

Rovatvezető: Gál Ilona

Szerves kémszerek a szervetlen kémiai analízis részére.

(Organische Reagenzien für die anorganische Analyse. E. MERCK A. G. Darmstadt)

139. p. 2. kiadás Weinheim Bergstrasse. 1961. Verlag Chemie GMBH

A Merck gyár ebben a rövid gyűjteményes munkában a saját készítményei közé tartozó és a szervetlen analitika területén alkalmazott szerves kémszereket írja le. Összesen 139 féle kémszer leírását közli. A tárgybeosztás az analitikai gyakorlatnak megfelelő, amennyiben betűrendi egymásutánban (Al-tól Zr-ig) következnek az egyes kationok és anionok kimutatásáról szóló fejezetek. Így összesen 63 analitikai cím alatt található meg az egyes szerves kémszerek alkalmazási példái.

Az egyes reakciók leíró szövege a következőket tartalmazza: a szerves kémszer szerkezeti képletét (a széles lapszélen feltűnő helyen); a kémszeroldat összetételét; utasításokat a reakció kivitelére (esetleg kvantitatív meghatározásra); érzékenységi adatokat, irodalmi forrásokra utalást. Egy rövid bevezető fejezet általános irányelvekről szól. A második kiadás annyiban bővült, hogy az As, Hf, Ir, J, Li, Rhe és egyes ritka fémek fejezeteit kiegészítették. A tájékoztató a könyv végén található táblázatos összefoglalás könnyíti meg, mely betűrendi sorrendben tartalmazza a szerves kémszerek nevét; azt hogy milyen kation, vagy anion kimutatására valók (hivatkozva a könyv megfelelő oldalszámára); és a megfelelő cikkszámra a Merck féle árjegyzékben.

A műanyagkötésű, jó papíroson megjelent Merck féle kiadvány az

analitikai laboratóriumok hasznos segédkönyvének tekinthető.

id. Sarudi I. (Szeged)

MÁTRAI T.:

Gyakorlati spektroszkópia Bp., 1963. Műszaki Könyvkiadó 464 p., 285 á, 3 színekép tábla.

A szerző munkája a gyakorlati spektroszkópiával foglalkozók számára igen jó segítséget nyújt.

Magyar nyelven a spektroszkópia tárgyköréből ennyire jól használható munka még nem jelent meg. A szerző a már klasszikusnak tekinthető kézikönyvek mellett ismerteti a legutóbbi évek során elterjedt spektroszkópokat és spektrofotométereket is.

Tárgyalja a kísérleti spektroszkópia fizikai optikai alapjait, a spektroszkópiai alapismereteket, a spektrográf szerkezetelemeinek fizikáját. Az alkalmazott, spektroszkópiával foglalkozó szakemberek számára különösen érdekes és vizsgálataikhoz nélkülözhetetlen vezérfonál a könyv azon fejezetei, melyekben a spektroszkópok és spektrográfok szerkezetét, a segédeszközöket és a legfontosabb módszereket ismerteti.

Mesterfogásokat is ad, melyek általános szabályokként foghatók fel a színekép szakszerű felvételéhez. A vákuum-ultraibolya spektroszkópia technikájának rövid jellemzését is megadja. Gazdag táblázat anyagot és irodalomjegyzéket közöl a könyv végén.

A könyvhöz mellékeltek 3 db kiemelhető színeképtáblát, melyeken a sávot jellemző vibrációs kvantumszámok a sávfejek felett, ezek hullámhossza pedig a sávfejek alatt olvashatók.

Bátyai J. (Szeged)

GIEBLER, G. és KEMPF, T.:

Üvegszövetből készült papírok alkalmazása a vízelemzésben

(Über die Anwendung von Glasfaserpapieren in der Wasseranalytik.)

Z. analyt. Chem. 199. 23, 1963.

A szokásos úton cellulózból készített szűrőpapírok helyett, üvegszövetből készült papírokat használtak a vízelemzésnél. Felsorolják az üvegszövetből készült papírok előnyeit a szokásos szűrőpapírral szemben. Különösen előnyös, hogy az üvegszövet nem duzzad, így a szűrőréteg pórusátmérője állandó. Az üvegszövetből készült papír igen előnyösen és eredményesen használható a súlyszerinti elemzések során. A vízelemzésben a vasnak vasoxid, a nikkelnek nikkeldimetilgloxim, a cinknek cinkammoniumfoszfát, a kalciumnak kalciumoxalát-monohidrát, a szulfátnak bárium-szulfát, a nitrátnak nitronitrát, a kromátnak báriumkromát alakban képzett csapadék szűrésére üvegszövetből készült papír alkalmazása igen hasznos.

Az üvegszövetből készült papír használható a kromatográfiában olyan savas oldatok szűrésére is, ahol a cellulóz papír már nem alkalmazható.

Bátyai J. (Szeged)

LETZIG, E. és NÜRNBERGER, H.:

Deritetlen almalé csapadéka kémiai összetételének vizsgálata

(Untersuchungen über die chemische Zusammensetzung von Trubausfällungen aus keltertübem Apfelsaft.)

Nahrung 7, 518, 1962.

A szerzők beszámolnak deritetlen almalé rostanyagainak vizsgálatáról. A deritetlen rostos almalé csapadékot többszörös centrifugálással különítették el és tisztították. Megállapították, hogy a csapadék összetétele más, mint a törkölyé, sokkal kevesebb rostot és pektint tartalmaz. A dologzataból az is kitűnik, hogy az almalé rostanyagában a fehérje mennyisége négyszer, a foszforpentoxidtartalom pedig öt-

ször annyi, mint a törkölyben. Az almalé csapadékában levő fehérjék kicsapása után elvégezték azok hidrolízisét és a következő aminosavakat mutatták ki: glicin, alanin, valin, leucin, fenilalanin, prolin, histidin, γ -aminovajsav, arginin, lizin, szerin, trenonin, glutaminsav és aszparaginsav. A cukrok közül a glükózt, galaktózt, mannozt, arabinózt, xilózt és a ribózt mutatták ki. A hamu vas- és réztartalmát is meghatározták.

Végül megállapítják, hogy az almalében észlelhető zavarosodás főleg fehérjékből, cukorból, polifenolvegyületekből, a sejtfal anyagából, sejt-magfoszlányokból áll. Megadják a zavarosodás elméleti okát. Gazdaságossági és táplálkozástani szempontok alapján ajánlják a deritetlen gyümölcslevek gyártását és fogyasztását. A dolgozat III. részében közlik az aminosavak hidrolízisére, kromatográfiai elválasztásukra, a cukrok meghatározására alkalmazott módszereket.

Bátyai J. (Szeged)

STATENS FORS Ø GSMEJERI-HILLER Ø D)

A különböző állatállományok tejszíriájának jódszáma és refraktométer-száma

(Jodtal og brydningstal i maelkefedt fra besaetninger)

139. beretning (1963)

Ref. Milchwiss. 19. 555, 1964.

1961 ősztől 1962 ősziig különböző állatállományok tejéből izolált tejszír jódszámát és refraktométerszámát vizsgálták. A naponkénti változás jódszámánál $\pm 0,95$ és refraktométerszámánál $\pm 0,26$ volt. Az egyes állatállományoknál kapott értékek már igen nagy eltérést mutattak. A jódszámnál kb. 20 pont eltérés volt a legnagyobb és a legalacsonyabb érték közt, amely megfelel mintegy 5 refraktométerszám egységnek. A jódszám és refraktométerszám közti összefüggést a következő képlettel fejezték ki:

A tej káliumdikromátos, vagy szublimátos tartósítása a jódszámra és refraktométerszámra nincs említésre méltó befolyással.

Kacs Kovics (Pécs)

GUSZEV, SZ., I. és NIKOLAEVA, E., M.:

A molibdén amperometriás meghatározása kétértékű vanádiumsó oldattal.

(Amperometriceschkoje opredelenyje molibdena rasztvorom szoli dvuhvalentnogo vanadija.)

Zs. anal. Himii. 19., 715, 1964.

A Mo(VI)-ion olyan oldatban, amely 4 n sósavat, 3-6 n kénsavat és foszforsavat tartalmaz, platinaelektrodon két vegyiértékű vanádiumsóoldattal öt vegyiértékűvé redukálódik. Ez a folyamat mennyiségileg játszódik le, így meghatározásra felhasználható. A Mo(VI)-ion foszforsavas közegben V(II)-sóoldattal végzett titráláskor csepegő higanyelektrodon mennyiségileg Mo(III)-ionná redukálódik. Ennek alapján a molibdén mangán (II)-, cink (II)-, alumínium (III), nikkel (II)- és króm (III)-ionok, továbbá azonos mennyiségű wolfram, ill. négy-szeres mennyiségű vas jelenlétében is meghatározható.

Megadják a kapott titrálási görbét. A módszer különösen ferromolibdén ötvöztetésű acélok vizsgálatára alkalmas.

Bátyai J. (Szeged)

JOHNSON, O. HADLAND, G.

A tej fehérjetartalmának meghatározása amodofekete módszerrel, a színváltozás közvetlen mérésével és automatikus feljegyzésével

(Amodoschwarzmethode mit direkter Messung der, Färbung und automatischer Aufzeichnung des Eiweissgehaltes der Milch)

Bericht Nr. 100 des Milchwirtschaftlichen Institutes der Landwirtschaft-

lichen Hochschule Norwegens, Sektion für Chemie und Bakteriologie, Broschüre 17 S. 1961.

Ref. Milchwissenschaft, 20. 91, 1965.

Az amidofeketével végzett tej fehérjetartalom meghatározására a következő munkamódszert dolgozták ki:

Centrifugacsöbe 1 ml tejet és 20 ml kalibrált amidofekete oldatot mérnek. Ezt célszerűen félautómata, vagy többmunkahelyes bürettával végzik, amely egyidejűleg 9 mintásüveg ellátását teszi lehetővé. A mintákat 5 percig rázzák, centrifugálják és az így kezelt folyadékot kolorimétrálják. A hitelesítő görbét két oldattal veszik fel, amelyek közül az egyik 1,125, a másik 4,5 % fehérjét tartalmaz.

Számos kísérletet végeztek, melyek során az eredményeket a Kjeldahl módszer eredményeihez hasonlították. A két módszer közt 0,05% fehérjénél nagyobb eltérést nem kaptak. A kolorimétrikus standard eltérése a Kjeldahl módszertől 0,025%. A módszer különösen sorozatvizsgálatokra alkalmas.

Kacs Kovics (Pécs)

FRESENIUS, W. és SCHNEIDER, W.:

A kovasav meghatározása ásványvizekben

(Bestimmung von Kieselsäure in Mineralwässern)

Z. analyt. Chem. 207, 16, 1965.

Ásványvizek kovasavtartalma a vizek jellegének megfelelően igen különböző; a kovasavtartalom általában kg-kint néhány mg és kb 100 mg között váltakozik. A kovasavmeghatározás ma is szokásosan alkalmazott klasszikus súlyszerinti eljárása, kétszeri leválasztás mellett, egymás között jól megegyező eredményeket ad ugyan, de ezek az értékek még egy kevéssé alacsonyabbak a valóságosaknál. Teljes leválás csak három-

szori leválasztás mellett érhető el. A német „egységés módszerek” (általános vizsgálati eljárások) között a kovasavmeghatározás fotometriás módszere van leírva, hol az ammóniummolibdenáttal nyert kovasavas komplex sárga színének erősségét mérik. A szerzők e módszert az ásványvizekre alkalmazták és megállapították, hogy eredeti kivitele mellett gyakran kissé alacsonyabb eredményekhez vezet s a párhuzamosan nyert értékeknek igen jelentős a szórása. A negatív hibák arra vezethetők vissza, hogy a kovasavnak nem teljes mennyisége van jelen az ammóniummolibdenáttal reakcióképes formában. A szerzők e hibaforrást azzal a módosítással küszöbölik ki, hogy a kovasavat a molibdenátkomplex előállítás előtt maradék nélkül e komplex-képzésre reakcióképes formába vezetik át, úgy, hogy a kovasavat HF-HClO₄ eleggyel hidegen feltárlják. A hidrogénfluoridot a meghatározás előtt borsavval komplexként megkötik. A mérés 1 cm-es kvettában fotométerben történik. Mind a spektrálfotométer (400 m η), mind pedig a szűrőfotométer (Hg-vonal 405 m η) alkalmas a mérésre. E kétféle hullámhossznál természetesen különbözőek a mérési eredmények, úgy, hogy külön kalibrációs görbék szerkesztésére van szükség. Az így nyert eredmények jól reprodukálhatók és a súlyszerinti eljárás eredményeihez képest kissé magasabbak. A szerzők 13 németországi neves ásványvíz kovasavtartalmát határozták meg egyrészt módosított fotometriás eljárással, másrészt a klasszikus eljárással, mintánként több párhuzamos elemzést végezve.

A meghatározás céljára való vízmintát (50 ml) a forrásnál HF-HClO₄ savelegyet (2 ± 0,2 g) tartalmazó és az ezzel együtt lemért 100 ml-es poli-
etilénpalackba veszik. A laboratóriumba került palackot újból lemérik, hogy a vízminta mennyiségét pontosan ismerjék. Az egyes meghatározásokhoz 20 ± 1 g folyadékot mérnek le a palack tartalmából. A kova-

sav szennyeződés elkerülése végett lehetőleg kerülik az üvegedényeket használatát és polietilén poharakat használni.

Foszfát jelenléte természetesen zavarja a molibdenát-komplex képződésén alapuló meghatározást. Benzolizobutanol eleggyével (1:1) való kizrázás útján a foszfatomolibdatokomplex teljesen eltávolítható, mi alatt a szilikatomolibdatokomplex kvantitatív visszamarad a vizes fázisban és 15 pernyi várakozás után fotometrálnak.

id. Sarudi I. (Szeged)

DRIVER, M. G., KOCH, R. B., és SALVIN, H.

Módosított eljárás zsírok peroxidszámának meghatározására vas(III) rodaniddal

(Modified procedure for the determination of peroxide value of fats by the ferric thiocyanate method.)

J. Am. Oil Chem. Soc. 40. 504–505, (1963)

Ref. Milchwissenschaft, 19. 43, (1964)

A peroxidszám meghatározására szolgáló vasrodanidos eljárás kivitelezését a nagyobb megbízhatóság, gyorsaság és egyszerűség érdekében módosították. Szemben a Stine, Harland, Coulter és Jenness által leírt módszerrel, a vizsgálandó zsír oldásához 80 rész etilalkohol és 20 rész benzol keverékét használják. Ebben az oldószerben a peroxid hatására fellépő vas(III)-rodanid vörös színeződése nemcsak 50 C°-ra történő felmelegítésnél, hanem már szobahőmérsékleten jelentkezik.

Kacs Kovics M. (Pécs)

HADRON, H. és ZÜRCHER, K.:

UV-spektrofotometriás koffeinmeghatározás kávéban. Új módszer koffeintartalom meghatározására nyers- és pörköltkávéban. kávékivonatban és koffeinmentesített termékben

(UV-Spektrophotometrische Coffein-Bestimmung in Kaffee. Neue Methode

zur Bestimmung des Coffein-Gehaltes in Roh- und Röstkaffee, Kaffee-Extrakten und entcoffeinierten Produkten).

Mitt. 55., 379, 1964.

Új ultraibolya spektrofotometriás módszerrel számolnak be, amelyet sikeresen alkalmaztak nyers kávé, kávékivonat, pörkölt kávé és koffeinentesített kávé koffeintartalmának meghatározására.

A megvizsgálendő anyagot kén-savval tájrák fel, és a koffeint kloroformmal vonják ki, majd az elválasztást lúgos alumíniumoxid oszlopon hajtják végre. Az oszlopról való leoldást követi az ultraibolya spektrofotometriás meghatározás.

A meghatározás minden lépését modell-kísérleten ellenőrizték. Megvizsgálták az alkalmazott körülmények változtatásával azok hatását a meghatározás pontosságára. Így például tisztazzák az oldószer, az eluáló oldatoknak az abszorpciós görbére gyakorolt hatását, amelyek végül is a meghatározás pontosságát befolyásolják. Foglalkoznak a jelenlevő fehérjék hatásával. Részletesen tárgyalják a módszer analitikai munkamenetét.

Bátyai J. (Szeged)

ORADOVSZKI, Sz., J.:

Ultramikromennyiségű mangán meghatározása természetes vizekben katalízises fotometriás módszerrel

(Opredeleniye ultramikrokoliczeszty marganca b prirodnyh vodah kataliticeszkim metodom sz fotometriczeszkim okoncsanyiem).

Zs. anal. Himii. 19., 864, 1964.

Tsmert, hogy a dietilanilin és a káliumperjodát közötti reakciót a mangán(II)-ionok katalizálják. A reakció során színes termék keletkezik, amely 470 $m\mu$ -on fotometráható. A vas(III)-ionok a meghatározást zavarják így azokat foszfát-citrát pufferoldattal álcázzák. A meghatározásokat pH 7 mellett végzik. A módszerrel 0,0005–0,01 μg mangán $\pm 10\%$ -os hibával meghatározható.

tározásokat pH 7 mellett végzik. A módszerrel 0,0005–0,01 μg mangán $\pm 10\%$ -os hibával meghatározható.

Bátyai J. (Szeged)

HANSEN, E. és WENDT, W.:

A vaj és vajjal készült sütemények vajsavszámának statisztikai vizsgálata

(Grosszahluntersuchungen an Butter-säurezahlen von Butter und Buttergebäck)

Z_U L 125, 351, 1964.

A tejszín és egyébzsír (nem tejszír) megkülönböztetésére majdnem 40 év óta egyedül a Kuhlmann és Grossfeld szerinti vajsavszám bizonyult megbízhatónak. Ennek a zsírállandónak hátrányaként az év folyamán fellépő különböző biológiai tényezők okozta jelentős változásait kell tekintenünk. Ez a körülmény indította a szerzőket arra, hogy a vaj és vajjal készült sütőipari termékek vajsavszámára a „nagy számok” vizsgálatának statisztikai módszerét alkalmazzák. Az 1953–1963 évtized alatt végzett több, mint 2000 vizsgálat (vaj és vajjal készült sütőipari termék) eredményeit dolgozták fel a következő eredménynyel:

1. Az értékek havonkénti megoszlása 2–4 egységgel terjed a számtani középérték fölé és alá. A megoszlások középértékükben szinuszos forma szerint ingadoznak az évi középérték körül, októberben a legalacsonyabb értékkel.

2. A lisztzsír és az egyéb zsirtartalmú nyersanyagok a vajsavszám értékét csökkentik. A csökkenés mértékét a vizsgált sütőipari termékben levő nem tejszír/tejszír viszony határozza meg.

A vajsavszám szélsőséges értékéhez a szerzők a következőket fűzik hozzá: A maximum és minimum értékek összefüggésben állanak a legeltetéssel és istállóetetéssel. A tehenbendő mikroflórájának befolyása van

a gliceridek összetételére s így közvetve a vajsavszámra is. A takarmány változás hatása alatt az istállótetésről a legeltetésre való áttérésnél (és fordítva) a bendő mikroflórájának lassú átalakulását lehet valószínűnek tartani. Ezt a feltevést egyéb zsírállandók (refrakció, jódszám, extinkció stb.) hasonló értelmű változása megerősíti.

id. Sarudi I. (Szeged)

BOERSMA, P.

Gyors módszer dietikus tejtermékek vastartalmának meghatározására

(A rapid method of determining iron, in dietetic milk products)

Nederl. Melk Zuiveltijdschr. 17. 288, 1963.

Ref. Die österreichische Milchwirtschaft, 19. 314, 1964.

Herder és Krol által kidolgozott, vaj vizsgálatára alkalmazható fotometrikus vasmeghatározás vassal dúsított dietikus tejtermékek, valamint állati takarmányok vizsgálatára nem alkalmas. Ezért a szerző az alábbi módszert dolgozta ki: A terméket iontalanított vízzel 100 ml-re hígítjuk, melegítjük és 50 ml 20 %-os triklórecetsavval és 25 ml 24 %-os sósavval, forrón a fehérjét eltávolítjuk. 25 ml szűrlethez 1 %-os káliumpermanganát oldatot adunk mindaddig, amíg az oldat rózsaszínű színeződése azonnal eltűnik. Ezután 0,5 ml 5 %-os hidroxilaminhidroklorid, 10 ml 65 %-os ammóniumacetát és 2 ml ortofenántrolin (0,2% 25 %-os alkoholban) oldatot adunk hozzá és vízzel 50 ml-re kiegészítjük. Két óra múlva 515 mm-

nél mérjük az oldat extinkcióját. A vizsgálandó minta 100–800 γ vasat tartalmazhat. A módszer pontossága: 0,1 mg/100 g tej. A szerző kísérleteiben a tejhez adott vasat 98–102 százalékban kapta vissza.

Kacskovics M.
(Pécs)

Automatikus Kjeldahl-nitrogén elemzés

Tecnicon Controls, Inc., Chauncey, New-York (USA)

Ref. Die österreichische Milchwirtschaft, 19. 201, 1964.

Az „Auto Analyzer” elnevezés alatt ismert rendszerű feltároló berendezés folyamatosan, óránként 20 mintát hamvaszt el. A hamvasztóhoz csatlakozó berendezés az ammóniák-nitrogént kalorimetrikusan határozza meg. A berendezés feltároló része kigyóformájú pyrex csőből áll. A mintát a cső végén automatikusan vezetik be, ez a cső forgásával (6 fordulat/perc) lassan továbbítja, míg a hamvasztás befejeződik. Egy próba mintegy tizenkét fordulatot igényel. A cső az első feltároló fázisban nagy hőmérsékleten (700 C°-ig) a vizet elpárologtatja és az oxidációt megkezdi. A második fázisban, alacsonyabb hőmérsékleten (általában mintegy 350 C°-on) az oxidáció befejeződik. A cső végén egy szívópipetta minden mintából alikvot részt vesz ki és a kalorimetráló készülékbe vezet. A meghatározás pontosságát ± 1 százalékban jelölik meg.

Kacskovics M.
(Pécs)

Szerkesztő: dr. Kottász József

Felélős kiadó: Solt Sándor — Kiadja: a Műszaki Könyvkiadó

Budapest V., Bajcsy-Zsilinszky út 22

Előfizetési ár: egy évre intézeteknek, üzemeknek 100 Ft, egyéni előfizetőknek 25 Ft

Budapest Fővárosi Tanács V. B. költségv. szla, Budapest elnevezésű

2.830.000—70. sz. csekk számlára hivatkozással a 67.115.32/50. ÉVIKE számra

Ez a folyóirat az MSZ 34045 és 5605/A szerint készült — Példányszám: 800

65.2175. Állami Nyomda, Budapest