

Szorbit meghatározása diabetikus készítményekben

D W O R S C H Á K E R N Ő

Országos Élelmezés és Táplálkozástudományi Intézet Budapest

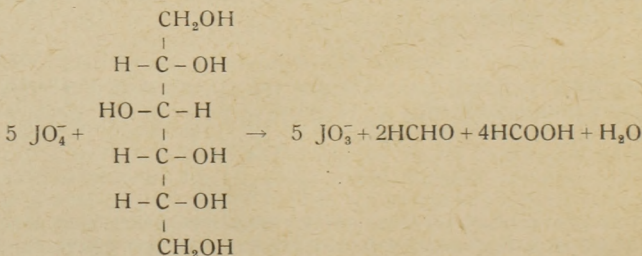
Érkezett: 1963. december 20.

A cukorbetegek számára készített diabetikus készítmények elterjedése az élelmiszeriparban és kereskedelemben maga után vonja e készítmények ellenőrzésének szükségességét. Döntő fontosságú szempont a vizsgálatoknál természetesen főleg a készítmények szénhidráttartalma, de nem elhanyagolható az édes ízt biztosító komponens meghatározása. Jelenleg különféle diabetikus sütemények és szörpök kellemes édes ízét gyakran a szorbit („cukoralkohol”) biztosítja, mely a betegek szénhidrát anyagcseréjét nem zavarja.

A szorbittartalom meghatározására leírt módszerek kiválogatásánál, illetve kidolgozásánál két elvet követhetünk. Az egyik az, hogy a szorbitot a kísérő egyéb anyagok mellett határozzuk meg, valamilyen specifikus reakcióval, a másik pedig, hogy elkülönítjük a szorbitot az említett zavaró anyagok mellől és azután végezzük el a meghatározást. Mindkét elvre támaszkodva igyekeztünk megfelelő módszereket találni.

A specifikus meghatározási elvnek az irodalomban jól ismert példája a dibenzálszorbit-képzésen alapuló gravimetriás módszer (1), melyet diabetikus csokoládé szorbit meghatározására is alkalmaztak (2). A módszer kétségkívül előnye, hogy többé-kevésbé specifikus a szorbitra, az esetleg jelenlevő cukrok (pl. diabetikus gyümölcszörpökben) nem reagálnak. Hátránya viszont az előkészítés nehézsége: szirup-sűrűre kell bepárolni az ismeretlen oldatot a lecsapás előtt. A dibenzálszorbit-csapadék a leválasztáskor kocsonyás jellegű, később is igen nehezen kristályosodik. A tömény oldatból leválasztott csapadék idegen anyagokat könnyen magába zár, ezért az összetétele sem állandó.

A szorbitot leggyakrabban a Malprade-féle perjódsvavas oxidáció alapján határozzák meg (3). A perjódsvav, illetve annak sói a cukoralkoholokat oxidálás közben úgy bontja el, hogy a két szélső primer alkoholcsoportból formaldehid, a szekunder alkohol csoportokból pedig hangyasav keletkezik. A szorbit esetében a reakcióegyenlet a következő:



A perjódsvav feleslegét és a keletkezett jodátot legegyszerűbben jodometriásan mérhetjük. Az eljárás nagy előnye az, hogy igen érzékeny, mivel az egyenértékűsúly a molekulaszám tízed része, hátránya, hogy a diabetikus készítményekben a szorbitot kísérő különböző oxidálható anyagok mellett ez a módszer nem vihető ki közvetlenül, a perjódsvav ugyanis nemcsak a szorbitot oxidálja.

A keletkezett reakció-termékek közül a formaldehid a legalkalmasabb a mérésre. Csak vicinális alkohol csoportok oxidációjánál keletkezik, s ilyen csoportok

a diabetikus készítményekben a szorbiton kívül majdnem kizárólag csak a kiséző szénhidrátokban (cukorfészeségek, keményítő, cellulóz) fordulnak elő. Maros és Schulek (4) eljárása a formaldehid meghatározására épül fel. A perjód-savas oxidáció lezajlása után biszulfittal redukálják a jódátot és a maradék perjódátot, és közben a formaldehidből formaldehid-biszulfít keletkezik. A biszulfít feleslegét jóddal kötik le. Az elegyhez petrolétert, és káliumcianidot adnak, amikor a biszulfitból savanyú közegben kéndioxid és formaldehid-ciánhidrin keletkezik. A petroléter megakadályozza a kéndioxid és a rendkívül mérgező ciánhidrogén el-távozását. A létrejött kéndioxidot 0,1 n J₂-dal mérik. Az egyenértékűsúly a molekulasúly negyed része.

A mono- és oligoszaharidokban szegény diabetikus készítményekben jelenlevő egyéb szénhidrátok zavaró hatása legtöbbször minimális, mivel általában a készítmény vizes kivonatát használjuk szorbit meghatározására, s a cellulóz vízben oldhatatlan, a keményítő pedig csak csekély mértékben zavar. Vizsgálataink szerint 3 g keményítő 20 ml vízzel összerázott, s egy napi állás utáni szűrlete csak 1–2 tized ml-es fogyást eredményezett Maros–Schulek módszerével. Ha készítményben mono- vagy oligoszaharidok vannak jelen, akkor mennyiségüktől függően befolyásolják a szorbit meghatározását. Mindenesetre a különböző cukrokra a perjód-sav sokkal lassabban hat, mint a szorbitra, ami csökkenti a zavaró hatást. Diabetikus gyümölcszörpökben jelenlevő cukrok már 5%-kal megnövelhetik a mérőoldat mennyiségét (lásd a 3. táblázatot).

Vizsgálataink azt mutatták, hogy a Maros–Schulek-féle módszer alkalmas olyan diabetikus készítmények szorbittartalmának meghatározására, melyben a szorbit mellett elhanyagolható a mono- és oligoszaharidok mennyisége. A perjód-savas oxidáció időtartamát az eredeti előírástól eltérően, amely 10 perccel követel meg, 20 percre meg kellett hosszabbítanunk, mert csak ennyi idő alatt ment végbe teljesen a reakció. A különbség valószínű oka az, hogy Maros és Schulek mannitot használt modell-anyagként, s a mannitnál a 2-es és 3-as szénatomon elhelyezkedő szekunder alkoholcsoportok cisz-helyzetben állnak egymással, ugyanakkor a szorbitnál ugyanezeknél transz-állás van. Cisz-helyzetben könnyebben megy végbe a perjód-savas oxidáció. A mannitnak és a szorbitnak ezt az egymástól eltérő viselkedését kísérletileg igazoltuk.

A fenti módszer középhibáját 10 ml körüli törzsoldat fogyások esetén 0,05 ml-nek találtuk, a százalékos hiba 0,47%. A módszert úgy is ellenőriztük, hogy a mintához ismert mennyiségű szorbitot adtunk s úgy határoztuk meg a szorbit-tartalmat. A hozzáadott szorbit mennyiségét a mérések során mindig a fenti szó-rásnak megfelelően visszanyertük. A felhasznált standard szorbit Schering–Kahlbaum A. G. gyártmányú. Maros–Schulek módszerrel meghatározva 94,0%-osnak találtuk, a hiányzó 6% a bizonytalan mennyiségű kristály- illetve adszorpciós víznek köszönhető.

A vizsgálati anyag előkészítése

A diabetikus készítmények előkészítését mindig a minta sajátosságai szabják meg. Legegyszerűbb az előkészítés a zörpöknél, ahol olyan mértékű vízzel való hígítást hajtunk végre, amelyet a meghatározáshoz szükséges bémérés igényel. Gyümölcsbefőtteknél előzetes homogénezés szükséges. Csokoládénál reszeléket készítünk és a zsirtalanítás céljából kb. tízszeres mennyiségű petroléterrel, vagy benzinnel összerázzuk. A petroléteres részt a szilárd részekről vagy centrifugálás-sal, vagy szűrővel választjuk el. A maradék petrolétert elpárologtatjuk a mintából. Ezután a vizsgálati anyagot 100 vagy 200 ml-es Stiff-lombikba mossuk át és jelig töltjük. A kapott szuszpenziót nem derítjük, mert a derítésnél mindig több-kevesebb anyagvesztéssel kell számolni és a derítéssel leválasztható anya-

gok az általunk alkalmazott módszereknél gyakorlatilag nem zavarják. A szuszpenzió szűrletének aliquot részét használjuk fel a meghatározásokra.

Diabetikus sütemények homogénezése érdekében célszerű előzetes szárítást végezni. A kellően felaprított mintát 24 órán át 80°-ot meg nem haladó hőmérsékleten szárítjuk. Ha a készítménynek nagy a zsírtartalma, akkor petroléteres, vagy benzines kioldást alkalmazunk a kiszárított és homogénezett mintánál. Továbbiakban úgy járunk el, mint ahogy azt a csokoládéra leírtuk.

1. Szorbit meghatározás kevés, oldható szénhidrátot tartalmazó diabetikus készítményekben

A módszer leírása

Szükséges vegyszerek:

petroléter vagy benzin p. a.

0,3 m perjódsav: 6,4 g nátrium-metaperjodát (Reanal) 5%-os kénsavban feloldva és 100 ml-re kiegészítve

1,5 m nátriumbiszulfít, vagy nátriumsulfít oldat

metilvörös indikátor oldat

1%-os keményítő oldat

5%-os vizes jóddoldat

10%-os ecetsav

20%-os nátronlúg

0,1 n jóddoldat

20%-os sósav

káliumcianid p. a.

Meghatározás: Az előkészítés során nyert oldatokból annyit mérünk be, hogy az mintegy 0,045 – 0,05 g szorbitot tartalmazzon. A meghatározandó mennyiséget 200 ml-es üveg dugós jódszámlombikba pipettázzuk és térfogatát 10 ml-re egészítjük ki, utána hozzámérünk 5 ml 0,3 m perjódsavat. 20 perc várakozás után annyi 1,5 m nátriumsulfít vagy nátriumbiszulfít oldatot adunk hozzá, míg a kiváló jód színe teljesen eltűnik, majd még további 0,5 ml-t. Ekkor 1 csepp metilvörös indikátor mellett 20% nátronlúggal semlegesítünk és 1 ml 10%-os ecetsavval savanyítunk. Ezután 20 ml benzint, vagy petrolétert rétegzünk az oldatra és 10 percig várakozunk. A szulfít feleslegének nagy részét keményítő jelenlétében 5%-os jód oldattal oxidáljuk. A végpont előtt 0,1 jóddoldattal titrálunk kezdődő kék színig. Ekkor 3 ml 20%-os NaOH-t és 0,2 – 0,3 g KCN-t adunk a kétfázisú folyadékhoz. 3 – 4 perc múlva 20%-os sósavval semlegesítünk s további 1 ml sósavval savanyítunk. 0,1 n jóddoldattal azonnal maradó kék színig titrálunk.

1 ml 0,1 n J_2 4,554 mg szorbitot mér.

Megjegyzendő, hogy bár a benzins fázis megakadályozza a cianhidrogénnek a légtérbe való távozását, mégis célszerű a titráló berendezést elhúzófülke alá tenni. A titrálás befejezte után a mintát csak átlúgosítás után öntjük el.

Tekintettel arra, hogy a vízben oldható szénhidrátok zavarják *Maros – Schulek* fent ismertetett módszerét, szükségesnek véltük ilyen esetekre izolálásos módszer beállítását. A szorbit a zavaró anyagok mellől legjobban papírkromatográfiával izolálható.

Az irodalomban számos utalás van szorbitnak szénhidrátok mellől történő kromatográfiás elválasztására. *Parikh* (5) fenolos oldószerkegyekkel végzett sikeres elválasztást a glukóz mellől. *Waldi* és *Munter* (6) egy elég körülményes szorbit elválasztást ismertet cukoralkoholok és glukóz mellől káliumkloriddal im-

pregnált papíron. Wassermann és Hanus (7) vékonyrétegű kromatográfiás módszerrel dolgoztak ki cukrok és cukoralkoholok egymástól való elválasztására. Rees és Reynolds (8) borsav telített vizes oldatát keverték szerves oldószerhez és sikerrel választották el a szorbitot számos szénhidráttól. Az elválasztás a borsav és a polialkoholok közti különböző mértékű komplexképződésen alapszik. A cukoralkoholok stabilabb komplexképzők borsavval, mint a cukrok. A stabil komplexek a mozgó szerves fázisban jobban oldódnak, mint a lazábban kötődtek s ennek tudható be, hogy a cukoralkoholok R_f értékei nagyobbak lesznek mint a cukroké. Fenilborsav által létrehozott komplex affinitása még jobb a szerves oldószerhez, s ezzel még nagyobb R_f értékeket kapunk (9).

A felsorolt módszerek közül Rees és Reynolds-é bizonyult a legalkalmasabbnak a szorbit cukroktól való elválasztására. Az említett szerzők leszálló technikát, Whatman 54-es papírt és etilmetilketon-jégecet-borsavval telített víz 9 : 1 : 1 arányú elegyét használták. Magunk ugyanezt az oldószerkeletet felszálló technikával, 1/4 ívre vágott * (29 – 29 cm) Schleicher-Schüll 2043/b M jelzésű papíron használtuk. Az említett oldószerkeleten kívül két, általunk összeállított elegyet is kipróbáltunk, hogy a nem annyira általánosan ismert metilketont esetleg mással helyettesíteni lehessen. Az elegyek acetonejégecet-borsavval telített víz 9 : 1 : 1 és n-butanol-jégecet-borsavval telített víz 8 : 2 : 1 arányában tevődtek össze. Az oldószerkelet mind Reanal minőségűek voltak. Mindhárom elegynél nyújtott futtatás a célszerű. A futtatási idő az etilmetilketonos elegynél 3 × 5 óra, acetonosnál 3 × 4 óra, a butanosnál 3 × 10 órát vesz igénybe. Az 1. táblázatban feltüntettük a háromféle oldószerkelettel futtatott különböző cukroknak és cukoralkoholoknak R_G értékeit, vagyis a vizsgált anyag, valamint a glukóz startvonalától számított elmozdulásának a hányadosát.

Különböző oldószerkelettel nyert R_G -értékek

1. táblázat

Futtatott anyagok	Oldószer elegyek		
	Metilketon-jégecet-borsavval telített víz 9 : 1 : 1	Aceton-jégecet-borsavval telített 9 : 1 : 1	n-Butanol-jégecet-borsavval telített víz 8 : 2 : 1
Szorbit	3,96	2,23	2,02
Fruktóz	2,09	1,54	1,48
Szaharóz	0,14	0,43	0,40
Mannit	3,69	2,10	1,88
Laktóz	0	0,11	0,16
Galaktóz	1,32	—	1,03
Szorbóz	2,41	1,79	1,34
Arabinóz	1,27	1,04	1,00
Mannóz	1,68	1,21	1,33
Maltóz	0	0,12	0,16
Xilóz	3,29	1,91	1,85

Az eredmények azt mutatják, hogy mindhárom oldószerkelet alkalmas a szorbitnak a fontosabb szénhidrátok mellől történő elválasztására, mégis célszerűbb a metilketont tartalmazó keverék használata, mert a futtatás elég gyors, és emellett a felfutott anyagok diffúziója kisebb. Mannit jelenléte kimutatható szorbit mellett, de a két kromatográfiás folt egyik ismertetett elegynél sem válik ketté.

A szorbit papirkromatográfiás mennyiségi meghatározására többen írtak be mikromódszert. Täufel és Müller (10), mivel az általuk alkalmazott oldószerkelet nem választja el a szorbitot a glukóztól, a glukózt a papíron élesztő szuszpenzióval

erjesztik el. Eluálás után perjódsvavas oxidációt végeznek, majd gyengén savasnan pufferolt oldatban a perjódsvavas feleslegét jodometriásan mérik vissza. *Hirst és Jones* (11) az eluálás és nátriumperjódátos oxidáció után 0,01 n lúggal titrálja a keletkezett hangyasavat. *Adcock* (12) *Täufel és Müller* fent leírt eljárásához hasonló módszert közöl azzal a különbséggel, hogy a perjódsvavas 0,005 n $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -al történő visszamérése nem pufferolt, hanem kénsavas közegben történik.

Mivel a papírkromatográfiában a meghatározható anyag mennyisége korlátozott, előnyben kell részesíteni a nagyobb érzékenységu meghatározásokat. *Hirst és Jones* hangyasavat meghatározó módszerénél az egyenértékűsúly a mólsúly negyed-része. Minden, a perjódsvavas visszamérésén nyugvó meghatározásnál az egyenértékűsúly a mólsúly tizedrésze. Tekintve, hogy a jodometriás indikáció ötször higabb mérőoldat használatakor is jobban észlelhető, mint az acidimetriás, ezért a perjódsvavas visszamérő módszerek legalább hússzor érzékenyebbek, mint *Hirst és Jonesé*. Ezért mi is ezt a nagyobb érzékenységet biztosító elvet választottuk, noha minden visszaméréses eljárás csökkenti a pontosságot.

Mivel a pufferolt közegben történő meghatározást reprodukálhatatlannak találtuk, *Adcock* előiratát követve 0,3%-os kénsavas oldatban 20 perces forró vízfürdőn reagáltattuk a szorbitnak 100–500 μg -ig terjedő tartományba eső mennyiségét. A kapott eredmények a bemért szorbit mennyiségétől függően nagy szórást mutattak (lásd 2. táblázat a) oszlopát). Hideg 0,3%-os kénsavas oldattal 2 óras szobahőmérsékleten reagáltatva hasonló nagy szórást tapasztaltunk (2. táblázat b) oszlop). Ha semleges közegben nátriumperjódáttal végzünk oxidációt 2 órán keresztül szobahőmérsékleten, akkor a visszkapott eredmény már nem függ olyan nagy mértékben a beméréstől, a 100–500 μg koncentráció tartományban a különböző bemérésekből visszkapott eredmények egymástól 2%-nál többet nem térnek el, tehát a módszer analitikai célra alkalmas. (2. táblázat c) oszlop).

Különböző szorbit mikromeghatározások eredményei a bemérés függvényében

2. táblázat

Szorbit bemérés μg -ban	a)	b)	c)
	0,3%-os kénsavas 20 perc vízfürdő	0,3%-os kénsavas 2 óra szobahőmérséklet	Semleges közeg 2 óra szobahőmérséklet
	Visszakapott eredmények %-ban		
100	94,1	115,0	95,7
200			97,2
300	102,2	104,8	97,4
500	97,2	92,6	95,5

Az *Adcock* eljárásnak ezt az utóbbi módosítását alkalmaztuk a szorbit papírkromatográfiás meghatározásának az eluálást követő szakaszában.

2. Módosított *Adcock* eljárás alkalmazása papírkromatográfiás elválasztás után Szükséges vegyszerek és eszközök:

Futtatószer: metiletilketon-jégecet-bórsavval telített víz 9:1 arányú elegye

Papír: Schleicher – Schüll 2043/b M

Előhívó-oldatok: 1. 0,5% nátriumperjódát oldat

2. 0,9 g benzidint (Merck) oldunk 50 g 50%-os metanolban, hozzáadunk 10 ml acetont és 5 ml 0,2 n sósavat

0,03% nátriumperjodát oldat
5%-os kénsav
Káliumjodid
1%-os keményítőoldat
0,005 n nátriumtioszulfát

Eljárás: A fentiekben leírt előkészítés után a leszűrt mintából mikropipet-tával annyit viszünk 1/4 ív papírra, hogy a benne levő szorbit mennyisége 100 – 500 μg között legyen. Egy mintából 4 párhuzamos felvitelt készítünk. Ugyanarra a papírra felviszünk ismert töménységű szorbit oldatot az ismeretlennel nagyságrendileg megegyező mennyiségben. Az egyes starthelyek között legalább 3,5 cm távolság legyen. A papír egyik szélére előlább fél órából felviszünk nem pontosan mért, de a mérési tartományba eső szorbit mennyiséget. A papírt henger alakúra összevarrjuk és az oldószerelleggyel 3×5 órán keresztül futtatjuk. Metiletilketon hiányában az előbb már leírt másik két elegy egyike is felhasználható. Két futtatás között a kromatogramot fél órán át szárítjuk. A harmadik futtatás és szárítás után az előhívásra futtatott szorbitot magában foglaló papíresíket a futtatás irányával párhuzamosan levágjuk. A kapott papíresíket megfelelő berendezéssel befűjük 0,5%-os nátriumperjodát oldattal. 5 perc várakozás után a benzidines előhívó reagenssel ismételjük meg a befűjást. A reagens hatására a papír megkékül, míg a szorbitot tartalmazó helyen világos folt keletkezik, amely később megsárgul. A folt magasságának és szélességének megfelelő helyet a be nem fűjt papíron egyenlő nagyságú téglalapok formájában kivágjuk úgy, hogy mind a négy irányban másfél-két cm-rel megnöveljük a kivágandó papír nagyságát biztonsági okokból, mivel az egymás mellett futtatott foltok helyzetében ilyen mértékű eltolódásra számítani lehet. A papírnak azon a helyén, ahol nem várható szénhidrát-folt megjelenés, 2 db, az előbbiekkal azonos nagyságú téglalapot vágunk ki, melyek a vak-értékeket fogják adni. Ezután a kivágott papír-téglalapokat kétszer, lazán összehajtjuk és mindegyiket külön-külön 50 ml-es főzőpohárba helyezzük. A papírdarabokat négy részletben összesen 20 – 25 ml vízzel eluáljuk és az egyes részleteket 50 ml-es Erlenmeyer-lombikba öntjük. Hozzáadunk 10,00 ml 0,03%-os nátriumperjodát oldatot és 2 órán át szobahőmérsékleten állni hagyjuk. Az idő letelte után 2 ml 5%-os kénsavat és 0,2 g káliumjodidot adunk az oldatokhoz. 2 perc várakozás után keményítő indikátor mellett 0,005 nátriumtioszulfáttal megtitráljuk az oldatokat. A vak-értékek átlagából levonva az egyes fogyásértékeket, a kapott maradékok szorozzuk az egyenértéksúllyal. 1 ml 0,005 n $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,09103 mg szorbitot mér.

Az ismert töménységű standard szorbit oldat felvitele és meghatározása azért szükséges, mert a kromatográfiás mikromeghatározás során több, az eredményt negatív irányban befolyásoló tényező szerepel, melynek nagysága 6–7%-ot is elérhet. Ilyen tényezők pl. a) a higányra kikalibrált mikropipették vizes oldatok használatakor a kalibrált értékeknél kisebb térfogatú folyadékok bocsájtanak ki magukból a folyadéknak az üveghez való adhéziója miatt. b) A futtatás közben bizonyos mértékű diffúziós veszteség lehetősége áll fenn. c) A papír adszorpciója miatt a papírból való eluálást nem mindig sikerül kvantitatívra tenni. Egy adott papíron ezek a hibák gyakorlatilag egyenlőek akár a standard, akár az ismeretlen felvitt anyagra nézve. A veszteség okozta ahéziója miatt. b) A futtatás közben valószínűleg úgy, hogy ahány százalékkal találjuk kisebbnek a leoldott standard mennyiségét a felvitthez képest, annyi százalékkal növeljük a meghatározandó ismeretlent is.

A módszer szórását meghatároztuk egyrészt kromatográfiás előkészítés nélkül úgy, hogy szorbit törzsoldatból 300 μg -nyi mennyiségeket mértünk be 50 ml-es Erlenmeyerbe és elvégeztük a meghatározást; másrészt 300 μg -nyi mennyiségeket sorra felvittünk papírra és elvégeztük a fent leírt teljes eljárást.

Az előbbi esetben 3,4 ml átlagos fogyásnál a középhiba 0,062 ml, a százalékos hiba 1,82%. Kromatográfiai futtatással együtt a középhiba 0,064 ml, a százalékos hiba 3,10%, ha a már leírt aktuális korrekciót elvégeztük.

Mind a *Maros-Schulek* eljárást, mindpedig a kromatográfiai mikromódszert kipróbáltuk különféle diabetikus készítményeknél. Az eredményeket a 3. táblázatban közöljük.

Különböző diabetikus készítmények szorbit meghatározásának eredményei

3. táblázat

Vizsgált készítmények	Szorbittartalom %-ban		Különbőség a) és b) között	A készítmények glukóz + fruktóztartalma %-ban	Százalékos különbség a két módszer eredményei között a kromatográfiai eljárásra vonatkoztatva
	a) kromatográfiai mikromódszer	b) Maros-Schulek módszer			
Csokoládé	39,0	39,7	+0,7	—	+1,8
Málnaszörp	19,7	20,0	+0,3	0,6	+1,6
Meggyzörp	20,8	22,2	+1,4	2,6	+6,7
Mandulapiskóta	22,4	22,4	0	—	0
Csokoládérolád	18,1	17,8	-0,3	—	-1,5
Citromtorta	26,0	26,5	+0,5	—	+1,9

Az eredmények azt mutatják, hogy a két módszer között a mérési hibahatáron belül nincs eltérés akkor, amikor oldható szénhidrátokat a készítmény nem tartalmaz lényeges mennyiségben. Ha a kísérő anyagok között nincsen vízben oldható szénhidrát, akkor az aránylag egyszerű és gyors Maros-Schulek módszert használjuk; cukrok jelenlétében (1%-on felül) a papírkromatográfiai elválasztáson nyugvó mikromódszert. A diabetikus gyümölcszörpök 1-3% cukrot tartalmaznak, a diabetikus befőttek még ennél is többet, tehát ezekben az esetekben a *Maros-Schulek* módszer a meghatározás szórásán túlmenően nagyobb eredményeket ad. Ilyen készítményeknél célszerű a papírkromatográfiai módszert használni annak ellenére, hogy a kivitelezése nehezebb és jóval több időt vesz igénybe. Végül köszönetemet fejezem ki dr. Lindner Károly igazgatóhelyettesnek, aki értékes tanácsaival segített a munkám elvégzésében.

I R O D A L O M

- (1) *Beythien, A.*: Laboratoriumsbuch für den Lebensmittelchemiker. 6. Auflage. Verlag von Theodor Steinkopf, Dresden und Leipzig. 430, 1951.
- (2) *Vollaire-Salva, J., Chaveron, H.*: Ann. Fals. Exp. Chim. 656, 262, 1963.
- (3) *Mázor L.*: Szerveskémiiai analízis, III. Műszaki Könyvkiadó Bp. 133, 1963.
- (4) *Maros L., Schulek E.*: Magyar Kémiai Folyóirat 65, 361, 1959.
- (5) *Parikh, S. N.*: Current Science 23, 53, 1954.
- (6) *Waldi, D., Munter, F.*: Naturwiss. 49, 393, 1962.
- (7) *Wassermann, L., Hanus, H.*: Naturwiss. 50, 351, 1963.
- (8) *Rees, W. R., Reynolds, T.*: Nature, 181, 767, 1958.
- (9) *Bourne, E. J., Lees, E. M., Weigl, H.*: J. Chromat. 11, 2, 1963.
- (10) *Täufel, K., Müller, K.*: U. Z. L. 106, 123, 1957.
- (11) *Hais, I. M., Macek, K.*: Handbuch der Papierchromatographie. VEB. Gustav Fischer Verlag, Jena, Band I. 290, 1953.
- (12) *Adcock, L. H.*: Analyst. 82, 427, 1957.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОРБИТА В ДИАБЕТИЧЕСКИХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Э. Дворшак

Для определения содержания сорбита в диабетических пищевых продуктах можно применить 2 метода. Метод Мароша—Шулека, основанный на окислении образованного формальдегида периодистой кислотой, можно применить только в присутствии водонерастворимых углеводов. В присутствии водорастворимых углеводов автор предлагает бумажнохроматографическое разделение раствором соедержащим борную кислоту. Сорбит разделенный на бумаге элюируется, после этого в нейтральной среде реагируется периодатом натрия и излишнее количество периодата титруется обратно тиосульфатом. Микрометодом можно определить 100—150 микрог сорбита со относительной ошибкой 3,1%.

BESTIMMUNG VON SORBIT IN DIABETISCHEN ERZEUGNISSEN

Е. Dworschak

Verfasser fand zwei Verfahren zur Bestimmung des Sorbitgehaltes von diabetischen Erzeugnissen anwendbar: Das eine, auf Bestimmung des gebildeten Formaldehyds beruhende Oxidationsverfahren mit Perjodsäure nach *Maros-Schulek* kann nur in Anwesenheit von wasserunlöslichen Kohlenhydraten angewendet werden. Sind wasserlösliche Kohlenhydrate zugegen, empfiehlt der Verfasser eine papierchromatographische Trennung mit einem borsäurehaltigem Lösungsmittelgemisch. Das auf dem Papier getrennte Sorbit lässt er nach Eluierung bei neutraler Reaktion mit Natriumperjodat reagieren und titriert den Überschuss des Perjodats mit Thiosulfat zurück. Vermittels dieser Mikromethode können 100—500 μg Sorbit mit einem relativen Fehler von 3—10% bestimmt werden.

DETERMINATION OF SORBITOL IN DIABETIC PREPARATIONS

Е. Dworschák

According to the author, two methods proved to be suitable for the determination of the content of sorbitol in diabetic preparations. One of these, that suggested by Maros and Schulek, based on oxidation by periodic acid, can only be carried out in the presence of carbohydrates insoluble in water. In the presence of carbohydrates soluble in water, separation by paper chromatography is suggested by the author, with the aid of a solvent mixture which contains boric acid. Sorbitol separated on the paper is eluted, allowed to react in a neutral medium with sodium periodate, and excess periodate measured by back titration with thiosulphate. By this micromethod, sorbitol amounts of 100 to 500 μg can be determined with a relative error of 3.10%.

DOSAGE DE LA SORBITE DANS DES PRÉPARATIONS DIABÉTIQUES

Е. Dworschak

L'auteur a trouvé deux méthodes applicables au dosage de la teneur en sorbite des préparations diabétiques. L'une, la méthode de *Maros-Schulek*, avec laquelle on dose la formaldéhyde dégagée par oxydation avec du periodate peut servir seulement en présence de hydrates de carbone insolubles à l'eau. En présence de hydrates de carbone solubles à l'eau l'auteur préconise un procédé avec séparation par chromatographie sur papier avec un solvant contenant de l'acide borique. Il fait reagir la sorbite séparée sur le papier, après éluation, avec du periodate de sodium en milieu neutre et détermine le superflu du periodate avec du thiosulfate. Cette microméthode permet le dosage de 100 à 500 mg de sorbite avec une erreur relative de 3,1% près.