

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 gázkromatográfival 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.

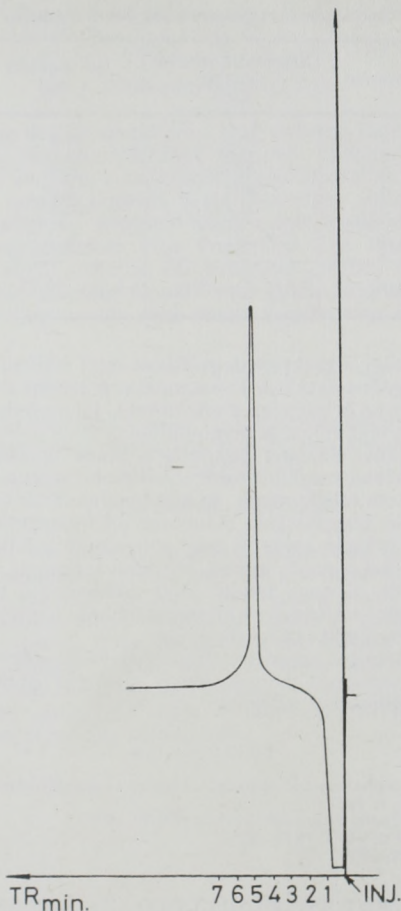
Hidrogén: a detektor optimuma szerint

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: Szeszípar (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.