82, 1982.

Holló J., Donáth-Jobbágy A., Frank L.: Gázkromatográfiás – alakfelismerési módszer a minőség stabilitás vizsgálatában. Szeszipar. 30, 17, 1982.

Moór J.: A téstakonzisztencia mérése. I. A téstakonzisztencia értékét befolyásoló tényezők vizsgálata. Sütőipar. 29, 9, 1982.

Somogyi L., Varsányi I.: Sütőipari termékek minőségmegőrzési idejének megállapítására végzett vizsgálatok. Sütőipar. 29, 12, 1982.

Urbán A., György T.: Új szűrőperlitiek bortechnológiai vizsgálata. Borgazdaság. 30, 17, 1982.

Varga L., Gergely A., Morava E.: Egyes növényi élelmiszerek D-vitamin-tartalma. Élelmezési Ipar. 36, 142, 1982.

* Cservenák E.: A nyerstej eltarthatósági idejében jelentkező különbség a savfok, a coliform és összcsíraszám alapján. Élelmezési Ipar. 36, 157, 1982.

Farhad K. Mustafa: Fejlődésszabályozó szer (a CEPA) hatása a Virginia dohány néhány kémiai összetevőjének dinamikus változására. Dohányipar. 29, 23, 1982.

Főzy I.-né: Édesipari termékek kaokaóanyag tartalmának meghatározására szolgáló vizsgálati módszer. Édesipar. 33, 44, 1982.

Helbert, J. R.: A sör kalóriaértéke. Söripar. 29, 4, 1982.

Kurucz É., Lukács P., Horváth J.: Az 1980. évi napraforgó-árumag olajtartalom szerinti minősítésének tapasztalatai. Olaj, Szappan, Kozmetika. 31, 34, 1982.

Chikány B.: A zsiradékok kristályosodási folyamatai és szerepük a margaringyártásban. Olaj, Szappan, Kozmetika. 31, 52, 1982.

Hadnagy A.: Dinamikus színmérési módszer IV. MOMCOLOR-DC színmérő Olaj, Szappan, Kozmetika. 31, 31, 1982.

Halmi Gy.-né: A forgalomban levő teák minősége az új szabványok tükrében. Szabványosítás. 34, 154, 1982.

Pallagi A.-né: Búzafehérjék vizsgálata pásztázó elektronmikroszkóppal. Élelmezési Ipar. 36, 190, 1982.

Baracs J.: Az 1980-ban termesztett búzafajták értékelése, különös tekintettel sütőipari tulajdonságaikra. Pécsi Műszaki Szemle. 26, 1, 1981.

1983-tól
hírdessen
az
ÉVIKE

„Magazin”-jában!

Kellemes

Karácsonyi

Ünnepeket

Kíván

az Élelmiszervizsgálati Közlemények

szerkesztősége

CONTENTS

<i>Bata, Á., Ványi, A. and László, R.: Mycotoxin investigations in foods. V. Parallel detection of some fusariotoxins by capillary gas chromatography</i>	189
<i>Molnár, I.: Determination of low protein contents in wines on the basis of their copper content bound by means of the biuret reaction</i>	195
<i>Rédei, E.: Changes in the content of chlorophyll and aminoacids of Hungarian tobaccos during their drying</i>	201
<i>Kántor, D. et al.: Investigations for the comparison of culture media serving for the determination of the number of yeasts and lactic acid bacteria in beers</i>	207
<i>Zenén, E. Vidaud Candebat and Miguel C. Garcia Roché: A thin-layer chromatographic method for the specific detection of benzoic acid</i>	213
<i>Szabó, S. A. and Szórád, L.: Results of researches in the field of food industry, I–II. Results carried out in the framework of the government level program K–11 handed over or to be handed over to the practice</i>	219
<i>Szabó, S. A. and Szasin, L. I.: Activation analysis in the analysis of foods, IV</i>	227
<i>Kántor, D.: Possibility of the application of some technical devices in microbiological laboratories</i>	235

Tájékoztató Olvasóinkhoz és Munkatársainkhoz !

Az Élelmiszervizsgálati Közlemények hat füzetben jelenik meg évenként egy kötetben.

A folyóirat az alábbi tárgykörökbe tartozó cikkeket közöl:

- I. Általános, közérdeklődésre számot tartó cikkek (élelmiszerek minőségére – higiéniájára – szabványosítására vonatkozó dolgozatok, összefoglaló vagy beszámoló ismertetések stb.).

II. Eredeti dolgozatok

A szerzők önálló vizsgálatain, kutatásain alapuló közlemények; élelmiszerek kémiai, fiziko-kémiai, műszeres, mikrobiológiai, radiológiai, higiéniai vizsgálataira vonatkozóan.

III. Rövid gyakorlati közlemények, vagy összehasonlító-értékelő dolgozatok

A lapszemle keretében magyar folyóiratokban megjelent dolgozatok címjegyzékét és külföldi folyóiratok kivonatait ismerteti.

A közlemények tartalmáért a szerzők felelősek. A közleményeket tömören kell megfogalmazni. A kéziratokat gépirással 1,5-es sorközzel, 4–5 cm margóval, a lapnak csak egyik oldalára írva kell beküldeni. A szakkifejezéseket, vegyületneveket fonetikusán kell írni. Az irodalmi utalásoknál a szerzők vezetéknévét és keresztnévének kezdőbetűit, továbbá a mű címét, kiadásának helyét és idejét, illetve a folyóirat kötet-, oldal- és évszámát kell feltüntetni a dolgozatok végén. A kézírathoz csatolni kell a munka magyar nyelvű rövid összefoglalását 3 példányban.

Kéziratokat a szerkesztőség nem ad vissza. A kefelevonatokat a margón kijavítva azonnal vissza kell küldeni. Az esetleges ábrák levonatát a kefelevonat szélére kell ragasztani a megfelelő helyen és ellenőrizni kell azok számozását és aláírását.

Önálló közleményekből a szerzők kívánságára 50 db különlenyomatot adunk

Kéziratokat és kefelevonatokat a szerkesztő címére kell küldeni: *dr. Kottász József*, 1052 Budapest Városház u. 9–11.

a szerkesztő bizottság

Szerkesztő: dr. Kottász József
Szerkesztőség: 1052 Budapest V., Városház u. 9–11.
Felelős kiadó: Siklósi Norbert – Kiadja a Lapkiadó Vállalat
Budapest VII., Lenin körút 9–11.
MÉM Élelmiszerezellenőrző és Vegyvizsgáló Központ, bev. szla. Budapest
232–90105–9728. sz. csekkzámlára,
Előfizetési díj: 1 évre 300,– Ft
Külföldön terjeszti a Kultúra Külkereskedelmi Vállalat
H–1389 Budapest, Postafiók 141
82.829: Állami Nyomda, Budapest
Felelős vezető: Mihalek Sándor Igazgató
