

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

A MÉM ÉLELMISZERELLENŐRZŐ ÉS VEGYVIZSGÁLÓ KÖZPONT
ÉS A FŐVÁROSI ÉS MEGYEI ÉLELMISZERELLENŐRZŐ
ÉS VEGYVIZSGÁLÓ INTÉZETEK KÖZLÖNYE

Szerkeszti a szerkesztő bizottság
Takó Éva (Budapest), a szerkesztő bizottság elnöke
Kottász József szerkesztő (Budapest)

Almási Elemér (Budapest)	Nedelkovits János (Budapest)
Bartuczné Kovács Olga (Budapest)	Pollák Lászlóné (Budapest)
Horváth György (Kecskemét)	Ravasz László (Budapest)
Kacs Kovács Miklós (Pécs)	Sarudi Imre (Kaposvár)
Kovács Sándor (Budapest)	Selmeci György (Szeged)
Lásztity Radomir (Budapest)	Szakál Sándor (Budapest)
Lindner Károly (Budapest)	Szilágyi József (Budapest)
Marosi József (Budapest)	Vajda Ödön (Budapest)
Molnár Lászlóné (Budapest)	Zukál Endre (Budapest)

szerkesztő bizottsági tagok

TARTALOM

Vas Károly emlékezetére (Kottász József)	1
Aranyi Endre emlékezetére (Bozó Árpád)	3
Kottász József: Beszámoló az Élelmiszervizsgálati Közlemények 1981. évi XVII. kötetéről	5
Sarudi Imre és Varga Etelka: A kalcium és a kálium lángspektroszkópiás meghatározása növényi és állati eredetű minták hamujában	7
Czeplédi Jankó Gézáné, Mihályi Györgyné és Körmenyi László: A szalicilsavas nitrátmeghatározási módszer vizsgálata hosszú érlelésű húsipari készítményekben	17
Fábrzy Zoltán, Percsényi Erzsébet és Kántor Dezső: Kalcium- és káliummeghatározási módszerek összehasonlítása ideális modell, ill. hamumintákból készített oldatokban	25
Zsigmond Attila, Békés Ferenc és Ungár Erika: Az aminosav-analízis hibaforrásainak vizsgálata	33
Klatsmányi János és Zala Péter: Tonik üdítőitalok kinintartalma gázkromatográfiás meghatározásának tapasztalatai	49
Polacsekne Rác Mária, Szép Ivánné és Vámosné Vigyázó Lilly: Raffinóztartalom meghatározása melaszokban	55
Visi György és Butti Erzsébet: Hozzászólás a sütőipari termékek savfokmérésének gyakorlatához	63
Rác Endréné és Marton Andrea: Gyorsfagyasztott szamóca krém C-vitamin-tartalmának alakulása tárolás során	71
Az Élelmiszer-ellenőrző és Vegyvizsgáló Intézetek IV. Tudományos Konferenciája (Kacs Kovács Miklós)	77
Takács János emlékülés (Szakál Sándor)	80
Hazai lapszemle: (Kacs Kovács Miklós)	48
Külföldi lapszemle	54, 62, 70

A dolgozatokat lektorálták: dr. Kottász József, dr. Lásztity Radomir, dr. Nedelkovits János, dr. Szakál Sándor dr. Szabolcs László, és Takó Éva.

XXVIII. kötet

1982.

1-2. füzet

EMKZÁH 28/1-2/1-80
HU ISSN 0422-9576

СОДЕРЖАНИЕ

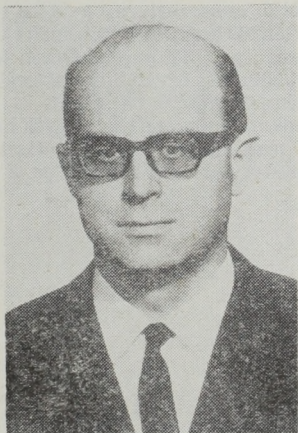
В память Каролю Ваш (Коттас Йозеф)	1
В память Эндре Арани	3
Коттас, Й.: Отчет о томе журнала «Élelmiszervizsgálóti Közlemények» 1981 года	5
Фабри, З., Перечэни, Э., Кантор, Д.: Сопоставление методов определения кальция и калия в растворах приготовленных из идеальных модельных образцов и образцов золы	8
Шаруди, И. и Варга, Э.: Пламеноспектроскопическое определение кальция и калия в золе образцов растительного и животного происхождения	17
Цеглэди-Янко, Г., Михали, Дь., Керменди, Л.: Испытание метода определения салицилоксислого нитрата в долгосозреваемых продуктах мясной промышленности	25
Жигмонд, А., Бэжши, Ф. и Унгар, Е.: Исследование погрешностей анализатора аминокислот	33
Клатшмани, Я. и Зала, П.: Опыты газохроматографического определения содержания хинина в освежающем напитке «Тоник»	49
Полачекнэ Рау, М., Сэн, Иваннэ и Валощнэ Видязо, Л.: Определение содержания раффинозы в меласах	55
Вши, Д. и Бутти, Э.: Мнения о практике измерения кислотности в продуктах хлебопекарной промышленности	63
Рау Э. и Мартон, А.: Образование содержания витамина «С» в быстрозамороженной пульпеиз земляники в течении его хранения	71

INHALT

Zur Erinnerung an <i>Károly Vas</i> (J. Kottász)	1
Zur Erinnerung an <i>Endre Aranyi</i> (Á. Bozó)	3
Kottász, J.: Bericht über Band XVII (1981) der Zeitschrift <i>Élelmiszervizsgálóti Közlemények</i>	5
Fábrý, Z., Peresésnyí, E., Kántor, D.: Vergleich der Bestimmungsmethoden von Calcium und Kalium in von aus idealen Modell- bzw. Aschenmustern bereiteten Lösungen	7
Sarudi, I., Varga, É.: Flammenspektroskopische Bestimmung von Calcium und Kalium in der Asche von Mustern pflanzlichen und tierischen Ursprungs	17
Czeglédi-Jankó, G., Mihályi, Gy., Körmenydy, L.: Untersuchung der auf Nitrierung der Salicylsäure beruhenden Nitratbestimmungsmethode bei den mit einer langen Reifung bereiteten Produkten der Fleischindustrie	25
Zsigmond, A., Békés, F., Ungár, E.: Untersuchung der Fehlerquellen der Aminosäureanalyse	33
Klatsmányi, J., Zala, P.: Erfahrungen bei der gaschromatographischen Bestimmung des Chiningehaltes von Erfrischungsgetränken vom Tonic-Typ	49
P.-Rácz, M., Szép, I., V. - Vigyázó, L.: Bestimmung des Raffinosegehaltes in Melassen	55
Visi, Gy., Butti, E.: Beitrag zur praktischen Durchführung der Säuregradbestimmung von Produkten der Bäckergewerbe	63
Rácz, E., Marton, A.: Veränderung des C-Vitaminagehaltes der schnellgefrorenen Erdbeercreme während ihrer Lagerung	71

Vas Károly emlékeztére

(1919 – 1981)



1981. november 22-én meghalt Vas Károly, a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet igazgatója.

1919. augusztus 20-án született Magyaróváron. Egyetemi tanulmányait a Budapesti Műszaki Egyetemen végezte, ahol 1941-ben vegyészmérnöki oklevelet szerzett, majd 1941–48-ig tanársegéd volt. Itt szerzett 1944-ben műszaki doktori oklevelet is. 1947-ben az Egyesült Államokban a chicagói és a californiai egyetemeken, majd 1948-ban Cambridge-ben (Anglia) szerzett doktori címet.

1959–1967-ig a Kertészeti és Szőlészeti Főiskolán (Ma: Kertészeti Egyetem) volt egyetemi tanár.

1944–48-ig az Országos Mezőgazdasági Kísérleti Intézetben, 1948–1959-ig a Konzerv-, Hús- és Hűtőipari Kutató Intézetben dolgozott. 1967-ben pedig a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet igazgatója lett.

Tudományos munkássága az élelmiszerkémia, élelmiszer-mikrobiológia, élelmiszer-technológia területére terjedt ki. Főbb témák: zsiradékok oxidálódása és ennek meggátlása antioxidánsokkal, szerves savak, szénhidrátok kromatográfiája; a kénessav cukrokhoz kötődésének reakciókinetikája, baktériumok termikus bomlása; konzerválószerke, antibiotikumok hatásmechanizmusa, baktériumspórák csírázása, baktériumok hőpusztulásának kinetikája, mikrobiológiai vizsgálati metodika, enzimmészítmények fermentációs úton való előállítása; enzimmészítmények élelmiszeripari alkalmazása, gyümölcsök és zöldségek érésmentének objektív vizsgálata, hőkezeléses élelmiszertartósítás, vegyszeres élelmiszer-konzerválás, ionizáló sugárzások alkalmazása élelmiszerek tartósítására.

Tudományos közleményeinek száma közel 300.

Számos tudományos szervezetben, bizottságban, társaságban viselt tisztségeket. Főszerkesztője volt az Acta Alimentariának, szerkesztő bizottsági tagja a MTA Kémiai Közleményeknek, a Confructának (Frankfurt a.M.), a Nutrition Reports Internationalnak (USA), folyóiratunknak, az Élelmiszervizsgálati Közlemények szerkesztő bizottságának is tagja volt.

Számos tudományos nemzetközi ülésen vett részt, vagy tartott előadást.

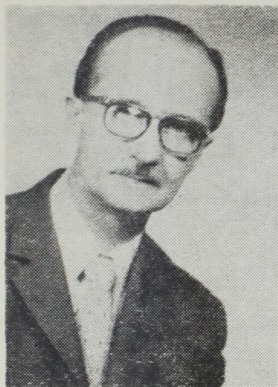
Utolsó munkahelyén, a KÉKI-ben igyekezett meghonosítani a nemzetközi tudományos kapcsolatokat, melyeket 35 külföldi országban gyűjtött és tapasztalt.

Hazai és külföldi elismerését jelentették a doktori, díszdoktori, egyetemi tanári címek és egyéb kitüntetések. Hazánkban 1964 óta a Magyar Tudományos Akadémia levelező tagja lett.

Munkatársai szerették, nagyra becsülték és példaképnek tekintették a fáradtságot nem ismerő, örökös tudásszomjban élő, rendkívül munkabíró tudóst.

Emlékét nemcsak hazánk, de a világ élelmiszer-tudománya is méltán megőrzi.

Koltász József



Aranyi Endre

(1925 – 1981)

1981. december 19-én tragikus hirtelenséggel elhunyt Aranyi Endre a Nógrád megyei Élelmiszer-ellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet igazgatója.

Pedagóguscsaládból származott, 1925 február 6-án született Mátészalkán.

Egyetemi tanulmányait 1950-ben fejezte be a Kossuth Lajos Tudományegyetem Természettudományi Karán, ahol kémia–fizika szakos tanári oklevelet szerzett.

Munkásságát a Hőtechnikai Kutató Intézetben kezdte, itt a szén, gáz és vas-kohászati anyagok analitikai vizsgálatait végezte.

A tanári pálya vonzásának hatására 1953-tól kezdődően a Kossuth Lajos Tudományegyetem állományába került, ahol mint tanársegéd, később mint adjunktus vett részt a fiatalok szakmai felkészítésében, diplomamunkájuk irányításában. Érdeklődési köre az élelmiszeripar volt, ennek megfelelően kutató munkát végzett a gabonafehérjék szerkezete és a sikérképződés mechanizmusá témakörében.

Szakmai tevékenysége mellett gondot fordított politikai képzésére is. A politikai képzést a Marxista-Leninista Egyetem sikeres elvégzése biztosította számára.

Munkásságának elismerését jelentette 1971-ben a Nógrád megyei Élelmiszer-ellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet igazgatójává történt kinevezése. Az újonnan alakult Intézet igazgatójaként a fiatal munkatársak szakmai nevelésében járt élen. Tudományos munkásságát a MÉTÉ megyei elnökeként folytatta.

Igazgatói szobájának ajtaja mindig nyitva volt az intézeti dolgozók előtt, akik szakmai és magán problémákkal is bátran fordultak hozzá, a meghallgatás és a segítőkészség részéről soha nem váratott magára.

Pályafutása alatt elősegítette általában az élelmiszeripar, utolsó évtizedében pedig Nógrád megye élelmiszeriparának fejlődését, munkásságáért az Élelmiszeripar Kiváló Dolgozója kitüntetést kapta.

Nehéz szívvel búcsúzunk Tőle, emlékét megőrizzük, emberszeretete mindig példakép lesz előttünk.

Bozó Árpád

Beszámoló

az Élelmiszervizsgálati Közlemények 1981. évi XXVII. kötetéről

1981-ben jelent meg a folyóirat XXVII. kötete 312 oldalon. A kötet hasábjain 64 élelmiszer vonatkozású cikk látott napvilágot, melyek közül 42 eredeti közlemény.

A szerzők megoszlása munkahely szerint:

MÉM, ellenőrző intézetek	36,4
Kutatóintézetek	16,0
Egyetemek, főiskolák	10,4
Egészségügyi intézmények	3,0
Egyéb (vállalatok stb.)	3,0
Külföld	31,2

A fenti kimutatás szerint a legtöbb cikk szerzője a Mezőgazdasági és Élelmiszerügyi Minisztérium szakfelügyelete alá tartozó ellenőrző intézetekből került ki (36,4%). Igen jelentős helyet foglaltak el ez évben viszont a külföldi szerzők (31,2%) is. Ennek oka a kötet ez évi utolsó füzeté, a „nemzetközi szám” volt, amely négy nyelvű előszóval jelent meg és külföldi szerzők dolgozatait tartalmazta angol, német, illetve orosz nyelven – magyar nyelvű összefoglalásokkal.

A „nemzetközi szám” kiadásával szorosabbra fűztük a folyóirat nemzetközi kapcsolatait külföldi országok szakembereivel és elősegítettük hazánk felsőfokú oktatási intézményeiben (egyetemek stb.) tanulmányokat folytató külföldi szakemberek magyarországi kapcsolatait.

Az élelmiszerek minőségének alakulását és a magyarországi élelmiszer-ellenőrzések tapasztalatait ismertette az immár hagyományos beszámoló, amely részletesen taglalta ágazatonként az országban termelt élelmiszereket (1).

A Mezőgazdasági és Élelmiszerügyi Minisztérium évenként kutatási programot dolgoztat ki hazai intézményekben az ezekből készített beszámolók címeit rövid tartalmi összefoglalóját ismertettük az 1979. és 1980. években (2, 3).

Az élelmiszerek érzékszervi vizsgálatával és minősítésével (4), mintavételével (5), húspari termékek higiéniai „minőségével” (6), peszticid analitikai körvizsgálatokkal (7), konzervipari termékek fehérje tartalmának mérésével (8), nátrium-glutamát tartalmával (9), borok almasav és tejsavtartalmával (10), pálinkák metilalkohol tartalmának (11) meghatározásával, mykotoxin vizsgálatokkal (12), enzimológiai (13, 14, 15, 16), mikrobiológiai (17), toxikológiai vizsgálatokkal (18) stb. foglalkoztunk.

Helyet adtunk a MÉM kutatási beszámolóiból írt dolgozatoknak (19), valamint külföldi tanulmányútról (20), szimpozionról (21) stb. írt beszámolóknak.

Az évfolyam utolsó füzeté – mint fentebb említettük – az immár negyedik „nemzetközi szám” volt, melyben német, lengyel, szovjet, csehszlovák, finn, kubai és egyiptomi szerzők dolgozatai szerepeltek a folyóirat szerkesztőségi irányvonalainak (22) megfelelően.

A jövőben a MÉVI hálózathoz eredő cikkeken kívül szeretnénk folytatni a hazai mezőgazdasági és lemezésügyi kutatási program eredményeiről szóló beszámolókból írt cikkek közlését, a hazai forgalomba kerülő újabb élelmiszerek tápanyag tartalmáról (energia tartalom) szóló táblázatokat, valamint a hazánkban egyre fontosabb szerepet játszó számítógépek felhasználásával végzett élelmiszer-vizsgálatokról szóló cikkeket.

Befejezésül köszönetet mondok a folyóirat fenntartását biztosító Mezőgazdasági és Élelmiszerügyi Minisztériumnak, hogy a folyóirat megjelenését lehetővé tette, a Budapesti Műszaki Egyetem biokémiai és élelmiszer-technológiai tanszékének, a Kereskedelmi és Vendéglátóipari Főiskolának, a Kőbányai Sörgyárnak, a Magyar Szabványügyi Hivatalnak, és a Budapesti Hőtechnikai Vállalatoknak, hogy a szerkesztő bizottsági üléseknek, valamint a Fővárosi Élelmiszer-ellenőrző és Vegyvizsgáló Intézetnek, hogy a szerkesztőség működési lehetőségeit biztosította.

Kottász József szerkesztő

IRODALOM

- (1) Takó É.: ÉVIKE 27, 89, 1981.
- (2) Rácz E.: ÉVIKE 27, 109, 1981.
- (3) Rácz E.: ÉVIKE 27, 210, 1981.
- (4) Molnár P.: ÉVIKE 27, 3, 1981.
- (5) Szarvas T.: ÉVIKE 27, 13, 1981.
- (6) Szakál S.: ÉVIKE 27, 139, 1981.
- (7) Draskovics et. al: ÉVIKE 27, 195, 1981.
- (8) Cseh E. és Cseh F.: ÉVIKE 27, 19, 1981.
- (9) Horváth Gy. és Mile L.: ÉVIKE 27, 55, 1981.
- (10) Selmeci Gy. és Hanusz B.: ÉVIKE 27, 136, 1981.
- (11) Zala P. és Klatsmányi J.: ÉVIKE 27, 155, 1981.
- (12) Bata A. és László R.: ÉVIKE 27, 45, 1981.
- (13) Temesváry et. al: ÉVIKE 27, 147, 1981.
- (14) Gajzágó I. et. al: ÉVIKE 27, 173, 1981.
- (15) Petres J. és Kárpáti Gy.: ÉVIKE 27, 179, 1981.
- (16) Pálosiné Szánthó V. et. al: ÉVIKE 27, 187, 1981.
- (17) Gönczy Z.: ÉVIKE 27, 23, 1981.
- (18) Lévai J. és Gasztonyi K.: ÉVIKE 27, 123, 1981.
- (19) László R. et. al: ÉVIKE 27, 113, 1981.
- (20) Szabó S. A.: ÉVIKE 27, 159, 1981.
- (21) Draskovics I.: ÉVIKE 27, 85, 1981.
- (22) Az ÉVIKE szerkesztőségi irányvonalai 27, 38, 1981.

A kalcium és a kálium lángspektroszkópiás meghatározása növényi és állati eredetű minták hamujában

SARUDI IMRE és VARGA ETELKA

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Kaposvár

Érkezett: 1981. november 28.

A tápláléklánc sugárszint-ellenőrzésével kapcsolatos kalcium- és káliummeghatározást az egyszerűsége és a gyorsaságra való tekintettel legcélszerűbb atomabszorpciós, ill. lángemissziós mérés technikával végezni. A kalcium atomabszorpciós (vagy lángfotometriás) meghatározásánál azonban figyelembe kell vennünk, hogy az élelmiszer-ellenőrző intézetek radiológiai laboratóriumaiban vizsgálatra kerülő minták többsége (tej, csont, egyéb állati és növényi eredetű anyagok hamuja) jelentős mennyiségű foszfort tartalmaz, ami a levegő-acetilén láng hőmérsékletén még meglehetősen stabil kalciumfoszfátokat képez, s így a jelre depresszív hatást gyakorol (1; 2). Megfontolandó továbbá, hogy egyes növényi eredetű mintákból készült hamuoldatok esetében a szilikát-ionok hasonló jellegű hatása sem tekinthető kizártnak, ha nem fordítunk gondot a kovasav dehidratálására, illetve elválasztására.

Ismeretes ugyan, hogy a mintegy 2950 °C hőmérsékletű dinitrogén-oxid – acetilén láng alkalmazásával az említett anionzavarások kiküszöbölhetőek lennének (1–3), de ennek technikai feltételei intézeteinkben jelenleg még nem adóttak.

Egy korábbi közleményben Sarudi (4) rámutatott arra, hogy a takarmányok analízise során célszerű összekapcsolni az atomabszorpciós kalciummeghatározást a foszfor-vanado-molibdátként történő, spektrofotometriás foszfátmeghatározással a foszfor-vanado-molibdát komplexet tartalmazó oldatot porlasztjuk be a levegő – acetilén lángba. (Az említett oldat tehát eredeti rendeltetésén túlmenően a kalcium meghatározásánál is hasznosítható.) Ez nem csupán a hígítási műveletek számának csökkenése miatt indokolt, mivel az alkalmazott foszfátreagens igen kedvező mátrix a kalciummeghatározás szempontjából. Bizonyítást nyert ugyanis, hogy

- függetleníti a jelet a jelenlevő foszfát koncentrációjától, s így feleslegessé teszi, hogy valamilyen spektroszkópiai mentesítő anyagot (pl. lantan-kloridot) külön alkalmazzunk;
- lecsökkenti az atomabszorpciós mérés érzékenységét, ami a meglehetősen magas kalciumtartalmú minták esetében kifejezetten hasznos.

A szóban forgó foszfátreagens két főkomponensének (ammónium-metavanadát és ammónium-molibdát) a kalcium abszorbanációjára gyakorolt hatását külön-külön tanulmányozva az is tisztázódott, hogy a foszfátzavarás elmaradása nem

a foszfor-vanado-molibdát komplex képződésén alapszik, hiszen önmagában az ammónium-metavanadát és az ammónium-molibdát is lényegében ugyanazt a hatást fejt ki ebből a szempontból, mint a kettő együttesen. (Eltekintve természetesen attól, hogy az utóbbinál, bizonyos koncentrációkon felül csapadék válik ki az oldatból.) Döntő jelentősége nyilvánvalóan annak van, hogy a metavanadát- és a molibdát-ionok maguk is meglehetősen nagy termostabilitású kalciumvegyületeket képeznek, s ennek következtében a kalciumfoszfátok képződése visszazorul. A primer zavarást (pl. a foszfátzavarást) tehát az adalék által előidézett, szekunder zavaró effektussal kompetitíve akadályozzuk meg, ami lényegében az ún. „végtelen zavarás” elvének különleges alkalmazását jelenti.

A következőkben beszámolunk arról, hogy az anionzavarás kiküszöbölésének fentiében ismertetett módja a már említett radiológiai mintáknál is alkalmazható. Megjegyezzük, hogy foszfátmeghatározást jelen esetben nem végeztünk, a kalcium meghatározására előkészített, metavanadát- és molibdát-ionokat tartalmazó mintaoldatot azonban káliummeghatározásra is felhasználtunk. Ezeknek az anionoknak a jelenléte egyébként az utóbbi szempontjából is előnyös, mivel ilyen körülmények között a kalcium, ill. a kalcium-oxid gerjesztéséből adódó háttéremisszió jelentősen lecsökken (5).

Mivel a vizsgált hamuk alkálifémion-tartalma meglehetősen tág határok között változik, feltétlenül szükség volt valamilyen ionizációs puffer használatára a nem optikai eredetű „kationzavarás” kiküszöbölésére (6). Ezért a metavanadátot és a molibdátot nem a szokványosan használt ammónium-, hanem nátriumsó formában vittük be a rendszerbe, s így a beporlasztásra kerülő oldat Na^+ -ion tartalmát mintegy $1000 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ értékkel megnöveltük.

Vizsgálati módszer

Felhasznált anyagok

5M HNO_3

Reagens (A): 1 dm^3 vizes oldat készítéséhez $2,70 \text{ g NaVO}_3 \cdot 4 \text{ H}_2\text{O}$ -ot, $52 \text{ g Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2 \text{ H}_2\text{O}$ -ot és 352 cm^3 konc. HNO_3 -at használtunk fel.

$\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ oldat (B): $0,4995 \text{ g}$ 105°C -on kiszáritott CaCO_3 -ot 5 mólos salétromsavban feloldottunk, a sav feleslegét vízfürdőn elűztük, majd a $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ -ot vízzel megfelelő mérőlombikba átmosva 1 dm^3 térfogatú oldatot készítettünk. – 1 cm^3 oldat $200 \mu\text{g}$ Ca^{2+} -iont tartalmazott.

KNO_3 oldat (C): 1 dm^3 oldat készítéséhez $1,2929 \text{ g}$ 105°C hőmérsékleten kiszáritott KNO_3 -ot mértünk be. – 1 cm^3 oldat $500 \mu\text{g}$ K^+ -iont tartalmazott. – Standard oldatok: 100 cm^3 -es mérőlombikba az 1. táblázatban feltüntetett beméréseket eszközöltük, majd az egyes oldatok térfogatát vízzel kiegészítettük a jelég. (A standard oldatok nem fényérzékenyek, és szobahőmérsékleten néhány hétig eltarthatóak.)

Az oldatok készítéséhez a lt. minőségű vegyszereket és lángfotometriásan alkálimentes desztillált vizet használtunk.

Mérőműszer: Zeiss gyártmányú, „AAS 1” típusú, atomabszorpciós spektrofotométer

Munkamenet

Csonthamuból kb. $0,25$, egyéb hamufélelésekből kb. $0,5 \text{ g}$ -ot analitikai pontossággal 100 cm^3 -es főzőpohárba bemértünk, hozzáadtunk 5 cm^3 5 mólos MNO_3 oldatot és mintegy 30 cm^3 vizet, majd az oldódás elősegítése céljából néhány percig enyhe forralást végeztünk. A szobahőmérsékletre lehült folyadékot ezután

Standard oldatok

Sorszám	Ca ²⁺	K ⁺	A	B	C
	μg/cm ³		cm ³		
1.	0	40	10	0	8,00
2.	15	50	10	7,50	10,00
3.	30	60	10	15,00	12,00
4.	45	70	10	22,50	14,00
5.	60	80	10	30,00	16,00

Megjegyzés: a káliummeghatározásnál 40 μg/cm³ koncentrációjú oldat esetében állítottuk be a műszeren a nullaértéket, minthogy ennél alacsonyabb koncentrációjú mintaoldatra nem kellett számítanunk.

szűrést közbeiktatva 100 cm³-es mérőlombikba átvittük, és a térfogatát vízzel kiegészítettük a jelig. A készülék porlasztórendszerébe közvetlenül bejuttatott mintaoldat előállításánál 5,00 cm³ hamuoldatot és 10 cm³ reagensoldatot mértünk be, majd a folyadék végtérfogatát ez esetben is beállítottuk vízzel 100 cm³-re.

A mérési paramétereket a 2. táblázatban foglaltuk össze, a hitelesítő görbéket pedig az 1. és a 2. ábrán mutatjuk be.

2. táblázat

Az „AAS 1., készüléknél alkalmazott mérési paraméterek

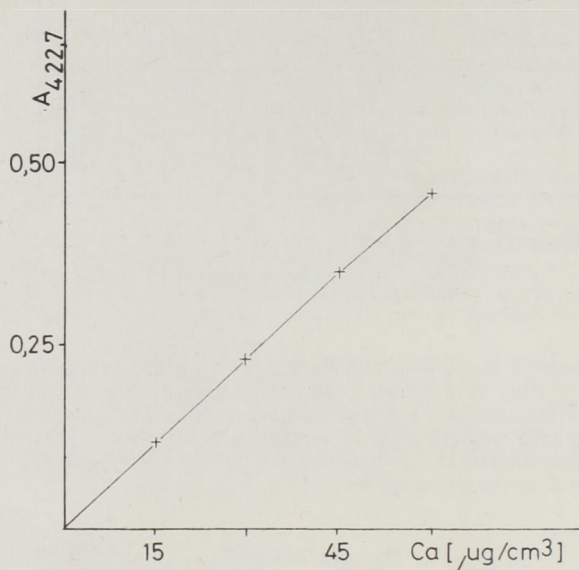
	Kalcium	Kálium
Üzem mód	abszorpciós	emissziós
Égőfej	pillangó	Meker
Megfigyelési magasság [mm] ..	8,1	8,1
Égőfej vízszintes helyzete	0°	—
Levegő [dm ³ /h] ..	480	480
Acetilén [dm ³ /h] ..	80	84
Hullámhossz [nm] ..	422,7	767
Átvilágítás	1-szeres	—
Rés [mm]	0,032	132
Lámpa fűtő-árama [mA]	7,5	—
SEV	2	3
Erősítés	7	5
Skálanyújtás	0–100	0–100

Az eredmények kiszámítása:

$$\text{Ca} (\%) = 2 \frac{a_1}{b} \quad \text{K} (\%) = 2 \frac{a_2}{b}$$

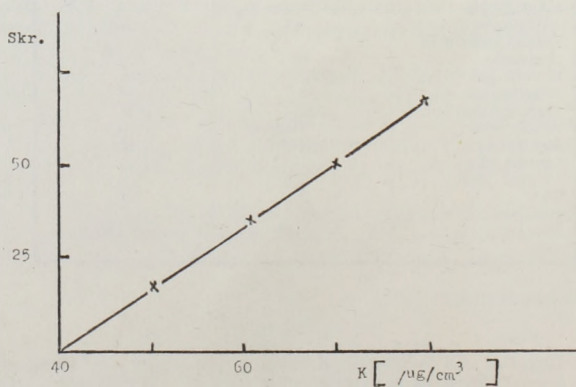
ahol a_1 a beporlasztott oldat koncentrációja Ca²⁺-ionokra, a_2 pedig K⁺-ionokra nézve [μg/cm³]; b a bemérést jelenti [g].

(Megjegyzés: Az „1” index a továbbiakban is a kalciumra, a „2” pedig a káliumra utal.)



1. ábra

Az atomabszorpciós kalciummeghatározásnál használt hitelesítő görbe



2. ábra

A lángfotometriás káliummeghatározásnál használt hitelesítő görbe

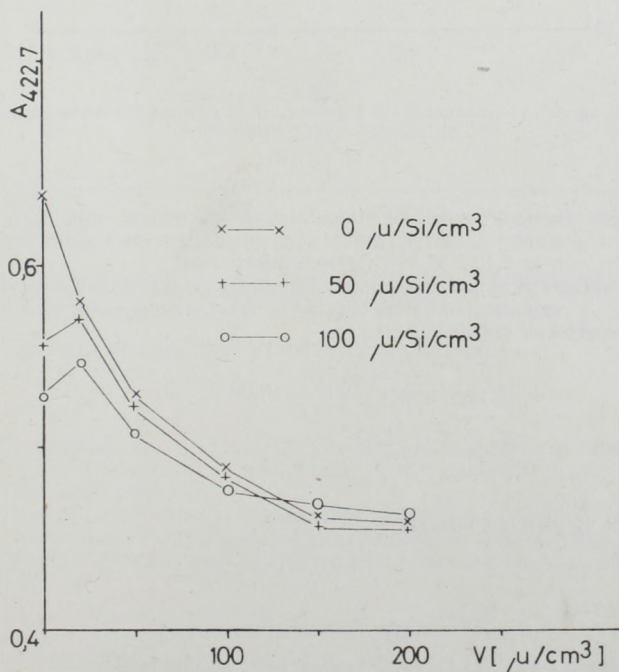
Eredmények és következtetések

Az oldott kovasav zavaró hatásának kiküszöbölése

Megállapítottuk, hogy az alkalmazott reagens nemcsak a foszfát, hanem a szilikát zavaró hatását is kiküszöböli a kalcium atomabszorpciós (ill. lángemissziós) meghatározásánál. Megjegyezzük, hogy az erre vonatkozó modellkísérletek eredményeit szemléltető görbék (3–5. ábra) lényegében nem különböznek azoktól, mint amelyeket Sarudi (4) a foszfátzavarás megszüntetésével kapcsolatosan korábban bemutatott. Ez természetesen arra utal, hogy a szóban forgó két zavaró komponens esetében ugyanaz a mentesítő hatásmechanizmus érvényesül.

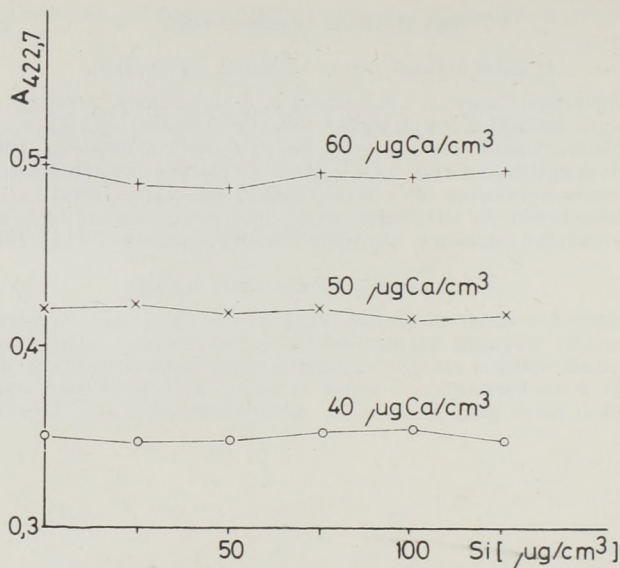
A kalciummeghatározás megbízhatósága

A kidolgozott módszer ellenőrzése céljából oxalátos lecsapást végeztünk, majd a kalcium-oxalát csapadék híg kénsavban történő feloldása után a kalciummal ekvivalens oxalát-ionokat permanganometriásan meghatároztuk (7). 29 db vizsgált hamu közül 9 marhacsontból, 6 tejből és 14 db különböző kerti növényekből (saláta, sóska, paraj stb.) származott. Az atomabszorpciós és a permanganometria



3. ábra

A kalcium abszorpciójának vizsgálata a szilikátkoncentráció függvényében $2500 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ Mo és $100 \mu\text{g}/\text{cm}^3$ V jelenlétében (beadagolás: nátrium-molibdát, ill. nátrium-metavanadát alakban)



4. ábra

A kalcium ($50 \mu\text{g}/\text{cm}^3$) abszorpciájának függése az oldat metavanadát-tartalmától különböző mennyiségű szilikát jelenlétében

metriás meghatározások azonos hamuoldatokból történtek; mindegyikből 1–1 vizsgálatot végeztünk. A kétféle módszerrel meghatározott kalciumtartalom az $5,00–36,77\%$, ill. az $5,19–36,38\%$ intervallumba esett.

Az atomabszorpciós módszerrel kapott eredmények számtani középértéke $\bar{y}_1 = 17,7166\%$, a permanganometriás titrálással nyert eredményeké $\bar{x}_1 = 17,7334\%$ volt. A középértékek százalékos eltérése:

$$\frac{\bar{y}_1 - \bar{x}_1}{\bar{x}_1} 100 = -0,09 \%$$

Nullhipotézis:

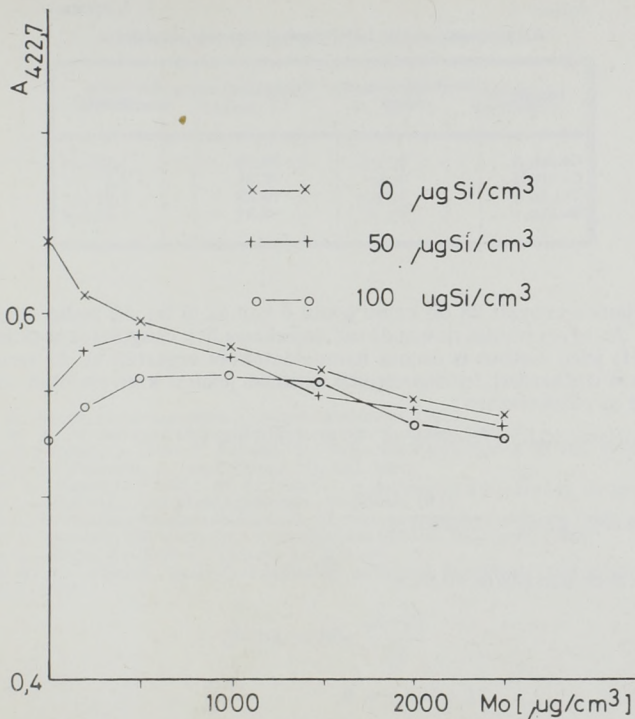
ahol

Az $y_{li} - x_{li} = z_{li}$ eltérések átlagai

$$\bar{z}_1 = 0,9168$$

A szórásnégyzet:

$$s_1^2 = \frac{\sum_{i=1}^{29} (z_{li} - \bar{z}_1)^2}{28} = 0,18278$$



5. ábra

A kalcium ($58 \mu\text{g}/\text{cm}^3$) abszorbanációjának függése az oldat molibdát-tartalmától különböző mennyiségű szilikát jelenlétében

A H_0 vizsgálatára az egymintás t-próbát alkalmazva (8).

$$t = \frac{\bar{z}_1}{s_1} \sqrt{n} = \frac{0,0168}{0,42753} \sqrt{29} = 0,212$$

A t paramétere $n-1 = 28$ amihez a 80%-os valószínűségi szinten a 0,256 táblázati érték (9) tartozik. A nullhipotézis tehát rendkívül szigorú statisztikai próba esetén sem utasítható el.

Az atomabszorpciós módszer precizitásának vizsgálata céljából néhány minta esetében párhuzamos meghatározásokat végeztünk. A 3. táblázatban összefoglalt adatokból megállapítható, hogy az eredmények reprodukálhatósága megfelel a követelményeknek.

A káliummeghatározás megbízhatósága

Referencia módszerként az Erdey, Buzás és Vigh (10) által javasolt, indirekt eljárást alkalmaztuk. (Ennek lényege, hogy a K^+ -ionokat kalinosztal lecsapjuk, majd a reagens feleslegét variáminkek indikátor jelenlétében argentometriásan megtitráljuk.)

Az atomabszorpciós kalciummeghatározás precizitása

Hamu	Meghatározások száma	Középérték Ca %	Variációs koefficiens
Csont I.	5	36,81	1,15
Csont II.	5	36,91	2,57
Tej	5	15,29	1,61
Saláta . . .	5	5,97	1,47

A káliumra vizsgált 28 db hamu közül 6 halhús, 6 tej, 12 pedig növényi eredetű volt. Az egyes mintákra vonatkozó összehasonlító vizsgálatokat (mintánként egyet-egyet) jelen esetben is azonos hamuolatokból végeztük el. Az eredmények matematikai-statisztikai feldolgozásánál hasonló jelölési konvenciókat alkalmaztunk, mint az előző részben.

Terjedelem: 16,65 – 36,93%, ill. 16,80 – 36,75% K⁺.

Az eredmények számtani középértéke:

$$\bar{y}_2 = 27,2402\%, \text{ ill. } \bar{x}_2 = 27,2257\%.$$

A középértékek százalékos eltérése:

$$\frac{\bar{y}_2 - \bar{x}_2}{\bar{x}_2} 100 = 0,05 \%$$

Nullhipotézis: $H_0 : M(z_2) = 0$

ahol $z_2 = y_2 - x_2$

Az $y_{2i} - x_{2i} = z_{2i}$ eltérések átlaga:

$$\bar{z}_2 = 0,0145$$

A szórásnégyzet:

$$s_2^2 = \frac{\sum_1^{28} (z_{2i} - \bar{z}_2)^2}{27} = 0,105625$$

$$t = \frac{\bar{z}_2}{s_2} \sqrt{n} = \frac{0,0145}{0,3250} \sqrt{28} = 0,236 < t_{0,5} = 0,256$$

A középértékek eltérése igen szigorú statisztikai próba alapján sem szignifikáns. A reprodukálhatóságra vonatkozóan a 4. táblázatban összefoglalt adatok adnak tájékoztatást.

Végkövetkeztetés: a kidolgozott eljárás megbízhatósága mind a kalcium-, mind a káliummeghatározás esetében megfelel a sugárszint-ellenőrző laboratóriumokban támasztott követelményeknek.

A lángfotometriás káliummeghatározás precizitása

Hamu	Meghatározások száma	Középérték K %	Variációs koefficiens
Halhús ...	6	32,23	0,85
Tej I. ...	5	19,70	2,07
Tej II. ...	5	18,21	2,99
Saláta ...	7	34,21	1,01

IRODALOM

- (1) *Welz B.*: Atom-Absorptions-Spektroskopie. Weinheim, 1975.
- (2) *Price W. J.*: Atomabszorpciós spektrofotometria. Budapest, 1977.
- (3) *Fodor P.* – *Pólos L.* – *Bezur L.* – *Pungor E.*: Periodica Polytechnica 18, 125, 1974.
- (4) *Sarudi I. jr.*: Fresenius Z. Anal. Chem. 303, 197, 1980.
- (5) *Sarudi I.* – *Pőcz Gy.*: ÉVIKE 26, 87, 1980.
- (6) *Erdey L.* – *Máczor L.*: Analitikai kézikönyv. Budapest, 1974.
- (7) *Erdey L.*: Bevezetés a kémiai analízisbe II. Tértfogatos analízis. Budapest, 1966.
- (8) *Vincze I.*: Matematikai statisztika ipari alkalmazásokkal. Budapest, 1968.
- (9) *Erdey L.* – *Búzás J.* – *Vigh K.*: Talanta 1, 377, 1958.
- (10) *Fisher R. A.* – *Yates F.*: Statistical tables for biological, agricultural and medical research. London, 1963.

ПЛАМЕННОСПЕКТРОСКОПИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И КАЛИЯ В ЗОЛЕ ОБРАЗЦОВ РАСТИТЕЛЬНОГО И ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

И. Шаруду и Е. Варга

К азотную кислоту содержащему раствору золы авторы добавили соответствующее количество метаванадата натрия и молибдата натрия, потом раствор выпаривая на пламени воздушного ацетилена измеряли атомно-абсорпцию кальция при длине волны 422,7 нм, а при длине волны 767 нм измеряли относительную эмиссию пропорциональную концентрации калия. Предыдущие осознания дали импульс применению упомянутого добавочного вещества, а именно, что ионы метаванадата и молибдата освобождают знак кальция от присутствующего количества фосфата, дальше положительно уменьшает чувствительность измерения. Было доказано, что в случае фосфата оправдавшийся избавляющий метод подходящий и для исключения депрессии, причиняющей кремниевой кислотой. Разработанный метод проверили при испытаниях говяжьих костей, молока и разных образцов растительного происхождения. Самые высокие вариации коэффициентов отметили в случае определения кальция, а именно 2,6%, а в случае определения калия 3,0%.

FLAMMENSPEKTROSKOPISCHE BESTIMMUNG VON CALCIUM UND KALIUM IN DER ASCHE VON MUSTERN PFLÄNZLICHEN UND TIERISCHEN URSPRUNGS

I. Sarudi und E. Varga

Nach Zugab entsprechender Mengen von Natriummetavanadat und Natriummolybdat zu einer salpetersäurigen Aschenlösung wurde die Lösung in eine Luft-Acetylenflamme zerstäubt, sodann die Atomabsorption von Calcium bei der Wellenlänge 422,7 nm, und die mit der Kaliumkonzentration proportionale relative Emission bei 767 nm gemessen. Die Anwendung der genannten Zugaben beruht auf die frühere Erkenntnis, dass das Calciumsignal in Anwesenheit der Metavanadat- und Molybdat von der Menge des anwesenden Phosphats unabhängig wird, und ferner die Empfindlichkeit der Messung in einer günstiger.

Richtung herabgesetzt wird. Es wurde gleichfalls bewiesen, dass die sich im Fall des Phosphats bewährte freisetzende Methode auch zur Beseitigung der durch die gelöste Kieselsäure hervorgerufenen depressiven Wirkung geeignet ist. Das entwickelte Verfahren wurde bei der Untersuchung von Mustern von Rinderknochen, Milch und verschiedenen Pflanzen ausprobiert. Der höchste Variationskoeffizient war 2,6% bei der Calciumbestimmung und 3,0% bei der Kaliumbestimmung.

DETERMINATION OF CALCIUM AND POTASSIUM BY FLAME PHOTOMETRY IN THE ASH OF SAMPLES OF PLANT AND ANIMAL ORIGIN

I. Sarudi und E. Varga

After the addition of adequate amounts of sodium metavanadate and sodium molybdate to the ash solution containing nitric acid, the solution was sprayed into an air-acetylene flame, and the atomic absorption of calcium was measured at a wavelength of 422.7 nm whereas the relative emission proportional to the potassium concentration was measured at 767 nm. The use of the mentioned additives is based mainly on the earlier recognition that in the presence of metavanadate and molybdate ions the signal of calcium is independent of the amount of phosphate present, and also the sensitivity of the measurement is decreased favourably. It was proved that also the liberating method which was found to be suitable in case of phosphate can be similarly used for the elimination of the depressive effect due to dissolved silica. The developed method was tested at the investigation of cattle bones, milk and various vegetable samples. The highest variation coefficient was 2.6% in case of Ca determinations and 3.0% in case of K determinations.

A szalicilsavas nitrátmeghatározási módszer vizsgálata hosszú érlelésű húspari készítményeknél

CZEGLÉDI-JANKÓ GÉZÁNÉ, MIHÁLYI GYÖRGYNÉ,
KÖRMENDY LÁSZLÓ

Országos Húspari Kutatóintézet, Budapest

Érkezett: 1981. szeptember 25.

A húspari készítményekhez adalékanyagul használt nitrtsók egészségkárosító hatásával foglalkozó kutatások eredményei (1) fokozott óvatosságra intenek ezen anyagok alkalmazását illetően. Az egészségkárosító hatás még távolról sincs minden részletében tisztázva, helyes azonban az a törekvés, hogy a nitrít-, valamint a potenciálisan nitrítforrást jelentő nitrátvegyületeknek a húspari készítményekben megtűrhető mennyiségét szabályozzák. Az előirt határértékek betartását csak kellő érzékenyséű és pontosságú, biztonságos vizsgálati módszerekkel lehet ellenőrizni.

Magyarországon az MSZ 6905 szabvány a húspari termékek nitrítartalmának meghatározására a *Griess – Ilsvay-féle* spektrofotometriás módszert, a nitrát-tartalom meghatározására pedig ugyanezen méréshez a nitrátnak kadmiumszolpon nitríté történő redukálását írja elő.

A nitrátnak kadmiumos redukciója elég körülményes művelet, éppen ezért már kísérletek történtek arra, hogy a tájékoztató vizsgálatokat egyszerűbb eljárással végezzék el.

Élelmiszereknél először a tartósítóipari laboratóriumi vizsgálatoknál kezdték alkalmazni nitráttartalom meghatározásra az ivóvizek nitrátvizsgálatára kidolgozott szalicilsavas módszert (2). Ez az eljárás a szalicilsavnak kénsavas közegben nitrátok jelenlétében lejátszódó nitrálódásán és a keletkező nitroszalicilsav-izomerek lúgos eleyben kialakuló sárga színreakciójának spektrofotometriás mérésén alapszik. E meghatározási módszert *Selmei és munkatársai* (3) adaptálták húspari készítmények vizsgálatára. Miután dolgozatukban nem közöltek a szabványos vizsgálati módszerrel összehasonlított mérési adatokat, egyik előző munkánkban (4) tanulmányoztuk azt a kérdést, hogy a szalicilsavas nitrátmeghatározás milyen feltételek mellett alkalmas nyers, füstölt húсок vizsgálatához. Vizsgálati eredményeink azt mutatták, hogy amennyiben a füstölt sonkákban (ún. húsvéti sonkák) a káliumnitrátnak kifejezett nitrát mennyisége több, mint 200 mg/kg, akkor a módszer a szabványos vizsgálatnál jól megegyező eredményeket ad, illetőleg kielégítő pontosságú, ennél kisebb nitrátkoncentráció esetében azonban már bizonytalan. Idézett munkánkban csak a „húsvéti” sonkák ellenőrzésével foglalkoztunk, s mivel a vizsgálat idején a 200 mg/kg-os szint kimutatása céljainknak megfelelt, nem tértünk ki arra a kérdésre, mi az oka a meghatározás bizonytalanságának a kisebb koncentrációtartományokban, s egyáltalán van-e lehetőség arra, hogy megfelelő módosítással ebben a tartományban is alkalmazni lehessen a szalicilsavas meghatározást.

Selmeci és munkatársai is említést tettek arról, hogy egyes szerves anyagok a szinkifejlődést zavarják. Úgy véltük, hogy ilyen zavaró anyagokat jelentenek a lassú érlelésű húsipari termékeknél érés közben keletkező íz- és zamanyagok is, elsősorban a felszabaduló aminosavak. A dezaminációs és dekarboxileződési folyamatok a gyulai kolbásznál mérsékeltebb, szaláminál fokozottabb mértékben zajlanak le (5, 6). A vágásérett szaláminban különösen sok „nem fehérje”-nitrogént mutattak ki, arányuk az összes nitrogén 20–25%-a is lehet (7). *Körmendy és Gantner* (5) megállapította, hogy a magyar szaláminban a leggyakrabban előforduló szabad aminosavak a következők: aszparaginsav, glutaminsav, leucin, alanin, glicin, szerin, valin, hisztidin, lizin. Dolgozatukban megemlítik, hogy más szerzők ciszteint és cisztint is kimutattak.

Munkánk célja az volt, hogy megvizsgáljuk a szalicilsavas nitrátmeghatározási módszer alkalmazásának lehetőségét a hosszú érlelésű húsipari termékeknél is. E célból egyrészt különböző ideig érlelt készítményeket vizsgáltunk mind a szabványos, mind a szalicilsavas módszerrel, továbbá különböző modelloldatokból (ismert összetételű káliumnitrát-aminosav-, illetve káliumnitrát-konyhasó elegyek) végeztünk szalicilsavas nitrátmeghatározást.

Vizsgálati anyagok és módszerek

Minták, mintaelőkészítés

18 rúd vágásérett szalámit, 5 rúd 14 napig érlelt szalámit, 7 szál vágásérett gyulai kolbászt, 10 különböző friss szalámpaszttát, valamint káliumnitrát-aminosav és káliumnitrát-konyhasó modelloldatokat vizsgáltunk.

A mintákat (darabos minta esetén előzőleg Moulinette háztartási aprítóban péppé darálva) Ultra-Turrax készülékben vízzel szuszpendáltuk. A kivonatok készítését az MSZ 6905 előírása szerint végeztük. A kivonatok térfogata a hűskészítmény mintáknál: 10 g → 200 cm³. A két módszerrel végzett összehasonlító vizsgálatokat ugyanabból a kivonatból hajtottuk végre.

Nitráttartalom meghatározása kadmiumos redukcióval

Az MSZ 6905 előírásai szerint. A kadmiumiszapot *Mirna–Hofmann-féle* U-alakú kapillárisal kiegészített oszlopba helyeztük.

Nitráttartalom meghatározása szalicilsavas módszerrel

Selmeci és munkatársai (3) leírása szerint.

A nitráttartalmat mindkét módszer szerinti vizsgálatoknál káliumnitrátban kifejezve adtuk meg.

Vizsgálati megfontolások és vizsgálati eredmények

1. Vágásérett szalámi és gyulai kolbász nitráttartalmának összehasonlító vizsgálata a két módszerrel

A 18 szalámi és 7 gyulai kolbász vizsgálatának eredményeit az 1. táblázat tartalmazza. Egyetlen azonos eredményt mutató eset kivételével (23. minta) a szalicilsavas módszerrel kapott értékek jóval kisebbek a kadmiumos redukcióval kapottaknál, még akkor is, amikor az utóbbi, szabványos módszerrel jelentős nitrátmennyiségeket mutattunk ki. Igen sok esetben a szalicilsavas eljárással nem is kaptunk színreakciót, s így a nitráttartalom nem volt mérhető. A két módszerrel nyert eredmények között semmiféle összefüggést nem lehetett megállapítani.

E kísérletsorozat egyértelműen mutatja, hogy a vizsgált mintákban a nitrát-nak szalicilsavas módszerrel történő meghatározását valamilyen tényező, esetleg több is zavarja.

1. táblázat

Vágásérett szalámi és gyulai kolbász nitráttartalma szalicilsavas és kadmiumoszlopos eljárással meghatározva

A minta sorszama	A minta megnevezése	Nitráttartalom, KNO_3 mg/kg-ban kifejezve	
		Szalicilsavas módszerrel	Kadmiumoszlopos módszerrel
1	Szalámi	N. D.	270
2	Szalámi	N. D.	249
3	Szalámi	N. D.	215
4	Szalámi	N. D.	268
5	Szalámi	N. D.	85
6	Szalámi	N. D.	62
7	Szalámi	N. D.	93
8	Szalámi	N. D.	88
9	Szalámi	45	333
10	Szalámi	51	333
11	Szalámi	193	355
12	Szalámi	193	355
13	Szalámi	16	93
14	Szalámi	10	99
15	Szalámi	16	110
16	Szalámi	N. D.	71
17	Szalámi	N. D.	63
18	Szalámi	N. D.	82
19	Gyulai kolbász ..	10	139
20	Gyulai kolbász ..	N. D.	130
21	Gyulai kolbász ..	445	1032
22	Gyulai kolbász ..	N. D.	67
23	Gyulai kolbász ..	97	97
24	Gyulai kolbász ..	N. D.	50
25	Gyulai kolbász ..	N. D.	70

N. D. = nem mutatható ki („nem detektálható”)

2. táblázat

14 napig érlelt szalámi nitráttartalma szalicilsavas és kadmiumoszlopos eljárással meghatározva

A minta sorszama	Nitráttartalom, KNO_3 mg/kg-ban kifejezve	
	Szalicilsavas módszerrel	Kadmiumoszlopos módszerrel
1	55	158
2	61	167
3	N. D.	30
4	56	126
5	28	81

N. D. = nem mutatható ki („nem detektálható”)

2. 14 napig érlelt szalámi nitráttartalmának összehasonlító vizsgálata a két módszerrel

A 14 napig érlelt szaláminál, a 2. táblázat adataiból láthatóan, ugyancsak jelentősen kevesebb nitráttartalmat kaptunk a szalicilsavas meghatározási módszerrel, de az 5 minta közül csupán egy esetben nem volt vele kimutatható nitrát-tartalom.

3. Vágásérett szalámi darálékához adott káliumnitrát összehasonlító visszanyerési vizsgálata a két módszerrel

Mintohogy mind a vágásérett, mind a rövid ideig (14 nap) érlelt szalámiból a szalicilsavas módszerrel lényegesen kevesebb káliumnitrátot tudtunk kimutatni, mint a szabványos vizsgálati módszerrel a 6 minta közül ötnél 90%-on felül visszakaptuk, hogy milyen különbség mutatkozik a két módszer között a hozzáadott, ismert mennyiségű káliumnitrát visszanyerésében.

A vizsgálatok eredményét a 3. táblázatban foglaltuk össze. Az adatok szerint, míg a szabványos vizsgálati módszerrel a 6 minta közül ötnél 90%-on felül visszakaptuk a hozzáadott káliumnitrátot, addig a szalicilsavas módszerrel a visszanyerés egyetlen esetben nem éri el még az 50%-ot sem.

3. táblázat

Vágásérett szalámi darálékához adott káliumnitrát visszanyerése szalicilsavas és kadmiumszlupos eljárással meghatározva

A darálékban a hozzáadás előtt kimutatott nitrát, mint KNO_3 mg/kg		Szalicilsavas módszer			Kadmiumszlupos módszer			
		10			205			
Vizsgálatok KNO_3 hozzáadása után								
Sorszám		KNO_3 hozzáadás mg/kg	Összes kimutatott nitrát, mint KNO_3 mg/kg	Visszanyert KNO_3		Összes kimutatott nitrát, mint KNO_3 mg/kg	Visszanyert KNO_3	
				mg/kg X	%		mg/kg XX	%
1a	100	38	28	28	288	83	83	
1b	100	40	30	30	307	102	102	
2a	200	78	68	34	392	187	93	
2b	200	76	66	33	392	187	93	
3a	400	170	160	40	600	395	99	
3b	400	171	161	40	596	391	98	

X = levonva a kiindulási darálékból meghatározott 10 mg/kg értéket
 XX = levonva a kiindulási darálékból meghatározott 205 mg/kg értéket.

4. Friss szalámpasztához adott káliumnitrát visszanyerése szalicilsavas módszerrel

Amint az előző vizsgálatsorozat mutatta, a vágásérett szalámiból a szalicilsavas eljárással nem tudtuk elfogadható mennyiségben visszakapni a hozzáadott káliumnitrátot. Abból a megfontolásból kiindulva – amelyet eddigi észleléseink is alátámasztottak, – hogy a zavaró hatásnak legalábbis egyik okát az érés közben keletkező anyagok jelentik, olyan vizsgálatokat is végeztünk, amelyben a szalicilsavas módszerrel ilyen érési anyagokat még nem tartalmazó, friss szalámpasztából határoztuk meg a káliumnitrát visszanyerését. Az eredményeket a 4. táblázatban foglaltuk össze. Az átlagos visszanyerés az érési anyagot még nem tartalmazó friss szalámpasztából 400 mg/kg KNO_3 hozzáadása esetén 97,1%, tehát gyakorlatilag teljes.

4. táblázat

Friss szalámpasztához adott káliumnitrát visszanyerése szalicilsavas módszerrel

Minta sorszáma	Hozzáadott KNO_3 mg/kg	Kimutatott KNO_3 mg/kg
1	400	404
2	400	398
3	400	397
4	400	368
5	400	405
6	400	356
7	400	356
8	400	409
9	400	398
10	400	395
	\bar{x}	388,6
	s	4,37

5. táblázat

Vizes káliumnitrát oldatokban 25 g/dm³ koncentrációjú aminosavak hatása az oldat nitráttartalmának meghatározására szalicilsavas eljárás alkalmazása esetén

Az aminosav megnevezése	Az oldatban levő KNO_3 mg/dm ³	Az aminosav jelenlétében kimutatott KNO_3 mg/dm ³
l-cisztein	200	19
l-cisztein	400	49
l-glutaminsav	200	80
l-aszparaginsav	400	207
l-alanin	200	177
l-glicin	200	228

5. Aminosavak hatása a szalicilsavas nitrátmeghatározásra, vizes oldatban

Az éresi folyamaton átesett terméknél elsősorban a szabad aminosavak jelenlétét okoljuk a szabvány módszerhez képest lényegesen kisebb nitrátmeghatározási eredményekért. Ezért néhány aminosav és káliumnitrát különböző összetételű modelloldatából elvégeztük a káliumnitrát szalicilsavas meghatározását.

Az eredményeket az 5. táblázatban foglaltuk össze. Az aminosav-koncentráció megválasztása egy régebbi munkánk (7) megfontolásai alapján történt. Mindegyik esetben 5–5 párhuzamos mérést végeztünk, a táblázatban az áttekinthetőség kedvéért csak a középértékeket tüntettük fel. Az első három aminosavnál a szalicilsavas meghatározással kapott érték olyan nyilvánvalóan eltér a tényleges káliumnitrát tartalomtól, hogy ott matematikai értékelésre nem volt szükség. Az 1-alanin és az 1-glicin esetében t-próbával értékeltük a középértékek különbözőségét, s úgy találtuk, hogy $P = 5\%$ -nál a számított t-érték nagyobb, mint a táblázati, tehát az eltérés szignifikáns. Figyelemre méltó, hogy a többi aminosavval ellentétben az 1-glicin növeli a látszólagos káliumnitrát-tartalmat.

6. Konyhasó hatása a szalicilsavas nitrátmeghatározásra vizes oldatban

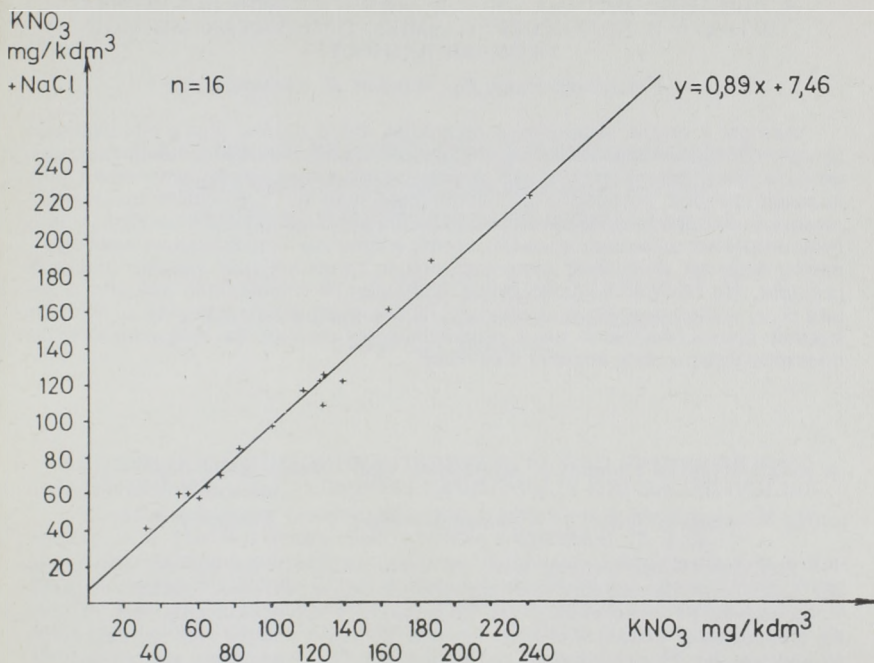
Mint hogy a húsipari termékek mindig tartalmaznak konyhasót, a NaCl-hatást is tanulmányoztuk modelloldatban. 16 oldatpárt készítettünk, 30 mg/dm^3 és 240 mg/dm^3 káliumnitrát koncentráció között. Egy-egy oldatpárban a káliumnitrát mennyisége pontosan azonos volt, de az egyik esetben desztillált víz, a másikban 25 g/dm^3 konyhasó-oldat volt az oldószer. A vizsgálati eredményeket az 7. ábrán levő grafikonon tünteti fel. Az adatok matematikai értékeléséhez a konyhasó nélküli oldatból végzett káliumnitrát-meghatározást választottuk referenciamódszernek (független változó), s a konyhasót tartalmazó oldatokból kapott eredményeket tekintettük függő változónak. Az eredményeket az 1. ábrán látható módon grafikusán ábrázolva, a pontok egyenes körül csoportosulnak. A két adatsor között lineáris összefüggés van, amelyet az $y = 0,89 \times x \times 7,46$ egyenlet ír le. Annak eldöntésére, hogy a két adatsor leírható-e $y = x$ egyenlettel, a Mandel-féle (8) F-próbát végeztük el. A számított F-érték ($P = 5\%$) nagyobb a táblázatnál, tehát a nátriumklorid szignifikáns eltérést okoz ezen modelloldatokban a káliumnitrát meghatározásánál. Ez a szignifikáns eltérés azonban abszolút értékét tekintve nem jelentős.

Az eredmények megbeszélése

Vizsgálatainknál úgy találtuk, hogy sem a felkész- (14) napos érlelési idejű szalámi), sem a készterméknél (vágásérett szalámi, gyulai kolbász) nem lehet a szalicilsavas nitrátmeghatározási módszert alkalmazni, mert az a szabványban előírt kadmiumszlopos eljáráshoz képest a készítményben levő nitrátnak csupán töredék részét mutatja ki. A vágásérett szalámihoz adott káliumnitrát visszanyerési kísérleteiben a hozzátett anyagnak még a felét sem kaptuk vissza.

Annak eldöntésére, hogy egyáltalán szóba jöhet-e a szalicilsavas módszernek valamilyen módosítása, modellkísérleteket végeztünk a káliumnitrátban aminosavak jelenlétében történő meghatározására. Kitént, hogy az aminosavak, amelyek pedig a hosszú érlelésű termékek zamatanyagainak jelentős részét teszik ki, olyan nagy mértékben befolyásolják a nitrátoknak szalicilsavba történő kvantitatív beépülését és a lúgos színreakció kifejlődését, hogy az eljárás a szabad aminosavakat tartalmazó, lassú érlelésű szárászárú nitráttartalmának meghatározásához nem jöhet szóba.

A termékekben levő konyhasó is szignifikánsan befolyásolja a nitroszalicilsavas színreakció kialakulását, ez azonban olyan kis mértékű, hogy az aminosavak



1. ábra

zavaró hatása *mellett nincsen gyakorlati jelentősége*. Elvégzett vizsgálataink megerősítik azt a feltételezést, hogy az érés közben felszabaduló aminosavak már magukban is meghiusítják a szalicilsavas nitrátmeghatározás használhatóságát. Ez a tény annyira egyértelművé teszi a módszer alkalmatlanságát, hogy további, részletesebb összehasonlító vizsgálatok már feleslegesek voltak.

A Selmeci-féle szalicilsavas nitrátmeghatározási eljárás húsipari felhasználásának területét tehát egyelőre csak a „húsvéti” sonkák 200 mg/kg értéket meghaladó szintű nitráttartalmának vizsgálatában látjuk.

IRODALOM

- (1) IARC Publication (N-nitroso-compounds analysis, formation and occurrence) 645, 1980.
- (2) Konzervipari Kézikönyv. Hús- és tartósítóiipari laboratóriumi gyakorlatok. 1951.
- (3) Selmeci Gy. – Aczél A. – Péter Sz.: ÉVIKE 21, 187, 1975.
- (4) Czeglédi-Jankó G.-né: Húsipar, 27, 230, 1978.
- (5) Körmeny L. – Gantner Gy.: Die Fleischwirtschaft, 14, 774, 1962.
- (6) Körmeny L. – Gantner Gy.: Országos Húsipari Kutatóintézet Közleményei, 1, 1, 1962.
- (7) Mihályi V. – Körmeny L.: Journal of Food Technology, 21, 1398, 1967.
- (8) Mandel, J.: The Statistical Analysis of Experimental Data. 1964.

ИСПЫТАНИЕ МЕТОДА ОПРЕДЕЛЕНИЯ САЛИЦИЛОКИСЛОГО НИТРАТА В ДОЛГОСОЗРЕВАЕМЫХ ПРОДУКТАХ МЯСНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Г. Цегледи-Янко, Дь. Михали, Л. Керменди

Авторы в статье занимаются вопросом, что в случае долго созреваемых продуктов мясной промышленности можно ли применять для определения нитрата спектрофотометрический метод основывающегося на нитрации салициловой кислоты, который в случае ветчины является пригодным для определения количества нитрата превышающего 200 мг/кг содержания нитрата калия. Результаты исследований показывают, что в процессе созревания из свободившихся веществ свободные аминокислоты в такой степени мешают цветной реакции, что салицилоксильный метод Шелмеция не подходящий для определения содержания нитрата в продуктах. Применение данного метода в области мясной промышленности пока ограничивается только на информационную проверку содержания нитрата в ветчине.

UNTERSUCHUNG DER NITRATBESTIMMUNGSMETHODE MITTELS SALICYLSÄURE BEI FLEISCHERZEUGNISSEN LANGEN REIFUNG

Czeglédi-Jankó, J. – Mihályi-Kengyel, V. – Körmendy, L.

Ziel dieser Untersuchung war, die Verwendbarkeit der auf der Nitrierung der Salicylsäure beruhenden spektrophotometrischen Nitratbestimmungsmethode – die sich im Fall von Schinken zur Bestimmung von Nitratmengen über 200 mg/kg Kaliumnitrat bewährte – auch bei den mit einer langen Reifung bereiteten Produkten der Fleischindustrie zu bestätigen. Die Ergebnisse zeigten jedoch, dass die Farbenreaktion durch die freien Aminosäuren, die neben anderen Substanzen während der Reifung frei werden, in einem solchen Mass gestört wird, dass die von Selmeci vorgeschlagene Salicylsäuremethode zur Bestimmung des Nitratgehaltes dieser Produkte unbrauchbar wird. Infolgedessen ist dieses Verfahren zur Zeit auf dem Gebiet der Fleischindustrie bloss zur orientierenden Kontrolle des Nitratgehaltes von Schinken beschränkt.

INVESTIGATION OF THE METHOD FOR DETERMINATION OF NITRATE BY SALICYLIC ACID AT MEAT PRODUCT OF LONG RIPENING

Czeglédi-Jankó, J. – Mihályi-Kengyel, V. – Körmendy, L.

The investigation was aimed at proving the suitability of the spectrophotometric method of nitrate determination based on the nitration of salicylic acid – which was found to be suitable for the determination of nitrate amounts over 200 mg/kg in case of hams – also in case of products of the meat industry prepared by long ripening. The results indicated that the free aminoacids which are liberated among other substances during the ripening process interfere with the colour reaction to such an extent that the method proposed by Selmeci is actually unsuitable for the determination of nitrate content in these products. Thus, for the time being, this method can be used in the field of products of the meat industry only for an orientative control of the nitrate content of hams.

Kalcium- és káliummeghatározási módszerek összehasonlítása ideális modell-, illetve hamumintákból készített oldatokban

FÁBRY ZOLTÁN, PERECSENYI ERZSÉBET és
KÁNTOR DEZSŐ

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Debrecen

Érkezett: 1979. december 15.

Radiológiai vizsgálatoknál nagy fontosságú és alapvető feladat a Ca- és K-tartalom meghatározása.

Vizsgálataink során összehasonlítottuk a klasszikus titrimetriás, a lángfotometriás és az atomabszorpciós spektrometriás módszereket. (1, 3, 5).

Elővizsgálataink alkalmával tiszta modelloldatokból határoztuk meg a kalcium és kálium tartalmát. Ennek eredményei egyértelműen bizonyították, hogy ideális rendszerekben a lángfotometria, az atomabszorpciós spektrometria Ca és K meghatározására egyenértékű, ezenkívül Ca esetében a permanganometria is. (1, 2, 4).

Az elővizsgálatok kedvező tapasztalatai alapján az általunk vizsgált és zavaró komponensekkel terhelt eredeti hamumintákból is készítettünk törzsoldatokat, s ezek megfelelő hígítása után vizsgáltuk a különböző maszkírozószerek hatását a mérések pontosságának növelésére. (6, 7).

Vizsgálatainkkal arra kerestünk választ, mennyiben egyeznek az említett módszerekkel kapott eredmények és ezáltal mennyire befolyásolhatják a radiometriai eredményeket.

Anyagok és módszerek

Törzsoldatok hamumintákból: 2–2 g hamut mértünk be sóska, spenót, fejes saláta, takarmány, száraz bab, fekete üröm és nagy csalánból, ill. 1–1 g hamut tej, dohány, halhús és halcsont mintákból. 10 cm³ 5 n HCl és 40 cm³ deszt. víz hozzáadása után forralással föloldottuk, szűrés után 100–100 cm³-re töltöttük föl 1 μ S vezetőképességű ioncserélt vízzel. Ezekből a törzsoldatokból végeztük vizsgálatainkat.

Törzsoldatok maszkírozása:

La-törzsoldat: 3,117 g La/NO₃^{3/3}. 6H₂O/100 cm³ ioncserélt víz

Sr-törzsoldat: 3,238 g Sr/NO₃^{2/2}. 4H₂O/100 cm³ ioncserélt víz

EDTA-törzsoldat: 10 g EDTA/100 cm³ ioncserélt víz

Trietanolamin-oldat: 20 tf %-os

1%-os oxin oldat: abszolút alkoholban oldva (hűtőszekrényben 4–6 napig tárolató).

Törzsoldatok kalibrációs görbéhez:

K-törzsoldat: 1,9067 g p. a. kiszáritott KCl + 10 cm³ n HCl, feltöltve 100 cm³-re ioncserélt vízzel (1,00 g K⁺/100 cm³)

Ca-törzsoldat: 2,4972 g p. a. kiszáritott CaCO₃ + n HCl a só teljes feloldódásáig, majd ioncserélt vízzel 100 cm³-re töltve (1,00 g Ca⁺⁺/100 cm³).

Standard sorozatok lángfotometriához, atomabszorpciós spektrometriához:

100 cm³-es mérőlombikba 500–500 μl La-oldatot mértünk be, majd az alábbiak szerinti Ca- és K- törzsoldatokat adtuk hozzá és 0,1 n HCl-oldattal jelig töltöttük:

	1	2	3	4	5
Ca-oldatból bemérés μl	10	25	50	75	100
K-oldatból bemérés μl	20	50	100	150	200

Atomabszorpciós spektrometria:

Zavaró hatások:

- alkáliföldfémek esetében jellemző a foszfát ion zavaró hatása
- sok fémsó jelenlétében a porlasztás stabilitása csökken
- levegő-acetilén lángban hőálló oxidképződés lehet Al-, Be-, P-, Si-, Ti- tartalmú minták feldolgozásánál.

Fokozottabb zavaró hatásra akkor számíthatunk, ha a zavaró elem nagyobb mennyiségű, mint a kalcium. Maszkírozásra La⁺⁺⁺ v. Sr⁺⁺-sók, ill. fehérjeteralom esetén EDTA, ill. célszerűbb annak diammonium sóját használni.

Hamuminták törzsoldataiból mérőlombikokba bemértünk MLA pipettákkal 4 × 100–100 μl-t, ezekhez rendre hozzáadtunk 500–500 μl EDTA, La/NO₂/₃. Sr/NO₂/₂ törzsoldatokat, majd 0,1 n HCl-oldattal 50–50 cm³ végtérfogatra töltöttük.

Így minden hamumintából 4–4 fajta oldat készült.

Kódolás és koncentrációk az 1. és 2. táblázathoz

Oldat kódja	Törzsoldat bemérés	Maszkírozás	Végtérfogat
1	100 μl	∅	50 cm ³
E	100 μl	1000 ppm EDTA	50 cm ³
L	100 μl	100 ppm La	50 cm ³
Sr	100 μl	100 ppm Sr	50 cm ³

	Ca-nál (abszorpcióban)	K-nál (emisszióban)
γ nm	422,7	766,5
Levegő l/h	480	460
Acetilén l/h	70	54
Rés mm	0,03	1,0
Erősítés	2 és 5	9 és 5
Skálanyújtás	5×	–

Lángfotometria:

Zavaró hatások

- acetilén-levegő lánghőmérsékletén alkáliföldfém-halogenidek képződésével lehet számolni (hőálló vegyületek),
- alkáli földfémek hőálló oxidokat, szulfátokat és foszfátokat is képeznek, ezek az anionok intenzitáscsökkentő hatásúak.

Maszkírozásra lantan-klorid v. nitrát, ill. EDTA diammoniumsója használatos. Mintaelőkészítés és standard oldatok készítése ua. mint atomabszorpciós spektrometriánál.

Mérőműszer: Flapho-4 Zeiss lángfotometer

Mérési paraméterek:

	Ca-nál	K-nál
Interferencia szűrő	Ca – 62	K – 76
γ nm	621 + 3	767 + 4
Félférték szélesség nm	7 – 11	8 – 12
Levegő l/h		270
Acetilén l/h		54
Erősítés		6

Komplexometria:

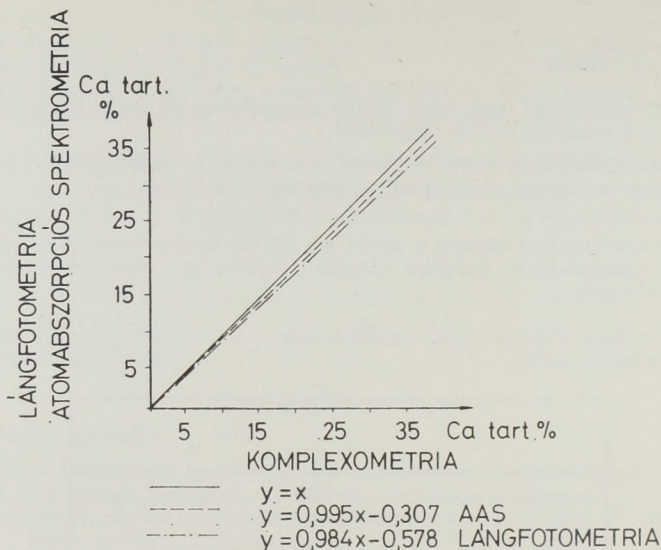
Zavaró hatások

- Cu és Zn zavaró hatását (gabonaféléknél lehetséges) KCN-al maszkírozzuk,
- Mg zavaró hatását oxin (8 hidroxi kinolin) adagolással küszöböljük ki, bár itt arra kell ügyelni, hogy hígítással kb. 4 mg Ca^{++} (100 cm³ koncentrációig le kell menni, mivel töményebb Ca^{++} tartalom esetében a Ca-oxin is leválik,
- Fe(III.), Al, Mg maszkírozása trietanolaminnal történik.

Hamuminták törzsoldataiból $3 \times 2 - 2$ cm³-t mértünk be. Ehhez adtunk 4 cm³ 1:4 CH₃COOH-t és 3 cm³ telített ammónium-oxalátot, 5–6 csepp metilvörös indikátort, s átmeneti színre állítottuk be 1:4 CH₃COOH és 1:2 NH₄OH oldattal. Egy éjszakai állás után leszivattuk a felülúszót, 2–3 cm³ 1:4 HNO₃-al oldottuk a csapadékot, s kb. 100 cm³-re töltöttük ioncserélt vízzel. Ehhez 5 cm³ 20%-os trietanolamint, 10 cm³ 10%-os N₂O₄-ot, kb. 0,5 g KCN-ot, szilárd hígítású murexidmetilénkék indikátort, 2 cm³ 1%-os oxin oldatot adtunk, s maradandó kék színig titráltuk 0,01 m EDTA oldattal. (2 táblázat)

Eredmények:

Vizsgálati eredményeinket az 1–2. táblázatban ismertetjük. A módszerek közötti összefüggést az 1. és 2. ábra szemlélteti.



MASZKIROZÁS - LÁNGFOTOMETRIÁNÁL La^{+++}
 -ATOMABSZORPCIÓS
 SPEKTROMETRIÁNÁL Sr^{++}

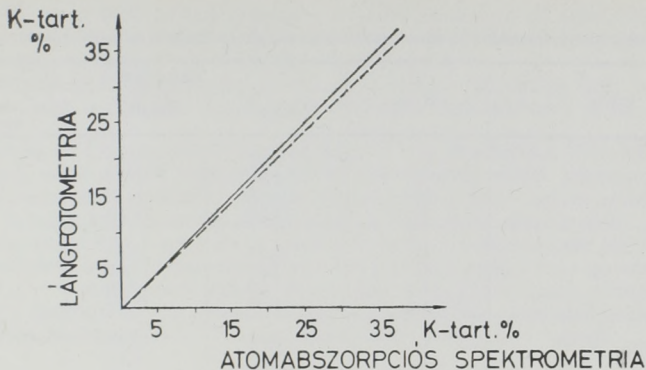
1. dbra

Összefüggés atomabszorpciós spektrometriás és lángfotometriás „K” meghatározás között

1. táblázat

K-tartalom alakulása hamumintákban két különböző módszerrel meghatározáva

Minta	Kód	K-tartalom %		Minta	Kód	K-tartalom %	
Sóska		<i>AAS-1</i>	<i>Flapho-4</i>	Dohány		<i>AAS-1</i>	<i>Flapho-4</i>
	I	26,05	25,70		I	18,95	15,05
	E	34,75	48,10		E	22,60	34,40
	L	27,10	27,23		L	19,45	18,15
	Sr	27,38	34,20		Sr	18,95	22,00
Spenót				Száras bab			
	I	26,30	23,75		I	29,48	26,47
	E	34,75	46,55		E	32,38	48,87
	L	26,33	26,07		L	30,00	29,55
	Sr	26,85	33,42		Sr	30,00	32,25
Fejessaláta				Halhús			
	I	32,88	32,65		I	28,40	22,80
	E	36,58	52,75		E	33,70	59,90
	L	33,70	34,37		L	28,00	28,20
	Sr	34,24	41,25		Sr	29,45	39,95



— $y = x$

- - - $y = 0,992x - 0,73$

MASZKIROZÁS - LÁNGFOTOMETRIÁNÁL La^{+++}
 - ATOMABSORPCIÓS
 SPEKTROMETRIÁNÁL Sr^{++}

2. ábra

Összefüggés komplexometriás, lángfotometriás és atomabszorpciós spektrometriás „Ca” meghatározás között

1. táblázat folytatása

Minta	Kód	K-tartalom %		Minta	Kód	K-tartalom	
Tej	I	18,40	17,40	Fekete üröm	I	27,00	24,93
	E	31,05	42,00		F	36,50	47,72
	L	19,00	18,15		L	27,38	26,85
	Sr	19,00	28,40		Sr	27,38	29,55
Takarmány	I	18,68	17,20	Nagy csalán	I	15,25	13,32
	E	20,78	31,10		E	18,43	28,77
	L	18,95	18,35		L	15,25	15,25
	Sr	18,68	21,05		Sr	15,53	17,57

Az adatok 3-3 párhuzamos mérés átlagai

- I = maszkírozás nélkül
- E = EDTA maszkírozás
- L = La^{+++} maszkírozás
- Sr = Sr^{++} maszkírozás

Értékelés

A komplexometriás, az emissziós lángfotometriás és az atomabszorpciós spektrometriás módszerrel meghatározott Ca-tartalmak matematikai feldolgozása egyszempontos variancia analízissel történt, melyben a számítással kapott F ér-

Ca-tartalom alakulása hamumintákban három eltérő módszerrel meghatározva

Minta	Kód	Ca-tartalom %		
		AAS-1	Flapho-4	Komplexo- metria
Sóska	I	3,83	5,17	6,13
	E	4,98	6,67	
	L	6,13	5,43	
	Sr	5,55	18,80	
Spénót	I	3,83	3,90	4,75
	E	3,83	5,68	
	L	4,38	4,15	
	Sr	4,38	18,05	
Fejessaláta	I	6,68	7,70	8,50
	E	7,83	9,73	
	L	8,40	7,95	
	Sr	8,40	19,33	
Tej	I	13,35	14,90	15,75
	E	13,35	17,90	
	L	15,65	14,90	
	Sr	15,65	39,15	
Takarmány	I	6,13	6,43	7,38
	E	6,68	7,70	
	L	7,25	6,95	
	Sr	7,25	17,80	
Dohány	I	12,35	12,85	15,00
	E	13,35	16,40	
	L	14,50	13,90	
	Sr	14,50	38,20	
Száras bab	I	3,25	3,65	4,75
	E	3,83	5,43	
	L	4,40	4,43	
	Sr	4,68	16,57	
Halcsonat	I	31,70	32,55	35,25
	E	32,85	38,15	
	L	34,00	34,10	
	Sr	35,10	54,95	
Halhús	I	3,05	2,25	5,00
	E	3,05	5,80	
	L	5,35	3,75	
	Sr	4,20	30,55	
Fekete üröm	I	5,55	6,18	7,38
	E	6,68	7,95	
	L	6,68	6,68	
	Sr	7,25	17,80	
Nagy csalán	I	14,13	14,00	15,38
	E	14,70	16,53	
	L	15,28	14,78	
	Sr	15,28	23,88	

téke „1,37”. Ez a táblázatban megadott elméleti értékeknél (3 fajta kezelés 33 elem; $F = 3,32$) kisebb, tehát a három módszer között nincs kimutatható különbség, vagyis egymással jó közelítésben egyenrangúak.

A számszerű eredmények és grafikus ábrázolás azt bizonyítja, hogy a komplexometria adja a látszólag legnagyobb értékeket, legkisebbeket pedig a lángfotometria.

Emissziós lángfotometriánál célszerű a La^{+++} -os maszkírozás (50 – 100 ppm), mivel ennek nincs zavaró fényhatása Ca-62 interferencia szűrő alkalmazásakor.

Atomabszorpciós spektrometriánál ajánlatosabb a Sr^{++} alkalmazása, mivel a La-sók nehezen beszerezhetők, maszkírozó hatásuk pedig egyenértékű.

Itt jegyezzük meg, hogy a La^{+++} -sók igen gyakran tartalmaznak Mg- és Ca-ot is. Ezért célszerű a lángfotometriánál használt standard sorhoz is az azonos mennyiségű La^{+++} maszkírozó oldatot hozzáadni. K-meghatározása atomabszorpcióval vagy lángfotometriás módszerrel nem ad szignifikáns különbséget, ha maszkírozás atomabszorpciónál Sr^{++} , lángfotometriánál pedig La^{+++} -oldat.

I R O D A L O M

- (1) Erdy L. Bevezetés a kémiai analízisbe. Térfogatos analízis. Tankönyvkiadó Bp. 1966.
- (2) Erdy L., Mázor L.: Analitikai kézikönyv. Műszaki Könyvkiadó Bp. 1974.
- (3) Pungor E.: A lángfotometria elméleti alapjai Akadémiai Kiadó Bp. 1962.
- (4) Sajó I.: Komplexometria Műszaki Könyvkiadó Bp. 1962.
- (5) Price W. J.: Atomabszorpciós spektrometria. Műszaki Könyvkiadó Bp. 1977.
- (6) Borusné Bőszőrményi N.: ÉVIKE 20, 97, 1974.
- (7) Borusné Bőszőrményi N.: ÉVIKE 22, 93, 1976.

СОПОСТАВЛЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАЛЬЦИЯ И КАЛИЯ В РАСТВОРАХ ПРИГОТОВЛЕННЫХ ИЗ ИДЕАЛЬНЫХ МОДЕЛЬНЫХ ОБРАЗЦОВ И ОБРАЗЦОВ ЗОЛЫ

З. Фабри, Е. Перечни, Д. Кантор

Исследованием радиологических образцов проводили чрезвычайно важную задачу, а именно определение содержания кальция и калия. Авторы установили, что для определения кальция применяемые комплексометрические и атомноабсорбционные спектрофотометрические методы являются однозначным, в то же время результаты полученные пламенфотометрическим методом при соответствующей маскировке, по сравнению двух предыдущих методов, в случае применения анализа вариации не показывают никакой разницы.

Для их определения хорошо применима как атомноабсорбционная спектрометрия так и пламенфотометрия применением маскирующих веществ.

VERGLEICH DER BESTIMMUNGSMETHODEN VON CALCIUM UND KALIUM IN VON AUS IDEALEN MODELL- BZW. ASCHENMUSTERN BEREITETEN LÖSUNGEN

Z. Fábry, E. Percsényi und D. Kántor

Bei der Untersuchung von radiologischen Mustern ist die Bestimmung des Calcium- und Kaliumgehaltes eine besonders wichtige und grundlegende Aufgabe. Bei den virliegenden Untersuchungen wurde bestätigt, dass bei der Bestimmung von Calcium die Komplexometrie und Atomabsorptionsspektrometrie gleichwertige Methoden darstellen bzw. sogar die mit der flammenphotometrischen Methode erhaltenen Ergebnisse – falls eine entsprechende Maskierung angewendet wird – keine bestimmbare Unterschiede von beiden oben genannten Methoden aufweisen, wenn eine Varianzanalyse von einer Hinsicht zur Verwendung kommt. Zur Bestimmung des Kaliums sind bei Anwendung der angegebenen Maskierungsmittel sowohl die Atomabsorptionsspektrometrie, wie auch die Flammenphotometrie gleicherweise anwendbar.

COMPARISON OF THE METHODS FOR THE DETERMINATION OF CALCIUM AND POTASSIUM IN SOLUTIONS PREPARED FROM IDEAL MODEL AND ASH SAMPLES, RESPECTIVELY

Z. Fábry, E. Percsényi und D. Kántor

On analyzing radiological samples the determination of the calcium and potassium content is an important and fundamental task. In the course of investigations it was found that for the determination of calcium complexometry and atomic absorption spectrometry quite equivalent methods are, moreover, on applying an adequate masking, even the results obtained by the flame photometric method do not show deetectable differences from the data afforded by the above mentioned both methods when the one-aspect variance analysis is applied. For the determination of potassium both the atomic absorption spectrometry and the flame photometry can be equally well used, on applying the described masking agents.

Az aminosav-analízis hibaforrásainak vizsgálata

I. Az analízisfolyamat hibái

ZSIGMOND ATTILA – BÉKÉS FERENC – UNGÁR ERIKA
Budapesti Műszaki Egyetem Biokémiai és Élelmiszertechnológiai Tanszék

Érkezett: 1981. április 3.

Bevezetés

Az első automatikus aminosav-analizátor megépítése óta eltelt több mint két évtized során a folyadékkromatográfia általános fejlődése, valamint az aminosavak ioncserélő kromatográfiai elválasztásának optimalizálása érdekében végzett intenzív kutatómunka eredményeképpen olyan nagy hatékonyságú módszereket dolgoztak ki, amelyek segítségével az eredeti elválasztási időt és a kimutatható aminosav mennyiségeket nagyságrendekkel sikerült csökkenteni.

E jelentős fejlődés ellenére az aminosav-analízis pontosságát nem sikerült jelentősen növelni és a nemzetközi összehasonlító vizsgálatok tanúsága szerint az eljárás tényleges pontossága a gyakorlatban sohasem éri el minden aminosavra a gyártó művek által megadott 2–5% közötti értékeket. Mivel a nagy értéket képviselő aminosav-analizátorok hatékony működése népgazdasági szempontból is fontos, indokoltnak tartottuk, hogy megvizsgáljuk, melyek azok a tényezők, amelyek az analízisfolyamat hibáit, illetve pontatlanságait okozzák. Azokkal a hibákkal kívánunk elsősorban foglalkozni, amelyek az értékelést megnehezítik, vagy bizonytalanná teszik, vizsgáljuk azokat a hatásokat, amelyek a felbontó képesség romlását, a csúcsalak torzulását okozzák, az analízisfolyamat reprodukálhatóságát, illetve a jel – zaj viszonyt rontják. Nem foglalkozunk gépi – mechanikai, vagy elektronikus jellegű – hibákkal, amelyek az aminosav-analizátor normális működését lehetetlenné teszik, valamint a kromatográfiai körülmények helytelen megválasztásából eredő hibákkal (feloldás hiánya, csúcsok egybeesése stb.), inkább azokra a hibalehetőségekre kívánjuk felhívni a figyelmet, amelyek jól működő készülék és helyesen megválasztott kromatográfiai körülmények mellett is problémákat okozhatnak.

Az aminosav-analízisnél fellépő hibákat többféle szempontból csoportosítjuk. Jellegük szerint vannak objektív és szubjektív hibák, eredetük szerint gépi (mechanikus, hidraulikus, elektromos vagy elektronikus), kémiai eredetű, valamint helytelen kezeléssel fakadó hibákat különböztethetünk meg.

Az elemzés időbeli lefolyása szerint a minta-előkészítésből fakadó, a kromatográfiai elemzésből – és a kromatogram értékeléséből eredő hibákat különböztethetünk meg.

A KISZ KB Értelmisségi Fiatalok Tanácsa, a MTA Tudományszervezési Csoportja és a KÉKI KISZ Szervezete rendezésében 1980. november 17-én elhangzott előadás átdolgozott és kibővített változata.

Jelen cikkünkben nem foglalkozunk a minta-előkészítés által okozott hibákkal, tehát azzal a problémakörrel, hogy az analízisre kerülő minta aminosav összetétele mennyiben felel meg az eredeti mintáénak, milyen veszteségek lépnek fel az előkészítő műveletek során. A tulajdonképpeni analízisfolyamattal kapcsolatos hibák, illetve hibaforrások ismertetésénél az aminosav-analizátor szerkezeti felépítését vesszük alapul. (Lásd: 1. ábra.) Az egyes hibajelenségeket saját gyakorlatunkból vett kromatogramrészletekkel illusztráljuk.

Az elválasztó rész hibái

Az elválasztó rész hibáinak ismertetésekor a mintabemérés, az ioncserélő gyanta oszlop, az elválasztáshoz használt pufferek, illetve a minta összetétele, valamint az áramlást megvalósító szivattyúk tökéletlen működése által okozott problémákat mutatjuk be.

A mintabemérés hibája

A vizsgálandó aminosavminta bemérése kézi úton, félautomatikus vagy automatikus mintabemérők segítségével történhet.

A kézi mintabemérést olcsóbb készülékeken még ma is elterjedten használják: a kromatográfias oszlop tetejét leszerelve a mintát kalibrált pipetta vagy precíziós fecskendő segítségével a gyantaoszlop tetejére rétegezik, majd ún. bemosó pufferral (\sim pH 2) legtöbbször nitrogén nyomással, többszöri utánöblítéssel megkötik az ioncserélő gyantán. Az eljárás bonyolultsága miatt viszonylag sok hiba forrása lehet, begyakorlott kezelő személyzetet igényel.

Igen elterjedtek a kézi mintabemérő csapok is. Működésük lényege az, hogy valamilyen reprodukálható kalibrált térfogatú üvegbe, vagy kapillárisba bevitt folyadék mennyiséget manuális beavatkozással juttatunk a folyadékútba. Sokféle változatban kaphatók.

A fél- és teljesen automata mintabemérők elsősorban kényelmi megoldásokban különböznek egymástól. A minták tárolására két, elvileg különböző módszert dolgoztak ki.

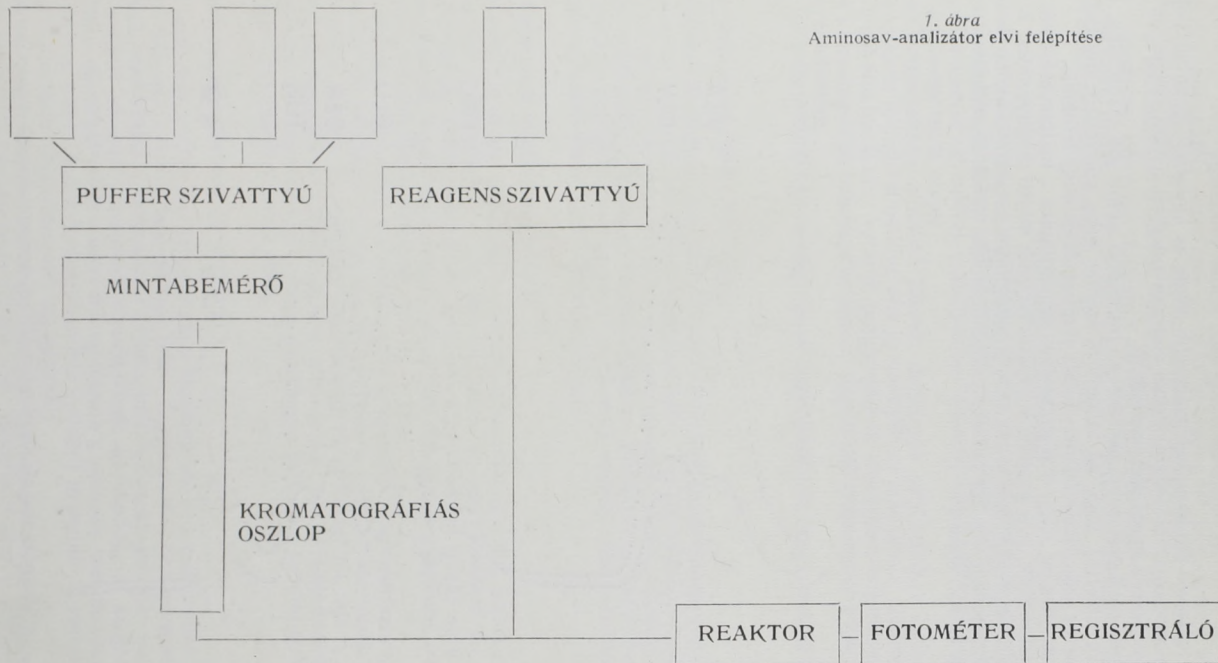
A folyadék alakban történő tárolás során a mintákat általában üveg, vagy műanyag kapillárisokban, hűtve tárolják a beadagolásig. A minta térfogata bemérési rendellenességek vagy csepegések miatt változhat, nem kellő átszivtatás esetén a minta felhigulhat. További problémát okoz a tárolás alatti bomlás, ami még hűtés mellett is jelentős lehet.

Az ioncserélő gyantaoszlopon történő mintatárolás elve az, hogy a mintát az ioncserélő oszlopon megkötve (rendszerint hűtve) tárolják az analízis megkezdéséig. Az ioncserélőn kötött aminosavak stabilitása általában jobb, mint a folyadék állapotban. Az eljárás további előnye az, hogy a minták bizonyos mértékű előtisztítását is lehetővé teszi, azok a szennyező komponensek ugyanis, amelyek az elválasztó oszlopon irreverzibilisen megkötődve annak eltömődését, illetve elválasztóképességének romlását okozzák, már a mintatároló ioncserélőn megkötődnek.

Az aminosav-analízisben rendkívül szerencsésnek mondható az a körülmény, hogy a minta savanyú kémhatásának hatására a benne található aminosavak az ioncserélő gyantaoszlop tetején, kis térfogatban megkötődnek, emiatt ugyanis nem lép fel a mintabemérők konstrukciójában sok bonyodalmat okozó zónaszélesedés. (Jellemző példa erre, hogy a különböző pufferekkel elsőnek eluálódó aminosavakat – pl. ciszteinsav, valin, hisztidin – tartalmazó eluátumok összterfogata a mintáénál kisebb is lehet.)

5* PUFFEREK

REAGENS(EK)



1. ábra
Aminosav-analizátor elvi felépítése

5 ELVÁLASZTÓ RÉSZ

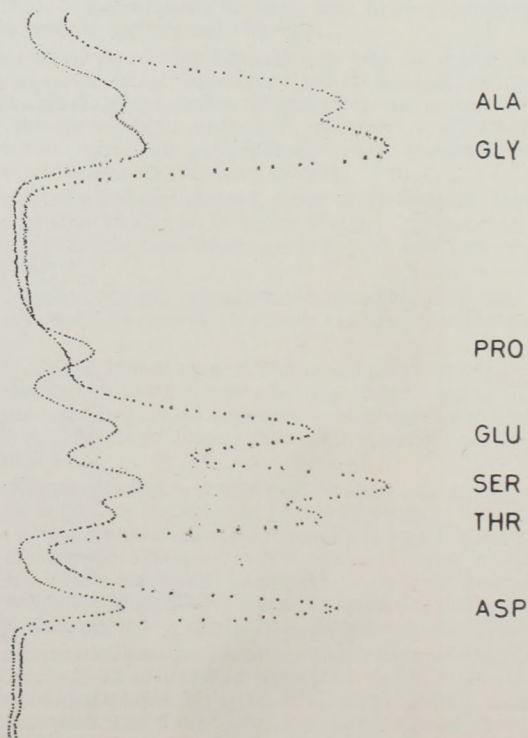
DETEKTÁLÓ RÉSZ

Az ioncserélő oszlop által okozott problémák

Az elválasztó rendszer leglényegesebb eleme az ioncserélő gyantaoszlop. Töltésként manapság szinte kizárólagosan aminosav-analízis céljára kifejlesztett szférikus kationcserélő gyantákat használnak.

Az ioncserélő oszlop hibaforrásként leginkább akkor jön számításba, ha töltése rosszul sikerült, vagy ha különböző szerves vagy szervetlen anyagok megkötése, illetve mikrobiális fertőzés miatt elválasztóképessége leromlik.

Annak ellenére, hogy a penészesedés meggátlására a konzerválószeres széles skáláját javasolták, elég gyakori a gombás fertőzés miatti szennyeződés. Emellett az oszlopon megkötődő humin anyagok és nehézfémek hatására az oszlop elválasztóképessége, a jel-zaj viszony romlik, a csúcsok alakja torzul. Ilyen kromatogramot mutatunk be a 2. ábrán.



2. ábra

Csökent elválasztóképességű oszlopon végzett aminosav-elválasztás kromatogramja

Az elszennyeződött ioncserélő gyantát az oszlopból kinyomatva, különböző kezelésekkel regenerálhatjuk. A szerves szennyeződésekét lúgos főzessel vagy ásványi savas kezeléssel távolítják el, a nehézfémek megkötéséhez alkalmas komplexképzőt adagolnak. Lényeges a gyanta elaprózódásából eredő finom frakció eltávolítása is, mivel már kis mennyisége is az oszlop hidraulikus ellenállásának jelentős növekedését eredményezheti.

A folyadékszállítás hibái

A folyadékszállítást végző elemek minden oszlopkromatográfiai módszernél kulcsfontosságúak, hibátlan működésük az, eluáló pufferek és a detektáláshoz szükséges reagensek egyenletes, szabályozható áramoltatása az aminosav-analizátor funkcióképességének is alapja.

Legáltalánosabban állítható löketű, dugattyús szivattyúkat használnak e célra, a modern folyadékkromatográfia gyakorlatában már bevált, különböző szabályozókkal elektronikusan vezérelt pumpatípusok elterjedése e területen is várható. A kromatográfiai felhasználás szempontjából döntő szempont a folyadékszállítás egyenletessége.

A folyadékszállításban megfigyelhető instabilitásokat négy alaptípusba sorolhatjuk:

a) *Nagyfrekvenciás zajok (flow noise)*

Jellemzőjük, hogy az áramlásban beálló változások periódusideje kicsi, a detektálандó csúcs szélességéhez képest elhanyagolható. Tipikus példa az ilyen zajra a dugattyús szivattyúk pulzálása által okozott nyomás-, illetve áramlási sebességváltozás. A retenciós időre, illetve a csúcs területre gyakorolt hatásuk általában elhanyagolható, a detektálásnál azonban az alapzajt növelik. Kiküszöbölésük csak költséges csillapító tagok beépítésével lehetséges.

b) *Kisfrekvenciás zajok (flow wander)*

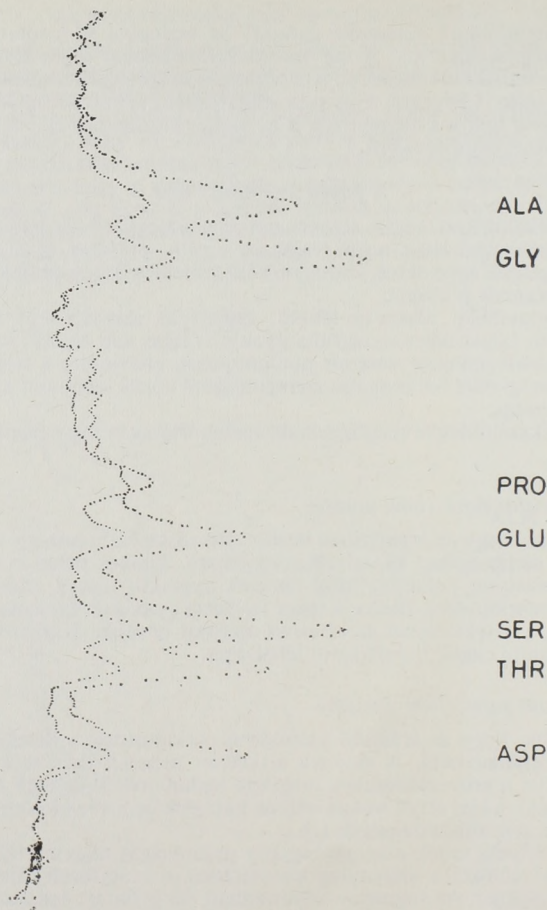
Jellemzőjük, hogy az áramlási változások periódusideje a detektálандó csúcs szélességével összemérhető. A zaj oka általában nehezen deríthető fel, többféle hatás okozhatja: a csővezetékben megbújó légbuborékok, lebegő apró szennyeződések, amelyek a szivattyú volumetrikus hatásfokának ingadozását eredményezik, enyhe, instabil tömítetlenségek stb.

A kisfrekvenciás zajok a kromatográfia pontosságát nagymértékben rontják. A retenciós idő változása viszonylag kis mértékű, a csúcsterület hibája azonban katasztrófális is lehet. Az aminosav-analitikában ezt a hatást fokozza az, hogy az áramlási zaj hatására a reaktorban való tartózkodási idő is megváltozik, emiatt nagymértékű az alapvonal-ingadozás is. Szélsőséges esetben a kromatogram egyáltalán nem értékelhető (Lásd 3. ábra).

c) *Lassú áramlásváltozások (flow drift)*

A lassú, folyamatos áramlásváltozás a retenciós idő és a csúcsterület megváltozása miatt igen jelentős hiba forrása lehet. Leggyakoribb oka a különböző hőmérsékleti instabilitások (környezeti hőmérséklet változása, pumpán belüli melegedés) mellett az oszlop áramlási ellenállásának növekedése. A megnövekedett hidraulikus ellenállás miatt a nagyobb nyomáson a pumpák volumetrikus hatásfoka csökken, kisebb lesz a folyadékszállítás (kivételt képeznek az elektronikusan szabályozott állandó folyadékszállítású pumpák).

Az aminosav-analízis gyakorlatában azért különös jelentőségű ez a zajtípus, mert az ioncserélő gyantaoszlop töltete nem tekinthető merev gömbökből álló



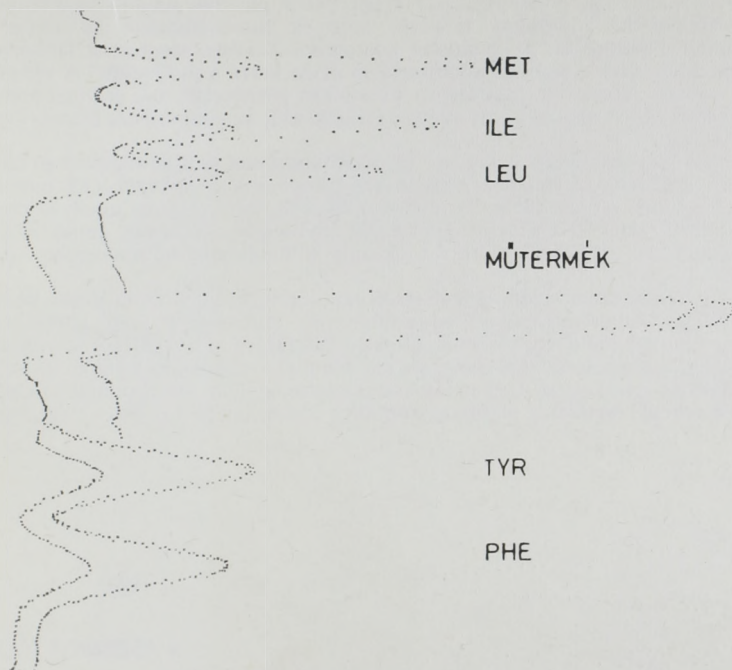
3. ábra
Kisfrekvenciás zajok hatására torzult kromatogram

halmaznak (ún. kemény gél típusú), az oszlopra ható nyomás következtében – típustól függő mértékben – lassan összenyomódik, áramlási ellenállása folyamatosan nő.

Mindezen változások megelőzésének első lépése az áramlási sebességek minél gyakoribb ellenőrzése. A kromatografálást még akkor is célszerű hosszabb ideje stabilizálódott rendszerben kezdeni, ha ez látszólag idő- és anyagvesztéseget okoz.

d) Időszakos folyadékszállítás kimaradás

A folyadékszállítás időszakos kimaradását leggyakrabban a szivattyúba pufferváltáskor beszívódó levegő okozza. A kromatografálás ilyenkor a legtöbb



4. ábra
Puffer kimaradás hatására keletkezett műtermék „csúcs”

esetben megszakad, gyakran előfordul azonban olyan eset is, ha a buborék kicsi, hogy az áramlás helyreáll. Ilyenkor a kromatogramon érdekes, csúcsszerű műterméket találunk (lásd 4. ábra). A puffer kimaradásakor ugyanis csak a ninhidrin áramlik a reaktorba és a fotométerbe, a lassabb áramlás miatt hosszabb a tartózkodási idő, a reagens színe sötétedik. Hasonló okokból a reagens szállításának kimaradása esetén negatív csúcs jelentkezik. A műtermék csúcsok a manuális értékelésnél viszonylag könnyen kiszűrhetők, zavarokat csak az automatizált adatfeldolgozásnál okoznak. A folyadékszállítás kimaradás ugyanakkor a kromatografálás további részében is zavarokat okozhat, az előre beállított pufferváltási időpontok eltolódása miatt.

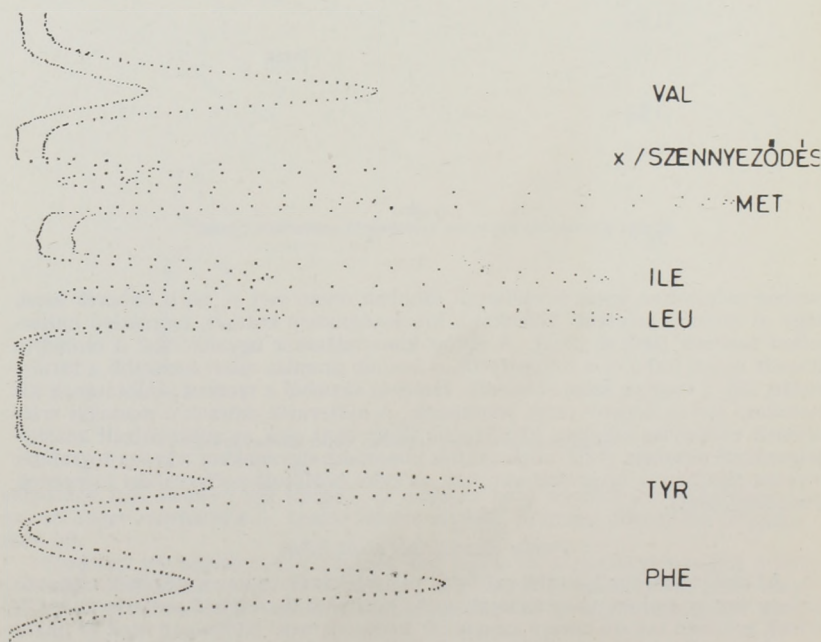
Puffer összetételből eredő hibák

Az elválasztáshoz használt pufferek pH értékének és ionerősségének alapvető szerepe van az aminosavak elúciójában. Az optimális összetételű pufferbe is kerülhetnek azonban zavaró hatású szennyező komponensek. Különösen azok az anyagok jelentenek problémát, amelyek az oszlopról eluálódva ninhidrinnel színes terméket képeznek és a koncentrációtól függően alapvonal ingadozásként vagy műtermék csúcsként jelentkeznek. Ezek az anyagok nem szükségszerűen aminocsoportot tartalmazó vegyületek, a detektálás körülményei miatt szénhidrátok, fenolos ve-

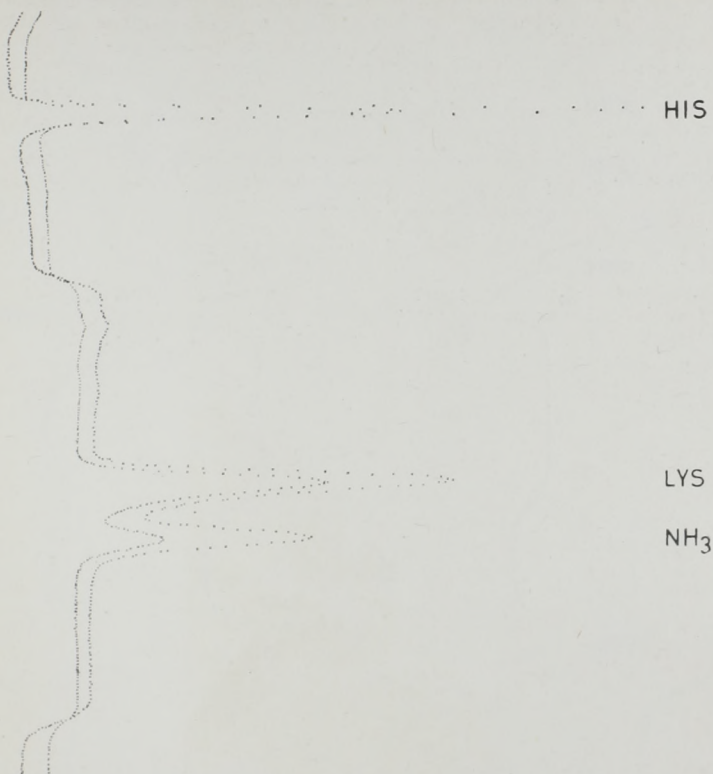
gyületek is adhatnak pozitív reakciót. Magas pH-jú pufferek alkalmazásakor olyan ninhidrin-pozitív anyagokat találtak, amelyek bizonyíthatóan az ioncserélő gyantából oldódtak ki. A szennyező komponensek zöme azonban a felhasznált reagensekből, illetve emberi kontamináció útján kerül a pufferekbe. A szennyezések zavaró hatása mikroanalízisnél fokozottan jelentkezik, sok esetben ezek és nem a készülékek műszaki paraméterei szabják meg az aminosavak kimutathatósági határát.

Saját gyakorlatunkban néhány tétel citromsavban és thio-diglikolban találtunk zavaró szennyeződések. A szennyező komponens az első (pH 3,25) pufferrel nem eluálódott, a második pufferre (pH 4,25) váltáskor azonban uszályos csúcsként jelentkezett. Retenciós idejénél fogva egybeesett a valinnal, annak értékét megnövelte és alapvonal változást okozott a methionin környezetében (lásd 5. ábra).

A pufferek szennyezettségéből eredő problémák közül a mindennapi kromatográfiás gyakorlat számára legfontosabb az ún. ammónia – plátó jelensége. A savanyú pufferekbe a reagensekből, illetve a laboratórium levegőjéből (dohányzás, nyílt láng, ammóniás oldatok) bekerülő ammónia az ioncserélő gyantán megkötődik és a bázikus aminosavak tartományában kisebb-nagyobb váll formájában eluálódik. Szerencsés esetben a plátó szimmetrikus alakú, teteje vízszintes, így a rajta



5. ábra
Ismeretlen szennyező komponens eluációja

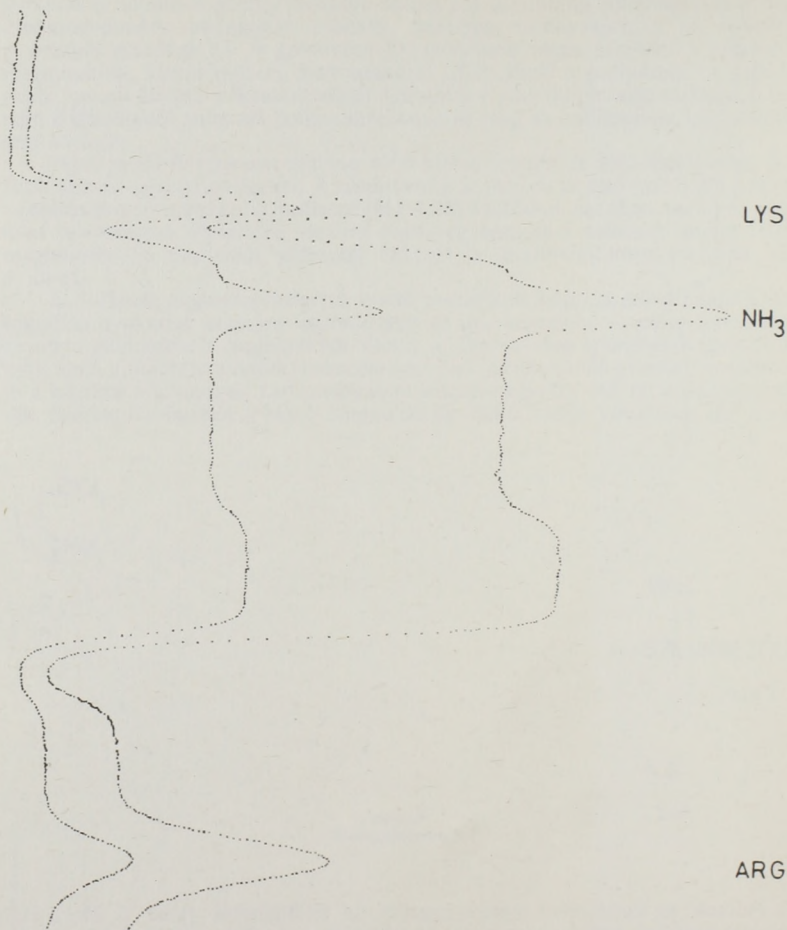


6. ábra
Ammónia plátó

ülő csúcsok, ha korlátozott pontossággal is, de értékelhetők (lásd 6. ábra). Ha a savanyú pufferek ammónia szennyezettsége eltérő mértékű, a plátó alakja eltorzul, ugyanez áll elő akkor is, ha a plátót eluáló puffer pH-ja túl magas. Különös problémát jelent, ha valamelyik csúc a plátó fel- vagy leszálló ágára esik (lásd 7. ábra), ilyenkor az értékelés általában lehetetlenné válik.

A bázikus puffer(ek) ammónia szennyezettsége is érzeteti hatását a kromatogramokon. Az ammónia az ioncserélő oszlopon először megkötődik, majd a frontális kromatográfia elveinek megfelelően áttör, megjelenik az effluensben, emiatt az alapvonal eltolódik. Ez a jelenség általában az arginin környékén látható (8. ábra).

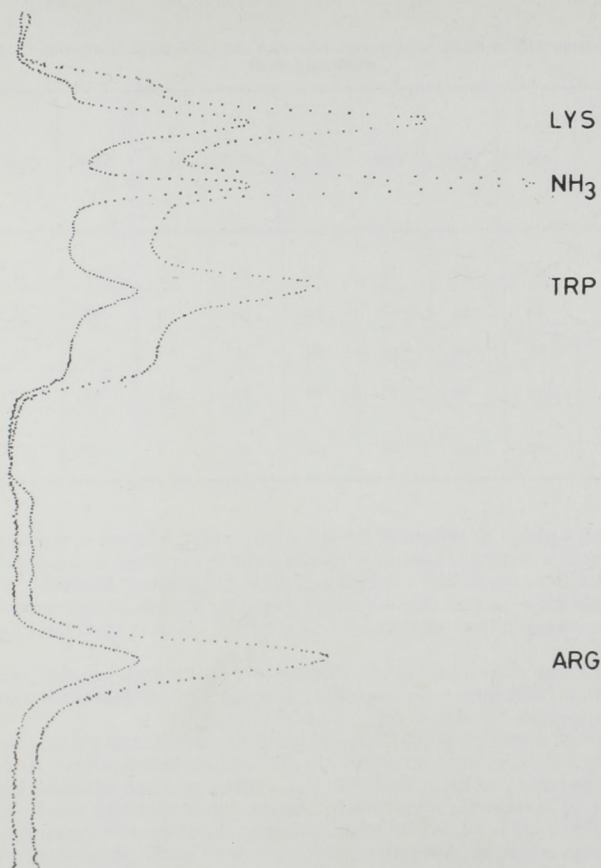
Az ammónia-szennyeződés elleni védekezés két irányú: egyrészt a külső ammónia szennyezés ellen különféle savas csapdák lehet védekezni, a reagensekből az oldatokba kerülő ammóniát pedig általában az elválasztó rész elé iktatott ioncserélő oszlopon kötik meg. E célra vagy speciális, nagy kapacitású ammóniaszelek-



7. ábra
Az ammónia plátó felszálló ágára eső csúcsot nem lehet értékelni

tív gyantákat használnak, vagy az oszlopot a savas pufferek átáramoltatása után kiiktatják a rendszerből és külön regenerálják.

A pufferek által okozott problémák között meg kell még említeni azt a jelenséget, hogy a citromsav lassú disszociációja miatt az összemérés után a pufferek pH-ja lassan változhat. E hatás a gyakorlatban legtöbbször úgy jelentkezik, hogy a készítés napján kipróbált pufferrel a rákövetkező napon nem lehet jó elválasztást elérni. Célszerű emiatt a puffereket a használatbavétel előtt 1–2 nappal elkészíteni.



8. ábra
Ammónia áttörés a bázikus tartományban

A minta összetétele által okozott hibák

Gyakran előfordul, hogy a minta kémhatása vagy koncentrációja az optimálistól eltér, vagy, hogy a minta olyan anyagokat tartalmaz, amelyek az aminosavak normális elválasztását zavarják, vagy azokkal együtt eluálódva irreális eredményeket okoznak.

A minták felvételét legtöbbször pH 2 körüli pufferrel végzik, ez biztosítja ugyanis az aminosavaknak az ioncserélő gyantához való optimális kötődését, ugyanakkor nem okoz túl nagy változást az első eluáló puffer kémhatásában sem.

A minta pH-jának gyakorlatilag csak az első pufferrel eluálódó aminosavakra van hatása. Néhány ide vonatkozó kísérlet eredményeit az 1. táblázatban mutatjuk be.

Savas tartományban eluálódó aminosavak retenciósi idői különböző mintafelvívő pufferek alkalmazásával

retenciósi idő (perc) / felvívő puffer	ASP	THR	SER	GLU	PRO	GLY	ALA	CYS	VAL
pH 2,2 citrát puffer	40	48	51	57	62	77	81	91	103
0,5 N HCl	46	53	55	60	65	79	83	91	104
1 N HCl	53	59	61	65	70	83	87	93	106
2 N HCl	70	74	75	79	83	93	99	105	118
pH 3,2 citrát puffer	37	45	48	53	59	74	77	85	98

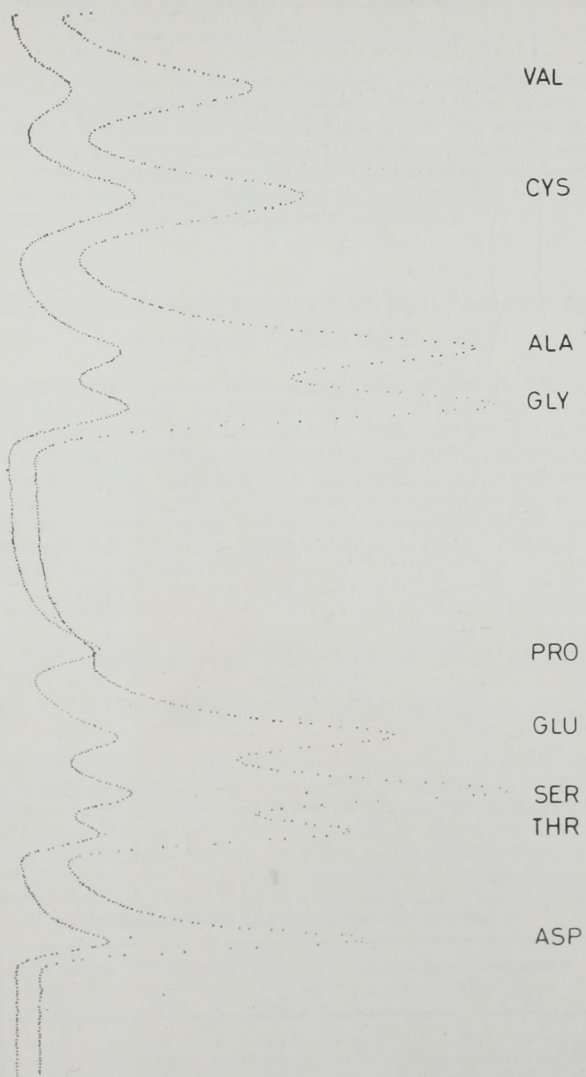
Ha a minta pH-ja az optimális értéknél magasabb, a savas komponensek nem kötődnek eléggé, a retenciósi idők csökkennek, uszályképződés és csúcsalaktorzulás jelentkezik (lásd 9. ábra). Ha a minta az optimális értéknél savasabb, az aminosavak retenciósi ideje megnő. Különösen az elsőnek eluálódó aszparaginsav tolódik el, emiatt a savasság túlzott növekedésekor romlik a feloldás, ezen felül a csúcsalak is torzul.

Ez a probléma elsősorban akkor jelentkezik, ha a minta jelentős mennyiségű savat tartalmaz (részlegesen semlegesített sósavas fehérjehidrolizátumok, savas extraktumok, szerves savakkal deproteinizált minták stb.).

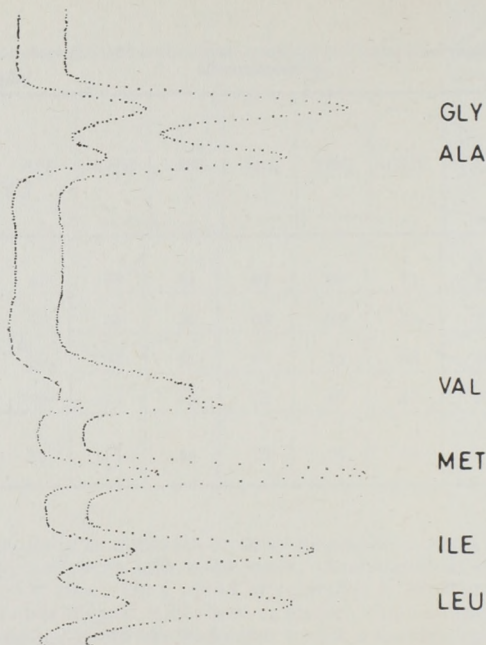
Ha a minták koncentrációja a beállításhoz használt standard aminosav oldattól jelentősen eltér, szintén retenciósi idő módosulást tapasztalunk. Az ioncserélő oszlop ugyanis bizonyos fokú önszabályozó képességgel rendelkezik, kismértékű túlterheléskor az elválasztás nem romlik, csupán a komponensek elúciós térfogata, ezáltal a retenciósi idő is nő. Kis mintakonzentrációk esetén természetesen mindennek a fordítottja érvényes. A retenciósi idő akkor is változik, ha a minta a standard aminosav keverékhez képest további komponenseket is tartalmaz, ezek megjelenése ugyanis eltolja a kromatogramot. Ez a hatás más viszonylag kis koncentráció változás esetén is mérhető (lásd 2. táblázat).

Szerencsétlen esetben a minta nem optimális kémhatása vagy koncentrációja, illetve a már említett egyéb hatások (a folyadékszállítás időszakos kimaradása, illetve lassú változásai) a retenciósi időket úgy változtatják meg, hogy a készüléken beprogramozott pufferváltások nem a kellő időben mennek végbe. Ez a kromatogramon többféle formában jelentkezhet: kettévágott csúcsok, alapvonal-eltolás csúcs közben, vagy csúcsalak torzulás. Utóbbira példát mutatunk be a 10. ábrán, ahol a valin elúciója az első pufferrel kezdődik, és a 2. pufferrel fejeződik be. Ilyen esetekben a kvantitatív értékelés természetesen lehetetlen.

A helytelen pufferváltásból eredő hibák ellen úgy védekezhethetünk eredményesen, ha egy adott időprogram keretében azonos típusú, azonos körülmények között kezelt és közel azonos koncentrációjú mintákat elemzünk. A helyes pufferváltási időpontok beprogramozásához a standard aminosav-keverék savasságát is a mintával megegyezőre kell beállítani.



9. ábra
Uzálýképződés és a felbontás romlása túl magas pH-jú minta esetén



10. ábra
Pufferváltás által kettévágott csúcs (valin)

2. táblázat

A retenciósidők függése a minta koncentrációjától

Aminosav csúcsok közötti távolság (perc)	Minta koncentráció $\mu\text{mól}/\text{cm}^3$		
	0,05	0,1	0,2
ASP – VAL	51	51,9	53,1
MET – PHE	34,5	35,1	36,6
LYS – ARG	47	48,2	49,1

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОГРЕШНОСТЕЙ АНАЛИЗАТОРА АМИНОКИСЛОТ

А. Жигмонд, Ф. Бэкэш и Е. Унгар

Авторы в первой части статьи обобщают погрешности важнейших биохимических и пищеводаналитических способов приборного измерения состава, автоматического анализа аминокислот. Проверяли, что которые те явления, какие те проблемы, которые ухудшают точность результатов анализа аминокислот. В статье где занимаются процессом разделения выполняемого анализатором аминокислоты, авторы знакомят возникающие ошибки. В дальнейшем, занимаются погрешностями детектации оценки.

UNTERSUCHUNG DER FEHLERQUELLEN DER AMINOSÄUREANALYSE

A. Zsigmond, F. Békés und E. Ungár

In diesem erstem Teil einer Abhandlungsreihe wurden die wichtigsten Fehlerquellen der automatischen Aminosäureanalyse, als eines der wichtigsten Verfahren der instrumentalen Bestimmungen der Zusammensetzung in der Biochemie und in der Lebensmittelanalyse zusammengefasst. Die Phänomene und Probleme, die die Genauigkeit der Ergebnisse der Aminosäureanalyse herabsetzen, wurden gründlich untersucht. Bei der vorliegenden Diskussion werden die Fehlertypen beschrieben, die im abtrennenden Teil des Aminosäureanalysiergerätes vorkommen. In den nachfolgenden Teilen der Reihe werden die Fehlerquellen des Nachweises und der Auswertung diskutiert.

INVESTIGATION OF THE ERROR SOURCES OF AMINOACID ANALYSIS

A. Zsigmond, F. Békés and E. Ungár

In this first part of a series of papers the error sources of one of the most important proceses of instrumental composition measurement of biochemistry and food analysis: of the automated analysis of amino acids have been summarized. The phenomenons and the problems responsible for the decrease of the accuracy of the results of amino acid analysis were thoroughly investigated. In the course of the present discussion the error types occurring in the separating section of the aminoacid analyzer are treated. In the following parts the error sources of the detection and evaluation will be discussed.

HAZAI LAPSZEMLE

Összeállította: Kacs Kovics Miklós

Kulcsár F.: Az egységes élelmiszer-
vizsgálati módszerek kialakításának
szükségessége. Szabványosítás. *33*, 315,
1981.

Molnár A., Majoros I.: Gázkroma-
tográfiai kolonnakészítés céljára al-
kalmassá válló acélcső vizsgálata. Konzerv-
és Paprikaipar. *29*, 111, 1981.

Mohos F., Lengyel S.-né: Vizsgálat
tejszokoládék hidroximetilfurfurol
(HMF) tartalmára. Édesipar. *32*, 109,
1981.

Rácz E., Somogyi L., Varsányi I.: A
minőségellenőrzési (fogyaszthatósági)
idő meghatározása. Élelmezési Ipar, *35*,
376, 1981.

Pogány I., Kiss S.-né, Tóth I.: A Prog-
nostar gyorsdiagnosztikai táptalajok a
tartósítóiiparban. Élelmezési Ipar. *35*,
387, 1981.

Chikány B.: A zsiradékok kristályoso-
dási folyamatai és szerepük a margarín-
gyártásban I. Olaj, Szappan, Kozmetika.
30, 102, 1981.

Prépostffy M., Bárány M.: Újabb
eredmények a növényolaj-hidrogénezés
kutatásában. Olaj, Szappan, Kozmetika.
30, 106, 1981.

Hadnagy A.: Dinamikus színmérési
módszer III. Olaj, Szappan, Kozmetikai
30, 116, 1981.

Monszpartné Sényi J., Nagy M.: Kor-
rekciós számítás izoszórp refrakciójá-
hoz. Konzerv- és Paprikaipar. *29*, 86,
1981.

Kiss Gy.-né, Balogh V.-né: Összefüggé-
sek és ellentmondások a liszt szabvány
és a péksütemény szabványa között.
Szabványosítás. *33*, 342, 1981.

Tóth M., Erdélyi M.: Paradicsom
lényerési és lékezelési eljárások össze-
hasonlító értékelése. Konzerv- és Pap-
rikaipar. *29*, 90, 1981.

Nagy M.: Gyors módszer az átfutási
idő mérésekhez használt KJ jelző-
anyag koncentrációjának meghatározá-
sához. Konzerv- és Paprikaipar. *29*,
101, 1981.

Püspök J.: Benzol helyettesítése a
fűszerpaprika-színezék meghatározási
módszerben. Konzerv- és Paprikaipar.
29, 106, 1981.

Hangyál K., Merész P., Lásztity R.:
A cukorrépa tárolás alatti változásainak
vizsgálata. IX. Az invertáz enzim ak-
tivitásának alakulása. Cukoripar. *34*,
126, 1981.

Örsi F.: A Maillard-reakció mecha-
nizmusa. Cukoripar. *34*, 131, 1981.

Adel el Kady, Lásztity R.: Kukorica-
fehérjék vizsgálata. I. A kukoricafehé-
rjék általános jellemzése. Összehasonlító
fehérjetartalom-vizsgálatok. Gabona-
ipar. *28*, 81, 1981.

Juhász né Hettyey M., Szücs M.-né:
A búza várható liszt hozamának bec-
sése Romániában. Gabonaipar. *28*,
102, 1981.

Botár L.-né, Sebők A.: Állomány-
alakítás a gyorsfagyasztott termékek-
nél. Élelmezési Ipar. *35*, 449, 1981.

Tonik üdítőitalok kinintartalma gázkromatográfiás meghatározásának tapasztalatai

KLATSMÁNYI JÁNOS és ZALA PÉTER
Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Zalaegerszeg

Érkezett: 1981. február 18.

Az elmúlt évek során az élelmiszeripar az üdítőitalok széles skáláját hozta forgalomba, köztük a tonik félék keserű ízű jellegzetes csoportját. A kesernyés íz létrehozására több anyagot használhatnak fel, amelyek közül a leggyakoribbak a kinin sói. A hazánkban is nagyon népszerű „Márka” és „Sztár” tonik üdítőitalok is kininnel ízesítettek.

A kinintartalom meghatározására több módszert próbáltak ki. Az alkoholmentes üdítőitalok vizsgálati módszereinek szabványa (1) a kinint kloroformos extrakció után kénsavas közegbe visszaoldva spektrofotométerrel 250 nm hullámhosszon javasolja mérni. A vizsgálati eljárás előnye, hogy nem az abszorbancia moláris koefficiensével számol, hanem külső standardként ismert koncentrációjú kininszulfát oldatot használ.

Hey (2) két módszert ajánl a kinin meghatározására. Az egyik, a spektrofotometriás módszer megegyezik a Magyar Szabvány által előírt módszerrel. A másik a félkvantitatív vékonyréteg kromatográfiás eljárás kisebb kinintartalom kimutatására alkalmas. A vékonyrétegre a kloroformos extraktból cseppent és a futtatás során a zavaró szennyeződések elválasztja a kinintől.

Máté-né és munkatársai (3) a már korábban ismertetett spektrofotometriás módszerrel vizsgálták a tonik üdítőitalok kinintartalmának változását a tárolási idő, a hőmérséklet és a fényhatás függvényében.

Lóránt és Rajkyné (4) gravimetriás módszert dolgoztak ki a kinin meghatározására. Az alkaloidkémiában használatos heteropolisavas csapadékképzéssel választják le a kinint.

Méréseik szerint a csapadék hagyományos gravimetriás mérése $\pm 10\%$ -os hibával végezhető. Derivatográfiás méréseik sokkal pontosabb ($\pm 1\%$ hiba) eredményeket szolgáltatottak, mert a csapadékban kötött víz eltávolítását is mérni tudták.

A Magyar Gyógyszerkönyv (5) a kinin minőségi meghatározására ír elő több módszert.

Az irodalmi áttekintésből látható, hogy a spektrofotometriás kininmeghatározásokkal foglalkoztak a legtöbben. Ennek oka részben a módszer viszonylagos egyszerűsége, valamint az, hogy spektrofotométer a legtöbb élelmiszeranalitikai laboratóriumban rendelkezésre áll.

A spektrofotométeres módszerek jellemzője, hogy UV tartományban történő mérés megfelelő előtisztítást igényel. Erre azért van szükség, hogy az esetlegesen jelenlevő zavaró koextraktumok ne hamisíthassák meg a mérési eredményeket. Az irodalomban leírt módszerekben a tisztítást úgy végzik, hogy a tonik kloroformos extrakciója után a szerves fázisból híg kénsavoldattal rázzák ki a kinint. A mérés

az így nyert kénsavas kininszulfát oldatból végzik. A megoszláson alapuló tisztítási eljárások egyik veszélye, hogy a többszöri átoldás miatt veszteségek léphetnek fel, másrészt a kininhez hasonló fizikokémiai tulajdonságú vegyületek a tisztított oldatba kerülhetnek.

Vizsgálati anyagok és módszerek

Munkánk célja az volt, hogy olyan módszert dolgozzunk ki, mely a korábban említett hibákat kiküszöböli, ugyanakkor gyorsan megbízható eredményeket szolgáltat.

A gázkromatográfia alkalmazása azért célravezető, mert elváasztható a kinin a szennyezőktől és egyben gyors, érzékeny és pontos módszer.

Az üdítőitalokból extraháljuk a kinint, majd ennek kromatogramját felvesszük (1. ábra). A kinin csúcs alatti területét ismert koncentrációjú kininoldat kromatogramja alatti területtel hasonlítjuk össze.

Felhasznált eszközök és vegyszerek:

Méréseinket Packard Model 419 típusú gázkromatográfval végeztük. Az értékeléshez digitális integrátort használtunk. Az előkészítéshez a gázkromatográfiában egyébként is szokásos eszközöket használtunk (pl. Rotadeszt készülék, vízfürdő, lombikok stb. . .), a felhasznált vegyszerek alt. tisztaságúak voltak.

A meghatározás leírása

A minta előkészítése:

A vizsgálandó minta szénsavmentesítése után 30 cm³-t választótölcsérbe viszünk, majd 1,0 M/l nátriumhidroxid oldattal pH 10 értékre állítjuk és 5 percig állni hagyjuk. A felszabaduló kinint 3 × 20 cm³ kloroformmal extraháljuk. Az egyesített kloroformos fázisokat vízmentes nátriumsulfáton szűrve szárítjuk, majd Rotadeszt készülékkel szárazra pároljuk. A maradékot 3 cm³ etanolban oldjuk, majd ebből 3 mm³ injektálunk a gázkromatográfba.

A gázkromatográfias meghatározás:

Vizsgálati paraméterek:

Oszlop 3% OV-22/Chromosorb WAW HMDS 60-80 mesh

1 m pyrex üveg 6/3 mm Ø

Termosztát: 255 °C

Injektor: 290 °C

Detektor: 290 °C

Nitrogén: 20 cm³/min.

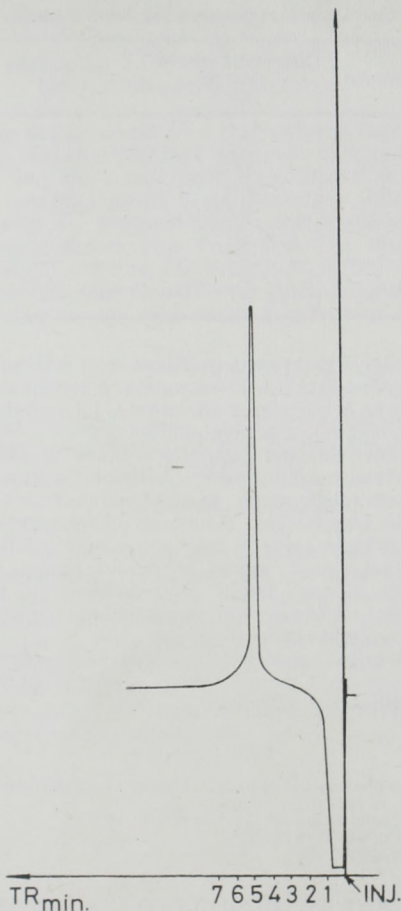
Hidrogén: a detektor optimuma szerint

Levegő: a detektor optimuma szerint

A meghatározáshoz termoionos (nitrogénszelektív), vagy lángionizációs detektort is használhatunk. A T. I. D.-N használata előnyösebb nagy szelektivitása, érzékenysége miatt.

A kalibrációs egyenes felvétele:

10, 20, 30, 40, 50 mg/l koncentrációjú vizes kininszulfát oldatot készítünk, a fentiek szerint extraháljuk a kinint, majd az extraktumból a fentiek szerint felvesszük a kromatogramokat.



1. ábra
Tonic extrakt kromatogramja

A kalibrálás során felvett kromatogramok kinin csúcsai alatti területet a koncentráció függvényében ábrázoljuk és a legkisebb négyzetek módszerével, illesztjük a pontokhoz az egyenest. A kalibrációs egyenes alapján számítjuk a minták kinintartalmát.

Eredmények és értékelésük

A gázkromatográfiai és a spektrofotometriai módszer reprodukálhatóságát 5–5 párhuzamos méréssel hasonlítottuk össze (1. táblázat). Eredményeink alapján megállapítható, hogy a két módszer gyakorlatilag azonos reprodukálhatósággal

Kinintartalom meghatározások összehasonlítása

Sorszám	Spektrofotometriás módszer mg/l	GC. módszer mg/l
1	33,3	33,4
2	33,5	33,5
3	33,4	33,2
4	33,7	33,6
5	33,4	33,4
Átlag	33,5	33,4
Szórás	$\pm 0,15 \sim \pm 0,45 \%$	$\pm 0,15 \sim \pm 0,44 \%$

végezhető. Kiténik, hogy a gázkromatográfiásan mért értékek megegyeznek a másik módszer által szolgáltatottakkal. Tapasztalataink szerint a vonatkozó szabvány (1) által előírt módszer jól és könnyen kivitelezhető. Jól reprodukálható eredményeket ad, ezért indokolt volt ennek szabványosítása.

A gázkromatográfiás módszer használata akkor szükséges, ha sok zavaró anyag mellett kell a kinint meghatározni. Ilyen problémákkal az általunk vizsgált tonik üdítőitaloknál nem találkozunk, de más bonyolultabb összetételű mintáknál pl. növényi kivonatok vizsgálatánál előnyösen alkalmazható a gázkromatográf. A módszer a koffein és kinin együttes meghatározására is felhasználható.

Évek óta vizsgáljuk a tonik üdítőitalok kinintartalmát. Méréseink szerint a sörípar által előállított „Gyöngy tonik” és az „Aranyhíd” tonik nem tartalmaz kinint. A „Sztár” tonik készítmények kinintartalma 29,7 mg/l (39 minta átlaga), a „Márka” tonik 40,3 mg/l volt (12 minta átlaga).

Méréseink a gyártástól számítva különböző időpontokban történtek, tehát nem az eredeti kinintartalmat mértük, amely a tárolás során csökkent (3), ezért felmérési adataink tájékoztató jellegűek.

IRODALOM

- (1) MSZ 21338/3-80 „Alkoholmentes üdítőital”. Fizikai és kémiai vizsgálati módszerek.
- (2) Hey, H.: Z. U. L. 148, 1, 1972.
- (3) Máthé I-né, Jenei K. Gy-né, Szép I-né: Szeszipar (2) 39, 1978.
- (4) Lóránt B., Rajky A-né: ÉVIKE 1974. 20.
- (5) Ph. Hg. VI. Budapest, 1967.

ОПЫТЫ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХИНИНА В ОСВЕЖАЮЩЕМ НАПИТКЕ «ТОНИК»

Я. Клатшмани и П. Зала

Известны многочисленные методы по определению содержания хинина. Авторы занимаются спектрофотометрическим и разработанным ими газохроматографическим методом. На основании результатов опытов в исследованных освежающем напитка «ТОНИК» применимые два метода является равноценным и применимы соответствующей точности. В статьях авторы дают информацию о содержании хинина в исследуемом освежающем напитке «Тоник». Продукты «Стар тоник» содержат около 30 мг/л, а продукты «Марка тоник» прил. 40 мг/л хинина. Продукты «Дьенда тоник» и «Аранхид тоник» вообще не содержат хинин, горький привкус получают от добавленного ацетата сахарозокта.

ERFAHRUNG BEI DER GASCHROMATOGRAPHISCHEN
BESTIMMUNG DES CHININGEHALTES VON
ERFRISCHUNGSGETRÄNKEN VOM TONIC-TYP

J. Klatsmányi und P. Zala

Zur Bestimmung des Chiningehaltes sind mehrere Methoden bekannt. Von diesen beschäftigten sich die Verfasser mit dem spektrophotometrischen Verfahren und mit den von ihnen entwickelten gaschromatographischen Verfahren. Ihren Erfahrungen gemäss ergeben beide Verfahren gleichwertige Ergebnisse entsprechender Genauigkeit. Angaben werden veröffentlicht über den Chiningehalt von Erfrischungsgetränken vom Tonic-Typ. Die Produkte „Sztár tonik“ enthielten etwa 30 mg/l, während die Produkte „Márka tonik“ etwa 40 mg/l Chinin. Die Produkte „Gyöngy tonik“ und „Aranyhíd tonik“ enthalten kein Chinin, ihr bitterer Geschmack wird durch Zugabe von Saccharose-octaacetat gesichert.

EXPERIENCES AT THE GAS CHROMATOGRAPHIC
DETERMINATION OF THE QUININE CONTENT OF SOFT DRINKS
OF TONIC TYPE

J. Klatsmányi und P. Zala

Several methods are known for the determination of quinine content. Of these, the spectrophotometric method and the gas chromatographic method (the latter developed by the authors) were investigated. According to the obtained experiences both methods afford equivalent results of adequate accuracy at the investigation of soft drinks. Data are given of the quinine content of soft drinks of tonic type. The products „Sztár tonik“ contained about 30 mg/l, whereas the „Márka tonik“ products about 40 mg/l quinine. In contrast to that, the products „Gyöngy tonik“ and „Aranyhíd tonik“ contain no quinine, the bitter taste is obtained by addition of sucrose octaacetate.

GOLOVNJA, R. V., ROTHE, M.

Kéntartalmú vegyületek a főzött hús illóanyagában

(*Sulfur containing compounds in the volatile constituents of boiled meat*)

Die Nahrung, 24, p. 141, 1980.

A kéntartalmú vegyületek jelentősen befolyásolják a húсок érzékszervi tulajdonságait. A fő problémát a kéntartalmú vegyületek analízisekor az jelenti, hogy az igen kis izelési küszöbérték számottevő zamathatást jelent, a nagy labilitás lehetővé teszi a másodlagos terméké való átalakulást, valamint azt, hogy aktív egymásrahatás jelentkezik a szerves összetevők és a kénvegyületek között. A kísérletek során lehetőséget találtak a kénvegyületek lebontására. Főtt marhahús illó anyagát felfogták és abból a kénvegyületeket higanykloriddal kicsapták és utána regenerálták. Az azonosításra gáz-kromatográfiás módszert használtak (FID és FPD) mégpedig négy különböző polaritású üvegkolonna esetén a retenciók indexek összehasonlításával. A csúcsok legtöbbjét FID (lángionizációs detektor) segítségével vették fel és három különböző marhahús minta esetén azonos indexértéket kaptak. Az azonosítás során kapott eredményeket a Maillard reakció eredményesével összehasonlítva jelentős eltéréseket tapasztaltak. Az azonosított komponensek között a kénvegyületeken kívül található oxigéntartalmú vegyületek, valamint telített és telítetlen szénhidrogének. A legfontosabb előforduló vegyületek:

- szulfidok, di-, tri-, és tetraszulfidok,
- más funkció csoportot tartalmazó vegyületek,
- nem aromás, heterociklusos S, O, és N tartalmú vegyületek,

- aromás, heterociklusos vegyületek N, O tartalommal főként pirazinok.

Részletesen tárgyalja a kénvegyületek analízisének nehézségeit. Az említett módszerrel 32 kénvegyületet azonosítottak, míg a Maillard-reakció csak 21 vegyületet eredményezett.

A végső következtetés: a modellreakció során keletkező illóanyagok mennyisége különbözik a természetes húсок izspektrumától; éppen ezért fontos az aromaalkotók toxicitását minden esetben megvizsgálni, mielőtt azt aromanyagként használnánk.

Kovács A. (Veszprém)

ELBERTZHAGEN, H.:

Az enzimátikus piruvát meghatározás problémája nyers tejben

(*Zur Problematik der enzymatischen Pyruvatbestimmung in Rohmilch*)

Z. Lebensmittel-Untersuchung u. Forschung. 168, 459, 1979.

A piruvát meghatározás fontos vizsgálati módszer, mivel a nyerstej piruvát tartalma összefüggésben van a tej mikrobiológiai állapotával.

A szerző leírja az enzimátikus piruvát meghatározás olyan változatát, amelynél maximális mértékben kikapcsolja a zavaró tényezőt, a fény hatására végbenmenő enzimátikus NAD-oxidációt. Így a mérési eredmény pontosságát mérhető az eddig alkalmazott módszerekhez viszonyítva. További jelentősége, hogy alkalmassá tette a vizsgálati módszert arra, hogy Auto-Analizátoron mérhető legyen a piruvát tartalom. Ennek érdekében az analizátort kalibrálta egy pontosan mérhető anyaggal.

A mérési módszer a tej minőségét átvételénél alkalmazható, lehetővé teszi az átfolyásos folyamatos vizsgálatot és mérését.

Takács T. (Győr)

A raffinóztartalom meghatározása melaszokban*

POLACSEKNÉ RÁCZ MÁRIA, SZÉP IVÁNNÉ**, VAMOSNÉ
VIGYÁZÓ LILLY

Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1981. április 2.

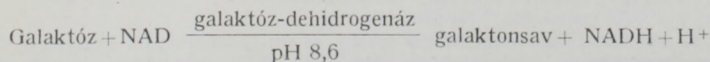
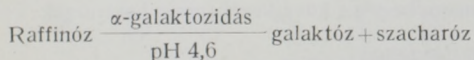
Enzimes analitikai módszert dolgoztunk ki a melaszok raffinóztartalmának meghatározására. Mivel a melaszok nagy mennyiségű szacharóz (kb. 50%) mellett kevés (1% alatti) raffinózt tartalmaznak, a raffinóz specifikus meghatározását a galaktóz-tartalom mérése alapján abból számítva végeztük.

A kidolgozott módszerrel megvizsgáltuk az 1980-as cukorrépa-feldolgozási idény kezdetén a 12 hazai cukorgyárból beérkezett melasz-mintákat és az eredményeket matematikai-statisztikai módszerekkel értékeltük.

Anyagok és módszerek

A módszer elve:

A raffinóz glükóz, fruktóz és galaktóz cukoregységekből álló triszacharid. Savas hidrolízis hatására az alkotó monoszacharidokra bomlik. Enzimes hidrolízis esetén α -galaktozidázzal bontva galaktózra és szacharózra, invertázzal (β -fruktofuranozidázzal) bontva pedig fruktózra és melibiózra bomlik. Enzimes mennyiségi meghatározása melaszokban csak a galaktóz lehasításával lehetséges, mivel a melasz mintegy 50% szacharózt tartalmaz és az invertázos bontásnál ez is elbomlik glükózra és fruktózra. A raffinóz olyan kis mennyiségben fordul csak elő a melaszban (1% alatt), hogy a fruktóz-tartalom ebből származó növekedése a szacharózból származó fruktóz mellett nem mérhető. Ezért a Boehringer cég metodikai gyűjteménye alapján (1) a galaktóz lehasításával határoztuk meg a melaszok raffinóztartalmát.



* Elhangzott a MÉTE Mikrobiológiai Szakosztálya Kémiai Mikrobiológiai Munkabizottságának 1981. március 10-i előadóján.

** Szeszipari Kutatóintézet, Budapest

A képződött redukált NAD (nikotin-adenin-dinukleotid) egyenértékű a jelenlevő galaktóz mennyiségével, és éles abszorpciós maximuma van 340 nm-en és 365 nm-en. Ennek alapján mennyisége spektrofotometriásan meghatározható és ebből a raffinóztartalom kiszámítható.

A melaszoldat készítése:

5 g melaszt 50 cm³ 60 °C desztillált vízben mágneses keverővel oldunk. Az oldatot 1–1 cm³ Carrez I és Carrez II oldattal derítjük, majd lehűlés után 100 cm³-re feltöltjük és szűrőpapíron szűrjük. A szűrletből határozzuk meg a raffinóztartalmat.

A meghatározáshoz felhasznált oldatok készítése:

1. *Carrez I-oldat:* 30%-os vizes ZnSO₄ · 7 H₂O-oldat
2. *Carrez II-oldat:* 15%-os vizes K₄Fe (CN)₆ · 3H₂O-oldat
3. *Acetát-puffer, pH 4,6; 0,675 mol dm⁻³:*
92 mg CH₃COONa · 3 H₂O-t és
6,75 cm³ 0,1 mol dm⁻³ ecetsavat oldunk desztillált vízben 20 cm³ végtérfo-
gatban. Az oldat szobahőmérsékleten legalább 4 hétig stabil.
4. *Trisz-puffer 0,75 mol dm⁻³; pH 8,6:*
9 g trisz-(hidroximetil)-aminometánt oldunk 70 cm³ desztillált vízben,
12 cm³, 1 mol dm⁻³ koncentrációjú HCl-val beállítjuk a pH-t 8,6-ra és az
oldatot desztillált vízzel feltöltjük 100 cm³-re.
Az oldat +4 °C-on 1 évig stabil.
5. *NAD-oldat, 14 mmol dm⁻³:*
60 mg NAD-ot (nikotinamid-adenin-dinukleotid) oldunk 6 cm³ desztillált
vízben.
Az oldat +4 °C-on 4 hétig stabil.
6. *α-galaktózidáz:* 5 mg cm⁻³ koncentrációjú szuszpenzió (Boehringer Mann-
heim GmbH, NSZK gyártmányú), hígítatlanul kell használni.
7. *Galaktóz-dehidrogenáz:* 5 mg cm⁻³ koncentrációjú szuszpenzió (Boehringer
Mannheim GmbH, NSZK gyártmányú), hígítatlanul kell használni.

A meghatározás menete a következő:

0,2 cm³ derített melasz-oldatot +
0,2 cm³ pH 4,6, 0,675 mol dm⁻³ acetátpuffert és
0,02 cm³ α-galaktózidázt

jól összekeverve szobahőmérsékleten állni hagyunk, legalább egy órán keresztül. Ezalatt a raffinóz elbomlik galaktózzra és szacharózra.

A keletkezett galaktóz mennyiségét a következőképpen határozzuk meg a fenti reakcióelegyenben:

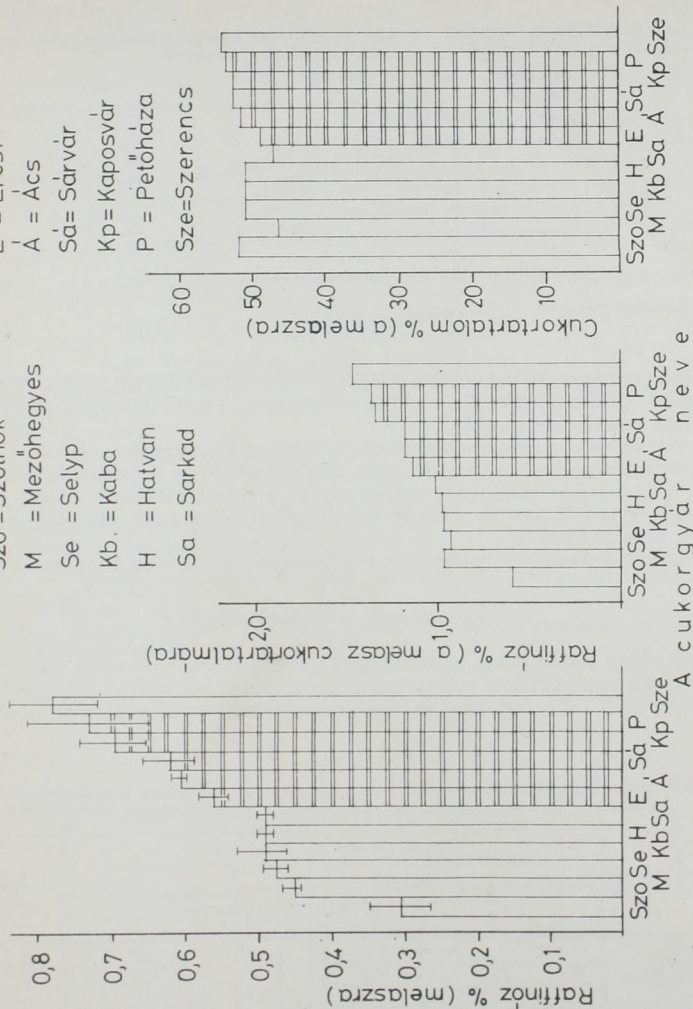
1,00 cm³ pH 8,6, 0,85 mol dm⁻³ trisz-puffert +
0,1 cm³ 0,14 mmol dm⁻³ NAD-oldatot és

1,50 cm³ desztillált vizet adunk hozzá, és jól összekeverve, desztillált vízzel szemben lemérjük az alap-extinkciót (E₁). Végül 0,02 cm³ galaktóz-dehidrogenáz enzimsuszpenziót adva hozzá, megindítjuk a reakciót és a reakcióidő eltelté, azaz az extinkció állandósulása után újból lemérjük az extinkciót (E₂). Az extinkció állandósulásához szükséges idő galaktóz, illetve raffinóz-pentahidrát modell-oldatok esetében 30 min. melaszok esetében azonban 2 h.

A *vakpróba* ugyanúgy készül, mint a minták, csak melasz-oldat helyett 0,2 cm³ desztillált vizet tartalmaz.

E = Ercsi
 Á = Ács
 Sá = Sárvár
 Kp = Kaposvár
 P = Petőháza
 Sze = Szerencs

Szo = Szolnok
 M = Mezőhegyes
 Se = Selyp
 Kb = Kaba
 H = Hatvan
 Sa = Sarkad



A minták és a vakpróba extinkcióinak különbségéből a galaktóz-tartalmat a következőképpen számítjuk ki:

$$\Delta E \text{ minta} = (E_2 - E_1)_{\text{minta}} - (E_2 - E_1)_{\text{vakpróba}}$$

$$\text{cukorkoncentráció g dm}^{-3} = \frac{V \cdot MG}{\varepsilon \cdot d \cdot v \cdot 1000} \cdot \Delta E$$

ahol

- V = a reakcióelegy össztérfogata (3,04 cm³)
 v = a minta térfogata a reakcióelegyben (0,2 cm³)
 MG = a meghatározandó cukor molekulasúlya:
 raffinóz esetében 504,5,
 galaktóz esetében 180,16
 d = a kuvetta vastagsága, cm (= 1)
 ε = a NADH moláris extinkciójának értéke
 340 nm-en 6,3 (mmol⁻¹ cm⁻¹ dm³)
 334 nm-en 6,10 (mmol⁻¹ cm⁻¹ dm³)
 365 nm-en 3,40 (mmol⁻¹ cm⁻¹ dm³)

Raffinóz esetében, az állandók összevonása után:

$$\text{raffinóz g dm}^{-3} = 340 \text{ nm-en } 1,2171 \Delta E$$

$$365 \text{ nm-en } 2,2553 \Delta E$$

Ha a minta raffinóz-koncentrációja kisebb, mint 0,05 mg cm⁻³, akkor a reakcióelegyben a minta térfogatát 1,0 cm³-ig növelhetjük, a desztillált víz hozzáadásának egyidejű csökkentése mellett.

Amennyiben a melasz-oldatok elkészítését és az enzimreakciókat 1 nap alatt nem tudjuk elvégezni, a meghatározás megszakítható az α-galaktózidázos bontás után. Ugyanazt az eredményt kapjuk, ha az α-galaktózidázos bontásra nem 1 h állásidőt hagyunk, hanem másnap folytatjuk a keletkezett galaktóz mennyiségének meghatározását.

A módszer nagyon érzékeny, a méréstartomány: 0,05–1,5 mg cm⁻³ raffinóz.

Eredmények és következtetések

Az egyes cukorgyárak melaszainak raffinóztartalmát növekvő sorrendben az 1. táblázat mutatja. A táblázat tartalmazza ezenkívül a melaszok polarimetrlással meghatározott cukortartalmát és a raffinóztartalmat a cukortartalom %-ában.

1. táblázat





Melaszok polarimetrián meghatározott cukortartalma és enzimesen meghatározott raffinóz tartalma a) a melasz súlyára, b) a polarimetriás cukortartalomra vonatkoztatva

A melasz eredete (cukorgyár)	A melasz raffinóztartalma (%)			A melasz cukortartalma (%)
	a melaszra		a melasz cukortartalmára	
	\bar{x}	s		
Szolnok	0,305	0,0404	0,59	51,8
Mezőhegyes	0,450	0,0140	0,97	46,4
Selyp	0,477	0,0111	0,93	51,2
Kába	0,491	0,0358	0,96	51,2
Hatvan	0,492	0,00625	0,97	50,8
Sárkad	0,492	0,0072	1,05	46,8
Ercsi	0,561	0,0161	1,14	49,0
Ács	0,606	0,00846	1,18	51,4
Sárvár	0,623	0,0324	1,18	52,6
Kaposvár	0,695	0,0460	1,33	52,4
Petőháza	0,728	0,0804	1,36	53,2
Szerencs	0,777	0,0605	1,46	53,4

\bar{x} = a meghatározások átlaga; s = a szórás; n = a párhuzamos adatok száma = 4

A különböző eredetű melaszok raffinóztartalmának összehasonlítása a variancia-analízis alapján:

A

	Szo	M	Se	Kb	H
M	0,145				
Se	0,172	0,027			
Kb	0,186	0,041	0,014		
H	0,187	0,042	0,015	0,001	
Sa	0,187	0,042	0,015	0,001	0,000

SzD = 0,03486 (P = 5%)
 0,047808 (P = 1%)
 0,065072 (P = 0,1%)

A: a 0,5%-nál kisebb raffinóztartalmú melaszok





B: a 0,5%-nál nagyobb raffinóztartalmú melaszok

A cukorgyárak neveinek rövidítése: Szo. = Szolnok, M = Mezöhegyes, Se = Selyp, Kb = Kaba, H = Hatvan, Sa = Sarkad, E = Ercsi, Á = Acs, Sá = Sárvár, Kp = Kaposvár, P = Petőháza, Sze = Szerencs.

SzD = a legkisebb szignifikáns eltérés.

A *kurzív* értékek a legalább P = 5%-os szinten szignifikáns eltéréseket jelölik. (Az értékek a két-két összehasonlított átlag eltérései.)

B

	E	Á	Sá	Kp	P
Á	0,045				
Sá	0,062	0,017			
Kp	0,134	0,089	0,072		
P	0,167	0,122	0,105	0,033	
Sze	0,216	0,171	0,154	0,082	0,049

SzD = 0,07077 (P = 5%)
 0,097056 (P = 1%)
 0,132104 (P = 0,1%)

A táblázatból látható, hogy raffinóztartalom szempontjából a melaszok 2 csoportra oszthatók: az egyik csoportban a raffinóztartalom 0,5%-nál kisebb, a másikban 0,5%-nál nagyobb. Az utóbbi csoportba tartozik valamennyi dunántúli cukorgyár melasza, valamint a szerencsi melasz. A legkisebb (0,31 ± 0,04) és a legnagyobb érték (0,78 ± 0,06) hányadosa 2,5, egy-egy csoporton belül 1,6, ill. 1,4, tehát a csoportokon belül a szóródás nagyjából azonos.

A két csoport átlagértékei között az eltérés (a Student-féle *t*-próba alapján) 99,9%- valószínűségi szinten szignifikáns ($t = 9,3462$, SzF = 46). Mivel az egyes csoportokon belül a variancia a Cochran-próba szerint homogénnek bizonyult, a csoportokon belül az egyes melaszok raffinóz-tartalmát variancia-analízissel hasonlítottuk össze. Ennek eredményét a 2. táblázat tartalmazza.

A táblázat szerint a 0,5%-nál kisebb raffinóztartalmú melaszok közül a szolnokinak szignifikánsan kisebb a raffinóztartalma a többi 5 melaszénál, a mezőhegyesinek pedig a kabainál, a hatvaninál és a sarkadinál. A többi minta raffinóztartalmának eltérései hibahatáron belüliek.

A 0,5%-nál nagyobb raffinóztartalmú melaszok közül az ercsi, az ácsi és a sárvári minta raffinóztartalma nem tér el egymástól szignifikánsan, továbbá a szerencsi és a petőházi mintáé is csak hibahatáron belül tér el egymástól. A minták többségének raffinóztartalma azonban legalább $P = 5\%$ -os szinten szignifikánsan különböző.

A polarimetriásan meghatározott cukortartalomra vonatkoztatva a szerencsi melaszoknak volt a legnagyobb raffinóztartalma, 1,46%.

Látható tehát, hogy az enzimes módszer alkalmas a melaszok csekély raffinóztartalmának kielégítő pontosságú meghatározására (a variációs együttható átlaga 5,1%-nak adódott) és az egyes melaszok raffinóztartalma közötti eltérések megállapítására.

Érdekes, hogy a galaktóz-dehidrogenáz által katalizált reakció időtartama a melaszok esetében négyszeres a modell-oldatokhoz képest. Az enzimreakció elhúzódtását a melasz valamely oldódó inhibitora, esetleg a derítőoldat valamely komponense okozhatja. Ez is mutatja, hogy bonyolult biológiai rendszerek esetében az enzimes analitikai eljárások nem mindig alkalmazhatók úgy, ahogyan azokat modell-anyagokra kidolgozták. A pontos reakciókörülményeket minden egyes biológiai anyagra kísérletileg meg kell állapítani.

I R O D A L O M

(1) Methoden der enzymatischen Lebensmittelanalytik, 1979, Boehringer Mannheim.

ОБРАЗОВАНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА «С» В БЫСТРОЗАМОРОЖЕННОЙ ПУЛЬПЕ ИЗ ЗЕМЛЯНИКА В ТЕЧЕНИИ ЕГО ХРАНЕНИЯ

Е. Рац и А. Мартон

Авторы по двум методам ($\alpha - \alpha^1$ дипиридолиловому и тонкослойно хроматографическому методу) исследовали содержание всего витамина «С» (в том числе AS и DAS) в быстрозамороженной пульпе из земляника храненной при разных температурах и в зависимости от продолжительности хранения. Результаты полученные слоистохроматографическим методом обычно являлись лучшим. Результаты полученные в разных периодах врмени хранения, в случае применения двух разных методов, в большой степени отличались друг

от друга. Слоистохроматографическому методу обеспечивающему лучшее разделение мешающих веществ необходимо предоставить предпочтение вопреки его высокой потребности времени оценки и субъективного метода оценки.

Кроме сравнения результатов двух методов, авторы определяли изменения и скорость измерения содержания витамина «С» в быстрозамороженной пульпе земляники храненной при трех разных температурах.

BESTIMMUNG DES RAFFINOSEGEHALTES IN MELASSEN

M. P.-RÁCZ, I. SZÉP, L. V.-VIGYÁZÓ

Eine enzymatische analytische Methode wurde zur Bestimmung des Raffinosegehaltes von Melassen entwickelt. Nachdem die Melassen neben grossen Mengen (etwa 50%) von Saccharose wenig Raffinose (unter 1%) enthalten, wurde die spezifische Bestimmung der Raffinose auf Grund der Messung des Galactosegehaltes durch Berechnung durchgeführt. Die am Beginn der 1980-er Kampagne der Zuckerrübenverarbeitung von 12 ungarischen Zuckerfabriken eingesendeten Melassemustern wurden mit der entwickelte Methode untersucht, und die Ergebnisse werden mit mathematisch-statistischen Methoden ausgewertet.

DETERMINATION OF THE RAFFINOSE CONTENT IN MOLASSES

M. P.-RÁCZ, I. SZÉP, L. V.-VIGYÁZÓ

An enzymatic analytical method was developed for the determination of the raffinose content of molasses. Since molasses contain besides great amounts (about 50%) of sucrose small percentages (below 1%) of raffinose, the specific determination of raffinose is carried out on the basis of the measurement of the galactose content, by an adequate calculation. Samples of molasses obtained at the beginning of the 1980 season of sugar-beet processing from 12 Hungarian sugar mills were investigated by the developed method, and the results are evaluated by mathematicalstatistical methods.

BUXTORF U. P.

Elbomlott olvasztott zsír kimutatása sütőipari termékekben*(Nachweis verdorbener Fritierfette in Backwaren)*

Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 224, 72, 1981

Gazdasági szempontból előnyös az olvasztott zsír újrafelhasználása, azonban ügyelni kell arra, hogy elbomlott zsír ne kerüljön vissza a gyártási folyamatba. A szerző sütőipari termékekben jelenlevő, elbomlott olvasztott zsír kimutatására eljárást dolgozott ki. Összehasonlító módszert alkalmazott; 20 db péksüteményt vizsgált meg, amelyek felében újra olvasztott zsírt, másik felében friss zsíradékot használtak fel. A kétféle termékből kivont zsíradékból a poláros és apoláros részt, a savfokot, az elfüstölési pontot és esetenként a petroléterben oldhatatlan oxidált zsírsavakat határozta meg. A szükséges, nagy mennyiségű anyagbemerés miatt módosított feltérési és extrahálási eljárást alkalmazott – a feltérást a bemért anyag részletekben való adagolásával végezte – a teljes módszert egyébként részletesen leírja a cikkben. A táblázatosan közölt eredmények szerint a legnagyobb különbség a poláros részben és a savfokban mutatkozik, míg az elfüstölési pont nem mutat eltérést a két terméknél. A friss zsíradékkal készült sütemények adatai közül a talált legnagyobb poláros részérték 18,6%, míg az újra olvasztott zsírral készült termékekénél ez az érték 25,7%.

V. E. (Kaposvár)

KNUTTI R.

*(Matrixeffekte und Matrixmodifikation in der Grafitrohr-AAS am Beispiel der Bestimmung von Blei in Urin)***Mátrixhatás és mátrixmódosítás a grafitkályhás, AAS módszernél ólom vizeletben való meghatározásának példáján**

Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 177, 72, 1981.

A biológiai anyagokban normális körülmények között a ppb nagyságrendben előforduló ólom mennyiség AAS-el való meghatározását az együttesen jelenlevő, nagy mennyiségű egyéb anyag zavarja. A szerző a vizeletvizsgálat példáját elemezte. A meghatározáshoz Perkin-Elmer típusú készüléket használt grafitkályhával és kétsatornás kiíróval. A vizeletminták nagy szárazanyag-tartalmúak, nagy bennük a NaCl- és KCl-koncentráció. A közölt nomogram jól illusztrálja a zavaró kationok okozta zavaró jel nagyságát a hasznos jelhez képest. A zavarás lehetőségének egyik lehetősége a hamvasztás és atomizálás körülményeinek (hőmérséklet, idő) optimalizálása, a grafitkályha felületének bevonása pirolitikus grafittal, vagy fémsóval valamint védőgáz bevezetése. Másik lehetőségként kémiai mátrixmódosításként ammóniumnitrát, vagy foszfor adagolását ajánlja a szerző. Az általa vizsgált minták nomogramjainak bemutatásával igazolja az ajánlott módosítások eredményességét. Végül megadja a szerző az ólom vizeletből való rutinmeghatározásának receptjét és a készülékparamétereit.

V. E. (Kaposvár)

Hozzászólás a sütőipari termékek savfokmérésének gyakorlatához

VISI GYÖRGY és BUTTI ERZSÉBET
Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Kaposvár

Érkezett: 1981. június 9.

A sütőipari termékek – különösképpen a kenyérfélék savfokmérése az üzemi és az ellenőrző laboratóriumokban egyaránt feladat. Több magyar nyelvű közleményben is megtalálhatjuk a savfokmérés jelentőségének, a savanyú komponensek kialakulásának és arányainak részletezését (1, 2, 3), ezért itt nem ismertetjük. Az egyes vizsgálati módszer leírások (4, 5, 7, 8, 9, 10, 11) jelentősen eltérnek egymástól mind a szuszpenzió készítés, mind a titrálendő résznek a szuszpenzióból való elkülönítése tekintetében. Az alkalmazandó technikai fogások helyes megválasztása a vizsgálat ideje, megbízhatósága és összehasonlíthatósága szempontjából nagyon fontos. A magyar szabvány módszerének időigényessége, bizonytalansága és a korszerű laboratóriumi eszközök nyújtotta lehetőségek kihasználására való törekvés a meghatározás körülményeinek vizsgálatára irányította a figyelmünket.

A mérés egyes fázisainál ismeretes technikai megoldások előnyeit és hátrányait mérlegeltük: elsősorban gyors, reprodukálható és a jelenlegi szabványos módszerrel nyerhető eredmények elérése céljából. Kiválasztottuk a legkedvezőbbnek látszó munkafogásokat, majd felmérő vizsgálatokkal bizonyítottuk a javasolt eljárással és a szabványos módszerrel mért eredmények egymásba számíthatóságát. A nyert adatok birtokában célszerű volt megadni a savfok – pH számszerű összefüggéseit is.

A mérés fő lépéseinek áttekintése

Szuszpenziókészítés

A különböző módszerleírásokban a kenyérbelet elválasztják a héjtól, aprítják, majd desztillált vízzel 10 s%-os feltöltéssel eldörzsölik vagy rázatják vagy turmixolják.

A kenyérből *apritására* jól bevált gyakorlat a száraz állapotban történő turmixolás. Az ötletet a Békéscsabai MÉVI-től átvéve, háztartási turmix- vagy MOULINEX 32002 típusú aprítógépet használtunk. A kenyérből száraz turmixolása biztosítja, hogy a korábbi 40 g-os bemérésnél kisebb bemérések esetén se lépjen fel inhomogenitásból eredő hiba.

A szuszpenzió *összekeverésének* módjától is függ a savfok értéke. Például egy KOMET KM 8 robotgép turmix feltétjével azonos kenyérből az 1. táblázatban bemutatott savfokokat mértük (7) a fokozat (fordulatszám) állítás függvényében.

Azonos kenyérbélből mért savfok változása turmix fordulatszámával (Két párhuzamos mérés átlaga)

Fokozat (fordulatszám)	pH (10%-os szuszp.)	Savfok
I.	4,35	2,6
II.	4,35	2,9
III.	4,35	3,0

A turmixkészülék használatának hátránya még, hogy a 3 perces kevertetés nagyon felmelegíti a motort, s így kevés számú minta vizsgálható közvetlen egymás után. A pihentetések időigénye nagy.

A felsorolt nehézségek kiküszöbölése érdekében a homogenizátorral történő szuszpenziókészítés lehetőségét vizsgáltuk. Intézetünkben többféle homogenizátor áll rendelkezésünkre, ezek közül a Mechanika Preczyzyna Warszawa 302 típusú készülékét választottuk, mert skála szerinti fordulatszám-beállítást tesz lehetővé.

Méréseinknél 10%-os szuszpenziót készítettünk (10 vagy 20 g-os kenyérbél beméréssel), homogenizálás után azonnal a teljes mennyiséget mágneses kevertetés mellett automata titriméterrel (Radelkis OP-506) 30 sec-ig maradó pH = 8,4 végpontra titráltuk. A titrálást 5 percen belül befejeztük.

A homogenizálás idejét 3 percre választva azonos kenyérbélnél mértünk savfokokat a fordulatszám változtatásával (2. táblázat).

2. táblázat

Azonos kenyérbélből mért savfok változása a homogenizátor fordulatszámával.
Homogenizálási idő 3 perc
(Két párhuzamos mérés átlaga)

Fordulatszám (fordulat/perc)	Savfok
2 000	3,7
4 000	3,8
6 000	3,7
8 000	3,9
10 000	3,8
12 000	3,9

Az eredmények szerint a savfokértékek nem változnak lényegesen a fordulatszám függvényében. Ezért azonos kísérleti feltételek mellett állandó értéknek jelöltük ki a „fület nem sértő” 8000 fordulat/perc beállítást. Azonos kenyérbélnél vizsgáltunk a homogenizálási idő változtatásával.

A bemutatott eredmények alapján kísérleti eszközeinkkel 90 sec-ig tartó 8000 fordulat/percen történő homogenizálással maximális savfokot adó szuszpenzió készíthető, amit mérés előtt állni hagyni (például 30 percig) nem szükséges.

**Azonos kenyérből mért savfok változása
a homogenizálási idővel
(Két párhuzamos mérés átlaga)**

Homogenizálási idő (sec)	Fordulatszám 8000 fordulat/perc
90	3,9
120	3,8
150	3,8
180	3,8
240	3,9

A titrálásra kerülő rész elkülönítése a szuszpenzióból

A savfok értékét lényegesen befolyásolják az egyes technikai fogások. Például azonos kenyérbélzetből kiindulva szűrőpapíron szűrt anyagot titrálva 2,5, ülepített oldat tisztájából kivéve 3,8, teljes szuszpenziót titrálva 4,2 savfokértéket mértünk. A különböző mintákból készített szuszpenziók szűrhetősége nagyon eltérő, de az ülepedés mértéke is nagyon változó, mindkét eljárás bizonytalanságot visz mérésünkbe. A szűrési eljárás szabványosítása helyett jobb megoldásnak tartjuk teljes szuszpenzióból mérni a savfokot, a különböző berendezések maximális savfokot adó paramétereivel. A későbbiekben bemutatjuk, hogy az így mért eredményeket az összehasonlíthatóság kedvéért átszámíthatjuk a minta valamilyen szűrtségének megfelelő értékre.

Titrálás és pH-mérés

A titrálás végpont beállítás kérdéseit *Gasztonyi és Takáts* (2) közleményében láthatjuk. Gyakorlatunkban kissé eltértünk javaslatunktól. Az automata titriméter lehetőségeinek kihasználása érdekében a végpont érték állandóságát 30 sec-re állítottuk, a kevertetést nem kapcsoltuk ki, de figyeltünk arra, hogy a titrálás 5 perc alatt befejeződjön.

A végpont pH-nak 8,4-et állítottunk be, ami nem biztosít nemzetközi összehasonlíthatóságot, mert a csehszlovák szabvány (11) például pH = 8,6 értéket javasol.

A 10%-os szuszpenzió pH-ja nem változik a felsorolt előkészítési eljárásoktól függően. A savfokmérések mindennapos elvégzését elsősorban a mikrobiológiai romlástól való félelem indokolja. A mikroorganizmusok életfeltételeit elsősorban pH-értékkel és nem savfokkal írják le (1), ezért – és mérés technikailag is (6) – indokolt a pH-értékkel való összefüggések, további lehetőségek keresése.

Felmérő vizsgálatok

Vizsgálati anyagok

Somogy megyében előállított és kereskedelmi forgalomba került kenyérfélék. A kenyérbeleket szárazon turmixban homogenizáltuk és – 20 °C alatti hőmérsékleten tároltuk felhasználásukig.

Vizsgálati módszerek

- „A” eljárás szerint nyert savfok (A)
- szuszpenzió készítés az MSZ 20501 (1–70 szabvány szerint turmixszal (MOULINEX 32002 típusú turmix feltéttel);
 - titrálásra való kivétel az oldat tisztájából pipettával;
 - titrálás automata titriméterrel, mágneses kevertetéssel, 30 sec-ig állandó pH = 8,4 beállításával. A titrálás 5 percen belül befejeződött.
- „B” eljárás szerint nyert savfok (B)
- szuszpenziókészítés Mechanika Precyzyjna Warszawa 302 típusú homogenizátorban 10%-os beméréssel, 90 sec-ig 8000 fordulat/percen homogenizálva;
 - titrálásra került a homoneizálás után azonnal a teljes bemért mennyiség;
 - titrálás automata titriméterrel, mágneses kevertetéssel, 30 sec-ig állandó pH = 8,4 beállításával. A titrálás 5 percen belül befejeződött.

pH-mérések

A 10 százalékos szuszpenzió pH-értékét mértük üvegelektroddal. (2)

Eredmények

Az 1. ábrán különböző kenyérfélék szabványos (A eljárás szerinti) és homogenizátoros (B eljárás szerinti) előkészítéssel mért savfokai kapcsolatát ábrázoltuk. A kapcsolat lineáris megközelítése

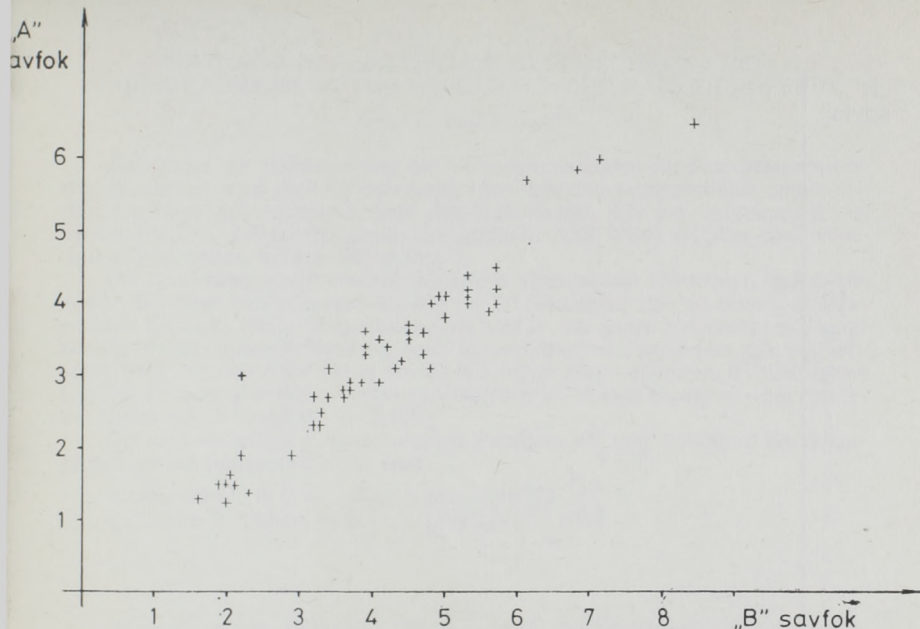
$$\begin{aligned}
 A &= 0,8247 B - 0,1671 \\
 B &= 1,1316 A + 0,4664 \\
 r &= \text{korrelációs koefficiens} = 0,966 \\
 &\quad \text{A kapcsolat szignifikáns.} \\
 n &= \text{adattárok száma} = 67
 \end{aligned}$$

A különböző és bizonytalan szűrési fokú szuszpenziók titrálása helyett cél-szerű tehát a teljes szuszpenziót titrálni a „B” eljárás szerint. Ezekből az adatokból a megadott egyenlettel átszámítást végezhetünk a szabványos módszernek megfelelő értékre. Az összefüggésbe beletartozó értékeket adott a fehér kenyér, burgonyás kenyér, csemege kenyér, alföldi kenyér, zsemle kenyér és zsemle cipő is.

A 2. ábrán a fehér kenyerek pH-értékének és a „B” eljárás szerinti savfokának kapcsolatát látjuk. A linearizált megközelítés (6) korrelációs koefficiense szignifikáns kapcsolatot mutat. Elterést találtunk azonban az egyes kenyérfajtákra felírt összefüggések között.

Fehér kenyérrre:

$$\begin{array}{llll}
 B &= - 2,183 & \text{pH} + 15,82 & \ln B = - 0,4465 & \text{pH} + 3,7914 \\
 \text{pH} &= - 0,344 & B + 6,72 & \text{pH} &= - 1,7070 & \ln B + 7,6933 \\
 r &= - 0,867 & & r &= - 0,873 \\
 n &= 40 & & n &= 40 \\
 \\
 A &= - 1,765 & \text{pH} + 12,68 & & \\
 \text{pH} &= - 0,384 & A + 6,52 & & \\
 r &= - 0,823 & & & \\
 n &= 40 & & &
 \end{array}$$



1. ábra

Összefüggés a szabványos és honigenizátoros előkészítéssel mért savfokok között

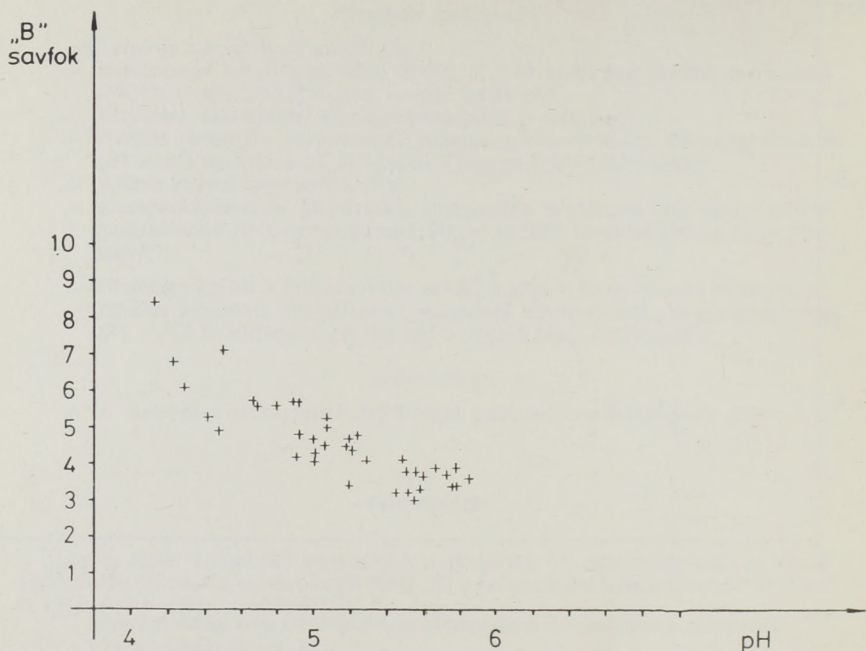
Zsemle kenyérrre és zsemle veknirre:

$$\begin{array}{llll}
 B = -1,919 & \text{pH} + 13,26 & \ln B = -0,5672 & \text{pH} + 4,0313 \\
 \text{pH} = -0,394 & B + 6,49 & \text{pH} = -1,3798 & \ln B + 6,6862 \\
 r = -0,870 & & r = -0,885 & \\
 n = 10 & & n = 10 &
 \end{array}$$

$$\begin{array}{ll}
 A = -1,605 & \text{pH} + 10,89 \\
 \text{pH} = -0,444 & A + 6,32 \\
 r = -0,844 & \\
 n = 10 &
 \end{array}$$

I R O D A L O M

- (1) Ravasz L.: ÉVIKE, 3, 3, 1957.
- (2) Gasztonyi K. – Takáts É.: ÉVIKE, 9, 13, 1963.
- (3) Elekes P.: Sütőipar 13, 155, 1966.
- (4) Sütőipari Műszaki-Gazdasági Dokumentáció 4 kötet. Minőségellenőrzés, Vizsgálási módszerek. Kiadta: MÉM Élelmezési Hivatal Élelmezésügyi Igazgatási Főosztálya.
- (5) Karácsonyi L.: Gabona-, liszt-, sütő- és tésztaipari vizsgálati módszerek. Mezőgazdasági Kiadó, Bp. 1970.
- (6) Šerbatyenko V. V.; Nyemcova Z. Sz.; Vaszin M. J.; Zlobin L. A.: Hlebopekarnja ikon. prom. 3, 30, 1978.
- (7) Magyar Szabvány: MSZ 20501/1 – 70.
- (8) Lengyel Szabvány: LN – 71/A – 74108.
- (9) Szovjet Szabvány: GOSZT 5670 – 51.
- (10) Bolgár Szabvány: BDSZ 3412 – 73.
- (11) Csehszlovák Szabvány: CSN 560 116.



2. ábra
Összefüggés a fehér kenyér savfoka és pH értéke között

МНЕНИЯ О ПРАКТИКЕ ИЗМЕРЕНИЯ КИСЛОТНОСТИ В ПРОДУКТАХ ХЛЕБОПЕКАРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Дь. Виши и Е. Бутти

В результате анализа условий опытных измерений кислотности хлебопродуктов, авторы предлагают метод испытания (Б) дающий хорошо репродуцируемые результаты. Приводят уравнение применяемого для пересчета на кислотность данных методов измерения по стандарту МС 20501. Мякиш хлеба в сухом виде размельчаем в «турмиксе» из этого изготовим 10%-ную суспензию (в течении 90 секунд при 8000 оборотов в минуту). После гомогенизации все количество навески подвергается титрованию. Автоматическим титрометром магнитным смешиванием осуществляется титрование в продолжительности 30 секунд до постоянного значения рН=8,4. Титрование заканчивается в течении 5 минут. Уравнение пересчета:

$$A = 0,8247 B - 0,1671$$

Приводят зависимости кислотности рН белого хлеба и булочного батончика.

Белый хлеб: $1nB = 0,4465 \text{ рН} + 3,7914$

Булочный батончик: $1nB = 0,5672 \text{ рН} + 4,0313$

BEITRAG ZUR PRAKTISCHEN DURCHFÜHRUNG DER SÄUREGRADMESSUNG VON PRODUKTEN DER BÄCKERGEWERBE

Gy. Visi und E. Butti

Auf Grund der Untersuchung der Versuchsumständen der Säuregradmessung von Brottypen wird eine Beschreibung einer Untersuchungsmethode empfohlen (B), die rasch gut reproduzierbare Resultate ergibt. Die zur Umrechnung auf Säuregrade (A), die mit der genormten Methode MSZ 20501 messbar sind, benötigten Gleichungen werden angegeben.

Die Brotkrume wurde trocken mit einem Turmixgerät zerkleinert, und davon wurde (bei 8000 Umdrehungen/Minute für 90 Sekunden) eine 10 bzw. %-ige Suspension bereitet. Nach Homogenisierung wurde die ganze eingemessene Menge bereits titriert, unter Anwendung eines automatisierten Titrimeters mit magnetischer Rührung, bei Einstellung für 30 Sekunden eines ständigen pH-Wertes von 8,4. Die Titrierung wurde in 5 Minuten beendet. Die Umrechnung erfolgte gemäss der Gleichung: $A = 0,8247 B - 0,1671$.

Die zahlenmässigen Zusammenhänge zwischen pH und Säuregrad des Weissbrots und des Semmelbrötchens sind:

für Weissbrot: $\ln B = -0,4465 \text{ pH} + 3,7914$

für Semmelbrötchen: $\ln B = -0,5672 \text{ pH} + 4,0313$.

REMARKS TO THE PRACTICE OF THE MEASUREMENT OF THE DEGREE OF ACIDITY OF BAKERY PRODUCTS

Gy. Visi und E. Butti

A description of a method of investigation (B) affording rapid and reproducible results is recommended on the basis of an analysis of the experimental conditions of measuring the degree of acidity of bread types. Equations are given for converting the values to degrees of acidity (A) measurable by the standard method MSZ 20501.

Bread crumb was disintegrated dry in a Turmix apparatus, then a 10% by suspension was prepared (at 8000 rpm for 90 sec). The total amount weighed-in was titrated just after homogenization, using an automated titrimeter with magnetic stirrer, on adjusting for 30 sec a stable pH of 8.4. Titration was ended within 5 minutes. The equation of calculation is: $A = 0.8247 B - 0.1671$.

Numerical correlations between pH and degree of acidity of white bread and small bread (roll) are as follows:

For white bread: $\ln B = -0.4465 \text{ pH} + 3.7914$

For small bread (roll): $\ln B = -0.5672 \text{ pH} + 4.0313$

HUNZIKER H. R. és MISEREZ A.
(HPLC-Bestimmung primärer aromatischer Amine in syntetischen Farbstoffen für Lebensmittel)

Primer, aromás aminok nagynyomású folyadékkromatográfiával (HPLC) való vizsgálata szintetikus élelmiszerszínezékekben

Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 216, 72 1981.

A FAO/OMS és más előírások a szabad aromás amintartalmat élelmiszerszínezékekben legfeljebb 100 ppm mennyiségben engedik meg, viszont a β -naftilamin, benzidin és 4-aminobifenil, valamint ezek deriváltjai nem is fordulhatnak elő. A ppb mennyiségű komponensek meghatározása problematikus, a szerzők erre több irodalmi hivatkozást sorolnak fel. Saját kísérleteikben a HPLC elválasztó rendszert és U.V., illetve elektrokémiai detektort alkalmaztak. Az elválasztást fordított fázisú oszlopon (C_8), 6 pH-jú, 0,15 M foszfátpufferrel és acetitrilrel végezték. Standard oldatok vizsgálata alapján elektrokémiai detektoral a kimutatási határ 9–75-szörös az U. V.-vel szemben (U. V.-vel 1–5 ng, elektrokémiai detektoral 0,03–0,2 ng). A kísérlet második részében élelmiszerszínezékek vizes oldatát vitték oszlopra, majd éterrel eluálták. A felhasznált eszközöket, vegyszereket és az eljárási módot recepturálisan megadják a cikkben. 96–111% visszanyerési arányt érték el az előzőekben említett négy vegyületnél, anilint 1–50 ppb mennyiségben találtak Brillanstsäuregrün és Indigotin színezékekben. Benzidint csak Patentblauban találtak 0,1–0,3 ppm mennyiségben, 4-aminobifenilt és naftilamin nem mutattak ki a vizsgált 22 színezékben. A kimutatási határt színezékekben kb. 100-as faktoral kell

csökkenteni, a leírt eljárás szerint az amintartalom 1 ppb körül várható, amely elektrokémiai detektoral mutatható ki.

V. E. (Kaposvár)

UGRINOVITS M.

(Vereinfachte Fettbestimmung in Lebensmitteln)

Egyszerűsített zsírmeghatározás élelmiszerekben

Mitt. Gebiete Lebensm. Hyg. 230, 72, 1981.

Bevezetőben a szerző utal az ún. alapelemzésekkel szemben támasztott megnövekedett követelményekre és az általa kidolgozott módszernél a pontosság mellett, a gyors kivitelezhetőségre, a sorozatban való alkalmazhatóságra törekszik. A Stoldt módszert módosította annyiban, hogy a savas feltárás utáni szűrést elhagyta, azt folyadékfolyadék extrakcióval helyettesítette. Az egyes lépéseket folyamatábrán mutatja be a cikkben. A folyadék-folyadék extrakcióhoz a Soxhlet készülékhez hasonló berendezést használt. (Módosított folyadék-folyadék extraktor Trabold AG, Bern). A módszer előnye, hogy rövidebb idő alatt kivitelezhető, mint a hagyományos és a szűrésből adódó veszteség (szűrőpapír-áteresztés, ill. ellenkező irányú hiba) kiküszöbölhető. A Stoldt módszerrel való, összehasonlító vizsgálat azonos eredményt adott. A reprodukálhatóságra, pontosságra és összehasonlíthatóságra vonatkozó laboratóriumok közötti vizsgálatokat körvizsgálat formájában tervezi a szerző.

V. E. (Kaposvár)

Gyorsfagyasztott szamóca krém C-vitamin-tartalmának alakulása, tárolás során

RÁCZ ENDRÉNÉ ÉS MARTON ANDREA

Kertészeti Egyetem, Budapest

Érkezett: 1981. november 4.

Gyümölcsök C-vitamin-tartalmának hosszas megőrzése szempontjából leg-eredményesebb tartósítási mód a gyorsfagyasztás. A korszerű táplálkozási igények kielégítésével párhuzamosan egyre sürgetőbb igényként jelentkezik olyan analitikai módszerek kiválasztása, melyek tartósított élelmiszereink tényleges beltartalmi értékeit tükrözik. Különösen jelentős ez az emberi szervezet számára egyik legfontosabb vitamin, a C-vitamin esetében.

A C-vitamin jellemző tulajdonsága, hogy savanyú közegben eléggé állandó, semleges vagy enyhén lúgos közegben könnyen bomló vegyület. Redukáló tulajdonságát használjuk fel arra, hogy különböző analitikai módszerekkel kvantitatíve meghatározzuk. Kétféle formájában (aszorbinsav – AS; és dehidroaszorbinsav DAS) külön-külön, de együtt is előfordulhat, ezért meghatározása is vagy külön-külön vagy valamelyik redukált vagy oxidált formára átalakítva együttesen történik. Mivel a két forma stabilitásában és biológiai hatásában is különbözik egymástól, lényeges az élelmiszerekben levő arányuk ismerete is.

A C-vitamin meghatározására használt módszereket a következőképpen csoportosíthatjuk:

1. Títrimetriás módszerek

Jodometriás meghatározások
Bromatometriás meghatározások
Meghatározás 2,6-diklórfenolindofenollal

2. Színreakción alapuló módszerek

$\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer,
AS meghatározás diazotált H-metoxi-2-nitroanilinnel,
AS meghatározás N, N-dimetilacetamiddal,
DAS meghatározás 2,4-dinitrofenilhidrazinnal,
Papírkromatográfiás eljárás glikollal,
Papírkromatográfiás eljárás 2,4-dinitrofenilhidrazinnal,
DAS-oszazon vékonyréteg-kromatográfiás meghatározásával.

Polarográfiás meghatározási módszer

Munkánk során gyorsfagyasztott szamóca krém C-vitamin-tartalmát az $\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszerrel és vékonyréteg-kromatográfiásan DAS-oszazon formájában határoztuk meg.

Anyagok és módszerek

Kísérleteinket Rival fajtájú szamócából végeztük. A krémmé való feldolgozás tisztítás után, 0,4 mm perforációjú, egyfokozatú centrifugálpaszírozóval történt. A natúr szamócakrém 200 g töltő súlyú, polisztirol fedelű, paraffinozott kartonpohárba töltöttük, és -30°C -on, Lehel fagyasztópultban fagyasztottuk. A fagyasztott krém tárolását -5°C –, -15°C – és -20°C -on Tyler típusú hűtőkamrákban végeztük. A kamrák hőingadozása nem lépte túl a $\pm 0,5^{\circ}\text{C}$ -ot.

- A – 5°C -on tárolt mintákat hetente,
- a – 15°C -on tárolt mintákat 3 hetente,
- a – 20°C -on tárolt mintákat havonta analizáltuk.

A felengedtetés 37°C -os termosztátban történt. Minden vizsgálati időpontban mindkét módszerrel 2–2 párhuzamos meghatározást végeztünk.

Az α – α' dipiridiles meghatározáshoz *Spanyár – Keveiné – Blazovich* módszerét (4), a rétegekromatográfias meghatározáshoz *Petróné módszerét* (4) adaptáltuk. Az utóbbi módszernél kisebb változtatásokat eszközöltünk. Az oszszanképzést 60°C -on végeztük 20 percig, az analízis időigényének csökkentése céljából. Futtatószerként kloroform-etilalkohol 96:4 arányú elegyét használtuk, amivel igen jó elválasztást értünk el és kiküszöböltük a piridin változó kereskedelmi minőségéből adódó zavarokat.

Vizsgálati eredmények

Mindkét analitikai módszerrel vizsgált, három különböző hőfokon (-5 ; -15 ; -20°C) tárolt, gyorsfagyasztott szamóca krém C-vitamin-tartalmát a tárolási idő függvényében az 1., 2., 3. táblázat tartalmazza.

1. táblázat

Gyorsfagyasztott szamóca krém C-vitamin-tartalmának alakulása a tárolási idő függvényében, -5°C -on

Tárolási idő (nap)	α – α' dipiridiles módszer		
	Összes C-vitamin mg %	AS mg %	DAS mg %
0	33,17	20,48	12,69
6	28,27	12,27	15,99
13	22,53	6,75	15,78
20	19,14	4,03	15,11
29	16,94	3,86	13,08
34	15,13	3,51	11,62
Tárolási idő (nap)	Rétegekromatográfias módszer		
	Összes C-vitamin mg %	AS mg %	DAS mg %
0	53,47	39,86	13,61
6	46,59	17,32	29,27
13	43,19	5,27	37,92
20	40,62	5,10	35,52
29	37,95	3,98	33,97
34	36,05	3,00	33,05

Gyorsfagyasztott szárocakrém C-vitamin-tartalmának alakulása a tárolási idő függvényében, -15 °C-on

Tárolási idő (nap)	$\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer		
	Összes C-vitamin mg %	AS mg %	DAS mg %
0	33,17	20,48	12,68
22	25,05	6,97	18,12
41	19,80	4,30	15,50
80	11,40	1,46	9,94
104	6,23	0,78	5,44
126	4,05	0,45	3,60
Tárolási idő (nap)	Rétegekromatográfiás módszer		
	Összes C-vitamin mg %	AS mg %	DAS mg %
0	53,47	39,86	13,61
22	44,20	18,30	25,90
41	40,15	16,00	30,15
80	37,84	8,60	29,24
104	35,60	7,20	28,40
126	34,22	6,45	28,27

3. táblázat

Gyorsfagyasztott szárocakrém C-vitamin-tartalmának alakulása a tárolási idő függvényében, -20 °C-on

Tárolási idő (nap)	$\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer		
	Összes C-vitamin mg %	AS mg %	DAS mg %
0	33,17	20,49	12,68
35	28,40	9,82	18,58
60	20,31	6,24	14,07
107	17,89	6,13	11,76
190	15,94	5,97	9,97
Tárolási idő (nap)	Rétegekromatográfiás módszer		
	Összes C-vitamin mg %	AS mg %	DAS mg %
0	53,47	39,86	13,61
35	45,21	17,06	28,15
60	41,53	13,63	27,90
107	38,95	12,77	26,18
190	36,72	11,31	25,41

Az eredmények értékelése

Élelmiszereink C-vitamin-tartalmának meghatározására hazánkban az $\alpha - \alpha'$ dipiridiles és a vékonyréteg-kromatográfiás módszer a legelterjedtebb. Irodalomból ismert, hogy végeztek összehasonlító vizsgálatokat (1, 2, 3) és egyes termékeknél a rétegekromatográfiás módszerrel több C-vitamint mutattak ki (káposzta, zöldpaprika, fagyasztott málna, karfiol), mint az $\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer esetében. A

szerzők az eltéréseket a hagyományos módszerek hiányosságaival magyarázzák, és hangsúlyozzák a rétegekromatográfiai technika előnyét, ugyanis itt a futtatásnál a zavaró anyagok tökéletesen elválaszthatók. Először *Spanyár* (6) utalt rá, később más szerzők is megállapították, hogy az $\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer 10 mg% alatti mennyiségek vizsgálatára már nem alkalmas. A vékonyréteges módszerrel viszont a nyomokban jelenlevő C-vitamin is kimutatható. A vékonyréteges eljárás hibája, a vizsgálati mintától függően 5–10%. Ezt figyelembe véve mennyiségi meghatározásra 1 mg % C-vitamin kimutatásáig alkalmas (5). Az irodalmi adatok és saját tapasztalataink összevetése után, felvetődik a kérdés, melyik módszer alkalmazása javasolható tartósított élelmiszereink C-vitamin tartalmának meghatározásához?

A két meghatározási eljárással kapott eredmények között gyorsfagyasztott számacrém esetén nagy eltérés tapasztalható, és az eltérés a tárolási idő előrehaladtával növekszik. A két módszerrel kapott vizsgálati eredmények közti különbség változása a termékben tárolás során keletkező és egyre nagyobb mennyiségben felhalmozódó zavaró anyagok jelenlétével magyarázható.

A 4., 5., 6. táblázatok jól szemléltetik a két módszerrel kapott értékek közti eltérés változását.

4. táblázat

A – 5 °C-on megmaradó összes C-vitamin-tartalom

Idő (nap)	$\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer %	Rétegekromatográfiai módszer %	Δ %
0	100	100	0
6	85,23	87,13	1,90
13	67,92	80,77	12,85
20	57,70	75,69	18,26
29	51,07	70,97	19,90
34	45,61	67,42	21,81

5. táblázat

A – 15 °C-on megmaradó összes C-vitamin-tartalom

Idő (nap)	$\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer %	Rétegekromatográfiai módszer %	Δ %
0	100	100	0
22	75,52	82,66	7,84
41	59,69	75,09	15,40
80	34,37	70,77	36,40
104	18,78	66,58	47,80
126	12,21	64,00	51,79

A - 20 °C-on megmaradó összes C-vitamin-tartalom

Idő (nap)	$\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer %	Rétegekromatog. ráfiás módszer %	A %
0	100	100	0
35	85,62	84,55	1,07
60	61,23	77,67	16,44
107	53,93	72,84	18,91
190	48,06	68,67	20,61

A fentiekből következik, hogy a két módszer rendszeres hibája mellett, tárolt termékeknél egyéb tényezők is közrejátszanak az eredmények kialakításában.

Bár az $\alpha - \alpha'$ dipiridiles módszer időigénye kb. fele a rétegekromatográfiai módszernek, és az értékelés megbízhatósága miatt is előnyben részesítik, kísérleteink alapján, főleg tárolt termékek C-vitamin-tartalmának meghatározására a rétegekromatográfiai módszert kell megbízhatóbbnak tartanunk, a redukáló képességen alapuló meghatározással szemben.

IRODALOM

- (1) Kevei E., Petró M., Szárföldi I.: Élelmiszertudomány. 7., 45, 1967.
- (2) Blazovich M.: Kísérletügyi Közlemények. 12., 3, 1969.
- (3) Kevei E.-né: Élelmiszeripar. 24., 161, 1970.
- (4) (4) MÉTE Vitamin Munkabizottsága: Vitaminmeghatározási eljárások élelmiszerekben. 68, 1977.
- (5) Petró O.: ÉVIKE 14., 234, 1968.
- (6) Spanyol P., Kevei E., Blazovich M.: KÉKI Közlemények. 4., 1, 1963.

VERÄNDERUNG DES C-VITAMINGEHALTES DER SCHNELLGEFRORENEN ERDBEERCREME WÄHREND IHRER LAGERUNG

E. Rácz und A. Marton

Der Gesamtgehalt an C-Vitamin (AS und DAS mit-einbegriffen) von bei unterschiedlichen Temperaturen gelagerten schnellgefrorenen Erdbeercremen wurde in Abhängigkeit von der Lagerungsdauer untersucht, unter Anwendung von Methoden: mittels $\alpha - \alpha'$ -Dipyridyl und mittels Dünnschichtchromatographie.

Die Ergebnisse waren bei der dünn-schichtchromatographischen Methode systematisch höher. Mit der Dauer der Lagerungszeit wurden die Unterschiede zwischen den mit verschiedenen Methoden erhaltenen Werte immer grösser. Nachdem aber die dünn-schichtchromatographische Methode eine bessere Abtrennung von den störenden Substanzen sichert, erscheint diese Methode trotz ihrem höheren Zeitbedarf und subjektiver Auswertungsweise doch vorteilhafter. Ausser dem Vergleich der beiden Methoden wurde auch die Geschwindigkeit der Veränderung des C-Vitamingehaltes der schnellgefrorenen Erdbeercreme bei drei unterschiedlichen Temperaturen bestimmt.

CHANGES IN THE CONTENT OF VITAMIN C OF QUICKFROZEN STRAWBERRY CREAM DURING ITS STORAGE

E. Rácz and A. Marton

The total content of vitamin C (including AS and DAS) in quickfrozen strawberry creams stored at various temperatures as function of the length of storage time was determined, on using two methods: the α - α' -dipyridyl method and the thin-layer chromatographic method. In the latter case the results were systematically higher. Differences between the results obtained by both methods became ever greater with the increase of the length of storage time. Still, the thin-layer chromatographic method ensuring better separation from the interfering substances must be preferred, despite its greater time requirement and its subjective way of evaluation. Besides the comparison of both methods also the rate of the change of the content of vitamin C of the quickfrozen strawberry cream was determined at three different temperatures.

Az Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézetek IV. Tudományos Konferenciája

A MÉVI-hálózat IV. Tudományos Konferenciáját 1981. október 6–7-én Szolnokon, a Megyei Művelődési és Ifjúsági Központban rendezték. A konferencia házigazdájaként Matuz János, a Szolnok megyei Tanács VB Mezőgazdasági és Élelmiszerügyi Osztály vezetője köszöntötte az előadókat, résztvevőket. Ezt követően Glózik András, a MÉM Állategészségügyi és Élelmiszerhygiéniai Főosztályvezetője nyitotta meg a konferenciát. Tóth Zsiga István a MÉTE főtítkára, mint a plenáris ülés elnöke kiemelte a konferencia jelentőségét, a MÉVI-hálózat és a MÉTE kapcsolatát. Nagy érdeklődés kísérte Takó Éva főosztályvezetőhelyettes „Az élelmiszerek minőségének és minőségellenőrzésének aktuális problémái” címmel tartott plenáris előadását. A második plenáris előadást, amelynek szerzői: Rác Endre főfelügyelő (MÉM Állategészségügyi és Élelmiszerhygiéniai Főosztály) és Vajda Ödön igazgató (MÉM ÉVK), „A Magyar Élelmiszerkönyv és az Élelmiszervizsgálati Módszertan szerkesztésének irányelvei és gyakorlata” címmel, Vajda Ödön tartotta.

Az I. szekció elnöke Vajda Ödön igazgató (MÉM ÉVK) volt. E szekció keretében az alábbi előadások hangzottak el: Draskovics Imelda, Borus Józsefné (MÉM ÉVK) és Márton Attila Ferenc (MTA–KFKI): „Az élelmiszerek vegyi szennyezettségi szintjének alakulása 1977–1980. években” címmel. Majd Siska Elemér és B. Magyar Ágnes (MÉVI Veszprém): „Élelmiszerek mineralizálása kombinált előkészítő eljárással atomabszorpciós fémtartalom meghatározásához”. Ezt követően Juhász Endréné (MÉVI Debrecen): „Néhány roncsolási eljárás összehasonlító vizsgálata különböző atomabszorpciós lángparaméterekkel” címmel tartotta meg előadását. Sarudi Imre, Pócz Gyula és Varga Eletka (MÉVI Kaposvár): „A tej kalcium-, magnézium-, kloird- és laktóztartalmának meghatározása azonos szűrumból” c. előadást Sarudi Imre, míg Schumann Róbert, Csendes Zsuzsanna és Miklós Sándor (MÉVI Pécs): „A nitrát-ion polarográfiás meghatározása húsipari termékekből” c. előadást Schumann Róbert tartotta. Uresch Ferenc, Takácsné Dénes Katalin (MÉVI Győr), Dömsödi Ferenc, Illyés Endréné (MÉVI Székesfehérvár), Kulcsár Ferenc és Szabó Edit (MÉM ÉVK): „Gyorsfagyasztott zöldségfélék és pácolt, füstölt húskészítmények nitrát-ion tartalmának gyors meghatározása” előadását Rajky Antalné és Szentgyörgyi Mária (FÉVI): „Benzoesav és szorbinsav meghatározására alkalmas módszerek összehasonlítása” c. előadás követte. Az első szekció Kiss Béla, Liszonymé Gacsályi Márta és Szabó László (MÉM ÉVK): „Röntgen emissziós analízis elve és alkalmazási lehetőségei az élelmiszerek vizsgálatára” című előadásával ért véget, amelyet vita követett.

A II. szekció Zukál Endre igazgató (ÁHT Húsipari Kutató Intézet) elnökletével kezdődött. Elsőként Szarvas Tibor (MÉM ÉVK) „A mintavétel és élelmiszerminták néhány hazai és nemzetközi példája” c. előadása hangzott el. Ezt követte André László (MÉVI Tata) „GLP (Good Laboratory Practices) beve-

zetése az intézeti munkába” c. előadásával, majd Szeghalmi Jenő (MÉVI Kecskemét) tartott előadást „Statisztikus tételminősítés adatait értékelő rendszer bírálat” címmel. Soron következett Molnár Pál, Kécsáné Lengyel Anna és Karacsonyi Gáborné (MÉM ÉVK) szerzők „Vizsgálati adatok gépi feldolgozásával kapott eredmények és hasznosításuk lehetőségei a minőségszabályozásban” c. előadása, melyet Molnár Pál tartott. „A Fejér megyei ÁHV minőségszabályozási lehetőségeinek vizsgálata a párizsi és az olasz felvágott minőségellenőrzési adatainak matematikai-statisztikai feldolgozása alapján” című témát Ary Károly (MÉVI Székesfehérvár) adta elő. Falusi Zsuzsa és Molnár Pál (MÉM ÉVK), „Érzékszervi bírálók kiválasztásának és továbbképzésének hazai eredményei és tapasztalatai” tárgyú munkáját Falusi Zsuzsa ismertette. A továbbiakban Szabó Erzsébet (MÉM ÉVK) tartott előadást „A 20 pontos érzékszervi bírálati rendszer alkalmazásának tapasztalatai üdítőitaloknál” címmel. A II. szekciót az első lapon Gomola György (MÉM ÉVK) „Az élelmiszer-minőségellenőrzés hatósági tevékenységének jogpolitikai elvei” című előadása, majd az elhangzottakkal kapcsolatos vita zárta.

A konferencia második napja a posterek kollektív megtekintésével kezdődött, majd az I. szekcióban Nedelkovits János tudományos főmunkatárs elnökletével további előadások hangzottak el. Elsőként Márton Attila Ferenc, Dutka Ferenc (MTA – KKKI) és Draskovics Imelda (MÉM ÉVK) „Mikotoxin-szennyezettség kémiai vizsgálati módszerei” címmel Márton Attila a mikotoxinok kémiai meghatározási módszereit és érzékenységeket ismertette. Bencsik Lajos, Paksi Györgyné (MÉVI Szolnok) és Molnárné Polgár Magdolna (GMV Törökszentmiklós) az „Exrudált szója antinutritív anyagainak vizsgálata” során szerzett tapasztalatokat és az eddigi eredményeket Bencsik Lajos tárta a hallgatóság elé. Vizsgálatokat végeztek „Saccharin fotometriás meghatározása üdítőitalokban” tárgykörben, amelynek eredményeit Záborszky Zsigmondné és András László (MÉVI Tata) foglalta össze. Boros Ilona (MÉM ÉVK) és Staudtné Szipola Ilona (Mévi Székesfehérvár) előadása „Búzafajták poliakrilamid gélelektroforézis vizsgálata a minőség szerinti átvétel szolgálatában” címmel hangzott el. A lisztek vizsgálatához adott hasznos ismeretanyagot Kulcsár Ferenc (MÉM ÉVK), Gyulai Béla (Kertészeti Egyetem), Rajkai Gábor és Árvai Sándor (MÉVI Székesfehérvár) „Új műszer kidolgozása a lisztek alfa-amiláz aktivitásának meghatározására” című előadása. Az előadásokat vita követte.

A szünet után Selmeci György és Cseh Ferenc (MÉVI Szeged) „Húsok, húskészítmények, húskonzervek alkotórészeinek szimultán analízise egy bemérésből” címmel adott elő. A továbbiakban Gyovai János, Nagy Ilona és Bancsik Lajos (MÉVI Szolnok): „A sör színének extinkcióval történő jellemzése” címmel, majd Somogyi Valéria (MÉVI Győr) és András László (MÉVI Tata): „Üdítőitalok színmérése „MOMCOLOR” színmérővel” címmel hallhattak a jelenlévők előadást. Az első szekciót Klatsmányi János, Zala Péter (MÉVI Zalaegerszeg) és Vadadi Kornél (MÉM ÉVK) „Cukrászati termékek kakaótartalmának meghatározása kromatográfias módszerekkel” előadása zárta. Ezek után az elhangzottakkal kapcsolatos vita következett.

A II. szekcióban Gasztromi Kálmán egyetemi tanár (Kertészeti Egyetem) elnökölt. Berkó Erika és Szabó Béláné (MÉVI Szolnok) „Tisztított zöldségek mikrobiológiai vizsgálata” címmel elsőként tartotta meg előadását, majd ezt követte „Összefüggések a sütőipari üzemek technológiája és a gyártott késztermék mikrobiológiai állapota között” címmel Havas Ferencné (MÉVI Salgótarján) ismertetése. Téren József és Selmeci György (MÉVI Szeged) tartottak előadást „Javaslat az élelmiszerek mikotoxin-szennyezettségének figyelésére a MÉVI hálózatban” címmel. Sorban következett Patona Tamás (MÉVI Szombathely) és Dudás Tibor (Mezőgazdasági Főiskola, Kaposvár): „Zearalenon/F-2 toxin

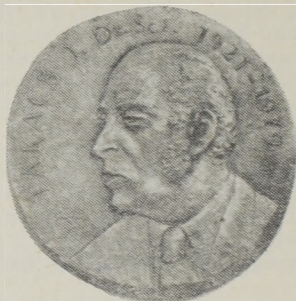
vizsgálata egyes élelmiszerekben” címmel, majd André László (MÉVI Tata) és Horváth György (MÉVI Kecskemét) „A fűszerpaprika őrlémények színváltozása a feldolgozási időszak alatt” címmel tartott előadásai.

Vita és rövid szünet után a szekció második részében szerepelt Gombosi Ferenc, Paksi György, Benkó Erika (MÉVI Szolnok) és Csák Alán (MÉVI Pécs): „Félkemény sajtok gyártásának teljes körű technológiai ellenőrzése” című előadása. Ezután következett Visi György (MÉVI Kaposvár): „Egy automata kenyérgyártóvonal üzemmenetének méréses jellemzőkkel való nyomonkövetése” címmel tartott előadása. Továbbiakban Nové László, Selmeci György (MÉVI Szeged): „Élelmiszer-adalékanyagok húsipari felhasználásának lehetőségei és korlátai” című előadása hangzott el. Utolsóként Gebri Péter (MÉVI Nyíregyháza) és Kállai Tamás (Gyümölcs és Dísznövény Kutató Intézet) „A tárolt alma minőségellenőrzésének lehetőségei objektív mutatók alapján” című előadása zárta a konferencia előadásainak sorát. Ezek után vita következett.

A tudományos konferencia tapasztalatait Takó Éva főosztályvezető-helyettes összegezte.

Kacskovics Miklós

Takács János emlékülés



Takács János professor – a nemzetközileg is ismert és elismert élelmiszer-higiénikus és élelmiszer-mikrobiológus – halálának második évfordulója alkalmából emlékülést rendezett a Magyar Agrártudományi Egyesület Állatorvosok Társaságának élelmiszer-higiéniai szakosztálya 1981. november 10-én Budapesten, az Állatorvostudományi Egyetem aulájában.

Az emlékülés keretében *Takács* professor helyét és szerepét a hazai nemzetközi élelmiszer-higiéniai gyakorlatban *Pigler József*, a MÉM Élelmiszeripari Higiéniai Ellenőrző Szolgálatának igazgatója méltatta. Tudományos kutató, iskolát teremtő oktató-nevelő, módszerfejlesztő és a korszerű mikrobiológiai élelmiszer-minősítő rendszer elveit lerakó tevékenysége mellett kiemelte az élelmiszer-gazdaság egészére kiterjedő higiéniai szemlélet és gondolkodásmód általánossá tételét minden rendelkezésre álló fórumon szenvedélyesen propagáló szakembert s felvázolta az aktív közéleti harcos portréját is.

A megemlékezést követően előadások hangzottak el a szorosan vele együtt dolgozott munkatársai részéről a halála óta elért újabb eredményekről az alábbi témákban: az élelmiszer-vizsgálathoz kapcsolódó állatállomány-információk jelentősége (*Biró Géza* Állatorvostudományi Egyetem); fűszerek mikrobiológiai vizsgálata és ennek élelmiszeripari jelentősége (*Domján Hajnalka* MÉM ÉHESZ); az állati eredetű élelmiszerekben előforduló, biológiailag aktív maradványanyagok vizsgálati eredményeinek értékelése az 1971. és 1980. közötti időszakra vonatkozóan (*Simonffy Zoltán* MÉM ÉHESZ), amely előadás adataiból kitűnt, hogy ezen a téren jelenleg a fő problémát a nehézfém-szennyeződések, valamint a nitrit-nitrát vegyületeknek élelmiszer-adalékként való felhasználásából adódó egészségkockázat jelentik; végül a sertés-testfelületek mikrobás szennyezettségének alakulásáról *Takács Imre* (Állatorvostudományi Egyetem) számolt be, különös tekintettel ennek eltérő fokára különböző (bőrfejtéses, illetve forrázásos) vágástechnológiák alkalmazásakor.

Az emléküléshez szorosan kapcsolódott *Takács* professor síremlékének felavatása a Farkasréti temetőben. Itt *Soós Gábor* MÉM államtitkár mondott avató beszédet, amelyben az alkotó ereje teljében váratlanul eltávozott tudóst és barátot értékelte: *Takács* professzort munkásságában mindig az a fő gondolat vezérelte, miképpen tudná a kutató munkája során elért eredményeit a népgazdaság hasznára a gyakorlatnak mielőbb átadni.

Szakál Sándor

CONTENTS

In memoriam <i>Károly Vas</i> (J. Kottász)	1
In memoriam <i>Endre Aranyi</i> (A. Bozó)	3
<i>Kottász, J.</i> : Report on Volume XXVII. (1981) of the journal <i>Élelmiszer- vizsgálati-Közlemények</i>	5
<i>Fábry, Z., Perecsényi, E., Kántor, D.</i> : Comparison of the methods for the determination of calcium and potassium in solutions prepared from ideal model and ash samples, respectively	7
<i>Sarudi, I., Varga, E.</i> : Determination of calcium and potassium by flame photometry in the ash of samples of plant and animal origin	17
<i>Czeglédi-Jankó, G., Mihályi, Gy., Kőrmendy, L.</i> : Investigation of the meth- od of nitrate determination based on the nitration of salicylic acid in case of products of the meat industry prepared by long ripening	25
<i>Zsigmond, A., Békés, F., Ungár, E.</i> : Investigation of the error sources of aminoacid analysis	33
<i>Klatsmányi, J., Zala, P.</i> : Experiences at the gas chromatographic deter- mination of the quinine content of soft drinks of tonic type	49
<i>Visi, Gy., Butti, E.</i> : Remarks to the practice of the measurement of the degree of acidity of bakery products	63
<i>P. Rácz, M., Szép, I., V.-Vigyázó, L.</i> : Determination of the raffinose con- tent in molasses	55
<i>Rácz E., Marton A.</i> : Changes in the content of vitamin C of quickfrozen strawberry cream during its storage	71

Tájékoztató Olvasóinkhoz és Munkatársainkhoz !

Az Élelmiszervizsgálati Közlemények hat füzetben jelenik meg évenként egy kötetben.

A folyóirat az alábbi tárgykörökbe tartozó cikkeket közli:

- I. Általános, közérdeklődésre számot tartó cikkek (élelmiszerek minőségére – higiénijára – szabványosítására vonatkozó dolgozatok, összefoglaló vagy beszámoló ismertetések stb.).

II. Eredeti dolgozatok.

A szerzők önálló vizsgálatain, kutatásain alapuló közlemények; élelmiszerek kémiai, fiziko-kémiai, műszeres, mikrobiológiai, radiológiai, higiéniai vizsgálataira vonatkozóan.

III. Rövid gyakorlati közlemények, vagy összehasonlító-értékelő dolgozatok.

A lapszemle keretében magyar folyóiratokban megjelent dolgozatok címjegyzékét és külföldi folyóiratok kivonatait ismerteti.

A közlemények tartalmáért a szerzők felelősek. A közleményeket tömören kell megfogalmazni. A kéziratokat gépírással 1,5-es sorközzel, 4–5 cm margóval, a lapnak csak egyik oldalára írva kell beküldeni. A szakkifejezéseket, vegyületneveket fonetikusán kell írni. Az irodalmi utalásoknál a szerzők vezetéknevét és keresztnévének kezdőbetűit, továbbá a mű címét, kiadásának helyét és idejét, illetve a folyóirat kötet-, oldal- és évszámát kell feltüntetni a dolgozatok végén. A kéziratához csatolni kell a munka magyar nyelvű rövid összefoglalását 3 példányban.

Kéziratokat a szerkesztőség nem ad vissza. A kefelevonatokat a margón kivajítva azonnal vissza kell küldeni. Az esetleges ábrák levonatát a kefelevonat szélére kell ragasztani a megfelelő helyen és ellenőrizni kell azok számozását és aláírását.

Önálló közleményekből a szerzők kívánságára 50 db különlenyomatot adunk.

Kéziratokat és kefelevonatokat a szerkesztő címére kell küldeni: *dr. Kottász József*, 1052 Budapest Városház u. 9–11.

a szerkesztő bizottság

Szerkesztő: dr. Kottász József
Szerkesztőség: 1052 Budapest V., Városház u. 9–11.
Felelős kiadó: Siklósi Norbert – Kiadja a Lapkiadó Vállalat
Budapest VII., Lenin körút 9–11.
MÉM Élelmiszereellenőrző és Vegyvizsgáló Központ, bev. szla. Budapest
232–90105–9728. sz. csekk számlára,
Előfizetési díj: 1 évre 300,- Ft
Külföldön terjeszti a Kultúra Külkereskedelmi Vállalat
H–1389 Budapest, Postafiók 141
82.304. Állami Nyomda, Budapest
Felelős vezető: Mihálek Sándor igazgató
