

Érett paradicsom pigmentjeinek rétegekromatográfiás vizsgálata

ACZÉL ATTILA

Szegedi Konzervgyár

Érkezett: 1967. október 3.

Az érett, konzervipari feldolgozásra alkalmas, paradicsom vörös színét döntően két karotinoid-féleség: a β -karotin és a likopin határozza meg. A „sárga karotinoid”-ot, a β -karotint 1831-ben fedezte fel *Wachenroder*, míg a likopint *Millardet* francia vegyész izolálta 1875-ben [1]. Az 1900-as évek elején *Willstätter* ismerte fel a két karotinoid hasonlóságát és meghatározta mindkét vegyület összegképletét is [2]. Eredményeinek helyessége a *Karrer – Inhoffen* [3], illetve *Isler* által végzett [4] teljes szintéziseknél nyert igazolást.

Az adszorpciós kromatográfia elterjedésével lehetőség nyílt a karotinoidok gyors, viszonylag egyszerű tanulmányozására. Kimutatták többek között, hogy a paradicsom domináló színanyagai a természetben meglepően gyakran fordulnak elő. Megtalálhatók az érett gyümölcsökben, egyes növényrészekben, sőt még esetenként állati anyagokban is.

Célunk kettős volt, egyrészt az érett paradicsom vörös színanyagának izolálása és vizsgálata, másrészt a paradicsom karotinoidjainak választása. Vizsgálódásainkban döntő szerepet juttattunk a rétegekromatográfiának.

Kísérleti rész.

I. Vörös pigment izolálása paradicsomsűrítmenyből

Kuhn és Grundmann leírása alapján [5] végeztük a kinyerést. 1000 g sűrített paradicsomot 50 g káliumkarbonáttal alaposan elkevertünk és 1000 ml absz. etanol hozzáadása után 30 percig rázattuk, majd az így kapott keveréket egy tiszta jénai szűrőn enyhe szívást alkalmazva szűrtük. A szűrőn maradt csapadékot alaposan lenyomkodtuk, s a szívást megszüntetve absz. etanolt rétegeztünk rá. Egy órai állás után az oldószert leszívattuk, a vörösbarna maradékot 40 C°-on 24 órán keresztül szárítottuk, majd szobahőmérsékleten széndiszulfiddal kimerítően extraháltuk. Az oldószer óvatos ledesztillálása után visszamaradó vörösbarna pépet forró etanolban felvettük, utána gyorsan lehűtöttük. Az így képződött csapadékot porcelánnuccson szűrtük, hideg petroléterrel mostuk, petroléterben átkristályosítottuk: 0,18 g anyagot kaptunk, melyet felhasználásig nitrogén-atmoszférában tároltunk.

II. Paradicsomsűrítmeny előkészítése színanyag vizsgálatra

200 g paradicsomsűrítmenyt 50 g tengeri homokkal eldörzsöltünk, 0,5 g aszkorbinsavas nátriumot, 200 ml étert, 200 ml petrolétert, 100 ml vizet, 50 ml etanolt, 5 ml 25%-os ammóniát adtunk hozzá és 12 órán keresztül nitrogén-atmoszférában extraháltuk. Az extraktumot választótölcsérben kiráztuk, az éteres fázis 50 ml-ét nátrium-szulfáton való szárítás után lombikba szűrtük, rotációs bepárlón lepároltuk. Kevés petrolétert adtunk a maradékhoz, oszlopra való felvitelg hűtve tároltuk.

III. Oszlop és vékonyréteg készítése

Alumíniumoxid Brockmann II. osztályú töltettel ellátott csiszolattal záródó üvegoszlopot használtunk, az adszorbens felvitele petroléteres szuszpenzióban történt.

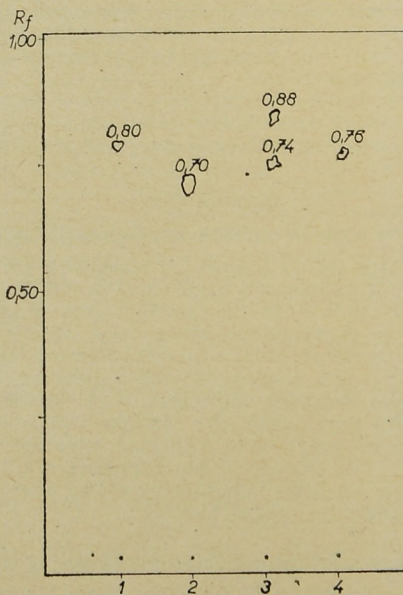
Kieselgel G és kalciumhidroxid – Kieselgel G 6 : 1 vékonyréteg készítése Stahl leírása alapján [6], a magnéziumoxid vékonyréteg előállítása pedig Bolliger [7] szerint történt.

IV. Eredmények értékelése

A paradicsomsűrítmenyből nyert vörös pigmentet rétegen két részre bontva vizsgáltuk:

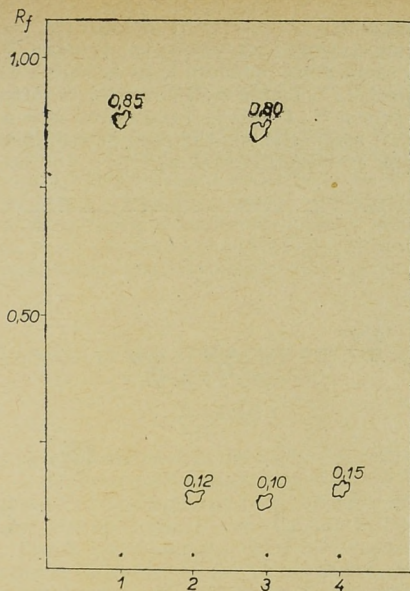
a) egyrészt kalciumhidroxid – Kieselgel G 6 : 1 arányú keverékből készített 250 μ -os rétegen, normal telítésű kádban, petroléter-benzol 95 : 5 futtatóval (1. ábra),

b) másrészt Kieselgel G 250 μ -os rétegen, normal telítésű kádban, petroléter-benzol 50 : 50 keverékével (2. ábra).



1. ábra

Réteg: kalciumhidroxid-Kieselgel G 6 : 1 keveréke.
Futtatószer: petroléter-benzol 95 : 5 arányú elegye.
Felvitt anyagok: 1. β -karotin-standard, 2. likopin-standard, 3. β -karotin-likopinkeverékstandard, 4. likopin izolált termék



2. ábra

Réteg: Kieselgel G. Futtatószer: petroléter-benzol 50 : 50 arányú keveréke. Felvitő anyagok: 1. β -karotin-standard, 2. likopin-standard, 3. β -karotin-likopin keverék-standard, 4. likopin, izolált termék

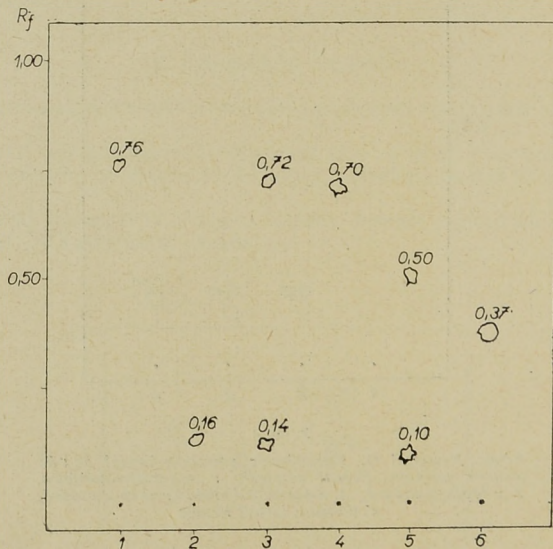
Mindkét lapon standard anyagok mellett vittük fel az izolált pigmentet, a kapott R_f -értékeket táblázatban foglaltuk össze (1. táblázat). Megállapítottuk, hogy az első rendszer alkalmasabb a pigment azonosítására, a karotin és likopin standardok elválása éles és egyértelmű, az izolált színanyag egy foltot ad a standard likopin R_f -értékével egy magasságban.

1. táblázat

R_f -értékek változása kalciumhidroxid-Kieselgel G 6 : 1 arányú keverékéből készített lapon (1. réteg) petroléter-benzol 95 : 5, illetve Kieselgel G lemezen (2. réteg) petroléter-benzol 50 : 50 futtatóval

Vizsgált anyag	R_f -érték	
	1. réteg	2. réteg
1. β -karotin (Fluka) standard	0,85	0,80
2. likopin (EGA-Chemie) standard	0,12	0,70
3. β -karotin, likopin keverék standard	0,80	0,88
	0,10	0,74
4. likopin izolált	0,15	0,76

A színanyag vizsgálatra a II. szerint előkészített paradicsomsűrítmény extraktumot alumíniumoxid oszlopra vittük fel. Eluálást 500 ml petroléterrel kezdtük, mellyel egy sárga zóna oldódott le az oszlopról. Továbbiakban 250–250 ml petroléter-benzol 9 : 1, illetve 8 : 2 keverékével történt a likopinfrakció lemosása. Petroléter-benzol 6 : 4 aránya keverékével egy újabb sárgás anyag volt elulálható. Aktivált magnéziumoxid rétegen petroléter-benzol 10 : 90 futtatással történt a frakciók azonosítása (3. ábra).



3. ábra

Réteg: aktivált magnéziumoxid. Futtatószer: petroléter-benzol 10 : 90 keverék. Felvitt anyagok: β -karotin standard, 2. likopin standard, 3. β -karotin-likopin keverék standard, 4. oszlopról nyert I. frakció, 5. oszlopról nyert II. frakció, 6. oszlopról nyert III. frakció

Megállapítható, hogy az oszlopról nyert I. frakció egységes, R_f -je gyakorlatilag megegyezik a standard β -karotin R_f -értékével. A II. frakció rétegen két foltot adott, az egyik R_f -értéke a standard likopinnal csaknem megegyező, a másiké attól eltérő, az utóbbi karotinizomer jelenlétére utal. A petroléter-benzol 6 : 4 arányú keverékkel nyert frakció R_f -je lényeges eltérést mutatott a standard anyagok R_f -értékétől. Összehasonlító anyagok hiányában ezen frakció azonosítása további vizsgálatokat igényel.

IRODALOM

- [1] Millardet: Bull. Soc. Sci. Nancy (2) 7, 111. p. 21 (1875).
- [2] Willstätter, R.: Z. physiol. Chem. 64, 47, 1910.
- [3] Karrer, P., Inhoffen, H. H.: Helv. Chim. Acta 33, 1172, 1950.
- [4] Isler, O.: Helv. Chim. Acta 39, 249, 1956.
- [5] Kuhn, R., Grundmann, Ch.: Berichte 65, 1880, 1932.
- [6] Stahl E.: Dünnschicht-Chromatographie, Berlin – Göttingen – Heidelberg: Springer 1967.
- [7] Bolliger, H. R., König, A.: Chimia 18, 136, 1964.

ИССЛЕДОВАНИЕ ПИГМЕНТОВ В ЗРЕЛЫХ ПОМИДОРАХ МЕТОДОМ СЛОИСТОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

A. Ацел

Автор исследовал слоистой хроматографией двух каротиноидов определяющих цвет зрелых помидор. Красный пигмент-ликопид изолировался из сгущенного томата, идентификация которого была произведена на слое изготовленного из смеси хлорида кальция — Киэзелгел Г в соотношении 6 : 1 помощью петролэтербензолной наводкой в соотношении 95 : 5. Испытанием фракций экстрактов на колоне сепарированного томатного сгустка удалось идентифицировать два доминирующие красящие вещества зрелых помидор.

DÜNNSCHICHTCHROMATOGRAPHISCHE PRÜFUNG VON PIGMENTEN REIFER TOMATEN

A. Aczél

Der Verfasser untersuchte zwei — die Farbe der reifen Tomaten bestimmenden Karotinoide — dünn-schichtchromatographisch. Er isolierte das rote Pigment, das Lycopin aus Tomatenpurée und identifizierte dasselbe auf einer Dünnschicht bereitet aus einem Gemisch von Calciumhydroxid-Kieselgel G 6 : 1, Laufmittel 95 : 5. Durch Untersuchung der Fraktionen des an einer Säule getrennten Tomatenpurée-Extraktes an der Dünnschicht, gelang es ihm die beiden dominierenden Farbstoffe der reifen Tomaten zu identifizieren.

INVESTIGATION OF THE PIGMENTS OF RIPE TOMATOES BY LAYER CHROMATOGRAPHY

A. Aczél

The two carotenoids which determine the colour of ripe tomatoes were investigated by the author by layer chromatography. Lycopin, the red pigment has been isolated from tomato purée and identified by allowing it to run on a 6 : 1 mixed layer of calcium hydroxide and Kieselgel, employing a 95 : 5 mixture of petroleum ether and benzene as running agent. Both predominant pigments of ripe tomatoes were successfully identified by the layer-chromatographic investigation of the fractions of an extract of tomato pruéé separated by means of a column.

EXAMINATION PAR CHROMATOGRAPHIE SUR COUCHEDES MATIÈRES COLORANTES DE LA TOMATE MÛRE

A. Aczél

L'auteur a étudié par chromatographie sur couche les deux carotinoïdes de la tomate mûre. Il a isolé le colorant rouge, la licopine, du jus de tomate concentré. Son identification a été fait sur une couche préparée d'hydroxyde de calcium — gel silicique G, en proportion 6 : 1 avec la phase liquide éther de pétrole — benzène 95 : 5. Il a réussi d'identifier les deux colorants dominants de la tomate mûre à partir des fractions de tomate des concentrats de tomate séparées sur colonnes.