

Quassin természetes keserítőanyag meghatározása tonik üdítőitalokban

WITTMAN János és RESZEGI Csaba

Hajdú-Bihar megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás

Érkezett: 1990. június 8.

A fogyasztó érdekében a címben említett keserítőanyagra is rögzítették a legmagasabb megengedhető értéket a tonik szénsavas üdítőitalokban (1,5 mg/l). Miután 2-3 éve nálunk is forgalmazznak ilyen keserítőanyaggal készített tonik üdítőitalokat, ezért indokoltnak láttuk, hogy vizsgálati módszert dolgozzunk ki ezen ízanyag meghatározására.

A módszer megválasztásánál fontosnak tartottuk, hogy hálózatunkban valamennyi állomásnál rendelkezésre álló eszközzel lehessen vizsgálni, ill. mérni a fenti ízanyagot. Ezen eszköz az ultrabolya tartományban is mérő spektrofotométer.

Az Országos Élelmezési- és Táplálkozástudományi Intézet rendelkezésünkre bocsátotta a tonik aromát előállító cég (Narden) idevonatkozó vizsgálati előírását. Ezen vizsgálati előírás csak az aromakonzentrátumra vonatkozik, de nem vonatkozik a késztermék tonik üdítőitalokra. A késztermékben ugyanis egyéb anyagokat (cukor, sav stb.) nem számítva tartósítzerként benzooesav vagy szorbinsav is jelen van, melyek jelenléte az említett leírás szerint nem teszi lehetővé a mérést, hiszen ezek konzerválószerként mintegy két nagyságrenddel nagyobb fényelnyelést okoznak.

Anyagok és módszerek

Olyan izolálási technikát kellett alkalmaznunk, mely a konzerválószernek zavaró hatását teljesen kiküszöböli. A megfelelő technika megválasztásához mindezek előtt meg kellett ismerni a szóban forgó anyag quassin tulajdonságait (lásd 1. 2. 3. 4. szakirodalmi hivatkozásokat). Ezekből a referenciákból megtudtuk egyebek között, hogy a quassin összegképlete $C_{22}H_{30}O_6$. Kémiai neve 2,12-dimetoxi-picrasa-2,12-dién-1,11,16 trion, mólsúly 388,44 (C=68,02%, H=7,27%, O=24,71%) a Quassin amara L (Surinam Quassia) vagy a Picrasma excelsa (Jamaica Quassia) egyik keserű anyaga. Nagyon keserű, híg mentolból szögletes lapokban kristályosodó anyag ($O_p=222^\circ C$). UV max. 255 nm-nél moláris extinkciós koefficiense 11650. A Quassin vizes KOH-val kezelve neoquassiná alakul már $20^\circ C$ -on (16-hidroxi-2,12-dimetoxi-picrasa-2-12-dién-1,11-dion), mely oxidációval Quasinná alakítható. A neoquassin UV max.

308,6 nm moláris extinkciós koefficiense 12040. Ez keskeny lapokban kristályosodik.

1 g quassin 60 ml 3,5%-os sósavban 1,5 órán át történő refluxálás után 2 n vizes NaOH-val neutralizálva 0,56 g norquassin-t ad, mely vegyület alkoholos vas(III)-klorid oldattal vöröses-ibolya szineződést mutat.

1 g neoquassin 6 ml cc HCl és 54 ml vízzel 1/2 órán át való refluxálás után 0,34 g norneoquassin-t ad, és ez mély ibolya szineződést mutat az alkoholos vas(III)-kloriddal.

Anhidroquassin-t 2 órán át 4%-os etanolos KOH-ban refluxálva, lehűtve ecetsavval savanyítva izoanhidroquassin keletkezett, melynek op-ja 238°C, UV abszorpciós max. 272 és 290 nm-nél moláris extinkciós koefficiensei 10260 és 10780.

180 kg Quassin amara fát extraháltak 10 kg-os tételekben, tételenként 3 x 35 l forró vízzel. A nyers terméket híg metanolban kristályosították és 120 g terméket kaptak, melynek op-ja 179-187°C, mely a quassin és a neoquassin keveréke. Ezeket kromatográfiásan lehet szétválasztani (3). A quassin természetes keserítő anyagok, melyek nem alkaloidok, a legkeserűbb ízhatású anyagok. Így pl. a nyers quassia fa drog keserű értékének meghatározásához 0,750 g porított drogot 200 ml ivóvízzel 60 percig visszafolyós hűtővel főzték, majd szűrték. A szűrletből 12,5 ml-t 500 ml-re töltöttek fel. Így a drogvonattal higítási faktora 40, melyet gyakorlott ízeleők 40 000-nek találták. Ezzel szemben a cortex Chinae drogé, a kinin drogjáé ugyanazon gyakorlott ízeleők által 4000. Ehhez még azt is meg kell gondolni, hogy a cortex Chinae drog keserűanyag-tartalma 7-10 %, míg a quassia drogé csak kb. 0,2 quassin, vagyis magának a quassin-nak a keserű értéke mintegy 2 nagyságrenddel nagyobbak látszik, mint a kininé (4).

Eredmények és értékelés

A szakirodalmi áttekintés és az OÉTI által rendelkezésünkre bocsátott a Narden cég quassin vizsgálatra vonatkozó anyagának figyelembevételével, valamint a rendelkezésünkre bocsátott Narden tonik koncentrátumok vizsgálatára alapján a késztermék tonik szénsavas üdítőitalok quassin-tartalmának meghatározására az alábbiakban ismertetett módszert látjuk a legegyszerűbbnek, legalkalmasabbnak és kivitelezhetőnek hálózatunk valamennyi állomása számára:

100 ml szénsavtalanított üdítőital (a szénsavtalanítás az italnak az egyik edényből a másikba és vice versa való áttöltögetésével szobahőfokon 5-10-szer megoldható) 1-2 csepp fenolvörös indikátor mellett 2 M NaOH-val átcsapásig közömbösítünk, majd még 1-2 csepp lúgot adtunk hozzá a sárgából – vörösbé

való átcsapás után. Ezután 3 x 15 ml kloroformmal extraháljuk a quassin-t és 40 °C-nál nem magasabb hőfokon elpárologtatjuk az oldószert. A száraz maradékhoz 2 ml abszolút etanolt adunk és újra szárazra párologtatjuk 40 °C alatti hőmérsékleten. A lehűlt maradékot 1 ml abszolút etanolban oldjuk, hozzáadunk 9,9 ml vizet és spektrofotométerljük a kapott vizes quassin oldatot vízzel szemben. (A kétszeri szárazra párolás fontos, hogy megszabaduljunk az UV mérést zavaró egyéb aromáktól illat stb. anyagoktól.)

Számolás:

$$E(\text{korr})=2,148 (2 E_{257,5} - E_{245} - E_{270})$$

A korrigált extinkciós érték quassin esetében 301,8

1%

E értékkel

1 cm

$$\text{Quassin \%} = \frac{E(\text{korr}) 1000}{301,8}$$

$E(\text{korr})=0,3018$, ha 1 ml 1%-os quassin oldatból indulunk ki (10 mg quassin) és ezt desztillált vízzel 1000 ml-re hígítva desztillált vízzel szemben spektrofotométerljük a képletben megadott hullámhosszakon. Fentiek szerint vizsgáltuk a már említett és rendelkezésünkre bocsátott két tonik koncentrátumot, melyekre 580, ill. 540 ppm értékeket kaptunk a quassinra (névleges érték 600 ppm). Az általunk javasolt módszer szerint vizsgáltunk két quassinral keserített Gyöngy Tonik üdítőitalt (0,25 és 1 l-es), melyeknél a quassinra 1,0, ill. 1,08 mg/l értéket találtunk. Ezek reális értékeknek tűnnek, mert előírás szerint legfeljebb 1,5 mg/l lehet a quassintartalom.

Irodalom:

1. *Merck Index X.* kiadása 1983, Rohway N.J. USA
2. *E.P. Clark:* J. Am. Chem. Soc. 5, 927 (1937)
3. *E.P. Clark:* J. Am. Chem. Soc. 60, 927 (1938)
3. *London et al.* J. Am. Chem. Soc. (1950) 3431
4. *Martin Luckner:* Prüfung von Drogen. Gustav Fischer Verlag Jena, 1966

Quassin természetes keserítőanyag meghatározása tonik üdítőitalokban

WITTMAN J. - RESZEGI CS.

A szakirodalmi adatok alapján, de vizsgálataink nyomán is láttuk, hogy a quassin természetes keserítőanyag érzékeny hőre, lugos, savas ágensekre, melyek a molekulán belül változásokat okozhatnak és ezek bár úgy tűnik a keserítő képességben nem okoznak észrevehető változást, jelentősen megváltoztatják azonban az ultraibolya fény elnyelési viszonyait. A javasolt módszer szerinti vizsgálatnál ilyen változásokat nem tapasztaltunk. Célszerű azonban a vizsgálatot gördülékenyen és különösen a szárazra párolásokat minél alacsonyabb hőmérsékleten végezni.

Determination of Quassin, a natural bitter principle in tonic soft drinks

WITTMAN J. AND RESZEGI CS.

On the basis of special literature data and our own experiments, the natural bitter principle quassin is sensitive to heat, alkaline and acidic agents, possibly causing changes in its molecular structure. These changes, not affecting the bittering strength, can influence the absorbance of ultraviolet light. Performing the determination according to the method proposed, such changes were not observed. It is recommended, however, to carry out the determination as fast as possible, using low temperature for the evaporation to dryness.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НАТУРАЛЬНОГО ГОРЬКОВАТОГО QUASSIN В ПРОХЛАДИТЕЛЬНЫХ НАПИТКАХ ТОНИК

Я. ВИТТМАН и Ч. РЕСЕГИ

На основе данных технической литературы, и также исходя из проведенных нами испытаний является очевидным, что натуральное горьковатое вещество quassin чувствительно к повышенной температуре, к щелочным и кислотным реагентам, которые могут привести к его внутримолекулярным изменениям и это явление, по вероятности, не приводит к заметному изменению его горьковатой способности, однако, оно значительно может изменить проиходящие в ультрафиолетовом диапазоне условия УФ-го поглощения. Авторы не наблюдали такие изменения при проведении испытаний по предложенному методу. Однако, авторы считают целесообразной оптимализацию проведения испытания, в особенности на фазе упаривания досуха, напр. проведение ускоренного упаривания в вакууме на ротадесном аппарате при этом является необходимым поддержание наиболее низкой температуры.

Bestimmung von Quassin als natürlicher Bitterstoff in Tonik-getränken

Wittman J. und Reszegi Cs.

Es ist bekannt daß Quassin als natürlich Bitterstoff temperatur-, lauge- und säureempfindlich ist, wodurch auch molekulare Änderungen entstehen können. Diese verursachen vermutlich keine Änderungen in der Bitterkeit, können jedoch die UV Absorptionsverhältnisse im ultravioletten Bereich wesentlich verändern. Bei den Untersuchungen mit der vorgeschlagenen Methode wurden solche Änderungen nicht festgestellt. Es ist jedoch zweckmäßig, die Untersuchung rasch durchzuführen und insbesondere beim Eindampfen durch Anwendung von Vakuum zu beschleunigen sowie die Temperatur so niedrig wie möglich zu halten.