

# 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.

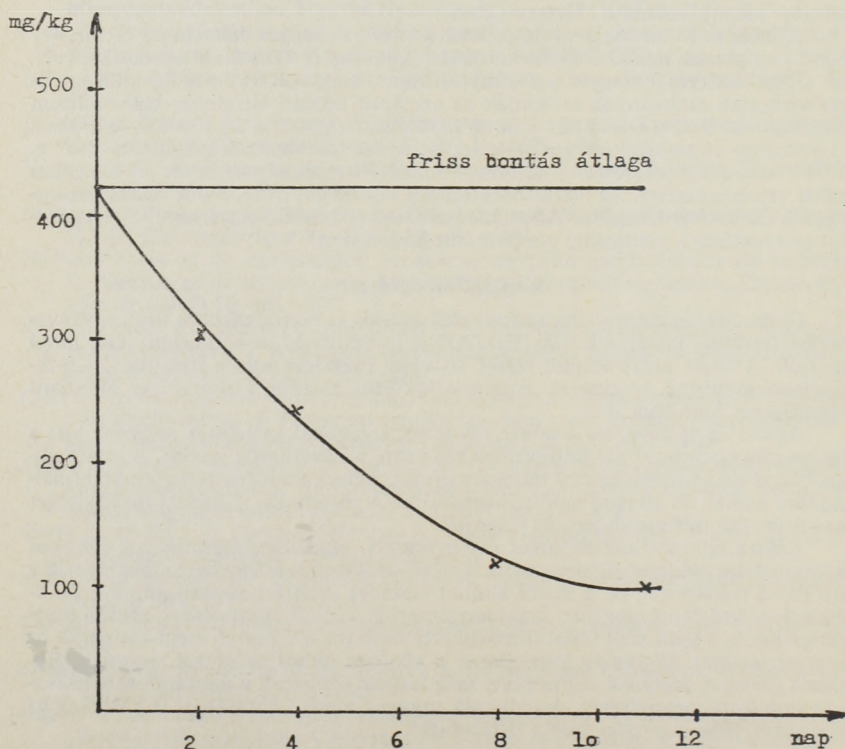
### Vizsgálati minták

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 ráértéktől aszkorbinsav-visszanyerés igen jó, 98–100%.
2. A titrálási 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 titrálási 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

\* kiegészítő 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 ксилолом 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.