

Rovatvezető: Gál Ilona

VAN DUIN, H és BRONS, C.

Tej és tejtermékek réztartamának gyors meghatározása

Snelle bepaling van koper in melk en melkpoeder

Neth. Milk Dairy J. 19. 298, 1965.

20 g triklórecetsav és 100 ml széntetraklorid elegyének 20 milliliteréhez pontosan 25 ml tejet, vagy 2,5 g tejpor 20 ml rézmentes vízben oldott oldatát adjuk. A keveréket egy percig erősen rázzuk, majd 30 percig 60 fokos vízfürdőben tartjuk. Ezután a mintát szobahőmérsékletre hűtjük, átkeverés után centrifugáljuk, vagy ülepedni hagyjuk. A tiszta oldatból pontosan 10 ml-t 40 ml-es centrifuga csőbe viszünk és 2 ml triammóniumcitrát oldattal (33%-os, vizes, amelyet ammóniával meglúgosítunk) elegyítjük, majd 2 ml ammóniát (25%-os), 2,5 ml nátrium-dietil-ditio-karbamát oldatot (0,4%-os, vizes, 10 ml 25%-os ammónia és 90 ml 400 mg ditiokarbamát tartalmú oldat elegyítésével készül) és 8 ml-amilacetátot adunk hozzá. Centrifugálás után színezett amilacetátot 430 mm hullámhosszúságnál fotometráljuk.

Kacs Kovics M. (Pécs)

LÓRÁNT, B.

Tejtermékek termogravimetriás és termoanalízises vizsgálata „Derivatográf”-al

Thermogravimetrische und thermoanalytische Untersuchung-eu an Milchzeugnissen mit dem Derivatographen

Milchwissenschaft, 22. 7, 1967.

Az élelmiszerek vizsgálatánál célszerű idő- és munkaerő megtakarítást célzó, újabb vizsgáló eszközöket alkalmazni. E vizsgálatok keretein belül, a

termoanalitikus műszerek körébe tartozó derivatográf-fal, húspari vizsgálatok elvégzése után, zsír- és víztartalom meghatározásokat végeztek számos tejipari termékkel. A tejen kívül vaj, tejszín, sajt, lágsajt és tejpor vizsgálatát hajtották végre a derivatográf-fal. A vizsgálatok során megállapították, hogy a műszer a tejpor cukortartalma és a zsírosabb termékek zsírtartalmának meghatározására is alkalmas. Vajnak idegen zsírral végrehajtott keverése is kimutatható.

A meghatározás időtartama 100 perc.

Kacs Kovics M. (Pécs)

THOM, R.

Térfogatos gyors módszer a tejipari tisztítószerek szilikáttartalmának meghatározására

Über eine titrimetrische Schnellmethode zur Bestimmung des Silikatgehaltes in Reinigungsmitteln für die Milchwirtschaft

Milchwissenschaft, 22, 83, 1967.

A metaszikátok és a vízüveg a legtöbb tejipari mosószerben megtalálható, mint korróziógátló szer és különösen a klórtartalmú fertőtlenítőszer oldatainál használják adalékként. A klasszikus, gravimetriás (SiO_2 -kénti) szilikátmeghatározás nagyon időigényes és ezért megfelelő titrimetriás módszert dolgoztak ki, amelynek elve, hogy a SiO_2 -ot NaF -dal reagáltatva NaOH szabadul fel, amely sósavval titrálható. A módszer vázlatos ismertetése:

15–30 g pontosan bemért vizsgálandó tisztítószert 1000 ml-es mérőlombikban oldunk, majd feltöltés után a vizes oldatból 50 ml-t 500 ml-es Erlenmeyer lombikba pipetázunk. 15 csepp alkoholos metilvörös és 3 csepp

vizes metilénkék oldatot adunk hozzá, majd 15%-os sósavval ibolya színeződésig semlegesítjük. Ezután további 10 ml 15%-os sósavat adunk hozzá, majd 5 percig óvatosan főzzük, és 10%-os NaOH oldattal zöld, majd 0,5 N sósavval ibolya színeződésig kezeljük. Az oldathoz 50 ml 3%-os NaF oldatot (pH = 6,6–6,9), 50 ml 0,5 N sósavat és 15 g szilárd KCl-ot adunk hozzá és a KCl oldódásáig keverjük. 10 perc elteltével 50 ml 0,5 N NaOH-ot adunk hozzá, majd sósavval világos ibolya színig visszatitrljuk.

A kapott eredmények bizonyítják a módszer használhatóságát, kis időigényét (kb. 25 perc). Pontossága majdnem eléri a súlyszerinti meghatározását.

Kacs Kovics M. (Pécs)

RADER, B. R.:

Szárított főzelékek és fűszerek nedvességtartalma

Moisture in Dried Vegetables and Spices

J. A. O. A. C. 49, 726, (1966)

A szabványos vákuumszáritás és a desztillációs módszer hátránya a nagy mintamennyiség és vizsgálati idő. Ezért hat laboratóriumban összehasonlították a vákuumszáritást (70 °C), a K. Fischer reagenssel talált, és a Beckman DK2A spektrofotométeren a közeli infravörösben (1,8–2,0 μ) mért abszorpcióból számítható nedvességtartalommal. Aprított és egyenlősített fokhagyma, zöldhagyma, pirított hagyma, fokhagymapor, borsó stb. nedvességtartalmát mérték. A minta előkészítése infravörös abszorpció méréséhez: a 70–100 mg vizet tartalmazó, finomra aprított anyagot 20 ml dimetilformamiddal, zárt edényben, 90 °C-on tartják 60 percig, 10 perces rázással. Hűtik, centrifugálják, mérik, s az abszorpciót kalibrációs görbe alapján értékelik. A K. F. módszer szokásos metanolos extrakciója helyett formamiddal és celloszolvvval kell a vizet kioldani, az illóolajok aktív karbonil tartalma miatt. Ennek ellenére

bizonytalan a mérés eredménye. Ezt tükrözi a három módszer standard deviációja a különböző anyagokban mért adathalmazból: vákuumszáritás (0,07–0,16), infravörös abszorpció (0,15–0,17), K. F.-módszer (0,13–0,59).

Kismarton K. (Miskolc)

SCHEIDT, S. A. – CONROY, H. W.:

Propilgallát, nordihidro-guajaretinsav, butil-hidroxitoloul, butil-hidroxianizol kimutatása zsírban és olajban vékonyréteg kromatográfiával

Detection of PG, NDGA, BHT, and BHA in Fats and Oils by Thin Layer Chromatography

J. A. O. A. C. 49, 807, 1966.

4 × 25 ml acetonitrillel oldják ki mind a négy antioxidáns 15 g zsír/100 ml petroléter elegyből. Az oldatot sűrítik 2–4 ml-re és közvetlenül kromatografálják. Macherey és Nagel-f. G – HR szilikagél vékonyrétegen (0,25 mm) kb 2–2 μ g-nyi antioxidáns összehasonlítóval együtt fejlesztik a kromatogramot 90:10:2 arányú CHCl_3 -metanol-jéggel eleggyel. Előhívás: 2,0%-os absz. alkoholos 2,6-diklórkinon-klorimid oldattal (+ ammóniás gőztér). A PG zöldesszürke, a NDGS vörös, a BHT sárga, a BHA narancs színű foltot képez. A kellő színárnyalat eléréséhez a rendszerben levő vasat maszkírozni kell citromsavval. R_f : 0,26 – 0,32 – 0,74 és 0,90 egydimenziós kromatogrammon. Kimutathatóság: 0,5–1,0 μ g. Az elemzés ideje <1 óra.

Kismarton K. (Miskolc)

CHRISTIAN, G. D. – JUNG, P. D.:

Kjeldahl-nitrogén amperometriás meghatározása

Coulometric Determination of Kjeldahl Nitrogen

J. A. O. A. C. 49, 865, 1966.

A szabványos feltárás után a kén-savas $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ oldatot 1 l-re hígítják,

2–8 ml-éhez 15 ml puffert (0,1 m borax), 6 ml 5 m-os KBr-ot és cc KOH-ot adagolva az oldat pH-ját $8,60 \pm 0,05$ -ra állítják be. Az oldatba elektrolizáló Pt-lemez elektród párt (a katódot külön rekesztve) és Pt-lemez-, vagy húzal jelző-elektrod párt helyeznek. Az anódon átmenő stabilizált 19,30 mA hatására keletkező Br_2 , (helyesebben a lúgos oldatban BrO^-) segítségével oxidálják az NH_3 -át N_2 -né. A jelző elektród párra kapcsolt 150 mV feszültségesséjén révén az elektródok között a titrálás során kb 10 μA intenzitású áram folyik, a végpontnál meredeken emelkedő erősséggel. Az áramerősség/ elektrolízis idő görbéből a végpont extrapolálható. Az elektrolízis időből a vakpróba Br_2 fogyasztát (ill. az elektrolízis időt) levonják. Egy titrálás ideje 3–6 perc, az eredmények pontossága a hagyományos desztillációs módszerrel azonos. Mérés i tartomány: 1,4–350 μg NH_3 .

Kismarton K. (Miskolc)

POTTER, E. F. – LONG, M. C.:

Kalcium kolorimetriás meghatározása cereáliák ből

Colorimetric Determination of Calcium in Rice and Wheat

J. A. O. A. C. 49, 905, 1966.

A szabványos oxalátos módszer tetemes minta hamvasztását igényli, ezért ajánlják a glioxál-bisz(2-hidroxianizol)-os eljárást. 1–5 g nyersanyagból keletkező hamut kb 3n sósavban oldva szárazra párolnak, a maradékot 10 ml vízzel centrifugacsőbe öblítik és 5,0 ml 1%-os salétromsavas $\text{Zr}(\text{NO}_3)_4$ -tal a foszfátot leválasztják. Az oldat tisztájából 5,0 ml-t 1 ml 1%-os Na-dietil-ditiokarbamáttal elegyítenek és 10 + 10 ml CCl_4 -dal kioldják a főlös Zr és az egyéb nehézfémek komplexeit. A 25,0 ml-re töltött vizes fázis 2,0 ml-éhez 1,0 ml 0,4%-os frissen készített reagenst adnak, majd 0,2 ml 10%-os NaOH és 0,5%-os Na_2CO_3 elegyítése után az oldat megzúsznesedik. Mérés:

535 nm-en, kalibrálás 1–10 μg Ca-mal. Teljesen kiküszöbölték a Mn, Fe, Cu, Co zavaró hatását.

Kismarton K. (Miskolc)

WHALEN, F.:

Módosított Babcock eljárás hússok zsírtartalmának gyors meghatározására

A Modified Babcock Procedure for Rapid Determination of Fat in Meats Using Dimethyl Sulfoxide

J. A. O. A. C. 49, 1225, 1966.

9 g finomra darált és egyenlőstített mintát 50 ml-es főzőpohár alján vékony rétegben elkenve 5 ml meleg (50–60 $^\circ\text{C}$) cc HCl-val eldolgozza, és a pasztát keverés közben felforraltja. Újabb 5 ml HCl-val megismétli a műveletet, és rögtön 10 ml meleg ($\text{H}_3\text{C}_2\text{SO}$ -ot önt hozzá. A diszperziót, teljes oldódásakor, Babcock-f. lombikba önti, kissé mennyiségű dimetilsulfoxiddal ötször átöblítve az edényt. Az oldattér-fogatot kiegészíti annyira, hogy a zsír réteg a lombik osztott nyakába nyomuljon, majd 2 percig centrifugálja és leolvassa az eredményt (l. Gerber butirométer), esetleg színezi az egyik fázist. A fehérjék oldása 5–6 perc, egy meghatározás ideje 9–10 perc. A zsírfázis világos színű, a fázishatár éles és tiszta. A feltáró műveleteket fülkében ajánlatos végezni, és kerülni kell a bőr és a dimetilsulfoxid tartós érintkezését. Önmagában ugyan nem mérgező, de jó oldószer és erős dehidratáló s így a bőrt áteresztővé változtatja más vegyszereknek.

Kismarton K. (Miskolc)

IKUZO URITANI:

Rendkívüli anyagcsere termékek penészes élelmianyakokban

Abnormal Substances Produced in Fungus Contaminated Foodstuffs

J. A. O. A. C. 50, 105, 1967.

Olyan vegyületek képződésének vizsgálatát tűzik ki célul amelyeket a

megtámadott gazda-növény szövete termel. Pl. Fungi imperfecti osztályba sorolható szervezetekkel fertőzött batáta szövetben antibiotikus hatású, keserű ízű, szeszkviterpén vegyület-csoport keletkezik (ipomearon, ipomeanin: furán gyűrűvel) néhány mg %-néhány % mennyiségben; kumarinok (umbelliferon, szkopoletin és eszkuletin) társaságában. A penészes szövet szomszédságában nő a kávéssav, klorogénsav koncentráció. Zöldborsó és bab hüvelyben kromo-kumaran vegyületeket észleltek (pizatin, fazeolin), sárgarépában izokumarin származékot. *Fusarium oxysporum* szalicilsav termelést vált ki a görögdinnye-gyökérzetében, beteg rizsből pedig különböző toxikus vegyületeket azonosítottak. Nedves (dohos) búzában *Fusarium* hatásra keletkeznek mérgező anyagcsere termékek, rosszul vezetett malátázáskor *Penicillium*-félék okoznak növényi toxin termelést (patulin, grizeofulvin). A vegyületek képződésének valószínű biokémiai mechanizmusát közli a szerző, kiemelve a vékonyréteg kromatográfia jelentőségét e vegyületek kimutatásában és azonosításában.

Kismarton K. (Miskolc)

VAN SOEST, P. J. – WINE, R. H.:
Mosószeresek a takarmány elemzésben
IV. Növényi sejtfal alkotórészek meghatározása

Use of Detergents in the Analysis of Fibrous Feeds IV. Determination of Plant Cell-Wall Constituents

J. A. O. A. C. 50, 50, 1967.

30 g Na-laurilszulfátot + 18,61 g EDTE- $\text{Na}_2 \cdot 2\text{aq}$ -ot + 6,81 g boraxot + 4,56 g Na_2HPO_4 -ot és 10 ml etilén-glikol-monoetilért oldanak 1 l vízben (pH: 6,9 (-7,1) $\cdot$ 0,5 – 1,0 g darált, légszáraz mintát 100 ml detergens oldattal, 2 ml dekalinnal és 0,5 g Na_2SO_3 -tal 5–10 perc alatt felforraltatnak és egy óráig visszacsépegő rendszerben forrásban tartják. Az oldatlan maradékot szűrik, forró vízzel alaposan mossák,

majd kétszer acetonnal öblítve 8 óra-hosszat 100 C°-on szárítják, hűtik és mérik. Lényeges a rostos-kocsonyás maradék tömörödésének megakadályozása szűrőeszkor és a szűrőtégely rendszeres karbantartása. Számos abrak- és szálastakarmányt vizsgáltak a módszerrel, s az enzimes-, savas-, lúgos kezeléssel nyert rosttartalommal egybevetve az egyes haszonállatok értékesítési tényezőjére lehet következtetni.

Kismarton K. (Miskolc)

ifj. SARUDI, I.:

Gyümölcslevek savtartalmának meghatározása kemiluminiscenciás indikátor segítségével

Die Bestimmung des Säuregehaltes von Fruchtsäften mittels Chemiluminiscens – Indicators

Der Naturbrunnen 17, 16, 1967.

A szerző gyümölcslevek savtartalmának meghatározásánál indikátor gyanánt az először Erdey által leírt és tanulmányozott kemiluminiscenciás működésű „lucigenin”-t használja. Ez az indikátor az egyenértékponthoz fel-lépő kékes-zöld luminiscenciás jelen-ségnél fogva jelez, alkalmas tehát erősen színes folyadékok, mint a gyümölcslevek, minden nehézség nélküli acidimetriás titrálására. Pontosabban és kényelmesebben végezhető el a titrálás lucigenin mint fenolftalein jelenlétében. A lucigenines végpont-jelzés még inkább előnyösebb annál az eljárásnál, melynél az oldatból kivett cseppek lakmuspapírosra való ejtése útján ellenőrizzük a közömbös-ítés lefolyását. Teljesen elvetendő az aktívszenes elszíntelenítés a savjellegű oldat alkotórészek részbeni megkötése miatt. A szerző többféle gyümölcslénél (összesen 21 minta) határozta meg a savtartalmat lucigenin, fenolftalein, lakmuspapíros indikátor alkalmazásánál, valamint fenolftalein jelenlétében előzetes aktívszenes elszíntelenítés után. Összehasonlító értékeit táblázatban foglalja össze.

id. Sarudi I. (Szeged)