

Konzervipari termékek fehérjetartalmának spektrofotometriás mérése cirkóniumtartalmú roncsolmányból

CSEH ÉVA és CSEH FERENC

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Szeged

Érkezett: 1980. május 25.

Az élelmiszerek fehérjetartalmának ismerete táplálkozás-élettani szempontból igen jelentős, ezért a mérése is napi feladat mind az üzemi laboratóriumokban, mind a hatósági élelmiszerellenőrző intézetekben.

1977 óta az MSZ 19589-77. sz. szabvány írja elő a konzervipari termékek nitrogéntartalmának meghatározását. Ez a minta roncsolása után desztillációs, illetve titrimetriás meghatározást ad meg (1).

A szakirodalmat tanulmányozva megállapítható, hogy a fehérjemeghatározások első lépése, a minta roncsolása ma még nem hagyható el, így a roncsolás meggyorsítása fontos feladat.

Kísérleteket folytattunk a roncsolást meggyorsító cirkónium-IV-dioxid katalizátor felhasználására konzervipari termékeknél, majd a kapott roncsolmányokból a nitrogén spektrofotometriás meghatározására.

Húsipari termékeknél, tejpornál, növényi alapanyagoknál és takarmányoknál már vizsgálták ezt a katalitikus hatást és végeztek matematikai-statisztikai számításokat arra vonatkozóan, hogy milyen szoros a korrelációs együttható a cirkónium-IV-dioxidos roncsolás és a hagyományos Kjeldahl módszer között. A vizsgálatok egyértelműen kedvező eredményt adtak. (2,3)

Szintén történtek már kísérletek – húsipari termékeket véve alapul – a nitrogén spektrofotometriás mérésére. Ezt kívántuk adaptálni konzervipari mintákra.

A spektrofotometriás eljárás elve a következő: a roncsolás során keletkező ammónia hipoklorit jelenlétében szaliciláttal színes indofenol vegyületet képez és a kialakuló színt mérhetjük fotometriásan (4).

Alkalmazott reagensek

1. Lúgos K-Na-tartarát oldat: 0,5 n NaOH-ban oldott, 0,05 mol K-Na-tartarát (14 g $C_4H_4O_6$ KNa 4 H_2O + 20 g NaOH n-lombikban desztillált vízzel 1000 cm^3 -re töltve).
2. Na-hipoklorit-oldat (aktív klórtartalom: 40 g/l).
3. 0,5 mol Na-szalicilát-oldat: 80 g $C_6H_4(OH)COONa$ -t 200 cm^3 50–60 °C-os desztillált vízben feloldunk, majd n-lombikban desztillált vízzel 1000 cm^3 -re töltjük fel.
4. 0,05 mol $CuSO_4$ -oldat (katalizátor).

5. Kalibrációs oldathoz 4,7169 g/l koncentrációjú alt. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ törzsoldat készítése, amely megfelel 1000 mg/l N-tartalomnak.

Alkalmazott műszer

Specord UV VIS, digitális kijelzővel.

Az eljárás leírása

3 g körüli mintamennyiséget a következő anyagok hozzáadása után elroncsolunk: 10 g porított K_2SO_4 , 0,6 g Cu-II-SO_4 , 0,2 g cirkónium-IV-dioxid és 25 cm^3 tömény kénsav. A roncsolás után 250 cm^3 -es mérőlombikban felhígított oldatból 1 cm^3 -t pipettázunk ki és 8 cm^3 0,01 mólos CuSO_4 oldattal felhígítjuk. Ebből 2 cm^3 -t 25 cm^3 -es mérőlombikba pipettázunk és 10 cm^3 0,05 mólos lúgos kálium-nátrium-tartarát oldatot, majd 8 cm^3 0,5 mólos nátriumszalicilátot, végül 2,5 cm^3 NaOCl oldatot adunk hozzá. Jelig töltjük, összerázzuk és 1 óráig szobahőmérsékleten hagyjuk állni. Az extinkciót 1 cm-es küvettában mérjük 638 nm-nél, vakpróbával szemben.

Vakpróba

Az elroncsolt oldat helyett desztillált vizet az előzőekben leírt módon a reagensekkel hígítunk.

Kalibrációs görbe készítése

200, 300, 400, 500, 600 és 800 mg/l N-nek megfelelő hígítási sort kell készíteni. Ezekből a megadott térfogatot kivéve, a fent leírt módon hozzáadjuk a reagenseket. Az extinkciót 1 órai szobahőmérsékleten történő állás után mérjük, 1 cm-es küvettában, 638 nm-nél, vakpróbával szemben.

Vizsgálati eredmények

A két összehasonlító módszerrel nyert eredményeket – amelyekből a regressziós egyenleteket számítottuk – az 1. táblázatban ismertetjük.

1. táblázat

Fehérjehatározás konzervipari termékekből különböző módszerekkel

Sor-szám	Minta megnevezése	Fehérjetartalom %*	
		Spektrofotometriás módszer	Kjeldahl módszer
1	Sertésmájkrém (Nagykőrösi Konzervgyár)	12,81	12,36
2	Tyúkmájkrém (Szegedi Paprikafeldolg. V.)	13,43	13,20
3	Marhamájkrém (Szegedi Konzervgyár)	11,92	11,42
4	Húsoskrém paradicsomos ízesítéssel (Bp. Konzervgyár)	10,85	10,75
5	Szendvics halkrém (Szegedi Konzervgyár)	13,97	13,41
6	Májashurka (Budapesti Konzervgyár)	11,73	11,86
7	Különleges vagdalthús (Nagykőrösi Konzervgyár) .	16,43	16,24
8	Sonkás vagdalthús (Nagykőrösi Konzervgyár)	13,82	13,86
9	Magyar gulyásleves (Szegedi Paprikafeldolg. V.) ...	17,39	17,10
10	Debreceni uzsonnahús (Debreceni Konzervgyár) ..	14,14	13,93

* Az adatok 2–2 mérés átlagai.

A spektrofotometriás módszer eredményei alapján számított regressziós egyenes egyenlete: $y = -0,047 + 0,985x$

A relatív szórás: 1,521 %

$x = a$ Kjeldahl módszer eredményei alapján kapott fehérje százalék.

A Kjeldahl-módszer eredményei alapján számított regressziós egyenes egyenlete: $y = 0,207 + 1,004x$

A relatív szórás: 1,563 %

$x = a$ spektrofotometriás módszer eredményei alapján kapott fehérje százalék.

A módszerek szórásnégyzet formájában kifejezett véletlen hibáit összehasonlítottuk az „F” próbával.

$F = 1,0186$. A táblázatban F_{95} %-nál: 2,15

Az „F” próba alapján tehát a két módszer között szignifikáns eltérést nem találtunk.

Kiszámítottuk a véletlen hibák összehasonlítására az „Érzékenységi hányadost” is. (5) $E = 1,032$. Mivel az „E” értéke közelítően egy, ezért a két módszer véletlen hiba szempontjából egyenlő érzékenységűnek tekinthető.

Mint a vizsgálati eredményekből kitéunik, a desztillációs fehérje meghatározási eredmények majdnem minden esetben alacsonyabbnak adódnak a spektrofotometriás módszerrel mért értékeknél. Annak eldöntése, hogy az eltérés melyik módszer rendszeres hibájából adódik – vizsgálataink során nem sikerült.

Összefoglalás

Tízféle tartósítóipari termék fehérjetartalmát határoztuk meg ZrO_2 -os roncsolmányból kétféle módszerrel: egyrészt az ammónia kidesztillálásával, másrészt Na-hipokloritos spektrofotometriás eljárással.

A kapott eredmények összehasonlítása azt bizonyította, hogy a ZrO_2 -os roncsolás – melynek azok az előnyei más katalizátor alkalmazásával szemben, hogy a katalizátor nem toxikus, mint pl. a gyakran alkalmazott HgO; a roncsolást nem kell megszakítani, így időben gyorsabb mint a robbanásveszélyes H_2O_2 -os roncsolás – megfelelő pontosságot eredményez a spektrofotometriás meghatározáshoz is. A közölt eljárás automatizálásra is alkalmas módszernek tekinthető.

IRODALOM

- (1) MSZ 19589–77. Tartósított élelmiszerek nitrogéntartalmának meghatározása.
- (2) Selmeci Gy.: Neue Möglichkeit zur Eiweissbestimmung in Fleischindustrieprodukten – manuel und automatisch. I. Proceedings 25 th European Meeting of Meat Research Workers. Budapest. 1979. 411 – 415.
- (3) Gáspár P.-né–Cseh F.: Új katalizátor élelmiszerek nyersfehérjetartalmának meghatározására Kjeldahl-eljárással. Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézetek II. Tudományos Konferenciája. 1977. okt. 12–14.
- (4) Nagy J.–Mihályi Gy.-né–Körmeny L.: Húsipar, 24, 170. (1975).
- (5) Zukál E.–Körmeny L.: Minőségi és technológiai jellemzők értékelésének matematikai-statisztikai módszerei az élelmiszeriparban. Budapest. 1974.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ИЗМЕРЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ БЕККА В ПРОДУКТАХ КОНСЕРВНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ ИЗ РАЗРУШЕН- НОЙ МАССЫ СОДЕРЖАЩЕГО ЦИРКОНИИУМ

Е. Чех и Ф. Чех

Авторы определили содержание белка в десяти разных продуктах консервной промышленности из разрушенной массы ZnO_2 , двумя методами; дистиллированием аммония и α -гипохлоритной спектрофотометрией. Сопоставление полученных результатов показывает, что разрушение с ZnO_2 является более выгодным чем прочие способы (катализатор не токсичный, как напр. часто применяемый HgO ; не нужно прекратить разрушение, таким образом во времени данный способ быстрее взрывоопасного H_2O_2 разрушения, послужит соответствующую точность спектрофотометрическому определению. Метод подходящий для автоматизирования.

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКАЯ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ БЕЛКА В ПРОДУКТАХ КОНСЕРВНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ ИЗ РАЗРУШЕН- НОЙ МАССЫ СОДЕРЖАЩЕГО ЦИРКОНИИУМ

É. Cseh und F. Cseh

Der Proteingehalt von zehn verschiedenen Produkten der Konservenindustrie wurde in dem ZrO_2 -haltigen zersetzten Muster mit zwei unterschiedlichen Methoden: und zwar durch Destillierung des Ammoniaks und mit dem spektrophotometrischen Verfahren bei Anwendung von Natriumhypochlorit bestimmt.

Ein Vergleich der erhaltenen Resultate bestätigte, dass die mit ZrO_2 durchgeführte Zersetzung vorteilhafter als andere Methoden ist. Der Katalysator ist nämlich nicht giftig als z.B. das häufig angewandte Quecksilber, die Zersetzung muss nicht abgebrochen werden, und daher wird sie viel weniger Zeit beanspruchen als die mit einer Explosionsgefahr verbundene Zersetzung mit H_2O_2 . Die Zersetzung mit ZrO_2 sichert eine entsprechende Genauigkeit auch zur spektrophotometrischen Bestimmung. Das Verfahren eignet sich sogar auch zur Automatisierung.

SPECTROPHOTOMETRIC DETERMINATION OF THE PROTEIN CONTENT OF PRODUCTS OF THE PRESERVING INDUSTRY IN THE ZIRCONIUM- CONTAINING DIGESTED SAMPLE

É. Cseh and F. Cseh

The protein content of ten different products of the preserving industry was determined in the ZrO_2 -containing digested sample by two methods: by distilling ammonia and by spectrophotometry on applying sodium hypochlorite.

A comparison of the obtained results proved that digestion with ZrO_2 is more advantageous than other methods. Namely, the applied catalyst is not toxic as e.g. mercury applied often, furthermore the digestion process must not be interrupted and thus the required time is much shorter than that needed by the digestion with H_2O_2 which is connected with the hazard of an explosion. Digestion with ZrO_2 ensures an adequate accuracy also for the spectrophotometric determination. Moreover, it is suitable also for automatization.