

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

Journal of Food
Investigations

Известия пищевой
промышленности

Mitteilungen über Lebens-
mitteluntersuchungen

AZ ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI ÉS ÉLELMISZERVIZSGÁLÓ SZOLGÁLAT,
ÉLELMISZERVIZSGÁLÓ INTÉZET ÉS A MEGYEI (FŐVÁROSI)
ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

Szerkeszti a szerkesztőbizottság

Holló János (Budapest), a szerkesztőbizottság elnöke

Molnár Pál (Budapest) szerkesztő

Bartuczné Kovács Olga (Budapest)
Blacs Péter (Budapest)
Gasztonyi Kálmán (Budapest)
Horváth György (Kecskemét)
Kocsisné Horváth Ilona (Budapest)

Kovács Sándor (Budapest)
Lásztity Radomir (Budapest)
Rácz Endre (Budapest)
Simon Dezsőné (Budapest)
Sohár Pálné (Budapest)

szerkesztőbizottsági tagok

XXXIV. kötet

1988.

3. füzet

EMKZÁH 31/1/1-64

HU ISSN 0422-9576

CONTENTS

<i>Halász, A.</i> : Application of Immuntechniques for Analysis of Foodstuffs ..	130
<i>Vida-Poroszlai, B. and Simonffy, Z.</i> : Determination of Arsenic by Spectrophotometry in Animal Food	141
<i>Pleskonics, L.</i> : Food analytical Collaborative Tests IV. Determination of Vitamin C Content in Preserved Products	149
<i>Nagy, I. and Dudás, T.</i> : Determination of Selenium Content in Biological Matters on the Way of 4,6-dibromo-piazselenol by Capillary Gaschromatographic Method	155
<i>Nagy-Gál, E.</i> : Determination of Saccharin Content in Feedpremixs High Performance Liquid Chromatographic Separation	163

СОДЕРЖАНИЕ

А. <i>Халас</i> : Применение иммунных техник для испытания пищевых продуктов	130
Б. <i>Порослаи Виданэ и З. Шимонфи</i> : Спектрофотометрический метод определения содержания мышьяка в продуктах животного происхождения	141
Л. <i>Плешконич</i> : Межлабораторные аналитические испытания пищевых продуктов IV. Определение содержания витамина «С» в консервированных продуктах	149
И. <i>Надь и Т. Дудаш</i> : Метод капиллярной газовой хроматографии для определения содержания селена в биологических материалах в форме 4,6-дибром-пиазселенола	155
Э. <i>Гал Надьнэ</i> : Определение содержания сахарина с помощью жидкостной хроматографии высокого давления в фуражных премиксах	163

INHALT

<i>Halász, A.</i> : Anwendung der Immuntechnik für die Untersuchung von Lebensmitteln	130
<i>Vidáné-Poroszlai, B. und Simonffy, Z.</i> : Arsenbestimmung in tierischen Lebensmitteln mit spektrophotometrischen Methoden	141
<i>Pleskonics, L.-né</i> : Lebensmittelanalytische Ringversuche IV. Bestimmung des Vitamin-C Gehaltes in konservierten Produkten	149
<i>Nagy, I. und Dudás, T.</i> : Kapillargaschromatographische Methode für die Bestimmung Selengehaltes von biologischen Materialien in Form von 4,6-Dibrompiazselenol	155
<i>Nagyiné Gál, E.</i> : Bestimmung des Saccharingehaltes von Futtermittelpremixen mit der Hochdruckflüssigkeitschromatographie	163

ÉLELMISZERVIZSGÁLATI KÖZLEMÉNYEK

AZ ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI ÉS ÉLELMISZERVIZSGÁLÓ SZOLGÁLAT,
ÉLELMISZERVIZSGÁLÓ INTÉZET ÉS A MEGYEI (FŐVÁROSI)
ÁLLATEGÉSZSÉGÜGYI ÉS ÉLELMISZER ELLENŐRZŐ ÁLLOMÁSOK KÖZLÖNYE

TARTALOM

<i>Halász Anna: Immuntechnikák alkalmazása élelmiszerek vizsgálatára</i>	130
<i>Vidáné Poroszlay Borbála és Simonffy Zoltán: Arzénmeghatározás állati eredetű élelmiszerekben spektrofotometriás módszerrel</i>	141
<i>Pleskonics Lászlóné: Élelmiszeralitikai körvizsgálatok IV. Tartósított termékek C-vitamin-tartalmának meghatározása</i>	149
<i>Nagy István és Dudás Tibor: Kapilláris gázkromatográfiás módszer biológiai anyagok szeléntartalmának 4,6-dibróm-piazzselenol formában történő meghatározására</i>	155
<i>Nagyné Gál Edit: Takarmánypremixek szaharintartalmának meghatározása nagynyomású folyadékkromatográfiával</i>	163
Hazai lapszemle (Molnár Pál)	148, 169
Szabványismertető (Katona Ábrisné)	171
Külföldi lapszemle (Molnár Pál)	140, 176
Szakmai hírek	184
Élelmiszerek fogyaszthatósági határidejének és minőségmegőrzési időtartamának jegyzéke (1. kiegészítés)	188
Magyar Élelmiszervizsgálati Módszerek – Módszerlap 14/1986 – I/9	190

A dolgozatokat lektorálták: Dr. Gasztonyi Kálmán, Dr. Gábor Miklósné,
Dr. Horváth György, Dr. Tamás József, Dr. Valkó Klára

XXXIV. kötet

1988.

3. füzet

EMKZÁH 31/1/–64
HU ISSN 0442-0576

Immuntechnikák alkalmazása élelmiszerek vizsgálatára

HALÁSZ ANNA

Központi Élelmiszeripari Kutatóintézet

Érkezett: 1987. július 21.

A korszerű gyártmányfejlesztés nélkülözhetetlen eszköze a korszerű, nagyhatékonyságú és érzékenységu élelmiszeranalitika. Az orvostudomány gyorsléptékü fejlődése révén egyre több előírásban rögzített követelménynek kell megfelelnie az élelmiszeripari készítményeknek, mind a nyersanyagból bekerülo szennyező anyagok, mind az élelmiszeripari gyártási technológiához alkalmazott segédés adalékanyagok, illetve a technológiai folyamat során képzödo anyagok vonatkozásában.

A különböző metabolizmus betegségekben szenvedök élelmezését szolgáló speciális diétás készítmény családok – pl. gluténmentes tésztaárúk, laktózmentes tejkészítmények, diabetikus termékek – fokozott követelményeknek támasztanak az élelmiszer – minőségellenörzéssel szemben, mind az alkalmazott módszerek érzékenységét, mind pedig annak specifitását illetően.

A gyártási eljárásban felhasznált nyersanyag minőségének utólagos ellenörzése: pl. eredeti mikrobiológiai szennyezettség, idegen fehérje adagolása, a hústermelés, illetve tejtermelés során alkalmazott antibiotikum vagy hormonkezelésből származó hatóanyag-maradványok kimutatása, és ennek alapján a termék minőségi osztályba sorolása a fizetöképes élelmiszer-piacokon egyre szélesebb körben terjed el, így a minőségi kifogások elkerülésére a gyártóhelyek vizsgálati módszerei is fokozottabb figyelmet igényelnek.

A jelenleg ismert analitikai módszerek közül legnagyobb specifikussággal az immun-biokémiai módszerek rendelkeznek. Poliakrilamid gélelektroforézissel kombinálva fehérjefrakciók specifikus kimutatására, illetve azonosítására nyílik lehetőség.

Enzimtechnikával egyesített immunbiokémiai módszerek mint az Enzyme Immuno-Assay (EIA), Enzyme-Linked-Immuno-Absorption (ELISA), az avidin-biotin kölcsönhatást hasznosító technikák minden eddigig felülmülo érzékenységuék a nagy specifitásuk mellett.

A különböző immuntechnikai módszerek a gerincesek szöveteinek antitest termelő képességén alapulnak. Az antitest-antigén reakció rendkívül specifikus. A specifitás a determináns csoportra vonatkozik, így fiziko – kémiai szempontból eltérö molekulák – ha determináns csoportjuk megegyező – is reagálhatnak azonos antigénnel. Másrészt az antitest fehérje többféle determinánsra is rendelkezhet receptorral, azaz multifunkciós is lehet. Multifunkciós antitestet „telítéssel” tehetünk a kérdésére antigeൻre specifikussá.

Az immuntechnikai módszerek érzékenysége „jelzett” (enzimek, radioaktív elemek stb.) antitest alkalmazásával többszöröseére növelhető és meghaladja az enzimanalitikai eljárásokat.

Az immuntechnikák elsöként a klinikai vizsgálatokban nyertek alkalmazást, de ma már az élelmiszervizsgálati laboratóriumokban is felhasználást nyernek rutin technikaként is.

Az immuntechnikák a következőkre alkalmasak:

- a készítmény tisztaságának ellenörzése,

- szennyező anyagok (mikrobiológiai szennyeződések is beleértve) kimutatása,
- ismeretlen anyag azonosítása,
- idegen fehérje kimutatása, mennyiségi meghatározása,
- enzimanalítika érzékenységének fokozása,
- törzsnemesítés, metabolizmus vizsgálata.

Az immuntechnikák az elmúlt 30 évben megsokszorozódtak az egyszerű szerológiai vizsgálattól (agglutináció, precipitáció) az immundiffúzió, elektroimmundiffúzió, immunelektroforézisen át az enzimimmuntesztekig, ELISA technikáig. Mindezekhez az alkalmas műszerek és eszközök is kifejlődtek.

Az immuntechnikákban bekövetkezett fejlődést, illetve az élelmiszeranalitikai alkalmazás arányát az összes vizsgálatokhoz viszonyítva (publikációk arányában kifejezve) (CLIFFORD (1)) nyomán az alábbi 1. táblázat szemlélteti.

1/a táblázat

Immuntechnika fejlődéstörténete (CLIFFORD, 1985. nyomán)

Év	Szerző	Anyag	Technika	Konc
1959.	YELLOW – BERSON	Inzulin	RIA	10 – 40 pg/cm ³
1970.	PORATH	Élelmi fehérje	RIA	1 pg/cm ³
1971.	ENGVALL + PERLMAN, VAN WEEMAN & SCHUURS		EIA	
1974.	ENGVALL et al.	Parazita sertésben	EIA	
1978.	VOLLER et al.	Rutin klinikai teszt	EIA	

1/b táblázat

Élelmiszer-analitikai publikációk az összes immuntechnika-analítika százalékában

Fázis	Éves szám	%
1970 – 74.	2	25
1974 – 78.	17	22
1978 –		33 – 40
1983. év		45 – 56

1. Rövid áttekintés az immunanalitikában használt fontosabb fogalmakról

Ab = antitest, antibody, antiszérum, Immunoglobulin, az immunrendszer által szintetizált, az immunogént kötő fehérje immun vizsgálatokban alkalmazott frakciója az IgG.

2. Élelmiszeranalitikai célra alkalmazott immunbiokémiai módszerek

2.1. Gél-immundiffúzió (ID)

Az analitikai célú immuntechnikák közül időrendben elsőként terjedt el a gél-immundiffúzió (ID). Mivel ez a technika ma sem nélkülözhető antiszérum előállítás-

nál specifitás, illetve cross-reaktivitás ellenőrzésére, valamint szérumtiter meghatározásnál, ezért ennek a technikának ismerete és biztonságos kezelése nélkülözhetetlen olyan laboratóriumokban, amelyek immunanalitikai módszerek kifejlesztésével és (vagy) antitest (immunszérum) előállítással foglalkoznak. Az ID-hez különböző géleképző anyagokat alkalmaznak: pektin, alginát, cellulóz-acetát, agar, agarose.

Az ID-ben képződő precipitátum vonalak (gyűrűk) kiértékelése történhet denzitometrállással közvetlenül vagy fényképezés után a filmről.

A precipitátum vonal szélessége függ a reagens töménységtől és a diffúziós időtől. A vonal denzitása egyenes arányban van az antitest koncentrációval és fordított arányban az antigénnel.

A Feinberg által kidolgozott cross ID – amelynél az Ag-t preinkubációval túlfuttatják az Ag felviteli zónán, az egyszerűs precipitációs vonal helyett gyűrűképződésre kerül sor. A mennyiségi meghatározás érzékenyítését lehet elérni Ag gradiens lemeztechnikával, itt már 10%-os koncentráció különbség is detektálható.

A kvalitatív és kvantitatív analízisen túlmenően is kaphatnak információt ID-vel a komparatív precipitációs mintázat alapján, hogy az összehasonlított két anyag közös determinánsú-e, vagy nemcsak közös determinánsa van.

2.1.1. Szójafehérje kimutatására húskészítményekből rutin vizsgálati módszerként alkalmazható az ID. A módszer megbízhatóbb, mint a poliakrilamid gélelektroforézis, ahol a 74 pozitív eset közül csak 3-nál jelentkezett a szójaspecifikus protein mintázat (Brehmer (2)).

2.1.2. Gabonafélék tartalékfehérjéinek rokon jellegét jól demonstrálja az ID módszer, Feinstein et al. (3) vizsgálata szerint árpa hordenin és rozs, valamint búza prolaminok az immundiffúziós teszt alapján közös antigén determinánsokkal rendelkeznek, míg a kukorica, gyöngyköles prolaminok nem reagálnak a hordenin antitesttel. A búza siker antitest gyengébben reagál hordeninre kifejlesztett antiszérummal és egyes búzafajták antigén ereje is eltérő. A kísérleti eredmények arra mutatnak, hogy az antigén jellegét a fehérje térszerkezete fokozottabban determinálja, mint a primér szerkezet. Erre utal a karbamidos kezelés hatására fellépő antigén jelleg csökkenése is.

2.1.3. Cereáliák antigén szerkezete és coeliakias toxicitása közötti összefüggés meghatározása

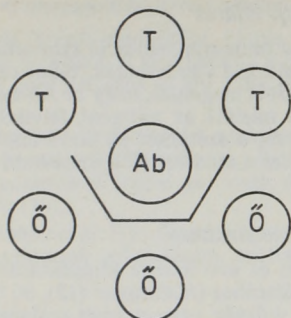
Búza gliadint, rozs szekalint, árpa hordenint, zab avenint és kukorica zeint összehasonlítva *Ciclitira et al. (4)* immunológiai szempontból, közös antigén determináns mutatót ki a gliadin szubfrakciók között, szekalin és hordenin, valamint α , β és γ gliadin között. Avenin és zein nem mutat antigenetikai rokonságot a gliadinokkal, ez utóbbiak coeliakiás betegek esetén is eltérően viselkednek, nem okoznak toxikus hatást.

2.1.4. Sörárpa minősítése ID technikával

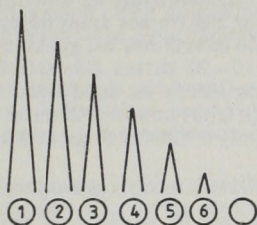
Deichl (5) ID módszerrel 30%-os etanolos extraktokat alkalmazva biztonságkal különböztetett meg tavaszi és őszi árpát. A megfelelő maláta készítményekre kifejlesztett immunsavók módot adnak a maláta készítéshez felhasznált árpagehatározásra is (1. ábra).

2.1.5. Izomfehérje fajta azonosítás ID-vel

Doberstein és Grevel (6), illetve *Manz (7)*, (8) izomfehérje azonosításhoz vérszérumra kifejlesztett antitestet alkalmazott. *Manz (7)* rámutatott arra, hogy a marha és juh szérum albumin két komponenst tartalmaz, amely közül az egyik a homolog állatfajra jellemző, míg a másik olyan közös antigén, amely más rokon állatfajok-

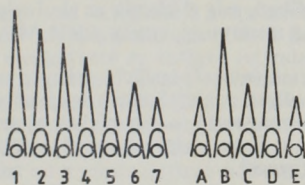


Ö, T, 30% -os alk. árpakivonat
ID vizsgálata



Őszi árpa rocket immunelfo
kimutatása (kalibráció)
1 = 100%, 2 = 80%, 3 = 60%
4 = 40%, 5 = 20%, 6 = 5%
r = 0,99

(DEICHL , 1985)



Őszi árpa arány meghat.
rocket immunelfo - val

minta jele	immun %	valódi %
A	5	6
B	90	90
C	25	25
D	100	100
E	9	10
F	4	5
G	19	20
H	59	60
J	14	12

Őszi és tavaszi árpa megkülönböztetése immuntechnikával

ban is előfordul. Az izomzatból nyert albuminjellegű extraktok megegyező antigén jelleget mutattak a vérszérum albuminokkal.

2.1.6. Idegen fehérjék és vérfehérje kimutatása

Brehmer (2), (9) szója, illetve baromfi, illetve baromfi, valamint vér Brehmer (2) kimutatására húskészítményekből ír le ID-módszert.

2.2. Elektroimmunodiffúziós technikák

Elektroimmunodiffúzió (EID) technika közvetett és közvetlen EID-re osztható. A közvetett EID-nél egydimenziós vagy kétdimenziós gélelektroforézissel végzett antigén szeparáció után immunspezifikus ID-t végeznek egy második gélben.

A közvetlen EID-nél ugyanabban a gélben történik az elektroforézis, majd ezt követően az ID. Az Ab-t a gélből kimetszett csatornába töltik elektroforézis után.

2.2.1. Elektroszinerézis vagy counter immunelfo eljárás

Elektroszinerézisnél az elektroforézis és immunprecipitáció szimultán folyik. Ab és Ag az elektromos áram hatására egymásfelé vándorolnak, tehát egy gyorsított diffúzió következik be, gyakran alkalmazott megoldás, hogy az Ab-t elővádoroltatják 10–20 perces előelektroforézissel mielőtt az antigént felviszi a géltre. Mivel az antigének az anód felé vándorolnak, a szérumot az anód felé eső lyuk sorba viszik fel. A minőségi kimutatásra alkalmas módszer jól használható ID-módszerrel kapott eredmények megerősítésére.

2.2.2. Az elektroszinerézis élelmiszeranalitikai alkalmazása

A módszer jól bevált tej-, szója-, tojás és savófehérje kimutatására (Bauer (10, 11). Texturált szójafehérje (TVP) vizsgálatához (Kaltwasser (12), 80 °C-on hőkezelt szójafehérjére termelt antitestre van szükség vagy normál szójaantiszérum esetén az extraháló oldatba redukálószerrel kell adagolni.

2.2.3. Rocket immunelfo

Az immunoelektroforetikus módszerek közül kvantitatív technika a rocket-immunelfo. A legtöbb antigén az anód felé vándorol és így a lemez katódhoz közelebbi végén kell felvinni. Az antigén-antitest a gélben mindaddig oldható immunkomplexet képez, amíg az egyik komponens feleslegben van. A komplex kisebb vándorlási sebességgel halad tovább az Ab tartalmú gélben, míg elérkezik az ekvivalencia tartományban (ekvivalens mennyiség az az Ag mennyiség, amely adott Ab-vel maximális precipitátumot ad.)

A gélben kirajzolódó precipitációs csúcsok (rocket) területe arányos az antigén koncentrációval, standardizált viszonyok mellett. A kiértékelés szempontjából 1–5 cm magasságú csúcsok optimálisak. A csúcsmagasság – Ag görbék meredekségét befolyásolja a gél Ab koncentrációja, ezért új teszt kialakítása esetén többféle Ab tartalmú gélben kell felvenni kalibrációs egyenest.

2.2.4. Rocket immunelfo technika alkalmazása

Brehmer és Gerdej (13) szerint feltárt tejjeférje kimutatása húskészítményekből jó eredménnyel végezhető rocket eljárással. A minta kioldását 7M karbamiddal végzik, a tejjeférje kimutathatósági határ 0,05% tejjeférje koncentráció a készítményben.

Vérplazma kimutatás húskészítményekből mind sertés, mind marhavér-plazma esetén koncentráció arányos csúcsokat ad rocket EID-vel (Brehmer (14)).

Kevert plazma is kimutatható fajtaspecifikusan, fajtaspecifikus antitestek alkalmazásával.

2.2.5. Cross immunoelektroforézis

Cross immunoelektroforézisnél az elfotechnikával szeparált antigén tartalmú gél csík mellé öntjük az Ab tartalmú gél, amelyben újabb elektroforézist alkalmazunk az első futtatásra merőleges irányban. Ennél a technikánál a gélképző anyag és a pufferrendszer pH-jának megválasztásánál figyelemmel kell lennünk az elektroendozmosis jelenségre. Ha 1%-os agarose gélt alkalmazunk pH 8,6-on, akkor az antitest anódos elektroforetikus migrációja és az elektroendozmosis hatására fellépő ellenáramú vándorlás kiegyenlítődik és a legtöbb gammaglobulin esetén egyenletes eloszlást kapunk a gélben. Agar-gél esetén túl nagy az elektroendozmosis, ezért immunoelektroforézishez nem alkalmas gélképző. Standardizált feltételek mellett az eljárás kvantitatívva tehető.

2.2.6. Cross immunoelektroforézis alkalmazása

Élesztő törzsek azonosítása, illetve jellemzése enzimspektrumuk alapján cross immunelfo technikával kombinálva módot nyújt a fajon belüli azonosságok és különbségek pontosítására és így a taxonómiai szignifikancia megállapítására (Bru-neav (15)).

Gombafélék csíra-izoenzim spektrumának jellemzésére is jól bevált a technika izoenzimek megkülönböztetésére, illetve annak igazolására, hogy külön-külön képződő enzimekről van-e szó vagy részleges proteolízis termékei-e (Akayama és Yamamoto (16)).

Hugenholz et al. (17) *Streptococcus cremoris* proteázok, Szakács et al. (18) penész-eredetű cellulózok jellemzésére, illetve azonosítására alkalmazta eredménnyel a módszert.

2.3. ELISA technika

Az ELISA technika jelenleg a legérzékenyebb analitikai módszer, amely nagyfokú specifikussága mellett 10^{-10} g – 10^{-12} g anyag meghatározására alkalmas. A fajlagosságot a specifikus Ab biztosítja, a kis kimutathatósági határ pedig Ab-enzim konjugátum alkalmazásával válik lehetővé. Az ELISA technikához lapos vagy gömbölyű aljú micro-titer lemezeket alkalmaznak 96 mintahellyel. A micro-titer lemez lehet gyárilag fehérje adszorpcióra érzékenyített, vagy vizsgálat előtt történik a szenzibilizálás. A nem specifikus fehérje megkötés megelőzhető nem ionos detergensekkel való rétegzéssel, vagy semleges fehérje rétegzéssel. A titer-lemezeket felhasználás előtt kondicionálni kell nedves kamrában. A meghatározásnál első rétegnek megköthető az antigén (standard sorozat és minta több hígításban) vagy az antitest egyaránt. Előbbi esetben a reagáltatást követő mosások után antiszérumot viszünk fel. *Direkt ELISA-nál* enzimkonjugált antiszérumot (ismert titerű) és utolsó lépésként enzim-szubsztrátumot. A reakciót leállítva speciális fotométerrel meghatározható az OD, amely megfelelő kalibrációs egyenes segítségével felvilágosítást ad a minta antigén koncentrációjára.

Indirekt ELISA-nál az első antiszérum nem konjugált, hanem az anti-anti-szérum Ig enzim konjugált.

Az ELISA technikánál a mikrotiter lemez az a szilárd hordozó, amely a fehérjét adszorpcióval megköti. A megkötött fehérje mennyiség függ a fehérje előzetes hőkezelésétől. Kísérletileg igazolt, (Husby et al. (19)), hogy IgG-t 30'-ig 56 °C-ra illetve 65°C-ra melegítve, ötszörösére megnőtt a nonspecifikus fehérje megkötés. HPLC vizsgálatok arra engednek következtetni, hogy ebben fehérje polimerizáció játszik szerepet. A fenti tapasztalat híg antiszérum vagy antigén minták esetén hasznosítható.

2.3.1. *ELIS A technika alkalmazása búza gliadin kimutatására* Fritschy et al. (20) búza α -gliadinra, illetve α -gliadinra fejlesztett ki immunsavót és ezzel végzett vizsgálatokat. Noha az egyes búzafajták α -gliadintartalma eltérő, ami az antitest meghatározáson alapul, búzaliszt mennyiségben) alul- vagy felülbecslést eredményez, de az erre kifejlesztett savó titerre sokkal nagyobb. A Codex Alimentarius ajánlás szerint gluténmentes élelmiszerek maradék tartalmára 0,05%, ez kb. 2,3% búzalisztnek, illetve 50 – 120 mg/kg α -gliadinnak felel meg. Élelmiszerekből készített extrakt nem specifikus aktivitása borjú szérum albumin adagolással visszazsírozható. A búza α -gliadinra kifejlesztett antitest nem reagál a toxikológiai szempontból hasonló veszélyt jelentő árpa, rizs és zab fehérjével, így ezekre külön vizsgálatot kell végezni. 80 °C feletti hőkezelés esetén az antigén elveszti reaktivitását. A rendszer érzékenysége folytán malmi vagy egyéb technológia során bekövetkező síker szennyeződés kimutatására alkalmas.

2.3.2. Nyers húsfajta azonosítása ELISA módszerrel

A kicsontozott, fagyasztott hús kereskedelmi forgalmazása óta vált a húsfajta azonosítás jelentős kérdéssé *Kangeth et al. (21)*; *Patterson et al. (22)*, illetve *Jones és Patterson (23)*.

Antigénként a megfelelő szérum albumin is alkalmazható. A marha szérum albumin és ló szérum albumin mind aminosav-összetétel, mind peptid-map alapján nagy hasonlóságot mutat, így monospecifikus antigén kifejlesztése szokásos immunitással nem érhető el.

Acetonport alkalmazva húskészítményekben jelenlevő izomfehérje 1%-os koncentrációban kimutatható, *Jones és Patterson (23)* nem tisztított antiszérumot alkalmazott húsfajta-azonosításhoz. A keresztreakció megelőzésére hatékony kezelési módszert fejlesztettek ki és a rutin vizsgálat gyorsítására a standardizált antitest és referencia húsminták kivonatára stabilizálási eljárást dolgoztak ki.

Az antiszérum 20 μ l-ét szűrőpapír korongra cseppentve liofilezett állapotban tárolják és felhasználás előtt puffer oldattal nedvesítik. A keresztreakció elnyomására a kérdéses antigénnel telítenek a szűrőpapíron.

2.3.3. Hődenaturált izomfehérje kimutatása

Manz (24, 25) rutin meghatározásra is alkalmas módszert dolgozott ki hődenaturált izomfehérje (kenguru, marha, illetve sertés) kimutatására. Immunizáláshoz és meghatározáshoz egyaránt karbamidos fehérjekivonatot alkalmazott. Megállapította, hogy a specifikus antigén az α_2 globulin tartományban van. Az ELISA módszerrel olyan kis mennyiségek is kimutathatók, amelyek ID-ban nem adnak látható precipitációt. 115 °C-on végzett hőkezelés és idegen fehérje jelenlétében is mintegy 50%-a megmarad az antigén aktivitásnak.

2.3.4. Húsipari fehérje adalékok kimutatása

Griffiths és Bullington (26) vérszérum, *Olsman et al. (27)*, illetve *Ravenstein és Driendok (28)* szója nyers és sterilizált húskészítményből való kimutatására írt le a módszert. Megállapították, hogy eltérő szójafajták, illetve készítmények esetén is alkalmazható az eljárás: a kvantitatív kimutathatósági határ 0,5%, de kvalitatív érzékelés ennél kisebb koncentrációknál is lehetséges. Érdekes megfigyelést írtak le a hőkezelési hőmérséklet antigén aktivitásra gyakorolt hatásról, a 90 °C-os pasztörözési hőfok mind a nyers, mind a sterilizált húskészítményhez képest alábecsült értékeket eredményez. Ezért ismeretlen előéletű minta esetén 120 °C-os hőkezelés beiktatását javasolják.

2.3.5. Bioaktív anyagok, mikroorganizmusok és mikotoxin szennyeződés kimutatása

Yasuhara és Kleeder-Ruppert (29) rutin vizsgálatra alkalmas ELISA-tesztet alkalmazott tej progeszteron tartalmának kimutatására. A módszer nagy előnye a klasszikus analitikai eljárásokkal szemben, hogy nem igényel többlépcsős minta-előkészítést, tisztítást.

Hellenás (30) burgonya glükokaloid (szolanin és dakonin) tartalmát mérték ELISA módszerrel.

Mattinsky és Gehle (31) valamint *Emswiler-Rose et al. (32)* salmonella szennyezés kimutatására alkalmas EIA (enzimimmun assay) illetve ELISA módszerrel számolt be. Az EIA technikával az antitestet gyöngyfelületre viszik és ezzel reagáltatják a mintából készített kivonatot, majd enzimkonjugált antitesttel és enzimszubsztrátummal inkubálás után spektrofotometriásan értékelhető a meghatározás.

Salmonella törzsek 10^5 sejt/ml esetén biztonságosan kimutathatók, egyesek már 10^3 sejt/ml esetén is.

Az ELISA-módszer a hagyományos mikrobiológiai meghatározással meg-
egyező eredményeket biztosít, de a vizsgálati idő szükséglete csupán 1/2–1/3-a
a klasszikus módszereknek.

Kuniyuki *et al.* (32) *Brettanomyces* sejteket mutatott ki borból ELISA-eljárás-
sal. A módszerrel 34 sejt/ml már kimutatható volt. Ha a sejteket ultrahanggal ke-
zelik, reaktívabb antigént nyernek.

T-1 toxin meghatározásra Fan *et al.* (34) dolgozott ki ELISA-módszert.
A haptén típusú antigénből toxin-hemiszukcinát-BSA konjugátumot képezve nyer-
hető immunogén. Az így nyert antisavó a sima haptén felismerésére alkalmas.

Fram *et al.* (35) Aflatoxin B₁-re írt le ELISA-módszert, amellyek 7 µg/kg
toxinkoncentráció már meghatározható. A savó kifejlesztéshez a toxin-BSA kon-
jugátumot alkalmazta. A toxin meghatározáshoz a nyers extraktok közvetlenül al-
kalmazhatók.

Aflatoxin M₁ pikogramnyi mennyiségben határozható meg tejjől és tejter-
mékekből ELISA-módszerrel (Hu *et al.* (36), Fremi és Chu (37)).

A nyersanyag enzimés kezelése a késztermékből ugyancsak kimutatható ELI-
SA-módszerrel. Partanen *et al.* (38) papain, Vaag (39) amiloglükozidáz sörből való
kimutatására dolgozott ki módszert.

3. Az immuntechnika élelmiszer-analitikai alkalmazásának hazai eredményei

Az immuntechnikai módszerek élelmiszer-analitikai alkalmazása rövid múltra
tekint vissza Magyarországon. A technika meghonosításában kezdeményező szerep-
et vállalt a Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, ahol penészeredetű cellulá-
zok immunológiai jellemzésére és azonosítására került sor első eredményként.

A módszer élelmiszer-minőségellenőrzésben történő meghonosítására kutatási
munkák kezdődtek meg az IHKI és HUMIL megbízásából, illetve közreműködésé-
vel, húsipari adalék anyagok kimutatására. A kutatási téma részét képezi az
OKKFT G/8 programnak.

3.1. Penészeredetű cellulázok immunanalitikai jellemzése

Szakács-Dobozi és Halász (43) *Gliocladium sp.* nyers celluláz készítményre fej-
lesztették ki immunsavót és ezzel jellemezték az izoelektromos fókuszolással szét-
választott fehérjefrakciókat. A 28 eltérő izoelektromos pontú frakció közül 19 mu-
tatott immunreaktivitást a kifejlesztett antitesttel. Az enzimkomplex antigén ak-
tivitást mutató komponenseinek többsége glükoproteinek bizonyult.

A *Gliocladium sp.*-re kifejlesztett immunsavó nem adott reakciót *Aspergillus* és
Penicillium eredetű cellulázokkal, de legalább két antigén aktivitású frakciót lehe-
tett kimutatni *Trichoderma reesei* OM 9414 cellulázból crossed immunoelektroforézi-
se során. A reaktív frakciók itt is glükoproteinek.

Szerzők vizsgálatai azt mutatták, hogy a lúgos denaturációval inaktívált en-
zim immunreaktivitása megmarad, ez módot ad enzimés kezelés utólagos kimutatá-
sára.

3.2. ELISA-technika kidolgozása szója adalék anyag kvantitatív kimutatására hús- készítményből

A KÉKI Biokémiai és Biológiai Osztálya közös kutatási munka során nagy
titerű immunsavót fejlesztett ki szója antigénre Szakács-Dobozi és mtsai (44)
szója conglitinin és glicinin frakciókra történő immunizálással.

Mindkét savó alkalmas szójafehérje húsipari termékből történő kimutatására
10⁻⁹ g nagyságrendben.

A kidolgozott ELISA-módszer PURINA, BEC texturátum és szójaliszt típusú adalék anyag vizsgálatára egyaránt alkalmazható, mindhárom esetben a koncentráció-optikai denzitás összefüggés lineáris.

I R O D A L O M

- (1) Clifford, M. (1985): The history of immunoassays in food analysis. in *Immunoassays in food analysis*. Ed. Morris, B. & Clifford, M. Elsevier London and New York.
- (2) Brehmer, H. (1983): Soja-positive Befunde bei Fleischerzeugnissen. *Fleischwirtsch.* 63. 1770.
- (3) Festenstein, G., Hay, F. Mifflin, B. & Shewry, W. (1985): Specificity of an antibody subunit of HMW storage protein from wheat seed and its reaction with other cereal storage proteins (prolamins). *Planta*, 164. 135–41.
- (4) Ciclitira, P. J. & Ellis, H. J. (1985): Relation of antigenic structure of cereal proteins to their toxicity in coeliac patients. *British J. Nut.* 53. 39–45.
- (5) Deichl, A., Dorhauser, S. (1985): Die immunchemische Bestimmung der Sortenreinheit und des Vermischungsgrades von Braugerste und Braumalz, T. U. München.
- (6) Doberstein, K. & Greuel, E. (1982): Herstellung spezifischer Antiseren zur Identifizierung des Fleisches afrikanischer Antilopenstern im Agargelpräzipitationstest. *Fleischwirtsch.* 62. 1–3.
- (7) Manz, J. (1979): Vergleichende serologische Untersuchungen an Serumalbuminen und Extrakten aus Muskulatur von Wiederkäuern. *Berl. Münch. Tierärzte. Wochenschr.*, 92. 6–7.
- (8) Manz, J. (1980): Serologischer Nachweis tierartspezifischer Antigene. *Fleischwirtsch.* 60. 763–65.
- (9) Brehmer, H. (1984): Nachweis von Sojaweiß und Geflügelfleisch in Fleischerzeugnissen. *Fleischwirtsch.* 64. 1280.
- (10) Bauer, F. - Stachelberger, H. (1984): Nachweis von Blutplasma in erhitzten Fleischwaren mittels Ultradünnschichtisoelektrische Focussierung. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.* 778. 86–89.
- (11) Bauer, F. (1984): Zur immunoelektrophoretischer Analyse von Fremdeiweiß in Pleschwaren. *Chem. Mikrobiol. Technol. Zehensm.*, 8. 171–174.
- (12) Kaltwasser, E., Baudner, S., Günther H. O. (1984): Immunchemischer Nachweis von texturiertem Sojaprotein (TVP). Ergebnisse eines Ringversuches. *Fleischwirtsch.* 64. (6) 722–723.
- (13) Brehmer, H. & Gerdes, H. (1980): Quantitative Bestimmungen von aufgeschlossenen Milcheiweiß mit Hilfe eines Elektrodifusionsverfahrens und der Thalacker-Methode in Modellwurstzeugnissen und Wurstzeugnissen aus dem Handel. *Fleischwirtsch.* 60. (7) 1374–1378.
- (14) Brehmer, H. (1983): Orientierende Blutplasmauntersuchungen an niedrig erhitzten Brühwurst-Modell-erzeugnissen mit Hilfe der Elektrodifusion. *Fleischwirtsch.* 63. 1–3.
- (15) Bruneau, S., Guinet, R. Sabbagh, J. (1985): Identification and antigenic comparison of enzymes in the genus *Candida* by means of quantitative immunoelectrophoretic methods: taxonomic significance. *System. Appl. Microbiol.* 6. 210–220.
- (16) Akiyama, T. & Yamamoto, S. (1986): Immunochemical differences in acid phosphatase isoenzymes from wheat germs. *Agr. Biol. Chem.*, 50. 437–440.
- (17) Hugenholz, J., Exterkate, F. & Konings, W. (1984): The proteolytic systems of *Streptococcus cremoris*: an immunological analysis. *Appl. Environ. Microbiol.* 48. 1105–1110.
- (18) Szakács-Dobozi, M. & Halász, A. (1986): Immunoelectrophoretic characterization of cellulolytic enzymes of fungal origin. *J. Chromatogr.* 365. 51–55.
- (19) Husby, S., Holmskov-Nielsen, U., Jensenius, J. C. & Erb, K. (1985): Increased non-specific binding of heat-treated proteins to plastic surfaces analyzed by ELISA and HPLC-fractionation. *J. Immunoassay*, 6. (1 & 2), 95–110.
- (20) Fritschy, F., Windemann, H. & Baumgartner, E. (1985): Bestimmung von Weizengliadinen in Lebensmitteln mittels ELISA. *Z. Lebensm. Unters. Forsch.*, 181. 379–81.
- (21) Kangethe, E., Jones, S. & Patterson, R. (1982): Identification of the species origin of fresh meat using ELISA procedure. *Meat Science*, 7. 229–240.
- (22) Patterson, M., Whittaker, R. & Spencer, I. (1984): Improved species identification of raw meat by double sandwich ELISA. *J. Sci. Food Agric.*, 35. 1018–1023.
- (23) Jones, S. & Patterson, R. (1986): A modified indirect ELISA procedure for raw meat specification using antispecies antisera and stabilized immunoreagents. *J. Sci. Food Agric.* 37. 767–775.
- (24) Manz, J. (1983): Nachweis hitzedenaturierter Muskel-proteine mittels ELISA. *Fleischwirtsch.*, 63. 1767–69.
- (25) Manz, J. (1985): Nachweis hitzedenaturierter Muskelproteins mittels ELISA. Bestimmung von Muskelproteinen von Rind und Schwein. *Fleischwirtsch.*, 65. 1–3.
- (26) Griffiths, N. & Billington, M. (1984): Evaluation of an ELISA for beef blood serum to determine indirectly the apparent beef contents of beef joints and model mixtures. *J. Sci. Food Agric.*, 35. 909–914.
- (27) Olman, W. J., Dobbelaere, S. & Hitchcock, C. H. S. (1985): The Performance of an SDS-PAGE and an ELISA Method for the Quantitative Analysis of Soya Protein in Meat Products: An International Collaborative Study *J. Sci. Food Agric.*, 36. 499–507.

- (28) Ravestein, P. & Driedonks, R. (1986): Quantitative immunoassay for soya protein in raw and sterilized meat products. *J. Food Techn.* 27. 19–32.
- (29) Yasuhara, T. & Kleeberg-Ruppert, S. (1984): Erfahrungen mit dem Enzymimmunoassay zur Progesteronbestimmung, insbesondere in Gesamtmilch ohne Extraktion. *Tierärztliche Umschau.*, 39. 687–692.
- (30) Hellenas, K. E. (1986): Simplified procedure for quantification of potato glycoalkaloids in tuber extracts by HPLC, comparison with ELISA and colorimetric method. *J. Sci. Food Agric.*, 37. 776–782.
- (31) Mattingly, J. & Gehle, W. (1984): An improved enzyme immunoassay for detection of *Salmonella*. *J. Food Science*, 49. 807–809.
- (32) Emswiler-Rose, B. Gehle, W., Johnston, R., Okrend, A., Moran, A. & Beneti, B. (1984): An enzyme immunoassay technique for detection of *Salmobella* in meat and poultry products. *J. Food Science*, 49. 1018–1120.
- (33) Kuniyuki, A. H., Rous, C. & Sanderson, J. L. (1984): Enzyme-Linked Immunosorbent Assay (ELISA) Detection production. *Am. J. Emol. Vitic.*, 35. (3) 143–145.
- (34) Fan, T., Zhang, G. & Chu, F. (1984): An indirect ELISA for T-2 toxin in biological fluids. *J. Food Protection*, 47. 964–967.
- (35) Pram, B. & Hart, P. (1986): ELISA of Aflatoxin B₁ in naturally contaminated corn and cottonseed. *J. Assoc. off Anal. Chem.*, 69. 904–907.
- (36) Hu, W. Woychik, N. & Chu, F. (1984): ELISA of picogram quantities of Aflatoxin M₁ in wine and milk. *J. Food Protection*, 47. 126–127.
- (37) Fremy, J. & Chu, F. (1984): Direct ELISA for determining Aflatoxin M₁ at picogram levels in daing products. *J. Assoc. Off. Anal. Chem.*, 67. 1098–1101.
- (38) Partanen, P., Winnewisser, W., Luben, G. & Günther, H. (1986): Ringversuch zum Nachweis von Papain in Bier mit ELISA. *Monatschrift f. Brauwissen.*, 39. 293–296.
- (39) Vaag, P. (1985): An ELISA for Amyloglucosidase in Beer. In: *Immunoassay in Food Analysis* eds Morris, B. & Clifford, M., Elsevier London.
- (40) Bachas, L. & Meyerhoff, M. (1986): Homogenesis enzyme-linked competitive binding assay for the rapid determination of folate in Vitamin tablets.
- (41) Guesdon, J. L., Ternynck, t. & Avrames, S. (1979): The use of avidin-biotin interaction in immunoenzymatic techniques. *J. Histochem. Cytochem.*, 27. 1131–1135.
- (42) Fan, T., S. L., Zhang, G. S. & Chu, F. S. (1984): An Indirect Enzyme-Linked Immunosorbent Assay for T-2 Toxin in Biological Fluids. *J. Food Protection*, 47. (12) 964–967.
- (43) Szakács-Dobozi, M. & Halász, A. (1986): Immunoelectrophoretic characterization of cellulytic enzymes of fungal origin. *J. Chromatogr.*, 363. 51–55.
- (44) Szakács-Dobozi, M. Halász, A. & Ferentzi, Cs. (1987): Immunochemical characterization of soybean proteins. 18th FEBS Meeting Abstracts. Mo 13.13, Ljubljana 1987. 06. 28–07. 03.

IMMUNTECHNIKÁK ALKALMAZÁSA ÉLELMISZEREK VIZSGÁLATÁRA

Halász Anna

A jelenleg ismert analitikai módszerek közül a legnagyobb specifikussággal az immunbiokémiai módszerek rendelkeznek. A szerző áttekintést ad az élelmiszeranalitikai célra alkalmazott immunkémiai módszerekről: gél-immundiffúzió, elektroimmundiffúziós és ELISA-technika, Röviden beszámol az immuntechnika élelmiszeranalitikai alkalmazásának néhány hazai eredményéről.

APPLICATION OF IMMUNTECHNIQUES FOR ANALYSIS OF FOODSTUFFS

Halász, A.

The biochemical procedures have the largest specificity among the present time known analytical methods. The author gives a view about the immun-biochemical procedures, which are adopted for food analytics: gel-immundiffusion, electricimmundiffusion and ELISA-technique. The author reports on some domestic results of immuntechnique which is adopted for food analytics.

ПРИМЕНЕНИЕ ИММУННЫХ ТЕХНИК ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

A. Халас

Среди известных в настоящее время аналитических методов наибольшей специфичностью обладают методы иммунной биохимии. В статье автор дает обзор о применяемых в аналитике пищевых продуктов, методах иммунной биохимии: гель-иммунная диффузия, электро-иммунная диффузия и ELISA-техника. Автор кратко знакомит с несколькими отечественными результатами, достигнутыми в области применения иммунной техники в аналитике пищевых продуктов.

ANWENDUNG DER IMMUNTECHNIK FÜR DIE UNTERSUCHUNG VON LEBENSMITTELN

Halász Anna

Unter den gegenwärtig bekannten analytischen Verfahren verfügen die immunbiologischen Methoden über die höchste Spezifität. Verfasser gibt einen Überblick über die für die Lebensmittelanalytik eingesetzten immunbiologischen Methoden. Gelimmundiffusion, Elektroimmundiffusions- und ELISA-Technik. In kurzer Form wird auch über einige einheimische Ergebnisse der Anwendung der Immuntechnik für die Lebensmittelanalytik berichtet.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

RÖDEL W., STIEBING A.: *Nyers kolbász érési folyamatának folyamatos mérése (Kontinuierliche Messung des Reifungsverlaufs von Rohwurst)*
Fleischwirtschaft 67 (1987) 10. 1202--1211

Jól vágható nyers kolbász előállítására különösen előnyös az új generációs mikroprocesszorral szabályozott érlelő klimakamrák alkalmazása, melyek az ezideig használatos érlelőkamrák helyébe ajánlhatók. A fermentációs jellemzők jól megválasztott értékeinek folytonos beállítása váltja fel a kamrák légállapotának (hőmérséklet, relatív páratartalom, légsebesség) idővezérlését. A nyers kolbászok érlelési folyamatát a jól megválasztott fermentációs paraméterek ellenőrzése és visszacsatolása szavatolja. Ezáltal lehetővé válik az érlelő berendezésben, a hosszán tartó fermentációs folyamat alatt a termék megkívánt, illetve nem kívánatos változásaira hatást gyakorolni. A szükséges mérési értékeket a mikroprocesszor számára érzékelőkkel hozzáférhetővé kell tenni.

Az ismertetett érzékelőknek folyamatosan szolgáltatniuk kell a tömegvesztéséget, a pH-értéket és az egyensúlyi relatív páratartalmat. Az érzékelők megbízható és zavartalan működéséről feltétlenül gondoskodni kell. Az érzékelőket a továbbiakban is fejleszteni szükséges, hogy az üzemi nem mindig kíméletes feltételeknek feleljenek meg anélkül, hogy robusztusak lennének.

Feltétlenül szükséges a relatív páratartalom aránylag szűk határon belüli szabályozása. Döntő jelentőségű a levegő egyenletes elosztása, amely a kiválasztott fermentációs paraméterek folyamatos mérése szempontjából, a kontroll kolbászok számát illetően is behatárolt.

Szarvas T. (Budapest)

Arzén-meghatározás állati eredetű élelmiszerekben spektrofotometriás módszerrel

VIDÁNÉ POROSZLAY BORBÁLA ÉS SIMONFFY ZOLTÁN DR.
MÉM Állategészségügyi és Élelmiszerellenőrző Szolgálat
Élelmiszerellenőrző intézet

Érkezett: 1987. július 6.

A MÉM Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Szolgálatnak és a megyei állategészségügyi és élelmiszer-ellenőrző állomásoknak egyik feladata a vágóállatok szervei és szövetei, valamint az állati eredetű élelmiszerek arzéntartalmának rendszeres – monitoring program szerinti – vizsgálata.

Célunk olyan spektrofotometriás módszer bevezetése volt, melyet a megyei laboratóriumaink – exportellenőrző vizsgálatok céljára – alkalmazni tudnak. Az eljárást, mint az USA hivatalos módszerét a Chemistry Laboratory Guidebook-ból (1) adaptáltuk.

Arzénből a FAO/WHO ajánlása szerint (2) a naponta felvehető mennyiség testtömeg-kilogrammonként 0,002 mg, ami 60 kg-os felnőttet figyelembe véve napi 0,12 mg-nak felel meg.

Az ide vonatkozó magyar rendelet (3) szerint az állati eredetű élelmiszerekben a még engedélyezett arzénkoncentráció 0,5 mg/kg. A fotometriás módszerrel szemben támasztott követelmény az, hogy ezen mennyiség 1/5-ét, vagyis 0,1 mg/kg arzénkoncentrációt még biztonságosan meg lehessen határozni.

Saját vizsgálatok

Anyag és módszer

A vizsgálati anyag a házi és vadon élő állatok szervei és szövetei.

A vizsgálati módszer elve

A mintát 450 °C-on elhamvasztjuk, majd sósavoldatban feloldjuk. Cink hozzáadása után az oldatban levő arzénionok arzénhidriddé redukálódnak. Az arzénhidrid gáz formájában szabadul fel és ezt jóoldatban nyeletjük el. Ammónium-molibdátot adva az oldathoz heteropoli-molibdénarzenát keletkezik, mely hidrazinszulfáttal melegítve molibdén-kék komplexet eredményez. A kék szín intenzitása az arzénkoncentrációval arányos, amely spektrofotométeren 840 nm hullámhosszon mérhető.

Eszközök és anyagok:

- Kvarc- vagy platinatéglék
- Hőfokszabályozós elektromos blokkroncsoló
- Hőfokszabályozós kemence
- Arzéndesztilláló feltét a hozzátartozó 150 cm³ Erlenmeyer-lombikkal és elnyelető edénnyel
- Mérőlombik, különféle
- Pipetta, különféle
- Spektrofotométer

- Sósav-oldat, $4,5 \text{ mol/dm}^3$: 372 cm^3 cc. sósavat kétszer desztillált vízzel 1000 cm^3 -re jelig töltünk.
- Káliumjodid-oldat, 15%-os vizes oldata, sötét üvegben kell tárolni és ha már elszíneződött, nem használható fel.
- Ón-/II-/klorid-oldat, 40% -os, $4,5 \text{ mol/dm}^3$. sósavban oldva, az üveg aljára fémönt kell helyezni.
- Cink, arzénmentes, kb. $0,5 \text{ g}$ -os szemcsék. Használat előtt petroléterrel mossuk, majd $95 \text{ }^\circ\text{C}$ -on szárítsuk.
- Ólom-acetát oldat, telített: hetente frissen kell készíteni, ha opalizál, el kell önteni,
- Jód-oldat, $0,02 \text{ mol/dm}^3$: 8 g káliumjodidot és $2,54 \text{ g}$ jódot kevés vízben oldunk, majd mérőlombikban 1000 cm^3 -re töltjük desztillált vízzel. Sötét üvegben tároljuk!
- Jód-oldat, $0,001 \text{ mol/dm}^3$: a $0,02 \text{ mol/lit}$ -es jódoldatból 5 cm^3 -t mérőlombikba pipettázunk és 100 cm^3 -re töltjük. Naponta frissen kell készíteni!
- Ammónium-molibdát-oldat: $7,0 \text{ g}$ $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ -ot melegítés közben 70 cm^3 cc. kénsavban oldunk, hozzáadunk 300 cm^3 desztillált vizet, hűtjük és 500 cm^3 -es mérőlombikban jelig töltjük.
- Hidrazin-szulfát-oldat: $0,3 \text{ g}$ $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ -et desztillált vízben oldunk és 200 cm^3 -es mérőlombikban jelig töltjük.
- Pamut vatta, fémmentes.
- Magnézium-nitrát-hexahidrát 50% -os vizes oldat: 500 g $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ -t vízben oldunk és 1000 cm^3 -es mérőlombikban jelig töltjük.
- Salétromsav, 50% -os.
- Arzén standard-oldat: 1 mg/cm^3 .
- A vegyszerek a. lt minőségűek legyenek.

A módszer leírása

A minták előkészítését és mérését az eredeti eljárás (1) szerint végezzük, de az elhamvasztás hőfokát $600 \text{ }^\circ\text{C}$ -ról $450 \text{ }^\circ\text{C}$ -ra változtatjuk.

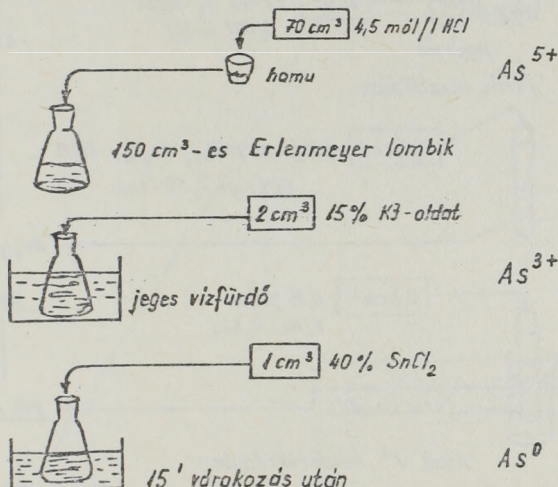
Így a hőkezelés időtartama 6 órától 10 órára módosul.

A jól homogenizált átlagmintából kvarctégelybe $10,00 \text{ g}$ -ot 2 tizedes pontossággal mérünk be. Hozzáadunk 8 cm^3 magnéziumnitrát-oldatot és szárítószekrényben $105 \text{ }^\circ\text{C}$ -on kb. 2 órán át tartjuk a mintákat, amíg beszáradnak. Ezt követően hőfokszabályozós blokkroncsolón $450 \text{ }^\circ\text{C}$ -on kezeljük a mintákat a füstölés megszűnéséig. A tégelyeket ezután hideg kemencébe helyezzük, majd fokozatosan $450 \text{ }^\circ\text{C}$ -ra emeljük a kemence hőmérsékletét. Ezen a hőfokon kb. 10 órát tartjuk a mintákat, egészen addig míg fehér vagy enyhén szürkés hamut nyerünk. A kihűlt mintákhoz 2 cm^3 50% -os salétromsavat adagolunk, blokkroncsolón a nitrózus gőzöket elűzzük és újra visszahelyezzük a hideg kemencébe a tégelyeket, és 1 órán keresztül újra $450 \text{ }^\circ\text{C}$ -on kezeljük azokat.

Az arzén meghatározáshoz speciális arzéndesztilláló feltétet készítettünk üvegtechnikussal, melynek képét és a hamvasztás utáni műveletek vázlatos folyamatát az 1. és 2. ábrán mutatjuk be.

A hamut $4,5 \text{ mol/dm}^3$ koncentrációjú sósavval mossuk át 150 cm^3 -es Erlenmeyer-lombikba 10 cm^3 -es részletekben úgy, hogy végtérfogat 70 cm^3 legyen. A mintákat jeges vízfürdőben hűtjük. Hozzáadunk 2 cm^3 15% -os káliumjodid-oldatot keverés mellett, majd 1 cm^3 ónklorid-oldatot és alapos keverés után a ledugaszolt lombikokat jeges vízfürdőbe helyezzük 15 percre, ami legfeljebb 30 perces időtartam lehet. Ezen idő alatt előkészítjük a desztilláló feltétet: desztillált vízzel megnedvesítjük a csiszolatokat, a közti darab szűrőjére kis vattagolyót helyezünk, melyet előzőleg telített ólom-acetát oldattal itattunk át, az elnyelető edény-

A spektrofotometriás módszer vázlata

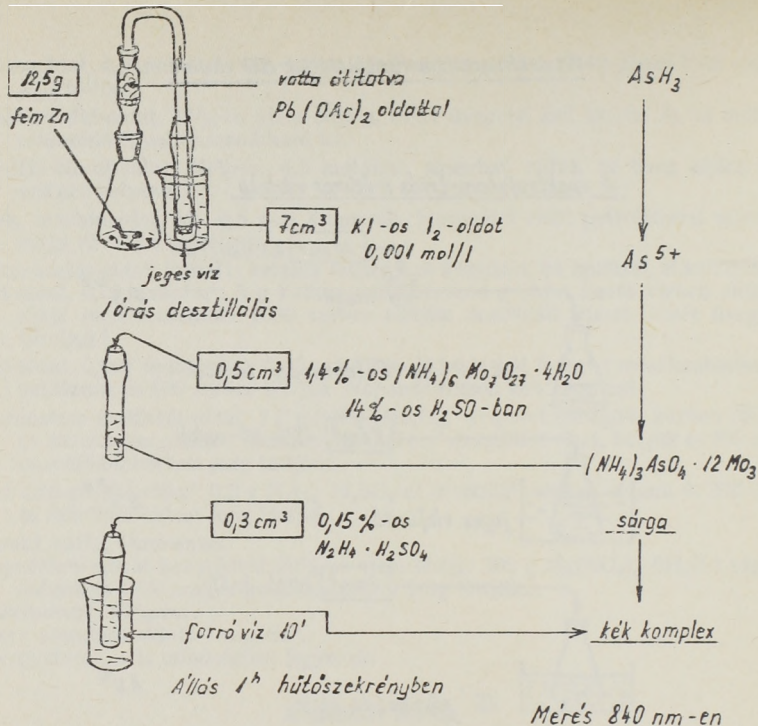


Desztillálás

1. ábra

be 7 cm³ 0,001 mól/liter koncentrációjú jódotsoldatot mérünk be és jeges vízfürdőbe állítjuk. Amikor a 15 perc várakozási idő letelt, az Erlenmeyer-lombikba 12,5 g cinket dobunk és ráhelyezzük a desztilláló feltétet olyan gyorsan, ahogy lehetséges! A desztillálást 1 órán keresztül folytatjuk. Ezt követően az elnyelető csövet kiemeljük az elnyelető edényből és 1–2 perc várakozás után 0,5 cm³ ammónium-molibdát-oldatot adunk hozzá és erőlyesen rázogatójuk. Ezután 0,3 cm³ hidrazin-szulfát-oldatot pipettázunk az edénybe, rázzuk, dugóval zárjuk az edényt és 10 percre forrásban levő vízbe helyezzük a mintákat. Innen jeges vízfürdőbe kerülnek az edények, de előbb a dugókat meg kell lazítani. Mérés előtt a mintákat egy órán keresztül hűtőszekrényben tartjuk. A spektrofotometriás mérést 840 nm-es végezzük, vak-oldattal szemben.

A kalibrációs egyenest arzént nem tartalmazó szarvasmarhamájhoz történt hozzáadással készítjük. Legalább 3 párhuzamos bemérést kell készíteni. 10 g máj-mintához 0,0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0 és 10,0 µg-nak megfelelő arzén standard-oldatot pipettázunk és végigvezetjük az előkészítési és a meghatározási műveleteken, majd leolvassuk az abszorbanciákat. A kalibrációs egyenes egyenletét a legkisebb négyzetek módszerével számoljuk ki.



2. ábra

A módszer értékelése

Az előkészítési művelet során a magnézium-nitrát adagolásával akadályozzuk meg az arzénvesztést. A módszer megbízhatóságáról visszanyerési kísérletekkel győződünk meg. 5 g ismert arzénkoncentrációjú szarvasmarha-májmintához 0,02 és 0,10 mg/kg koncentrációban arzén standard-oldatot adagoltunk és a mintákat a fentiek szerint készítettük elő. Ezt követően folyamatos hidridképzésen alapuló atomabszorpciós spektrofotometriás mérésrel határozzuk meg a minták arzéntartalmát. Öt-öt párhuzamos mérést végeztünk és a visszanyerési százalékokat, azok szórását, valamint a terjedelmet az 1. táblázatban foglaltuk össze.

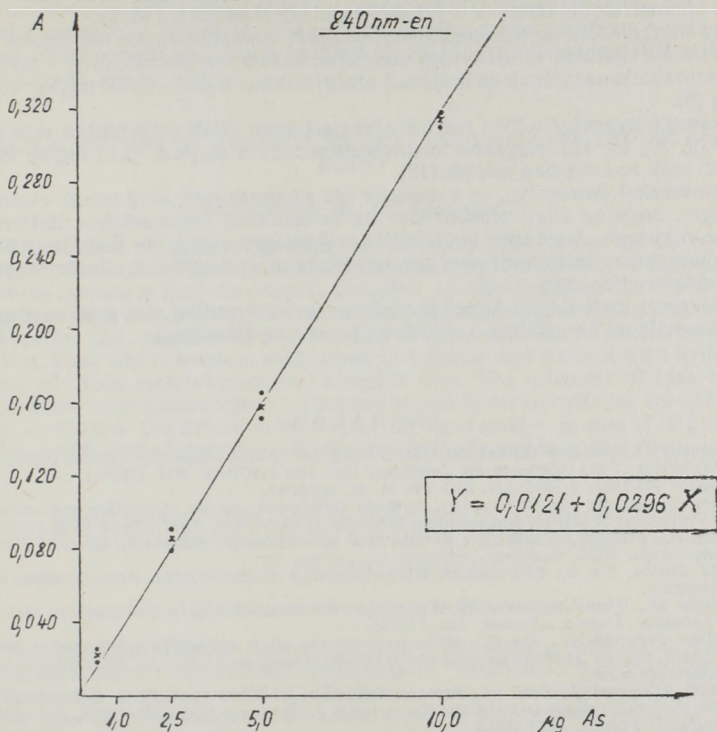
1. táblázat

Arzén-visszanyerési kísérletek szarvasmarhamáj esetén AAS módszerrel

As hozzáadás µg/g	Visszanyerés %-a	Terjedelem
0,020	106,8 ± 7,8*	90,9 – 127,3
0,100	99,6 ± 2,5*	95,7 – 106,5

Megjegyzés: * 5 mérés átlaga és a középérték hibája.

Kalibrációs egyenes a spektrofotometriás módszerhez



3. ábra

A visszanyerési százalékok jónak mondhatók, gyakorlatilag veszteség nem lép fel az előkészítés folyamán. A 0,02 mg/kg-os hozzáadásnál a szórásérték háromszor nagyobb, mint a 0,10 mg/kg-os szinten. Tam és Lacroix (4) 1 g porított szarvasmarhamájhoz 200 ng arzént adott és $105,8 \pm 3,1\%$ -os volt a visszanyerése szárazhamvasztásos minta-előkészítést alkalmazva.

A spektrofotometriás mérés főbb lépéseit az 1. ábrán szemléltetjük, melyen figyelemmel kísérhetjük az arzén oxidációs fokának változásait is. A kalibrációs egyenest a 2. ábrán mutatjuk be.

A kalibrációs egyenes egyenlete

$$y = 0,0121 + 0,0296 x, \text{ ahol}$$

y = A = abszorbancia

x = arzéntartalom µg-ban.

Az abszorbancia-értékek mérésnél a vakoldat az arzént nem tartalmazó máj-minta volt. A kalibrációs egyenesről leolvasható, hogy az 1,0 µg arzéntartalomhoz kb. 0,04 A érték tartozik, mely érték alatt biztonságos leolvást nem lehet elérni (5, 6).

10 g anyag bemérésénél ez 0,1 mg/kg arzéntartalomnak felel meg, tehát ez az érték egyben a kimutathatósági határ is. Gyakorlatilag az ezüst-dietil-ditiokarbamátos fotometriás módszernek is 1,0 μg As a kimutatási határa (6, 7).

Az állati eredetű élelmiszerek arzéntartalmát atomabszorpciós folyamatos hidridgenerációs eljárással rendszeresen vizsgáljuk és megállapítottuk, hogy a sertés és szarvasmarha izomzatának és májának arzéntartalma 0,003–0,010 mg/kg között mozog (8).

Hasonló nagyságrendben mértek arzéntartalmat állati szövetekben más szerzők is (9, 10, 11, 12). Nagyobb mennyiségű arzént a májban (0,19 mg/kg átlagértéket) csak az USA-ban mértek (13).

Mindezeket összevetve, ez a módszer ott alkalmazható, ahol annak eldöntése szükséges, hogy az állati eredetű szervek és szövetek arzéntartalma határérték alatti-e vagy nem. A módszer bevezetését az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomásokon tartjuk időszerűnek, mivel az exportvizsgálatok ellenőrzése során ez a módszer elfogadott.

Köszönet illeti Banka Ágnes technikus munkatársunkat, aki pontos, megbízható munkájával hozzájárult a módszer sikeres adaptálásához.

I R O D A L O M

- (1) Chemistry Laboratory Guidebook USDA Food Safety and Inspection Service (1983).
- (2) FAO/WHO Codex Alimentarius Commission Ref. No: CAC/Vol. XII. (1986.)
- (3) *Magyar Közlöny*: 8/1985. (X. 21.) Eü. M. sz. rendelet.
- (4) Tam G., Lacroix G.: Dry ashing, hydride generation atomic absorption spectrometric determination of arsenic and selenium in foods, J. Assoc. Off. Anal. Chem. 65 3, (1982.)
- (5) Upor E., Mohalné, Novák Gy.: Fotometriás nyomelemzési módszerek, Műszaki Könyv Kiadó, 1978. Budapest.
- (6) MSZ 279/84. No. 9.: Élelmiszerek fémtartalmának meghatározása. Arzéntartalom meghatározása.
- (7) Woidich H., Pfannhauser W.: Photometrische Arsenbestimmung in biologischem Material, Z. Lebensm. Unters.-Forsch. 159, (1975).
- (8) Vidáné Poroszlav B., Sas B.: Arzénmeghatározás állati szövetekből folyamatos hidridképzésen alapuló atomabszorpciós spektrometriás módszerrel. Magyar Állatorvosok Lapja (Megjelenés alatt.)
- (9) Vos G., Teeuwen J., Delft W.: Arsenic, cadmium, lead and mercury in meat, livers and kidneys of swine slaughtered in The Netherlands during the period 1980–1985, Z. Lebensm. Unters. – Forsch. 183 (1986.)
- (10) Förschner, E., Wolf H.: Feststellung des Gehalters an Arsen, Blei, Cadmium und Quecksilber in Lebensmitteln tierischer Herkunft, insbesondere Innereien, Abschlussbericht zum Forschungsvorhaben, 1977, Bonn.
- (11) Holm J.: Vereinfachte Aufschlussmethode und Messtechnik zur Bestimmung von Blei, Cadmium und Arsen in tierischen Geweben mittels Atomabsorptionsspektrometrie. Fleischwirtschaft. 58 (1978).
- (12) Grössmann G.: Arsengehalte in Lebern, Nieren und Fleisch von Mastschweinen bei normaler Fütterungsweise, Arch. Lebensmittelhyg. 32 (1981.)
- (13) Doyle J., Spaulding J.: J. Anim. Sci. 47 (1978).

ARZÉN-MEGHATÁROZÁS ÁLLATI EREDETŰ ÉLELMISZEREKBŐL SPEKTROFOTOMETRIÁS MÓDSZERREL

Vidáné Poroszlav Borbála és Simonffy Zoltán

Szerzők olyan spektrofotometriás arzénvizsgálati módszert adaptáltak a Chemistry Laboratory Guidebook-ból, mely az USA-ban hivatalos. A módszer lényege, hogy a mintát 450 °C-on elhamvasztják és sósavoldatban feloldják. Cink hozzáadása után az oldatban levő arzénionok arzénhidriddé redukálódnak. Az arzénhidrid gáz formájában szabadul fel és ezt jóddoldatban nyeletik el. Ammónium-

molibdátot adva az oldathoz heteropoli-molibdén-arzenát keletkezik, mely hidrazin-szulfáttal melegítve molibdén-kék komplexet eredményez. A kék szín intenzitása az arzénkoncentrációval arányos, amely spektrofotométeren 840 nm hullámhosszon mérhető. A kimutathatósági határ – 10 g minta bemérése esetén – 0,1 mg/kg arzénkoncentráció, amely az állati eredetű termékekben engedélyezett koncentrációnak 1/5-e.

DETERMINATION OF ARSENIC BY SPECTROPHOTOMETRY IN ANIMAL FOOD

Vida-Poroszlai, B. and Simonffy Z.

The authors adopted a spectrophotometry determination of arsenic from the Chemistry Laboratory Guidebook which method is legal in the U.S.A. The main point of the method is that the samples are ashed on 450 °C and are diluted in distilled water. Then they add to solution zinc and the arsenic ions will be reduced arsenic hydride. The arsenic hydride is released as gas and it will be absorb by iodine-solution. They add to solution ammonium molybdate and warm it with hydrazine-sulfate and then molybdenum-blue complex rises. The intensity of blue color is proportional with concentration of arsenic which is measurable by spectrophotometer on 840 nm. The detection-limit is 0,1 mg/kg arsenic – in case of 10 g samples – this is fifth part of that concentration which is allowed in animal food.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЫШЬЯКА В ПРОДУКТАХ ЖИВОТНОГО ПРОИСХОЖДЕНИЯ

Б. Порослаи Виданэ и З. Шимонфи

Авторы адаптировали метод Chemistry Laboratory Guidebook спектрофотометрического определения содержания мышьяка, который является официальным методом в США. Сущность метода заключается в озолении пробы при 450°C и растворении золы в растворе соляной кислоты. После добавления цинка, имеющиеся в растворе ионы мышьяка редуцируют в гидрид мышьяка. Гидрид мышьяка освобождается в форме газа и поглощается раствором йода. При добавлении к раствору молибдата аммония образуется мышьяковистый гетерополимолибден, который при подогревании с гидразин-сульфатом образует комплекс молибденового голубого. Интенсивность голубой окраски пропорциональна концентрации мышьяка, которая измеряется на спектрофотометре при длине волны : 840 нм. Предел выявления при навеске пробы 10г – равняется концентрации мышьяка : 0,1 мг/кг, что составляет 1/5-ю от предельно-допустимой концентрации в продуктах животного происхождения.

ARSENBESTIMMUNG IN TIERISCHEN LEBENSMITTELN MIT SPEKTROPHOTOMETRISCHEN METHODES

Vidáné Poroszlai, B. und Simonffy, Z.

Verfasser haben die in den USA amtliche spektrophotometrische Arsen-Bestimmungsmethode aus dem Chemisty Laboratory Guidebook adaptiert. Die Methode ist so konzipiert, daß die Probe bei 450 °C verascht und danach in Salz-

säurelösung aufgelöst wird. Beim Zusatz von Zink werden die sich in Lösung befindenden Arsenionen zum Arsenhydrid reduziert. Das Arsenhydrid wird in Gasform freigesetzt, das in einer Jodlösung absorbiert wird. Unter Zusatz von Ammoniummolybdat entsteht Heteropolimolybdenarsenat in der Lösung, das bei Erwärmung mit Hydrazinsulfat zu Molybden-Blau-Komplex führt. Die Intensität der Blaufarbe ist mit der Arsenkonzentration proportional, die bei 840 nm spektrometrisch gemessen werden kann. Die Nachweisgrenze ist bei 10 g Einwaage 0,1 mg Arsenkonzentration, die 1/5 der in tierischen Produkten zulässigen Konzentration beträgt.

HAZAI LAPSZEMLE

Összeállította: Molnár Pál

- Hoffmann I. és Princz P.:* Automatikus vízminőség-ellenőrző készülék alkalmazása a környezetvédelemben. Magyar Kémikusok Lapja 42 (1987) 3, 326 – 330
- Paál T.:* Automatizált analitikai módszer alkalmazása az előírt minőség-ellenőrző eljárás helyett. Magyar Kémikusok Lapja 42 (1987) 9, 337 – 340
- Lékó L-né:* Minőségszabályozás az Egri Dohánygyárban. Dohányipar (1987) 4, 148 – 150
- Sohár P-né, Domoki J. és Borszéki B.:* Néhány gondolat az adalékanyag-szabvánnyal kapcsolatban. Élelmiszeri Ipar 41 (1987) 11, 407 – 408
- Kismarton K.:* Az élelmiszerek nemzetközi szabványosításának helyzete, Élelmiszeri Ipar 41 (1987) 11, 409 – 115
- Fábrí I.:* Mikrobiológiai ökológia: az élelmiszer-mikrobiológiai minőség-ellenőrzés alapja, Élelmiszeri Ipar 41 (1987) 12, 461 – 464
- Böröczné Szabó M. és munkatársai:* Az atomabszorpciós spektrofotometria szerepe és jelentősége az élelmiszerek fémtartalmának meghatározásában, Élelmiszeri Ipar 41 (1987) 12, 465 – 407
- Erős I., Ugriné Hunyadvári É. és Selmezi B.:* Gyógyszerformák minősítése reológiai mérés technikával I. A diszperz rendszerek reológiai vizsgálata, Magyar Kémikusok Lapja 42 (1987) 10, 367 – 373
- Erős I., Ugriné Hunyadvári É. és Selmezi B.:* Gyógyszerformák minősítése reológiai mérés technikával II. Koherens rendszerek (kenőcsök, krémek, paszták) reológiai vizsgálata. Magyar Kémikusok Lapja, 42 (1987) 11, 401 – 409
- Erős I., Ugriné Hunyadvári É. és Selmezi B.:* Gyógyszerformák minősítése reológiai mérés technikával III. Gyógyszerformák reológiai tulajdonságainak normalizálása, Magyar Kémikusok Lapja 42 (1987) 12, 448 – 452
- Boros L., Györi I. és Vargáné Gerencsér E.:* Gyártmányfejlesztés II. Hazai helyzet, felmérése, Dohányipar (1987) 4, 124 – 131
- Szűcs E. és munkatársai:* Növendék hízóbikák izmainak húsminőségi tulajdonságai Húsipar 36 (1987) 4, 161 – 167
- Váncsa J.:* Az agrártermelés minőségi programja, Magyar Mezőgazdaság 43 (1988) 1, 2 – 4
- Lehoczkiné Tarnai J.:* Fertőtlenítőszeres hatásosságának vizsgálata, Konzerv- és Paprikaipar (1987) 4, 139 – 143
- Buglyó T. és munkatársai:* Almafeldolgozás technológiája és minőségi kérdései a „Nyírség” Konzervipari Vállalatnál, Konzerv- és Paprikaipar (1987) 4, 1955 – 160

Élelmiszeranalitikai körvizsgálatok IV. Tartósított termékek C-vitamin tartalmának meghatározása

PLESKONICS LÁSZLÓNÉ

MÉM Állategészségügyi és Élelmiszerellenőrző Szolgálat
Élelmiszerellenőrző Intézet

Érkezett: 1987. szeptember 23.

Élelmiszereinket tápértékük, élvezeti értékük és vitaminforrásuk miatt fogyasztjuk.

Az egyik legfontosabb vitaminunk a C-vitamin hőre, fényre, fémnyomok hatására bomlik, ezért nem közömbös, hogy a termék milyen technológiai műveleteken esik át a feldolgozás során, és az eredeti nyersanyagban meglévő C-vitamin szintből mennyi marad a késztermékben.

Kíméletes technológiával megőrizhető a termék magas beltartalmi értéke, így mind a külpiacon, mind belföldön keresettebb, jobban értékesíthető áru állítható elő.

Régi törekvés a magyar szabványosításban, hogy a KGST-országokkal egységes vizsgálati szabványok szolgálják az országok közötti élelmiszer-kereskedelem minőségi átvételének alapját. Ennek keretében kaptuk a 20 100-43.-86. sz. a „Gyümölcs- és zöldségkészítmények aszkorbinsav tartalmának meghatározása” c. KGST szabványtervezetet – melyet a Kubai Köztársaság készített – elfogadás előtti véleményezésre. Az intralaboratóriumi kipróbálás után, nyolc Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás részvételével interlaboratóriumi körvizsgálatot szerveztünk a pontossági paraméterek kimérésére.

A vizsgálati módszer

Gyümölcs- és zöldségkészítményekből aprítás és homogenizálás után savkeverékkel (ecetsav, metafoszforsav, EDTA)* extraháljuk ki az aszkorbinsavat, majd szűrjük. A tiszta oldat aliquot részét halvány rózsaszín színig titráljuk 2–6-diklórfenol-indofenol reagenssel, melynek faktorát előzőleg aszkorbinsav standard segítségével állítottuk be.

Abban az esetben, ha a minta redukáló anyagokat tartalmaz, nagyobb lesz a reagens fogyása, ezért ezt korrekcióba kell venni a következők szerint. A minta aliquot részéhez azzal megegyező térfogatú acetát puffert, majd fele térfogatnyi formaldehidet adunk, és 10 perc múlva megtrájljuk a reagenssel. A kapott mennyiséget a mintára fogyott mennyiségből levonjuk.

Erosen színezett extraktumot adó gyümölcs- és zöldségkészítmények esetében a fotometriás módszer alkalmazható. A minta-előkészítés és extrakció megegyezik a titrálásos módszerrel, de a minta aliquot részéhez mért feleslegben adjuk a 2–6-diklórfenolindofenol reagenst, majd hozzámérjük a xilolt, összerázzuk, ezután centrifugáljuk és a felső xilol fázist mérőküvetébe töltve 500 nm-en meghatározzuk az abszorbanciáját. Ugyanígy készítjük el a xilolban oldott indofenol reagens kalibrációs görbéjét, melynek segítségével meg tudjuk határozni a mintánál el nem reagált indofenol mennyiségét. A redukáló anyagok zavaró hatását itt is korrekcióba kell venni, azonos módon mint a titrálásnál.

* *Megjegyzés:* a vizsgálati módszert módosítani kényszerültünk a metafoszforsav hiánya miatt. A savkeverék helyett 2% oxálsavat használtak a résztvevők az extrakcióhoz.

A körvizsgálatban kapott adatokat az ISO 5725–81. sz. szabvány szerint értékeltük. A mérési eredmények szelektálása Cochran- és Dixon-próbával történt.

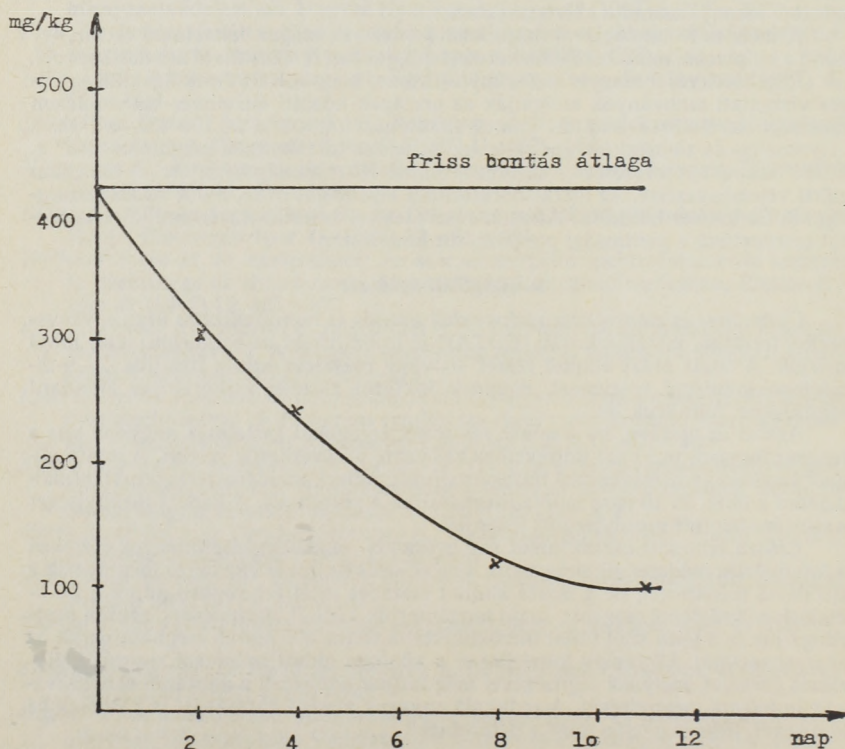
Vizsgálati minták

A módszer körvizsgálati tesztelésére citromízű italport és hőkezeléssel tartósított paprikakrém-mintákat osztottunk. A termékenkénti 2–2 mintából az egyik eredeti, a másik preparált volt. Italpor esetében 4000 mg/kg, paprikakrémnél 400 mg/kg aszkorbinsavat mértünk rá.

A minták kimérése és kódolása a központi laboratóriumban történt.

A körvizsgálat értékelése

A zárt csomagolási egység felbontása után, – elsősorban paprikakrém esetében – igen jelentős C-vitamin bomlás tapasztalható. Erre vonatkozóan a központi laboratóriumban tárolási kísérletet folytattunk, és mint az 1. ábrán látható, a felbontás után az idővel exponenciálisan csökken a C-vitamin.



1. ábra.

C-vitamin bomlás a minta felbontása után

Ennek megfelelően azok az állomások, akik nem tudtak azonnal a vizsgálat elvégzéséhez kezdeni, lényegesen kisebb értékeket mértek, mint az a 2–3. táblázatban is látható. Bár Dixon próbával ezek a kiugró értékek nem estek ki, de az *R*-érték jelentős torzulása miatt, ezeket az eredményeket az értékelésből kihagytuk. Az így kapott eredményekből a következő megállapítások vonhatók le:

1. A rá mért aszkorbinsav-visszanyerés igen jó, 98–100%.
2. A titrálós módszer hibája 600 mg/kg felett a középérték 7%-a, ez alatti mennyiségeknél 12%.
3. Fotometriás módszernél ugyanezekre a mérési tartományokra 10, illetve 15%.
4. A paprikakrém esetében elvégzett titrálós és fotometriás módszerek között nincs szignifikáns különbség a *t*-próba alapján, de nagyobb a fotometriás mérés hibája, ezért ezt a módszert csak akkor érdemes alkalmazni, ha a titrálásnál a színátcsapás nagyon bizonytalan.
5. A csomagolási egység megbontása után aszkorbinsavra a minta vizsgálatát azonnal el kell kezdeni.

Az eredeti mérési adatokat az 1–3. táblázat, a pontossági értékeket a 4. táblázat tartalmazza.

1. táblázat

Italpor aszkorbinsav-tartalma titrálással

Résztevők	Alapadatok mg/kg	
	1. minta	2. minta
1.	4021	7800
	3783	8091
2.	3920	7707
	4088	7797
3.	3940*	8427*
	3246*	6617*
4.	4419	8051
	4227	7750
5.	4122	7821
	4052	8030
6.	4200	7765
	4250	7780
7.	3693	7570
	3913	7986
8.	3733	8027
	3341	7974

* kieső adat Cochran-próba szerint

Paprikakrém aszkorbinsav-tartalma titrálással

Résztevők	Vizsgálat időpontja	Alapadatok mg/kg	
		1. minta	2. minta
1.	1987.07.22	12*	200*
		14*	190*
2.	1987.07.13.	224	612
		229	654
3.	1987.07.28. (mélyhűtött)	111*	392*
		108*	442*
4.	1987.07.17.	179*	488*
		160*	504*
5.	1987.07.09.	229	630
		240	627
6.	1987.07.09. 1987.07.10.	228	630
		236	647
		224	628
		200	649
8.	1987.07.08.	217	662
		207	669

* kihagyott adat

Paprikakrém aszkorbinsav-tartalma fotometriásan

Résztevők	Vizsgálat időpontja	Alapadatok mg/kg	
		1. minta	2. minta
1.	1987.07.22.	15*	151*
		5*	128*
2.	1987.07.13.	189	537
		161	584
3.	1987.07.28. (mélyhűtött)	109*	354*
		111*	420*
4.	1987.07.17.	159*	447*
		130*	460*
5.	1987.07.09.	215	605
		198	581
6.	1987.07.09.	206	584
		210	602
7.	1987.07.10.	199	595
		205	633
8.	1987.07.08.	219	667
		210	666

* kihagyott adat

Pontossági adatok

Vizsgálati módszer	Közös átlag		Ismételhetőség (r)		Összehasonlíthatóság (R)	
	1. minta	2. minta	1. minta	2. minta	1. minta	2. minta
	mg/kg		mg/kg		mg/kg	
Italpor titrálással ...	4012	7868	318 (7,9%)	480 (6,1%)	651 (16,2%)	480 (6,1%)
Paprikakrém titrálással ..	225	640,9	27,6 (12,3%)	45,1 (7%)	38,8 (17,2%)	51,6 (8%)
Paprikakrém fotometriás ..	201	605,4	31,2 (15,5%)	60,5 (10%)	48,5 (24%)	118,7 (20%)

IRODALOM

- (1) Journal of Association of Official Analytical Chemists – Vol. 50 (1967), 798
- (2) Analitikai módszerek AOAC/1980. 746. old., hivatalos aszkorbinsav-tartalom meghatározási módszerek.
- (3) The Association Vitamin Chemists. Method of Vitamin Assay, 3 Edition.
- (4) Francia nemzeti szabvány az aszkorbinsav-tartalom meghatározására NF V76–107.
- (5) Szabványajánlatok SZEVI. RSZ 3207–72.
- (6) ISO 6557/2–84. Gyümölcsök, zöldségek és feldolgozott termékeik – Aszkorbinsav-tartalom meghatározás 2. rész Rutinmódszer.

ÉLELMISZER-ANALITIKAI KÖRVIZSGÁLATOK IV. TARTÓSÍTOTT TERMÉKEK C-VITAMIN TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

Pleskonics Lászlóné

A körvizsgálati résztvevők „Gyümölcs- és zöldségkészítmények aszkorbinsav-tartalom meghatározása” c. KGST szabványtervezet próbálták ki interlaboratóriumi körvizsgálat keretében. 2,6-diklórfenol-indofenol reagenssel történő titrálás direkt és ugyanezen reagens feleslegének xilollal történő extrakciója utáni fotometriás indirekt meghatározást hasonlítottak össze. A két módszer között nem adódott szignifikáns különbség, de a fotometriás mérésnek nagyobb a hibája. A mérési adatokat mintánként az ISO 5725 szerint értékelték. A mérési eredmények tesztelése Cochran- és Dixon-próbával történt. Az ismételhetőség 8 és az összehasonlíthatóság 12%-a titrálásos módszernél, az ismételhetőség 13 és összehasonlíthatóság 22%-a fotometriás módszernél.

FOODANALYTICAL COLLABORATIVE TEST IV.
DETERMINATION OF VITAMIN C CONTENT IN PRESERVED PRODUCTS

Pleskonics, L.

The participants of collaborative tests made a trial for CMA standard project – the title is: “The determination of Ascorbic Acid in Fruit and Vegetable Products” – on the way of interlaboratory collaborative test. They compared a direct and indirect determination. In case of direct determination the titration was

done with 2,6-dichlorophenol-indiphenol reagent. In case of indirect determination photometric system was done after the extraction with xylene of the overplus of the previous reagent. Between the two methods were not significant difference but the photometric detection has a larger mistake. The date were established according to ISO 5725. Test of measurement came out by Cochran- and Dixon-method. The repeability is 8% and reproducibility is 12% for titration method. The repeatability is 13 and reproducibility is 22% for photometric method.

МЕЖЛАБОРАТОРНЫЕ АНАЛИТИЧЕСКИЕ ИСПЫТАНИЯ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВИТАМИНА «С» В КОНСЕРВИРОВАННЫХ ПРОДУКТАХ

Л. Плешконич

Участники межлабораторных испытаний провели апробацию проекта стандарта СЭВ «Продукты переработки фрукт и овощей. Определение содержания аскорбиновой кислоты». Было проведено сравнение директного определения титрованием 2,6-дихлорфенол-индофенольным реагентом и индиректного фотометрического определения после экстракции кислотом излишества того же реагента. При сравнении двух методов не наблюдалось грубое отклонение, однако, фотометрическое измерение имело большую погрешность. Оценка результатов измерений для каждой пробы проводилась по международному стандарту ИСО 5725. Тестирование результатов измерений было проведено с помощью проб Cochran и Dixon.

Сходимость метода титрования составляла 8%, а воспроизводимость — 12%, сходимость фотометрического метода составляла 13%, а воспроизводимость — 22%.

LEBENSMITTELANALYTISCHE RINGVERSUCHE IV. BESTIMMUNG DES VITAMIN-C GEHALTES IN KONSERVIERTEN PRODUKTEN

Pleskonics, L.-né

Die Ringversuchsteilnehmer haben den RGW-Standardentwurf „Bestimmung des Ascorbinsäuregehaltes in Obst- und Gemüseprodukten“ erprobt. Es wurde die direkte Titration mit 2,6-Dichlorphenolindophenol und die indirekte photometrische Bestimmung verglichen, wobei die überflüssige Reagenz nach der mit Xylol erfolgten Extraktion photometrisch bestimmt wurde. Zwischen beiden Methoden ergab sich keinen signifikanten Unterschied, aber die photometrische Methode hat einen größeren Fehler. Die Meßergebnisse wurden je Probe nach ISO 5725 ausgewertet. Sie wurden mittels Cochran- und Dixon-Probe statistisch geprüft. Die Wiederholbarkeit beträgt bei der titrimetrischen Methode 8 und die Vergleichbarkeit 12%, während diese Werte bei der photometrischen Methode durchschnittlich 13 bzw. 22% betragen.

Kapilláris gázkromatográfiás módszer biológiai anyagok szeléntartalmának 4,6-dibróm-piazzselenol formában történő meghatározására

NAGY ISTVÁN – DUDÁS TIBOR

Agrártudományi Egyetem (Keszthely) Állattenyésztési Kar, Kaposvár

Érkezett: 1987. március 25.

A szelén az állatok számára essenciális mikroelem. Korábban főként toxikus hatásai alapján ítélték meg, de ismeretes, hogy hiánya is számos rendellenesség okozója lehet. Schroeder (1) szerint a szelén felesleges teratogén, hepatotoxikus és neurotoxikus hatású, hiánya viszont visszaesést okozhat a növekedésben és a tömeggyarapodásban, izomelfajulást, magzatelhalást eredményezhet (2).

Egyes hatásaiban a szelén biokémiai szerepe az E-vitaminéval rokon (3), miáltal elősegíti a növekedést és fokozza a termékenységét. A szelén fontos sajátossága továbbá, hogy képes csökkenteni számos nehézfém toxikus hatását (2).

Biológiai eredetű minták szeléntartalmának meghatározására a gyakorlatban fluorimetriás (4, 5), atomabszorpciós (6, 7) és gázkromatográfiás (8, 9) módszerek terjedtek el. A közölt eredményeket, a módszerek eszközigényét és teljesítőképességét értékelve a gázkromatográfiás meghatározási lehetőségeket ítéltük a legkedvezőbbeknek.

Az állatok megfelelő szelénellátottságának jelentőségét az állattenyésztők is egyre inkább felismerik és egyre fokozódó igény jelentkezik részükről takarmányok és állati szervek szeléntartalmának ismerete és meghatározása iránt. A cél a megfelelő takarmányozás biztosítása.

Ezért dolgoztunk ki laboratóriumunkban olyan kapilláris gázkromatográfiás szelénmeghatározási eljárást, amely egyrészt megfelelően érzékeny és pontos, másrészt kis eszköz- és időigényével rutinjellegű mérések végzésére is alkalmas.

Anyagok és eszközök

A felhasznált anyagok:

- kristályos magnézium-nitrát ($MgNO_3 \cdot 6H_2O$) a.l.t., Reanal
- 65%-os salétromsav-oldat, RPE, Carlo Erba
- 37%-is sósavoldat, a. l.t., Reanal
- toluol, a.l.t., Reanal. A toluolt tisztítás céljából granulált aktív szénről desztilláltuk.
- standard szelén törzsoldat: 1,095 g nátrium-szelenitből (a.l.t., Reanal) 1000 cm^3 oldatot készítettünk bidesztillált vízzel. Ez az oldat 1,00 $mg \cdot cm^{-3}$ koncentrációjú szelénre nézve.
- standard szelén munkaooldat: a fenti törzsoldatból bidesztillált vízzel történő hígítással 1000 $pg \cdot mm^{-3}$ koncentrációjú oldatot készítettünk.
- reagensoldat: 4,6-dibróm-orto-feniléndiamin-hidroklorid telített oldata 1 $mol \cdot dm^{-3}$ sósavoldatban.

A reagens kereskedelmi forgalomban nem kapható, előállítására és a reagensoldat készítésére Shimoishi (8) és Dandegaonker (10) közleményeinek felhasználásával történt a következőkben leírtak szerint:

- a) 4,6-dibróm-2-nitro-anilin előállítása: 130 g brómot 100 cm³ jégcetben feloldottuk, csepegtető tölcésérbe töltöttük. 46 g 2-nitro-anilint 200 cm³ jégcetben feloldottunk, csiszolatos gömblobbikba töltöttük és spirálhűtőt szereltünk rá. A brómdatot a hűtőn keresztül az elegybe csepegtettük, állandó keverés mellett. A csepegtetés befejezése után a lombikot egy éjszakán át állni hagytuk. A kivált csapadékot leszűrtük, a szűrlethez 500 cm³ vizet töltöttünk és az újonnan kivált csapadékot is leszűrtük. A csapadékokat egyesítettük, etanol-víz elegyből átkristályosítottuk. A termék 4,6-dibróm-2-nitro-anilin, olvadáspontja 127 °C, az irodalommal egyezően (10).
- b) 3,5-dibróm-orto-feniléndiamin-hidroklorid előállítása: 500 cm³-es főzőpohárba 100 cm³ vizet, 200 cm³ etanolt és 50 cm³ koncentrált sósavoldatot töltöttünk és 2 g 4,6-dibróm-2-nitro-anilint mértünk bele, majd vízfürdő felett 60–70 °C között kis részletekben vasport adtunk hozzá. A kiindulási anyag teljes feloldódása és sárga színének eltűnése után a vapor adagolását befejeztük. Az oldatot kb. 100 cm³-re bepároltuk és állni hagytuk. A kivált kristályokat üvegszűrőn leszűrtük és 1 mól·dm⁻³-es sósavoldatból átkristályosítottuk. A termék 3,5-dibróm-orto-feniléndiamin-hidroklorid (a továbbiakban DBPD·HCl).
- c) Reagensoldat: 50 cm³ 1 mól·dm⁻³ töménységű sósavoldatban 0,1 g DBPD·HCl-t mértünk, majd kevergetve enyhén megmelegítettük. Egy napi állás után a fel nem oldódott reagenst kiszűrtük, a telített szűrletet 3×25 cm³ toluollal extrahálva tisztítottuk. Az így elkészített reagensoldat hűtve legalább 1 hónapig eltartható.
- Kristályos 4,6-dibróm-piazszenol: 0,76 g nátrium-szenenitet oldottunk fel 32 cm³ 0,1 mól·dm³ töménységű sósavoldatban, 80 °C-ra melegítettük. 0,6 g DBPD·HCl-t oldottunk fel 92 cm³ 0,1 mól·dm⁻³ sósavoldatban, ezt is felmelegítettük és a két oldatot összeöntöttük. Teljes lehűtés után a kívánt kristályokat üvegszűrőn leszűrtük, toluol-etanol elegyből átkristályosítottuk. A termék sárga tükrisztályos 4,6-dibróm-piazszenol (a továbbiakban: DBPS), olvadáspontja 219–220 °C. (Irodalmi érték: 217–218 °C (8).)
 - Standard DBPS munkaoldat: 10,79 mg DBPS-t oldottunk fel 25 cm³ toluolban. Ezen oldat szelénre nézve 0,1 mg·cm⁻³-es koncentrációjú.
 - Kalibráló DBPS oldatok: a fenti oldatból toluolos hígítással készültek, a szelénre nézve 0–500 pg·mm⁻³-es koncentráció tartományban.

A felhasznált eszközök:

Packard Model 419 gázkromatográf
 Model 714 EC detektorral és Model 736 ECD lineariszerrel
 Chromatopac C–R 3 A integrátor
 MTA KUTESZ TÍP. 615 kémcsőtermosztát
 OMSZÖV OH 63 tokos kemence
 PIERCE gyártmányú teflon-szilikon gumi betétes csavaros kupakos fiolák
 Továbbá a szokásos laboratóriumi eszközök és anyagok.

M ó d s z e r e k

Roncsolás és törzsoldatkészítés

A szerves mátrix elroncsolásánál McCarthy és munkatársai (6) módszerét alapul véve jártunk el.

1 g eredeti nedvességtartalmú biológiai eredetű mintát (takarmányok, illetve állati szervek) mértünk 100 cm³-es főzőpohárba. 10 cm³ koncentrált salétromsavat és 4 g magnézium-nitrátot adtunk hozzá, elkevertük és egy éjszakán át állni hagytuk. Másnap a poharat homokfürdőre állítottuk és 100 – 120 °C hőmérsékleten időnként megkeverve melegítettük, Amikor az anyag szirupsűrűségű lett, újabb 5 cm³ salétromsavat adtunk hozzá. A melegítést 150 – 160 °C-on folytattuk. A kissé felhabozó anyagot megdermedése után hideg izzítókemencébe helyeztük. A kemence hőmérsékletét 30 perc alatt 500 °C-ra emeltük és 30 percig ott tartottuk.

A roncsolási maradékot kihűlés után 10 cm³ 6 mól·dm⁻³-es sósavoldatban feloldottuk, 100 °C-on 30 percig melegítettük az esetlegesen jelenlevő szelén (VI) szelén(IV)-é történő redukálása céljából.

Ezután az oldathoz 3 cm³ 7,5 mól·dm⁻³-es nátrium-hidroxid oldatot adtunk, majd mérőlombikban bidesztillált vízzel 25 cm³-re töltöttük.

Az oldat minden további tisztító lépés nélkül felhasználható a szelén meghatározására.

DBPS-származékképzés

A fenti oldatból 2,00 cm³-t mértünk reagensfiolába, 0,500 cm³ DBPD·HCl reagensoldatot adtunk hozzá. A lezárt fiolát 20 percig melegítettük 75 °C-on. Lehűlés után a képződött DBPS-t 0,500 cm³ touollal extraháltuk. Az extraktumból közvetlenül injektáltunk a gázkromatográfba.

Gázkromatográfiai elemzési körülmények

Kolonna és megosztófázis: 30 m×0,75 mm-es „Wide bore” kapilláris, SPB – 35 megosztófázissal nedvesítve (SUPELCO)

Vívógáz: nitrogén, 20 cm³·perc⁻¹

Segédgáz a detektornál: nitrogén, 40 cm³·perc⁻¹

Hőmérsékletek: detektor: 270 °C, injektor: 230 °C, kolonnatér: 200 °C

Injektált térfogat: 2 mm³, de a kolonna viszonylag nagy kapacitását kihasználva akár 5 mm³ is injektálható a készülékbe.

Injektálás: splitter nélkül, közvetlenül a kolonnába.

Eredmények és értékelés

A kalibráló oldatokkal megvizsgáltuk a gázkromatográfiai mérés paramétereit és a következőket állapítottuk meg:

1. A DBPS csúcsa az ismertett körülmények között 7,9 perc retenciós idővel jelenik meg.
2. A legkisebb detektálható mennyiség 0,5 pg szelén, ami a bemérési és hígítás viszonyaink mellett 0,003 mg szelén/kg minta érzékenységnek felel meg.
3. A csúcsterület-koncentráció összefüggés 5 – 500 pg·mm⁻³ tartományban lineáris.
4. A meghatározás relatív hibája 1 – 5 pg·mm⁻³ szelén koncentráció értékek között 2%, míg 5 – 500 pg·mm⁻³ szelén koncentráció tartományban 1% alatti érték.

A szelénviszanyerést és a módszer alkalmazhatóságát kukorica, keverékta-karmány, sertésvese, -máj és -húsmintáknál vizsgáltuk meg, standard adációs módszerrel.

Vizsgáltuk továbbá néhány, a takarmányokban jellemzően jelenlevő fémion és a foszfátion hatását a szelén meghatározásának eredményére. A vizsgált intenzív

süldőtáp (keveréktakarmány) összetételét az 1. táblázatban, a tanulmányozott egyéb ionok szelenithez viszonyított arányát a 2. táblázatban adjuk meg. Két jellemző kromatogramot az 1. és a 2. ábrán mutatunk be.

1. táblázat

A módszer ellenőrzésére használt „Intenzív süldőtáp” megnevezésű keveréktakarmánynak a gyártó által megadott összetétele

Komponens	Arány, %
Kukorica	40
Búza	20
Szója	12
Búzakorpa	3
Árpa	12
Borsó	6
Hallsiszt	2
Premix**	5

* Környei Mezőgazdasági Kombinát

** A premix megadott szeléntartalma 2,7 mg/kg

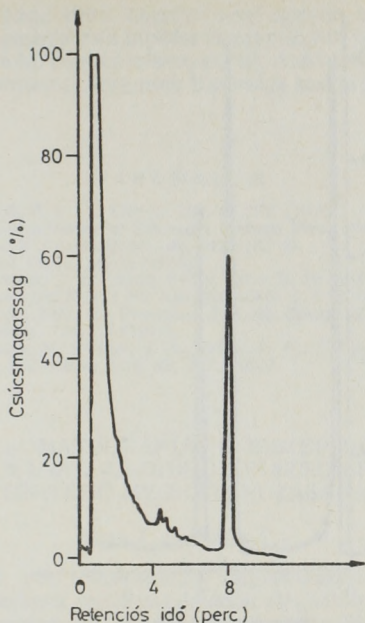
2. táblázat

Az idegen ionok minősége, a bemért forma, az ionok koncentrációja* és az [ion] [szelenit] koncentrációarány

Ion	Vegyület	Ionkoncentráció mól.dm ⁻³	[ion]/[SeO ₃ ²⁻]
Ca ²⁺	CaCO ₃	2,0 · 10 ⁻²	7,9 · 10 ⁴
Mg ²⁺	MgSO ₄	5,0 · 10 ⁻³	2 · 10 ⁴
K ⁺	KH ₂ PO ₄	1,28 · 10 ⁻³	5 · 10 ³
Mn ²⁺	MnCl ₂	3,64 · 10 ⁻³	1,4 · 10 ⁴
Zn ²⁺	ZnSO ₄	3,04 · 10 ⁻³	1,2 · 10 ³
Fe ³⁺	FeCl ₃	3,58 · 10 ⁻⁴	1,4 · 10 ³
Cu ²⁺	CuSO ₄	3,76 · 10 ⁻⁵	1,5 · 10 ³
PO ₄ ³⁻	KH ₂ PO ₄	1,28 · 10 ⁻³	5 · 10 ³
SeO ₃ ²⁻	Na ₂ SeO ₃	2,54 · 10 ⁻¹⁰	1

* A bemért ionkoncentrációk nagyságrendben megfelelnek a takarmányminták feldolgozásánál kapott roncsolási végoldatban kapható értékek maximumának.

A 2. ábra alapján megállapítható, hogy az alkalmazott pH-érték mellett a toluolos fázisban áttoldódó reagens a meghatározást nem zavarja. Megállapítható továbbá, hogy a McCarthy és munkatársai (9) által alkalmazott hidroxilamin + EDTA + karbamind hozzáadásra nincs szükség, mivel a kromatogramon a reagens csúcsa után nem jelenik meg olyan csúcs, amely zavarná és lassítaná a sorozatméréseket. A kísérleti eredményeket a 3. táblázatban foglaljuk össze.



1. ábra. Kalibráló DBPS-oldat kromatogramja
 Injektált térfogat: 2 mm³, szelér.mennyiség: 40 pg ATTEN: 5

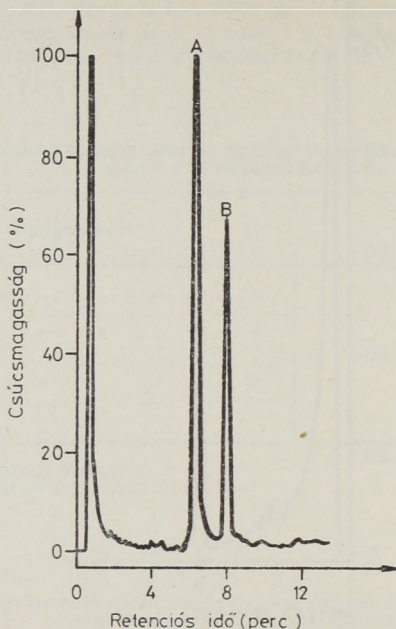
3. táblázat

A különböző vizsgálati mintákkal végzett szelénmeghatározási és visszanyerési kísérletek eredményei

Minta	A hozzáadott szelénstandard koncentrációja, mg/kg*	Kapott szeléntartalom** (x ±SD), mg/kg	Standard visszanyerés átlagosan %
Vakpróba	0	0,003 ±0,00015	—
Vakpróba	0,125	0,126 ±0,004	101
Vakpróba	0,312	0,322 ±0,011	103
Vakpróba	0,625	0,644 ±0,018	103
Idegen ionos modelloldat	0,312	0,313 ±0,010	100
Sertésvese	0	2,272 ±0,077	—
Sertésvese	1,25	3,452 ±0,014	94
Sertésmáj	0	0,599 ±0,016	—
Sertésmáj	0,625	1,190 ±0,041	101
Sertéshús	0	0,104 ±0,003	—
Sertéshús	0,625	0,734 ±0,023	101
Keveréktakarmány	0	0,149 ±0,009	—
Keveréktakarmány	0,625	0,729 ±0,023	91
Kukorica	0	0,027 ±0,002	—
Kukorica	0,312	0,330 ±0,016	97

* A mintára vonatkoztatva

** Minden esetben 5 párhuzamos meghatározást végeztünk



2. ábra. Sertésvese szelénmeghatározási kromatogramja
 Injektált térfogat: 2 mm³. szelénmennyiség: 727 qg ATTEN: 9
 A: a DBPD csúcsa B: a DBPD csúcsa B: a DBPS csúcsa

A 3. táblázat adataiból a következőket állapíthatjuk meg:

1. A standard visszanyerése gyakorlatilag 100%-os.
2. A módszer hibája 3% körüli variációs koefficienssel jellemezhető.
3. A vizsgált idegen ionok a meghatározást nem zavarják. (Az idegen ionok hatása azonban a touolos extraktum színén megfigyelhető. Standardok esetében az extraktum szintelen, egyéb ionokat is tartalmazó oldatoknál sárgás színű. A feltehetően fellépő mellékreakciók azonban nem befolyásolják a kapott eredményeket).

Összességében megállapíthatjuk, hogy az általunk kidolgozott meghatározási eljárás jól használható a legkülönbözőbb minták szeléntartalmának meghatározására.

Bár az alkalmazott DBPD·HCl reagens kereskedelemben nem kapható, egy munkamenetben nagy mennyiségben előállítható.

Az alkalmazott "wide bore" kapilláris kolonna szelektivitása és a roncsolási módszer együttesen biztosítja azt, hogy külön tisztító eljárásokra nincs szükség.

A kolonna nagy kapacitása lehetővé teszi nagyon kis szelénkoncentrációk meghatározását is (a bemérési és a hígítási viszonyok változtatásával elérhető akár a 10^{-4} – 10^{-5} mg szelén/kg minta érzékenység is). A módszer érzékenységének gyakorlati határát az alkalmazott reagensek tisztasága szabja meg.

I R O D A L O M

- (1) Schroeder, H. A., Frost, D. V.: J. Chrom. Dis. 23, 227 (1970).
- (2) Shamberger, R. J.: Biochemistry of Selenium Plenum Press. New York – London (1983)
- (3) Talmi, Y., Andren, A.W.: Anal. Chem. 46, 2122 (1974).
- (4) Watkinson, J. H.: Anal. Chem. 38, 91 (1966).
- (5) Brown, M. M., Watkinson, J. H.: Anal. Chim. Acta 89, 29 (1977).
- (6) Fernandez, F. J., Monning, D. C.: At. Abs. Newslett. 7, 5 (1968).
- (7) Piwonka, J., Kaiser, G., Tölg, G.: Fresenius Z. Anal. Chem. 321, 225 (1985).
- (8) Shimoishi, Y.: J. Chrom. 136, 85 (1977).
- (9) McCarthy, T. P., Brodie, B., Milner, J. A., Beville, R. F.: J. Chrom. 225, 9 (1981).
- (10) Dandegaonker, J.: J. Ind. Chem. Soc. 42, 777 (1965).

KAPILLÁRIS GÁZKROMATOGRÁFIÁS MÓDSZER BIOLÓGIAI ANYAGOK SZELÉNTARTALMÁNAK 4,6-DIBRÓM-PIAZSELENOL FORMÁBAN TÖRTÉNŐ MEGHATÁROZÁSÁRA

Nagy I. és Dudás T.

Szerzők kapilláris gázkromatográfiai meghatározási eljárást dolgoztak ki különböző biológiai anyagok szeléntartalmának meghatározására. A szerves mátrix elroncsolását magnéziium-nitrát – salétromsav keverékkel végezték. A roncsolmány sósavas feloldása, majd redukció után a szelén (IV)-ből 4,6-dibróm-piazselenol származékot képeztek. Az ehhez szükséges 3,5-dibróm-orto-fenilén-diamin reagenst maguk állították elő. A szelénszármazék meghatározását gázkromatográfian végezték, „wide bore” kapilláris kolonna alkalmazásával. A módszer érzékenysége 0,003 mg szelén/kg minta, variációs koefficiense 3% körüli érték. Az eljárás ellenőrzését standard addíciós módszerrel végezték el különböző állati szervek és takarmányok esetében.

DETERMINATION OF SELENIUM-CONTENT IN BIOLOGICAL MATTERS ON THE WAY OF 4,6-DIBROMO-PIAZSELENOL BY CAPILLARY GASCHROMATOGRAPHIC METHOD

Nagy, I. and Dudás, T.

The authors developed capillary gaschromatographic method for the determination of Selenium content in different biological matters. The organic substance were broken down by compound of magnesium-nitrate-nitric acid. They formed from the Selenium (IV) the derivative of 4,6-dibromo-piazselenol after the hydrochloric solving and reduction of the decomposed matter. The required 4,6-dibromo-ortho-phenylene-diamine reagent was produced by themselves. They made the determination of Selenium derivate by gaschromatography on wide bore capillary column. The sensitivity of the method is 0,003 mg Selenium/kg sample, coefficient of variation is about 3%. They performed the control of the method by standard additive method in case of different animal organs and feeds.

МЕТОД КАПИЛЛЯРНОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ СЕЛЕНА В БИОЛОГИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛАХ В ФОРМЕ 4,6-ДИБРОМ-ПИАЗСЕЛЕНОЛА

И. Надь и Т. Дудаш

Авторы разработали метод капиллярной газовой хроматографии для определения содержания селена в различных биологических материалах. Минерализация органического матрикса проводилась с помощью смеси состоящей из нитрата магния и соляной кислоты. После растворения минерализата в соляной кислоте и после редукции, 4-х валентный селен превращали в производное: 4,6-дибром-пиазселенол. Необходимый для этого реактив 3,5-дибром-орто-фенилен-диамин, авторы синтезировали самостоятельно. Определение производного селена проводилось газохроматографически с применением капиллярной колонны «wide bore». Чувствительность метода равнялась 0,003 мг селена/кг пробы, величина вариационного коэффициента составляла около 3%-в. Проверку метода определения авторы проводили с помощью метода добавления стандартных растворов (метод аддиции) для случая испытания различных органов животных, а также для испытания фуража.

KAPILLARGASCHROMATOGRAPHISCHE METHODE FÜR DIE BESTIMMUNG DES SELENGEHALTES VON BIOLOGISCHEN MATERIALIEN IN FORM VON 4,6-DIBROMPIAZSELENOL

Nagy, I. und Dudás, T.

Verfasser haben ein kapillarschromatographisches Verfahren für die Bestimmung des Selengehaltes von verschiedenen biologischen Materialien ausgearbeitet. Die Zerstörung des organischen Materials wurde mit einem Gemisch von Magnesiumnitrat und Salpetersäure durchgeführt. Nach der Auflösung des Rückstandes mit Salzsäure und der Reduktion wurde aus dem Selen (IV) eine 4,6-Dibrompiazselenol-Verbindung gebildet. Die dazu notwendige 3,5-Dibromortophenyldiamin-Reagenz haben die Verfasser selbst hergestellt. Die Selenverbindung wurde gaschromatographisch mit einer Kapillarkolonnen "wide bore" bestimmt. Die Empfindlichkeit der Methode liegt bei 0,003 mg Se/kg Probe, wobei der Variationskoeffizient etwa 3% beträgt. Das Verfahren wurde mit der Standardadditionsmethode mit Hilfe von verschiedenen tierischen Organen und Futtermitteln überprüft.

Takarmánypremixek szaharintartalmának meghatározása nagynyomású folyadékkromatográfiával

NAGYNÉ GÁL EDIT
Agrártudományi Egyetem (Keszthely)
Állattenyésztési Kar, Kaposvár

Érkezett: 1987. március 25.

A takarmány-kiegészítők fontos csoportját alkotják az ízhatás javítása érdekében alkalmazott adalékok (1). Az utóbbi évtizedben ezek azért váltak fontossá, mert a nagyüzemi technológiával előállított takarmányok kevésbé ízletesek, mint a hagyományosak. Néhány komponens kifejezetten rontja (pl. halliszt) a takarmány ízét és szagát.

Éltető mértékben, de valamennyi állatfaj meg tudja különböztetni az ízeket. A sertések különösen kedvelik az édes ízt. A fiatal állatok esetében természetes édesítőanyagot nem alkalmazhatnak, mert a malacok 3–6 hetes korig nem képesek a répacukor megemésztésére. Viszont jó eredményeket értek el a szintetikus édesítőszer alkalmazásával. A leggyakrabban szaharint használnak erre a célra.

A természetes édesítőanyagokhoz viszonyítva a szaharin ízhatása nagyságrendekkel nagyobb, ezért igen alacsony koncentrációban alkalmazható. Az állati szervezetből maradéktalanul kiürül, a húsban nem halmozódik fel. A szaharin alkalmazása – élettani és ökonomiai megfontolások alapján – szűk koncentrációtartományban tekinthető gazdaságosnak. Szükség van tehát olyan analitikai módszerre, amely gyors és megbízható információt nyújt a takarmányok szaharintartalmára vonatkozóan.

Humán diétás készítmények szintetikus édesítőszer-tartalmának vizsgálatára rétegekromatográfiai és folyadékkromatográfiai módszerek ismertek (2, 3). E készítményekben a tartósítószer, a koffein és egyéb komponensek zavarhatják a szintetikus édesítőszer meghatározását. Folyadékkromatográfiai technikával, megfelelő pH-jú foszfát pufferok alkalmazásával e zavaró hatások kiküszöbölhetők. (4, 5).

A takarmányokból történő szaharin-meghatározást ugyancsak nehezíti az, hogy bonyolult összetételű biológiai mátrixok mellett kell megoldani. Tapasztalataink szerint gyors, kevés előkészítést igénylő és jó reprodukálhatóságot biztosító módszerre jelen esetben is a nagynyomású folyadékkromatográfia ad ideális lehetőséget. Mivel a takarmányok édesítésére a szaharin vízben oldódó nátriumsóját alkalmazzák extrakciója forró desztillált vízzel végezhető. A vizes kivonatból a szaharin az esetlegesen zavaró komponensektől Partisil – ODS töltetű folyadékkromatográfiai oszlopon, metanol és perklórsav oldat elegyének segítségével elválasztható. Mivel a szaharin rendelkezik megfelelő elnyelési sávval az UV-tartományban, dektálása fotometriásan megoldható.

Anyag és módszerek

Felhasznált anyagok

- metanol
- 0,1 M perklórsav oldat
- szaharin-nátrium (Fluka készítmény)
- standard törzsoldat: 0,01 g szaharin-nátrium 100 cm³ vizes oldatban

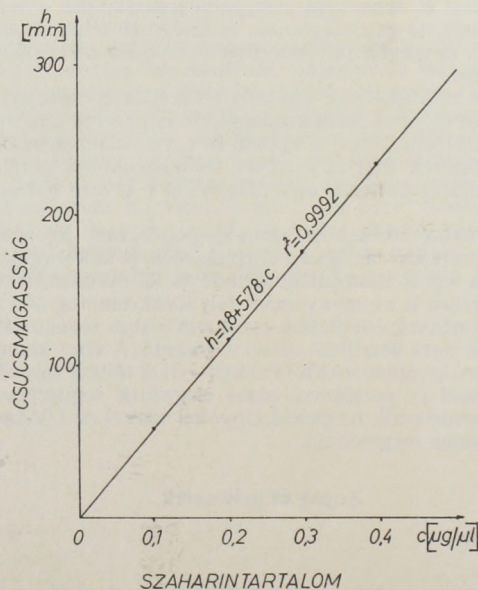
- standard munkaidetek: a törzsoldat 0,5 1,0 és 2,0 cm³-ét vízzel 10 cm³ végtérfogatra hígítjuk

A folyadékkromatográfias elválasztás körülményei

- készülék: Pye Unicam gyártmányú nagynyomású folyadékkromatográf, mely LC-XP gradiens programozóból, 100/A típusú eluens szállító rendszerből, LC-UV változtatható hullámhosszon érzékelő detektorból és PM 8251 típusú rekorderből épül fel
- elválasztó oszlop: 250 × 4,6 mm méretű Pye Unicam gyártmányú, Partisil-ODS töltetű kolona
- mozgó fázis: 400 cm³ 0,1 M perklórsav oldat és 100 cm³ metanol gázmentesített elegye
- áramlási sebesség: 1,0 cm³ min⁻¹
- detektálás: a 220 mm hullámhosszon mért fényelnyelés alapján (1,28 a.u.f.s.)

A mérőrendszer hitelesítése

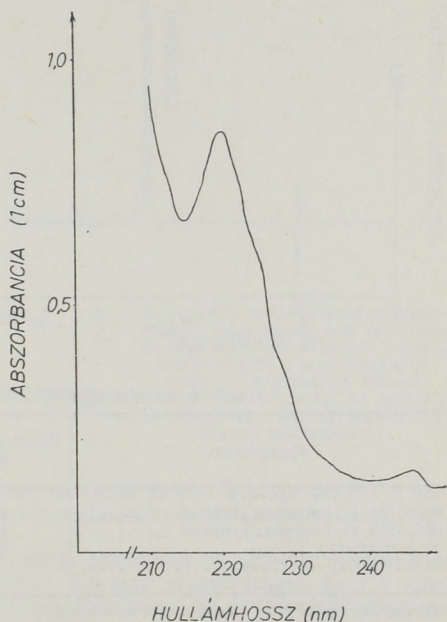
A hitelesítéshez a rendelkezésre álló 0,05 0,1 és 0,2 mg/cm³ koncentrációjú standard oldatok 20–20 μl-ét juttatjuk az elválasztó oszlopra. Analitikai jelnek a kromatogramokon mért csúcsmagasságot tekinthetjük, mivel ez az adott koncentráció-tartományban lineáris összefüggésben van az oldat szaharintartalmával. A hitelesítő görbét az 1. ábra szemlélteti.



1. ábra
A szaharin kalibrációs egyenese és egyenlete

A szaharin extrakciója takarmánypremixből

50 g premixet dörzsmalomban 5 percig homogenizálunk. Az előkészített minta 5 g-ját mérjük be 100 cm³-s Erlenmeyer-lombikba és 50 cm³ forró desztillált vízzel elkeverjük. Fél órás gépi rázatást követően leszűrjük az extraktumot 250 cm³-es mérőlombikba. Ennek feltöltése után a várható szaharintartalomtól függően a törzsolatból tízszeres vagy százszoros hígítást végzünk, majd a kapott oldat 20 µl-ét a kromatográfiás oszlopra injektáljuk.



2. ábra
Szaharinoldat abszorpciós görbéje

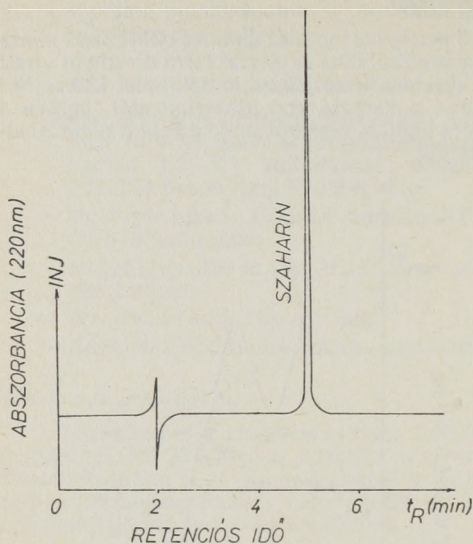
Az extraktum szaharintartalma az ismertett mérési körülmények között $t_R = 5,0$ perces retenciós idővel ($k' = 1,63$) eluálódik. A fotometriás detektálás (2. ábra) 220 nm hullámhosszon történik. A kapott kromatogramból a csúcsmagasság ismeretében a hitelesítő görbe egyenletének segítségével az extraktum szaharintartalma számítható az alábbi összefüggés szerint:

$$\text{Szaharintartalom (g/kg)} = \frac{\text{hígítási faktor}}{\text{bemért mintatömeg}} \cdot C$$

ahol C az extraktum szaharin koncentrációja (mg/cm³), mely a csúcsmagasság ismeretében a hitelesítő görbe egyenletéből számítható.

A módszer megbízhatóságának ellenőrzése

A módszer megbízhatóságának ellenőrzése két saját készítésű takarmánypremix vizsgálata alapján történt. A premixek összetételét az 1. táblázat tartalmazza. Mindkét premixből, valamint a szaharint nem tartalmazó kontroll premixekből is 5–5 meghatározást végeztünk el az ismertett módszerrel.



3. ábra
Standard szaharinoldat folyadékromatográfiás kromatogramja
Oszlop: Partisil-ODS töltetű, eluens: metanol és 0,1 M perklórsav-oldat (1+4) arányú elegye, detektálás: 220 nm hullámhosszon.

A vizsgált takarmánypremixek 1000 g-jának összetétele

1. táblázat

Komponens	Kontroll minta (g)	Borjú premix (g)	Malac premix (g)
595/5315. sz. komplett premix*	400	800	—
895.8099. sz. komplett premix*	400	—	800
Kukoricaliszt	200	120	190
Szaharin	—	80	10

* Az Agrokompex által forgalmazott termékek

Eredmények és értékelésük

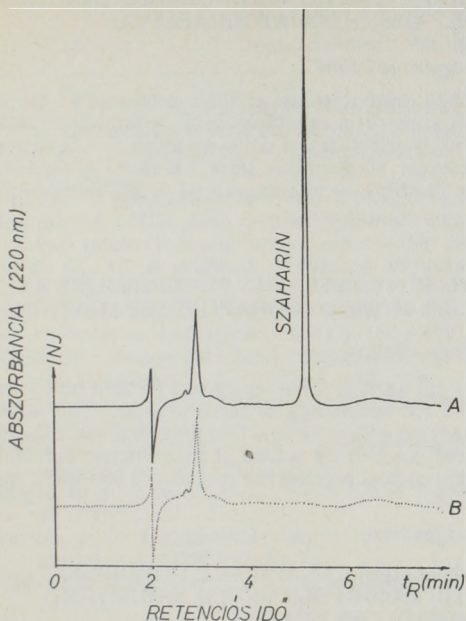
A módszer megbízhatóságának ellenőrzésére végzett vizsgálatok eredményeit a 2. táblázat tartalmazza.

Ezek alapján a módszer 98–99%-os visszanyeréssel és 3%-os variációs együtthatóval jellemezhető.

Szaharinmeghatározási eredmények

2. táblázat

		Borjúpremix	Malac premix
Elméleti érték	(g/kg)	80	10
Vizsgálatok száma	(db)	5	5
Mérési eredmények átlaga	(g/kg)	79,2	9,8
Visszanyerési százalék	(%)	99,0	98,0
Szórás	(g/kg)	2,6	0,3
Variációs együttható	(%)	3,3	3,0



4. ábra
 A: Kísérleti malacpremix extraktumának, B: szaharint nem tartalmazó kísérleti kontroll premix extraktumának HPLC kromatogramja
 Oszlop: Partisil-ODS töltetű, eluens: metanol és 0,1 M perklórsav oldat (1 : 4), detektálás UV 220 nm hullámhosszon

A 3. ábrán a standard szaharin vizes oldatának kromatogramja látható. A malacpremix és a kontroll (szaharint nem tartalmazó) premix extraktumának kromatogramját a 4. ábrán mutatjuk be.

A viszonylag nem szelektív extrakció és detektálási hullámhossz ellenére sem látható sok komponens a kromatogramon. Ez azzal magyarázható, hogy a vizes extrakcióval kioldódó és a fotometriás detektálás során a meghatározást esetlegesen zavaró komponensek a vizsgált koncentráció tartományban nem adnak jelet.

Összegzőképpen megállapítható, hogy a vizsgált mátrixban az alkalmazott extrakciós és elválasztási körülmények között a meghatározás zavaró hatások nélkül végezhető el.

IRODALOM

- (1) Bokori, J.: Általános takarmányozási és takarmányozás-élettani ismeretek. Állatorvostudományi Egyetem Budapest, 1983.
- (2) Órsi, F., Ember-Kárpáti, M., Lásztity, R., Ábrahám-Szabó, Á.: Élelmezési Ipar 37, 41 (1983).
- (3) Puttemans, M. L., Dryon, L., Massart, D. L.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 67, 880 (1984).
- (4) Tyler, T. A.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 67, 745 (1984).
- (5) Woodward, B. B., Heffelfinger, G. P., Ruggels, D. I.: J. Assoc. Off. Anal. Chem. 62, 1011 (1979).

TAKARMÁNYPREMIXEK SZAHARINTARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA NAGYNYOMÁSÚ FOLYADÉKKROMATOGRÁFIÁVAL

Nagyné Gál Edit

A szerző folyadékkromatográfiás meghatározási eljárást dolgozott ki takarmánypremixek édesítésére használt szaharin meghatározására. A folyadékkromatográfiás elválasztás vizes kivonatból, fordított fázisú oszlopon történt. A kvantitatív meghatározást fotometriás detektor alkalmazása tette lehetővé. A módszer gyors és egyszerű. Megbízhatósága 98–99%-os visszanyeréssel és 3%-os variációs koefficienssel jellemezhető.

DETERMINATION OF SACCHARIN CONTENT IN FEEDPREMIXES BY HIGH PERFORMANCE-LIQUID CHROMATOGRAPHIC SEPARATION

Nagy-Gál, E.

The author developed a liquid chromatographic separation for determination of saccharin content which is used for sweetening of feeds-premixes. The liquid chromatographic separation is done from watered extract on inverse phase column. The quantitative determination was possible by means of photometric detector. The method is quick and simple. It is correct because the recovery is 98–99% and the coefficient of variation is 3%.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ САХАРИНА С ПОМОЩЬЮ ЖИДКОСТНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ В ФУРАЖНЫХ ПРЕМИКСАХ

Э. Гал Надьна

Автор разработал метод жидкостной хроматографии для определения сахари́на, применяемого для подслащивания фуражных премиксов. Жидкостно-хроматографическое разделение проводилось из водной вытяжки на обратно-фазовой колонне. Возможность количественного определения обеспечивалась применением фотометрического детектора. Разработанный метод является простым и быстровыполнимым. Надежность метода характеризуется 98–99%-ной воспроизводимостью и 3%-ным вариационным коэффициентом.

BESTIMMUNG DES SACCHARINGEHALTES VON FUTTERMITTELPREMIKEN MIT DER HOCHDRUCKFLÜSSIGKEITSCHE- ROMATOGRAPHIE

Nagyné, Gál, E.

Die Verfasserin hat für die Bestimmung des zur Süßung von Futtermittelpremixen eingesetzten Saccharins ein Bestimmungsverfahren mittels Flüssigkeitschromatographie ausgearbeitet. Die flüssigkeitschromatographische Trennung erfolgte aus dem wäßrigen Auszug an einer Säule umgekehrter Phase. Die quantitative Bestimmung war mit Hilfe eines photometrischen Detektors möglich. Das Verfahren ist schnell und einfach. Seine Zuverlässigkeit kann mit einer 98–99%-igen Wiederfindungsrate und 3%-igem Variationskoeffizienten charakterisiert werden.

- Kelemenné Haller A.*: Palackgyártásra használt PVC granulátumok minősítését célzó laboratóriumi vizsgálatok. *Olaj, Szappan, Kozmetika* 37 (1988) 1, 23–29.
- Szabó F.*: Az élelmiszeripar versenyhelyzetben. *Magyar Mezőgazdaság* 43 (1988) 4, 3–5.
- Tóth Gy.*: A propolisz összetételének vizsgálata. *Méhészet* 36 (1988) 1, 10.
- Szalánczy É.*: NIR elven működő mérőműszerek gabonaipari alkalmazása, az ezzel kapcsolatos fejlesztő munka. *Gabonaipar* 34 (1987) 4, 138–142.
- Hajdu Gy.-né*: A szárított sütőélesztő eltarthatóságáról. *Szeszipar* 35 (1987) 4, 4, 131–134.
- Nagy Gy.*: A keltetők rendszeres higiénias ellenőrzésének eredményei. *Baromfitegyésztés és -feldolgozás* (1987) 4, 184–192.
- Kádár Gy.*: Beszámoló a XXI. Országos Bor- és a VI. Üdítőitalverseny eredményeiről. *Borgazdaság* 35 (1987) 4, 122–126.
- Magyar I.*: Tejsavbaktériumszám-meghatározási módszerek értékelése. *Borgazdaság* 35 (1987) 4, 131–135.
- Szekér Gy.*: Feladatok a KGST minőségértékelési és tanúsítási rendszerben. *Szabvány és Világ* 40 (1988) 1, 5–9.
- Mogyorósi S.*: SZEPROSZEV – A KGST tanúsítási rendszere. *Szabvány és Világ* 40 (1988) 2, 11–13.
- Váncsa Jenő*: Élelmiszer törvény – összhangban a megújulással. *Magyar Mezőgazdaság* 43 (1988) 12, 5+7.
- Hódyné Sütő S.*: Biotechnológia a húsiparban. *Szabvány és Világ* 40 (1988) 3, 24–26.
- Kovács J.-né*: Többkomponensű élelmiszerszínezékek vizsgálata a rágógumiban. III. *Édesipar* 39 (1988) 1, 13–16.
- Ari L. és Kiss J.-né*: Az alapanyag minőségének vizsgálata a feltartós tejgyártás bevezetésének előkészítésére. *Tejipar* 37 (1988) 1, 7–10.
- Bocs F.-né és Tamási M.*: Az ízesített krémtúró homogenitását befolyásoló tényezők vizsgálata. *Tejipar* 37 (1988) 1, 10–15.
- Szabó M.*: Beltartalom szerinti tejárfizetés a fejlett tejgazdasággal rendelkező országokban. *Tejipar* 37 (1988) 1, 15–22.
- Szabó S. A.*: Dánia tejipara II. *Tejipar* 37 (1988) 1 22–25.
- Matyasovszky P.*: Tömegspektrometriás vizsgálatok a boralkotórészek kimutatására. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 1–5.
- Panyik G.-né és Eperjesi J.*: Tristímulusos színmérés alkalmazása a borászatban. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 1–5.
- Kampis A.*: Vörösbor színmérési módszerek a borászati analitikában. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 8–12.
- Kállay M., Bárdi Gy. és Timár A.*: Vizsgálatok a magyar borok D – szorbit – koncentrációjának meghatározására. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 13–16.
- Bódy P.-né*: Folyadékkromatográfiás módszerek alkalmazása a borok minőségében. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 16–19.
- Lékó L.*: Az üzemi laboratóriumok szerepe a minőség biztosításában. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 19–21.
- Jeszenszky Z.-né*: Papír- és vékonyréteggromatográfiás üzemi laboratóriumi módszerek. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 21–24.
- Kállay M., Szövényi E. és Bárdi Gy.*: A pincegazdaságok 1987. évi új borainak vizsgálata, tulajdonságai. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 24–28.

- Karácsony T.*: Képes-e a magyar bor az egyre magasabb világgpiaci követelményeknek megfelelni? *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 28–32.
- Királyné Kéghely Zs.*: A borok megnövekedett kloridtartalmának vizsgálata. *Borgazdaság* 36 (1988) 1, 33–41.
- Zoltán T.*: Rendszerszemléletű minőségmodellezés az élelmiszeriparban. *Élelmézési Ipar* 42 (1988) 2, 63–66.
- Hamar N.*: A nyersárú minősége – az I. Nemzetközi Tartósítóiipari Zöldségtermesztési Tanácskozás főtémája. *Élelmézési Ipar* 42 (1988) 2, 76–77.
- Felföldi J.*: Személyi számítógépek mérés technikai alkalmazása. *Hűtőipar* 33 (1987) 4, 113–117.
- Urbányi Gy.*: A meggy színének és antocianin-tartalmának változásai liofilezés és az azt követő tárolás során. *Hűtőipar* 33 (1987) 4, 118–123.
- Böröczné Szabó M. és társai*: Hűtőipari termékek fémtartalmának ellenőrzése atomabszorpciós spektrometriás módszerekkel. *Hűtőipar* 33 (1987) 4, 123–127.
- Klein J.*: Az 1987. évi kenyérgabona-termés minőségéről. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 16–20.
- Hamos A.-né*: Az 1987. évi új gabonaőrlemények sütőipari minőségének alakulásáról. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 20–23.
- Szekeres L.-né*: 1987. évi lisztminőség alakulása. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 23–30.
- Fekete Z.-né*: Javaslat a sütőipari célra gyártott búzalisztek minőség szint-mérésének módosítására. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 33–34.
- Pallóné Kisérdi J. és Nagel V.*: A házi jellegű kenyerek fajlagos térfogata és érzékszervi tulajdonságai közötti összefüggés vizsgálata. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 34–36.
- Csaba J.*: Minőségvédelem és minőségellenőrzés a sütőipari gyakorlatban. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 37–40.
- Moór J.*: Ebulliosztató gyorsmódszer a sütőipari félkész- és késztermékek cukortartalmának meghatározására. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 41–44.
- Kelemen J.*: A Somogy megyei Sütő- és Édesipari Vállalat minőség-ellenőrzési rendszere. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 44–45.
- Pallagi A.-né*: A lisztminőség becslése az eltérő oldhatóságú sikérfehérje frakciók mennyisége alapján. *Sütőipar* 35 (1988) 1, 46–47.
- Holló J. és Dénes G.*: A kémia és a biotechnológia kapcsolatai Magyar Kémikusok Lapja 43 (1988) 1, 7–14.
- Berecz F.*: Kormányintézkedések a minőség fejlesztésére. *Minőség és Megbízhatóság* 22 (1988) 1, 3–6.
- Szabó I.*: Korszerű minőségirányítási kezdeményezések az iparban. *Minőség és Megbízhatóság* 22 (1988) 1, 7–11.
- Simon P.*: Ipari termékek minőségösszehasonlító vizsgálatok. *Minőség és Megbízhatóság* 22 (1988) 1, 12–13.
- Péceli B.*: Az Átfogó Minőségvezetési Rendszer (ÁMR) célkitűzései és munkaprogramja. *Minőség és Megbízhatóság* 22 (1988) 1, 17–24.
- Ocskay I.*: A minőségügy hazai reformjáról. *Minőség és Megbízhatóság* 22 (1988) 1, 17–24.
- Aschner G. és Lázár P.*: Termékminőség és információ. *Minőség és Megbízhatóság* 22 (1988) 1, 25–30.

SZABVÁNYISMERTETŐ

Összeállította: *Katona Ábrissé*

Az 1987. július 1. és december 31. közötti időszakban a következő országos és ágazati élelmiszeripari szabványokat hagyták jóvá, módosították vagy hatálytalanították:

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatálybalépés (hatálytalanítás) időpontja
<i>Baromfiipar</i>		
910-87	Élelmiszeripari baromfihúspép általános előírásai (az MSZ 910-84 helyett)	1987. 10. 01.
917-87	Élelmiszeripari baromfihúspép mintavétele, vizsgálata, minősítése (az MSZ 917-84 helyett)	1987. 09. 01.
6821-87	Étkezési tojás mintavétele, vizsgálati és minősítése (az MSZ 6821-83 helyett)	1988. 01. 01.
<i>Boripar</i>		
14856-87	Borpárlat, brandy magasabbrendű alkohol-tartalmának meghatározása (= KGST SZT 5220-85)	1987. 10. 01.
14857-87	Borpárlat, brandy fufurol-tartalmának meghatározása (= KGST SZT 5221-85)	1987. 10. 01.
9473-87	Borok illósvartartalmának meghatározása (az MSZ 9473-74 helyett)	1988. 01. 01.
21365-83	Különleges minőségű bor (módosítás)	1987. 08. 01.
21366-84	Asztali bor (módosítás)	1987. 08. 01.
21368-84	Minőségi bor (módosítás)	1987. 08. 01.
21370-79	Tokaji szamoródi (módosítás)	1987. 08. 01.
21371-79	Tokaji aszú (módosítás)	1987. 08. 01.
21372-79	Habzóbor (módosítás)	1987. 08. 01.
21373-84	Pezsgő (módosítás)	1987. 08. 01.
21374/1-79	Fűszerezett bor (módosítás)	1987. 08. 01.
21375-80	Csemegebor (módosítás)	1987. 08. 01.
21377-81	Údító jellegű szénsavas bor (módosítás)	1987. 08. 01.
21378-79	Gyöngyöző bor (módosítás)	1987. 08. 01.
21379-80	Űrmősbor (módosítás)	1987. 08. 01.
21384-81	Élesztőhártya alatt érlelt borkülönlegesség (módosítás)	1987. 10. 01.
<i>Cukoripar</i>		
08-1846-81	Vaníliacukor (módosítás)	1987. 10. 01.
<i>Dohányipar</i>		
20563-87	Dohányok és dohánygyártmányok terminológiája (az MSZ 20563-80 helyett)	1987. 10. 01.
20495/4-87	Cigarettek főüstvizsgálata. Szén-monoxid-tartalom meghatározása (új szabvány)	1988. 01. 01.

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatálybalépés (hatálytalánítás) időpontja
<i>Édesipar</i>		
20900/1-87	Édesipari termékek vizsgálata. Szárítási veszteség meghatározása (az MSZ-08-1151-78 helyett)	1987. 10. 01.
20900/2-87	Édesipari termékek vizsgálata. Zsirtartalom meghatározása (az MSZ-08-1271-79 helyett)	1987. 10. 01.
20628/1-86	Édesipari termékek érzékszervi vizsgálata Általános előírások (az MSZ 20628/1-75 helyett)	1988. 01. 01.
20628/2-86	Édesipari termékek érzékszervi vizsgálata Cukorkák. (az MSZ 20628/2-75 helyett)	1988. 01. 01.
20628/3-86	Édesipari termékek érzékszervi vizsgálata. Csokoládék, csokoládés és kakaóanyag-tartalmú termékek (az MSZ 20628/3-77 helyett)	1988. 01. 01.
20628/4-86	Édesipari termékek érzékszervi vizsgálata. Tartós édesipari lisztes készítmények (az MSZ 20628/4-75 helyett)	1988. 01. 01.
08-1621-87	Édesipari tartós krémek (új szabvány)	1987. 09. 01.
20900/3-87	Édesipari termékek vizsgálata. Savtartalom meghatározása (az MSZ-08-1272-79 helyett)	1987. 10. 01.
20900/4-87	Édesipari termékek vizsgálata. D-szám meghatározása (az MSZ-08-1275-80 helyett)	1987. 10. 01.
-08-1184-81	Nugátszerű édesipari termékek (módosítás)	1988. 01. 01.
<i>Gabona-malomipar</i>		
6369/4-87	Lisztvizsgálati módszerek. Nedvességtartalom meghatározása (az MSZ 6369/4-70 helyett)	1987. 10. 01.
-08-0714-87	Extrudált borsóliszt élelmiszeripari célra (új szabvány)	1987. 06. 01.
-08-0719-87	Pörkölt étkezési búzacsíra (új szabvány)	1987. 09. 01.
-08-0716-87	Extrudált kukoricaőrlemények (új szabvány)	1987. 06. 01.
6369/3-87	Lisztvizsgálati módszerek. Hamu- és homok-tartalom-meghatározása (az MSZ 6369/3-70 helyett)	1987. 10. 01.
<i>Húsipar</i>		
-08-0934-80	Húspástétomok. Májpástétom (módosítás)	1988. 01. 01.
<i>Hűtőipar</i>		
14466-87	Gyorsfagyasztott félkész kocsonyahús (az MSZ 14466-80 helyett)	1987. 10. 01.
198-87	Fagyasztott édesvízi áruhal (módosítás)	1987. 11. 01.

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatálybalépés (hatálytalanítás) időpontja
<i>Konzervipar</i> 21341-87	Savanyúságok általános műszaki előírásai (az MSZ 21341-80 helyett)	1987. 10. 01.
<i>Söripar</i> 8761/7-87	Sör. A pH meghatározása. (= KGST SZT 5346-86)	1988. 01. 01.
<i>Szárastészta</i> 20500/4-87	Szárastészta vizsgálati módszerei. Tojás- tartalom meghatározása (az MSZ 20500/4 -82 helyett)	1987. 10. 01.
<i>Szeszipar</i> -08-1601/3-87	Szesz (etil-alkohol). Finomszesz (az MSZ -08-1601-70 helyett)	1987. 06. 01.
-08-1601/3-87	Szesz (etil-alkohol). Víztelenített szesz (új szabvány)	1987. 06. 01.
-08-1601/1-87	Szesz (etil-alkohol). Mintavétel és vizsgálati módszerek (az MSZ -08-1601-70 he- lyett)	1987. 06. 01.
<i>Tejipar</i> 12332-87	Ipari savkazein oldhatósági indexének meg- határozása (az MSZ -08 KGST 1403-78 helyett) (= KGST SZT 1403-78)	1987. 10. 01.
2708-86	Sűrített tej és tejpör zsirtartalmának meg- határozása (azonosító jelzet és cím módo- sítás)	1987. 07. 01.
2712-86	Cukrozott sűrített tej szaharóztartalmának meghatározása (azonosító jelzet és cím módosítás)	1987. 07. 01.
1184-86	A tejpör tejcukortartalmának meghatározása (jelzet és cím módosítás)	1987. 07. 01.
12331-87	Ipari savkazein színének meghatározása (az MSZ KGST 1402-78 helyett) (= KGST SZT 1402-78)	1987. 10. 01.
-08-1217-87	Balatonai sajt (az MSZ -08-1217-79 helyett)	1987. 09. 01.
-08-1202-70	Oltós kazein, ipari (hatálytalanítva)	1987. 09. 01.
-08-1208-70	Pogácsasajt (hatálytalanítva)	1987. 09. 01.
-08-1212-74	Csemege körözött (hatálytalanítva)	1987. 09. 01.
-08-1219-70	Juhgomolya tejipari alapanyag (hatály- talanítva)	1982. 09. 01.
-08-1248-78	Szigetközi csemege sajt (hatálytalanítva)	1987. 09. 01.
-08-1252-70	A tej minősítése rezaurin próbával (hatály- talanítva)	1987. 09. 01.

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatálybalépés (hatálytalanítás) időpontja
2708/6-87	Sűrített tej és tejpör kémiai és fizikai vizsgálata. A tejpör hamutartalmának meghatározása (az MSZ 1182-79 helyett)	1987. 10. 01.
2708/7-87	Sűrített tej és tejpör kémiai és fizikai vizsgálata. A tejpör fehérjetartalmának meghatározása (az MSZ 1183-79 helyett)	1987. 10. 01.
3710-87	Tej és tejtermékek hőkezeltségének vizsgálata (az MSZ 3710-79 helyett)	1987. 10. 01.
-08-1207-87	Tejszín krémsajt (az MSZ -08-1207-79 helyett)	1987. 09. 01.
-08-1209-87	Köményes sajt (az MSZ -08-1209-81 helyett)	1987. 09. 01.
-08-1214-87	Zalai füstölt sajt (az MSZ -08-1214-81 helyett)	1987. 09. 01.
-08-1231-87	Presszó por (az MSZ -08-1231-79 helyett)	1987. 09. 01.
-08-1258-87	Ormánsági sajt (új szabvány)	1987. 09. 01.
-08-1259-87	Baranya sajt (új szabvány)	1987. 09. 01.
-08-1260-87	Pelse delicat sajt (új szabvány)	1987. 09. 01.
2708/5-87	Sűrített tej és tejpör kémiai és fizikai vizsgálata. A tejpör oldhatósági indexének meghatározása. (az MSZ KGST 737-77 helyett) (= KGST SZT 737-77)	1988. 01. 01.
1391-78	Tejporkészítmények csecsemők és kisgyerekek részére (hatálytalanítva)	1987. 11. 01.
1392-78	Tejtermékek jelölése (hatálytalanítva)	1987. 11. 01.
1393-78	Tejtermékek csomagolása, tárolása és szállítása (hatálytalanítva)	1987. 11. 01.
2708/2-78	Sűrített tej és tejpör kémiai és fizikai vizsgálata. Szárazanyag- illetve víztartalom meghatározása (az MSZ KGST 735-77 helyett) (= KGST SZT 735-77)	1988. 01. 01.
12058-87	Sajt, tejpör és savópor nitrit- és nitrát-tartalmának meghatározása (új szabvány)	1988. 01. 01.
12188-87	Gomolyatúró (az MSZ 12188-82 helyett)	1988. 01. 01.
12292-87	Tej és tejtermékek érzékszervi elemző vizsgálata (az MSZ 12292-73 helyett)	1988. 01. 01.
2708/3-87	Sűrített tej és tejpör kémiai és fizikai vizsgálata. Titrálható savasság meghatározása (az MSZ KGST 736-77 helyett) (= KGST SZT 736-77; = ISO 6092-801)	1988. 01. 01.
<i>Fűszerek</i>		
20651-87	Szegfűszeg (az MSZ 20651-80 helyett)	1987. 10. 01.
20652-87	Babérlevél (az MSZ 21341-80 helyett)	1987. 10. 01.
20638-87	Bors (az MSZ 20638-80 helyett)	1987. 10. 01.
<i>Zöldség-gyümölcs</i>		
3585-87	Bimbóskel (az MSZ 3585-74 helyett)	1987. 10. 01.
11910-87	Görögdinnye (az MSZ 11910-80 helyett)	1988. 01. 01.

Szabvány száma MSZ	Szabvány címe	Hatálybalépés (hatálytalanítás) időpontja
<i>Egyéb ipar</i>		
13605-87	Májusi pereszke (az MSZ 13605-69 helyett)	1987. 10. 01.
13615-87	Kucsomagombák (az MSZ 13615-71 helyett)	1987. 10. 01.
-08-0715-87	Hántolt zabfélék takarmányozási célra (új szabvány)	1987. 06. 01.
-08-1144-87	Szárított takarmányélesztő (az MSZ -08-1144-76 helyett)	1987. 06. 01.
-08-1327/1-87	Komló söripari célra. Általános műszaki előírások. (az MSZ -08-1327/1-81 helyett)	1987. 08. 01.
-08-1385-87	Vitális buzaglutin (az MSZ -08-1385-72 és az MSZ -08-1388-77 helyett)	1987. 06. 01.
6368-81	Napraforgómag ipari célra (módosítás)	1987. 08. 01.
20899-87	Kávés és kávétermékek fogalom-meghatáro- zásai (= ISO 3509-84)	1988. 01. 01.
197-72	Feldolgozott friss édesvízi áruhal (módosítás)	1987. 11. 01.
6885-75	Élőhal (módosítás)	1987. 11. 01.
13606-87	Fenyőpereszke (az MSZ 13606-69 helyett)	1988. 01. 01.
13614-87	Lila pereszke (az MSZ 13614-71 helyett)	1988. 01. 01.
13645-87	Akácpereszke (az MSZ 13645-75 helyett)	1988. 01. 01.
13647-87	Tejpereszke (az MSZ 13647-75 helyett)	1988. 01. 01.
-08-1849-83	Teaезítők (módosítás)	1988. 01. 01.
<i>Általános vizsgálati szabványok</i>		
279/4-87	Élelmiszerek fémtartalmának meghatározása. Réztartalom meghatározása (az MSZ 279/3-83 helyett)	1987. 10. 01.
14475/4-79	Peszticid maradék vizsgálata élelmiszerekben. Ditiokarbamát típusú fungicidek maradé- kainak meghatározása növényi eredetű élel- miszerekben (hatálytalanítás)	1987. 09. 01.
279/1-87	Élelmiszerek fémtartalmának meghatározása. Ólomtartalom meghatározása. (az MSZ 279/1-83 helyett)	1987. 10. 01.
279/3-87	Élelmiszerek fémtartalmának meghatározása. Cinktartalom meghatározása. (az MSZ 279/3 -83 helyett (= KGST SZT 5339-85)	1987. 10. 01.
14475/45-87	Peszticid maradékok vizsgálata élelmiszerek- ben. Endoszulfán meghatározása növényi eredetű élelmiszerekben.	1988. 01. 01.

KÜLFÖLDI LAPSZEMLE

Szerkeszti: Molnár Pál

KOVAR, K. A., RUPP, K. P.: **Mikroméretű összkreatinin-meghatározás húskivonatokból, húskivonatot tartalmazó élelmiszerekből a Jaffe-enzim színreakció alapján.** (*Gesamtkreatininbestimmung in Fleischextrakten und fleischextrakthaltigen Lebensmitteln mit einem gekoppelten Enzym-Jaffé-Farbstest im Mikromaßstab*).

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 83 (1987.) 1, 4 – 7.

Az összkreatinin (kreatin + kreatinin) meghatározás korábbi módszereinél nem vették figyelembe, hogy a kreatinin pikrát pH függően két egymástól eltérő szerkezetű egyensúlyi vegyülethez vezet, és ezek 484, ill. 384 nm-en abszorbeálódnak. Ez az egyensúly 11,5 pH-nál jelentősen eltolódik a 484 nm-en abszorbeáló Meischheimer addukt irányába. A zavaró kromogéneket (glükóz, erősen redukáló anyagok) enzimatikusan elbontják.

A szerzők részletesen leírják a reagensek, oldatok elkészítését, a mintaelőkészítést és a vizsgálat módját, ami gyakorlatilag azonos az enzimes analitikában megismertekkel.

A mérési eredményeket HPLC-módszerrel (standard oldatokból) ellenőrizték. A módszer pontosnak bizonyult, a visszanyerés kivonatoktól függően 98 – 101 %.

Előnye, hogy az előkészítés egyszerű, a módszer szériameghatározásokra alkalmas.

Uresch F. (Győr)

HISCHENHUBER, C., STIJVE, T.: **Benz(a)-pirén meghatározása pörkölt kávéban és kávéitalokban HPLC-módszerrel, fluoreszcenciás detektálással.** (*Determination of Benzo(a) pyrene in Roasted Coffee and Coffee Brews by HPLC with Fluorescence Detection*)

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 83 (1987) 1, 1 – 4.

A policiklusos aromás szénhidrogének (PAHS) jelentős csoportját képviselik a karcinogén anyagoknak. A közlemény bemutatja a pörkölt kávé és kávéitalok benzpirén szintjét, a meghatározás módját.

Az analitikai eljárás gyors extrakcióból, szappanosításból, folyadék-folyadék megoszlási oszlop – és fluoreszcenciás detektálású nagynyomású folyadék kromatográfiából tevődik össze.

Szerzők leírják az előkészítést, a szappanosítást, a tisztítást és a mérés módját. A benzpirén mennyisége 14 különböző eredetű pörkölt kávéban megegyezik a korábban mért értékekkel. A fogyasztó számára fontosabb azonban a kávéitalok benzpirén tartalma. Ezért külön megvizsgálták a benzpirén mennyiségének átoldódását a kávéitalba különböző koffeintartalom és pörkölt kávé mennyiségtől függően.

Az a tapasztalat, hogy a pörköltkávé viszonylag magas benzpirén tartalma az italban – a koffein-benzpirén komplex rossz oldhatósága miatt – hagyományos italok előkészítésénél elhanyagolható. A mérési eredményeket táblázatokban mutatják be.

Uresch F. (Győr)

HOFMANN, K.: A húsmínőség fogalma. Meghatározás és alkalmazás. (*Der Begriff Fleischqualität. Definition und Anwendung*)

Fleischwirtschaft 67 (1987) 1, 44–49.

Valamely termék minőségét jellemzőivel és tulajdonságaival együttesen határozzuk meg. A termék ún. minőségi tényezői megállapíthatók és mérhetők. Így a hús minősége is mérhető (DIN 55 350/11).

Lényeges minőségi tényezők: a szín, a szag, az íz (érzékszervi tényezők), az eltarthatóság, a szennyezőanyag-mentesség (higiéniiai tényezők), a fehérje-, zsír-, vitamin- és ásványi anyagtartalom (tápérték-tényezők), valamint a hús vízmegkötőképessége és pH-értéke (feldolgozás-technológiai tényezők).

Különbséget kell tenni a minőség és az értékbecslés között. A minőség az elsődleges és ebből másodlagosan levezethető az értékbecslés (ugyanaz vonatkozik a kedveltség, használhatóság, használati érték és a társadalmi érték rokon fogalmakra is). A szerző ábrában mutatja be a minőség, az értékbecslés, az ár és a kereslet, valamint a fogyasztói megítélés összefüggéseit.

A minőség általánosan érvényes meghatározására irányuló kísérlet gyakori meghiúsulása arra vezethető vissza, hogy a termék tárgyyszerűen megállapítható tulajdonságait összevetik a fogyasztó személyes értékelésével, ami egyénenként eltérő lehet. Az egyes minőségi tényezők jelentősége az érdekelték egyes csoportjai szerint is eltérő lehet. A megítélés súlypontja többnyire az érzékszervi tulajdonságokra vonatkozik, ezért gyakran a vizsgálatok is ezekre korlátozódnak.

Az eltérő minőségű (PSE-, DFD-) húsok meghatározott feldolgozási célra alkalmasak, másokra nem felelnek meg. Így szakszerűen a felhasználási célra vonatkozóan „megfelelő”, vagy „nem megfelelő” minőségű húsokról indokolt beszélni. A szerző példákat közöl a PSE és DFD húsok feldolgozásra való alkalmasságáról.

Szarvas T. (Budapest)

RING, C.: Szójafehérje mennyiségi meghatározása főzőkolbászban. ELISA-eljárás (*Quantitativer Nachweis von Sojaprotein in Brühwurst. Nachweis mittels ELISA*)

Fleischwirtschaft 67 (1987) 2, 202–203.

Főzőkolbász húskészítmények szójafehérje adalék-tartalmának mennyiségi meghatározására alkalmas két eljárást ismertet a szerző. A közölt két eljárás (Enzyme-Linked-Immunosorbent-Assay: Sandwichtechnik and Screening Test) 0,25%-ot meghaladó szójafehérje megbízható mennyiségi meghatározására használható anti-szójaszérum, marha-szérumalbumin és megfelelő pufferek felhasználásával.

Az enzim-szerológiai eljárást kezdetben parazita-fertőzöttség és toxinok kimutatására alkalmazták. A szerző az ELISA-eljárással kapott eredményeiről nyújt áttekintést.

Szarvas T. (Budapest)

PINO, J. A. – TORICELLA, R. G. – ÖRSI, F. – FIGUERAS, L.: Grapefruit juice minőségi osztályainak kialakítása többváltozós statisztikai módszerek alkalmazásával. (*Application of multivariate statistics for the quality classification of single-strength grapefruit juice*)

Journal of Food Quality 9, (1986) 205–216.

A szerzők korábbi munkájukban gáz-folyadék kromatográfiával több mint száz szerves vegyületet azonosítottak a grapefruit juiceból. A mostani kísérlet-

sorozat a grapefruit juice minőségét döntően befolyásoló komponensek meghatározására irányult.

A kísérletek során 24 különböző gyártási idejű és különböző hőmérsékleten (20, 26 és 30 °C-on) tárolt minta illóanyagait analizálták gáz-folyadék kromatográfias módszerrel.

Az analízissel párhuzamosan elvégezték a minták érzékszervi bírálatát is 20 pontos súlyozófaktoros rendszerben. Az érzékszervi pontszámot függő, a kromatográfias adatokat független változónak tekintve az eredményeket többváltozós statisztikai módszerekkel (kanonikus, cluster és diszkriminancia analízis) értékelték.

A korrelációs mátrix alapján megállapították, hogy az illó komponensek és az aroma tulajdonságok között igen szoros az összefüggés, különösen a „nootkatone” elnevezés sesquiterpén keton vegyület esetében, amely a grapefruit juice aroma-aktív komponensének tekinthető. A kanonikus analízissel nyert faktorsúlyok hasonló értékeket mutattak, mint az érzékszervi bírálati rendszerben alkalmazott súlyozófaktorok, tehát a kanonikus analízis alkalmas módszer az egyszerű érzékszervi tulajdonságok súlyozófaktorainak megállapítására.

Cluster analízissel a mintákat 4 minőségi osztályba (kiváló; I. o.; II. o.; III. o.) sorolták. Az osztályba sorolás egy Q jelű minőségi index alapján történt, amelyet a három legszignifikánsabb illó komponens (köztük a „nootkatone”) diszkriminancia analízissel számított egyenletével definiáltak.

Az eredmények azt mutatják, hogy a három legjellemzőbb illó komponens vizsgálata elegendő a 24 minta 4 különböző minőségi osztályba sorolására. Jelenleg kutatások folynak a grapefruit juiceban található, de még nem ismert összetételű komponensek azonosítására.

Kisérdi I. (Budapest)

FINCKE, A.: Mandulamag szárazanyag tartalmának, valamint a keverékaránynak meghatározása marcipán nyers masszában és marcipánban. (*Bestimmung des Gehaltes an Mandelkern-Trockenmasse in Marzipan-Rohmassen und Marzipan sowie des Anwirkverhältnisses*)

GORDIAN 87 (1987) 5. (1843) 85–88.

A gyakorlatban eddig a marcipángyártmányok mandulamag szárazanyag tartalmát a mandula termékek – marcipán – zsirtartalmának „1,67”-faktorral (:átlagos zsirtartalom $100/1,67 = 59,9\%$ kerekén 60% alapján) való szorzásával, ill. a termék valamennyi összetevőjének meghatározása utáni levonásával számították.

Az olasz (61,3%) és a spanyol (62,0%), valamint a kaliforniai mandula (58,8%) szárazanyagának zsirtartalma azonban fajtaspecifikusan eltérő. Átlaguk $60,6\%$, ezért az előbbieknél szisztematikusan kisebb, az utóbbinál nagyobb érték adódik az ezeket az értékeket figyelembe vevő módosított szorzófaktoros (1,65) számítással is. A nitrogéntartalomnál fordított a helyzet: megállapították, hogy a zsír és a nitrogén szoros összefüggést mutatnak ($r = 0,864$) és ezen az alapon kialakított egyenlet már lényegesen jobban megközelíti a valóságot.

Természetesen az anyagnorma összeállításnál a mindenkori víztartalmat is figyelembe kell venni az előírt termékparaméterek biztosításához (:víz max. 17% , cukor max. 35% , mandula sz. ag. min. 40%).

A szerző közli az anyagnorma-számításhoz szükséges adatsereget, megnevezi a meghatározási módszereket, megadja a számítások sémáját (tényezőit), gyakorlati példával illusztrálva bemutatja az általa kidolgozott „valóságú összetétel” megállapítás módját.

Six L. (Győr)

MÄRTLBAUER, E., TERPLAN, G.: **Chloramphenicol enzimimmunológiai kimutatása tejben.** (*Ein enzymimmunologischer Nachweis von Chloramphenicol in Milch.*)
Archiv für Lebensmittelhygiene. 38. (1987) jan./febr. 3–7.

A kockázat, amelyet a Chloramphenicol (CAP) felvétel jelent az emberi egészségre, az élelmiszerekben erre az antibiotikumra is nullaszint előírását teszi indokolttá. Az analitikai eljárásoktól függően a tejben és a tejtermékekben, valamint a tojásban és tojástermékekben 0,001 mg CAP/kg-ot rögzítettek megbízható határértékként. A közlemény egy direkt kompetitív enzimimmun-próbát ismertet a CAP meghatározására tejben, mely gyors, egyszerű, kis költségigényű és biztosítja a megkívánt érzékenységet.

Egy CAP-alapú-protein konjugátumot alkalmaz immunogénként az antiszérum előállításánál, továbbá egy peroxidáz jelzett CAP-monoszukcinát szolgál enzimkonjugátumként. Nagy fajlagossága és érzékenysége alapján előkészítés nélkül lehetett a tejben a CAP-t kimutatni. Az eljárás kimutathatósági határa 500 ng CAP/kg (= 0,5 ppb) alatt van, miközben az ismételhetőség rátája a visszanyerési vizsgálat során – 0,5 és 9 ppb CAP tartalom között – 100%-nak adódott. Ideális „screening” (osztályozó) módszerként ajánlható.

Six L. (Győr)

COHEN, H., LAPOINTE, M.: **Ochratoxin A meghatározása takarmányban és gabonamagokban fluoreszcenciás detektálást alkalmazó folyadékkromatográfiával.**

(*Determination of Ochratoxin A in Animal Feed and Cereal Grains by Liquid Chromatography with Fluorescence Detection*)

AOAC Journal 69 (1986) 6, 957–959

Az ochratoxinok több *Aspergillus ochraceus* és *Penicillium viridicatum* gombafaj által termelt toxikus metabolitok. Az ochratoxin A meghatározására itt leírt módszerben a mintákat (8+2) arányú kloroform-etanol eleggyel és 5% ecetsavat tartalmazó vízzel extrahálják. Az extraktumokat szilika és ciano töltetet tartalmazó kereskedelmi mintaelőkészítő oszlopokon tisztítják, majd bepárolják, ismert térfogatra hígítják és 10 cm hosszú, 3 μ m-os C_{18} töltetű oszlopon fluoreszcenciás detektálással vizsgálgják. A módszert 1,0–0,005 ppm hozzáadott ochratoxin A-t tartalmazó takarmányokra és gabonamagokra próbálták ki. A visszanyerés 90,6 \pm 3,6% volt.

Boros I. (Budapest)

RAM, BHANU, P., HART, L. PATRICK, COLE, RICHARD J., PESTKA, JAMES J.: **Az Aflatoxin B₁ meghatározása ELISA-módszer alkalmazásával a kereskedelemből származó amerikaiogyoró-pasztában.** (*Application of ELISA to Retail Survey of Aflatoxin B₁ in Peanut Butter*)

Journal of Food Protection 49 (1986) 10, 792–795.

A szerzők az ELISA-módszert (enzyme-linked immunosorbent assay) használva, egy egyszerű eljárást alkalmaztak az amerikaiogyoró-pasztában az Aflatoxin B₁ (AFB₁) rutin kimutatására. 5 g amerikaiogyoró-pasztá mintát mestersegesen szennyeztek AFB₁-el, majd 25 ml 55% (v/v) metanol és 10 ml hexán keverékével extrahálták. Az extraktot szűrték és a vizes szűrlet 0,5–1 ml-ét analizálták az ELISA-módszerrel. Az extrakció és a szűrés mindösszesen 5 percet vett igénybe. Az amerikaiogyoró-pasztá mintákhoz adott AFB₁ visszanyerése 85% és 112%

között alakult, a visszanyerés relatív szórása 18,4% volt. A biológiai hatásvizsgálat relatív szórására 22,7%-ot állapítottak meg. 63 db kereskedelemről származó amerikai mogyoró-paszta mintánál alkalmazva ezt a módszert, 3 minta kivételével 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -nál nagyobb AFB₁ szintet mutattak ki. Az eredményeket összehasonlították A HPLC-meghatározás eredményeivel és megállapították, hogy a HPLC hasonlóan jelzi az AFB₁ jelenlétét, azonban a HPLC-vel az 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -nál kisebb szintek is meghatározhatók. Az ELISA-módszerrel az 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -nál nagyobb AFB₁ értékek mérhetők egyszerűen, gyorsan, érzékenyen.

Komáromy A-né (Budapest)

M. PETZ, U. MEETSCHEN: **Kísérletek gélkromatográfiával (GPC), mint tisztítási módszerrel, az állatgyógyszer-maradványok meghatározásánál** (*Untersuchungen zur Gelchromatographie (GCP) als Reinigungsverfahren in der Rückstandsanalytik von Tierarzneimitteln*)

Z. Lebensmitt. Unters. Forsch. 184. (1987) 2. 85 – 90.

A gépkromatográfiát (gel permeation chromatography GPC) a növényvédőszer-analitikában általánosan használt, kíméletes tisztító eljárást az állatgyógyszer-maradványok vizsgálatánál még csak elvétve használják. A szerzők ennek elterjesztésére szeretnének gyakorlati segítséget adni. Az állatgyógyszer-maradványok vizsgálatára ma a multi-módszer van elterjedve, ahol a nagynyomású folyadék-kromatográfia, UV-detektorral összekötve a maradványok egész soráról ad egy menetben áttekintést. A multi-módszer sem mentes zavaró hatásoktól. A vizsgálandó anyagból a mérendő szermaradvánnyal együtt számos kísérő, zavaró anyag is kioldódik. Ezek kiszűrésére a gélkromatográfia kiválóan alkalmas. A szerzők háromféle gélalapanyagot (Sephadex LH-20, Bio Beads S-X3, Fraotogel PGM 2000) próbáltak ki többféle hatóanyagból származó (Sulfonamid, Nitrofurán Nitroimidazol, antibiotica, anthelmithica, psychipharmaca, növekedésserkentők) 40 gyógyszer esetében.

Folyadékfázisként ecetsavat is használtak, ezért a már forgalomban levő és általuk használt GPC Autoprep 1002 A készülék sárgaréz alkatrészeit rozsdamentes acélra kellett átcserelni. A készülék automatizálható és így jól alkalmazható a sorozatvizsgálatokban, összeköthető más analitikai készülékekkel.

Varju I. (Pécs)

S. BRAUCKHOFF, H. THIER: **Metilkarbamát rovarölőszer-maradványok vizsgálati módszere növényi élelmiszerekben.** (*Analysenmethode für Rückstände von Methylocarbamat-Insecticiden in pflanzlichen Lebensmitteln*)

Z. Lebensmitt. Unters. Forsch. 184 (1987) 2, 91 – 95.

Metilkarbamátok a rovarölő szerek között fontos szerepet játszanak. Gyors lebomlásuk ellenére maradványaik megengedett szintjét az NSZK-ban szabvány írja elő. A növényvédőszer-maradékok meghatározására elterjedt multi-módszer nem alkalmazható vizsgálatukra, mert a gázkromatográfiai eljárás során elbomlanak. Az utóbbi években mindezek ellenére sikerült egy kíméletes módszert kidolgozni, és 15 metilkarbamát-származék maradékát mennyiségileg is meghatározni.

Az ecetsavas-etilészterrel nyert vonadékot gélkromatográfias úton tisztítják, a felhasznált folyadékfázis acetonnitril-víz 1:1 arányú elegyen, majd diklórmétán. A gázkromatográfiai eljárás során dezaktivált kapillároszlopot használnak, apoláros fázissal. A kromatogramot nitrogénszelektív-termoionizációs detektor írja fel. A kimutathatósági határ 0,005 – 0,01 mg/kg.

Varjú I. (Pécs)

BÖGL, W., HEIDE, L., STUMPF, SE., ALBRICH, S.: **A sugárkezelt fűszerek lumineszcencia mérésel történő rutinszerű azonosítása fejlődésének helyzete** (*Stand der Entwicklung bei der routinemässigen Identifizierung strahlenbehandelter Gewürze mit Hilfe von Lumineszenzmessungen*)

Lebensmittelchemie und gerichtliche Chemie 41 (1987) 3. 69.

Minthogy az NSZK-ban mind ez ideig a fűszerek sugárkezeltése, ellentétben a világ sok más országával, nem engedélyezett, szükség van eljárásokra az ily módon kezelt élelmiszerek azonosítására, hogy az érvényes élelmiszertörvény betartását biztosítani tudják. A fűszerbesugárzáshoz a felmentési engedélyek kiadása esetén azonosítási eljárások szolgálnak többek között ezen engedélyek határfeltételeinek ellenőrzésére (pl.: a sugárkezelt fűszerek ipari élelmiszertermékekben való felhasználásának korlátozására, ismételt besugárzás megakadályozására).

Az elmúlt évek során az egészségügyi sugárhigiéniai intézet 30-nál több fűszeren próbálta ki a sugárkezelés megállapítására a kémiai- és termolumineszcenciás mérést.

Ezekkel a módszerekkel 100, de 300 nap múlva is lehetséges az azonosítás. Mindkét módszert körvizsgálattal tesztelték. A fűszerféleségekre egyedi határértékeket állapítottak meg kísérleti úton standard anyagokkal. Ezek a határértékek a lumineszcenciás rutinmérések során biztosították a besugárzott és nem besugárzott fűszerminták megkülönböztetését. Különböző készüléktípusokra is beméréseket végeztek. A zavaró hatások (UV sugárzás) vizsgálata is folyamatban van.

Six L. (Győr)

CHRISTOPH, N., SCHMITT, A., HILDENBRAND, K.: **Etilkarbamát gyümölcspálinkában. – Vizsgálatok az előfordulásról, képződésről és az esetleges lepárlásos elválasztásról.** (*Ethylcarbamate in Obstbranntweinen. – Untersuchungen über Vorkommen, Bildung und mögliche destillative Abtrennung*)

Lebensmittelchemie und gerichtliche Chemie 41 (1987) 3. 67.

Etilkarbamátnak (EC), valamint számos más nem azonosított nitrogén vegyületnek nagy töménységét (10 mg/l-ig) határozták meg különösképpen csonthéjas gyümölcsök cefréjében és párlatában. Viszonylag nagy EC tartalmat mutattak ki egy 20 éves konyakban (0,6 mg/l) és egy seprő pálinkában (1,3 mg/l) is.

Az elemzést Carbowax-kapillárkolonnán a desztillátum direkt befecskendezésével tömegszelektív HP 5890 és egy Carlo Erba foszfor-nitrogén detektorral gázkromatográfiásan végezték. Modellkísérlet igazolta az EC-fokozott képződését a cefrék hosszú tárolási ideje során és a desztilláció, ill. felhevítés alatt, valamint a párlat fényhatásnak kitett tárolásakor is. Az élesztő az erjedés alatt karbamilfoszfátot képez, ez a természetes EC-tartalom (20 ppb alatt) okozója, mely a felhevítéskor etilalkohollal észtereződik és a desztillálás során feldúsulhat.

A csonthéjasoknál (szilva) benzaldehid, cianid és mandulavonitril is EC keletkezésére vezet, a desztilláció során keletkezett még ismeretlen N-vegyületek közreműködésével. Ellenáramú desztilláció esetén (tányéros dúsítás, deflegmátor) az EC mentesítés 60–65 tf%-os párlatkészítéssel biztosítható. Egyenáramú desztillációkor pedig megfelelő frakcióvétellel a nyers párlat EC koncentrációja jelentősen lecsökkenthető. További kísérletek még folyamatban vannak.

Six L. (Győr)

MILDAU, G., PREUSS, A., FRANK, W., HEERING, W.: Etilkarbamát (uretán) az alkoholos italokban: javított analízis és fénytől függő képződés. (*Ethylcarbamate (Urethan) in alkoholischen Getränken: Verbesserte Analyse und lichtabhängige Bildung*)

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 83 (1987), 69–74.

A közlemény a csonthéjas gyümölcsökből készült párlatok etilkarbamát tartalmának meghatározását, az etilkarbamát keletkezését, a megvilágító fény hullámhosszától és az alkoholtartalomtól függő képződési sebességet, valamint az erősen rákkeltő etilkarbamát-képződés meggátlásának módját írja le.

Az etilkarbamátot tartalmazó minta előkészítése folyadék-folyadék extrakcióval történik (Extrelut-Fertigsäule, Merck Nr. 11 737), az eluátumot Carbowax 20 M kapilláris oszlopon, amit tömegspektrofotométerhez kapcsoltak szétválasztják, az azonosítást könnyítendő belső standard-et (n-butilkarbamát) használnak.

A párlatok tárolására, szállítására fénytől védő edényzetet javasolnak, a megvilágítás lehetőleg mesterséges legyen, de minden esetben olyan, amiből a képződést meggyorsító 330–340 nm hullámhossz-tartomány hiányzik.

Uresch F. (Győr)

SPEER, K.: Adalék a növényi anyagok benzpirén tartalmának meghatározásához. (*Beitrag zur Bestimmung von Benz(a)pyren in pflanzlichen Material*)

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 83 (1987), 80–83.

A policiklusos aromás szénhidrogének rákkeltők és mutagéneket képeznek. Minden esetben képződnek, ha szerves anyagokat égetnek el. Helyes tüzelőanyag- és levegőarány esetén mennyiségük csökken, de jelen maradnak.

A füstöléssel tartósított élelmiszerekben tehát fellelhetők. A meghatározás menete lúgos feltárás, extrakció, félpreparatív HPLC, majd tömegspektrográfhoz kapcsolt gázkromatografálás. Belső standardként perdeuterált benzpirént használnak. Ily módon 0,5 μg benzpirén is biztosan mérhető.

A vizsgálatokhoz fekete (füstölt) teát használtak.

A dolgozat a módszer teljes leírását tartalmazza.

Uresch F. (Győr)

KERN, H.: Borok és szőlőlevelek magnézium-tartalmának fotometriás meghatározása (*Photometrische Magnesiumbestimmung in Wein und Traubensaft*)

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 83 (1987), 84–85.

A bor magnézium tartalma 60–150 mg/liter között ingadozik. Egyéb paraméterekkel együtt a magnézium-tartalom felvilágosítást adhat a hamisításról.

Szerzők módszere a gyakorlatban is jól használható, gyors és pontos meghatározást tesz lehetővé.

A metiltimolkék alkalikus közegben (pH 12) a magnéziummal és kalciummal fotometrázható kék kelátot képez. A kalcium-kelát képződést etilén-glikol-bisz-(2-aminoetil)-tetraecetsavval (EGTA) lehet gátolni.

A bor-, vagy szőlőléminta – előkészítést nem igényel.

A fotometriás mérés 600–640 nm-en történik.

Uresch F. (Győr)

KING, BONNIE, M.: Szagintenzitás-mérés audio módszerrel. (*Odor intensity measured by an audio method*)

J. of Food Science 51 (1986) 5, 1340–1344

A szerző egy nem verbális, nem numerikus szag vagy íz mérési módszert ír le. Az eszköz, amellyel a méréseket végezte az ún. „intensometer”, lehetővé teszi, hogy a személyek egyszerűen reagáljanak az intenzitásra anélkül, hogy leírnák vagy mennyiségileg meghatároznák, amit észleltek. A szagteszteket a Naarden-cég által alkalmazott benzaldehiddel végezték, mert a jellemző keresű mandula szaga könnyen felismerhető. A bírálatra adott teszt oldatok benzaldehid koncentrációja 1–56,2 ppm volt. A koncentrációkat úgy választották ki, hogy reprezentálja az ingerek ún. szűk és széles sorozatát. Kilenc bíráló volt, 33–47 év közötti háziaszony, akiket a Naarden a szag intenzitás értékelésére képezett ki. Az intensometer mellett alkalmazták a grafikus módszert is.

Az intensométert a cikkben leírt kísérletekhez tervezték és konstruálták, de a prototípus kiterjeszhető és computerhez is kapcsolható. Lényeges eleme a három pozícióban levő kar; amelyet az egyén magától eltol, ha a szagerősség emelkedik, magafelé húz, ha csökken és a középső pozícióban van, ha konstans. Áttételeken keresztül az intenzométerrel egy szag intenzitása frekvencia egységben Hz-ben kifejezett érték. A grafikus módszernél az érzékelt intenzitást egy egyenes vonalra rajzolt jel helye jelez, és értéke mm-ben adható meg.

Az egyéni és bizottsági bírálati adatok értékelésére a lineáris regressziós analízist alkalmazták. A két módszer egybevetése feltárta, hogy az intenzométer felbontása és megbízhatósága a jobb, és nem mutatja az ún. vég-effektust. A vég-effektus a találatok szimmetria egyensúly megoszlási hiányával vizsgálható. Intenzométer esetében ezen jelenség hiánya feltehetően a frekvencia lehetőségek széles tartományával magyarázható, valamint azzal, hogy az egyének jobban összpontosítottak az intenzitásbeli különbségekre, mint az intenzitás kategóriákra.

Komáromy A.-né (Budapest)

ENDRESS H. – V., KOSTALEK F., GIERSCHNER K. K: HM-pektin gélek reológiai tulajdonságainak mérése a jelenleg használatos reométerekkel (*Messung rheologischer Eigenschaften von HM-Pectingelen mit zur Zeit gebräuchlichen Rheometern*)

Confructa Studien 31 (1987) 3–4, 97–106.

A HM-pektin gélek reológiai tulajdonságainak meghatározására jelenleg túlnyomórészt mérés technikai szempontból nem egységesített, ún. gyakorlati penetrométereket használnak. Erre a célra a leginkább elterjedtek a ridgeliméter, a Sulc-féle, a Lüers-típusú pektinométer, valamint az LFRA texturométer és különféle típusú penetrométerek. Standardgélek (pH 3,0; 60°Bx) reometriája alapján növekvő pektinkoncentrációk esetén ezek a reométerek alkalmasnak mutatkoznak. Ezekkel a reométerekkel használható mérési eredményekhez lehet jutni mind a lineáris tartomány, mind a reprodukálhatóságot illetően. A különböző szerkesztési reométerek mérési adatai – a regressziós egyenesek és a korrelációs együtthatók számítása alapján – utalást adnak a szerzők arra vonatkozóan, hogy ezek a készülékek a gélek reológiai tulajdonságaira mennyiben nyújtanak megbízható, illetve közel azonos adatokat.

Szarvas T. (Budapest)

Szakmai hírek

Az MTA – MÉM Élelmiszertudományi Komplex Bizottságának Élelmiszeranalitikai Munkabizottsága 1988. április 21-én Székesfehérváron tartotta legutóbbi tudományos ülését.

A tudományos ülés napirendje a következő volt:

1. Tájékoztató a Székesfehérvári Hűtőipari Vállalatról (*Rengel István*)
2. A Hűtőipari Fejlesztési és Minőségvizsgáló Intézet tevékenységének ismertetése (*Beke György*)
3. A Fejér megyei MÉTE élelmiszeranalitikai ankétjának előkészítése (*Molnár Pál*)
4. A Székesfehérvári Hűtőipari Vállalat minőség-ellenőrző szervezete (*Binder István*)
5. Fontosabb hűtőipari nyersanyagok minőség szerinti átvételi módszerei (*Sebők András*)
6. A Székesfehérvári Hűtőipari Vállalat megtekintése.
7. Tájékoztató a Fejér megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás tevékenységéről (*Mrázik Viktor*)
8. Az Állomás élelmiszerellenőrző és minőségvizsgálati munkájának ismertetése (*Árvai Sándor*)
9. Az Állomás Élelmiszervizsgáló Laboratóriumának megtekintése.
10. Munkabizottsági feladatok áttekintése (*Biacs Péter*)

Rengel István, főmérnök a résztvevők tájékoztatására elmondta, hogy az 550–600 fővel dolgozó vállalat éves árbevétele 700 M Ft, nyeresége 80 M Ft, a dolgozók éves bérszínvonala 80 000 Ft. Több fagyasztó berendezést működtetnek, és nagy gondot fordítanak a korszerű technika alkalmazására, melynek során nagypontosságú és szabályozásra is alkalmas mérlegeket iktattak be a technológiai sorba. Mivel a vállalat évek óta termékeinek 50%-át elsősorban tőkés piacra exportálja és ott csak jó minőségű termék adható el, nagy figyelmet fordítanak a termékek minőségének javítására és a gyártmányfejlesztésre. Ennek megfelelően évente 6000 t gyf. félkész levest és 200–300 t kisebb olajtartalmú gyf. majonézt állítanak elő, melyek közül az utóbbi technológiai szempontból nemzetközileg is újdonságnak számít.

A Mirelit Közös Vállalat 11 vállalat társulása, amely a gyorsfagyasztott termékeken kívül konzervet és friss árut is exportál. A 11 vállalat közül az egyik az 1988. január 1-jével létesült Hűtőipari Fejlesztési és Minőségvizsgáló Intézet, amely 37 fővel működik és a hűtőipari gyártmány-, műveleti és műszaki fejlesztéssel, valamint a termékek minőségvizsgálatával foglalkozik. Szolgáltató tevékenysége kiterjed a szakirodalom figyelésére, szakcikkek fordítására stb.

Az ismertetést követő vitában a kérdésekre és észrevételekre (Molnár Pál, Sárvári Péter, Béndek György) válaszolva **Beke György** igazgató elmondta, hogy jelenleg 60 témán dolgoznak, az anyagi és műszerlátottság megfelelő. A folyamatos és programozható fagyasztó, az új ízeket biztosító mikrohullámú technika mutatja a jövő irányát a hűtőipari fejlesztések terén.

A MÉTE megyei szervezete az élelmiszerelőállítók igényeinek figyelembevételével az MTA – MÉM ÉKB Élelmiszeranalitikai Munkabizottságával közösen 1988. május 18-án a Székesfehérvári Technika Házában „Élelmiszeranalitikai Ankétot” tervezett.

Molnár Pál javaslatot tett a program kialakítására, melyet a bizottság kisebb kiegészítésekkel a következők szerint fogadott el:

Elnök: dr. Mohos Ferenc, a KÉKI általános igazgatóhelyettese

1. A technológiai sorba építhető és a technológia mellett alkalmazható gyorslemezési eljárások
Előadó: Gábor Miklósné dr. főigazgató
Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem
Szegedi Élelmiszeripari Kar
Korreferátum a gyorslemezési eljárások üzemi tapasztalatairól.
Előadó: dr. Magyar Katalin laborvezető
Kecskeméti Baromfifeldolgozó Vállalat
2. A NIR méréstechnika alkalmazásának gyakorlati lehetségei és ezek értékelése
Előadó: dr. Váradi Mária osztályvezető
KÉKI
3. Az atomabszorpció élelmiszeripari analitikája
Előadó: Böröcz Lászlóné tudományos munkatárs
KÉKI
4. A nagynyomású folyadékkromatográfia alkalmazása
Előadók: dr. Korány Kornél adjunktus
Kertészeti és Élelmiszeripari Egyetem
Hajdú Félix KÉKI

Megjegyzés: Az időközben sikeresen megtartott ankéton a Fejér megyei szakembereken kívül a társ megyék (Komárom, Tolna, Veszprém) szakemberei is résztvettek. A hozzávetőlegesen 50 résztvevő reális képet kapott a műszeres élelmiszeranalitika fejlődéséről és a hazai lehetőségekről.

Binder István fő vonalaiban ismertette, majd az üzemlátogatás során be is mutatta a vállalati minőség-ellenőrzés szervezetét és a laboratóriumot. A svéd minőség-ellenőrzési rendszert vették át, melynél minden terméket – a nyersanyagtól a raktárig – ellenőrzési lap kíséri, és kialakítás alatt áll a számítógépes adatnyilvántartás is. A vállalat minőség-ellenőrző szervezete összesen 22 főből (3 ff, 13 kf és 6 af végzettségű szakember) áll a következő feladatmegoszlással:

8 fő nyersanyagellenőr
7 fő gyártásközi ellenőr
5 fő késztermékellenőr
1 fő mikrobiológus
1 fő higiénikus

A szakmai együttműködés a Hűtőipari Fejlesztési és Minőségvizsgáló Intézettel sokoldalú és eredményes.

A hűtőipari nyersanyag- és késztermék-minősítő módszerekről **Sebők András** tartott rövid előadást. A *zöldborsó* zsengeségének mérésére a finométer alkalmazás az alkoholban oldhatatlan rész is jó közelítést ad. A *csemegekukorica* viszkozitásának mérése 10 perces előkészítéssel igen gyors. Az alkoholban oldhatatlan rész és a látszólagos viszkozitás között az r -értéke 0,80 körül helyezkedik el. *Zöldbab* zsengesége 5 késes vágófejjel mérhető, és a vágásellenállás r -értéke 0,60. A Nickerson-készülékkel vagy a Sartorius-mérleggel végezhető gyors nedvességmérés r -értéke 0,90 felett mozog. A gyf. termékek zsengeségének műszeres meghatározása még nem tekinthető megoldottnak.

Az előadást követő kérdésekre adott válaszokból kitűnt, hogy a számítógépes információs rendszer kialakításához főként az elektronikus mérőeszközök (pl. infravörös hőmérő a maghőmérséklet folyamatos mérésére, az előfűzést mérő és regisztráló eszköz), valamint egy hőmérséklet-feldolgozó-ellenőrző rendszer kifejlesztése az aktuális feladat. Molnár Pál, az ÉVIKE szerkesztője Sebők Andrászt feikérte, hogy a legfontosabb hűtőipari nyersanyagok minősítő módszereiről egy átfogó közleményt nyújtson be.

A délutáni program első napirendi pontjaként **Mrázik Viktor** igazgatóhelyettes főállatorvos adott tájékoztatást az állomás élelmiszer-ellenőrző tevékenységéről, melyet 250 élelmiszerelállítónál és 2700 forgalmazó helyen végez. A hagyományos feladatok mellett egyre nagyobb jelentőségre tesznek szert az élelmiszerekben található szermaradványok. A különböző felmérések szerint a környezetszennyeződésel áll összefüggésben minden 17. haláleset és minden 24. leszázalékolás.

Árvai Sándor igazgatóhelyettes főmérnök az élelmiszer-ellenőrzés és a minőségvizsgálat hagyományait ismertette és elmondta, hogy jelenleg évente 2500 élelmiszertétel minősítését végzik el. A vizsgálatok kiterjednek az érzékszervi, összetételi, mikrobiológiai, toxikológiai és radiológiai jellemzőkre. A létszám és a műszerezettség nem elegendő a megnövekedett feladatok ellátására. Míg 1912-ben 7 mérnök végezte az ellenőrzést, jelenleg csak 5 mérnök dolgozik a 12 fős állományon belül, akiket 6 mikrobiológus (az élelmiszer-mikrobiológia csak részfeladatuk) egészít ki.

A vitában (Biacs Péter, Gasztonyi Kálmán, Molnár Pál, Siska Elemér, Horváth György) többek között az Állomások és a KERMI feladatmegosztását, az Élelmiszertörvény módosításából adódó újabb feladatokat különös tekintettel a piacfelügyeletre, a nyers élelmiszerek szermaradványainak vizsgálatát, a gyártási eljárások ellenőrzését, élelmiszerek finom összetevőinek, tápértékének meghatározását, adalékanyagok felhasználását, a dúsítást (pl. vitaminizálást) érintették. Részletesen foglalkoztak a vitában résztvevők a 15 évvel ezelőtt kialakított műszerezettséggel, a létszámmal, a munkatársak anyagi elismerésével, szakmai fejlődésükkel. A műszerezettség tekintetében a Munkabizottság azt a véleményt alakította ki, hogy a korszerű gázkromatográf, spektrofotométer, nagynyomású folyadékkromatográf és atomabszorpciós spektrofotométer már a közeli jövőben egy-egy élelmiszervizsgáló laboratórium alapfelszereléséhez tartozzon. A vitában elhangzott az is, hogy nemzetközi szintű laboratórium előreláthatólag világbanki hitelből csak Budapesten, Debrecenben, Kecskeméten és Veszprémban alakítható ki. A műszercentrumok részben egybeesnek az MTA által az OTKA finanszírozásában Debrecenben, Pécsen, Szegeden és Veszprémben megvalósuló minőségvizsgáló centrumokkal.

Biacs Péter vezetésével a munkabizottság áttekintette a közelmúlt és a soron következő eseményeket, feladatokat:

- Az OKKFT G-8 kormányzintű kutatási-fejlesztési program eredmény bemutatója 1988. március 3-4-én Budapesten nagy érdeklődés mellett zajlott le. A munkabizottság vezetői és számos tagja aktív közreműködőként vett részt a rendezvényen.
- A VII. Élelmiszertudományi Konferenciára Budapesten 1988. május 26-27-én kerül sor, amelyen 36 előadás hangzik el a bejelentett közel 70-ből, az élelmiszerek minőségiszínvona és a minőség-ellenőrzés tárgy körben.
- A Pécsen 1988. július 13-16. között megtartandó Vegyészkonferencia keretén belül Agrokémiai Analitikai Szekcióra kerül sor, amelyen több mint 20 előadás és poszter szerepel.
- Nguyen Hung, vietnami aspiráns házi védésére - az előrehaladásban bekövetkezett csúszások miatt - 1988. szeptember végén a KÉKI-ben kerül sor, melyre a munkabizottság tagjai meghívót kapnak. A házi védés elnöki tisztét Biacs Péter tölti be, az egyik opponens feladatát Váradi Mária váltalta. A másik opponenst célszerű a Lásztity tanszékről felkérni.
- Sebők András tájékoztatást adott a munkabizottság a MÉTÉ-vel közösen tervezett reológiai rendezvényének előkészületeiről. A reológiai ankétra 1988. október 13-án Matronvásáron kerül sor, melyet az INSTRON és a BRABENDER műszergyártó cég támogat.

- Gasztonyi Kálmán, az ÉKB elnökének helyettese bejelentette, hogy „Élelmszer-fizika” címmel új szakfolyóiratot adnak ki, melynek felelős szerkesztője Szabó S. András.

HACH, C. C., BOWDWEN, K. B., KOPELOVE, B. A., BRAYTON, V. S.: **Hatékonyabb peroxidos Kjeldahl roncsolási módszer** (*More Powerful Peroxide Kjeldahl Digestion Method*)

J. Assoc. Off. Anal. Chem.) (1987) 5, 783–787

A peroxidos roncsolási módszer előnye a fémkatalízisekkel szemben, hogy a roncsolási oldat alkalmas a Kjeldahl nitrogénen kívül a P, Ca, Mg, K, Fe, Cu, Mn, Zn és más elemek meghatározására is, mivel nem jelentkezik a nehézfémm katalizátorok zavaró interferenciája. Ezenkívül a javasolt technika megoldás tekintélyes idő- és vegyszermegtakarítást, pontosabb nitrogén meghatározást ígér.

A peroxidos roncsolási módszer közismert kivételénél a közlemény írói problémáknak találtak a hidrogénperoxid + kénsav roncsoló (peroxi-) reagens erősen oxidáló voltát – ami különösen gondos kezelést igényel –, továbbá a feltárásakor fellépő jelentős nitrogén veszteséget. A hatékony roncsoláshoz biztosítandó a hidrogénperoxid nagy koncentrációja, a magas hőmérséklet és ezen feltételeknek a roncsolás lejártszűréséhez elegendő időtartamig való fenntartása.

A javasolt roncsoló készülék csiszolatos összeállítás: 100 cm³-es roncsolólombikhoz VIGREUX frakcionáló oszlop csatlakozik. A léghűtő aljához csatlakozó nyakban kapilláris végű tölesért helyeztek el, amelyből 3 cm³/perc sebességgel áramolhat ki a hidrogénperoxid. A kolonna tetejéhez közeli nyakhoz vákuum szivattyú csatlakozik, a tetőt dugó zárja le, amin furat van a ventilációs levegő beáramlásához. A roncsoló lombikot egy szabályozóval ellátott 25–250 W teljesítményű rezsóval fűtik, a hőeloszlást egy burkoló henger javítja, ami felér a roncsoló lombik nyakcsatlakozásáig.

Az aprított mintákból 0,25 g-ot mértek be a leírt készülékbe, ezt 3 cm³ kénsavval, 10 percig előmelegített 150 W-ra állított fűtőlappal elszívás mellett kb. 4 perc alatt elszenszítették. Ezután forrásig melegítették a kénsavat (ilyenkor a sav refluxál), majd a hevítés folytatása mellett megindították a kapillárisból a hidrogénperoxid folyamatos adagolását. A szükséges mennyiségű peroxid adagolás után még egy percig folytatták a hevítést a peroxidfelesleg elbontása érdekében. Ezután a lombikot levették a fűtőlapról, lehűtötték, 100 cm³-re töltötték.

A roncsolási időt az adagolt peroxid mennyisége határozza meg. Ennek a függvényében vizsgálták a nitrogén visszanyerést, a kvantitatív visszanyeréshez (99% visszanyeréséhez) szükséges időt. A minta roncsolással szembeni ellenállásától függően 6–20 cm³ peroxid adagolásra volt szükség. A ritkán vizsgált vagy ismeretlen anyagoknál 20 cm³ adagolása célzerű, míg a sorozat méréseknél idő és vegyszer megtakarítást ad, a teljes visszanyeréshez szükséges mennyiség kimérése. A szükségesnél kicsit több peroxid használata nem okoz problémát.

A levegőáramot vízhűtéses hűtőn vezették át és mérték a kondenzátum ammóniatartalmát. Jelentősebb volt a kivitt ammónia 200 W fűtőteljesítmény fölött. A legellenállóbb anyagok hosszabb roncsolási ideje alatt a veszteség 0,3 absz.% maradt. A kísérleti feltételek mellett a VIGREUX kolonna a peroxidot dúsítja a roncsoló elegyen, mivel visszatartja azt, míg a vízgőz eltávozik a levegővel. Ezért a roncsolási sebesség megduplázódik. Az anyagokat a roncsolásuk nehézsége szempontjából 0–10-ig terjedő osztályokba sorolták aszerint, hogy hány percig szükséges a peroxid áramoltatás roncsoláskor. Például 0-ammónia vegyületek ... 3,3- szójaliszt ... 10- halhús vagy nikotinsav.

A leírtak szerint végzett fehérje meghatározási eredményeik jól egyeztek az ADAC Kjeldahl módszerével meghatározott értékekkel.

Visi Gy. (Kaposvár)

Élelmiszerek fogyaszthatósági határidejének és minőségmegőrzési időtartamának jegyzéke

(kiegészítés az 1987. január 31. – december 31. közötti meghirdetésekkkel)

Termékcsoport, ill. termék megnevezése	Fogyaszthatósági határidő, ill. minőség-ellenőrzési időtartam legalább	legfeljebb
<i>Baromfiipari termékek;</i> Bundás csibefalat, gyorsfagyasztott, elősütött	6 hónap	
Baromfi java (PVdC bélben)	21 nap	
Bihari felvágott (PVdC bélben)	21 nap	
Kolozsvári felvágott (PVdC bélben)	21 nap	
Halasi baromfimájás (PVdC bélben)	16 nap	
Hírös baromfipárizsi (szeletelt, vákuumcsomagolt)	4 nap	5 nap
<i>Cukoripari termékek;</i> Barna cukor (polietilén fóliában)	12 hónap	
<i>Édesipari termékek;</i> Mártott almagerezd	5 hónap	
Mártott ananász ízű spárgatök	5 hónap	
AGRO-desszert	5 hónap	
Fagyógy szaloncukor	5 hónap	
<i>Gabonaiipari termékek;</i> Fűrjtojásos száraztészta-készítmények (BOPP fóliában) ..	9 hónap	
Gabona alapú extrudált reggeliételek (BOPP fólia + karton- doboz)	12 hónap	
„Frappi” extrudált csemege (BOPP fóliában)	4 hónap	
Müzli (triplex fólia + kartondoboz)	10 hónap	
Asztali búza 1 kg-os (Biafol fóliába csomagolva)	4 hónap	
<i>Húsipari termékek;</i> Andráshidai felvágott	4 nap	6 nap
Szolnoki sült csemege (vákuumcsomagolt + 10 °C alatt tárolva)	10 nap	
<i>Konzervipari termékek;</i> Gyümölcs- és zöldséglevek Tetra-Pak csomagolásban: Szűrt szőlőmust 1 l-es	10 hónap	
Rostos narancsnektár 0,25 l-es, 1 l-es	10 hónap	
Rostos sárgabaracknektár 1 l-es	12 hónap	
Szűrt almamust 0,25 l-es, 1 l-es	12 hónap	
Paradicsomital 1 l-es	12 hónap	
Rostos őszibaracknektár	12 hónap	
<i>Ételízesítők:</i> Delikát „8”	2 év	
Delikát „10”	2 év	
<i>Söripari termékek;</i> Salon sör 10,5 %-os	8 nap	
Kinizsi sör 12 %-os	30 nap	
Misina sör 12 %-os	60 nap	
Márciusi sör 13 %-os	90 nap	
Pannónia aranya 14 %-os	90 nap	
Barna sör 14 %-os	90 nap	
„Maláta Pezsgő”	6 hónap	

Termékcsoport, ill. termék megnevezése	Fogyaszthatósági határidő, ill. minőségmegőrzési időtartam legalább legfeljebb	
<i>Sütőipari termékek;</i>		
Grazi rozskenyér 0,75 kg-os		
- csomagolatlan	3 nap	
- Resinite fóliában	4 nap	
Kenyérkifli (0,25 kg, 0,50 kg)	24 óra	
Kenyérkifli (0,70 kg)	48 óra	
Omlós perec	7 nap	
Fehérvári perec	7 nap	
Töltött csiga (búzakorpás sütemény)	45 nap	
Süni teasütemény (búzakorpás sütemény)	60 nap	
Tepertős zsúrpagácsa (habtálca + Resinite fóliacsomagolásban)	5 nap	
Sajtos zsúrpagácsa (habtálca + Resinite fólia csomagolásban)	5 nap	
Rába mazsolás sütemény (0,4 kg-os) (Ongrofol fóliában) ..	5 nap	
Rába mártott mazsolás sütemény (0,48 kg-os) (Ongrofol fóliában)	8 nap	
Fincsi csemege extrudált termék (KV vastagfóliás csomagolásban)	4 hónap	
Abonett extrudált kenyér	12 hónap	
Aprólinzer (habtálca + Resinite fóliacsomagolásban)	30 nap	
Ózgerinc sütemények (400 g-os) (citromos, kakaós, fahéjas)	5 nap	
Formában sült félkész torták		
05,01 – 08,31	5 nap	
09,01 – 04,30	7 nap	
<i>Szeszipari termékek;</i>		
Szárított sütőélesztő	6 hónap	
<i>Tejipari termékek;</i>		
Party vajkrém hegesztéses zárású dobozban	15 nap	20 nap
PIKNIK szendvics túrókrém	10 nap	14 nap
Féltartós tej	7 nap	
Gyorsfagyasztott dobozos fagylalt („Dabas”) („Gelató”)..	90 nap	
<i>Egyéb termékek;</i>		
Szilas turmixporok (kókuszos, fahéjas, karamellás)	6 hónap	

Tartósított termékek összes savtartalmának meghatározása
(fűszerezett paradicsomsűrítmények, mustárok)

Potenciometriás módszer

1. A MÓDSZER ELVE

Megfelelő előkészítés után a vizsgálati mintát 0,1 mol/dm³-es nátrium-hidroxid mérőoldattal 8,1 pH-ig potenciometriásan titráljuk.

2. SZÜKSÉGES VEGYSZEREK

Valamennyi vegyszer analitikailag legtisztább minőségű, a víz üvegedényből kétszer desztillált vagy azzal egyenértékű legyen.

A desztillált vizet közvetlenül a felhasználás előtt fel kell forralni és lehűteni.

2.1. Nátrium-hidroxid mérőoldat, 0,1 mol/dm³.

2.2. Pufferoldatok a pH-mérő készülék kalibrálásához. (A kereskedelemben kapható pufferkészítmények is felhasználhatók.)

3. SZÜKSÉGES ESZKÖZÖK

A szokásos laboratóriumi felszerelésen kívül:

3.1. pH mérő készülék, $\pm 0,05$ -nél nem nagyobb mérési hibával.

3.2. Elektrodák, mérő (üveg) és összehasonlító (kalomel, ezüstklorid), vagy kombinált elektrod.

3.3. Elektromágneses keverő

3.4. Mérőlombik, 250, 1000 cm³

3.5. Főzőpohár, 50, 100, 200 cm³

3.6. Üvegtölcsér, 6–9 cm átmérőjű

3.7. Pipetta, 25, 50, 100 cm³

3.8. Büretta, 25 cm³

3.9. Szűrőpapír

4. A MINTA ELŐKÉSZÍTÉSE A VIZSGÁLATHOZ

A gondosan összekevert mintából 25,00 g-ot főzőpohárba mérünk, 100–120 cm³ forró desztillált vízzel elkeverjük és 250 cm³-es mérőlombikba veszteség nélkül átvisszük. A lombikot kb. 80 °C hőmérsékletű desztillált vízzel a térfogat feléig feltöltjük, jól összerázzuk és 30 percig állni hagyjuk, időközönként felrázzuk. Szobahőmérsékletre történő lehűlés után a lombik tartalmát desztillált vízzel jelig töltjük, gondosan elegyítjük, és szűrőpapíron szűrjük.

5. A VIZSGÁLAT VÉGREHAJTÁSA

A megfelelő pufferoldatokkal beállítjuk a pH-mérő készüléket.

A kapott szűrletből 25–100 cm³-t főzőpohárba mérünk. (Olyan mennyiségű oldatot kell venni, hogy a titrláshoz 10–25 cm³ nátrium-hidroxid mérőoldat fogyást kapjunk.)

Az oldatot állandó keverés közben gyorsan megtitráljuk nátrium-hidroxid mérőoldattal pH = 6,0-ig, azután lassan pH = 7,0-ig, majd a következőképpen folytatjuk: egyidejűleg 4 csepp titrálóoldatot engedünk le, feljegyezzük a fogyott mennyiséget és pH értéket. A titrálást a pH = 8,1 érték elérése után még legalább 4 csepp nátrium-hidroxid mérőoldat hozzáadása után fejezzük be. A pH = 8,1 értékhez tartozó nátrium-hidroxid mérőoldat mennyiségét a titrálási adatok interpolálásával számítjuk ki. Az interpoláláshoz a pH = 8,1 ± 0,2 adatokat használjuk fel.

6. AZ EREDMÉNY KISZÁMÍTÁSA

A minta összes savtartalmát ecetsavra átszámítva és tömegszázalékban kifejezve (X) a következő képlettel számítjuk ki:

$$X = \frac{0,0060 \cdot V_1 \cdot f_1}{m} \cdot \frac{V_2}{V_3} \cdot 100$$

ahol

0,0060 átszámítási tényező ecetsavra

V_1 a titráláshoz felhasznált 0,1 mol/dm³-es nátrium-hidroxid mérőoldat térfogata, cm³

f_1 a 0,1 mol/dm³-es nátrium-hidroxid mérőoldat faktora

V_2 az a térfogat, amelyre a bemért mintát feltöltöttük, cm³

V_3 a titráláshoz felhasznált szűrlet térfogata, cm³

m a bemért minta tömege

7. A MÉRÉS PONTOSSÁGA

A módszer ismételhetősége:

Ketchup Mustár

A módszer összehasonlíthatósága:

2,5 rel. % 2,9 rel. %
3,6 rel. % 8,7 rel. %

8. MEGJEGYZÉS –

9. IRODALMI HIVATKOZÁS

MSZ 3619 – 83. sz. szabvány, 1. Potenciometriás módszer

GERMS, A. C.: **A nem megfelelő mérési eredmények okai szósók és majonézek lipid- P_2O_5 (tojássárga) tartalmának meghatározásánál.** (*Ursachen unrichtiger Werte bei der Bestimmung des Lipid P_2O_5 (Eigelb) Gehalts in Sossen und Mayonnaise*). Deutsche Lebensmittel-Rundschau 83 (1987) 185–188.

Az NSZK-ban és Hollandiában alkalmazott lipid- P_2O_5 meghatározáson alapuló módszert szósók vizsgálatára módosítani kellett. A szósó víztartalmát azeotropos desztillációval csökkentették, a foszfolipideket keményítővel leválasztották. A mérési eredmények azonban még így is szórtak. Megállapították, hogy a helytelen eredményeket több jelenlevő komponens egymásra hatása okozhatja. A foszfolipidek, keményítőféleségek interakciója, egyes foszfolipidek „idegen” foszfortartalma oldatba megy.

További ok lehet, hogy a foszfolipidek nedves elhamvasztásakor a P_2O_5 egy része elillan, különösen ha a hamvasztás elején a hőmérséklet túl magas.

Uresch F. (Győr)

LITTMANN-NIENSTEDT, S.: **Szerves savak a tojásos tésztákban, mint a felhasznált tojáskészítmények higiéniai állapotának indikátorai.** (*Organische Säuren in Eierteigwaren als Indikatoren zur Überprüfung des hygienischen Status der verwendeten Eiprodukte*).

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 83 (1987) 175–180.

Szerzők kémiai-analitikai módszert dolgoztak ki, aminek alapján a tojásos tészták vizsgálatával következtetés vonható le a felhasznált tojás higiéniai állapotáról. A módszer alapja, hogy a gázkromatográffal meghatározott béta-hidroxivajsav a megtermékenyítés, keltetés indikátora, a tejsav pedig mikrobiológiai romlás jelzője.

A dolgozat részletesen is bemutatja az előkészítés-extrakció, metilezés-gázkromatografálás és értékelés módját.

Táblázatban bemutatják a különböző tésztakészítmények csiraszám, tejsav és béta-hidroxivajsav tartalma közötti összefüggést.

Uresch F. (Győr)