

# Keményítő meghatározása „CONTIFLO” automatikus elemzővel

ÖRSI FERENC – SZÉKELY MÁRIA

Budapesti Műszaki Egyetem Biokémiai és Élelmiszertechnológiai Tanszék

Érkezett: 1987. november 27.

A keményítő az élővilág anyagcsere-folyamataiban és a táplálkozásban egyaránt fontos szerepet játszó tápanyag, automatikus meghatározása azonban nem egyszerű feladat, különösen összetett élelmiszerekben és takarmányokban.

A keményítő-meghatározás sokféle lehetősége közül a keményítőre specifikus, jóddal adott színreakciót választottuk, mivel ez ad lehetőséget közvetlen meghatározásra és egyéb szénhidrát összetevők gyakorlatilag nem zavarának.

A meghatározás elvét *Richter* és *Augustat* (1964) dolgozta ki. Megállapították, hogy jól definiált pH-értéknél és hullámhossznál a kétféle keményítő (amilóz és amilopektin) meghatározása elvégezhető.

## Anyagok és módszerek

A módszer kidolgozásához és ellenőrzéséhez felhasznált keményítőtartalmú anyagokat az 1. táblázatban foglaltuk össze. A táblázatban irodalmi adatok alapján az amilóz tartalmat a keményítőn belül is feltüntettük, ez 0 és 60% között változott. A keményítőtartalmat Polamot A polariméterrel többféle kioldási módszer mellett is meghatároztuk. Az 1. táblázatban adott adatok a sósavas kioldás eredményei és pontosságuk  $\pm 0,04\%$  keményítő.

### 1. Sósavas kioldás

10 g keményítőhöz vagy keményítőtartalmú aprított anyaghoz  $60 \text{ cm}^3$   $0,31 \text{ mol/dm}^3$  koncentrációjú sósavoldatot adunk és 3–5 percig erősen rázzuk.

A szuszpendálás befejezése után a lombik nyakát  $10 \text{ cm}^3$  sósavoldattal leöblítjük, és a lombikot forrásban levő vízfürdőre helyezzük. Még 3 percig rázzuk, 12 percig a vízfürdőben állni hagyjuk, majd folyó vízzel lehűtjük, 1 ml Carrez I (15 g  $\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}/100 \text{ cm}^3$ ) és 1 ml Carrez II oldatot (30 g  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}/100 \text{ cm}^3$ ) adunk hozzá, jelig töltjük desztillált vízzel és megsűrjük. A szűrlet első  $10 \text{ cm}^3$ -ét elöntjük, és a többit együttesen használjuk fel.

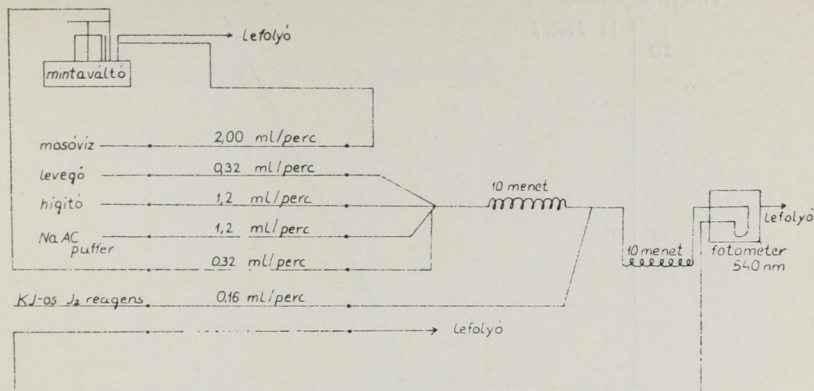
Az automatikus analizátoros méréshez ugyanezen eljárást kisebb bemérés mellett alkalmaztuk.

### 2. Lúgos feltárás

A vizsgálandó anyagból annyit mértünk, hogy kb.  $1 \text{ g/dm}^3$  koncentrációt adjon,  $5–10 \text{ cm}^3$   $2 \text{ mol/dm}^3$  KOH oldatot és  $20 \text{ cm}^3$  desztillált vizet adunk és 25 percre forró vízfürdőbe merítettük, lehűtés után vízzel  $100 \text{ cm}^3$ -re töltöttük fel és asztali centrifugában 4000 ford./min-nál 10 percig centrifugáltuk, a felülúszó keményítő meghatározásra alkalmas oldatot adott.

### 3. Keményítő-meghatározás polarimetriás eljárással

A keményítőt, a minták fent leírt oldatában Polamot A polariméterben  $2 \text{ dm}^3$ -es cső segítségével határoztuk meg. A fajlagos forgatóképességet az (1) irodalomban



1. ábra. Jód keményítő modul felépítése

adott táblázatból vettük. A kioldási eljárás *hideg* változtatásával határoztuk meg az oldható, forgatóképes nem keményítő komponensek mennyiségét.

#### 4. Keményítő-meghatározás CONTIFLO automatikus elemzővel

A keményítő meghatározáshoz elkészített modul rajzát az 1. ábrán mutatjuk be.

A keményítőtartalmú oldatot a  $0,2 \text{ mol/dm}^3$  koncentrációjú  $5,3 \text{ pH}$ -jú nátrium-acétát pufferhez keverjük. A két oldat összekeveredése után  $0,01 \text{ mol/dm}^3$  koncentrációjú káliumjodid tartalmú jódoldatot keverünk hozzá, és 10 menetes spirálban végzett összekeverés után a fotométerbe vezetjük, ahol  $540 \text{ nm}$  hullámhosszon a fényelnyelést mérjük, és kompenzográfon regisztráljuk.

Standardként oldható keményítőből készült  $200 \text{ mg/dm}^3$  koncentrációjú oldatot használtunk.

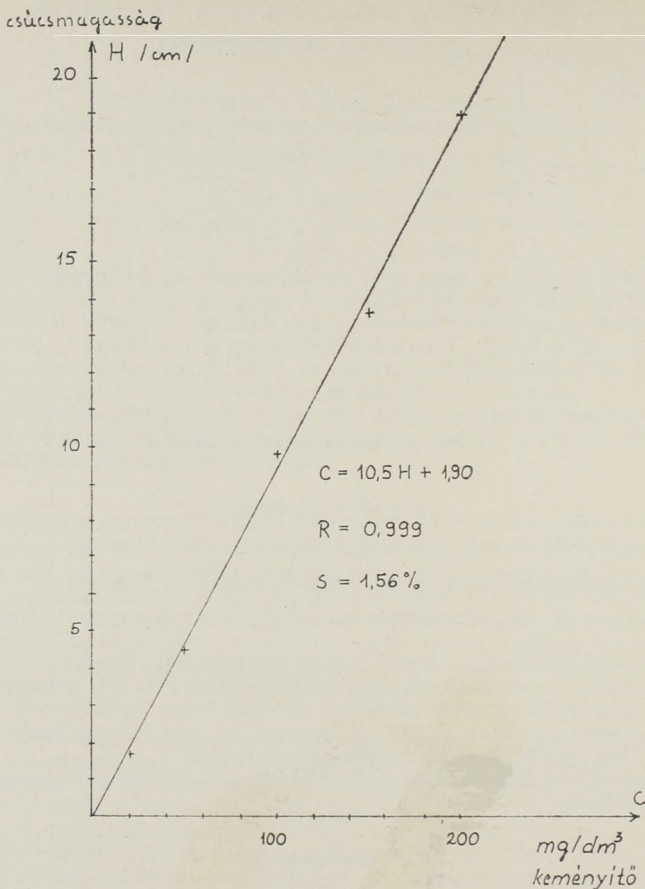
### Eredmények

A 2. ábrán  $0 - 200 \text{ mg/dm}^3$  koncentrációtartományban felvett kalibrációs egyenest mutatjuk be.

Az összefüggés szorosságára jellemző korrelációs koefficiens közel 1 és az egyenes körüli szórás  $1,55\%$ . Az összefüggés a vizsgált tartományban lineáris.

Ahhoz, hogy a kialakított modullal élelmiszerek és takarmányok keményítőtartalmát mérni tudjunk, a keményítőt oldatba kellett hozni, lehetőleg a keményítő jód kötőképességének lényeges változása nélkül. Az is vizsgálat tárgyát képezte, hogy különböző eredetű, különböző amilóz, amilopektin arányt mutató keményítőfajták meghatározása esetén milyen értékeket nyerünk.

A minták keményítőtartalmának kinyerésére két eljárást alkalmaztunk. Az egyik eljárás a szabványos sósavas forralásos kioldásos eljárás, amelynél a minta feltárása forró vízfürdőben  $0,31 \text{ mol/dm}^3$  koncentrációjú sósavoldattal történik, majd Carrez reagenssel történő derítés után a szüredékből történik a keményítő meghatározás. Az előkészítés 40 percet vesz igénybe mintánként, hiszen a  $100 \text{ ml}$  oldatból csak  $2 \text{ ml}$  szűrletre van szükség. A tapasztalatok azt mutatták, hogy az



2. ábra. Contiflo kalibrációs egyenes

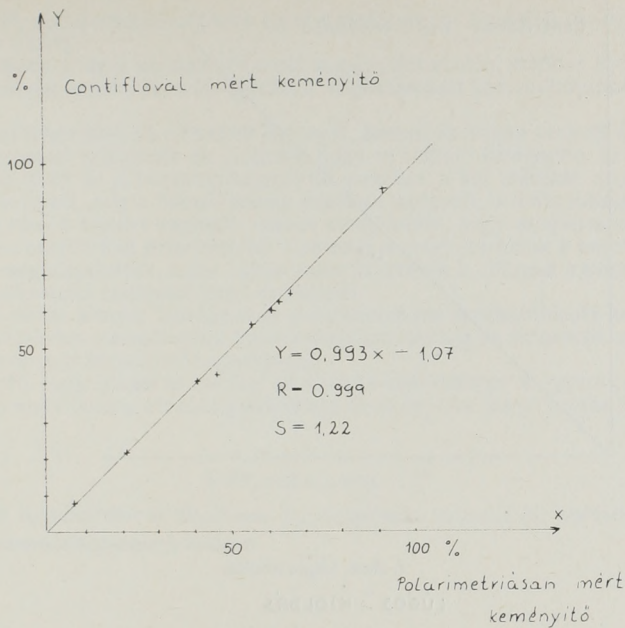
árpadara, a búzaörlemény és földimogyoródara feltáráshoz 10 perccel hosszabb hőkezelés szükséges.

A mintákból 100 ml-es mérőlombikba annyit mértünk be, amennyi  $0,2 \text{ g/dm}^3$  koncentrációjú keményítőoldat nyeréséhez volt szükséges.

A másik kinyerési eljárásként meleg lúgos kioldásos eljárást próbáltunk ki.

A mintából itt is annyit mértünk be,  $100 \text{ cm}^3$ -es mérőlombikba, amennyi a  $2 \text{ g/dm}^3$  koncentrációjú keményítőoldatot biztosította. A felülúszót közvetlenül az analizátor mintatartójába töltöttük. Minden esetben legalább két meghatározást végeztünk az analizátoron minden oldatból, és minden termékből három párhuzamos beméréssel végeztünk meghatározást.

A 3. ábrán a standard polarimetriás módszerrel és az analizátorral végzett keményítő-meghatározások eredményét ábráztuk. Látható, hogy sem a tengelymet-



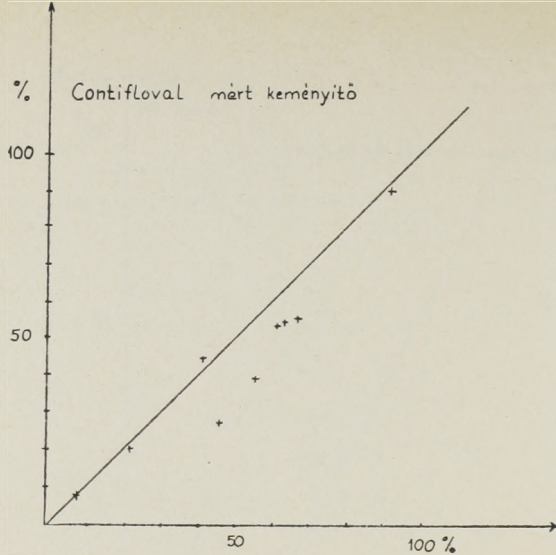
3. ábra. Savas kioldás

1. táblázat

A megvizsgált minták keményítőtartalma és keményítő összetétele

Minta	Keményítő %	Amilóz tartalom %
1. Oldható keményítő REANAL gyártmány	92,07	60
3. Árpadara	45,79	22
9. Extrahált földimogyoróliszt	7,38	—
5. Malátadara	61,47	28
6. Árpaliszt	66,77	22
7. Búzaliszt	55,27	25
4. Búzaőrlemény	41,19	25
2. Kukoricadara	63,73	22–28
8. Burgonya	21,67	19–24

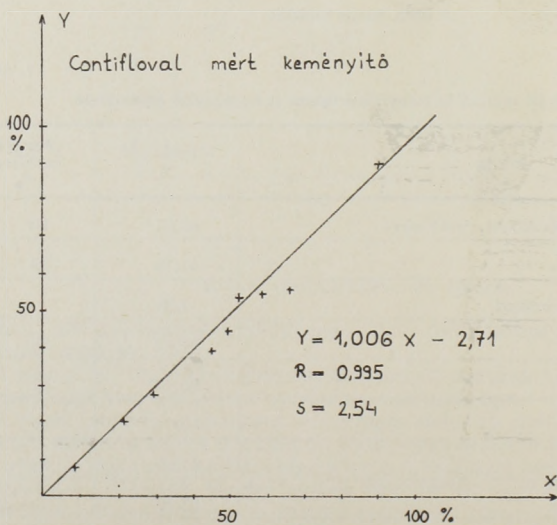
\* RICHTER és mkt. szerint.



Polarimetriásan mért  
keményítő savas kioldás után

4. ábra. Lúgos kioldás

LÚGOS KIOLDÁS



Polarimetriásan mért  
keményítő lúgos oldatban.

5. ábra. Lúgos kioldás

szet az 1-től, sem a meredekség nem tér el szignifikánsan a nullától. Az egyenes körüli szórás 2,05%.

A 4. ábrán a lúgos kioldással kapott keményítőtartalom értékeit ábrázoltuk a savas kioldással és polarimetriás eljárással meghatározott keményítőtartalom függvényében.

A pontokhoz nem illesztettünk egyenest, hanem az origón átmenő és 1 meredekségű egyenest rajzoltunk be. Látható, hogy az oldható keményítő, az extrahált földimogyoróliszt és a burgonyakeményítő esetében a két módszer azonos eredményhez vezetett, míg a búzaőrlemény esetében nagyobb, a többi minta esetében jelentősen kisebb értéket kaptunk. Annak vizsgálatára, hogy az eltérés miből adódik, a lúgos oldatokban polarimetriás eljárással is meghatároztuk a keményítőtartalmat és megállapítottuk, hogy a polarimetriás értékek is eltérnek a savas kioldással és polarimetriás eljárással nyert értékektől.

Az 5. ábrán a lúgos kioldással és polarimetriásan meghatározott keményítőtartalom értékeit hasonlítottuk össze a lúgos extraktban az automatikus analízissel meghatározott keményítőtartalommal.

Látható, hogy ebben az esetben az egyenes meredeksége az egytől és tengelymetszete a nullától nem tér el szignifikánsan és az egyenes körüli szórás 2,6%.

#### I R O D A L O M

Richter, M., Augustat, F. and Schierbaum, F.: Ausgewählte Methoden der Stärkecheine. VEB Fachbuchverlag Leipzig, 1969.

### KEMÉNYÍTŐ MEGHATÁROZÁSA „CONTIFLO” AUTOMATIKUS EMEMZŐVEL

Örsi Ferenc – Székely Mária

A keményítő meghatározására savas és lúgos kioldás mellett kapott derítéssel tisztított extraktokban Richter és Augustat által kidolgozott eljárást valósítottuk meg CONTIFLO automatikus elemzőn és összehasonlítottuk különböző termékek esetében a polarimetriás eljárással. A módszer 2–3%-os variációs koefficienssel alkalmas a keményítő meghatározására.

### DETERMINATION OF STARCH WITH “CONTIFLO” AUTOMATIC ANALYSER

Örsi, F., Székely, M.

Authors realized of the kind Richter and Augustat method in the CONTIFLO automatic analyser in the determination of starch. They realized the method after acidic and alkaline dissolution from the extract which was cleaned with clarification. They reproduced this method with polarization method. The method is fit to the determination of starch with 2–3% coefficient of variation.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРАХМАЛА С ПОМОЩЬЮ АВТОМАТИЧЕСКОГО АНАЛИЗАТОРА «СОИТIFLO»

Ф. Ерши и М. Секеш

Авторы с помощью автоматического анализатора СОИТIFLO провели интерпретацию разработанного Рихтером и Аугустатом метода для определения крахмала в экстрактах, полученных в результате щелочного и кислотного расворения, и затем очищенных путем отстаивания и также провели сравнение данного метода для различных видов продуктов. Метод пригоден для определения крахмала с 2–3+-ным коэффициентом вариации.

## BESTIMMUNG DER STÄRKE MIT DEM AUTOMATISCHEN ANALYSATOR „CONTIFLO“

Örsi, F. – Székely, M.

Zur Bestimmung der Stärke aus durch Klärung gereinigten Extrakten nach saurer und basischer Extraktion wurde das von Richter und Augustat ausgearbeitete Verfahren mit dem automatischen Analysator „CONTIFLO“ ebenfalls realisiert. Diese Methode wurde mit dem polarimetrischen Verfahren bei verschiedenen Produkten verglichen. Sie ist geeignet, bei einem Variationskoeffizienten von 2 bis 3% Stärke zu bestimmen.

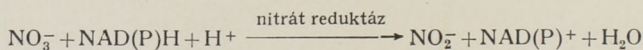
---

BEUTLER, H. O., WURST, B., FISCHER, S.: Új enzimes módszer az élelmiszerek nitráttartalmának meghatározására. (*Eine neue Methode zur enzymatischen Bestimmung von Nitrat in Lebensmitteln.*)

Deutsche Lebensmittel-Rundschau 82 (1986) 9, 283 – 289

Az eddig ismert nitrátmeghatározási módszerek nem elégitették ki az analitikusokat. Az Aspergillus nigerből előállított tiszta, stabil nitrátreduktáz enzim azonban a nitrát tesztelésre jól felhasználható.

A kvantitatív nitrát redukció a következők szerint fut le:



A reakció során fogyott NAD(P)H arányos a nitrátkoncentrációval és mennyisége fotometriásan a NAD(P)H abszorpciós maximumán (339 nm) jól mérhető.

Szerzők részletesen ismertetik a reagens oldatok elkészítését, a nitrát meghatározás és eredmény számítás módját, a reakció körülményeinek optimalizálását, a zavaró tényezőket, a pontosságot és érzékenységet. Bemutatják a nitrát mérés specifikusságát és linearitását, az élelmiszerekben jelenlevő cukrok, savak, vitaminok, fenolok, anionok és kationok hatását, a különböző élelmiszerek előkészítését, több élelmiszer nitráttartalmát.

A nitrátmeghatározáshoz szükséges reagensok és az enzim preparátum egységcsomagokban kapható, részletes használati utasítással együtt.

Uresch F. (Győr)