

Szaloncukrok víztartalmának meghatározása acetilkloridos módszerrel

LÓRÁNT BÉLA és POLLÁK LÁSZLÓNÉ

Bpest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete.

Érkezett: 1963. március 14.

Az édesipari termékeknek tekintélyes hányadát jelentik az ún. puha cukorfeleségek (fondán), ezen belül pedig főképpen a szaloncukor fajták. Mennyiségük főleg az őszi időszakban nő meg, mivel a legnagyobb mennyiségben karácsony előtt kerülnek forgalomba. A kereskedelem által igényelt tételek oly nagyok, hogy a rendelkezésre álló rövid idő alatt az ipar nem tudja legyártani, és ezért jóformán az egész őszi évadot felhasználják az előgyártásra. Ennek hátránya, hogy a szaloncukrot viszonylag hosszú ideig kell tárolni, közben állaga hátrányosan megváltozhat a víztartalom csökkenése következtében.

A technológiai előírások szerint ugyanis a készárúnak 8–10% vizet kell tartalmaznia. Ily módon elérhető, hogy a gyártás során előállított túltelített cukoroldatból kiváló aprózemű cukorkristályok a mellettük megmaradó telített oldattal, valamint a befejezésül alkalmazott védőkristályosítás útján (kandirozás) nyert védőréteggel együtt olyan szemeket alkotnak, amelyek ráharapásra a szájban könnyen szétomlanak. A cukorszemek víztartalma tehát lényegesen befolyásolja a készáru minőségét és ezért a víztartalom ellenőrzése a minőségellenőrzés egyik főfeladata.

A víztartalmat az édesipari gyári laboratóriumok és az állami minőségvizsgáló intézetek vagy szárítással, vagy pedig a xilolos – aseptrop desztilláción alapuló – módszerrel határozzák meg. Mindkét eljárásnak az a hátránya, hogy a beméréstől számítva csak hosszabb idő múlva szolgáltat eredményt. Előző vizsgálataink során olajok és zsírok víztartalmának a meghatározására sikerrel alkalmaztuk a Smith és Bryant által közölt acetilkloridos módszert, amelynek a pontosságán kívül nagy előnye az aránylag rövid vizsgálati idő, ezért felmerült az a gondolat, nem lenne-e alkalmas ez a módszer szaloncukrok víztartalmának a meghatározására is. Kísérleteink eredményesek voltak, erről az alábbiakban számolunk be:

Az acetilkloridos módszer alkalmazhatóságának a megállapítására egybevetettük a különböző víztartalom meghatározási módszerekkel nyert eredményeket. A következő módszereket alkalmaztuk:

1. A *Smith és Bryant* módszer ismertetésétől eltekintünk, csak az irodalomra hivatkozunk (1, 2, 3).

2. A víztartalmat szárítással is meghatároztuk. E módszernél a szaloncukor a víztartalmát meglehetősen nehezen veszíti el, a súlyállandóságig való szárítás több órán át tart. A folyamatot meggyorsíthatjuk oly módon, hogy száraz homokkal összedörzsölve növeljük a felületet, vagy pedig abszolút alkohol hozzáadásával elősegítjük a víz párolgását. Mi az utóbbi megoldást alkalmaztuk ellenőrző vizsgálatként, mert Intézetünkben is ezt a módszert használják és jó eredményeket ad.

3. A xilolos desztilláción alapuló víztartalom meghatározási módszert az irodalmi előírásoknak megfelelően végeztük el. (4).

Első lépésben arról kívántunk meggyőződni, hogy az acetilkloridos módszer egyáltalán alkalmas-e szaloncukor víztartalmának a meghatározására. Ezért néhány tájékoztató vizsgálatot végeztünk, párhuzamosan alkalmazva a szárítási és az acetilkloridos, illetve egy esetben a xilolos módszert. Az első kettőnél a cukormintákat analitikai mérlegen mértük le, bár – főként a szárítási mód-

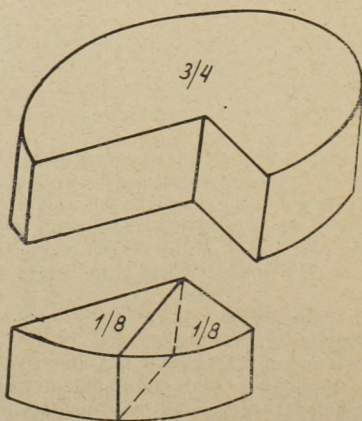
szernél – elegendő lett volna cg pontosság is, így azonban a módszer hibáinak megítéléséhez pontosabb kiindulási alapot nyertünk. Eredményeinkből, amelyeket az 1. táblázatban foglaltunk össze, az alábbi következtetéseket vonhatjuk le:

1. táblázat

Elővizsgálatok az acetilkloridos módszerrel

| | Szárítási módszerrel | | Acetilkloridos módszerrel | | |
|--------------------|----------------------|-------------------|---------------------------|------------------------|-------------------|
| | bemérés g | víz-tartalom % | bemérés g | 1 n. lúg- fogyás ml | víz-tartalom % |
| 1. sz. minta | 5,8600 | 6,40 | 0,9225 | 3,30 | 6,43 |
| | | | 1,3349 | 4,21 | 5,60 |
| 2. sz. minta | 5,4355 | 6,30 | 1,2463 | 4,40 | 6,35 |
| | | | 1,2468 | 4,36 | 6,29 |
| 3. sz. minta | 4,1390 | 8,27 | 1,2737 | 4,91 | 7,87 átlag |
| | | | 0,9500 | 4,63 | 8,78 8,32 |
| | | | 1,0926 | 5,05 | 8,32 |

Elvileg az acetilkloridos módszer alkalmazható szaloncukor víztartalmának a meghatározására, mert a módszerrel nyert eredmények általában jól meg-
 egyeznek a szárítás útján nyert adatokkal. Ez a feltevésünk várható volt, mivel
 a cukorkristályok piridinben jól oldódtak, tehát a szaloncukor víztartalma mara-
 dék nélkül reakcióba léphetett az acetilkloriddal. Néhány mérésünknel azonban
 a valódi víztartalomtól eltérő eredményeket kaptunk, ennek oka feltevésünk
 szerint a bemért minták inhomogenitása volt. Ugyanis az első meghatározások-
 nál az egyenlősítést úgy végeztük el, hogy a szaloncukrot porcelán mozsárban
 törővel eldörzsöltük és az így nyert anyagot mértük le. Az eldörzsölést azonban
 megnehezítette az a körülmény, hogy a cukorkristályok a víztartalom követke-
 zésében – a kristályok között levő szőrp miatt – összetapadtak, e miatt a minta



1. ábra

tökéletes homogenitását nem tudtuk biztosítani. Az egyenlőtlen eloszlást szabad szemmel is jól meg lehetett figyelni, s hosszabb keverés sem szüntette meg.

Tekintettel arra; hogy eldörzsöléssel semmiképp sem sikerült a mintát tökéletesen egyenlősíteni, vagyis egyes vizsgálatok eredményei csak átlagukban egyeztek meg a szárítási módszer eredményeivel, a továbbiak során nem átlagmintából indultunk ki, hanem arányosan feldaraboltuk a szalancukrot a következőképpen: a szemet lapjára fektetve átlósan negyedeltük, a szem háromnegyedrészét szárításra mértük le, egy negyedrészét pedig felezve, 1/8 – 1/8-ad részt az acetilkloridos módszerhez. Ilyen módon mindegyik bemérésben – legalább is gyakorlatilag – arányosan volt képviselve a cukorszem külső szárazabb, és a belső nagyobb víztartalmú része. Ezt a módszert más területen is használják, így pl. szappan vizsgálatánál, a megfelelő átlag elérésére, s jól reprodukálható eredményeket ad. A szalancukor fenti módon leírt felaprózását az 1. ábra mutatja be. Az ilyen módon nyert eredményeinket a 2. táblázatban foglaltuk össze. Ezek az adatok azt mutatják, hogy a nedvesség meghatározásánál megengedett eltérésen belül a párhuzamos értékek jól egyeznek, tehát szalancukorszemek arányos osztással való bemérése esetén az inhomogenitásból eredő hibák kiesnek.

2. táblázat

Szalancukrok víztartalmának meghatározása acetilkloridos módszerrel

| | Szárítási módszer | | Acetilkloridos módszer | | |
|--------------------|-------------------|------------------|------------------------|------------------------|------------------|
| | bemérés g | víztartalom % | bemérés g | 1 n. lüg- fogyás ml | víztartalom % |
| 4. sz. minta | 5,7725 | 8,28 | 0,8679 | 3,99 | 8,26 |
| | | | 0,9268 | 4,26 | 8,28 |
| 5. sz. minta | 4,9873 | 8,36 | 1,2015 | 5,54 | 8,30 |
| | | | 1,0840 | 4,98 | 8,27 |

A fentiek alapján a következő megállapításokat tehetjük: Megfelelő minta előkészítése esetén az acetilkloridos víztartalom meghatározással jól reprodukálható eredményeket nyerünk. A meghatározáshoz szükséges idő – a bemérésen kívül – kb. 1/2 óra, sorozatvizsgálatok esetén ennél valamivel rövidebb.

Ezzel szemben a szárítással történő víztartalom meghatározásnál – a beméréstől eltekintve – a súlyállandóság eléréséhez mintegy 3–4 óra szükséges. Ezen idő alatt a mintát többször ki kell venni a szárítószekrényből, részben az alkohollal való eldörzsölés, részben pedig a súlyállandóság ellenőrzése céljából. A szárítás meggyorsulása érdekében kísérleteink során a későbbi beméréseknél kétszer adagoltunk 20–20 ml abszolút alkoholt a mintához, de ilyen módon sem sikerült a súlyállandóság eléréséhez szükséges időt lényegesen lerövidítenünk.

A xilolos-módszer hátránya szintén a viszonylag hosszú meghatározási idő, mert több óra hosszát kell várni, amíg a két fázis széjjelválik. További hátránya az, hogy az első kettőnél kevésbé pontos.

További kísérleteink során a kereskedelmi répacukor víztartalmának a meghatározására is kiterjesztettük vizsgálatainkat, minthogy a szalancukorral végzett méréseink kedvező eredményeket adtak. Annak eldöntésére, hogy az acetilkloridos módszer erre a célra is alkalmazható-e, továbbá, hogy az abszolút értékhez mennyire közelálló értéket kapunk, a következő elővizsgálatot végeztük el:

Lombikba előzőleg kiszárított kristálycukrot és vizet mértünk le 0,1 mg pontossággal. Az acetilkloridos meghatározást a szaloncukrok vizsgálatánál alkalmazott módon végeztük el a jelen esetben is. Eredményeink, amelyek megegyeztek az olajok és zsírok víztartalma meghatározásánál hasonló körülmények között nyert értékkel, a 3. táblázatban láthatók. Az adatok szerint a víztartalom ezzel a módszerrel 0,11 – 0,17% abszolút hibáival határozható meg.

3. táblázat

Répacukor jelenlétében vízmeghatározás ismert víztartalom esetén

| | Szárítási módszer | | | Acetilkloridos módsz. | |
|--------------------|-------------------|------------------|------------------|-----------------------|------------------|
| | bemérés g | víztartalom g | víztartalom % | víztartalom g | víztartalom % |
| 6. sz. minta | 0,9888 | 0,1176 | 10,62 | 0,1157 | 10,45 |
| 7. sz. minta | 0,8335 | 0,0988 | 10,69 | 0,1008 | 10,80 |

Továbbiak során már csak a vizsgálathoz bemérendő anyagmennyiség megválasztása okozott problémát. Ugyanis a kristálycukor víztartalma kicsi, tehát aránylag nagy mennyiséget kell bemérni ahhoz, hogy a mintában levő víz elegendő, vagyis jól mérhető mennyiségű lúgot fogyasszon. Ezzel szemben ügyelnünk kellett arra is, hogy a bemért mennyiségű cukrot a piridin fel tudja oldani és így biztosítva legyen a víz-acetilklorid reakció kvantitatív lefolyása. Vizsgálataink azonban azt mutatták, hogy a kristálycukrot nem szükséges maradéktalanul feloldani, mert a víztartalom csupán a kristályok felületén helyezkedik el, a zárványok alakjában esetleg jelenlevő víz az összes víztartalomnak csak igen kis hányadát jelenti. Megfelelő összerázással biztosítható, hogy a piridin az összes kristályok felületével érintkezésbe jusson, vagyis, hogy gyakorlatilag a teljes víztartalom a piridinbe jutva reakcióba léphessen az acetilkloriddal. Eredményeinket a 4. táblázatban foglaltuk össze:

4. táblázat

Répacukor víztartalmának meghatározása acetilkloridos módszerrel

| | Szárítási módszer | | Acetilkloridos módszer | | |
|--------------------|-------------------|------------------|------------------------|------------------------|------------------|
| | bemérés g | víztartalom % | bemérés g | 1 n. lúg- fogyás ml | víztartalom % |
| 8. sz. minta | 6,4481 | 0,05 | 10,00 | 0,2 | 0,03 |

A fentiek szerint kivitelezett acetilkloridos módszer jó eredményeket adott. Bár a kétféle meghatározási módszer szerinti (szárítási és acetilkloridos) értékek között az eltérés 0,02% volt, (40 rel. %), az acetilkloridos módszerrel kapott víztartalmat mégis elfogadhatónak tartjuk, mert ez az eltérés kisebb annál, mint amit a kereskedelemben, vagy egyéb gyakorlati szempontból figyelembe kell venni (a kristálycukor víztartalma a szabványos előírás szerint maximum 0,1%). A pontosság fokozása érdekében célszerű ilyen kis vízmennyiség meghatározásánál 1 n. lúg helyett 0,5 n lúgot használni.

A vizsgálati módszer leírása

Szükséges vegyszerek, mérőoldat:

1. toluol (p. a.),
2. acetilklorid „
3. piridin „
4. abszolút etilalkohol „
5. 1 n, illetve 0,5 n nátronlúg, .
6. alkoholos fenoltalein-oldat, 1%-os.

A vizsgálat céljára kiválasztott szaloncukrot az 1. sz. ábrának megfelelő módon felvágjuk és egy, vagy két-nyolcad részét – attól függően, hogy szükséges-e párhuzamos vizsgálat elvégzése – jódszám lombikba mérjük. Gyenge vákuum alkalmazásával pipettába 10 ml piridint szívunk fel, s a cukorra folytatjuk. A dugóval zárt lombikot körkörösén mozgatva feloldjuk a piridinben a cukrot. Ezután 5 percig apróra tört jégben hűtjük és – ugyancsak vákuummal felszívva – egy másik pipettával 10 ml reagenst (1 liter toluol és 150 g acetilklorid keveréke) adunk cukoroldathoz, körkörösén rázva azonnal elkeverjük a lombik tartalmát, kivesszük a jégből és 5 percig állni hagyjuk. A várakozási idő elteltével 20 ml abszolút alkohollal lemossuk a lombik falán levő anyagot, ügyelve, hogy az alkohol teljes mennyisége a lombikban maradjon. Újabb 10 perc elteltével – fenoltalein indikálásával – titrálunk 1 n, vagy 0,5 n lúggal.

Kristálycukor vizsgálata esetén nem szükséges a korábban közöltek szerint a piridinnel való oldásig való keverés, csak arra ügyelünk, hogy az elkeverés végén összetapadt kristályszemek ne legyenek, ezt célszerűen úgy segíthetjük elő, hogy üvegbot-darabkát teszünk a lombikba, amely mechanikusan oszlatja szét a cukorrögöket. Párhuzamosan vakpróbát is végzünk a fenti leírás szerint.

Számítás:

$$\text{víztartalom: } \frac{(a-b) \cdot 100 \cdot 0,018}{c}, \text{ ahol}$$

„a” a titrálásra fogyott normál lúg mennyisége (ml),

„b” a vakpróbára „ „

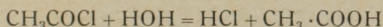
„c” a bemért anyag mennyisége (g), és „

0,018 g víz egyenértékű 1 ml normál lúggal. Ha 0,5 normál lúggal titrálunk, a szorzószám természetesen csak 0,009. Abban az esetben, ha a vizsgálandó szaloncukor – akár az ízesítésre hozzá tett borkősavtól, akár az ugyancsak alkalmazott keményítősörptől – savtartalmú, ezt figyelembe kell venni az eredmény kiszámításánál. Ez esetben a képlet így alakul:

$$\% = \frac{[a - (b + s)] \cdot 100 \cdot 0,018}{c}, \text{ ahol}$$

„s” a lemért anyagmennyiségre átszámított, a savtartalomnak megfelelő normál lúg fogyasztás.

Meg kell még jegyeznünk, hogy az acetilkloridos módszer alkalmazásánál a lemért mintában levő víz mennyisége nem lehet több, mint a



reakció alapján az átalakuló acetilkloriddal egyenértékű víznek kb. a harmad-része. Minthogy 10 ml reagenst alkalmazunk, s ebben 1,5 g acetilklorid van, ezzel pedig kb. 0,35 g víz egyenértékű, célszerű a bemérést úgy végezni, hogy a benne levő víztartalom 0,12 – 0,15 g körül legyen. Figyelembe véve az eredetileg 8 – 10% víztartalmat, valamint a tárolás során várható apadást, a bemérésnél 1 – 1 1/2 g anyagot használunk fel.

- (1) *Smith, D. M. és Bryant, W. M. D.*: J. Am. Chem. Soc. 57, 841, 1935.
- (2) *Kolthoff, I. M. és Stenger, V. A.*: Volumetric Analysis, Volume II. 1947. 210. oldal.
- (3) *Lóránt B.*: ÉVIKE, 7, 77, 194, 263, 1961 és 9., 36. 1963.
- (4) *Kaufmann, H. P.*: Analyse der Fette und Fettprodukte Band I. 1471. oldal.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЛАЖНОСТИ ПОМАДКИ АЦЕТИЛХЛОРИДОВЫМ МЕТОДОМ

Ц. Лорант и Л. Полак

Авторы сопоставили три метода определения влажности помадки и сахарного песка. На основе полученных результатов устанавливают, что ацетилхлоридовый метод успешно применяется для определения влажности обоих материалов.

WASSERGEHALTSBESTIMMUNG VON SALONZUCKER MIT DEM ACETYLCHLORIDVERFAHREN

B. Lóránt und L. Pollák

Die Verfasser führten mit dreierlei Wassergehaltsbestimmungsmethoden vergleichende Untersuchungen zur Feststellung des Wassergehaltes von Salonzucker und Rübenzucker aus. Auf Grund ihrer Ergebnisse stellten sie fest, dass das Acetylchloridverfahren sich zur Bestimmung des Wassergehaltes von beiderlei Substanzen eignet.

DETERMINATION OF THE CONTENT OF WATER IN FONDANT PREPARATIONS BY THE ACETYL CHLORIDE METHOD

B. Lóránt and L. Pollák

Comparative tests were carried out by the authors with three different methods of determination, in order to establish the water content of fondant preparations and beet sugar. On the basis of the experimental results it was proved that the acetyl chloride method lends itself to the reliable determination of water content in both substances.

DETERMINATION DE LA TENEUR EN EAU DES PAPILOTES PAR LA METHODE AU CHLORURE D'ACETYLE

B. Lóránt et L. Pollák

Les auteurs ont effectué des essais comparatifs avec trois méthodes pour le dosage de la teneur en eau des papillotes et du sucre de beturave. Ils ont établi que la méthode au chlorure d'acétyle est bien applicable pour le dosage de la teneur en eau de ces deux substances.