

A liszt és lisztes alapanyagú termékek savfokának műszeres meghatározása

GASZTONYI KÁLMÁN ÉS TAKÁTS ÉVA

Sütő- és Tésztaipari Kísérleti Intézet, Budapest

Érkezett: 1962. november 5.

A sütőipari termékek ízét a bennük levő savak és aromaanyagok alakítják ki. Ezeket az anyagokat a liszt mikroflórájához tartozó homo- és heterofermentatív tejsavbaktériumok állítják elő [1]. Élettevékenységük során elsősorban tejsavat és ecetsavat termelnek.

A lisztben jelenlevő tejsavbaktériumok a tésztaképzés után kedvező körülmények között fejthetik ki savképző hatásukat. Közvetett tésztavezetésnél elsősorban a kovász érése közben van erre mód. *Drews* és *Stephan* [2] tanulmányozta a kenyérkovászok tej- és ecetsav arányának változását a kovász konzisztenciájának és hőmérsékletének függvényében. Azt találták, hogy híg, meleg kovászokban több tejsav képződik, mint hűvösebb kemény kovászokban. Továbbá megállapították, hogy az ecetsav savanyúbb ízt hoz létre a kenyérben, mint az azonos mennyiségű tejsav.

Hazai vizsgálatok is folytak [3] a különböző kiörlésű búza- és rozslisztekből készült 26 °C, valamint 32 °C hőmérsékletű kemény, félsűrű és híg kovászok savanyodási viszonyairól. Megállapították, hogy a rozslisztek kovászaiban gyorsabban savanyodnak a búzalisztekéinél és a savanyodás annál gyorsabb ütemű, minél nagyobb a gabona kiörlési foka. Ellenőrizték továbbá azt a gyakorlati tapasztalatot, hogy a hőmérséklet emelése, a kovászok alkalmazása, valamint a hígabb kovászkonzisztencia elősegíti a savanyodást.

A fenti vizsgálatok is bizonyítják, hogy a liszt, kovász, tészta és kenyér, valamint a szárított tésztakészítmények savanyúsága fontos minőségi jellemző. Szükséges tehát, hogy a savtartalmat gyakran ellenőrizzük és p_H -val, vagy savfokkal számszerűen is meghatározzuk.

A savfok meghatározására sokféle módszert dolgoztak ki. Többek között *Neumann* [4] vizes szuszpenzió titrálását ajánlja a savfok meghatározására, *Schulerud* [4] vizont a vizsgálandó anyag alkoholos szuszpenziójának titrálását javasolja. Az alkoholos szuszpenzióban mért érték azonban minden esetben alacsonyabb, mint a vizes szuszpenzió titrálásával nyert savfok.

A savfok meghatározását általában mindenütt és így nálunk is a vizsgálandó anyag vizes szuszpenziójának fenoltaleinnel indikált lúgos titrálásával végezzük [5]. Ez a módszer azonban sok hibalehetőséget rejt magában. A fenoltalein indikátorral bizonytalan a titrálás végpontjának megállapítása, mert a vizsgálandó anyag-víz szuszpenzió színe elfedi az átcsapási szint, a semlegeségi pont megállapítása függ a vizsgálatot végző személy színmegítélési képességétől,

nincs egyértelműen rögzítve, hogy melyik árnyalat tekintendő átcsapási színnek,

az átcsapási szint mesterséges világításnál nem lehet megállapítani.

Mindezek alapján szükségesnek mutatkozott egy olyan eljárás kidolgozása, amelynél a titrálás végpontját nem bizonytalan fenoltaleines indikációval, hanem objektív, műszeres méréssel lehet megállapítani.

A műszeres savfokmérés megoldásának alap gondolatát *Roos* [6] vizsgálatai adták, aki tanulmányozta a liszt- és kenyérsuszpenziók elektrometrikus titrálásának lehetőségét. Munkája során ecetsavat, liszt-víz és kenyér-víz szuszpenziót titrált nátronlúggal és grafikonon ábrázolta a p_H változását a lúgdolat adagolásának függvényében. A diagrammok azt mutatták, hogy ecetsav titrálásakor a semlegesítési zónában kevés lúg fogyás mellett nagy p_H változás tapasztalható, míg liszt-víz és kenyér-víz szuszpenzió titrálása esetén nincs ilyen

gyors p_H változás. A liszt-víz és kenyér-víz szuszpenzió titrálási görbéje tehát az ekvivalencia pontra vonatkozó tájékoztatást nem ad.

A titrálási görbe használhatatlansága miatt *Roos* azt javasolta, hogy a titrálás végpontját folyamatos p_H méréssel határozzák meg oly módon, hogy a lúgadagolás addig folytassák, amíg a szuszpenzió p_H -ja a fenolftalein átcsapásának megfelelő értéket el nem éri. *Roos* szerint ez a határérték 9,5 p_H .

Később ugyanezen az elven *Drews*, *Spicher* és *Bolling* [7] is végeztek elektrometrikus savfokmeghatározási vizsgálatokat. Liszt, tészta és kenyér szuszpenziókat titráltak és *Roos*-zal ellentétben a végpontot 8,5 p_H értéknél állapították meg. Méréseiket egy automata elektrometrikus titráló berendezésen végezték. Ezt a szériavizsgálatokra is alkalmas készüléket *Bolling* és *Seibel* [8] szerkesztette.

A *Roos* által ismertetett elgondolásból kiindulva kezdtük meg mi is a műszeres savfokmérésre vonatkozó vizsgálatainkat.

Eszközök

Elektrometrikus p_H és savfokmeghatározásra csak olyan műszer használható, amelyen osztatlan skálával, átkapcsolás nélkül lehet mind a savas, mind a lúgos p_H tartományban mérést végezni. Ennek a feltételnek megfelelt az általunk használt Radelkisz gyártmányú „Titri- p_H meter”. A meghatározáshoz kalmel összehasonlító elektródát és üveg mérőelektródát használtunk.

A műszert 0,01 mólos káliumhidrogéntartárát pufferoldattal (20 C fokon p_H -ja 3,647), illetve Marconi Instruments LTD gyártmányú puffertablettákkal (15 C fokon $p_H = 9,02$) állítottuk be. A káliumhidrogéntartárát pufferoldat egyetlen hátránya, hogy p_H -ja elég távol esik a savfokmérés végpontjának tekintett p_H tartománytól és ez bizonyos hibalehetőséget okoz a műszer beállításánál.

Titráláskor a vizsgálandó anyag szuszpenzióját mágneses keverő segítségével állandó mozgásban tartottuk és így biztosítottuk az egyenletes lúgeloszlatást.

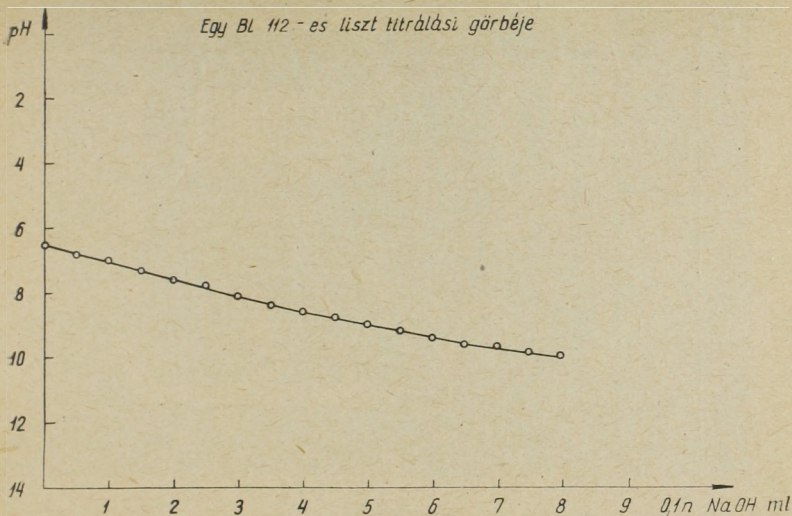
Műszeres végpontmeghatározás

Az elektrometrikus savfokmérés végpontmeghatározási munkáját a különböző vizsgálati anyagok (liszt, kovász, kenyér, szárított tésztakészítmények) szuszpenziójával készített titrálási görbék felvételével kezdtük. Eredményeink hasonló jellegűek voltak, mint amelyekről *Roos* is beszámolt, vagyis a p_H a lúgadagolás során fokozatosan növekedett, a görbe sehol nem mutatott hirtelen irányváltozást. Ez a jelenség egyébként már régóta ismeretes és a lisztben levő foszfátok, zsírsavak és aminosavak pufferhatásának tudható be. Szemléltetésként az 1. ábrán bemutatjuk egy B1 112-es liszt titrálási görbéjét.

Az első méréséknél a *Roos* által javasolt értéknél, tehát 9,5 p_H -nál fejeztük be a lúgadagolást. A titrálts szuszpenzióba fenolftalein indikátort is tettünk és megfigyeltük, hogy 9,5 p_H -nál milyen színárnyalatot kapunk. Azt tapasztaltuk, hogy az ennél a p_H értéknél jelentkező vörös szín sokkal erősebb, mint amit Magyarországon végpontnak szoktunk elfogadni.

A következő feladat tehát annak megállapítása volt, hogy melyek azok a p_H értékek, amelyeken a nálunk megszokott átcsapási szint lehet észlelni. Itt nem egyetlen p_H érték kijelölésére volt szükség, mert azonos p_H és azonos fenolftaleinadagolás ellenére is a különböző anyagok más-más színárnyalatot mutatnak. Ez az eltérés valószínűleg az alkotórészek különböző mértékű oldhatóságával függ össze.

Az 1. táblázatban összefoglaltuk azokat a p_H értékeket, amelyeknél a különböző vizsgálati anyagok szuszpenziója a megszokott fenolftaleines átcsapási szintet mutatta.



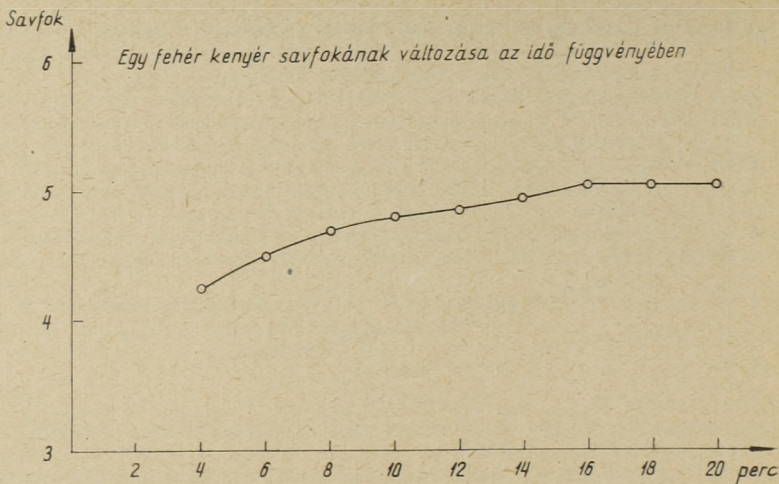
1. ábra

1. táblázat

Különböző anyagok átcsapási pH-ja

Vizsgálati anyag	Átcsapási pH
Kenyér	8,4
Liszt	8,9
Szárított tészta készítmények	8,9
Kovász, tészta	9,2

Ezután összehasonlítottuk az 1. táblázatba foglalt p_H értékek alapján műszerrel mért savfokokat a szokásos eljárással meghatározott eredményekkel. Ekkor azt láttuk, hogy az elektrometrikus titrálás minden esetben magasabb értékeket adott, mint a közönséges eljárás. Ennek a különbségnek az okát az elektrometrikus titrálás közben alkalmazott, mágneses keverővel végzett keverésben találtuk meg. Az erőteljes keverés ugyanis részben elősegíti a levegő széndioxidjának abszorpcióját, részben meggyorsítja a folyadékfázisban lebegő részecskék felületén lejátszódó lúg-adszorpciót. Ezért az eljárást úgy módosítottuk, hogy amint a műszer mutatója először elérte az 1. táblázatba foglalt p_H értékeket, kikapcsoltuk a keverőt. Az abszorpció és adszorpció mértékének viszonylagos állandósítása érdekében pedig a titrálás időtartamát 4 percben, a műszer mutatójának végponton való tartását pedig egy percben állapítottuk meg. Erre feltétlenül szükség volt, mert azt tapasztaltuk, hogy a titrálás idejének növekedésével a vizsgált anyag savfoka emelkedik. A 2. ábra egy fehér kenyér savfokának változását mutatja a meghatározási idő függvényében.



2. ábra

A mérés menete

Az eddigiekben összefoglalt előkészítő munka után a liszt, kovász, tészta, kenyér és szárított tésztakészítmények elektrometrikus titrálására Radelkisz-féle Titrí- p_H méteren az alábbiakban ismertetésre kerülő módszert alakítottuk ki.

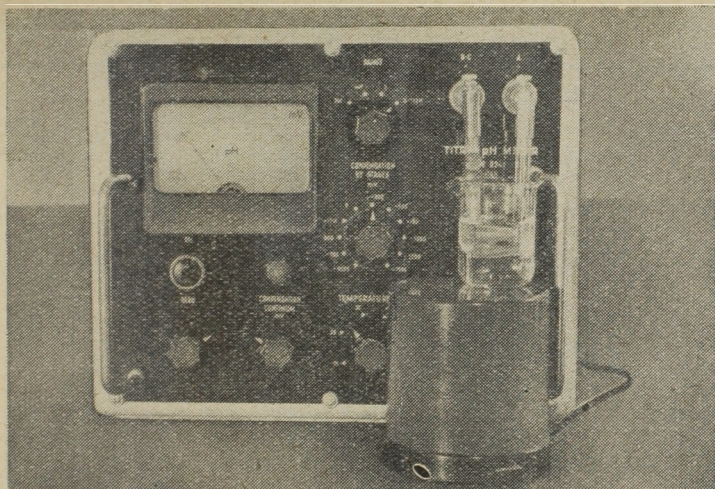
A vizsgálandó anyagból 10 g-ot (liszt, kenyér, szárított tésztakészítmények), illetve 10 g lisztnek megfelelő mennyiséget (kovász, tészta) 90 ml desztillált vízzel szuszpenzióvá alakítottunk. A szárított tésztakészítményeket előzőleg géppel aprítottuk és a 8-as selyemszítán áteső részt használtuk fel szuszpenzió készítésre. A szuszpendálást később keverővel, illetve turmix rendszerű homogenizátorral végeztük. A titrálást a szabvány előírásai szerint vagy azonnal (liszt, kovász, tészta), vagy egy bizonyos idő elteltével (szárított tésztánál 5 perc, kenyérnél 30 perc) kezdtük meg.

A műszert a titrálás megkezdése előtt 15–20 perccel kapcsoltuk be és a mérést a műszer skálájának a pufferoldat p_H -jára való beállításával kezdtük meg (lásd 3. ábra).

A következő lépésben az elektródákat a vizsgálandó anyag szuszpenziójába merítettük és a skálán leolvastuk a közeg p_H -ját. A mérés első lépésében tehát a vizsgált anyag p_H -járól kaptunk tájékoztatást. Ezután megindítottuk a mágneses keverőt és megkezdtük a fokozatos lúgadatagolást. Ha egyidejűleg titrálási görbét is akartunk felvenni, akkor 0,5 ml-ként adtuk a lúgot és minden esetben feljegyeztük a kialakuló pH -t.

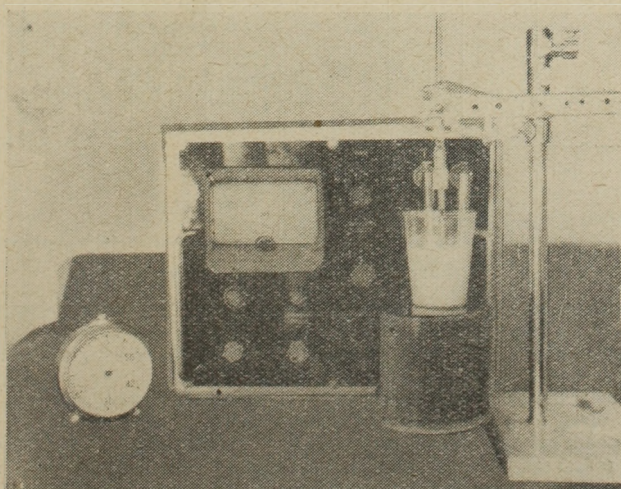
A titrálási műveletet 4 perc alatt befejeztük, vagyis ezalatt elértük azt az állapotot, hogy a műszer az 1. táblázatba foglalt értéket mutatta. Közben leállítottuk a keverést. A végponton egy percig kellett a mutatónak mozdulatlanul maradnia. Ezt az állapotot láthatjuk a 4. ábrán. A fogyott 0,1 normál NaOH oldat millilitereinek száma, faktorával való szorzás után közvetlenül a savfokot adta meg.

Néhány vizsgálati anyag titrálási eredményét a 2. táblázatban láthatjuk



3. ábra

Ebből a táblázatból megállapítható, hogy a szokásos és a műszeres-savfok-mérés eredményei elfogadhatóan megegyeznek egymással, továbbá az is kitűnik, hogy a műszeres titrálás reprodukálhatósága sokkal jobb, mint a másiké. Elektrometrikus titrálással a legnagyobb eltérés a mérések közéértékétől 0,1 savfok volt.



4. ábra

Néhány anyag savfokvizsgálatának értékelése

Vizsgált anyag	Szokásos titrálás			Műszeres titrálás			A két módszer különbsége
	Savfok	Átlag	Leg-nagyobb eltérés a közép-értéktől	Savfok	Átlag	Leg-nagyobb eltérés a közép-értéktől	
BL 55	2,80 2,85 2,80	2,82	0,03	2,85 2,85 2,80	2,83	0,02	0,01
BL 112	4,90 4,95 5,30 5,20 5,25	5,12	0,22	5,05 5,00 5,00 5,00 5,00	5,01	0,04	0,11
RL 90	4,70 4,40 4,75	4,62	0,22	4,55 4,65 4,60	4,60	0,05	0,02
Fehér kenyér	4,00 4,50 4,50	4,33	0,33	4,00 4,20 4,10	4,10	0,10	0,23
Kovász (75%-os, 18 órás)	17,40 17,30 17,10	17,27	0,17	17,40 17,30 17,35	17,35	0,05	0,08
Kagyló-tészta	2,00 1,95 2,00	1,98	0,03	2,00 2,00 2,03	2,01	0,02	0,03

A műszeres savfokmérés előnyei

Az elektrometrikus savfokmérés előnyeit a következőkben lehet összefoglalni:

a) Egy méréssel kapunk felvilágosítást a vizsgált anyag pH-járól és savfokáról.

b) A mérés független a vizsgálatot végző személy színmegítélési képességétől és a vizsgáló helyiség világítási módjától.

c) Minden esetben azonos mértékű lúgosítással történik a titrálás.

d) A műszeres mérés a jelenleg használatos eljárásnál sokkal pontosabb. Befejezésül megállapítható, hogy bár a műszeres savfokmérés bonyolultabbnak látszik, és a szükséges felszerelések költségesebbek, mégis bevezetése célszerű.

- [1] *Gasztonyi K.: Sütőipari mikrobiológia.* Mérnöki Továbbképző Intézet. Budapest, 1961.
 [2] *Drews, E. – Stephan, H.: Brot und Gebäck, 10, 1, 1956.*
 [3] *Gasztonyi K. – Takáts É.: Sütő- és Tésztaipar, 9, 80 1962.*
 [4] *Anonym: Brot und Gebäck, 7, 49, 1953.*
 [5] MSZ 6369 *Lisztvizsgálati módszerek*
 MSZ 20501 *Sütőipari termékek vizsgálati módszerei*
 MSZ 20500 *Tészta készítmények vizsgálati módszerei*
 [6] *Roos, O.: Getreide Mehl und Brot, 13, 147, 1950.*
 [7] *Drews, E. – Spicher, G. – Bolling, H.: Brot und Gebäck, 16, 144, 1962.*
 [8] *Bolling, H. – Seibel, W.: Getreide urd Mehl, 10, 44, 1960.*

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ МУКИ И МУЧНЫХ ИЗДЕЛИЙ ПРИ ПОМОЩИ ПРИБОРА

У. Гасзтоњи и Э. Такач

Кислотность является важным показателем муки, теста, закваски, хлеба и макаронных изделий.

В настоящее время кислотность определяем таким образом, что водную суспензию исследуемого материала титруем щелочью в присутствии индикатора фенолфталеина. Этот метод показывает много недостатков, поэтому необходимо было разработать метод позволяющий определить конечную точку титрования.

В первую очередь определили рН исследуемого материала, потом добавлением 0,1 н гидроокиси натрия установили значение рН суспензии характеризующее конечную точку титрования. Число мл-ов 0,1 н расходуемой гидроокиси натрия после умножения фактором, дает непосредственно кислотность.

Преимуществом измерения кислотности при помощи прибора является точность $\pm 0,1^\circ$ и отсутствие субъективного определения окраски.

1. табл. рН изменения окраски индикатора в суспензиях разных материалов.

2. табл. Оценка определения кислотности некоторых материалов.

1. рис. Кривое титрования муки Б1 112.

2. рис. Изменение кислотности белого хлеба в зависимости от времени.

3. рис. Титра – рН – метр типа „Раделки“.

4. рис. Измерение при помощи Титра – рН – метром типа „Раделки“.

INSTRUMENTALE SÄUREGRADBESTIMMUNG IN MEHL UND IN MEHLIGEN PRODUKTEN

K. Gasztonyi und É. Takáts

Der Säuregrad ist eine wichtige qualitative Charakteristik des Mehles, des Sauerteiges, des Teiges, des Brotes und der Teigwaren.

Gegenwärtig wird diese Bestimmung mit Laugentitrierung in Gegenwart von Phenolphthalein Indikator der wässrigen Suspension des zu prüfenden Stoffes vollzogen. In dieser Methode gibt es aber viele Fehlermöglichkeiten, deswegen wurde ein solches Verfahren ausgearbeit, mit welchem man den Endpunkt der Titrierung objektiv bestimmen kann.

Es wurde zuerst der instrumental bestimmte pH-Wert des geprüften Stoffes konstatiert, bei welchem der Phenolphthalein Indikator eine Übergangsfarbe zeigt. Dieser pH-Wert wird als Endpunkt der Titrierung angenommen.

Es wurde als erster Schritt der Säuregradmessung der pH-Wert des zu prüfenden Stoffes mittels des Instrumentes bestimmt, dann wurde die Suspension mit n/10-Natronlauge auf den entsprechenden pH-Wert des Endpunktes der Titrierung eingestellt. Die Menge der verbrauchten Natronlauge in ml ausgedrückt gibt den Säuregrad des Stoffes an.

Der Vorteil der elektrometrischen Säuregradbestimmung besteht darin, dass die Pünktlichkeit dieser Methode $\pm 0,1$ Säuregrad ist und die Endpunktbestimmung von keiner Farbenbeurteilung abhängig ist.

Tabelle 1. Umschlags-pH verschiedener Substanzen.

Tabelle 2. Bewertung der Säuregradbestimmung einiger Substanzen.

Abbildung 1. Titrierungskurve eines Mehls BI 112.

Abbildung 2. Säuregradänderung eines weissen Brotes als Funktion der Zeit.

Abbildung 3. Titri-ph-meter nach Radelkisz.

Abbildung 4. Messung mit dem Titri-pH meter nach Radelkisz.

INSTRUMENTAL DETERMINATION OF THE DEGREE OF ACIDITY OF FLOURS AND FLOUR-BASE PRODUCTS

K. Gasztonyi and É. Takáts

The degree of acidity is an important qualitative characteristic of flour, Sponge, dough, bread and dry pastes.

This value is determined at present by titration with alkali, the aqueous suspension of the substance to be tested, in the presence of phenolphthalein as indicator. However, this method involves a number of possibilities of errors. Thus, it was necessary to evolve a method where the end point of titration can be determined by an objective instrumental measurement.

The pH value of the end point of titration indicated by phenolphthalein, measurable by instrument, was established by the authors for the substances to be tested, and these pH values were accepted as proper end points of titration.

In the first step of the instrumental measurement of degrees of acidity, the pH value of the test substance was determined, then the suspension was adjusted, by adding 0.1 N sodium hydroxide, to the pH value corresponding to the end point of titration of the test substance. The number of millilitres of 0.1 N sodium hydroxide consumed during the titration, multiplied by the titer of the titrant, directly gives the degree of acidity.

The instrumental measurement of the degree of acidity offers the advantages that the accuracy is ± 0.1 degree of acidity, and that no colour estimations are required for end point determination.

DETERMINATION INSTRUMENTALE DU DEGRÉ D'ACIDITÉ DE LA FARINE ET DES PRODUITS A BASE DE FARINE

Gasztonyi, K. et E. Takáts (Mlle)

Le degré d'acidité est un caractère important de la qualité de la farine, du levain, de la pâte, du pain et des pâtes de farine sèches. On le détermine à présent par le titrage alcalin au phénolphthaleine de la suspension dans l'eau de la matière à examiner. Cette méthode comporte de nombreuses sources d'erreur, c'est pourquoi les auteurs ont élaboré une méthode qui permet d'établir le point final du titrage par voie objective. Les auteurs ont établi pour chaque substance séparément la valeur du pH obtenu instrumentalement du point final du titrage au phénolphthaleine et ils ont pris cette valeur comme point final.

Au cours de l'essai ils mesurent d'abord le pH de la substance à examiner puis ils ajoutent à la suspension du 0.1 n Na OH jusqu'à l'obtention du pH correspondant au point final de titrage de la substance en question. Le nombre des millilitres de la solution 0.1 n de Na OH, multiplié par son facteur, donne immédiatement le degré d'acidité.

L'avantages de la détermination instrumentale du degré d'acidité c'est que la précision est de ± 0.1 degré et que l'établissement du point final ne dépend pas de l'appréciation de la couleur.