

Eljárás száraztészták-, gabonaőrlemények, pék-sütemények zsír- és lecitinfoszforsav-tartalmának meghatározására

BACHLER ISTVÁN

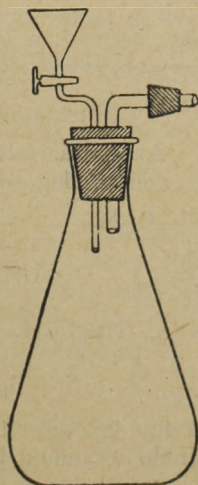
Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete Budapest

Érkezett: 1955. július 10.

Szárított tészta tojástartalmát általában a zsír- és a lecitinfoszforsavtartalomnak meghatározásával állapítják meg. Ezen eljárás két vizsgálatot tesz szükségessé. Az alábbiakban az eljárást úgy módosítottuk, hogy egy beméréssel a lecitinfoszforsav mellett egyúttal a vizsgált anyag zsirtartalmát is meghatározzuk.

Az eljárás a forró etilalkohol zsírkioldó képességén alapul és vizsgálataink szerint különösen alkalmas péksütemények és gabonaőrlemények, száraz tészta zsirtartalmának gyors meghatározására. A módosított lecitinfoszforsav-meghatározás pedig alacsony lecitintartalmú anyagok, lecitintartalmának pontos megállapítására is használható.

A vizsgálandó anyag lecitin és zsirtartalmát forró alkohollal oldjuk ki vízfürdőn, visszafolyós hűtő alkalmazása mellett. Az alkoholos oldatot az ábra szerinti készülékbe szűrjük, ebben lebontjuk a lecitin molekulát és elszappanosítjuk a zsírt. Roncsolásra és szappanosításra hidrogénperoxidot és nátriumhidroxidot használunk. A roncsolólombik tartalmát az oldószer (alkohol) elűzése (desztilláció) után szárazra pároljuk, vízzel feloldjuk és Gerber-féle csőbe mossuk. A csőbe levő elszappanosított zsírból tömény ecetsavval a zsírsavakat felszabadítjuk, a szokásos módon centrifugáljuk, s a zsírsavtartalmat



1. ábra

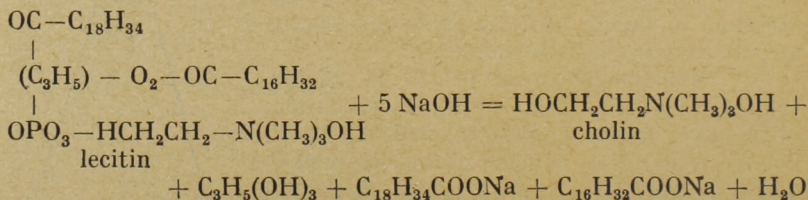
leolvassuk. A Gerber-csővet vízcsep alatt lehűtjük, hogy a zsírsav megdermedjen, az ecetsavas nátriumfoszfátos oldatot leöntjük, bepároljuk, elégetjük és megömlesztjük. Az olvadékból ammónium molibdáttal határozzuk meg a foszforsavat.

Ezen eljárás szerinti zsirtartalom-meghatározásnál magasabb értékeket nyerünk, mint pl. az etiléterrel történő extrakciónál (l. táblázat).

	Zsirtartalom		P ₂ O ₅	tartalom
	Éteres kioldással	alkoholos kioldással	Arragon szerint	a fenti módszer szerint
Szárítottészta (Fehérárúk keveréke)	0,57 %	0,96 %	0,025 %	0,026 %
Csőtészta (fehéráru)	0,79 %	1,07 %	0,019 %	0,019 %
Liszt (Fil)	0,68 %	1,00 %	0,023 %	0,020 %
Tojásos tészta (lab. készítmény) ...	4,08 %	4,20 %	0,118 %	0,117 %

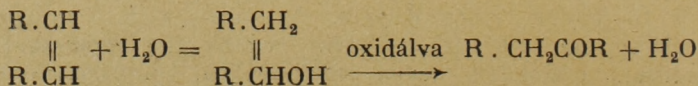
A zsirtartalommnövekedés magyarázatául szolgáljanak az alábbiak:

Az eljárás folyamán a lecitinmolekula bomlást szenved. A bomlás valószínűleg a következőképpen megy végbe :

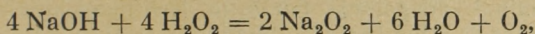


Az így keletkezett cholin is tovább bomlik, amit a desztillálásnál fejlődő ammonia bizonyít.

A zsirtartalom (gabonaszír) zömét képező olajsav Kaufmann szerint az eljárás folyamán a következő módon telítődik:



Ezen reakció értelmében történő ketosavképződés magyarázza részben az eljárásnál nyert zsírsavértékek magasabb voltát (I. táblázat); a feltevést valószínűsíti az, hogy az eljárásnál alkalmazott hidrogénperoxid és nátriumhidroxid egymásra hatása folytán nátriumperoxid keletkezik



mely Na_2O -ra és O -re bomlik, s így a ketosavak képződéséhez szükséges H_2O és O_2 jelen vannak.

Megjegyezzük, hogy ezen reakciók alapján számítható zsírsavérték emelkedés mérséklődik azáltal, hogy a zsírtartalom (gabonazsír) nem adódik teljes egészében telítetlen zsirokból, a zsír és zsírsav közötti különbség pedig a glicerineszteség és a ketosavképződés folytán ugyancsak kiegyenlítődik.

Számításba veendő az is, hogy a „fehéráru” (gabonaliszt) lecitinje nem oldódik ki hideg éterben, míg a tojáslecitin bizonyos fokig oldható. Részben ezzel indokolható, hogy a „fehéráru” étterrel közvetlen kivont zsírtartalma alacsonyabb az eljárás szerinti alkoholos kioldású zsirnál, mely a lecitin molekulák zsírsavát is magában foglalja. A gyakorlati pontosság követelményeinek szem előtt tartásával azonban ez a zsírtartalomnövekedés elhanyagolható.

Megjegyezzük, hogy ezen eljárásnál nem vesszük figyelembe a tejszír, a gabona- és tojászsír fajsúlykülönbségét, mert mint átlagértékkel a tejszír fajsúlyával számolunk, ami — megállapításaink szerint — a gyakorlat szempontjából kielégítő pontosságú.

Eljárás

A vizsgálandó száraztészta, péksüteményt vagy gabonaőrleményt finom szitán (pl. „6-os svájci selyemszita”: 0,110 mm fonalvastagság mellett 0,234 mm lukbőség és 29 rost 10 mm-en) átszitáljuk és a légszáraz anyagból a várható zsírtartalomhoz alkalmazkodva nagyobb, vagy kisebb mennyiséget pl. kéttojásos száraztésztaból 30 g-ot állandó keverés közben 500 ml-es Erlenmeyer-lombikba szórunk, melybe előzetesen 120 ml. 96 tf. százalékos etilalkoholt mérünk; a lombik tartalmát vízfürdőn, visszafolyós hűtővel $\frac{1}{2}$ óráig enyhén forraljuk a lecitin és a zsírtartalom teljes kioldása céljából. Ha az alkoholos oldat hőmérséklete 70°C alá hűl, az oldott zsiradék kiválhat. Hogy ezen kiválást megakadályozzuk, az [ábrán szemléltetett készüléket: a szűréshez használt beosztott hengert, a tölcserít a szűrőpapírral előmelegítjük, vagyis szűrés előtt mintegy 10 percig 105°C -ra beállított elektromos szárítószekrénybe tesszük. Redős szűrőn a forró oldat mintegy fél perc alatt átszűrődik, ha ügye-

lünk arra, hogy az örlemény ne kerüljön a szűrőre. A beosztott hengerbe szűrt alkoholos oldatot — térfogatának leolvasása után — a desztillációs lombikba öntjük, melybe 2 szemcse (0,2–0,3 g) nátriumhidroxidot tettünk (az elszappanosítás, vízelvonás és egyenletes forrás biztosítása céljából) majd 1–2 ml. 30 tf. százalékos hidrogénperoxidot adagolunk hozzá (a lecitinmolekula lebontása, az oldatba ment és a lúg hatására kiváló forrás alatt karamellizálódó cukor oxidálása és a forrás elősegítése céljából).

A hidrogénperoxid adagolása után 3–4 perccel, a melegen kicsapódó nátriumperoxidból fejlődő oxigén által okozott erős pezsgés kíséretében megindul az egyenletes forrás. Desztilláció útján az eredetileg felhasznált alkoholnak mintegy 70%-át visszanyerhetjük*. A desztilláció befejezése után elektromos főzőlapon való melegítéssel az alkoholt elűzzük, majd a száraz maradékot 15 ml forró desztillált vízzel feloldjuk. A forró oldatot Gerber-csőbe öntjük és 1 ml. tömény ecetsavat hozzáadásával a zsírsavakat felszabadítjuk. Az ecetsavat óvatosan csepegtetjük a csőbe, mert erős habzás indulhat meg. A habzást 3–4 csepp etilalkohol hozzáadásával csökkenthetjük. Néhány ml. forró vízzel a lombikot utána mossuk és a Gerber-csövet feltöltjük. 2–3 percig 1200-as fordulatszámú történő centrifugálás után a zsírsav elkülönül és tiszta, 65 C°-on jól leolvasható zsírsavréteget kapunk.

A lecitinfoszforsav meghatározása. A nátriumfoszfátos oldatot és a zsírsavat tartalmazó Gerber-csövet vízcsap alatt lehűtjük, hogy a zsírsavréteg megdermedjen. A megdermedt zsírsavról az oldatot platinacsészébe öntjük, bepároljuk, majd szárítószekrényben 105 C°-on kiszáritjuk, a száraz maradékot elégetjük és elektromos hamvasztókemencében 800 C°-on megömlesztjük (1–2 perc). Az olvadékot 1–2 ml. tömény salétromsavval megsavanyított 15 ml. meleg desztillált vízzel feloldjuk és egy 300 ml.-es Erlenmeyer-lombikba öntjük; a platinacsészét 2×10 ml. salétromsavval megsavanyított desztillált vízzel utánamossuk, 10 ml. salétromsavat (1,15 fs.) és 20 ml. 33%-os ammóniumnitrát-oldatot adva hozzá és a lombik tartalmát kb. 70 C°-ra hevítve, 20 ml. kb. 70 C°-ra külön felmelegített ammóniummolibdát-oldattal leválasztjuk a foszforsavat. A csapadékleválás elősegítésére mintegy 3–4 percig körben lóbáljuk a lombikot, majd néhány pernyi állás után a kivált csapadékot szűrőpapírra visszük (szívópalack segítségével óvatosan leszívátjuk), majd 3×20 ml. forró mosófolyadékkal (25 gr ammóniumnitrát + 20 ml. tömény salétromsav + 455 ml. desztillált víz) kimosunk a csapadékot. Az ammóniummolibdát felesleg eltávolítását káliumferricianid próbával ellenőrizzük. A kimosott csapadékot szűrőpapírral együtt lemért platinacsészébe helyezük, 105 C°-ra beállított

szárítószekrényben 1 órán át szárítjuk, elégetjük, majd 500—550 C°-ra beállított hamvasztókemencében 10 percig hevítjük. Kihűlés után mérjük.

A zsirtartalom kiszámítása

Ha 30 g anyagot 120 ml. alkohollal forralunk és szűrünk majd ebből 100 ml-t roncsolunk el és desztillálunk le, akkor a Gerber-csőben a zsírsavoszlop magassága általában 2 teljes skálánál 0 tojásnak („fehéraru”), 3 teljes skálánál 1 $\frac{1}{2}$ tojásnak, 4 teljes skálánál 2 tojásnak megfelelő lesz. A bepárlási maradék tehát $120 : 30 = 100 : x = 25$ g anyag zsírjából képződött szappant és nátriumfoszfátot tartalmazza. Ha a leolvasott érték pl. 2,1 skála (zsírsav grammban, ha 1 egész skálát 1 g-nak veszünk), úgy $\frac{100 \times 25}{11} = 227,27$ g eredeti anyag (örlemény) zsírsavtartalmának felel meg, ahol 11 a Gerber cső érték-száma. Ez százalékosan: $\frac{2,1 \times 100}{227,27} = 0,924$, szárazanyagra számítva (12% nedv. esetében) $0,924 : 0,88 = 1,05\%$.

Ezen számítást lerövidíthetjük úgy, hogy a kapott skálaértéket (2,1-et) szorozzuk jelen esetben pl. a $11 : 25 = 0,44$ faktorral és az eredményt (0,924-et) osztjuk 0,88-al (= 1,05%).

A lecitinfoszforsavtartalom kiszámítása.

Ha 30 g anyagból és 120 ml. alkoholból a szüredék 100 ml alkoholos oldat, úgy a desztillációs maradék 25 g eredeti anyagnak felel meg (l. fent). A hamvasztás után kapott $24 \text{ MoO}_3 \cdot \text{P}_2\text{O}_5$ összetételű csapadék mennyisége pl. 0,2000 g. Ez P_2O_5 -ra számítva $0,03949 \times 0,2 = 0,007898$ g vagyis 0,0316% és pl. 12% nedvességtartalom esetén $0,0316 : 0,88 = 0,0359$ a P_2O_5 tartalom.

Az összehasonlító vizsgálatok néhány eredményét a fenti táblázat mutatja (az adatok szárazanyagra vannak számítva).

* Élelmiszervizsgálati Közlemények, 1955. I. 1. 39.

ÖSSZEFOGLALÁS

A szerző a száraztészta, gabonaörlemények, péksütemények zsír- és lecitintartalmát forró alkohollal oldja ki. A zsír (zsírsav) tartalmát Gerber-féle butirométerrel határozza meg, majd a Gerber csőben levő oldatból ammoniummolibdátos eljárással választja le a foszfor-savat.

СОДЕРЖАНИЕ

Содержание жира и лецитинфосфорной кислоты в макаронных изделиях, в муке и в пекарбулочных изделиях растворяется горячим спиртом. Содержание жира (жирных кислот) определяется бутирометром Гербера, и после этого из вещества, находящегося в трубке Гербера выделяется фосфорная кислота при помощи аммониймолибдата.

ZUSAMMENFASSUNG

Der Autor löst den Fett- und Lecithingehalt von getrockneten Teigwaren, Getreidemahlprodukten und Weissgebäck mit heissem Alkohol aus. Den Fett (Fettsäuren) gehalt bestimmt er mit dem Butyrometer von Gerber, hiernach fällt er die Phosphorsäure aus der im Gerber-Rohr enthaltenen Substanz vermittle Ammoniummolybdat.

KÖNYV ÉS LAPSZEMLE

W. Heinemann, R. Strohecker,
F. Matt:

Aszkorbinsav meghatározása papírkromatográfia segítségével

(Zur Bestimmung der Ascorbinsäure
auf papierchromatographischem
Weg. Z. f. L. u. F. 97, 263, 1953.)

Az aszkorbinsav meghatározása többnyire a vegyület erős redukálóképességén alapszik. A szerzők specifikus meghatározást kívántak kidolgozni, melynek segítségével az aszkorbinsav biztosan megkülönböztethető más, az élelmiszerekben levő redukáló anyagoktól. Oldószerként butanol-jégecet-víz 4:1:5 arányú keverékének felső rétegét alkalmazták. Schleicher & Schüll 2043 b M papíron leszálló kromatografiával dolgoztak, H₂S atmoszférában. 5 1/2–6 óra futtatási idő letelése után a kromatogrammot molibdén-oldattal hívták elő: 3 ml ammóniummolibdát oldat) 150 g ammóniummolibdát/lit. 1%-os ammónia oldatban) + 2 ml sósvá-nátriumcitrátpuffer (p_H=3,8, Sörensen szerint) + 3 csepp konc. kénsav. Ennek az előhívónak a rápermetezésével két folt keletkezett az aszkorbinsav helyén, R_f = 0,36. Ezzel az eljárással 2 γ aszkorbinsav még jól kimutatható,

de még 1 γ is észrevehető áteső fényben.

Az eljárásnak nagy előnye, hogy az aszkorbinsav a kromatogrammon élesen elkülönül a meghatározását máskülönbben zavaró vegyületektől, például a fehérjetartalmú anyagokban található szulfhidril vegyületektől (cisztin és glutation), továbbá szulfid és tioszulfáttól, vas II és ón II sóktól, redukantól, mely cukroknak lúgos közegben való hevítésekor és reduktinsavtól, mely pektin savanyú hidrolízisekor keletkezik. Redukáló cukrok (glukóz, fruktóz, galaktóz, xilóz, arabinóz) sem zavarják a meghatározást. Ilyenformán az aszkorbinsav kimutatásának ez a módszere az eddig ismert legjobb analitikai eljárás.

A módszer *kvantitatív* meghatározásra is alkalmas. Ez úgy történik, hogy a vizsgálandó anyagból (pl. gyümölcsle, növényi- és szövetkivonatok) a startvonalra két egyenlő mennyiségű próbát viszünk fel és csupán az egyiket hívjuk elő. A másik, elő nem hívott foltot kivágjuk, híg oxálsavval kimoszuk a papírból és Tillmann-reagenssel (0,001 n diklórfenol-indofenol), vagy más módon meg-titráljuk.

Gál I. (Budapest)