

Élelmiszerek kloridtartalmának merkurimetriás meghatározása potenciometriás végpontméréssel

DÖMSÖDI FERENC és HEGYESI LÁSZLÓ

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Székesfehérvár

Érkezett: 1973. augusztus 30.

Az élelmiszerellenőrző laboratóriumok feladatköreinek kiszélesedése, a vizsgálandó minták számának növekedése a laboratóriumok kapacitásának emelkedését meghaladja, ezért indokolt olyan eljárások bevezetése, amelyek kevésbé munkai igényesek, gyorsak és megbízható eredményeket adnak.

A merkurimetriás kloridmeghatározást elsőnek az élelmiszeranalitikában Grossfeld (1) alkalmazta. Alap gondolata *Liebigtől* (2) ered és azon alapul, hogy a higany(II)-ionok kloriddal kevésbé disszociáló vegyületeket képeznek. A végpont indikálására *Liebig* karbamidot (2), *Mohr* (3) kálium-hexaciano-ferrát(III)-ot, *Votocek* (4) nitropruszidnátriumot, *Erdei és Bányai* (5) káliumjodátot ajánl.

A fenti indikálási módszerek hátránya, hogy a választott módszertől függően kisebb-nagyobb mértékű túlfogyás adódik. A titrálás során keletkező higany(II)-klorid a főlegbe kerülő higany(II)-ionokkal laza komplexet képez. A keletkező higany(II)-kloriddal arányos a túlfogyás. *Erdei* (6) korrekciós egyenletet ajánl a túlfogyás figyelembevételére.

Az előbbieken vázolt módszer végpontjelzése potenciometriásan is lehetséges (7). Az argentometriás kloridméréshez indikátorelektrodként *Kacskovics* és *Schumann* (8) platina és ezüst, *Katona, Garai* és *Dévai* (9) Ag/AgCl elektródot ajánl. Merkurimetriás, ill. merkurometriás klorid méréshez higany, ill. ezüst-klorid elektródot szokás alkalmazni indikátorelektrodként.

Munkánkban a sütő- és húsipari termékek kloridtartalmának merkurimetriás meghatározásának potenciometriás végpontjelzését ezüst-tüelektroddal végeztük.

Eszközök

- Radelkis gyártmányú OP – 205 precíziós pH mérő
- NDK gyártmányú UR – 1-es mágneses keverő
- Kálium-nitrátos agar-agar áramkulcs
- Indikátor elektród (ezüst-tüelektrod)
- Referenciaelektrod (0,1 m kálium-klorid kalomel elektród).

Mérőoldatok

0,1 n higany(II)-nitrát oldat készítése:

10,03 g analitikai tisztaságú fémhiganyt 500 cm³-es Kjeldahl lombikba mérünk és 50 cm³ 50%-os salétromsavval vízfürdőn melegítjük a nitrózus gázok megjelenéséig. Ezután a lombikot le vesszük a vízfürdőről és megvárjuk a higany teljes feloldódását, majd a lombikból vízfürdőn kiűzzük a nitrózus gázokat.

Az így nyert oldatot lehtűjük és 1000 cm³-es normál lombikban jelig feltöltjük. Az így készült oldat faktora 1,000.

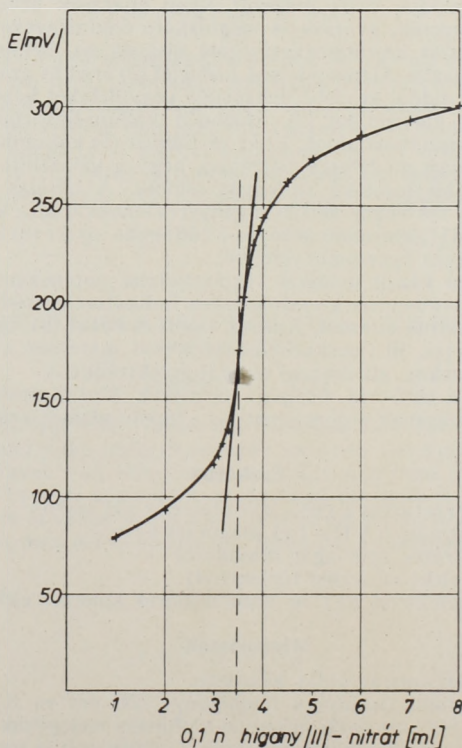
Készíthetjük az oldatot higanyoxidból is: 10,8 g higanyoxidot 250 cm³-es Kjeldahl lombikban 50 cm³ 25%-os salétromsavval vízfürdőn melegítjük. Az így kapott oldatot 1000 cm³-re töltjük fel. Az oldat faktorát 0,1 n nátrium-klorid mérőoldatra állítjuk be.

2 mólos salétromsav.

A meghatározás menete

A termékből kellő aprítás és homogenizálás után 10 g-ot 0,01 g pontossággal bemérünk és desztillált vízzel csomómentes szuszpenziót készítünk. Sütőipari termékeknél a szuszpenziót közvetlenül 200 cm³-es mérőlombikba visszük, jelig töltjük és 30 percen át állni hagyjuk. Az így előkészített oldat tisztájából 100 cm³-es főzőpohárba 20 cm³-t kipipettázunk és 5 cm³ 2 mólos salétromsavval megsavanyítjuk.

Húsipari termékeknél a szuszpenzió elkészítése után 30 percre vízfürdőre tesszük és ez idő alatt többször megkeverjük. A mérésre kész állapotban levő



1. ábra. Fehérkenyér NaCl-tartalmának potenciometriás titrálási görbéje

pH mérőhöz csatlakoztatjuk a vizsgálandó oldatba helyezett indikátorelektrodát és az agar-agar áramkulccsal az oldathoz kapcsolt referencia elektrodát. Majd 0,1 n higany(II)-nitrát mérőoldattal állandó keverés mellett titrálunk.

A mérés során kapott összetartozó cm^3 és mV értékek alapján numerikusan a második differenciálhányados módszerrel állapítjuk meg a végpontot.

A kenyhasótartalom számítása

$$\text{NaCl} (\%) = \frac{5,846 \cdot f \cdot a}{B}$$

B = a bemért anyag (g)

a = titrálásra fogyott higany(II)-nitrát (cm^3)

f = a mérőoldat faktora

1. táblázat

NaCl-mérés reprodukálhatóságának vizsgálata

Kenyér			Tejeskifli			Húsáru		
g NaCl/100 g anyag	eltérés a középértéktől		g NaCl/100 g anyag	eltérés a középértéktől		g NaCl/100 g anyag	eltérés a középértéktől	
	g	%		g	%		g	%
1,787	+0,017	+0,96	1,343	-0,011	-0,81	4,182	-0,038	-0,90
1,783	+0,013	+0,73	1,350	-0,004	-0,30	4,188	-0,032	-0,75
1,776	+0,006	+0,33	1,350	-0,004	-0,30	4,194	-0,026	-0,61
1,773	+0,003	+0,16	1,352	-0,002	-0,15	4,235	+0,015	+0,35
1,771	+0,001	+0,06	1,352	-0,002	-0,15	4,235	+0,015	+0,35
1,769	-0,001	-0,06	1,355	+0,001	+0,07	4,235	+0,015	+0,35
1,764	-0,006	-0,33	1,357	+0,003	+0,22	4,235	+0,015	+0,35
1,762	-0,008	-0,45	1,369	+0,015	+1,11	4,241	+0,021	+0,49
1,759	-0,011	-0,62	-	-	-	4,241	+0,021	+0,49
1,759	-0,011	-0,62	-	-	-	-	-	-
Átlag g 1,770	Szórás g 0,009	Szórás % 0,51	Átlag g 1,354	Szórás g 0,007	Szórás % 0,52	Átlag g 4,220	Szórás g 0,023	Szórás % 0,56

2. táblázat

NaCl-tartalom mérés pontosságának vizsgálata additív módszerrel

g NaCl/100 g anyag			Eltérés a számítottól (g)	Relatív eltérés (%)
eredeti minta	hozzáadott	összesen talált		
3,422	1,462	4,820	-0,023	-0,47
3,381	1,462	4,955	+0,071	+1,45
3,375	1,462	4,943	+0,106	+2,19
3,357	1,462	4,785	-0,034	-0,71
3,422	2,924	6,260	-0,045	-0,71
3,381	2,924	6,406	+0,040	+0,63
3,375	2,924	6,359	+0,060	+0,95
3,357	2,924	6,254	-0,027	-0,43
3,422	4,387	7,810	+0,001	+0,01
3,381	4,387	7,775	+0,007	+0,09
3,375	4,387	7,864	+0,096	+1,24
3,357	4,387	7,734	-0,010	-0,13

NaCl-tartalom mérése potenciometriás és Votocek szerinti módszerrel

Vizsgált minta	Potenciometriás módszer	Votocek módszer	Eltérés	
	g NaCl/100 g anyag		g	rel. %
Sütőipari termékek	1,10	1,09	+ 0,01	+ 0,92
	1,11	1,10	+ 0,01	+ 0,91
	1,12	1,11	+ 0,01	+ 0,90
	1,16	1,19	- 0,03	- 2,52
	1,29	1,29	0,00	0,00
	1,35	1,36	- 0,01	- 0,74
	1,48	1,49	- 0,01	- 0,67
	1,46	1,43	+ 0,03	+ 2,10
	1,77	1,76	+ 0,01	+ 0,57
	1,86	1,81	+ 0,05	+ 2,76
	1,83	1,84	- 0,01	- 0,54
Húsipari termékek	1,21	1,20	+ 0,01	+ 0,83
	1,69	1,70	- 0,01	- 0,59
	2,16	2,21	- 0,05	- 2,26
	2,41	2,40	+ 0,01	+ 0,42
	2,91	2,99	- 0,08	- 2,68
	3,01	3,07	- 0,06	- 1,95
	3,08	3,06	+ 0,02	+ 0,65
	4,87	4,87	0,00	0,00
	6,19	6,02	+ 0,17	+ 2,82

Fehérkenyér NaCl-tartalmának 0,1 n higany(II)-nitrát oldattal való mérése során kapott potenciometriás titrálási görbe az 1. ábrán látható, melyet a jó értékelhetőség jellemez. Hasonló titrálási görbék adódnak egyéb sütő- és húsipari termékek vizsgálata során is.

Vizsgáltuk a konyhasótartalom meghatározás reprodukálhatóságát, melynek eredményeit az 1. táblázatban adtuk meg. A módszer pontosságát az additív módszerrel ellenőriztük, ezen vizsgálatok eredményét a 2. táblázatban adtuk meg. A 3. táblázatban az általunk javasolt eljárás eredményeit Votocek féle-klorid meghatározás eredményeivel hasonlítottuk össze.

A vizsgálatok szerint a javasolt módszer sorozat vizsgálatra alkalmas, reprodukálhatósága 0,1 n méretben jobb mint 1%.

IRODALOM

- (1) Grossfeld J.: Anleitung zur Untersuchung der Lebensmittel. Springer Verlag, Berlin, 1927.
- (2) Liebig.: Liebigs Ann. 185, 289, 307. pp. 1853.
- (3) Mohr F.: Titrimethoden 5. kiadás II. kötet, 1859.
- (4) Votocek.: Chem. Zeitung 42, 287, 271, 317, 1918.
- (5) Bányai E.: Kémiai indikátorok MTI előadás sorozat, Budapest, 1958.
- (6) Erdy L.: Bevezetés a kémiai analízisbe II. rész. Tankönyv kiadó Budapest, 1966.
- (7) Siska E. és Pungor E.: H. S. I. 24, 11, 1972.
- (8) Kacs Kovics M. és Schuman R.: ÉVIKE 14, 183, 1968.
- (9) Katona F., Garai T. és Dévay J.: ÉVIKE 15, 285, 1969.

МЕРКУРОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДА
В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИМ
ИЗМЕРЕНИЕМ КОНЕЧНОГО МОМЕНТА

Ф. Дёмшэди и Л. Хедьешу

Авторы разработали метод для определения содержания хлорида в пищевых продуктах потенциометрическим измерением конечного момента. В качестве индикаторного электрода применяли серебрянную иглочатую электроду, электроды референции, каломелевую электроду 0,1 н хлористого калия.

Предлагаемый метод подходящий для серийного испытания, репродуцируемость в пределах 0,1 н, выше 1%.

MERKURIMETRISCHE BESTIMMUNG DES CHLORIDGEHALTES VON
LEBENSMITTELN MITTELS POTENCIOMETRISCHER ENDPUNKT-
MESSUNG

F. Dömsödi und L. Hegyesi

Die Verfasser arbeiteten zur merkurimetrischen Bestimmung des Chloridgehaltes von Lebensmitteln eine Methode mit potentiometrischer Endpunktindikation aus. Als Indikatorelektrode verwendeten sie eine Nadelelektrode aus Silber, als Referenzelektrode eine 0,1 m Kaliumchlorid Kalomel Elektrode.

Das empfohlene Verfahren eignet sich für Serienprüfungen, seine Reproduzierbarkeit ist im 0,1 n Bereich besser als 1%.

MERCURIMETRIC DETERMINATION OF THE CHLORIDE CONTENT
OF FOODS WITH POTENTIOMETRIC END POINT INDICATION

F. Dömsödi and L. Hegyesi

A method was developed for the mercurimetric determination of the chloride content of foods with potentiometric end point indication. A needle electrode of silver served as indicator electrode whereas a 0.1 M potassium chloride-calomel electrode was applied as reference electrode. The developed method is suitable for routine analyses, the reproducibility of the results on 0.1 N scale was higher than 1%.

DOSAGE MERCURIMÉTRIQUE DE LA TENEUR EN CHLORURE
DES DENRÉES, AVEC INDICATION POTENTIOMÉTRIQUE DU POINT
FINAL

F. Dömsödi et L. Hegyesi

Les auteurs ont développé une méthode de dosage mercurimétrique de la teneur en chlorure des denrées, avec indication potentiométrique du point final. Il se sont servis, en tant qu'électrode indicatrice, d'une électrode d'argent en aiguille, l'électrode de référence était une électrode de 0,1 m chlorure de potassium - calomel.

La méthode proposée se prête à des analyses de série, son exactitude est, dans le domaine 0,1 n'au-dessus d'1%.