

Cukoranalízis édesipari termékekben

Eeles, M.

Leatherhead Food International

Érkezett: 2003. december 21.

Az édesipari termékeket általában nagy cukor- és kis nedvességtartalom jellemzi, kisebb mennyiségű keményítő, fehérje és zsiradék mellett.

Az édesipari termékek általában szacharózból vagy glukóz szörpből készülnek (utóbbi részlegesen hidrolizált keményítő, mely dextrózt és dextrózpolicimereket tartalmaz). Más cukrok is jelen lehetnek azonban, például a karamellákban a tejtermékekből származó laktóz. A legtöbb édesipari terméket hőkezeli, melynek hatására invertcukor (dextróz és fruktóz ekvimoláris elegye) képződik, különösen, ha sav, pl. citromsav is jelen van, bár invertcukrot adalékként is használhatnak. A szacharóz jelen lehet egyes adalékanyagokban, pl. édesített sűrített tejben is. Az analitikai eredmények értelmezéséhez ezért ismerni kell a felhasznált kiindulási anyagokat, valamint a talált fruktóz eredetét is végig kell gondolni. Ebben a cikkben a dextróz D-glükózt, a glukóz és glukóz szirup a hidrolizált keményítő szörpöt jelöli.

Az elemzés előtt át kell gondolni, mi is a meghatározás célja (1. táblázat).

1. táblázat: A cukoranalízis célja édesipari termékekben

Minőségellenőrzés / minőségirányítás	Adalékanyagok Félkész-és késztermékek
Technológiai	Mikrobiológiai Folyamatellenőrzés és szabályozás Termékstabilitás
Jogszabályi	Összetétel, jelölés

Az analitikai módszer megválasztása a céltól függ. A külső partnert is érintő meghatározásoknak (lásd a bejövő adalékok ellenőrzésének vagy a jogszabályi előírásnak való megfelelés vizsgálatának) összhangban kell lennie a másik fél által használt módszerekkel. Ezek a módszerek lehetnek abszolútak vagy relatívok és használhatóságuk a tapasztalattól függ. Példákat a 2. táblázatban mutatunk be.

2. táblázat: A rendelkezésre álló analitikai módszertípusok

Abszolút	Egy adott kémiai vegyület mérése.
Relatív	Az anyag egy (kémiai vagy fizikai) tulajdonságát méri.
Akkreditált	Szabványos módszerekkel végzett vizsgálat (ismételhetőség és pontosság megadva).
Professzionális	Nemzetközi szervezet (ICUMSA, OICC, AOAC) által elfogadott módszer alkalmazása az ismételhetőség és pontosság meghatározásával.

A módszerek kiválasztása és analitikai adatok receptúrává alakítása

A legmegfelelőbb módszer nem feltétlenül abszolút. Az adalék, pl. a glukóz szörp sok cukorkomponenst tartalmaz, melyek összetételét általában tipikus százalékos tartományként adják meg. Ezekben a szörpökben a dextrózt HPLC-vel mérik. Az össz redukáló cukrot Fehling oldattal határozzák meg. Mindkét módszerrel kapott eredményt azután glukózára kell átszámítani. A Fehling módszer standard konverziós faktort alkalmaz, mely dextróz ekvivalensen (DE) alapul, a HPLC pedig normalizálja (vagy előzetes kalibráció esetén mennyiségileg méri) az összes detektált komponens csúcsát. Ha a glukózsörp eredete nem ismert, feltételeznünk kell egy típust, hogy a Fehling módszernél a legmegfelelőbb konverziós faktort választhassuk. Elméletileg ez nem probléma a HPLC elemzés esetén, kivételt képez, ha nem minden komponens választható szét, illetve eluálható az oszlopról. A savval hidrolizált tradicionális glukózsörpök esetében a konverziós faktorok jól ismertek. A savas-enzimes és enzimes-enzimes hidrolízissal nyert szirupok esetén azonban, ahol az alacsonyabb cukrok aránya eltolódik, a dextróz ekvivalens koncepció kisebb jelentőséggel bír. A bejövő anyagok minőségellenőrzése/minőségirányítása céljából célszerű a szörp nedvességtartalmának ellenőrzése, hogy legalább a szörp összes szárazanyagtartalmát validáljuk. A nedveségmérési módszerekre természetesen ugyanilyen megfontolások érvényesek. Könnyen elképzelhető, hogy a helyzet még bonyolultabb egy olyan édesipari termék esetén, amely más adalékokból vagy a szacharóz részleges lebomlásából származó dextrózt is tartalmaz.

Hasonló megfontolások érvényesek, ha olyan adalékokban vizsgáljuk a cukrokat, melyek más komponenseket is tartalmaznak. A laktóz a tej alapú adalékokban mérhető, de konverziós faktort kell alkalmazni annak érdekében, hogy ezt teljes tej-tartalommá számíthassuk át (ugyanúgy érvényes ez, akár zsírt, akár fehérjét mérünk). A faktor a valódi értéket

magában foglaló tartományba esik, a friss tej és az évszak okozta ingadozás miatt.

Mintaelőkészítés

Mint minden analízis esetén, fontos a minta kiválasztása és előkészítése. A homogén édességekből, pl. szilárd főtt édességből könnyű reprezentatív mintát venni. A nedvességváltozás különösen kritikus, ha a termék víztartalmát mérjük. Kevésbé számít, ha cukoranalízist végzünk, a cukortartalomra vonatkoztatott nedvességváltozás ugyanis viszonylag kicsi. Ennek ellenére a mintákat az előkészítés után a lehető leghamarabb elemezni kell.

A többkomponensű termékek más nehézséget jelentenek. Ha az egyes összetevők diszkrétek, esetleg elválaszthatók, de a töltelékes vagy bevonatos áruknál ez nem mindig áll fenn. A komponensek az egyikből a másikba átkerülhetnek, pl. nedvesség vagy zsír, és ez befolyásolja a visszamaradó összes cukortartalmat. Abban az esetben, ha felületi száradás lép fel – akár a gyártási folyamat, akár a gyártás során – speciális mintavételi előírásokat kell kidolgozni, például a mintát nagyszámú termékből készítik elő vagy nagyobb törzsmintából kisebb egyenlő adagokat vesznek az elemzéshez.

Az eredmények kiszámítása

Ha megvannak az analitikai eredmények, kiszámítható az eredeti gyártási receptúra [1]. Sok édesség kevesebb nedvességet tartalmaz, mint a kiindulási adalékanyagai, és ezt figyelembe kell venni az eredeti receptúra számításánál és a jelölésnél. A 3. táblázat a főtt édességekre mutat egy példát.

3. táblázat: Főtt édességek receptúra számítása

Adalékok	Tömeg (kg)	Tömeg szárazanyagra számítva (kg)	Szárazanyagra számítva tömeg % (nincs inverzió) a főzés után
Cukor	48	48	52,2
Glukóz szirup	50	40	43,5
Víz	15		3,0
Sav	1,2	1,2	1,3
Invertcukor	0	0	0

A receptúrát a hozzáadott komponensek tömegére vonatkoztatva adták meg. Feltételezve, hogy a glukózsörp tipikus szárazanyagtartalma 80% és a cukoré vagy savé 100%, kiszámítható az egyes adalékanyagok szárazanyag-tömege. 3% végső nedvességtartalom mellett a negyedik oszlopban található az analitikai összetétel, feltételezve, hogy invertcukor nem keletkezett. Látható, hogy az adalékok tömeg szerinti sorrendje a végtermékben megváltozik, a cukor megelőzi a glukózszirupot (4. oszlop). Az adalékok jelöléséhez azonban a lista elejére a glukóz szirupot kell írni, ahogy azt felhasználták.

Analitikai módszerek – fizikai módszerek

Törésmutató

Ha a folyékony minta tisztasága és összetétele ismert vagy feltételezett, a fizikai módszerek is hasznosak, a bejövő adalékanyagok minőségellenőrzésére/minőségirányítására és az üzemen végzett szirupkészítésre használhatók. A törésmutató könnyen mérhető, és táblázatok állnak rendelkezésre a szárazanyaggá átszámoláshoz szacharóz, laktóz, maltóz invertcukor, valamint a több savval, illetve enzimmal hidrolizált glukózsörp és keverékek esetén [2]. Nyilvánvaló, hogy a módszer nem adhat pontos eredményt, ha az összetétel nem ismert.

Polarimetria

Ez a módszer a poláros fény elfordulási szögét méri a 26 g/100 ml koncentrációjú cukoroldatban 20 °C-on. A hőmérséklet-eltérés és (ha ismert) az invertcukor korrekcióba vehető. A szacharóz invertázzal végzett hidrolízis után mérhető. A módszernek ugyanazok a korlátai, mint a törésmutató mérésnek [3].

Analitikai módszerek – kémiai

Enzimes módszerek

A dextrózt először hexokinázzal és adenzin trifoszfáttal glukóz-6-foszfáttá alakítják (G6P), amelyet azután glukóz-6-foszfát dehidrogenáz (G6P-DH) és nikotinamid-adenin-dinuklotid-foszfát (NADP) keverékével oxidálnak. A reakció során a NADP UV elnyelő NADPH-vá redukálódik és az extinkciónövekedést mérjük 340 nm-en. Az eljárás más cukrokra is kidolgozható. A fruktózt 6-foszfátjává alakítják (F6P) ugyanabban a reakcióban, mint a dextrózt, az F6P-t azután G6P-vé alakítják foszfo-glukóz izomerázzal, majd a G6P-t oxidálják, ezáltal az UV elnyelés tovább nő [4]. A szacharózt dextrózzá és fruktózzá hidrolizálják (b-fruktozidáz) és utána

a fentiek szerint vizsgálják. Módszerek állnak rendelkezésre laktózra [5] és szorbitra [6] is. A kis mintamennyiségek és a módszerek érzékenysége miatt a mérést végzőnek gyakorlottnak kell lennie, de kielégítő eredmények kaphatók, és a módszerek az egyes cukorfélékre specifikusak.

Réz redukciója

A szabad aldehid vagy keton csoportot tartalmazó cukrok a réz(II) oldatokat a megfelelő réz(I) sóvá redukálják, ami színváltozással jár. A legáltalánosabban elterjedt a Fehling oldattal (frissen készített bázikus réz(II)tartarát) végzett Lane–Eynon titrálás[7]. A módszer relatív, táblázatok állnak rendelkezésre, hogy a fogyott Fehling oldat térfogatot átszámítsuk az egyes redukáló cukrok (lásd invertcukor, dextróz stb.) mennyiségére. A módszer különböző változatait használják.

Az állandó térfogatos módszernél, melyet az ICUMSA hivatalos módszerként fogadott el [8], a cukrot tartalmazó oldatot rögzített Fehling oldat- és víz-térfogattal titrálják, hogy a végső térfogat állandó legyen. Ezért először egy előzetes titrálást kell végezni, hogy a cukortartalmú minta koncentrációját beállíthassuk. A különböző laboratóriumok analitikai eredményeinek összehasonlításakor fontos tudnunk, hogy pontosan melyik módszert alkalmazták, mert enyhén különböző értékeket adhatnak.

A szacharóz nem redukáló cukor, először redukáló dextrózzá és fruktózzá kell hidrolizálni (invertálni). A gyakorlatban a cukrot tartalmazó mintákban először megméri az inverzió előtti cukortartalmat (BI). Az inverzió érdekében először sósavat adnak a mintához, majd megadott körülmények között semlegesítik és újra elemzik az inverzió utáni teljes redukáló cukor (TI) meghatározása céljából. Az inverziós reakció sztöchiometrikus, 342 g szacharózból 180 g dextróz és 180 g fruktóz keletkezik. A szacharóz számítását az 1. egyenlet szerint végezzük el:

$$(TI-BI)*342/360 = \% \text{ szacharóz} \quad (1)$$

HPLC

A kromatográfiai módszerek lehetővé teszik az egyes cukrok szétválasztását, kimutatását és mennyiségi meghatározását. A hagyományos HPLC módszerben a detektálást törésmutató detektorral végzik. Az újabb fejlesztések során kidolgozták az ioncserés kromatográfiát, ahol magas, 11 feletti pH-n a cukrok anionos formává alakulnak és az érzékenyebb pulzáló amperometriás (PAD) technikával detektálhatók. Eluálószerként nátrium-hidroxidot használnak és az elválasztás, különösen a glukóz és galaktóz felbontás javítására cink-acetát adható hozzá. A módszer mennyiségivé

tehető kalibráló oldatok futtatásával, de kisebb mennyiségben jelenlevő cukrokból, illetve a glukóz szirupban jelenlevő oligomerekből nem mindig áll rendelkezésre standard. Mint a többi előzőekben tárgyalt módszer esetén, a glukózsörp a kromatogramon megjelenő csúcsok alapján mérhető. A módszer előnye azonban, hogy az enzimesen előállított szirupok kielégítőbben jellemezhetők, mint a dextróz ekvivalens alapján. Hiba származhat a szükséges nagy (tipikusan százszoros) hígításból, illetve a csúcsok átfedéséből.

Kitekintés

Jelenleg is kifejlesztés alatt állnak analitikai módszerek. A méretcsökkentés és chip technológia egyre tökéletesebb és a PAD-dal kombinált mikrochip elektroforézis [9] a jövőre nézve ígéretesnek tűnik.

Irodalom

1. Lees, R., Jackson, E.B. (1999): Calculating sugar confectionery and chocolate recipes in Sugar Confectionery and Chocolate Manufacture p340-56, St Edmundsbury Press Ltd.
2. Mageean, M.P., Kristott, J.U., Jones, S.A. (1991): Physical properties of sugars and their solutions. Leatherhead Food Research Association Scientific and Technical Surveys 172.
3. AOAC (2003): Official Methods of Analysis of Aoac International. 17th Edition, Revision 2, numbers 44.1.01-1.11.
4. IOCCC Methods of Analysis (1989): Number 113. Determination of glucose, fructose and sucrose in chocolate and sugar confectionery products by means of enzymes. Brussels, Belgium
5. IOCCC Methods of Analysis (1990). Number 114. Determination of lactose in chocolate and sugar confectionery products by means of enzymes. Brussels, Belgium
6. IOCCC Methods of Analysis (1989). Number 112. Determination of D-sorbitol in chocolate and sugar confectionery products by means of enzymes. Brussels, Belgium
7. Kirk, R.S., Sawyer, R. (1991): Sugars and Preserves p 182-235. Pearson's Chemical Analysis of Foods 9th Edition, Longman Scientific and Technical, Harlow, England
8. Report of the Proceedings of the seventeenth session (1978). Reducing sugars p 190-95, 211. ICUMSA, Peterborough, England
9. Garcia, C.D., Henry, C.S. (2003). Direct determination of carbohydrates, amino acids and antibodies by microchip electrophoresis with pulsed amperometric detection. Analytical Chemistry, 75, 4778-83.