

## Az összes sótartalom meghatározása gyümölcslevekben és gyümölcsszörpökben

íj. SARUDI IMRE

Megyei Minőségvizsgáló Intézet, Székesfehérvár

Érkezett: 1967. július 15.

Az élelmiszerek ásványianyag tartalmát általában a hamu mennyiségével jellemezzük. Csak szórványosan fordulnak elő olyan esetek, amelyeknél nem kizárólagosan a gravimetriás módszerrel juthatunk a sótartalmat jellemző adathoz, hanem más, kémiai vagy fiziko-kémiai eljárással is. Néhány anyagnál (természetes vizek, cukorrépalé stb.) célravezető lehet pl. az elektromos fajlagos vezetőképesség mérése is, mivel ez utóbbi és a sótartalom között többé-kevésbé szigorú korrelációs összefüggés van. Sokkal általánosabban használhatóknak véljük az újabb eljárások közül azokat, melyekkel a teljes kationcsere elvének felhasználásával jutunk a sók mennyiségét jellemző adathoz. (Pl.: gyümölcsleveknél, ahol az anyag sok szerves só és szabad szerves savat tartalmaz, a vezetőképesség meghatározása nem lehet célravezető.) Ezen túlmenően az ioncserés módszereknek igen nagy elvi előnyük van, a hamu – vagy a vezetőképesség – meghatározással szemben. A hamu nem sok tudományos alappal bír, tisztán empirikus érték, melynek fogalmát lényegében csak egy-egy meghatározott munkamódszer receptszerű előírásai definiálnak. A hamu-meghatározást metodikai szempontból sem lehet egyértelműen előnyösebbnek mondani az ioncserés meghatározási módszerekénél. Ismeretes, hogy pl.: nagy cukortartalmú élelmiszerek (gyümölcsszörpök, mézek stb.) elhamvasztása nem tartozik a legkényelmesebb analitikai műveletek közé. A hamu-meghatározás más szempontból is igen nagy elővigyázatosságot igényel, különösen növényi eredetű élelmiszerekénél. Egyrészt a nagymennyiségű alkalisó illanó tulajdonsága kötelezően megszabja, hogy a hőkezelés kíméletes legyen, másrészt ha az izzítás túl enyhe, számolnunk kell azzal, hogy a ki nem égett szénrészecskék miatt pozitív hiba jelentkezik. Fenti hibalehetőségek kiküszöbölésére hivatott a hamu-meghatározásoknak az a változata, melyet általában „kilúgzott hamu” – meghatározás néven említ az irodalom, de ezen eljárás komplikáltsága újabb hibalehetőségekkel jár.

Ha a vezetőképesség meghatározásához folyamodunk – ha egyáltalán van ennek értelme az adott élelmiszer fajtánál – akkor a vegyész számára annyira nem szemléletes adathoz jutunk, hogy ezzel rendszerint nem is elégedhetünk meg, és anyagfajtanként változó, nem szigorúan pontos, empirikus összefüggések segítségével próbálunk a súlyban kifejezett ásványisó-tartalomra következtetni. Jellemző, hogy pl.: a cukoriparban, ahol az ún. „vezetőképességi hamu” meghatározása a gyártásközi ellenőrzések során a módszer rendkívüli gyorsasága folytán jó szolgálatot tesz, hivatalos döntővizsgálatok végzésénél a szakemberek idegenkednek ettől.

Fentiekkel szemben az ioncserés metodikával – ha ez alkalmazható – kémiailag pontosan definiált, tudományos szempontból megalapozott, a vegyész számára szemléletes adathoz juthatunk: az eredményt molekuláris koncentráció egységekben kapjuk meg.

Jelen munkánk során a gyümölcslevek és gyümölcszörpök összes sótartalmának meghatározására igyekeztünk ioncserés eljárást kidolgozni. A munkának ebben a szakaszában csak kizárólag módszertani szempontjaink voltak, tehát nem törekedtünk arra, hogy az egyes gyümölcsfajtákra jellemző adatokat állapítsunk meg. Éppen ezért a felhasznált kísérleti anyagok nem általunk kipróbált gyümölcslevek voltak, hanem megelégedtünk azzal, hogy a könnyebben hozzáférhető közforgalomba hozott gyári készítményeket vizsgáljuk.

### A meghatározás elve

A lényegében indirekt eljárás azon alapszik, hogy  $H^+$ -formára hozott erős kationcserélő műgyanta oszlop segítségével a vizsgálandó anyag összes kationját  $H^+$ -ionokra cseréljük ki és alkalimetriás titrálás útján határozzuk meg az összes aniontartalmat. Az összes aniontartalom molekuláris koncentrációjából a minta eredeti aciditását levonva az összes kationtartalmat kapjuk meg.

### Munkamenet

Gyümölcsleveknél a meghatározásokat közepes porútságú redős szűrőn való szűrés után végezzük. Szörpök esetében a nagy viszkozitás miatt hígítást kell alkalmaznunk. A vizsgálatokhoz szükséges törzsoldatot célszerűen úgy készítjük, hogy 50,00 g szörpöt 250 ml-re hígítunk.

Az aciditás meghatározása.

A szűrt gyümölcslevekből 25 ml-t a gyümölcszörpök törzsoldatából 50 ml-t 20, illetve 40 ml vízzel hígítunk és 20–22 gramm szilárd nátriumkloridot adunk hozzá, majd 0,1 n nátronlúggal megtitráljuk. Ha az anyag színe nem zavar fenolftalein indikátort alkalmazhatunk, ellenkező esetben lucigenin kemilumineszcenciás indikátor jelenlétében (1) végezzük a titrálást.

Lucigenin alkalmazásánál a titrálendő folyadékhhoz 35 ml 96%-os alkoholt, 5 ml 3%-os hidrogénperoxid oldatot és 2–3 ml indikátor oldatot öntünk (0,05%-os vizes oldat). A titrálást sötétben, kékeszöld lumineszcencia eléréséig végezzük.

Gyümölcslé aciditása =  $0,4 \cdot a$  mval/100 ml.

Gyümölcszörp aciditása =  $a$  mval/100 g, ahol „a” jelenti a titrálásnál fogott mérőoldat millilitereinek a számát.

Az összes aniontartalom meghatározása.

A vizsgálatához szükséges kationcserélő oszlop adatai:

a műgyanta fajtája – Varion KS, erősen savas kationcserélő,

az oszlop méretei – 240 mm és kb. 10 mm.

A gyantaoszlop előkészítése: 150 ml 4 n sóavat 4–5 ml/perc sebességgel átfolyatunk az oszlopon és ezzel azt  $H^+$ -formára hozzuk, majd vízzel savmentesre mossuk.

Eljárás: 50 ml szűrt gyümölcslevet, illetve 100 ml szörp-törzsoldatot 2–4 ml/perc sebességgel bocsátunk át a gyantaoszlopon úgy, hogy a gyantát elhagyó sav oldat 200 ml-es mérőlombikba gyűljön össze. A vizsgálandó anyag átfolytása után a műveletet vízzel addig folytatjuk, amíg a lombikba a folyadék a jelet eléri. Összerázás után a lombikból 50 ml savkeveréket pipettázunk ki és 0,1 n lúggal az aciditás meghatározásának leírásánál írottak szerint megtitráljuk.

Gyümölcslé összes aniontartalma =  $0,8 \cdot b$  mval/100 ml.

Gyümölcszörp összes aniontartalma =  $2 \cdot b$  mval/100 g, ahol „b” a titrálásnál fogott mérőoldat millilitereinek a számát jelenti.

A fenti módszerrel nem a valóságos, hanem csak egy látszólagos összes aniontartalmat határozzunk meg. Az eltérés abból adódik, hogy a foszfátokból származó foszforsavnak csak 2/3 részét titráljuk meg. A titrálás előtt a konyha-

só hozzáadás is azért történik, hogy a foszforsavat, mint kétbázisú savat megfelelő módon megtitrálhassuk (2). Ha meggondoljuk, hogy a mintában eleve jelenlevő primer foszfátok az aciditás meghatározásánál a kísérleti körülmények azonosága folytán szintén csak szekunder sókig lettek megtitrálva, nyilvánvaló, hogy az összes kationtartalom megadásához szükséges különbségszámításnál az említett hiba kompenzálódik. Az összes aniontartalomnak, mint önálló adatnak jelen esetben nincs jelentősége, ez a kísérleti eredmény csak segédadatnak tekinthető az összes kationtartalom kiszámításához.

Az összes kationtartalom kiszámítása.

Gyümölcslevek esetében:  $0,8 b - 0,4 a = 0,4 \cdot (2 b - a)$  mval/100 ml.

Gyümölcszörpök esetében:  $2 b - a$  mval/100 g.

A fenti meghatározási módszert részletes kritika tárgyává téve reprodukálhatóság és pontosság tekintetében megfelelőnek találtuk az eljárást. A reprodukálhatóság ellenőrzése céljából egy paradicsom ivólé mintából (1. táblázat) és egy csipkeszörp mintából (2. táblázat) végeztünk sorozatvizsgálatokat. Az első esetben a titrálásokat fenoltalein, a második esetben lucigenin jelenlétében végeztük.

Paradicsom ivólé

1. táblázat

Nr.	$m_i$ mval kation/100 ml	$D_i = m_i - M$	$D_i^2$
1	20,57	+ 0,01	0,0001
2	20,50	- 0,06	0,0036
3	20,52	- 0,04	0,0016
4	20,58	+ 0,02	0,0004
5	20,60	+ 0,04	0,0016
6	20,58	+ 0,02	0,0004
7	20,57	+ 0,01	0,0001
8	20,53	- 0,03	0,0009
9	20,50	- 0,06	0,0036
10	20,59	+ 0,03	0,0009
11	20,59	+ 0,03	0,0009
12	20,62	+ 0,06	0,0036

Csipkeszörp

2. táblázat

Nr.	$m_i$ mval kation/100 g	$D_i = m_i - M$	$D_i^2$
1	6,00	- 0,10	0,0100
2	6,22	+ 0,12	0,0144
3	6,09	- 0,01	0,0001
4	6,04	- 0,06	0,0036
5	6,13	+ 0,03	0,0009
6	6,12	+ 0,02	0,0004
7	6,09	- 0,01	0,0001

Hibaszámítás az 1. táblázat adatai alapján.

Középérték:  $M = 20,56$  mval/100 ml.

Eltérés a középértéktől (deviáció):  $D_i = m_i - M$ , ahol  $m_i$  az egyes kísérleti eredményeket jelenti.

A meghatározások száma:  $n = 12$ .

Standard deviáció:

$$\delta = \pm \sqrt{\frac{\sum D_i^2}{n}} = \pm \sqrt{\frac{0,0177}{12}} = \pm 0,038 \text{ mval/100 ml}$$

A középérték standard deviációja:

$$\Delta = \frac{\delta}{\sqrt{n}} = \pm \frac{0,038}{\sqrt{12}} = \pm 0,011 \text{ mval/100 ml}$$

A középérték relatív szórása:

$$\Delta\% = \frac{\Delta \cdot 100}{M} = \pm \frac{0,011 \cdot 100}{20,56} \% = \pm 0,054\%$$

Hibaszámítás a 2. táblázat adatai alapján

$M = 6,10 \text{ mval/100 g}$

$$\delta = \pm \sqrt{\frac{0,0295}{7}} = \pm 0,065$$

$$\Delta = \pm \frac{0,065}{\sqrt{7}} = \pm 0,025$$

$$\Delta\% = \pm \frac{0,025 \cdot 100}{6,10} \% = \pm 0,40\%$$

A módszer pontosságát a következő módon ellenőriztük:

A már vizsgált paradicsom ivólevet 0,1 m nátriumklorid oldattal 1 : 1 arányban kevertük és az így nyert oldatot az összes kationtartalomra nézve megvizsgáltuk. A 3. táblázat adataiból kitűnik, hogy az eredmények a számított értékektől csak igen kis mértékben tértek el.

3. táblázat

Vizsgált anyag	mval kation/100 ml		
	talált	számított	Eltérés
Paradicsomivólevé .....	20,56	—	—
0,1 m NaCl-oldat .....	—	10,00	—
Paradicsomivólevé + 0,1 m NaCl 1 : 1 .....	15,21	15,28	- 0,07
	15,26		- 0,02
	15,31		+ 0,03

További eredményeinket a 4. táblázat tartalmazza.

Nr	Vizsgált anyag	Aciditás	„Összes” aniontartalom	Összes kationtartalom
1	Paradicsomivólé .....	8,14	29,86	21,72
2	Paradicsomivólé .....	4,55	23,52	18,97
3	Almalé .....	10,90	16,20	5,30
4	Almalé .....	10,82	15,73	4,91
5	Bírslé (rostos) .....	10,14	14,05	3,91
6	Szilvalé (rostos) .....	10,00	15,01	5,01
7	Szilvalé (rostos) .....	9,96	14,79	4,83
8	Narancs ivólé .....	2,90	14,55	11,65
9	Csipkebogyó szörp .....	14,31	22,66	8,35
10	Meggy szörp .....	16,91	23,44	6,53
11	Fekete ribizske szörp .....	12,68	28,85	16,17
12	Málnaszörp .....	14,67	19,55	4,88

A fentieket összefoglalva megállapítható, hogy a teljes kationcsere elvén alapuló módszerrel reprodukálhatóság és pontosság tekintetében kielégítő módon meghatározható a gyümölcslevek és gyümölcsszörpök összes kationtartalma. A vizsgálat kivitelezése egyszerű és időigénye nem nagyobb, mint a klasszikus ásványianyag meghatározásé (hamu).

Munkám lehetővé tételét dr. Vass Péter igazgató úrnak köszönöm meg.

#### I R O D A L O M

- (1) Sarudi I.: Naturbrunnen 17, 16, 1967.  
 (2) Erdey L.: Bevezetés a kémiai analízisbe II. Tankönyvkiadó. Budapest. 1951. 65 p.

### ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВСЕХ СОЛЕЙ СОДЕРЖАЩИХСЯ В ФРУКТОВЫХ СОКАХ И ФРУКТОВЫХ НАПИТКАХ

мл. Шаруди И.

В вводной части автор сравнивает определения солей полученных на основе полного ионообмена с традиционными определениями золь и ограниченным числом возможностью проводимости полученного путем измерения.

Ознакомляет способ определения содержания всех катионов в фруктовых соках и напитках. Надежность метода оправдывалась опытными данными полученных путем оценки исключения погрешности. Суть этого способа заключается в следующем: помощью искусственного клея Варион КШ преобразованного в  $H^+$  произвели полный катионный обмен, а после получения смеси кислоты очищенного щелочью определили содержание анионов. Из этих данных отчисляя первоначальную кислотность получили содержание всех катионов. При титровании – если цвет испытуемого вещества не мешает – применяют индикатор фенолфталеина, в противоположном случае употребляют хемилюминесцентный индикатор луцигенин.

### BESTIMMUNG DES GESAMTSALZGEHALTES IN FRUCHTSÄFTEN UND FRUCHTSYRUPEN

I. Sarudi jun.

Verfasser vergleicht im einleitenden Teil seiner Arbeit die auf vollständigem Ionenaustausch gegründeten Salzbestimmungen vor allem prinzipiell mit den durch traditionelle Aschenbestimmungen und Leitfähigkeitsmessungen entste-

henden beschränkten Möglichkeiten. Des Weiteren beschreibt er ein Verfahren zur Bestimmung des gesamten Kationengehaltes von Fruchtsäften und Fruchtsyrupen. Die Zuverlässigkeit der Methode wird durch Fehlerberechnung ausgewertete Versuchangaben erwiesen. Prinzip des Verfahrens: Vermittels des auf  $H^+$  gebrachten Kunstharzes Varion KS wird ein vollständiger Kationenaustausch durchgeführt, das erhaltene Säuregemisch mit Lauge titriert, und so der gesamte Anionengehalt bestimmt. Aus diesem Wert wird nach Abziehung der Gesamtazidität der Probe der gesamte Kationengehalt berechnet. Bei der Titrierung wird – falls die Farbe der zu untersuchenden Substanz nicht stört – Phenolphthalein als Indikator verwendet, widrigenfalls der chemiluminescente Indikator Lucigenin.

## DETERMINATION OF THE TOTAL SALT CONTENT OF FRUIT JUICES AND FRUIT SYRUPS

*I. Sarudi, Jr.*

As an introduction, mainly the salt determinations based on a complete ion exchange are compared, from a theoretical aspect, with the conventional ash determinations and with the limited possibilities of determinations based on the measurement of conductance. Subsequently, a method is described for the determination of total cations in fruit juices and fruit syrups. The reliability of this method is proved by experimental data evaluated by error calculations. In essence, the method is as follows. A complete cation exchange is carried out with the aid of the synthetic resin Varion KS converted into  $H^+$ -form, and, in order to obtain the contents of total anions, the formed acid mixture is titrated with alkali. The content of total cations is obtained by subtracting the original acidity of the sample from the titration value. If the colour of the tested sample does not interfere, phenolphthalein may be used as indicator in the titration. In the case of coloured samples, the application of lucigenin as a chemiluminescent indicator is suggested.

## DOSAGE DE LA TENEUR TOTALE EN SELS DES JUS ET DES SYRUPS DE FRUITS

*I. Sarudi (jun.)*

Dans l'introduction de son article l'auteur donne d'abord une comparaison de principe des dosages de sels basés sur l'échange complet des ions avec le dosage usuel dans les cendres et la possibilité limitée du dosage par conductométrie. Ensuite il fait connaître un procédé pour le dosage de la teneur totale en cations des jus et des syrups de fruits. Il démontre l'utilité de la méthode avec des données obtenues par expérimentation et soumises au calcul des erreurs. L'essentiel du procédé est le suivant: il exécute un échange total des cations à l'aide de la résine artificielle Varion K S portée à la forme  $H^+$ , ensuite il dose par titration avec de l'alcali la teneur totale en anions du mélange d'acides obtenu.

En déduisant de cette donnée l'acidité originaire de l'échantillon il obtient la teneur totale en cations. Pour la titration il se sert de la phénolphthaléine comme indicateur si la couleur de l'échantillon le permet, en cas contraire il emploie un indicateur lucigénine à chemiluminescence.