

Fagylaltvizsgálati módszerek

V. rész

Fagylaltok (fagylaltporok) zsirtartalmának gyors meghatározása

KOTTÁSZ JÓZSEF

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Az élelmiszerek zsirtartalmának meghatározására számos módszer ismeretes. Leggyakrabban használatos a *Soxhlet*-, a *Schmid—Bondzynski*-, a *Weibull—Stoldt*- és a *Röse—Gottlieb*-féle módszer. Ezen eljárások pontosan ugyan, de hosszadalmasak; ezért alakult ki — különösen üzemi gyakorlatban — a zsirtartalom gyors, acidobutirométeres meghatározása. A használatos butirométerek (Gerber, van Gulik, Köhler) gyakorlatilag kielégítő pontosságú eredményeket adnak. Az acidobutirométeres eljárás sajnálatos hibája, hogy szénhidrogéntartalmú élelmiszereknél nem használható, mert a kénsav hatására a szénhidrát (keményítő, cukor) elszenesedik, az oldat átlátszatlan fekete színt ölt, sőt zsírréteg sem válik ki, illetőleg nem olvasható le. Ez a körülmény akadályozza, illetve teszi lehetetlenné a fagylaltok (fagylaltporok) acidobutirometrikus zsirtartalom meghatározását. A kénsavkoncentráció csökkentése (fs. 1,250, vagy még hígabb) néha eredményes vizsgálatot okoz, máskor azonban mégis elszenesedés következik be, vagy túl nagy hígítás esetén a kénsav roncsoló hatása nem érvényesül, s a meghatározás ezért hiúsul meg. Kétségtelen tehát, hogy a fagylaltok (fagylaltporok) zsirtartalmának kénsavval történő acidobutirométeres meghatározása bizonytalan, s csak tájékoztató eredményeket adhat (1).

A kénsav ezen szenesítő hatásának kiküszöbölésére célszerűnek látszott fagylaltok (fagylaltporok) zsirtartalmának meghatározására az irodalomban Neusal oldat elnevezéssel ismeretes oldat használata (2).

Schultz és munkatársai (3) cukrozott készítmények zsirtartalmának meghatározására Gerber-féle butirométert és Neusal oldatot használnak. P. Demont (4) célszerűbbnek találja a van Gulik-féle butirométer használatát. Ezen szerzők tejpor, sűrített tej, fagylalt,

csokoládé és kakaó zsirtartalmának meghatározására használták a módszert. A fagylaltrendeletek általában azonban a tejfagylaltokat nem tojássárgája felhasználásával készítik (mint Magyarországon), s így ezen alapfagylaltok zsiradékja a tejszíron kívül egyéb zsiradékot (pl. tojássárgájából eredőt) nem tartalmaz (l. német fagylaltrendelet : 5)

Lindner és Nagy készételek (levesek, főzelekek és száraz tészta — makaróni) zsirtartalmát határozták meg (6).

Mіндеzen élelmiszerek tojássárgája felhasználása nélkül, vagy csak igen csekély mértékű felhasználásával készültek. Az MNOSZ 9442 „Tejfagylalt” és MNOSZ 20644 „Tejfagylaltpor) szabványok azonban 6 db tojássárgájának felhasználását írják elő. Ez azt jelenti, hogy a fagylalt zsirtartalmának mintegy 50%-át a tojássárgájából eredő zsiradék teszi ki (7). Vizsgálat tárgyává kellett tehát tenni, hogy a tojássárgájából eredő egyéb zsírolható anyagok (lipidok stb.) nem hűsítják-e meg a fenti módszert, vagy nem torzítják-e el a nyert eredményeket. Összehasonlító vizsgálatokat végeztünk tehát a Röse—Gottlieb-féle módszer és a Neusal oldatos módszer között. A végzett kísérletekből a következő megállapításokat vontuk le :

1. A tejfagylaltok, különösen azonban a tejfagylaltporok kén-savval történő roncsoláskor elszeszenednek.

2. Neusal oldat használatakor a zsirtartalom nagyrésze különválnak ugyan, de a fagylaltban (fagylaltporban) levő, főként a tojástartalomtól eredő egyéb anyagok nem roncsolódnak el, csapadék alakjában kiválnak, a centrifugálás után rendszerint a butirométer alsó részében gyűlnek össze. Ezen csapadék a zsirtartalom egy részét inkludálhatja, s így hibás eredményekre vezethet. Különösen gyakran fellép ez a jelenség a fagylaltpor vizsgálatoknál, hol a gyártástechnológia folyamán a tejpor, de még inkább a tojássárgája denaturálódhat (8, 9), s ekkor oldatba vitele már nem lehetséges.

3. Ha az előzőekben ismertetett zsirtartalom-inkluzió elkerülésére a butirométerben levő oldat fajsúlyát növeljük (tömény K_2SO_4 -oldattal töltjük fel a butirométert desztillált víz helyett), akkor a voluminózus csapadék centrifugálás után a butirométer nyakrészén gyűlik össze.

4. A butirométer alsó nyílásában levő gumidugó óvatos meg-lazításával az oldat tisztája leengedhető. Még tökéletesebben végrehajtható ez a művelet akkor, ha a dugó egy vékony csőbe forrasztott üvegszűrővel van ellátva, melynek segítségével az oldat tisztáját kényelmesen leszívhatjuk és Neusal oldattal ismét feltöltjük a butirométert. Ekkor centrifugálás után a zsirtartalom rendszerint már élesen elválik és leolvasható.

Az összehasonlító vizsgálatok számadatait az 1 táblázat szemlélteti :

A fagylalt (fagylaltpor) minősége	Zsirtartalom			
	g/liter		%	
	Neusal	Röse Gottlieb	Neusal	Röse Gottlieb
Tejszínes fagylalt (tojássárgája nélkül) (MNOSZ 19641)	60,5	60,1		
Vanília-fagylalt (MNOSZ 9442)	46,4	47,0		
Vanília-fagylaltpor (MNOSZ 20644)			11,9	12,4
Csokoládé-fagylaltpor (MNOSZ 20644)			12,3	12,5
Vanília-fagylaltpor (tojássárgája nélkül) (belga gyártmány)			13,2	13,1

A vizsgálatot az alábbi módszer szerint végezzük :

Van Gulik-féle butirométerbe mérünk 2,65 g (2,5 ml) jól felkevert, (homogenizált) fagylaltkeveréket ; hozzáadunk 12 ml Neusal oldatot, majd a gumidugókkal történő elzárás után erőlesen össze-rázzuk. 65–70 C°-os vízfürdőbe tesszük, mintegy 10 percig, onnan kivéve kevés desztillált vizet adunk hozzá (hogy a várható zsirtartalom a butirométer skáláján leolvasható legyen), majd a gumidugókat jól lezárva, melegen, mintegy 1500-as fordulatszámmal 5 percig centrifugáljuk. Ha a centrifugálás után a zsirtartalom közvetlenül nem olvasható le (a fentiekben ismertetett voluminózus csapadék kiválása esetén), úgy az oldat tisztáját az alsó gumidugó óvatos meglazításával leengedjük, vagy az alábbi módosított van Gulik-féle butirométerben leszívátjuk, majd a butirométert ismét feltöltjük és 65–70 C°-os vízfürdőbe téve az előbbieket megismételve járunk el.

Minden vizsgálatnál két párhuzamos mérést végzünk, s az eredmények középértékét tekintjük eredményül.

Fagylaltpor vizsgálata esetén a fagylaltport 10 ml telített K₂SO₄ oldatban oldjuk, melegítéssel (65–70°-os vízfürdő) elősegítve az anyag oldatba vitelét.

A Neusal oldat készítése :

100 g nátriumszalicilátot és 100 g trinátriumcitrátot melegítés közben 480 ml desztillált vízben oldunk. Kihülés után 172 ml izobutyl alkoholt és 750 ml desztillált vizet adunk hozzá. Az oldatot 0,2 g metilénkéssel megfestjük.

Megjegyezzük, hogy további kísérleteket folytatunk a Lindner és Nagy (6) által már említettekre vonatkozólag, vagyis az izobutyl alkohollal más oldószerrel (n. butylalkohol, amilalkohol stb.) történő helyettesítésére.

A van Gulik féle butirometer módosítása

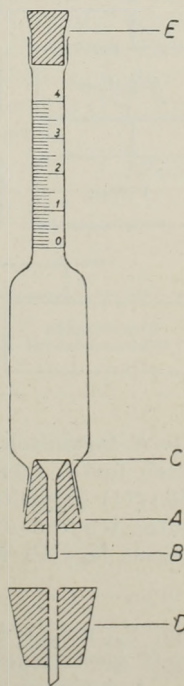
A tejtermékek zsirtartalmának meghatározására igen alkalmas és gyors módszer a van Gulik-féle acidobutirometrikus módszer. Az anyag elroncsolására kénsavat használunk. Töményebb kénsav az anyagot könnyen „elégeti”, a szilárd szénrészecskék a skálán történő leolvasást megghiúsítják, higabb kénsav viszont nem roncsolja el teljesen az anyagot, s így az ismeretes vízfürdön történő melegítés és centrifugálás esetleges többszöri megismétlése sem vezet eredményre.

Ugyancsak ezen utóbbihoz hasonló nehézség léphet fel akkor is, ha kénsav helyett a fenti Neusal oldatot használjuk, pl. cukortartalmú tejes készítmények, fagylaltok stb. zsirtartalmának butirometrikus meghatározásánál (l. fent).

Az eredeti van Gulik-féle butirométer alább leírt módosított formája lehetőséget nyújt ezen nehézségek kiküszöbölésére. A butirométert az 1. ábra szemlélteti. A kifűrt gumidugóba illeszkedik egy üvegszűrő (pl. G 3 jelzésű) tölcészerű végződése (B) oly módon, hogy a szűrőlap felső szegélye (C) a gumidugó felső peremével mintegy egymagasságban van (1. ábra). B egy kicsiny gumidugó segítségével elzárható. D egy nagyobb átmérőjű kifűrt gumidugó, mely egy szívópalack nyakába illik. E a butirométer felső nyílásába illő gumidugó.

A butirométert a következőképpen használjuk:

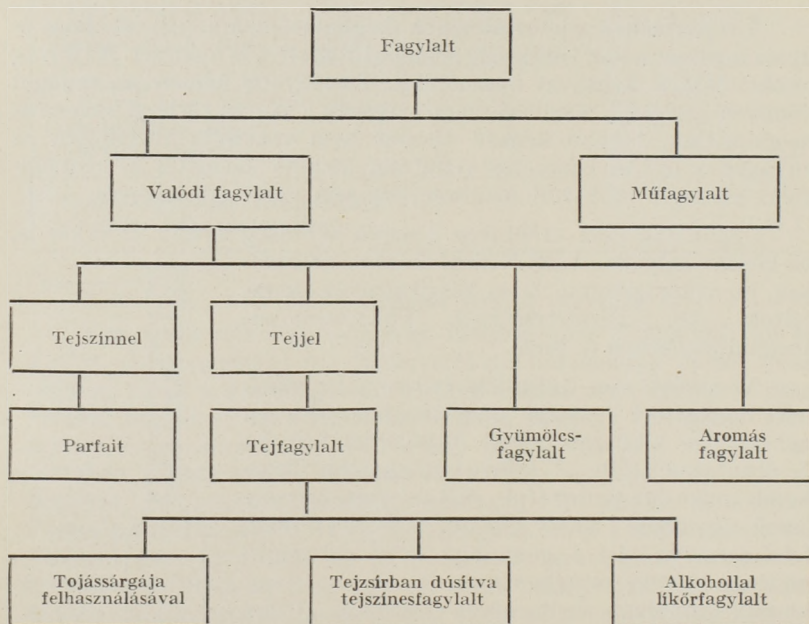
Ha a centrifugálás, illetve a vízfürdön való állás után a zsirrteget nem tudjuk leolvasni, úgy E eltávolítása után az oldat tisztáját szivattyúval D dugóval elzárt szívópalackba szivattyuk. A butirométert ismét feltöltjük, s a már ismeretes módon meghatározzuk, illetve leolvasuk a zsirtartalmat.



1. ábra

Fagylaltok savainak identifikációja

A gyümölcsfagylaltok valódi gyümölcsanyag (velő, lé) felhasználásával, az aromás (aromatizált) fagylaltok ún. jelleg nélküli gyümölccsel (alma, szilva, ringló, egres) és aromatizáló anyaggal (eszencia), a műfagylaltok pedig csak pusztán eszenciával, gyümölcsanyag felhasználása nélkül készülnek (l. 2. ábra).



2. ábra

A fagylaltok savtartalma, illetőleg annak meghatározása különösen fontos szerepet játszik a gyümölcs-(10) és aromás- (aromatizált) (11) fagylaltok esetében. Ugyanis a frissítő hatás megítélésénél fontos tényező az ún. összes savtartalom (S), mely a gyümölcs- és aromás fagylaltoknál két komponensből tevődik össze :

$$S = S_{gy} + S_m,$$

ahol S_{gy} magából a gyümölcsanyagból, S_m pedig az esetleg hozzáadott mesterséges anyagból eredő savtartalom.

A kedvező érzékszervi hatás elérése céljából szükséges egyes gyümölcsfélésegeknél a hiányzó savtartalom esetleges pótlása, amit mesterséges savak (borkősav, citromsav) hozzáadásával érnek el.

Megjegyezzük, hogy ezen savtartalom pótlás csak savszegény gyümölcsök felhasználása esetében van engedélyezve (citrom esetében pl. tilos).

A savtartalom számos esetben elbírálási lehetőséget ad a felhasznált gyümölcsanyag mennyiségére nézve (12, 13).

Az összes savtartalom meghatározása $n/10$ lúggal való titrálással történik, sötét színű fagyaltoknál esetleg lumineszcenz analízissel (14).

Azonos sav-, cukor- stb. koncentráció esetén a gyümölcs-, aromás- és műfagyaltokat érzékszervileg egymástól nem lehet megkülönböztetni, élvezeti értéktartalom szempontjából nincs közöttük különbség. Jelentős különbség van azonban biológiai értéktartalom pl. vitamin tartalom szempontjából, mert míg az előbbieket a felhasznált gyümölcslé mennyiségétől függően vitamintartalmúak, addig a műfagyaltok nem tartalmaznak vitamint.

Különösen nem lehet érzékszervileg megkülönböztetni ezen fagyaltféléseket, ha a fagyaltot tej (tejszín), vagy kocsonyásító (sűrítő) anyag megfelelő mértékben történő felhasználásával dúsították. Ekkor nem lehetséges a hamutartalom alapján történő elbírálás sem, mert a tej hamuértéke a vizsgálati eredményt teljesen eltorzítja (15). Ezen esetekben van fontos jelentősége S_{gy} indentifikálásának.

2. táblázat

Gyümölcs faja	D o m i n á n s s a v	
	Citromsav	Almasav
Citrom	+	
Narancs	+	
Grape-fruit	+	
Málna, eper	+	
Meggy, cseresznye	+	
Egres	+	+
Ribizli	+	
Alma, körte		+
Szilva, ringló	+	

A fagyaltkészítésre leggyakrabban felhasznált gyümölcsök savtartalmának domináns sava a citromsav, vagy almasav (l. 2. táblázat).

Minden valódi gyümölcs- vagy aromás fagyaltnak tehát vagy citromsavat, vagy almasavat, vagy mindkét savat kell tartalmaznia. Ezen savak hiányában a fagyalt műfagyaltnak tekintendő.

A citrom-, narancs- és grape fruit gyümölcsök savtartalma gyakorlatilag tisztán citromsavból áll. Amennyiben idegen savat (borkósav, almasav) tartalmaz a fagyalt, úgy ez arra mutat, hogy vagy kevés citromlevet (narancs-, vagy grape fruit levét) használtak fel a gyártásnál, s így a savtartalmat mesterségesen, idegen sav (pl. borkósav) hozzáadásával fokozták, vagy pedig a fagyalt idegen gyümölcslé (pl. almalé) felhasználásával készült.

Az identifikációnak tehát a citromsav, almasav és az S_m -ként esetleg felhasznált borkósav kimutatására kell kiterjednie.

A borkósav kimutatására igen alkalmas a Kajdacs-féle eljárás (16), mely a következő :

A vizsgálatához szükséges kémszerek :

I. kémszer. 100 ml tömény, vegytiszta kénsavban (fs. : 1,84) feloldunk 1 g difenilamint és óvatosan (hűtés közben) 200 ml desztillált vízbe csurgatjuk ; miután az oldat szobahőmérsékletre hűlt le, feltöltjük 300 ml-re.

II. kémszer. 6%-os káliumbikromát ($K_2Cr_2O_7$) oldat.

A vizsgálandó folyékony fagyaltot redős szűrőn szűrjük. Ha a fagyalt nehezen szűrődik (pl. magas cukortartalom esetén), úgy 1 : 1 arányban desztillált vízzel hígítjuk. A szüredékből mintegy 10 ml-t kémesőbe öntünk és hozzá pipettázunk 1 ml I. kémszert, majd a II. kémszerből 0,1 ml-t ; összerázzuk a folyadékot ; ha az oldat felszínén azonnal, vagy 1—1½ percen belül zöld rázási hab képződik s közben maga az oldat is „piszkoszöld-füszöld” színűre változik, a vizsgálandó fagyalt borkósavat tartalmaz.

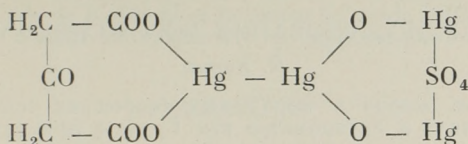
Citromsav, almasav, hangyasav, ecetsav, tejsav, alkohol stb. a reakciót nem zavarják. A reakció nem specifikus. Hosszabb idő eltelte után egyéb savak (pl. citromsav) is adják. A kromátionok színváltozásán, illetve a reakció közben fellépő oxidáció sebességén alapuló reakció mechanizmusa tisztázva még nincs.

Érzékenységi határ 0,02% borkósav.

A citromsav kimutatása legcélszerűbben a Denigés-féle módszerrel történhetik :

Ha a fenti módon megszürt oldathoz mintegy $\frac{1}{20}$ -ad térfogatnyi Denigés reagenst adunk, forrásig hevítjük, majd néhány csepp 0,1 n káliumpermanganát oldatot csepegtetünk hozzá, fehér kristályos csapadék keletkezik. A csapadék a citromsavból oxidáció folytán kelet-

kező acetondikarbonsavnak a bázisos higany (II) szulfáttal alkotott kettős sója



Érzékenységi határ 0,05% citromsav.

A reakció nem specifikus. Egyéb savak (pl. almasav) is adják. A kimosott csapadék nátriumklorid oldatban oldódik, miközben HgCl_2 -ra és acetondikarbonsavra bomlik.

A Denigés reagens készítése: 6 g HgO -ot 100 ml víz és 20 ml tömény kénsav elegyében oldunk.

Az almasav identifikációját fluoreszcenc analízissel hajtjuk végre (17).

Az almasav kevés β -naftolt tartalmazó tömény kénsavval történő melegítésekor sárgás színeződés és ultraiobolya fényben kék fluoreszcencia lép fel. A reakciót citromsav, borkósav, benzoésav, szalicilsav, ecetsav és hangyasav nem zavarják. Fagylaltvizsgálatok esetén azonban zavart okoz a tömény kénsavas közeg miatt a fagylalt cukortartalma (karamellizálódás) és a gyümölcanyagból eredő esetleges extraktanyagok (növényi szövetelemek). Célszerű tehát a fenti Denigés reakció kapcsán kivált csapadékot szűrőre gyűjteni, kimosni, majd 10%-os nátriumklorid oldattal feloldani és leszűrni. Az így nyert kristálytiszta oldatból a következőképpen mutatjuk ki az almasavat:

1,5 ml tömény kénsavas β -naftol oldathoz (0,0025 g β -naftol 100 ml 96%-os kénsavas, frissen készített oldata) néhány cseppet adunk a vizsgálandó oldatból, majd vízfürdön enyhén melegítjük. Almasav jelenlétében a fenti sárga színeződés és ultraiobolya fényben kék fluoreszcencia lép fel.

A reakció mechanizmusa még nem ismeretes.

Érzékenységi határ 10 γ almasav.

ÖSSZEFOGLALÁS

Fagylaltok (fagylaltporok) zsirtartalmát meghatározhatjuk a van Gulik-féle butirométerben Neusal oldat felhasználásával. Az elroncsolás biztos keresztülvitele céljából a szerző a butirométert egy üveg-szűrő betéttel módosította.

Gyümölcsfagylaltok savtartalmának gyors identifikációjára szerző a következő eljárást javasolja: a borkósavtartalmat Kajdacsí eljárás-

sal, a citromsavtartalmat Deniges módszerével, az almasavtartalmat pedig kénsavas közegben β -naftollal ultraibolya fényben mutatjuk ki.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МОРОЖЕНОГО V. ЧАСТЬ

И. Комас

Содержание жиров в мороженых (порошках мороженого) возможно определить в бутирометре ван Гулик-а при помощи реагента Неузал-а.

Для обеспечения полноты реакции, автор применил в бутирометре стеклянный фильтр.

Для качественного определения вида кислот в фруктовых мороженых автор предлагает следующий метод: присутствие винокаменной кислоты возможно установить по методу Кайдачи, присутствие лимонной кислоты по методу Денигес, а присутствие яблочной кислоты возможно установить в сульфитном среде при помощи -нафтоля в У. В. свете.

METHODEN DER SPEISEEISUNTERSUCHUNG (V. TEIL)

J. Kottász

Der Fettgehalt von Speiseeis (Speiseeispulver) kann im van Gulik'schen Butyrometer mit Hilfe der Neusal-Lösung bestimmt werden. Zur sicheren Ausführung der Zersetzung hat der Verfasser das Butyrometer durch eine Glasfilter-einlage modifiziert.

Zwecks rascher Identifizierung des Säuregehaltes von Fruchtspeiseeis empfiehlt Verfasser die Anwendung folgender Methoden: der Weinsäuregehalt kann mit der Methode von Kajdacsi, der Zitronengehalt mit dem Verfahren von Denigés und der Apfelsäuregehalt in schwefelsaurem Medium mit β -Naphthol in U. V. Licht nachgewiesen werden.

METHODS FOR THE INVESTIGATION OF ICE CREAM, PART V.

J. Kottász

The fat content of ice creams (pulverized ice cream preparations) can readily be determined by the van Gulik butyrometer, using Neusal solution. To secure the complete decomposition of the sample, the author modified the butyrometer by complementing it with a glass filter.

As regards the quick identification of acids in fruit ice creams, the author recommends to detect tartaric acid by the Kajdacsi method, citric acid by the Denigés method and malic acid by the ultraviolet irradiation test with β -naphthol in a sulphuric acid medium

DES MÉTHODES D'ANALYSES DE LA CRÈME GLACÉE. PART V.

J. Kottász

Dans le butyromètre de van Gulik, en appliquant la solution Neusal, on peut déterminer la teneur en graisse dans les crèmes glacées (ou dans les poudres de crème glacée). Afin d'assurer la destruction l'auteur modifie le butyromètre avec une mise de filtre en verre.

Afin d'identifier rapidement la teneur en acide dans les crèmes glacées de fruits, l'auteur propose une nouvelle méthode dans laquelle l'acide cytrique est déterminé par la méthode de Dénigés, l'acide tartarique par la méthode de Kajdaci et la teneur en acide malique est décelée dans un milieu d'acide sulfurique avec β -naphthole par les rayons ultraviolets.

IRODALOM

- (1) *Kottász J.* : Élelmezési Ipar VII. 347, 1953.
- (2) *Wendler, O.* : Milchzeitung, 39, 230, 1910.
- (3) *Schultz, M. E., Efferen, J. és Roland, R.* : Milchwissenschaft 14, 1952.
- (4) *Demont, P.* : Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene. 45, 104, 1954.
- (5) „Anordnung über den Verkehr mit Speiseeis“ vom 15. Juli 1951.
- (6) *Lindner K. és Nagy, V.* : Élelmezési Ipar VII. 172, 1953.
- (7) *Kottász J.* : Élelmezési Ipar VI. 164, 1952.
- (8) *Kottász J. és Perlusz T.-né* : Az infravörös sugarak alkalmazási lehetőségei a fagyaltporgyártásánál. Édesipar, V/10, 23, 1955.
- (9) *Kottász J.* : Fagyaltporgyártás. Kéziratban.
- (10) MNOSZ 9445 „Gyümölcsfagyalt“.
- (11) MNOSZ 20609 „Aromás fagyalt“.
- (12) *Kottász J.* : Élelmezési Ipar, V. 88, 1951.
- (13) *Kottász J.* : Élelmezési Ipar, VI. 164, 1952.
- (14) *Kottász J.* : Élelmiszervizsgálati Közlemények, I. 109, 1955. és Z. U. L. 100, 54, 1954.
- (15) *Kottász J.* : Deutsche Obst Gem. Zuck. — Süßsw. Ztg. 5, 250 (1953).
- (16) *Kajdaci F.* : Kísérletügyi Közl. 47–49, 90, 1947.
- (17) *Eegriwe E.* : Z. analyt. Ch. 89, 121, 1932.