

# Növényi olajok lecitin tartalmának meghatározása\*

MARIKOVSKY ZOLTÁN

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Érkezett: 1960. december 2.

A növényi olajok foszfátidfoszforsav tartalmának meghatározására jelenleg használatos módszerek egyik változata szerint az olajat kevés magnéziumkarbonát jelenlétében elégetik majd elektromos kemencében kiüszítják s a hamut salétromsavban oldva, a foszforsavat ammonium-molibdenáttal választják le. A másik változat szerint (MSZ 19 810—53, (1) az olajat önmagában égetjük el, elektromos kemencében hamuját fehérre izzítjuk és ezt sósavban oldva, ugyancsak ammoniummolibdenátos eljárással határozzuk meg a foszforsavat. Ezek a módszerek főleg azért célszerűtlenek, mert az izzító kemence befogadóképességéhez kell alkalmazkodni s egyszerre nagyobb számú vizsgálatot nem végezhetünk. De ettől eltekintve a fent említett szabványunk által előírt módszer hátránya az is, hogy sósavas illetve kloridos közegben végzi az ammoniumfoszformolibdenát leválasztását, lehetőséget nyújt a kovasavval való szennyeződésre, s mindkét módszernél a foszfátoknak pirofoszfátokká való átalakulására, ami mind veszteséget illetve hibaforrást jelenthet.

Az alábbiakban ismertetett módszer sem gyorsabb a már használatosoknál, de nagy előnye az, hogy nem kell hozzá izzítókemence s egyidőben akár 8 mintát is vizsgálhatunk.

Az eljárás lényege: 20—25 g olajat alkaliák jelenlétében elszene-sítünk, a szenes maradékot forró vízzel kilúgozzuk és salétromsavas közegben *Woy* (2) szerint leválasztjuk az ammoniumfoszformolibdenátot, amelyből tetszésszerű eljárással — titrimetrikusan vagy foszformolibden-savanhidrid-, de legpontosabban magnéziumpirofoszfát alakjában — határozzuk meg a foszforsavat.

Szükséges eszközök: 10 cm átmérőjű, 5 cm mély, gömbölyű fenekű nikkell csésze;  
gázégő, túlángra állítható.

Az eljárás kivitele: 25 g olajat és 5 g szemecézett kálilúgot taramérgelen nikkellcsészébe mérünk, 10—15 ml propilalkoholt adunk hozzá és üvegbottal való gyakori kevergetés közben túlánggal melegítjük. Az olaj elszappanosodását erős felhabzás követi. A habot kevergetéssel eloszlatjuk, a hevítést fokozzuk s a csésze tartalmát nagy gázlánggal felülről is hevítve, teljesen elszenesítjük. A csészét kívülről is körülhevítjük, hogy az elszenesedés tökéletes legyen, de nem izzítjuk. Ez az egész művelet kb. 40 percet vesz igénybe. A még meleg nikkellcsészébe forró vizet adunk, tartalmát jól átkeverjük, majd egy 600 ml-es főzőpohárba öntjük át. Ezt a műveletet 4—5-ször megismételjük. A nikkellcsészében maradt szenes részt gumivégű üvegbottal vagy nikkell-tégely-fedővel dörzsöljük le és mossuk be az oldat főtömegéhez, melyet salétromsavval megsavanyítunk és kb. 60—80 ml-re sűrítünk be. Még forrón 11 cm-es szűrőn, dekantálással szűrjük s a szűrőre gyűjtött szenes részt néhány-szor kimossuk forró vízzel. A jól kimosott szenes maradék hamuja foszforsav reakciót nem ad. A szűrletnek teljesen tisztának és szintelennek kell lennie. Néhány üveggyönggyel forralva kb. 80 ml-nyire sűrítjük be, majd 10 g szilárd ammóniumnitrátot, 6—8 ml cc salétromsavat adunk hozzá, felforraljuk és a foszforsav várható mennyisége szerint 50—120 ml 3%-os, ugyancsak

\* Lecitin alatt a lecitinre számított foszfátidfoszforsav értendő. (Szerk.).

forrásig hevített ammoniummolibdenátoldattal, melyet vékonyra kihűtött végű tölcseren keresztül folytatunk a forgató mozgatással kevert forró folyadék közepébe, lecsapjuk az ammoniumfoszformolibdenátot. A pohár tartalmát még kis ideig keverő mozgatásban tartjuk s 15—20 percnyi állás után szűrjük. Lehetőleg csak a folyadék tisztáját visszük szűrőre s a pohárban visszamaradt sárga csapadékot 30—50 ml forró mosófolyadékkal (50 g ammóniumnitrát és 40 ml ec salétromsav 1 literre oldva deszt. vízzel) egyszeri dekantálással mossuk, majd ezt is átszűrjük s a pohárban visszamaradt csapadékot pár ml 2,5%-os ammoniumhidroxidban feloldjuk. Az oldatot az előbb használt szűrőpapíron keresztül tiszta pohárba szűrjük s a poharat és a szűrőpapírt is forró vízzel többször kimossuk. A szűrletet az  $\text{NH}_3$  szagának eltűnéséig sósavval elegyítjük, 2 g ammoniumkloridot, 10—15 ml savanyú magnéziamixturát (55 g kristályos magnéziumklorid, 105 g ammoniumklorid deszt. vízzel egy literre oldva s kevés sósavval megsavanyítva) adunk hozzá, felforraljuk és fenoltaleinnel indikálva, híg ammóniumhidroxiddal gyengén megfúgosítjuk.

Igen kis mennyiségű foszforsav jelenlétében a csapadék forrón nem válik el. 12 órai — éjjelen át való — állás után 10 ml 25%-os ammóniumhidroxidot adunk hozzá, felkeverjük és tisztára ülepedés után, szűrjük. 2,5%-os ammoniumhidroxiddal mossuk, megszáritjuk s a szűrőpapírost külön elégetve, izzítjuk és mint magnéziumpirofoszfátot mérjük.

A lecitin tartalmát a következő képlettel számítjuk ki:

$$\text{Lecitin tartalom } \% = \frac{g \cdot 100 \cdot 0,6377 \cdot 11}{b}$$

Ahol „g” a „b” bemérésből kapott magnéziumpirofoszfát tömege; 0,6377 az 1 g magnéziumpirofoszfátnak megfelelő  $\text{P}_2\text{O}_5$  tömege; „11” átszámítási faktor  $\text{P}_2\text{O}_5$ -ről lecitinre.

Az eljárást meggyorsíthatjuk azzal, hogy az ammóniumfoszfor-molibdenátot semlegesre mossuk és megtitraljuk vagy pedig Gooch tégelyben szűrjük, kiizzítjuk és mint foszformolibdensavanhidridet mérjük.

Mint hogy a lecitin mennyiségét előre nem ismerhetjük és meghatározása folyamán a kémszerek mennyiségét bizonyos határig ehhez kell alkalmaznunk, tájékoztatásul a következő egyszerű próbát használhatjuk: A vizsgálandó olajból kb. 10 ml-t kémcsőben gőzfejlődésig (kb. 180 C°) melegítünk és megfigyeljük a színváltozását. Az észlelt színváltozás erőssége arányos a lecitintartalommal. 0,1% vagy ennél kevesebb lecitin tartalom esetén az olaj szintelen marad, emelkedő lecitin tartalom esetén a szín, majd a csapadékképződés is fokozódik. 1% lecitin tartalomnál az olaj erősen megbarnul és csapadék is válik le belőle.

Tömeges lecitin meghatározásokhoz napraforgóolajok esetében szelektálási célra nagyon alkalmasnak találtuk A. I. Szkipin (3) módszerét, melyet a napraforgóolajban levő üledékmennyiség és hidrofíli anyagok meghatározására dolgozott ki. Ennek a módszernek igen nagy előnye az, hogy semmiféle kémiai műveletre vagy nagyobb laboratóriumi berendezésre nincs szükség. Hátránya, hogy semmivel sem gyorsabb, mint az előbb említett módszer és az acetongőzők ártalmas hatása.

Lényege: A vizsgálandó olajat hidratáljuk, a víztől megduzzadt kivált és leülepedett nyálkás anyagot, amely főtömegében foszfatidekből áll, szűrés és acetonnal való kimosás által elkülönítve mérjük.

Az eljárás kivitele: 25 g vizsgálandó olajat 100 ml-es Erlenmeyer lombikba mérünk, 30—40 fokos vízfürdőbe helyezük és 2% (0,5 ml) vizet adunk hozzá, gumidugóval bedugjuk és 3 percig erősen összerázzuk,



utána 10—12 órán át 15 fokos hőmérsékleten állni hagyjuk. A kivált és leülepedett csapadékról, mérőedénykében előre kiszárított és lemért 9 cm szűrőpapíron, melyet pár csepp acetonnal megnedvesítünk, előbb az olajat szűrjük át és amikor ez már teljesen átszűrődött, a lombikot és a szűrőre gyűjtött üledéket acetonnal olajmentesre mossuk. A lombik falához tapadó részeket gumivégű üvegbottal dörzsöljük le és szintén a szűrőre visszük. A szűrési műveletnél tekintettel kell lennünk arra, hogy a foszfatidek tiszta acetonban nem oldódnak, aceton és olaj oldatában azonban részben oldódnak. Minthogy a szűrést szobahőmérsékleten végezzük, az olaj átsepegése igen sokáig, órák hosszáig tart. Egy-egy minta vizsgálathoz 100—120 ml aceton szükséges. Kimosás után a szűrőt az üledékkel együtt az eredeti mérőedénykében 105 C fokon kiszárítjuk és mérjük. A mérés eredménye közvetlenül a bemért olajban levő lecitint adja, melyet százalékra számítunk át.

$$\text{Lecitin tartalom : } \frac{100 \cdot a}{b} \%$$

Ahol „a” a „b” bemérésből kapott üledék tömege.

A fentebb ismertetett és a *Szkipin* féle módszerrel több, párhuzamos vizsgálatot végeztünk és meglehetősen egyező eredményeket kaptunk.

### ÖSSZEHASONLÍTÓ VIZSGÁLATOK NYERS NAPRAFORGÓ OLAJJAL

Sorszám	Külsőleg		Lecitin tartalom %	
	szobahőmérsékleten	180 C°-ra hevítve	A fenti módszerrel	Szkipin szerint
1	sárga, üledéke nincsen ;	barnul, de csapadék nem válik le ;	0,38	0,35
2	világossárga, üledéke nincsen ;	nem változik ;	0,13	0,14
3	sárga, kevés üledéke van ;	erősebben barnul	0,41	0,46

Nagyobb mennyiségű — 2—3% lecitin tartalmú olajok esetében is elég jól egyező eredményeket kaptunk de döntő vizsgálatoknál természetesen a gravimetrikus módszer adta eredmények az irányadók.

#### IRODALOM

- (1) MSZ 19 810—53.
- (2) Woy: Chem. Ztg. 21, 442, 469 (1897).
- (3) Szkipin A. I.: A napraforgóolaj komplex tisztítása. Budapest, 1952.

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ В РАСТИТЕЛЬНЫХ МАСЛАХ

#### 3. Мариковски

Автор сообщает видоизмененный метод определения фосфорной кислоты фосфатидов. Сушность метода заключается в следующих: навеска 20—24 г-ов исследуемого масла омыливается в присутствии пропилспиртового КОН в никеловой чашке и после этого полностью карбонизируется. Фосфорная кислота определяется из водной вытяжки карбонизированного остатка.

Для приблизительной оценки содержания фосфатидов предлагает определить изменение окраски, происходящее при нагревании масла до точки кипения.

При исследованиях подсолнечного масла для целей селекции по мнению автора успешно применяется метод гидратации по А. И. Скипину. Результаты полученные этим методом в достаточной мере совпадают с результатами классического метода определения.

## BESTIMMUNG DES LEZITHINGEHALTES PFLANZLICHER FETTE

*Z. Marikowszky*

Verfasser teilt zu Bestimmung der Phosphatid-Phosphorsäure ein modifiziertes Verfahren mit. Das Wesentliche der Methode: Man erhitzt 20—25 g des zu prüfenden Öles in einer Nickelschale mit einer Nadelflamme, verseift in Anwesenheit von propylalkoholischem KOH, verkohlt dann vollständig und bestimmt die Phosphorsäure aus dem wässrigen Auszug des verkohlten Anteiles.

Zur annähernden Bewertung der Phosphatidenmenge empfiehlt er den Grad der bis zum Siedepunkt des Öles erfolgten Erhitzung eintretenden Farbänderung zu beobachten.

Bei Sonnenblumenölen fand er das Hydratisierungsverfahren von A. I. *Skipin* zur Selektierzwecken geeignet; dieses liefert auch mit dem klassischen Untersuchungsverfahren ziemlich gut übereinstimmende Resultate.

## DETERMINATION OF LECITHIN CONTENT IN VEGETABLE OILS

*Z. Marikowszky*

A modified method is suggested by the author for the determination of phosphatide-phosphoric acid. In essence, this method is as follows. A sample of 20—25 g of the oil to be examined is saponified by heating in a nickel crucible with a propanol solution of potassium hydroxide over a microflame, then carbonified and phosphoric acid determined in the aqueous extract of the carbonified substance.

For the approximate assay of the quantity of phosphatides the observation of the degree of colour change is suggested which takes place when the oil is heated to boil.

For the selection of sunflower oils, the hydration method by A. I. *Skipin* proved to be suitable. Namely, the results obtained by this method were in fair accordance with the data yielded by the conventional method of investigation.

## DOSAGE DE LA TENEUR EN LÉCITHINE DES HUILES VÉGÉTALES

*Z. Marikowszky*

L'auteur fait connaître un procédé modifié pour le dosage de l'acide phosphorique des phosphatides. Il saponifie 20—25 g de l'huile dans une capsule de nickel par chauffage à une flamme aigue en présence de KOH à l'alcool propylique; ensuite il carbonise la masse et dose l'acide phosphorique dans l'extrait aqueux de masse carbonisée.

Pour l'évaluation approchée des phosphatides l'auteur préconise le degré du changement de la couleur sournant lors de l'échauffement jusqu'à ébullition de l'huile.

Dans le cas de l'huile de tournesol, pour des buts de sélectionnement, l'auteur a trouvé adéquat le procédé à hydratation de *Skipin*, qui donne des résultats assez bien concordants avec le procédé classique.