

A fűszerpaprika összes festéktartalmának meghatározása a Benedek-féle módszer szerint spektrofotométer felhasználásával II.

JUHÁSZ ERNŐ * ANDRÉ LÁSZLÓ és HORVÁTH GYÖRGY
Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Kecskemét

Érkezett: 1974. július 5.

A cikk első részében leírt spektrofotométeres eljárás (1) munkamenete több ponton eltér az eredeti Benedek-féle munkamenettől. Az alábbiakban az eltérések okait vizsgáljuk és magyarázzuk, végezetül vizsgáljuk a spektrofotométeres módszer reprodukálhatóságát is.

Kísérleti rész

Felhasznált vegyszerek:

Benzol p. a. minőség

Na_2SO_4 vízmentes p. a. minőség

$\text{COCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ p. a. minőség

$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ p. a. minőség

A spektrofotométeres eljárás és a spektrofotométer kalibráló oldat készítését a cikk első részében közöltük (1).

Eredmények

A spektrofotométeres eljárásnál először meg kellett győződni, hogy az eredmények különböző rétegvastag esetén egymásba átszámíthatók-e. Ezért 10 különböző eredetű fűszerpaprikából festékkivonatot készítettünk, és az így kapott oldatok fényelnyerését négy különböző vastagságú küvettában mértük meg.

Minden feltüntetett adat öt mérés átlaga a szórásértékeket a táblázat áttekinthetősége miatt elhagytuk, de a párhuzamos adatokat a korrelációs együttműködés számításánál figyelembe vettük.

A táblázat adatai szerint mind a tíz esetben jó egyezést kaptunk, amit a korrelációs együttható magas értéke is bizonyít, vagyis rétegvastagság változása az eredményt nem befolyásolja.

A továbbiakban az extrakció körülményeit vizsgáltuk. Először, hogy a festék kioldásra bemért mennyiség hatással van-e a mérhető festéktartalomra. Az eredeti Benedek-módszer szerint 0,25 g paprikaport kell az 50 cm³ benzollal extrahálni, és ebből az oldatból ötszörös hígítást készíteni, amely alkalmas a fotométeres mérésre. A módosítás során a hígítás elkerülése miatt a 0,1 g fűszerpaprika kerül extrahálásra és az oldószer összes mennyisége 100 cm³.

Ezért két kísérletsorozatot végeztünk. Az egyikben 6 mintával 4 különböző bemérésű tömeget extraháltunk, (0,05; 0,1; 0,25 és 0,5 g-ot.). (2. tábl.)

* Élelmiszeripari Kutató Intézet, Novi Sad (Jugoszlávia)

1. táblázat

	Mért extinkció				Korrelációs együttható r.
	Rétegvastagság mm				
	5	10	20	50	
1	0,104	0,207	0,388	—	0,9865
2	0,111	0,218	0,412	—	0,9850
3	0,105	0,212	0,404	—	0,9871
4	0,084	0,168	0,340	—	0,9924
5	0,094	0,179	0,376	—	0,9910
6	0,101	0,178	0,356	—	0,9851
7	0,104	0,204	0,410	1,1040	0,9984
8	0,181	0,363	0,730	1,1820	0,9986
9	0,234	0,479	0,928	—	0,9977
10	0,067	0,133	0,267	0,0633	0,9764

2. táblázat

	Bemérés g			
	0,05	0,10	0,25	0,50
1	2,55	2,55	2,53	2,54
2	1,85	1,94	1,93	—
3	0,87	0,83	0,85	—
4	2,37	2,32	2,35	—
5	2,63	2,62	2,63	—
6	2,29	2,37	2,33	2,34

3. táblázat

	0,1 g bemérés		0,25 g bemérés		t	Δ
	átlag g/kg	s	átlag g/kg	s		
1	2,55	0,030	2,53	0,035	0,95	+0,02
2	1,94	0,019	1,93	0,028	0,67	+0,01
3	0,83	0,024	0,85	0,031	1,14	-0,02
4	2,32	0,024	2,35	0,023	2,02	-0,03
5	2,62	0,031	2,63	0,030	0,53	-0,01
6	2,37	0,036	2,33	0,027	2,05	+0,04

A szórásokat a táblázatból elhagytuk a könnyebb áttekinthetőség végett, a szórásértékek $\pm 0,027 \pm 0,029$ g/kg között volt, öt párhuzamos mérés esetében.

A „t” értéke két esetben volt a kritikus érték felett a második és a hatodik mintánál, a 0,05 g-os bemérésnél. Ez arra utal, hogy a bemérés tömegét nem célszerű 0,1 g alá csökkenteni. A kísérlet sorozatot megismételtük, de már csak a 0,1 g-os és 0,25 g-os beméréssel. Ebben az esetben is öt-öt bemérést végeztünk.

Az adatok a 3. táblázatban találhatóak.

Ebben a táblázatban feltüntettük a szórásértékeket és a számított „t” értéket, továbbá a kapott átlagértékek közötti különbséget.

A táblázat adatai szerint a mért értékek között nincs különbség, a „t” értékei nem nagyobbak a 95% statisztikai biztonság kritikus értékénél [(t kritikus = 2,306.)] A két bemérés közötti átlagértékek közötti különbség nem nagyobb, mint 0,04 g/kg.

A továbbiakban azt vizsgáltuk, hogy az előírt benzolmennyiség az összes festéket képes-e kioldani, vagy marad-e még a paprikaporban kioldható festék. Ezért az előírásoknak megfelelően 0,25 g paprikaport rázóhengerben 50 cm³ benzollal ráztunk, majd 250 cm³-re hígítottuk mérőlombikban. A párhuzamos kísérletekben szintén 0,25 g paprikaport mértünk be és rázóhengerben 3×50 cm³ benzollal extraháltuk, majd szintén 250 cm³-re töltöttük fel. A kapott adatokat a 4. táblázat tartalmazza.

4. táblázat

Festéktartalom g/kg	
50 cm ³ benzollal kiadva	3×50 cm ³ benzollal kioldva
3,03	3,04
2,97	2,98
2,94	2,98
2,99	2,95
2,96	3,01
Átlag: 2,98 ± 0,05	2,99 ± 0,05

5. táblázat

Kontroll 30 percig rázva	Festéktartalom (Extinkció)					
	Allásidő perc					
	0	15	30	60	90	120
0,517	0,503	0,512	0,497	0,510	0,521	0,519

A táblázat szerint a festéktartalom kioldásához az 50 cm³ benzol elegendő, mivel a kapott adatok között nincs szignifikáns eltérés.

A módszer egyszerűsítése érdekében megvizsgáltuk, hogy a rázást lehet-e állással, ill. ritka időközönkénti rázással helyettesíteni. Kontrollnak a fél órán át rázott mintát vettük, és az így kapott eredményt hasonlítottuk össze 0; 15; 30; 60; 90; 120 percig sötét helyen tartott minták eredményével, amelyeket az extrahálás ideje alatt párszor összeráztunk. A 0 perc azt jelenti, hogy a mintára felöntött benzolt csak egyszer ráztuk össze, és azután ülepítettük. A bemérés 0,1 g volt, amit 50 cm³ benzollal extraháltunk, és 100 cm³-es lombikba jelig töltöttük. Az eredmények az 5. táblázatban találhatóak.

A táblázatban öt mérés átlagát tüntettük fel, a szórások 0,008 és 0,010 extinkció egység között változtak. Megállapítható, hogy örlemény esetén a rázásnak alig van jelentősége és 15 perces állás után már gyakorlatilag minden festék oldódik a benzolban.

Festéktartalom g/kg				
Szítaméret mm				Szítálás nélkül
0,1	0,1 – 0,2	0,2 – 0,4	0,4	
3,01	2,96	3,06	2,92	2,99

7. táblázat

Mért festéktartalom g/kg					
	Kecskemét		Novi Sad		Δ
	átlag	s	átlag	s	
1	2,48	0,027	2,55	0,030	+ 0,07
2	2,29	0,030	2,32	0,024	+ 0,03
3	2,54	0,037	2,62	0,031	+ 0,08
4	2,29	0,028	2,37	0,036	+ 0,08

Benedek módszerében előírja a bemérésre alkalmas szemcsenagyságot; a festéktartalmat 0,2 mm-es szítán áteső porból kell meghatározni, a gyakorlat számára nagyon fontos, hogy a nagyobb szemcsék esetén lehet-e a módszert használni, mert a szabványban előírt őrlési finomság ennél lényegesen nagyobb. Ezért a paprikaport 4 szita frakcióra választottuk szét, és mindegyik esetben meghatároztuk a festéktartalmát. Az adatok a 6. táblázatban találhatóak.

A táblázat adatai alapján megállapítható, hogy a szítaméret változás nem okoz lényeges hibát. A táblázatban szereplő adatok öt mérés átlagai, és a szórás 0,05-től 0,07 g/kg. között változott.

Végezetül vizsgálatot végeztünk a spektrofotométeres módszer reprodukálhatóságára is. Két jugoszláv és két magyar fűszerpaprika mintát vizsgáltunk meg a Kecskeméti Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézetben és a Novi Sad-i Élelmiszeripari Kutató Intézetben. A mintákat közösen készítettük elő, majd a festéktartalom mérését egy előre megállapított napon végeztük. Minden egyes mintából öt párhuzamos mérést végeztünk. Az eredmények a 7. táblázatban találhatóak.

Az átlagértékek mellett feltüntettük a szórásértékeket, és a két intézet által mért különbséget g/kg-ban.

Megállapítható, hogy az eredmények 0,1 g/kg-on belül reprodukálhatók voltak.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРАСЯЩИХ ВЕЩЕСТВ В ПОМОЛЕ КРАСНОГО ПЕРЦА МЕТОДОМ БЕНЕДЕКА С ПРИМЕНЕНИЕМ СПЕКТРОФОТОМЕТРА. II.

Э. Юхас – Л. Андрэ – Дьё Хорват

Авторы изучали применение метода Бенедика для определения содержания красящих веществ в помоле красного перца. Измерения проводили спектрофотометром и установили, что количество перца подлежащее экстра-

гированию должно составлять не менее 0,1гр.; навеска 0,1 гр. предоставляет такой же результат как и навеска 0,25 гр. при традиционном методе. Изучали так же и количество бензола необходимого для выщелачивания красящих веществ потребность времени для выщелачивания и влияние размеров частиц.

Установили что при работах проводимых по указаниям метода, в двух институтах содержание всех красящих веществ определили в пределах величин 0,1 гр/кг.

BESTIMMUNG DES GESAMTEN PIGMENTGEHALTES IM GEMAHLENEM PAPRIKA NACH DER BENEDEKSCHEM METHODE UNTER ANWENDUNG EINES SPEKTROPHOTOMETERS II.

E. Juhász, L. André und Gy. Horváth

Die Bestimmung des gesamten Pigmentgehaltes im gemahlene Paprika nach der der Benedek'schen Methode wurde studiert. Die Messungen wurden mit einem Spektrophotometer durchgeführt. Dabei wurde festgestellt, dass die extrahierte Paprikamenge mindestens 0,1 g betragen muss, und dass man bei einer Einwaage von 0,1g dasselbe Ergebnis erhält, als bei der traditionellen Einwaage eines 0,25 g Musters. Es wurden ferner die Menge des zur Extraktion des Pigments benötigten Benzols, die zur Extraktion benötigte Zeitdauer und die Wirkung der Teilchengrösse studiert. Es wurde festgestellt, dass — falls zwei Laboratorien nach den Vorschriften des Verfahrens arbeiten — der Gesamtgehalt an Pigmenten binnen einer Fehlergrenze von 0,1 g/kg bestimmt werden kann.

DETERMINATION OF THE TOTAL PIGMENT CONTENT IN POWDERED PAPRIKA ACCORDING TO THE BENEDEK METHOD WITH THE USE OF A SPECTROPHOTOMETER, II.

E. Juhász, L. André and Gy. Horváth

On studying the Benedek method for the determination of the pigment content of powdered paprika, measurements were carried out with a spectrophotometer. It was found that the amount of paprika to be extracted must be at least 0.1 g. This amount of sample gives the same result as the 0.25 g samples used conventionally. Also the amount of benzene needed for extraction, the time required for extraction and the effect of the particle size of the sample were studied. It was found that if two laboratories are working according to the prescribed specifications, the total pigment content can be determined within an error limit of 0.1 g/kg.