

Tartósítószeres intenzív folyadékkromatográfiai meghatározása

KORÁNY KORNÉL és GASZTONYI KÁLMÁN

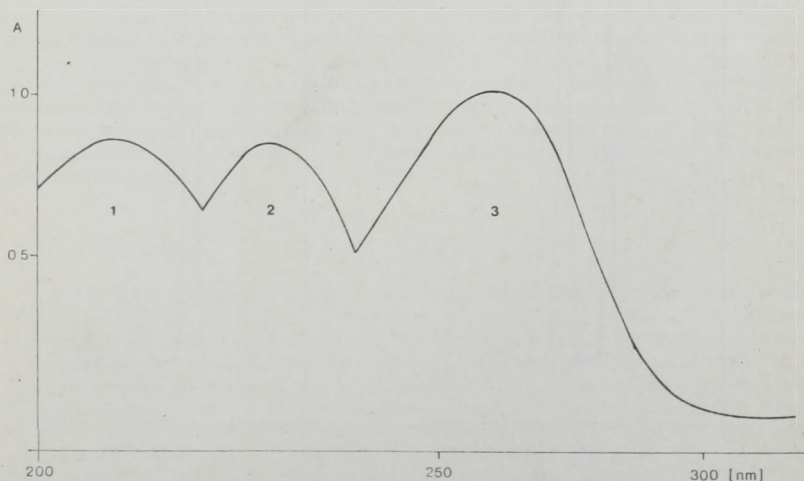
Kertészeti Egyetem, Élelmiszerkémiai Tanszéki Csoport

Érkezett; 1983. november 11.

A tartósítószeres élelmiszerekbe történő keverésének az a célja, hogy a termékek mikrobiológiai romlását megakadályozzuk. Konzerválószeres használatosak a gyümölcslevek, tejtermékek, konzervételek, halkonzervek, egyes mélyhűtött áruk és bizonyos esetekben még a gyógyászati anyagok tartósítására is. E vegyületek használatát és megengedhető legnagyobb koncentrációját (általában a 100–10 000 mg/kg tartományban) szabványok, élelmiszer törvények szabályozzák.

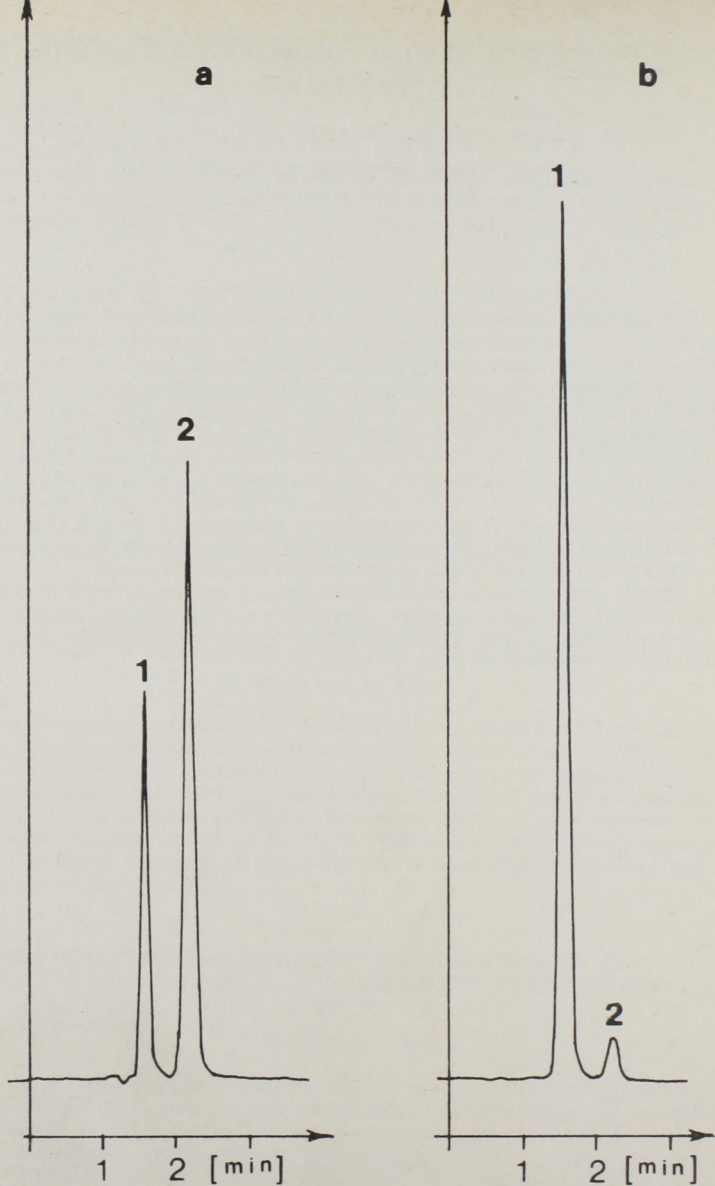
A tartósítószer-tartalom vizsgálatára fotometriás és gázkromatográfiai eljárások terjedtek el. Mindkét módszernek vannak azonban bizonyos korlátai. A fotometriás mérések zöme nem kellően specifikus, pontosságuk sokszor nem kielégítő és általában időigényesek. A gázkromatográfiai eljárások többségénél viszont, bár kellően szelektívek és pontosak, gyakran a meghatározni kívánt komponensekből származékokat kell képezni, ami a meghatározást bonyolulttá teszi.

Az intenzív (nagy nyomású) folyadékkromatográfia számos előnnyel rendelkezik mindkét említett módszerrel szemben. Egyrészt a minta előkészítés általában egyszerű (nem szükséges például a származékképzés), másrészt megfelelő szelektivitá mellett a módszer pontossága (1).



1. ábra

A citromsav, benzoésav és szorbinsav abszorpciós spektruma a futtatáshoz használt eluensben
Csúcsok: 1 citromsav, 2 benzoésav, 3 szorbinsav



2. ábra

A benzoosavat és szorbinsavat tartalmazó standard oldat felvétele 254 nm-en és 228 nm-en
 Csúcsok: 1 benzoosav, 2 szorbinsav
 Az *a* kromatogram (20 μ l, s: 0,08 AUFS) 254 nm; a *b* kromatogram (20 μ l, s: 0,16 AUFS) 228 nm
 hullámhosszágon készült. A mérés érzékenysége 228 nm-en benzoosavra kb. 10-szeresére nő,
 szorbinsavra kb. harmadára csökken

Jónéhány élelmiszertermék esetén (pl. gyümölcslevek, befőttek, gyümölcs-izek és tejtermékek), csak két tartósítószer, a *szorbinsav* és a *benzooesav* kimutatásának van analitikai jelentősége. E két komponens meghatározása intenzív folyadékkromatográfiával izokratikus futtatási körülmények (azonos hőmérséklet és azonos eluens-összetétel) mellett van lehetőség, sőt a módszer alkalmas a két szerves sav nátrium- és kálium-sójának kimutatására is. Az eljárás a rövid elemzési idő és nagy érzékenység miatt rutinanalitikai módszer lehet (2).

Az intenzív folyadékkromatográfiás tartósítószer-meghatározás tanulmányozására részben Olympus márkájú natur citrusleveket, részben tubusban forgalomba hozott pasztaszerű készítményeket (Pirosarany, gulyáskrém, mustár) használtunk. A citrusleveket szorbinsavval, a pépes anyagokat benzooesavval tartósították.

A folyadékkromatográfiához fotometriás detektort használtunk, ezért előzetesen felvettük a szorbinsav, a benzooesav és a citromsav vizes oldatának abszorpciós görbéjét (1. ábra). A görbéről leolvasható abszorpciós maximumok alapján a citromsav mérésénél 205 nm, a benzooesavnál 228 nm és a szorbinsavnál 254 nm hullámhosszra célszerű a detektort beállítani.

Az abszorpciós maximumok kimérése után standard elegy-oldatot készítettünk a szorbinsavból és a benzooesavból. Ezt az oldatot mind 228 nm-es, mind 254 nm-es detektorállás mellett kromatografáltuk. Az eredményeket a 2. ábra mutatja. A kromatogramokról jól látható, hogy 254 nm-en mindkét tartósítószer jól elkülöníthető, határozott csúcsot ad, viszont 228 nm-en a mérés érzékenysége a benzooesav vonatkozásában több mint tízszeresére nő, a szorbinsav mérhetősége viszont harmadára csökken. Indokolt tehát a két tartósítószer más-más hullámhosszon végzett detektálása.

Szorbinsav meghatározás

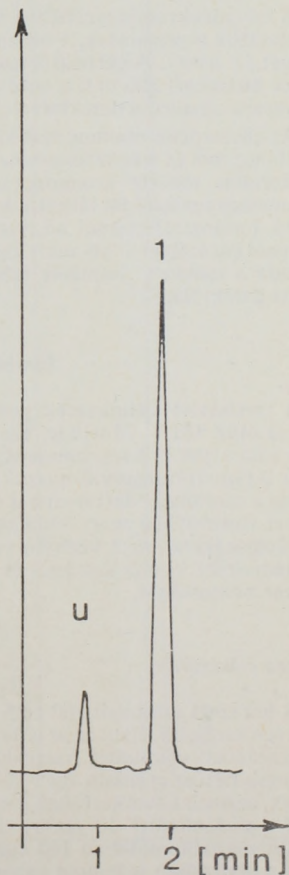
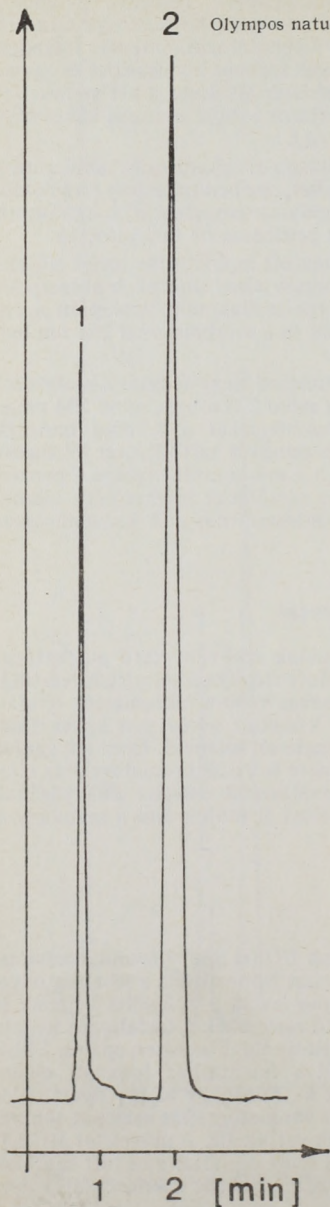
A tartósított élelmiszerek szorbinsavtartalmának szabványoszerű meghatározását az MSZ 1817-75 írja le. Eszerint a tartósított élelmiszerből vízgőzdesztillációval választjuk ki a szorbinsavat, majd ezt kénsavas kálium-bikromáttal oxidáljuk és 2-tiobarbitursavval hozzuk reakcióba. A kialakult vörös szín intenzitása, arányos a szorbinsav-tartalommal és spektrofotométerrel mérhető. Ezen elfogadott módszer ismeretében azért vállalkoztunk az intenzív folyadékkromatográfiás eljárás kidolgozására, mert várható volt, hogy az elválasztási művelet elhagyásának eredményeként kisebb szórással és rövidebb idő alatt el tudjuk érni a szabványos módszer pontosságát.

A minta előkészítése

A felrázott mintából 100 cm³-t centrifugálunk 13 000 min⁻¹ fordulatszámmal 10 percen keresztül. Ezután az oldatot finom pórusú szűrőn szűrjük, a sebesség növelése érdekében vákuumot használunk. Az Olympus levek, a gyümölcs héjának és magjának bezúzása miatt, igen kis szemcseméretű részecskéket tartalmazó kolloid oldatot, aminek következtében a kétszeresen tisztított oldat is erősen opálos. Ebből 8 cm³-t acetonnitrillel 10 cm³-re hígítunk, majd a futtatáshoz használt eluens eleggyel normállombikban 100 cm³-re egészítjük ki. Minthogy az így nyert oldat ebben a hígításban is kolloid jellegű, féltő, hogy a kromatográfiás oszlopot tönkreteszi, ezért injektálás előtt a mintát ultraszűrőnek vetjük alá. A műveletet MILLIPORE HA 0,45 μm-es szűrőpapíron végezzük, a fenti cég által gyártott szűrőfelületen, 1 cm³-es inzulin fecskendővel. A szűrés eredményeként tükrös oldatot nyerünk, amely kromatografálásra már alkalmas.

3. ábra

Olympos natur citromlé kromatogramja 254 nm hullámhosszúságon
Csúcsok: 1 citromsav, 2 szorbinsav



4. ábra

Az Olympos natur narancslé kromatogramja
254 nm hullámhosszúságon Csúcsok: 1 szorbinsav,
u nem azonosított csúcs (feltehetően citrom-
sav, retenciós idő 0,8 min)

Az analitikai körülmények optimalizálását a pufferrendszer százalékos összetételének, valamint megfelelő pH értékének megválasztásával kellett kezdeni. A vizsgálat céljaira az acetonitril 20%-os és a 0,005 M-os, potenciometriásan 4,4 pH-ra beállított ammónium-acetát oldat 80%-os elegye bizonyult a legjobbnak. Ez az eluens gyors áthaladást eredményez a többi poláros anyag számára és így elkerülhető ezek interferenciája a szorbinsavval, illetve a benzooesavval is. Ugyanakkor a két tartósítószer elválasztása egymástól megfelelő, mennyiségi meghatározásuk pontosan elvégezhető.

A savas pufferrendszer használata azért is előnyös, mert megakadályozza a szabad benzooesav és szorbinsav disszociációját. Ez az eljárás emellett biztosítja azt is, hogy az eredetileg só formában (Na, K) jelenlevő savak is egyetlen, a disszociációlan szabad savnak megfelelő retenció idejű csúcsként jelenjenek meg (3).

Méréseink során azt tapasztaltuk, hogy a citromlé minta 15–18-szori injektálása mintegy 100 bar-ral megemelte az oszlopnymást (130-ról 230-ra). A nyomásnövekedés az Olympus narancslé vizsgálatánál még nagyobb mértékű volt. Előfordult, hogy a belépő nyomás 300 bar-ra növekedett, az elválasztás azonban számottevően ilyen esetben sem romlott. A kromatografálást a Pye Unicam cég által forgalmazott fordított fázisú oszlopon végeztük. A futtatás körülményei a következők voltak:

Oszlop: Partisil ODS 10 μm , méret: 250 \times 4,6 mm ID. ss.

Eluens: A = 0,005 M ammóniumacetát, pH = 4,4

B = acetonitril (Merck, Uvasol)

Futtatás: 80% A, 20% B izokratikus

Áramlási sebesség: 3,00 cm^3/min .

Detektálási hullámhossz: 254 nm (szorbinsav).

A leírt mérési körülmények között a szorbinsav 2,1 perces retenció idővel ad csúcsot, ami a benzooesavtól kellően elkülöníthető (1,6 perc).

A leírtak szerint előkészített Olympus citromlé és narancslé minták kromatogramjai a 3. és a 4. ábrán láthatók. A citromlé felvételén a szorbinsav előtt, 0,8 percnél jelentkező csúcs a citromsavtól származik. Megjegyzendő, hogy a citromsavra vonatkozóan mennyiségi mérést nem végeztünk, de az eredmények azt bizonyítják, hogy egyszerű mintaelőkészítéssel, egyetlen minta injektálással a citromlé minőségét alapvetően befolyásoló citromsav a szorbinsav mellett meghatározható. A nagyobb pontosság érdekében azonban érdemes a citromsavat a saját jellemző elnyelési maximumán (205 nm) mérni.

A minták vizsgálata előtt természetesen hígítási sorral felvettük a kalibrációs egyenest. A narancslé és citromlé mintákból egyenként 5–5 párhuzamos mérést végeztünk. Mind a kalibrációs egyenesre, mind a párhuzamos mérésekre vonatkozó adatokat az 1. táblázat tartalmazza.

A szórás értékekből kiszámítható, hogy a mérés pontossága, a középértékre számolva, az Olympus citromlé esetében $\pm 7,1\%$, a narancslé esetében $\pm 6,5\%$, azaz az analitikai módszerektől általában megkövetelt $\pm 5\%$ -ot kissé meghaladja. Az MSZ 1817–75 szabvány által megadott, középértékre számított $\pm 10\%$ eltéréssel összehasonlítva azonban megállapítható, hogy az általunk kidolgozott intenzív folyadékkromatográfias módszer pontossága a szabványosénál jobb.

A két eljárás minta-előkészítésének összehasonlítása is az új eljárás mellett szól. Az intenzív folyadékkromatográfias módszer elválasztási műveletet nem tartalmaz (a kétszeres szűrés nem a meghatározandó komponens kivonására, hanem az oszlopot veszélyeztető mechanikai és kolloidális szennyezések eltávolítására irányul). A szorbinsavat pedig közvetlenül, a 254 nm-en jelentkező nagy elnyelését

A szorbinsav meghatározás eredményei

Minták megnevezése	Mért értékek mg/dm ³	Átlag mg/dm ³	Szórás mg/dm ³	Hiba %	A szorbinsav kalibrációs egyenesének adatai 254 nm-en, 0,08 AUFS érzékenységen	
Olymos citrom	438	457	34	± 7,1	Koncentráció (mg/dm ³)	
	408					Terület átlag (mm ²)
	507				5	159
	453				20	800
	480				50	1500
Olymos narancs	460	468	32	± 6,5	75	
	433				100	2530
	487				A regressziós egyenes egyenlete:	
	520				$y = 30,1x + 93,6$	
	441				Korrelációs együttható: $r = 0,994$	

kihasználva, érzékenyen tudjuk mérni. Az előkészítés egyszerűsége a mérés időnyét is jelentősen csökkenti (kb. fele a szabványos módszerének).

Amint az 1. táblázat adatai alapján látható, a termékek címkéjén deklarált 0,06%-os (600 mg/l) értéket a szorbinsav-tartalom egyik minta esetében sem éri el, bár az 1983. január 1-én érvénybe lépett MSZ 14476 – 82 még nagyobb koncentrációt is megengedne (1000 mg/l).

Benzooesav meghatározás

A tartósított élelmiszerek benzooesav-tartalmának szabványos meghatározását az MSZ 3636 – 75 írja le. Ez a módszer a módosított Mohler reakció elvén alapul. A benzooesavat dinitro-benzooesavvá nitráljuk, majd diamino-benzooesavvá redukáljuk és ammóniával sóvegyületté alakítjuk. Az így keletkező sötétvörös szineződést használjuk fel a spektrofotometriás méréshez. Megítélésünk szerint az intenzív folyadékkromatográfias meghatározás ebben az esetben is egyszerűbb, gyorsabb és pontosabb.

A minta előkészítése

A mintából 10 g-ot 80 cm³ desztillált vízzel 100 cm³-es jódszámlombikban 1 órán át rázatunk, ezt követően 13 000 min⁻¹ fordulatszámon 15 percen keresztül centrifugáljuk. Ha szükséges, a felülúszót finompórusú szűrőpapíron szűrjük. Meggyorsítására ez esetben is vákuumot használunk. A szűrletet 10 cm³ 0,1 M NaOH-dal meglúgosítjuk, hogy a zsírtalanítást célzó petroléteres extrakció során a benzooesavat a vizes fázisban tudjuk tartani. A mustár esetében a lúgosítást töményebb lúggal (1 M NaOH) addig folytatjuk, amíg univerzális pH papírral mérve a minta el nem éri a 9 – 10-es pH tartományt.

A meglúgosított mintát 4 × 30 cm³ petroléterrel kirázzuk. Minthogy a különböző fűszerkrémek zsírtartalma meglehetősen nagy, a lúgosítás hatására jelentős mértékű elszappanosodás következik be, ami az extrakció során igen makacs emulzió képződéshez vezet. Ennek megtörése, illetve a megfelelő mértékű szétülepedés kivárása igen fontos a veszteségek csökkentése érdekében.

Az extrakció után a tisztított vizes fázis térfogatát pontosan megmérjük (az eredmény kiszámításához szükséges), majd 100 cm³-re töltjük fel desztillált vízzel. Egyidejűleg a pH-t potenciometriásan ecetsavval 4,4-re állítjuk be. Az ily módon beállított és 100 cm³-re hígított mintát Millipore szűrőn ultraszűrésnek

vetjük alá (MILLIPORE HA 0,45 μm). A szűrt oldatból 4 cm^3 -t 1 cm^3 acetonitrillel keverünk (az oldószerfront által okozott alapvonal zavarás kiküszöbölésére). Ez az elegy már injektálható a folyadékkromatográfbá. Megfelelő tisztaságú, nem befolyásolja az oszlop ellenállását, annak ellenére, hogy például a gulyáskrém extraktuma enyhén opálos.

A mérés

A futtatáshoz használt oszlop töltete, valamint az eluens megegyezett a szorbinsav meghatározásánál használatossal.

A benzoésav meghatározásának körülményei az alábbiak:

Oszlop: Partisil ODS 10 μm méret: 250 \times 4,6 mm ID. ss.

Eluens: 80% ammóniumacetát (0,005 M, pH = 4,4)

20% acetonitril

Áramlási sebesség: 3,00 cm^3/min .

Detektálási hullámhossz: 228 nm.

A benzoésavra vonatkozó kromatogramot az 5. és 6. ábra mutatja be. A Piros arany, gulyáskrém és mustár mintákat az előző pontban leírtak szerint készítettük elő mérésre. A gulyáskrém esetében a benzoésav után, a szorbinsav helyén (1,9 min.) jelentkezik egy komponens, amely azonban nem a szorbinsav, mert 254 nm-en mérve a csúcsterület-növekedés nem felel meg az érzékenység-növekedés alapján várható értéknek.

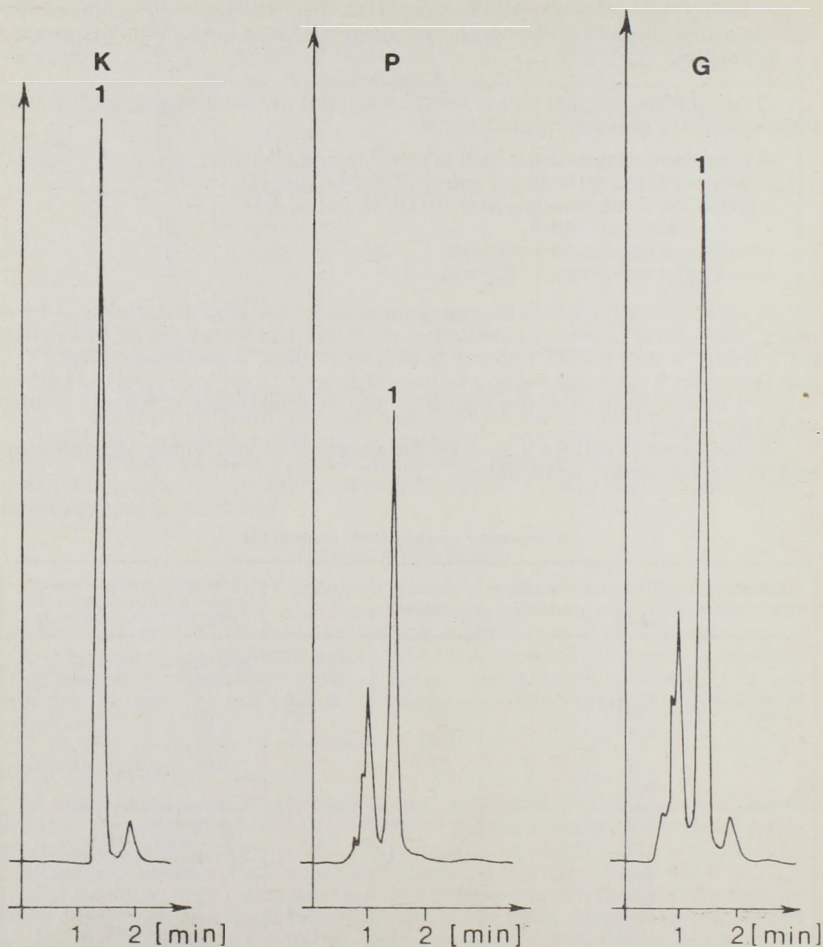
A mintákból ez esetben is 5–5 párhuzamos mérést végeztünk, melynek eredményei a 2. táblázatban találhatóak.

2. ábrázat

A benzoésav meghatározás eredményei

Minták megnevezése	Mért értékek mg/kg	Átlag mg/kg	Szórás mg/kg	Hiba %	A benzoésav kalibrációs egyenesének adatai 228 nm-en, 0,32 AUFS érzékenységen
Piros-arany	1650	1506	257	$\pm 16,3$	Koncentráció Terület átlag (mg/l) (mm ²) 10 15 20 43 50 85 75 160 100 195
	1410				
	1930				
	1200				
	1340				
Gulyáskrém	2330	1970	350	$\pm 17,0$	A regressziós egyenes egyenlete: $y = 2,0 \times + 3,2$ Korrelációs együttható: $r = 0,994$
	2410				
	1930				
	1670				
Mustár	1520	1294	141	$\pm 10,4$	
	1330				
	1520				
	1320				
	1100				
1200					

A fenti adatokból a középértékre vonatkoztatva számolt szórási érték a Piros-arany fűszerkrém esetében $\pm 16,3\%$, a gulyáskrém esetében $\pm 17,0\%$, a mustár esetében $\pm 10,4\%$. Összehasonlítva ezeket az eredményeket az MSZ 3636–75 szabványban előírt $\pm 5\%$ értékkel, megállapíthatjuk, hogy a kívánt pontosságot nem értük el. Tapasztalataink azt mutatják, figyelembe véve a szabványos módszer összetettségét, sok előkészítési lépését, hogy a megkövetelt érték tarthatatlanul szigorú. Munkánk során ugyanis, a mérés pontosságának ellenőrzésekor, a Piros-arany és a gulyáskrém esetében nem tudtuk elérni a $\pm 10\%$ -on belüli egyezést és



5. ábra

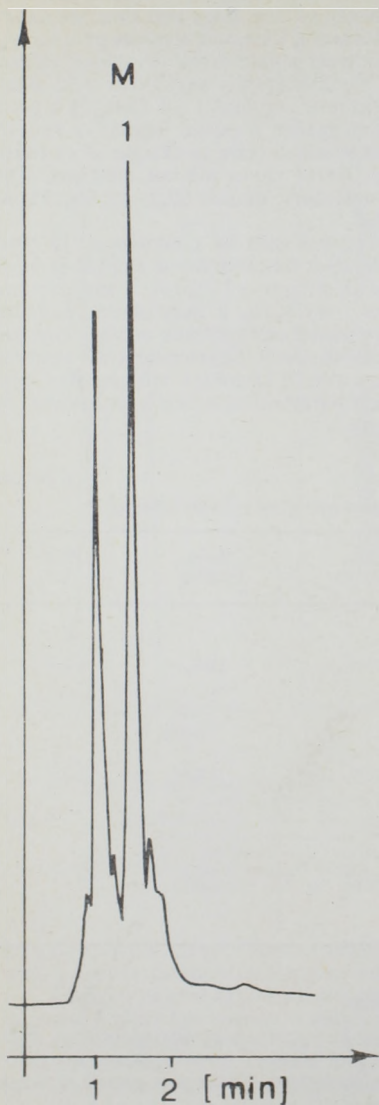
A pirosarany paprikakrém és a gulyáskrém kromatogramja 228 nm hullámhosszúagon
Csúcsok: 1 benzoésav (1,4 min), 2 szorbinsav (1,9 min)

K: kalibrációs injektálás (20 μ l, s: 0,32 AUFS)

P: pirosarany injektálás (20 μ l, s: 0,32 AUFS)

G: gulyáskrém injektálás (20 l, s: 0,32 AUFS)

A gulyáskrém minta esetében 1,9 percnél jelentkező komponens nem szorbinsav, mert 254 nm-en a csúcs nagysága változatlan marad



6. ábra
Mustár kromatogramja 228 nm hullám-
hosszúságokon: Csúc 1 benzooesav

úgy láttuk, hogy az általunk javasolt eljárás pontosabb. A mustárminta esetében a nagyobb pontosság azzal magyarázható, hogy a három készítmény közül ez tartalmazza a legkevesebb zsírszerű anyagot és a petroléteres extrakciókor itt volt a legtökéletesebb a szerves és a vizes fázis szétválása. Nyákos anyagok, diffúz fázishatár nem zavarta a mérést.

A 2. táblázat adataiból kiderül, hogy a Piroсарany esetében a benzooesav-tartalom (1506 mg/kg), nem haladja meg a megengedhető maximális értéket, a gulyáskrém esetében azonban a mért érték (1970 mg/kg) számottevően magasabb a szabvány által előírná. A mustárban található tartósítószer mennyiség 1290 mg/kg, mely nincs ellentmondásban a szabvánnyal.

A szabványos és a folyadékromatográfiás módszert összehasonlítva, az alábbi különbségeket állapíthatjuk meg:

A szabványos módszer extrakció és derítés után a benzooesavat kénsavas savanyítás után szerves fázisba viszi át (etiléter), majd híg lúggal ismét vizes fázisba rázza vissza. Az így nyert tisztított extraktumot szárazra párolás után nitrálja, majd redukálás után ammóniumsó formájában fotometrálja. Annak ellenére, hogy a kalibrációs egyenes készítésekor az összehasonlító oldatsorral a felsorolt műveleteket mind elvégzik, mégsem tekinthető ez jó modell oldatnak, mert csak a meghatározandó komponenset tartalmazza.

A folyadékromatográfiás módszer a mintából történő kivonás után csak egy extrakciós lépést tartalmaz, amely nem a hatóanyag, hanem az apoláros zavaró komponensek eltávolítására irányul. Minthogy ezt a lépést lúgosítás előzi meg (pH 9–10), a benzooesav só formában van jelen, így veszteségével nem kell számolnunk (nem vonatkozik ez természetesen a fázisok tökéletlen szétválásából származó veszteségekre). Az előkészítési folyamat ezt követően már csak hígítást és acetonnitrillel történő keverést alkalmaz, majd a benzooesavat 228 nm-en, elnyelési maximumán detektáljuk, minden további származékképzés nélkül.

Miután a minták elég bonyolult, sok lépésből álló műveleten mennek keresztül az előkészítés során, szükséges volt annak megállapítása, hogy mekkora benzooesav veszteséggel kell számolnunk. A kérdés tisztázására, valamint a mérés pontosságának fokozására a *belső standard addíciós* módszert alkalmaztuk (7. ábra). Kézenfekvő megoldásnak ígérkezett a szorbinsav vonatkoztatási anyagként való alkalmazása, miután ez az anyag a vizsgálat körülményei között jól kielégíti a belső standardokkal szemben támasztott követelményeket (hasonló kémiai és kromatográfiás viselkedés). A szorbinsav adagolása lehetővé tette az extrakciós és tisztítási művelet hatásfokának meghatározását. Ez az egyes minták esetében, szűk tartományban, a következő értékek között változott: mustár 89,2–92,6%, Pirosarany 81,5–85,3%, gulyáskrém 96,8–98,9%.

A kinyerés hatásfokának figyelembevételével számolt eredmények jó összhangban vannak a belső standardra vonatkoztatott területarányok alapján számolt értékekkel. Egyidejűleg a mérés pontossága az átlagos $\pm 17\%$ -ról, a mustárminta esetében $\pm 3,0\%$ -ra a Pirosarany esetében $\pm 6,6\%$ -ra, a gulyáskrém esetében $\pm 7,7\%$ -ra nőtt (3. táblázat). Az addíciós módszerrel mért értékek némileg eltérnek az egyszerű extrakciós módszerrel mért eredményektől, figyelembe véve azonban annak nagyobb szórását, valamint azt, hogy modell kísérletek alapján általános, nem az egyedi mintákra vonatkozó kinyerési hatásfokkal kellett számolnunk, az eredmények nem mondanak egymásnak ellent.

3. táblázat

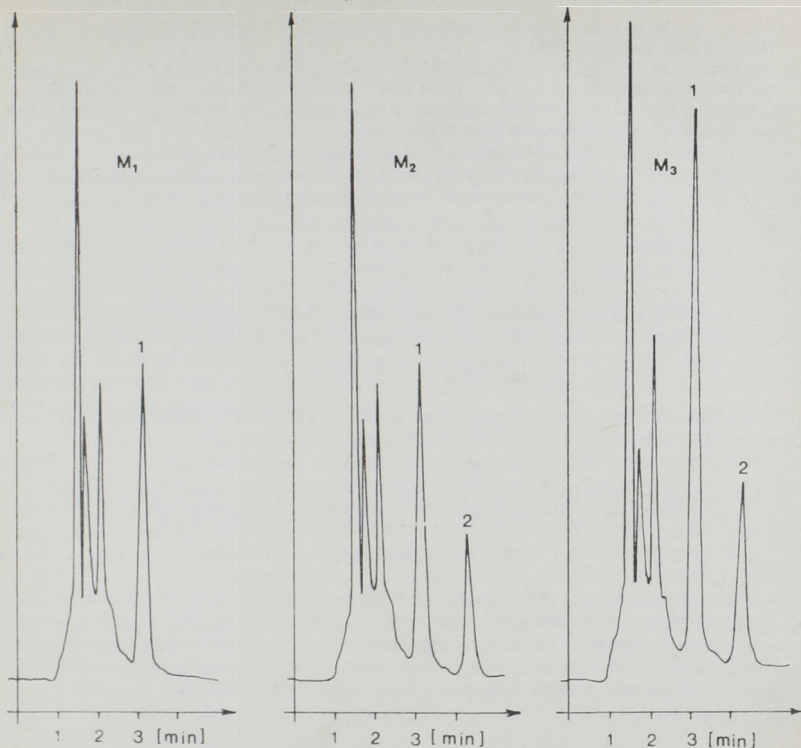
A benzooesav meghatározás belsőstandard addícióval mért eredményei

A minta megnevezése	Mért értékek mg/kg _i	Átlag mg/kg	Szórás [mg/kg	Hiba %
Pirosarany	1599 1921 1643 1708 1833	1741	120	$\pm 6,6$
Gulyáskrém	1582 1983 1678 1730 1875	1770	143	$\pm 7,7$
Mustár	1501 1550 1592 1639 1520	1560	50	$\pm 3,0$

Összefoglalás

Munkánk során módszereket dolgoztunk ki a szorbinsav citruslevekből, valamint a benzooesav fűszer és zöldség pasztákból történő kimutatására, mérésére. Vizsgálatainkat Olympos natur citromlére, narancslére, Pirosarany paprikakrémre, gulyáskrémre és mustárra terjesztettük ki.

Az Olympos levek esetében a mintaelőkészítés egyszerűsége miatt – centrifugálás, szűrés, majd a minta megfelelő mértékű hígítása – modellkísérleteket nem végeztünk. Tapasztalatunk szerint ilyen egyszerű előkészítési lépések esetében számottevő szorbinsav veszteséggel nem kell számolni. Az eredmények alapján



7. ábra

Mustár minta belső standard addíciós felvételei 228 nm hullámhosszúságon

Csúcsok: 1 benzooesav (3,1 min), 2 szorbinsav (4,3 min)

M₁: mustár minta (20 μ l, s: 0,32 AUFS)

M₂: mustár minta + szorbinsav (20 μ l, s: 0,32 AUFS)

M₃: mustár minta + szorbinsav + benzooesav (20 μ l, s: 0,32 AUFS)

A retenció idő növekedését az előző kromatogramokhoz képest az áramlási sebesség 3 cm³/min értékről 2 cm³/min értékre való csökkentése okozza

azt mondhatjuk, hogy a natur citrom- és narancslé a szabvány előírásainak megfelel, a bennük található szorbinsav mennyiség a deklarált 0,06% értéket sem éri el.

A fűszer- és zöldségkrémek vizsgálatai azt mutatják, hogy a szabványban megengedett értéket két termék, a gulyáskrém és a Pirosarany esetében nem tartották be, a mustár az előírásoknak gyakorlatilag megfelel.

A benzooesav és szorbinsav meghatározására kidolgozott intenzív folyadék-kromatográfias módszer mind a mérés pontossága, mind a mérés időigénye szempontjából kedvezőbb, mint a jelenlegi szabványos módszer. Jól tudjuk, hogy az intenzív folyadékkromatográfia kiterjedt alkalmazásának határt szab a műszerbeszerzés nagy költségigénye (amit egyébként a mérési pontosság és a nagyobb vizsgálati sebesség árának is tekinthetünk), mégis nagyszámú minta gyors és pontos elemzésének szükségessége esetén gazdaságos megoldásként vehető figyelembe.

- (1) Snyder, L. R., Kirkland, J. J.; Bevezetés az intenzív folyadékkromatográfiába, Műszaki Könyvkiadó, Budapest, 1979.
- (2) Tweeten, T. N., Euston, C. B.; Application of High Performance Liquid Chromatography in the Food and Agricultural Industry, HEWLETT PACKARD Application Note AN 232-18.
- (3) Schuster, R., Wessely, K.; HPLC-Analysis of Food Additives I. PRESERVATIVES, HEWLETT PACKARD Application Note AN 232-4.
- (4) MSZ 14476-82, Élelmiszer-adalékanyagok és technológiai segédanyagok.
- (5) MSZ 1817-75, Tartósított élelmiszerek szorbinsavtartalmának meghatározása.
- (6) MSZ 3636-75, Tartósított élelmiszerek benzoészavtartalmának meghatározása.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНСЕРВИРУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ С ПОМОЩЬЮ ИНТЕНСИВНОЙ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

К. Корани и К. Гастони

Авторы разработали методы выявления и измерения сорбиновой кислоты в соках цитрусовых и также бензойной кислоты в пастах из овощей.

Испытывались натуральные лимонный и апельсиновый соки «Олимпус», крем из красного перца «Пирош орань», крем из гуляша и горчицы.

Разработанный для определения бензойной и сорбиновой кислот интенсивный метод хроматографии, по сравнению с действующим в настоящее время стандартным методом, является более благоприятным, как с точки зрения точности, так и по отношению затраты времени.

Хорошо известно, что широко применение интенсивной жидкостной хроматографии ограничивается высокой стоимостью приборов (что, кстати, можно рассматривать и как стоимость точности измерений и большой скорости определений), вместе с тем, это может быть учтено при необходимости проведения точных испытаний большого количества проб.

HIGH PERFORMANCE LIQUID CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF PRESERVATIVES

K. Korányi and K. Gasztonyi

Methods were elaborated for the detection and determination of sorbic acid in citrus juice, and benzoic acid in spice and vegetable pastes. Examinations were made on Olympos natural lemon and orange juices, "Redgold" paprika cream, guolash cream and mustard.

The high performance liquid chromatographic method for the determination of benzoic and sorbic acid is more favourable than the present standard method from the point of view of precision and time requirement. Though the general application of HPLC is limited by the high price of the instrument (that can be considered however as the price of the higher precisiy and higher speed of the measurements), in case of need for quick and precise analysis of numerous samples it can be taken into consideration as an economical solution.

BESTIMMUNG VON KONSERVIERUNGSMITTELN MITTELS INTENSIVER FLÜSSIGKEITSCROMATOGRAPHIE

K. Korány und K. Gasztonyi

Während unserer Arbeit wurden verschiedene Methoden zur Bestimmung der Sorbinsäure von Citrussäften, ferner zum Nachweis und Messung der Benzoesäure in Gewürz- und Gemüsepasten entwickelt. Unsere Untersuchungen wurden auf den natürlichen Zitronensaft Olympos, auf die „Pirosarany“ Paprikacreme, Goulaschcreme und Senf ausgedehnt.

Die zur Bestimmung der Benzoesäure und Sorbinsäure entwickelte intensive flüssigkeitschromatographische Methode ist in bezug auf die Genauigkeit und auch in bezug auf den Zeitaufwand viel günstiger als die zur Zeit angewandte genormte Methode. Obwohl die hohen Kostenansprüche der Instrumentenanschaffung (die übrigens auch als Preis der Messungsgenauigkeit und der höheren Untersuchungsgeschwindigkeit betrachtet werden können) eine ausgedehnte Anwendung der intensiven Flüssigkeitschromatographie beschränken, kann diese Methode bei der Nötigkeit einer grossen Anzahl von schnellen und genauen Analysen doch als eine ökonomische Lösung betrachtet werden.

LA DÉTERMINATION DES SUBSTANCES DE CONSERVATION PAR CHROMATOGRAPHIE EN PHASE LIQUIDE

K. Korány et K. Gasztonyi

Des méthodes d'analyse ont été élaborées pour la détermination de la teneur en acide sorbique des jus d'hespéridées et en acide benzoïque des pâtes de légumes et d'épices. Le sujet des analyses était le jus de limon OLYMPOS, le jus d'orange OLYMPOS, la pâte de paprika et de goulache et la moutarde.

La méthode chromatographique en phase liquide pour le dosage de la teneur en acide benzoïque et sorbique est plus avantageuse en fonction de la précision que la méthode standard.

Comme l'on sait le prix de l'appareillage assigne une limite à emploi de vaste envergure de la chromatographie en phase liquide toutefois dans le cas de la nécessité de beaucoup d'analyses justes elle est considérable comme une solution économique.

Szakmai hír

A hatósági minőségellenőrző intézetek VI. Tudományos Konferenciája 1985. október 22–23-án Zalaegerszeg kerül megrendezésre.