

A tej kálium és kalcium tartalmának közvetlen meghatározása lángfotométerrel

BENDE EDE és SZABÓ ANDRÁS
Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Győr

Érkezett: 1972. szeptember 25.

A tejvizsgálatok során elengedhetetlen a kálium és kalcium tartalom ismerete. A meghatározást legtöbbször a tej elhamvasztásával nyert hamuból kiindulva végzik el.

A kálium tartalom mérése régebben gravimetriás vagy térfogatossal mérésrel történt. Az utóbbi időben elterjedt a lángfotométeres meghatározás, ami a hamu sósavas oldatából végezhető el.

A kalcium tartalom mérésére többféle módszer ismeretes, általában az ún. klasszikus vizsgálati módszereket használják. Legrégibbi módszer a permanganometriás meghatározás, itt az oxalát formában leválasztott csapadékból határozzák meg a kalcium tartalmat (1). Egy másik gyakran alkalmazott módszer a komplexometriás eljárás, amit az anion-zavarás (pl. foszfát) kiküszöbölése érdekében gyakran ioncserével kombinálnak. A módszer elve az, hogy a Ca-ion lúgos pH-nál az EDTE oldattal komplexet képez, s a folyamat indikátorok (pl. murexid) alkalmazásával nyomon követhető.

Az itt ismertetett klasszikus analitikai eljárások mellett, a kalcium lángfotometriásan is mérhető (2, 3).

Az eddigi gyakorlatban a kálium méréséhez hasonlóan a hamu sósavas oldatából határozták meg a kalciumot.

A hamvasztásos módszerek éppen a művelet jellegéből adódóan összetettek és időigényesek. Az általunk kidolgozott eljárással a tej kálium és kalcium tartalma hamvasztás nélkül, közvetlenül mérhető. A módszer gyors és rutinvizsgálatok céljaira különösen ajánlható.

A vizsgálati eljárás elve

A tejből desztillált vízzel ismert koncentrációjú híg oldatokat készítettünk, s meghatároztuk a koncentráció-galvanométer kitérés görbét, mind kálium, mind kalcium esetében. Ugyanennek a tejnek a kálium és kalcium tartalmát más úton meghatározva kiszámítottuk, hogy 1 cm tej hány mg káliummal, ill. kalciummal ekvivalens. Az ismeretlen összetételű tejek vizsgálatánál elegendő egy ismert hígítású tejhez tartozó galvanométer kitérés ismerete, ebből a keresett kálium és kalcium tartalom meghatározható.

A mérőberendezés és a vizsgálati körülmények

A vizsgálatokat Flaphokol lángfotométerrel végeztük (4). A készülék acetilén-sűrített levegő gázkeverékkel működik, a láng hőfoka 2400 °C.

A kálium tartalmát a monokromátorral beállítható 769 nanométeren a piros jelű érzékelő cellával, ezerszeres erősítésnél, a kalcium tartalmát pedig a kék jelű cellával, ötszázszoros erősítésnél, 554 nanométeren mértük. A levegő nyomása 0,6 att., az acetiléné 30 v. o. mm volt. A készüléket a finombeállítóval úgy állítottuk be, hogy a vizsgálatokhoz felhasznált desztillált víz beporasztásánál zérus kitérést mutatott.

A kálium tartalom meghatározása

0,5, 1, 1,5, 2, 3, 4, 7, 10 mg% koncentrációjú kalibráló oldat-sorozatot készítettünk KCl desztillált vízben való oldásával. (1 mg% = 1 mg K/100 ml oldat.) Mérési adatainkat az 1. táblázat tartalmazza.

1. táblázat

Koncentráció mg % (K)	0,5	1	1,5	2	3	4	7	10
Galvanométer kitérés 3 mérés átlaga	2	5	9	13	22	32	61	91

Az adatok ábrázolásával nyert görbe az ionizáció fellépése miatt konkáv alakú.

A tej effektív kálium tartalmát az elhamvasztásával nyert hamu sósavas oldatából határoztuk meg lángfotométerrel.

Az adatokból a tej fajsúlya s a hamuszázalék ismeretében kiszámítható, hogy 1 kcm tej hány mg káliumot tartalmaz.

Ezután ugyanebből a tejből 1, 2, 3, 4 és 5 kcm-t desztillált vízzel 100 kcm-re hígítottunk, s összerázás után a káliumra megadott paraméterek mellett leolvastuk a galvanométer kitérését. Adatainkból az 1. ábrán látható görbe szerkesztendő.

Ezt a görbét használtuk fel „kalibrációs görbé”-nek az ismeretlen tejek vizsgálatánál. Az ismeretlen tejből elegendő pl. 3 kcm-t 100 kcm-re hígítani s ezt

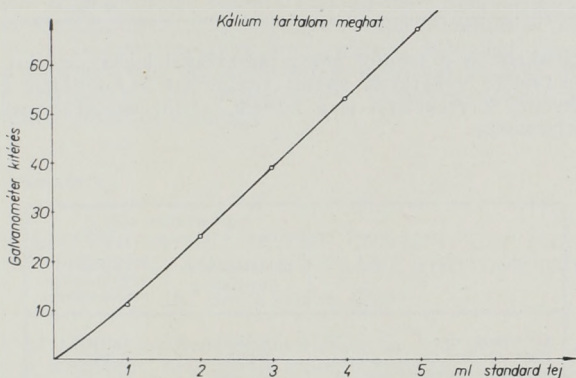
2. táblázat

ml tej/100 ml oldat		1	2	3	4	5
Galvanométer kitérés 3 mérés átlaga	pasztőrözött tej	9,5	24	38	54	68
	nem pasztőrözött tej . .	11	26,5	41,5	50,5	67,5

közvetlenül lángotométerrel mérni. A pontosság növelése érdekében 1, 2, 4, 5 kcm tejjel is elvégeztük a hígítást. A tejoldatok mérésével nyert kitéréseket a 2. táblázat tartalmazza. A táblázatban két különböző tej mért értékeit tüntettük fel.

A kitérések ismeretében az 1. ábráról leolvasható a standard tej kcm-k száma, ezt 1 kcm ismeretlen teje vonatkoztatva átlagoltuk, és a standard tej 1 kcm-ének kálium tartalmával szorozva kaptuk az ismeretlen tej keresett kálium tartalmát. Méréseink során a következő kálium tartalmakat kaptuk:

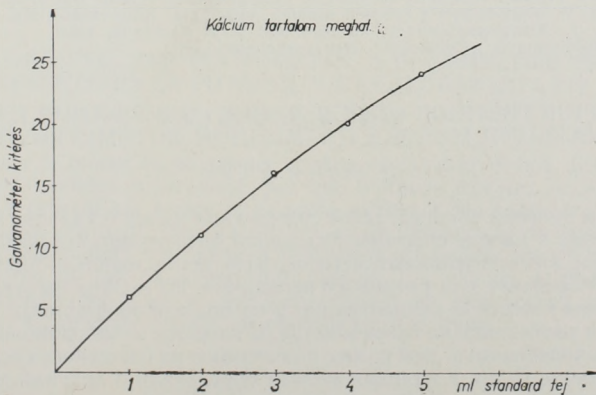
	K-tartalom súly %	
	hamuból	közvetlenül tejből
Standard tej	0,123	0,123
Pasztörözött tej	0,122	0,121
Nem pasztörözött tej	0,121	0,126



1. ábra

A kalcium tartalom meghatározása

A standard tej effektív kalcium tartalmát permanganometriásan határoztuk meg (1) és kiszámoltuk 1 ccm tej kalcium tartalmát mg-ban. A vizsgálandó tejből a kálium meghatározásnál leírtak szerint híg oldatokat készítettünk. A kalciumra vonatkozó mérési körülmények között elolvasott kitérésekből a 2. ábrát szerkesztettük.



2. ábra

ml tej/100 ml oldat		1	2	3	4	5
Galvanométer kitérés 3 mérés átlaga	pasztörözött tej	6	11	15	20	24
	nem pasztörözött tej ..	7	12	17	21,5	25

A továbbiakban is a kálium meghatározásánál leírtak szerint jártunk el. Az ismeretlen tejekre vonatkozó mérési adatainkat a 4. táblázat tartalmazza.

Eredményeink kiértékelését is a fentiek szerint végeztük, adatainkat az 5. táblázat tartalmazza.

5. táblázat

	Ca-tartalom súly %	
	permanganometriásan	közvetlenül tejből lángfotométerrel
Standard tej	0,1043	0,1043
Pasztörözött tej	0,0993	0,1033
Nem pasztörözött tej	0,1044	0,1139

A mérési eredményeket összefoglalva megállapítható, hogy közvetlenül a tejből végzett lángfotométeres kálium és kalcium meghatározás kielégítő pontosságú, s mivel rendkívül gyorsan elvégezhető, sorozatméréseknél különösen célszerű.

IRODALOM

- (1) *Ketting F.*: Tejipari vizsgálati módszerek, Mezőgazdasági Kiadó, Bp. 1969.
- (2) *Pungor E.*: A lángfotometria elméleti alapjai. Akadémiai Könyvkiadó, Bp. 1962.
- (3) *Dean, A. J.*: Flame-photometry, McGraw-Hill Book Company, 1960.
- (4) *Flammenphotometer „Flaphokol“*. Gebrauchsanleitung.

НЕПОСРЕДСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ КАЛИЯ И КАЛЬЦИЯ МОЛОКА ПЛАМЕННОЙ ФОТОМЕТРИЕЙ

Э. Бенде и А. Сабо

Авторы проводили определение содержания калия и кальция молока непосредственно в молоке способом пламенной фотометрии, который отличается от до сих пор применяемых методов. Этот метод довольно быстрый и соответствует особенно для рутинного испытания. Из молока изготовили жидкие растворы известной концентрации и на пламенной фотометре отсчитали отклонения имеющих на гальванометре. В качестве калибрационной кривой применяли подобранную диаграмму полученную из известного состава молока. Содержание калия и кальция молока определяли и другими методами и при сравнении их с пламенфотометрическими результатами получили хорошие совпадения.

UNMITTELBARE BESTIMMUNG DES KALIUM- UND CALCIUMGEHALTES DER MILCH MIT DEM FLAMMENPHOTOMETER

E. Bende und A. Szabó

Die Verfasser bestimmten den Kalium- und Calcium-Gehalt der Milch — abweichend von den bisher angewendeten Methoden — unmittelbar aus Milch, vermittels des Flammenphotometers. Das Verfahren ist rasch und besonders für Routine-Untersuchungen geeignet. Von der Milch werden verdünnte Lösungen bekannter Konzentration bereitet und an dem Flammenphotometer die Deviation des Galvanometers abgelesen. Als Kalibrationskurve diente ein mit Milch bekannter Zusammensetzung konstruiertes, ähnliches Diagramm. Der Kalium- und Calciumgehalt der Milch wurde auch mit anderen Methoden bestimmt. Der Vergleich mit den unmittelbaren flammenphotometrischen Resultaten ergab gute Übereinstimmung.

DIRECT DETERMINATION OF THE CONTENTS OF POTASSIUM AND CALCIUM IN MILK BY FLAME PHOTOMETRY

E. Bende and A. Szabó

In contrast to the methods applied thus far, the contents of potassium and calcium of milk were determined directly from the milk samples by flame photometry. The method is quick and is suitable mainly for routine tests. Dilute solutions of known concentration were prepared from the milk sample, and the galvanometer deflections were read on the flame photometer. Similar diagrams plotted with milk samples of known composition served as calibration curves. The contents of potassium and calcium of milks were determined also by other methods and the results compared well with the data obtained by way of direct flame photometry.

DOSAGE DIRECTE, PAR PHOTOMÈTRE À FLAMME, DES TENEURS RESPECTIVES EN POTASSIUM ET CALCIUM DU LAIT

E. Bende et A. Szabó

On a dosé la teneur en potassium et celle en calcium du lait, différemment des méthodes utilisées auparavant, par une méthode directe, au photomètre à flamme. Le procédé est rapide et se prête surtout à des analyses de routine. On prépare des dilutions connues du lait et lit l'amplitude du galvanomètre du photomètre à flamme. La courbe d'étalonnage est fournie par un diagramme obtenu à partir du lait de composition connue. Les valeurs de potassium et calcium obtenues par d'autres méthodes étaient en bon accord avec celles obtenues par la méthode directe au photomètre à flamme.