

# A potenciometriás és a coulombmetriás módszer alkalmazása a tej és más élelmiszerek kloridtartalmának meghatározására

KATONA FERENC

Állatorvostudományi Egyetem Élelmiszerhigiéniai Tanszék, Budapest

GARAI TIBOR

és

DÉVAY JÓZSEF

Veszprémi Vegyipari Egyetem Fizikai Kémiai Tanszék  
MTA Elektrokémiai Tanszéki Kutató Csoport, Veszprém

Érkezett: 1969. március 2.

Az élelmiszerek analitikai vizsgálatában a műszeres kémiai vizsgálatok egyre szélesebb körben terjednek. A *klasszikus módszerek* alkalmazása az élelmiszer-vizsgálatban jelenleg még eléggé általános, de a *modern eljárások* fokozatosan vagy helyenként ugrásszerűen felváltják azokat (31). A kevésbé munkaigényes, gyors, megbízható vagy a korábbinál pontosabb eredményt adó módszerek bevezetése indokolt, mert a koncentrált mezőgazdasági, élelmiszeripari és -kereskedelmi ellenőrző laboratóriumok feladatköre egyre szélesebb, a vizsgálandó minták számának növekedése a laboratórium kapacitásának emelkedését meghaladja.

A különböző élelmiszerek, így a tej, tejtermékek, húskészítmények, konyhasó tartalmának, ill. klorid tartalmának meghatározására szolgáló klasszikus módszer a *Volhard*-, ill. a *Mohr*-féle ezüstnitrátos titrálás (7, 26, 27); nálunk ezek szerepelnek a szabványosított módszerek között (12, 37, 38).

Az utóbbi években több szerző foglalkozott a potenciometrikus klorid-meghatározási eljárás alkalmazásával is. *Nagesvararao* és *Blobel* (22), továbbá *Senft*, *Grochowalski* és *Cislar* (30) a tej kloridtartalmának meghatározásában megbízhatóbbnak találta a csapadékos titrálásnál. *Andersen* (1) saját vizsgálatában, *Kzeminsky*, *Bartal* és *Landman* (14) pedig sózott hús és húskészítmények vizsgálatában alkalmazta a gyors potenciometrikus kloridmeghatározási eljárást. *Kacs Kovics* és *Schumann* (11) az általuk használt platina (illetve ezüst) – kalomel elektródapár segítségével végzett potenciometrikus titrálás reprodukálhatóságát, pontosságát szintén jobbnak találta mint a szabványos indikátoros titrálást. Tej, növényi konzervek, húsipari töltelékárúk vizsgálatánál kapott eredményeik mindkét módszer esetében jól egyeztek.

A tej kloridtartalmának vizsgálata mindenekelőtt a tőgy-gyulladások diagnosztikai módszerei között szerepel, a tejiparban pedig más módszerekkel együtt a tej kóros eredetének megállapítására használható. A tej analitikai vizsgálata a benne levő zsír és fehérjék alkotta polidiszperz rendszer miatt sok nehézséggel jár. Közvetlenül a tejben végzett csapadékos titrálások végpont-indikációja a különböző indikátorokkal rendszerint nem elég éles és így eredmény szórása a kívántnál nagyobb.

A vázolt nehézségek kiküszöbölésére a tej kloridtartalmának meghatározására coulombmetriás eljárást dolgoztunk ki. Az ekvivalencia pont indikálására

módosított potenciometrikus módszert alkalmaztunk, amely a coulombmetriás eljárástól függetlenül is alkalmazható a gyakorlatban. A módszer pontos, gyors, automatikus, a rutinvizsgálatok céljára megfelel és külön előnye, hogy igen kis kloridkoncentrációnál is alkalmazható.

## Vizsgálati anyag és módszerek

### a) A coulombmetriás módszer

A potenciometrikus titrálás egyike a legelterjedtebb elektrokémiai analitikai módszereknek, a coulombmetria azonban csak viszonylag rövid múltra tekinthet vissza. A coulombmetria lényegében a jól ismert Faraday-törvényen alapszik, amely szerint az elektrolízisnél az oldaton átbocsátott töltésmennyiség arányos az elektromos áram által kiválasztott anyagmennyiséggel.

A coulombmetriás analízis terén *Szbellédy és Somogyi* (33) végeztek úttörő munkásságot és elsőként alkalmazták az elektromos energiával fejlesztett hidrogén és hidroxil ionokat (34), valamint brómot (35) analitikai célokra. Az elfogyasztott titráló anyag mennyiségét a fejlesztéshez szükséges elektromosság mennyiség coulombméterben történő mérésével határozták meg. A módszer gyakorlati és elvi előnyeit csak egy évtizeddel *Szbellédy és Somogyi* eredeti közleményének megjelenése után ismerték fel teljes egészében, és a második világháború után mind több kutató foglalkozott újabb gyakorlati eljárások kidolgozásával.

A coulombmetriás eljárások alapfeltétele, hogy az elektródfolyamat, illetve a titráló reagens fejlesztése melléreakciók nélkül, 100%-os áramkihasználással történjen, vagy legalábbis a megengedett titrálási hibánál kisebb mértékben térjen el a 100%-tól. Ennek a feltételnek a már említett hidrogén és hidroxil ionon kívül számos, általában használt analitikai reagens megfelel. Elsők között alkalmazták az elektrolitikusan fejlesztett brómot (35) arzén (21), antimon (2), tallium (3), négyértékű urán (4), olefinek (15, 20), acélok kéntartalma (10) és sok szerves és gyógyszerkészítmény elemzésére. Igen széles területen alkalmazható coulombmetrikus titrálásokhoz a klór és a jód is, amelyet *Swift* és munkatársai javasoltak (9, 25, 27).

Különösen előnyös oldatban nehezen eltartható titrálószerek elektrolitikus fejlesztése, ugyanis a reagens-oldat időállósága itt nem befolyásolja az analízis pontosságát, mivel a fejlesztett reagens rögtön reakcióba lép a mérendő komponenssel. Elsőként kell említeni az ilyen reagensek között a titán (11) ionokat (17, 18, 19,) és a mangán (11) anódos oxidációját (29).

A coulombmetrikus titrálások egyik legfőbb előnye, hogy  $10^{-4}$ – $10^{-8}$  mól/l koncentrációknál is alkalmazhatók. Ilyen koncentráció intervallumban más úton nehezen készíthető analitikai reagens (25). A rendkívüli érzékenység magyarázata az, hogy az áramerősség és az idő, azaz a töltésmennyiség sokkal pontosabban mérhető, mint a megszokott volumetriás titrálásoknál a fogyott titráló oldat térfogata.

Az itt említett példák természetesen csak kis töredékét képezik a szakirodalomban, összefoglaló cikkekben és kézikönyvekben található coulombmetrikus titrálásoknak, de jellemzik a módszer elterjedtségét.

A coulombmetria különleges analitikai, nem pedig indikációs eljárás, ahol a titráló oldat adagolását töltés „adagolása” helyettesíti. Az indikációra, azaz a titrálás végpontján jelzésére a coulombmetriában is alkalmazható valamennyi ismert eljárás, a vizuális kolorimetriától kezdve, az elektroanalitikai módszerekig. Legkényelmesebbek – különösen a műszeres analitika szempontjából – a potenciometrikus, amperometrikus stb. eljárások.

Lingane és Kowalowski (16), valamint Kennedy és Farrington (13) javasolták először halogenid ion meghatározását elektrolitikusan előállított ezüst ionokkal. Végpont meghatározására potenciometrikus eljárást alkalmaztak.

DeFord és Horn (6) higany (I) ionok elektrolitikus előállításának hatásfokát vizsgálta és Przybylowitz és Rogers-szel (23) egyidejűleg javasolták coulombmetrikus reagensnek. A végpont meghatározás céljára a potenciometrikus módszer önként adódik. A fém higanyon kívül arany és ezüst amalgámot javasoltak indikátor elektródként, de használhatóságukat illetően megoszlanak a vélemények.

Szerves anyagok klór tartalmát több szerző határozta meg mikrométerekben coulombmetriásan, nátriumperoxiddal történő feltárás (32) vagy égetés (5) után. Hús klór tartalmának meghatározására is javasoltak coulombmetriás eljárást (14).

Pungor, Dévay és munkatársaik elsősorban rutinvizsgálatok céljára mikrométerekben is kielégítő pontosságú coulombmetriás elven működő automatikus elemző készüléket\* ismertettek (25). A műszer könnyen kezelhető és digitális számtárcsáján a minta klór tartalma közvetlenül olvasható le mikrogramm egységekben.

#### b) A tej klór tartalmának meghatározása

A tej klór tartalmának meghatározására a potenciometrikus titrálásoknál ezüstnitrát és higany (I) nitrát mérő oldat szolgált. A coulombmetrikus eljárásnál elektrolitikusan fejlesztett ezüst-, illetve higany (I) ionokat alkalmaztunk. A titrálás végpontjának indikálására potenciometrikus módszer szolgált. Az első esetben ezüst- ezüstklór (8), a második esetben platinaelemzre elektrolitikusan leválasztott fémhigany indikátor elektródot (24) használtunk. Az ezüst- ezüstklór elektród klór (I) ionokra reverzibilisen működik és potenciálja jól reprodukálható és megbízhatóbb, mint az irodalomban javasolt platinaelektród (11).

Mind az argentometriánál, mind a merkurometriánál a higany-higany (I) szulfát elektródot választottuk referencia elektródként, tekintettel arra, hogy ebben az esetben nem volt szükséges körültekintően ügyelni a klór szennyezés veszélyének elhárítására, ami elkerülhetetlen kalomel referencia elektród használatakor. A referencia elektród könnyűszerrel készíthető, jól reprodukálható és potenciálja megegyezik az irodalmi adatokkal (36) és ezért feltétlenül előnyösebb, mint a platina referencia elektród (30).

A titrálásokat lehetőleg nagy vezetőképességű, tehát erős elektrolitokat tartalmazó oldatban célszerű végezni. Alapoldatként 15%-os ecetsav és 0,5 mol/l perklórsav 1 : 1 metanol-vizes oldatának elegyét találtuk megfelelőnek. A 15%-os ecetsavban a tejminta könnyen homogenizálható, fehérje és más kolloidanyag tartalma nem képez durva koagulátumot, amely ha az elektródokra tapad, bizonytalanná teszi az indikátor elektród potenciálját, és esetleg melléreakciók vagy az elektród ellenállásának megnövekedése miatt, lecsökkenti az ezüst, ill. higany (I) ionok elektrolitikus fejlesztésére szolgáló ún. generátorelektród 100%-os áramkihasználását. A tej homogenizálása szempontjából 2,5–25%-os ecetsav oldat egyaránt megfelel. A 12–15%-os ecetsav oldat használata a legcélszerűbb, mert ebben a koncentráció intervallumban az ecetsav oldatok vezetőképessége a koncentráció függvényében maximum. A perklórsav 50%-os metanolos oldatára azért esett választásunk, mert a generátorelektródot nem oldja és viszonylag nagy a vezetőképessége is. Salétromsav hordozó elektrólitként való alkalmazása esetén (22, 14) fennáll az a veszély, hogy mind az ezüst, mind a higany generátorelektród oldódása következtében a titrálási eredmények a helyes értéknél kisebbek lesznek.

\* A készüléket a Radelkisz KTSZ sorozatban gyártja (Klór mérő Typ: OH 402).

## Eredmények és értékelés

### a) Potenciometrikus titrálás

A potenciometrikus titráláshoz a Radelkisz OP-205 Precíziós pH mérőt, vagy az OP-203 Univerzális pH mérőt és mágneses keverőt alkalmaztunk.

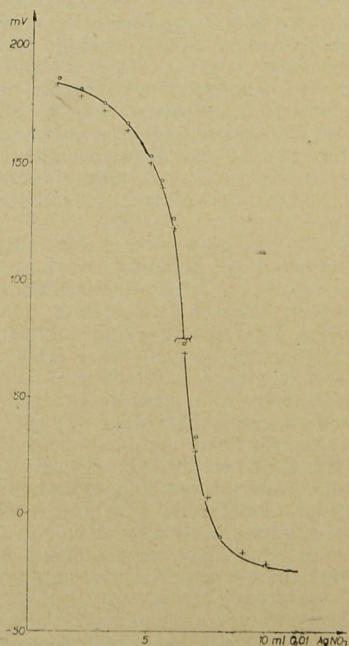
A potenciometrikus titrálásokat a szokásos módon hajtottuk végre és értékeltük (8).

Az indikátor elektródnak a referencia elektródhoz viszonyított potenciálját a mérőműszeren egy-egy ml mérőoldat adagolása után leolvastuk és a mérési adatokat a mérőoldat térfogatának függvényében grafikusan ábrázoltuk. (Az ekvivalencia-pont közelében a mérőoldatot 0,25 ml-enként adagoltuk.)

Az ekvivalencia-pontot az ábrából az inflexiós pont megállapításával határoztuk meg. Példaképpen az 1. ábrán egy potenciometrikus titrálás adatait tüntetjük fel.

Az indikátor elektródokat a következő módon készítettük:

Az ezüst-ezüstklorid indikátorelektrod készítéséhez (8) ezüstszálat vagy ezüsttel előzőleg bevont platinaszálat illetve lemezt alkalmaztunk. Ez utóbbi esetben koncentrált salétomsavban gondosan letisztított platina elektródot 5%-os  $KAg(CN)_2$  oldatban katódként kapcsolva (anódként szintén platinaelektrodot használtunk (kb. 30 percig 5–6 mA,  $cm^2$  áramerősséggel ezüsttel vontuk be. Az ezüst, illetve az ezüstözött platinaelektrodot többszörös vizes öblítés után, 0,1 n HCl oldatban anódként kapcsolva, 2–3 mA áramerősséggel néhány percig kloriddal vontuk be (8).



1. ábra

A tej kloridtartalmának meghatározása potenciometriásan:  
2 ml tej ecetsavas-perklórsavas-metanoiban

Higany indikátorelektrod készítésekor az előzőleg gondosan megtisztított platinalamezt kb. 1 n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oldatban higany anóddal kapcsoltuk szembe és 20–50 mA/cm<sup>2</sup> áramsűrűséggel 30–60 percig elektrolizáltuk. Fényes, jól tapadó higanybevonat keletkezik (24).

Az így készített elektrodok 5–10 mV-on belül azonos potenciált mutattak a titrálás végpontján. Az elektrod potenciálja hosszú használat után is 5 mV-on belül reprodukálható.

A Hg/Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> referenciaelektrod készítéséhez az elektrod platina kontaktusára tiszta fém higanyt rétegzünk, hogy a platina az elektrolittal ne érintkezhessek. A higanyra p. a. minőségű Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> szuszpenziót rétegeztünk. A szuszpenzió 1 n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oldattal készült. A higanyszulfát réteg leülepedése után az elektrodot 1 n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oldattal töltjük fel.

Amennyiben megfelelő minőségű Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nem áll rendelkezésünkre, az alább eljárással (36) lehet megfelelő minőségű Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-t készíteni:

Kb. 12–15 cm átmérőjű kristályosítócsésze közepébe 4–5 cm átmérőjű kristályosítócsészét helyezünk. Az utóbbi fenekére kb. 1 cm rétegvastagságban fém higanyt helyezünk el. Mindkét kristályosítócsészét 1 : 6 arányban hígított kénsavval töltjük meg oly módon, hogy a kénsav oldat a belső kristályosítócsészét teljesen ellepje. A fém higanyt anódnak kapcsolva, katódnak pedig platina lemez elektrodot alkalmazva 2 A erősségű árammal elektrolizálunk. A Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> elválasztásának elősegítésére a belső kristályosítócsészébe keverőt helyezünk oly módon, hogy a keverő lapát a higany felületéhez ne érjen hozzá. Néhány órai elektrolízis után a külső kristályosítócsésze aljára Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ülepedik le. Ezt összegyűjtjük és 1 n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-el többször átmoszuk, majd 1 n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-ben szuszpendálva az elektrodédénybe helyezt fém higanyra töltjük. A szuszpendált Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> leülepedése után 1 n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-el töltjük fel az elektrodédényt.

A Hg/Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> elméleti potenciálja normál H<sub>2</sub> elektróddal szemben, 25 °C-on, 615 mV.

Az argentometriás titrálásoknál 1 ml 0,1 n KCl oldatot illetve 2 ml tejet 25–50 ml 15%-os ecetsav oldatban homogenizáltunk és 0,01 n AgNO<sub>3</sub> mérőoldattal titráltuk.

A tej ecetsav-oldatban történt homogenizálásakor keletkező diszperz rendszer klórion adszorpciójának esetleges zavaró hatását úgy ellenőriztük, hogy

Potenciometriás titrálások eredményei

1. táblázat

Mérőoldat	Alapoldat	Mérőoldat fogyás*			A tejminták Cl <sup>-</sup> tartalma mg/100 ml	Hiba %
		2 ml tej ml	1 ml 0,1 n KCl ml	1 ml 0,1 n KCl + 2 ml tej ml		
0,01 n AgNO <sub>3</sub>	50 ml 25% CH <sub>3</sub> COOH	7,05 ± 0,10	10,00 ± 0,05	17,10 ± 0,10	125	1,6
	50 ml 15% CH <sub>3</sub> COOH	7,10 ± 0,10	10,05 ± 0,05	17,05 ± 0,10	125	1,6
	50 ml 2,5% CH <sub>3</sub> COOH	7,10 ± 0,10	10,00 ± 0,05	17,05 ± 0,10	125	1,6
		10 ml tej ml	5 ml ,01 n KCl ml			
0,05 n Hg <sub>2</sub> (NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub>	50 ml 1 n HNO <sub>3</sub>	6,80 ± 0,15	9,90 ± 0,05		121	2,2

\* Az adatok 3–6 paralel mérés középértékét és a paralel meghatározások közötti eltérést tüntetik fel.

a tejmintához ismert mennyiségű káliumkloridot adagoltunk. Az 1. sz. táblázatból látható, hogy a klorid ion adszorpciója nem okoz a titrálási hibát meghaladó eltérést a mérési eredményekben.

A merkurometriás titrálásokat 10 ml tej minta 1 n HNO<sub>3</sub> oldatában végeztük. A mérőoldat 0,05 n Hg<sub>2</sub>(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> volt. (A potenciometrikus titrálásoknál nem kellett számolni a salétomsav zavaró hatásával.)

A potenciometrikus titrálások eredményeit az 1. táblázat tünteti fel.

#### b) Coulombmetriás meghatározások

A coulombmetriás meghatározásokat a Radelkis OH 402 típusú Kloridméter készülékén végeztük (24).

Az argentometriás meghatározásokhoz szolgáló cella kb. 50 ml térfogatú, normálciszolatos kivitelű volt. A csiszolatos elektródok kombinált megoldásúak, egy-egy elektródpárt egybeépítve tartalmaznak. Az ezüst ionok elektrolitikus fejlesztésére ezüstrúd anód szolgált, amelyet a platina katódtól diffúziógátló réteg választ el (24). Az indikátorelektrod előkészítése a potenciometrikus titrálásoknál ismertetett módon történt.

A mérendő tejmintát az alábbiak szerint készítettük elő: a vizsgálandó tej 1 ml-ét 10 ml 15%-os ecetsavban keveréssel homogenizáltuk. A homogenizált elegyet 40 ml 0,5 mol/l HClO<sub>4</sub> 1 : 1 metanol-víz elegyben készített oldatához öntöttük. A meghatározást a készülék használati utasításában foglaltak szerint végeztük.

A kolloid rendszer klorid ion-adszorpciójának zavaró hatását ezeknél a titrálásoknál is az előbbieken ismertetett módon ellenőriztük. Az eredményeket a 2. táblázat mutatja.

2. táblázat\*

Coulombmetriás titrálások eredményei

Mérőrendszer		Kloridméter állás**			A tejminták Cl <sup>-</sup> tartalma mg/100 ml	Hiba %
		Minta				
Generátor elektródpár	Indikátor elektródpár	1 ml tej g Cl <sup>-</sup>	0,5 ml 0,1 n KCl g Cl	1 ml tej + 0,5 ml 0,1 n KCl g Cl <sup>-</sup>		
Ag - Pt	Ag(AgCl-Hg <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) Hg	1090 ± 15	1770 ± 12	2860 ± 31	109	1,5
Hg - Pt	Hg(Hg <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )Hg	1085 ± 40	1770 ± 14	—	109	4,0

\* A potenciometrikus titrálásoknál és a coulombmetriás meghatározásoknál különböző tejmintákat vizsgáltunk.

\*\* Az adatok 3-6 parallel mérés középértékét és a parallel meghatározások közötti eltérést tüntetik fel.

Az eredményekből látható, hogy a klorid ion adszorpciója a coulombmetriás meghatározásoknál sem okoz mérhető hibát.

A merkurometriás meghatározásoknál alkalmazott mérőedény az előbb ismertetettel megegyező felépítésű volt azzal a nyilvánvaló különbséggel, hogy a generátor elektródpár platina anódja fém higanyba merült, az indikátor elektród pedig, fém higanyal bevont platina lemez volt. A vizsgálandó mintákat az előbbivel azonos módon készítettük elő. Az eredményeket a 2. táblázat tünteti fel.

Összefoglalva megállapítható, hogy mind az argentometriás, mind a merkurometriás potenciometrikus titrálási és coulombmetriás titrálási módszer egyaránt alkalmas a tej kloridtartalmának 0,5–3%-os pontossággal történő meghatározására. A gyors gyakorlati vizsgálatok követelményeinek leginkább a coulombmetriás titrálás felel meg ezüst-ezüstklorid indikátor elektród alkalmazásával az elektród rendszer egyszerűbb előkészítése és kezelése miatt. Az ismertetett coulombmetriás eljárás előnye, hogy vele egy-egy minta vizsgálatának időtartama a többi titrálási módszer időszükségletének egyharmada, az eredmény pedig a készülék számtáraságán közvetlenül leolvasható.

Vizsgálatainknál – modell anyagként – tejmintákat használtunk, de természetesen az itt ismertetett eljárás, a minta megfelelő előkészítése esetén tejtermékeknél és más élelmiszereknél is alkalmazható.

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

- (1) *Andersen, U. B.*: *Milchwiss.*, 18, 285, 1963.
- (2) *Brown, R. A.* – *Swift, E. H.*: *J. Am. Chem. Soc.*, 71, 2717, 1949.
- (3) *Buch, R. P., Farrington, P. S. és Swift, E. H.*: *Anal. Chem.*, 24, 1185, 1952.
- (4) *Carson, W. N.*: *Anal. Chem.*, 25, 466, 1953.
- (5) *Coulson, D. M. és Cavanath, L. M.*: *Anal. Chem.*, 32, 1245, 1960.
- (6) *Deford, D. D. és Horn, H.*: *Anal. Chem.*, 28, 797, 1956.
- (7) *Erdey L.*: Bevezetés a kémiai analízisbe. II. kötet. Tankönyvkiadó, Budapest, 1968.
- (8) *Erdey-Gruz T. és Proszk, J.*: *Fizikai Kémiai Praktikum*, Budapest, 1962.
- (9) *Farrington, P. S. és Swift, E. H.*: *Anal. Chem.*, 22, 889, 1950.
- (10) *Hibbs, L. E. és Wilkins, H. D.*: *Anal. Chim. Acta*, 20, 344, 1959.
- (11) *Kaeskovic, M. és Schumann R.*: *ÉVIKE*, 14, 183, 1969.
- (12) *Ketting F.*: *Tejipari laboratóriumi vizsgálatok*, Műszaki Kiadó, Budapest, 1955.
- (13) *Kowalowski, R. L., Kennedy, J. H. és Farrington, P. S.*: *Anal. Chem.*, 26, 626, 1954.
- (14) *Krzeminski, L. F., Bartal, A. és Landmann, W. A.*: *J. Food Science*, 30, 52, 1965.
- (15) *Leisey, F. A. és Grutsch, J. F.*: *Anal. Chem.*, 28, 1553, 1956.
- (16) *Lingane, J. J.*: *Anal. Chem.*, 26, 522, 1954.
- (17) *Lingane, J. J. és Iwamoto, R. T.*: *Anal. Chim. Acta*, 16, 465, 1957.
- (18) *Lingane, J. J. és Kennedy, J. H.*: *Anal. Chim. Acta*, 15, 465, 1956.
- (19) *Malmstadt, H. V. és Roberts, C. B.*: *Anal. Chem.*, 28, 1412, 1956.
- (20) *Miller, J. W. és Deford, D. D.*: *Anal. Chem.*, 29, 475, 1956.
- (21) *Nyers, R. J., Swift, E. H.*: *J. Am. Chem. Soc.*, 70, 1047, 1948.
- (22) *Nageswararao, G., a Blobel, H.*: *J. Dairy Science* 46, 1426, 1963.
- (23) *Przybylowitz, E. P., Rogers, L. B.*: *Anal. Chem.*, 28, 799, 1956.
- (24) *Pungor, E., Dévay J., Garai T., Juhász B.*: *Veszprémi Vegyipari Egyetem Közleményei*, 10, 165, 1966.
- (25) *Ramsey, W. J., Farrington, R. S., Swift, E. H.*: *Anal. Chem.*, 22, 332, 1950.
- (26) *Roeder, G.*: *Grundzüge der Milchwirtschaft und des Molkereiwesens*. Verlag Parey, Hamburg-Berlin, 1954.
- (27) *Rowley, H., Swift, E. H.*: *Anal. Chem.*, 26, 373, 1954.
- (28) *Schönherr, W.*: *Tierärztliche Milchuntersuchung*, Hirsch Verlag, Leipzig, 1965.
- (29) *Selím, R. G., Lingane, J. J.*: *Anal. Chim. Acta*, 21, 536, 1959.
- (30) *Senft, B., Grochowalski, K., Cieslar, P.*: *Milchwissenschaft*, 20, 470, 1965.
- (31) *Spandýr P.*: *ÉVIKE*, 14, 13, 1968.
- (32) *Stauberg, O. E., Craig, H. C., Parsons, J. S.*: *Anal. Chem.*, 30, 1842, 1958.
- (33) *Szabellédy, L., Somogyi, Z.*: *Z. Anal. Chem.*, 112, 323, 1938.
- (34) *Szabellédy, L., Somogyi, Z.*: *Z. Anal. Chem.* 112, 395, 1938.
- (35) *Szabellédy, L., Somogyi, Z.*: *Z. anal. Chem.*, 112, 385, és 400. 1939.
- (36) *Yves, D. J. G., Janz, G. J.*: *Reference electrodes*, Acad. Press, New-York., 1961.
- (37) *MSZ 3618–50*. Konyhasó meghatározása.
- (38) *MSZ 3712–51*. Tejvizsgálat. Kloridion meghatározása.

### ПРИМЕНЕНИЕ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКОГО И КУЛОНОМЕТРИЧЕСКОГО МЕТОДА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДА МОЛОКА И ПРОЧИХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

Ф. Катона, Т. Гараи, Й. Деваи

Авторы для микрометрического определения содержания хлорида молока и прочих пищевых продуктов предлагают применять кулонометрический метод. Подробно знакомяют литературу кулонометрического метода

и описывают аргентометрическую и меркурометрическую модификацию потенциометрического определения хлорида используемую в практике независимо от коулонометрического метода. Детально знакомят способ изготовления электродов. Предлагаемые методы определения хлорида надежные, быстрые и соответствуют для целей рутинных испытаний. Точность определений находится в пределах 0,5–3%.

#### ANWENDUNG DER POTENCIOMETRISCHEN UND COULOMBMETRISCHEN METHODE ZUR BESTIMMUNG DES CHLORIDGEHALTES VON MILCH UND ANDEREN LEBENSMITTELN

*F. Katona, T. Garay und J. Dévay*

Die Verfasser empfehlen für die Mikrobestimmung des Chloridgehaltes von Milch und anderen Lebensmitteln die coulombmetrische Methode. Sie besprechen die Literatur der Coulombmetrie ausführlich. Sie beschreiben die argentometrische und merkurometrische Ausführungsform der potentiometrischen Chloridbestimmung eingehend, diese können auch unabhängig vom coulombmetrischen Verfahren in der Praxis angewandt werden. Sie beschreiben die Herstellungsweise der verwendeten Elektroden ausführlich. Die in Vorschlag gebrachten Chloridbestimmungsmethoden sind zuverlässig, rasch durchführbar, sie eignen sich für routinemässige Untersuchungen. Die Genauigkeit der Bestimmungen beträgt 0,5–3%.

#### UTILIZATION OF POTENTIOMETRIC AND COULOMBMETRIC METHODS TO ESTIMATE THE CHLORIDE CONTENT OF MILK AND OTHER FOODS

*F. Katona, T. Garai, J. Dévay*

Authors suggest a coulombmetric method to estimate the chloride content of milk and other foods on a micro scale. A detailed account is given on the literature of coulombmetry. The argentometric and mercurometric variants of the potentiometric chloride assay which may be used in practice independently from the coulombmetric method, are described in detail. A thorough description is given of the preparation of the electrodes used. The methods suggested for chloride estimation are reliable, quick and suitable for routine analysis. Accuracy of measurements is 0,5–3%.