

## A refraktométeres nedvességmeghatározás kérdéséhez

RÉKASI TIBOR

Budapesti Műszaki Egyetem Élelmiszerkémiai Tanszék

Érkezett: 1962.

Élelmiszereink kivétel nélkül több-kevesebb vizet tartalmaznak. Ez a víz az élelmiszerfeleségektől függően, de eléggé jellemző mennyiségben és kötési formában van jelen. A víz a különböző állati és növényi szervezetekben – és mint ilyenekben az élelmiszerekben is – kétféle alakban található; oldóképeségét teljes mértékben kifejezni képes ún. szabad víz és oldóképeségében vagy mozgékonyságában korlátozott ún. kötött víz formájában. A kötésmód erősségétől függően megkülönböztetünk kémiaiilag, fizikai-kémiaiilag és mechanikailag kötött vizet [1]. Ezek közül a kémiaiilag kötött víz csak erélyes behatásokkal (pl. izzítás) távolítható el, melyek következtében az anyag bomlik. Emiatt az élelmiszeralitikai értelemben vett nedvességtartalomba csak a fizikai-kémiaiilag és a mechanikailag kötött vizet számítjuk be.

A fizikai-kémiaiilag kötött víznek több fajtáját ismerjük. Ilyen a kolloidok poláris csoportjaihoz kötött hidratációs víz, a hidrofíll kolloidok micelláiban ozmolitosan kötött víz, továbbá az intermicelláris térben található, szokásos mozgékonyságában jelentős mértékben gátolt ún. immobilizált vagy szerkezetű víz. A mechanikailag kötött víz körébe sorolhatjuk a mikro- és makropillárisokban kötött vizet, továbbá a nedvesítési vizet. A fizikai-kémiaiilag kötött víz természetét nem ismerjük teljesen. Annyit tudunk róla, hogy számos tulajdonsága eltér a szabad víznél észlelt sajátosságoktól, így pl. egy része igen alacsony hőmérsékleten sem fagy meg, oldóképesége megváltozik, sűrűsége, dielektromos állandója stb. a közönséges víztől eltérő értékű.

A fentiekből adódik, hogy az élelmiszerek nedvességtartalmának meghatározása nem egyszerű feladat. A víz sokféle kötésmódja ill. a kötésmódok erősségének különbözősége nehezíti teszi a vízmeghatározás körülményeinek pontos kidolgozását. Erre vezethető vissza részben az is, hogy az alkalmazott nedvességmeghatározási eljárások száma igen nagy.

A 103–105 C°-on történő nedvességmeghatározás hosszadalmas eljárás. Az anyag szárítása több óráig tart, s közben az anyagot többször analitikai mérlegel le kell mérni.

Különösen az üzemi laboratóriumok számára rendkívül fontos olyan nedvességmeghatározási módszer kidolgozása és bevezetése, mely a szárítási eljárásnál sokkal gyorsabb, s azonkívül egyszerű is. Az üzemi laboratórium munkája ugyanis nem korlátozódhat az anyagok nedvességtartalmára vonatkozó kérdésben sem, csupán a tények egyszerű regisztrálására, hanem operatíván bele kell avatkoznia a gyártás menetébe. Ehhez viszont más módszereket kell keresni, mert ha a gyártásközi ellenőrzés során szükséges a nedvességtartalom meghatározása, akkor a válasszal a legtöbb esetben nem kisélekedhetünk hosszú órákat, mert közben a gyártás befejeződhet.

Igen széles körben elterjedt közvetett nedvességmeghatározási módszer a törésmutató mérésén alapuló eljárás. A törésmutatóval jellemzett optikai sűrűség az anyagok egyik legfontosabb, jellemző fizikai tulajdonsága. Folyékony anyagok törésmutatóját refraktométerrel mérjük. Innen erednek a refrakciómérés, refrakciós szám elnevezések. Elegyek törésmutatója általában nem mutat additivitást, az összetétel nem számítható ki az elegy és a tiszta komponensek törésmutatóinak ismeretében. Mivel azonban az elegyek legnagyobb részénél a törésmutató egyértelműen változik az összetétellel, előzetes kalibrálás után a törésmutató felhasználható az összetétel mérésére. E mérési módszer előnye, hogy egyszerű, a mérés gyors, pontos, kényelmes, néhány csepp folyadékkal is

elvégezhető, s az eredmény azonnal reprodukálható. Ezért különösen elterjedt az élelmiszeriparban zsírok, olajok, oldatok stb. vizsgálatára. Speciális refraktométerek is hoznak forgalomba, melyeken pl. paradicsomsűrítmények, gyümölcslevek vízdoldható szárazanyagtartalma közvetlenül leolvasható.

A nedvességtartalom meghatározásánál szintén a vízdoldható szárazanyag-tartalmat mérjük, azonban ebből közvetve számítható a nedvességtartalom. Élelmiszerek (pl. a hús, túrófélések, kenyér stb.) esetében a mérés kivitelezése úgy történik, hogy az anyagból, melynek nedvességtartalmát akarjuk mérni, apróra zúzott ismert mennyiséget veszünk. Ezt nedvszívó folyadékkal, ill. valamilyen tömény oldattal alaposan elkeverjük, többször összerázzuk. Ezután rövidebb-hosszabb ideig várunk az egyensúly beállásáig, vagyis addig, amíg az anyagrészekékben és az oldatban a víz koncentrációja gyakorlatilag azonos lesz. A víztartalom egyensúlyának beállta után megmérjük a folyadék (oldat) törésmutatójának változását. A vizsgált élelmiszer nedvességtartalmát a következő képlet segítségével számítjuk ki:

$$P = \frac{(a + b)g - av}{b}$$

ahol: P = az élelmiszer víztartalma %-ban,

a = a bemért oldat g-ban,

b = a bemért élelmiszer g-ban,

v = a kiindulási oldat víztartalma %-ban,

g = a víztartalom az egyensúly beállta után az egész élelmiszeroldat rendszerben %-ban.

Fenti képlet természetesen csak akkor érvényes, ha feltételezzük, hogy az egész rendszerben beállt a víztartalom egyensúlya. A nedvszívó anyag lehet glicerin, cukor oldat vagy valamilyen alkalmas sóoldat.

Papp [4] diplomamunkájában foglalkozott hús és túró nedvességtartalmának meghatározásával glicerin és cukoroldat refrakcióváltozása alapján. Munkájáról részletesen beszámolt, s ebből néhány dolgot a következőkben azért is érdemes ismertetni, mivel ez az anyag nehezebben hozzáférhető.

Szovjet kutatók [2] hús nedvességtartalmának meghatározását végezték el refraktometriás úton. Az általuk használt oldat glicerin volt. Egy mintából tíz elemzést végezve, az elemzéseik átlagértéke: szárítószekrényes eljárással  $67,54 \pm 0,40\%$ , refraktométeres módszerrel mérve pedig  $67,00 \pm 0,38\%$  volt.

Nálunk Kárpáti [3] végzett hasonló kísérleteket. Húsok, ill. húskészítmények nedvességtartalmát mérte, refraktométeres módszerrel, s vízelvonószerrül szintén glicerint használt. A húsokat és húskészítményeket 2 mm-es lyukátmérőjű tárcsa alkalmazásával darálta le. Megállapítása szerint a legmegfelelőbb glicerin-hús arány 10 : 5, s a víztartalom egyensúlyának beállásához – megfelelő rázás mellett – 5 percnyi idő elégséges. Eredményeiben a glicerin és szárítószekrényes meghatározások között  $\pm 1$ ,  $\pm 2,5\%$  eredménykülönbség mutatkozott, ami még szintén elég jónak mondható. 65 – 66%-os cukoroldattal végzett kísérletei hasonló eredményt adtak:

Kárpáti a cukoroldatot vízelvonószerként alkalmasnak találta, Papp viszont – bár a legkülönbözőbb koncentrációkban alkalmazta – nem tartotta azt használhatónak. A fenti munkákból hiányzanak azok az adatok, amelyek az eredmények hőmérséklettől, időtől, valamint a bemért anyag- és vízelvonószerr arányaitól való függésre utalnának. Ezekre részben választ keresve végeztem el jelen munkámat.



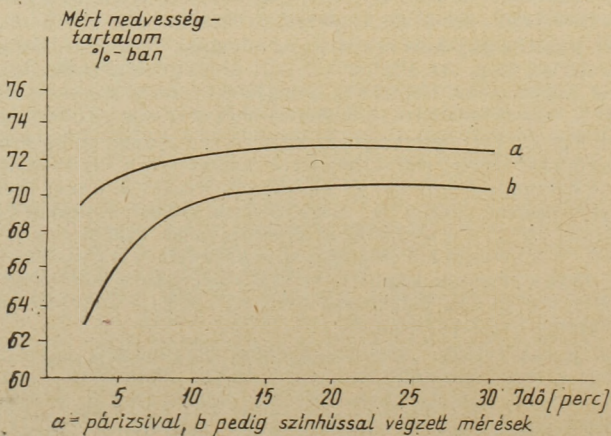
a) Hús és húskészítmények vizsgálata

A meghatározás lényege az, hogy az ismert mennyiségű vizsgálandó anyagot – jelen esetben péppé őrlött húst – adott mennyiségű és víztartalmú glicerinnel rázzuk össze gumidugóval lezárt kémcsőben. Az egyensúly beállása után a folyadék tisztájából üvegbot segítségével egy cseppet teszünk a refraktométer prizmájára, s annak törésmutatóját leolvassuk. A törésmutató ismerete alapján a nedvességtartalmat táblázatból olvassuk le.

Papp húsvizsgálatainál 99,5%-os desztillált glicerint és kereskedelmi forgalomból beszerzett glicerineket használt. Eredményei szerint a glicerinek minősége nem befolyásolta számottevően a nyert értékeket. Nyers húsknál refraktométeres módszerrel általában 1,5–2,4%-kal kevesebb nedvességtartalmat mutatott ki, mint szárítószekrényes eljárással. Ezt azzal magyarázta, hogy a szárítószekrényes módszer a valódinál nagyobb értékeket ad tekintettel arra, hogy a körülmények folytán sok illó anyag is eltávozik a húsból. Magyarozatát xilolos azeotrop-desztillációs módszerrel végzett párhuzamos nedvességtartalom meghatározással támasztotta alá.

Vizsgálataim során gyógyszerkönyvi minőségű 87,4%-os glicerint alkalmaztam. Méréseimet 20 C° hőmérsékleten végeztem. A húst ill. húskészítményeket háztartási „egyetemes őrlőgép”-en péppé daráltam, majd taramérlegben bemérettem. Általában 5 g húst és 10 g glicerín keverékét vettem. Ilyen arány mellett a keverék tisztájából könnyűszerrel tudunk aránylag tiszta cseppet venni a refraktométer prizmájára. A mérést az első összerázástól – amit még néhány-szori alapos összerázás követett – számított 10 perc múlva végeztem el. Ennyi idő alatt az egyensúly a rendszerben gyakorlatilag beállt, a továbbiakban a törésmutató értéke már nem változott számottevően. Ezt mutatja az 1. ábra, melynek *a* görbéje párizsival, *b* görbéje pedig színhússal végzett mérések eredményeit szemlélteti.

Kísérleteim során a húskészítmények közül a párizsi nedvességtartalmát vizsgáltam. Szárítósos eljárással a víztartalom átlagos értéke 64,8%-nak adódott, míg refraktométeres módszerrel mérve (glicerín felhasználásával) 71,0%-os



1. ábra.

átlagértéket kaptam, ami az előbbtől 6,2%-os eltérést jelent. A párizsi nedvességtartalmát több mintánál is megmérve minden esetben hasonló eltérést tapasztaltam. Ennek oka csak azzal magyarázható, hogy a hűkésztményből a víz mellett más, a törésmutató értékét erősen megváltoztató anyagok is kioldódnak. Méréseim során változtattam a hús-glicerín arányt is. Az 1. táblázat – amelyben néhány jellegzetes mérési adatot tüntettem fel – azt mutatja, hogy ebben az esetben a hús-glicerín arány változtatása az eredményeket befolyásolja.

1. táblázat

		Refraktométeres		Szárítószekevényes
		eljárással kapott eredmények		
Hús-glicerín arány.	1 : 2	1 : 3	1 : 4	
Nedv. tart. %-ban	71,5	71,2	70,5	64,7
	71,4	70,3	70,5	64,7
	71,3	71,2	70,6	65,0
	72,9	71,1	70,4	
Átlag	71,8	70,9	70,5	64,8

Sovány serteshús nedvességtartalmát a 2. táblázatban feltüntetett eredmények mutatják kétféle eljárással mérve. A hús-glicerín arány ebben az esetben és a következőkben is 1 : 2 volt.

2. táblázat

	Nedvességtartalom %-ban			Átlag %
Szárítószekevényes eljárással ...	69,9	69,6	69,6	69,7
Refraktométeres eljárással ....	69,5	68,9	69,5	69,8
	70,6	70,8	69,5	

Mint az adatokból megállapítható, tiszta serteshúsnál a két módszer közötti eltérés jelentéktelen, csupán 0,1%. Jelentősebb különbséget tapasztalhatunk marhahusoknál.

A 3. táblázatba marhahús minta (I. és II.) nedvességtartalmának a két módszer szerint mért értékeit tüntettem fel. A két eljárással mért adatok átlagai között az eltérés 2,5, illetve 1,5%.

Tiszta húsok nedvességtartalmának mérése közben a hús-glicerín arány változtatásával nem kaptam említésre érdemes egyirányú változásokat.

A továbbiakban azt vizsgáltam, hogy milyen változást mutat a marhahús nedvességtartalmának értéke akkor, ha a kivonást és a refrakcióértékek mérését különböző hőmérsékleten végezzük. A mérési eredményeket a 4. táblázat tartalmazza.

A táblázat adatai szerint nagyobb hőmérsékleten végezve a meghatározásokat, általában kisebb nedvességtartalom értékeket kapunk. A hőmérséklet emelkedésével tehát a szárítószekevényes adatokkal egyre közeledő értékeket



	Refraktométeres		Szárítószekrényes	
	eljárással kapott eredmények			
	I.	II.	I.	II.
Nedvességtartalom %-ban	75,3	73,5	73,0	72,4
	75,6	73,3	73,2	72,3
	75,3	73,4	73,1	71,9
	75,8	74,4		
	75,3	73,7		
	75,3	73,7		
	76,0			
76,2				
Átlag %	75,6	73,7	73,1	72,2

4. táblázat

	Refraktométeres				Szárító- szekrényes
	eljárással kapott eredmények				
	20	30	35	40	
Kivonás hőmérséklete C°					
Nedvességtartalom %-ban	75,3	73,9	73,7	73,3	73,1
	75,9	75,2	74,2	73,7	73,2
	75,6	75,0	75,1	73,8	73,1
	76,2	75,5	75,5	73,4	73,0
Átlag	75,7	74,9	74,6	73,5	73,1

nyerünk. Valószínűnek látszik az a feltételezés, miszerint nagyobb hőmérsékleten a víz mellett kevesebb olyan anyag távozik el a húsból, melynek törésmutatócsökkentő, ill. a látszólagos víztartalmat növelő hatása van.

3% konyhasóval kevert marhahús nedvességtartalmát mérve, a következő eredményeket kaptam. (5. táblázat).

5. táblázat

	Nedvességtartalom %-ban			Átlag
Szárítószekrényes:.....	68,9	69,1	69,2	69,1
Refraktométeres eljárással ....	69,7 68,3	71,5 70,3	71,1 70,2	70,2

A kétféle módszer átlagai közötti eltérés 1,1%, vagyis hasonló az előbbiekhöz. A sótartalom tehát ebben a koncentrációban nem befolyásolja lényegesen a refraktométeres eljárással kapott eredményeket.

Elvégzett kísérleteim azt mutatják, hogy a módszer húsvizsgálatoknál kielégítő pontossággal alkalmazható. A pontosság javítható, ha a szárítószekrényes módszerrel kapott eredményektől való esetleges eltérések alapján tapasztalati korrekciót alkalmazunk. A mérés kivitelezésénél az 1 : 2 hús-glicerin arány látszik alkalmasnak. Ilyen arány mellett még megfelelően tiszta cseppet tudunk a refraktométer prizmájára vinni, s a törésmutató értéke még gyengébb világítás mellett is jól leolvasható. Párizsi esetében, több glicerin felhasználásával a nyert értékek jobban megközelítik a szárítószekrényes módszerrel kapott eredményeket. Mindenesetre azonban a nagyobb glicerinmennyiségek alkalmazása drágítja az eljárást. A magasabb hőmérsékletek alkalmazása is hasonló eredményt mutat. A párizsinál észlelt igen nagy eltérés oka további vizsgálatot igényel, annyit azonban megállapítottam, hogy ezt nem a nátriumklorid jelenléte okozza.

### b) Túró vizsgálata

A tehéntúró nedvességtartalmának refraktométeres vizsgálatánál Papp megállapította, hogy a víztartalmú minta és a glicerin közötti egyensúly csak 30–60 perc múlva áll be, a kapott nedvességtartalom értékek kb. 3–4%-kal nagyobbak a szárítószekrényes meghatározással nyerteknél. Ha nem várjuk be az egyensúly beállítását, hanem már az elegyítést követő 13–17 perc körül mérünk, akkor a két módszer azonos víztartalom értékeket ad. A juhtúró vizsgálatánál nyert eredményei csupán 1%-kal voltak nagyobbak a szárítószekrényes módszerrel kapott eredményeknél, s szerinte ennél az anyagnál a nedvességtartalom egyensúlya gyakorlatilag 5 perc alatt beállt.

Én kétféle juhtúró minta (I. és II.) nedvességtartalmát vizsgálva, a 6. táblázatban feltüntetett eredményeket kaptam.

6. táblázat

	Refraktométeres		Szárítószekrényes	
	eljárással kapott eredmények			
	I.	II.	I.	II.
Nedvességtartalom %-ban	56,0	56,0	50,5	49,7
	54,6	55,8	50,5	49,7
	56,1	55,6	51,0	49,7
	53,9	55,8		
	54,8			
Átlag	55,1	55,8	50,7	49,7

A mérési eredmények átlagai között eltérés 4,4, ill. 6,1%. A bemért glicerin túró arány itt is 1 : 2. A kísérletet 20 C° hőmérsékleten végeztem, a mérést az egyensúly beállta után, azaz az elegyítést követően 10 perc múlva hajtottam végre. A juhtúrót kereskedelmi forgalomból szereztem be. Túróféleségek látványosan nagyobb nedvességtartalmát minden bizonnyal a jelenlevő, viszonylag jelentős mennyiségű tejsav, ill. annak kisebb törésmutatója okozta.



c) Kenyér nedvességtartalmának vizsgálata

Kenyér nedvességtartalmának vizsgálatához „Szegedi cipó” bélzetét késsel finomra összevágtam, ebből 2,5 g-ot mértem be 15 g glicerinbe. Ezt 2–3-szor összerázva, 5 perc múlva mértem a törésmutató értéket. A kapott eredményeket a 7. táblázat tartalmazza.

7. táblázat

	Refraktométeres	Szárítószekrényes
	eljárással kapott eredmények	
Nedvességtartalom %-ban	39,7	39,8
	38,4	39,8
	40,0	40,1
	40,0	
	39,2	
	39,7	
Átlag	39,5	39,9

A kétféle módszerrel mért nedvességtartalom átlageredményei között az eltérés jelentéktelen, mindössze 0,4%, ami egyezik *Osztrovszkij* [5] megállapításával, mely szerint a refraktométeres eljárással mért nedvességtartalom értéke gyakorlatilag egyező a szárítószekrényes módszerrel kapott nedvességtartalom értékekkel.

**Cukor-oidat felhasználásával végzett kísérletek**

Kísérleteim során vízelvonószert gyanánt cukoroldatot is megpróbáltam alkalmazni hús nedvességtartalmának meghatározásához. E célra 40–65%-os cukoroldatokat használtam fel, s ezekkel végzett kísérleteim eredményei nem bizonyítják azt, hogy a cukoroldat erre a célra alkalmazható lenne. Az így nyert nedvességtartalom értékek 10–15%-kal nagyobbak a szárítószekrényes eljárással kapott értékeknél, s azon kívül igen nagy szórást is mutatnak. Pl. egy 65% nedvességtartalmú hússal 75–80%-os eredményt kaptam cukoroldat refrakcióváltozása alapján mérve. Megjegyzem még, hogy *Papp* diplomamunkájában szintén hasonló eredményeket közölt.

*Értékelés*

Mérési eredményeimet áttekintve megállapítható, hogy a refraktométeres módszer, vízkivonó szerként glicerint használva, több területen kielégítő pontossággal alkalmazható. Sovány nyers húsok és kenyérbél nedvességtartalmát vizsgálva a szárítósos módszerrel azonos vagy közel azonos értékeket kapunk. Húskészítmények, tejtermékek – jelen esetben túrófésüléségek – nedvességtartalmának vizsgálati eredményei viszont nem megfelelőek. Vízkivonó szerként cukoroldatot használva mérési eredményeinkben igen nagy szórás mutatkozik, ezért a jelenlegi módszerrel az sem javasolható alkalmazásra.

Tanulmányozva a glicerín arányának és a különböző hőmérsékleten végzett vízkivonás hatását, azt találtam, hogy e tényezők növelésével kisebb nedvességtartalom értékeket kapunk, ezek az eltérések azonban nem túlságosan nagyok. A glicerín arányának növelése gazdaságossági szempontból nem aján-

latos. A rendelkezésemre álló adatok alapján megállapítottam, hogy a felhasználásra kerülő glicerin minősége, ill. bizonyos határig annak nedvességtartalma a végeredményt számottevően nem befolyásolja. Gazdaságossági szempontokat véve figyelembe megállapítható, hogy a refraktométeres nedvességmeghatározás a glicerin ára miatt viszonylag drágább, mint a szárítási eljárás, viszont ott, ahol nem végeznek sorozatmeghatározásokat vagy ahol az eredményekre néhány percen belül szükség van, feltétlenül kifizetődő.

#### IRODALOM

- [1] *Telegdy Kováts L. – Holló J.*: Élelmezési Iparok I. Budapest, 1957.
- [2] *Olsanova, K. – Zinovjev, A.*: Mjasznaja Ind. 22, No. 2. 5. 1961.
- [3] *Kárpáti Gy.*: Élelmezési Ipar, 6, 175, 1952.
- [4] *Papp L.*: Diplomamunka, Budapesti Műszaki Egyetem. Budapest 1948.
- [5] *Osztovszkij, A. J.*: Techno-himicszeszkij kontrol chlebopekarnovo proizvodstva. Moszkva 1949.
- [6] *Rauscher, K. – Korn, O.*: Die Nahrung. 5, 656, 1961.
- [7] *Voskuil, J. – Zwaan, P.*: Chem. Weckbl. 257, 1952.: Ref. Lindner, W. ZUL. 85, 203 1943.

### К ВОПРОСУ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ РЕФРАКТОМЕТРОМ

*Т. Рекаши*

Сущность метода состоит в том, что влажность исследуемого материала экскрагируется глицерином и при помощи рефрактометра определяется содержание воды в глицерине. Указанный метод можно применить с достаточной точностью для некоторых материалов. Рефрактометрический метод определения влажности тощего сырого мяса и мякиши хлеба дает тождественные результаты или почти тождественные результаты с обыкновенным методом сушки. Но при определении влажности мясных, молочных изделий – особенно творога – результаты сильно расходятся. Применением сахарного раствора для экстрагирования влажности получают еще худшие результаты.

1. рис. *a* = измерение влажности сардели.

*b* = измерение влажности свинины.

### ZUR FRAGE DER REFRAKTOMETRISCHEN FEUCHTIGKEITSBESTIMMUNG

*Т. Рékási*

Die refraktometrische Methode kann – bei Verwendung von Glycerin als Wasserentziehungsmittel – auf mehreren Gebieten mit genügender Genauigkeit verwendet werden. Bei Prüfung des Feuchtigkeitsgehaltes von magerem Rohfleisch und Brotkrume erhalten wir im Vergleich mit der Trocknungsmethode einen identischen oder annähernd identischen Wert. Die Untersuchungsergebnisse des Feuchtigkeitsgehaltes von Fleischwaren, Milchprodukten – im gegebenen Falle Topfsorten – sind jedoch nicht befriedigend. Wenn man jedoch als Wasserextraktionsmittel eine Zuckperlösung verwendet, erfährt man bei den Versuchsergebnissen eine grosse Streuung.

Abbildung 1. *a*. Mit Pariser, *b*) Mit reinem Fleisch erfolgte Messungen.