

A fűszerpaprika-őrlemény víztartalmának meghatározásáról

PALOTÁS JÓZSEF

Budapesti Felsőfokú Élelmiszeripari Technikum,
Kémiai Tanszék

LÓRÁNT BÉLA

Budapest Főváros Vegyészeti
és Élelmiszervizsgáló Intézete

MIHALIK DEZSŐ

Országos Mezőgazdasági
Minőségvizsgáló Intézet
Paprikaminősítő Osztálya
Szeged

Érkezett: 1964. december 20.

A fűszerpaprika-őrlemény víztartalmának meghatározására hazánkban és külföldön is általában különböző szárítási módszereket alkalmaznak, emellett azonban Marcusson, Dean Stark vagy más módszerekkel kivitelezett xilolos vagy toluolos desztillációs eljárásokat is használnak.

Az őrölt paprika spanyol szabványa (1) a 9.3 pontjában, a fűszerpaprika víztartalmának meghatározására, 10–25 g mintának 100–110 °C-on súlyállandóságig való szárítását írja elő. A súlyvesztést korigálja az „illó étereski-vonat” tartalommal. Az így nyert értéket tekinti víztartalomnak.

Az őrölt paprika jelenleg is érvényben levő jugoszláv szabványának (2) előírása szerint a víztartalom meghatározására 3 g paprikát 105 °C-on 5 órán át kell szárítani.

A román szabvány (3) előírása szerint (19. pont) a paprikaőrlemény víztartalmának meghatározására 5 g mintát 100–105 °C-on kb. 4 óráig kell szárítani.

Az őrölt paprika címkézésének és osztályozásának szabályozásáról szóló, 1959-ben megjelent argentin rendelet (4) 3. szakaszában foglaltak értelmében a paprikaőrlemény víztartalom meghatározása céljából, a száraz szűrőpapíron lemért 5 g őrleményt vákuum szárítóban 50 °C-on súlyállandóságig szárítjuk. A vákuum mértékét az említett rendelkezés nem határozza meg.

Az 1962-ben közzétett izraeli szabványtervezet (5), a 303. pontjában, a paprikaőrlemény víztartalmának meghatározására az USA, A. O. A. C. vizsgálati módszerkönyv (6) 28,002 szakaszában leírt módszert hozta javaslatba. Eszerint 40 g őrleményt kb. 75 g toluollal kell ledesztillálni és az átdesztillált vizet pontosan kálibrált csőben kell felfogni és térfogatát mérni. A leírás szerint a desztilláció kb. 1 órát vesz igénybe.

A csehszlovák állami szabvány (7) a fűszerpaprika víztartalmának meghatározására szintén toluolos desztillációs módszert ír elő. (40 g őrleményt kb. 250 ml toluollal 500 ml-es lombikból kb. 4 óra alatt kell ledesztillálni.)

Amint látjuk tehát a külföldi szabványok a paprikaőrlemények víztartalmának meghatározására – a sorozatvizsgálatoknál elsősorban számításba jövő szárítási módszereként – 100–110 °C-on 4–5 órai, vagy állandó súlyig való szárítást írnak elő.

A paprikaőrlemény azonban, nagy cukortartalma miatt, 105–110 °C-on 4–5 óráig, vagy még huzamosabb ideig tartó szárítás alatt karamellizálódik, a súlya, a víztartalom veszteségtől is eltekintve, állandóan csökken. Azt tehát, hogy ily módon valós víztartalom értéket nem határozhatunk meg, már régen sejtettük.

Azért az 1954-ben megjelent „A magyar fűszerpaprika” c. könyv (8) a fűszerpaprika víztartalmának meghatározására – xilolos desztillációs módszer

mellett – 60 C°-on súlyállandóságig való szárítást javasol. Ez az előírás azonban kísérletekkel nem volt kellően igazolt.

Az MSZ 9681 – 1962 sz. „Fűszerpaprika mintavétele és vizsgálata” c. szabvány előadói javaslata, majd a tervezete is, nagyjából átvette az említett könyv metodikai javaslatát és olyan szárítási módszert tervezett hatálybaléptetni, amelynél a szárítószekrény hőfoka 70 ± 2 C° lett volna és a szárítást súlyállandóságig kellett volna folytatni.

*

Miután az előbb említett magyar metodika szabványt is hatályba kellett léptetni, sőt a kérdésnek nemzetközi szinten való rendezésére is javaslatot kellett készíteni, a víztartalom meghatározás témáját, a szárítási módszer módosításait alapvetően meg kellett vizsgálni és a megállapításokat pontos kísérleti eredményekkel kellett igazolni.

Ezért legelőször is kísérleteket állítottunk be két paprikamintával a 105 C°-on való szárítás eredményeinek – a súlyvesztésnek – pontos megállapítására. 5 – 5 g-os mintákat 12 – 24 óráig szárítottunk és mértünk. Az óránkénti súlyvesztés eredményeit (a és b : párhuzamos mérések) az 1. sz. táblázat ismerteti.

1. táblázat

105 C°-on végzett szárítási kísérletek eredményei

Szárítási idő óra	1.		2.	
	paprikaőrlemény minta			
	a	b	a	b
	súlyvesztés %			
1 1/2	5,36	5,37	8,26	8,13
2	5,51	5,52	8,43	8,32
3	5,79	5,76	8,63	8,65
4	6,04	6,01	8,87	8,86
6	6,33	6,28	8,99	8,98
8	6,75	6,67	9,18	9,19
10	7,04	7,00	—	—
12	7,18	7,14	9,59	9,59
14	7,23	7,20	—	—
16	7,43	7,40	—	—
18	7,46	7,51	—	—
20	7,61	7,60	—	—
24	7,78	7,76	—	—

Az 1. táblázat adatai világosan igazolják, hogy a paprika víztartalmának meghatározására 105 – 110 C°-on állandó súlyig való szárítást előírni, teljesen helytelen, mert állandó súly még 20 órai szárítás után sem érhető el, viszont karamellizálódás, bomlás annál inkább. Tehát a súlyvesztésnek csak egy részét okozza a víztartalom eltávolítása, a másik részét az őrlemény megpörkölődése, bomlása. – Nyilvánvalóan valamelyik hőmérsékleten, valamelyik órában elérhető olyan súlyvesztés, legalább is gyakorlatilag, amelyet csak a víztartalom távozása okoz. Ezt vizsgáltuk a továbbiak során. A következőkben ismertetett kísérletekből kiderül az is, hogy az említett könyvben felvett és magyar metodikai szabvány tervezetében is javasolt módszerrel, a 60 – 70 C°-on való szárítással sem lehet eredményt elérni, mert a paprikaőrlemény víztartalma ilyen hőfokon – gyakorlati követelményeket szem előtt tartva – nem határozható meg.

Tetraklóretilén desztillációs módszer a víztartalom meghatározására

Annak megállapítására, hogy 100 °C körüli hőmérsékleten – illetve különböző hőmérsékleteken – mennyi idő után adja le a fűszerpaprika a víztartalmát – számbavehető karamellizálódás nélkül – legelőször is ki kellett választanunk egy olyan desztillációs módszert, amellyel megbízhatóan és jól reprodukálhatóan lehet a paprika víztartalmát meghatározni. A Marcusson vagy Dean Stark szerinti xilolos és toluolos desztillációs módszerek – bármilyen leírás szerinti kivitelezésében – nagyon sok hibaforrást rejtenek magukban; a párhuzamos vizsgálati eredmények is jelentősen „szóróknak”, úgy hogy ezzel a módszerrel meghatározott fűszerpaprika víztartalom értékeket a szárítási módszer „kalibrálásához” alapul nem fogadhattuk el. Ellenben igen jól használhatónak találtuk, jól reprodukálható értékeket kaptunk azzal a tetraklóretilén módszerrel, amelyet a nemzetközi szabványügyi szervezet – International Organisation for Standardisation (ISO) – 34. bizottságának (TC 34) 7. sz. albizottságában (SC 7) az 1962. évi újdélhíi ülésen, a fűszerek víztartalmának meghatározására, az Egyesült Királyság hozott javaslatba (9). Ez a módszer különben nem teljesen új, hanem a már korábban közölt és Angliában általában használt *Cocking-Middleton*-féle illóolaj vizsgálati módszer (10) – illetőleg a készülék – módosított és javított mása.

Miután a tetraklóretilén fajsúlya a víz fajsúlyánál jelentősen nagyobb, (1,624) a ledesztyillált víz az igen pontosan kalibrált felfogó csőben a tetraklóretilén felett helyezkedik el és így a vízcseppeknek más módszerekénél a xilolos vagy toluolos fázisban való „fennakadása”, az üvegfalhoz tapadás, itt nem fordulhat elő, tehát e cseppeknek dróttal való „digerálására” sincs szükség. Ez a hibaforrás tehát itt kiküszöbölődik. Egyébként a módszernek más előnyei is vannak (pl. a tetraklóretilén nem tűzveszélyes), a desztilláló készülék az eddigieknél praktikusabban kezelhető és a desztillálás kivitele a leggondosabban körülírt.

Az 1. ábra vázlatosan ismerteti a szóbanforgó desztilláló készüléket.*

A módosított *Cocking-Middleton*-féle desztilláló készülék

A desztilláló készülék hozzávetőleges méretei:

- A – C üvegcső 190 – 210 mm hosszú, belső átmérője 13 – 15 mm,
- C – D üvegcső 145 – 155 mm hosszú, belső átmérője 7 – 8 mm,
- F – G üvegűtő 145 – 155 mm hosszú, belső átmérője 7 – 8 mm,
- G – H – J üvegcső 30 – 50 mm hosszú, belső átmérője 7 – 8 mm,
- J – L térfogatmérő üvegcső 180 – 200 mm hosszú, belső átmérője 7 – 8 mm,
- 0 – 10 ml-es osztásközzel, 0,1 ml-es beosztással.
- B – L üvegcső – belső átmérője 7 – 8 mm.

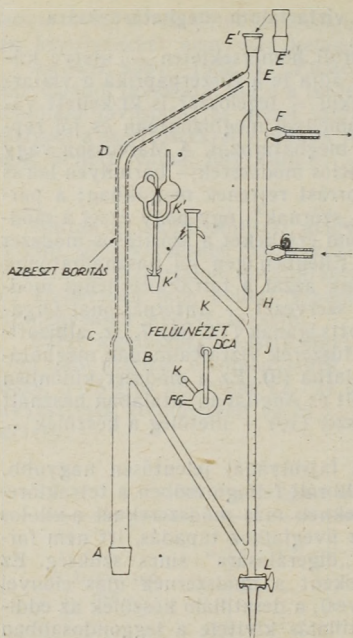
Az ACD és a LJ csövek tengelye közötti távolság: 110 – 120 mm. A B és J jelzésű szintet meghatározó pontok közötti függőleges: 60 – 70 mm.

Az E' jelzésű csővégződést az 1. ábra szerinti üveg dugó, a K' végződést pedig az ábra szerinti folyadékzárás U-üvegcső zárja.

A desztilláló készülékhez 1000 ml-es rövidnyakú gömblombikot használunk. – A készülék valamennyi üvegcsatlakozása üvegcsiszolatos.

Az 1. ábra szerinti felülnézetből láthatóan a K üvegcső a DCAE csőhöz viszonyítva 45°-os, a hűtő vízelvezető csövei (F és G) pedig a DCAE-csőhöz képest 90°-os szöget zárnak be.

* A készülék pontos leírását és rajzát, valamint az eljárás részletes ismertetését a Magyar Szabványügyi Hivatalban lehet megtekinteni.



1. ábra

klóretilénnel. Sorozatos vizsgálatoknál a vizsgálatok között elégséges acetonos és tetraklóretilénes öblítést alkalmazni.

Legelőször kb. 300 ml tetraklóretilént a készüléken 10 percig desztillálunk annak megállapítására, hogy a tetraklóretilén nem tartalmaz-e vizet. Ha a desztillálás során a J-L mérőcsőben víz gyűlne össze, akkor azt az L csapon át el kell távolítani, vagy annak mennyiségét a paprika víztartalmának meghatározásánál levonásba kell hozni. – Ezután kb. 40 g paprikaőrleményt cg pontossággal lemérünk, azt maradéktalanul beöntjük a desztilláló lombikba és a tetraklóretilénnel gondosan elkeverjük. – A desztillációt – a már előbb be-mért 300 ml tetraklóretilénnel – most már úgy végezzük, hogy a készülékben – a H jelzésű pontnál – percenként 10 csepp desztillátum csepegjen le. A desztillálás folyamán a J-L mérőcsőben a vizes fázis kialakul. Túl gyors desztillálás esetén előfordulhat, hogy az L-B csővön visszaáramló tetraklóretilén magával visz vizet is és az itt az L-B csőben (közel a B ponthoz) lecsapódik. Ez esetben a desztillálást ideiglenesen leállítjuk és a csőnek vízcseppeket tartalmazó részét óvatosan melegítjük mindaddig, amíg a vízcseppek visszakerülnek az A-C csőbe. Ezután továbbfolytathatjuk a desztillációt.

Egy óra után leállítjuk a desztillációt és az L-J csőben leolvassuk a víz térfogatát. – Ezután 30 percig ismét folytatjuk a desztillációt, most már percenként 150-es cseppszámmal. A 30 perces pótdesztillációt szükség szerint – ha ismételtlen szaporodna még a ledesztillált víz mennyisége – meg kell ismételni. Amennyiben már nem szaporodik a ledesztillált víz mennyisége, úgy azt 5 pernyi várakozás után, 0,1 ml-es pontossággal végleg leolvassuk. Ha a felső meniszkusz leolvasását tetraklóretilén cseppek zavarják, akkor a K csővön át 1 ml

A ledesztillált vizet a J-L üvegcsőben fogjuk fel és a mennyiségét 0,1 ml-es pontossággal olvassuk le. (A vízréteg alsó meniszkuszának helyzete szabályozható, mert a tetraklóretilén az L üvegcsapon át leengedhető.)

A lombik melegítésére pontosan szabályozható hőmérsékletű elektromos fűtőtestet vagy olajfürdőt használunk. A fűtőtest, illetve az olajfürdő hőmérséklete ne sokkal haladja meg a tetraklóretilén forráspontját (forrpont: 120,8 °C).

Az 1. ábrán ismertetett desztillációs készülékkel, az ISO/TC 34 SC7(UK-8) 57 E, June, 1962. sz. előterjesztésben foglaltak szerint, a fűszerek és fűszerfélék víztartalmát a következők szerint kell meghatározni.

Szükséges vegyszerek:

Kénsavas-, $K_2Cr_2O_7$ -oldat (tisztítás céljára),

Aceton,

Tetraklóretilén.

A desztilláló készüléket gondosan ki kell mosni kénsavaskáliumbikromát-oldattal, majd át kell öblíteni desztillált vízzel, azután acetonnal és végül tetra-

etilétert – vagy petrolétert – adagolunk a víz felületére és így a zavaró hatást kiküszöböljük.

A víz mennyiségének kiszámítása:

$$\text{Víztartalom} - \text{súly \% -ban} = \frac{100 \cdot V \cdot D}{W}$$

ahol:

V = a leolvasott vízmennyiség – ml-ben,

D = a víz fajsúlya, az adott hőmérsékleten,

W = a lemért paprika mennyisége – g-ban.

Az ismertetett desztillációs módszerrel meghatározott paprika víztartalom értékeket vettük fel alapul a különböző hőfokon végzett szárítási kísérletek eredményeinek értékeléséhez.

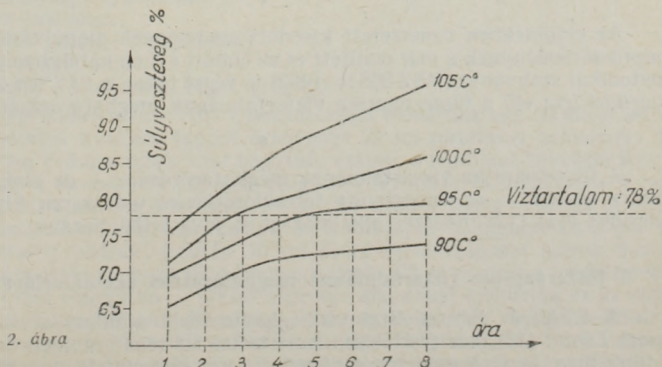
Különböző hőmérsékleten végzett szárítási kísérletek

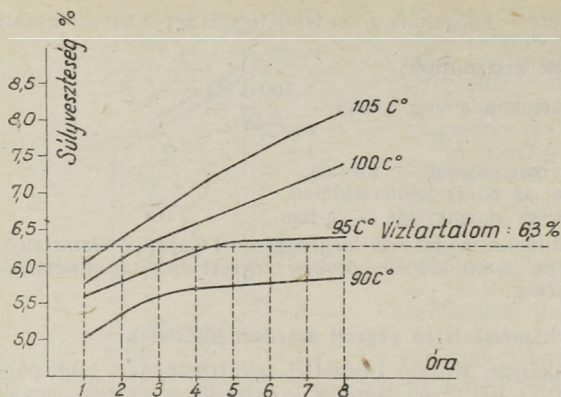
A Konzerv és Paprikaipari Kutató Intézzel együttműködve, több paprikamintával, 90, 95, 100 és 105 C°-on szárítási kísérleteket végeztünk annak megállapítására, hogy a hőmérséklet és a szárítási idő függvényében miként alakul az őrlmények súlycsökkenése. Két minta vizsgálati eredményeit a következőkben ismertetjük.

Az egyik őrléyminta (csemege paprika) víztartalmát 6,3%-nak, a másikat (édesnemes paprika), 7,8%-nak határoztuk meg, az előbbieken ismertetett tetraklóretilénes desztillációs módszerrel.

A két minta 5–5 g-nyi mennyiségét 90, 95, 100 és 105 C°-on külön-külön edényekben szárítottuk és a súlycsökkenést óránként meghatároztuk. A kísérleti eredményeket a 2. és 3. ábrán grafikusán ábrázoltuk, ahol feltüntettük a desztillációs módszerrel meghatározott víztartalom értékeket, a szárítás során bekövetkező súlycsökkenést (abszcissza) és a szárítási időt (ordináta).

A 2. és 3. ábrán világosan leolvasható, hogy mind a 6,3% víztartalmú csemegepaprika-őrléménynél, mind a 7,8% víztartalmú édesnemes őrléménynél 105 C°-on kb. 90–105 perces, 100 C°-on kb. 150–165 perces, 95 C°-on pedig kb. 270 perces szárítással elért súlycsökkenés megegyezik a víztartalom értékekkel. (90 C°-on 8 óra alatt sem távozik el teljesen a paprika víztartalma!) Az említett időpontokban a mintákon pörkölődés jele még nem mutatkozott, tehát joggal feltételezhető, hogy a súlycsökkenést gyakorlatilag csak a víztartalom távozása okozta.





3. ábra

A kísérletek tehát igazolják, hogy – ellentétben egyes külföldi szabvány-előírásokkal – pl. 105 °C-on nem 4–5 órai, vagy még ennél is hosszabb idejű, hanem egy rövidebb ideig tartó – kb. 1 1/2–1 3/4 óras – szárítással lehet gyakorlatilag valós víztartalom értékhez jutni.

Az ábrák azonban azt is bizonyítják, hogy a 105 °C-os szárítás grafikonja – sőt még a 100 °C-é is – eléggé „meredek”, tehát figyelemmel a rövid szárítási időre, az előírtnál egy kissé hosszabb ideig tartó szárítás vagy a szárítószekrénynek bár csak kisebb fokú hőmérsékletváltozása is, viszonylag nagymértékben változtathatja meg a mérési eredményt. Ezért a „lankásabb” görbét figyelembe véve, tehát a hibaforrások, illetőleg a hibalehetőségek kiküszöbölése érdekében, a 95 °C-on 270 percig tartó szárítást hozzuk javaslatba a paprikaőrlemények víztartalmának szárítással való meghatározására.

Mindenesetre meg kívánjuk még jegyezni azt is, igen fontos, hogy a meghatározásnál a szárítószekrény hőfoka már a szárítás kezdetén megállapodottan 95 °C-ú legyen és ez a hőfok a későbbiek során is csak egészen kis mértékben (legfeljebb $\pm 0,5$ °C) ingadozzék. Továbbá, miután a szárítószekrény hőfoka az egyes polcokon számottevően változó értékeket szokott mutatni, ezért az előírt 95 °C-os hőmérsékletet közvetlenül a minták közelében kell mérni.

*

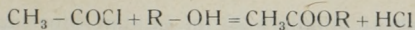
Az előbbieken ismertetett kísérleti eredmények alapulvételével a fűszerpaprikaőrleménynek a már említett és az elmúlt évben hatálybaléptetett magyar metodikai szabványa (MSZ 9681 – 1962) is végső fokon a 95 °C-on 270 percig tartó szárítást írta elő a fűszerpaprika víztartalmának meghatározására.

*

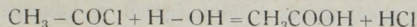
A fűszerpaprika víztartalmának meghatározására – de csak kisebb számú minta esetén – az ismertetett tetraklóretilénés módszeren kívül, az acetilkloridos (11) (12) módszer alkalmazást is javaslatba hozzuk.

A fűszerpaprika víztartalmának meghatározása acetilkloridos módszerrel

A Smith és Bryant által vízmeghatározásra ajánlott acetilkloridos módszert Lóránt (13) már részletesen ismertette. Itt tehát röviden csak annyit emlí tünk meg, hogy a módszer a következő két egyenleten alapszik:



és



Az első egyenlet szerint folyik le a vakpróba, amikor az abszolút alkohol hatására keletkezik sósav, viszont a második egyenlet szerinti reakció – természetesen az első egyenlet szerinti reakció mellett – akkor játszódik le, amikor a vizsgálati anyaggal végezzük az elemzést; ez esetben a vizsgálati anyag víztartalmának hatására sósav és ecetsav is keletkezik. Mindkét esetben a keletkezett sósavat, illetve ecetsavat alkalimetriás titrálással határozzuk meg. Az előbbiek értelmében világos, hogy a második mérés során meghatározott globális savtartalom-érték és a vakpróba során mért savtartalom-érték különbözősége egyenértékű a vizsgált anyag víztartalmával.

A módszer használhatóságát és megbízhatóságát többféle anyaggal elvégzett vizsgálatok eredményei igazolták (14) (15) (16) (17).

Ennek során nemcsak más módszerek eredményeivel való összehasonlítás, hanem a vizsgálati anyaghoz adagolt, analitikai pontossággal lemért víz- tehát egy többlet vízmennyiség – meghatározása is a módszer jó használhatóságának igazolásul szolgál.

A kísérleti eredmények annak a feltételezését engedték számunkra, hogy ez a módszer a fűszerpaprika őrlemény víztartalmának meghatározására is megfelelően használható lesz, illetve erre a célra alkalmazott más módszer ellenőrzésére is alkalmas lesz.

Az acetilkloridos módszer ezirányú alkalmazását illetően rendelkezésre álltak azok a kísérletek is, amelyek a módszernek a szaloncukor (fondant) víztartalom meghatározására való alkalmasságát is igazolták (16). Ennél az eljárásnál a cukor víztartalmát ismert mennyiségű piridinbe visszük át és a piridines oldat aliquot részéből határozzuk meg a víztartalmat, majd azt az anyag egész mennyiségére vonatkozóan számítjuk ki.

A paprikaőrlemény az acetilkloridos módszernél használt reagensekben globálisan nem oldódik, tehát indokoltnak látszott a fűszerpaprika vizsgálatánál is ezt a piridines közvetítő módszert kipróbálni és alkalmazni.

A vizsgálati módszer ismertetése

Szükséges vegyszerek:

- a) Acetilklorid-reagens (1 liter pro anal. minőségű toluolban oldott 150 g pro anal. minőségű acetilklorid),
- b) Piridin pro anal.,
- c) Abszolút alkohol (etilalkohol),
- d) 0,5 n NaOH-oldat,
- e) Alkoholos fenolftalein oldat (1%-os).

Kb. 4 g paprikaőrleményt 0,01 g pontossággal bemérünk egy 50 ml-es mérőlombikba. A lombik nyakára tapadt őrleményt 25 ml piridinnel bemossuk. Az elegyet 30 percig bedugaszolva állni hagyjuk, ezalatt a lombikot többször összerázzuk. Ezután a lombikot piridinnel jelig töltjük, majd bedugaszolva a tartalmát homogenizáljuk. Az őrlemény leülepedés után a tiszta oldatból 20 ml-t 200 ml-es jódszám lombikba pipettázunk és a lombikot bedugaszolva 5 percig jégtörmelék között hűtjük. Ezután 10 ml acetilklorid reagent adunk hozzá, és az elegyet körkörös rázással jól homogenizáljuk. Öt perc után a lombik belső falát – pipettából csurgatva – 20 ml abszolút alkohollal leöblítjük és az oldatot – bedugaszolt lombikban – 10 percig állni hagyjuk, majd pedig fenolftalein indikátor használata mellett 0,5 n NaOH oldattal megtitráljuk. – A vakpróbát az előbbiek szerint végezzük el – természetesen vizsgálati anyag nélkül –

azzal, hogy indulásként mindjárt 20 ml piridint pipettázunk a jódszámlombikba.

A víztartalmat a két mérés különbségéből a következők szerint számítjuk ki:

$$\text{Víztartalom } \% = \frac{(a - b) \cdot f \cdot 2,5 \cdot 0,009}{c} \cdot 100$$

ahol:

a = a vizsgált anyag 0,5 n NaOH fogyasztása – ml-ekben,

b = a vakpróba 0,5 n NaOH fogyasztása – ml-ekben,

f = a 0,5 n NaOH faktora,

2,5 = viszonyyszám (az aliquot mennyiségben kipipettázott piridin figyelembevételével)

0,009 = az egyenértéksúly szerinti szorzószám,

c = a bemért paprikaőrlemény – g-okban.

Egyedi minta vizsgálata esetén a módszerrel egy vizsgálat kb. egy óra alatt, sorozatvizsgálat esetén rövidebb idő alatt elvégezhető.

Az indikátoros titrálásnál – különösen kevesebb gyakorlattal rendelkező dolgozónál – bizonyos mértékben zavarólag hat a paprika kioldott színezékének piros színe. Ezért a titrálás célszerűen potenciometriás titrálással is elvégezhető.

*

Az előbbiekből ismertetett acetilkloridos vizsgálati módszer alkalmazásával több fűszerpaprika minta víztartalmát meghatároztuk, egyben a vizsgálati értékeket összehasonlítottuk a tetraklóretilén desztillációval megállapított víztartalom értékekkel. Erre vonatkozó vizsgálati eredményeket a 2. táblázatban ismertetünk.

2. táblázat

Tetraklóretilén desztillációval és acetilkloridos módszerrel meghatározott fűszerpaprika víztartalom értékek

Minta	Tetraklóretilén desztillációval	Acetilkloridos módszerrel
	meghatározott víztartalom %	
1	6,6	6,44 (6,54, 6,34)
2	6,0	6,14 (6,21, 5,98)
3	7,1	6,91 (6,97, 6,85)
4	7,8	7,72 (7,80, 7,64)

A 2. táblázat adatai bizonyítják, hogy az acetilkloridos vizsgálati módszer is megfelelően használható a fűszerpaprika őrlemények víztartalmának meghatározására; az acetilkloridos módszerrel, valamint a desztillációs eljárással megállapított víztartalom értékek – kb. 0,15–0,2%-os megengedhető eltéréssel – megegyeznek. Az acetilkloridos módszerrel végzett párhuzamos meghatározások vizsgálati értékei között a legnagyobb eltérés – a 2. táblázatból láthatóan – szintén kb. 0,2%-nak mutatkozik.

Megbeszélés

Miután az ismertetett kísérletek elvégzésével és az összehasonlító vizsgálati eredmények feldolgozásával tisztáztuk a paprika víztartalom szárítással való meghatározásának feltételeit és körülményeit, megállapíthatjuk, hogy – amenny-

nyiben megbízhatóan beállítható hőmérsékletű szárítószekrénnel rendelkezünk és különösen sorozatvizsgálatoknál – feltétlenül a szárítási módszert kívánatos használni (hivatalos ellenőrző vizsgálatnál, szabványelőírás szerint, kell is használni), mert a leggyegyszerűbb, legkevésbé munkaigényes és a vizsgálati eredmények, az előírások pontos betartása esetén, kielégítően pontosak is ($\pm 0,2\%$).

A tetraklóretilén desztillációs módszert az ISO 34. bizottsága (TC 34) – a szárítási módszer mellett – mind a fűszereknél, mind a fűszerpaprikánál, mindenbizonnyal 1965. vagy 1966. év folyamán, nemzetközi szabványajánlasként elfogadja. A módszert természetesen csak a legpontosabban elkészített desztillációs készülékkel és a vizsgálati módszer előírásainak legaprólékosabb betartása esetén lehet eredményesen alkalmazni. Ebben az esetben viszont a módszerrel meghatározott vizsgálati értékek megbízhatóak; ezért is vettük alapul az így meghatározott víztartalom értékeket a szárítási módszer eredményeinek értékeléséhez. – Sorozatvizsgálatok ellátására természetesen a módszer nem ajánlható, mert viszonylag hosszabb ideig tart.

Az acetilkloridos módszerrel egyes vizsgálatokat gyorsabban lehet elvégezni, mint az ismertetett desztillációs eljárással, de a titrálás befejezésének megállapításánál – indikátor használata esetén – a kevesebb gyakorlattal rendelkező dolgozó, mint már említettük, könnyen tévedhet. Jó gyakorlatú analitikus azonban a módszert szintén eredményesen használhatja, amely módszer – indikátoros kivitelezésben – a legkevesebb laboratóriumi berendezést és üvegműt igényli.

*

Végül a közleményben ismertetett különböző vizsgálatok pontos és lelkiismeretes elvégzéséért Dr. Kiss Józsefné és Forgács Józsefné kartársnőknek, az Orsz. Mezőgazdasági Minőségvizsgáló Intézet szegedi paprikaminősítő osztálya dolgozóinak, valamint Pollák Lászlóné kartársnőnek, Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete dolgozójának ezúton is hálás köszönetünket fejezzük ki.

IRODALOM

- (1) Pimentón (Una norma española, 11.56 UNE 34029)
- (2) Paprika u prahu (Örölt paprika, Jugoszláv szabvány, – magyar fordítás, JUS E. H6.031 1955).
- (3) Örölt paprika (Román állami szabvány, – magyar fordítás, STAS 1793–50).
- (4) Reglamentacion sobre rotulacion y clasificacion del pimenton (Az örölt paprika címkézésének és osztályozásának szabályozása, – magyar fordítás, 4227/1959 sz. argentin rendelet) „Revista Cafe” melléklete, 1959. IV. – 204 sz.).
- (5) Örölt paprika (Izraeli szabványtervezet, – magyar fordítás, 168/1 sz. 1962. I.)
- (6) Association of Official Agricultural Chemists, USA, (A. O. A. C) 1960. 28002 sz. Spices and other condiments. – Moisture.
- (7) Örölt fűszerpaprika (Csehszlovák állami szabvány, – magyar fordítás, – CSN 58 0511–1954)
- (8) A magyar fűszerpaprika. (szerkesztette: Dr. Kardos E.) – Élelmiszeripari és Begyűjtési Könyv- és Lapkiadó V. 1954., 222–223.
- (9) Determination of moisture (Tetrachloroethylene distillation method) (ISO/TC 34 SC 7/U. K. – 8/57 E. June, 1962)
- (10) Coking, T. T. – Middleton, G.: Quarterly Journal of Pharmacy and Pharmacology 8, (3) 435–442, 1935.
- (11) Smith, D. M. – Bryant, W. M. D.: J. Am. Chem. Soc. 57, 61, 1935; J. Am. Chem. Soc. 57, 841, 1935)
- (12) Kolthoff, I. M. – Stenger, V. A.: Volumetric Analysis, New York, 1947. II. kötet 210.
- (13) Lőránt B.: ÉVIKE 7, 77, 1961.
- (14) Lőránt B.: ÉVIKE 7, 194, 1961; 7, 263, 1961; 9, 36, 1963.
- (15) Lőránt, B.: Seifen-Fette-Öle-Wachse, 34, 609, 1961.
- (16) Lőránt B.: ÉVIKE 9, 155, 1963.
- (17) Lőránt B.: Olaj-Szappan-Kozmetika, 55, 1964.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВЛАЖНОСТИ В СМОЛОТОМ ПЕРЦЕ

Й. Палоташ, Б. Лорант и Д. Михалик

Авторы сообщают видоизмененный дистилляционный метод тетрахлорэтиленом „Кукинг – Мидлэтона” и результаты применения метода для определения влажности смолотого перца.

Авторы серийными исследованиями сушки установили, что в противоречии с отдельными зарубежными стандартными предписаниями правильную влажность перца можно определить высушиванием при 105° в течении $1\frac{1}{2}$ часа, при 100° в течении $2\frac{1}{2} - 2\frac{3}{4}$ и при 95° в течении $4\frac{1}{2}$ часов. Установили также, что при высушивании при $100 - 105^{\circ}$ в течении более длительного времени получают предувеличенные данные влажности перца так, как при этих температурах после определенного времени перец карамелизуется, расщепляется и таким образом кроме влажности получается убыль веса. Исследования показали также, что высушиванием при $100 - 105^{\circ}$ нельзя достигать постоянного веса перца. Авторы для определения влажности смолотого перца высушиванием предлагают сушку при 95° в течении $4\frac{1}{2}$ часов.

Авторы сообщают также метод Смир – Брайант-а – применение ацетилхлорида – и установили, что видоизмененным методом также можно установить влажность перца приблизительно 0,2%-ом колебанием.

ÜBER DIE WASSERGEHALTSBESTIMMUNG VON GEMAHLENEM GEWÜRZPAPRIKA

J. Palotás, B. Lóránt und D. Mihalik

Die Verfasser beschrieben – in Abbildung und Text – die Destillationsmethode mit Tetrachloraethylen nach Cocking-Middleton und wenden dieselbe zur Wassergehaltsbestimmung von gemahlenem Gewürzpaprika an. Des Weiteren beweisen die Verfasser mit serienweisen Trocknungsversuchen dass der Wassergehalt des gemahlenen Gewürzpaprikas – in Gegenteil zu einzelnen ausländischen Normenvorschriften auf 100°C mit einer Trocknung von $2\frac{1}{2} - 2\frac{3}{4}$ Stunden, bei 95°C aber mit $4\frac{1}{2}$ stündiger Trocknung richtig bestimmt werden kann. Es wurde auch festgestellt, dass bei $100 - 105^{\circ}\text{C}$ mit längerer Trocknungszeitdauer zu hohe Wassergehaltswerte bestimmt werden, dass bei dieser Temperatur, nach einer gewissen Zeit das Gewürzpaprika durch einen Karamellisationsvorgang zersetzt wird und dadurch neben dem Wasserverlust noch an Gewicht verliert. Die Versuche erwiesen auch, dass bei $100 - 105^{\circ}\text{C}$ eine Gewichtskonstanz bei gemahlenem Gewürzpaprika nicht erreicht werden kann. – Die Verfasser empfehlen für Wassergehaltsbestimmung des gemahlenen Gewürzpaprikas mit Trocknung eine Trocknung bei 95°C $4\frac{1}{2}$ Stunden lang.

Schliesslich wird das Acetylchloridverfahren nach Smith – Bryant beschrieben und die Verfasser beweisen durch experimentelle Daten, dass der Wassergehalt des gemahlenen Gewürzpaprikas auch mit dieser Methode – in einer gewissen modifizierten Form – mit einer Abweichung von ca. 0,2% bestimmt werden kann.

The modified Cocking-Middleton method of distillation with tetrachlorethylene is described in detail, and its application for the determination of the water content in powderized paprika is investigated.

It is proved by the results of a series of drying experiments that, in contrast to the standard prescriptions given in foreign methodologies, the accurate water content of powderized paprika is to be determined by drying at 105° for about 90 minutes, or at 100° for about 150 to 165 minutes or at 95° for about 270 minutes. Further, it was found that the values obtained on drying at 100–105° for periods much longer than those given above significantly exceed the real data. Namely, at this temperature the powderized paprika undergoes caramelization and decomposition after certain periods, and thus, over the loss due to water elimination, other losses in weight take place. It was proved by experiments that drying to a constant weight at 100–105° is practically inattainable in the case of powderized paprika. Based on own experiences, drying at 95° for 270 minutes is suggested by the authors.

Finally, the Smith-Bryant acetyl chloride method is described. Data of investigations carried out with this method proved that, using certain modifications, also the Smith-Bryant method lends itself to the determination of water content in powderized paprika, with a tolerable error of about 0,2%.

SUR LE DOSAGE DE LA TENEUR EN EAU DU PAPRIKA D'ÉPICE MOULU

J. Palotás, B. Lóránt et D. Mihalik

Dans leur mémoire les auteurs donnent la description avec des illustrations de la méthode modifiée de *Cocking-Middleton* pour la destillation au tétrachloréthylène et son emploi pour le dosage de la teneur en eau du paprika d'épice moulu.

Ensuite les auteurs démontrent par des essais de dessiccation en série que l'on peut doser correctement la teneur en eau du paprika d'épice moulu en le séchant pendant 1½ heures env. à 105 C°, 2½–2¾ heures à 100 C° et 4½ heures à 95 C°, contrairement aux prescriptions de certaines normes méthodiques étrangères. Ils ont aussi établi que la dessiccation prolongée à 100–105 C° donne des valeurs d'eau exagérées, parce qu'à cette température après un certain temps, le paprika d'épice se caramélise, se décompose et perd ainsi de son poids.

Les essais ont aussi prouvé que par séchage à 100–105 C° l'on ne peut pas obtenir un poids sec constant avec le paprika d'épice. Les auteurs préconisent pour le dosage de la teneur en eau du paprika d'épice la dessiccation pendant 4½ heures à 95 C°.

En fin les auteurs donnent aussi la description de la méthode de *Smyth-Bryant* au chlorure d'acétyle, et la preuve expérimentale que la teneur en eau du paprika d'épice moulu peut être dosée aussi par cette méthode, avec certaines modifications avec une deviation admissible de 0,2% env.