

Élelmiszerszabványok vizsgálati módszereinek tanulmányozása

MOLDVAI REZSŐ

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Kávépótló-főzetek színének kvantitatív meghatározása

A kávépótló gyakorlati értékét nemcsak vizes kivonatának mennyisége szabja meg, hanem főzete színének mélysége is. Fontos tehát, hogy használható főzet-színmeghatározó módszer álljon rendelkezésre, mely számszerű összehasonlítást tesz lehetővé („színszám”). Az MNOSZ 9451 szabvány színekompenzációs eljárása szerint a kávépótló-főzetek színszámát gravimetrikus meghatározással mérjük. Ezen gravimetrikus meghatározás a következő: (1).

30 g, taramérlegen lemerít, örölt kávépótlókészítményt kb. 950 ml desztillált vízzel főzőpohárban üvegpálcával való keverés közben felforralunk, 5 percig forrásban tartjuk, majd lehűtve 1000 ml-es mérőlombikba átöntjük, jelig feltöltjük, elegyítjük és száraz szűrőpapíron keresztül a főzetet megsűrjük. A színmeghatározáshoz ebből a szűrletből 10 ml-t dörzsmozsárba pipettázunk, hozzáadunk 20 g báriumszulfátot (BaSO_4) és jól összedörzsöljük.

Ezután lemerít mennyiségű ultramarintól állandó dörzsölés mellett addig adunk hozzá óvatosan porszemnyi mennyiségeket, amíg a szétdörzsölt elegyünk neutrális szürke színűvé nem válik.

A visszamaradt ultramarin lemérése után kiszámítjuk azt az ultramarin mennyiséget, amely szükséges volt ahhoz, hogy a kávépótló készítmény főzetének 10 ml-e neutrális szürke színűvé változzék. A vizsgált anyag színértékét megkapjuk, ha a fogyott ultramarin mennyiséget miligrammban fejezzük ki.

A szabványos minőségű pótkávék előbb leírt töménységű és mennyiségű oldatainak vizsgálatánál Hruska (2) a következő eredményt kapta:

A pótkávé faja	Színszám gravimetrikus színekompenzációval
„Pátria”	6
Cikória	8
Maláta	5

A vizsgálatot ablak közelében szórt nappali fénynél kell végezni. A „hígításhoz” használt bárium-szulfát mennyisége nincs befolyással az eredményre. Ha valaki a világosabb árnyalatú szürkét jobban tudja elbírálni, akkor több bárium-szulfátot használ. Általában a vizsgált anyag lemért súlyának kétszeresét adjuk a keverékhez.

Ezen eljárás rendkívül nehézkes.

1. Nehéz eldönteni a „közömbös-szürke” végpontot.
2. Ultramarin túladagolás és ismétlés esetén ki kell mosni a dörzsesészből a bárium-szulfát pépet, ami egyszerű öblítéssel nem sikerül.
3. Újra le kell mérni 20 g bárium-szulfátot.
4. Kevergetés közben a pép erősen szétkenődik az edény oldalán : nehéz az apró ultramarin adagokat egyenletesen elosztatni.
5. Sok bárium-szulfát fogy.

A nehézségek kiküszöbölésére alkalmasabb módszernek látszik az ugyancsak színekompenzáción alapuló térfogatossághatározás (titrálás). Színekompenzáció elvét használja fel Lindner (3) is színes oldatok térfogatossághatározásánál. Az alábbi módszerrel az eredmények 0,5–0,8 ml-en belül reprodukálhatók, ami gyakorlatilag kielégítő pontosság.

A meghatározás elve: a mérőoldat (l. alább) ibolyáskék színe komplementerje a kávéfőzet vörösbarna színének. A kettő „ekvivalens” mennyisége semleges szint ad.

A meghatározások tetszés szerinti számban történő ismétlésével az észlelési hibákat a minimumra csökkenthetjük.

A mérőoldat elkészítése: 0,02 g töltőanyagmentes, tiszta metilénkék és 0,07 g metilibolyát 1000 ml-re oldunk. (Célszerű 0,1%-os oldatokat készíteni és ebből 20, illetve 70 ml-t 1000 ml-re hígítani.)

A mérőoldat sötétben lényeges színváltozás (fakulás) nélkül hónapokig eltartható.

A meghatározás kivitele: a szabvány szerint elkészített főzetből (30 g 1000 ml-re) 5 ml-t hengerpohárba pipettázunk, 50 ml vízzel hígítjuk (tiszta cikória főzetnél 200 ml-re) majd bürettából annyi mérőoldatot engedünk hozzá, hogy a folyadék felülről nézve „szürke” helyesebben „fekete” legyen.

A fogyott ml-ek száma a főzet „színszáma” (l. 2. táblázat).

2. táblázat

Kávépótló neve	Színszám (titrimetrikus módszerrel)
Cikória	10
„Családi”	6
„Zamat”	5
Maláta	1,5

A forgalomban levő kávépótlók (keverékek) színszáma általában a maláta (1,5) és cikória (10) színszáma közé esik.

Színes keménycukorkák savtartalmának meghatározása :

Az MNOSZ 9438 „Keménycukorkák vizsgálata” szabvány 2. 6. pontja szerint (4) a cukorkák savtartalmát úgy határozzuk meg, hogy 25 g cukorkát 100 ml vízben oldunk, 1 g aktív szenet adunk hozzá, szűrjük és a szűrletet 250 ml-re töltjük fel. Ebből az oldatból 50 ml-fenolftalein indikátor jelenlétében 0,1 n nátronlúggal titrálunk meg. Ha az oldat sötét színű (pl. maláta cukorkáknál), akkor a titrálás befejeztét fenolftaleines papíron csepptitrálással ellenőrizzük.

Az aktív szenes derítést az alábbiak szerint elhagyhatjuk. A szokott módon színezett cukorkákból a fenti szabvány előírása szerint készített oldat színe ugyanis olyan halvány, hogy a fenolftalein indikátor jelenlétében minden szintelenítés nélkül közvetlenül megtitrálható. Ekkor azonban a végpont elérésekor nem szintelenből csap át halványrózsaszínbe, hanem a cukorka színétől függően sárgászöldből, sárgából, narancsvörösből stb. pirosba, illetve ibolyászörsbe. A színátcsapás még a pirosra színezett cukorkáknál is igen jól észlelhető és a meghatározás jól reprodukálható értékeket ad. A szénrel való kezelés azért is helytelen, mert a kereskedelmi forgalomban kapható aktív szén egyrészt a savak egy részét adszorbeálja, másrészt pufferhatás következtében savat fogyaszt és túl kicsiny értékeket kapunk.

A cukorkák savtartalmát borkősav-százalékban kifejezve megkapjuk, ha a fogyott ml-ek számát a hígítás figyelembevételével a borkősav egyenértékűsúlyával (0,0075) megszorozzuk. (l. 3. táblázat).

A cukorka színe	Savtartalom (borkósavban kifejezve) %	
	Derítés nélkül	Derítéssel
Piros	1,0	0,9
Narancssárga	1,0	0,8
Citromsárga	0,9	0,7
Zöld	1,1	0,8

Mustár savtartalmának meghatározása lumineszcencia analízissel

A mustár egyik fontos alkotórészének, az ecetsavnak mennyiségi meghatározása az MNOSZ 3620 „Tartósított élelmiszerek etilalkohol-és ecetsavtartalmának meghatározása” szabvánny 4. 1. pontja szerint (5) a következő: 5 g mustárt 300 ml-es desztilláló lombikba viszünk és a térfogatát vízzel 100 ml-re egészítjük ki. A lombikban levő elegeből kb. 75 ml-t ledesztillálunk, majd vízgőzt vezetünk az eleybe. A vízgőz desztillálását úgy végezzük, hogy a folyadék tartalma a lepárlás alatt kb. 25 ml maradjon. Összesen 250 ml párlatot fogunk fel 300 ml-es Erlenmeyer-lombikban (a 200 ml-nek megfelelő térfogatot előzőleg megjelöljük). A párlatot 0,1 n. nátronlúg-oldattal titráljuk meg fenolftalein indikátor jelenlétében. Ezen módszer elég körülményes, hosszadalmas, sőt pontatlan. Egy bemérésből az időtrábló desztillálás után ugyanis csak egy vizsgálati eredményt kapunk. Egy mustárminta vizsgálatánál a fentiek pontos betartása mellett is pl. a következő értékeket nyertük:

17,8, 20,7, 16,8, 20,0, 18,9, 21,5, 0,1 n. NaOH.

Ezen értékek alapján a módszer aránylag nagy, mintegy 3,8%-os relatív hibával dolgozik. A gyakorlati pontosság követelményeinek megfelelő lenne a desztilláció nélküli közvetlen titrálás is. A mustár savtartalma ugyanis gyakorlatilag tisztán ecetsavnak tekinthető, mert a mustárkészítmények gyártásánál egyéb savat (borkósav, citromsav) nem használnak fel. Nehézségekbe ütközik azonban a titráláshoz felhasznált „alapoldat” elkészítése. A felhígított mustár ugyanis igen nehezen szűrődik és a végpont jelzésére használt fenolftalein átcsapása a zavaros folyadékban nem észlelhető pontosan, nem pillanatszerű, „huzalkodik”. Célszerűnek látszott tehát a mustár szuszpenzió lucigenin indikátor segítségével történő közvetlen titrálása.

A lucigenin (dimetil-diakridilium-nitrát) hidrogénperoxid jelenlétében lúgos közegben erős kemilumineszcenciát mutat. Ezért ajánlotta Erdey (6) sav-lúg titrálásoknál a végpont jelzésére.

A sav-hidrogénperoxid-lucigenin rendszer ugyanis lúggal való titrálás esetén az ekvivalencia pontban tartósan kezd világítani. A lucigenin különösen gyenge savak titrálására használható fel előnyösen, mert átcsapása a fenolftalein átcsapásának felel meg. Zavaros, vagy színes folyadékok titrálásánál is jól használható (6) (pl. tej savfokának meghatározásánál.) Kottász az ugyancsak zavaros fagyaltok savtartalmának meghatározásánál használta (7).

A meghatározás kivitele : 50 ml-es főzőpohárba 25 g mustárt mérünk taramérlegben. Kevés vízzel üvegbot segítségével egyenletesen elkeverjük, ugyanis, ha azonnal sok vízzel hígítjuk nehezen eloszló csomók keletkeznek. Az egyenletesen elkevert pépet 500 ml-es mérőlombikba mossuk és jelíg feltöltjük. A titráláshoz 50 ml szuszpenziót használunk. Az elegyhez 5 ml 3%-os hidrogénperoxidot és indikátorként 1 ml 0,5%-os lucigenin-oldatot adunk. A titrálást sötétben végezzük, a gyenge világítás kezdetéig 0,1 n nátriumhidroxid oldattal.

Az ecetsavtartalmat megkapjuk, ha a fogyott ml-ek számát a hígítási viszonyok figyelembevételével az ecetsav egyenérték-súlyával (0,0060) megszorozzuk.

Egy mustárminta titrálása a következő értékeket adta :

4. táblázat

Fogyott 0,1 n NaOH ml	K. é.	Ecetsavtartalom %
12,4		
12,4	12,4	2,98
12,5		
12,3		

Összefoglalás

Szerző a kávépótló-főzetek színének meghatározására a súly szerint bemérendő ultramarin por helyett az ugyancsak színkompenzáción alapuló, de metilénkék mérőoldattal történő térfogatossá elemzési módszert ajánlja.

A kemény cukorkák savtartalmának meghatározásánál az aktív szénrel való derítés nemcsak fölösleges, hanem helytelen is, mert a szén pufferhatás következtében savat fogyaszt és a meghatározásnál túl kicsiny értéket kapunk. A cukorkaoldatok fenolftalein indikátor mellett közvetlenül is megtitrálhatók.

A mustár ecetsavtartalmának meghatározása a rendkívül nehézkes vízgőzdesztillálás helyett lumineszcencia indikátor (lucigenin) jelenlétében közvetlenül végezhető.

ПРИМЕЧАНИЯ К СТАНДАРТНЫМ МЕТОДАМ ИССЛЕДОВАНИЯ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

R. Moldvai

Автор предлагает, что для определения окраски растворов кофейных суррогатов на место порошка ультрамарина применяется объемный метод анализа при помощи метилениниевых измерительных растворов основанный также на компенсации окрасок.

Обесцвечивание растворов твердых карамельных изделий при помощи активированного угля не только излишнее а также вреднее, ввиду того, что активированный уголь поглощает кислоту и таким образом получается меньше результаты. Растворы карамельных изделий возможно титровать непосредственно в присутствии индикатора фенолфталеина.

Содержание уксусной кислоты в горчице возможно непосредственно определить в присутствии люминисцентного индикатора (люцигенина) на место трудновыполняемой паровой дистилляции.

MODIFIKATION EINIGER UNTERSUCHUNGSMETHODEN VON NAHRUNGSMITTELNORMEN

R. Moldvai

Verfasser empfiehlt zur Bestimmung des Farbtones von Ersatzkaffee-Aufgüssen anstatt der vorgeschriebenen Methode vermittelt einzuwägendes Ultramarinpulvers ein ebenfalls auf Farbkompensation gegründetes, jedoch mit einer Messlösung von Methylenblau ausführbares titrimetrisches Verfahren.

Bei der Bestimmung des Säuregehaltes von Drops ist die Klärung mit Tierkohle nicht nur überflüssig, sondern führt sogar zu falschen Resultaten, da die Kohle durch Pufferwirkung Säure bindet und infolgedessen zu niedrige Werte erhalten werden. Die Zuckerlösungen kann man bei Verwendung des Indikators Phenolphthalein auch unmittelbar titrieren.

Die Bestimmung des Essigsäuregehaltes von Senf kann statt der sehr schwerfälligen Wasserdampfdistillation in Gegenwart eines lumineszenten Indikators (Lucigenin) unmittelbar durchgeführt werden.

A STUDY INTO THE METHODS OF INVESTIGATION OF FOOD STANDARDS

R. Moldvai

The author proposes for the determination of the colour of extracts prepared from coffee surrogates -in place of pulverized ultramarine dosed by weight- a volumetric method by a standard solution of methyleneblue, based also on colour compensation.

At the determination of the acid content of hard sweets the clarification by active carbon is not necessary and yields low values since active carbon consumes some acid, due to its buffer action. Solutions prepared from sweets may directly be titrated in the presence of phenolphthalein as indicator.

The determination of the content of acetic acid in mustard may be carried out — instead of the rather cumbersome steam distillation — by direct titration in the presence of a luminescent indicator (as lucigenine).

ÉTUDE SUR LES MÉTHODES D'ANALYSES DES NORMES D'ALIMENTS

R. Moldvai

Pour déterminer la couleur de la décoction des produits remplaçant le café, l'auteur propose, au lieu de peser gravimétriquement la poudre d'outrémer, la méthode volumétrique avec la solution standard de méthylènebleu, laquelle méthode est aussi fondée sur la compensation des couleurs.

Pour déterminer la teneur en acid dans les sucres durs, la clarification avec le charbon actif n'est pas seulement inutile mais aussi incorrecte, parce que le charbon, à cause de l'effet tampon consomme de l'acide et on reçoit des résultats trop bas. On peut doser les solutions de sucres directement avec l'indicateur de phénolphthaleine.

Au lieu de la méthode très compliquée avec la distillation par la vapeur d'eau, on peut déterminer la teneur en acide acétique dans les moutardes par dosage direct en présence d'un indicateur lumineux (lucigenin).

IRODALOM

- (1) MNOSZ 9451 Kávépótló készítmények. Vizsgálat és általános előírások.
- (2) *Hruska R.*: Szabványosítás 4, 74, 1952.
- (3) *Lindner K.*: Ezen folyóirat I. 100, 1955. és Z. U. L. 102, 37, 1955.
- (4) MNOSZ 9438 „Keménycukorkák vizsgálata“.
- (5) MNOSZ 3620. „Tartósított élelmiszerek etilalkohol és ecetsav tartalmának meghatározása“.
- (6) *Erdey L.*: A Magyar Tud. Akad. Kémiai Tud. Oszt. Közl. 2, 425 1952.
- (7) *Kottász J.*: Z. U. L. 100, 54, 1955.
és ezen folyóirat I. 109, 1955.