

Egyszerű eljárás aszkorbinsav vegyületek és nitrit sók egymás melletti meghatározására

SPANYÁR PÁL és PETRÓ OTTÓNÉ
Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest
Érkezett: 1968. március 19.

Az aszkorbinsav vegyületeknek élelmiszertechnológiai felhasználása szükségessé tette, hogy az aszkorbinsavat olyan körülmények között is meghatározzuk, amilyenek között ilyen vizsgálatokra szükség eddig nem volt. Így újabban egyre gyakoribb, hogy húspácolásra használt sókeverékekben aszkorbinsav, ill. sói és nátriumnitrit egymás mellett előfordulnak. Ilyen esetben mind az aszkorbinsav, mind a nitrit meghatározásában nehézségek mutatkoznak. A tapasztalat azt mutatja, hogy már nedvesség hatására gyakran bomlás indul meg. Először a nitrit só bomlik, melyet azután az aszkorbinsav vegyület bomlása követ. Még gyorsabb a bomlás akkor, ha a feloldott sókeveréket megsavanyítjuk, amit az eddigi gyakorlat szerint mindenféle aszkorbinsav meghatározásnál alkalmazni kellett.

A kérdés megoldására két vizsgálati eljárást dolgoztunk ki. Az egyik eljárás folyamán a nitritet hatástalanítottuk, s annak elbomlása után határoztuk meg az aszkorbinsavat, a másik esetben az aszkorbinsav vegyületet oxidáltuk, ami után a nitrit meghatározása lehetővé vált. A bontást mindig olyan körülmények között kellett végezni, hogy a meghatározandó vegyület meghatározása biztonságos maradjon.

A módszerek kidolgozására vonatkozó kísérleteket, amelyekkel ezek megfelelő voltát megállapítottuk, érzékenységét, pontosságát, reprodukálhatóságát igazoltuk, máshol (1) közöltük. Az alábbiakban csak a két módszer leírását adjuk:

1. Aszkorbinsav meghatározás

1.1. *A módszer elve.* A sókeverék oldatában nátriumszulfittal és sósavval a nátriumnitritet redukáljuk, s a kéndioxid eltávolítása után a jelenlevő aszkorbinsavat bromatometriásan titráljuk.

1.2. Kémszerek

1. Nitrogéngáz gázpalackban
2. 10%-os nátriumszulfit oldat
3. 10%-os sósav
4. 0,1 n káliumbromát oldat
5. káliumbromid krist.
6. Indikátor. 0,2%-os p-etoxikrizoidin oldat 96%-os alkoholban oldva.

A kémszerek p. a. minőségűek.

1.3. Meghatározás

100 ml-es Erlenmeyer lombikba 10 ml vizsgálandó oldatot mérünk, s rajta keresztül lassan nitrogén gázt áramoltatunk. A gázáram bekapcsolása után

– várakozás nélkül 1 ml nátriumszulfid oldatot, majd 10 ml sósavat adunk hozzá. Minden oldat hozzáadása után az elegyet jól összerázzuk, majd a gázáram bevezetését 15 percen át folytatjuk. Ennek befejeztével az oldathoz kb. 0,5 g kristályos káliumbromidot és 2 csepp indikátort adunk, s azt 0,1 n káliumbromát oldattal az indikátor színének eltűnéséig titráljuk. Az átmenet igen éles. 1 ml káliumbromát oldat 8,806 mg aszkorbinsavnak, ill. 9.906 mg nátriumaszkorbát-nak felel meg.

1.4. Számítás

$$\text{As \%} = \frac{8,806 \cdot a + 86,1x + 1,364}{100}$$

$$\text{NaAS \%} = \frac{9,906 \cdot a + 96,9x + 1,532}{100},$$

ahol a = a titrálással fogyott 0,1 n KBrO_3 oldat (ml).

x = a vizsgált anyag NaNO_2 tartalma (%)

2. Alkalinitrit meghatározás

2.1. *A módszer elve.* A sókeverék oldatát trinátriumfoszfát oldattal erősen meglúgosítjuk, s tartós melegítés által az aszkorbinsavat oxidáljuk. Az aszkorbinsav-mentes – visszavasanyított – oldatban a nitrit a szulfanilsavas- α -naphtilaminos reagenssel a szokott módon meghatározható.

2.2. Kémszerek:

1. 1%-os trinátriumfoszfát p. a.

2. 1%-os sósav p. a.

3. 15%-os ecetsav p. a.

4. Reagens oldat:

A) 0,5 g szulfanilsavat feloldunk 150 ml 15%-os ecetsavban

B) 0,1 g α -naftilamin 20 ml forró desztillált vízben oldunk, majd hozzáöntünk 150 ml 15%-os ecetsavat.

Az A és B oldatokat összekeverjük, ha szükséges megsűrjük és az így nyert reagens oldatot barna üvegben kb. 2 hétig változatlanul eltarthatjuk.

2.3. Meghatározás

A vizsgálandó pácléből 2 ml-t 200 ml-es mérőlombikba pipetázunk. Hozzáadunk 5 ml 1%-os trinátriumfoszfát oldatot és 50 ml forró desztillált vizet, majd a lombikot 80°C -os vízfürdőbe helyezzük. 2 óráig tartó melegítés után a lombikot lehűtjük, hozzáadunk 1,5 ml 1%-os sósavat, majd desztillált vízzel jelíg töltjük. E törzsoldatból a várható nitrittartalomtól függően 1–5 ml-t 50 ml-es mérőlombikba pipetázunk és desztillált vízzel jelíg töltjük. Hozzáadunk 2 ml reagens oldatot, alaposan összerázzuk és 1 órai állás után a kialakult színt spektrofotométerrel mérjük, 515 mm-es hullámhossznál, 2 cm-es küvettában. A mérést vakpróbával szemben végezzük, mely 50 ml desztillált víz és 2 ml reagens oldatból áll.

A kapott extinkció értékekből az oldat nátriumnitrit tartalmát a következő képlettel állapítjuk meg:

$$A = \frac{526,3 \cdot E - 13,2}{a},$$

ahol

A = a vizsgált oldat NaNO_2 tartalma (mg%)

E = a mért extinkció

a = a színélőhíváshoz használt törzsoldat mennyisége (ml).

I R O D A L O M

1) *Spanyár P.* és *Petró M.*: Zeitschr. Leaensmittel-Unt. u. Forsch. 137. 163. 1968

ПРОСТЫЕ МЕТОДЫ ПАРАЛЛЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОЕДИНЕНИИ АСКОРБИНОВОЙ КИСЛОТЫ И НИТРИТА

П. Шпаняр и О. Петро

Для определения аскорбиновой кислоты после редукции нитрита в кислой среде сульфитом натрия а после устранения SO_2 производится хрома тометрическим методом. После окисления осуществимый нагревом нитрита и аскорбиновой кислоты в щелочной среде, уже известным методом возможно определить реагентом сульфаниловой кислот - α - нафтиламина.

EIN EINFACHES VERFAHREN ZUR BESTIMMUNG VON ASCORBINSÄURE-VERBINDUNGEN UND NITRITSALZEN NEBENEINANDER

P. Spanyol und O. Petró

Die Bestimmung der Ascorbinsäure erfolgt nach Reduzierung des Nitrats mit Natriumsulfit bei saurer Reaktion und Entfernung von SO_2 bromatometrisch. Das Nitrit kann nach Oxidation der Ascorbinsäure in alkalischem Medium unter Erwärmung mit dem Reagens Sulfanilsäure - α -Naphthylamin auf die bekannte Weise bestimmt werden.

A SIMPLE METHOD FOR THE DETERMINATION OF ASCORBIC ACID DERIVATIVES AND NITRITE SALTS IN THE PRESENCE OF EACH OTHER

P. Spanyol and O. Petró

Subsequent to reducing nitrates with sodium sulphite in an acidic medium and removal of sulphur dioxide, ascorbic acid is determined by bromatometry. Nitrite, in turn, is determined in the conventional way with the reagent sulphanic acid - α -naphthylamine, after oxidizing ascorbic acid by heating the sample in an alkaline medium.

PROCÉDÉ SIMPLE POUR LE DOSAGE DES COMPOSÉS ASCORBIQUES ET DES SELS NITREUX PRÉSENTS ENSEMBLE

P. Spanyol et O. Petró

Le dosage de l'acide ascorbique se fait par bromométrie après réduction du nitrite avec du sulfite de sodium en milieu acide et expulsion du SO_2 . Le nitrite peut être dosé de la manière connue avec le réactif acide sulfanylique - α naphthylamine après oxydation de l'acide ascorbique en milieu alcalin avec échauffement.