

Új műszeres savfokmérés a sütőiparban

PETRÓCZI EDIT

Sütőipari Kutató-Fejlesztő és Szolgáltató Közös Vállalat

Érkezett: 1986. december 27.

A sütőipari termékek minőségénél és minősítésénél a savfok fontos mutató. Az eddigi sütőipari gyakorlatban a lisztek és a késztermékek savfokát titrálással, indikátoros végpontjelzéssel határozzák meg. Ennél a módszernél az egyén szín-megítelő képességétől függ a mérési eredmények pontossága, amely sok esetben a vállalatok és a minőségvizsgáló intézetek között vitára ad okot.

A savfokmérés szabványban leírt módszerének időigényessége, bizonytalan-sága és a korszerű laboratóriumi eszközök nyújtotta lehetőségek kihasználására való törekvés a meghatározás módszerének és körülményeinek felülvizsgálatára irányította figyelmünket (1).

A jelenlegi vizsgálati módszer elve

A vizsgálandó minta vizes szuszpenziójának savtartalmát fenolftalein indikátor jelenlétében lúggal közömbösítjük.

A minta előkészítése

A vizsgálathoz bél-víz szuszpenziót készítünk a következők szerint:

40 g termékből + 360 cm³ desztivvízzel csomómentes szuszpenziót készítünk, 30 percig állni hagyjuk, közben 10 percenként, tehát összesen kétszer felrázzuk.

A vizsgálat végrehajtása

A szuszpenzióból 100 cm³-t 1 cm³ fenolftalein indikátor jelenlétében 0,1 mol/l NaOH mérőoldattal titrálunk. A titrálás végpontját 30 mp-ig megmaradó halvány rózsaszínű színeződés jelzi.

Az eredmény kiszámítása

Savfok = 0,1 mol/l NaOH fogyása (cm³) x NaOH faktora.

A mérés pontossága

A párhuzamosan végzett vizsgálatok eredményei között a megengedett eltérés 0,2 savfok.

Ennek a metodikának a hibaforrásai

- nincs egyértelműen meghatározva a vizsgálati anyag előkészítése,
- a szuszpenzió készítésére kézi és gépi (turmix) módszer is megengedett; a problémát itt az okozza, hogy az aprítási fok és abból következően az ülepedés sebessége különböző az egyes eljárásoknál, ami a lúg fogyását megváltoztatja,
- a 30 perces állás miatt a levegőből szén-dioxid jut a szuszpenzióba, ami olyan titrálható savtartalmat képez, amely nem az anyag savasságából ered,

– végül pedig az indikátoros végpontjelzés az egyén szubjektív színmegítélő képességén alapul.

A felsorolt hiányosságok miatt olyan eljárást kellett keresni, amely ezen hibalehetőségek jelentős részét kizárja, így azonos termékből az ország különböző részein is egy megengedett hibahatáron belül lehet mérni. Az ilyen módszer alkalmazására való törekvés mind a hazai, mind a külföldi szakirodalomban régóta jelentkezik, vagyis a savfokmérésnél szükséges titrálás végpontját egyértelműen műszeres úton (pH-méréssel) javasolják meghatározni (2, 3, 4, 5).

Az új módszer elve

A vizsgálandó termék 20 g-jának desztillált vizes szuszpenzióját pH 8,4 értékig titráljuk 0,1 mol/l NaOH mérőoldattal. Ez az ún. elektrometriás titrálás, melyet az élelmiszeripar területén már több helyen alkalmaznak (6).

A műszeres savfokmérés kidolgozásánál a vizsgálat minden fázisát egyértelműen meghatároztuk:

A minták előkészítése

A vizsgálatnál minden esetben törekedni kell arra, hogy a vett minta minél inkább képviselje a vizsgálandó anyag egészét. Ezt lisztnél, kovásznál, tésztánál a különböző helyről vett és homogénezett mintákból való beméréssel érhetjük el. Késztermék esetében a termékek héját lefejtve a bélzetet 2–3 g-os darabokra tördeljük, majd összekeverjük.

A szuszpenzió készítése

Az előkészített mintából 20 g-ot bemérünk és 150 cm³ szobahőmérsékletű desztillált vízzel háztartási turmixgépen csomómentes szuszpenziót készítünk.

A turmixolás ideje

Lisztnél, híg kovásznál a turmixolás ideje 30 mp, sűrű kovásznál, tésztánál és készterméknél 90 mp.

Az elkészített szuszpenziót 250 cm³-es főzőpohárba mossuk át, 50 cm³ desztillált vízzel.

A titrálásra kerülő szuszpenzió összetétele:

20 g anyag, 200 cm³ desztillált víz, valamint 1 cm³ fenolftalein indikátor.

A titrálás végrehajtása

Az elektródot a szuszpenzióba merítjük, megkezdjük a lúg adagolását, a végpontot 30 mp-ig megmaradó pH 8,4 érték jelzi. A szuszpenzió-titrálás alatti homogenitását mágneses keverővel biztosítjuk.

Fontos, hogy a titrálást 4 percen belül befejezzük, mert további kevertetéssel a szén-dioxid oldódása következtében fogyásnövekedésre lehet számítani.

Az eredmény számítása

$$\text{Savfok} = \frac{0,1 \text{ mol/l NaOH fogyasztása (cm}^3\text{)} \times \text{NaOH faktora}}{2}$$

A mérés pontossága

A párhuzamosan végzett vizsgálatok eredményei között a megengedett eltérés max. 0,1 savfok.

A régi és az új módszerrel összehasonlító méréseket végeztünk (1. ábra). Mindkét eljárással a termékekre jellemző savfokértékeket mértünk, a két méréssel kapott eredmények között minimális eltérés mutatkozik.

A módszer pontosságának és összehasonlíthatóságának értékelése

A pontosság és összehasonlíthatóság értékelésére vállalatunknál végeztünk sorozatméréseket, valamint körvizsgálatot szerveztünk a sütőipari vállalatok és egyes minőségvizsgáló intézetek bevonásával. A körvizsgálatra 4 db beállított savfokú terméket küldtünk el, amelyből 2–2 párhuzamos cipónak egyforma volt a savfoka.

A körvizsgálatban 15 laboratórium vett részt, sütőipari vállalatok és minőségvizsgáló intézetek (megyei Állategészségügyi Állomások és a KERMI) egyaránt.

Eredmények

Az értékelés során ellenőriztük a pontosságot, amely alatt az egy laboron belüli párhuzamos mérések közötti eltérést értjük (2. ábra).

Vállalati méréseinknél megállapítottuk, hogy azonos termékből 10 párhuzamos mérést elvégezve, műszeres vizsgálattal a legnagyobb eltérés 0,1 savfok volt, szemben a hagyományos eljárással, ahol ez az érték max. 0,2 lehet. Az ábrából megállapítható, hogy a számított *szórás*, *relatív szórás* és a módszerhiba az új eljárásnál kisebb.

A *körvizsgálatnál* a beérkezett eredmények azt mutatták, hogy a 4 termékből 2–2-nek azonos savfokot mértek, illetve a mérések terjedelme max. 0,1 volt, vagyis a vizsgálók felismerték a rejtett párhuzamosokat (3. ábra). Az „a” terméknél 5 vizsgálónál nem volt eltérés, a „b” terméknél 8 vizsgáló mért azonos értéket, amelyet a hisztogramok jól érzékeltetnek (4., 5. ábrák).

A módszer összehasonlíthatóságának értékelése

Az összehasonlíthatóság vizsgálatánál különböző laboratóriumok mérési eredményeit vetjük össze (3. ábra).

Az ábrából leolvashatjuk, hogy a mérési eredmények terjedelme „a” terméknél 0,6 savfok, „b”-nél 0,8 savfok.

Az eredmények kiértékelése az ISO 5725 szabvány alapján történt, amely kimondja, hogy a laboratóriumok közötti reprodukálhatóság annál jobb, minél kisebb az összehasonlíthatóság és pontosság hányadosa (7).

Ennek figyelembe vételével az eredményekből megállapítható, hogy az optimális 0,2 savfok eltérésén belül mért mindkét termék esetében a vizsgálók 70%-a.

Az új vizsgálati módszer a liszt- és késztermékvizsgálati szabványokba beépítésre került.

Anyag megnevezése	szokásos	műszeres
	módszerrel	
BL 55	2,73	2,71
BL 80	3,58	3,54
RL 90	4,57	4,35
BL 112	4,65	4,63
Kovácsok: 70%-os 6 ó.	3,12	3,06
100%-os 6 ó.	4,28	4,05
150%-os 6 ó.	4,89	4,64
70%-os 24 ó.	7,95	7,66
100%-os 24 ó.	8,74	8,46
150%-os 24 ó.	9,06	8,74
Nyers tészta	4,09	4,09
Késztermék I.	3,64	3,49
Késztermék II.	5,24	5,08
Késztermék III.	5,25	5,09
Késztermék IV.	3,88	3,70
Késztermék V.	3,79	3,64
Késztermék VI.	3,62	3,38

2. ábra

Anyag neve	Indikátoros					Műszeres				
	\bar{X}	R	S	V (%)	módsz. hiba	\bar{X}	R	S	V (%)	módsz. hiba
BL 55	2,73	0,10	0,057	2,10	3,60	2,71	0,04	0,023	0,80	1,40
BL 80	3,58	0,13	0,075	2,00	3,60	3,54	0,10	0,058	1,60	2,80
BL 112	4,66	0,24	0,120	2,60	5,10	4,63	0,13	0,070	1,50	2,80
RL 90	3,56	0,16	0,087	2,40	4,50	3,35	0,10	0,050	1,50	2,90
Kézt. I.	3,64	0,31	0,157	4,30	8,50	3,49	0,17	0,087	2,50	4,90
Kézt. II.	5,24	0,28	0,140	2,70	5,30	5,08	0,20	0,101	1,90	2,00
Kézt. III.	3,88	0,18	0,104	2,70	4,60	3,69	0,10	0,076	2,00	2,70

A jelölések: \bar{X} : átlag

R: az értékek terjedelme

S: szórás

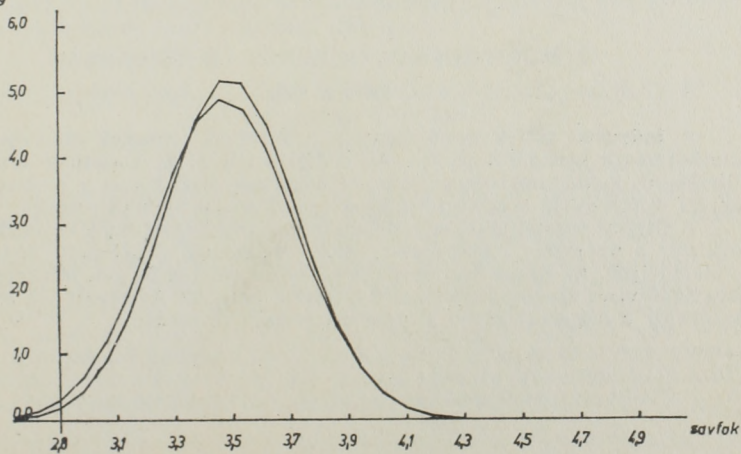
V: relatív szórás $V = \frac{S}{\bar{X}} \cdot 100 (\%)$ a módszer hibája: a terjedelem (R) és az átlag (X) hányadosa $\cdot 100 (\%)$

A körvizsgálat eredményei

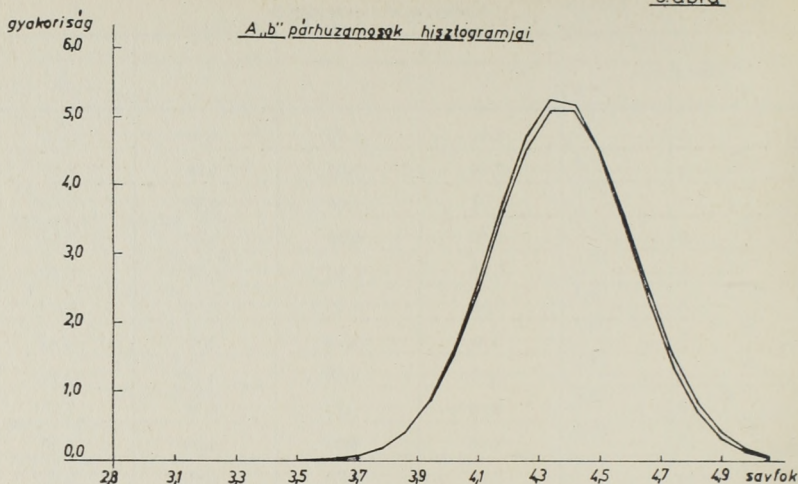
Labor száma	a	b	b	a
1	3,50	4,70	4,70*	3,50*
2	3,60	4,64	4,78	3,50
3	3,60	4,60	4,50	3,60*
4	3,60	4,50	4,50*	3,60*
5	3,40	4,20	4,25	3,30
6	3,30	4,20	4,20*	3,40
7	3,40	4,25	4,25*	3,40*
8	3,45	4,30	4,30*	3,40
9	3,50	4,30	4,20	3,25
10	3,40	4,35	4,35*	3,45
11	3,60	4,70	4,80	3,60*
12	3,00	3,86	3,98	2,98
13	3,40	4,35	4,30	3,50
14	3,40	4,30	4,30*	3,50
15	3,45	4,30	4,30*	3,40

gyakoriság

Az „a” párhuzamosok hisztogramjai



4. ábra



IRODALÓM

- (1) MSZ 20501/1 Sütőipari termékek vizsgálati módszerei. Kémiai vizsgálatok.
- (2) dr. Visi Gy. – Butti E.: Élelmiszervizsgálati közlemények 28, 63, 1982.
- (3) Roos, O.: Getreide Mehl und Brot 13, 147, 1950.
- (4) Drews, E. – Spicher, G. – Bolling, H.: Brot und Gebäck 16, 144, 1962.
- (5) Gasztonyi K. – Takács É.: Élelmiszervizsgálati közlemények 9, 13, 1963.
- (6) Katona F. – Garai T. – Dévay J.: Élelmiszervizsgálati közlemények 15, 285, 1969.
- (7) ISO 5725 Körvizsgálati módszerek pontossága, a laboratóriumi körvizsgálatok ismételtetőségének (reprodukálhatóságának) meghatározása.

ÚJ MŰSZERES SAVFOKMÉRÉS A SÜTŐIPARBAN

Petróczi Edit

A műszeres savfok meghatározása a sütőipari termékek minőségének és minősítésének sarkalatos pontja. Az eddigi sütőipari gyakorlatban a savfokot titrálással, indikátoros végpontjelzéssel állapítják meg. Ennél a módszernél az egyéni színmegítelő képességtől függ a mérési eredmények pontossága.

A titrálás végpontjának egyértelmű megállapítására az egyik legalkalmasabb módszer a pH-mérés felhasználása, ahol a végpontot a pH-mérő segítségével érzékelhetjük. Az eljárás szerint a vizsgálandó anyagból 20 g-ot bemérve annak desztillált vizes szuszpenzióját pH 8,4 értékig titráljuk. A fogyott lúg cm^3 -eiből számítjuk a megadott képlet alapján a termékek savfokát.

NEW INSTRUMENTAL DETECTION OF ACID VALUE IN THE BAKING INDUSTRY

Petróczi, E.

The instrumental objective detection of acid value is a very important point in the quality and qualification of bakery products. Now in the practice the acid value is determined with titration beside indicator final point.

Accuracy of measurement depends on colour test ability of the person. The potentiometrical final point detection is the most suitable method of them all. That means the distilled water suspension of the testing matter (20 g) is titrated up to a pH-value of 8,4. The acid value of products is calculated from volume of base solution according to the given formula.

НОВОЕ ПРИБОРНОЕ ИЗМЕРЕНИЕ СТЕПЕНИ КИСЛОТНОСТИ В ПЕКАРНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

Э. Петроцу

Приборное определение степени кислотности является важным фактором оценки качества и аттестации продуктов пекарной промышленности. В настоящее время конечная точка степени кислотности продуктов пекарной промышленности определяется титрованием, т. е. по изменению цвета индикатора. Точность результатов измерений этого метода зависит от индивидуальной способности оценки цвета.

Для однозначного определения конечной точки титрования наиболее пригодным является метод измерения pH, т. е. конечную точку титрования определяют с помощью pH-метра.

Согласно тексту описания метода определения, 20 г анализируемой пробы суспендируют в дистиллированной воде, затем титруют суспензию до величины pH—8,4. Конечную точку титрования устанавливают с помощью pH-метра. По количеству см³ израсходованной для титрования щелочи, на основе данной в тексте описания метода определения формулы, рассчитывают степень кислотности анализируемого продукта.

NEUE INSTRUMENTELLE SÄUREGRADBESTIMMUNG IN DER BACKWARENINDUSTRIE

Petróczi, E.

Die instrumentelle Bestimmung des Säuregrades ist ein Kernpunkt der Qualität und Qualitätsbewertung von Erzeugnissen der Backwarenindustrie. In der Praxis der Backwarenindustrie wird der Säuregrad durch Titrieren, mit einer Indikator-Endpunkt-Anzeige bestimmt. Bei dieser Methode hängt die Genauigkeit der Meßergebnisse von der individuellen Farburteilmöglichkeit ab. Zur eindeutigen Feststellung des Endpunktes ist der Einsatz der pH-Messung geeignet, wobei der Endpunkt mit einem pH-Meßgerät bestimmt wird. Nach dem vorgeschlagenen Verfahren werden 20 g Probe eingewogen und deren wässrige Suspension wird bis zum pH 8,4 titriert. Aus der cm³-Zahl der verbrauchten Lauge wird der Säuregrad des Produkts nach der angegebenen Formel berechnet.