

Élelmiszerek zsírtartalmának meghatározására szolgáló egyszerű módszer

LINDNER ELEK

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Érkezett: 1959. augusztus 22.

Az élelmiszerek zsírtartalmának ismerete rendszerint egyik leglényesebb adat azok értékmegállapításánál. Ennek tudható be, hogy meghatározására számos gyakorlati módszert dolgoztak ki, s ezek mindegyike magán viseli annak a törekvésnek a jellegét, hogy a kívánt célnak megfelelő pontosságú értéket szolgáltasson, valamint, hogy ennek elérése mellett a lehető legegyszerűbben, leggyakorlatiasabban, legkönnyebben végrehajtható legyen.

Elméleti alapfogalmak

A módszerek általános elvük szerint kétféle utat követnek. Az egyik az, hogy az egyéb szerves anyag elroncsolása után térfogatosan, a másik az, hogy a zsírt roncsolás után, vagy anélkül is, alkalmas oldószerekkel a nemzsír anyagok mellől kioldva az oldat fizikai (optikai, sűrűségi) tulajdonságaiból vagy az oldószer elpárologtatása után súly szerinti méréssel határozza meg a zsír mennyiségét.

Az első kategóriába tartozik többek között a *Van Gulik* (1), a *Gerber* (1), a *Köhler* (1) és a *Roeder* (2) féle módszer, amelyek mindegyike tej, tejtermékek, húskészítmények rutinvizsgálatánál igen jó használhatósággal és elterjedten alkalmazást nyert és jelenleg is alkalmazásban van. Ezek lényege egy megfelelő alakú és kalibrált toldalékkal ellátott üvegedényke, amely a bemért anyag roncsolását és centrifugálás után a zsír mennyiségi meghatározását %-okban közvetlenül lehetővé teszi.

Az oldószeres megoldásokra vonatkozóan tett és alkalmazott módszereknek se szeri, se száma. Általában vízzel nem, vagy nem tetszés szerinti mértékben elegyedő nyílt láncú vagy gyűrűs szerkezetű, közönséges hőmérsékleten folyékony halmazállapotú szénhidrogének, illetve azok származékai szerepelnek zsíroló fázisként.

A közvetlen extraháláson alapuló eljárásnál kétségtelenül nagyobb pontosságúak azok a módszerek, amelyek roncsolással, a formai szerkezet feltárásával egybekötötték, mert ennek hiányában egyes teljesen körülzárt vagy egyébként „védett” zsírrészecskék az oldószerek számára teljesen hozzáférhetetlenek maradnának. A Weibull—Stoldt-féle „universal” módszer (3), úgyszintén a *Röse—Gottlieb* módszer (3), melyek alkalmazása elsősorban tej és tejtermékek esetére ajánlott, roncsolás, illetve alkalikus oldás útján biztosítja a zsírrészecskék felszabadítását. A *Röse—Gottlieb* módszernél a zsírolószerek kombinációja mellett az etilalkoholnak is fontos szerep jut. Ennek jelentőségét a zsírmeghatározásoknál egyébként *Grossfeld* (4) is felismerte, aki több ismertetett eljárásánál alkalmazta. Az etilalkohol előnyös szerepe a zsírrészecskék feloldásánál nem véletlen és indokolatlan jelenség.

A zsírrészecskék az élelmiszerekben többnyire vagy szilárd alkatrészekhez tapadva — sokszor zárványokként —, vagy folyékony fázisban a víztől

részben lipofil, részben hidrofil burokkal elszigetelt lebegő állapotban vannak jelen. Utóbbi esetben a szigetelő réteg megbontása felszabadítja ugyan a zsírrészecskéket, az oldószer hozzáférhetőségét azonban nagymértékben befolyásolja az a körülmény, hogy az alkalmazott oldószerek úgyszólván mindegyike vízzel nem elegyedő, a vízzel szemben nagy határfelületi feszültséggel bíró anyag, amelyeknek zsíroidási esélyei víz jelenlétében emiatt igen kedvezőtlenek és nagy mértékben mind a zsírnak, mind az oldószernak a vízben való diszpergáltsága mértékétől függők. S minthogy valamely a diszperziót elősegítő anyag alkalmazása az egyes fázisok szétválását akadályozná, vagy legalább is nehezítené, ilyenek igénybevételét kerülni kell, a diszperziót pedig huzamos és erőyes rázogatással kell fenntartani a teljes kioldás biztosítása céljából. Lényegesen jobb a helyzet, ha a hidrofob tulajdonság gátló hatása egyszerűen a víz kiküszöbölése folytán nem tud jelentkezni. Ekkor a lipofil oldószernak a hidrofob zsírrészecskékhez való hozzáférése elé akadály már nem gördül, feltéve, hogy az egyéb körülvevő anyagok megfelelő eltávolításáról is előzőleg kellő gondoskodás történt. A legtöbbször negatív értékeket felvevő határfelületi feszültség ilyenkor a zsírrészecskék egymásközötti, valamint az oldószerral való egyesülését nagy mértékben elősegíti és gyorsítja. Ez az útja a már említett *Weibull—Stoldt* (3) módszernek.

A kívánt cél kétségtelenül megközelíthető a hidrofob tulajdonság csökkentése útján is. Ez a csökkentés elérhető a határfelületi feszültség csökkentése révén, s ez a helyzet áll fenn akkor, amikor etilalkohol van a vizes fázisban. Minél nagyobb arányban tartalmaz a víz etilalkoholt, annál inkább csökken a használatos oldószerekkel szemben fellépő határfelületi feszültség, s ahová az alkohol be tudott hatolni az anyag belsejében, oda könnyű szerrel bejut az oldószer is.

Itt tulajdonképpen teljes hasonlóság áll fenn a mosási eljárásoknál mutatkozó problémákkal. Ott is a hidrofob szennyrögök (ezek nagyobb részét ugyancsak zsírszerű anyagok tapasztják a textilszálakhoz) eltávolítása a feladat, gondoskodva arról, hogy az eltávolított szenny újból vissza ne kerülhessen a textilszálakra. Ezt a két feladatot a mosószereknél kétféle anyagból álló rendszer látja el (akkor is, ha ez a fizikailag kétféle anyag egy és ugyanazon anyag oldása útján keletkezik pl. szappan esetében a hidrolizált szappan és a micellák), az egyik anyag mint felületaktív anyag a szenny vagy zsírtest leválasztását végzi, a másik, mint nagyobb konglomeratumokból álló kolloid, a leválasztott szennyet megához rögzíti.

Az oldószeres zsírmeghatározási módszereknél ezt a két feladatot az oldószer egymaga látja el.

Az aktivitásnak főfeltétele minden esetben a határfelületi feszültség lehető legnagyobb mérvű csökkentése. Ez vonatkozik mindazon anyagokra, amelyek az oldáskor keletkezett rendszerben szerepelnek.

Még egy tulajdonsága van az etilalkoholnak, amely a zsírmeghatározásoknál való alkalmazáskor nagy előnyt jelent, ez pedig nem egyéb, mint etilalkoholnak közismert hidrátképző hajlama, amelynél fogva bizonyos koncentráción felül a vizsgálati anyag minden részéből igyekszik a vizet elvonni, s csekély felületi feszültsége lehetővé teszi, hogy aránylag gyorsan behatoljon az anyag belsejébe, s egyesüljön az ott fellelhető vízzel. Az etilalkoholnak ez a viszonylag igen gyors behatolása az anyagba teljesen analog a mosószerek „nedvesítő” funkciójával, s ez is egyik lényeges feltétele az oldás aktivitásának.

Az etilalkohol hidrátképző tulajdonságának előnye még egy szempontból is fontos, nevezetesen ennek köszönhető, hogy hidrofob oldószeres elegyekből vízzel könnyen és tökéletesen eltávolítható.

A vizsgálati anyag feltárása, elbontása, roncsolása vagy ásványi savak, vagy alkali-hidroxidok alkalmazásával történik, s ebből a szempontból előnyös az etilalkoholnak az a tulajdonsága, hogy benne tömény ásványi savak is, alkali-hidroxidok is könnyen oldódnak, s így az etilalkohol segítségével a „nedvesíthetőség” kialakulásakor ezek a hatóanyagok is eljutnak a vizsgálati anyag minden részébe.

Mindezek ismeretében kézenfekvő, hogy indokolt volt keresni és kellett találni olyan módszert, amely az előnyök biztosítása mellett ki tudja elégíteni az egyszerűsége és ha lehetséges az idővel való takarékoságra vonatkozóan felállítható követelményeket, s amely egyúttal kielégítő pontosságot is tud biztosítani. A következőkben ismertetésre kerülő módszer ezeket a szempontokat igyekszik kielégíteni.

Gyakorlati kivétel

Elsősorban a vizsgálati anyag megfelelő előkészítéséről kell megfelelően gondoskodni, ami a lehetőség szerint legfinomabb elosztatásból, porításból, aprításból, szétdörzsölésből áll száradó testek, anyagok esetében, folyékony anyagoknál pedig a minél tökéletesebb homogenizálást kell biztosítani.

A zsírszecskeket körülvevő, burkoló, védő anyagok feltárására kén-savas etilalkohol szolgál, amelyet 100 térf. rész legalább 96%-os etilalkohol és 5 térf. rész tömény kénsav óvatos egyesítése útján lehet előállítani. Mindig a kénsavat kell apró részletekben az alkoholhoz csurgatni, nem pedig fordítva, mert közben jelentékeny hő szabadul fel.

A zsír oldószeréül 60—70° C forráspontú petroléter alkalmas. Az oldást legcélszerűbben 200 ml úrtartalmú, szélesszájú (20—25 mm átmérő) pontosan becsiszolt üveg dugóval ellátott jódszámlombikban végezzük.

A 10%-nál több zsírt tartalmazó anyagokból általában elegendő 5 g-ot, azon aluli zsírszegényebb anyagokból azonban 10 g-ot ajánlatos bemérni. Tapadós vagy pépes anyagokat lehet szűrőpapíron mérni, s azzal együtt összesodorva a lombikba juttatni. A súly szerinti bemérést elegendő pontosságú (0,01 g érzékenységgű) táramérlegen végezhetjük. Folyadékok (tej, fagylalt, stb.) esetében térfogatos bemérés alkalmazható. A bemért anyaghoz ezután finoman porított anyagból kétszer annyi, darabos, pépes vagy cseppfolyós anyagokból annyi ml kén-savas etilalkoholt adagolunk, mint ahány grammot, vagy ml-t mértünk az anyagból, amelyet ezt követően az alkoholban lehetőleg egyenletesen elosztatunk.

Abból a célból, hogy az alkohol teljes „nedvesítő” aktivitását kifejthesse, a teljes víztelenítést megvalósíthassa, az oldható anyagokat, köztük a zsíradék egy részét, s főként a foszfátidokat kioldhassa, továbbá, hogy a párolgás folytán bekonzentrálódó kénsav feltáró hatását érvényesíthesse, a lombikot dugó nélkül, befödetlenül 105° C-ra előmelegített szárítószekrénybe helyezjük. 10 perc eltelte után újból felrúzzuk és lehetőleg egyenlősítjük a lombik tartalmát, majd visszahelyezve további 10 percig hagyjuk a szárítószekrényben.

A szárítószekrényből kivéve a lombikot, még lehetőleg forró állapotban mintegy 10 ml etilalkoholt öntünk a feltárt anyaghoz, azután rázogatóással, vagy ha szükséges, üvegbot segítségével egyenlősítjük a lombik tartalmát. Amennyiben üvegpálcát használtunk, úgy az egyenlősítés befejeztével a

rátapadt anyagot szűrőpapírosdarabkával letöröljük, s azt is a lombikba ejtjük. Teljes lehűlés után pontosan 50 ml petrolétert pipettázunk a lombikba, majd a dugót kézzel lefogva alaposan összerázzuk az alkoholos, petroléteres keveréket. Közben a dugót egyszer-kétszer lazítjuk az esetleges túlnyomás kiegyenlítése céljából. A rázogatóást kb. fél órán át több ízben megismételjük.

Nagyon cukordús vizsgálati anyagnál előfordulhat, hogy összeállott nagyobb csomók tapadnak a lombik falához. Ilyenkor néhány ml deszt. víz hozzáadása segít.

A kioldott zsírt tartalmazó petroléteres fázisnak a teljes elkülönítésére ezután csapvízzel töltjük meg a lombikot majdnem a nyak magasságáig, s a vizes emulziós részt óvatosan felrázzuk a petroléteres réteg felső szintjéig. Eközben vigyázni kell, nehogy légbuborékok tapadjanak az emulzióhoz, mert ez esetben a petroléteres fázis tisztulása csak igen lassan történnek meg. Az emulziós rétegnek a felső szintig juttatása azt a célt szolgálja, hogy az etilalkohol a petroléteres fázisból teljes mértékben a vizes fázisba menjen át. A vizes és a petroléteres fázis szétválasztása általában gyorsan következik be. Makacsabb esetekben enyhe rázogatóásra van szükség. A petroléteres fázis fátyolossága — amennyiben ilyen mutatkoznak — rendszerint 1 órán belül eltűnik.

A megtisztult petroléteres fázisból tetszőleges, de pontosan ismert mennyiséget analitikai mérlegen pontosan lemért mérőedénykébe (pohár) pipettázunk, a petrolétert az edényből elpárologtatjuk, majd az edénykét 105 C°-os szárítószekrénybe téve 10 perc alatt a petroléternyomokat teljesen eltávolítjuk. Ezt az utóbbi műveletet voltaképpen nitrogén, vagy szénsav atmoszférában kellene végrehajtani a zsírok, olajok oxidációjának megakadályozására, azonban az élelmiszerekben leggyakrabban előforduló zsírok még teljes „száradás” bekövetkezése esetén sem vesznek fel több oxigént sulyuk 1—4% -ánál, az oxidáció pedig a fent leírt művelet alatt tapasztalat szerint ennek csak törtrészában megy végbe, úgyhogy ezt a körülményt általában figyelmen kívül lehet hagyni.

A bepárolási maradékként kapott zsírmennyiséget analitikai mérlegen mérjük, s ebből a bemért anyaghoz viszonyított zsírtartalmat a következő elgondolás alapján számítjuk ki.

A zsírok térfogata a rájuk nézve kémiailag különböző oldószerekben additívan járul az oldószer térfogatához, ennél fogva az oldáskor sem kontrakció, sem duzzadás nem lép fel. A teljesen homogén oldatban — a tömeg és térfogatviszonyok az oldat minden részében egyformák lévén — az oldott anyag tömegeinek viszonya egyenlő az ezeket oldatban tartó oldószer tömegeinek, ennek következtében az oldószertérfogatok viszonyával. Az oldás céljából beadagolt petroléter térfogata ismeretes. A kipipettázott oldatban levő petroléter térfogata a belőle lemért zsír térfogatának levonása által ugyancsak adva van, tehát ezek viszonya alapján a bemért anyagból kivont zsír mennyisége kiszámítható.

Legyen a bemért anyag tömege	= B
a hozzáadagolt petroléter térfogata	= A
a kivett aliquot rész térfogata	= a
az aliquot részből mért zsír tömege	= z
a B anyagban levő összes zsír tömege	= Zs
a zsír sűrűsége	= d

fentiek szerint tehát

$$\frac{Zs}{zs} = \frac{A}{a - \frac{zs}{d}} ; \text{ s így } Zs = \frac{A \cdot zs}{a - \frac{zs}{d}} ;$$

Figyelembe kell venni, hogy A-ból a leírt műveletek alatt átlagosan 1,0 ml veszteség keletkezik, ennél fogva A-ból ezt le kell vonni.

A zsírok sűrűsége általában 0,9 körüli, ahhoz közel álló érték, tehát $\frac{1}{d}$ helyett 1,1-et téve fenti képlet következőképpen alakul :

$$Zs = \frac{(A - 1) \cdot zs}{a - 1,1 \cdot zs} ; \text{ és százalékosan } Zs\% = \frac{(A - 1) \cdot Zs \cdot 100}{(a - 1,1 \cdot zs) \cdot B}$$

A leírt eljárás általában minden jól aprítható, szétoszlatható élelmiszer esetében alkalmazható, sőt egyéb anyagoknál is, mint pl. olajos magvaknál jó eredményt szolgáltat, ott azonban, ahol a zsírrészecskék csak igen erőlyes feltáró, roncsoló beavatkozással szabadíthatók fel, kielégítő pontosságra nem lehet számítani, (pl. szárított kazein esetében). Az elérhető pontosság a feltárás és a kioldás kifogástalan lebonyolítása mellett jórészt a kivett aliquot résznek a beadatott petrolétermennyiséghez való arányától függ. A mért zsírmennyiség mérési hibái csekélyek lehetnek ugyan, de ha az előbb említett arányszám nagy, úgy a hiba jelentékenyen sokszorozódik. Általában kielégítő pontosság érhető el, ha a kivett rész nem kisebb a bemért oldószert 1/5 részénél.

A módszer kidolgozásánál szemelőtt tartott cél, egy lehetőleg egyszerű, viszonylag rövid idő alatt elvégezhető, gyakorlatilag kielégítő pontosságú eljárás kialakítása volt, s a párhuzamosan az „Universal” módszerrel végzett ellenőrző vizsgálatok igazolták, hogy ezekhez viszonyítva a nyert eredmények a zsírra vonatkoztatott 0,5%-nál nagyobb eltérést nem mutattak.

Mint rutinvizsgálati módszer azokon az analitikai területeken hivatott szerephez jutni, amelyekben az egyszerűbb és gyorsabb centrifugális módszerek nem alkalmazhatók kellő sikerrel.

IRODALOM :

- (1) *Ketting F.* : Tej, tejtermékek és fontosabb segédanyagok vizsgálata.
- (2) *Vuk M.* és *Sándor Z.* : Élelmiszorchemia. Budapest, 1934.
- (3) *Bömer A., Juckenack A., Tillmans J.* : Handbuch der Lebensmittelchemie, II. kötet. Berlin 1935. J. Springer; továbbá: Kaufmann H. P. : Analyse der Fette und Fettprodukte. L. még: *Stoldt W.* : Deutsche Lebensmittelrundschaу, 45, 41, (1949); ugyanitt : 47, 1 (1951); Fette und Seifen, 54, 206 (1952); Milchwiss, 6, 152 (1951).
- (4) *Grossfeld, I.* : Z. L. U. F. 49, 313, 1925; továbbá : Z. L. U. F. 323, 1942.

ПРОСТОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ЖИРОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ.

Э. Линднер.

Исследуемый материал тонко измельченный или же распределенный другими методами реагируется с 1—2 кратного количества спиртовой серной кислоты в 200 мл-овой колбе (примененной для определения йодного числа) при 105° С. После повторного разбавления со спиртом и полного охлаждения добавляется петрольный эфир точно взвешенного количества.

В течении пол часа при частном взбалтывании жир растворяется. После окончательного осаждения нерастворимых частей в колбу вносится вода почти до горла колбы, спирт растворенный в петрольном эфире экстрагируется осторожным взбалтыванием, а после полного разделения и очистки слоев из верхнего слоя выбирается любая часть, из этой части петрольный эфир испаряется и полученный жир взвешивается на аналитических весах.

На основе полученного жира из части петроль-эфирного слоя учитывая также потери раствора ввиду испарения петрольного эфира при 20° C, процентное содержание жира определяется следующей формулой.

$$\text{Жир в \% -ax} = \frac{(\text{объем петрольного эфира} - I) \times \text{вес жира} \times 100}{(\text{выбранная часть объема} - I \cdot I \times \text{весжира}) \times \text{навеска.}}$$

EINE EINFACHE METHODE ZUR BESTIMMUNG DES FETTGEHALTES VON NAHRUNGSMITTELN

E. Lindner

Es wird die feinverteilte Einwaage in einem 200 ml fassendem Jodzahlkolben mit einer entsprechenden Menge des (1 bis 2 fachen Volumens in ml der Einwaage in g) alkoholischer Schwefesäure bei 105° C behandelt. Darnach wird mit Alkohol verdünnt und nach völligem Abkühlen mit einem genau bekanntem Volumen Normalpetroläther versetzt.

Das Lösen des Fettes wird durch wiederholtes Schütteln und Stehenlassen während einer halben Stunde durchgeführt. Nach Absitzen der nichtlöslichen Teile wird Leitungswasser — bis fast an den Kolbenhals — zugesetzt, der Alkohol durch gelindes Schütteln der Fettlösung entzogen und nach völliger Trennung der Schichten ein aliquoter Teil aus der oberen Schichte entnommen. Nach Verdunsten des Lösungsmittels wird das Fett gewogen.

Durch Berücksichtigung des Fettvolumens im aliquoten Teil, sowie des Lösungsmittelverlustes durch den Partialdruck bei 20° C, werden die Fettprocente durch folgende Rechnung erhalten :

$$\text{Fett \%} = \frac{(\text{Petroläthervol.} - 1) \times \text{Fett} \times 100}{(\text{Aliquotvol.} - 1,1 \times \text{Fett}) \times \text{Einwaage};}$$

SIMPLE METHOD FOR THE DETERMINATION OF FAT CONTENT IN FOODS

E. Lindner

The finely pulverized or otherwise disintegrated test substance is processed in a 200 ml iodine number flask at 105° C with an equal to double volume of ethanolic sulphuric acid. On diluting with ethanol and cooling, known volume of petroleum ether is added and fat extracted by allowing the liquid to stand for half an hour, under repeated shakings. After complete sedimentation of insoluble part, the flask is diluted with tap water nearly up to its neck, ethanol dissolved by the petroleum ether phase is removed by cautious decanting. After the complete separation and clearing

up of the layers, an aliquot portion of the upper layer is taken. On evaporating petroleum ether, the fat content of this sample is weighed in an analytical balance.

The percentage of fat content is calculated by the formula

$$\text{Fat, \%} = \frac{(\text{volume of petroleum ether} - 1) \cdot \text{fat} \cdot 100}{(\text{aliquot} - 1,1 \cdot \text{fat}) \cdot \text{weighed sample}}$$

where fat = the fat actually weighed after evaporation. On evolving formula, the volume of fat contained by the aliquot sample and the solvent loss due to the partial vapour tension of petroleum ether at 20° C were considered.

MÉTHODE SIMPLE POUR DOSER LA TENEUR EN GRAISSE DES MATIÈRES ALIMENTAIRES

E. Lindner

L'on traite à 105° C la matière à examiner finement pulvérisée ou autrement dispersée avec 1 ou 2-fois autant d'acide sulfurique alcoolisé dans un flacon à 200 ml servant pour déterminer le chiffre à l'iode. Après une nouvelle dilution à l'alcool et refroidissement complet l'on y ajoute une quantité connue précisément d'éther à pétrole.

En ajoutant fréquemment pendant une demi-heure l'on dissout la graisse. Après la déposition complète des parties insolubles l'on ajoute dans le flacon de l'eau de conduite presque jusqu'au cou, l'on extrait l'alcool de la solution à éther de pétrole en balançant légèrement, puis après la séparation et l'épuration complète des couches l'on prélève une partie quelconque de la couche supérieure et l'on pèse la graisse après évaporation de l'éther à pétrole.

En tenant compte du volume de la graisse présent dans la partie prélevée et de la perte du solvant survenue par suite de la tension partielle à 20° C de la vapeur de l'éther à pétrole l'on obtient la teneur en graisse en pour cent à l'aide de l'équation.

$$\text{graisse \%} = \frac{(\text{vol. de l'éther à pétrole} - 1 \times \text{graisse pesée}) \times 100}{(\text{vol. prélevé} - 1,1 \times \text{graisse pesée}) \times \text{poids de l'échantillon}}$$