Pörköltkávé vizes kivonatának meghatározására szolgáló néhány módszer kritikai összehasonlítása

TELEGDY KOVÁTS LÁSZLÓ, SZILASNÉ KELEMEN MAGDA
és NEDELKOVITS JÁNOS
Technikai munkatárs: VADON ERIKA
Budapesti Műszaki Egyetem Élelmiszerkémia Tanszék
Érkezett: 1966. április 23.

A kávéital értékelését három összetételi tényezőre szoktuk alapozni: vizes kivonat mennyiségére, a koffein tartalomra és az érzékszervi tulajdonságokra. A kávéanalitika korszerű problémáinak megoldásra váró feladatai közé tartozik ezeknek az értékelési bázistulajdonságoknak nemzetközileg egységesen végrehajtható és értékelhető meghatározásának kidolgozása.

Őrölt pörkölt kávé vizes kivonatának meghatározására számos módszer ismeretes. Mégis ezek a módszerek ugyanazon a mintán alkalmazva nagyon eltérő eredményekhez vezetnek. Ugyanez érvényes pörköltkávé egyéb vizsgálati módszereire is. Így különböző szerzők adatainak összehasonlítása gyakorlatilag nehezen oldható meg. Célszerűnek látszott a módszerek szabványosítása az összehasonlítható eredmények eléréséhez.

A jelenleg ismeretes és gyakrabban alkalmazott pörkölt kávéra vonatkozó vizsgálati eljárások megfelelő kritikai értékelésére nemzetközi munkacsoport alakult az Association Scientifique Internationale du Café (A kávé tanulmányozásával foglalkozó Nemzetközi Tudományos Egyesület) keretében az Institut Francais du Café et du Cacao (Francia Kávé és Kakaó Intézet) vezetésével. Résztvesznek a kávé termelésében, kikészítésében és felhasználásában érdekelt európai, észak- és délamerikai, afrikai és ázsiai országok élelmisztertudományi intézeteinek laboratóriumai. A nemzetközi munkacsoporthoz csatlakozó laboratóriumok munkájának célja nem elsősorban pontos elvi módszerek kidolgozása, hanem az ismert módszerek egymás melletti tanulmányozása, a különböző országok laboratóriumából a központi helyre beérkező számos eredmények statisztikai értékelése, mely után lehetővé válik mindenkor reprodukálható, megbízható módszer kiválasztása és nemzetközi szabványosítása.

A nemzetközi munkacsoport egyikünk *(Telegdy Kováts László)* elnökletével 1963. V. 19-ével kezdte meg működését. Első közös feladatként a különböző nedvesség meghatározási módszerek felülvizsgálatát és értékelését végezték el; természetesen a központi szerv által eljuttatott egységes mintákon. Majd a pörköltkávé vizes kivonatának meghatározására szolgáló módszerek összehasonlítása következett. Az Intézetünk által vállalt feladatot elvégeztük és az alábbiakban számolunk be részeredményeinkről, illetőleg tapasztalatainkról.

A vízoldható kivonat mennyiségére – konvencionális módszerek használatánál – a pörkölési fok és különösen az őrlési finomság nagy hatással vannak. Ennek a nehézségnek áthidalására a központi mintát előkészítő szerv az I. F. C. C. technológiai laboratóriuma két különböző típusú kávémintát pörkölt és őrölt, majd gondos homogenizálás után a mintákat 0,12 mm vastag polietilén fóliába hegesztve és alumínium edénybe zárva juttatta el a munkacsoporthoz tartozó laboratóriumokba.

Az összehasonlításra javasolt vizsgálati módszerek száma igen nagy választási lehetőséget biztosított, valamint azt, hogy módot adtak minden résztvevőnek további módszerek kipróbálására és eredményeinek ismertetésére. Így vettük fel az összehasonlítandó módszerek sorába a Magyar Szabványban szereplő vizsgálatot is.

Egységes megállapodás értelmében: minden meghatározást három párhuzamos mérés mellett kétszer egymás után kellett elvégezni: egységes nedvességmeghatározási módszert alkalmazva, a vizes kivonatot szárazanyagra számítva megadni. Az őrölt kávét közvetlenül az elemzések előtt 25 perces vákuumkezelésnek kellett alávetni, hogy megakadályozzuk a forró vízben előforduló felhabzást.

Fizikai adatok:

Kávétípus: 1. Arabica
2. Robusta

Szitaméret: Az őrölt kávét No 30-as szitán át kell szitálni, melynek réstávolsága 0,61 mm-es és kb. megfelel a következő szitáknak:

Tyles szabvány szita:	No 28.
B. S. A. 410.	No 25.
G. P. I. előírás	No 500.
D. I. N. 1171	No 0,600
Francia szita NFX 11 – 501 és P18 340	No 29.

Pörkölési fok Lovibond Tintométerrel mérve.

P	S	K	
9,3	10,4	8,4	= barna 28,1

Az összehasonlítás alapját képező vizsgálati módszerek:

Egységes nedvességmeghatározás:

5 g őrölt kávét 15 órán át 100 – 101 C°-on szárítószekrényben szárítunk, 60 mm-es mérőedényben.

Pörköltkávé vizes kivonatának módszerei:

1. *AOAC módszer (1960)*

Ez az eljárás kb. 20 C°-os infúzión alapszik, s ezért nagyon eltér a kávéital készítésére szokásos módszerektől vagy a kávékivonat-készítés technikájától. Minthogy azonban ez az USA hivatalos eljárása, tehát a világ legnagyobb fogyasztójánál bevezetett, ki kellett próbálni és megfontolás tárgyává tenni.

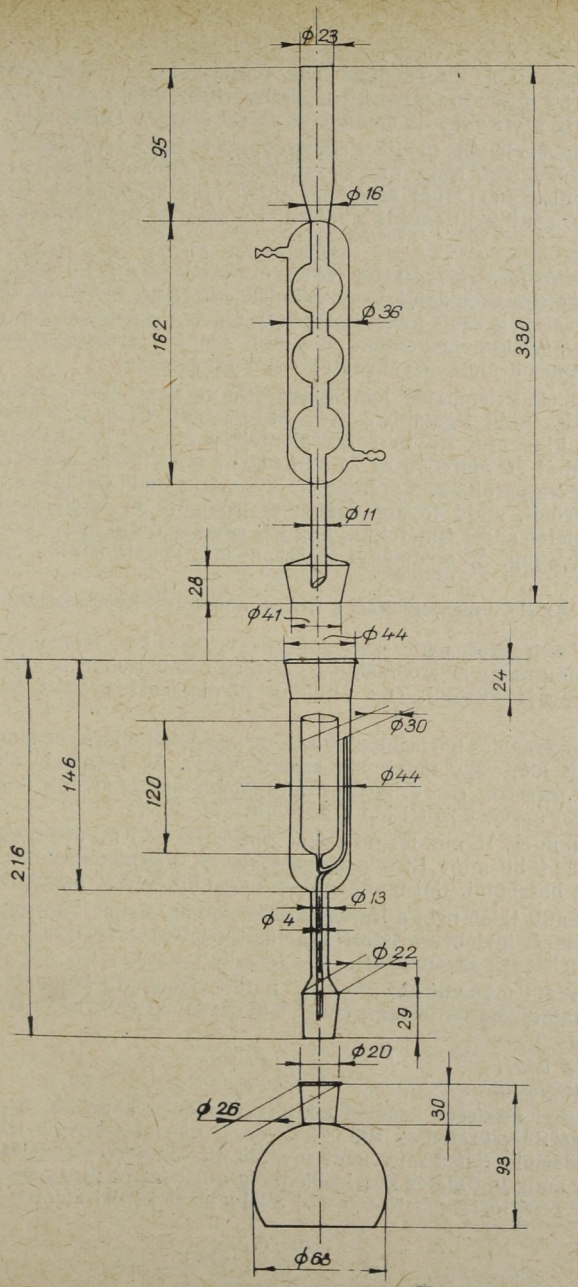
Eljárás: 4 g kávét (200 ml) mérőlombikba helyezzük, desztillált vízzel jelig töltünk, 8 órán át állni hagyjuk (időközönként végzett rázással), majd 16 órán át rázás nélkül. Szűrünk és a szűredékből 50 ml-t kristályosító csészében szárazra párolunk. Utána 100 C°-on szárítunk, hűtünk és mérünk. Az eredményeket szárazanyagra adjuk meg.

2. *Navellier és munkatársainak módszere (1960)*

2 g őrölt kávét 200 ml-es mérőlombikba helyezünk, hozzáadunk 150 ml 80 C°-os vizet, az üveget termosztát fürdőbe (80 C° ± 1 C°) helyezünk hat órára. Óránként az üveg tartalmát alaposan átkeverjük. Ezután gyorsan hűtünk, jelig töltünk és szűrünk. A szűrlet 50 ml-ét kristályosító csészében szárazra pároljuk: 100 – 102 C°-on állandó súlyig szárítunk. Az eredményt szárazanyagra adjuk meg.

3. *Jacober és Staub eljárás, módosítva (1963)*

10 g őrölt kávét 200 ml-es normál lombikba helyezünk: 150 ml kb. 90 C°-os vizet adunk hozzá, s olyan elektromos fűtőlapon, mely *5 percnél rövidebb idő alatt forrásig melegíteni képes*, melegítünk. Pontosan 5 percig forralunk, közben 4 –


ϕ 23
95
ϕ 16
162
ϕ 36
330
ϕ 11
28
ϕ 41
ϕ 44
24
ϕ 30
146
120
ϕ 44
216
ϕ 13
ϕ 4
ϕ 22
29
ϕ 20
ϕ 26
30
93
ϕ 68

1. ábra

5-ször rázunk. Gyors hűtés után jelig töltünk, majd redős szűrőn szűrünk. A szűredék 50 ml-ét kristályosító csészében bepároljuk, majd 100 – 102 C°-on állandó súlyig szárítunk, az eredményt szárazanyagra adjuk meg.

Ez a konvencionális módszer egyszerű, gyors és jól reprodukálható kis földrajzi magasságokban. Nagy magasságban fekvő laboratóriumokban azonban a víz forráspontja 100 C°-nál kisebb és ebből hiba származhat. Ezért bizonyos esetekben az adatokkal együtt a földrajzi magasság vagy a normál forráspont is közlendő.

4. *Brazília javasolt módszere (ISO/TC 34/SC 8/GT 2 No 402/1F. (1965)*

Szűrőpapírba csomagolt vagy cellulóz extraháló hüvelybe tett, a vattadugóval lezárt 2 g őrölt kávémintát, amelyhez 4 g mosott homokot adunk, extraháló készülékbe helyezzük. Meg kell tenni a szükséges intézkedéseket, hogy a *folytonos* ürülést megakadályozzuk (szakaszosan).

A készülék Erlenmeyer lombikjába 100 ml deszt. vizet adunk és az első folyadékürülés után legalább 3 órán át forraljuk. Ezután szobahőmérsékletre hűtünk, s a kivonatot 100 ml-es mérőlombikba mossuk át. Feltöltés után a kivonat 50 ml-ét *70 mm ⌀-jű és 15 mm magas kristályosító csészében*, forró vízfürdőn szárazra párolunk. 3 órán át 105 C°-on szárítunk, $CaCl_2$-os exszikkátorban hűtünk, mérünk, majd tovább szárítunk legalább 30 percig, s újra mérünk. Ezt a műveletet addig ismételjük, míg két egymás utáni mérés különbsége nem több mint 0,2 mg. Az eredményt szárazanyagra vonatkoztatva adjuk meg.

Az IFCC megjegyzései a Brazil módszerrel kapcsolatosan

a) Az extraktor nem szabványosított (Soxhlet – Kumagava – B. B. S. vagy más). Minthogy az eredményt a készülék befolyásolhatja, kérték a használt készülék típusát közölni. (Az általunk alkalmazott Soxhlet készülék: lásd 1. ábra),

b) Az extrakciós idő legalább 3 óra, de a javasolt eljárás nem mondja melyik a maximális idő, vagy maximális számú ürülés. Az extrakció alatt hidrolízis játszódik le, ezért *az első és utolsó ürülés közötti időt is közölni kell.* (Nálunk az első és utolsó ürülés közötti idő 3 óra volt.)

c) 70 mm-es, 15 mm magas csésze *elméletileg* 57,7 ml űrtartalmú. Az 50 ml híg folyadék több mint 13 mm magasságig ér. Véleményünk szerint nagyobb csészét kell használni. (Mi munkánkban nagyobb csészét használtunk.)

d) A $CaCl_2$ talán nem a legjobb szárító anyag. Célszerű meggyőződni arról, hogy az elemzés idejében a termék valóban vízmentes. (A friss $CaCl_2$-os szárítóanyag megfelelőnek bizonyult.)

e) A végül mérendő 0,1 mg 0,01 p 100 vízoldható kivonatnak felel meg, de a meghatározás pontossága ennél lényegesen kisebb, az eljárás hibája nagyobb.

5. *MSZ 9451.*

Nedvességtartalom

Analitikai mérlegen fedővel ellátott mérőedénykébe kb. 5 g őrölt kávét mérünk, szárítószekrényben 105 ±2 C°-on 4 órán át szárítjuk, ekszikkátorban lehűtjük, mérjük. Ezt a műveletet további 45 – 45 perces szárítási idővel addig folytatjuk, amíg két mérés közti különbség a 0,2 mg-ot meg nem haladja.

A nedvességtartalmat %-ban (V) a következő képlet alapján számítjuk ki:

$$V = \frac{K - K_1}{K} \cdot 100,$$

K = a bemért kávé súlya szárítás előtt g-ban.
K_1 = a kávé súlya szárítás után g-ban.

Vizes kivonat

Kb. 10 g, analitikai mérlegen mért, őrölt kávét 150 ml deszt. vízzel főzőpohárban, üvegpálcával keverve felforralunk és pontosan 5 percig forrásban tartjuk. Majd az elegyet 200 ml-es mérőlombikba szűrjük és az üledéket 40–50 ml deszt. vízzel 4–5 részletben mossuk. A szűrletet és mosóvizet tartalmazó mérőlombikot lehűlés után jelig töltjük és elegyítjük. Az oldatból 20 ml-t ismert súlyú platina vagy porcelántálban vízfürdőn bepárolunk, szárítószekrényben 3 órán át 103 ±2 C°-on szárítjuk, exikkátorban hűtjük és mérjük. A vízben oldódó anyagok mennyiségét %-ban (V) szárazanyagra számítva a következő képlet alapján számítjuk ki:

$$V_0 = \frac{T \cdot 10 \cdot 100 \cdot 100}{K \cdot (100 - V)},$$

ahol: K = a bemért kávé súlya g-ban,
T = vízben oldódó anyagok súlya g-ban,
V = kávé nedvességtartalma g-ban.

A felsorolt módszerekkel végzett vizsgálati eredmények összehasonlítását az 1. és 2. táblázatban ismertetjük.

1. táblázat

Robusta pörkölt kávé vízoldható extrakttartalma

Vizsgálati módszer	Extrakttartalom szárazanyag %-ban párhuzamos mérések					Időigény	Megjegyzés
	1.	2.	3.	4.	5.		
AOAC	27,57	27,68	27,35	27,28	27,47	32 h 15′	Hideg eljárás, 20 C° infúzió
Navallier és mtsai	32,60	32,59	32,28	32,43	32,48	14 h 25′	80 C° termosztátfürdőn 6 órán át. A módszer jól reprodukálható. A keverés a reprodukálhatóságot növeli
Jacober és Staub	31,48	31,35	31,37	31,56	31,44	8 h 50′	90 C°-os vízzel forrázva 5 perces forralás
Brazil nemzeti	33,58	33,52	33,50	33,69	33,57	12 h 05′	*a)* Külső körülmények, hőm. ingadozások nagyon befolyásolják *b)* Alkalmazott készülék lásd 1. ábra Soxhlet-típ. *c)* Az első és utolsó őrülés közötti idő 3 óra
MSZ	31,21	31,19	30,93	31,00	31,08	8 h 35′	5 perces forralás

2. táblázat

Arabica pörkölt kávé vízoldható extrakttartalma

Vizsgálati módszer	Extrakttartalom szárazanyag %-ban, párhuzamos mérések					Időigény	Megjegyzés
	1.	2.	3.	4.	5.		
AOAC	24,56	24,54	24,54	24,53	24,54	32 h 15′	Hideg eljárás, 20 C° infúzió
Navallier és mtsai	29,16	28,86	29,41	29,51	29,24	14 h 25′	80 C° termosztátfürdőben 6 órán át. A módszer jól reprodukálható. A keverés a reprodukálhatóságot növeli
Jakober és Staub	27,55	27,83	28,08	27,96	27,85	8 h 50′	90 C°-os vízzel forrázva, 5 perces forralás
Brazil nemzeti	30,23	29,94	30,01	29,89	30,02	12 h 05′	*a)* Külső körülmények, hőm. ingadozások nagyon befolyásolják *b)* Alkalmazott készülék lásd. 1. ábra Soxhlet típ. *c)* Az első és utolsó ürülés közötti idő 3 óra
MSZ	27,81	27,79	27,14	27,39	27,53	8 h 35′	5 perces forralás

КРИТИЧЕСКОЕ СОПОСТАВЛЕНИЕ НЕСКОЛЬКИХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ВОДНОГО ЭКСТРАКТА ОБЖАРЕННОГО КОФЕ

Л. Телегди-Ковач, Силашне М. Келемен, Я. Неделкович

Международный рабочий комитет под руководством И.Ф.Ц.Ц. установил цель разработки единых воспроизводимых методов анализа обжаренного кофе для международной стандартизации. В рамках данной работы сопоставили наиболее известные методы анализа водного экстракта обжаренного кофе и установили следующие:

1. Метод АОАС не следует за ежедневной практикой и этим методом нельзя получить реальное объяснение о истинной вкусовой ценности кофейного экстракта.
2. Как экспресс – метод хорошо оправдался, достаточно точный и простой метод стандарта МС.
3. Из более точных методов в первую очередь оправдываются методы Навалие-а и Якобер – Штауб-а.
4. Национальный метод Бразилии при указанных условиях нельзя осуществовать: данный экстрактор в Европе не известный. При экстракции на аппарате Сокслета установили, что процесс в большой степени зависит от условий, поэтому не дает точные результаты. Национальный метод Бразили требует абсолютные точные условия: термостатную комнату, специальные оборудования и.т.д. и несмотря на это воспроизводимость метода не большая, несмотря на то, что дает наибольшие содержания экстракта, применяемые условия далеко от реальной практики. Нигде не изготовляют кофе с экстракцией в течении 3 часов.

KRITISCHE VERGLEICHUNG EINIGER ZUR BESTIMMUNG DES WÄSSERIGEN EXTRAKTES VON RÖSTKAFFEE DIENENDEN METHODEN

L. Telegdy Kováts., M. Szilas und J. Nedelkovits

Die unter der Leitung der I. F. C. C. gebildete Internationale Arbeitskomission setzte sich die Schaffung von einheitlichen, reproduzierbaren Untersuchungsmethoden für Röstkaffee zwecks internationaler Normung zum Ziele. Die Verfasser führten im Rahmen dieser Arbeit vergleichende Untersuchungen mit den bekanntesten Methoden des wässerigen Extraktes von Röstkaffee durch und stellten Folgendes fest:

1. Die AOAC Methode weicht von der alltäglichen Praxis ab, mit derselben können hinsichtlich des tatsächlichen Genusswertes von Kaffeeaufgüssen keine reellen Informationen erhalten werden.

2. Als Schnellmethode eignet sich die Vorschrift der ungarischen Norm (MSZ) sehr gut, sie ist von zufriedenstellender Genauigkeit und einfach durchführbar.

3. Unter den genaueren Verfahren entspricht vor allem die Methode von Navallier und Mitarbeiter, sowie diejenige von Jakober und Staub.

4. Die brasilianische Nationalmethode ist auf die angegebene Weise nicht durchführbar, der verwendete Extraktor ist nämlich in Europa unbekannt. Bei einer Ausführung vermittels der Soxhlet–Apparatur erwies sich die Extraktion von den Versuchsbedingungen in hohem Masse abhängig, daher weder exakt, noch präzis. Die brasilianische Nationalmethode beansprucht eine absolut genaue Ausführung, einen Thermostatraum, spezielle Einrichtung uzw., ihre Reproduzierbarkeit ist selbst unter solchen Umständen nicht eindeutig. Obwohl sie den höchsten Extraktgehalt liefert, weichen ihre Versuchsbedingungen von der reellen Praxis ab. Kaffee wird nirgendwo mit einer 3 stündigen Extraktion bereitet.

CRITICAL COMPARISON OF SOME METHODS FOR THE INVESTIGATION OF THE AQUEOUS EXTRACT OF ROASTED COFFEE

L. Telegdy Kováts, M. Szilas and J. Nedelkovits

The International Working Committee established under the guidance of the I. F. C. C. set the aim to develop uniform and reproducible methods of investigation for roasted coffee, in order to facilitate international standardization. Within the framework of this task, at first comparison tests were carried out with the best known methods for the investigation of the aqueous extract of roasted coffee. From the results, the following conclusions were drawn.

1. The AOAC method does not follow the everyday practice, this method is unsuitable for furnishing real informations as regards the correct palatability value of coffee extracts.

2. The standard method MSZ (Hungarian Standard) lends itself as a rapid method of satisfactory accuracy which can be carried out very simply.

3. Of the more precise methods, mainly those suggested by Navallier and co-workers, and by Jakober and Staub, respectively, proved suitable.

4. The Brasilian national method cannot be carried out in the described way because the prescribed extractor is unknown in Europe. On carrying out the method with a Soxhlet extractor it was found that the experimental condi-

tions affect the extraction process to a great extent, and thus the results are not exact and not precise. The Brasilian national method requires an absolutely precise operation (such as thermostat room, special equipment etc.) and even under such conditions the reproducibility of results is not unequivocal. Though this method gives the highest extract contents, the experimental conditions essentially differ from those really occurring in practice (coffee extracts are never prepared by a three-hour extraction).

COMPARASION CRITIQUE DE QUELQUES MÉTHODES POUR L'ANALYSE DE L'EXTRAIT AQUEUX DU CAFÉ TORRÉFIÉ

L. Telegdy Kováts, M. Szilas et J. Medelkovits

Le Comité d'Action International sous la direction de l'I. F. C. C. s'est donné comme but le développement de méthodes d'analyses uniformes, reproductibles, concernant l'examination du café torréfié pour arriver à une standardisation internationale. Dans le cadre de ce travail nous avons exécuté des essais comparatifs avec les méthodes les plus connues de l'analyse de l'extrait aqueux du café torréfié et nous sommes arrivés aux conclusions suivantes:

1. La méthode A. O. A. C. ne suit pas la pratique quotidienne et par conséquence ne peut pas donner des renseignements réels concernant la valeur de jouissance du café fait.

2. La méthode de la norme MSZ répond trés bien aux exigeances d'une méthode rapide, elle est suffisamment exacte et d'exécution facile.

3. Parmi les procédés plus précis ce sont premièrement les méthodes de Navallier et collaborateurs, et, respectivement, de Jacober et Staub qui s'adaptent aux exigeances.

4. L'on ne peut pas exécuter la méthode du Brésil de la manière préconisée parce que l'extracteur y figurant n'est pas connu en Europe. En exécutant ce procédé avec un appareil Soxhlet nous avons trouvé qu'ainsi l'extraction dépend extraordinairement des conditions, il n'est done pas précis. La méthode nationale du Brésil exige une exécution absolument précise, une chambre à thermostat, des appareils spéciaux, etc. et même ainsi sa reproductibilité n'est pas concordante. Quoique elle donne la plus haute valeur pour l'extrait, les circonstances de son exécution sont éloignées de la pratique rélle. L'on ne prépare nullepart du café par une extraction de trois heures.

WAGER H. G.:

Zöldborsó tárolásával kapcsolatos fiziológiai vizsgálatok.

(Physiological studies of the storage of green peas)

J. Sci. Food Agric. *15*, 245, 1964.

Zöldborsókkal régebben gáztérben végzett tárolási kísérletek azt mutatták, hogy hüvelyesen tárolt zöldborsó lényegesen lassabban veszít élvezeti értékéből, mint hüvelytelenítetten. E kísérletek ellenőrzése céljából zárt hüvelyes zöldborsót, nyitott hüvelyes zöldborsót, továbbá elkülönített hüvelyeket és zöldborsószemeket különböző gázelegyekben tárolás után tartalmi anyagaik, lélekzésük, továbbá ízük, színük és szilárdságuk megváltozására vizsgáltak meg. A kísérletekből kitűnt, hogy akár a zárt, akár a nyitott hüvelyeiben tárolt zöldborsó különösen íz tekintetében sokkal jobb volt, mint a hüvelytelenített zöldborsó. A vizsgálati eredmények alapján arra a következtetésre jutottak, hogy a hüvelyekből folyamatosan a zöldborsószemekbe vándorló hormonszerű anyagok késleltetik a borsó minőségromlását.

Kieselbach Gy. (Budapest)

Tapasztalatok élelmi anyagok aminosavainak papírkromatográfiás meghatározásánál*

LINDNER KÁROLY
Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest
Érkezett: 1966. június 4.

Mindaddig, amíg tiszta aminosavakból összekevert elegy aminosavainak minőségi és mennyiségi analízisét végezzük el, az aminosavak papírkromatográfiás elválasztása és meghatározása nem tűnik túlságosan bonyolult feladatnak. Az élelmiszeripari termékek és más élelmi anyagok aminosavainak vizsgálata az igen nagy számú és eltérő tulajdonságú kísérő vegyület miatt azonban számos nehézségbe ütközhet.

Növényi fehérjék biológiai értékének meghatározásakor, például elsősorban a hidrolízist zavaró szénhidrátoktól kell a fehérjéket megszabadítani. Húsokból és húskészítményekből akár a fehérje aminosavait, akár a szabad aminosavakat kívánjuk meghatározni, gondoskodnunk kell a kromatogramok kifejlesztését zavaró ásványi anyagok eltávolításáról. Ugyanezt kell megoldanunk akkor is, ha a sajtérés során vizsgáljuk az aminosavakat és a keletkező peptideket. Sőt a sajtgyártás alapanyagául szolgáló tej szabad aminosavainak vizsgálata során nemcsak a zavaró ásványi sókat, hanem még a nagy mennyiségben jelenlevő laktózt is valamilyen módon el kell távolítani, mert enélkül a papírkromatográfiás meghatározás kudarcra van ítélve.

A legkülönbözőbb típusú élelmiszerek elemzésének megkönnyítésére a következőkben néhány, az Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézetben jó eredménnyel alkalmazott, illetve először bevezetett aminosav analitikai eljárásról számolunk be,

Az elmúlt 15 évben több ezer élelmiszer-fehérjét analizáltunk meg aminosav összetételre nézve, hogy elsősorban esszenciális aminosavtartalmuk alapján táplálkozási értéküket megítélhessük (1–20). Eltekintünk attól, hogy az évek során a mennyiségi meghatározásra használt polarográfiás és spektrofotometriás értékelést ismertessük, csupán az e feladat megoldására a legutóbbi időben alkalmazott eljárásunk lényegét és kivitelének vázlatos módját ismertetjük.

Az élelmi anyagokban található fehérjék hidrolízisét a szerzők egy része úgy javasolja elvégezni, hogy a szénhidrátokat is tartalmazó mintát meghatározott savkoncentráció és huminanyag képződést gátló ionok (pl. $SnCl_2$) jelenlétében közvetlenül elhidrolizálják. Sajnos a hidrolízis ily módon való lebonyolításával legfeljebb csak csökkenteni lehet a huminképződést. Emellett mégis számolni kell a kromatográfiát zavaró tényezőkkel (sók, ionok) amelyek eltávolítása viszont mindig aminosav veszteségekkel jár. A szerzők nagyobb része viszont – s mi magunk is – azt a módszert választottuk, hogy a lehetőleg tisztán kivont fehérjét humin képződést gátló sav felesleg mellett – hidrolizáljuk el (21). Ennek megfelelően a különböző típusú gabona- és olajos magvakból, továbbá az állati termékekből zsírmentesítés után optimális összetételű, rendszerint konyhasót, lúgot, illetve alkoholt tartalmazó extraháló keverékkel

* A II. Élelmiszervegyész ankét keretében 1966. április 7-én elhangzott előadás.

vonjuk ki a fehérjéket és triklórecetsavas lecsapással, híg lúgoldattal való feloldással és újra lecsapással tisztítjuk meg azokat (22). Esetleg a zavaró anyagokat oldjuk ki a fehérje mellől (10). A tiszta fehérjét 100 – 200-szoros mennyiségű 18%-os sósavval üvegampullába forrasztjuk és a teljes hidrolízis céljából 24 órán át 100 – 103 C°-on tartjuk. Sok szerző hidrolízis után a sósavat vákuumban ajánlja elűzni. Ezt feleslegesnek találtuk, mivel az általunk elhidrolizált 10 – 20 mg fehérjéhez felhasznált sósavat egyszerű vízfürdőn hideg levegő ráfúvatással 30 – 40 C° közötti hőmérsékleten, fél órán belül el tudjuk távolítani.

Általában elegendőnek tartják a nem specifikus Kjeldahl módszerrel történő nitrogén meghatározásból következtetni a hidrolizátum aminosav koncentrációjára. Ettől eltérőleg fontosnak tartottuk az aminosavakra jellemző aktív csoport, az alfa-aminonitrogén tartalom meghatározását, melyet saját módszerünkkel polarográffal (2, 23, 24, 25) végzünk el. Ennek meghatározása lehetővé teszi a hidrolizátumok koncentrációjának, illetve mennyiségének pontos mérését.

A kromatogramok kifejlesztésénél két lényeges feladatot kell teljesíteni abból a célból, hogy a kiértékelés minél pontosabb legyen. Az egyik feladat az, hogy megfelelő puffer-rendszerek és metodikai fogások segítségével egy dimenzióban a denzitometriás kiértékelés céljára tökéletesen megfelelő aminosav elválasztást biztosítsunk. A másik feladat pedig, hogy a mennyiségi meghatározáshoz minden egyes kromatogramon az ismeretlen aminosav keverékek mellett ismert összetételű, azonosan előállított, természetes aminosav keveréket (kazeinhidrolizátumot) alkalmazzunk standardnak (26, 27).

A 16 aminosav denzitometriás kiértékelésre alkalmas szétválasztását az 1. táblázatban feltüntetett szkéma ismerteti.

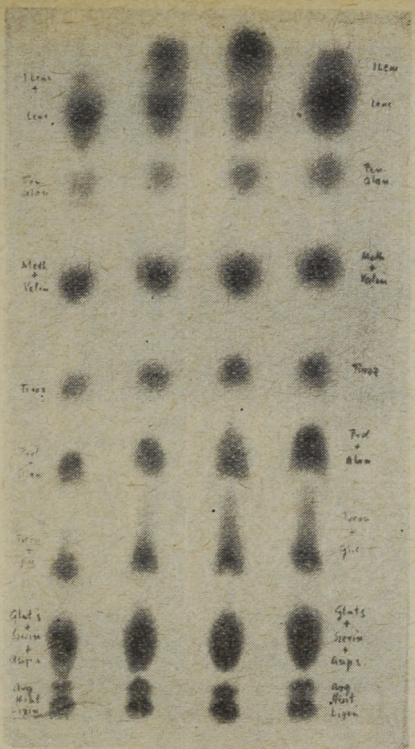
1. táblázat

Az aminosav elválasztás menete denzitometriás kiértékeléshez

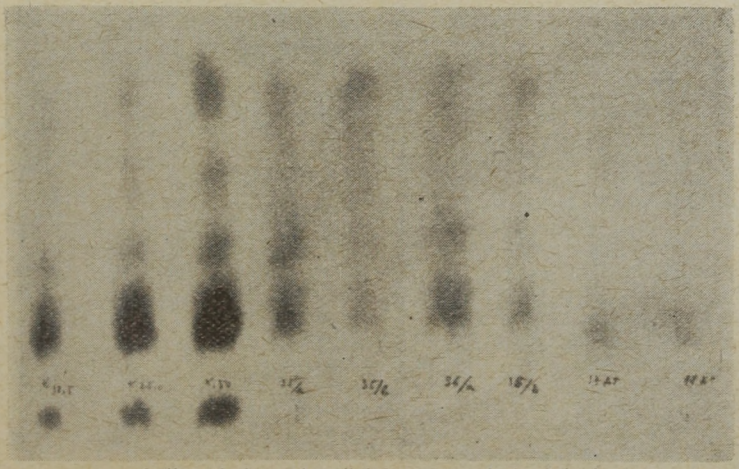
1. kromatogram	2. kromatogram	3. kromatogram
alanin	aszparaginsav	arginin
prolin	glutaminsav	lizin
triozin	szerin	hisztidin
metionin	glicin	(I. 4 butanol : 1 ecetsav : 1 víz,
valin	treonin	*levágás*
fenilalanin	(12 pH fenol)	II. 10 propanol: 10 butanol:
leucin		5 víz: 2 dietilamin)
(4 butanol: 1 ecetsav: 1 víz)		

Az 1. és 2. ábrában bemutatott butanolos és fenolos kromatogramhoz különösebb magyarázatra nincs szükség. A felfelé futó kromatogramok futási idejének helyes megválasztásával, a hőmérsékletnek 20 – 25 C° közötti tartásával az 1. táblázatban feltüntetett aminosavak denzitometriás értékelésre alkalmas módon szétválnak.

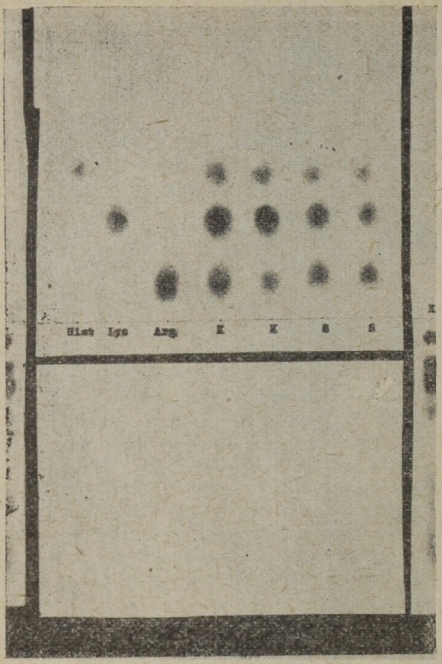
A 3. ábrában feltüntetett kromatogramhoz az alkalmazott technika szükségességét illetően, bővebb magyarázatra van szükség. A magyarázathoz tekintsük meg mégegyszer az 1. ábrában látható butanolos kromatogramot. Ezen a kromatogramon a hidrolízis után még megtalálható valamennyi aminosav jelen van. Figyelmesebben megtekintve, 3 fő csoportot állapíthatunk meg. A kromatogram alján szinte starthely szerű pontban helyezkednek el a bázikus tulajdonságú aminosavak, a lizin, hisztidin és arginin, felette két majdnem összefüggő foltban, főleg a savanyú tulajdonságú aminosavak (pl. dikarbonsavak), a glutaminsav, aszparaginsav, glicin, alanin stb. és ezek felett legfelül a többi, főleg az ún. neutrális aminosavak csoportja helyezkedik el. Ismeretes, hogy a bázikus aminosavak egymástól való elválasztása igen bonyolult feladat



1. ábra. Fehérje hidrolizátumok kromatogramja butanol-jégecet-vízzel



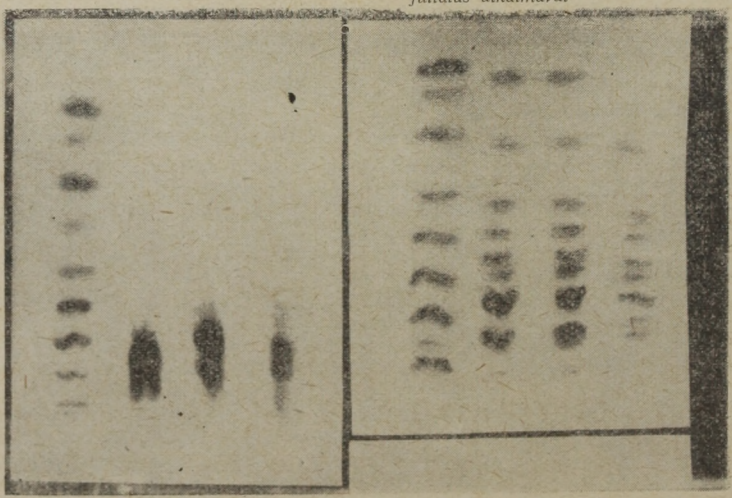
2. ábra. Aminosav-keverékek kromatogramja fenol-vízzel



3. ábra. A papirkromatográfia kivitelezése bázikus aminosavak meghatározására

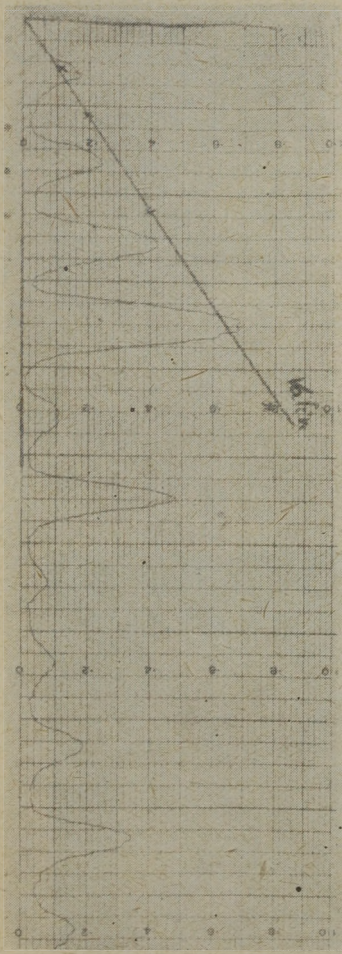


4. ábra. Bázikus aminosavak elválasztására összeállított kromatográfiás berendezés az első futtatás alkalmával



5. ábra. Zavaró anyagok hatásának kiiktatása előkromatografálás utáni starthely levágással

és még az egyéb aminosavaknál sikerrel alkalmazható pufferozott papírkromatográfiás (28) kifejlesztés sem nyújt itt megoldást. Egyes szerzők ezért elektroforézissel, mások speciális enzimreakciókkal vagy mikrobiológiai eljárásokkal igyekeznek ezeket az aminosavakat meghatározni. Egyszerű fogással sikerült a klasszikus egydimenziós papírkromatográfiás elválasztást úgy alkalmazni, hogy ezek a bázikus aminosavak denzitometriás mérésre alkalmas mértékben, tökéletesen szétváljanak. Ennek lényege az, hogy a butanolos kromatogramot csak félig fejlesztjük ki egy olyan papíron, amelynek két felszálló ága van a 3., ill. 4. ábrában látható módon, majd megszárítás után levágva a bázikus aminosavak feletti aminosav foltokat, egy másik oldószer rendszerben (n propanol 10 : n butanol 10 : víz 5 : dietilamin 2) (29) visszafelé futtatva most már csak az elszeparált bázikus aminosavakat választjuk el. Ezeket a bázikus aminosavakat ebben a futtatórendszerben más azonos R_f értékű aminosavak zavarnák, ha kromatografálás előtt nem gondoskodnánk eltávolításukról.



6. ábra. Valin standardok és szabad aminosavak denzitogramja

Hasonló elv alapján a zavaró anyagok „levágásával" dolgoztuk ki a sókat és más nem aminosav természetű anyagokat tartalmazó rendszerekben (pl. tej, női tej, vizelet, vérszérum stb.) a szabadaminosavak meghatározását (30, 31).

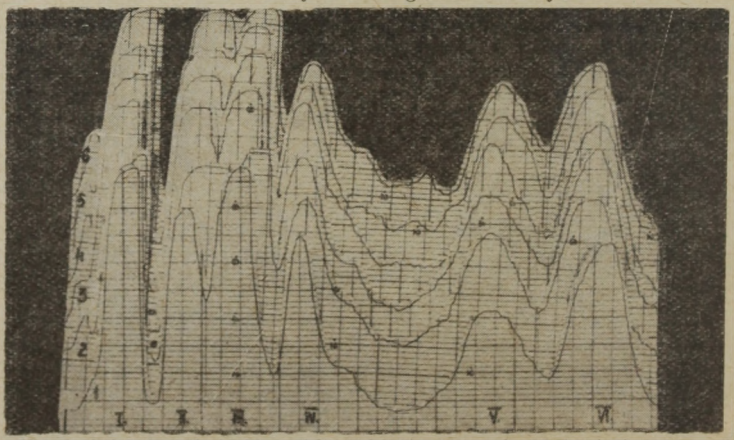
Eljárásunk a következő: A tejet centrifugálással zsírtalanítjuk, majd a zsírmentes tejet, – illetve a vérszérumot a vörösvérsejtek lecentrifugálása után – annyi etanollal elegyítjük, hogy az etanol koncentrációja 75 – 80% legyen. Ez az alkohol koncentráció a fehérjéket lecsapja, az aminosavakat pedig oldatban tartja. Lecentrifugálás után alacsony hőmérsékleten, pl. hajszárító segítségével ráfúvott meleg levegővel az alkoholos oldatot szárazra pároljuk. A maradékot ismert térfogatú (1 – 2 ml) desztillált vízben felvesszük és 0,25 százalékos kazein hidrolizátum standardok mellett alikvot részét felvisszük a kromatográfiás papírokra. Vizeletből, vagy más, fehérjét csak legfeljebb csekély mennyiségben tartalmazó oldatokból közvetlenül viszünk fel a kromatogramokra. Mind a butanolos, mind pedig a 12 pH-s fenolos kromatogramot először butanolos oldószerrel félig kifejlesztjük, amint azt az 5. ábrában látjuk, majd a felviteli foltok felső vonalával elvágólag a starthelyeket ollóval levágjuk. Ezután a teljes kifejlesztéshez szükséges oldószerekbe – tehát ismét butanolosba vagy fenolosba – helyezzük a kromatogramokat.

A papírkromatográfiával elválasztott aminosavak mennyiségét akár hidrolizátum-

okról, akár szabad aminosavakról van szó, a megfelelő módon kivágott kromatogram csíkok közvetlen denzitometriás mérése segítségével állapítjuk meg. A papírcsík kivágása irányától és a denzitometriás értékek kiszámítási módjától függően abszolút, vagy relatív számadatokat kapunk a mért aminosavelegy összetételére vonatkozóan.

Abszolút mennyiségi értékeket (az eredeti anyagra nézve mg-ban, vagy az eredeti fehérjére vonatkoztatva %-ban) kapunk, ha a kromatogram kifejlesztési irányára merőlegesen a megfelelő léptékben növekvő standardokkal együtt vágjuk ki az ismeretlen összetételű minták azonos aminosav foltjait és Locarte típusú denzitométerrel a foltokhoz tartozó „extinkciós görbéket itt „extinkciós görbe" alatt a transzparencia logaritmusos változását jelző görbét értjük) felvesszük (6. ábra). Az egyes foltok „extinkciós görbéi" és az üres kromatográfiás papír extinkciós alapvonala által bezárt területet (pl. planiméterrel) lemérjük és az ismert mennyiségű aminosavak területeit grafikusan, vagy aritmetikusan arányosítjuk az ismeretlenekével, hogy megállapítsuk az aminosavak abszolút mennyiségét. Tájékoztatásul szolgáljon, hogy aminosav hidrolizátumok esetében mind a kazein standard, mind pedig az ismeretlen fehérjék felvitt mennyisége 25 μg nagyságrendű szokott lenni, míg szabad aminosavak esetében a felvitt kazeinstandard az 5–25 μg értékhatárokat öleli fel. Az abszolút denzitometriás mérések pontossága több párhuzamos mérés esetén a ±5%-ot nem haladja meg.

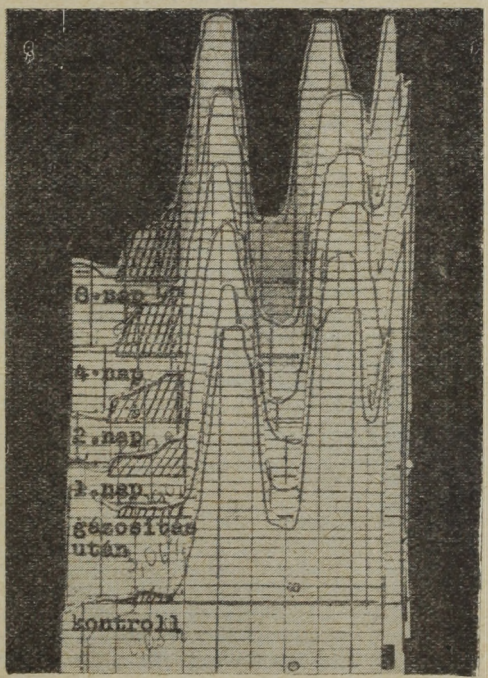
A relatív mennyiségek módszere igen gyors értékelést nyújt abban az esetben, ha bizonyos fehérjék aminosav arányai között számottevő különbséget kívánunk megállapítani, amint azt lencsefajtákkal végzett összehasonlító vizsgálataink bizonyították (32). Ebben az esetben a papírcsíkot a kromatogram futási irányában vágjuk ki és az egyes aminosav hidrolizátumok (elegyek) kromatogramjain az egymást követő aminosav foltokat denzitometráljuk. A kiértékelés ebben az esetben is a görbe alatti területek segítségével történik. Ilyenkor mindig az elektroforézis kiértékeléshez, vagy a zsírsavak gázkromatográfiás kiértékeléséhez hasonló módon, az egyes aminosavakat reprezentáló területek relatív százalékát adjuk meg az össz-területhez viszonyítva. Igen gyors vizuális értékelést tesz lehetővé, ha az egyes fehérjéket képviselő denzitogramokat egymás fölé helyezzük, mert ilyenkor az azonosság, vagy az esetleges különbségek, miként a 7. ábrában feltüntetett lencsefehérje denzitogramokból is jól észlelhető, könnyen



7. ábra. Hat, morfológiailag különböző lencsefajta fehérje hidrolizátumának butanolos kromatogramjával készített denzitogram hasonlósága

megállapíthatók. Ez a módszer nagyon ajánlható olyan laboratóriumok számára, amelyeknek egyrészről nagy számú vizsgálatot kell végezni annak eldöntésére, hogy milyen fehérjék tartalmaznak bizonyos kívánt, értékes aminosavakból nagyobb mennyiséget (pl. fajtakísérletek), másrészről amely laboratóriumok nem rendelkeznek az alfa-amino-nitrogén pontos meghatározására alkalmas eszközökkel. A relatív aminosav mennyiségek mérésére szolgáló módszer ugyanis még 50%-os felviteli különbségekre sem érzékeny, mivel ekkor csak a görbe alatti területek abszolút értékei növekednek, vagy csökkennek, de egymáshoz való arányuk azonos marad. Ennek az eljárásnak előnyeit az elmúlt hónapokban olyan vizsgálatainkban is tudtuk hasznosítani, amelyek azt célozták, hogy bizonyos gázosítási eljárásnál fellépő oxidációs jelenség milyen mértékben károsítja az egyes aminosavakat, illetve idéz-e elő azok oxidációs termékeiben növekedést. A 8. ábra mutat be ilyen egymásra helyezett denzitogramokat, amelyeknél világosan látható a gázhatás időtartamának növekedésével párhuzamosan jelentkező denzitogram intenzitás változás.

Gyakorlati aminosav-analitikai eljárásaink ismertetésével csupán azt kívántuk bizonyítani, hogy a drága eszközöket nélkülöző laboratóriumok is képesek az olcsó papírkromatográfiás aminosav meghatározásokkal megközelítőleg olyan pontosságot elérni, mint amilyen pontosság egyébként az igen drága és csak külföldről beszerezhető automatikus oszlopkromatográfiás berendezéssel érhető el. E rövid ismertetés remélhetőleg azt a célt is szolgálja, hogy bizonyos élelmiszertechnológiai eljárások aminosavakkal jellemezhető folyamatait a jövőben nagyobb számban fogják hazánkban is vizsgálni.



8. ábra. Gázosított, és különböző ideig tárolt tejpor-fehérje hidrolizátumok összehasonlító denzitogramjai

IRODALOM

(1) *Lindner K., Jaschik S., Korpáczy I., Polner R., Váradi P.:* Növénytermelés, *3*, 261, 1954. Acta Chimica Acad. Sci. Hung., *11*, 151, 1957.
(2) *Lindner K.:* Acta Chimica Acad. Sci. Hung., *9*, 353, 1956.
(3) *Lindner K., Bedő M.:* Élelmezési Ipar, *10*, 100, 1956.
(4) *Lindner K., Jaschik S., Korpáczy I.:* Kísérletes Orvostudomány, *5*, 464, 1956.
(5) *Lindner K., Jaschik S., Korpáczy I.:* ÉVIKE, *6*, 59, 1960.
(6) *Lindner K., Jaschik S., Korpáczy I.:* ÉVIKE, *6*, 97, 1960.
(7) *Lindner K., Jaschik S., Korpáczy I.:* ÉVIKE, *6*, 229, 1960.
(8) *Lindner K., Jaschik S., Korpáczy I.:* Qualitas Plantarum et Mater. Veget., *7*, 289, 1960.
(9) *Lindner K., Korpáczy I., Jaschik S., Szőke K.:* Qualitas Plantarum et Mater Veget., *8*, 25, 1961.
(10) *Lindner K., Nagy F., Krámer M., Szőke K.:* ÉVIKE, *8*, 315, 1962.
(11) *Lindner K., Krámer M., Szőke S.:* ÉVIKE, *9*, 5, 1963.
(12) *Lindner K., Jaschik S., Szőke S., Krámer M.:* ÉVIKE, *9*, 65, 1963.

(13) *Lindner K.:* ÉVIKE, *10*, 3, 1964.
(14) *Tarján R., Lindner K., Krámer M., Szőke S.:* Gyermekgyógyászat, *9*, 276, 1964.
(15) *Lindner K.:* Qualitas Plantarum et Mater. Veget., *11*, 31, 1964.
(16) *Lindner K., Krámer M., Szőke K., Nagy F.:* Die Nahrung, *9*, 85, 1965.
(17) *Tarján R., Krámer M., Szőke S., Lindner K., Szarvas T.:* Gyermekgyógyászat *4*, 97, 1965. Nutr. Dieta, *7*, 136, 1965.
(18) *Lindner K., Telegdy Kováts M., Jaschik S., Krámer M., Szőke S., Varga K.:* ÉVIKE, *11*, 178, 1965.
(19) *Telegdy Kováts M., Lindner K., Varga K., Szőke S., Krámer M.:* ÉVIKE, *11*, 235, 1965.
(20) *Lindner K., Tarján R., Krámer M., Szőke K.:* Prace i Materiały Naukowe, *6*, 337, 1965.
(21) *Szára I.:* Kísérletes Orvostudomány *3*, 71, 1951.
(22) *Ermakov A. I. et. al.:* Metodi biochimicseszkovo iszledovanija rasztenii 320 o. Moszkva – Leningrád 1952.
(23) *Lindner K.:* ÉVIKE, *3*, 145, 1957.
(24) *Lindner K.:* Acta Chimica Acad. Sci. Hung., *26*, 443, 1961.
(25) *Lindner K.:* ÉVIKE, *10*, 3, 1964.
(26) *Lindner K.:* Kandidátusi értekezés, Budapest, 1956.
(27) *Lindner K.:* ÉVIKE, *3*, 174, 1957.
(28) *McFarren E. F.:* Anal. Chem., *23*, 168, 1951.
(29) *Hardy N., et al.:* Anal. Chem., *27*, 971, 1955.
(30) *Lindner K.:* Die Nahrung *3*, 299, 1959.
(31) *Lindner K.:* Kísérletes Orvostudomány, *18*, 208, 1966.
(32) *Lindner K.:* Qualitas Plant. et Mater. Veget. (Közlés alatt)

ОПЫТЫ БУМАЖНО – ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АМИНОКИСЛОТ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

К. Линднер

Автор на основе анализа большего числа белков и свободных аминокислот в пищевых продуктах сообщает практический метод количественного определения аминокислот бумажной хроматографией и приемы применения для отстранения веществ мешающих хроматографию и анализ. Кроме количественной оценки денситограмм для количественной оценки бумажнохроматограмм предлагает относительное сопоставление аминокислот для экспрессных методов аналогично к оценке элфограмм и газово-хроматограмм.

ERFAHRUNGEN BEI DER PAPIERCHROMATOGRAPHISCHEN BESTIMMUNG DER AMINUREN VON LEBENSMITTELN

K. Lindner

Der Verfasser gibt auf Grund der Untersuchung zalhreicher Eiweissstoffe und freier Aminosäuren in Nahrungsmitteln praktische Hinweise für die papierchromatographische quantitative Bestimmung der Aminosäuren und teilt Verfahren mit, welche sich zur Ausschaltung der die Chromatographie und die Analyse störenden Einflüsse eignen. Zur quantitativen Auswertung der Papierchromatogramme empfiehlt er neben der absoluten quantitativen Auswertung von Chromatogrammen zwecks Schnellbestimmung die Vergleichung der relativen Mengen der Aminosäuren, ähnlich wie bei der Auswertung von Elphogrammen oder Gaschromatogrammen.

EXPERIENCES GATHERED AT THE PAPER CHROMATOGRAPHIC DETERMINATION OF AMINOCIDS IN FOODS

K. Lindner

On the basis of experiences gathered in the determination of the contents of protein and free aminoacids of a great number of food varieties, the practical techniques the quantitative determination by paper chromatography are described by the author. The modes of eliminating the effect of substances interfering with chromatography and with the analysis in general are discussed. For the quantitative evaluation of paper chromatograms, in addition to the absolute quantitative evaluation of the densitograms, the comparison of the relative amounts of aminoacids is suggested for rapid determinatons, similarly to the conventional evaluation of elphograms or gas chromatograms.

Hajfestőszerekben levő néhány aromás diamin kimutatása és mennyiségi meghatározása vékonyréteg-kromatográfia alkalmazásával

PINTÉR IMRE és KRÁMER MAGDA
Technikai munkatárs: KLEEBERG JÁNOS
Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest
Érkezett: 1966. március 10.

A hazai előállítású hajfestőszerekben alkalmazható aromás aminokat és fenolokat, valamint egyéb vegyi anyagokat a jelenleg is érvényben levő 2/1957. (VIII. 15.) Eü. M. sz. rendelet, valamint az Egészségügyi Miniszter által esetenként kiadott engedély szabja meg.

Előző közleményeinkben (1, 2) papírkromatográfiás eljárást írtunk le a hazai előállítású, „Komol" elnevezésű hajfesték hatóanyagainak: a parafenilén-diaminnak, paratoluilén-diaminnak, paraaminofenolnak és rezorcinnak egymás mellett történő kimutatására és denzitometrálás útján történő mennyiségi meghatározására.

Jelen munkánknak az volt a célja, hogy olyan módszert keressünk, amely gyorsabb, mint a több óráig tartó papírkromatográfiás eljárás. A mennyiségi meghatározás érdekében pedig olyan módszert igyekeztünk kidolgozni, amely ezen gyorsabb elválasztást egészíti ki. Célul tűztük ki, hogy ez a módszer alkalmas legyen a nitroparafenilén-diaminon kívül a parafenilén-diamin és paratoluilén-diamin mennyiségi meghatározására is.

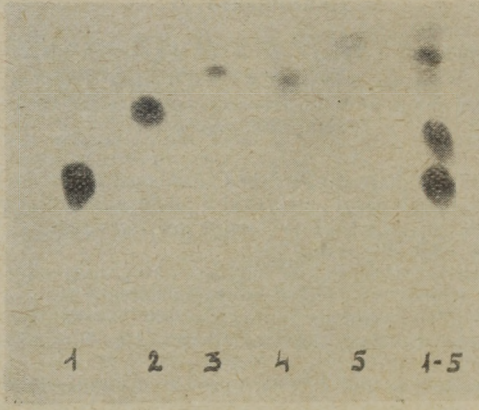
Előző közleményeinkben (1, 2) már rövid áttekintést adtunk az aromás aminok kimutatásával és mennyiségi meghatározásával foglalkozó, rendelkezésünkre álló szakirodalomról. Az azóta megjelent közlemények közül említésre méltó *Smyth és Mc. Keown* (3) munkája, amely 29 oxidációs típusú hajfesték-komponens (aromás amin és fenol) papírkromatográfiás, 4 – 5 órás futtatással történő elválasztását írja le, ezek mennyiségi meghatározásával azonban nem foglalkozik. A rendelkezésünkre álló irodalomban az aromás aminoknak a papírkromatográfiás eljárásnál gyorsabb, vékonyréteg-kromatográfiával történő elválasztására nem találtunk adatokat. Csupán a hozzájuk kémiai szerkezet szempontjából közel álló nitro- és aminofenolok alumíniumoxid rétegen benzol-etanol 1 : 1 arányú keverékével történő szétválasztására írtak le módszert *Hermanek* és munkatársai (4).

Kísérleti rész

Módszerünk kidolgozásánál megkíséreltük *Hermanek* és munkatársai (4) eljárásából kiindulni, vagyis vékonyréteg-kromatográfiával alumíniumoxid adszorbenst és benzol-etanol oldószer-keveréket felhasználva elválasztani a hajfestőszerek olyan komponenseit, amelyek az aromás diaminok, aminofenolok és fenolok csoportjába tartoznak.

Parafeniléndiamin, paratouiléndiamin, nitroparafeniléndiamin, paraaminofenol és rezorcin keverékének szétválasztására a fenti eljárás – vizsgálataink szerint – nem bizonyult kielégítőnek. Alumíniumoxid helyett Silicagel adszorbenst alkalmazva az eredmény már valamivel jobb volt, de még mindig nem

megfelelő. Ezután az oldószer-keverék arányának megváltoztatásával igyekeztünk az egyes vegyületek foltjainak szétválasztását tökéletesebbé tenni. Arra a megállapításra jutottunk, hogy benzol-etanol 65 : 35 arányú keverékét alkalmazva futtatószerként, 45 – 50 perc alatt a foltok a kívánt mértékben szétváltak és paradimetilaminobenzaldehid sósavas oldatával (0,5 g paradimetilaminobenzaldehid + 30 ml konc. sósav + 120 ml víz) (5) végzett bepermetezés, majd 100° C-on történő néhány perces melegítés után láthatóvá lettek. Az 1. ábra mutatja a vegyületek előhívott foltjait egyenként és keverékükből szétválasztva.



1. ábra. Parafeniléndiamin (1), paratoluiléndiamin (2), nitroparafenilendiamin (3), paraaminofenol (4), rezorcin (5), valamint keverékük (1 – 5) vékonyrétegű kromatogramja

A parafeniléndiamin foltja rozsdavörös, a paratoluiléndiaminé rozsdabarna, a nitroparafeniléndiaminé narancssárga, a paraaminofenolé citromsárga és a rezorciné kissé szennyes lila.

Előző munkánkban a papírkromatográfiás szétválasztást és az előhívást követően a parafeniléndiamin mennyiségét denzitometriásan határoztuk meg. Ez a módszer vékonyréteg-kromatogram esetében nem volt használható, mert a rendelkezésünkre álló Locarte készülék az általunk használt 20 × 20 cm-es lapkromatogram értékelésére alkalmatlan.

Ezért arra törekedtünk, hogy az aromás diaminok paradimetilaminobenzaldehid sósavas oldatával adott színes vegyületét a Silicagel rétegről eluáljuk és az így nyert oldat fényelnyelése alapján határozzuk meg az illető vegyület mennyiségét.

Erre a célra az általunk kipróbált, különböző polaritású, számos oldószer közül a metanol bizonyult a legmegfelelőbbnek.

Az eluálással nyert metanolos oldatok fényelnyelése azonban azonos aromás diamin mennyiségek esetén sokszor igen nagy különbségeket mutatott. Különböző aromás diamin mennyiségek előbb leírt módon nyert oldatainak fényelnyelése, továbbá az oldat koncentrációja között nem találtunk következetesen lineáris összefüggést.

A reprodukálhatóság és a fenti lineáris összefüggés rendszeres jelentkezésének hiánya feltételezésünk szerint két okra vezethető vissza. Az egyik az, hogy az aromás diaminok és a paradimetilaminobenzaldehid közötti reakció függ a reagens mennyiségétől, aminek állandóságát az általunk használt permetezési technikával nem lehet biztosítani. Lehetséges az is, hogy a színintenzitást a sósav

mennyisége befolyásolja. Ez esetben a színintenzitásban mutatkozó eltéréseket az okozhatja, hogy a lemez egyenlőtlen melegedése következtében a réteg különböző részein a visszamaradó sósav mennyisége nem azonos.

E két, feltételezett hibaforrással számolva a jelenlevő aromás diamin mennyiséggel arányos színképződést az eluátumhoz adott reagenssel kívántuk biztosítani. Így a permetezés és a réteg felmelegedésének esetleges egyenetlenségéből adódó reagens és sósav koncentrációbeli eltérések elenyésznek. Azt tapasztaltuk, hogy ilymódon az azonos mennyiségű parafenilendiamint tartalmazó oldatok extinkciója azonos és a parafeniléndiamin mennyiségek növekedésével az extinkció egyenes arányban növekszik, amint azt az 1. táblázat mutatja.

1. táblázat

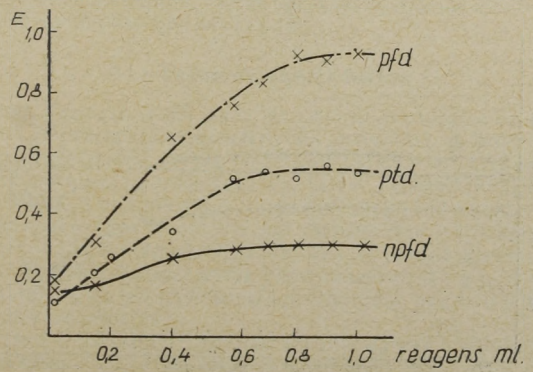
A reagens hatása a Silicagel rétegről nyert eluátum extinkciójára

Parafenilendiamin µg	A. minta E_1 cm	B. minta E_1 cm
60	0,24	0,25
60	0,46	0,25
60	0,42	0,26
120	0,52	0,49
120	0,59	0,47
120	0,72	0,48
180	1,08	0,71
180	1,00	0,72
180	0,97	0,70

A = 5 ml oldat + 1 ml metanol; B = 5 ml oldat + 1 ml reagens

Ezek után azt a reagens mennyiséget kívántuk megállapítani, amely a maximális színintenzitást biztosítja. Ebből a célból azonos parafeniléndiamin, paratouiléndiamin és nitroparafeniléndiamin mennyiségekhez 0,05 – 1,0 ml közötti különböző reagens mennyiségeket adtunk és metanollal azonos térfogatra történő kiegészítés után mértük az oldatok extinkcióját. Az eredményeket a 2. ábrán tüntettük fel.

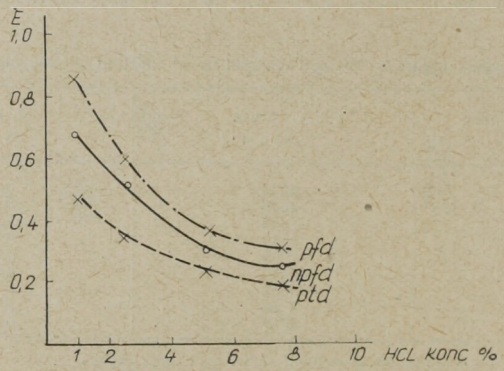
Ebből látható, hogy a reagens mennyiségének 0,8 ml-ig való növelésével az extinkció növekszik, ezen túl már változatlannak tekinthető. Az is megállapítható hogy míg a parafeniléndiamin és paratoluiléndiamin esetében a reagens



2. ábra. A reagens mennyiségének hatása az extinkcióra

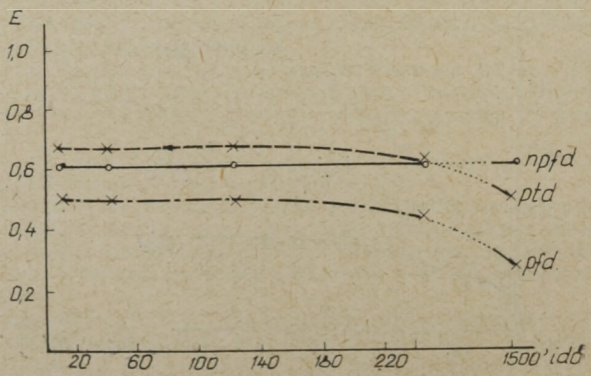
mennyiségének az adott mértékben való növelésével az extinkciónak kb. ötszörös emelkedése érhető el, addig a nitroparafenilendiamin extinkciója csupán kétszeresére növekszik. Ennek alapján a továbbiakban 1 ml reagenst alkalmaztunk.

A reagens optimális sósav koncentrációjának megállapítása céljából, vagyis annak eldöntésére, hogy milyen sósav koncentráció mellett kapjuk a maximális extinkciót, 7,6% és 1,0% határok között változtatva a reagens sósav koncentrációját, mértük az extinkciókat. Az eredményeket a 3. ábra mutatja.



3. ábra. A reagens sósavtartalmának hatása az extinkcióra

Az ábrából látható, hogy a sósav koncentráció csökkenésével az oldatok extinkciója fokozatosan emelkedik és 1,0% sósav töménység esetén a legnagyobb. A reagens sósavtartalma ennél tovább nem csökkenthető, mert minimálisan ez a sósav mennyiség szükséges a paradimetilaminobenzaldehid oldatba vitelére. Ezért a továbbiakban ezt a sósav koncentrációt alkalmaztuk. Megállapítottuk azt is, hogy a reagens mennyisége és az extinkció közötti, a 2. ábrán feltüntetett összefüggés a reagens 1% sósavkoncentrációja esetén is fennáll.



4. ábra. Az extinkció időbeli változása

Szükségesnek látszott továbbá megállapítani a Silicagel rétegről metanollal eluált, aromás diamin 1 ml reagens hozzáadásával adott színes vegyületének stabilitását is. Ennek érdekében az oldat extinkcióját a reagens hozzáadása után 10 perc és 25 óra közötti különböző időpontokban megmértük. Mérésünk eredményeit a 4. ábra mutatja.

A 4. számú ábrából kitűnik, hogy az extinkció-értékek a 120. percben még azonosak voltak a kezdeti értékekkel és csak 4 óra eltelte után tapasztaltunk némi csökkenést. Ennek alapján megállapítható volt, hogy az oldat színintenzitásának mérését 2 órán belül lehet és kell elvégezni.

Az előbbi eredményeink birtokában kialakult módszer reprodukálhatóságának és hibahatárának megállapítására különböző parafeniléndiamin, paratoluiléndiamin, illetve nitroparafeniléndiamin mennyiségekkel 5–5 párhuzamos elemzést végeztünk. Az egyes méréseknél kapott extinkció-értékek átlagát és a módszer azokból számított szórását (standard deviációt) a 2. táblázatban közöljük.

2. táblázat

A parafenilendiamin, paratoluiléndiamin és nitroparafenilendiamin meghatározásánál kapott extinkció-értékek standard deviációja

A vizsgált anyag mennyisége μg			E-értékek és standard deviációjuk	Standard deviáció %
Pfd	Ptd	Npfd		
17			0,18 ±0,017	±9,5
34			0,37 ±0,028	±7,6
51			0,57 ±0,027	±4,7
	17		0,11 ±0,010	±9,1
	34		0,21 ±0,015	±7,1
	51		0,31 ±0,015	±4,8
		10	0,09 ±0,006	±6,7
		20	0,17 ±0,012	±7,1
		30	0,24 ±0,020	±8,3

Az E-értékek 5–5 meghatározás átlagai

Amint a 2. táblázat adatai mutatják a módszerrel kapott értékek szórása 15–50 μg parafenilendiamin, illetve paratoluiléndiamin és 10–30 μg nitroparafenilendiamin esetén kisebb, mint ±10%.

Az alkalmazott eljárás leírása

A Merck-féle Silicagel G-ből álló, 20×20 cm-es üveglemezre vitt réteget először 100 °C-on 20 percig szárítószekrényben aktiváljuk. A lemez lehűlése után a vizsgálandó hajfestőszerből, illetve megfelelően elkészített kivonatából 10–50 μg parafeniléndiamint, paratoluiléndiamint, illetve nitroparafeniléndiamint tartalmazó mennyiségeket viszünk fel a rétegre. A megfelelő standard oldaltból a vizsgálandó anyaggal azonos mennyiségeket cseppentünk fel. A futtatást benzol-etanol 65:35 arányú keverékével végezzük 45–50 percen keresztül. A lemezt ezután szobahőmérsékleten megszárítva bepermetezzük 0,5 g paradimetilaminobenzaldehid 150 ml 1%-os sósavval készített oldatával, majd 10 percig 100 °C-os szárítószekrényben melegítjük.

Az egyes foltokat tartalmazó Silicagel mennyiségeket külön-külön, lehetőleg maradéktalanul lekaparjuk a lemezről és kémcsövekbe visszük, majd minden kémcső tartalmához 5–5 ml metanolt adunk és a keveréket többszöri rázogatás mellett 30 percig állni hagyjuk. Ezután minden kémcső tartalmához 1–1 ml-t

adunk a fenti reagensből, összerázzuk, majd a Silicagel eltávolítása céljából centrifugálunk. Az így nyert oldatok extinkcióját Pulfrich fotométeren S – 47-es színszűrő alkalmazásával metanollal szemben mérjük.

A standard parafeniléndiamin, paratoluiléndiamin, illetve nitroparafeniléndiamin-nal kapott extinkció-értékek alapján készített koncentrációs görbe segítségével a kérdéses folt parafeniléndiamin, illetve paratoluiléndiamin és nitroparafeniléndiamin tartalma az extinkció-értékek ismeretében megállapítható.

A módszer alkalmazása

A módszert alkalmaztuk a kereskedelmi forgalomban levő „Komol Ipari" és „Komol Luxus" hajfestékek néhány színárnyalata parafeniléndiamin és paratoluiléndiamin tartalmának ellenőrzésére. Mivel a nitroparafeniléndiamin tartalmú „Rege Color" egyelőre még nem került forgalomba, ezért a nitroparafeniléndiamint csak modell oldatokban volt módunkban meghatározni. A Komol hajfestékekre vonatkozó eredményeinket a 3. táblázatban közöljük.

3. táblázat

Néhány „Komol Ipari" és „Komol Luxus" hajfesték ellenőrző vizsgálatának eredményei

A készítmény neve	Deklarált Pfd %	Talált Pfd %	Eltérés %	Deklarált Ptd %	Talált Ptd %	Eltérés %
1. sz. Komol Ipari	1,0	0,96	−4,0			
5. sz. „ „	0,7	0,7	∅			
8. sz. „ „	0,5	0,5	∅			
13. sz. „ „	0,3	0,275	−9,1			
1. sz. Komol Luxus				10,0	9,1	−9,0
5. sz. „ „				4,0	3,9	−2,5
14. sz. „ „				2,0	1,84	−8,0

A talált értékek 4–4 meghatározás eredményének átlagai

A 3. táblázatból látható, hogy a módszerünkkel ellenőrzött „Komol Ipari" és „Komol Luxus" hajfestőszerekben talált parafeniléndiamin, illetve paratoluiléndiamin tartalom megfelel a deklarált értékeknek, mert az ezektől való eltérés a módszer hibahatárán, ± 10%-on, belül van.

A módszer gyakorlati alkalmazása során a vizsgált hajfestőszerekhez ismert mennyiségű parafeniléndiamint, illetve paratoluiléndiamint adtunk abból a célból, hogy ezen anyagok visszanyerhetőségének mértékét az adott esetben megállapítsuk.

4. táblázat

„Komol" hajfestőszerekhez hozzáadott pfd. és ptd. visszanyerhetőségének adatai

A vizsgált hajfestőszer megnevezése	Hajfestőszer	pfd	ptd	Hajfestőszer + pfd	Hajfestőszer + ptd	Visszanyert pfd %	Visszanyert ptd %
	extinkció-értékek						
Komol Ipari No 1	0,42	0,45		0,87		100	
„ „ No 5	0,23	0,24		0,48		104	
„ „ No 8	0,18	0,24		0,40		92	
„ „ No 13	0,20	0,22		0,42		100	
Komol Luxus No 1	0,34		0,37		0,70		97
„ „ No 5	0,33		0,34		0,67		100
„ „ No 14	0,27		0,26		0,54		96

A fenti táblázatban közölt eredményeink szerint a hajfestőszerekből visszanyert parafeniléndiamin, illetve paratoluiléndiamin extinkció-értéke gyakorlatilag

nem különbözik az egymagában azonos körülmények között standardként vizsgált parafeniléndiamin, illetve paratoluiléndiamin mennyiségek extinkció-értékétől. Ez arra utal, hogy a vizsgált hajfestőszerekben parafeniléndiamin-on és paratoluiléndiamin-on kívül jelenlevő egyéb komponensek nem befolyásolják ezen hatóanyagoknak a leírt módon történő meghatározását.

IRODALOM

(1) *Pintér I., Krámer M.:* ÉVIKE, *11*, 305, 1965.
(2) *Pintér I., Krámer M.:* Parfümerie u. Kosmetik *46*, 61, 1965.
(3) *Smyth R. B., G. G. Mc Keown:* Journal of Chromatography *16*, 454, 1964.
(4) *Hermanek S., Schwarz V., Cekan Z.:* Pharmazie *16*, 566, 1961.
(5) *Jacobelli – Turi C.:* Annali di Chimica *49*, 459, 1959.

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ И КАЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ АРОМАТИЧНЫХ ДИАМИНОВ В КРАСКАХ ДЛЯ ВОЛОС ПРИ ПОМОЩИ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

И. Пинтер и *М. Крамер*

Авторы сообщают аналитический метод для совместного качественного определения отдельных веществ находящихся в красках для волос: парафенилендиамин, паратолуилендиамин, нитропарафенилендиамин, резорцин и парааминофенол и кроме этого для количественного определения парафенилендиамина, паратолуилендиамина и нитропарафенилендиамина.

Для разделения и определения указанных соединений применяют тонкослойную хроматографию. Адсорбентом служит силикагел в соответствующей активности и растворителю смесь бензол-этанола (65 : 35). Полученные пятна появляются опрыскиванием солянокислотного раствора парадиметиламинобензалдегида и нагреванием плита. Для количественного определения парафенилендиамина, паратолуилендиамина и нитропарафенилендиамина отдельные пятна растворяют метанолом с слоя силикагеля и после добавления реагента парадиметиламинобензалдегида в растворе соляной кислоты оптимального количества и концентрации, измеряют поглощение света раствора показывающегося постоянную интенсивность краски в течении 2 часов.

Метод пригодный для совместного определения 10 – 15 микрог парафенилендиамина, паратолуилендиамина и нитропарафенилендиамина с ошибкой ± 10%.

NACHWEIS UND QUANTATIVE BESTIMMUNG EINIGER IN HAARFÄRBEMITTELN ENTHALTENEN AROMATISCHEN DIAMINE MITTELS DÜNNSCHICHTCHROMATOGRAPHIE

L Pintér und M. Krámer

Die Verfasser teilen ein analytisches Verfahren zum Nachweis von in Haarfärbemitteln enthaltenen einzelnen Wirksubstanzen: Paraphenylendiamin, Paratoluidendiamin, Nitroparaphenylendiamin, Resorzin und Paraaminophenol nebeneinander mit, sowie zur quantitativen Bestimmung von Paraphenylendiamin, Paratoluidendiamin und Nitroparaphenylendiamin. Für die Trennung und Identifizierung der genannten Verbindungen verwenden sie die Dünnschicht – Chromatographie auf aktiviertem Silicagel G und mit einem Gemisch von Benzol-Ethanol (65 : 35) als Laufmittel. Die erhaltenen Flecke

werden durch Besprühen der Platte mit einer salzsauren Lösung von Paradimethylbenzaldehyd und kurzem Erwärmen sichtbar gemacht. Zur quantitativen Bestimmung des Paraphenylendiamins, Paratoluidendiamins und Nitroparaphenylendiamins werden die einzelnen Flecke aus der Silicagel Schicht mit Methanol eluiert und es wird – nach Zufügen eines Paradimethylaminobenzaldehyd Reagenten von optimaler Menge und Salzsäurekonzentration die Lichtabsorption der Lösung, die innerhalb 2 Stunden eine konstante Farbenintensität aufweist, gemessen.

Das Verfahren eignet sich zur einer Bestimmung von 10–15 μg Mengen von Paraphenylendiamin, Paratoluidendiamin, bzw. Nitroparaphenylendiamin nebeneinander. Maximale Fehlerbreite ±10%.

DETECTION AND QUANTITATIVE DETERMINATION OF SOME AROMATIC DIAMINES PRESENT IN HAIR-DYEING AGENTS, WITH THE USE OF THIN-LAYER CHROMATOGRAPHY

I. Pintér and M. Krámer

An analytical method is described by the authors for the detection of some agents (such as p-phenylene diamine, p-toluylene diamine, nitro-p-phenylene diamine, resorcinol and p-aminophenol) present in hair dyeing preparations, in the presence of each other, and also for the quantitative determination of p-phenylene diamine, p-toluylene diamine and nitro-p-phenylene diamine. For the separation and identification of the above-mentioned compounds thin-layer chromatography is employed, using Silicagel G of adequate activity as adsorbent and a 65 : 35 mixture of benzene and ethanol as running agent. The obtained spots are developed by spraying the plates with a hydrochloric acid solution of p-dimethylamino-benzaldehyde, followed by short heating. For the quantitative determination of p-phenylene diamine, p-toluylene diamine and nitro-p-phenylene diamine, the single spots are eluted from the Silicagel G layer with methanol, and, on adding an optimum anount of a hydrochloric acid solution of p-dimethylamino-benzaldehyde, the light absorption of the methanolic solution is measured. The intensity of the colour proved to remain stable for two hours.

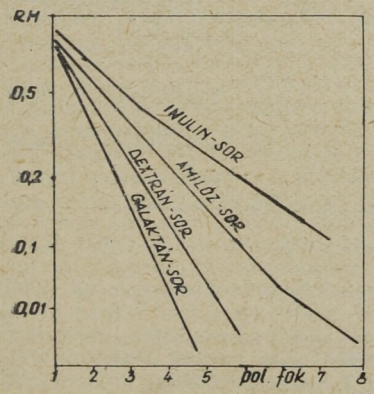
The suggested method is suitable for the determination of amounts of 10 to 50 μg of p-phenylene diamine, p-toluylene diamine and nitro-p-phenylene diamine, respectively, in the presence of each other, with an error not exceeding ±10%.

Szénhidrátok papírkromatográfiája*

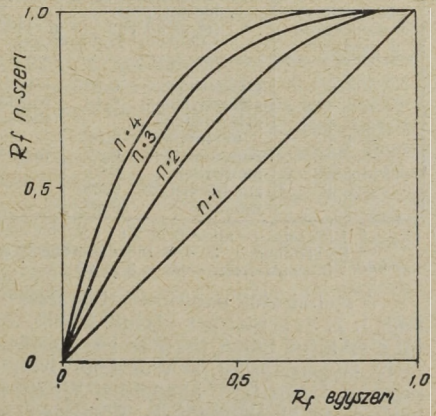
TÓTH MIHÁLY
Budapesti Műszaki Egyetem Mezőgazdasági Kémiai Technológiai Tanszék
Érkezett: 1966. április 27.

Valamely szénhidrát-elegy kvalitatív vagy kvantitatív papírkromatográfiás analízisére az ismert futtatási technikák egyaránt alkalmasak. Így alkalmazhatók a felszálló, leszálló, vízszintes, spirális vagy körpapír technikák, esetleg ezek kombinációja. Egyszerű kivitelükből eredően legelterjedtebbek a fel- és leszálló technikák.

A szénhidrátoknak a papíron való elmozdulása is molekulanagyság, szerkezet és oldószerfüggő. Általános elvként fogadható el, hogy a furanózformában levő szénhidrátok R_f-je nagyobb a piranózokénál, a monoszaharidok gyorsabbak az oligoszaharidoknál. Oligoszaharidoknál az R_f-érték függ a kötéstípustól és a polimerizációs foktól is. (1. ábra)



1. ábra. Oligoszaccharidok R_M-értékeinek polimerizációs-fok függése



2. ábra. R_f-érték számítása ismételt futtatásnál

Oligoszaharidoknál a monoszaharid egységek száma mellett döntőbb a kötéstípus szerepe. Így pl. 1,4-diszaharidok gyorsabban vándorolnak, mint az 1,6-diszaharidok. Hatással van az elmozdulás sebességére az esetleges szubsztitúció is. Így pl. aldohexózok 6-os hidroxiljének metilezése 50%-kal növeli az R_f-et.

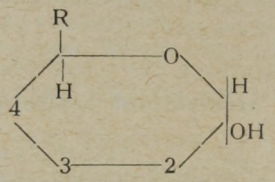
Azonos alapvázú szénhidrátok R_f-értékeinek szerkezetfüggését az 1. táblázat szemlélteti. Az 1. táblázat vízszintes soraiból az azonos konfiguráció mellett változtatott szubsztitúció, függőleges soraiból azonos szubsztitúció mellett a konfigurációnak az elmozdulásra gyakorolt hatása olvasható le (oldószer: etilacetát- piridin- víz 2 : 1 : 2 elegye).

* A II. Élelmiszervegyész Ankét keretében 1966. április 6-án elhangzott előadás (Szerk.)

1. táblázat

Homomorf csoportokat tartalmazó vegyületek R_f-jei*

Alapváz:



Hidroxilok konfigurációja a gyűrűn**	Aldopentózok (R = −H)		Aldohexózok (R = $-CH_2OH$)		Aldoheptózok (R = $-CHOH{\cdot}CH_2OH$)	
+ + +	Ribóz	0,33	allóz	0,22		
+ + −	arabinóz	0,23	altróz	0,27		
+ − +	xilóz	0,28	glükóz	0,195	D-gala-L-glükóz	0,16
+ − −	lixóz	0,30	mannóz	0,24	D-gala-L-mannóz	0,21
− + +			glükóz	0,23	D-glüko-D-gülóz	0,19
− + −			idóz	0,31		
− − +			galaktóz	0,175	D-gülo-L-galaktóz	0,14
					D-manno-D-galaktóz	0,15
− − −			talóz	0,285	D-gülo-L-talóz	0,23
Hidroxilok konfigurációja a gyűrűn**	**Aldometilózok (R = $-CH_3$)**		**Ketohexózok (−H C_1-en = $-CH_2OH$)**		**Aldohexuronsavak*** (R = −COOH)**	
+ + +	allometilóz	0,36	allulóz	0,30		
+ + −	altrometilóz	0,45	fruktóz	0,24	glükuronsav	0,15
+ − +	glükometilóz		szorbóz	0,24		
− + +	ükometilóz	0,36				
+ − −	mannometilóz	0,38	tagatóz	0,27	mannuronsav	0,18
− + −	idometilóz	0,51				
− − +	galaktometilóz	0,265			galakturonsav	0,13
− − −	talometilóz	0,48				

* Etilacetát-piridin-víz = 2 : 1 : 2
** Sorrendben 2, 3, 4-es hidroxilcsoport, a gyűrű síkja felett (+), ill. alatt (−).
*** Etilacetát-ecetsav-víz = 3 : 1 : 3

A széhidrátok papírkromatografálásánál az ismert papírtípusok (pl. Whatman 1, 2, 3; Schleicher – Schüll 2040b, 2071, 2043b, 2045a stb.) néhány kivételtől eltekintve külön tisztítás vagy előkezelés nélkül használhatók. Gyors kvalitatív elválasztáshoz a Whatman 1-es, a Schleicher – Schüll 2040b és 2045a papírok, kvantitatív analízisnél Whatman 3, Schleicher – Schüll 2071 és 2043b papírok az alkalmasabbak. Whatman 1 és 3-as, valamint Schleicher – Schüll 2043b papírokkal majdnem minden szénhidrát-papírkromatográfiás feladat megoldható.

Papírjainkat különös gonddal kell tárolni és kezelni. Gyűrött, törött vagy kikopott, sőt poros, ujjlenyomatos papír kellemetlen meglepetéseket okozhat mind az egyszeri futtatásnál, mind a reprodukálandó sorozatoknál, a kvantitatív elválasztásról és kiértékelésről nem is szólva.

Az egy pontba felvihető anyag mennyisége elsősorban a papír kapacitásától függ és általában 50 – 500 mikrogram komponensenként. Kimutathatók 1 – 5 gamma cukrot tartalmazó foltok is, de szükség lehet 5 – 10 mg felvitelére is, olyankor, ha pl. adott szénhidrát mellett kis mennyiségben jelenlevő kísérőket is szeretnénk meghatározni. Jó példa erre a keményítőhidrolizátum, vagy glükóz savas reverzátumának papírkromatográfiás vizsgálata. Mindkét esetben meglehetősen nagymennyiségű glükóz mellett kell több, kis mennyiségben jelen-

levő di- és oligoszaharidot elválasztani. Sajnos, ha a papír kapacitását túlzottan megterheljük, elkenődik a folt, elfedve vele a kísérőket is. Az említett példák esetében, ha más papírra való áttérés nem segít, a glükóz leerjesztésével, vagy más módszerrel való eltávolításával lehet megpróbálkozni.

A folt elkenődése különösen gyakori a cukorsavak esetében. Ez esetben a futtató oldószer aciditásának növelésével javíthatunk a problémán.

A kromatografálni kívánt szénhidrátok gyakran előzetes előkészítést kívánnak. Ezek leggyakrabban extrakció, hidrolízis, sómentesítés, enzimes kezelés, bepárlás vagy hígítás és céljuk minden esetben, hogy eredményükként a vizsgálandó cukrok 0,1 – 1%-os vizes, vagy piridines, vagy 50 – 80% alkoholt tartalmazó oldatban legyenek. Híg, vagy nehezen elpárolható oldószeres oldat a felvitelt időben elnyújtja, vagy megnehezíti. (Pl. 0,1 ml vizes oldat pontszerű felvitele Whatman 1-es papírra 20 – 40 percet is igénybevesz.)

Kismennyiségű tömény oldatok felvitelénél mikropipetta vagy Agla-mikrofecskendő használatát javasolja a szakirodalom, de ezek igen jól helyettesíthetők az olcsóbb és könnyebben beszerezhető, vörösvérsejtek számlálásakor alkalmazott orvosi pipettákkal, vagy az ugyancsak orvosi célra gyártott ún. tuberkulin-fecskendőkkel, ha megfelelő kis átmérőjű tűt erősítünk rájuk.

A felvitelnél sokan előszeretettel alkalmaznak melegre állított hajszárítót is, meggyorsítva ezáltal a folt száradását. Az óvatos melegítés valóban megengedhető, de tapasztalataink szerint nehéz megtalálni a szénhidrát szempontjából a meleg és túl meleg közötti határt, s a melegítés vagy degradációhoz, vagy a cukor és a papír anyaga közt létrejövő tisztázatlan kapcsolatokhoz vezet. A degradáció veszélyessége kézenfekvő, az utóbbi effektus pedig a felvitt anyag egy részének a startponton való visszamaradásához vezethet.

A szénhidrátok futtatására számos két- és háromkomponensű oldószerrendszer ismert, amelyek jól alkalmazhatók mono- és oligoszaharidok, valamint ezek származékainak futtatásához. Ezek mindegyike lényegében egy kis viszkozitású, vízzel elegyedő komponensből és vízből, valamint egy, a vízfelvételt növelő komponensből áll. Az egyes oldószerrendszereket a szakirodalom megfelelő mélységben ismerteti, s kiválasztásukhoz is segítséget nyújt. Csoportosításuk sokféle lehet, ezek közül egy, pl. a kémhatás alapján történő csoportosítás. Ennek alapján az oldószerrendszerek savas, alkálikus vagy semleges kémhatásúak lehetnek. Mono- és oligoszaharidok elválasztására általában mind alkalmasak; cukorsavak futtatásához a savas rendszerek, míg dezoxicukrok, laktonok és cukoranhidridek elválasztásához inkább az alkalikus rendszerek megfelelőbbek.

A futtatási idő szobahőmérsékleten az alkalmazott technikától és a papír méreteitől függően néhány órától több napig tarthat. Éppen az említett keményítőhidrolízis és reverziótermékek vizsgálatánál olyan oldószerek biztosították a legjobb elválást, amelyekkel 120 – 170, sőt 480 órás futtatásokra volt szükség. (Oldószerek: etilacetát-piridin-víz = 8 : 2 : 1; n-propanol-etilacetát-víz = 7 : 1 : 2 és amilalkohol-denaturáltszesz-víz = 54,2 : 25,4 : 20,3). Ilyen hosszú futtatási időnél egy újabb, eddig nem említett probléma merülhet fel, s ez az állandó hőmérséklet biztosítása, különösen akkor, ha pl. a nappali és éjszakai hőmérsékletkülönbségek nagyok. Ilyenkor magasabb hőmérsékleten telítődik a kád légtere az oldószer gőzeivel, s éjjel a lehűléssel együtt lekondenzál. Lekondenzál, de nemcsak az edény falára, hanem a papírra is, és elfolyást, front-torzulást okoz.

Előfordulhat, hogy többnapos futtatás esetén sem megfelelő az elválasztás. Ilyenkor segíthet a kétdimenziós, a túlfolyatásos, esetleg az ismételt futtatásos technika alkalmazása.

Leszálló technikánál alkalmazott túlfolyatásos futtatásnál az oldószert – miután elérte a kromatogram-papír alját, – lecsepegni hagyjuk. Ilyenkor elő-

fordulhat, hogy a papír alján az oldószer felgyülemlik és csak a papír legmélyebben fekvő sarkán, esetleg hibás pontján csepeg le. Ennek eredményeként eltorzulhatnak és összefolyhatnak az egyes zónák. A jelenséget a papír aljának „cakkozásával" kerülhetjük el. Minél sűrűbb a cakkozás, annál egyenletesebben csepeg le az oldószer. Ilyenkor természetesen sor kerülhet néhány gyorsan futó, ezért a túlfolyatásnál a papírról leeluálódó komponens „feláldozására". Ezeket természetesen rövidebb ideig tartó futtatással identifikálhatjuk, vagy a lecsepegő oldószerrel együtt felfogva, bepárlás után meghatározhatjuk. Mivel az oldószerfront elmozdulása a túlfolyatásos futtatásnál nem mérhető le, az egyes foltok elmozdulását valamely ismert R_f-ű komponensre vonatkoztatva célszerű megadni.

Az ismételt futtatást megfelelően nagy R_f-ű, de egymáshoz közeleső, összeolvadó foltok szétválasztására használjuk. Ismételt futtatásnál, miután az oldószerfront vagy túlfolyatással kombinált technika esetén a leggyorsabban haladó folt a papír aljához ért, a papírt megszárítjuk és újra futtatjuk. Ezt többször is meg lehet ismételni. Az ismételt futtatás hatására az egyes foltok hossza a futtatás irányában megrövidül, sőt az elkenődés is csökkenthető. Az ismétlések időtartama lehet azonos, vagy különböző. Azonos időtartamokra bontásnál a kívánt elmozduláshoz az egyszeri futtatásnál szükséges időhöz annyiszor adjuk hozzá az oldószerfrontnak a papír aljáig való futásának az idejét, ahányszor ismétlünk, s ezt az összidőt bontjuk fel az ismétlések számának megfelelően egyenlő részekre. Természetesen végezhetők az ismétlések úgy is, hogy elsőre úgy futtatunk, mint ismétlések nélkül futtatnánk, s ezt követően az ismétléseknél csak a papír aljáig futtatjuk az oldószert.

A módszer előnye, hogy a nagyobb R_f-ű foltok is a papíron maradnak, s a foltok is koncentráltabbak lesznek, ami főként kvantitatív kiértékelésnél jelent előnyt. Az előnyökkel szemben a módszer idő- és munkaigényessége jelentkezik hátrányként. Ismételt futtatásnál az R_f-értékeket vagy valamely ismertebb komponensre lehet megadni, vagy Matthias módszerével kiszámítani. (2. ábra).

Kvalitatív kiértékelésnél a papíron szétvált szénhidrátokat valamilyen reagens segítségével tesszük láthatóvá. Az előhívás a szénhidrátok vagy származékuk valamely csoportjának színreakciója alapján történik. Legelterjedtebbek az ammóniás ezüstnitrát, az alkálikus difeniltetrazoliumklorid, a nátriumperjodáttartalmú hívók, valamint a különböző fenolos és amintartalmú reagensek.

A részletes ismertetés helyett itt is a szakirodalomra szeretnék utalni, amelyből adott feladathoz mindig a legmegfelelőbbet, mondhatni a legjobban „tetszőt" választhatjuk ki. Többségükben nagy érzékenységű, 1 – 5 gamma cukor kimutatására is alkalmas reagensek.

Ha kvantitatív kiértékelést akarunk végezni, felvitel és futtatás előtt célszerű kimosni a papírt. Ezt végezhetjük pl. vízzel vagy éppen a futtató oldószerrel. Futtatás után, a kiértékelésnél úgy járhatunk el, hogy valamilyen módszerrel (pl. párhuzamosan kezelt kontrollcsíkok előhívásával) előhívás nélkül lokalizáljuk az egyes komponenseket, majd a kromatogramot keresztben csíkokra vágva, eluáljuk az egyes foltokat. Az eluátum ezután tetszőleges szénhidrát mikromódszerrel határozható meg. Természetesen vakpróbát is kell végezni, egy üres papírrészt eluálva. Kontrollcsíkokat célszerűen a főmező mindkét oldalán futtatunk, s még így is csak elferdült front esetén tudjuk előhívás nélkül helyesen felvágni fő-kromatogramunkat. Rendszertelen frontorzulás esetén gyakorlatilag újra lehet kezdeni a futtatást. A kvantitatív kiértékelés végezhető elució nélkül is, ha a papírkromatogramot előhívás után paraffinolajjal impregnáljuk, légtelenítjük, majd fotodenzitometráljuk. A módszer lényegesen egyszerűbb, gyorsabb, de sajnos pontatlanabb is, mint az eluciós eljárások, éppen az előhívás és preparálás miatt.

Külön figyelmet érdemelnek a radioaktív izotópos módszerek. Radiometriás eljárásnál vagy maguk az elválasztandó anyagok aktívak vagy a papírra felvitel előtt keverjük hozzájuk a jelzett vegyületeket; esetleg inaktív vegyületeket futtatva, utólag, neutron besugárzással tesszük aktívvá azokat. Izotópok alkalmazásakor a papírkromatografálás technikája lényegében változatlan marad, a kiértékelésnél viszont új, kvantitatív értékelési lehetőségeket kapunk. Legelterjedtebbek az autoradiográfiás, a Geiger–Müller számlálócsöves és szcintillációs módszerek.

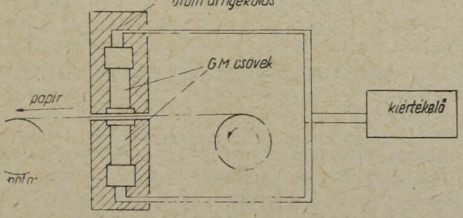
Autoradiografálásnál a kiértékelendő kromatogramot sötétben röntgenfilmmel takarjuk le, és üveglappal vagy más nehezékkel rögzítjük. Kémiai expozíció elkerülése céljából vékony cellofán vagy műanyagfóliát is lehet tenni a film és a papír közé, de ez lágy sugárzók esetében a fólia sugáradszorpciója miatt kerülendő.

Az expozíció ideje a felvitt aktivitástól függ, általában 10^7 impulzus/cm^2 nagyságrendű. A szénhidrátoknál leggyakrabban alkalmazott izotópok a C^{14}, H^3, O^{18} és P^{32}. Ezeknél kb. 6 napos expozícióval, 0,005 mikro-curie a kimutathatóság alsó határa. Nagyobb aktivitások néhányórás expozícióval is kimutathatók.

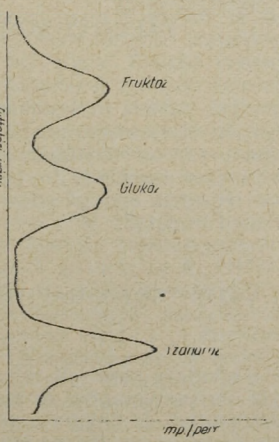
Az exponált és előhívott filmek vizuálisan vagy denzitometrálással értékelhetők ki. Természetesen kvantitatív értékelésnél teljesen azonos módon kell kezelni az egyes negatívokat. A módszer nagy előnye, hogy pl. elégtelen szétválás esetén a kromatogram tovább futtatható, mint azt pl. radioaktív bioszintézis útján nyert cukorkeverékek szétválasztásánál számtalanszor meg is tettük.

A Geiger–Müller számlálócsöves kiértékelőknél (3. ábra) a vizsgálandó kromatogramot végablakos vagy átáramlásos GM-csövek ablaka előtt húzzuk el. Szakaszos, kézi elhúzásnál a percenkénti beütésszámváltozást mérjük, míg ha a kromatogramot szinkronmotorral mozgatjuk, a kapott impulzusok írószerkezetre vihetők át, amely kirajzolja a foltok aktivitáseloszlását. A felrajzolt maximumok vonal alatti integrálja planimetrálással megállapítható és az ablak, a papír és a műszerpapír elmozdulását, valamint a hatásfokot figyelembevevő faktorokkal való beszorzás után kapjuk a foltok aktivitását.

Ilyen berendezést egyszerű összeállítani, mint azt mi is megtettük, és kb. 2 éve nemcsak kutatómunkánkban, hanem vegyészhallgatóink laboratóriumi gyakorlatainál is sikeresen használjuk. (4. ábra).



3. ábra. Radiokromatogramm-kiértékelő vázlata



4. ábra. Radiokromatogram aktivitáseloszlási görbéje fruktóz, glükóz, szacharóz elegyének elválasztása után

Radiokromatogram foltjait egyébként eluálhatjuk egyenként is, és vagy beszárítás után, vagy folyadékfázisban mérhetjük aktivitásukat. Utóbbi esetben a mérést vagy merülős GM-csővel, vagy folyadékszcintillációs módszerrel végezzük. A folyadékszcintillációs módszernél a radioaktív cukoreluátumot, setleg közvetlenül a kivágott kromatogramcsikot speciális szcintillátoroldattal együtt egy kis edénykébe helyezzük, s a keletkező felvillanásokat árammá alakítva mérhetjük a bevitt anyag aktivitását. Ilyen mérőberendezés is működik tanszékünkön, és főleg igen kis aktivitások észlelésére igen jól alkalmazható. Maga az eluálást követő aktivitásmérés különösen előnyös olyan esetekben, ahol az eluátumot más célra is fel akarjuk használni.

БУМАЖНАЯ ХРОМАТОГРАФИЯ УГЛЕВОДОВ

M. Tom

Автор сообщает условия бумажной хроматографии углеводов. Обсуждает действие структуры углеводов и техники хроматографии на элюацию. В рамках нисходящего растворения подробно сообщает повторный, переливной и радиохроматографический метод.

PAPIERCHROMATOGRAPHIE VON KOHLENHYDRATEN

M. Tóth

Verfasser bespricht die bei der Papierchromatographie von Kohlenhydraten zu beachtenden Gesichtspunkte. Er behandelt den Einfluss der Struktur und der chromatographischen Technik auf die Eluierung der Kohlenhydrate. Bei der absteigenden Methode erörtert er die wiederholte, die ausfliessende sowie die radiochromatographische Methode eingehender.

PAPER CHROMATOGRAPHY OF CARBOHYDRATES

M. Tóth

The aspects to be taken into account in the paper chromatographic investigation of carbohydrates are described by the author. Also the effect of the structure of carbohydrates and of the chromatographic technique on the elution process is discussed. In connection with the descendent running technique, the repeated and overflow methods and radiochromatographic method are treated in detail.

LA CHROMOTOGRAPHIE AU PAPIER DES HYDRATES DE CARBONE

M. Tóth

L'auteur passe en revue les points de vue à prendre en considération quant à la chromatographie au papier des hydrates de carbone. Il traite l'effet de la constitution de l'hydrate de carbone et de la technique de la chromatographie sur l'évaluation. En parlant de la méthode descendante il donne des détails concernant les méthodes à répétition et à débordement, et aussi la méthode radiochromatographique.

A lipidek papírkromatográfiás meghatározása*

LUKÁCSNÉ HÁGONY PIROSKA
Növényolaj- és Mosószeripari Kutatóintézet, Budapest
Érkezett: 1966. jún. 4.

A lipidek vonalán a papírkromatográfiás módszer bevezetése tette lehetővé a lipidek részletesebb, mélyebb megismerését azáltal, hogy az elemzéshez kis mennyiségű anyag elegendő, ugyanakkor a klasszikus módszerekkel szemben kevésbé bonyolultan, megbízhatóan, rövidebb idő alatt végezhetők el az elemzések. A lipidek kémiai sajátságuknál fogva a jellegüknek megfelelően többféle papírkromatográfiás módszerrel választhatók szét. Tekintettel az idő rövidségére, az egyes lipoidféleségek papírkromatográfiás elválasztásánál a részletes irodalmi ismertetést mellőzöm és csak az Intézetünkben alkalmazott módszerek ismertetésére szorítkozom.

Rövidláncú zsírsavak meghatározása

A rövidláncú zsírsavakból hidroxamátokat képezünk és a hidroxámsav-ferrikomplexen keresztül történik kimutatásuk (1).

A rövidláncú zsírsavakat a finoman aprított természetes nyersanyagokból vízgőz-desztillációval nyerjük ki, majd a kinyert savakat fenolftalein jelenlétében meglúgosítjuk ammóniumhidroxiddal és szárazra pároljuk. 0,4 n etanolos sósavval (kb. 1 mg zsírsavra számolva 2 ml etanolos sósav) kétszer extraháljuk.

Ezután diazometánt adagolunk az állandó sárga szín megjelenéséig, amikoris a zsírsavakat metilészterekké alakítottuk. A fölösleges diazometánt pár csepp 0,4 n alkoholos sósav hozzáadásával elűzzük, majd 3 ml (kb. 10 mg zsírsavra) 2 n hidroxilaminklorhidrát és 3,5 n nátriumhidroxid metanolos elegyét adjuk és 15 percig 20 C°-os termosztátba helyezzük. Ezután tömény sósavval semlegesítünk és a kiváló nátriumklorid csapadékot szűrjük. Háromszor 1 ml éterrel utánnamossuk a csapadékot és az étert kb. 1 ml-re betöményítjük. Ebből történik a zsírsavak kromatografálása. A kromatografáláshoz alkalmazott papír Schleicher – Schüll 2043/b, amelyet Mathiasz nyomán „lábas" kromatogramnak képezünk ki (2). A lábas kromatogramnak előnye, hogy a felvitt cseppek közelében az oldószer félkör alakban terjed. Ezzel a körpapír kromatográfiánál fennálló viszonyokat megközelítjük és így az elválasztást élesebbé tesszük azáltal, hogy az egyes komponensek foltjai az oldószer haladási irányára merőleges irányban kissé elnyújtottak, félhold alakúak lesznek, az R_f értékek ugyan kisebbek, ennek ellenére az elválasztás élesebb. Felszálló kromatográfiát alkalmazunk. $C_1 - C_6$-ig a következő elválasztó elegyet használjuk: amilalkohol: ecetsav: víz 4 : 1 : 5. $C_6 - C_{10}$-ig pedig benzol: hangyasav: víz 1 : 1 : 1 elegyével történik a különválasztás. Az adott módszerrel 100 – 200 gamma zsírsavkeverék választható jól szét. A futási idő kb. 16 óra szobahőfokon. Kifuttatás után a kromatogramot 50 – 60 C-nál nem magasabb hőfokú szárítószekrényben szárítjuk. Ezután bepermetezzük a papírcsikokat 2%-os metanolos ferriklorid oldattal. A savak bíborvörös színben jelennek meg.

* A II. Élelmiszervegyész Ankét keretében 1966. április 7-én elhangzott előadás

A módszert kizárólag kvalitatív zsírsavmeghatározásra alkalmaztuk. Irodalomból ismert a mennyiségi meghatározásuk is (3). A kimutatás során a hidroxámsav ferrikomplexet a papírról eluálják és a színt fotometrálják. A módszerrel ±10% hibával határozhatók meg a zsírsavkomponensek.

Hosszúláncú zsírsavak kvalitatív meghatározása

Hosszúláncú zsírsavak papírkromatográfiás előkészítése:

Olajos magból Soxleth készülékben, petroléterrel 8 órás extrakcióval nyerjük ki a zsiradékot – amennyiben nem olajos magból, hanem vizet és egyéb nem lipoid anyagot is (fehérje, cukor) tartalmazó rendszerből történik a lipidek kinyerése, úgy a finoman aprított anyaghoz legcélszerűbb a Folch-féle lipoid oldószert adni (4). A kloroform/metanol (2 : 1) keveréket, az anyagra számolt tízszeres hígításban adjuk, kb. 20–30 percig rázógépen rázatjuk. A csapadékot szűréssel távolítjuk el s a bennemaradt lipoid mennyiséget 3×20 ml kloroformmal utánöblítjük, nitrogén felett ledesztilláljuk, a visszamaradt lipoidokat 30–40 ml kloroformban oldjuk és 20 ml desztillált vizet hozzáadva rázótölcsérbe átrázzuk. A két fázis különválasztása után az alsó kloroformos fázist bepárolócsészébe engedve nitrogénáramban bepároljuk és a visszamaradt, nyers lipoidot petroléterben vesszük fel. A nyers lipoid elsősorban neutrálzsír kevés szabadzsírsav, foszfatid és el nem szappanosítható részek keveréke. A zsiradékot szappanosításon keresztül alakítjuk át szabadzsírsavvá. 1 g zsiradékra 25 ml 10%-os alkoholos káliumhidroxidot adunk és visszafolyó hűtőn forraljuk 1 órán keresztül, majd petrolétert rétegezünk fölé és fenolftalein jelenlétében sósavval a zsírsavakat felszabadítjuk, rázótölcsérbe visszük át és petroléterrel kirázzuk. Nátriumkloriddal telített desztillált vízzel metilnarancs jelenlétében sósavmentesre mossuk és nátriumszulfáton szűrjük, majd az oldószert ledesztilláljuk. Az így elkészített zsírsav papírkromatográfiás vizsgálatra alkalmas.

A hosszúláncú zsírsavak papírkromatográfiás elválasztása nehezebb feladat, mint a rövidláncú zsírsavaké. Ennek oka a hosszúláncú zsírsavak (C_{10}-től felfelé) hidrofób tulajdonságában van. A vízben rosszul oldódó zsírsavak, vizes-állófázisú rendszerben magas R_f értékkel majdnem a fronttal vándorolnak, mert ezeket a vizesfázis csak kevéssé tartja vissza, ugyanis ilyen körülmények között a zsírsavak megoszlási hányadosa rendszerint annyira eltolódott a mozgófázis irányába, hogy a foltok közel azonos R_f értékkel vándorolnak. Ezért a zsírsavak szétválasztásához a hidrofilitás csökkentése miatt a papírost impregnálni kell hidrofób anyaggal. Az impregnálás mértékének megfelelően a papír hidrofilitásának fokát csökkentjük a jó elválasztás biztosítása érdekében. A papír hidrofób állófázissá alakult az impregnálás következtében, míg az elválasztó oldószerrendszer hidrofil mozgórendszer. Az ilyen típusú kromatográfiát fordított fázisú kromatográfiának nevezzük.

A zsírsavak papíron történő szétválasztása esetén a papír hidrofilitásának csökkentésére általában fizikai-kémiai módszereket alkalmaznak. Így *Kaufmann* (5) eleinte a petróleumfrakciónak 190–200 C° közé eső részével dolgozott, későbbiekben rátért az undekánra és a parafinolajra (6). Ezenkívül az irodalomból nagyon sokféle hidrofobizáló ismeretes.

Magyarországon a zsírsav kromatográfiát a Növényolajipari Kutató Intézetben *Jáky* vezette be. *Kaufmann* után először a petróleum 190–220 C°-ú frakcióját alkalmazta a papír impregnálásához (7). Futtatáshoz poláris oldószert használt, 80–85%-os ecetsavat. Az elválasztást Schleicher–Schüll 2043/b papíron végezte, 20–21 C°-on 48–72 óráig. A módszerrel a zsírsavak jól definiált R_f értékkel különválaszthatóak. A módszer hátránya, hogy az impregnáláshoz alkalmazott petróleumfrakció meglehetősen párolog a papírról

és a papírnak az elválasztáshoz szükséges optimális hidrofób mértékét nehezen tudtuk definiáltan biztosítani, ami az elválasztás rovására ment, valamint a futtatási idő is hosszúnak bizonyult.

Spiteri és Michales (8) petróleum helyett 10% parafinolajat alkalmazott a papír hidrofóbizálásához a következő mozgófázissal: 90% ecetsav, 10% víz.

A gyógyszertári parafinolajat a peróleumnál, vagy az undekánnál jobbnak találtuk, mivel az optimális hidrofób mennyiség felvitele definiálható, sőt a parafinolajjal hidrofóbizált papír hosszú időn keresztül tárolható anélkül, hogy az ideális hidrofób volta csökkenne. Ugyanakkor az alkalmazott futtató rendszerrel az elválasztás időtartama hosszú.

Seher a zsírsavak különválasztásának meggyorsítására az ecetsavvízrendszerbe acetonitrilt is alkalmazott, de a hidrofóbizáláshoz továbbra is undekánt használt.

Mi áttértünk a 10% parafinolajjal történő impregnálásra és a *Seher* (9) által leírt, gyorsabb futtató rendszert a parafinolaj impregnáláshoz arányaiban megváltoztattuk. Ezáltal 15–16 óra alatt definiáltan el tudjuk választani a zsírsavakat és az impregnálás feltételét is stabilizáltuk.

Ezek alapján Intézetünkben 1960 óta a következő zsírsavelválasztórendszert alkalmazzuk; (10) Schleicher–Schüll 2043/b papírt használunk 10% éterben oldott parafinolajjal impregnálva. Futtatórendszerünk: 75 ml ecetsav, 20 ml acetonitril, 5 ml víz. E futtató elegyet parafinolajjal telítjük. Felszálló kromatográfiát végzünk. A rendszerrel jól szétválasztható zsírsavkeverék mennyisége: 300–500 gamma.

A zsírsavak előhívásakor 10% vizes rézacetáttal rézszappant képezünk, a papír által csak adszorbeált rezet folyóvizes kimosással kb. 3 órán keresztül eltávolítjuk, majd a visszamaradt rézszappannal 5% alkoholban oldott rubeansav oldattal réz-rubeankomplexet alakítunk ki, amely ellentétben a réz-káliumferrocianid múlékony és halvány színével rendkívül intenzív, sötét színt képez és az idők során nem veszít intenzitásából. A módszerrel 0,1–0,5 gamma zsírsavhoz kötött réz már kimutatható.

A hosszúláncú zsírsavak mennyiségi meghatározása

A mennyiségi értékelési módszerek közül általában két módszer használatos. A zsírsavak rézsóinak kioldása után, a réz mennyiségi meghatározásán keresztül kolorimetrikus módszerrel, vagy a zsírsavfoltok réz-rubeankomplexének közvetlen fotometrikus színerősség mérésével. Mi a zsírsavak százalékos megoszlását fotometrikusan Jouan fotodenzitométer segítségével határozzuk meg. A módszer azon az elven alapszik, hogy két zsírsavmolekula a rézszappan-képzéshez egy rézatomot vesz fel. Az adszorbeált réz kimosása után a kémiai kötésben levő rézzel kialakítjuk a réz-rubeankomplexet, amelynek színerőssége a jelenlevő zsírsavak mennyiségétől függő tényező.

A fotodenzitométer a színerősséget félautomatikusan jelzi. A folt által áteresztett fény intenzitását a csík mögött elhelyezett galvanométer segítségével mérjük. A kiértékelendő csík mozgatását a 0,3 cm rés előtt automatikus szerkezet végzi, az eredménynek megfelelő görbét a galvanométer kitérései alapján irószerkezet regisztrálja. A fényáteresztési intenzitás fluktuációjának megfelelő extinkció értéket a folthosszúság függvényében harang alakú görbében kapjuk. A görbe által körülhatárolt terület arányos a foltban levő anyagmennyiséggel. A fotodenzitométerrel kapott görbék területeit planimetráljuk. A zsírsavak mennyiségének fotodenzitometriás kiértékelése +10%-on felüli hibával végezhető csak. Ez a hiba elsősorban a papír alapszín-egyenetlenségéből adódik. Rendkívül fontos követelmény a papírból teljes mértékben kimosni az adszorbeálódott rezet, mivel ez a körülmény nagymértékű alapszín elváltozást idézhet elő. A

hosszúláncú zsírsavak papírkromatográfiás módszerrel C_{10} – C_{14}-ig az általunk közölt módon különben jól elválaszthatók. A módszer további hátránya még az is, hogy a kettős kötéssel rendelkező zsírsavak a kettős kötések számának megfelelően más és más rövidláncú zsírsavval kritikus párt alkotnak. Így pl. a 18-as szénatomszámú olajsav ,a 16-os szénatomszámú palmitinsavval, a 18-as szénatomszámú linolénsav, a 12-es szénatomszámú laurinsavval alkot kritikus párt. Ha a papírra felcseppentett zsírsavkeveréket palládium katalizátor jelenlétében nyomás alatt hidrogénezzük, akkor a kettős kötések telítődnek és két kromatogramból tájékozódhatunk a vizsgált anyag összetételéről. Ugyanis a sztearinsav mennyisége a telített 18-as szénatomszámú zsírsavakkal nőni fog és a palmitin, mirisztin és laurinsav-foltok területe csökken.

A papírkromatográfia a lipoidok vonatkozásában a gázkromatográfiás módszer kialakítása előtt nagyon hasznos volt, mondhatnánk a lipoidok mélyebb vonatkozású megismerése e módszernek volt köszönhető. Hiányosságait elsősorban a kvantitatív kiértékelés nagy relatív hibáját a gázkromatográfiás módszer műszeres megoldással kiküszöbölte. Gázkromatográfiás készülék hiányában nem abszolút értékek szerzésére, bizonyos folyamatoknál fellépő zsírsav-változások kimutatására a papírkromatográfiás zsírsavmeghatározás nagyon alkalmas és hasznos. Könnyű kezelhetőségénél és nem utolsó sorban olcsóságánál fogva, kevésbé felszerelt laboratóriumok is eredményesen használhatják.

Trigliceridek papírkromatográfiás elválasztása

A természetes zsíradékok trigliceridjeinek szétválasztásával nagyon sokan foglalkoztak. Intézetünk az irodalom alapján *Kaufmann* (11) által leírt módszert próbálta ki és alkalmazta. A módszert kizárólag a természetes zsíradékok kvalitatív meghatározására használtuk. A trigliceridek élesebb szétválasztásához szükséges az esetleg jelenlevő kis mennyiségű szabadzsírsavak eltávolítása. Alumíniumoxid oszlopon történő adszorbcióval végezzük a zsírsavak eltávolítását. A trigliceridet petroléterben eluáljuk az oszlopról. Az elválasztáshoz alkalmazott papír: Schleicher – Schüll 2040/bm, a glázpapír nem megfelelő. Impregnálásához parafinolaj 10%-os éteres oldatát használtuk. Futtató oldószer rendszer: aceton/acetonitril 1 : 4. Elválasztási idő 5 óra, alkalmazott hőfok 21 C. Lényeges a kromatografálás ideje alatt a hőmérséklet pontos betartása. A különválasztható gliceridek mennyisége 60 – 80 gamma. Előhívásra vagy az általános lipoidelőhívót, a jódgőzt, vagy a Rodamin B 0,01%-os vizes oldatát alkalmazzuk. A módszer bizonyos tájékoztatást ad a természetes zsíradékok fő triglicerid féleségeiről. Sajnos olyan kis mennyiség választható külön a leírt módon, hogy az egyes triglicerid féleségek zsírsavösszetételét papírkromatográfiás módszerrel meghatározni már nem tudtuk.

A trigliceridek különválasztására az oszlop, vagy lapkromatográfiás módszer, ezüstnitráttal impregnált sziliciumoxid adszorbens alkalmazása mellett sokkal differenciáltabb elválasztást biztosít. Az íly módon szétválasztott triglicerid mennyiségekből az egyes triglicerid féleségek zsírsavösszetétele már meghatározható.

Foszfolipidok papírkromatográfiás kvalitatív meghatározása

A foszfolipoidok különválasztásánál a papírt általában kovasavval impregnálják. (12) Újabban üvegpapírt alkalmaznak és ezt impregnálják kovasavval. (13) Az üvegrost papírnak előnye a gyors elválasztás mellett az is, hogy a szerves anyagok kimutatására a koncentrált kénsav általánosan használható.

A foszfolipoidok legegyszerűbben az egyéb neutrális lipoidoktól acetonos kicsapással választhatók el. A foszfolipoidok acetonban kicsapódnak, míg a neutrális lipoidok oldatban maradnak. Az acetonban oldhatatlan foszfolipoid

frakció 1 – 2% neutrális lipoidot még tartalmaz ugyan, amely azonban az elválasztást már nem zavarja.

A felhasznált papír Whatman No I, amelyet szilikagéllel impregnálunk. 310 g sziliciumoxidot 1 liter 7,2 n nátriumhidroxid oldattal összekeverünk, az oldatot oldjuk 1,7 liter desztillált vízben. Az impregnálandó papírt bemártjuk a vízüveg oldatba, 10 percig bennetartjuk, majd hatszor n sósavoldatba tesszük át, úgy, hogy a sósav teljesen ellepje a papírt, kb. fél óráig benne tartjuk, majd a papírt folyóvíz áramban egy órán át mossuk, a felesleges sósav eltávolítására, majd 10 percre desztillált vízbe helyezzük és utána szűrőpapirok közé téve 80 C°-on szárítjuk. Az így előkezelt papír hosszú ideig tárolható. Az alkalmazott futtató elegy: diizobutilketon: ecetsav: víz 40 : 25 : 5. A kromatográfiás elválasztási idő kb. 16 óra, 23 C°-on. Kromatografálás után a papírt 80 C°-on szárítjuk, majd előhívjuk. Modellanyagok hiányában az egyes foszfolipoid féleségeket specifikus csoport festéssel azonosítjuk. Az aminocsoportok, foszfatidetanolamin, azaz kefalin, foszfatidszerin, azaz szerinkefalin, ninhidrinnel mutathatók ki az irodalom által megadott R_f segítségével. A kolin tartalmú foszfatidok, lecitin féleségek a Dragendorf reagenssel identifikálhatók. Általános foszfatid előhívási módszer a jódgőz alkalmazása. *Hoogwinkel*, *Hoogween* és *Lexmond* (14) *Marinetti* módszréve!, tehát diizobutilketon, ecetsav, víz 40 : 21 : 5 elegyével választották külön a foszfolipoidokat, de Whatman No 1 papír helyett Schleicher – Schüll 2043/b papírt impregnálva a futtatási időt 16 óráról 4 – 5 órára lerövidítették. Az egyes foszfatidféleségek identifikáláshoz specifikus csoport reakciókat dolgoztak ki. Véleményük szerint a ninhidrin reakció a priméraminok, kefalin, szerinkefalin kimutatására nem megbízható, mert kicsiny az érzékenysége. A kefalint szerinkefalint, ditiokarbamátos reakcióval mutatják ki. Ők vezették be a trikomplex reakciót is, amellyel a foszfatid tartalmú bázikus csoportok színezhetők, tehát a kefalin és a lecitinféleségek.

Trikomplex reakcióelegy a következő:

Festőoldat:

50 ml 2%-os uranilnitrát vizes oldata
50 ml 0,2%-os savanyú fuxin vizes oldata
50 ml 0,1 n sósav

használatkor 500 ml-re desztillált vízzel feltöltjük.

Mosóoldat:

50 ml 2%-os uranilnitrát
50 ml 0,1 n sósav

használatkor 500 ml-re feltöltjük desztillált vízzel.

A trikomplex reakcióval a foszfatidok amfoter karakterű csoportja színeződik savanyú fuxin és uranilnitrát savanyú közegében. A kromatogrammot legalább 3/4 órát tartjuk a színező oldatban, majd bemártjuk a mosófolyadékba 10 percre, és utána áramló melegben szárítjuk. A rekació érzékenysége nagy és az összes lényeges foszfatidcsoportot kimutatja.

A foszfatidok papírkromatográfiás különválasztását *Hoogwinkel* módosításában a *Marinetti* által leírt futtatórendszerben végezzük. Vizsgálataink során a vérlipoidok foszfatidjait választottuk külön. Kizárólag kvalitatív meghatározást végeztünk. A különválasztott foszfatidcsoportokat alkoholos káliumhidroxiddal elszappanosítottuk és a zsírsavakat papírkromatográfiás módszerrel határoztuk meg.

A lapkromatográfiás módszer bevezetése óta a foszfatidok különválasztását szilikagél adszorbensen 1 – 1,5 óra alatt végezzük. A módszer sokkal egyszerűbb és gyorsabb.

A lipoidok papírkromatográfiás meghatározását már nem használjuk. Tekintettel arra, hogy a zsírsavak meghatározásához gázkromatográfiás berendezés áll rendelkezésünkre, ugyanakkor a trigliceridek és foszfolipoidok különválasz-

tására sokkal korszerűbbnek találjuk a lapkromatográfiás módszert, amelyet Intézetünkben sikeresen alkalmazunk.

Azon intézmények számára, amelyek gázkromatográfiás, valamint lapkromatográfiás berendezéssel nem rendelkeznek, összehasonlító és tájékoztató vizsgálatokhoz az ismertetett papírkromatográfiás módszereket ajánlani tudjuk.

IRODALOM

(1) *Thompson, A. R.:* Austral. J. sci. Res. *4B*, 180. (1951)
(2) *Matthias, W.:* Naturwiss, *43*, 351. (1956)
(3) *Stadtman, E. u. Barker, H. A.:* J. biol. Chem. *184*, 769. (1950)
(4) *Folch, S, Lees, M.:* J. biol. Chem. *226*, 497. (1957)
(5) *Kaufmann, H. P.:* Fette u. Seifen, *57*, 473. (1955)
(6) *Kaufmann, H. P. u. Nitsch, W. H.:* Fette u. Seifen *56*, 154. (1954)
(7) Növényolaj és Háztartásvegyipari Kutató Intézet évkönyve: (1959)
(8) *Spiteri, I.:* Bull. Soc. Chim. biol. *36*, 1355. (1954)
(9) *Seher, A.:* Fette u. Seifen *57*, 475. (1955)
(10) *Hágony, P. L., Jáky, M:* Biochemical Pharmacology *5*, 46. (1960)
(11) *Kaufmann, H. P.:* Fette u. Seifen, *7*, 523. (1959)
(12) *Mangold, H. K., Lamp. B. G.:* I. AM. Chem. Soc. *77*, 6070. (1955)
(13) *Dieckert, J., Reiser, R.:* Science *120*, 678. (1954)
(14) *Hoogwinkel, G. I. M., Hoogween, I. Tn.:* Biochemistry *4*, 62. (1959)

БУМАЖНО-ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЛИПИДОВ

П. Л. Хагонь

Автор дает короткий обзор бумажно-хроматографического разделения липидов. Сообщает методы, примененные в институте автора для количественного и качественного определения жирных кислот, триглицеридов и фосфолипидов при помощи бумажной хроматографии.

PAPIERCHROMATOGRAPHISCHE BESTIMMUNG DER LIPIDE

L. P. Hágony

Der Verfasser gibt eine kurze Übersicht über die papierchromatonraphische Trennung der Lipoide. Er bespricht diejenigen Methoden, mit welcheg man in ihrem Institut die qualitative und quantitative Trennung der kurz- und langkettigen Fettsäuren, der Triglyceride und der Phospholipide durchführt.

DETERMINATION OF LIPIDES BY PAPER CHROMATOGRAPHY

L. P. Hágony

A short survey is given of the separation of lipides by paper chromatography. The methods successfully employed in the Institute for the qualitative and quantitative paper chromatographic determination of short-chain and long-chain fatty acids, triglicerides and phospholipides are described in detail.

ANALYSE DES LIPIDES PAR LA CHROMATOGRAPHIE SUR PAPIER

L. P. Hágony

L'auteur donne un aperçu de la séparation des lipides par la chromatographie sur papier. Elle décrit les méthodes de chromatographie au papier qui servent dans notre institut pour la détermination qualitative et quantitative des acides gras à chaîne courte et à longue chaîne, des triglycérides et des phospholipides.

Gabona- és takarmányféleségek fehérjetartalmának vizsgálatáról

SZEVERÉNYI ETÉL és HÁZKÖTŐ ÉVA
Magyar Országos Söripari Vállalat, Budapest
Érkezett: 1965. november 30.

Az árpa, maláta és búza fehérjetartalmának vizsgálati módszerei közül a legrégebben használatosak a feltárásos eljárások különböző kivitelezési formában (makro, mikro, különböző katalizátorok alkalmazása mellett). Az utóbbi időben egyre jobban elterjednek a kolorimetriás eljárások.

Az irodalomban eddig rendelkezésünkre álló kolorimetriás eljárások: *Udy* (1) *Jenmings* (2) és *Frey* (3,4), *Lowry* és munkatársainak (5), valamint mások (6, 7, 8.) módszerei azon a tényen alapulnak, hogy az orange színezékek oldatai, a módosított *Biuret* reagens, a *Folin Ciocalteau* reagens oldatokból a gabonaneműek fehérjetartalmukkal arányos mennyiségeket képesek megkötni.

A legujabb kolorimetriás fehérje vizsgálati módszerek közé tartozik a Dániából származó pro-méter (9) alkalmazása árpa, maláta és búza fehérjetartalmának meghatározására.

A Kőbányai Sör- és Malátagyáraknál (MOSV-nál) jelenleg az ipari nyersanyagul szolgáló árpa, maláta és búza fehérjetartalom alapján való minősítésére a pro-métert használjuk. (10)

Az eljárás alapja, hogy az árpa, maláta és búza fehérjéi „croceine orange" színezék-oldatból mennyiségükkel arányos mértékben kötnek meg színezéket. Tehát ha ismert mennyiségű árpához, malátához, vagy búzához ismert mennyiségű színezéket tartalmazó oldatot adunk, a fehérje által meg nem kötött színezék az oldatból koloriméterrel meghatározható. Minél nagyobb az árpa, stb. fehérjetartalma, annál nagyobb a színezékmegkötőképessége. A koloriméteren leolvasott értékekből az őrlemény nedvességtartalmát és a színezék-oldat hőmérsékletét számításbavéve, egy erre a célra szerkesztett számolólécen számoljuk ki a víztől mentes gabona nitrogén-, illetve fehérjetartalmát.

A számolóléc egy mozgatható belső lapból áll, mely az árpa, maláta vagy búza fehérje és nitrogén értékeit, valamint a koloriméter skáláján leolvasható értékeket tartalmaz és két mutatóval ellátott foglalatból, melyen a mért színezékoldat hőmérséklete és az őrlemény nedvességtartalma olvasható le.

A vizsgálati értékeknek a számolólécen való beállításával közvetlenül a minta nitrogén-, illetve fehérjetartalmát olvashatjuk le.

A pro-méteres fehérjevizsgálatokhoz általunk felhasznált színezék-oldatok összetétele a következő:

13,9 g croceine orange,
300 ml desztillált víz,
600 ml ecetsav 99 – 100%-os,
3 ml propionsav 99 – 100%-os,
100 ml málnakivonat (elkerülhető).

Ebből a törzsoldatból 280 ml-t hígítunk 10 literre. Ezt az oldatot (továbbiakban a pro-méter reagens oldata) használjuk 2 × 20 ml-es adagokban a gabonafélék színezékoldattal való kirázására. Egy hígabb oldatot is készítünk a koloriméter skálájának 87-es osztályzatra történő beállítására, (továbbiakban „87"

oldat). Ez úgy készül, hogy 80 g-ot veszünk a reagens oldatból és hozzáadunk 200 ml desztillált vizet. Ha ennek alapján a színezék-oldatok croceine orange koncentrációját kiszámítjuk, a „87"-es törzsoldat 0,3892 g, a „reagens-oldat" 2,88×0,3892 = 1,1209 g croceine orange színezéket tartalmaz literenként.

Ezeket az oldatokat a dán cég a műszerrel együtt szállítja, dátummal ellátva, hogy meddig használhatók fel romlás nélkül.

Tekintettel arra, hogy a prométer orange színezékoldattal dolgozik, kísérleteinket orange színezékekkel végeztük tovább.

Az alábbi orange színezékekből 0,1%-os oldatot készítettünk:

1. Erioechtorange AS, orange G,
2. Solophenolorange ARL,
3. Polarorange GSN,
4. Irganolorange GRLS.

Ennek a négy színezékoldatnak, és a pro-méter oldatainak spektrumát *Jouan* spektrofotométeren felvettük. A spektrumból megállapítottuk, hogy a „87"-es oldat és az orange G 0,1%-os oldatának spektruma közel áll egymáshoz, és az orange G színezékoldat koncentrációjának változtatásával a két spektrum egymással fedésbe hozható.

Ezután az orange G színezékből újabb oldatokat készítettünk a következő koncentrációkkal:

1. 0,3892 g orange G 1 literre,
2. 0,7784 g orange G 1 literre,
3. 1,1676 g orange G 1 literre stb. (Itt a croceine orange „87"-es oldatának megfelelő mennyiséget és annak többszörösét mértük be.)

A különböző koncentrációjú orange G oldatok spektrumát a „87"-es törzsoldat és a reagens oldat spektrumával összehasonlítva megállapítottuk, hogy a „87"-es oldat és a 2. koncentrációjú orange G színezékoldat spektruma azonos.

Tehát a croceine orange-ből készített „87"-es oldat (0,3892 g/liter színezéktartalommal) és az orange G színezékoldat (0,7784 g/liter színezéktartalommal) spektruma azonos. Így már kiszámítható az orange G-ből készített „reagens-oldat" koncentrációja: 0,7784×2,88 = 2,2418 g/liter.

Továbbiakban *Udy* szerint készítettük orange G oldatainkat: az orange G színezéket 80 C°-on kiszárítottuk. Ebből bemértünk 0,7784 g-ot és 2,2418/g-ot 1 literre. Mindkét oldatba 20,7 g citromsav-monohidrátot és 1,44 g dinátrium-hidrofoszfátdodekahidrátot mértünk, hogy az oldat pH-ja 2,2 körül legyen. *Udy* stabilizátorként timolnak 10%-os oldatából 1 ml-t ajánl 8 liter színezék-oldathoz. Ez a gyakorlatban nem vált be.

A „87"-es törzsoldatokkal a koloriméter mutatója azonos kitérést (87) adott és mindkét színezék oldatainak alkalmazásánál ugyanazzal a számolóléccel számoltunk.

Az eredmények kiszámításához szükséges adat az őrlemény nedvességtartalma, amit *Super Bea* nedvességmeghatározó készülékkel mértünk (11), párhuzamosan a szárítószekrényes módszerrel.

A *Super Bea* nedvességmeghatározó készülék működése a dielektromos állandó mérésén alapszik. Alkalmazásával a gabonaneműekben a nedvességtartalmat 1 perc alatt meghatározhatjuk őrlés nélkül, a nedvességtartalom közvetlenül leolvasható.

Az orange G színezékoldatokkal összehasonlító vizsgálatokat végeztünk árpa, maláta és búza fehérjetartalmára. Az ellenőrző vizsgálatokat a *Kjeldahl* félmikro módszerrel a *MOSV* laboratóriumai végezték. Eredményeinket az 1., 2. és 3. táblázatokban tüntettük fel.

Ha orange G színezékoldatokkal végezzük az árpa fehérjetartalmának meghatározását (1. tábl.) az árpaminták fehérjetartalma a Kutató Laboratórium

eredményeivel általában 0,02%-kal, a műszaki Laboratórium eredményeivel általában 0,40%-kal egyeztek.

1. táblázat

14 árpaminta fehérjetartalmának meghatározása pro-méterrel orange G. színezékoldattal, összehasonlítva a Kjeldahl félmikro módszerrel

Sorszám	Fehérje % pro-méter orange G 40 ml	Különbség % Kjeldahl pro-méter	Fehérje % Kjeldahl Műsz. L.	Különbség % Kjeldahl pro-méter	Fehérje % Kjeldahl Kut. L.
1	12,65	−0,21	12,86	−0,65	13,30
2	12,50	+0,45	12,05	+0,10	12,40
3	12,32	−0,08	11,40	+0,02	12,30
4	12,30	+0,10	12,20	−0,10	12,40
5	11,70	−1,16	10,54	+0,60	11,10
6	12,50	+0,06	12,44	–	12,50
7	12,20	+0,55	11,65	+0,50	11,70
8	12,60	−0,08	12,68	+0,30	12,30
9	12,48	+0,53	11,95	−0,12	12,60
10	12,65	−0,08	12,73	−1,15	13,80
11	11,90	+1,18	10,72	+1,00	10,90
12	12,65	−0,08	12,73	−0,95	13,60
13	12,40	+0,38	12,02	–	12,40
14	12,10	+1,05	11,05	+0,20	11,90
Átlag-érték:	12,35	0,43	11,92	0,41	12,37
Átlag-érték eltérés:			+0,43		−0,02

A laboratóriumok dolgozói a Kjeldahl félmikro módszerhez a Bühler malomban nyert őrleményeket használtak fel. A pro-méterrel nyert őrlemények lényegesen finomabbak.

2. táblázat

11 malátaminta fehérjetartalmának meghatározása pro-méterrel orange G színezékoldattal összehasonlítva a Kjeldahl félmikro módszerrel

Sorszám	Fehérje % pro-méter orange G 40 ml	Különbség % Kjeldahl orange G pro-méter	Fehérje % Kjeldahl Műsz. L.
1	10,60	+0,51	10,90
2	10,60	+0,15	10,45
3	10,80	−0,29	11,09
4	10,80	−0,75	11,55
5	10,70	+0,35	10,35
6	10,50	−0,10	
7	10,60	–	
8	10,75	+0,15	10,60
9	10,70	+0,10	
10	11,00	+0,40	
11	11,10	+0,60	
Átlagérték	10,74	0,31	10,64
Átlagérték eltérés	+0,10		

Ha a pro-méteres fehérjevizsgálataink eredményeinek átlagát összehasonlítjuk a *Kjeldahl* félmikro módszer átlagával, melyeket a Műszaki Laboratórium végzett, az eredmények átlagértéke +0,43%-kal tér el a mikro módszer átlagától.

A mikro módszerhez viszonyított eltérés 9 mintánál, tehát az eredmény 64,28%-ánál pozitív, a többi 5 mintánál negatív.

Az eltérés nagysága a 14 mintánál a növekedéstől vagy csökkenéstől függetlenül a 4. táblázatból leolvasható adatok alapján oszlik meg.

3. táblázat

8 búzaminta fehérjetartalmának meghatározása pro-méterrel orange G színezékoldattal, összehasonlítva Kjeldahl félmikro módszerrel

Sorszám	Fehérje % pro-méterrel orange G 20 ml	Különbség % Kjeldahl pro-méter orange G	Fehérje % Kjeldahl mikro méter
1	14,75	−0,15	14,90
2	14,70	+0,30	14,40
3	15,40	−0,07	15,47
4	14,10	+0,02	14,08
5	15,00	+0,30	14,70
6	15,90	−0,40	16,30
7	15,55	−0,15	15,70
8	15,35	−0,25	15,60
Átlagérték	15,09	0,205	15,14
Átlagérték eltérés	−0,05%		

Az összehasonlításból kitűnik, hogy 10 mintánál, tehát az eredmények 71,4%-ánál az eltérés 0,5% vagy annál kevesebb, tehát a hibahatár alatt van, 4 mintánál az eltérés 0,5% felett, tehát a hibahatár felett van.

Ha pro-méteres vizsgálataink eredményeinek átlagát összehasonlítjuk a *Kjeldahl* félmikro módszer átlagával, (melyeket a Kutató Labor. végzett), az eredmények átlagértéke 7 mintánál, tehát az eredmények 50%-ánál pozitív, és a másik 50%-ánál negatív.

Az eltérés nagysága a 14 mintánál a növekedéstől vagy csökkenéstől függetlenül a 4. táblázatból leolvasható adatok alapján oszlik meg.

Az összehasonlításból kitűnik, hogy 1 mintánál, az eredmények 7,14%-ánál az eltérés 0,5% felett, tehát a hibahatár felett van, a többi mintánál az eredmények 90,9%-ánál az eltérés a hibahatár alatt van.

4. táblázat

Árpa-, maláta- és búzaminták fehérjetartalmának kiértékelése a Kjeldahl félmikro módszer és a pro-méteres eljárás szerint

Különbség % Kjeldahl pro-méter	Árpa				Maláta		Búza	
	Műsz. Lab.		Kut. Lab.					
	minta száma	% ban	minta száma	% ban	minta száma	% ban	minta száma	% ban
1,0% felett	3	21,42	2	14,28				
0,9%			1	7,14				
0,8%	1	7,14						
0,7%					1	9,1		
0,6%			2	14,28	1	9,10		
0,5%	2	14,28	1	7,14	1	9,10		
0,4%	1	7,14			1	9,10	1	12,5
0,3%	1	7,14	4	36,40	1	9,10	2	25,0
0,2%	1	7,14	2	18,20	1	9,10	1	12,5
0,1%	1	7,14			3	27,30	2	25,0
0,1% alatt	3	21,42	3	27,30	1	9,10	2	25,0
Hibahatáron belül van	10	71,40	13	92,86	9	81,80	8	100,0
Eltérés +	9	64,28	7	50,00	7	63,70	3	37,5
Eltérés −	5	45,72	7	50,00	4	36,30	5	62,6

Ha az orange G színezékoldatokat malátaminták elemzésére alkalmazzuk (2. táblázat), a mikro módszerhez viszonyított eltérés 7 mintánál, az eredmények 63,7-ánál pozitív, a többi mintánál negatív.

Az eltérés nagysága a 11 mintánál a növekedéstől vagy csökkenéstől függetlenül a 4. táblázatból látható adatok alapján oszlik meg.

Az összehasonlításból kitűnik, hogy a 11 mintából 2 mintánál az eredmények 18,2%-ánál az eltérés 0,5% felett, tehát a hibahatár felett van, a többi 9 mintánál az eredmények a hibahatár alatt vannak.

Ugyanezek az orange G színezékoldatok a búzaminták fehérjeértékeinél 2,5 – 3,0%-os negatív eltérést mutattak. Tehát az orange G színezékoldat a búzaminták fehérjetartalmának mérésére alkalmatlannak látszott.

Tekintettel arra, hogy a 40 ml fentemlített koncentrációjú orange G színezékoldat a búzaminták fehérjetartalmának vizsgálatánál nem adott elfogadható eredményeket, búzaminták vizsgálatát a továbbiakban úgy végeztük, hogy az orange G színezékoldat ml-einek számát változtattuk. Búzamintáknál 20 ml orange G színezékoldat alkalmazásával kaptunk a *Kjeldahl* félmikro módszerrel egyező eredményeket fehérjetartalomra.

Az árpa, maláta és búzamintáknál az eredeti leírásban 40 – 40 ml croceine orange oldatot használnak, az általunk alkalmazott orange G színezék-oldat ml-einek különbözősége (árpa és malátamintáknál 40 ml, és búzamintáknál 20 ml) valószínű, hogy a két gabonaféle fehérjéinek különböző felépítésére és így színezékmegkötő képességének különbözőségére vezethető vissza.

Az így végzett vizsgálataink eredményeit a félmikro módszer eredményeivel párhuzamosan a 3. táblázatban tüntettük fel.

A pro-méteres fehérjevizsgálatok eredményei átlagértékben 0,1%-on belül egyeznek a *Kjeldahl* félmikro módszer eredményeivel. Az eltérés – 0,05%.

A mikro módszerhez viszonyított eltérés 8 mintából 3 mintánál, tehát az eredmények 37,5%-ában pozitív, a többinél negatív.

Az eltérés nagysága a 8 mintánál az előjeltől függetlenül a 4. táblázatból leolvasható adatok alapján oszlik meg.

Az összehasonlításból kitűnik, hogy mind a 8 mintánál az eltérés a hibahatáron belül, 0,5%-on belül van.

A vizsgálati eredményekből látható, hogy az eredeti színezékoldatok helyett alkalmazhatjuk az orange G színezék megfelelő koncentrációjú oldatait árpa, maláta és búza vizsgálatokra. Az orange G megfelelő koncentrációjú oldatai azonos eredményeket adnak a croceine orange oldataival.

Eddigi vizsgálatainknál, árpa, maláta és búzavizsgálatoknál, a pro-méter eredeti számolólécét használtuk fel az orange G színezék oldattal kapott eredmények kiértékelésére. Vizsgálataink további kiterjesztése a számolóléc módosítását teszi szükségessé, mert a pro-métert eredetileg is csak az előbb említett három gabonaféle fehérjetartalmának meghatározására használták.

IRODALOM

(1) *Udy, D. C.:* Cer. Chem. *33*, 190, 1956.
(2) *Jennings, A. C.:* Cer. Chem. *38*, 467, 1961.
(3) *Frey, K. J.:* Cer Chem. *28*, 128, 1951.
(4) *Frey, K. J.:* Cer.. Chem. *28*, 506, 1951.
(5) *Gornall, A. G. Bardwill, C. J. David, M. M.:* J. Biol. Chem. *177*, 751, 1949.
(6) *Lowry, O. H.:* J. Biol. Chem. *193*, 265, 1951.
(7) *Lowry, O. H., Rosenbough, H. J., Farr, A.:* J. Biol. Chem. *193*, 265, 1951.
(8) *Folin, O., Ciocalteau, V.:* J. Biol. Chem. *73*, 627, 1927.
(9) *Zaake, S:* Brauwelt, *99*, 1134, 1959.
(10) *Gärtner K.:* Söripar *12*, 5, 1965.
(11) *Schild, E., Weyh, E.:* Brauwelt *104*, 389, 1964.

АНАЛИЗ СОДЕРЖАНИЯ БЕЛКОВ В ЗЕРНАХ И КОРМАХ

Э. Севереньи и *Э. Хазнэтэ*

В пивоваренной промышленностидля исследования содержания белков в ячмене, солоде и пшенице применяют прометер. Основа метода заключается в том, что помол указанных зерен связывают количества из растворов краски пропорционально содержанию белков. Авторы исходных растворов прометра „кросеин оранж" заместили растворами краски Оранж G соответствующих концентраций и растворы применили для определения содержания белков в помолах ячменя и пшеницы.

ÜBER DIE PRÜFUNG DES EIWEISSGEHALTES VON KORN UND FUTTER MITTELN

E. Szeverényi und É. Házkötő

In der Bierbrauerei wird zur Bestimmung des Eiweissgehaltes von Gerste Malz und Weizen der Prometer benützt. Das Prinzip des Verfahrens besteht darin, dass die Mahlprodukte der genannten Kornarten aus Farblösungen – ihrem Eiweissgehalt proportionelle – Mengen binden. Die Verfasser ersetzten die ursprünglichen Crocein Orange Lösungen des Prometers mit Orange G Farblösungen von entsprechender Konzentration und verwendeten dieselben zur Bestimmung des Eiweissgehaltes der Mahlprodukte von Gerstenmalz und Weizen.

INVESTIGATION OF THE PROTEIN CONTENT OF CEREAL AND FODDER VARIETIES

E. Szeverényi and É. Házkötő

The so-called pro-meter is used for the determination of the protein content of barley, malt and wheat applied in breweries as industrial raw material. The method is based on the fact that on treating dye solutions with the pulverized samples of the mentioned cereals, amounts of dye solution proportional with the protein contents are bound by the cereals. The croceine orange solutions originally devised for the pro-meter (protein-meter) were substituted by the authors with Orange G dye solutions of adequate concentration which proved to be suitable for the determination of the protein content of ground barley malt and wheat.

UR L'EXAMINATION DE LA TENEUR EN PROTÉINES DES CÉRÉALES ET DES FOURRAGES

E. Szeverényi et E. Házkötő

L'industrie de la bière de sert du prométre pour l'examination de la teneur en protéines de l'orge, du malt et du blé employés comme matières premières dans les brasseries. Le principe du procédé c'est le fait que la mouture des céréales mentionnées adsorbe du colorant à partir d'une solution colorée en proportion de sa teneur en protéines. Les auteurs ont remplacé les solutions originales de crocéine-orange du prométre par des solutions d'Orange G en concentration convenable et elles les ont employées pour le dosage de la teneur en protéines des moutures d'orge, de malt et de blé.

HÚSIPAR (hús- és halkonzervek)

Húskészítmények minősége

1966. február 1-én életbelépett árszabályozó intézkedések után a szabványos húskészítmények minősége átmenetileg romlott főként azért, mert a gyártó vállalatok a megadott nyersanyagnormák ellenére nagyobb mennyiségben használtak fel zsiradékot, ill. zsírszalonnát, s így a fehérjetartalom viszonylag csökkent. Az ellenőrző intézetek ellenőrzéseinek eredményeként már márciusra csökkent a kifogások száma, április hónapban pedig már igen lényeges javulás mutatkozott. A nem szabványos összetételű húskészítmények egyre csökkenő százaléka azt mutatja, hogy a minőségrontás elleni harc nem eredménytelen

– . –

Sonka dobozban

A dobozos sonka hazai fogyasztása nem nagy, nyugat-európai államokban azonban ez idő szerint szinte korlátlan mennyiségben volna értékesíthető. Az évi kb. 200 vagon készítmény jó részét exportáljuk.

A magyar készítmény külföldön kedvelt, minősége megfelel az igényeknek. A versenyképesség további fokozása mégis szükségessé tette a korábbi szabványelőírások felülvizsgálatát és módosítását.

Szabályozni kellett a felhasználható sonka és lapocka súlyát és minőségét, amit befolyásol a megfelelő tenyészanyagon felül a használt takarmány minősége is. A szabvány által előírt követelményeket a sonkasertés tenyésztésére kijelölt nagyüzemekben biztosítják.

Megváltoztatta az új szabvány a dobozok anyagát és formáját is. (MSZ 5886 – 65).

– . –

Húsipari termékek tárolása

A húsipari termékek tárolásának módozatait előírások szabályozzák. A szakszerű tárolási feltételeiket szabványok rögzítik. Ennek betartása valamennyi húskészítményt árusító boltban kötelező, mivel az attól eltérő tárolási módszerek esetleg áruromláshoz vezethetnek, és vitás minőségi kifogások eseteiben döntő jelentőségűek lehetnek. A minőségvizsgáló szervek a minőséghiba elbírálásánál elsődleges szempontként kezelik, hogy a termékek állagának megóvásáról a tárolás ideje alatt miként gondoskodtak. Az alábbiakban közöljük a vonatkozó szabványok tárolásra vonatkozó előírásait a szavatossági idők egyidejű feltüntetése mellett.

Vörösáruk

Aránylag magas víztartalmú készítmények, ennek következtében a szavatossági idő rövid. Tárolásnál védeni kell a páralecsapódástól, a nyálkásodás elkerülése miatt. A közegészségügyi előírások szerint +3 – +10 C° közötti hőmérsékleten tárolandók. A tárolás ideje alatt jégszekrényben kell tartani, hűvös helyen, napfénytől óvni kell. Közvetlen forgalombahozatal előtt az esetleges nedvességet száraz ruha használatával el kell távolítani a bélfelületről.

Szavatossági idő: május 1 és szeptember 30. között a gyártás napjától számított 3 nap, október 1. és április 30. között a gyártástól számítva 4 nap.

Felvágottfélék

Eltarthatóságuk a viszonylag alacsonyabb víztartalom miatt hosszabb időszakú. Az erőteljesebb füstölés következtében tartósított töltöttárunak is nevezik. Az eltarthatóság a zsírtartalom arányának függvénye. A bolti tárolás idején felfüggesztett állapotban, szellős, hűvös, száraz, napfénytől védett helyen kell tárolni. A páralecsapódást lehetőleg ki kell küszöbölni.

Szavatossági idő: a nyári felvágott kivételével ápr. 1. és aug. 31. között 5 nap, szept. 1. és március 31. között 8 nap. A nyári felvágott ápr. 1-től aug. 31-ig 3 nap, míg szept. 1 és márc. 31. között 4 nap.

Főtt, füstölt kolbászkészítmények

A kereskedelmi átvétel után a közegészségügyi előírásoknak megfelelően azonnal fel kell függeszteni, hűvös, szellős helyen oly módon kell tárolni, hogy az egyes szálak egyáshoz ne érjenek. Páralecsapódástól óvni kell. Kiszárítani nem szabad, mert a termékek jellegüket vesztik. Az egyes kolbászféléket egymástól elkülönítve és megjelölve kell tárolni. Különleges gonddal kezelendő a gyulai páros főzőkolbász, mivel semmiféle tartósítási eljáráson nem esik keresztül. Az itt alkalmazott füstölés nem tartósító jellegű, hanem izhatás kialakítására szolgál. A nyári hónapokban nem hozható forgalomba. A nyári hónapokban gyulai páros főzőkolbász csak akkor kerülhet kereskedelmi forgalomba, ha húspép hozzáadásával készült, és hőkezelési eljáráson esett keresztül.

Szavatossági idő: a lecsókolbásznál ápr. 1-től aug. 31-ig 2 nap, szept. 1-től márc. 31-ig 4 nap. A gyulai páros főzőkolbász szept 1. és márc. 31-e között 3 nap szavatossági idejű. A füstöltkolbász, füstölt pároskolbász, csemege kolbász, csemege debreceni, cserkész kolbász, gyulai páros főzőkolbász főzve ápr. 1. és aug. 31-e között 4 nap, szept. 1. és márc. 31-e között 6 nap a gyártás napjától.

Májasfélék

A készítmények túlnyomóan májtartalmúak. Gyorsan romló termékek, a tárolási feltételek tehát a legrövidebb időre vannak tekintettel. Tartósítási eljáráson lényegében nem esnek keresztül, a hőkezelés, a főzés az eltarthatóságot nem befolyásolja. +3 – +10 C° között tárolandó, páralecsapódástól óvni kell, a termékek egymáshoz ne érjenek. A benyálkásodott vagy savanyú termék súlyos ételmérgezést okozhat.

Eltarthatóság: márc. 1. és szept. 30. között 2 nap, okt. 1. és febr. 29. között 4 nap, a gyártás napjától számítva.

Hurkafélék

Előfőzött nyersanyagok felhasználásával készülnek, igen gyorsan romlanak, tartósító eljárást ezen áruk készítésénél sem alkalmaznak. Páralecsapódástól valamennyit óvni kell. Felfüggesztett állapotban tárolandók +3 – +10 C° mellett. Kötözött, ill. hurkapálca felhasználásával készült termékek esetében ládába rakva legfeljebb 2 rétegben tárolandó.

Szavatossági idő: máj. 1 és szept. 1. között 1 nap, okt. 1. és ápr. 30. között 3 nap, a gyártás napjától számítva.

Sajtok

Előfőzött nyersanyag felhasználásával készülnek. Nem tartósított termékek, lehetőség szerint felfüggesztve, ha erre mód és lehetőség nincs, száraz, hűvös helyen tárolandók. Nedvességtől óvni kell, +10 C°-nál magasabb hőmérsékleten nem tarthatók.

Szavatossági idő: ápr. 1. és szept. 30. között 2 nap, a húspép felhasználásával készült nyári d. sajt szavatossági ideje 8 nap, a gyártás napjától számítva.

Főtthúsok

Figyelembe véve, hogy nem bélbe töltött termékekről van szó, minden külső szennyeződéstől óvni kell. A pácolás, füstölés, valamint a főzés némileg tartósítja a terméket, azonban a tárolótér 8 C°-nál magasabb hőmérséklettel nem rendelkezhet, mert avasodást és a termék felületén nyálkásodást idézhet elő.

Szavatossági idő: cikkcsoportonként.

Rakotthúsok, főtt fej, főtt csülök, főtt nyelv, főtt oldalas, főtt császár, főtt tarja, főtt comb, főtt lapocka, gépsonka szavatossági ideje: ápr. 1-től szept. 30-ig 4 nap, okt. 1-től márc. 31-ig 8 nap.

Füstölthúsok

Ezen áruféleségek +15 C°-nál magasabb hőmérsékleten nem tárolhatók. Tárolásukat úgy végezzük, hogy egyes darabok egymáshoz ne érjenek. Páralecsapódástól, nedvességtől óvni szükséges.

Szavatossági idő: gyors pácolt áru esetén 6 nap, lassú pácolásnál 21 nap.

Szárazáru

Tárolásra csak száraz, szellős, 20 C°-nál nem magasabb hőmérsékletű helyiség használható. A szalámifélék zsinegre felfüggesztve, a szárazkolbász készítmények rudakra rakva tárolandók. A termékek egymáshoz ne érjenek. A szárazáruk tárolására használt helyiségnek olyannak kell lennie, ahol idegen szagot az áru nem vesz magába. Erőteljesen kell védeni a nedvességtől. Hűtőtérben tárolni semmilyen körülmények között nem lehet. A szárazáruk tartósítási eljárása elsősorban a vízelvonáson keresztül történik. Éppen ezért súlyos hiba, ha az áru olyan körülmények között tárol, ahol nedvességet vehet magába. A helytelenül tárolt áru elveszti jellegzetes ízét és szagát, a bélköpeny felpuhul és a töltelék elválik.

Szavatossági idő: a csemege szaláminál a kiszállítás napjától számítva 60 nap. Az egyéb szárazáruk a forgalomba hozataltól számítva ápr. 1. és okt. 31-e között 15 nap, nov. 1. és márc. 31. között 30 nap.

Szalonnák

A szalonnafélék lehetnek füstölt, sózott vagy főtt állapotúak. A tárolás módját tehát ez határozza meg. Valamennyi szalonnafajta hűvös, száraz, lehetőleg sötét helyen, higiénikus körülmények között tárolandó. Amennyiben felfüggeszthető, azt kell alkalmazni, lehetőleg egymáshoz ne érjenek. Napfénytől valamennyi szalonnát meg kell óvni. A sózott szalonnánál az avasodás a napfény hatására könnyen bekövetkezhet. A főtt szalonnaféleségeket jégszekrényben kell tartani.

Szavatossági idő: a csécsi és paprikás teaszalonnánál 7 nap, 10 C°-nál nem magasabb hőmérsékletű tárolási feltételek mellett. Az erdélyi szalonna

szavatossága 14 nap. Hasonló módszer szerint az egyéb szalonnafélék szavatossági idejét az a körülmény határozza meg, hogy az átvétel melyik évszakban történik. A szavatossági időt a kiszállítás napjától kell számítani. A szavatosság 30–90 napig terjed.

Tepertő

A közegészségügyi előírásoknak megfelelően +15 C° hőmérsékletű száraz, szellős és közvetlen napfénytől védett helyen kell tárolni. Óvakodni kell attól, hogy a tárolás közben az áru idegen szagot vagy ízt vehessen fel. Jégszekrényben tárolni nem lehet, mert nedvességet szívhat magába és megpuhulhat, nyúlóssá válhat.

Szavatossági idő: az átadás napjától számítva, ápr. 1. és aug. 31. között 4 nap, szept. 1. és márc. 31. között 6 nap.

***

Függetlenül a húsipari termékek fajtájától, a tárolás módozatait úgy kell irányítani, hogy állati kártevőktől (rágcsálók, legyek, atkák) védve legyenek.

A nyári hónapokban a hűtővitrinekkel nem rendelkező boltok az árut tüllhálóval védjék.

V. Z. (Budapest)

Kaviár tárolása

A forgalomban levő, Izlandból importált 50 g-os üvegtégelyben levő kaviár időlegesen tartósított készítmény. A tartosítást csak az áru sótartalma biztosítja. Hőkezelve nincs. Tárolásra legalkalmasabb a 0–+5 C° hőmérséklet. Ilyen hőfokon kb. 2 hónapig is eltartható, ezért a kaviárt hűtőszekrényben, hűtőpultban kell tárolni. Kirakatba kitenni, meleg, napos helyre tenni nem szabad, mert megromlik. A tárolt kaviárt gyakran át kell vizsgálni. A romlást leggyakrabban penészedés jelzi (zöldpenész). Penészes árut tilos forgalomba hozni. Hosszabb tárolás következtében a kaviár penészedés nélkül is megromlik, megkeseredik, avassá válik.

V. Z. (Budapest)

Ringli tárolása

A spanyol származású ringli is félkonzerv – hővel nem kezelt áru –, ezért ezt is hűtőtérben kell tárolni.

V. Z. (Budapest)

Csemegeszalámi

A kereskedelemben előfordult, hogy a kettévágott – spárgával ellátott, egy teljes véggel rendelkező – félrúd szalámit 100,– Ft/kg-os árban árusították, azért, mert annak már volt egy vágási felülete. Megtörtént az is, hogy a vásárló kifejezett kívánságára a rúd szalámit megtisztították a spárgától, a két végét is levágták és az így megtisztított rudat 96,– Ft/kg-os árban szolgálták ki.

Félreértések elkerülése végett közöljük, hogy az érvényben levő rendelkezések értelmében a csemegeszalámi ára rúdban 96 Ft/kg, szeletben 100 Ft/kg.

V. Z. (Budapest)

Új halkonzervek

Balti: 250 g kerek dobozban. Tartalma: füstölt hal, szegfűszeggel ízesítve. Kissé puha állagú, szépen rendezett, jó ízű halak, vernírozott fémdobozban. Szovjet gyártmány.

Atlanti: 220 g, ovál dobozban. Tartalma: 4 db 11 cm-es – belsőrészektől jól tisztított – hal. Kissé sós, és puha, ép bőrtakarójú, jellegzetes ízű és színű. Jó ízű étolajban, ónozott fehérlemez dobozban. Szovjet gyártmány.

Kilka. 350 g. 30–32 db apró halat tartalmazó doboz, jó ízesítésű paradicsom mártásban. Szovjet gyártmány.

Heringfilé készítmények

250 g töltősúlyban az alábbi, NDK-ból származó heringfilé készítmények kerültek forgalomba:

hering kapros mártásban
hering boros mártásban
hering curies mártásban
hering gombás mártásban
hering paprikás mártásban
hering mustáros mártásban.

V. Z. (Budapest)

Izlandi kaviár. Vernírozott fémlapkával zárt, üvegedénybe töltött izlandi eredetű halikra került forgalomba. A halikrák sötét, feketén-zöld színűek, egyenletes nagyságúak. A készítmény teljes súlya 131 g, tisztasúlya 47–48 g. Konyhasótartalma 8–10%. 37 C°-on tárolva 8 nap után minőségi elváltozást a vizsgált mintákon az ellenőrzőszervek nem találtak.

Szalaka, szovjet paradicsomos halkonzerv. A jól lakkozott fémdobozok tisztasúlya 350 g s 200 g halhúst tartalmaznak. A halak állaga megfelelő. Farok, fej stb. részeket nem tartalmaz. A darabolt halhús paradicsomos mártással van feltöltve.

Spanyol ringli. Jól ónozott, gyengén lakkozott, lapos, litografált dobozok tartalma 16 db halgyűrű, 52 g súlyban. A felöntőolaj mennyisége 4 g dobozonként.

Füstölt hering. 156 mm hosszú, 62 mm széles, lapos, alumíniumdobozba töltött 2 db, jól tisztított, gyengén füstölt, zamatos ízű heringfilé. A készítmény tisztasúlya 91 g.

Tőkehalikra. Szójaolajjal, paradicsommal, sóval ízesített, hengeres fémdobozba töltött halikra. A dobozból kinyomott készítmény szobahőmérsékleten jól szeletelhető. Tisztasúlya 330 g.

Szardella filé. 50 g tisztasúlyban, lapos fémdobozba töltött, 10 cm hosszú, középen 1,5–2,5 cm széles, megfelelően tisztított, kissé sós ízű, egymásra helyezett szardellafilék. Dobozonként 7 db szardellafilét tartalmaz.

R. L. (Budapest)

Új ételkonzerv gyártmányok

Virsli sós lében. 5/8-os üvegben 6–7 db virsli sós vízzel felöntve. A töltősúlya 305–310-ig. A virslik állaga puhára főtt, törékeny, kissé morzsalékos, végükön foszlányosak, sérültek. Ízük kissé üres.

Zöldséges vagdalt hús. A jelenleg forgalomban levő „Különleges vagdalthússal" azonos jellegű, jól fűszerezett, kellemes ízű és illatú készítmény. Az 1/5-ös dobozba töltött termék felülete barnás vörös színű, helyenként kivált pirosas sárgaszínű zsiradékkal. A metszéslapon kisebb-nagyobb fehér szalonnadarabok láthatók. Tisztasúly 150–155 g, a kivált zsír mennyisége dobozonként 5–7 g.

Fejsajt. 1/2-es, vernírozatlan dobozba töltött kocsonyás fejsajt. Erősen fűszeres. Csak lehűtve szeletelhető. A húsdarabok durván aprítottak, viszonylag sok bőrkét tartalmaznak.

Körömpörkölt. 5/4-es üvegekbe töltött, jól fűszerezett körömpörkölt. Hidegen kocsonyás állagú. Tisztasúly 830 g, töltősúly 500–505 g.

Pirított sertésérmék magyarosan. 1/2-es fémdobozban, paprikás mártásban 3 db sertéshússzelet és hasábburgonyák. Jól fűszerezett, tiszta ízű és illatú

készítmény. A burgonya élvezeti értéke a frissen készített hasábburgonyával közel azonos. Tisztasúlya 400 g. Töltősúlya 85–90g.

Lencsefőzelék főzőkolbásszal. 1/2-es fehérlemezből készített, dobozokba töltött lencsefőzelék és karikákra szeletelt főzőkolbász. A lencsefőzelék minősége megfelelő, a kolbász kissé puhult. Tisztasúly 400 g. Töltősúly 60–70 g.

Finomfőzelék sertéshaséval. 5/8-os üvegbe töltött sárgarépa kocka, zöldborsó, aprított zeller és gombóc alakú sertéshasé, világos színű mártásban. A sertéshasé rizzsel készült. A készítmény jól fűszerezett, a mártás egyenletesen sűrűnfolyó. Tisztasúly 470 g, töltősúly 110–130 g.

Rakott káposzta. 5/8-os üvegbe töltött daráltHússal, rizsával dúsított káposzta. A készítmény jól fűszerezett, kellemes ízű és illatú, de kissé elpuhult. Tisztasúly 470 g.

Sertésbecsinált. 5/8-os üvegbe töltött, kockára szeletelt zöldség és sertéshús darabok, világos színű mártásban. Íze, illata a készítményre jellegzetes, állománya megfelelő. Tisztasúly 480 g. Töltősúly 90–95 g.

Szalontüdő zsemlegombóccal. 5/4-es üvegbe töltött, fűszeres zamatú szalontüdő, 2 db kissé lisztes állagú zsemlegombóccal. Tisztasúly 800 g. A gombócok súlya 310 g.

A bemutatott minták kísérleti jellegűek.

R. L. (Budapest)

NÖVÉNYI KONZERVIPAR

Narancsital

A Konzerv és Paprikaipari Kutató Intézetben kidolgozott technológiával készített narancsital gyártását több konzervgyár is átvette. Az újabban gyártott termékek már tetszetősebb címkével kerülnek forgalomba. A narancs alapanyagú ital szárazanyagtartalma 15,5 Ref %, citromsavban kifejezett összessavtartalma 7,3–7,6 g/l. A szobahőmérsékleten, napfénytől védett helyen tárolt minták jellegzetes kesernyés utóíze a 21. napon észrevehetően erősebb volt, és egyes üvegekben a folyadék felületén gyenge illóolajkiválás is megfigyelhető volt.

R. L. (Budapest)

Narancsital

Az üdítőital választék a 0,25 és 0,5 literes üvegekbe szerelt narancsitallal bővült. Az ital narancsgyümölcs felhasználásával készül, kellemes üdítő hatású.

A narancsital forgalom zavartalan biztosítása érdekében megállapodás jött létre, hogy valamennyi konzervgyár felhasználhatja a „Nagykőrösi Konzervgyár" feliratú címkét, illetve a Bp-i Konzervgyár feliratú koronadugót.

A gyár megjelölése az alábbiak szerint történik:

Budapesti Konzergyár	= B
Nagykőrösi Konzergyár	= N
Kecskeméti Konzervgyár	= A
Szigetvári Konzervgyár	= V
Paksi Konzervgyár	= P
Nyíregyházi Konzervgyár	= I

A gyártási idő a terméken dátumbélyegzővel kerül feltüntetésre, (a koronadugón az év elhagyásával csak a hónapszám).

Tekintettel arra, hogy a fény és a magas hőmérséklet terpénesedési folyamatot indit meg az árunál, ezért azt napfénytől védett, hűvös helyen kell tárolni. A narancsital szavatossági ideje 3 hét.

V. Z. (Budapest)

Citromízű szörp

A citromízű szörp ízesítése korábban citromolajjal, majd terpénmentesített citromolajjal történt. A Budapesti Konzervgyár új, az Illatszer és Növényolajipari V. által gyártott citromos ízesítővel készített szörpmintát mutatott be. A minták minősége a korábbi gyártásból származó termékekkel azonos élvezeti értékű volt.

R. L. (Budapest)

„Paprikás kecsöp" néven paradicsomból, paradicsompaprikából készített ecetes, édeskés, fűszeres zamatú ételízesítőt mutatott be a konzervipar. A sötétpiros, sűrűn folyós ételízesítő szárazanyagtartalma 30 Ref %, ecetsavban kifejezett összes savtartalma 16,3 g/kg, konyhasótartalma 35 g/kg. Az új készítmény választékbővítő jellegű.

R. L. (Budapest)

Import növényi konzervek

Szovjet gyártmányú őszibarack befőtt. Hámozott egész őszibarackok cukorszörppel feltöltve. Tisztasúly 1010 – 1020 g. Töltősúly 640 g. A cukorszörp szárazanyagtartalma 19 Ref %. Csomagolás: fémlapkával zárt üveg.

Szovjet gyártmányú uborka. Csomagolás: fémlapkával zárt üveg. Tiszta súlya 1000 g. Töltősúly 610 g. Az uborkák hossza 8 – 10,5 cm. Üvegenként 7 – 8 db uborkát tartalmaznak. Összes savtartalom ecetsavban 5,6 g/l, konyhasótartalom 24,1 g/l. Az uborkák állaga megfelelően kemény.

Vietnámi ananász befőtt. Csomagolás: jól lakkozott fehérlemezből készített doboz. Tisztasúly 855 g. Töltősúly 460 g. Az ananász apróra szeletelt. A felöntő cukorszörp szárazanyagtartalma 17,5 Ref % . A készítmény óntartlma 25 mg/kg érték alatt van.

Vietnámi pörkölt sózott földimogyoró. Jól vernírozott fehérlemezből készített, dobozokba töltött, 200 g súlyú, világos barnára pörkölt sózott földimogyoró. A földimogyoró állaga száraz, ropogós, nem szívós.

Angol gyártmányú mustárliszt. 56-g-os fémdobozba töltött, „Colman's mustard" feliratú, világossárga színű, finomra őrölt mustármagliszt. Ízesítésre használható.

Szovjet gyártmányú sárgabarackbefőtt. Fémlapkával zárt, üvegekbe töltött, hámozatlan sárgabarack, cukorszörppel feltöltve. Tisztasúly 980 g. Töltősúly 540 g. A cukorszörp szárazanyagtartalma 21,7 Ref %.

Albán származású paradicsompüré. 300 g-os fémlapkával zárt üvegekbe töltött, kissé barnás árnyalatú sötétpiros paradicsompüré. Szárazanyagtartalma 27,6 – 28,8 Ref %. Minősége csak a hazai szabvány II. osztályára megállapított követelményeknek felel meg.

Bolgár gyártmányú őszibarack és szilvabefőtt. Omnia zárású üvegekbe töltött, felezett, magozott őszibarack. Mind hámozott, mind hámozatlan minőségben szárazanyagtartalma 23,2 – 24,0 Ref %. A szilvabefőtt felezett, magozott. Tisztasúlya az előbbi készítménnyel azonos. Töltősúlya 430 g. A felöntő cukorszörp szárazanyagtartalma 23,5 Ref %.

R. L. (Budapest)

Műanyag flakonba töltött szörpök

A Budapesti Konzervgyár 25 és 15 dkg-os, csavarmenetes kupakkal zárt, műanyagflakonba töltött citrom-, narancsízű és málnaszörp mintákat mutatott be. A minták minősége az MSZ 20619 „Ízesített szörpök" illetve az MSZ 1831 „Gyümölcsszörpök" minőségi követelményeit kielégítették. A műanyagflakonok minősége azonos a méz csomagolásánál már korábban használt műanyaggal.

A tárolási kísérletek alatt a szörpök minőségi elváltozást nem szenvedtek. A kereskedelem az újfajta csomagolást megfelelőnek tartja, ha a kupakokat parafabetéttel is ellátják. A vizsgáló szervek a tárolási kísérleteket szobahőmérsékleten s 36 C°-on termosztátban végezték.

R. L. (Budapest)

Vágott vegyes savanyúság

A kereskedelem elfogadta a Nagykőrösi Konzervgyár 5/4-es üvegekbe töltött vegyes savanyúság készítményét. A termék tiszta súlya 840 g. Töltősúlya 630–650 g. Tartalma: 60–65% paprikaszelet, 25–30% savanyú káposzta, 10% hagymaszelet. A készítmény összes savtartalma ecet- savban 12,1 g/l, konyhasótartalma 20 g/l.

R. L. (Budapest)

ÜDÍTŐITALIPAR

Som és szamóca szénsavas üdítőitalok

A Fővárosi Ásványvíz és Jégipari V. korábbi szénsavas üdítőital választékát szederléből készített itallal bővítette. Május hónapban som és szamóca gyümölcsléből készített új mintáit is bemutatta. A somból készített ital színe tetszetős piros, illata kellemes, íze a gyümölcsre jellemző, savanykás, üdítő. Szárazanyagtartalma 14–15 Ref %, összes savtartalma citromsavban 3,4 g/l. A szamóca szénsavas üdítőital színe világospiros, illata kellemes, íze szamócára jellemző, enyhén savanykás, üdítő. Szárazanyagtartalma 13,5–14,0 Ref %, összes savtartalma citromsavban 2,7 g/l.

R. L. (Budapest)

SZESZIPAR

Ecet

A nagy nyári ecetfelhasználási szezonra a nagykereskedelmi vállalatok előre legyártattak palackos 10 és 20 %-os ételecetet. A palackokat helyhiány miatt az udvaron tárolják. A palack-hegyeket azonban nem védik a nap melegétől, az időjárás szeszélyeitől semmi módon. A palackok zárására pedig nem csavaros kupakokat, hanem polietilén dugókat használnak. E polietilén dugó alakja a csepphez hasonló, kihajlított peremmel. A perem az üveg nyakára felfekszik, míg a csepp alakú rész a nyakban elhelyezkedve a tulajdonképpeni zárást szolgálná. De a nap melege hatására bekövetkező belső nyomás kitolja a zárószalaggal rosszul rögzített üvegek dugóit és azok kiesnek az üvegből.

H. Gy. (Kecskemét)

SÖRIPAR

A világos palacksörök

Néhány hónappal ezelőtt a sörgyárak megszüntették a világos palacksörök címkézését és csupán a koronadugók színének változtatásával különböztették meg a minőségeket. A vonatkozó szabvány (MSZ 8761) azonban kötelezően előírja, hogy a gyártási időpontot is fel kell tüntetni az üvegeken, s miután a sörgyáraknak nem sikerült a koronadugón a gyártási időt feltüntetni, a címke visszakerült a sörösüvegekre. A fogyasztók tehát nemcsak a sör minőségét, hanem a szavatossági időt (lejáratot) is megállapíthatják a címkéről.

–.–

BORIPAR

Vermuth

A Magyar Likőripari Vállalat 1966. július 1. ével a Márka vermuth gyártását a Magyar Állami Pincegazdaság Budafoki Üzemének adta át.

A Pannónia vermuthot változatlanul a Magyar Állami Pincegazdaság Mecsekvidéki Üzeme Pécs gyártja.

V. Z. (Budapest)

Szőlőmust

A Magyar Állami Pincegazdaság Budafoki üzeme új cikk-ként hozza forgalomba a 0,5 literes palackba töltött, koronadugóval lezárt „Szőlősmust, gyöngyöző" elnevezésű italárut. A must tartósított, s az üzem 30 napi szavatosságot vállal. Ezen időn belül előforduló esetleges elváltozás miatt az árut visszaveszik. Feltétlen hűvös, száraz helyen, állítva, lehetőleg hűtőszekrényben kell tárolni.

V. Z. (Budapest)

GABONA-, SÜTŐ- ÉS TÉSZTAIPAR

Liszt

A BKM Élelmiszer, Háztartási és Vegyi Főigazgatósága a Magyar Szabványügyi Hivatal engedélye alapján hozzájárult a gépi csomagolású liszteknél előfordulható súlyeltéréshez.

Az engedély előírja, hogy a névleges súly és a valóságos súly között egységenként legfeljebb ± 1% eltérés lehet, de 100 db együttes súlyánál 0,5%-nál nagyobb eltérés nem engedhető meg.

V. Z. (Budapest)

Kenyér

A Belkereskedelmi Minisztérium rendelkezése a kenyerek értékesítésére vonatkozólag:

„– Egész kenyér vásárlása esetén mind az 1 kg-os, mind a 2 kg-os kenyeret darabáruként kell értékesíteni,

– a felvágott fél vagy negyed kenyér is forgalomba hozható darabáruként, de ezt a vásárló kívánságára mérlegelni kell és csak a mért súly alapján szabad a vételárat felszámolni,

– 5%-ot meghaladó súlyhiányú kenyeret elkülönítve kell tárolni és csak mérlegelve szabad árusítani."

V. Z. (Budapest)

Száraztészta

A Békéscsabai Konzervgyár – márkás – 2 tojásos kagyló, szarvacska, csillag, ÁBC levestésztát és csőtésztát szállít a kereskedelem részére. A Konzervgyár a csomagokon rejtjellel jelzi a csomagolás időpontját az alábbiak szerint:

Pl. 6641
Az első szám az évet,
a második szám a hónapot:
X. hónban „O"
XI. hóban „N"
XII. hóban „D"

betűjelzéssel, az utolsó két szám pedig a gyártási műszakot jelenti.

V. Z. (Budapest)

A SZERKESZTŐBIZOTTSÁGHOZ A KÖVETKEZŐ DOLGOZATOK ÉRKEZTEK:

Gál Ilona Emma: Kapszicidin, a paprika új, szteránvázas alkotórésze.

Bíró Géza: A reduktáze-enzimpróba alkalmazása édesvízi halhús és édesipari készítmények mikrobiológiai szennyezettségének vizsgálatára.

Dworschák Ernő: A keményítő szerkezeti változásai hevítés hatására I. Irodalmi áttekintés és vizsgáló módszerek. 120 C°-os hevítés okozta változások.

Szőkéné, Szotyori Katalin: Eljárás az aszkorbinsav meghatározására, oszazonjának papírkromatográfiás elválasztása útján II. Az aszkorbinsav oszazonjának papírkromatográfiás elválasztása és mennyiségének meghatározása.

Szeverényi Etel és Házkötő Éva: Gabona- és takarmányféleségek fehérjetartalmának vizsgálatáról II.

Lindner Károly: Élelmiszereink összetételének legújabb adatai XXVII. Zöldség- és gyümölcsfélék szabad aminosav tartalmának táplálkozási jelentősége.

Szerkesztő: dr. Kottász József
Felelős kiadó: Sala Sándor — Kiadja: a Lapkiadó Vállalat
Budapest VII., Lenin körút 9—11.
Előfizetési ár: egy évre intézeteknek, üzemeknek 100 Ft, egyéni előfizetőknek 25 Ft
Budapest Fővárosi Tanács VB költségv. szla, Budapest elnevezésű
2.830 000—70. sz. csekkszámlára hivatkozással a 67.115.32/50. ÉVIKE számra
Ez a folyóirat az MSZ 34045 és 5605/A szerint készült —

66.2450. Állami Nyomda, Budapest