
MÓDSZERISMERTETŐ

Szerkeszti: Draskovics Imelda

ÉLELMISZEREK ÖSSZES BALLASZTANYAGAINAK MEGHATÁROZÁSA

L 00.00-18

1988. december

1.) A cél és az alkalmazás köre

Ez a hivatalos eljárás az élelmiszerek összes ballasztanyaga meghatározására enzimes-gravimetriás eljárást ír le.

2.) Fogalommeghatározás

Az 1. szakaszban megnevezett termékek összes ballasztanyagai alatt a szerves összetevőknek az itt leírt eljárással nyert részarányát értjük, amely az elemzés feltételei mellett alkalmazott enzimek által hidrolízist nem szenvedtek. Ezek között elsősorban az oldhatatlan és oldható nem keményítő szerkezetű poliszacharidokról (cellulózokról, hemicellulózokról, pektinanyagokról, hidrokolloidokról) és a ligninről van szó.

Az összes ballasztanyag-tartalmat g/100 g szárazanyagban adjuk meg. Egyes esetekben ajánlatos ezt a tartalmat nem szárazanyagra vonatkoztatni.

3.) Rövid leírás

A vizsgálatot mindenkor két, tömegükben egymástól csak kissé eltérő párhuzamos mintán végezzük.

A minta anyagát hőálló α -amilázzal kezeljük, ezáltal a keményítő elcsirizesedik és részben elbomlik. Proteáz hozzáadásával a fehérje bomlik le és ezt követően amilo-glukozidázzal a maradék keményítő is lebomlik. Az oldható ballasztanyagot többszörös mennyiségű etanollal ($v/v=95\%$) kicsapjuk, a csapadékot szűrjük és alkalmas módon kimossuk. A maradékot ezt követően szárítjuk és mérjük.

Az első mintamennyiség maradékában — Kjeldahl szerinti — nitrogén meghatározással a fehérjét, a második mennyiségéből a hamut határozzuk meg. A két maradék középértékből a fehérje, a hamu és a vakpróba értékének levonásával kapjuk a termék összes ballasztanyag-tartalmát.

4.) Vegyszerek

Amennyiben nincs más előírás, akkor analitikai tisztaságú vegyszereket kell használni. A vizet vagy desztillálni kell, vagy annak megfelelő tisztaságúnak kell lennie.

4.1. Celite 545, tisztított és izzított

4.2. Aceton

4.3. Etanol, $v/v=95\%$

4.4. Etanol, $v/v=78\%$

Az etanol (a 4.3. szakasznak megfelelő) vízzel 4+1 arányban elegyítjük.

4.5. Petroléter, 40—60°C forrásponttartományú

4.6. Nátrium-hidroxid oldat, $c=0,275$ mol/l

11,0 g nátrium-hidroxidot kb. 700 ml vízben oldunk és 1000 ml-re töltünk fel.

4.7. Sósavoldat, $c=0,350$ mol/l

350 ml sósavat ($c=1$ mol/l) vízzel 1000 ml-re töltünk fel.

4.8. Jód oldat, $c=0,05$ mol/l (0,1N)

1,28 g jódot és 2,0 g kálium-jodidot 100 ml vízben oldunk. Ezt az oldatot használat előtt vízzel 1+99 arányban töltjük fel.

4.9. Foszfát puffer oldat, $c=0,08$ mol/l, $pH=6,0$ 1,4 g dinátrium-hidrogén-foszfátot, Na_2HPO_4

(vagy 1,753 g dinátrium-hidrogén-foszfát-dihidrátot, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) és 9,68 g nátrium-dihidrogén-foszfát monohidrátot, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (vagy 10,94 g nátrium-dihidrogén-foszfát-dihidrátot, $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) kb. 800 ml vízben oldunk. Ezt követően a pH-értéket ellenőrizzük és az oldatot vízzel 1000 ml-re töltjük fel.

4.10. Foszfát puffer oldat, pH=4,0

A 4.9. szakasz szerint készült foszfát puffer oldat 100 ml-ét foszforsavval pH=4,0-ra állítjuk be.

4.11. Enzimek

A következőkben felsorolt enzimek kereskedelemben „Kit” formában kaphatók (pl. Fa. Sigma, Kit-Nr. TDF-100) idegen aktivitásra előzetesen ellenőrzöttek.

4.11.1. α -amiláz szuszpenzió, hőálló (pl. Sigma A 0164) A szuszpenzió 4°C-on legalább 1 évig eltartható. Az enzim aktivitását 3 havonta a következők szerint kell ellenőrizni (gyorsvizsgálat): — 50 ml-es főzőpohárban 1 g natív búza- vagy kukoricakeményítőt 15 ml hideg vízben szuszpendálunk

— mágneses keverőt helyezünk bele és fűtőlapon forrásig melegítjük, amíg sűrűn folyós oldatot képez

— 100 μl α -amiláz szuszpenziót adunk hozzá stopperórás ellenőrzés mellett, 10 mp után az oldatnak simává kell válnia

— ennek az oldatnak 1 ml-ét 2 perc után 1 ml kénsavat (0,5 mol/l=1 N) tartalmazó kémcsőbe pipettázunk

— lehűtve néhány csepp jódot oldatot (4.8. szakasz szerinti) adunk hozzá.

A vizsgálatnak negatívnak kell lennie, ellenkező esetben az aktivitást 150 μl α -amiláz szuszpenzió vizsgálatával kell ellenőrizni. Ha a kék vagy a piros színeződés megmarad, akkor az enzimet ki kell cserélni.

4.11.2. Proteáz (pl. Sigma P 3910), fagyasztva szárított, 7—15 V/mg¹ aktivitásmaximum pH=7,5-nél 60°C-on. Az enzim 0°C-on egy évig eltartható. Az enzim aktivitását háromhavonta a következők szerint kell ellenőrizni (gyors vizsgálat):

— 100 ml-es főzőpohárban 1 g nátrium- vagy kalcium-kazeinátot 60 ml vízben szuszpendálunk és mágneses keverőt helyezünk bele

— a főzőpoharat keverővel 60 °C hőmérsékletű vízfürdőbe helyezzük

— a pH értéket 7,5-re állítjuk be (pH mérővel) és 5 mg protázt adunk hozzá

— bürettából folyamatosan nátrium-hidroxid oldatot (0,1 mol/l=0,1 N) adagolunk azáltal a pH értéke 7,5-nél marad

10 perc után az adagolt NaOH oldat mennyiségének pontosan 6 ml-nek, vagy ennél nagyobb-nak kell lennie. Egyébként a vizsgálatot 10 mg proteázzal kell megismételni. Ha az adagolt NaOH oldat mennyisége még mindig 6 ml alatt marad, akkor az enzimet ki kell cserélni.

4.11.3. Amilo-glükózidáz szuszpenzió (pl. Sigma A 9913) 1200—3000 V/ml.

A szuszpenzió 4°C-on legalább egy évig eltartható.

Az enzim aktivitását háromhavonta a következők szerint kell ellenőrizni:

— 50 ml-es főzőpohárban 1 g oldható keményítőt szuszpendálunk 15 ml foszfát-puffer oldatban (pH=4,0)

— mágneses keverőt helyezünk bele és fűtőlapon keverés közben forrásig melegítjük

— a főzőpoharat keverővel 60 °C hőmérsékletű vízfürdőbe helyezzük

— amint a 60 °C hőmérsékletet elérjük, 300 μl amilo-glükózidáz szuszpenziót adunk hozzá

— az oldat 1 ml-ét 15 perc után néhány csepp jódot oldatot (4.8. szakasz) tartalmazó kémcsőbe pipettázunk

Az oldat színének piros/barnáról narancs/sárgára kell változnia. Ha a szín kék marad, akkor az enzimet ki kell cserélni.

¹ Nemzetközi egységben (IV) adják meg az enzim mennyiségét (aktivitását), amely szabványos feltételek mellett (többek között 25°C hőmérsékleten) 1 μ -mol szusztrátum átalakulását katalizálja percenként.

5.) Készülékek és segédanyagok

5.1. Szűrőtégely (üvegtegely szűrőréteggel) 40 mm-es átmérővel, a porozítás 40—90 μm (G2)

Megjegyzés: a meghatározásra való előkészítés a 7.2. szakasz szerint: a tisztított tegelyt $0,9 \pm 0$ Celite 545-tel rétegeljük, éjszakán át 102 ± 2 °C-on szárítjuk, lehűlésre és tárolásra exszikkátorba helyezzük. 30 mm átmérőjű szűrőtégely (G2) és 0,5 g Celite is alkalmazható. Természetesen akkor a szűrés hosszabb ideig tart.

5.2. Tégelykemence, 525 °C-ra beállítható

5.3. Vízfürdő, forrás hőmérsékletére és 60 °C-ra termosztálható, keverőrendszerrel mind-egyik főzőpohár részére (mágneses keverő, vagy rázókészülék)

5.4 Főzőpohár, 400 ml-es, magas alakú

6.) Mintavétel

6.1. Mintavétel, vizsgálati terv

(a hatósági gyűjtemény keretében még nem áll rendelkezésre)

7.) A vizsgálat végrehajtása

7.1. A minta előkészítése

A $>0,3$ mm-es részecskeméretű mintákat, amelyek vízben nem oldhatók, vagy mozsárban nem apríthatók, laboratóriumi szitás malommal őröljük. A nagy víztartalmú élelmiszereket az őrlés előtt homogenizáljuk és szárítjuk, vagy liofilizáljuk. Abból a célból, hogy a ballasztanyag-tartalmat szárazanyagra tudjuk számítani, a minta nedvességtartalmát az élelmiszere, vagy az élelmiszercsoportra a hatósági gyűjteményben mindenkor közölt eljárással kell meghatározni.

Megjegyzés: általában a minta zsírtalanítása nem szükséges. Ha nagy zsírtartalom megakadályozza a rendes őrlési eljárást, akkor a zsírt a következő módon kell extrahálni:

100 ml-es főzőpohárba mintegy 10 g, 1 mg pontossággal bemért mintát teszünk és 20 ml petroléterrel mágneses keverővel 15 percig keverünk. Ezután legalább 1 percig hagyjuk állni. A tiszta petroléteres oldatot dekantáluk és az extrakciót további 15 ml petroléterrel a leírtak szerint megismételjük. A főzőpohárban maradt mintát vákuum-száritószekrényben 70 °C-on szárítjuk, ezt követően mérjük (a tömegvesztiséget az összes ballasztanyag számításánál figyelembe kell venni!) és őröljük.

7.2. Az összes maradék meghatározása

Megjegyzés: a következő szakaszokban leírt meghatározásokhoz (összes maradék, fehérje és keményítő) minta nélkül azonos feltételek mellett kétszeresen kivitelezett vakpróba meghatározást kell végezni. Új vegyszerek felhasználása esetén a meghatározásokat mindenkor újra el kell végezni.

Két 400 ml-es főzőpohárba egyenként 1 g mintát 0,1 mg pontossággal bemérünk — a két mintamennyiség között az eltérés nem lehet nagyobb 20 mg-nál — és 50 ml foszfát-puffer oldattal ($\text{pH}=6,0$) elegyítjük.

Megjegyzés: a nagy víztartalmú minták esetén 1 g szárazanyag-tartalomnak megfelelő mennyiséget kell bemérni. Savas termékek (pl. gyümölcsök) esetén a pH értéket mérni kell $<5,8$ mér érték esetén NaOH oldattal ($0,275 \text{ mol/l}=0,275 \text{ N}$) $\text{pH}/6,0$ -ra állítjuk be. Ennek során a pH-elektódot lehetőleg kevés vízzel öblítjük le, hogy az összterfogat (70 ml) tömegre vonatkozó változásait elkerüljük.

A keményítő elcsirizsesítésére 100 μl α -amiláz szuszpenziót adunk hozzá, a főzőpoharat alumínium fóliával fedjük, 15 percig forró vízfürdőbe állítjuk és közben 5 percenként megrázzuk.

Megjegyzés: sekély vízfürdő esetén az inkubációs idő 30 percire is meg lehet hosszabbítani, hogy a főzőpohár tartalma a 100 °C hőmérsékletet biztosan felvegye.

Lehűlés után a pH értéket 10 ml NaOH oldat hozzáadásával ($0,275 \text{ mol/l}=0,275 \text{ N}$) $7,5 \pm 0,2$ -re állítjuk be.

A fehérje lebontása érdekében 5 mg proteázt, vagy 1 ml foszfát-pufferben ($\text{pH}=6,0$) 50 mg enzimet tartalmazó 100 μl oldatot adunk hozzá, a főzőpoharakat alumínium fóliával fedjük és

állandó keverés mellett 30 percig 60 °C hőmérsékletű vízfürdőn tartjuk. Lehűlés és 10 ml sósav oldat (0,350 mol/l=0,350 N) hozzáadása után a pH értéket mérjük. Szükség esetén csepenként savat adagolva pH=4,3—4,7 közötti értékre kell beállítani. Ezt követően a maradék keményítő lebontása érdekében 300 µl amilo-glükozidáz szuszpenziót adunk hozzá, a főzőpoharakat ismét alumínium fóliával fedjük és 30 percig folyamatos keverés vagy rázás közben 60 °C hőmérsékleten inkubáljuk.

Az oldható balaszanyagokat 280 ml előzetesen 60 °C-ra felmelegített etanollal (v/v=95%) kicsapjuk és a főzőpoharakat a csapadék kialakulása érdekében 1 óra időtartamra szobahőmérsékleten hagyjuk állni. Az etalonos oldatokat ezt követően enyhe vákuummal szűrjük (a maradékot nem szabad ismét szuszpenzióba vinni!) és a mindenkori maradékot kis részletekben etanollal (v/v=78%) fecskendezőpalackkal kvantitatív az 5.1. szakasz szerint előkészített és 0,1 mg pontossággal elmért szűrőtégelybe mossuk. A szűrőtégelyben található maradékot mindenkor 3x20ml (v/v=78%) és 2x10ml (v/v=95%) etanollal öblítjük.

Megjegyzés: a termék természete következtében ragacsos maradék képződhet, amely a szűrést jelentősen lassítja. A Celite felület spatulával történő enyhe megkaparásával a szűrés gyorsítható.

A maradék zsír eltávolítására 3x10 ml acetonnal és 2x10 ml petroléterrel kimossuk. Az oldószert eközben minden alkalommal 1—2 percig rendes nyomáson a maradékkal érintkezésben hagyjuk, mielőtt a vákuumot ismét létrehozuk. A szűrőtégelyt a maradékkal szárítószekrényben 102±2 °C-on éjszakán át szárítjuk, exsikkátorban hagyjuk kihűlni és 0,1 mg pontossággal lemérjük.

7.3. A fehérje meghatározása

A szűrőtégely egész maradékát kis Kjeldahl lombikba visszük át és a nitrogén-tartalmat Kjeldahl szerint határozzuk meg. 6,25-ös tényezővel történő szorzással a fehérje-tartalmat mg-ban számítjuk ki.

Megjegyzés: feltáráscsőcskék használata (pl. Büchi rendszer) esetén a leülepedő Celite miatt forráskésleltetés következhet be, amely néhány forró hozzáadásával, üveggyöngy helyett, megakadályozható. A forrókövek eddigi ismereteink szerint nem tartalmaznak nitrogént.

7.4. A hamu meghatározása

A második maradékot a szűrőtégelyben 525°C-os tégelykemencében 5 óra hosszat elhamvasztjuk. A szűrőtégely eltörésének megakadályozására a tégelykemence hőmérsékletét legfeljebb 150 °C-ra állítjuk be és csak ezután emeljük 525°C-ra. A hamvasztás után a tégelyt előbb kemencében 200 °C-ra lehűtjük és ezt követően 1 órára exsikkátorba helyezzük. Ezután lemérjük és a hamu-tartalmat mg-ban számítjuk.

Megjegyzés: Ha a vakpróbákra negatív hamu értéket kapunk, ez azt jelenti, hogy szűrőrészor (7.2. szakasz) Cetile-vesztés, vagy a Cetile nem kielégítő szárítása következett be. Ha ez az 5 mg-ot meghaladja, akkor a tégelyt ki kell cserélni. A ténylegesen kapott hamu értéket (a negatívot is) számításnál fel kell használni. Lehetséges G3 tégely használata is. Ebben az esetben a szűrés tovább tart.

8. Kiértékelés

8.1. Számítás

Az összes ballasztanyag-tartalmat w^2 g/100 g minta dimenzióban a következő képlet szerint számítjuk:

$$w = \frac{\frac{m_{R1} + m_{R2}}{2} - m_P - m_A - m_B}{\frac{m_1 + m_2}{2}} \cdot 100$$

² w = tömegrés

ahol:

m_{R1} , m_{R2} a maradék tömege, mg

m_P a maradék fehérje-tartalmának tömege, mg

m_A a maradék hamu-tartalmának tömege, mg

m_B a vakpróba értéke, mg

amelyben:

$$m_B = \frac{m_{R1vak} + m_{R2vak}}{2} - m_{Pvak} - m_{Avak}$$

m_1 , m_2 bemért minta, mg

Az eredményt egy tizedes pontossággal kell megadni.

8.2. Az eljárás megbízhatósága

A következő adatokat az alábbi táblázatban felsorolt termékek körvizsgálata során nyerték.

8.2.1. Ismételhetőség (r)

8.2.2. Összehasonlíthatóság (R)

	$\bar{x}$	r	R
	g/100g		
teljes gabonapép gyümölcsökkel	2,41	0,64	1,09
reggeli gabonakeverék	10,88	0,34	1,04
főzelékkészítmény	19,80	0,87	0,90

9.) Vizsgálati bizonylat

A vizsgálati bizonylatban erre a hatósági eljárásra történő utalással legalább a következőket kell közölni:

- a minta megnevezését, származását, jelölését,
- a mintavétel és a vizsgálat időpontját,
- a beérkezés és a vizsgálat dátumát,
- a vizsgálat eredményét.

Az indoklást, ha ettől a hatósági vizsgálati eljárástól eltértek.

10.) Tájékoztatások és utalások

A hatósági gyűjtemény bevezető részében az „Útmutató az eljárások szerkesztéséhez” keretében közölt általános tájékoztatásra utalunk. Ez a hatósági eljárás szakmailag lényegében egyezik a Svájci Élelmiszerkönyvben megjelent és körvizsgálatban összesen 15 résztvevővel vizsgált 22/8.1. „Összes élelmi rostok meghatározása” eljárással.

Az oldhatatlan és oldható szerves ballasztanyagok elválasztó meghatározása további vizsgálatokra ajánljuk a módosított AOAC, vagy a módosított berlini eljárás alkalmazását.

IRODALOM

1. Schweizer, T. F.: Fortschritte in der Bestimmung der Nahrungsfasern. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 75:469—483 (1984)

2. Prosky, L. et al: Determination of total dietary fiber in foods and food products. Collaborative study. JAOAC 68:677—679 (1985)
3. Schweizer, T. F. et al: Ringversuch zur enzymatisch-gravimetrischen Bestimmung der Gesamtnahrungsfasern in Lebensmitteln. Mitt. Geb. Lebensmittelunters. Hyg. 79:57—68 (1988)
4. Rabe, E. et al: Vergleichende Bestimmungen von unlöslichen, löslichen und Gesamtfaserstoffen in Getreideerzeugnissen. Getreide, Mehl und Brot 42:297—305 (1988)

(Szarvas Tibor)

KLORID MEGHATÁROZÁSA A KONYHASÓ-TARTALOM KISZÁMÍTÁSÁRA KENYÉRBEN, VALAMINT KENYÉRTÉSZTÁBÓL KÉSZÍTETT SÜTEMÉNYEKBE

L. 17.00-6

1982. május

1.) A cél és az alkalmazás köre

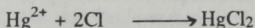
Ez a hivatalos eljárás a klorid-tartalom meghatározását írja le és ennek számítását a konyhasó-tartalomra kenyérben, beleértve a kenyértésztából készített süteményeket is.

2.) Fogalommeghatározás

Az 1. szakaszban megnevezett termékek konyhasó-tartalma alatt az itt leírt eljárás szerint nyert nátrium-kloridra számított klorid-tartalmat értjük. Szárazanyag 100 g-jában lévő konyhasó-tartalmat g-ban adjuk meg, de egyes esetekben ajánlatos ezt a nem szárazanyagra vonatkoztatott anyagra (a termékre) közölni.

3.) Rövid leírás

Az L. 17.00-1 „A kenyér, valamint kenyértésztából készített sütemények szárítási veszteségeinek meghatározása” után az előszárított és finomra aprított mintát (hamvasztás nélkül) vízzel extraháljuk, derítjük és a kloridot salétromsavas oldatban higany-nitráttal titrimetriásan a következő elv szerint határozzuk meg:



A higany(II)-ionok a klorid-ionokkal jól oldódó, de alig disszociáló komplexet képeznek. A titrálás végpontját nátrium-pentaciano-nitrozil-ferrát(II) „nitroprusszid-nátrium” jelzi, amely a Hg^{2+} -nal nehezen oldható higany-nitroprusszidot (fehér, opalizáló zavarodást) képez. A meghatározást nem szárított anyaggal is végre lehet hajtani.

4.) Vegyszerek

Analitikailag tiszta vegyszereket kell használni. A vizet vagy desztillálni kell, vagy annak megfelelő tisztaságúnak kell lennie. „Oldat” alatt vizes oldatot kell érteni.

4.1. nátrium-pentaciano-nitrozil-ferrát(II) „nitroprusszid-nátrium” $\text{Na}_2/\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}/2\text{H}_2\text{O}$, porítva vagy oldatban ($\rho = 4 \text{ g}/100 \text{ ml}$)¹

4.2. salétromsav $c \approx 2 \text{ mol/l}$ (kb. 2 N)²

1 ρ = tömegkoncentráció

2 c = anyagkoncentráció

4.3. Carrez-oldat I.

Kálium-hexaciano-ferrát(II) $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$

($\rho = 150 \text{ g/l}$)

4.4. Carrez-oldat II.

Cink-acetát oldat $Zn(CH_3COO)_2 \cdot 2H_2O$ ($\rho = 230 \text{ g/l}$)

4.5. Higany(II)nitrát mérőoldat $c=0,05 \text{ mol/l}$ (0,1N)

5.) Készülékek és segédeszközök

5.1. Félmikro-büretta, 10 ml-es, 0,02 ml-es osztású

5.2. Rázókészülék, vagy mágneses keverő

5.3. Bothomogénizátor (a nem szárított minták meghatározásához)

6.) Mintavétel

6.1. Mintavétel, vizsgálati terv

(a hatósági gyűjtemény keretében még nem áll rendelkezésre)

6.2. Mintavételi technika

Különösen sóval megszórott termékek esetén figyelemmel kell lenni arra, hogy a minta reprezentatív legyen.

7.) A vizsgálat végrehajtása

7.1. A minta előkészítése

A mintát az L 17.00-1 „A kenyér, valamint kenyértésztából készített sütemények szárítási veszteségének meghatározása” szerint előszárítjuk és finomra aprítjuk.

7.2. Meghatározás

Előzetes megjegyzés: a bemérést a várható nátrium-klorid-tartalom szerint mindig úgy kell változtatni, hogy a titrálandó oldat 40—50 mg, legfeljebb 55 mg nátrium-kloridot tartalmaz, ennek megfelelően a higany(II)nitrát mérőoldatból legfeljebb 9,4 ml fogyjon ($0,05 \text{ mol/l} = 0,1 \text{ N}$). A használatos készülék klorid-mentességére ügyelni kell.

10—20 g-nyi minták alkalmas főzőpohárba $0,01 \text{ g}$ pontossággal bemérünk, vízzel elkeverjük, 200 ml-es mérőlombikba mennyiségileg átmossuk és mintegy 15 percig rázzuk, vagy keverjük. Ezután 5—5 ml Carrez I. és Carrez II. oldattal derítjük, 20°C -on jegig töltjük fel, hathatósan összerázzuk és redős szűrőn szűrjük. 100 ml-es Erlenmeyer lombikba, vagy megfelelő főzőpohárba 25,0 ml derített (!) szűrlethez 5 ml salétromsavat és mintegy 40 mg nátrium-pentaciano-nitrozilferrát(II)-ot adunk, az oldatot jól átkeverjük. Állandó mozgítás közben higany(II)nitrát mérőoldatot ($0,05 \text{ mol/l} = 0,1 \text{ N}$) adunk a vizsgálandó oldathoz, fehér opalizáló zavarodás első megjelenéséig, amelynek még 3 perc után is felismerhetőnek kell lennie. A végpont jobb felismerése érdekében a térfogatos meghatározást fekete alátét és fekete háttér (fekete papír, fekete csempelap) alkalmazásával kell végezni. Az előbb leírtakkal azonos módon vakpróbával kell meghatározást végezni, ahol a nyert szűrlet helyett 25,0 ml vizet kell használni.

8.) Kiértékelés

8.1. Számítás

A w kloridtartalmat a minta szárazanyagra vonatkozó 100 g-ra kifejezett konyhasó (NaCl) g-tartalmára a következő képlet szerint számítjuk ki:

$$w = \frac{(a-b) \cdot 0,0058448 \cdot F \cdot 100}{m \cdot (100 - W_2)}$$

ahol:

a a higany(II)nitrát mérőoldat fogyasztása a mintára, ml

b a higany(II)nitrát mérőoldat fogyása a vakpróbára ml
 F hígítási tényező (a titrálandó oldat hányad része az összetérfogotnak)
 m bemérés, g
 w_2 szárítási veszteség g/100 g-ban az utólagos szárításkor (ld. az L 17.00-1 „A kenyér, valamint kenyértésztából készített sütemények szárítási veszteségének meghatározása” eljárás 8.1. szakaszát)

1 ml higany(II)nitrát mérőoldat ($0,05 \text{ mol/l} = 0,1\text{N}$) 5,8448 mg nátrium-kloridnak felel meg.

8.2. Az eljárás megbízhatósága

8.2.1. Ismételhetőség (r)

		pirított kenyér	kenyér	
	r	0,05 g/100 g	0,06 g/100 g	
	s_r	$\pm 0,02 \text{ g/100 g}$	$\pm 0,02 \text{ g/100 g}$	

8.2.2. Összehasonlíthatóság (R)

		pirított kenyér	kenyér	
	R	0,10 g/100 g	0,09 g/100 g	
	S_r	$\pm 0,04 \text{ g/100 g}$	$\pm 0,03 \text{ g/100 g}$	

9.) Vizsgálati bizonylat

A vizsgálati bizonylatban erre a hatósági eljárásra történő utalással legalább a következőket kell közölni:

- a minta megnevezését, számozását, jelölését,
- a mintavétel módját és időpontját,
- a beérkezés és a vizsgálat dátumát,
- a vizsgálat eredményét.

Az indoklást, ha ettől a hatósági vizsgálati eljárástól eltértek.

10.) Tájékoztatások és utalások

Ezt a „Szövetségi Élelmiszertörvény 35-a végrehajtására létrehozott Szövetségi Egészségügyi Hatóság bizottságának”, a „Kenyer és péksütemények” munkabizottsága által kidolgozott eljárást körvizsgálattal ellenőrizték.

Ez a hatósági eljárás lényegében megegyezik a „Konyhasó meghatározás sütőporokban, lisztben, kenyérben és más süteményekben és tésztákban” módszerrel, amely megjelent a gabonákra, lisztkekre és kenyérre vonatkozó szabványos eljárások között (5).

Az itt leírt eljárás időközben bevált az összes sütőipari terméken kívül más, különféle élelmiszerek esetében is, és azzal jellemezhető, hogy a klorid meghatározását hamvasztás nélkül, közvetlenül — természetesen teljesen derített — a mintaoldatból le lehet végezni. Ez az egyszerű titrálás (visszatitrálós eljárás helyett) ennek következtében azt az előnyt nyújtja, hogy erősen savas közegben a gyakori kísérőanyagok (pl. foszfátok) zavaró hatása nélkül éles végpontot ad (a higany(II)-ionokkal ugyancsak reagáló más: halogén és halogénszerű ionok többnyire nincsenek jelen, vagy elhanyagolhatók). A klorid titrálás pontosabbá tételét célzó Bode-féle vizsgálatok (6) szerint a következő feltételek betartása előnyös: az oldat térfogata 25—60 ml,

vagyis lehetőleg híg ne legyen, a nitroprusszid-nátrium indikátor 40—80 mg-os mennyiségét vagy szilárdan, vagy barna üvegben tárolt oldatból adagoljuk, azt a fény hatásától védve tároljuk és hetente újat készítsünk.

A salétromsavas savanyítás ezzel szemben kevésbé döntő: 2—10 ml 2 N salétromsav ($c \approx kb. 2 \text{ mol/l}$) eltérő adagolása nem befolyásolja a meghatározást. A meghatározásra kerülő nátrium-klorid mennyiség 40—55 mg között legyen. Ebben az esetben az elkerülhetetlen indikátorhibát, amennyire lehet, korlátozzuk. Ezt figyelembe vesszük, amikor a vakpróba meghatározását elvégezzük és annak eredményét az értékelésbe bevonjuk.

A színreakció kívánta átcsapási ponttal összehasonlítva a „fehér, opalizáló zavarodás első lépéseként” biztos felismerése — még fekete alátét és háttér alkalmazása esetén is — kezdetben bizonyos nehézségeket okoz. Összehasonlító vizsgálatok előtt ezért begyakorlás szükséges.

IRODALOM

1. Votocek, E.: Chemiker-Zeitung 42:257 (1918)
2. Rotsch, A.: Brot und Gebäck 7:39 (1953)
3. Meyer, H.: Deutsche Lebensmittel-Rundschau 58:138 (1962)
4. Schneider, E.: Mineralstoffe. 1. Die gemeinsame Bestimmung von Chlorid, Sulphat aus einem Ansatz, in: Handbuch der Lebensmittelchemie, II/2, S. 7. Springer, Berlin, 1967.
5. Arbeitsgemeinschaft für Getreideforschung: Standardmethoden für Getreide, Mehl und Brot. 6. Auflage, S. 198. Verlag Moritz Schäfer, Detmold 1978.
6. Brode, H.: Bericht über Versuche zur Bestimmung des Cl-Gehaltes von NaCl -Lösungen durch Titration mit $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -Lösung und „Natriumnitroprussitat“ als Indikator, unveröffentlichte Arbeit im Auftrag der „Kommission des Bundesgesundheitsamtes zur Durchführung des 35 LMBG“ und mit Unterstützung des Bundesgesundheitsamtes. Berlin, Februar 198.

(Szarvas Tibor)

Új komplex minősítő módszer a vállalati minősegbiztosítási rendszerben!

A G/8-as kutatási program keretében tudományosan megalapozott minősítő rendszer került kidolgozásra az ÁÉSZ Élelmiszervizsgáló Intézetben (Bp. XI., Mester u. 81., telefon: 133—63—68). A rendszer számszerű információt tud szolgáltatni Commodore 64/128 vagy IBM típusú számítógépes program támogatásával az élelmiszerek minőségének objektív megítéléséhez.

A termék minőségét olyan matematikai egyenlettel fejezi ki, amelyben a termék tulajdonságai mint az egyenlet változói szerepelnek. A termékminőséget tükrözö természetes laboratóriumi adatokból (elektronikus labornapló) transzformált értékek mind a közvetlen termelésirányítás, mind a felsőbb vezetési szintek számára megbízható, pontos objektív értékelést ad. A számítógépen feldolgozott és értékelt adatok igény szerint tetszőlegesen rendelkezésre állnak, a rendszer az ipari gyakorlatban sikeresen alkalmazott egyben alapul szolgál a vállalati minőségi bérezéshez is.

A komplex minősítő módszer továbbfejlesztett válfaja a külföldi ipari gyakorlatban is használt módszereknek (pl. NSZK), alkalmazása hazai referencia üzemben napi gyakorlat.

EURO-FOOD-CHEM VI. Konferencia

1991. szeptember 23—25, Hamburg

Az Európai Kémikus Egyesületek Szövetségének Élelmiszerkémiai Munkabizottsága (FECS—WPFCh) és a Német Élelmiszerkémiai Társaság (Lebensmittelchemische Gesellschaft, Fachgruppe in der Gesellschaft Deutscher Chemiker) címben jelzett rendezvényén a következő témakörben kerülnek sorra előadások, illetve poster bemutatók:

1. Az élelmiszertörvény és élelmiszerellenőrzés problémái az EGK-ban.
2. Új járulékos- és adalékanyagok az élelmiszerekben.
3. Analitikai módszerek fejlesztése és szabványosítása az ipari önellenőrzés és a hatósági ellenőrzés részére
 - Nyersanyagok
 - Félkésztermékek
 - Késztermékek
4. Környezetszennyezés és élelmiszerminőség

Az előadások időtartama 15 perc. Mind az előadások, mind a poszterek abstract-jait 1991. V. 31-ig kell benyújtani. Ezek külön kiadványban fognak megjelenni, amelyet a konferencia résztvevői megkapnak a konferencia kezdetekor. A részvételi díj 300,— DM.

A konferencia hivatalos nyelvei: német, angol.

A rendezvény szervezői:

Prof. Dr. W. Baltes

Institut für Lebensmittelchemie der Technischen Universität Berlin, Strasse des 17. Juni 135. D—1000 Berlin 12.

Phone: (30) 314-2 22 26-7 27 01

Gesellschaft Deutscher Chemiker Abteilung Tagungen

P.O. Box 90 04 40, Varrentrappstr. 40—42., D—6000

Frankfurt am Main 90

Phone: (69) 79 17-360/366

Jelentkezési lapok és részletesebb információ kapható: Budapesti Műszaki Egyetem, Biokémiai és Élelmiszertechnológiai Tanszék, Dr. Lásztty Radomir egyetemi tanár, tanszékvezető

Tel.: 166-6325

Kiadja: az Amicus Kiadó
Felelős kiadó: Tóth Endre
Szerkesztő: Dr. Molnár Pál
Szerkesztőség: Budapest II., Herman Ottó út 15.
Előfizetési díj: 1 évre 260,— Ft.
Külföldön terjeszti a Kultúra Külkereskedelmi Vállalat
H—1389 Budapest, Postafiók 141
Index: 26212