

Fűszerpaprika festéktartalmának meghatározása spektrofotometriás (ASTA) módszerrel

VIDÉKI LÁSZLÓ ÉS VIDÉKI IMRE

Duna—Tisza közti Mezőgazdasági Kísérleti Intézet, Kecskemét

Érkezett: 1960. november 24.

Az utóbbi években néhány fűszerpaprika-őrleményt importáló ország csak bizonyos optimális szintet meghaladó festéktartalmú tételt vesz át tőlünk, amely szint a konkurens országok versenye miatt állandóan növekszik. Hogy e versenyben lépést tudjunk tartani, erőfeszítéseket kell tennünk olyan új fűszerpaprika fajták kinemesítésére, amelyek az eddigi fajták festéktartalmát lényegesen felülműlják. A szelekciós munkához megbízható, gyors festékmeghatározási módszer áll a nemesítők rendelkezésére, amelyet *Benedek* (1, 2) dolgozott ki, és amely már igen széles körben elterjedt a szomszédos államokban is (5).

Annak ellenére, hogy a *Benedek*-féle eljárás mind a nemesítő munkában, mind a minősítésnél kielégítő eredményt szolgáltat, foglalkoznunk kell azokkal a módszerekkel is, amelyeket az importáló országok alkalmaznak exportszállítmányaink átvételekor. Két ilyen eljárás jöhet számításba; egyik az Egyesült Államokban általában alkalmazott tintométeres — (Lovibond) módszer, míg a másik az újabban elterjedő ún. ASTA-féle spektrofotometriás eljárás (6).

A tintométeres festékmeghatározás alkalmazhatóságát és a vele kapcsolatos kérdéseket nálunk *Palotás* és *Konecsni* vizsgálta részletesen, akik a méréseket Lovibond Tintometer L. T. d. angol cégtől vásárolt Lovibond-tintométerrel végezték (5). Külföldi kutatók közül az amerikai *Moster* és *Prater* nevéhez fűződik még e módszer beható vizsgálata (4).

Az ASTA-féle módszer eddig még kevesen tanulmányozták, aminek oka főleg az, hogy spektrofotométer kevés helyen áll rendelkezésre. *Benedek* (3) végzett ugyan összehasonlító vizsgálatokat, de spektrofotométer hiányában Pulfrich fotométerrel dolgozott. Jelen dolgozatunkban az ASTA-féle módszer alkalmazásának kritikai elemzéséről és a *Benedek*-módszerrel történő összehasonlításáról számolunk be. A legfőbb célunk az, hogy megvizsgáljuk, a *Benedek*-módszer eredményéből átszámolással megkaphatjuk-e az ASTA-féle adatokat. Ennek azért lenne nagy jelentősége, mert spektrofotométer nélkül is tudnánk produkálni azokat az adatokat, amelyeket a nyugati vásárlók kívánnak.

Anyagok és módszerek

A vizsgálatokat első ízben az 1958. évi paprikaőrlemény jellegmintákkal; másodsor pedig a Duna—Tisza közti Mezőgazdasági Kísérleti Intézet kalocsai laboratóriumában előállított kísérleti őrleménymintákkal végeztük. A minták festéktartalmát *Benedek* módszerével a szokásos módon határoztuk meg (8), az ASTA adatokat pedig a következő eljárás alapján kaptuk (7):

Csiszoldtugós Erlenmeyer-lombikba pontosan bemértünk előzőleg gondosan kiszáritott paprikaőrleményből 0,1000 g-ot, majd hozzáadtunk 100 ml 99%-os izopropilalkoholt és a lezárt üveget 3 órán keresztül 70 fokos hőmérsékletű vízfürdőn tartottuk és időnként összeráztuk. Miután lehűtöttük az oldatot, a tisztájából 50 ml-t kipipettáztunk, amelyet ismét 100 ml-re töltöttünk fel az előbbi koncentrációjú izopropilalkohollal. Az extinkció értékeket Beckmann B spektrofotométerrel határoztuk meg 450 millimikron hullámhossznál. Vakoldatnak vizet használtunk. Össze-

hasonlító oldatban olyan káliumbikromát oldat sorozatot készítettünk, amelynek tagjai 100 ml 1,8 mólos kénsavban 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70 és 80 mg bikromátot tartalmazott. Az extinkció értékeit az előbbiekhöz hasonlóan itt is meghatároztuk, a vakoldat 1,8 mólos kénsav volt.

A számítás úgy történik, hogy a kapott adatokat behelyettesítjük az alábbi képletbe:

$$A/B \cdot C/P \cdot 200 = \text{ASTA egység}$$

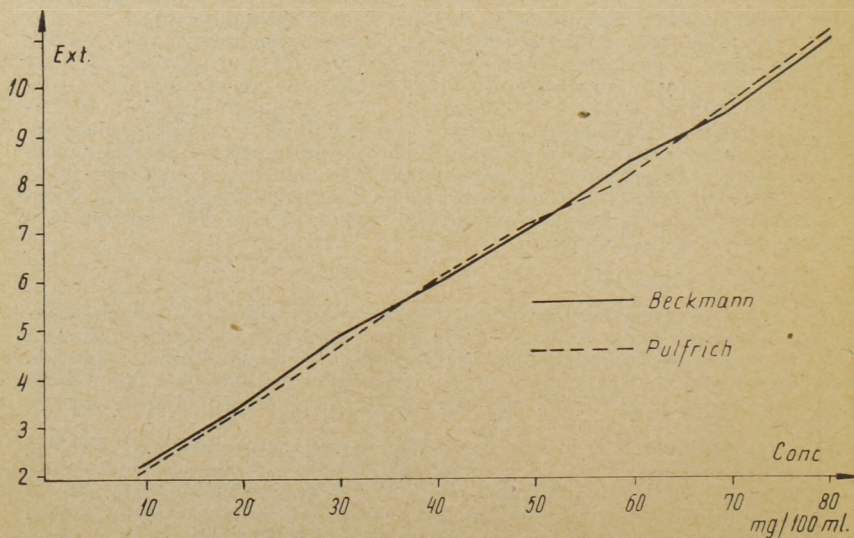
ahol A a paprikaoldat extinkciója, B az egyik káliumbikromát oldat extinkciója (amelyik értéke legjobban megközelíti az A értéket), C a 100 ml-ben jelenlevő bikromát mennyisége mg-ban, míg P a 100 ml vizsgálandó oldatban jelenlevő paprikaoldat mennyisége (jelen esetben 50). A 200-as szám önkényes állandó.

Kísérleti rész

A számítás alapját képező káliumbikromát oldatsorozat extinkcióját *Pulfrich* fotométerrel is lemértük (1 cm, S 45), hogy összehasonlító számolásokat tudjunk végezni.

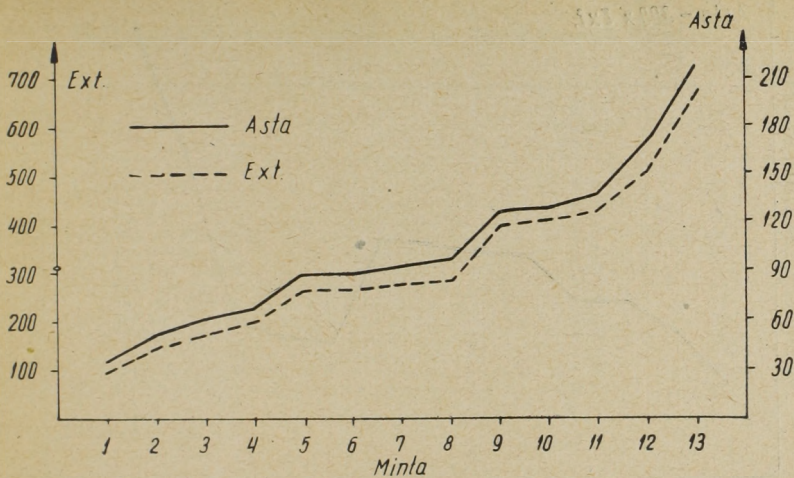
A *Pulfrich*-fotométerrel és a *Beckmann*-spektrofotométerrel kapott extinkció értékek között lényeges eltérés nincs. A fennálló egy-két nagyobb eltérés főleg szubjektív okokra vezethető vissza. Az 1. ábrán látható, hogy a káliumbikromát oldat koncentrációjának növekedésével arányosan növekszik az extinkcióérték is.

Lényeges volt annak a kérdésnek a tisztázása, hogy a számításban alkalmazott képlet mennyire befolyásolja az extinkció alakulását. Ugyanis a második tört arra enged következtetni, hogy a növekvő festéktartalom-



1. ábra

Káliumbikromát oldatsorozat koncentrációja és a hozzájuk tartozó extinkció értékek közötti összefüggés



2. ábra

Összefüggés az extinkció és az ASTA érték között

mal hatványozottabban nő az ASTA érték. Ilyen megfontolással érthető is lenne egy új módszer bevezetésének a célja, mert a festéktartalomban előálló kis különbségeket ki lehetne hangsúlyozni.

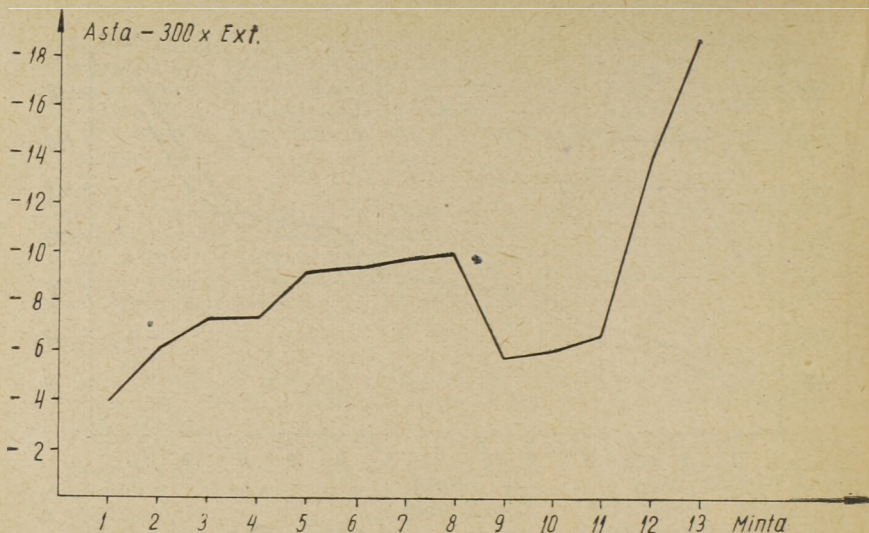
Ha összehasonlítjuk a Beckmannal kapott extinkció adatokat és az átszámolás utáni ASTA értékeket, és ábrázoljuk koordináta rendszerben, azt láthatjuk, hogy az összekötött pontok nem párhuzamosak egymással (2. ábra).

Szembetűnő, hogy kis festékkoncentrációnál a két vonal közötti távolság kisebb, mint a nagyobb koncentrációnál. Hogy e jelenséget tüze-tesebben is meg tudjuk vizsgálni, szorozzuk meg az extinkció értékeket egy állandó számmal (jelen esetben 300) és figyeljük meg az így kapott értékek alakulását (1. táblázat).

Beckmann spektrofotométerrel kapott extinkciók és ASTA értékek közötti összefüggés

1. táblázat

Sor- szám	N é v	Extinkció	ASTA ért.	Ext. 300	ASTA diff.
1.	Erős jell.	0,096	32,7	28,8	— 3,9
2.	Rózsa jell.	0,144	49,2	43,2	— 6,0
3.	Félédes jell.	0,196	66,0	58,8	— 7,2
4.	308 csg. Kalocsa	0,204	68,5	61,2	— 7,3
5.	Csem. vil. jell.	0,258	86,8	77,4	— 9,2
6.	Édes vil. jell.	0,262	88,0	78,5	— 9,4
7.	Csipm. jell.	0,272	91,4	81,6	— 9,8
8.	348 csg. Kalocsa	0,283	95,0	84,9	—10,1
9.	749 csg. Kalocsa	0,394	124,0	118,2	— 5,8
10.	Jell. különl.	0,400	126,0	120,0	— 6,0
11.	389 csg. Kalocsa	0,418	132,0	125,4	— 6,6
12.	734 csg. Kalocsa	0,502	169,8	156,0	—13,8
13.	720 csg. Kalocsa	0,658	216,0	197,4	—18,6



3. ábra

Összefüggés az extinkció és az ASTA érték között

Tehát az ASTA értékeket megközelítően, kevés eltéréssel akkor is megkapjuk, ha az extinkció értékeket egy állandó számmal, 300-zal megszorozzuk. A számított és a 300-as szorzással kapott ASTA értékek közötti eltérés mértéke bizonyos fokig arányos a festékkoncentrációval. Ez az arányosság azonban nem következetes, nagy törések is előfordulnak (3. ábra).

Az abszcisszán a vizsgált minták szerepelnek növekvő koncentrációban, az ordinátán pedig a 300-as szorzással kapott érték és az ASTA érték közötti különbség. Jól látható, hogy növekvő koncentrációval nő az eltérés mértéke is. A törések a kísérleti hibákon kívül főleg abból adódnak, hogy a káliumbikromát oldatsorozat koncentrációi között nagy különbségek vannak. Ez kétségtelenül a képlet hibájául róható fel, azonban az ebből származó pontatlanság igen csekély és nem indokolja a bikromát oldatsorozat 5 mg-onkénti növelését.

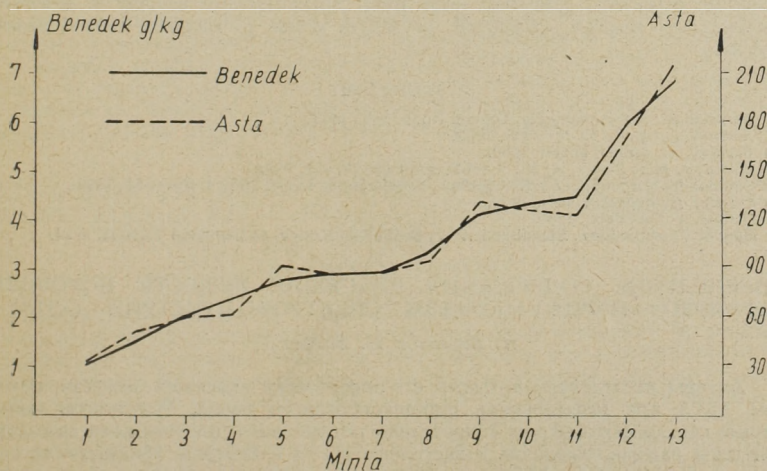
Végezetül vizsgáljuk meg, hogy a Benedek-módszer adataiból tudunk-e következtetni az ASTA értékekre. Ha meggondoljuk, hogy az extinkció és a festéktartalom között összefüggés van (*Beer-féle törvény*) és az extinkcióból számolják az ASTA értékeket is, akkor kézenfekvő, hogy a Benedek-módszerrel kapott adatok is összefüggnek az ASTA értékekkel. (2. táblázat, 4. ábra).

Hogy a 4. ábrán látható két vonal nem teljesen párhuzamos, az az előbbi megfontolás alapján magyarázható, továbbá a *Pulfrich* fotométer szubjektív voltából adódik. Ezek az eltérések azonban elhanyagolhatók és a két adat egymásba elég jó megközelítéssel átszámolható. Vegyük pl. standardnak a 6. sorszámú minta értékeit:

$$2,85 : 83,8 = 6,84 : X$$

$$X = 209,0$$

Sor- szám	N é v	Festék- tartalom g/kg	ASTA érték
1.	Erős	1,01	32,7
2.	Rózsa	1,51	49,2
3.	Félédes	2,02	66,0
4.	308 csg. Kalocsa	2,33	68,5
5.	Csipmentes	2,75	91,4
6.	Csemege világos	2,85	86,8
7.	Édes világos	2,85	88,0
8.	348 csg. Kalocsa	3,27	95,0
9.	389 csg. Kalocsa	4,10	132,0
10.	Különleges	4,32	126,0
11.	749 csg. Kalocsa	4,45	124,0
12.	734 csg. Kalocsa	5,88	169,8
13.	720 csg. Kalocsa	6,84	216,0



3. ábra

Összefüggés a festéktartalom (Benedek) és az ASTA értékek alakulása között

Tehát az átszámítással kapott ASTA érték 7 egységgel kisebb a mért értéknél, amely eltérés megfelel kb. 3–4%-nak. A mért és az átszámítással kapott ASTA érték közötti eltérés általában a többi minta esetében sem éri el a 10%-ot, tehát gyakorlatilag lényeges hibát nem követünk el akkor, ha Benedek módszerével kapott adatokból számoljuk ki az ASTA értékeket.

Következtetések:

Vizsgálatainkból kitűnt, hogy az ASTA-féle módszer kidolgozásánál a fő célkitűzés valószínűleg az volt, hogy a vizsgált minták festéktartalmában mutatkozó kis festékkülönbségeket nagyobb számokkal fejezzék ki. Ezt úgy igyekeztek elérni, hogy a festéktartalom növekedésével növekvő ütemben emelték a festéktartalmat jelző számot (ASTA érték). Ezért van

szükség a képlet második tagjára, illetve a káliumbikromát oldatsorozat használatára. Az ASTA értékek növekedésében mutatkozó törések abból adódnak, hogy a káliumbikromát oldatsorozat koncentrációi között nagyok az eltérések (10 mg). Ha az oldatsorozat tagjait közbenső értékekkel kibővítenék (pl. 5 mg-cnként), úgy a bővítés mértékétől függően nagyobb pontosságot érhetnénk el. Ennek azonban gyakorlatilag értelme nem volna, mert az ebből származó pontatlanság elhanyagolható. A képletben szereplő 200-as szám jelentősége csak annyi, hogy az eredményeket jelző értékeket arányosan megnöveli és így felesleges törtszámokkal dolgozni.

Az ASTA-féle eljárás előnyét a Benedek-féle módszerrel szemben csak abban látjuk, hogy a vizsgált minták festéktartalmában fennálló különbségeket élesebben kidomborítja. Hátránya azonban sokkal több van:

1. Költségesebb (oldószer)
2. Munkaigényesebb
3. Számolás bonyolultabbá teszi a kiértékelést
4. Spektrofotométer nehezen hozzáférhető.

A Benedek-féle módszer előnye még az is, hogy a festéktartalmat abszolút értékben, g/kg-ban adja meg. Vizsgálataink szerint a Benedek módszerével kapott adatokból az ASTA érték jó megközelítéssel átszámítható.

IRODALOM:

- (1) Benedek, L.: Növénytermelés, Tom. 6. No. 2. 145., 1957.
- (2) Benedek, L.: Z. U. L. 107, 228, 1958.
- (3) Benedek, L.: Szóbeli közlés, 1960.
- (4) Mosler, J. B. — Prater, A. N.: Food Technology, 12, 459, 1952.
- (5) Palotás, J. — Konecsni, I.: Kísérletügyi Közlemények LII/c. köt., 3. füzet, 53, 1959.
- (6) Palotás, J.: Szóbeli közlés, 1959.
- (7) Palotás, J.: Kézirat, 1960.
- (8) Magyar Fűszerpaprika. Élelmiszeripari és Begyűjtési Könyv- és Lapkiadó Vállalat, 1954.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КРАСЯЩИХ ВЕЩЕСТВ ПОРОШКО- ОБРАЗНОГО ПЕРЦА МЕТОДОМ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ (ASTA)

Л. Видеки и И. Видеки

Авторы исследовали возможность определения красящих веществ методом ASTA при исследовании порошкообразного перца. Результаты полученные спектрофотометром сопоставили результатами полученными методом Бенедек-а распространенном в настоящее время в Венгрии. Несмотря на то, что ошибкой метода ASTA можно пренебрегать, практическое применение метода не предлагают, ввиду трудоемкости метода и расходов. Преимущество метода Бенедек-а заключается также в том, что дает истинное содержание красящих веществ и нет необходимости применения дорогостоящего прибора. Из результатов, полученных методом Бенедек-а возможно рассчитывать с достаточной точностью также значение ASTA.

BESTIMMUNG DES FARBENGEHALTES VON GEWÜRZPAPRIKA VERMITTELS SPEKTROPHOTOMETRISCHER (ASTA) METHODE

L. Viléki und I. Vidéki

Verfasser prüften die Anwendbarkeit des Farbenbestimmungsverfahrens ASTA in gemahlenem Gewürzpaprika. Sie verglichen ihre mit dem Spektrophotometer erhaltenen Resultate mit dem in Ungarn zur Zeit gebräuchlichen Benedek'schen Verfahren erhaltenen Ergebnissen.

Obzwar die dem ASTA Verfahren entstammende Ungenauigkeit vernachlässigt werden kann, empfehlen sie die Einführung in die Praxis dennoch nicht, und zwar infolge der Kostspieligkeit und des benötigten Arbeitsaufwandes. Das Verfahren nach Benedek erwies sich auch darum als vorteilhafter, weil es den absoluten Farbengehalt angibt und keine kostspielige Apparatur beansprucht. Auf Grund der gefundenen Werte nach Benedek können auch die Asta-Werte mit annähernder Genauigkeit durch Umrechnung erhalten werden.

DETERMINATION OF PIGMENT CONTENT IN PAPRIKA BY THE SPECTROPHOTOMETRIC (ASTA) METHOD

L. Vidéki and I. Viléki

The suitability of the ASTA method for pigment determination was tested with samples of finely ground paprika. Results obtained by the spectrophotometric method were compared with those yielded by the Benedek method, presently used in Hungary. Although the inaccuracy due to the error inherent to the ASTA method is negligible its introduction in Hungary is not suggested, with respect to its expensiveness and lengthiness. The Benedek method proved to be more favourable as it gives the absolute values of pigment content and does not require expensive equipment. It is possible to obtain, at an approximating accuracy, the ASTA values by calculation of the data yielded by the Benedek method.

DÉTERMINATION DE LA TENEUR EN MATIÈRES COLORANTES DU PAPRIKA A ÉPICE PAR LA MÉTHODE PHOTOMÉTRIQUE (ASTA)

L. Vidéki et J. Vidéki

Les auteurs ont étudié l'applicabilité de la méthode pour déterminer les couleurs ASTA en connexion avec des produits de la mouture du paprika à épice. Ils ont comparé leurs résultats obtenus par spectrophotométrie avec le procédé *Benedek* employé actuellement en Hongrie. Quoique l'imprécision résultant de l'erreur de méthode ASTA soit négligeable ils ne conseillent pas son introduction dans la pratique, parce qu'elle est coûteuse et demande beaucoup de travail. La méthode *Benedek* est préférable aussi parce qu'elle donne la teneur en colorants en valeur absolue et n'exige pas d'appareil dispendieux.

En partant des données de la méthode *Benedek* l'on peut obtenir par un calcul approprié la valeur ASTA avec une précision approximative.