

Použitie plynovej chromatografie pri stanovení vône sublimačne sušenej zeleniny a ovocia

B. BEHŮŇ, J. HRIVŇÁK

V súčasnej dobe je kvalitná potravina charakterizovaná nielen biologickou (nutričnou) hodnotou ale aj prirodzenou farbou, dobrou chuťnosťou a typickou vôňou.

Aromatické látky potravinárskych produktov sa v posledných rokoch stali stredobodom výskumných prác. (1, 2, 3, 5).

Všetky doteraz známe konzervačné technologické procesy viac alebo menej spôsobujú straty na nutričnej hodnote, chuťnosti, farbe a aróme.

V tejto práci by sme sa chceli zaoberať práve problémom aromatických látok v rastlinných produktoch.

Ukázalo sa, že vôňa potraviny je základným parametrom pri posudzovaní kvality výrobku. Ďalej sledovanie vône účinne pomáha pri riešení mnohých dôležitých problémov potravinárskeho priemyslu, ako napr. pri sledovaní zmien odohrávajúcich sa počas technologických úprav, pri dozrievaní, pri overovaní totožnosti produktov, balenia atď.

Je to práve plynová chromatografia, ktorá našla v posledných rokoch široké uplatnenie pri skúmaní látok tvoriacich vôňu potravinárskych produktov, ovocia a zeleniny (6, 7, 8, 9).

Plynová chromatografia je separačná analytická metóda, ktorá je veľmi citlivá i na stopové koncentrácie. Umožňuje analýzu bez rozkladu, čoho sa využíva hlavne pri identifikácii látok (po rozdelení vône kolónou na jednotlivé zložky) pomocou infračervenej alebo hmotovej spektrofotometrie (4).

Úspech pri štúdiu zloženia prchavých vonných látok v potravinách ako v ovoci často závisí od metódy použitej pri zakoncentrovaní resp. extrakcii vzorky. Priama extrakcia sa málokedy používa, pretože neprchavé sprievodné látky prítomné v extrakte môžu prekážať pri ďalšom spracovaní vzorky. Prvou požiadavkou extrakčnej techniky je poskytnutie maximálneho výťažku vonných látok. Koncentrát musí plne reprezentovať pôvodnú vôňu a musí byť vhodný pre analýzu plynovou chromatografiou.

V krátkosti uvedieme aspoň niektoré postupy používané pri získavaní koncentráту z ovocia. (10.)

1. Destilácia

Šťava získaná lisovaním (300–500 kg/cm²) sa destiluje za vákua (30 mm Hg)

a prebubláva dusíkom. Metóda vyžaduje pomerne zložité zariadenie a niekedy i dvojnásobnú destiláciu alebo rektifikáciu. Okrem toho boli často pozorované straty na veľmi prchavých zložkách tvoriacich vôňu.

2. Vymrazovanie

Vylisovaná šťava sa postupne vymrazuje v banke (5 l) ponorenej do chladiaceho kúpeľa (-10°C). Pri pomalom miešaní vzniká na stenách banky ľad vo forme čistej sklovitej hmoty. Vymrazovanie je skončené, akonáhle sa začína ľad zafarbovať. Vonné látky sú pri tejto metóde udržiavané pri 0°C , takže termicky stabilné zlúčeniny sa neporušia a tiež nehrozí nebezpečie strát veľmi prchavých zložiek. Stupeň zakoncentrovania je cca 1:10.

3. Extrakcia

Koncentráty získané niektorou z predchádzajúcich metód sa nasýtia síranom amónnym a za miešania sa extrahujú etylchloridom kontinuálnou extrakciou. Výťažok koncentráту sa mení podľa druhu plodiny: z 20 kg čerstvých paradajok sa získa okolo 0,25 ml a z rovnakého množstva jahôd asi 1,0 ml koncentráту.

Z predchádzajúceho vidieť, že získavanie koncentráту je pomerne zložité a zdĺhavé. Pre analýzu plynovou chromatografiou však nie je potrebné vždy zakoncentrovať aromatické látky, najmä v prípade, keď jednotlivé zložky už boli identifikované a ide len o analytické stanovenie resp. relatívne sledovanie zmien vzájomného zastúpenia. Použitie veľmi citlivých detektorov umožňuje minimálne dávkovanie vzorky, čo sa využíva pri stanovení vonných látok priamo v ovzduší nad vzorkou. V potravinárskej praxi sa táto metóda veľmi často používa, lebo umožňuje stanovenie i tých najprchavejších látok. Metóda je rýchla, jednoduchá a najcitlivejšia pre látky s najnižším bodom varu. Preto jej použitie má význam pri sledovaní takých procesov, kde sú najväčším zmenám vystavované najprchavejšie látky.

V práci sme overili možnosť použitia tejto metódy pri stanovení prchavých vonných látok v sublimačne sušenom materiáli.

Materiál a metodiky

Ako pokusný materiál sme použili jahody — sorta Brandenburg, maliny — sorta Fruská 1, zo zeleniny petržlen — sorta — Stupický dlhý (len vňať), kôpor, cesnak, cibuľa, chren a huby — masláky.

Pred sublimačným sušením, ktoré bolo vedené tak, aby teplota povrchu materiálu neprekročila $+40^{\circ}\text{C}$ boli zmrazené jahody, maliny, huby, pomletý cesnak a postrúhaný chren pri teplote -30°C . Ostatné vzorky boli samozmrazované v sublimačnej komore. Po sušení boli vzorky vložené do sklenených buniek so zvláštnym uzáverom a pred chromatografickým stanovením boli upravené na pôvodnú vlhkosť, t. j. ako v čerstvom stave.

Analytický postup

Do banky o obsahu 50 ml so špeciálnym uzáverom — pozri obr. 1 — sme



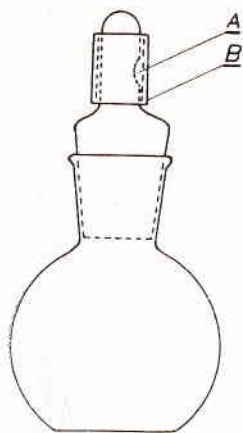
Bratislava od Dunaja — večer

Foto: E. K. Balon



Budova Ústredného výskumného ústavu potravinárskeho priemyslu

Foto: E. Jurčovičová

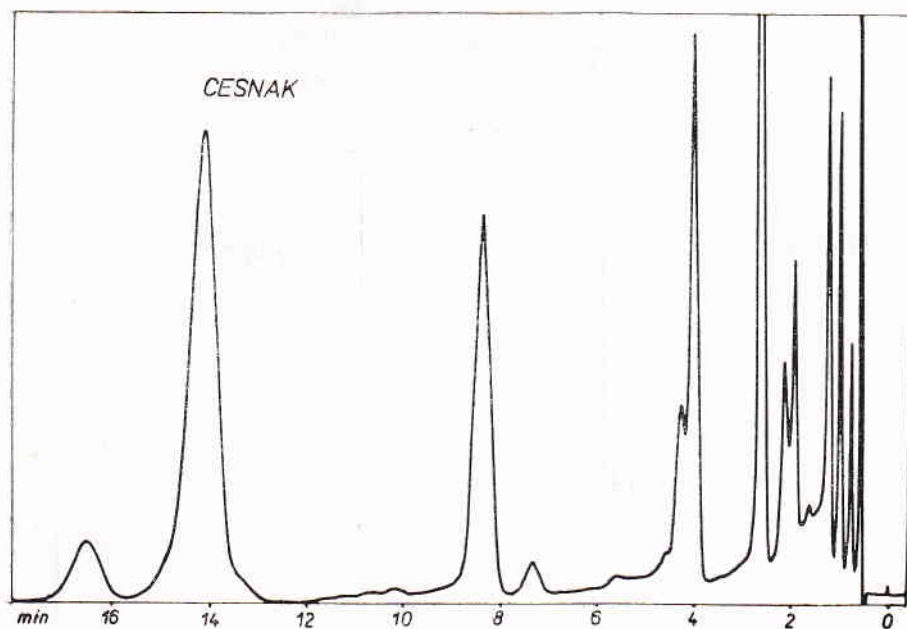


Obr. 1.

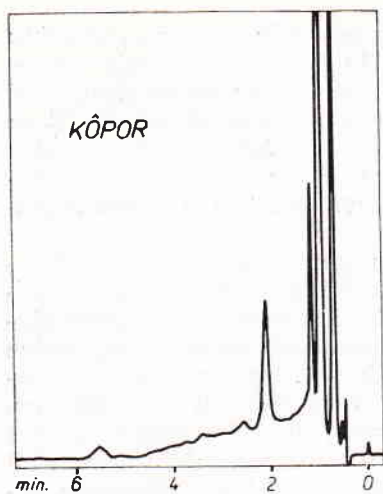
parením rozpúšťadla v prítomnosti nosiča. Kolónu sme plnili vibračne a pred použitím kondicionovali 48 hodín pri teplote 120 °C a prietoku dusíka 85 ml za minútu. Teplota kolóny pri chromatografovaní bola 88 °C a prietok dusíka 40 ml/min.

navážili také množstvo sublimačne sušeného produktu a vody, aby zodpovedalo 15 g čerstvého ovocia a zeleniny. Obsah v banke sme intenzívne pretrepávali 2 až 3 min. Banku sme 10 min. temperovali pri 35 °C za občasného premiešavania a odvzdušnenia. Z priestoru nad vzorkou sme odobrali 1 ml pár tuberkulínovou striekačkou opatrenou teflónovým piestom a chromatografovali.

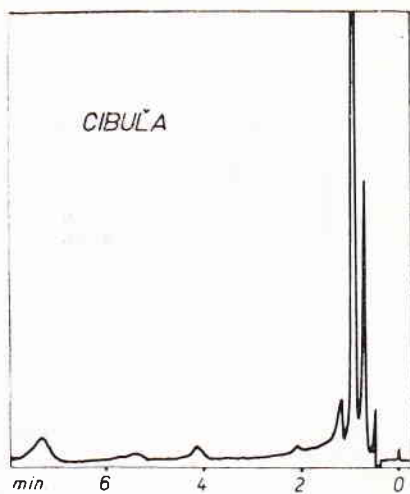
Plynovú chromatografiu sme robili na prístroji Fractovap mod. C (Carlo Erba, Miláno), za použitia plamenného ionizačného detektora a dusíka, ako nosného plynu. Vzorku sme chromatografovali na sklenenej kolóne o dĺžke 1,6 m a priemere k mm. Kolónu sme plnili silanizovaným chemosorbom W o zrnitosti 0,20–0,25 mm, impregnovaným 10 % (hmot.) di – 2 – etylhexylesteru kyseliny sebakovej (Octoil S). Impregnáciu sme robili rozpustením zakotvenej fázy v acetóne a vákuovým od-



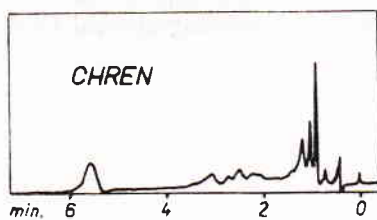
Obr. 2.



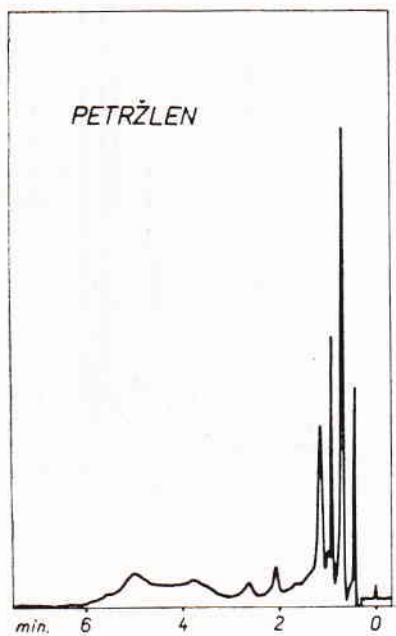
Obr. 3.



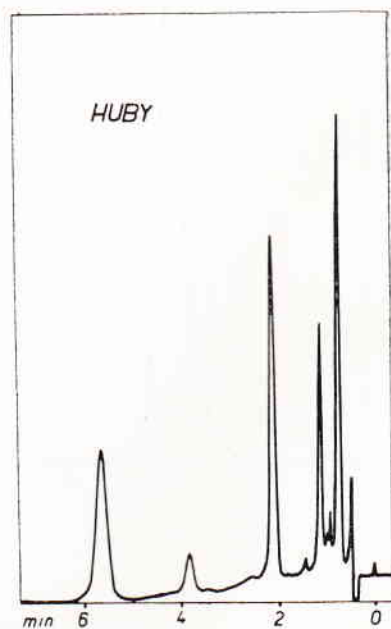
Obr. 4.



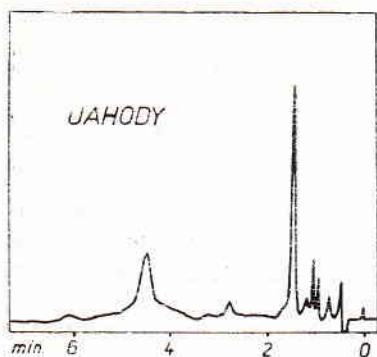
Obr. 5.



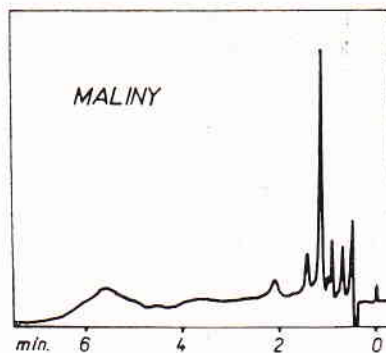
Obr. 6.



Obr. 7.



Obr. 8.



Obr. 9.

V ý s l e d k y

Pomocou plynovej chromatografie sme získali určité údaje o tom, ako sú zastúpené prchavé aromatické látky pri teplote do 40 °C a súčasne sme si overili možnosti stanovovania aromatických látok v sublimačne sušenom materiáli. Jednotlivé chromatografické záznamy sú uvedené na obr. 2–9.

Z takto získaných výsledkov možno vidieť, že najvyšší obsah prchavých aromatických látok obsahuje cesnak a huby, o niečo menej kôpor a petržlenová vňať a nakoniec maliny, jahody, chren a cibuľa.

S ú h r n

Bola odskúšaná a overená metóda rýchleho stanovenia prchavých aromatických látok v sublimačne sušenom ovocí a zelniny bez komplikovanej a náročnej prípravy vzorky k analýze pomocou plynovej chromatografie. Boli urobené chromatografické záznamy aromatických látok pre jahody, maliny, petržlenovu vňať, kôpor, cesnak, cibuľu, chren a huby.

L i t e r a t ú r a

1. Datta P. R., a spol., Use of Gas Chromatography to identify geographical origin of some spices. Food Technol. 16, 116–119, 1962.
2. Komenščikova S. V., Mochnačev I. G., Kovtunov V. S. a Kuzmin M. P., Ispolzovaniye gazovoj chromatografii pri isledovanii aromata piščevykh produktov. Konzervnaja i ovoščesušilnaja promyšlennost', č. 6, 30, 1964.
3. Teraniski R. a spol., Role of Gas Chromatography in aroma research. Proc. Amer. Soc. Brew, Chem., 52–57, 1963.

4. Mc Fadden W. H., Teraniski R., Fast — scan mass spectrometry with capillary Gas — liquid Chromatography in investigation of fruit volatiles. *Nature*, 200, č. 4904, 329, 1963.
5. Golovnja R. V., Mironov G. A., Sokolov S. D., *Chimija zapacha piščevych produktov. Uspechi Chim.* 33, 816, 1964.
6. Mehrlitz A., Gierschner K., Gas Chromatographic analysis of aromatic substances in fruits. *Riechstoffe u. Aromen*, 13, 230, 1963.
7. Nawar W. W., Fagerson I. S., Direct Gas Chromatographic analysis as an objective method for flavour measurement. *Food Technol.* 16, č. 11, 107—109, 1962.
8. Поповский В. Г., а spol., *Opredelenije nizko-kipjaščich aromatičeskich veščestv fruktov metodom gazožitkostnoj chromatografii Konzervnaja i ovoščesušilnaja promyšlenost*, č. 6, 35, 1964.
9. Rhoades J. W., Millar J. D., Gas Chromatographic method for comparative analysis of fruit flavours, *J. Agr. Food Chem.*, 13, 5, 1965.
10. *Recent Advances in Food Science*, Butterworths, London, 1963.

Применение газовой хроматографии при определении запаха сублимативно сушеных овощей и фруктов

Резюме

Был испробован и проверен метод быстрого определения летучих ароматических веществ в сублимативно сушеных овощах и фруктах, без сложного и требовательного приготовления испытательного образца, для анализа, при помощи газовой хроматографии. Были сделаны хроматографические записи ароматических веществ клубники, малины, ботвы, петрушки, укропа, чеснока, лука, хрена и грибов.

Application de la chromatographie gazeuse à la détermination de l'arôme des fruits et des légumes lyophilisés

Résumé

La méthode a été examinée et certifiée de la détermination rapide des matériaux aromatiques volatils des fruits et des légumes lyophilisés sans une préparation compliquée et exigeante de la prise à l'analyse par l'aide de la chromatographie gazeuse. Les échantillons chromatographiques ont été prises de matériaux aromatiques pour des fraises, des framboises, du persil, d'anet, d'ail, d'oignon, du raifort et des champignons.