

# Húskészítmények keményítőtartalmának meghatározására alkalmas módszerek

OJTÓZY KRISTÓFNÉ

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Érkezett: 1965. november 22.

Az utóbbi időben egyre sűrűbben fellépő igény, hogy a húskonzervek és húskészítmények keményítőtartalmának meghatározására gyors és pontos vizsgálati módszer álljon az analitikus rendelkezésére. Szabványosított módszer nincs, a nálunk eléggé közismert Mayrhofer-eljárás viszont nagyon hosszadalmas (3. nap).

Az élelmiszervizsgáló laboratóriumok általában indirekt úton határozzák meg a keményítőtartalmat. Ez az eljárás se nem gyors, se nem pontos, mert négy alkotórész mennyiségi meghatározásán alapul és mivel egyik vizsgálat sem ad teljesen pontos eredményt, a hibaszázalékok esetleges egyirányú összegeződése esetén a számított keményítő tartalom jelentősen eltér a valódi értéktől. Éppen ezért Intézetünk azt a feladatot tűzte ki célul, hogy az irodalomban található módszereket felülvizsgálva, kipróbált jó és gyors vizsgálati módszert bocsájtson az ellenőrző laboratóriumok rendelkezésére.

Az irodalomból számos keményítő meghatározási módszer ismeretes. Húskészítményekre, ahol nagy mennyiségű zsír és fehérje mellett aránylag kevés keményítő található, háromféle típusú módszer mutatkozik használhatónak; ezek a következők:

1. A húskészítmény mintákat alkoholos káلیلúggal kezelik, miáltal a fehérjék és zsírok oldatba mennek. A visszamaradt anyag főtömegében keményítőt, melyet sósavban oldanak és a tisztára szűrt oldat forgatóképességét polariméteren mérik [Grossfeld, Ewers stb. módszer (1)].

2. A fehérjétől és zsirtól alkoholos káلیلúggal megszabadított anyagot a nyersrost leválasztása után súlyszerint mérik [Mayrhofer-módszer (2)].

3. A húskészítményekből kivont keményítő csapadékot több órás sósavas főzéssel hidrolizálják. A kapott cukor mennyiségét valamelyik cukor-vizsgálati módszer (pl. Bertrand) segítségével határozzák meg [König, Lintner, Reinke (2)].

Az első típusba tartozó módszerek kivitelezésben eltérnek egymástól, így eltérnek az anyag előkészítésében, a keményítő oldatbavitelében, derítőszer alkalmazásában stb. Mi a legmegfelelőbb módszernek Grossfeld eljárását tartjuk, Mayrhofer anyagelőkészítést alkalmazva. Az eljárást bizonyos módosításokkal kiegészítve közzöljük. A második csoportba tartozó Mayrhofer-féle módszert átdolgozva, leegyszerűsítve szintén jó módszernek találjuk, különösen olyan laboratóriumok számára, ahol nincs polariméter. Az átdolgozott eljárást ugyan-csak e cikkben közöljük.

A harmadik csoportba tartozó eljárások használhatóságát elvetettük, mert nagyon hosszadalmas és igen sok hibalehetőséget rejt magában.

## 1. Polariméteres eljárás

### 1.1 A módszer elve.

A kísérőanyagoktól megszabadított és oldatba hozott keményítő polarimetralása esetén az elforgatás szöge a koncentrációval arányos. A fajlagos forgatóképesség ismeretében a vizsgálandó anyag forgatóképességének a meg-

állapítása után a keményítőtartalom kiszámítható. A fajlagos forgatóképesseget burgonyakeményítőnél:

$$[\alpha]_{20}^D = 199,3 \text{ ívfoknak találtuk}^*$$

### 1.2 A meghatározáshoz szükséges kémszerek

Alkoholos káliumhidroxid-oldat (80 g káliumhidroxidot 50 ml vízben oldunk. Feloldás és lehűtés után 96%-os alkohollal 1000 ml-re töltjük)

50%-os alkohol

25%-os sósav

bázisos ólomacetát oldat 100 g sárga ólomoxidot (PbO) és 300 g ólomacetátot porcellántálban kevés vízzel forró vízfürdön addig melegítünk, amíg az egész tömeg fehér színű nem lesz, majd forró vízzel felvéve 1000 ml-es mérőlombikba mossuk át. Lehűtés után jelíg töltjük és ülepítjük. A derítéshez az oldat tisztáját használjuk fel).

Dinátriumhidrogénfoszfát szobahőmérsékleten telített oldata.

### 1.3 A vizsgálandó anyag előkészítése

20 g finoman őrölt egyenlősített hűskészítményt 250 ml-es főzőpohárba mérünk, 60 ml alkoholos káliúgot adunk hozzá kis adagokban, közben gondosan elkeverjük úgy, hogy az anyag lehetőleg csomómentes legyen. A főzőpoharat óraüveggel lefedjük és vízfürdön addig forraljuk, míg a fehérje és zsír fel nem oldódik (kb. 1 óra) közben egyszer-számegyszer megkeverjük. Kihűlés és ülepítés után dekantáljuk, majd kb. 50 ml 50%-os alkoholt öntünk rá, ezután az oldatot Schleicher-Schüll 597 sz. papíron szűrjük. A szűrőpapíron levő csapadékot 50%-os alkohollal addig mossuk, míg a lecsepegő mosófolyadék lúgmentes lesz. (A szűrést Alihn csőben kialakított szűrőfelületen is végezhetjük üveggyapot és aszbesztpohely segítségével.) A szűrőpapíron levő csapadékot üvegbot segítségével kb. 60 ml 25%-os sósavval 100 ml-es Stiff lombikba mossuk. Ha nem sikerül a csapadékot a szűrőpapírról teljesen átmosni, a szűrőpapír csapadékot tartalmazó részét is bejuttatjuk a lombikba. Sósav hatására a csapadék hamar feloldódik (kb. 10 perc), az oldást a lombik rázogatóásával elősegíthetjük. Ha a csapadék feloldódott derítés céljából hozzáadunk 5 ml bázisos ólomacetát oldatot, majd 10 perc múlva 10 ml dinátriumhidrogénfoszfát oldatot. Ezután a lombikot 25%-os sósavval jelíg feltöltjük és szűrjük.

### 1.4 Meghatározás

A tiszta szűretet polariméteren mérjük. A polárcső lehetőleg 200 mm hosszúságú legyen.

A keményítőcsapadék sósavas oldását és a polarizálást gyorsan végezzük, mert huzamosabb állás után a keményítő a sósav hatására kezd hidrolizálni és ez az eredmény csökkenéséhez vezet.

\* A burgonyakeményítő fajlagos forgatóképessége Ewers szerint 195,4°, Hopkins szerint 200°, a búza és rizskeményítőé 183,7°.

## 1.5 Számítás

$$K = \frac{100 \alpha}{l[\alpha]_{20}^D} \cdot \frac{100}{s}$$

- $K$  = keményítőtartalom %  
 $\alpha$  = elforgatás szöge  
 $l$  = rétegvastagság  
 $[\alpha]_{20}^D$  = a keményítő fajlagos forgatóképessége 20 C°-on  
a Na D vonalra vonatkoztatva = 199,3  
 $S$  = bemért anyag mennyiség.

### Példa

20 g bemérés esetén 200 mm-es polárcsövet használva, az elforgatás szöge 3,3 ívfok.

$$\text{Keményítő tartalom \%} = \frac{100 \cdot 3,3}{2 \cdot 199,3} \cdot \frac{100}{20} = 4,1\%$$

Két párhuzamos vizsgálat között az eltérés 0,3%-nál nem lehet nagyobb. Egyes laboratóriumokban polariméter helyett szachariméter található. Ezt a műszert is lehet keményítőmeghatározáshoz használni, azonban a műszer Ventzke-skálával van ellátva (1 Ventzke-fok megfelel 0,346 ívfoknak) a számolásnál ezt figyelembe kell venni.

## 2. Súly szerinti eljárás

### 2.1 A módszer elve

A hűskészítményeknél a növényi adalékanyag (liszt, fűszer) általában a teljes mennyiségnek csak kis hányadát teszi ki. (5–8%). A bennük levő nyersrost mennyisége olyan kevés, hogy ezek az értékek a mérési hiba-határon belül vannak, így elhanyagolhatók. Ezért a Mayrhofer-féle eljárás a következő módon egyszerűsíthető: alkoholos káliúggal kioldjuk a hűskészítményekből a fehérjét és a zsirokat. A visszamaradt anyagot szűrjük és mérjük. A maradékban levő ásványi anyagok meghatározása céljából az egészet elhamvasztjuk. A két mérési eredmény különbsége adja a keményítőt.

### 2.2 A meghatározáshoz szükséges kémszerek

Alkoholos káliumhidroxid-oldat (80 g káliumhidroxidot 50 ml vízben oldunk. Feloldás és lehűtés után 96%-os alkohollal 1000 ml-re töltjük).

50%-os alkohol

96%-os alkohol

éter p. a.

### 2.3 A vizsgálandó anyag előkészítése

10 g finoman őrlött egyenlősített hűskészítményt 250 ml-es főzőpohárba mérünk, 60 ml alkoholos káliúgot (1) adunk hozzá kis adagokban, közben gondosan elkeverjük úgy, hogy az anyag lehetőleg csomómentes legyen. A főzőpoharat óraüveggel lefedjük és vízfürdőn addig forraljuk, míg a fehérje és a zsír fel nem oldódik (kb. 1 óra), közben egyszer-egyszer megkeverjük, kihűlés és üleptés után dekantáljuk, majd kb. 50ml 50%-os alkoholt öntünk rá.

Az oldhatatlan maradékot előszárított és ismert súlyú Schleicher és Schüll 597 sz. szűrőpapírra visszük. A csapadék kimosása igen nagy gondossággal, 50 %-os, majd 96 %-os alkohollal történjek. Utána étterrel mossuk.

#### 2.4 Meghatározás

A szűrőpapíron levő maradékot óvatosan kezdjük szárítani. A szárítást 50–60 C°-on kezdjük azért, hogy meggátoljuk a keményítő elcsirizeseését. Végül 100 C°-on állandó súlyig szárítjuk (kb. 1½ óra), exsziátorban lehűtve mérjük. A lemért csapadékot szűrőpapírral együtt ismert súlyú platinatálba helyezzük, óvatosan elégetjük, majd 600 C°-on izzítókemencében elhamvasztjuk, lehűlés után mérjük.

#### 2.5 Számítás

A két mérés különbsége (a szűrőpapír hamutartalmát korrekcióba kell venni) adja az eredetileg lemért 10 g anyag keményítőtartalmát, ezt 10-zel szorozva kapjuk a keményítőtartalom százalékos értékét.

Két párhuzamos vizsgálat között az eltérés 0,3%-nál nem lehet nagyobb.

Ha a tiszta keményítőt kereskedelmi keményítőre, ill. lisztre akarjuk átszámítani, akkor a kapott eredményt burgonyakeményítő, ill. liszt esetében 0,81-gyel, búzaliszt esetében 0,67-tel, búzakeményítő esetében 0,88-cal, rizsliszt esetében 0,75-tel, rizskeményítő esetében 0,85-tel osztjuk.

### 3. Vizsgálati eredmények

A vizsgálati módszerek megbízhatóságának és pontosságának megállapítására model kísérletet végeztünk. Ismert súlyú húsból, burgonyalisztből, sóból és vízből, laboratóriumi méretekben húsmasszát készítettünk, konzervdobozokba töltöttük, majd a Budapesti Konzervgyárban lezárttuk és sterilizáltuk. A burgonyalisztet előzőleg meganalizáltuk. A keményítő meghatározást polariméteres úton Grossfeld szerint, Mayrhofer szerint és Mayrhofer módszerét egyszerűsítő eljárással végeztük. Az eredményeket az alábbi táblázatban közöljük:

Bemért burgonya- keményítő %	Talált burgonyakeményítő %		
	Grossfeld szerint	Mayrhofer szerint	Módosított eljárás szerint
4,0	3,99	4,20	4,20
4,0	3,94	4,09	3,91
4,0	3,91		3,91
4,0	4,10		4,09
4,0	4,03		4,20
2,0	2,20		2,30
2,0	2,10		2,20
6,7	6,80		6,80
6,7	6,77		6,95

További vizsgálatainkat üzemen gyártott chopped pork konzervekkel végeztük. Ehhez a termékhez technológiai előírás szerint 100 kg-onként 5 kg burgonyalisztet adnak, tehát a keményítő tartalom kb. 4%. Megjegyezzük, hogy a mintavételnél körültekintően kell eljárni, mert előfordul, hogy a keményítőnek egy része szemmel láthatóan az áru felszínén helyezkedik el. A megfelelő egyenlősítésről gondoskodni kell.

Chopped pork minták keményítőtartalmának vizsgálati eredményei:

Sorszám	Keményítőtartalom %		
	Grossfeld szerint	Mayrhofer szerint	Mayrhofer módosított eljárás szerint
1	3,90	—	3,90
2	3,50	3,5	3,65
3	4,50	—	4,40
4	3,99	—	3,97
5	3,85	4,09	3,90

Összefoglalva a vizsgálati eredményeket, a javasolt két módszer kielégítő pontossággal adja meg a keményítőtartalmat, mindkét vizsgálat könnyen kivitelezhető és viszonylag gyorsan elvégezhető. A polariméteres eljárásnál kb. 3 óra alatt megkapjuk az eredményt, a súlyszerinti mérés időigénye a szárítási és hamvasztási időt is beleértve kb. 6 óra. A súlyszerinti mérés előnye, hogy semmiféle különleges berendezést nem igényel.

Megjegyezzük, hogy megállapításaink glikogént nem tartalmazó készítményekre vonatkoznak, a glikogéntartalmú májkrémek vizsgálatával a következő cikkünkben fogunk foglalkozni.

#### I R O D A L O M

- (1) *Beythien A. Diemair W.*: Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker, Dresden (1963.)
- (2) *Böhmer A. Juckenack A.*: Handbuch der Lebensmittelchemie, Berlin, (1935.)
- (3) *Whistler R. L.*: Methods in Carbohydrate Chemistry IV. Starch New York and London (1964.)

### МЕТОДЫ ПРИГОДНЫЕ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ КРАХМАЛА В МЯСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ

#### Э. Ойтози

Автор сообщает 2 метода определения содержания крахмала в мясных изделиях. При первом методе крахмал освобожденный от жира и белк обработанной спиртовым раствором едкого калия растворяется в соляной кислоте и измеряется на поляриметре его вращающая способность. По другому методу крахмал растворенный спиртовым раствором едкого калия взвешивается после мойки спиртом и эфиром. Содержание крахмала получается обоими методами достаточно точно. Для подтверждения этого автор изготовил модельные образцы и указанными методами производил несколько определений. Оба метода простые и осуществляются быстро. Продолжительность определения поляриметром около 3 часов, а другого метода около 6 часов. Преимуществом весового метода является, что не потребляет никаких особенных оборудований.

# ZUR PRÜFUNG DES STÄRKEGEGHALTES VON FLEISCHWAREN GEEIGNETE METHODEN

*E. Ojtózy*

Verfasserin teilt zwei Methoden zur Stärkegehaltsbestimmung von Fleischwaren mit. Beim ersten Verfahren löst man die mittels alkoholischer Kalilauge von Fett und Eiweißstoffen befreite Stärke in Salzsäure und misst das Drehungsvermögen mit dem Polarimeter. Beim zweiten Verfahren bestimmt man das Gewicht der mit der alkoholischen Kalilauge herausgelösten Stärke nach Auswaschen mit Alkohol und Aether. Beide Methoden geben Resultate von hinreichender Genauigkeit. Diese Feststellung wird durch Modellversuche unterstützt, die Verfasserin bereitete entsprechende Proben und ermittelte deren Stärkegehalt mit den beschriebenen Verfahren. Beide Untersuchungsmethoden sind relative rasch und einfach durchführbar. Die polarimetrische Methode beansprucht etwa 3 Stunden, die auf Gewichtsbestimmung beruhende nimmt cca. 6 Stunden in Anspruch. Der Vorteil dieser letzteren Methode besteht darin, dass keine besondere Apparatur benötigt wird.

## METHODS SUITABLE FOR THE INVESTIGATION OF THE STARCH CONTENT OF MEAT PREPARATIONS

*E. Ojtozy*

Two procedures are presented by the author for the determination of the starch content in meat preparations. In the first method, fat and proteins are removed from the sample by treatment with an ethanolic solution of potassium hydroxide, then the residual starch is dissolved in hydrochloric acid, and the rotatory power of the solution is established with the aid of a polarimeter. By the second method, in turn, starch dissolved in ethanolic potassium hydroxide is washed with ethanol and with ether, and subsequently weighed. The starch content is obtained with a satisfactory accuracy by any of the suggested two methods. In order to prove the reliability of the methods, a great number of tests were carried out with model samples, subjecting them to starch analysis. Both analytical methods can be carried out relatively quickly and simply. The polarimetric method requires about three hours while the gravimetric procedure about six hours. The latter method offers the advantage that no special equipments are needed.

## MÉTHODES POUR LE DOSAGE DE LA TENEUR EN AMIDON DES PRÉPARATIONS DE VIANDES

*E. Ojtozy*

L'auteur décrit deux méthodes pour le dosage de la teneur en amidon des préparations de viandes. Dans la première l'on dissout dans l'acide chlorhydrique l'amidon débarassé de la graisse et des protéines par de l'hydroxyde de potassium alcoolique et ensuite l'on mesure au polarimètre le pouvoir de rotation de la solution. Dans la seconde l'on mesure le poids de l'amidon traité à l'hydroxyde de potassium alcoolique lavé ensuite à l'alcool et à l'éther. Les deux méthodes donnent avec une précision convenable la teneur en amidon. Pour s'en assurer l'auteur a fait de nombreuses expériences sur des modèles avec les deux méthodes. Ces deux méthodes sont relativement faciles et à exécution rapide. La méthode polarimétrique demande environ 3 heures et la méthode gravimétrique environ 6 heures. L'avantage de la méthode gravimétrique c'est qu'elle n'exige aucune installation spéciale.