

Kapszicidin, a paprika új, szteránvázis alkotórésze*

G Á L I L O N A E M M A

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Érkezett: 1966. június 2.

Hazai fűszerpaprikából néhány évvel ezelőtt (1963) új alkotórészt sikerült izolálnunk, amelyet antibiotikus sajátosságai miatt kapszicidin-nak (capsicidin) neveztem el (1). Ez az antibiotikus aktivitás – agardiffúziós módszerrel követve – jó indikátornak bizonyult a hatóanyag izolálása, részben kémiai összetétele (2), előfordulási körülményei és egyes tulajdonságai (3) felderítése során.

Alábbiakban röviden beszámolok vonatkozó kísérleteinkről és a főbb eredményekről.

Intézetünkben egy nagyobb munka keretében került sor néhány hazai növény fitoncidhatásának tanulmányozására, többek között a paprikáéra is. A paprika (*Capsicum annuum* L.) termésének antibiotikus hatását (baktériumokra) – mint ismeretes – *Jordanoff* fedezte fel 1927-ben (4), majd több kutató is vizsgálta a hatást, élelmiszeripari szempontból elsősorban *Rogacseva* (5), a hatóanyag izolálásával azonban egyik sem foglalkozott.

Előkísérleteim során megállapítottam, hogy fűszerpaprikaőrlemények élesztőkre fejtik ki a legnagyobb gátló hatást. A hatás jellegét az 1. ábra szemlélteti.

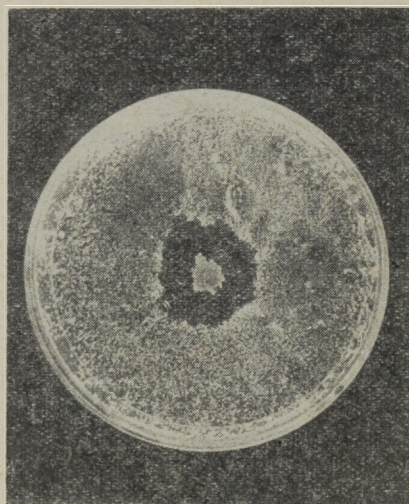
Az ábrán látható tápagarlemez *Saccharomyces cerevisiae* var. *ellipsoideus* T₂₂ teszt törzssel oltott. Ez a törzs ugyanis – különösen húslé alapú standard agarra oltva – rendkívül érzékeny a kapszicidin hatására és így *aktivitás-indikátorként* használható. A lemez közepére helyezett őrlemény körül megfigyelhető a gátlási zóna.

A hatóanyag *izolálását* az őrleményekből különböző oldószerekkel kíséreltem meg. Az aktív anyag hideg vízzel kioldható volt, ami eleve kizárta annak lehetőségét, hogy a paprika csipősségét okozó alkotórészeivel, a kapszaicinnal azonos.

A hatóanyag különböző adszorbensekkel (pl. talkum, kovaföld) dúsítható volt és azokból etilalkohollal eluálható. A főlös oldószert elpárologtatásával sárgás-fehér színű, fanyar ízű, szilárd halmazállapotú nyerstermékhez jutottam. A nyerstermék vizes oldata összerázva erősen habzott. A hatóanyag oldotta a vörös vértesteket, vagyis hemolizált. A hemolízis koleszterin hozzáadásával megszüntethető és xilolos közegben, forralással újra visszaállítható volt. Ezek a sajátosságok együttesen a hatóanyag *szaponin* jellegét bizonyították. – Aktivitás-indikátorommal megállapítottam, hogy a hemolizáló hatással együtt változik az élesztő szaporodását gátló hatás is.

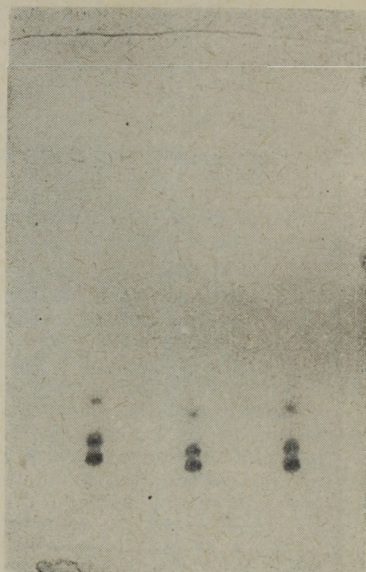
A kapszicidin tisztítását egy – más szaponinoknál bevált, specifikus eljárással végeztem, amelynek főbb fázisai: koleszterid – komplex leéltése és annak bontása xilolos közegben, a xilol eltávolítása éterrel, a visszamaradó hatóanyag feloldása 95%-os etilalkoholban, majd lecsapása éterrel, az oldást és lecsapást többször megismételve. Ilyen módon csekély mennyiségű, 0,02 – 0,03% amorf állapotú, tisztított kapszicidin-készítményhez jutottam a légszáraz fűszerpaprikaőrleményre vonatkoztatva.

* A Hauptjahrestagung, lebensmittelchemische Veranstaltung der Chemischen Gesellschaft, Leipzig, 1966. nov. 2 – 5-re készült előadás.



1. ábra

Édesnemes fűszerpaprikaőrlemény gátlási zónája aktivitásindikátoron (*Saccharomyces cerevisiae* var. *ellipsoideus* T₂₉ tesztörzssel oltott húslé alapú standard agaron, pH 7,2)



2. ábra

A kapszicidin szaponin komponensei (háromszoros ismétlésben). Felülről lefelé: kapszicidin A, B, C. Szilikagél-G vékonyréteg. Futtatószer: kloroform-metanol-víz 65:35:10 alsó fázisa. Előhívás kénsavval. Futtatási idő 45 perc

A kémiai összetétel vizsgálatának keretében 3 főkérdéssel foglalkoztam:

1. Egységes vegyület-e a kapszicidin,
2. Milyen cukorkomponenseket tartalmaz a glikozid,
3. Milyen jellegű az aglikon frakció.

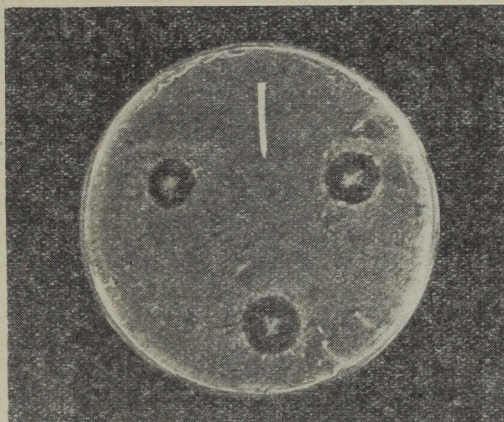
1. Az egységesség vizsgálatára azért volt szükség, mert a növényi szervekben gyakran több szaponin keveréke fordul elő.

A kérdés eldöntésére *vékonyréteg-kromatográfiát* alkalmaztam, *Kawasaki és Miyahara* szteroid-szaponinok elválasztására kidolgozott előírásai alapján (6). A lemezeket *Kovács, Kiss és Gyarmati* szerint (7) készítettem, a bevonáshoz szilikagél G (Merck) készítményt használtam. A szaponint – az előírásnak megfelelően – kloroform-metanol 1:1 arányú keverékében oldva vittem fel a startvonalra, a kromatogramot kénsavas permetezéssel hívtam elő. A szerzőktől megadott 4 futtatószer közül a kloroform-metanol-víz 65:35:10 elegyének alsó fázisa bizonyult legjobbnak (2. ábra).

Az ábrából látható, hogy a kapszicidin nem egységes vegyület, hanem keverék, amely 3 komponensre vált szét; ezeket – a növekvő polaritás sorrendjében – ideiglenesen (azonosításukig) kapszicidin A, B és C-vel jelöltem. A 3 komponenst a japán szerzők két másik futtatószerre (vízzel telített butanol és butanol-jégecet-víz 4:1:5) is szétválasztotta, a negyedik (kloroform-metanol 80:20) nem volt alkalmas elválasztásukra.

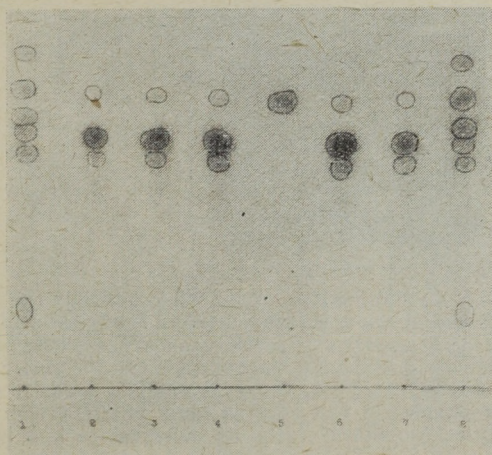
3. ábra

Kapszicidin A, B és C anti-
biotikus hatása aktivitásindika-
toron



4. ábra

A kapszicidin cukorkomponen-
sei. Összehasonlító cukrok 1. és
8. felülről lefelé: ramnóz, xilóz,
arabinóz, glükóz, galaktóz és
galakturonsav, 5. xilóz. 2., 3.,
4., 6. és 7.: Kapszicidin hidro-
lizátum cukorfrakciója. Schlei-
cher-Schüll 2043 b papír.
Futtatószer: butanol-píridin-
víz 6:4:3. Előhívás anilinfaltá-
tal. Futattatási idő 21 óra

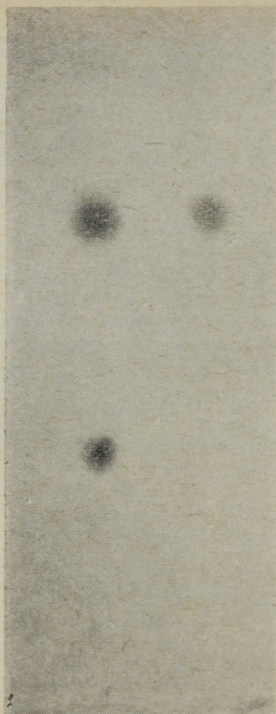


A komponensek antibiotikus hatásának vizsgálatára a kromatogramokból a három foltot – előhívásuk előtt – kikapartam és aktivitás-indikátoromra helyeztem (3. ábra).

Az ábrából látható, hogy a kapszicidin A, B és C külön-külön is antibiotikus hatású.

A kapszicidin cukor- és aglikon (szapogenin) frakciójának vizsgálatához szükséges hidrolízist előkísérleteim alapján úgy végeztem, hogy a szaponin 0,2 n sósavval készült oldatát leforrasztott ampullákban glicerinfürdőben 135 C°-ra hevítettem, majd a fűtést kikapcsolva lehűlni engedtem a rendszert. Az így nyert hidrolizátum csapadékos folyadék, amelynek oldott része tartalmazza a cukrokat, a csapadék pedig a szapogenineket.

2. A cukorfrakciót felszálló, nyújtott papírkromatográfiával, több szokványos futtatószerrel vizsgáltam; ezek közül a butanol-píridin-víz 6:4:3 felelt meg a legjobban. Összehasonlításul ismert cukrokat is futtattam a papíron (4. ábra).



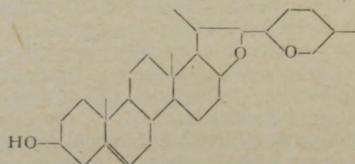
5. ábra

A kapszicidin szapogenin-komponensei. A kromatogram bal oldalán: kapszicidin hidrolizátum geninfrakciója, jobb oldalán tiszta dioszgenin. Szilikagél-G vékonyréteg. Futtatószer: kloroform-aceton 8:2. Előhívás kénsavval. Futtatási idő: 30 perc

Az ábrából látható, hogy a kapszicidin cukorkomponensei a *glükóz*, *galaktóz* és *xilóz*. Ezek más szaponinoknak is leggyakoribb cukoralkatrészei.

3. A *szapogenin-frakciót vékonyrétegekromatográfiával* vizsgáltam. Szilikagél-G rétegen futtattam, részben saját összeállítású, részben *Takedától* ajánlott oldószerkeverékkel (8), kénsvas előhívás mellett. A frakció minden esetben két komponensre vált szét, az egyik R_f értéke mindig azonos volt a lemezen összehasonlításhoz futtatott dioszgeninével. A legjobb elválasztást kloroform-aceton 8:2 elegyével értem el. Az ezzel kapott kromatogramot az 5. ábra szemlélteti.

Ismeretes, hogy a szteránvázat tartalmazó, telítetlen dioszgenin egyik legértékesebb szapogenin, amelyet a gyógyszeripar világszerte kiinduló anyagként használ szteroid hormonok félszintézissel való előállításához.



A dioszgenin szerkezeti képlete

Összehasonlító, tiszta dioszgeninkészítmény birtokában ezért további kísérleteket folytattam az azonosítás érdekében: Mindenekelőtt *Czeglédi – Jankó* előírása szerint készített szilikagél-G *vastagrétegen* (9) a geninfrakcióból mikroanalízisa alkalmas mennyiségeket választottam szét komponenseire. Kioldás és hígított etilalkoholból való többszöri átkristályosítás után meghatároztam a dioszgeninre gyanús alkatrész *Op-ját*, infravörös szinképet vettünk fel, továbbá egy *Markertől* megadott receptúra szerint acetiláltam (10), majd szilikagél-G vékonyrétegen futtattam tiszta kloroformban, az ugyancsak acetilált dioszgeninkészítménnyel együtt.

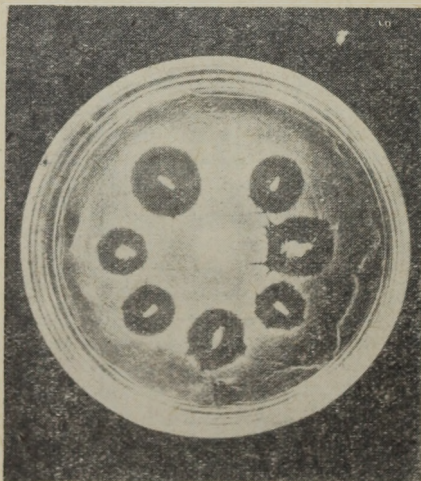
A felsorolt vizsgálatok eredményei alátámasztották az ismeretlen szapogenin dioszgenin-jellegére vonatkozó feltételezést; az IR spektrum a *dioszgeninnel* analóg szerkezetet kétségtelenül bizonyította. (6. és 7. ábra).

A másik genin – IR spektruma alapján – telített szteránvázis szapogennek bizonyult. Ennek azonosítása későbbi feladat lesz.

A további munka során a kapszicidin *előfordulási körülményeit* tanulmányoztuk az aktivitás-indikátorral, különböző fajtájú paprika-növényekben és különböző vegetációs időszakokban. Ezekre a vizsgálatokra azért volt szükség, hogy megállapíthassuk, felfedhetők-e olyan nyersanyagforrások, amelyekből a kapszicidin, vagy ipari jelentőségű komponensei gazdaságosabban állíthatók elő, mint a fűszerpaprika-őrleményekből.

Kapszicidintől eredő aktivitást sikerült kimutatnunk valamennyi vizsgált fajta *érett magvaiban* és az idősebb növények *gyökérzetében*, különösen a gyökérkéregben (8. és 9. ábra).

Ezeknek a növényrészeknek vizes kivonataiból, sósavas hidrolizissel, autoklávban nagyobb mennyiségben közvetlenül is előállítható volt a kapszicidin szapogenin-frakciója.



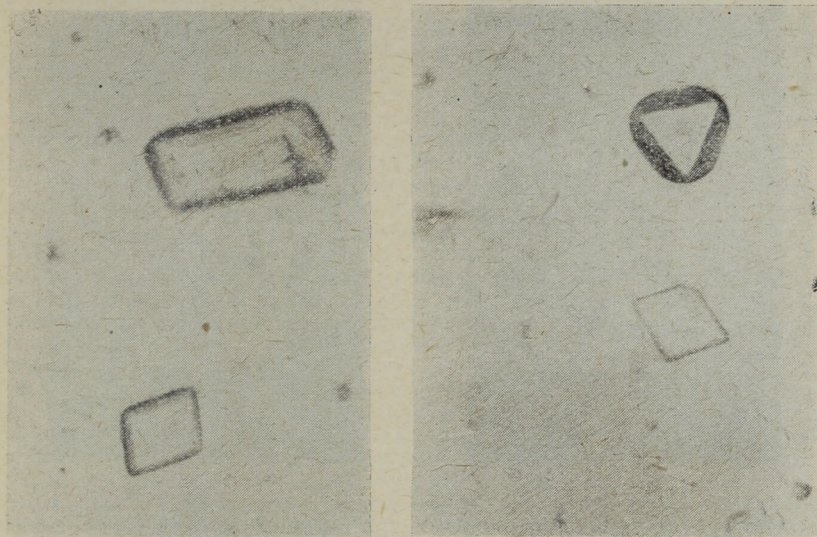
8. ábra

Különböző fajta átvágott paprika-vetőmagvak gátlási zónái aktivitásindikátoron. Középen: Egész állapotú vetőmag, gátlási zóna nélkül



9. ábra

Paprika-gyökerek gátlási zónái aktivitásindikátoron. A gátlási zóna nélküli gyökérdarab hántolt



10. ábra

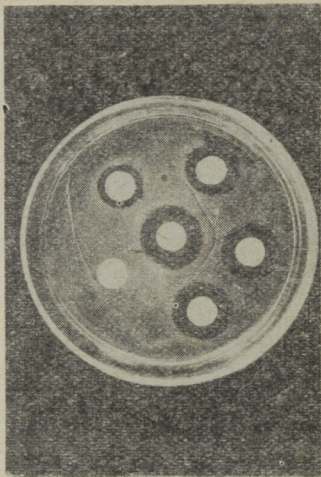
Aktív kapszicidin-kristályok mikroszkópos képe. Nagyítás 1:40

A vizes kivonatok vizsgálata arra az érdekes eredményre vezetett, hogy az őrölt paprikamagvak – tejszerű külsejű – kivonataiban a kapszicidin nem vízben oldva, hanem a – zavarosságot okozó – szemcsékbe, a tartalékfehérje- vagy más néven *aleuronszemcsékbe* zárva, *oldhatatlan* állapotban van jelen. Ennek a megállapításnak tudományos érdekességet kölcsönöz az a tény, hogy a szakirodalomban – legjobb tudomásom szerint – mindezekig nem jelent meg közlemény antibiotikus hatású aleuronszemcsékről.

Az aleuronszemcsékbe zárt aktív, oldhatatlan kapszicidin abban is különbözik az oldott állapotú kapszicidintól, hogy koleszterinnel nem alkot inaktív komplexvegyületet és csak ha valami módon, pl. homokkal mozsárban összedörzsölve feltárjuk az aleuronszuspenzió szemcséit, inaktiválódik koleszterin hozzáadására.

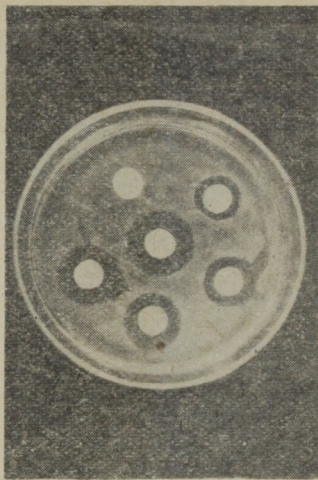
Gyökerek hidegvizes kivonata az aktív kapszicidint *oldott* alakban tartalmazza; az oldat beszáradásakor a hatóanyag *kristályos* állapotban válik ki. Az aktív kapszicidinkristályok több mm nagyságúak is lehetnek, vízben kitűnően oldódnak és optikailag anizotrópok. Néhány alakzat mikroszkópos képét szemlélteti a 10. ábra.

Befejezésül a kapszicidinnak egy sajátos, merőben újszerű tulajdonságáról számolnék be: Ez abban áll, hogy a *kapszicidin érzékenysége* bizonyos külső behatások iránt *az idő függvényében csökken*. Hidegvizes növénykivonatokban levő kapszicidin függetlenül attól, hogy oldott állapotban van-e jelen, vagy oldhatatlanul, az aleuronszemcsékbe zártan – a kivonás pillanatában alkalmazott hőkezelésre, vagy pH változásra inaktiválódik. A vizes kivonat ezt az érzékenységét állás közben fokozatosan elveszti, a rendszer *stabilizálódik* és



11. ábra

Kapszicidin – hőkezeléssel rögzített – stabilizációs folyamata, aktivitás-indikátoron. Középen: Kezeletlen aleuronszuszpenzió. A gátlási zóna nélküli papírkorong a kivonás után azonnal hőkezelt, tőle jobbra sorban a többi 15, 30, 60 és 120 perc állásidő után hőkezelt aleuronszuszpenziót tartalmaz



12. ábra

Kapszicidin – savkezeléssel rögzített – stabilizációs folyamata aktivitás-indikátoron. Középen: kezeletlen aleuronszuszpenzió. A gátlási zóna nélküli papírkorong a kivonás után azonnal savkezelt, tőle jobbra sorban a többi 15, 30, 60 és 120 perc állásidő után savkezelt aleuronszuszpenziót tartalmaz

másfél-két órán túl ugyanazokra a külső behatásokra már nem inaktíválódik, hanem aktív marad.

A 11. ábra ezt a – hőkezeléssel rögzített – stabilizációs folyamatot mutatja be.

Az ábrán látható aktivitás-indikátorra helyezett (9 mm átmérőjű) szűrőpapírkorongok mindegyikére 0,01 ml kapszicidintartalmú kivonatot vittünk fel. A kivonat aleuronszuszpenzió volt, amely úgy készült, hogy 1 rész finomra őrölt paprika-vetőmaghoz 10 rész deszt. vizet adtunk, 1 percig kézzel erősen ráztuk és azonnal átszűrők vattán. A (tejszerű) szűrletből egyenlő térfogatokat (5 ml) vittünk kémcsövekbe és az első kémcsövet azonnal (2 percen belül) öt percre forrásban levő vízfürdőbe állítottuk, a többit 15, 30, 60 és 120 perc (szobahőmérsékleten való) állás után hőkezeltük ugyanúgy.

Amint az ábrából látható, az azonnal hőkezelt kivonat nem adott gátlási zónát, tőle jobbra sorban a többi, növekvő állásidővel növekvő gátlási zónát adott. A 2 óra után hőkezelt oldat már stabilizálódott, gátlási zónájának átmérője elérte az oltott lemez közepén elhelyezett, kezeletlen vakpróba gátlási zónájának átmérőjét.

Teljesen *azonos* képet kapunk akkor is, ha hőkezelés helyett a szuszpenziókat a leírt időközökben ásványi savakkal *megsavanyítjuk* úgy, hogy az oldat a savra 0,1 n legyen. (12. ábra).

Növekvő állásidők utáni *lúgosítással* (alkalilúgokkal, 0,1 n-ra) is megfigyelhető volt a stabilizációs folyamat, azzal a különbséggel, hogy a gátlási zónák ilyenkor gyorsabban növekedtek, ami valószínűleg a tesztörzs fokozott érzékenysége vezethető vissza lúgos közegben.

Az észlelt különös jelenségek magyarázatára egyelőre csak feltevésekre támaszkodhatunk:

Egyik kísérleti eredményünk szerint a hőkezeléssel inaktíválódott kapszicidin-kivonatok nem is hemolizálnak. Minthogy jelenlegi ismereteink szerint valamely szaponin hemolizálóképességének elvesztése koleszterinnel, egyéb szterinekkel vagy -OH tartalmú vegyületekkel létesült komplex képződésére vezethető vissza, feltételezhető, hogy a hőkezelés inaktíválódás is *komplexxképződésen alapszik*, vagy legalábbis ez a lehetőség nem zárható ki. (Sav- és lúgkezelés inaktíválódásra is vonatkozik ez a feltételezés).

Az inaktív komplexvegyület létesülhetne p. a kapszicidin és valamely állandó, -OH tartalmú kísérőanyaga között; persze nehéz olyan állandó kísérőanyagot elképzelni, amely a mag oldhatatlan aleuronszemcséiben éppúgy jelen van, mint a gyökér vizes kivonataiban, oldott állapotban.

Véleményem szerint valószínűbb a feltevés, hogy a *kapszicidin komponensei* vizes közegben azonnali hevítéskor, vagy pH-változtatáskor *egymással alkotnak komplexvegyületet* és ilyenkor mikrobicid csoportjaik kölcsönösen lekötıdnek. Hidegvizes semleges oldatokban való állás közben a víz elemeinek, esetleg a H és OH ionoknak egyidejű megkötése, vagy más változás révén a molekulák körül *védőburok* alakul ki, az asszociációs képesség fokozatosan elvész, a rendszer stabilizálódik. Magasabb hőmérsékleten ez a védőburok nem tud kialakulni, úgyszintén olyan savanyú, vagy lúgos közegben sem, amelyben a H és OH ionok aránya jelentős mértékben eltolódott (0,1 n koncentrációk).

Ennek a hipotézisnek igazolása vagy megcáfolása későbbi feladat lesz.

Ezúton is hálás köszönetemet fejezem ki dr. Vajda Ödönnek, Intézetünk igazgatójának munkám támogatásáért dr. Bite Pál tudományos osztályvezetőnek (Gyógyszeripari Kutató Intézet) az összehasonlító dioszgenin készítményért és Ruff Ferenc kollégának (Eötvös Loránd Tudományegyetem Szerveskémiai Intézet) az infravörös spektrumok felvételéért és értékeléséért.

I R O D A L O M

- (1) Gál, I.: ZUL 124, 333, 1964.
- (2) Gál, I. E.: ZUL, megjelenés alatt.
- (3) Gál, I. E.: Experientia, 21, 383, 1965.
- (4) Jordanoff, M.: Jahresber. d. Univ. Sofia Vet-Med. Fakultät 3, 55, 1927.
- (5) Rogaceva, A. I.: Fitoncidi i ih ispol'zovanie v konzervnoj promüslennosztii. Piscsepromizdat, Moszkva, 1956.
- (6) Kawasaki, T., Miyahara, K.: Chem. Pharm. Bull. (Tokyo) 11/12, 1546, 1963.
- (7) Kovács J., Kiss B., Gyarmati L.: Előadás a Magyar Hygieniai Társaság Tudományos Ülésszakán, 1964. XII. 17-19.
- (8) Takeda K. et al.: J. Chromatography, 11, 562, 1963.
- (9) Czeglédi - Jankó, G.: Zeitschr. f. klin. Chemie, 3, 14, 1965.
- (10) Marker, R. E. et al.: J. Amer. Chem. Soc. 69, 2157, 1947.

КАПСИЦИДИН, НОВАЯ СОСТАВНАЯ ЧАСТЬ ПАПРИКИ СТЕАРИНОВЫМ СКЕЛЕТОМ

И. Э. Гал

Автор изолировал капсицидин из молотого перца на основе его антибиотического действия. Установил, что вещество находится в алеуриновых зернах спелых семян и в корнях паприки. Новая составная часть образуется смесью трех стероид сапонинов (капсицидин А, В, С), которые самостоятельно показывают также фитоницидное действие. Сахарные компоненты: глюкоза, галактоза и ксилоза; один из двух сапогенинов имеет структуру диосгенина, а другой пока еще не идентифицированный генин с насыщенным стероидным скелетом.

Новое и специальное свойство капсицидина заключается в том, что водные растворы инактивируются под действием термообработки примененной в момент экстракции или изменения рН, потом система постепенно стабилизируется и после истечения некоторого времени уже не инактивируется. Автор сообщает гипотезу для объяснения явления.

CAPSICIDIN, EIN NEUER STEROIDBESTANDTEIL VON PAPRIKA

I. E. Gál

Verfasserin isolierte Capsicidin aus gemahlenem Gewürzpaprika auf Grund seiner antibiotischen Aktivität. Sie stellte fest, dass der Wirkstoff in den Aleuronkörnern der reifen Samen, sowie in den Wurzeln der Paprikapflanze enthalten ist. Der neue Bestandteil erwies sich als ein Gemisch aus 3 Steroidsaponinen (Capsicidin A, B und C), welche auch einzeln eine Phyttonzidaktivität entfalten. Seine Zuckerkomponenten sind Glucose, Galaktose und Xylose. Von seinen zwei Sapogeninen besitzt eines Diosgeninstruktur, das andere ist ein noch nicht identifiziertes Genin mit einem gesättigten Steroidring.

Eine eigentümliche, völlig neuartige Eigenschaft des Capsicidins besteht darin, dass seine wässrigen Extrakte bei sofortiger Hitzebehandlung oder pH Änderung nach der Extraktion inaktiviert werden, dann durchläuft das System einen Stabilisationsprozess und kann nach gewissen Stehzeiten nicht mehr inaktiviert werden.

Schliesslich wird versucht eine Erklärung für die beobachteten Erscheinungen zu geben.

CAPSICIDINE, A NEW CONSTITUENT OF PAPRIKA POWDER, WITH A STEROID STRUCTURE

I. E. Gál

On the basis of its antibiotic effect, capsicidine could be isolated from paprika powders. It was found that this constituent of antibiotic activity occurs in the aleuron grains of the ripe seeds and in the roots of the paprika plant. The new constituent proved to be a mixture of three steroid saponines (capsicidine A, B and C) which showed phitoncidic effects separately as well. The sugar components of capsicidine are glucose, galactose and xylose; of its two sapogenines one is of diosgenine structure while the other is a saturated genine with a steroid structure. This latter has not been identified so far.

Capsicidine has the particular and novel feature that its aqueous extracts undergo inactivation when heat effects or pH alterations take place in the moment of the extraction. Later, the system is gradually stabilized, and after certain standing periods, cannot be inactivated any more.

Lastly, a hypothesis is presented by the author for the interpretation of the observed phenomena.

CAPSIDINE, UN NOUVEAU COMPOSANT DU PIMENT A NOYAU STÉROLIQUE

I. E. Gál

L'auteur a isolé la capsicidine du piment à l'aide de son effet antibiotique. Elle a établi que ce corps se trouve dans les granules d'aléuron des graines mures et dans les racines du piment, Le nouveau composant s'est avéré d'être la mixture de 3 saponines stéroïdes (capsicidine A, B et C), qui ont aussi séparément un effet fitocide. ces composants de sucre sont la glucose, la galactose et la xylose, de ses deux sapogénines l'une a une structure diosgénine, l'autre est une genine pas encore identifiée à noyau stérolique.

Un caractéristique intéressant de la capsicidine c'est que ses extraits aqueux deviennent inactives si on les soumet à l'instant de l'extraction à un traitement calorique ou à un changement du pH. Puis le système devient graduellement stable et après un certain temps il est inactivable.

Finalement l'auteur émet une hypothèse pour l'explication des faits observés.

A szerkesztőbizottsághoz a következő dolgozatok érkeztek:

Sz. Szotyori Katalin: Eljárás a aszkorbinsav meghatározására oszazonjának papírkromatográfiás elválasztása útján III. Az aszkorbinsav-oszazon állandósága és izomerizációja savanyú közegben.

Bátyai Jenő: Gyümölcslevek és üdítőitalok minősítése.

Dworschák Ernő: A keményítő szerkezeti változásai hevítés hatására II. Vizsgálatok 150–210 C° közötti hevítési intervallumban.

Báthory Pál: Ételmérgezések felosztása.

Ojtózy Kristófné: Májas készítmények keményítő- és glikogén tartalmának meghatározása.

Gabonafehérjék N-terminális aminosavai meghatározásának néhány módszertani kérdése

VARGA JÁNOS

Budapesti Műszaki Egyetem Élelmiszerkémia Tanszék

Érkezett: 1966. április 15.

A fehérjekutatás területén az utóbbi évtizedekben elvégzett sokoldalú kutatómunka nagymértékben gazdagította a fehérjékkel kapcsolatos ismereteinket. A fehérjék szerkezetkutatása azonban ma is a szerves kémia talán legbonyolultabb területe. Az intenzív kutatás ellenére még mindig sok a megoldatlan probléma. Néhány kiemelkedő eredmény azonban már eddig is született. Sikertült például megállapítani egyes polipeptidek és néhány egyszerűbb fehérje szerkezetét és számos a fehérjék szerkezetére általánosan érvényes alapelvet leszögezni.

A fehérjekutatás jelenlegi szakaszában jelentős szerephez jutott a fehérjék végcsoportjait képező aminosavak meghatározása. A végcsoportok meghatározása jelenti az első lépést a peptidláncokat felépítő aminosavak sorrendjének megállapításában, mennyiségi viszonyaik tisztázása pedig a peptidláncok és elágazások számára és természetére ad felvilágosítást. Az eddigi vizsgálatok fő súllyal a különböző állati eredetű fehérjéket és számos enzimet érintettek. Ezek viszonylag egyszerűbb felépítése és tiszta (homogén) frakciók könnyebb előállíthatósága miatt váltak a vizsgálatok anyagává. Ezekből egységes fehérje frakciók előállítására viszonylag jól kidolgozott módszerek állnak rendelkezésre (gél-elektroforézis, immunoelektroforézis, gélfiltráció stb.). Növényi fehérjék esetében és ezen belül is a búzafehérjéknél a vizsgálatok még kezdeti stádiumban vannak. A búzafehérjék bonyolult felépítése igen sok metodikai nehézséget támaszt. A jelenleg ismert és általában alkalmazott fehérjeelválasztási módszerekkel, mind az oldhatósági alapon, mind a szedimentálással előállított búzafehérje frakciók nem egységesek. További frakciókra való bontás az eddig ismert módszerekkel nehézkes, körülményes.

Egyedül a gélfiltráció az, amely az eddigi vizsgálatok alapján biztató eredményt hozott. Ahhoz, hogy a végcsoport analízisen túllépve primer aminosav szerkezetet sikerrel vizsgálhassunk, elengedhetetlen a homogén, tiszta fehérje-frakció előállítása.

A búzafehérjék táplálkozásunkban betöltött szerepük révén nagy jelentőségűek. A búzalisztból készült sütőipari termékek minőségének javítása céljából is fontos a bennük levő fehérjék ismerete;

Legbővebben a búzafehérje alkohololdható (gliadin) frakcióját tanulmányozták eddig, de történtek vizsgálatok, a többi frakció N-terminális aminosavak meghatározására is. Hazai kutatók közül *Kőrös* (1), *Dévényi*, *Szörényi* (2, 3) és *László*, *Nedelkovits*, *Kovács* (5), számolt be ilyen irányú vizsgálatokról. Külföldi közlemények közül megemlítem *Ramachandran* és *Mc Connel* (6), *Mills* (7), *Reznycsenko*, *Polotnova*, valamint *Meljteva* (8, 9) munkáit. Az újabb vizsgálatokról számolnak be *Fox* és *De Fontaine* (10) *Rohrlich* és *Schlüssler* (11, 12), valamint *Winzor* és *Zentner* (13) munkáikban. Az eddig vizsgálatok eredményeit *Winzor* és *Zentner* táblázatosan is összefoglalták. Ezt a táblázatot közlöm kiegészítve az azóta publikált újabb hazai és külföldi eredményekkel. (1. táblázat).

N-terminális aminosavak előfordulása búzafehérjében

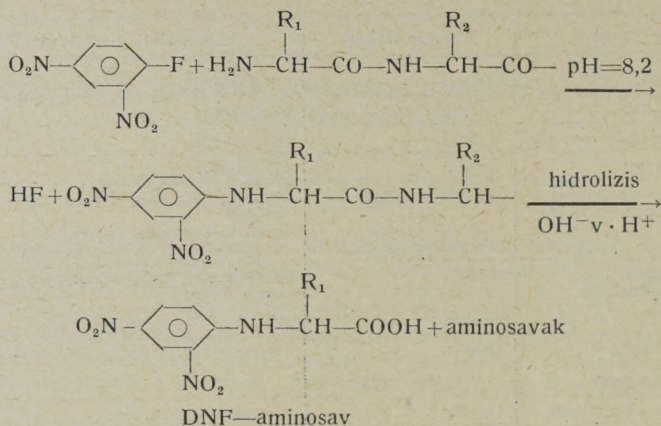
Kutatók neve	Fehérje frakció	Kimutatott N-végcsoportok
Körös (1)	Gliadin	Hisztidin
Dévényi (2)	Gliadin	Fenilalanin
Dévényi – Szőrényi (3)	Gliadin	Fenilalanin
Dévényi (4)	Gliadin	Fenilalanin
Lásztity – Nedelkovits – Kovács B. (5)	BL 112 gliadin BFF 55 gliadin San Pastore gliadin	Ciszteïn, hisztidin, alanin, aszparaginsav, treonin Ciszteïn, hisztidin, alanin, valin Ciszteïn, hisztidin, alanin, valin, treonin
Ramachandran – Mc Connel (6)	Gliadin	Glutaminsav, aszparaginsav, szerin, alanin, valin, hisztidin
Mills (7)	Gliadin	Aszparaginsav, szerin, valin
Reznyicsenkó – Polotnova – Cvetkova (8)	Gliadin	Glutaminsav, treonin, fenilalanin, leucin
Meljtjeva – Polotnova (9)	Gliadin	Aszparaginsav, treonin
Fox – de Fontaine (10)	Teljes búza	Lizin, (leucin, metionin, fenilalanin)
Rohrlich – Schlüssler (11)	Albumin-globulin, gliadin-glutenin	Valin, leucin, hisztidin
Rohrlich – Schlüssler (12)	Albumin-globulin, gliadin-glutenin	Glutaminsav, glicin, alanin, valin, leucin, hisztidin
Winzor – Zentner (13)	Sikér	Glutaminsav, aszparaginsav, szerin, treonin, glicin, alanin, valin, leucin, hisztidin

Az összesített eredményekből jól látható, hogy ugyanazon fehérjefrakció esetében is (például gliadin), a különböző kutatók más és más N-végcsoportot mutattak ki. Figyelemreméltó, hogy *Rohrlich* és munkatársai különböző fehérjefrakciók vizsgálatánál ugyanolyan végcsoportokat találtak. Az eltérő eredményeket *Reznyicsenkó* a kísérleti technika, főleg az aminosav azonosítási technika, ki nem elégtő pontosságára vezeti vissza. *Lásztity* és *Nedelkovits* a búzafaj, a termelési körülmények mellett, az elválasztás, frakcionális körülményeit tartják döntőnek. A vizsgálatok nehézségét bizonyítja az a tény, is, hogy az N-terminális aminosavak kvantitatív meghatározása gabonafehérjékben ezideig nem történt meg. A metodikai problémák ezen a téren is gátolják az előrehaladást. Ezért feltétlenül hasznosak azok a próbálkozások, amelyek részint a homogén fehérjefrakciók előállítására irányulnak, másrészt a metodikai problémákat igyekeznek tisztázni.

N-terminális aminosavak meghatározása DNFB-os módszerrel

Az N-terminális aminosavak meghatározására jelenleg két, jól bevált módszer alkalmazható. Az egyik *Sanger* (14) 2,4-dinitrofluorbenzolos eljárása, a másik az *Edman* (15), által bevezetett fenil-izotiocianátos módszer. Munkám jelenlegi szakaszában a *Sanger*-féle 2,4-dinitrofluorbenzolos eljárást alkalmaztam. A módszer alapelve: a vizsgálandó fehérjefrakciót lúgos közegben (pH = 8,2) 2,4-dinitrofluorbenzollal reagáltatjuk, majd a reakcióidő letelte után az oldatot HCl-el megsavanyítva a DNFB-fehérjét leválasztjuk. A kapott DNFB-fehérjét ezután hidrolizáljuk (teljes hidrolízis), majd a hidrolizátumból extraháljuk a

DNF aminosavakat (vízoldhatók kivételével). Röviden vázolva: az eljárás kémiai reakciójának lefolyása a következő:



Vizsgálati anyagok

Vizsgálataimhoz BL 112 lisztből a klasszikus *Osborne* (16) módszer szerint előállított fehérjefrakciókat használtam fel. Így a vízoldható albumin (és pszeudo globulin), 1 M-os NaCl-ban oldható globulin, a 70%-os alkoholban oldható gliadin, valamint 0,2%-os KOH-ban oldódó glutenin frakciót. E frakciókat vákuumos szárítás után porítottam és e porkészítményeket használtam a további kísérleteimhez és méréseimhez.

A vizsgálatok célja elsősorban számos módszertani probléma tisztázása, melyek az eddigi irodalmi adatok alapján nincsenek megnyugtatóan megoldva gabonafehérjékre. Így például nem eléggé tisztázottak a dinitrofenilezés pontos körülményei, továbbá a DNF-aminosavak elválasztása és azonosítása sem minden esetben kielégítő. A legkülönbözőbb kromatográfiás (leszálló, kör, két-dimenziós) eljárások végeredményét összehasonlítva a kapott N-terminális aminosavak eléggé különbözőek. Ezért a vizsgálatok során én is többféle eljárást alkalmaztam a DNF-aminosavak azonosítására és csak azokat a DNF-aminosavakat fogadtam el valóban végcsoportként, melyeket a különböző módszerekkel mindig sikerült is teljes biztonsággal kimutatni. Emellett feleletet próbáltam kapni olyan kérdésekre is, hogy az egyes fehérje frakciók végcsoportjai különbözőek-e, vagy azonosak-e?

DNF-fehérje előállítása

1 g vizsgálandó fehérjét 10 ml 10%-os NaHCO₃-ban szuszpendáltam (csak részleges oldódás van). Ezután 20 ml 5%-os alkoholos 2,4-dinitrofluorbenzol oldatot adtam hozzá. Az elegyet fénytől elzárva szobahőmérsékleten 72 órán át rázatás közben reagáltattam. A 72 órás reakció eltelte után a kapott sárgaszínű elegyet néhány csepp cc. HCl-al megsavanyítottam, a levált sárga csapadékot centrifugáltam, majd alkohol-éter 1:1 arányú keverékével háromszor és végül éterrel is háromszor jól kimostam. (Erre a 2,4 dinitrofluorbenzol és az esetleg jelenlevő szabad DNF-aminosavak eltávolítása miatt van szükség). A kapott csapadékot sötét helyen szobahőmérsékleten szárítottam és további felhasználásig sötét, száraz helyen tároltam.

A fenti eljárásnál nehézséget okoz, hogy a búzafehérje frakciók 10%-os NaHCO_3 -ban nem, vagy csak kismértékben oldhatók. A szuszpendált fehérje a 2,4-dinitrofluorbenzollal nem eléggé exakt módon reagál és így előfordul, hogy ugyanaból a fehérje-frakcióból több dinitrofenilezést elvégezve a kapott végcsoportok mennyisége (az azonos kísérleti körülmények ellenére is) eltérő volt. Ennek kiküszöbölésére próbáltam meg az alábbi eljárást:

1 g fehérjét 30 ml etilénklórhidridben rázatás közben feloldottam. Hozzáadtam 10 ml desztillált vizet és 15 ml 10%-os NaHCO_3 -ot, végül 20 ml 5%-os alkoholos 2,4-DNFB oldatot. Szobahőmérsékleten fénytől elzárva, rázatás közben dinitrofenileztem. Különböző reakcióidőket próbáltam ki (12, 24, 36, 48 órát). A reakcióidő eltelte után az oldatot 350 – 400 ml desztillált vízbe öntöttem keverés közben. Rövid idő után a DNF-fehérje sárgaszínű csapadék formájában kiválik (vízbeöntés előtt néhány csepp koncentrált sósavval az oldatot megsavanyítjuk). Csapadékot centrifugálással elválasztottam, majd alkohol-éter egy-egy arányú keverékével háromszor, s végül éterrel kimostam.

DNF-fehérjék hidrolízise és azonosítása

A módszer elve, hogy a DNF fehérjét sósavval teljesen hidrolizáljuk és a hidrolízissel kapott DNF aminosavakat azonosítjuk.

0,2–0,3 g DNF fehérjét üvegampullába bemeztem, majd hozzáadtam 10–15 ml 5,6 n sósavat. Ezután az ampulla tartalmát nitrogén gázárammal levegőmentesítettem, majd leforrasztottam. Az ampullát homokba ágyazva 105 °C-on 18 órán keresztül hidrolizáltam. A hidrolízis után a hidrolizátumot desztillált vízzel háromszorosára hígítottam és peroxidmentes éterrel (25–25 ml) extraháltam. Az éteres oldatokat egyesítettem, majd desztillált vízzel háromszor mosva sósavmentesítettem. Végül vízmentes Na_2SO_4 -al szárítottam. Ezután fénytől elzárva vákuumban 30 °C fokon szárazra pároltam. A maradékot 3 ml metanolban vettem fel. Az éterrel extrahált visszamaradó sósavas oldatot vákuumban sötét helyen 45 °C fokon szárazra pároltam (a sósav teljes eltávolítására kétszer vízzel felvettem és ismételten szárazra pároltam). Végül 3 ml desztillált vízben oldottam fel a maradékot.

Az éteres oldatba a nem bázikus DNF-aminosavak jutnak, a vizes oldatba pedig a bázikus aminosavak és a DNF-ciszteinsav is. A kapott metanolos és vizes oldatból DNF-aminosavakat ismert DNF-aminosavak segítségével direkt módon határoztam meg. Az éteres (metanolos) fázis DNF-aminosavainak azonosítására az alábbi eljárásokat alkalmaztam:

a) Leszálló papír kromatográfia (Roverly citrátos módszere, 1,5 M-os foszfát puffer).

b) Papír elektroforézis.

A vizes fázisból a DNF aminosavakat:

a) Leszálló papírkromatográfiával (butanol-ecetsav-víz 4:1:5 arányú keverék).

b) Papírelektroforézissel határoztam meg.

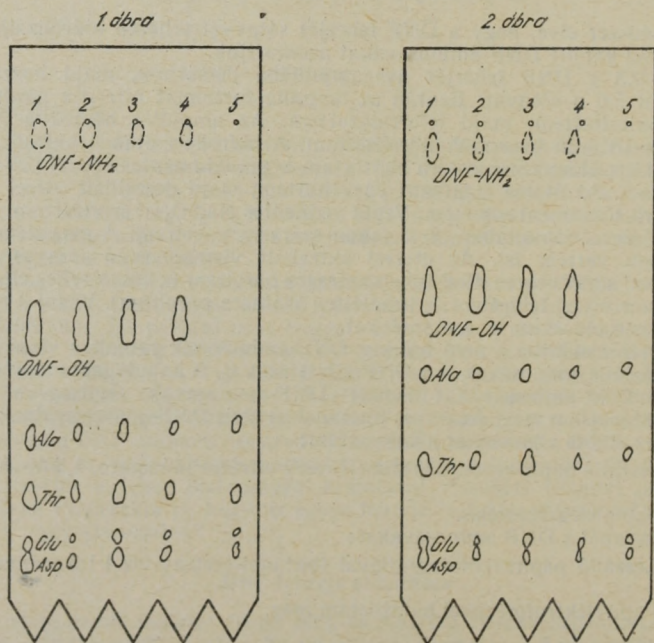
Roverly citrátos módszere. (17)

1 M-os citrát-HCl puffert használtam. (pH = 6,2). Az alkalmazott szűrőpapír Schleicher – Schüll 2043/b volt. A leszálló kromatográfia ideje 48 – 60 óra. Előnye ennek a módszernek, hogy a puffer hőmérsékletváltozásra nem érzékeny csak vizes fázisa van. Ha a vizsgált elegy nem bonyolult összetételű, az elválás jónak mondható. Az elválás sorrendje más mint a szerves fúttatókban. Jól elválnak egymástól a tirozin, lizin, glicin, fenilalanin, aszparaginsav, glutaminsav. 6 γ -nyi DNF aminosav már szemmel jól észlelhető foltot ad. A 4 DNF-fehérje hidrolizá-

tum éteres fázisainak aminosavai az 1. ábrán láthatók. A viszonylag nagy terjedelmű DNF-OH folt HCl-gázban elhalványodik. Alatta gyengeszínű folt észlelhető, mely valószínűleg glikokoll. Az ábrán nem jelöltem be, mert a másik módszerrel nem sikerült jelenlétét megnyugtató módon igazolni. Valószínűleg a treonin jelzésével ellátott folt sem teljesen homogén. E kérdések tisztázására a vizsgálatokat tovább folytatom.

1,5 M-os foszfát pufferes rendszer. (17)

138 g $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -t és 71 g Na_2HPO_4 -ot oldottam 1000 ml desztillált vízben enyhe melegítés közben. (pH = 6.) A kromatografálás ideje 40–48 óra volt. A használt szűrőpapír Schleicher – Schüll 2043/b volt. Az elválási viszonyok hasonlóak a Rovey citrátos módszerénél leírtakhoz. A kapott kromatogram sematikus képét a 2. ábrán láthatjuk. A foszfátos pufferben történő elválasztás is csak egyszerű keverékek esetében használható. A DNF-OH folt ebben az esetben nehezebben távolítható el. Az alaninként jelzett folt valószínűleg itt sem homogén.

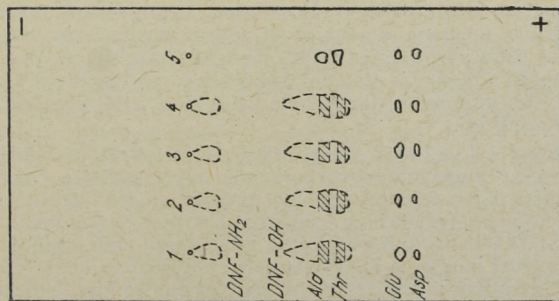


Magyarázat:

1. DNF - albumin hidrolizátum
2. DNF - globulin
3. DNF - gliadin
4. DNF - glutenin
5. Kontroll DNF - aminosavak

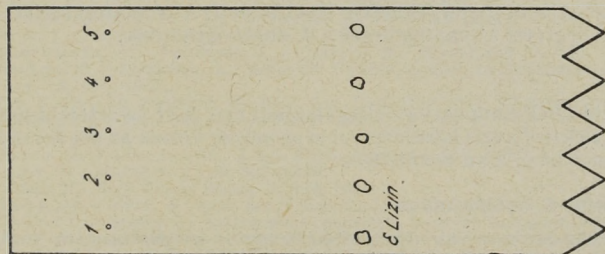
- DNF-NH₂ = 2,4 - dinitroanilin
 DNF-OH = 2,4 - dinitrofenol
 Ala - DNF - alanin
 Thr - DNF - treonin
 Glu - DNF - glutaminsav
 Asp - DNF - aszparaginsav

3. ábra



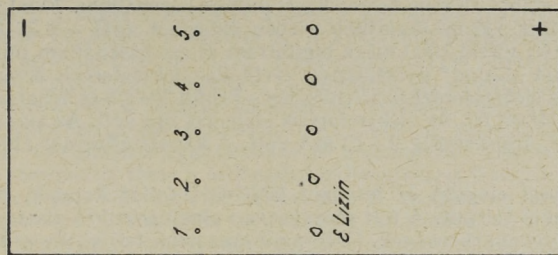
A számok és rövidítések jelentése azonos az előző ábrákkal

4. ábra



A számok jelentése azonos az előző ábrákkal

5. ábra



Papírelektroforézis

A módszerben az alábbi általam összeállított puffert használtam. 70 ml piri-dint és 12 g Na-acetátot 500 ml desztillált vízben oldottam. (pH = 6,2–6,4). Ebből 50 ml-t desztillált vízzel 1000 ml-re hígítottam és ezt használtam pufferként. Az elektroforézist „Labor” gyártmányú vertikális elektroforézis berende-zésben végeztem el. Az elektroforézishez Schleicher – Schüll 2043/b és Whatmann N^o szűrőpapírt használtam fel. Az elektroforézis ideje 2 $\frac{1}{3}$ óra volt. Az alkalmazott feszültség 1000 V, áramerősség 9–13 mA volt. A kapott elfogram ábráját a 3. ábrán közlöm.

Az elektroforézisnél elnyúló és intenzív DNF-OH foltot kapunk, mely elfedi a treonin és alanin foltjait. A folt sósavgázban elhalványul és alatta elő-tűnnek a monoaminomonokarbonsavak. DNF-aminosavainak foltjai. Ez a mód-szer gyorsan ad tájékoztatást nem túl bonyolult keverékek analizisekor.

A vizes fázis DNF-aminosavainak azonosítása

Leszálló papírkromatográfiás módszer

A kromatografáló oldat butanol-ecetsav-víz (4:1:5) keverék szerves fázisa volt. Az alkalmazott szűrőpapír Sch-Sch 2043/b volt. A kromatografálás idő-tartama 36 óra. Jellegzetes kromatogramot a 4. ábrán láthatunk.

Papírelektroforézis

Az éteroldható DNF-aminosavak vizsgálatánál már leírt összetételű puffert alkalmaztam. Az elektroforézis körülményei is azonosak voltak az ott leírtakkal. A kapott elfogramot az 5. ábra szemlélteti.

A vizsgálati eredmények összefoglalása

Az N-terminális aminosavak dinitrofluorbenzolos meghatározása során a NaHCO₃-os közegben végzett 72 órás dinitrofenilezési idő esetében is a vizsgált DNF-aminosavak mennyisége eltérő volt, amit a kromatogramok egyszerű megtekintése alapján is észlelni lehet. Ennek valószínű oka az, hogy egyes fehér-jék nem oldódnak teljesen és így a dinitrofenilezés nem mindig kvantitatív. Hogy a fehérjéket oldott állapotban dinitrofenilezhessem, kipróbáltam egy általam összeállított etilénklórhidrines módszert. A különböző ideig történő dinitrofeni-lezés eredményeit összehasonlítva, már a 24 órás reakcióidő letelte után a DNF-aminosavak mennyiségében változást nem tapasztaltam. Megfigyelhető továbbá, hogy az etilénklórhidrines módszert mindig közel azonos eredményre vezetett mennyiségi tekintetben több párhuzamos dinitrofenilezés esetében is. Meg kell azonban említeni, hogy az albumin és globulin frakció ilyen körülmények között dinitrofenilezve vízbeöntés után kvantitatíve nem válik ki (a teljes kiválást ace-ton hozzáadásával érhetjük el).

Megállapítható, hogy a kvalitatív vizsgálatnál eddig ismert és általában alkalmazott módszerek a monoaminodikarbonsavak elválasztására jók. Az elektroforézises vizsgálat ilyen tekintetben igen gyorsan ad felvilágosítást. A monoaminomonokarbonsavak elválasztása azonban a használt eljárásokkal nem megnyugtató. A DNF-OH folt ugyanis mindegyik módszernél ezen aminosavak DNF-származékaival együtt mozog. A DNF-OH folt sósavgázban elszintelenít-hető ugyan, de semmi biztosíték nincs arra nézve, hogy az esetleg kisebb mennyi-ségben jelenlevő DNF-aminosav foltok (amelyeket elfed) szintén nem gyengül-nek-e és így kiértékelésük nehezzé válik. De a DNF-OH folt alatt levő mono-aminomonokarbonsav foltok homogenitása sem bizonyos, sőt sok jel arra mutat,

hogy ezen foltok más szelektívebb módszerrel további DNF-aminosavakra választhatók szét.

Igen érdekes eredményt hozott a különböző fehérjefrakciók DNF-aminosavainak kvalitatív vizsgálata is. A különböző módszerekkel vizsgált éteres és vízoldható DNF-aminosavak mindegyik frakció esetében azonosak voltak. (alanin, treonin, aszparaginsav, glutaminsav, ill. ϵ -lizin). Ezekről az eredményekről röviden már a Magyar Biokémikus Társaság 1965. évi nagygyűlésén tartott előadásunkban is beszámoltunk. (18). Jelenlegi vizsgálataimban már a mennyiségi viszonyok meghatározása is folyamatban van és ezek azt mutatják, hogy mennyiségi téren a különböző gabonafehérje frakciók N-terminális aminosavaiban már eltérések mutatkoznak. E vizsgálatok további eredményeiről, valamint az N-terminális aminosavak kvalitatív vizsgálatának vékonyréteg kromatográfiás eredményeiről későbbi közleményemben számolok be.

I R O D A L O M

- (1) *Körös Z.*: Magyar Kém. Folyóirat 56, 131, 1950.
- (2) *Deutsch, T.*: Acta Physiol. Ac. Sci. Hung. 6, 209, 1954.
- (3) *Dévényi, T.* – *Szőrényi, E.*: Acta Physiol. Ac. Sci. Hung. 9, 301, 1956.
- (4) *Dévényi, T.*: Biochimija Zrna. Szbornik. 40 Moszkva, 1958.
- (5) *Lásztity R.* – *Nedelkovits J.*, – *Kovács B.*: Magyar Kém. Folyóirat, 70, 153, 1964.
- (6) *Ramachandran, L. K.* – *Mc Connel, W. B.*: Canadian Journ. Chem. 33, 1463, 1955.
- (7) *Mills, Y.*: Biochem. Biophys. Acta 18, 593, 1955.
- (8) *Reznycsenko, M.* – *Polotnova, L.* – *Cvetkova, V.*: Biochimija 23, 649, 1958.
- (9) *Meljtjeva, N.* – *Polotnova, L.*: Szbornik Naucsn. Labor. Leningradszkovo. Inszt. Szovjet. Torg. 12, 124, 1957.
- (10) *Fox, S. W.* – *De Fontaine, D.*: Proc. Soc. Exp. Biol. Med. 92, 503, 1956.
- (11) *Rohrllich, M.* – *Schlüssler, H. J.*: Naturwiss. 44, 37, 1957.
- (12) *Rohrllich, M.* – *Schlüssler, H. J.*: ZUL 108, 405, 1958.
- (13) *Winzor, D. J.*: Zentner, H.: J. Sci. Food. Agric. 13, 428, 1962.
- (14) *Sanger, F.*: Biochem. J.: 39, 507, 1945.
- (15) *Edman, P.*: Acta Chem. Scand. 4, 284, 1950.
- (16) *Rovery, M.* – *Fabre, S.*: Bull. Soc. Chim. Biol. 35, 541, 1953.
- (17) *Dévényi T.* – *Gergely J.*: Aminosavak, peptidek, fehérjék Budapest, 1963.
- (18) *Lásztity R.*, *Nedelkovits J.*, *Varga J.*: Sikérfehérje frakciók egyes kémiai és reológiai tulajdonságainak vizsgálata. Előadás a Magyar Biokémiai Társaság II. Nagygyűlésén, Budapest.

НЕКОТОРЫЕ МЕТОДИЧЕСКИЕ ВОПРОСЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ N-ТЕРМИНАЛЬНЫХ АМИНОКИСЛОТ В БЕЛКАХ ЗЕРНА

Я. Варга

Автор исследовал N-терминальные аминокислоты, в белковых фракциях зерна (альбумин, глобулин, глиадин, глютеин) методом 2,4-динитрофенилбензола по Шангеру. Исследовал также условия динитрофенилирования. ДНФ-ированные аминокислоты разделил бумажной хроматографией и бумажным электрофорезом. Сопоставил результаты разных бумажнохроматографических исследований и применил новый буферный раствор собственной разработки для исследований бумажным электрофорезом.

Установил, что конечные группы фракций альбумина, глобулина, глиадина и глютеина одинаковые а именно: аспарагиновая – глютаминовая – кислота, треонин и аланин.

В связи с осуществлением исследований обращает внимание на некоторые методические вопросы.

EINIGE METHODISCHE FRAGEN ZUR BESTIMMUNG DER N-TERMINALEN AMINOSÄUREN VON GETREIDE-EIWEISSSTOFFEN

J. Varga

Verfasser prüfte N-terminale Aminosäuren von Getreideeiweissfraktionen (Albumin, Globulin, Gliadin, Glutenin) mittels der 2,4-Dinitrofluorbenzolmethode nach Sanger. Es wurden die Bedingungen der Dinitrophenylierung untersucht. Die DNF Aminosäuren wurden mittels Papierchromatographie und Papier-elektrophorese getrennt. Es wurden die Resultate der verschiedenen papierchromatographischen Versuche miteinander verglichen und für die Papier-elektrophorese ein selbst zusammengestellter Puffer ausprobiert.

Verfasser stellte fest, dass die Endgruppen der Albumin-, Globulin-, Gliadin- und Gluteninfraktionen identisch sind. Im Laufe seiner Versuche machte er auf mehrere methodische Probleme aufmerksam.

SOME METHODOLOGICAL PROBLEMS IN THE DETERMINATION OF THE N-TERMINAL AMINO-ACIDS OF WHEAT PROTEINS

J. Varga

The N-terminal amino-acids of wheat protein fractions were examined with Sanger's 2,4-dinitrofluorobenzene method. Conditions of dinitrophenylation and methodological problems connected with it were studied; the formed DNF-amino-acids were separated by paper chromatography and paper electrophoresis. The various chromatograms were compared and a new buffer solution for electrophoresis was tested. It was found that the terminal groups of the albumine, globuline, gliadine and glutenine fractions were the same: namely aspartic acid, glutamic acid, threonine and alanine.

Some methodological problems of the investigations are pointed out.

DONNÉES CONCERNANT QUELQUES PROBLÈMES RHÉOLOGIQUES DE LA FABRICATION DU CHOCOLAT, II.

J. Varga

L'auteur a étudié dans ses détails par ses propres recherches et les données de la littérature la période de consolidation de la fabrication du chocolat. Il a étudié la formation de la viscosité des chocolats consolidés sous une teneur d'eau constante et variable, l'effet du beurre de cacao et de la grandeur des grains sur la viscosité, ainsi que la quantité optimale de la lécithine et du temps de son application. Il a établi qu'en outre du temps de la consolidation, le mode du traitement et la teneur en eau du chocolat influencent décisivement la viscosité du chocolat.

Il donne des informations numériques concernant la quantité optimale de la lécithine et le temps de son application.

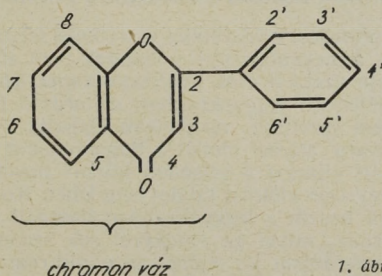
Élelmiszereink összetételének legújabb adatai XXVI.

Eljárás gyümölcsök néhány P-vitamin hatású flavonoidjának papírkromatográfiás meghatározására

SZ. SZOTYORI KATALIN, és W. JURICS ÉVA
Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

Érkezett: 1966. május 28.

1936-ban Szentgyörgyi és munkatársainak (1, 2) eredményei nyomán indultak meg azok a vizsgálatok, amelyek a flavonoidok farmakológiai hatásának megismerését célozzák és amelyek száma ma már szinte áttekinthetetlen. Említett szerzők paprika- és citromléből egy citrinnek elnevezett keveréket izoláltak, amellyel a hajszálerek átteresztőképességének és törékenységének csökkentését tudták előidézni. Mint új esszenciális étrendi faktor a vitamin P elnevezést kapták a flavonoidoknak tartott anyag, amelyről Bruckner és Szentgyörgyi hamarosan megállapították, hogy főképpen heszperidinből és rutinból álló keverék. A későbbi vizsgálatok alapján kiderült, hogy számos, a növényvilágban igen elterjedt flavonoid típusú vegyületeknek hasonló hatása van.



1. ábra

A flavonoidok családjába tartozó vegyületek az alap kromonvázból (1. ábra) felépülő, hidroxilcsoportokat tartalmazó fenilchromon és fenil-4-kromanon származékok. Az alapvegyületeknek rendkívül sok származéka ismeretes, amelyek a különböző gyűrűkön előforduló hidroxilcsoportok számában és elhelyezésében, a hidroxilcsoportok metilálásával térhetnek el egymástól. A variációk számát növeli az a lehetőség, hogy a flavonoidok rendszerint glükozidjaik alakjában fordulnak elő. Leggyakrabban a 3-as és 7-es szénatomon elhelyezkedő hidroxilcsoport hidrogénjának különféle egyszerű, vagy összetett cukrokkal való helyettesítése útján számtalan mono-, di-, vagy poliglukozid származék kialakulását teszi lehetővé.

Anélkül, hogy a szervezetben kifejtett funkciójukról pontos tudomásunk volna, igen sok farmakológiai hatásuk ismeretes. Fényvédő hatásukat élőlényeken Jeney és Czimmer (4) vizsgálta először, más szerzők röntgenbesugárzás esetén, (5, 6) figyeltek meg védőhatást. Ezenkívül a gyógyászatban sikeresen alkalmazzák a véredek átteresztőképességének megnövekedésében megnyilvánuló betegségeknel, így pl. a retina és vesevérzések, hipertonia stb. esetében.

Mivel a flavonoidok jó fémmegkötő képességű, könnyen oxidálódó és nem toxikus vegyületek, egyes szerzők (7, 8) az utóbbi években zsírok bomlásának megakadályozására javasolják felhasználásukat. A flavonoidok redukálóképessége részben az alap kromon-váz telítetlenségére, részben a különböző helyzetű és számú hidroxil csoport jelenléte miatt a két-értékű fenolok jellegzetes oxidációs-redukációs mechanizmusára vezethető vissza. Antioxidáns hatásukat kifejezhetik oly módon, hogy a keletkezett szabad gyökkel, vagy peroxiddal reagálnak és így az antioxidációs láncot megállítják, vagy pedig azáltal, hogy az oxidációs meggyorsító nehézfém-ionokat, ún. kelát komplex képződése közben megkötik (9). Ilyen irányú felhasználhatóságuknak bizonyos fokig akadályt jelent, hogy zsírokban rosszul oldódnak, ezért magasabb alifás alkoholokkal, vagy savakkal történő alkilezés, vagy észterezés útján először zsiroidékony formáik előállítására van szükség.

Hazánkban is felmerült a flavonoidoknak élelmiszerekben antioxidánsként történő felhasználásának lehetősége, állattakarmányokkal végzett eredményes kísérletek alapján (10) azonban a felhasználásra javasolt készítmény pontos összetételének és annak ellenőrzésére alkalmas analitikai módszer hiányában a javaslat nem kerülhetett megvalósításra. Újabbban *Gáborné* (11) foglalkozott egyes flavonoidok és a propilgallát antioxidáns hatásának összehasonlításával.

Mivel Intézetünkben fennállása óta folytatunk olyan munkákat, amelyek az élelmiszerek természetes összetevőinek mind tökéletesebb megismerését tűzték ki feladatul, vizsgálatainkat a flavonoid típusú vegyületek meghatározására is kiterjesztettük.

A flavonoidok elemzési módszereinek áttekintése

A flavonoidok kimutatási módszereire vonatkozó irodalom csak tájékoztató jellegűnek tekinthető, a meghatározási módszerek nem alkalmasak mennyiségi meghatározásra, hanem azokkal csak kvalitatív képet lehet nyerni egyes gyümölcs- vagy zöldségfélékben leggyakrabban előforduló flavonoidokról, mivel legnagyobb részük nem specifikus reakciókon alapszik.

A nagyszámú zavaró anyag mellől a flavonoidokat ki kell vonni, de az extrahálásra felhasznált eljárást a vizsgálni kívánt flavonoidok oldékonysága szabja meg, így arra egységes előírást találni nem lehet. Kis szénláncú alkoholok, acetone, éter és könnyű benzinek a leggyakrabban használt extrahálószerke (12), vizet ritkán alkalmaznak, mivel az rendkívül sok szennyező anyagot kiold. Az elkülönítésre leggyakrabban az oszlop- és papírkromatográfiás eljárásokat alkalmazzák, mivel a régebben használt megoszlásos kirázás nagy anyag- és oldószer mennyiségeket, valamint igen sok munkát igényel. Az elkülönítés rendszerint két fázisban történik. Oszlopkromatográfiát használnak előtisztítás-ként s utána papírkromatográfiával történik egy-egy csoport flavonoidjainak további elválasztása. A leggyakrabban használt adszorbens a cellulóz por és újabban a poliamidok. Az alumíniumoxid túl erős adszorpció, a kationcsereelőlk és a magnéziumszilikátok a hidrolízis vagy komplexképzés veszélye miatt nem kvantitatívok és ezért nem megfelelőek.

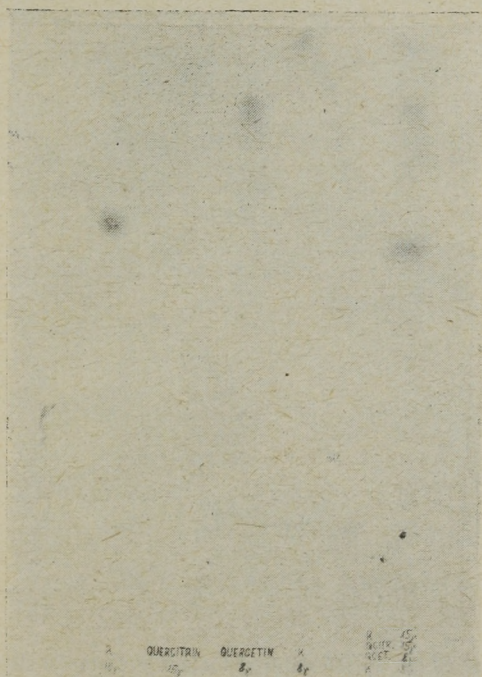
Ezenkívül természetes anyagok flavonoidtartalmának meghatározására egyes szerzők biológiai módszereket is alkalmaznak (13), amikor a vizsgált anyag profilaktikus, vagy kuratív formában történő adagolása mellett adott bőrfelületen kifejtett nyomáseszkentés hatására fellépő kapillárvérzések megjelenése alapján ún. heszperidin egységben adják meg a P-vitamintartalmat, mások viszont (14, 15) nem specifikus reagensek felhasználásával kolorimetriás módszereket használnak.

Flavonoidok analitikájával foglalkozó legtöbb munka a különféle extrakciós eljárások leírására, a kinyert flavonoidoknak különféle oldószerkeverékekben

történő kromatografálására és az R_f értékek megállapítására, valamint a színreakciók alapján történő azonosítására szorítkoznak. A mennyiségeket még Geissmann (16) szerkesztésében 1962-ben megjelent összefoglaló jellegű munka is csak keresztekkel jelöli.

A kidolgozott eljárás ismertetése

A számbajövő vegyületek sokfélesége miatt elsősorban arra törekedtünk, hogy az irodalom alapján leggyakrabban és legnagyobb mennyiségben előforduló és biológiailag hatásosnak bizonyult flavonoidokat meghatározzuk a hazai gyümölcsökben.



2. ábra

Az extrahálást metanollal végeztük. 40 g vizsgálandó gyümölcsöt vízmentes nátriumsulfáttal összedörzsölve kiszárítottunk, majd 15–20 órán keresztül Soxhlet-készülékben extraháltunk. A kivonatot vízfürdön betöményítettük, majd metanollal ismert térfogatra töltöttük fel.

Az alkoholos extraktból a flavonoidok közvetlen elválasztására papírkromatográfiai eljárást dolgoztunk ki, mivel ezt tartottuk legalkalmasabbnak mikroanalitikai szempontból, bár az irodalomban a papírkromatográfiai eljárást elsősorban a már oszlopokon vagy vékonyrétegen szétválasztott flavonoidok elkülönítésére tartják alkalmasnak. A különböző oldószer kombinációk közül butanol-jégecet-víz 4:2:4 arányú elegyével sikerült legjobban elválasztani a tiszta flavonoid preparátumokat (2. ábra).

A különféle gyümölcsökből kinyert extraktumokból azonban a fenti oldószer keverékkel nem sikerült egyértelműen elválasztani flavonoidokat még abban az esetben sem, ha a kromatografálást háromszor vagy négyszer megismételtük ún. nyújtott kromatografálással. A foltok sáv-szerűen szétnyíltak és így nem a várt R_f értékeknél jelent meg, gyakran pedig egyáltalán nem lehetett flavonoidokat kimutatni. A jobb elválás biztosítására a Lindner által (17) bevezetett tisztítási eljárást használtuk. Az elválást zavaró anyagoktól a W. Jurics (18) által az oxifahéjsavak elválasztásánál alkalmazott butanol-jégecet-víz 7 : 1 : 2 arányú

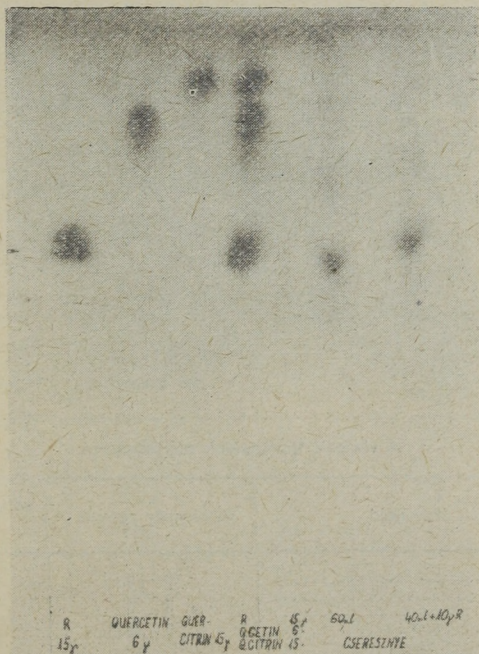


3. ábra

keverékével éjen át 43 cm hosszú papíron történő futtatással sikerült a flavonoidokat elkülöníteni. Ebben a futtatóban ugyanis az általunk vizsgáltak között legalacsonyabb R_f értékű rutin is kb. R_f ,25-nél elválik és a nagy mennyiségű festék, valamint egyéb, egyelőre nem azonosított zavaró anyag a startvonalnál, illetve R_f ,20 érték alatt marad. A megszáritott szűrőpapír aljáról a zavaró anyagok foltjait tartalmazó alsó részt levágva, a második futtatást kb. 20 órán át, a tiszta anyagoknál jól bevált butanol-jégecet-víz 4 : 2 : 4 arányú keverékével végeztük. A levágandó rész kijelölése ultraibolya fényben történt, amellyel a zavaró anyagok igen jó elkülönülése látható. Fluoreszcenciájuk a flavonoidoktól erősen eltérő színű, főleg antocián jellegű vegyületek jelenlétére utal. A 3. ábra az első, a 4. ábra a második futtatás után mutatja be egy cseresznye extrakt és a megfelelő flavonoidok kromatográfiás elválasztását. A foltok azonosítását az R_f értékekben mutatkozó ingadozások miatt – amelyeket a futó anyag mennyisége és az egyes foltok egymáshoz való aránya is befolyásol –

minden esetben hozzáadás és a megfelelő folt megnövekedése, valamint a színazonosítás alapján végeztük el.

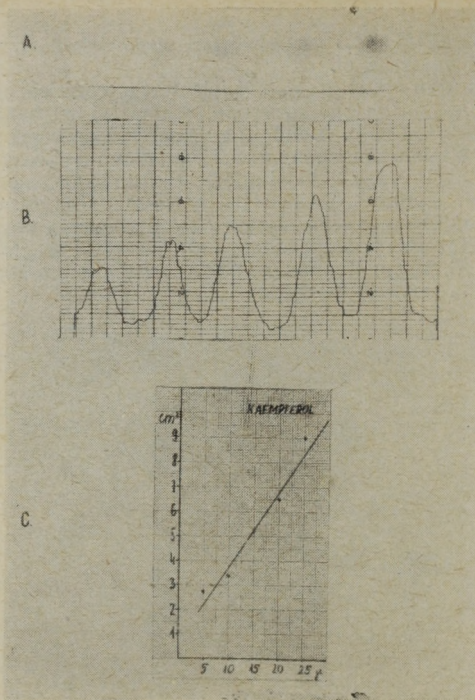
Az elválasztás után újabb problémát jelentett a megfelelő színreakció alkalmazása, amely a papírról történő közvetlen mennyiségi meghatározást a rendelkezésünkre álló Locarte Comp. (London) gyártmányú denzitométer segítségével lehetővé teszi. Az általánosan ismert és használt flavonoid reagensek vagy nem voltak elég érzékenyek, vagy a keletkezett színintenzitása nem volt elegendő, vagy pedig a papír elszíneződése miatt a hátteret változtatták meg és így a denzitometriás kiértékelésnél nehézségeket okoztak. Számos reagens kipróbálása után az uranil acetát 1%-os vizes oldata (19) bizonyult megfelelőnek a kívánt cél elérésére. Az 5. ábrán egy ily módon előhívott kromatogramot, denzitogramot és az annak alapján szerkesztett kalibrációs görbét láthatjuk.



4. ábra

A különféle flavonoidokkal kapott vöröses-barna foltok színintenzitása nem volt teljesen azonos, a jól meghatározható mennyiségek kismértékben eltérnek egymástól. Az 1. táblázatban tüntettük fel az egyes flavonoidoknál már jól mérhető mennyiségeket és a denzitometrálással kapott területeket cm²-ben.

A meghatározás pontosságának ellenőrzésére kétféle mérést végeztünk. Egyrészt meghatároztuk a mérés reprodukálhatóságát modelloldatokból történő futtatás esetében, amikor is a vizsgált alsó- és felső határ esetében 5–5 párhuzamos mérés eredményét felhasználva meghatároztuk a középértékek százalékos hibáját. A 2. táblázat alapján látható, hogy a kempferolnál az 5 μg-nyi mennyiség esetében talált nagyobb eltéréstől eltekintve a középértékek hibája ± 10% körül van.



5. ábra

1. táblázat

A vizsgált flavonoidok méréshatárai

A vizsgált flavonoid	menyiség gamma	görbe alatti terület cm ² -ben
Rutin.....	10-25	3-8
Kempferol.....	2-10	2-10
Kvercetin.....	2-8	3-9
Kvercitrin.....	5-25	2-8

2. táblázat

A középértékek szórása a denzitometriás meghatározásánál (±%)

A vizsgált flavonoid	Mennyiség	
	5 gamma	20 gamma
Rutin.....	6,6	1,7
Kvercetin.....	10,9	12,5
Kempferol.....	15,7	10,0
Kvercitrin.....	6,1	10,0

A módszer pontosságának további vizsgálata céljából az egyes növényi extraktoknál vizsgáltuk a hozzáadás után visszanyerhető flavonoidok mennyiségét. Itt már nagyobb eltéréseket tapasztaltunk és azt találtuk, hogy az eltérések nemcsak a flavonoidoktól, hanem a vizsgált extrakt minőségétől is függenek. Így pl. a rutin a sárgabarackból, ribizkéből vagy birsalmából 100% körül nyerhető vissza, míg a görögdinnyéből és almából csak 80% körüli mennyiségben. A kvercetin a legtöbb esetben $\pm 10\%$ pontossággal visszanyerhető, míg a kvercitrin visszanyerése csak 80% körüli. Az eltérések okát nem sikerült tisztázni, valószínű, hogy a kísérő anyagok minőségében levő változás a start-helynél megnövekedett adszorpciót eredményez. A kérdés végleges eldöntése további vizsgálatokat igényel.

Az elmondottak alapján kidolgozott módszer szerint megvizsgáltuk 17-féle friss hazai gyümölcsféle flavonoidtartalmát. A 3. táblázatból láthatjuk, hogy a kimutatott flavonoidok 100 g-onként néhány mg %-os mennyiségben találhatók a hazai gyümölcsökben. A gyümölcsök között a legnagyobb különbség a rutin-tartalomban mutatkozott, 3–46 mg % közötti értékekkel. A kvercitrinben az alma a leggazdagabb, hozzá hasonló értéket a főzelékfélék között vizsgált zöldpaprikában találtunk. Lehetséges, hogy a nagy redukálóképességű kvercitrin mennyiség jelenlétének köszönhető, hogy az almában az aránylag hosszú tárolási idő alatt is csak kevés C-vitaminvesztéssel lehet számolni. Kemperolt csupán földieperben és az őszibarackban sikerült kimutatnunk, ezekben is csak igen kis, 1 mg % körüli mennyiségben, a többi gyümölcsben legfeljebb nyomok voltak találhatóak.

3. táblázat

Metanollal extrahálható flavonoidok a hazai gyümölcsökben

A vizsgált anyag	Rutin mg %	Kvercitrin mg %	Kvercetin mg %	Kemperol mg %
Alma	—	22,6	—	—
Körte	12,5	—	25,0	—
Birsalma	6,3	—	3,8	—
Cserezsnye	13,4	5,7	2,4	—
Meggy	—	7,6	4,5	—
Sárgabarack	25,0	3,1	—	—
Őszibarack	3,1	—	10,0	1,0
Szilva	—	2,6	—	—
Ríngló	—	3,1	—	—
Málna	25,0	5,3	—	—
Szamóca	—	—	2,2	1,3
Eper (fa, fehér)	45,6	3,9	16,3	—
Egres	—	—	—	—
Ribizke	25,0	—	—	—
Szőlő	12,5	6,3	15,0	—
Sárgadinnye	—	—	—	—
Görögdinnye	3,3	2,5	—	—

További vizsgálatainkat a zöldségfélék flavonoidtartalmának meghatározására, valamint a flavonoidoknak a C-vitamin bomlását befolyásoló hatásának tanulmányozására terjesztjük ki.

Az azonosításra és modellként felhasznált flavonoidokat a Debreceni Kossuth Lajos Tudományegyetem Szerveskémiai Tanszékétől kaptuk, amelyekért ezúton is köszönetet mondunk.

- (1) Armentano L.: Z. Klin. Med., 129, 685, 1936.
- (2) Armentano L., Bentsáth K., Bérés T., Rusznyák S., Szentgyörgyi A.: Dtsch. med. Wschr., 62, 1325, 1936.
- (3) Bruckner Gy., Szentgyörgyi A.: Nature, 138, 1057, 1936.
- (4) Jeney E., Címmer A.: Arch. exp. Path. Pharm. 190, 648, 1938.
- (5) Rekers P. E., Field J. B.: Science 107, 16, 1948.
- (6) Gábor M., Skultéty S.: Magyar Radiológia 3, 86, 1951.
- (7) Heimann W., Heimann A., Gremminger M., Holland H.: Fette u. Seifen, 55, 394, 1953.
- (8) Richardson G. A., El-Rafey M. S., Long M. L.: Dairy Sc. 30, 397, 1947.
- (9) Lea C. H.: J. Sci. Food Agric, 9, 621, 1958.
- (10) Szabó V.: Kossuth L. Egyetem Szerveskémiai Tanszék, Debrecen, személyes közlés.
- (11) Gábor M.: Elelmezési Ipar, 19, 309, 1965.
- (12) Fragner I.: Vitamine VEB G. Fischer Verlag, Jena, 1964.
- (13) Scarborough H.: Biochem J. 39, 271, 1945.
- (14) Krewson C. F., Couch J. F.: J. Amer. Chem. Soc., 70, 257, 1948.
- (15) Fontaine T. D., Poola J. B., Porter W. L., Maghski J.: Arch. Biochem., 15, 89, 1947.
- (16) Geissmann T. A.: The chemistry of flavonoid compounds, Pergamon Press Oxford — Paris, 1962.
- (17) Lindner K.: Die Nahrung 3, 299, 1959.
- (18) W. Jurics É.: ÉVIKE, 12, 3, 1966.
- (19) Páris S.: Prod. Pharm., 15, 347, 1960. cit. J. M. Bobbit: Thin Layer Chromatography Reinhold Publ. Corporation New York — London 1963.

БУМАЖНО – ХРОМАТОГРАФИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ФЛАВОНОИДОВ ПОКАЗЫВАЮЩИХ ДЕЙСТВИЕ ВИТАМИНА Р В ПЛОДАХ

К. Сотьори и В. Э. Юрич

— Авторы разработали простой бумажнохроматографический метод для определения флавоноидов известных по фармакологическим действиям и примененных в пищевой промышленности в виде антиоксидантов. При помощи метода установили содержание флавоноидов наиболее часто происходящих в 17 видов отечественных плодов и ягод. Экстракция их производится метанолом из плодов сушеных сульфатом натрия, а разделение при помощи двух смесей растворов во время удлиненной хроматографии. После первого разделения, смешивающие вещества имеющие R_f ниже 0,2 и размещенные на нижней части бумаги удаляют срезанием этой части бумаги. Совершенно разделенные пятна флавоноидов проявляют уранилацетатом, а количественное определение производится денситометром на основе калибрационной кривой полученной при помощи одновременно хроматографированных известных флавоноидов в увеличивающем количестве.

Ошибка определения рютина, кверцетина и кемпферола $\pm 10\%$, а кверцетрина случайно больше.

EIN VERFAHREN ZUR PAPIERCHROMATOGRAPHISCHEN BESTIMMUNG EINIGER OBSTFLAVONOIDE MIT VITAMIN-P WIRKSAMKEIT

Sz. K. Sztotyori, W. É. Jurics

Verfasser arbeiteten zur Bestimmung der auf Grund ihrer pharmakologischen Wirksamkeit bekannten und in Lebensmitteln als Antioxidantien verwendbaren Flavonoide eine einfache papierchromatographische Methode aus. Mittels derselben bestimmten sie die Mengen der am häufigsten vorkommenden Flavonoide in 17 einheimischen Obstarten. Die Extraktion erfolgte aus mit Natriumsulfat getrocknetem Obst durch Methanol. Die Trennung wurde mit

gestreckter Chromatographie in zweierlei Lösungsmittelgemischen durchgeführt. Nach der ersten Entwicklung entfernten sie die unterhalb R_f 0,20 liegenden störenden Substanzen durch Abschneiden des unteren Papierteiles. Die auf diese Weise vollständig trennbaren Flavonoidflecke wurden mit Uranylacetat hervorgerufen, ihre quantitative Bestimmung erfolgte durch Densitometrie auf Grund einer Kalibrationskurve, welche mit Hilfe der in jedem Falle in steigenden Mengen mitlaufenden Flavonoide aufgenommen wurde. Die Fehlerbreite der Methode für Rutin, Quercetin und Kämpferol beträgt $\pm 10\%$, bei Quercitrin kann der Fehler auch grösser sein.

METHOD FOR THE PAPER CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF SOME FLAVONOIDS OF VITAMIN P EFFECT IN FRUITS

dr. K. Szöke-Szotyori and É. W.-Jurics

A simple paper chromatographic method was developed by the authors for the determination of flavonoids known as pharmacological agents and suitable for use in foods as antioxidants. With the aid of this method, the quantity of flavonoids occurring most frequently in 17 Hungarian fruit types was established. Fruit samples dried with sodium sulfate were extracted with methanol. Separation was carried out with extended chromatography, using two types of solvent systems. After the first run, the interfering substances located at a level below $R_f = 0.20$ were removed by simply cutting off the lower portion of the paper. The flavonoid spots completely separated from each other in this way were developed with uranyl acetate, and quantitatively investigated by densitometry. In each case, a calibration curve served as a basis for the determination. This curve was prepared with increasing amounts of flavonoids which were allowed to run parallel. By this method, rutin, quercetine and kämpferol can be determined with an error of $\pm 10\%$ while in the case of quercitrine, the error may be greater.

MENGEBIER, H.

Vaj vızartalmának meghatározása

(Die Wassergehaltsbestimmung in Butter)

Molkerei- und Käserei-Zeitung, 15, 1362, 1964.

A tej és tejtermékek vizsgálatának egységesítése keretében a vaj vızartalmának kisütéses úton történő meghatározását vizsgálták. Az ismert módszer fő hibaforrásai a következők:

1. A vaj lassú bemérése.
2. A vaj kifröccsenése a kisütésnél.
3. A vaj túl rövid, vagy túl hosszú ideig tartó hevítése.

4. A pohár nem megfelelő lehütése.
5. Pontatlan mérleg.

A pohár két percen belüli lehütése villamos melegítő, vagy ventilátor segítségével elvégezhető. A pohár melegen történő visszamérése pontatlanságokra vezet és a mérleget is károsítja. A vaj kisütése szobahőmérsékletű óraüveggel ellenőrizhető, ugyanis a pohár fölé tartott óraüvegen a kondenzvíz lecsapódása könnyen észlelhető.

Két meghatározás közt – homogén vızeloszlást feltételezve – a megengedett legnagyobb eltérés $0,2\%$ vıztartalom.

Kacskovics M. (Pécs)

Adatok a csokoládégyártás reológiai problémáihoz. II.

VARGA JÁNOS

Budapesti Műszaki Egyetem Élelmiszerkémiai Tanszék

Érkezett: 1966. május 18.

A vizsgálatsorozat első közleményében (1) a csokoládé két fontos alapanyagának a kakaóvajnak és kakaótésztának a reológiai viselkedéséről számoltunk be. E közleményben a csak kakaóvajból, kakaótésztából, cukorból emulgeáló (esetleg ízesítő) adalék hozzáadásával készült csokoládék* gyártása közben mutatott reológiai viselkedéséről próbálok összefogó képet nyújtani részben saját vizsgálataim, részben irodalmi adatok alapján.

Néhány általános megállapítás a csokoládé reológiai viselkedéséről

A csokoládé reológiai viselkedése az általánosított Bingham-test konzisztencia görbéjével jellemezhető (2). Ismert az is, hogy a Casson egyenlet (melyet szerzője először olajos szuszpenziókra alkalmazott) jól használható a csokoládék konzisztencia görbéinek matematikai leírására is. A Casson egyenlet általános alakja:

$$\tau^a = \sqrt{\tau_{CA}} + \sqrt{\eta_{CA}} \cdot D^a, \text{ ill. } \varepsilon^a = K_0 + K_1 \cdot D^a \quad \text{I.}$$

ahol: τ = nyírófeszültség (din/cm²)

D = nyírósebesség (sec⁻¹)

a = a vizsgált anyagra jellemző állandó

τ_{AC} és η_{AC} = Casson-féle állandók és

$$K_0^a = \eta_{CA}; K_1^a = \eta_{CA}$$

A fenti összefüggést csokoládék jellemzésére először Steiner alkalmazta. Ismeretes a fenti egyenlet rotációs viszkoziméterre érvényes speciális alakja is. Ez a következő:

$$(1 + \alpha) \sqrt{\tau} = 2K_0 + (1 + \alpha)K_1 \cdot \sqrt{D_N} \quad \text{II.}$$

ahol: τ , K_1 és K_0 jelentése azonos a fenti (I) összefüggésben megadottakkal.

$$\frac{2\omega \cdot r_2^2}{r_2^2 - r_1^2} = D_N = \text{látszólagos nyíróseb. (sec}^{-1}\text{)}$$

ω = a forgóhenger szögsebessége (sec⁻¹)

r_1 = forgó henger sugara

r_2 = külső (álló) henger sugara

$$\alpha = \frac{r_1}{r_2}$$

* Megjegyzem, hogy a továbbiakban a csokoládé elnevezés alatt mindig a fenti alapanyagokból készült csokoládét értem, függetlenül az anyagnormában meglévő egyes eltérésektől.

Tapasztalatok alapján a csokoládéknál elhanyagolható torzítással akkor vehető fel a konzisztencia görbe, ha az alábbi feltételek érvényesülnek:

$$75 \cong D_N \cong 2$$

$$a \cong \frac{1}{2} \quad (\text{Szűkrésű rotációs viszkoziméter})$$

Ekkor $\sqrt{\tau}$ és $\sqrt{D_N}$ között gyakorlatilag lineáris az összefüggés (3). A reoviszkoziméteres mérések esetében a gyakorlati tapasztalat azt mutatja, hogy ha a nyírófeszültség és nyírósebesség értékeket kiszámoljuk és a megfelelő (összetartozó) értékek négyzetgyökét koordináta rendszerben ábrázoljuk, akkor jó közelítéssel egyenest kapunk. Ezen egyeneseknek az x tengellyel (nyírófeszültség érték tengely) alkotott metszéspontjából a látszólagos határfeszültség érték meghatározható.

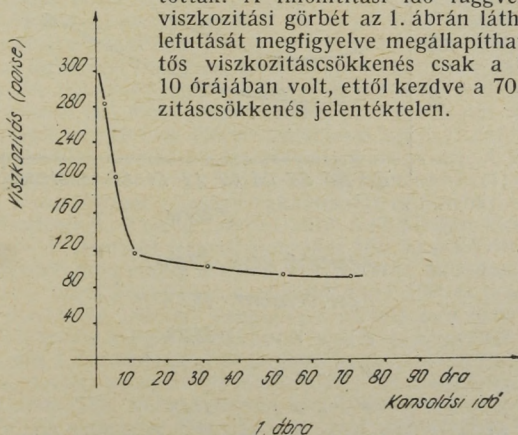
E rövid összefoglalás után rátérnek a tulajdonképpeni csokoládévizsgálatok ismertetésére. Előljáróban megemlítem, hogy a kívánt technológiai műveleteket a Magyar Édesipar 3. sz. gyáregységében végeztük el és a vizsgálatokhoz szükséges csokoládémintákat is ott bocsátották rendelkezésemre.

Finomítás (konsolás) hatása csokoládé viszkozitására

A csokoládé gyártása közbeni reológiai viselkedést többek között Heiss és Bartusch (4) vizsgálta rotációs viszkoziméterrel. A konsolás közben bekövetkező viszkozitás változásokat tanulmányozták állandó és változó nedvességtartalom mellett.

a) Állandó nedvességtartalom mellett mért viszkozitás

Az állandó nedvességtartalmat zárt, levegőztetés nélküli konsban biztosították. A finomítási idő függvényében felvett viszkozitási görbét az 1. ábrán láthatjuk. A görbe lefutását megfigyelve megállapítható, hogy jelentős viszkozitáscsökkenés csak a finomítás első 10 órájában volt, ettől kezdve a 70. óráig a viszkozitáscsökkenés jelentéktelen.



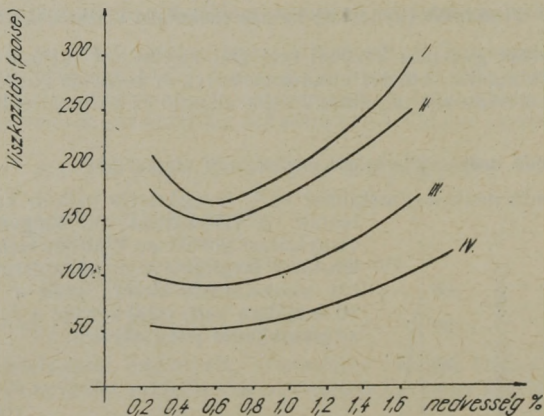
Zsír tartalom 37,15%

Finomítás hőfoka 70°C

Nedvességtartalom 1,4-1,25%

b) Változó nedvességtartalom mellett mért viszkozitás

A változó nedvességtartalom adott kiindulási nedvességtartalom folyton csökkenő értékeit jelenti, mely csökkenést nyitott (kör és hossz.) konsokkal biztosították. A mérési eredmények igen érdekes változást mutatnak. Kis zsírtartalmú csokoládék konsolásánál a nedvességtartalom csökkenésével a viszkozitás egy bizonyos nedvességtartalomig csökkent, majd minimumon áthaladva ismét növekedett. A nagyobb zsírtartalmú csokoládéknál ez a minimum kevésbé éles, sőt sok esetben nem is tapasztalható (2. ábra). Ezek a mérési eredmények azt mutatják, hogy az eddigi általános nézetek, melyek kizárólag a nedvességtartalom csökkenésének tulajdonították a viszkozitáscsökkenést, módosításra szorulnak. A fentiekhez hasonló eredményeket hoztak saját vizsgálataim is. A mérések elvégzéséhez a Magyar Édesipar 3. sz. gyáregységétől származó csokoládékat használtam fel. Vizsgáltam olyan csokoládét, melynek kiindulási nedvességtartalma már eleve kicsi volt (0,7%). A finomítás 65–70 °C hőmérsékleten történt, időtartama 32 óra volt. A mintákat a konsolás kezdetén (első óra) és utána 4 óránként vettük. A méréseket 38 °C-on végeztük, rheoviszkoziméteren, 10-es küvétával és 50 g/cm²-es nyírófeszültség értékkel. Minden mintát a mérés megkezdése előtt 60 °C-ra melegítettem fel, majd 38 °C-ra hűtöttem és ezen a hőfokon tartottam 40 percig.



2. ábra

Finomítás ideje : 72 óra

I. Zsírtartalom : 33,2 %

II - - - - - 33,6 %

III - - - - - 36,4 %

IV - - - - - 37,1 %

A másik vizsgált csokoládé kiindulási nedvességtartalma 1,7% volt. A konsolás 36 óráig tartott. A mérés körülményei az előzőekben leírtakkal azonosak. A vizsgálati eredményeket összefoglalóan a 3. ábrán mutatom be.

A közölt diagram alapján az alábbi megállapításokat, ill. következtetéseket tehetjük. Az első esetben a viszkozitás a konsolás 8. órájában elérte minimális értékét. Ezt követően szinte változás nélkül azonos értékeket mutat. A nedves-

ségtartalom közben 0,7%-ról 0,35%-ra csökkent. Ez a nedvességtartalom-változás csekély mértékét tekintve nem lehet egyedüli magyarázata a viszkozitási görbe lefutásának. Nyilvánvalóan az első nyolc órában bekövetkezett jelentős viszkozitáscsökkenés elsősorban a konsolás kezdetén hozzáadott kakaóvaj egyenletes eloszlásának az eredménye, a hengerszékről lekerült szilárd csokoládéreszecskek felületén. Amikor az összes jelenlevő, diszperziós közegként számításba jöhető, kakaóvaj eloszlott a diszpergált részecskek felületén, már jelentősebb viszkozitáscsökkenés nem jött létre. Megjegyzem, hogy a közben csökkent nedvességtartalom segítette ezt a folyamatot, de véleményem szerint az első hatás a döntő. A második esetben a nagyobb nedvességtartalmú csokoládé konsolás közbeni viszkozitásváltozását nézve, megfigyelhető, hogy a görbe lefutás közben minimumon halad át, majd enyhén növekvő tendenciát mutat. A görbe körülbelül 0,75% nedvességtartalomnál érte el a minimumot, majd a nedvességtartalom további csökkenése ellenére, enyhén növekedett. További megfigyelések azt mutatták, hogy az ún. előkonsolt* (pre-conched) csokoládék nyitott konsokban tovább finomítva már nem mutatták a viszkozitási minimumot. Ugyancsak megfigyelték, hogy az előkonsolt csokoládék lényegesen kisebb viszkozitást mutattak, mint a nem előkonsoltak annak ellenére, hogy a finomítás teljes időtartama azonos volt. (Az előkonsolt csokoládé 70 poise, a nem előkonsolt 150 poise viszkozitású volt.) A viszkozitás értékeket lecitin nélkül mérték (4).

A fenti eredmények arra figyelmeztetnek, hogy a csokoládék finomítása közben kialakuló viszkozitást a konsolás módja, ideje és a csokoládé nedvességtartalma együttesen befolyásolja. Így csak ezek optimális megválasztásával lehet viszkozitási szempontjából megfelelő csokoládét kapni.

A kakaóvaj és diszperzitás fok hatása a csokoládé viszkozitására

A kakaóvajnak, mint a csokoládé diszperziós fázisának mennyisége, döntő a csokoládé viszkozitása szempontjából. Mégis azonnal le kell szögezni, hogy az azonos kakaóvajtartalom nem jelenti még a csokoládék azonos viselkedését. Ezen eltéréseket leginkább a nedvességtartalom és a szilárd részecskek aprítottsága okozhatja. (A konsolás szerepéről már volt szó és lényegében a nedvességtartalom befolyásáról is.) Most részletesebben az aprítottsági fok és a kakaóvajtartalom hatását ismertetem. Három különböző aprítottsági fokú csokoládét vizsgáltam (a kakaóvaj- és nedvességtartalom azonos volt). A különböző aprítottsági fokot úgy értem el, hogy a már előző közleményben (1) említett módon kapott 70–80 μ -os szemcsefinomságú kakaótésztát és porcukrot használtuk fel a csokoládé készítésénél. Ezután „nyitottabb” 5-ös hengerszékeken engedték át a masszát. A kapott csokoládé szemcsefinomsága 70–90 μ -közötti volt. (A szemcseméret kismértékű növekedése a cukor egy részének tulajdonítható.) Ugyanabból a masszából újból hengereltünk szűkebb réssre állított 5-ös hengerszékeken, majd ebből a masszából „finom” hengerlésre állított 5-ös hengerszékeken újabb mennyiséget. A második hengerlésnél kapott csokoládé szemcsefinomsága 25–35 μ -közötti volt, míg a harmadzsi hengerléssel kapott massa 15–20 μ közötti szemcsefinomságú volt. Valamennyi masszát 24 óras konsolásnak vetettük alá. A kakaóvajtartalom 32% volt. A három különböző szemcsefinomságú massa viszkozitási görbéit a terhelés függvényében az 1. táblázatban közlöm.

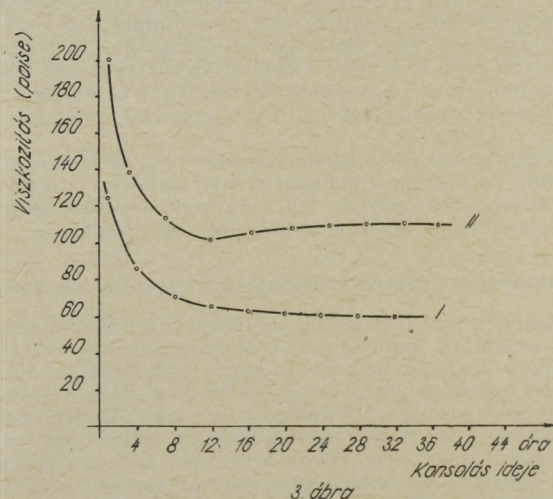
Ezután mindhárom csokoládémasszához kakaóvaját adva 40 g/cm²-es terhelési érték mellett vizsgáltam a kakaóvaj növekvő mennyiségének hatását.

* Előkonsolás (pre-conching): állandó nedvességtartalom és hőmérséklet mellett történő konsolás, melyet azután követ a tulajdonképpeni konsolás, csökkenő nedvességtartalom mellett.

Különböző szemcsefinomságú csokoládék viszkozitásértékei (poise) a terhelés függvényében

Minták	Terhelés g/cm ²					
	10	20	30	40	50	60
Durva (80–90 μ)	—	600	430	300	200	150
Közepes (25–35 μ)	—	1200	500	360	280	240
Finom (15–20 μ)	—	—	1100	900	720	600

(A kakaóvaj mennyiségét 32%-ról 41%-ra növeltem.) Az eredményeket a 4. diagram szemlélteti.



I. Minta

II. Minta

Zsirtartalom: 35,6 %

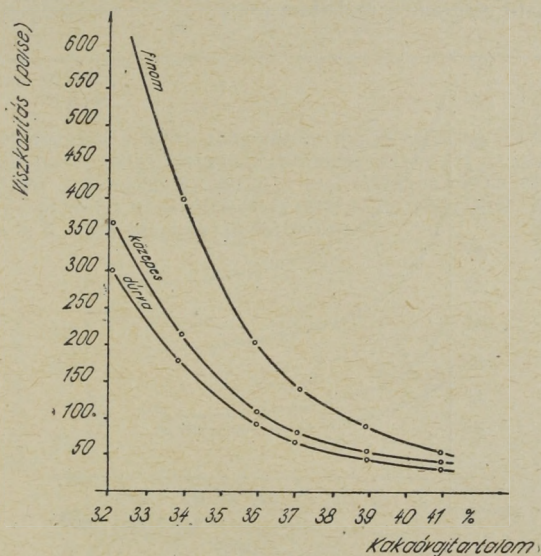
Zsirtartalom: 34,2 %

Nedvességtart.: 0,7–0,35 %

Nedvességtart.: 1,7–0,6 %

Tanulmányozva a diszperzitásfok viszkozitást befolyásoló hatását, az 1. táblázatból kiolvasható, hogy a diszperzitási fok növekedése növeli a viszkozitást. Különösen szembeötlő ez a második és harmadik minta esetében. Az egyes és a kettes minta között nincs olyan eltérés, aminek magyarázata (a jelentős diszperzitási fok növekedése ellenére) ugyanaz lehet, melyet előző közleményünkben (1) a kakaótészta diszperzitásfok növelésénél észlelt jelenségekkel kapcsolatban tettünk. A 70–80 μ -os kakaótészta részecskékből a további aprítás még számottevő kakaóvaját szabadított ki, amely a viszkozitásnövekedést bizonyos mértékig ellensúlyozta. A kettes és hármas minta összehasonlítása azt mutatja, hogy

bizonyos határon a diszperzitásfok-növelés már nagy viszkozitásnövekedést eredményez, ami meggondolásra is készíttet, hogy vajon érdemes-e „túlfinomítani” a csokoládémasszát, hiszen bizonyos határon túl (20 μ alatt) a szemcsék méretét érzékszervileg már nem észleljük. Így meggondolandó az a gazdaságossági szempontból fontos kérdés, mely „túlfinomított” csokoládéknál az aprítási többletenergia, s a viszkozitásnövekedést ellensúlyozó kakaóvajmennyiség értékeként jelentkeznek.



4. ábra

Terhelés: 409/cm²

Mérési hőmérséklet: 38°C

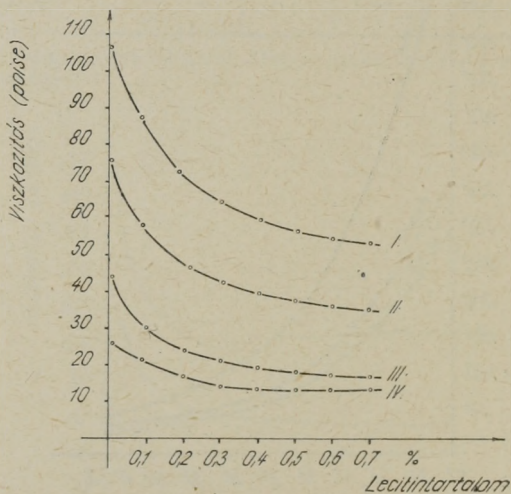
Nedvességtartalom: 1,02%

A kakaóvaj adagolása várható módon a csokoládék viszkozitását csökkenti. Bizonyos határon túl ez a viszkozitáscsökkenés már aránytalanul kisebb, mint ami technológiai szempontból számításba jöhetne. A 6. diagramból látható, hogy amíg a 32%-os kakaóvaj tartalmú csokoládéknál 1% kakaóvaj adagolás jelentős viszkozitás csökkenést eredményez, 37% kakaóvaj tartalom felett 1% kakaóvaj adagolása már jelentéktelen módon csökkenti a viszkozitást. Tehát 38–39%-nál nagyobb kakaóvaj tartalom viszkozitási szempontból felesleges a csokoládék előállításánál. Természetesen a fenti adatokat kritikával kell elfogadni, hiszen a csokoládékban a kakaóvaj tartalmat nem tisztán a kakaóvaj adagolással lehet növelni, hanem kakaómassza adagolással is.

Emulgeálószer (lecitin) hatása a csokoládé viszkozítására

Közismert, hogy a csokoládégyártásnál, a csokoládémassza viszkozitásának csökkentésére nemcsak a kakaóvaj adagolását használják, hanem emulgeálószerket is alkalmaznak. Világviszonylatban a legáltalánosabban használt emulgeátor

a lecitin. Kémiailag a foszfatidok csoportjába tartozik. Szerkezetileg olyan trigliceridről vezethető le, amelyben a triglicerid egyik zsírsavját ortofoszforsavval helyettesítjük (természetben az α helyzetű helyettesítés a valószínű). A foszfor-sav-rész még kolinnal van észterezve. Ismert, hogy az ilyen típusú vegyületek azáltal, hogy egy hidrofob (zsírsavrészek) és egy hidrofil (kolin-foszforsav) részt tartalmaznak, képesek az emulgeáló hatás kifejtésére (víz-zsír, fázishatáron). Vizsgáltam, hogy adott kakaóvaj- és nedvességtartalmú csokoládék viszkozitása hogyan változik a lecitin adagolásával. Vizsgálati eredményeket az 5. ábrán látható diagramon foglaltam össze.



5. ábra

I. minta nedvességtart.	0.8 %	Kakaóvajtart.	33,0 %
II. - - -	1,05 %	- - -	35,5 %
III. - - -	0,75 %	- - -	37,6 %
IV. - - -	0,65 %	- - -	39,2 %

A diagram alapján megállapítható, hogy a legnagyobb viszkozitáscsökkenést az első 0,1% lecitin hozzáadása okozta, valamennyi csokoládénál. Megfigyelhető az is, hogy a kisebb kakaóvajtartalmú csokoládéknál 0,3 – 0,4% lecitin adagolásáig számottevően csökken a viszkozitás. Nagyobb kakaóvajtartalmú csokoládéknál 0,1 – 0,2% lecitinnél többet nem érdemes (nem is célszerű) hozzáadni, mert e százalékos érték fölött már nem jelentős a viszkozitáscsökkenítő hatás. 38% kakaóvajtartalom feletti csokoládéknál pedig eltekinthetünk a lecitin adagolásától (amennyiben a technológiai lépések a gyártás folyamán előírászerűen folytak).

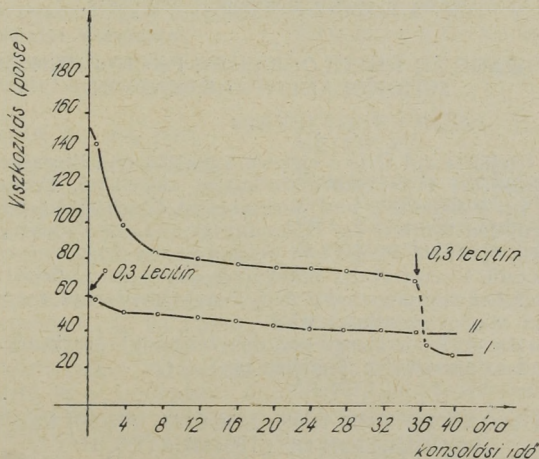
Abban az esetben, ha azonos kakaóvajtartalmú csokoládék nedvességtartalma eltérő, a lecitin adagolása is módosul. A vizsgálatok azt mutatták, hogy 0,3% lecitin adagolása mellett nagyobb viszkozitáscsökkenést a nagyobb nedvességtartalmú csokoládéknál kaptam (2. táblázat).

Lecitinadagolás hatása különböző nedvességtartalmú csokoládé viszkozitásértékére

Minta	Nedvességtartalom %					
	0,60	0,90	1,08	1,12	1,36	1,75
Viszkozitás (poise) lecitin nélkül	60	70	75	80	90	110
Viszkozitás (poise) lecitinnel (0,3%)	28	31	34	36	40	45

Zsirtartalom 35,15 %
Terhelés: 40 g/cm²

Vizgáltam továbbá a lecitinadagolás optimális időpontját a konsolás alatt. Két szélsőséges esetet választottam. Tanulmányoztam azt az esetet, amikor a lecitint (0,3%-ot) a konsolás kezdetén a csokoládéhoz adták és vizsgáltam a lecitin hatását a konsolás utolsó órájában történő hozzáadásakor. Az eredmények összefoglalóan a 6. ábra diagramján láthatók.



6. ábra

Zsirtartalom 36,1%

Nedvesség (kiindulási) 0,75%

Ha megnézzük a viszkozitásértékek változását a konsolási idő függvényében, azt tapasztaljuk, hogy a konsolás kezdetén a csokoládéhoz adott lecitin hatására a csokoládé viszkozitása az első két órában 45–50 poise-ra csökkent. A másik esetben a csokoládé viszkozitása 144 poise-ról 82 poise-ra csökkent az első 8–10 óra alatt, majd enyhén tovább csökkenő tendenciát mutatott. A konsolás 36. (utolsó) órájában hozzáadott 0,3% lecitin hatására a viszkozitás 30 poise-ra csökkent. Ezen adatokból levonható az a következtetés, hogy a finomítás végén hozzáadott lecitin viszkozitáscsökkentő hatása erőteljesebb a csokoládében, mintha azt már a konsolás kezdetén hozzáadjuk.

- (1) *Lásztity R. – Varga J.: ÉVIKE, 11, 205, 1965.*
- (2) *Telegdy Kováts L.: Édesipar, 6, 9, 1964.*
- (3) *Heimann, W. – Fincke, A.: ZÜL, 117, 93, 1962.*
- (4) *Heiss, R. – Bartusch, W.: Intern. Fachschr. Schok. Ind. 12, 302, 359, 1957.*
- (5) *Huszár J.: Műszaki doktori értekezés. 1961.*
- (6) *Zucker u. Süßwaren-wirtsch.: 14, 750, 1961.*

ДАНЫЕ РЕОЛОГИЧЕСКИХ ВОПРОСОВ ПРОИЗВОДСТВА ШОКОЛАДА

Я. Варга

Автор на основе собственных опытов и литературных данных подробно исследовал фазу конширования шоколада. Исследовал изменение вязкости шоколада, коншированного при постоянном и измененном содержании влажности, влияние какаоового масла и размеров частиц на вязкость, и оптимальное количество и время дозировки лецитина. Установил, что кроме продолжительности конширования вязкость шоколада решительно определяется методом конширования и влажностей шоколада. Сообщает цифровые данные оптимального количества и срока дозировки лецитина.

BEITRÄGE ZU RHEOLOGISCHEN PROBLEMEN DER SCHOKOLADENFABRIKATION

J. Varga

Verfasser studierte auf Grund eigener Versuche und literarischer Angaben die Conchierphase der Schokoladenfabrikation eingehend. Er untersucht die Viscosität von bei konstantem und wechselndem Feuchtigkeitsgehalt conchier-ten Schokoladen, den Einfluss der Kakaobutter und der Teilchengrösse auf die Viscosität, sowie optimale Menge und Zeitpunkt der Zugabe von Lecithin. Er stellte fest, dass die Viscosität der Schokolade ausser der Conchierungszeit auch von der Art der Conchierung, sowie dem Feuchtigkeitsgrad der Schokolade in entscheidendem Masse beeinflusst wird.

Es werden die optimale Menge und den Zeitpunkt der Zufügung des Lecithins betreffend zahlenmässige Angaben gemacht.

CONTRIBUTIONS TO THE RHEOLOGICAL PROBLEMS IN THE PRODUCTION OF CHOCOLATES, II.

J. Varga

The conching period of chocolate production was studied by ozone experiments and on the basis of data of literature.

The alteration of the viscosity of chocolates conched at constant and at varying moisture contents, the influence of cocoa butter and of the dispersing medium on viscosity, the optimum quantity and the best moment for the addition of lecithin were examined.

It was stated that besides the conching time, the mode of conching and the moisture content of the chocolates influenced the viscosity of chocolates to the highest extent.

Numeric values are given for the optimum quantity and for the best moment for the addition of lecithin.

DONNÉES CONCERNANT QUELQUES PROBLÈMES MÉTHODIQUES DE L'ANALYSE DES AMINOACIDES À N-TERMINAL DES PROTÉINES DES CÉRÉALES

J. Varga

L'auteur a étudié les aminoacides à N-terminal des protéines des céréales (albumine, globuline, gliadine, gluténine) par la méthode de Sanger au 2-4-dinitrofluorobenzène. Il a examiné les circonstances de la dinitrophénylation. Il a séparé les D-N-F-aminoacides par la chromatographie au papier et l'électrophorèse sur papier. Il a comparé les résultats des différentes examinations à la chromatographie au papier et il a fait l'essai d'un tampon composé par lui pour l'examen à l'électrophorèse sur papier.

Il a établi que les groupes terminaux des fractions d'albumine, de globuline, de gliadine et de gluténine sont identiques. Ce sont: l'acide aspartique, l'acide glutamique, la thréonine et l'alanine. Il attire l'attention sur divers problèmes méthodiques.

SENFT, B., GROCHOWALSKI, K.,
és CIESLAR, P.:

A Milkotester tejszírvizsgáló alkalmazásával kapcsolatos vizsgálatok

(Untersuchungen über die Verwendung des Milkotesters bei der Milchfettbestimmung)

Milchwissenschaft, 20, 594, 1965.

Dániában a tej százalékos zsírtartalmának meghatározására egy „Milkotester” elnevezésű eszközt készítettek, amely sorozatvizsgálatokhoz jól bevált. A műszer a tej zsírtartalmát kolorimetrikusan méri és az eredmény 30–35 mp elteltével leolvasható. A leolvasási pontosság 0,1%, ha a minta zsírtartalma 2–6% közt van. 6% zsírtartalom felett csak 0,2% pontossággal olvasható le az eredmény. A módszert a Gerber-féle zsír meghatározással hasonlították össze és a vizsgált 300 tejminta 96,3%-a meg egyezést mutatott. A $\pm 0,1\%$ tej zsírtartalom eltérést a kénsvas eljárás hibájaként értékelték. $\pm 0,1\%$ zsírtartalomnál nagyobb eltérést kizárólag a 6% zsírtartalom feletti tejmintáknál találtak.

A tejszírvizsgáló tisztítása igen egyszerű, desztillált vízzel és a zsír meghatározásához szükséges Versene-oldattal hajtják végre. Az új berendezéssel csaknem kétszer annyi vizsgálatot lehet elvégezni, mint amennyi a Gerber-féle kénsvas eljárással elvégezhető.

Kérdéses még, hogy vajon a Milkotester üzembiztonsága és hosszabb alkalmazása után is méltó vetélytársa lesz-e a Gerber-módszernek.

Kacs Kovics M. (Pécs)

STEGER – MEINL, E., és KIERMEIER, F.

Vizsgálatok és megfigyelések műanyagok élelmiszeripari alkalmazásához. VIII., Közlemény. Polietilén tejeskanna és alkalmazhatósága tejipari üzemekben

(Untersuchungen und Betrachtungen zur Anwendung von Kunststoffen für Lebensmittel. VIII. Mitt.: Die Polyäthylenmilchkanne und ihre Einsatzfähigkeit im Molkereibetrieb)

Milchwissenschaft, 20, 240, 1965.

Alacsony nyomású polietilénből készült tejeskannák alkalmazhatóságát vizsgálták és megállapították, hogy a kannák a tejiparban alkalmazhatók. A kannák bizonyos fizikai tulajdonságai, mint pl. anyagának affinitása a vajzsírhoz és az ehhez kapcsolódó rosszabb tisztíthatósága, továbbá a rosszabb hővezetőképesség, amelyek a kannák bevezetésével, még bizonyos óvőrendszabályok bevezetését teszik szükségessé. Ezek részletesebb tárgyalására a későbbiekben visszatérnek.

Kacs Kovics M. (Pécs)

Megjegyzések ivó- és ásványvizek alkáliiontartalmának klasszikus módszerrel történő meghatározásához

id. SARUDI IMRE

Szeged Városi Minőségvizsgáló Intézet

Érkezett: 1966. május 18.

Az ivó- és ásványvizeknél a nátrium- és káliumtartalom meghatározásának klasszikus munkamenete lényegében abban áll, hogy az összes kationokat eltávolítjuk az alkáliionok mellől majd az alkálisók összegét meghatározzuk. Az alkálifémeket mint kloridokat vagy mint szulfátokat mérjük. A kálium meghatározása valamilyen súlyszerinti eljárással történik; a nátrium mennyiségét a különbségből számítjuk ki. A platinkloridos módszert már aligha használják. A perklorátos módszert az utóbbi években mindinkább a tetrafenilborát-eljárás szorítja ki.

Tanulmányommal a klasszikus munkamenet gyakorlati részleteire vonatkozó néhány megjegyzést valamint módosító javaslatot kívánok közölni. Kísérleti eredményeim újabb bizonyítékokat szolgáltatnak a módszer pontossága mellett, azonkívül egy általam kidolgozott új munkamenet leírását is közlöm.

A) Mésztejes módszer

A vas, alumínium, mangán és magnézium elválasztása az alkálifémektől a „mésztejes módszer”-rel történik, melyet *H. Neutauer* (1) alkalmazott először. *R. Fresenius* (2) és *L. Grünhut* (3) vezették be a módszert az ásványvízelemzésbe.

Az oldat Ca(OH)_2 -ra nézve telített legyen, hogy a magnézium tökéletesen leváljék. A szakirodalom szerint a felhasználandó mésztejet közvetlenül a meghatározás előtt frissen kell készíteni, tiszta alkálifémmentes kalciumkarbonát kiizítása és a mész szakszerű oltása útján. A mésztej ilyen módon való készítése körülményes és sok időt vesz igénybe. Azonkívül az oldat telítése kalciumhidroxiddal nem lesz tökéletes, ha a mészoltást nem kellő gonddal végeztük. A helytelenül készült mésztej nem egyenletesen sűrű folyadék, hanem kászerű külsejű és a megoltatlan mész csomós részecskéit tartalmazza. Felhasználásának az a következménye, hogy a magnézium részben oldatban marad. Gyakorlatomban a frissen készült mésztej helyett sokkal jobbnak bizonyult a kész, analitikailag tiszta kalciumhidroxid alkalmazása. A porszerű Ca(OH)_2 -t közvetlenül, azaz vízzel való előzetes elkeverés nélkül, adjuk az oldathoz. Neves vegyszergyárak készítményei megbízható tisztaságúak.

A vízminta szulfát tartalmát előzetesen el kell távolítanunk, ha az alkáli-fémek összegét mint kloridokat (és a káliumot mint perklorátot) akarjuk mérni. Egészen kismennyiségű szulfátot minden aggály nélkül mint bárium-szulfátot választathatunk le; míg erősen szulfátos vizeknél a báriummal való leválasztás nem ajánlatos; mivel ismeretes a bárium-szulfát tulajdonsága alkáliionokat magába zárni.

Különösképpen keserűvizeknél vezet a báriummal való szulfátleválasztás jelentékeny negatív hibákhoz. A báriumos leválasztással szemben sokkal előnyösebbnek tartom a szulfátot ólomnitráttal leválasztani. Az ólom-szulfát ugyanis sokkal kisebb mértékben ragad alkáliionokat magával. De még ezek sem vesznek

el a meghatározás számára, ha a leszűrt és kimosott ólomszulfátot kénhidrogénnel elbontjuk és az ólomszulfidot leszűrjük. A szüredék az ólomszulfát melletti alkálifémeket tartalmazza, amelyek most már analitikailag hozzáférhetők.

A klasszikus eljárás egyik hiányossága a térfogathiba, mely a mésztejjel elegyített oldatnak a mérőlombik jeléig való feltöltésekor lép fel. A főtömegében Ca- és $Mg(OH)_2$ -ből álló csapadék ismeretlen térfogatot foglal el. A szakirodalom szerint ajánlatos a 250 ml-es mérőlombik jeléig feltöltött oldatot a térfogatkiegyenlítés céljából a jelen felül vízzel hígítani; és pedig 1 g kalciumhidroxidon felül adagolt minden g $Ca(OH)_2$ után 0,25 ml vizet az oldathoz adni. Egyeszerű szemlélés megfontolás meggyőz arról, hogy ez az eljárás nem szabatos. A csapadéktérfogat kielégítően pontos meghatározására illetőleg a javítótevényt megállapítására alkalmasnak találom térfogatossá elemzési eljárásomat, melyet eredetileg a tej tejcukortartalmának polarimetriás meghatározása részére dolgoztam ki; a derített tejmintában fellelő térfogathiba figyelembevételét végett.

*Munkamenet**

A vizsgálandó víz kiindulási mennyiségét úgy választjuk meg, hogy végül legfeljebb 2,5 g alkálilokridot mérjünk: Kevés alkáliónt tartalmazó vizekből megfelelően nagyobb mennyiséget (500–2000 g) mérünk be; azt sósavval meg-savanyítjuk, és a sav eltávolítása céljából majdnem szárazra pároljuk be.

Kevés szulfátot tartalmazó vizek. A lemért vízmennyiséget, melyet a szükséghez képest bepároltunk, 250 ml-es mérőlombikba öblítjük és a 80–100 ml térfogatú folyadékhoz 3 g porszerű, analitikai tisztaságú $Ca(OH)_2$ -t adunk. A csekély szulfáttartalom leválasztása végett a számított mennyiségű és 3 tizedes pontossággal lemért báriumkloridot kevés vízben oldva adjuk az oldathoz. A folyadékot a lombik mozgatásával alaposan átkeverjük, a jelig feltöltjük, majd a dugóval lezárt lombikot kb. 20 percig erőteljesen rázzuk. A folyadék telítését kalciumhidroxiddal nagyon kényelmesen a mágneses keverő segítségével érhetjük el úgy, hogy a jelig való feltöltés után a pálcika alakú keverőtestet a lombikba csúsztatjuk és a folyadékot $\frac{1}{2}$ –1 óra hosszat örvénylő mozgásban tartjuk. Miután a csapadék a lezárt lombikban néhány óráig állott és a felette levő oldat kitisztult, az oldatot közepes keménységű száraz szűrőn szűrjük és a víztiszta szüredékből száraz mérőlombik segítségével 200 ml-t lemérünk.

A lemért oldatrészletet 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba* öblítjük, kevés ammóniát adunk hozzá, felforraljuk és a kalciumot 3 g ammóniumkarbonát (kb. 30 ml vízben) frissen készült oldatával leválasztjuk. Néhány kristály ammónium-oxalát hozzáadása után rövid ideig forralunk, hogy ezzel a csapadék szemcsenagyságát növeljük majd a lombikot $\frac{1}{2}$ órára a forró vízfürdőre tesszük. Ezután a csapadék feletti oldatot 9 cm-es, közepes keménységű szűrőn öntjük át, a csapadékot kb. 50 ml vízzel dekantáljuk; majd a szűrőre visszük és a szűrőt 8–10-szer hideg vízzel mossuk. A szüredéket és mosóvizet 0,75–1 l-es porcel-láncsészében fogjuk fel. Mivel a csapadék mindig egy kevés alkáliónt tart vissza, újból leválasztással tisztítjuk. E célból vizsugárral öblítjük vissza az Erlenmeyer-lombikba. A szűrőn maradt csapadékrészecskéket 2 n sósav rácepegtetésével leoldjuk és végül a szűrőt forró vízzel néhány-szor kimossuk. A sósavas folyadékot a mosóvízzel együtt az Erlenmeyer-lombikban fogjuk fel, a csapadékot további sósavhozáadással teljesen feloldjuk, az oldatot bepárolócsészébe öblítjük és szárazra pároljuk. A csésze tartalmát kevés vízben oldjuk, az oldatot az előbb használt Erlenmeyer-lombikba öblítjük és a kalcium leválasztását 3 g ammóniumkarbonáttal ugyanolyan módon megismételjük. A kalciumkarbonátot az előző-

* Teljesség kedvéért az eredeti módszert teljes részletességében közlöm.

* Nagyon jól beválik a Schott -féle ún. sarkos lombik.

leg használt szűrőn szűrjük és hideg vízzel néhányszor mossuk. Mindkét kalciumleválasztás egyesített szüredékeit egy nagyobb porcelláncsészében 20–30 ml-re bepároljuk, egy 100 ml-es pohárba öblítjük át, néhány kristály ammóniumoxalátot és egy kevés ammóniát adunk hozzá a gyengén lúgos kémhatás fellépéséig. Néhány órai állás után, az esetleg levált, finomszemű kalciumoxalátot kis, kemény szűrőn szűrjük. Ezután a szüredéket porcelláncsészében (kb. 12 cm átmérőjű) szárazra pároljuk, a csészét kb. 1 órára szárítószekrénybe (110°–120°) helyezzük, majd az ammóniumsók elűzése végett légfürdőben (Babotölcsér) hevítjük. A lehült maradékokat kevés, forró, sósavas vízben oldjuk, az oldatot közepes keménységű kis szűrőn szűrjük és a szűrőt forró vízzel mossuk. Az alkáliloklidok oldatát, mely egy kevés ammóniumkloridot még tartalmaz, egy nagyobb 60–70 ml fedővel együtt lemezt porcelántégelyben szárazra pároljuk és a tégely tartalmát szárítószekrényben kezdetben 110–120°-on, későbbben 150–160°-on amennyire lehetséges víztelenítjük. Ezután légfürdőben hevítjük a tégelyt az ammóniumsók teljes elűzéséig, miközben a tégely peremére szállott ammóniumklorid-réteget közvetlen lánggal mérsékelt hevítéssel elűzzük. A tégelytartó háromszögre helyeztett és fedelével zárt tégelyt először egészen kis lánggal óvatosan hevítjük, míg a söréteg pattogzása (dekapitálása) megszűnik. Végül néhány percig kissé erősebb lánggal hevítjük (de még nem vörös izzásra). A fedett tégelyt lehűlés után mérjük. Eredmény: összes alkáliloklidok. Az alkálisók melletti idegen szennyező anyagok meghatározása végett a tégely tartalmát kevés hideg vízben oldjuk, az oldathatatlant kis szűrőn leszűrjük, a szűrőt lemezt porcelántégelyben elhamvasztjuk és a maradék súlyát az alkáliloklidok súlyából levonjuk. Sok magnéziumot tartalmazó vizeknél az alkáliloklidokat kis mennyiségű magnéziumra * vizsgáljuk. Az alkáliloklidok 25–30 ml térfogatú oldatában a magnéziumot mint $Mg_2P_2O_7$ -t határozzuk meg; és a $MgCl_2$ -ra -átszámított** értéket az alkáliloklidok összegéből levonjuk.

Sok szulfátot tartalmazó vizek

A szulfát leválasztását a vízminta szulfáttartalmának ismeretében egészen kis ólomfelesleggel végezzük. Csapadékkémszer: 1 n $Pb(NO_3)_2$ -oldat; pontosan ismert ólomtartalommal. A vízminta szulfáttartalmát ismernünk kell; azt előzetesen gravimetriásan határozzuk meg.

A vizsgálandó víz kiindulási mennyiségét úgy választjuk meg, hogy abban legfeljebb 1 g SO_4 legyen. Nagyobb mennyiségű klorid ne legyen jelen. Sok klorid eltávolítása céljából a lemezt vízmintát néhány ml tömény salétromsavval (1+1) leöntjük és az oldatot teljesen bepároljuk. Miután az utóbbi művelet még egyszer megismételtük, a nitrátok oldatát 250 ml-es pohárba öblítjük és 80–100 ml-re hígítjuk. Sok szulfátot tartalmazó vizek bepárlásánál legtöbbször durván kristályos nehezen oldódó kalciumszulfát marad vissza. Erre tekintet nélkül a csésze tartalmát maradéknélkül a pohárba öblítjük. Ezután bürettából vékony sugárban 1 n ólomnitrátoldatot adunk az oldathoz folytonos keverés közben. Annyi legyen a kémszeroldat mennyisége, amennyit a vízmintában levő SO_4 mennyiségének megfelelően számítottunk. Kémszerfelesleg: kb. 0,1 ml. A csapadékos folyadékot kb. 5 percig erősen kavarjuk; néhány percig várunk, míg az ólomszulfát leülepedett, és ezután közepes keménységű szűrőn át egy 250 ml-es mérőlombikba szűrünk. A csapadékot kevés vízzel a szűrőre visszük és 5–6-szor mossuk. Az adott kísérleti körülmények között a szüredék rendszeren 20–40 mg SO_4 -t tartalmaz. Hogy ezt a maradék szulfátot is leválasszuk, 0,15 g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ -t adunk az oldathoz*. Az elemzés további menetében (az oldat

* Rendszeren 1–2 mg Mg marad oldatban.

** Átszámítási tényező: 0,8557.

* A bárium feleslege később az ammóniumkarbonátos kalciumleválasztás során leválik.

telítése kalciumhidroxiddal; a mész leválasztása ammóniumkarbonáttal stb.) az A), alatt közöltek szerint járunk el. Az ammóniumkarbonátos Ca-leválasztás erősen bepárolt szüredékében a nitrátokat ismételt sósavas bepárlás útján kloridokká alakítjuk. Ezt követi az ammóniumsók elűzése. Eredmény: a szulfátmentes alkáliloklidok összege.

Az ólomszulfát vizsgálata alkálifémekre

Az ólomszulfátot vízszűrő segítségével a szűrőről egy 300 ml-es Erlenmeyer-lombikba öblítjük, az öblítővizet 80–100 ml-re hígítjuk, néhány csepp tömény salétromsavval megsavanyítjuk és a folyadékot a lombik gyakori mozgatása közben kénhidrogénnel telítjük. 40–50 perc alatt az ólomszulfát tökéletesen átalakult, ami abból is látszik, hogy a kékeszürke ólomszulfidon fehér részecskék már nem láthatók. A nehéz csapadékot, mely gyorsan ülepszik, közepes keménységű szűrőn szűrjük és hideg vízzel mossuk. A szűrés és mosás csak néhány percet vesz igénybe. A szüredék az alkálifémeket és a kénhidrogén hatására az ólomszulfátból felszabadított kénsavat tartalmazza. Platinacsészében vízfürdőn kénsavig bepároljuk s a kénsavat légfürdőben való hevítéssel teljesen elűzzük. Maradék: alkáliszulfátok. Hogy ez utóbbiakat kloridokká alakítsuk, a csésze tartalmát kevés vízben oldjuk; a 10–15 ml térfogatú oldatot kis pohárban ammóniával lúgosítjuk az ammóniaszag fellépéséig, kb. 0,2 g porított báriumkarbonátot adunk hozzá és 1/2 óráig vízfürdőn melegítjük gyakori kevergetés közben. Ezután az oldathatatlant közepes keménységű, kis szűrőn szűrjük és kevés vízzel mossuk. A szüredék az alkálifémeket mint karbonátokat tartalmazza. Az oldatot sósavval megsavanyítjuk és a sósavas főldathoz adjuk (az ammóniumsók elűzése előtt).

1 n ólomnitrátoldat készítése: 165,615 g analitikailag tiszta $Pb(NO_3)_2$ -t 1000 ml-re oldunk. Neves vegyszergyárak készítményei egészen kis mennyiségű (0,1% alatt) tartalmaznak alkáliszulfátot. Teljesen alkálifémmentes ólomnitrátoldatot analitikailag tiszta fémólm salétromsavas oldásával készíthetünk. 20,721 g ólomot 1/2 l-es Kjeldahl-lombikban kb. 100 ml salétromsavval (1 térf. töménység + 1 térf. víz elegye) öntünk le. Kezdetben enyhe melegítéssel segítjük elő az oldási folyamatot. Teljes feloldás után a lombik tartalmát csészébe öblítjük és vízfürdőn szárazra bepároljuk. Az oldást és bepárlást még 2-szer megismételjük. Teljes lehűlés után a csésze tartalmát mérőlombikban 200 ml-re töljük fel; 1 g SO_4 leválasztásához elméletileg 20,82 ml n 1 ólomoldatot szükséges. Ismeretlen pontosságú ólomnitrátoldat ólomtartalmát súly szerinti elemzéssel ellenőrizzük.

Az elemzés' eredményeinek kiszámításánál azt kell figyelembe vennünk, hogy az eredetileg bemért ásványvíznek csak 4/5 részében végeztük az alkáliónok meghatározását.

A csapadéktérfogat meghatározása a) mésztejes leválasztásnál. (A térfogathiba kiszámítása)

A mésztejes módszernél használt 250 ml-es mérőlombikba ugyanaz a vízmennyiséget mérjük be mint az alkálifémek meghatározásánál; és 3 g kalciumhidroxidot; majd 50 ml 1/5 n $KBrO_3$ -oldatot adunk hozzá. A jelleg feltöltött és a kalciumhidroxiddal telített folyadék szüredékében, 2 g káliumjodid és 3–4 ml 4 n sósav hozzáadása után, a bromátot 1/10 n nátriumtioszulfát oldattal megtitrljuk. A csapadék jelenléte miatt a bromátoldat titere nem pontosan a pipetta és mérőlombik térfogatarányának mértékében csökken, hanem attól eltérően kisebb mértékben. A titer növekedése a számított titerhez képest, a csapadéktérfogat mértéke. A számított titer (T) viszonya a talált titerhez (T1):

$\frac{T}{T_1}$ a javítótényezőt adja meg, mellyel az alkálifémek analitikailag talált mennyiségét szoroznunk kell. A mérőlombik térfogatának (250 ml) $\frac{T}{T_1}$ -vel való szorzata egyenlő a jelig feltöltött oldat valóságos térfogatával. A tiszta desztillált vízzel és 3 g Ca(OH)_2 -dal végzett modellkísérletnél $\frac{T}{T_1} = 0,994$ viszonzyszámot; egy másik kísérletnél pedig hol 3 g Ca(OH)_2 mellett 0,10 Mg volt jelen, a 0,992 értéket találtam. A valóságos oldattérfogatok: 248,5 és 248 ml voltak.

B) Az oxalát-arszenát-módszer

A szerző módszere.

A kalciumot mint oxalátot és közvetlenül utána a magnéziumot mint magnéziumammóniumarszenátot választjuk le. A feleslegben levő arsenátot a Ca/Mg-leválasztás közös szüredékéből a legegyszerűbb módon olyképpen üzzük el, hogy az öt vegyértékű arzént erős sósavas közegben ammóniumjodid hozzáadásával három vegyértékűvé redukáljuk, mely formájában az arzén (mint AsCl_3 és AsJ_3) a bepárlás és az ammóniumsók elűzése során kvantitatív elillan. A le-mért alkálilokridok mellett legfeljebb az arzén nyomait lehet kimutatni. Több kísérlettel sikerült bizonyítanom, hogy kb. 0,15 g As maradék nélküli elűzése minden nehézség nélkül sikerül (negatív Gutzeit-próba a maradékban).

Az arzén eltávolítása kénhidrogénes leválasztással itt kevésbé kényelmes művelet; nagyobb alkálisókonzentráció mellett még hibás eredményhez is vezet annál fogva, hogy a szulfidcsapadék alkáliionokat zár magába.

Munkamenet

A meghatározás előfeltétele, hogy a vízminta Ca- és Mg- tartalmát legalább jól megközelítőleg ismerjük, hogy a csapadékkémszerek alkalmazandó mennyisége felől tájékozva legyünk; és másrészt, hogy az arsenát túlnagy feleslegét elkerüljük. Ennek a feltételnek részletes vízelemzéseknel könnyen eleget teszünk, ha a Ca/Mg-meghatározást az alkáliionok előtt végezzük el. Általánoságban a térfogatosan meghatározott Ca/Mg-keménység is jó támpontot szolgáltat.

Szulfátmentes, avagy kevés szulfátot tartalmazó vizek

A le-mért vízmintát, mely legfeljebb 0,2 g Ca-t és legfeljebb 0,1 g Mg-t tartalmaz, sósavval egészen gyengén megsavanyítjuk, szükséghez képest bepároljuk, és 250 ml-es pohárban 60 – 70 ml-re hígítjuk. A forrásig hevített oldathoz 1 n oxálsavat, majd a forró oldathoz folytatólag cseppenként 2 n ammóniát adunk gyenge ammóniaszag fellépéséig. Az oldatot szobahőmérsékletre hűtjük le, és 2%-os arzénsavoldatot adunk hozzá. Mindkét csapadékkémszert kb. 1½-szeres feleslegben alkalmazzuk. Ezután bürettából 1 n ammóniaoldatot adunk az oldathoz folytonos keverés közben; percenként 10 – 12 cseppet; mindaddig amíg a folyadék határozottan ammoniaszagú lesz. A lassú leválasztás célja az, hogy a magnéziumammóniumarszenát-csapadék kristályosan váljék le. Miután a folyadék-térfogat 1/3-ának megfelelő mennyiségű tömény ammóniát adtunk a folyadékhoz, a csapadékot 20 – 24 óráig állni hagyjuk. Ezután közepes keménységű szűrőn szűrünk és a csapadékot 8 – 10-szer mossuk. Mosófolyadék: tömény ammónia + 96%-os alkohol + víz, egyenlő térfogatarányú elegye. Mivel a csapadék még alkálisót tartalmaz, feloldjuk és újra leválasztjuk. E célból a csapadékot vízsugárral a leválasztáshoz használt pohárba öblítjük; ülepedni hagyjuk

és a felette levő tiszta oldatot az előbb használt kis szűrőn öntjük át. Ezután 10–20 ml forró 2 n sósavat öntünk a szűrőre; a lecesepegő savat a pohárba a csapadékhoz engedjük folyni; melegítés és kevergetéssel siettetjük a csapadék feloldódását*; a szűrőt forró vízzel utánamoszuk majd az oldatot forró vízzel 50–60 ml-re hígítjuk. A kalciumot 2 n ammóniumacetát oldat csepenkénti hozzáadásával választjuk le, melyből megközelítőleg annyit adunk az oldathoz, mint amennyi 2 n sósavat vettünk a csapadék oldásához. Ezután szobahőfokra hűtjük le a folyadékot és a magnéziumot a fent leírt módon választjuk le 1 n ammóniával és utána tömény ammónia hozzáadásával. Utoljára még kb. 2 ml 1 n oxálsav és néhány csepp arzénsavoldat hozzáadásával tesszük a leválást teljessé. 20–24 órai állás után a csapadék feletti tiszta oldatot kis szűrőn öntjük át és a csapadékot csupán dekantálással mossuk 2-szer egymásután, egyenként 20–30 ml mosófolyadékkal. Ezután a szűrőt 1–2-szer ki mossuk és a két leválasztás szüredékeit egyesítjük. A folyadékot porceláncsészében bepároljuk az alkohol és ammónia teljes eltávolításáig és 10–20 ml tömény sósavat majd 1–1,5 g ammoniumjodidot adunk hozzá. A jódkiválástól erősen barnaszínű oldatot szárazra pároljuk és a maradékot az ammóniumsók, AsCl_3 és AsJ_3 és a J elűzése végett légfürdőben hevítjük. Ezután a lehűlt maradékot kevés forró vízben oldjuk, kevés ammóniumjodidot és 15–20 ml tömény sósavat adunk az oldathoz; szárazra pároljuk és légfürdőben ismételten hevítjük, amíg gőzök eltávolítása már nem észlelhető. Utoljára a csésze tartalmát 20–30 ml forró sósavas vízben oldjuk, az oldatot egy közepes keménységű kis szűrőn szűrjük és az alkáliloklidok összegét az A) alatt leírt módon határozzuk meg.

Kismennyiségű szulfátot (0,1 g alatt) a leírt vízminta bepárlása közben a számított mennyiségű és 3 tizedes pontossággal leírt báriumkloriddal (kevés vízben oldva) választjuk le. A kellő mértékig bepárolt oldatot közepes keménységű, kis szűrőn szűrjük; szükséghez képest tovább pároljuk be és a Ca/Mg-leválasztáshoz 250 ml-es pohárban 60–70 ml-re hígítjuk.

Sok szulfátot tartalmazó vizek. A leírt vízmintát, mely legfeljebb 1 g SO_4 -t tartalmaz, ugyanolyan módon készítjük elő és a szulfátot a számított mennyiségű 1 n $\text{Pb}/\text{NO}_3/2$ -tal választjuk le, mint ahogy azt fentebb a részletes módszerrel leírtam. Az ólomszulfát kb. felére bepárolt szüredékében a Ca/Mg-leválasztást eszközöljük, mikor a csekély mennyiségű ólomfelesleg is leválik. Az arzénfelesleg és az ammóniumsók elűzése után a szulfáttartalom maradékát távolítjuk el, mely az ólomszulfát szüredékében van jelen. A szulfáttartalmú alkáliloklidokat 30–40 ml forró vízben oldjuk, az oldatot ammóniával gyengén meglúgosítjuk, kb. 0,6 g porított báriumkarbonátot adunk hozzá és gyakori kevergetés közben vízfürdőn $1/2$ óráig melegítjük. Ezután a csapadékot közepes keménységű szűrőn szűrjük és hideg vízzel mossuk. A sósavval megsavanyított szüredéket szárazra pároljuk, gyengén hevítjük és az alkáliloklidok összegét ismert módon meghatározzuk.

Ha kisebb pontossággal is megelégszünk, akkor eltekinthetünk a Ca és Mg 2-szeri leválasztásától. Kevés kalcium- és magnéziumnál; avagy csekély alkáli-iontartalom mellett, 1-szeri leválasztás mellett is a technikai elemzések igényeit kielégítő eredményeket kapunk.

Egészen kevés kalcium- és magnéziumnál (10 mg és ennél kevesebb a leírt vízmintában) közönséges ivóvízelemzéseknél az alábbi leegyszerűsített munkamenet ajánlható:

A leírt és 30–40 ml-re bepárolt, gyengén sósavas vízmintához Reichert-Meissl-lombikban 6–7 ml 1 n oxálsavat, 5 ml 2%-os arzénsavoldatot és 5 ml 2 n ammóniát adunk. Néhány perc múlva 30–35 ml tömény ammóniát adunk

* A kalciumoxalát lassan oldódik; míg a magnéziumammóniumarzenát könnyen megy oldatba.

hozzá és az oldatot 110 ml-re töltjük fel. A ledugaszolt lombikban állott folyadékot 20–24 óra múlva száraz, kemény szűrőn szűrjük és a szüredékből mérő-lombik segítségével 100 ml-t lemérünk. Az arzénfelesleg elűzése és az összes alkálilokridok meghatározása az előzőekben leírt módon történik. A talált eredményt 1,1-del szorozzuk, hogy a Reichert – Meissl-lombik 110 ml térfogatára átszámítsuk.

2%-os arzénsavoldat készítése

2,788 g analitikai tisztaságú As_2O_3 -t 250 ml-es Kjeldahl-lombikban 40 ml Lunge-féle savkeverékkel (3 térf. tömény salétromsav + 1 térfogat tömény sósav) leöntünk és a reakciókeveréket szobahőfokon állni hagyjuk. Kb. 1 óra múlva az arzéntrioxid teljesen feloldódott. 1 napi állás után még 10 ml tömény salétromsavat adunk hozzá és az elegyet még 1 napig állni hagyjuk. A most már eléggé kihalványult oldatot bepárlócsészébe öblítjük, vízfürdőn amennyire csak lehet bepároljuk; a folyékony maradékot 10–20 ml vízben oldjuk és az oldatot bepároljuk. A felhígítást és bepárlást még 2-szer megismételjük. Ezután az arzénsavat, mely idegen szavaktól most már mentes, 200 ml-es mérőlombikba öblítjük és a jelig töltjük fel. 0,1 g Mg leválasztásához elméletileg 29,2 ml 2%-os arzénsavoldat szükséges.

Kísérleti eredmények

Az előzőekben A) és B) alatt leírt módszerek pontosságát egyrészt modell-kísérletekkel ellenőriztem, másrészt azáltal, hogy a módszereket természetes vízmintákra alkalmaztam. Amint az 1. és 2. táblázat adatai mutatják, mindkét módszerrel az ásványvízelemzés igényeinek megfelelő pontosság érhető el. A 3. táblázat szerint természetes vízminták mindkét módszerrel nyert elemzési adatai egymással jól megegyeznek. Ez azt bizonyítja, hogy a klasszikus „mésztejes módszer” és az „oxalát arzenátos eljárás” pontosság tekintetében egymással egyenlő értékű.

1. táblázat

A nátrium meghatározása mint NaCl; a Mg előzetes leválasztása kalciumhidroxiddal („Mésztejes módszer”)

Sorszám	Bemért + NaCl g	Talált NaCl g	Különbőség mg	Jelenlevő magnéziumsó
1	2,5008 0,8 = 2,0006	2,0000	-0,6	2,500 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
2	2,4922 0,8 = 1,9938	1,9918	-2,0	2,500 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
3	2,4952 0,8 = 1,9962	1,9960	-0,2	2,500 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
4	2,5174 0,8 = 2,0139	2,0130	-0,9	2,000 g $MgCl_2 \cdot 6H_2O$
5	1,2852 0,8 = 1,0282	1,0292	+1,0	1,250 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$
6	0,5780 0,8 = 0,4624	0,4614	-1,0	1,000 g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$

+ , NaCl – meghatározás a bemért vízmennyiség 4/5-részeiben.

A modern vízanalitikában az alkáliionok meghatározásának klasszikus módszere helyébe az egyszerűen és gyorsan kivitelezhető lángfotometriás eljárás lépett. Ennek ellenére sem tartottam feleslegesnek a mésztejes módszerrel nyert tapasztalataimat valamint egy új, de ugyancsak gravimetriás módszert közölni, mivel egyes körülmények között a tisztán kémiai módszerekre lehetünk ráutalva. Ez utóbbiakat (mint a klasszikus analitikát egyáltalában) nem nélkülözhetjük.

A nátrium meghatározása mint NaCl; a kalcium előzetes leválasztása mint kalciumoxalát, a magnézium leválasztása mint magnéziumammónium arzenát

Sorszám	Bemért NaCl g	Talált NaCl g	Különbég mg	Oldatban jelen volt Ca és Mg
1	3,6224	3,6234	+1,0	0,20 g Ca + 0,06 g Mg
2	1,9992	1,9990	-0,2	0,02 g Ca + 0,02 g Mg
3	0,9996	1,0007	+1,1	0,05 g Ca + 0,05 g Mg
4	2,2348	2,2349	+0,1	0,10 g Ca + 0,10 g Mg
5	1,0235	1,0243	+0,8	0,005 g Ca + 0,005 g Mg

Megjegyzés: Az 5. sz. kísérletnél a Ca – Mg leválasztása Reichert – Meissl-lombikban; a Na meghatározása a 110 ml-re feltöltött oldat szüredékének 100 ml-ében.

Természetes vizek alkálióntartalma (Na-ban kifejezve); meghatározás:

I. Mésztejes módszerrel;
II. Oxalát-arzenát módszerrel;

Sorszám	Elnevezés	A forrás helye	mg Na 1000 g vízben		A víz jellemzése
			I.	II.	
1	„Anna-víz”	Szeged	347,2	346,2	Hőforrás
2	„Jodaqua”	Sóshartyán	6664	6667	Konyhasós forrásvíz jódbromtart.
3	„Salvus”	Bükkszék	6710	6718	Alkálikus konyhasós forrásvíz
4	„Mira”	Jászkarajenő	4740	4718	Keserűvíz
5	„Nagy András kútja”	Hódmezővásárhely	63,1	69,2	Ártézi kútvíz

Megjegyzés: Az 1. és 5. vízminták saját mintavételből származnak; a 2., 3. és 4. minták a kereskedelemből származó palackozott ásványvizek.

A 4. mintához: a kissé nagyobb eltérés abban leli magyarázatát, hogy a II. eljárásnál a nagy Mg-tartalom (3839 mg/1000 g) miatt csak aránylag kis vízmennyiségben (25,655 g) történhetett a meghatározás. Az eredmény átszámításánál 1000 g vízre, jelentékenyen érvényesült a meghatározás hibája. Az elemzés hibája az I. eljárásnál feltehetően kevésbé érvényesül a végeredményben; tekintettel az itt alkalmazható nagyobb kiindulási mennyiségre. ($82,906.08 = 69,090$ g.)

I R O D A L O M

- (1) Neubauer, H.: Z. analyt. Chem. 39, 481, 1900; 43, 15, 1904; 46, 311, 1907.
- (2) Fresenius, R.: A Börmer, A. Juckenack, I. Tillmans: Handbuch der Lebensmittelchemie. Berlin. 1941. I. Springer. 111 old. A fejezet feldolgozása R. Fresenius-től.
- (3) Grünhut, L.: König, L.: Untersuchung von Nahrungs-, Genussmitteln und Gebrauchsgegenständen. Berlin. 1918. I. Springer 661 old. A fejezet feldolgozása L. Grünhut-tól.
- (4) Sarudi, I.: Z. U. L. 91, 342, 1950.

ПРИМЕЧАНИЯ К ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ АЛКАЛИ-ИОНОВ В ПИТЬЕВЫХ И МИНЕРАЛЬНЫХ ВОДАХ КЛАССИЧЕСКИМ МЕТО- ДОМ

И. Шаруди

Автор контролировал точность классического — применением известного молока — метода определения алкали-ионов в естественных водах. Разработал новый метод что связано с осаждением кальция в виде оксалата; а магния в виде мышьяково-аммониевого магния перед определением алкали-ионов („оксалатный-мышьяковый метод“). Точность обоих методов проверял исследованиями моделей и анализами естественных вод.

BEMERKUNGEN ZUR BESTIMMUNG DES ALKALIIONGEBHALTES VON TRINK- UND MINERALWASSER MIT KLASSISCHER METHODE

I. Sarudi sen.

Verfasser kontrollierte die Genauigkeit der zur Bestimmung des Alkaliiongehaltes von natürlichen Wasser dienenden klassischen, sog. Kalkmilchmethode; auch arbeitete er eine neue Methode aus, bei welcher das Kalzium als Oxalat, das Magnesium als Magnesiumammoniumarsenat vor der Bestimmung der Alkalimetalle abgeschieden wird („Oxalat-Arsenat-Verfahren“). Die Zuverlässigkeit beider Methoden wird mittels Modellversuchen und Analysen natürlicher Wasser bewiesen.

REMARKS TO THE DETERMINATION OF THE CONTENTS OF ALKALI IONS IN DRINKING AND MINERAL WATERS BY THE CLASSICAL METHOD

I. Sarudi, sen.

The accuracy of the classical, so-called lime milk method for the determination of the contents of alkali ions in natural waters was checked by the author. Besides, a novel method was developed where, prior to the determination of alkali metals, calcium is precipitated as oxalate while magnesium as magnesium ammonium arseniate (“oxalate-arseniate method”). The reliability of both methods was proved by model experiments and by analyses carried out with natural waters.

REMARQUES CONCERNANT LE DOSAGE PAR LA MÉTHODE CLASSI- QUE DES IONS ALCALINS DANS LES EAUX POTABLES ET MINÉRALES

I. Sarudi sen.

L'auteur a contrôlé la précision de la méthode du dosage classique de la teneur en ions alcalins des eaux naturelles avec emploi du lait de chaux et a aussi élaboré une méthode nouvelle dans laquelle il précipite avant le dosage des métaux alcalins le calcium comme oxalate et le magnésium comme ammoniumarsénate de magnésium («méthode à oxalatearsénate»). Il démontre l'exactitude des deux méthodes avec des expériences modèles et des analyses faites avec des eaux naturelles.

A-vitamin stabilitását befolyásoló tényezők vizsgálata

GÉCZY GYÖRGY

Phylaxia Állami Oltóanyagtermelő Intézet, Budapest

Érkezett: 1966. május 18.

Élelmiszerkészítmények, kevéféktakarmányok vitaminokkal történő ipari méretű kiegészítése kémiai problémák egész sorát vetette fel. Ezen problémák legtöbbjét talán az A-vitamin okozta (a C-vitamin mellett). Ez a humán és animál szempontból olyan fontos zsírolldó vitamin ugyanis igen instabil vegyület. Jelen tanulmányban, egy előző munkánk folytatásaképpen (1) tovább vizsgáltuk azokat a tényezőket, amelyek az A-vitamin bomlását elősegíthetik. Ezek ismeretében ugyanis technológiai eljárásokkal esetleg részben kivédhető az A-vitamin nagyobb méretű hatóanyagcsökkenése.

A téma megközelítése céljából szükségesnek tartunk egy – az A-vitamin kiszerezési formáival kapcsolatos – rövid történeti visszapillantást. Az 1950-es évekig az A-vitamin kizárólag növényi olajban oldva került forgalomba azzal az utasítással, hogy hűvös, sötét helyen kell tárolni. Az A-vitamin ilyen feltételek mellett néhány hónapig hatóértékét megőrizte. Azonban nagyfelületű élelmiszerhez vagy takarmányhoz keverve, most már a levegő oxidáló, valamint a nedvesség katalitikus bomlasztó hatásának ki volt téve, 2–3 hónap alatt hatóértéke gyakorlatilag nullára csökkent. Ez a kellemetlen körülmény az előállító gyárakat arra készítette, hogy A-vitamin készítményeiket valamilyen módon stabilizálva hozzák forgalomba. E célból egyes gyárak az A-vitamint emészthető viaszokban (méhviasz, cetáceum stb.) oldották. Ezek a készítmények már jóval stabilabbak voltak az olajosnál és azzal az előnnyel is bírtak, hogy „poralakú”-ak lévén, kitűnően voltak homogenizálhatók, ill. adagolhatók. A zsírolldó vitaminok legkorszerűbb stabilizálása ma úgy történik, hogy a homogén átmérőjű A-, ill. D₃-vitamin tartalmú részecskéket megfelelő eljárás segítségével filmképző anyagokkal (zselatin, etilcellulóz stb.) burkolják be. Ezeknek a legkorszerűbb ún. „minerálsztabil” készítményeknek két fajtája ismeretes: a „pulvis” és a „gyöngygranula”.

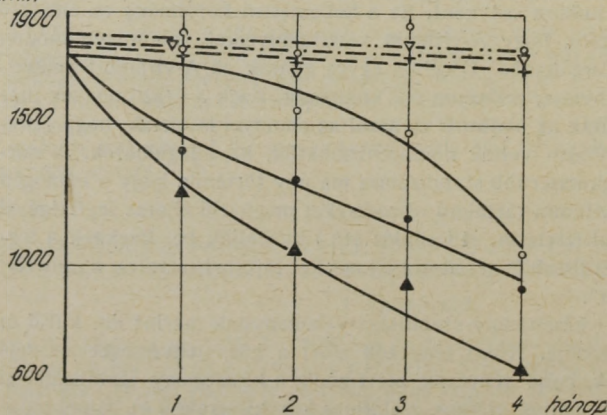
Adott A-vitamin készítmény stabilitása véleményünk szerint ún. külső és „belső” tényezők eredője. Külső tényezők alatt a hő, nedvességet oxidáló anyagokat stb. értjük, belső tényezők alatt pedig a készítmény stabilizáltsági állapotát (tehát, hogy olajos, viaszos, zselatinos stb. kiszerezésű-e). Minél hatóságosabban van egy A-vitamin készítmény stabilizálva, annál jobban védett a külső destruktív hatásoktól.

A szakirodalomból ismert tény, hogy az A-vitamin bomlását a hőmérséklet, oxidáló anyagok, nedvesség, nagymértékben elősegítik. Nem ismeretes azonban olyan közlemény, mely az említett tényezők hatását külön-külön vizsgálta volna. Mi elsősorban az oxidációs és a nedvesség faktor hatását vizsgáltuk. A hőbehatás esetünkben csupán az időfaktor megrövidítését célozta.

Vizsgálati módszer

Importból származó zselatinnal stabilizált pulvis és gyöngygranulált gyári A-vitamin készítményeken vizsgáltuk a különböző külső károsító tényezők hatóanyagcsökkentő hatását. E célból a vizsgálandó A-vitamin készítményeket különböző – meghatározott – nedvességtartalmú vivőanyaggal (korpaliszt) homogenizáltuk. Egy erősebben oxidáló faktort, vízben jól oldódó speciális ásványi szulfátkeverék,* egy gyengébben oxidálót pedig – vízben alig oldódó – oxidos-karbonátos ásványi keverék** képviselte, melyeket megfelelő arányban kevertünk a kísérleti elegyhez. Minden, korpával 1000 g-ra kiegészített előbbi ásványi keverékhez, 5 g A-vitamin készítményt (325.000 NE/g) adtunk. A két-féle típusú A-vitamin készítmény stabilitását, a kísérleti minták aktuális A-vitamin tartalmával indikáltuk. Az egyik kísérletornál a stabilitást 4 hónapon át (havi mintavétellel) természetes tárolás mellett vizsgáltuk, a másik vonalon – ugyanezen anyagokat – ún. gyorsított terhelés mellett (65 C°-on való melegítéssel) 3 napig (naponkénti mintavétellel) vizsgáltuk. Az A-vitamin meghatározásokat egy régebbi közleményünk alapján, acetilkloriddal aktivált glicerindiklórhidrinnel végeztük.²

N.E. J
A-vitamin



1. ábra

Pulvis és gyöngygranula típusú A-vitamin készítmények stabilitása, erősebben oxidáló ásványi keverékben, természetes tárolás mellett.

Gyöngygranula:

- +---+- 7,5 % nedv. tart.
- ∇---∇- 13,0% nedv. tart.
- o---o- 17,7% nedv. tart.

Pulvis:

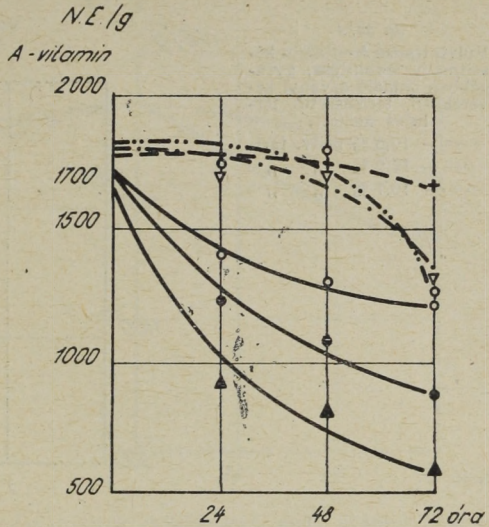
- o---o- 7,5% nedv. tart.
- 13,0% nedv. tart.
- ▲---▲- 17,7% nedv. tart.

* 37 g MnSO₄·H₂O, 14 g FeSO₄·7H₂O, 27 g ZuSO₄·7H₂O, 1 g CuSO₄·5H₂O, 1 g KJ,

** 31,2 g MnO, 21,1 g FeCO₃, 15,6 g ZnCO₃, 0,54 g CuCO₃, 0,2 g KJ, ad 1000 g.

2. ábra

Pulvis és gyöngygranulált típusú A-vitamin készítmények stabilitása, gyorsított terhelés mellett, erősebben oxidáló ásványi keverékbe.



Kísérleti rész

Először a pulvis és gyöngygranula típusú A-vitamin készítményeket vizsgáltuk egymás mellett. Egy erősebben oxidáló ásványi keverékben* három különböző nedvességtartalmú korpával homogenizálva, természetes tárolás (1. ábra), valamint gyorsított terhelés (2. ábra) mellett¹. További kísérleteknél, csak – az előző kísérletek szerint rosszabb stabilitást mutató – pulvis típusú vizsgáltuk egy gyengébben oxidáló ásványi elegyben** szintén három nedvességtartalmú korpával homogenizálva, természetes tárolás (3/a ábra), valamint gyorsított terhelés mellett (3/b ábra). Végül kizárólag a nedvességtartalom hatását vizsgáltuk a pulvis típusú A-vitamin készítmények stabilitására, 3 különböző – köztük extrém magas – nedvességtartalom mellett, gyorsított terheléssel (4. ábra).

Vizsgálatainkból az alábbi következtetéseket vonhatjuk le:

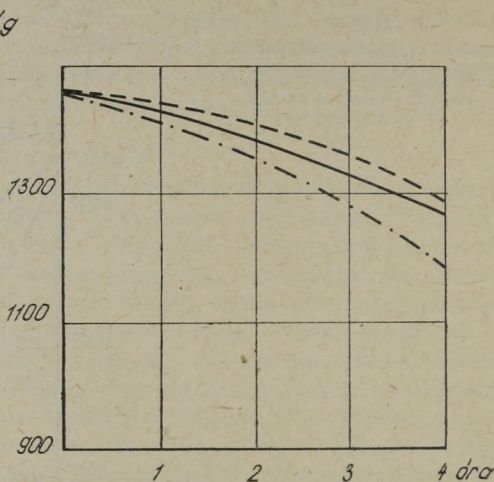
A gyöngygranula formájában kiserelt A-vitamin készítmények jelenleg a legkorszerűbbnek mondhatók. Még magasabb nedvességtartalmú (17,7%) közegben és erősebben oxidáló ásványi keverék jelenlétében sem veszítenek 4 hónapi természetes tárolás mellett gyakorlatilag hatóértékükből. Sőt, viszonylag alacsony nedvességtartalmú (7,5%) milióban 65°-on melegítve, 72 óra alatt a hatóérték csökkenés csupán 6–7%.

A pulvis formájában kiserelt A-vitamin készítmények alkalmazásánál figyelembe kell vennünk, hogy a nedvességtartalom már magában véve is igen

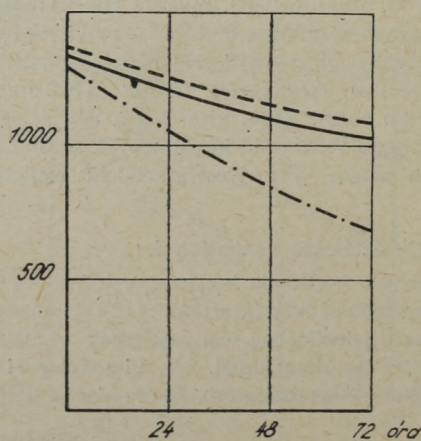
3a ábra

Pulvis típusú A-vitamin készítmény stabilitása, gyengébben oxidáló ásványi keverékben, természetes terhelés mellett.

- 10,5 % nedv. tart.
- 12,5 % „ „
- · - · - 16,7 % „ „



NE/g



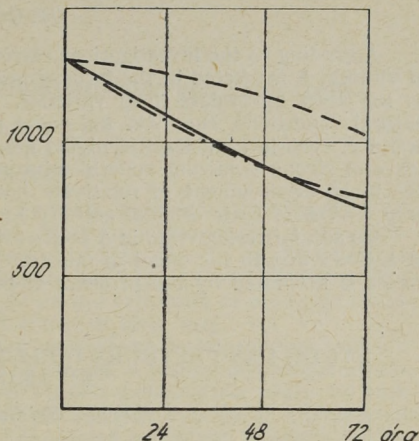
3b ábra

Pulvis típusú A-vitamin készítmény stabilitása, gyengébben oxidáló ásványi elegyben, gyorsított terhelés mellett.

- 10,5 % nedv. tart.
- 12,5 % „ „
- · - · - 16,7 % „ „

Nedvességtartalom hatása pulvis típusú
A-vitamin készítmény stabilitására,
gyorsított terhelés mellett.

- 13,8 % nedv. tart.
————— 19,3 % „ „
-.-.-.- 24,8 % „ „



erősen befolyásolja a készítmény hatóérték csökkenését, mely utóbbit oxidáló ásványi anyagok még inkább elősegítenek.

Sőt, majdnem azt mondhatjuk, hogy a pulvis készítményeknél a nedvesség destruktív hatása durván azonos, a kísérletünkönél adott oxidációs hatással. Ugyanis míg 13,8% nedvességtartalmú közegben 65°-on az A-vitaminvesztéség 72 óra alatt 20,0%, addig ugyancsak 13,0% nedvesség mellett, de erősebben oxidáló ásványi keverék jelenlétében 48,4%.

I R O D A L O M

- (1) Géczy Gy.: Magy. Állatorv. Lap. 10., 449 (1965).
(2) Géczy Gy.: ÉVIKE 10., 100 (1964).

PRÜFUNG DER DIE STABILITÄT VON VITAMIN A BEEINFLUSSENDEN FAKTOREN

Gy. Géczy

Nach den Versuchen des Verfassers sind die in Form von Perlen-Granülen verpackten Vitamin A-Präparate zurzeit den Anforderungen am meisten entsprechend. Selbst in einem Milieu von höherem Wassergehalt (17,7%) und in Anwesenheit einer stärker oxidierenden anorganischen Mischung nimmt ihre Wirksamkeit während einer 4 monatlichen natürlichen Lagerung praktisch nicht ab. Die Wert Verringerung beträgt sogar bei einer 72 stündigen Erwärmung auf 65 in einem Milieu mit verhältnismässig niederem Feuchtigkeitsgehalt (7,5%) bloss 6-7%.

Werden Vitamin-A Präparate in Pulvisform verwendet, müssen wir in Betracht ziehen, dass der Feuchtigkeitsgehalt eine Wertverminderung verursacht und diese durch oxidierende anorganische Substanzen noch verstärkt wird.

INVESTIGATION OF THE FACTORS INFLUENCING THE STABILITY OF VITAMIN A

Gy. Géczy

According to the investigations carried out by the author, the preparations of vitamin A marketed in the form of pearl-shaped granules may be considered as the most up-to-date drug varieties. When stored for four months under natural conditions, they did not lose practically anything of their original activity, even in a medium of higher moisture content (17.7%) and in the presence of strong oxidizing mineral mixtures, either. When they were heated to 65° in an environment of relatively low moisture content (7.5%), they lost only 6-7% of their original activity in 72 hours.

On administering vitamin A preparations in the form of powder, the decrease of activity due to the effect of moisture must be taken into account. This decrease is promoted by the presence of mineral substances of oxidizing action.

ETUDE DES FACTEURS INFLUENÇANT LA STABILITÉ DE LA VITAMINE-A

Gy. Géczy

Selon les examinations de l'auteur on peut établir que de nos jours les préparations de vitamine-A sous forme de granules perlées sont les plus avantageuses. M. me dans un milieu à teneur élevée d'eau (17,7%) et en présence d'une mixture minérale d'un pouvoir oxydant plutôt fort elles ne perdent pratiquement rien de leur efficacité pendant un stockage en conditions naturelles de 4 mois. M. me chauffées à 65 °C dans un milieu contenant relativement peu d'humidité (7,5%) la perte d'efficacité n'est que de 6 à 7% pendant 72 heures.

Dans le cas de l'emploi des préparations de vitamine-A en poudre il faut prendre en considération l'abaissement de la valeur limite de l'humidité sur l'efficacité. Les matières minérales oxydantes contribuent davantage à en diminuer l'efficacité.

Pálinkák réztartalmának komplexometriás meghatározása

ifj. SARUDI IMRE

Fejér – Veszprém Megyei Minőségvizsgáló Intézet, Székesfehérvár

Érkezett: 1966. május 8.

Pálinkafőzés alkalmával a párlatok készülék anyagától nehézfémekkel – főleg rézzel és vassal – szennyeződhetnek. Nagyobb mennyiségben a réz egészségre ártalmas lehet, másrészt a nehézfémek általában károsan befolyásolják az ital érzékszervi tulajdonságait. A pálinkák minőségi követelményeit előíró magyar szabványok (1) a réz mennyiségét az ital fajtájától és minőségi osztályától függően 3–30 mg/liter maximális értéknek tűrik meg.

A réz kimutatására általában a réztetraminkomplex-képződéssel járó kék színreakció és a káliumferrocianidos reakció szolgál. A mennyiségi meghatározás rendszerint e két reakció valamelyikével vizuális kolorimetria útján történik (2–4). A vizuális kolorimetria természetéből adódóan ezeknél az eljárásoknál a szubjektív hiba lehetősége igen nagy. Lényegesen pontosabb műszeres kolorimetriás módszerek találhatók az újabb irodalomban. Ezek közé tartozik *Sándor Z.-né* nátrium-dietil-ditiokarbamátos eljárása (5). Az említett eljárás általában élelmiszereknél használható univerzális módszer, mely pálinkák réztartalmának meghatározására is alkalmas. Egyetlen hátránya a műszerigény (Pulfrich-fotométer, komparátor). Jelen munkánk célja olyan módszer kikísérletezése volt, amely a vizuális kolorimetriás módszereknél pontosabb, másrészt műszerigénytelenebb támaszt.

A módszer elve:

a pálinka ciántartalmát savas párlással elűzzük és az esetleg jelen levő vasat brómos vízzel oxidáljuk. A három vegyértékű vas pirofoszfáttal történő álcázása után EDTE mérőoldattal murexid indikátor jelenlétében titráljuk meg a rezet. A titrálás pH = 8 körüli értéknél történik.

Szükséges vegyszerek:

2 n HNO₃

2 n NH₄OH

metilvörös-indikátor

telített Br₂-víz

1%-os Na₄P₂O₇ oldat

szilárd NH₄Cl

komplexometriás indikátor: 0,05 g murexid 50 g szilárd nátriumkloriddal eldörzsölve

0,001 m EDTE

a mérőoldat beállításához: 0,001 m CuSO₄ oldat

A meghatározás módja

50 ml pálinkához 1 ml salétromsavat adunk, vízfürdőn kb. 10 ml-re bepároljuk. A maradékot titráló lombikba mossuk, kb. 100 ml-re hígítjuk desztillált vízzel és 1 csepp metilvörös mellett az ammóniumhidroxid oldattal semlegesítjük. Hozzáadunk 3–4 csepp brómos vizet és a brómot azbeszt lapon kiforraljuk, miközben az indikátor anyag is elroncsolódik. A lombikot vízcsap alatt lehűtjük

és az oldathoz a következőket adjuk hozzá: 1 ml pirofoszfát oldatot, 1 csepp ammóniumhidroxidot, kb. 0,5 g szilárd ammóniumkloridot, végül 0,1–0,2 g murexid-konyhasó keveréket. Ezután az EDTE oldattal sárgás-piros színből lilás színig titrálunk, majd ismét 1–2 csepp ammóniumhidroxid oldatot adagolunk a lombikba. Ekkor az optimális pH kialakul és ennek megfelelően ismét előtűnik a murexid rézkomplexének sárga színe. Az ilyenkor megfigyelt sárga szín sokkal élénkebb, mint a titrálás megkezdése előtt volt. Ezután a mérőoldat adagolását cseppenként folytatjuk határozott lila szín eléréséig (6–7).

1000 ml pálinkában levő réz mennyisége: $20 \cdot 0,0635 \cdot a = 1,27 \cdot a$ mg, ahol 20 = az 50 ml-ről 1000 ml-re való átszámítás szorzótényezője, $0,0635$ = az 1 ml 0,001 m EDTE által mért réz mennyisége mg-ban, a = a fogyott mérőoldat ml-einek száma.

Az alábbiakban 6 különböző vegyespálinkánál kapott kísérleti eredményeinket mutatjuk be.

N	Eredeti	Hozzáadott	Összesen talált	Hiba	
	mgCu/l pálinka			%	
1	0,0	6,3	6,1	-0,2	-3,3
2	0,0	10,0	10,8	+0,8	+7,4
3	0,0	10,0	9,8	-0,2	-2,0
4	18,9	10,0	29,3	+0,4	+1,4
5	5,4	13,1	19,5	+1,0	+5,4
6	23,6	12,5	36,5	+0,4	+1,1

Az eredmények a gyakorlati elemzések pontossági követelményeinek megfelelnek. A desztillált víz nagyfokú tisztasága és a mérőoldat esetenkénti beállítás a pontosság fontos kritériuma.

Munkám figyelemmel kíséréseért köszönetet mondok dr. Vass Péter igazgatónak.

I R O D A L O M

- (1) MSZ 9588, MSZ 9592, MSZ 9596, MSZ 9684.
- (2) MSZ 9589.
- (3) *Torbágyi – Novák L.*: Az égetett szeszesitalok, Budapest 1948.
- (4) Schweizerisches Lebensmittelbuch, Bern 1937.
- (5) *Sándor Z.-né*: ÉVÍKE 5, 290, 1959.
- (6) *Sajó S.*: Komplexometria, Műszaki Könyvkiadó Budapest 1962.
- (7) *Pribil R.*: Komplexometrie Band I. 1962..

KOMPLEXOMETRISCHE BESTIMMUNG DES KUPFERGEHALTES VON BRANNTWEINEN

I. Sarudi jun.

Nach Verteilung des Zyanhydrogengehaltes oxydiert man die eventuelle Eisenverunreinigung des Branntweines zu dreiwertigem Eisen und maskiert dieselbe mit Natriumpyrophosphat. Den Kupfergehalt titriert man mit einer 0,01 m EDTE Messlösung unter Anwendung des Murexidindikators.

COMPLEXOMETRIC DETERMINATION OF THE COPPER CONTENT OF BRANDIES

I. Sarudi, jr.

The method suggested by the author is as follows. After removing the content of hydrogen cyanide, the eventual iron contaminations present in the brandy sample are oxidized to iron(III), and masked with sodium pyrophosphate. Then the quantity of copper is determined by titration with 0.001 M EDTA as titrant, in the presence of murexide as indicator.

ANALYSE COMPLEXOMÉTRIQUE DE LA TENEUR EN CUIVRE DES EAUX DE VIE

I. Sarudi jun.

La contamination éventuelle en fer de l'eau de vie est oxydée à trois valences après l'élimination de l'acide cyanique, puis on masque le fer par du pyrophosphate de sodium. Le dosage du cuivre est fait par une solution 0.001 m E D T avec de la murexide comme indicateur.

LUDWICHOWSKI, J.

A vaj fémes és olajos ízének megakadályozása

(Der Verhinderung des metallischen und öligen Geschmacks in der Butter)

Die Lebensmittel-Industrie, 11 389, 1964.

Tárolt vajaknál igen súlyos és gyakori hiba a fémes, olajos és fagygyús íz, vagy a „halas” szag fellépése. A hiba kémiai eredetű és mélyebb tárolási hőmérsékletnél is fellép. Gyakori hiba még a tejszín ún. elvizesedése is. Ez különösen olyan üzemekben lép fel, ahol az üzemi víz vastartalma nagyobb mint 0,5 mg/l. A főlözésnél a vas a tejszínben dúsul fel

és a tejszín zsírtartalmának növekedésével annak vastartalma is megnövekszik. A fémes hiba többnyire a savanyú-tejszín-vajnál fordul elő. A tejszínben levő vas és réz a tejsavval reakcióba lép, a képződő nehézfém vegyületek a vajgyártás során a vitaminok (elsősorban a C vitamin) bomlását meggyorsítják. A vaj vastartalma indirekt módszerrel könnyen ellenőrizhető, egyrészt a főlözött tej, másrészt az író, illetve az írószérum sűrűségének meghatározásával. Mindkét érték viszonya az ún. „fémkoefficientst” adja.

Az író fémkoefficiense (érvényes édes, illetve enyhén savanyú tejszínre, 16 SH°-ig):

$$„M” = \frac{\text{az író laktodenziméter foka}}{\text{a főlözött tej laktodenziméter foka}}$$
$$„S” = \frac{\text{az írószérum laktodenziméter foka}}{\text{a főlözött tej laktodenziméter foka}}$$

Az írószérum fémkoefficiense (teljesen savanyú tejszínre érvényes):

Az írószérum az írónak 50–55 °C-on, mintegy 5 percig tartó melegítésével áll elő.

A nevezett vajhibák kiküszöbölhetőek akkor, ha az „M” érték 1; az „S” értéke pedig 0,82. A vaj minőségében

lényeges javulás várható, ha az „M” 0,94, az „S” értéke pedig 0,776 alá nem süllyed. Az ismertetett határértékek átlépése esetén az említett minőségi hiányosságokkal kell számolni.

A cikk tartalma lengyel szabadalmi bejelentés tárgyát képezi.

Kacs Kovics M. (Pécs)

Rovatvezető: Gál Ilona

WODSAK W.:

Vizsgálatok a tej ibolyántúli fényvel besugárzásának az A-, E-, C-, B₂- és B₆-vitaminokra való hatására

(*Untersuchungen über die Wirkung der Ultraviolettbestrahlung von Milch auf die Vitamine A, E, C, B₂ und B₆.*)

Die Nahrung 9, 167, 1965.

A tej D-vitaminnal dúsítása céljából ibolyántúli fényvel besugárzásával kapcsolatosan már többször merültek fel egészségügyi megfontolások abban a tekintetben, hogy ez a besugárzás nem károsítja-e a tej olyan alkotórészeit, amelyek az ember, és különösen a csecsemő táplálkozása szempontjából fontosak, mint a vitaminokat és talán bizonyos fehérjevegyületeket. Ez utóbbiaknak legérzékenyebb képviselői a fermentumok – biológiai szempontból tekintve – a táplálkozás céljából jelentőség nélküliek, mert pasztörözéskor és mindenekelőtt a tej forralásakor legnagyobb részt elpusztulnak. Szerző munkájában ezért a vitaminok, különösen az A-, E-, C-, B₂- és B₆-vitaminok esetleges megváltozásának vizsgálatával foglalkozott, mert ezek különösen a csecsemő anyagcseréje számára igen jelentősek.

A tej A-vitamin tartalmának meghatározására a Carr-Price-féle eljárás szolgált. Az éveken át végzett vizsgálatok alapján megállapítást nyert, hogy a besugárzott és a nem besugárzott tej azonos eredményeket szolgáltatott. A besugárzott tejet természetesen az A-vitaminnal izomer neo-A-vitaminnal is megvizsgálták. A meghatározás maleinsavanhidriddel való kondenzáció útján történt Diels-Alder szerint; a tejben azonban az A-vitamin ezen

izomer formája csak nyomokban volt jelen. Az E-vitaminról (tokoferolok) is megállapítást nyert, hogy a besugárzás nem csökkenti mennyiségét a tejben. Meghatározására a Handwerk módosította Emmerie és Engel-féle eljárás szolgált. A tej nem nagy C-vitamin-(aszorbinsav-) tartalmának meghatározására eleinte a diklórfenol-indofenollal való titrálás klasszikus eljárása, majd az utolsó években a vas (II)-dipiridiles módszer került felhasználásra, mert ez utóbbi eljárással mind az aszorbinsav, mind a biológiailag azonos hatású dehidroaszorbinsav egyaránt meghatározható; dehidroaszorbinsav jelenléte esetén ez ugyanis ciszteinnel megbízhatóan redukálható aszorbinsavvá. A számos vizsgálat eredménye szerint a C-vitaminösszetartalmát a tej besugárzása nem változtatta meg és az aszorbinsav említésre méltó módon nem dehidrálódott dehidroaszorbinsavvá. A különösen fényérzékeny B-vitaminsoporthoz tartozó vitaminok közül a B₆-vitaminnak jelzett piridoxin, piridoxál és piridoxamin meghatározását mikrobiológiai úton, a *Neurospora sitophila* segítségével történt, a B₂-vitamin vagy laktoflavin meghatározása pedig részben fluorometrikusan, részben szintén mikrobiológiai úton a *Lactobacillus casei* felhasználásával. A vizsgálatok szerint a B₂- és B₆-vitaminok mennyisége a tejnek a szokásos módon, 2 másodpercig vékony rétegben besugárzása után változatlan maradt, bár a napfénynek kitett tejben a napfény mindkét vitamin csökkenését vonja maga után a szakirodalmi adatok szerint.

Kieselbach Gy. (Budapest)

KRÖLLER E.:

Kakaóvaj szterintartalmának meghatározási módszere

(Eine Bestimmungsmethode für den Steringehalt von Kakaofetten.)

D. L. R. 62, 50. 1966.

A kakaóvajnak idegen zsirokkal és kakaóhulladékból extrahált zsirokkal hamisítottságának megállapítása különböző jellemzőkre támaszkodik, így többek között a szterintartalomra. Míg pl. kifogástalan préselésű kakaóvaj szterintartalma mindig 0,3% alatt van, addig ennek értékét már csekély mennyiségű extrakciós zsír jól észrevehetően emeli. Minhogya a szterintartalom meghatározása a kolorimetrikus módszerekkel többféle hibalehetőséget rejt magában, azt gravimetrikus úton, digitonid formájában kell elvégezni. Zsírok szterintartalmának meghatározására kétséggkívül a legjobban bevált és így a leggyakrabban használt a Hadorn és Jungkunz-féle módszer. A kakaóvaj esetében azonban ezt a meghatározást használva a zsírsavak fajtájára és mennyiségére visszavezethető zavarok lépnek fel, aminek következtében a kapott értékek kissé alacsonyak.

Szerző ezért egy újabb meghatározási eljárást dolgozott ki, amely a szterineknek a szappanoldatból acetonnal kioldása által az említett zavarokat megszünteti. Szerző részletesen közli módszerét. Kipróbálása különböző analitikusok által a módszer használhatóságát és jól reprodukálhatóságát igazolta.

Kieselbach Gy. (Budapest)

STOLL K. és BRYNER W.:

Dió és mogyoró eltartása fagyasztottan (Gefrierkonservierung von Walnüssen und Haselnüssen)

Schweiz. Z. Obst- u. Weinbau, 101, 100, 1965.

Igen nagy volna a gazdasági jelentősége, ha az évi diótermésfeleslegből álló készleteket megfelelően lehetne

tárolni. Az ezirányú vizsgálati eredmények szerint a tároláshoz a diók fagyasztással tartósítása ajánlható szerzők szerint. A fagyasztottan tárolás teljes mértékben realizálható, mert az érdekelt üzemek ma már alkalmas technikai berendezésekkel rendelkeznek. A diókkal végzett kísérletek 1959 októberéig nyúlnak vissza, a mogyorókkal az 1960. évi mogyorótermés betakarítása óta folynak kísérletek. Olajelkülönülés megakadályozása céljából tárolás előtt a diók súlyát 30 °C hőmérsékleten 67%-ra kell csökkenteni. A tárolási hőmérséklet az összes éven át állandóan -20 °C volt. Bár a héjas diók is kifogástalanok voltak ízbelileg felengedés után (18 °C hőmérsékleten 15-20 órán át tartva), mégis már kisebb helyszükséglet miatt is ajánlatos előszárított lehéjazott diók fagyasztása. Utánszárítás 5 éves raktározás után feleslegesnek bizonyult. Mogyoró esetében - bár lényegileg hasonló eredményekhez jutottak a szerzők - még tisztázandónak tartják, hogy fagyasztottan tárolása héjas vagy lehéjazott állapotban előnyösebb-e, és hogy -20 °C-tól eltérő hőmérsékletek még optimálisak lehetnek-e. Ilyen tárolással több éven keresztül sikerült a jóminőség megőrzése mellett élelmszerkártevők, penészképződés és avasodás által okozott veszteségeket elkerülni.

Kieselbach Gy. (Budapest)

TSCHEK G.:

Halkonzervek csíramentesítés előtti állásidejének befolyása a végeredmény minőségére

(Untersuchungen über den Einfluss der Standzeiten von „Fischkonserven“ von der Sterilisation auf die Qualität des Endproduktes.)

Fischerei - Forschung 2, 121, 1964.

Szerző vizsgálatainak célja az volt, hogy megállapítsa, milyen befolyást gyakorol a gyártás folyamán a már dobozott, de még csíramentesítésre

váro halkészítmények állásideje a doboztartalom baktériumtartalmának emelkedésére és ezzel összefüggésben a már kész termékek, vagyis a halkonzervek minőségére. Ezzel kapcsolatosan azokat a még megengedhető állásidőket is igyekezett megállapítani, melyek a végterméknél még nem okoznak minőségsökkenést. Ezirányú pontos adatok útján ugyanis a termelési folyamaton belül egy minőségrontó tényezőt ki lehet küszöbölni. Kísérleteihez párolt heringfilétet és (paradicsom-, mustár-, curry stb.) mártást használt, melyek dobozokba töltés és zárás után 5, 20 és 30 °C-on kerültek eltartásra. Ezekből a csiraszámmeghatározókat rögtön zárás után, és 2, 4, 6, 8, 10, 24 és 30 óra után végezte. Az állásidők által okozott esetleges minőségsökkenés érzékszervi megállapítása céljából a megtöltött és lezárt dobozokat azonnal lezárás után, továbbá 4, 8, 10 és 24 órai 20 °C hőmértékleten tartás után csíramentesítették, majd a konzervek háromhetes tárolás után érzékszervi pontbírálatra kerültek.

A vizsgálatok a következő eredménnyel végződtek:

1. Hallal és mártással megtöltött és lezárt dobozokat csíramentesítés előtt szobahőmérsékleten legfeljebb négy óráig szabad tárolni.

2. Már a csíramentesítés előtti négy órai tárolás is érzékszervileg megállapított minőségsökkenéshez vezet.

3. Hosszabb, 4–6 órás állásidők esetében a nem csíramentesített dobozoknak még 20 °C-on tartásakor is a doboztartalom már amúgyis erősen megnövekedett összcsiraszámanak 10–40%-át kitevő spóráképző baktériumai miatt élelmiszerhygiéniai aggályok lépnek fel.

4. Ha technikai okokból a hosszabb állásidők nem kerülhetők el, úgy célszerű a megtöltött, lezárt, nem csíramentesített dobozokat csíramentesítésükig hűtőhelyiségben +5 °C-on tárolni.

Kieselbach Gy. (Budapest)

TRUBE-BECKER E.:

A keserű mandula mérgező volta

(Die Giftigkeit der bitteren Mandeln.)

D. Med. Wschr. 89, 945, 1964.

Egy 56 éves asszony hirtelen halála keserű mandula fogyasztása következtében arra készítette a szerzőt, hogy rámutasson a keserű mandula mérgező voltára és az ezirányú irodalmat is áttanulmányozza.

Halálos mérgezést felnőttek esetében kb. 50–70, gyermekek esetében pedig 7–10 keserű mandula fogyasztása okozhat. Már 3 keserű mandula elegendő, hogy gyermekeknél súlyos mérgezési tüneteket előidézzen. A mérgeződs erőssége a mandulák korától is függ, mert hosszabb tároláskor a mandulák amigdalintartalma csökken. Hasonlóképp csökkentheti a mérgezőhatást cukor egyidejű fogyasztása; a védőhatás növekszik a cukoroldat töménységével. Több mérgezési eset ismertetése után szerző felveti azt a kérdést, vajon egyáltalán lehetséges-e ezen igen kellemetlen ízű mandulák fogyasztása nagyobb mennyiségben, sőt vajon fogyasztásukat esetleg kellemes érzetek kísérhetik-e, vagy hogy mint az a feniltiokarbamidról ismeretes, ezeknek a manduláknak az ízet alkalomadtán nem érzik „keserű”-nek.

Schrijver 1933-ban megkísérelte megállapítani, hogy kísérleti személyek képesek-e a négy alapízt, tehát az édes, keserű, savanyú és sós ízt kifogástalanul megkülönböztetni. Felsőbbfokú iskolák 320 tanulójának csak 33,4%-a adott helyes választ. A természettudományokban járatos felnőttek 56%-a hibázott gyenge izpróbák esetében, 20%-a pedig erős izpróbáknál. A legjobban még az édes próbákat ismerték fel. A keserű ízt igen gyakran „savanyú”-nak vagy „sós”-nak jelezték. Egy tanuló képtelen volt egy sós oldatot és egy szaharinos oldatot egymástól megkülönböztetni. A vizsgálatok felvetették azt a kérdést, hogy az ízlésnél nem lép-e fel hasonló jelenség, mint amilyen a látásnál a színvakság.

Szerző szerint annak a magyarázata, hogy egyes emberek nagyobb mennyiségű keserű ízű mandulát fogyaszthatnak – hasonlóan a ciánkálit tartalmazó folyadékok nem szándékos megivásához – kétségtávolú az, hogy a keserű mandulákat nem mindenki érzi kellemetlen ízűnek.

Kieselbach Gy. (Budapest)

KOVÁCS A. S. és WOLF H. O.:

A feldolgozás befolyása gyümölcs és zöldség aromájára

(Über den Einfluss der Bearbeitung auf das Aroma von Obst und Gemüse)

Ind. Obst- u. Gemüseverwert. 49, 53, 1964.

Szerzők tájékoztató kísérletekben a gázkromatogramok (aromagrammok) értékét vizsgálták mélyfagyasztott, hőkezelt és fagyasztottan szárított készítmények aromakülönbségeinek objektív megítélése céljából ugyanazon nyersanyagok friss árujával összehasonlítva. A szerzőket nem annyira az egyes aromaalkotórészek azonosítása érdekelte, mint az összaromakép összehasonlítása. Az aromaalkotórészeket a vízgőzdesztillációnál jobb vákuumdesztillációval nyerték és ezzel kapcsolatosan pentánperforációval különítették el. Vizsgálataikhoz egy lángionizációs detektorral kapcsolatos Beckmann-féle gázkromatográf szolgált.

Tavaszi paraj aromaanyagai határozott minőségi és mennyiségi különbségeket mutatnak, a dobozott áru egy különleges magasabb forrponútú aromaalkotórészt tartalmaz, mélyfagyasztott paraj esetében alacsony forrponútú aromaalkotórészek hiányoznak. Téli paraj gyakorlatilag semmiféle aromaalkotórészt nem tartalmazott. Friss és mélyfagyasztott borsó aromagramja nem mutat különbséget, dobozott borsó aromájának kb. 90%-át elvesztette. Mélyfagyasztott meggy a legtöbb aromaalkotórészt és a legnagyobb aromakonzentrációt mutatja összehasonlítva a friss áruval és a befőtt gyümölcessel. Különösen markánsan lép fel a gázkromatogramban a benz-

aldehyd végső csúcs gyanánt a mélyfagyasztott áruban (valószínűleg a mag sejtszerkezetére gyakorolt hideghatás következtében). Különböző eperfajták aromaanyagösszetétele erősen különböző. Elvben a friss eper tartalmazza a legtöbb aromaalkotórészt. Ezek közül az alacsony forrponútúak dominálnak, míg mélyfagyasztott eperben a magasabb forrponútú alkotórészek lépnek fel erősebben. Fagyasztva szárított árura az alkalmazott technika nem volt eredményes. Szerzők szerint az aromagramok az érzékszervi vizsgálatok eredményével összhangban állanak.

Kieselbach Gy. (Budapest)

LYNN G. E., SHRADER S. A., HAMMER O. H. és LASSITER C. A.:
Bromidok nátriumbromiddal, illetőleg metilbromid kezelte gabonával etetett tehének tejében

(Occurrence of bromides in the milk of cows fed sodium bromide and grain fumigated with methylbromide.)

J. agric. Food Chem. 11, 87, 1963. Ref.*
Z. U. L. 125, 302, 1964.

Ha mezőgazdasági termékeket, különösen gabonaféléket rovarkártévek ellen metilbromidgőzökkel kezelünk, úgy a metilbromid egyrésze a termékkel reagál, metilvegyületeket képez, miközben a bromidionok visszamaradnak. Minthogy a bromidmaradékok nem illók és szellőztetéssel el nem távolíthatók, ilyeneket tartalmazó gabona mint takarmány útján tehénekbe juthatnak. A bromid a tejben kerül kiválasztásra és pedig mind a takarmány természetes bromidtartalma következtében, mind nátriumbromid vagy a takarmány metilbromidkezelését követően szervesen bromid felvétele után is. Szerzők szerint a tej bromidtartalma arányos a felvett mennyiséggel és úgy látszik összefügg a vér bromidkoncentrációjával. Nátriumbromid etetése után a felvett mennyiség átlagosan 18%-a, metilbromidgőzökkel kezelt gabona etetése után pedig 38%-a került kiválasztásra.

Kieselbach Gy. (Budapest)

SOMOGYI J. C.:

Burgonya C-vitamintartalmának változása különböző kísérleti feltételek mellett

(*Änderungen des Vitamin C-Gehaltes von Kartoffeln unter verschiedenen Versuchsbedingungen.*)

Int. Z. Vitaminforsch. 34, 122, 1964.

Szerző kísérleteinek eredményei igazolják más szerzők azon megállapításait, hogy burgonyaszeletek (*Bintjeburgonyafajta*) C-vitamintartalma nő, ha azokat szellőztetés mellett tárolják. A C-vitaminnövekedés az első 48 órában a legnagyobb és pedig annál nagyobb, minél vékonyabbak a burgonyaszeletek és minél nagyobb a szellőztetés. Nitrogénatmoszférában végzett összehasonlító kísérletek folyamán a C-vitamintartalom alig növekedett. A szellőztetett, illetve kezeletlen burgonyaszeletekkel végzett sütési kísérletek a C-vitamin megőrzésére vonatkozóan azt mutatták a nyers burgonyával összehasonlítva, hogy szellőztetett burgonyaszeletek sütésekor a C-vitamintartalom csaknem változatlan maradt, míg kezeletlen burgonyaszeletek sütése esetében kb. 40%-os veszteség állt elő.

Kieselbach Gy. (Budapest)

PADMOYO M. és BAUMGARTNER E.:

A brómozási módszer a szorbinsavnak a benzooesavtól a papírkromatogramon történt elválasztása céljából

(*Die Bromierungsmethode zur Differenzierung der Sorbin- und Benzooesäure auf dem Papierkromatogramm*)

Mitt. Lebensmittel-Untersuch. Hyg. 54, 423, 1964.

A szorbinsavnak a benzooesavtól papírkromatográfiás elválasztásakor főleg az okoz nehézséget, hogy mindkét sav R_f értéke csaknem azonos. Jobb elválasztás érhető el, ha a még nedves anyagfoltokat a kromatografálás előtt kevés brómmal (10%-os brómdat kloroformban) kezeljük. A szorbinsav ezáltal részben brómot köt le, a ben-

zoesav viszont nem változik. A brómozott szorbinsav R_f értéke 0,53, míg a szorbinsavé csak 0,41, a benzooesavé pedig 0,35, úgyhogy ezen előkezelés után a kromatografálás egyszerűbbé válik. A brómozott szorbinsav még kettős kötéseket tartalmaz és ezért a kromatogramnak a szokásos módon káliumpermanganátoldattal bepermetezése útján láthatóvá válik.

Kieselbach Gy. (Budapest)

MONTIES, B. és BARRET, A.:

Reverzibilis fagykár kémiai vizsgálata almalében

(*Étude chimique d' un trouble au froid réversible présent dans un jus de pomme*)

Ann. Techn. Agric. 14., 167, 1965.

Egy eddigi ismereten élettani zavarról számolnak be, amely almalében jelentkezett. A zavar eredetét teljesen nem tisztázzák. Ez a készítmény mélyhűtése folyamán jelentkezik, de megengednek olyan feltevést is, mely szerint bizonyos technológiai folyamatok válthatják ki. Minden esetre határozottan állítják, hogy reverzibilis folyamatról van szó, mert a zavarosodás melegítéssel és 80%-os etilalkohollal való kezelés után megszűnik. A lé kémiai összetétele és a zavarosodás között nem találtak összefüggést. A zavarosodás igen jelentős kárt okozhat a kereskedelemben.

Bátyai J. (Szeged)

REHM H. J., WALLNÖFER P. és LUKAS E. M.:

Aadtok a szorbinsav lebontására mikroorganizmusok által természetes szubstrátumban

(*Zur Kenntnis des Abbaus der Sorbinsäure durch Mikroorganismen im natürlichen Substrat.*)

Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. 59, 187, 1963. Ref.*Z. U. L. 126, 377, 1963.

A szorbinsavnak már amerikai szerzők által korábban megfigyelt lebontását mikroorganizmusok által szer-

zók különböző élelmiszerben vizsgálták. Ez a lebontás függ a szubsztrátum pH-értékétől, az abszolút szorbinsav-töménységtől és a spórák, illetve a konidiumok csírázási fokától. Különböző élelmiszerben, pl. a szőlőlében a szorbinsav lebontása csak akkor következik be, ha a töménysége 0,03%-nál kisebb. Ezért szerzők vizsgálatainak a szorbinsavval történő gyakorlati élelmiszertartósítás szempontjából nincs jelentősége. A törvényesen engedélyezett és gyakorlati tartósításra ajánlott szorbinsavtöménységek ugyanis messze azok felett vannak, amelyeket penészgombák lebontani képesek.

Kieselbach Gy. (Budapest)

BERGNER K. G. és HALLER H. E.:

Arzén, ólom, kadmium, szelén, cink és ón természetes előfordulása élelmiszerekben

(Über das natürliche Vorkommen von Arsen, Blei, Cadmium, Selen, Zink und Zinn in Lebensmitteln.)

Mitt. - Bl. GDCh., Fachgr. Lebensmittel-Chemie 18, 113, 1964. Ref.*
* Z. U. L. 127, 282, 1965.

Ismeretes, hogy használati tárgyakkól fémm nyomok juthatnak élelmiszerekbe. Szerzők szerint ezért kívánatos volt a szakirodalomból különböző élelmiszerek természetes arzén-, ólom-, kadmium-, szelén-, cink- és óntartalmát összeállítani. A megállapított, mg/kg-ban kifejezett egyes adatokat azonban részben bizonyos tartózkodással kell elfogadni, mert nem minden adat esetében ismeretesek az alkalmazott elemzési eljárások és ha a felhasznált eljárások fel is vannak tüntetve, azok nem felelnek meg már feltétlenül az analitika mai állásának.

A legtöbb élelmiszer arzéntartalma (kb. 40 irodalmi adat) 1 alatt fekszik. Viszonylag nagy arzéntartalma van az élesztőnek (17-ig), kagylóknak (120 felett) és arzéntartalmú permetezőszerszerrel kezelt dohánynak (1930-ig, ebből a mennyiségből azonban természetesen legfeljebb 18% a füstben).

Az ólomtartalom (120 szakirodalmi adat) mind 0,5 alatt fekszik. Osztigában nagy ólomértékeket találtak (100-ig), éppen úgy sűrítőszerekben (10-ig), gabonában (8-ig) és teában (43-ig). Kadmium (20 irodalmi adat) általában 0,5-1 közötti mennyiségekben fordul elő élelmiszerekben, csupán sajtok és cukorkaárak kivételek 5-ig terjedő kadmiumtartalmukkal, 0,5 feletti szeléntartalmak nem gyakoriak zab (10-ig), kukorica (15-ig), hagyma (18) és tejpor (73-270) kivételével (40 irodalmi idézet). A cinktartalmak (150 irodalmi adat) általában 0 és 20 között ingadoznak. Egyes élelmiszerek cinktartalmának ingadozása különösen nagy. Nagy cinktartalmat mutatnak a zselatin (2000-ig), a búza és egyéb gabonafélék magja (100-ig), a tojás sárgája (45) és gyümölcsök (100-ig). Ón élelmiszerekben (20 irodalmi idézet) 0-4-ig terjedő mennyiségekben fordul elő. Dobozolt élelmiszerek óntartalma 600-ig terjedhet.

Kieselbach Gy. (Budapest)

HEISS R.:

Vizsgálatok a gyorsfagyasztott élelmiszerek csomagolására vonatkozó követelményekre. I. Gyorsfagyasztott élelmiszerek csomagolásának általános szempontjai és csepegésmentessége

(Untersuchungen über die an Gefrierpackungen zu stellenden Anforderungen. I. Allgemeine Gesichtspunkte und Tropfsicherheit von Gefrierpackungen.)

Verpackungs-Rdsch., tech. wiss. Beil. 14, 17, 1963.

A német mélyfagyasztó ipár valódi szükségleteire vezethetők vissza azok a vizsgálatok, amelyeket a Münchener Élelmiszertechnológiai és Csomagolási Intézettel szoros együttműködésben végeztek el a gyorsfagyasztott élelmiszerek csomagolására vonatkozó követelmények felállítására céljából. Általános érdeklődésre tarthatnak számot az alapvető szempontok, amelyek fagyasztott élelmiszerek csomagolásának technikai értékelésénél fontosak lehetnek.

Át nem bocsátó tulajdonságok.

1. A csomagolás cepegecsmentességét a töltés és a fagyasztás kezdete, továbbá a mélyhűtőszekrényből kivétel és a használatba vétel ideje között.

2. A zárt csomagolás kielégítő vizpára át nem bocsátása.

3. A zárt csomagolás kielégítő oxigén át nem bocsátása.

4. A zárt csomagolás kielégítő aroma át nem eresztő volta.

5. Kielégítő fény át nem bocsátás.

Szilárdsági tulajdonságok.

6. A csomagolás stabilitása

6.1 fagyasztáskor: nem károsodott (pl. a csomagolás felületén be nem szakadt) a víznek fagyáskor való kiterjedése következtében,

6.2 felengedéskor: nem befolyásoltág páralecsapodástól, vízben való gyorsfelengedetetés által esetleg hal és gyümölcs esetében.

Feldolgozhatóság.

7. A csomagolás csekély hőáteresztő ellenállása fagyasztáskor, gyors feldolgozhatóság csomagológépeken.

Egyéb.

8. A csomagolás könnyű felnyitása és esetleg újból lezárása, könnyű és teljes kiürítési lehetőség.

9. A felhasználható csomagolási anyagok inert (szagtalan, íz nélküli, kőzömbös) volta.

10. A csomagoláson feltüntetett nyomás (szöveg, kép) kopásállósága (le nem dörzsölődése kisebb-nagyobb mértékben) szállításkor, a nyomás (szöveg, kép) hőmérséklet- és nedvességállósága.

A követelményekre való vizsgálatok a két utolsó pont kivételével csak teljes csomagolásokon végzendők. Természetes, hogy a követelmények nem egyenértékűek (pl. a 2., 6 és 9. pontban foglaltak magától értetődő feltételek). A követelmények felállítására vezető vizsgálatok súlypontját a kutatók az 1., 2. és 6. pontra helyezték és tudományos pontossággal vizsgálták meg a feltételeket és a jelenségeket bizonyos mintacsomagolások fagyasztásánál különféle eljárások mellett.

Kieselbach Gy. (Budapest)

SUZUKI I.:

Kártevőirtószerekre és élelmiszerek adalékanyagmaradékaira vonatkozó japán törvények és rendeletek

Residue Reviews 4, 9–12, 1963. Ref. Z. U. L. 125, 3, 48, 1964.

Japánban főleg három törvényt foglalkozik az élelmiszeradalékanyagok és kártevőirtószerek ellenőrzésével. Az első, a „Törvény az élelmiszerek jó állapotban tartásáról” gyökerei 1878-ba nyúlnak vissza. Időközben a korszerű ismereteknek megfelelően messzemenően átalakították. E törvény egyik cikkelye tiltja olyan adalékanyagok és kártevőirtószerek előállítását, árusítását és behozatalát, továbbá olyan élelmiszerek forgalombahozatalát, amelyek mérgező és egészségre ártalmas anyagokat tartalmaznak. Egy végrehajtási utasítás szerint nem vonatkozik ez a tilalom természetből fogva vagy adalék útján élelmiszerekben esetleg előforduló ilyen anyagok ártalmatlan, az ember egészségét nem veszélyeztethető mennyiségeire. Azonkívül 1960-ban hivatalos jegyzéket is kiadtak olyan szabványokról, amelyekben az élelmiszeradalékanyagok tisztasági fokát le van fektetve. E lista eddig csaknem 230 vegyszer került felvételre. Kiválogatásuk felhasználásuk technikai szükségességének vizsgálata és állatkísérletek útján történt. Különösen toxicitásuk és halálos adagjuk (D. L. 50) került felülvizsgálatra. E kísérletek tapasztalatai alapján kártevőirtószerek nyomait élelmiszerekben eltűrik. Tűrésük felső határát még nem állapították meg törvényesen, csak alma esetében állapították meg kivételesen ilyen tűrés határokat. A második törvény, a „Törvény a mérgező és nagyhatású anyagok ellenőrzéséről” a külön felsorolt mérgező anyagoknak nemcsak a gyártását, eladását és raktározását tiltja, hanem külön engedélyhez köti az ezekkel foglalatосkodást. Felhasználásuk célját, továbbá a kezelt gyümölcsre vonatkozó utolsó felhasználásuk és a kezelt gyümölcs szedése közötti időszakot minden esetben külön is elő-

írja. Ilyen szert forgalombahozatalnak engedélyezése előtt minden esetben hivatalosan meg kell vizsgálni. A harmadik törvény, a „Törvény a kártevőirtók ellenőrzéséről” ezeknek az anyagoknak eladását és használatát szabályozza. Kártevőirtók szereke megjelölésén fel kell tüntetni a kártevőirtó szer fajtáját, nevét, mennyiségét, fizikai és kémiai tulajdonságait, hatáserőjét, felhasználási területét és használati utasítását, ártalmatlanná tételére vonatkozó útmutatót, végül raktározásának módját.

Kieselbach Gy. (Budapest)

DAEPP H. U. és LÜTHI H. R.:

Üvegekbe töltött gyümölcslevek üvegnyi gázterében foglalt gázainak elemzése

(Analyse der Gase im Flaschenhals-Gasraum abgefüllter Fruchtsäfte.)

Fruchtsaft-Ind. 11, 1, 5, 1966.

Üvegekbe töltött gyümölcslevek stabilitásának növelése technológiájuk állandó célja. Mikrobiológiai átalakulások ma már ritkák, de hátrányos kémiai reakciók még gyakoriak. Az első helyen oxidációs jelenségek állanak. Már aránylag kis oxigénmennyiségek felvétele alkalomadtán súlyos minőségromlás forrásává válhat. Üvegbe töltéskor természetesen a használt technika szerint tetemes mennyiségű oxigén kerülhet a gyümölcslevekbe. A forrón üvegbe töltés nagy előnyt jelentene, mert elméletileg az üvegek színültig megtölthetők és így levegőt nem tartalmaznának, sajnos azonban a gyümölcslevek ma még általában hidegen töltik az üvegekbe, hogy azután az üvegek lezárása után pasztörözzék őket. Ebből a célból minden üvegben bizonyos gázter szükséges és így adva van annak a lehetősége, hogy az oxigént tartalmazzon. Az üvegekbe töltött gyümölcslevek üvegnyi gázterében levő gázok kémiai elemzése eredményének ismerete már azért is fontos, mert ezáltal közvetlenül a töltés után az ital előkezelésére és a töltőberendezésre következtethetünk. A gázleveg

összetételében megfigyelt változásokból az eltarthatóság idejéről és különböző tárolási feltételek lefolyásáról tájékozódhatunk. Szerzők vizsgálatainak célja elsősorban az volt, hogy egy általuk leírt egyszerű elemzési eljárással, amely minden töltőberendezés esetében az oxigénviszonyok gondos ellenőrzését teszi lehetővé, tisztázzák üvegekbe töltött gyümölcslevek gázterének levegő-, illetve oxigén hányadának terjedelmét. Vizsgálataikhoz különböző nagyságú üvegekbe töltött különböző, szénsavval impregnált gyümölcslevek vettek mintakul (mintaként 12 üveget) és ezek üvegnyi gázterének oxigénhányadát határozták meg. Az első vizsgálat a betöltés után 1–3 hét után történt, a második 5 héttel később. Mint kitűnt, ugyanazon minta üvegei légtere térfogatának variabilitása csekély volt, ami a töltőgép pontos munkájára mutat. Bár az összes megvizsgált üvegeket CO₂-ellennyomás mellett töltötték meg, a gázterek átlagosan több mint 50% levegőt (oxigént és nitrogént) tartalmaztak, ami arra mutat, hogy úgy látszik ilyen módon sem küszöbölhető ki teljesen a levegő, illetve ezzel az italokra minőségsökkenítő hatású oxigén. A vizsgálatokból az is kitűnt, hogy a gázter oxigénhányada az üvegek 6 hetes tárolása folyamán az oxigénnek a gyümölcslevek tartalmi anyagaival való reakciója következtében tetemesen csökkent, ami a végén a töltéskor az üvegnyi gázterbe kerül oxigén csaknem teljes felhasználásához vezet és így magyarázatul szolgál a gyümölcslevek általánosan ismert minőségsökkenésének üvegbetöltésük után és tárolásuk folyamán. Szerzők még azt is megállapították, hogy az üveg térfogatára vonatkoztatott oxigéntérfogat 2 dl-es üvegek üvegnyi gázterfogatában kétszer olyan nagy volt, mint 1 l-es üvegekében, ami számszerűen is igazolja azt a tapasztalati tényt, hogy kisebb üvegekbe töltött italok rövidebb ideig tarthatók el és gyorsabb öregedési processzuson mennek át.

Kieselbach Gy. (Budapest)

HERRMANN J., és GROSSMANN H. - G.:

Fehérbádogból készült konzervdobozok felhasználása az élelmiszeriparban

(*Der Einsatz von Weissblechkonservendosen in der Lebensmittelindustrie*)

Mitt. Bl. GDCH - Fachgr. Lebensmittelchemie und gerichtl. Chemie 77, 246, 1963.

Fehérbádogon olyan vasbádogot értünk, amelyet elektrolitikus vagy meleg úton ónoztak. Az elektrolitikus ónozással készült fehérbádog vagy fehérlemez ónrétege lényegesen vékonyabb, mint a melegen ónozott vaslemez és így jóval érzékenyebb a korrozóival szemben. Az ón állandósága a különféle töltőanyaggal szemben lényegében oxigénbehatás útján keletkező vékony, oldhatatlan és szilárdan tapadó ónoxidrétegen alapszik. Ez a védő oxidréteg oxidáló kémiai szerek útján még fokozható. Dobozolt hús- és halárak, de fehérjédús növényi anyagok esetében is a fehérjéből származó illó kénvegyületek révén a fémfelületen barnás-sárgától sötét kék-ibolyáig terjedő, esetleg fekete színeződés is léphet fel. Ez az ónszulfid (részben vasszulfid) képződésén alapuló „márványosság” a korrozóival szemben nem befolyásolja hátrányosan a doboz tartalmát, nem jelenti a tartósság és a minőség csökkenését, csupán szépséghibának tekintendő. Agresszív ónoldó alkotórészeket, pl. nitritet, nitrátot és oxálsavat tartalmazó élelmiszereket célszerűen lakkozott fehérbádogdobozba töltenek. Nem lakkozott, meleg úton ónozással készült fehérbádog felhasználása konzervek készítéséhez azonban semmiképp sem tekinthető csak szükségmegoldásnak, hanem általában szokásos. Sokféle élelmiszer, így számos hús- és haláru, továbbá bizonyos gyümölcs- és zöldségkészítmények még exportra is nem lakkozott fehérbádogdobozokban kerülnek.

Kieselbach Gy. (Budapest)

VYNCKE W. és MERLEVEDE E.:

Halak és rákok romlása

(*Spoilage of fish and crustaceans.*)

Arch. Belges Med. soc. 3. f. 147, 1963. Ref. Z. U. L. 125. 243, 1964.

Szerzők mindenekelőtt a halak és rákok minőségének meghatározására szolgáló eljárásokat, köztük elsősorban a Conway-féle desztillációs eljárást és mikrodiffúziós technikát hasonlítják össze. A Conway-technika sokféle modifikációja között legalkalmasabbnak tartják a Seliger-féle eljárást. Ez az eredetileg a vér szabad ammóniatartalmának meghatározására kidolgozott eljárás az ammónia gyorsított mikrodiffúzióval elválasztásán és ezt követően a Nessler-féle kémszerrel reagáltatott oldat spektrofotométeres mérésén alapszik 410 nm mellett. Szerzők ezt az átalakított eljárást használják rákfélék, és pedig rövidfarkú rákok (*Crangon vulgaris*) és homárok illó ammóniatartalmának meghatározására. Négy modellkísérletben mutatják be az eljárás lehetőségét. Az eredmények jó megegyezést mutatnak az illó bázikus nitrogén és a trimetilamin meghatározásával, továbbá az organoleptikus megítéléssel. Különösen értékesnek látszik az eljárás összehasonlító kísérletek esetében tartósítószerkeket, pl. benzoésvav és konyhasó hozzáadásakor. Szerzők részletesen írják le a felhasznált készüléket és módszert. Mint különleges előnyöket az elemzés egyszerűségét és gyors keresztülvitelét, továbbá a csekély anyag-szükségletet emelik ki.

Kieselbach Gy. (Budapest)

Diofan rétegeelt csomagolások

(*Diofan beschichtete Verpackungen.*)

Badische Anilin- und Soda-Fabrik AG. kiadványa. Ludwigshafen am Rhein, 1964. 15 p., 7. á.

A műanyagok csomagoló anyagkénti felhasználása egyre nagyobb teret foglal el magának. Ez a kiadvány a diofan, vinilidénklorid különböző vinil-

származékok emulziós keverékpolymerizátuma, tulajdonságaival és alkalmazás-technikájával foglalkozik. A különböző minőségű papirokra rétegelt diofan vízgőzáteresztőképesége más és más, így az alkalmazás határozza meg a legkedvezőbb tulajdonságú készítmény használatát. A műanyagok alkalmazásánál a gáz átérésztőképesége is fontos. A kiadványban közölt adatok szerint a polivinilidenklorid gázáteresztőképesége a legkisebb, a polietilén és pvc-jével szemben. A diofanba csomagolt élelmiszer aromaanyagait jól megtartja, és idegen anyagoktól nehezen vesz át szagot. Használatosak az üveg vagy fémfóliára rétegelt diofan csomagoló anyagok, amelyek aromatartó tulajdonságai igen kiválóak. A diofan a zsírt és olajat nem engedi át, így alkalmas vaj, margarin, étolaj, mandula, földimogyoró, tej, kakaópor, kávé, sütemény, levespor, hús, hal, májkészítmények és mustár csomagolására.

Diofan vegyszerek, gyógyszerek, kozmetikai szerek kiserelésére is alkalmas.

A kiadvány röviden ismerteti a diofan előállítását, a nyolc-féle kombinációban alkalmazott csomagolóanyagokat és végül az élelmiszertörvénynek a diofánnal szembeni követelményeit.

Bátyai J. (Szeged)

QUENTIN, K. E. és LINGELBACH, H.

Az ivóvíz fluórozása Európában – és annak kémiai technológiai kivitele

(Trinkwasserfluoridierung in Europa – ihre chemisch-technische Durchführung

Gesundheits-Ingeneur 85, 139, 1963.

A fluorhiányra visszavezethető fogbetegség (caries) megelőzésére Európa 9 államának összesen 17 városában a vízművi előkészítés során fluorid vegyületek rendszeres hozzáadásával biztosítják az ivóvíz szükséges fluórtartalmát, vagyis a lakosság fluór-szükségletét. Anglia, Belgium, Cseh-

szlovákia, Hollandia, Magyarország, a két Németország, Svájc és Svédország azok, hol az ivóvíz fluórozása egyes vízműveknél be van vezetve. Magyarországon a *szolnoki* vízművekben végzik a fluórozást. Jelenleg mintegy 1 millió európai lakos részesül fluórozott ivóvíz szolgáltatásában, és várható, hogy ez a szám további városokban bevezetendő fluórozás során 4 millió fölé fog emelkedni. A fluórkutatás és fogkaries-megelőzés elméleti és gyakorlati kérdéseivel egy európai munkaközösségi szervezet („Europäische Arbeitsgemeinschaft für Fluorforschung und Zahnkariesprophylaxe” – ORCA –) foglalkozik intézményes programmal. Az ivóvíz fluórozás terén legelőrehaladottabbak az Egyesült Államok, hol (a már sokkal korábban bevezetett eljárással) 41 millió lakost látnak el megfelelő fluórtartalmú ivóvízzel.

A fluorid-vegyyszer kiválasztásánál mértékadó szempontok: könnyű beszerezhetőség, könnyű oldhatóság és olcsó szerzési ár. Fluórtartalmú vegyszerek, melyeket ivóvizek fluórozására alkalmaznak: nátriumfluorid, nátriumszilikofluorid, magnéziumszilikofluorid, ammoniumszilikofluorid, kalciumfluorid és hidrogénszilikofluorid. Mindezen vegyszereknek fiziológiai hatása egyenértékű. Az európai városok vízművei a nátriumfluoridot és nátriumszilikofluoridot alkalmazzák. Az Egyesült Államokban szóróványosan előfordul a H_2SiF_6 alkalmazása is. A fluórozásra használt vegyszerek ún. technikai tisztaságúak. Nagyobb tisztaságú vegyszerek használata feleslegesen drágítaná az eljárást. A fluórozás száraz, vagy nedves úton eszközölhető. Leginkább az utóbbi eljárás van elterjedve.

A fluórozás rendszeren az ivóvíz víztechnológiai előkészítésének utolsó művelete. Ahol az üzemi körülmények ezt nem engedik meg, ott az előző műveletek egyike a fluórozás. Pl. a *Karl Marx Stadt-i* vízműben a fluórozás sorrendben az első művelet. A fluórozásnál mindegy, hogy talaj, vagy felszíni vízről van szó. Felszíni

vizek fluórozásánál azonban figyelembe kell venni a természetes fluórtartalom gyakran előforduló ingadozásait.

A természetes vizek fluórtartalma az összes európai városokban, hol a fluórozást eszközlik, 0,4 mg/l F⁻ alatt van. Kassel és Szolnok városok kivételével, – hol a nyár folyamán a fluorid-koncentrációt csökkentik – mindenütt egységesen 1 mg/l F⁻-koncentrációt tartanak be az egész év folyamán, ± 10% eltűrt ingadozással.

A fluorid-tartalmú vegyszer adagolásánál feltétlenül tekintetbe kell venni a feloldó víz keménységét. Lágyítása ioncserélőkkel történik.

Az 1 mg/l F⁻-tartalmú ivóvizek ízbeli, vagy bármely másféle érzékszervi elváltozást nem szenvednek. Ez a körülmény igen fontos olyan élelmiszeripari, vagy élvezeti cikkek gyártó üzemek részére, melyek fluórozott ivóvizet használnak fel.

A fluórtartalmú vegyszerekkel való bánásmód természetesen védelmi intézkedéseket tesz szükségessé, úm.: a vegyszerpor exhausztoros elszívata a csomagok kiürítésénél; védőöltözék és védőálarc viselése; a dolgozók időnkénti orvosi ellenőrzése; a csomagolási anyag eltávolítása (megsemmisítése), nehogy azokat ellenőrizetlenül más célokra lehessen felhasználni.

A fluorozási eljárás rendkívül olcsó művelet, költségei csak jelentéktelen hányadát képezik a szokásos víztechnológiai eljárások üzemkiadásainak. A fluoridtartalom meghatározására (ellenőrzésére) vizekben a cirkonalizarin- és a cirkon-eriokrómcianin-eljárást alkalmazzák. Egyszerűségénél fogva legtöbb helyen az első-helyen említett módszer használatos.

A szerző 8 táblázatban összefoglalt adatokban közli a fluórozást végző európai városok vízműveinek idevonatkozó jellemzőit. Szolnok városi vízműre jellemző adatok: a fluórozáshoz használt vegyszer NaF, 1,2%-os oldatban; adagoló szivattyú; Bran és Lűbe gyártmányú; víztechnológiai műveletek: előklórozás, csapadékos kezelés, szűrés, klórozás, fluórozás.

A fluórtartalom fluórozás előtt: 0,1 mg/l, fluórozás után: 1 mg/l (télen 0,8 mg/l). Évi (1959) vízszükséglet 3 800 000 m³, melyből háztartásokra 2 100 000, ipari üzemekre 1 700 000 m³ esik.

id. Sarudi I. (Szeged)

SCHÖNHERR, K.

Gyümölcslevek és mustok alkoholtartalmának gyors meghatározása

(*Schnellbestimmung des Alkohols in Fruchtsäften und Süßmosten*)

Die Lebensmittel-Industrie, 13. 139, 1966.

Számos alkoholmeghatározási módszer ismeretes, azonban az erjedésiipari gyakorlatban különösen a gyors alkoholmeghatározási módszerek kívánatosak. A Német Demokratikus Köztársaság TGL 7660–61 sz. szakmai szabványa a gyümölcslevek és édes mustok maximális alkoholtartalmát 5 g/l-ben állapítja meg és így a kis mennyiségű alkohol meghatározása válik szükségessé.

A javasolt gyors módszer elve a következő: Az alkohol a kémszerrel, koncentrációjától függően színeződést okoz, amely a sárgától (1 g/l alkohol) a barnán, zöldön keresztül a kékig (5 g/l) terjed. Az előre elkészített összehasonlító oldatok segítségével, amelyeknek színei az 1, 2, 3, 4 és 5 g alkohol/liter koncentrációnak felelnek meg, összehasonlítással, egyszerű módon, 5 percen belül az 1–5 g/l alkohol-tartalom meghatározható. A vizsgálat könnyen végrehajtható és csak egy egyszerű, két kémcső, egy-egy pipetta és főzőpohár segítségével összeállítható desztilláló berendezést igényel.

A pontosan 5 g/l alkohol töménység speciális kék színeződéséről egyértelműen felismerhető és e határértékre vonatkozóan pontos felvilágosítást nyújt.

A kémszeroldat káliumdikromátból desztillált vízzel és salétromsavval egyszerűen elkészíthető.

Kascovics M. (Pécs)

SIETZ, F. G.

Kis mennyiségű ásványolaj kimutatása zsírokban

(*Nachweis geringer Mengen von Mineralölen in Fetten*)

Fette, Seifen, Anstrichmittel, 68. 314, 1966.

A vizsgálat végrehajtására vékonyrétegekromatográfiás vizsgálati módszeren kívül egy folt-tesztet is kidolgoztak.

A vékonyrétegekromatográfiás módszerrel a vizsgálandó zsír 10%-os petroléteres oldatát (max. 5 mg zsírmennyiség) visszük fel a lemezre (Kieselgel G). Futtatószerként heptánt alkalmaznak. A futtatási idő mintegy 15 perc. A kromatogramot 30 percig 150 °C-on szárítjuk, majd foszformolibdénsavval (10%, alkoholban) hívjuk elő és 150 °C-on 20–30 percig szárítjuk. 5 mg felvitt zsír esetén 0,01% paraffinolaj a kimutatási határ. Összehasonlítható anyagként hamisítatlan zsírt használhatunk.

A folt-teszt végrehajtásánál a Kieselgel G lemez egy megjelölt pontjánál mikropipettával cseppenként 0,2 ml petrolétert csepegtetünk, majd ezt egyszer megismételjük. Ezután 1 mg zsír 10%-os petroléteres oldatát (0,01 ml) a középpontra helyezük, majd lassan ugyanide 0,1 ml petrolétert csepegtetünk. Végül foszformolibdén-savval permetezzük és néhány percig melegítjük. Ha a zsírban ásványolaj van, akkor a mag (startpont) és a külső gyűrű közt egy belső gyűrű látszik, amelynek erőssége a koncentrációval arányos. Kimutatási határ 0,1–0,15% paraffinolaj a zsírban.

Kacsokovics M. (Pécs)

HANINSON, D. J. és GAUNT, S. N.

A tej sűrűségének meghatározása műanyag gyöngyökkel

(*Density ranges of plastic beads for milk density measurement*)

J. Dairy Sci. 48. 616, 1965.

Ref. Milchwissenschaft, 21. 43, 1966.

A műanyag gyöngyök általános fajsúlymérési felhasználhatósága és a mérési lehetőség határai lehetővé teszik, hogy a tej vizsgálatára felhasználják. A különböző fajsúlyú és színű gyöngyöket a tejmintába helyezik. A tejben levő lebegő gyöngy fajsúlya jelzi a mért tej fajsúlyát, mivel a gyöngy színéből a fajsúlyt – a mellékelt táblázat alapján – pontosan meghatározhatjuk. A vizsgálatoknál több mint 6000 gyöngyöt mértek ismert sűrűségű konyhasó oldatokban. A gyöngy sűrűségül azt az oldatot fogadták el, amelyben a gyöngy éppen lassan az edény aljára süllyed. A gyöngyök sűrűségét – 0,0004 – +0,0001 g/ml pontossággal táblázat mutatja.

Kacsokovics M. (Pécs)

HARTMAN M. W., POWERS J. J. és PRATT D. E.:

Élelmiszerek csomagolására használatos egyes filmek baktériumáteresztő képessége

(*Bacterial permeability of selected food packaging films.*)

Food Technol. 17, 9, 92, 1963.

Escheria coli, *Leuconostoc mesenteroides* és *Serratia marcescens* szintenyészeteti segítségével vizsgálták cellofán-, cellulózeacetát-, kriovak-, pliofilm- és polietilénfoliák baktériumáteresztő képességét. Ebből a célból a foliákból kis tasakokat készítettek, amelyeket lezárásuk előtt az illető baktériumtörzs szintenyészetét tartalmazó tápoldattal töltöttek meg. Ezeket a kívül sterilizált tasakokat azután be nem oltott, steril tápoldatokba függesztették, úgyhogy ezekben baktériumok kifejlődhettek, ha a fólián át tudtak jutni. Az elvégzett vizsgálatok szerint cellulózeacetát- és polietilénfoliák a nevezett baktériumokat áteresztették, a többi műanyagfoliák az ismertetett kísérleti körülmények között nem bizonyultak baktériumáteresztőknél. A filmek baktérium- és vízáteresztő képessége között nem állt fenn összefüggés.

Kieselbach Gy. (Budapest)

KÜHNE, G.:

Műanyagcsomagolás

(Kunststoff-Verpackung)

Molkerei- und Käserei-Zeitung, 15, 1382, 1964.

A műanyagokkal történő élelmiszer-csomagolás néhány elvi és rendszeti vonatkozása. A felhasználásra kerülő műanyagok elbírálásánál a Német Szövetségi Köztársaságban a következő vizsgálatokkal foglalkoznak: illó szerves alkotórész tartalom, megengedett gyártási segédeszközök vizsgálata (pl. emulgátorok, polimerizációt szabályzó anyag, kicsapószer, antioxidánsok), szulfáthamu és egyéb meghatározások.

Az egyes műanyagok használhatóságáról a mellékelt táblázatot állították össze.

A csomagolásra használt műanyagok közül a PVC a legmegfelelőbb. A polisztirol úgy zsíroknál, mint

citrusgyümölcsöknél oldódást okoz, és ez érvényes szegfűolajra, borsmentaolajra és rumaromára is. Az alacsony nyomású polietilén élelmiszerekkel szemben igen ellenálló. Nagy oxigénáteresztőképessége alkalmassá teszi az élelmiszerek felületi oxidációjának bekövetkezésére. Ezzel szemben a PVC abszolút oxigénáteresztő. Normál hőmérsékleten a PVC és polisztirol jól használható, azonban mindkét anyag kb. -10°C -on kezd elridegedni, úgyhogy olyan mélyhűtött élelmiszerek csomagolására, melyeket -30 fokon fagyasztanak és a hűtőláncban -18°C körül tárolnak, nem alkalmas. A polisztirol és PVC e feltételeket nem bírják és szétforgácsolódnak.

Olyan áruk csomagolására, melyek zsírtartalma 10% felett van (pl. vaj, margarin, majonéz) az ellenállóképebb PVC-t kell használni. Árszempontból a polisztirol kedvezőbb, de ez élelmiszereknél nem vehető figyelembe.

A csomagolóanyag felhasználhatóságára az alábbi táblázatot közlik:

	PVC	polisztirol	polietilén
Narancshéjolaaj	+	-	+
Keserűmandulaaroma	+	0	+
Vaj	+	0	+
Író	+	+	+
Tojás	+	+	+
Ecet	+	++	+
Ecetesencia	+	0	+
Gyümölcslé	+	+	+
Sajt	+	+	+
Gyümölcsíz (citrusgyümölcsök kivételével)	+	+	+
Majonéz	+	0	+
Tej	+	+	+
Szegfűszeg	+	0	+
Szegfűszegolaj	+	-	0
Gyümölcscsaláta, citrusgyümölcsök kivételével	+	+	+
Paprika	+	+	+
Bors	+	0	+
Borsmenta olaj	+	-	+
Sóványtúró	+	+	+
Zs.róstúró	+	0	+
Rumaroma	+	-	+
Tejszín	+	-	+
Sós víz	+	+	+
Paradicsomlé	+	+	+
Paradicsom kecsöp	+	+	+
Vanília	+	0	+
Fahéj	+	0	+
Citromaroma	+	-	+
Citromhéjolaaj	+	-	+
Cukor	+	+	+

Magyarázat

+ tartós, ellenálló

0 feltételesen ellenálló

++ kevéssé ellenálló

- nem ellenálló

SÜTŐIPAR

A Belkereskedelmi Minisztérium illetékes szervei a Balaton déli partján a kiskereskedelmi és Csemege boltokban ellenőrizték a sütőipari készítmények minőségét. Az egyes készítményeknél a következő általános minőségi megállapításokat tették:

A *finom fehér kenyér* és a *fehér kenyér* béltulajdonságai nem voltak megfelelőek, mert sületlenek, erősen ragacsosak és rugalmatlanok. A kenyereken árucímke nincs.

A *vizes zsemlye* feltűnően kicsi térfogatú, tésztafinú, palaszerűen merev héjú, tömött belű.

A *zsemlye-cipó* érzékszervi tulajdonságai a vizes zsemlyéével azonosak.

A *tejes kifli* tésztafinú, kellően lazított.

A *szegedi vágott* jellegtelen alakú, kicsi térfogatú és elégtelenül lazított belű.

A $\frac{1}{4}$ kg-os *uzsonnakenyér* tésztafinú, palaszerűen merev héjú, tömött belű.

A $\frac{1}{4}$ kg-os *finom fonott kalács* egy részének héját nem kenték be tojással, fénytelen, gyengén sült, bele nedves tapintású.

A súlyellenőrzéskor megállapították, hogy kevés kivétellel az egyes boltokban mért átlagsúlyok nem érték el az előírt alsó határt. A súlyhiány 3,7–20,0% közt ingadozott. Az ellenőrzés eredményeként megszigorították a sütőipari termékek minőségi átvételét.

R. L. (Budapest)

Import élelmiszerek vizsgálata

Az Egészségügyi Minisztérium az OÉTI javaslatára a Belkereskedelmi Minisztériummal egyetértésben a 2/1960 Eü. Min. rendeletet módosította. Ezzel kapcsolatban a Bk. M. Élelmiszer, Háztartási és Vegyi Főigazgatóság vállalatai felé a következő utasítást adta ki:

1. Egészségügyi vizsgálatok

a) *Konzervek.* Az OÉTI minden újfajta konzervből 2 db előmintát, illetve ennek hiányában az első beérkező tételből a forgalombahozatal előtt 8 db. jellegmintát vizsgál mikrobiológiai, kémiai, toxikológiai, valamint egyéb egészségügyi szempontból.

A forgalombahozatali engedélyt az OÉTI vizsgálatai alapján az Egészségügyi Minisztérium adja ki.

b) *Déligyümölcsök.* A szárított gyümölcsök, déligyümölcsök, aszalványok parazitológiai és mikrobiológiai értékhatárait az OÉTI állapítja meg.

Minden ilyen, de újfajta behozatalra kerülő áruból megfelelő mennyiségű előmintát kell az OÉTI részére biztosítani. Előminta hiányában az első behozott tételből kell vagononként megfelelő számú mintát biztosítani.

2. KERMI vizsgálatok

a) *Konzervek.* Az import konzervek esetében a KERMI megvizsgálja az előmintákat, illetve az első beérkező tétel mintáit és a fennálló rendelkezések értelmében nyilatkozik a kereskedelmi forgalombahozatal szempontjából. Az első mintából megállapítja a készítmény minőségi jellemzőit.

A beérkező szállítmányok minden vagonjából 8–8 db mintát kap, összehasonlító vizsgálatokat végez és a mintákat egyhetes termosztát próbának veti alá.

Egy szállítótól több vagon azonos fajtájú és kiszerezésű áru esetén a KERMI a vizsgálatokat csökkentett mintaszámmal is végezheti, ha a minőség megfelelő.

Amennyiben az összehasonlító vizsgálat eredményei megfelelnek az előminta vizsgálati eredményeinek és a termosztát próba eredménye megfelelő, úgy a tétel forgalombahozatalát a KERMI engedélyezi.

Amennyiben a termosztát próba eredménye nem megfelelő, vagy a KERMI vizsgálati során egyéb gyanú merülne fel, úgy erről az OÉTI-t és a DÉLIMPORT-ot értesíti. Ilyen esetekben az OÉTI megfelelő számú mintát kér be a DÉLIMPORT-tól és az egészségügyi szempontból szükséges vizsgálatokat elvégzi. Kedvező vizsgálati eredmények esetén a forgalombahozatalt engedélyezi.

b) *Déligyümölcsök.* A beérkező déligyümölcsökből a KERMI részére vagononként az általa meghatározott mennyiségű mintát kell biztosítani. Kivételt képez a citrom és narancs. Ezekből kötésenként egy vagonot kell a KERMI részére megmintázní.

Mazsolát, fügét és datolyát kizárólag a KERMI kedvező vizsgálati eredménye alapján lehet forgalomba hozni.

3. A DÉLIMPORT V. feladatai:

a) *Konzervek.* A DÉLIMPORT V. gondoskodik arról, hogy új cikkekből megvásárlás előtt – amennyiben megfelelő mintaszám áll rendelkezésre – 2 db előmintát az OÉTI-nek vizsgálatra küldjön. Ennek hiányában a szállítmányok első vagonjaiból 8–8 db mintát küld az OÉTI-nek, illetve a KERMI-nek vizsgálat céljára.

A további tételekből vagononként 8–8 db mintát küld a KERMI-nek. A FÜSZÉRT vállalatokhoz közvetlenül érkező tételeknél a mintákat továbbítja a KERMI részére.

A DÉLIMPORT V. az új cikkek minőségi jellemzőiről az átvevő vállalatokat – lehetőleg jellegminta kíséretében – tájékoztatja.

Amennyiben a DÉLIMPORT V. 1–1 cikknél minőségegyenlenségről, vagy minőséghibáról szerez tudomást, tartozik az átvevő vállalatokat erről értesíteni. Ha a minőség oly mértékben tér el, hogy kérdésessé válik a forgalombahozhatóság, illetve kisebb áron való értékesítés szükségessége merül fel, a DÉLIMPORT az áru értékesítését előzetes vizsgálatokhoz kötheti.

A DÉLIMPORT V. az OÉTI részére tájékoztató jeleggel évenként és áru-fajtánként 2–2 db. mintát küld.

b) *Déligyümölcsök.* A DÉLIMPORT V. gondoskodik róla, hogy minden olyan újfajta déligyümölcsből, amely nálunk még forgalomba nem került, vásárlás előtt az OÉTI megfelelő mennyiségű előmintát kapjon.

Biztosítja, hogy minden behozatalra kerülő déligyümölcsből – citrom, narancs kivételével – a KERMI vagononként meghatározott mennyiségű mintát kapjon.

A FÜSZÉRT vállalatokhoz közvetlenül leszállításra került déligyümölcsök (mazsola, füge, datolya) mintáit továbbítja a KERMI-hez.

4. FÜSZÉRT vállalatok feladatai

a) *Konzervek.* A FÜSZÉRT vállalat fiókja a közvetlenül raktárára érkező konzerveket minőségileg megvizsgálja, összehasonlítja a DÉLIMPORT Vállalat minőségi elírásával (jellegmintájával) és vagononként 8–8 db mintát vesz. A mintafelvételnél gondoskodik arról, hogy legalább 20 láda, illetve karton kerüljön

felbontásra és a vett minták a vagonok különböző ládáiból kerüljenek kivételre. Az igazgató által külön e célra kijelölt személy (a vállalati központ minőségi ellenőre, vagy szakraktárosa stb.) írásbeli házi vizsgálaton alapuló nyilatkozatot ad az áru minőségére vonatkozóan. Amennyiben a beérkező áru minősége az előírásoknak megfelel, a vagononkénti 8–8 db mintát, továbbá a megfelelő minőséget igazoló vizsgálati jegyzőkönyvet 2 példányban a DÉLIMPORT-nak elküldték, a KERMI vizsgálati eredményének bevétele nélkül az áru értékesítését megkezdhetik. Kivételt képeznek azok a konzervek, melyekre nézve a DÉLIMPORT előzetes értesítést ad, hogy a forgalombahozatal megkezdése az OÉTI (KERMI) előzetes engedélyéhez van kötve. Amennyiben az átvételnél minőségi hibát tapasztalnak, vagy a szállítmány nem egységes minőségű, a mintákat ennek bizonyítására veszik és a jegyzőkönyvben ezt rögzítik. Az ilyen áru értékesítését a döntésig nem lehet megkezdni.

b) *Déligyümölcsök.* A FÜSZÉRT vállalat fiókja a közvetlenül raktárára érkező mazsola, füge, datolyából a DÉLIMPORT Vállalat által meghatározott mennyiségű mintát pecsétel és felküldi továbbítás végett a DÉLIMPORT központjába. Ezen déligyümölcsök forgalombahozatalát csak a DÉLIMPORT Vállalat által kiadott forgalombahozatali engedély alapján lehet megkezdni.

A Belkereskedelmi Minisztérium és a Külkereskedelmi Minisztérium gondoskodik arról, hogy a kifogásolt előminta szerinti tétel ne kerüljön behozatalra, továbbá amennyiben valamely beérkezett tétel egészségügyi szempontból nem megfelelő, úgy az forgalombahozatalra nem kerülhet.

A módosítás kizárólag a konzervekre vonatkozik. Prezervek (ringli, kaviár stb.) vizsgálata továbbra is a rendelet utasítása szerint történik.

R. L. (Budapest)

Halkonzervek

A kereskedelem folyamatosan importál halkonzerveket a Német Demokratikus Köztársaságból. A megfelelően tisztított, ép, puhahúsú heringhal szeletek kerek, vernírozott alumínium dobozokba vannak töltve s különböző ízesítésű zamatos mártással feltöltve. A dobozok színes papírba csomagoltak, a doboz tetőre ráhajtott papírvégek, kerek feliratú címkével vannak leragasztva. A dobozok teljes súlya 280–285 g, tisztasúlya 245–250 g, töltősúlya 130–140 g, a felöntő mártás mennyisége 11–16 g. A halkonzervek a következő mártásokban kerülnek forgalomba: kapros, gombás, boros, mustáros, paradicsomos és curry. A készítmények élvezeti értéke közel azonos a korábban ismertetett mártásos dán halkonzervekkel.

Nagyobb mennyiségben hoz forgalomba a kereskedelem szovjet gyártmányú paradicsomos hering halkonzerveket. A „Szeldj v. tomatom szouce” elnevezésű készítmény vernírozott fémdobozokba töltött olajos paradicsommártással feltöltött heringhalhús darabokat tartalmaz. Az egyenletes nagyságúra darabolt, panírozott és elősütött halak húsa omlós, íze, szaga tiszta, jellegzetes, színe kissé sötét. A dobozok teljes súlya 320 g, tisztasúlya 250 g, töltősúlya 170 g. A paradicsommártás ref. %-a 13. A folyamatosan érkező szovjet tőkehalmáj minősége továbbra is megfelelő. A kerek, belül vernírozott dobozok tisztasúlya 230–240 g. A világos barna színű halmájdarabok tiszta, zavarosságtól és üledékeségtől mentes olajjal vannak feltöltve. Ízesítésük mustármaggal és babérlevéllel történt.

R. L. (Budapest)

HÚSIPAR

Sertéshús

A húsipar tájékoztatta a belkereskedelmi szerveket arról, hogy a jövőben vágás után a sertéshúst vízpermettel fogja hűteni. A sertéshús vágás utáni vízpermettel történő hűtése előnyös, mert megakadályozza az esetleges befülledést. A zuhanyozás után azonban a felületek azonnali szárítása szükséges. Ha ez utóbbi műveleteket nem megfelelően végzik, úgy minőségileg romlás léphet fel a további tárolás közben. A kérdésnek egészségügyi vonatkozása is van. A kereskedelmi szervek ennek tanulmányozására az OÉTI-t kérték fel.

R. L. (Budapest)

Húsipari készítmények minősége

A kereskedelmi ellenőrző szervek június hónapban a korábbi vizsgálati időszakokkal szemben jelentős minőségjavulást tapasztaltak a húsipari készítményeknél. A vizsgálati eredményekből már nem állapítható meg olyan tendencia, hogy a vállalatok az 1966. február 1-i gazdasági intézkedésekkel kapcsolatos hús és zsír közötti árkülönbséget tudatosan kihasználnák és a húsipari készítményekben a fehérjetartalom rovására a zsírtartalmat növelnék. A hurkák, sajtfélék és májas (kenős) áruk, valamint egyes a kolbászfélék csoportjába tartozó termékeket továbbra is nagyon zsírosnak találták. A nagyobb zsírtartalmat azonban a víztartalom s nem a fehérjetartalom rovására tartalmazták a vizsgált termékek. A nem megfelelően minősített vörösárúk és felvágottfélék százalékos arányát közel azonosnak találták az 1965. évi szinttel. A vizsgált turista szalámik jelentős hányada a megengedettnél több vizet tartalmazott. Továbbra is azt tapasztalták, hogy a főtt, füstölt húsfélék túlsózottak. Egyes húsipari vállalatok gyulai módra készített kolbásztermékei minőségének feljavítását szükségesnek tartották.

R. L. (Budapest)

DOHÁNYIPAR

A Magyar Dohányipar két új füstszűrős szivarka gyártmányt mutatott be. Mindkét prototípus B, azaz Virginia és kevert (blend) típusú, pácolt, illatosított dohány. A vizsgálati eredmények a következők voltak:

Érzékszervi tulajdonságok:	„Kf” jelű „100” jelű filteres szivarkák megfelelnek	
	90	90
Égőképesség%	0,6	1,5
Kocsánytartalom %	1,42	1,21
1 db súlya (szopókával) g	1,26	1,01
1 db súlya (szopóka nélkül) g	78	78
1 db hossza (szopókával) mm	65	60
1 db hossza (szopóka nélkül) mm	66,7	68,4
A szűrőréteg füstszűrő hatása %		

A vizsgálati eredmények alapján az eredeti jelzéssel ellentétben a „Kf” jelű szivarka 154, a „100” jelű 444 minőségi megjelölésnek felelt csak meg. E két prototípussal a f. évben bemutatott új szivarka gyártmányok száma ötre emelkedett. A dohányipar választékbővítő tervében három új szivarka szerepel. Mivel a Budapest füstszűrős szivarka már forgalomba került, a jelenleg ismertetett s a korábban a Figyelő rovatban már közölt négy szivarka közül választják ki a forgalomba kerülő két új terméket.

R. L. (Budapest)

FAGYLALT

A vendéglátóipar sem friss gyümölcsből, sem tartósított gyümölcsből (fagylaltvelő) nem tudja megfelelően kielégíteni a fagylaltgyártással kapcsolatos nyersanyagigényét. A közelmúltban megjelent új fagylaltszabvány (MSZ 9442 – 65) citrom és narancs fagylaltnál 1,0, egyéb gyümölcsfagylaltnál 2,3% gyümölcs-szárazanyagot követel meg. A citrom és narancsfagylaltoknál ezt a minőségi követelményt minden nehézség nélkül teljesíteni tudják. Az egyéb gyümölcsfagylaltoknál azonban csak akkor, ha a fagylaltvelő, gyümölcslé, illetve friss gyümölcs legalább 10% szárazanyagot tartalmaz. Kisebb szárazanyagtartalmú gyümölcsnyersanyag esetén a víz rovására arányosan több gyümölcsnyersanyagot kell a szabvány függelékében megadott tájékoztató jellegű anyagösszetételben szereplő értékeknél venni. Több próbálkozás történt jam, gyümölcslé gyümölcsfagylalthoz történő felhasználására is. A szabvány világosan kimondja, hogy a gyümölcslé, – szörp, jam fagylalt készítéséhez nem használható fel. Ezek a gyümölcskészítmények ugyanis olyan nagy mennyiségű cukrot tartalmaznak, hogy a cukor arányát figyelembe véve a belőlük készíthető fagylalt gyümölcs-szárazanyag tartalma nem érheti el az előírt minimális értékét s a feldolgozás során megkövetelt hőkezelés alatt a nyersanyagok zamata jelentősen csökken, a belőlük készíthető termék élvezeti értéke többnyire kicsiny.

A konzervgyárak tervbevétték gyümölcsfagylaltanyag gyártását. A készítmények lényegében 5/1-es üvegekbe töltött fogyasztásra kész fagylaltkeverékek.

R. L. (Budapest)

TEJIPAR

Tejföl

A Budapesti Tejipari Vállalat a tejföls poharakon a hét napjaival jelezte a szavatossági időt. Ez a megjelölés nem volt egyértelmű, ezért a szavatosság jelölésére a poharak fülébe ütötték bele a dátumot. Sajnos a jelzés annyira olvashatatlan volt, hogy a vevők nem vették észre. A beérkezett sok panaszra a vállalat új pofákat készítettett, gondosabb kivitelben, és ezért a számok jól olvashatók.

M. R. (Budapest)

Reszelt sajt

A kereskedelmi hálózatban csak olyan szikkadt, száraz sajtot szabad előre lereszlni, (márvány- és ömlesztett sajt kivételével) – ami egyébként kifogástalan minőségű és szabályosan tárolták. Ízhibás (avas, keserű), romlott vagy penészes sajtot valamint a sajt kéréget, ill. külső héját nem szabad lereszlni.

V. Z. (Budapest)

Ízesített ömlesztett sajtok

A Tejipar foglalkozott ízesített ömlesztettsajtok gyártásának gondolatával. A minősítő szervek érzékszervi vizsgálat alapján a gombával ízesített félkövér, a gyulai kolbásszal ízesített félkövér és a szárított zöldséggel ízesített félkövér ömlesztett sajtokat találták megfelelőnek. A gyulai kolbásszal ízesített termék-nél felmerült az a kérdés, hogy az ízesítőanyaggal idegen zsiradék és fehérje bevihető-e a sajtba. A további kísérletek részben nyersanyagprobléma, részben kereskedelmi szempontok (a választék bővítése egyelőre sajtoknál nem időszéri) miatt abbamaradtak.

R. L. (Budapest)

Termelői tej tompítása mosószerrel

A Szegedi Tejüzem egyik tejbegyűjtési körzetéből egyidőben rendszeresen, feltűnően alacsony savfokú (4,8–5,8 S. H.°) tejek érkeztek a telepre. A tejek fajsúly és zsírtartalom tekintetében rendellenességet nem mutattak. Mivel szarvasmarhabetegség a körzetben nem fordult elő, a savfokbeli rendellenességet tompításnak lehetett tulajdonítani. A tompítást – a helyi viszonyok ismeretében – feltehetően szintetikus mosóporral végezték. Laboratóriumi kísérleteink alapján végzett számításunk szerint 1000 liter pasztörözött tejhez adott 200 g „Tisztaság” mosópor 3 órai behatás után 0,6 S. H.°-nak megfelelő savfokcsökkenést okozott. Az ilyen módon tompított tej érzékszervi tulajdonságai nem változnak meg. A polifoszfátok oly mértékben pufferolják a kezeget, hogy a savfokmeghatározásnál a fenoltalein színváltozása csak lassan, vontatottan következik be.

A feltevés után az ellenőrök a termelőktől savfokra vették át a tejeket, és felhívták figyelmüket, hogy szintetikus mosóporral a tejtároló és szállító edényeket ne tisztogassák. Az ellenőrzés óta a tapasztalt hiba nem ismétlődött meg.

Mi. J. (Szeged)

ÉDESIPAR

Sima mézes

A kereskedelemről több panasz érkezett, hogy a győri készítésű sima mézes sütemények nyomottak, töredeztettek, gyorsan kiszáradnak. A minőségellenőrző szervek megállapították, hogy a hullámkarton e készítmény csomagolására nem alkalmas. A korábbi, 8–10 cm mélyfedelű, fűzött kartondobozok a 3 kg mennyiségű mézes sütemények csomagolására megfelelőbbek voltak. Az édesipar a régi csomagolási módra visszatért.

R. L. (Budapest)

Győri édes konzum keksz

A tárolási kísérletek alapján megfelelőnek találták a győri édes konzumkeksz 4 kg-os mennyiségben hullámkartondobozba történő csomagolását. A kereskedelem a jövőben ezt a csomagolási módot is elfogadja.

R. L. (Budapest)

Műanyagformában formázott apró tömör csokoládé minősége

A szerencsi üzem az apró tömör csokoládé készítményeit újabban műanyagformában készíti. A műanyagformák az eddigi tapasztalat szerint kevésbé alkalmasak mint a hagyományos fémformák olyan csokoládé termékek készítésénél, amelyeknél a fényes, ép, levegőzárványoktól mentes felület jelentős minőségi követelmény. A műanyag formák csokoládéalakzatoknál beváltak. Ezeknél a termékeknél ugyanis kevésbé rontja a tetszetősséget a helyenként foltos felület és a légbuborékokból eredő bemélyedések. A műanyagformában a rázás közbeni légbuborék eltávolítás maradék nélkül nem oldható meg. A formák hővezetése is rosszabb. Ennek tulajdonítható, hogy különösen a szögletesre formázott darabok élénél az el nem távolított légbuborékok helye meglátszik s a felületek gyengén foltosak. A fogyasztókban a légbuborékok helye a kukacosodásra való gyanút keltheti, amit néhány vevőreklamáció már igazolt is. A kereskedelmi átvető szervek a légbuborékos felületű apró tömör csokoládékat minőséghibásnak tekintik.

R. L. (Budapest)

Töltött ostyák csomagolóanyagának átzsírosodása

A nyári melegben előfordul, hogy a zsírálló belésű papírzsákokba csomagolt töltöttostyák külső burkolópapírja foltokban átzsírosodik. A kereskedelmi szervezetek ezt nem tekintik hibának, ha a jótállási időn belül a papírba szívódott zsíradék nem avasodik meg s a töltött ostyák íz- vagy szagelváltozást nem szenvednek.

R. L. (Budapest)

Szaloncukor

Folyó évben az I. osztályú kandírozott és mártott szaloncukor ízvlasztéka a következő: kakaós, mogyorós, narancsos, málnás marcipános és kávé. Egy-egy csomagolási egységen belül legalább négy ízesítésnek lehetőleg arányos eloszlásban kell lennie. Minden dobozban kakakós és mogyorós szaloncukornak kell lennie. A többi ízesítést a gyártó tetszés szerint változtathatja. Az I. osztályú szaloncukrot csak természetes ízesítőanyagokkal szabad készíteni.

A II. osztályú ún. konzum szaloncukor ízvlasztéka a következő: kakaós, vaníliás, citromos, narancsos, málnás, barackos. A kakaós és vaníliás ízesítés egy csomagolási egységen belül kötelező. A további négy ízből a gyártó tetszés szerint kétfélét használhat. Múlt évben az MSZH az 1 kg-os csomagolású szaloncukorkák súlytűrésére vonatkozóan eltérési engedélyt adott. Amennyiben az édesipar folyó évre az eltérési engedélyt nem tudja meghosszabbíttatni, úgy a csomagolási egységek súlytűrésére vonatkozóan a szabványban rögzítettek irányadók.

R. L. (Budapest)

Télapó csokoládéfigurák csomagolása

Az édesipar nagyobb mennyiségű lilás színű alumíniumfóliát szerzett be. Télapó csokoládéfigurák csomagolására ez nem használható fel. E célra csak a tetszetős piros, jellegzetes színű alumíniumfóliát szabad felhasználni.

R. L. (Budapest)

Rumpraliné minősége

A rumpralinénál a talpagnál előforduló ún. csokoládéfarkakat a kereskedelem jelentéktelen hibának tekinti, ha dobozbarakásnál azok csak olyan mértékben töredeznek le, hogy a csokoládébevonat épségét még nem veszélyeztetik.

R. L. (Budapest)

Pipítójas

Az illetékes átdadó és átvevő szervezetek megállapodtak, hogy pipítójasnál csomagolási egységenként 2 db repedt és 8 db hajszálrepedt kissé gyöngyöző talpú szemet még jelentéktelen hibának tekintik. A készítmény csomagolásánál előfordul, hogy a talpával egymásra fektetett két féltojás az alumíniumfóliába történő csomagoláskor kissé elcsúszik. 3 mm-ig terjedő elcsúszást a kereskedelem még nem tekint hibának. Az ismertett megállapodás számos korábbi vitát szüntet meg.

R. L. (Budapest)

Édesipari új gyártmányok

A Magyar Édesipar több új gyártmányt mutatott be. A következőkben azokat ismertetjük, amelyeket a kereskedelem forgalomba hozni kíván.

Tokaji kulacs bontbon. Félgömb alakú, fényes, szürkületől mentes csokoládében mártott kéregöntésű cukorkák. Csokoládéhányad 34,2%.

Kávés ostyaparány. A közismert mártott paránnal azonos küllemű kávé ízű nугatos föltelékkel töltött ostyaszeletek. Kétféle minőségben ét- és tejszokoládében mártva kerülnek forgalomba kis egységű, kartondobozos előresomagolásban.

Tejszínes csokoládé. Teavajjal dúsított zamatos tejszokoládé kerül tejszínes csokoládé néven forgalomba. Az 5 dkg-os táblák alumíniumfóliába lesznek csomagolva s tetszetős burkolócímkével ellátva.

„Zöldsefélek” elnevezésű cukorka. Paprikahüvely alakú celofánzacskóba töltött apró, fényesfelületű kis gömbalakú fehér, piros, narancssárga és zöld színű cukorkák kerülnek e néven forgalomba. A nyaknál műlevéllel díszítettek csomagolásuk piros paprika, fehér, sárga répa és zöldpaprika utánzata. A 3 dkg-os súlyban előresomagolt citrom- és narancsízű cukorkák választékbővítő jellegűek.

Favorit. 10×3,5×1,5 cm nagyságú tejszokoládé hüvelybe töltöttogyorókrém. A csokoládé mennyisége 52,8%. Az alumíniumfóliákba csomagolt töltött csokoládé darabonként kerül forgalomba.

Tilla. 4 cm átmérőjű, 1,5 cm magas kerek tejszokoládéhüvelybe töltött almazselét és szeszes meggyel dúsított krémfondánt tartalmazó korpusz. A tejszokoládé mennyisége 36%. A készítmény a melege érzékeny édesipari termékek I. csoportjába lett sorolva. Jótállási ideje a hűvösebb hónapokban 60, a melegebb hónapokban 45 nap.

Nari. 3,5×3,5×1 cm nagyságú, fényes, szürkületstől mentes tejszokoládé hüvelybe töltött almazselét és cukrozott narancshéjjal dúsított krémfondán korpuszt tartalmazó készítmény. A csokoládéhányad 35%. Hasonlóan a Tillához a melege érzékeny édesipari termékek I. csoportjába lett sorolva, jótállási ideje is a Tilláéval azonos. A kereskedelemben a megállapított jótállási időn túl, a jótállási idő egyharmadának megfelelő idővel lehet a készítményeket felülvizsgálat nélkül forgalomban tartani.

Kari. 6,8×3,2×1 cm nagyságú tejszokoládé bevonatú krémfondán korpuszú készítmény. A tejszokoládé mennyisége 30%. Kétféle minőségben kerül forgalomba. A Meggy Kari korpusza szeszes meggydarabakkal, a Narancs Kari krémfondán korpusza cukrozott narancshéjjal dúsított. Mindkét készítmény választékbővítő jellegű.

Színes levelezőlap díszdoboz. Kis mélyfedelű kartondoboz, barna színű pergaminpapírral bélelve. A dobozba rakott desszertek, barna színű pergamin papírhüvelybe vannak helyezve. Az egy lapba csomagolt desszertek celofánlappal fedettek s a bélelőpapír ráhajtott szélei arany színű emblémával vannak leragasztva. A desszerteket a nyomódástól vékony papírpárna védi. A dobozok tetejére színes nyomású levelezőlap van ragasztva s a doboz celofánnal burkolt. Egy-egy doboz 16 desszertet tartalmaz, amelynek tiszta súlya 150 g. Választék: Figaró 1 db, mandulanugát 1 db, krémnugát 2 db, Brezil 2 db, tejszínes fondán 2 db, alumíniumfóliába csomagolt folyékony fondán töltésű ún. kagyló desszert 1 db, sakk nugát 2 db, alumíniumfóliába csomagolt krémüveg 1 db, párizsi krémes csokoládédesszert 2 db, marcipános desszert 1 db, Montalimár 1 db.

R. L. (Budapest)

NÖVÉNYOLAJ IPAR

Olivaolaj. Jól lakkozott bádogdobozba csomagolt finomított olivaolaj került forgalomba. A dobozok tisztasúlya 790 g. Az olaj zöldessárga színű, fátyolóságtól mentes. Jódszáma 87,5, savszáma 0,38.

R. L. (Budapest)

ÉLVEZETI CIKKEK

Pörköltkávé

A kereskedelmi munka, illetve a fogyasztók vásárlásának megkönnyítése céljából a pörköltkávénál fajtánként „színcsaládokat” vezetnek be.

Tekintettel arra, hogy jelenleg a régi mellett új, korszerű csomagolóanyagban is kerül pörköltkávé forgalomba, ezért szükséges az átmeneti állapotról az alábbiak szerint tájékoztatni.

„Színcsaládok” színezékének felsorolása.

Minőség:	Színcsalád:
Extra	fekete-sárga
I/AA.	barna-sárga
II/BB.	barna-piros
III/CC.	barna-zöld

Tájékoztató az összes kiszerelési egységekre (extra, I/AA, II/BB, III/CC pörköltkávék) vonatkozó, jelenleg forgalomban levő tasakokról és a véglegesnek előrelátható időpontjáról.

1. 20 g-os pörköltkávé

a) Az I/AA 20 g-os pörköltkávé a régi négerfejes piros grafikájú zacskóban kerül forgalomba. A készletek felhasználása után az I/AA minőségű kávéra kialakított grafikával és színezésekkel ellátott zacskóba fogják csomagolni. Előreláthatóan ez év folyamán még a régi négerfejes zacskóba csomagolnak.

b) A II/BB 20 g-os pörköltkávé ezüstpergamennel bélelt, lapos kivitelű barna-piros színezékekkel ellátott zacskóban kerül forgalomba.

c) A III/CC minőségű pörköltkávé előreláthatóan ez év végéig négerfejes sárga színezékű zacskóban kerül forgalomba.

2. 50 g pörköltkávé

a) Az I/AA 50 g-os pörköltkávé ezüstpergamennel bélelt, lapos kivitelű, barna-sárga színezékű zacskóban kerül forgalomba.

b) A II/BB 50 g-os minőségű pörköltkávé jelenleg is a 20 g-osnál leírt kivitelű zacskóba csomagolva kerül forgalomba.

c) A III/CC 50 g-os pörköltkávé ezüstpergamennel bélelt barna-zöld sávós színekockákból, állandó grafikával és színezékekkel ellátott zacskóban kerül forgalomba.

3. 100 g-os pörköltkávé

a) Az I/AA 100 g-os pörköltkávé ezüstpergamennel bélelt, celofán redőstalpás tasak – barna-sárga kockájú, I. osztályra jellemző színezékekkel és grafikával ellátott csomagolásban kerül forgalomba. A régi barna színezékű négerfejes, talpas papírtasakban előreláthatóan még július hó közepéig lesz forgalomban.

b) A II/BB 100 g-os pörköltkávé – egyenlőre – kétfajta csomagolásban kerül forgalomba, éspedig:

– barna-piros csíkozású, ezüstpergamennel bélelt talpas tasakban és

– előrevágott szeletekből, ugyancsak ezüstpergamennel bélelt, hasáb alakú, azonos színösszeállítású, más, tetszetősebb grafikával készített csomagban.

c) A III/CC 100 g-os pörköltkávé a 250 g-osnál ismertetett grafikával, a III/CC minőségre jellemző színösszeállításal ellátva, talpas kivitelű tasakban kerül forgalomba.

4. 250 g-os pörköltkávé

a) Az I/AA 250 g-os pörköltkávé június hó 1-től kezdve már csak a végleges ezüstpergamennel bélelt, celofán redős-talpas tasakban kerül forgalomba, az I/AA pörköltkávéra jellemző barna-sárga kockás színezékkal és grafikával.

b) A II/BB 250 g-os pörköltkávé már csak a végleges grafikájú és színezékű barna-piros kockás alapú, ezüstpergamennel bélelt, celofán redős-talpas tasakban kerül forgalomba.

c) A III/CC 250 g-os pörköltkávé már a III. osztályú zínscsaládra jellemző, korszerű, új, ezüstpergamennel bélelt, redős-talpas tasakok felhasználását barna-zöld sávós zínckockákból állandó grafikával és színezékkal kerül forgalomba.

Mindhárom 250 g-os kávé a fenti végleges csomagolóanyagban ez év szeptember havától kezdve szoros burkolatot alkotó gépi (zupack) zárással és originálással kerül forgalomba.

V. Z. (Budapest)

EGYÉB

Zselatin. Nagyobb mennyiségű porzselatint importál rendszeresen a kereskedelem. A beérkezett mennyiség nagy része a vendéglátóiparban kerül felhasználásra. A készítmény apró szemcsés, színe sárgásfehér. Víz tartalma 11,2%. 2%-os vizesoldata szobahőmérsékletre lehűtve megfelelő szilárdságú kocsonyát ad. Egyéb jellemzőiben kielégíti a vonatkozó gyógyszerkönyvi előírásokat.

R. L. (Budapest)

A SZOVJETUNIÓ MINŐSÉGI JELET VEZET BE*

A Szovjetunióban bevezetik az állami minőségi jelet. A minőségi jelnek két fokozata lesz. Azok a termékek, amelyek megfelelnek az országos szabvány követelményeinek, valamint a hasonló külföldi termékek minőségi szintjének, megkapják a „Minőségi jelet”, míg a „Kiváló minőség jelét” azoknak a termékeknek ítélik, amelyek felülmúlják az országos szabvány követelményeit, valamint a külföldi termékeket.

A minőségi jellel ellátott gyártmányokért az előállító üzemeknek felárat fizet a nagykereskedelmi vállalat, és ezáltal növekszik az üzemek nyereség, valamint prémiumalapja. Ugyanakkor azoknak a termékeknek a nagykereskedelmi árát, amelyeknek nincs minőségi jele, csökkenteni fogják. Ez természetszerűleg ösztönzően hat a jobb minőségű termékek előállítására. A fogyasztói árak mindkét esetben változatlanok maradnak.

* A „Minőségi jel” alkalmazásával foglalkozott *Ravasz L.* cikke e folyóirat 160. oldalán (Szerk).