

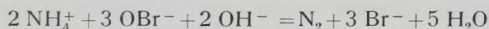
# Célszerű munkamenet húsipari termékek fehérje-, foszfor- és nátriumtartalmának meghatározására\*

SARUDI IMRE és PÓCZ GYULA

Megyei Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Kaposvár

Érkezett: 1980. január 4.

A Kjeldahl-féle fehérje-meghatározás számos szerző szerint jelentősen lerövidíthető oly módon, hogy a roncsolás során képződő ammónium-ionokat desztillációs elválasztás nélkül, közvetlenül a felhígított kénsavas folyadékból határozzuk meg a



reakció felhasználásával (1). Az ezen alapuló eljárások közül jelen esetben a Sarudi (2) által eredetileg takarmányanalitikai célra kidolgozott biamperometriás módszert alkalmaztuk, összehasonlító vizsgálatokat pedig a Winkler-féle (3) ún. bórsavas eljárással végeztünk. A javasolt módszer lényegét az alábbiakban foglaljuk össze.

Ismeretes, hogy önmagában hidrogén-peroxidot alkalmazva csak úgy lehet a kénsavas roncsolást megfelelő határfokkal elősegíteni, ha az említett oxidálószer beadagolása, a hevítést időnként megszakítva, igen kis részletekben történik (4), ami azonban sorozatvizsgálat esetén meglehetősen nehézkes. Ezen úgy segítünk, hogy az oxidálószer alkalmazásán kívül szelénessav katalizátorral is siettettük a minta elroncsolódását. Mindkét segédanyagot még a hevítés megkezdése előtt beadagoltuk. A hidrogén-peroxid hatására mindjárt erős hőfejlődés következett be, miközben a mineralizációs folyamat részlegesen lejtászódott. A katalizátor szerepe tulajdonképpen csak akkor vált lényegessé, miután az oxidálószer nagy része már elbomlott, és a reakcióelegy külső hevítése megkezdődött. A roncsolatból készített törzsoldat  $\text{NH}_4^+$ -nitrogéntartalmát kálium-hipobromit mérőoldattal végzett titrálással határoztuk meg biamperometriás végpontjelzést alkalmazva. A mérőoldat hatóértékét ismert  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ -tartalmú standard oldat segítségével állapítottuk meg.

A szóban forgó oxidimetriás meghatározásnál tekintettel kellett lennünk a szelénessav jelenlétére, mert az maga is reakcióba lép hipohalogenitokkal. Ahhoz, hogy a mérőoldat-fogyásokat megfelelő vakértékkel korrigálhassuk, jól definiált mennyiségű katalizátort kell a közegnek tartalmaznia. Ennek biztosítására elemi szelént oldottunk fel salétromsavban, majd a  $\text{H}_2\text{SeO}_3$ -tartalmú (5) oldatból meghatározott térfogatot adagoltunk be a roncsolás megkezdése előtt. Korábbi vizs-

\* Az Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézetek III. Tudományos Konferenciáján elhangzott előadás alapján (Győr, 1979. október 10–11.)

gálatok igazolták, hogy a vakérték csupán az alkalmazott katalizátor mennyiségének a függvénye, a roncsolás időtartamától és egyéb körülményektől pedig gyakorlatilag független (2).

A foszfor meghatározása foszfo-vanado-molibdenátként spektrofotometriásan történt a kénsavas roncsolatból készített törzsoldat felhasználásával. Ismeretes, hogy hamuból történt kiindulás esetén a foszfor-meghatározást megelőzően hidrolizálni kell a kondenzált foszfátokat, amelyek részint gyártási adalékként kerülhetnek a vizsgálandó anyagba (pl.  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Na}_3\text{P}_3\text{O}_{10}$  stb.), részint ortofoszfátból keletkeznek az iztítás hőmérsékletén (főleg  $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ ). Ezzel szemben a nedves roncsolás után nyert oldat már eleve  $\text{PO}_4^{3-}$ -ion-formában tartalmazza a foszfort. Tehát a javasolt eljárással nem csupán egy újabb mintakészlet mineralizálását, hanem egy hidrolízis céljából történő forralási műveletet is megtakarítottunk.

A  $\text{P}_2\text{O}_5 \cdot \text{V}_2\text{O}_5 \cdot 22 \text{MoO}_3 \cdot n \text{H}_2\text{O}$  összetételű komplex (6) formában végzett foszfor-meghatározási módszerek előnyei a foszformolibdénkéek előállításán alapuló eljárásokkal szemben:

- a vanado-molibdenátos módszerek szélesebb koncentráció intervallumban alkalmazhatók;
- a sárga színű komplex létrehozásához szükséges reagenseket egyetlen oldat tartalmazhatja, s ennek időbeli stabilitása megfelelő tárolási körülmények között szinte korlátlan;
- a mintaoldat és a reagensoldat elegyedését követően megjelenő sárga szín intenzitása néhány másodpercen belül maximumot ér el, majd igen hosszú ideig állandó marad. (Tapasztalatunk szerint szobahőmérséklet és közönséges szobai megvilágítás esetén a színerősség legalább 10 napig változatlan.)

Az eredetileg *Misson* (7) által acélok foszfortartalmának meghatározására ajánlott módszernek az agro- és az élelmiszerkémia területén számos változata használatos. Jelen esetben a meghatározás körülményeinek megválasztásánál – főként a közegben levő reagensek és a kénsav koncentrációját illetően – *Thammné* és munkatársainak (8) megállapításaira támaszkodtunk. Összehasonlító vizsgálatokat a *Körmenydy*-féle (9), szabványosított eljárással végeztünk, ami leglényegesebben azzal tér el a javasolt módszertől, hogy hamvasztást ír elő a nedves roncsolás helyett.

A nátriumot lángfotometriásan határoztuk meg oly módon, hogy az előzőekben már említett, foszfo-vanado-molibdenátot tartalmazó oldatot porlasztottuk be a lángba. A színes oldatnak ez utóbbi hasznosítása nemcsak a hígítási műveletek számának csökkentése, hanem a nátrium-meghatározás pontossága tekintetében is kedvező. A jelenlevő metavanadát-, molibdenát- és szulfát-ionok ugyanis lecsökkentik a kalcium és a keletkező kalcium-oxid emissziójából adódó háttérsugárzást, mivel a lángban nehezen párolgó, meglehetősen nagy termostabilitású kalcium-venyületeket képeznek (10).

A nátrium esetében a referencia módszer is lángfotometriás mérésen alapult. Az összehasonlító vizsgálat céljára azonban hamvasztás (550 °C) után készített, híg sósavas oldatot használtunk (11).

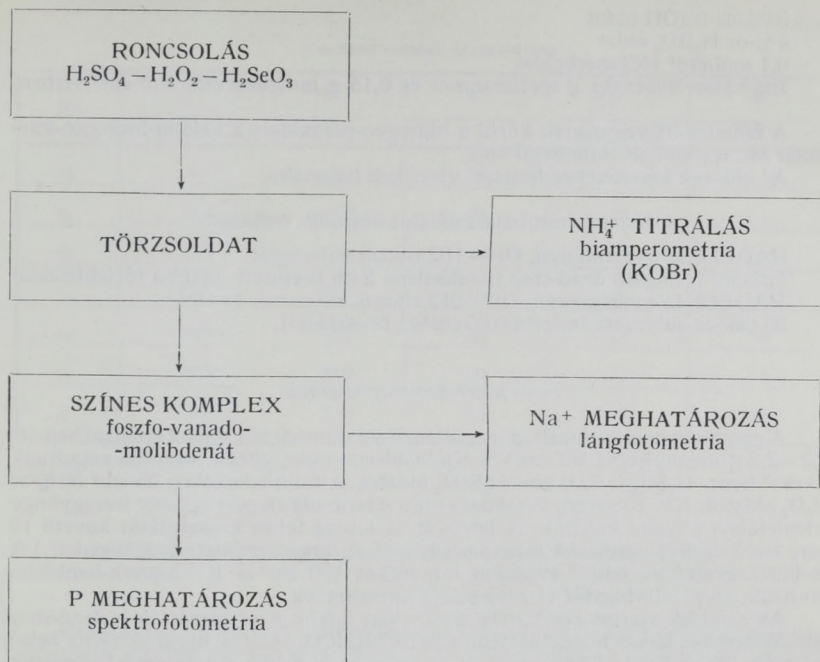
Az analízis menetét az előbbieknél megfelelően az 1. ábrán bemutatott séma szemlélteti.

### Fehérje-meghatározások

#### Felhasznált vegyszerek és oldatok

konc.  $\text{H}_2\text{SO}_4$   
30%-os  $\text{H}_2\text{O}_2$





1. ábra

$H_2SeO_3$  oldat: 3,00 g szelént fülke alatt  $20\text{ cm}^3$  konc. salétromsavban feloldotunk, az anyagot szárazra pároltuk, majd vízzel megfelelő mérőlombikba átmosva  $1000\text{ cm}^3$  katalizátor oldatot készítettünk.

$\sim 0,05\text{ n}$  KBr mérőoldat:  $1000\text{ cm}^3$ -es mérőlombikba bemértünk  $1,39\text{ g}$  káliumbromátot és  $7,50\text{ g}$  káliumbromidot, majd ezeket kb.  $300\text{ cm}^3$  vízben feloldottuk. Az oldatot  $200\text{ cm}^3$   $1\text{ mól/dm}^3$  sósavval megsavanyítottuk, és bedugaszolt lombikban  $30$  percig állni hagytuk. Ezután  $200\text{ cm}^3$   $2\text{ mól/dm}^3$  nátrium-hidroxid oldatot adagoltunk be a lombikba, majd a benne levő folyadék térfogatát vízzel a jelig egészítettük ki. Az oldatot sötét üvegekben tároltuk, és a hatóértékét naponta ellenőriztük.

$(NH_4)_2SO_4$  standard oldat:  $1000\text{ cm}^3$   $0,2\text{ mg/cm}^3$  nitrogéntartalmú oldat készítéséhez  $0,9438\text{ g}$   $105\text{ }^\circ\text{C}$ -on  $2$  órán át szárított ammónium-szulfátot mértünk be. Vakkisérlet végzésére szolgáló oldat:  $750\text{ cm}^3$ -es Kjeldahl-lombikba bemértünk  $75\text{ cm}^3$  konc.  $H_2SO_4$ -t,  $25\text{ cm}^3$   $H_2SeO_3$  oldatot és  $125\text{ cm}^3$   $30\%$ -os  $H_2O_2$  oldatot. Ezután az elegyet a kénsavgőzök megjelenéséig hevítettük, majd szobahőmérsékletre való lehűlés után  $500\text{ cm}^3$ -es mérőlombikba átvittük, és a térfogatát vízzel a jelig kiegészítettük.

$KHCO_3$ -oldat: szobahőmérsékleten telített

Katalizátor és forráspont emelő anyag:  $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$  és  $K_2SO_4$   $1:4$  arányú keveréke

33%-os NaOH oldat

4%-os  $H_3BO_3$  oldat

0,1 mól/dm<sup>3</sup> HCl mérőoldat

Indikátor-oldat: 0,1 g metilnarancs és 0,15 g indigókarmin 100 cm<sup>3</sup> vízben.

A felhasznált vegyszerek közül a hidrogén-peroxid és a kálium-hidrogén-karbonát at., a többi alt. minőségű volt.

Az oldatok készítéséhez bideszt. vizet kell használni.

#### *A biamperometriás titráláshoz használt eszközök*

RADELKIS gyártmányú, OH-102 típusú polarográf

120 cm<sup>3</sup> térfogatú dead-stop titrálóedény 2 db beépített, platina tüelektróddal

RADELKIS gyártmányú, OP-912 típusú, mágneses keverő

25 cm<sup>3</sup>-es automata buretta 0,05 cm<sup>3</sup>-es beosztással

#### *Fehérjetartalom-meghatározás*

A gondosan homogenizált, pépes állományú minta 0,001 g pontossággal bemért 1,2–2,2 g mennyiségét 250 cm<sup>3</sup>-es Kjeldahl-lombikba vittük, majd hozzáadtunk 15 cm<sup>3</sup> konc.  $H_2SO_4$ -t, 5,00 cm<sup>3</sup>  $H_2SeO_3$  oldatot és több részletben 25 cm<sup>3</sup> 30%-os  $H_2O_2$  oldatot. Kb. 10 perces várakozás után a roncsoló elegyet néhány üveggyöngy jelenlétében forralni kezdtük. A hevítést az anyag teljes kitisztulását követő 10 perc leteltéig folytattuk. (A roncsolmány világossárga árnyalata megengedett.) A szobahőmérsékletre lehűlt kénsavas folyadékot 100 cm<sup>3</sup>-es Kohlrausch-lombikba átvittük, majd a térfogatát vízzel a jelig kiegészítettük.

Az előbbieket szerint elkészített mintaoldat 5,00 cm<sup>3</sup>-ét bemértük a dead-stop titrálóedénybe, lassan hozzáöntöttünk 25 cm<sup>3</sup>  $KHCO_3$  oldatot, majd az edény belső falát kb. 25 cm<sup>3</sup> vízzel körülmestük. A titrálást a KObR mérőoldattal végeztük intenzív keverés közben. A polarizáló feszültség 400 mV, az áramerősség mérésének érzékenysége  $6 \cdot 10^{-8}$  A/mm volt. A végpontot az áramerősség maradandó, hirtelen megnövekedése jelezte; grafikus értékelésre nem volt szükség.

Az  $(NH_4)_2SO_4$ -tartalmú standard oldat titrálása és a vakérték meghatározása szintén az előbbieket szerint történt.

A minta fehérjetartalma (=  $6,25 \cdot N$ ):

$$\text{fehérje [\%]} = 12,5 \frac{a - v}{b \cdot s}$$

ahol „a” az 5,00 cm<sup>3</sup> mintaoldat és „s” az 5,00 cm<sup>3</sup> standard oldat titrálásánál tapasztalt fogyás, „v” pedig az ugyanannyi „vakoldat”-ra fogyott mérőoldat térfogata (cm<sup>3</sup>); „b” a bemért minta tömegét (g) jelenti.

#### *Fehérjetartalom-meghatározás a Kjeldahl-Winkler-féle elv szerint (referencia módszer)*

A várható fehérjetartalomtól függően 1,2–2,2 g homogenizált mintát 25 cm<sup>3</sup> konc.  $H_2SO_4$ -val roncsoltunk el  $CuSO_4$  és  $K_2SO_4$  jelenlétében. Ezt követően lényegében a Winkler (3) által javasolt eljárást alkalmaztuk, tehát a tömény lúggal felzabadtított  $NH_3$  elnyelésére  $H_3BO_3$  oldatot használtunk. Az alkalimetriás titrálás végpontját azonban az eredeti előírástól eltérően metilnarancs-indigókarmin keverékkel indikáltuk.

Standard oldatok összeállítása

Jel	P	Na <sup>+</sup>	K	R	S
	$\mu\text{g}/\text{cm}^3$		$\text{cm}^3/100 \text{ cm}^3$		
s <sub>0</sub>	0	0	10	10	0
s <sub>1</sub>	0,5	2,5	10	10	1
s <sub>2</sub>	1,0	5,0	10	10	2
s <sub>3</sub>	2,0	10,0	10	10	4
s <sub>4</sub>	3,0	15,0	10	10	6
s <sub>5</sub>	4,0	20,0	10	10	8
s <sub>6</sub>	5,0	25,0	10	10	10

„K”, „R” és „S” jelentését lásd 91. o.

## Foszfor és nátrium meghatározása a javasolt módszerekkel

### Felhasznált anyagok

Reagens oldat (R): 40,0 g ammónium-molibdenátot és 2,0 g ammónium-meta-  
vanadátot kb. 700 cm<sup>3</sup> mintegy 60 °C hőmérsékletű vízben feloldottunk, majd a  
szobahőmérsékletre lehűlt folyadék térfogatát vízzel 1000 cm<sup>3</sup>-re egészítettük ki.  
(Szükség esetén az oldatot redős szűrőpapíron megszűrjük).

Standard törzsoldat (S): 1000 cm<sup>3</sup> oldat készítéséhez 0,2197 g KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>-t és  
0,6356 g NaCl-t mértünk be; az oldat foszfortartalma így 50 mg/dm<sup>3</sup>, nátrium-ion  
koncentrációja pedig 250 mg/dm<sup>3</sup> volt. Felhasználás előtt mindkét vegyszert 105 °C-  
on 1 órán át kiszáritottuk.

Kénsav oldat (K): 150 cm<sup>3</sup> konc. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> vízzel 1 dl térfogatra hígítva.

Standard oldatok: 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikokba bemértük a „K”, „R” és „S”  
jelű oldatoknak az 1. táblázatban feltüntetett mennyiségeit, majd a lombikokat  
vízzel jelig töltöttük. (Az adagoló eszköz az előbbi két oldat esetében „Oxford pipet-  
tor”, az utóbbinál buretta volt.)

A kísérletekhez alt. minőségű vegyszereket és bideszt. vizet használtunk.

### Mérőműszerek

SPEKTROMOM 204 típusjelű spektrofotométer 1 cm szélességű kvarcküvet-  
tákkal

SPEKTROMOM 380 L típusjelű lángfotométer

### Foszfor-meghatározás

100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba bemértünk 10,00 cm<sup>3</sup> kénsavas mintaoldatot és  
10 cm<sup>3</sup> „R” oldatot, majd a folyadék térfogatát vízzel egészítettük a jelig ki.  
Az így előállított sárga színű oldat extinkcióját 400 nm hullámhosszon mértük  
meg az „s<sub>0</sub>” oldattal szemben. A kalibrációs görbét az „s” jelű oldatok segítségével  
vettük fel.



A minta foszfortartalma:

$$P \text{ [mg/100 g]} = 100 \frac{c}{b}$$

ahol „c” a színes komplexet tartalmazó oldat foszfortartalma  $\mu\text{g/cm}^3$ -ben kifejezve, „b” pedig a bemért minta tömege (g).

### Nátrium-ionok meghatározása

Mérési paraméterek:

0,3 kp/cm<sup>2</sup> H<sub>2</sub>-nyomás; 1,0 kp/cm<sup>2</sup> O<sub>2</sub>-nyomás; 589 nm hullámhossznál levő áteresztési maximummal rendelkező interferencia-szűrő; „10X” jelű érzékenységi fokozat.

A lángfotometriás nátrium-meghatározáshoz ugyanazokat az oldatokat használtuk, mint amelyekről fentebb is szó esett. Az értékelés kalibrációs görbe segítségével történt.

A minta nátrium-ion tartalma:

$$\text{Na}^+ \text{ [mg/100 g]} = 100 \frac{d}{b}$$

ahol „d” a színes komplexet tartalmazó oldat nátrium-ion tartalma  $\mu\text{g/cm}^3$ -ben kifejezve, „b” jelentése pedig ugyanaz, mint az előzőekben.

### Eredmények és következtetések

#### A fehérje meghatározási módszerek megbízhatóságának összehasonlítása

Meghatároztuk 32 db húsipari eredetű minta fehérjetartalmát mind a fent javasolt, mind a referencia módszerrel. Az egyes minták esetében általában 1–1 meghatározás történt. A két vizsgálati eredmény sor terjedelme 8,85–77,07%, ill. 9,00–76,91% volt. A biamperometriás módszerrel kapott eredmények ( $x_f$ ) számtani középértéke  $\bar{x}_f = 15,4409\%$ -nak, a desztillációs eljárással nyert eredményeké ( $y_f$ ) pedig  $\bar{y}_f = 15,4869\%$ -nak adódott. A középértékek összehasonlítása céljából hasznosnak bizonyult a  $z_f = x_f - y_f$  valószínűségi változót bevezetni, és a

$$H_0: M(z_f) = 0$$

nullhipotézisből kiindulni (12); ez utóbbi felől ugyanis igen egyszerűen dönthetünk az eltérések számtani középértékének ( $\bar{z}_f$ ) és szórásának ( $s_f$ ) ismeretében. A próbatisztika

$$t = \frac{\bar{z}_f}{s_f} \sqrt{n} = \frac{0,0460}{0,275554} \sqrt{32} = 0,9443$$

A t paramétere  $n-1 = 31$ , amihez a 30%-os valószínűségi szinten az 1,055 táblázati érték (13) tartozik, tehát a nullhipotézis még a szokásosnál (5%-os valószínűségi szint) sokkal szigorúbb statisztikai próba alapján sem utasítható el.

A 32 kísérleti adatszár alapján regressziós számítást is végeztünk, melynek eredményeképpen az

$$y_f = 1,0031 x_f - 0,002 \text{ és az}$$

$$x_f = 0,9964 y_f - 0,010$$

regressziós egyenletekhez jutottunk, amelyek csak elhanyagolható mértékben térnek el az  $y_f = x_f$  egyenlőségtől a vizsgált tartományban. A változók kapcsolatának szorossága az

$$r = 0,9997$$

korrelációs együtthatóval jellemezhető.

Az előzőeken kívül egy alacsony és egy igen nagy fehérjetartalmú minta esetében mindkét módszerrel párhuzamos meghatározásokat végeztünk, majd a szórásokat és az átlagokat összehasonlítottuk. Az előbbinél az F-próbát, az utóbbinál a t-próbát alkalmaztuk.

A 2. táblázatban összefoglalt adatok alapján tett megállapítások:

a) A biamperometriás módszerrel kapott eredmények szórása mindkét minta esetében kisebb mint a desztillációs eljárással nyert eredményeké. A szórásértékek eltérése azonban az F-próba alapján még a 10%-os valószínűségi szinten sem minősül szignifikánsnak.

b) A nagyobb fehérjetartalomhoz mindkét módszer esetében nagyobb szórásérték, de kisebb variációs koefficiens tartozik.

c) A megfelelő átlagértékek eltérése még igen szigorú statisztikai próba alapján sem nevezhető szignifikánsnak.

Véggökvetkeztetés: a biamperometriás módszer gyorsaság szempontjából felülmúlja a desztillációs eljárást, megbízhatóság szempontjából pedig gyakorlatilag egyenértékű azzal.

#### *A foszfor meghatározási módszerek megbízhatóságának összehasonlítása*

A biamperometriás fehérje-meghatározásokhoz készített törzsolatok közül 20-at foszformeghatározásra is hasznosítottunk. Összehasonlításul a megfelelő hús-készítmények foszfortartalmát hamuból is meghatároztuk. A vizsgálati eredmények matematikai-statisztikai feldolgozása, valamint az ennek során alkalmazott jelölési konvenciók tekintetében a fentiek szolgáltak mintául. (Ezért a továbbiakban a részletesebb magyarázattól eltekintünk, és főleg az eredmények közlésére szorítkozunk.)

Terjedelem: 50,2–370,6 mg P/100 g a kénsav törzsolatból végzett meghatározások esetén ( $x_p$ ) és 50,0–383,4 mgP/100g a hamvasztásos módszernél ( $y_p$ ). Számítási középértékek:

$$\bar{x}_p = 183,45 \text{ mg P/100 g}$$

$$\bar{y}_p = 181,80 \text{ mg P/100 g}$$

Nullhipotézis:

$$H_0: M(z_p) = 0 \quad \text{ahol } z_p = x_p - y_p$$

$$t = \frac{\bar{z}_p}{s_p} \sqrt{n} = \frac{1,65}{11,82} \sqrt{20} = 0,62 < t_{0,50} = 0,68$$

A nullhipotézis tehát igen szigorú statisztikai próba alapján sem utasítható el. A 20 eredménypár felhasználásával meghatározott regressziós egyenletek:

$$y_p = 0,9534 x_p + 6,900$$

$$x_p = 1,0063 y_p + 0,505$$

A korrelációs együttható:  $r = 0,9795$

A fehérje-meghatározásra javasolt módszer megbízhatóságának ellenőrzése

	Párizsi		Liofilizált marhahús	
	I.	II.	I.	II.
n	5	5	5	5
s	0,155	0,291	0,467	0,738
s %	1,51	2,85	0,61	0,96
F	3,52 < F <sub>0,10</sub>		2,50 < F <sub>0,10</sub>	
$\bar{x}$ ill. $\bar{y}$	10,246	10,220	77,07	76,93
$\bar{x} - \bar{y}$	0,026		0,14	
$\frac{\bar{x} - \bar{y}}{\bar{y}} \cdot 100$	0,25		0,18	
t	0,17 < t <sub>0,8</sub>		0,36 < t <sub>0,7</sub>	

I.: javasolt módszer (biamperometriás)

s: szórás (fehérje %)

II.: referencia módszer (desztillációs)

s %: variációs koefficiens

n: a meghatározások száma

 $\bar{x}$  ill.  $\bar{y}$ : az eredmények átlaga (fehérje %)

3. táblázat

A foszfor-meghatározásra javasolt módszer megbízhatóságának ellenőrzése

	Olasz felvágott		Gyulai főzőkolbász	
	III.	IV.	III.	IV.
n	5	5	5	5
s	9,0	13,8	14,6	11,5
s %	7,5	10,8	4,0	3,2
F	2,35 < F <sub>0,10</sub>		1,61 < F <sub>0,10</sub>	
$\bar{x}$ ill. $\bar{y}$	119,6	128,2	364,8	356,2
$\bar{x} - \bar{y}$	- 8,6		8,6	
$\frac{\bar{x} - \bar{y}}{\bar{y}} \cdot 100$	- 6,71		2,41	
t	1,167 < t <sub>0,3</sub>		1,035 < t <sub>0,3</sub>	

III.: a javasolt módszer (kénsavas roncsolás után történő meghatározás)

IV.: referencia módszer (hamvasztás után történő meghatározás)

n: a meghatározások száma

s: szórás (mg P/100 g)

s %: variációs koefficiens

 $\bar{x}$  ill.  $\bar{y}$ : az eredmények átlaga (mg P/100 g)



**A nátrium-meghatározásra javasolt módszer megbízhatóságának ellenőrzése**

	-Marhamájkrém	
	V.	VI.
n	5	5
s	20,8	54,9
s %	3,6	11,0
F	6,97 > F <sub>0,05</sub>	
$\bar{x}$ ill. $\bar{y}$	582,0	501,0
$\bar{x} - \bar{y}$	81,0	
$\frac{\bar{x} - \bar{y}}{\bar{y}} \cdot 100$	16,17	
t <sub>f</sub>	3,08 > t <sub>0,05</sub>	

V.: a javasolt módszer (kénsavas roncsolás után történő meghatározás)

VI.: referencia módszer (hamvasztás után történő meghatározás)

n: a meghatározások száma

s: szórási (mg Na<sup>+</sup>/100 g)

%: variációs koefficiens

$\bar{x}$  ill.  $\bar{y}$ : az eredmények átlaga (mg Na<sup>+</sup>/100 g)

Megjegyzés: az átlagértékek eltérésének vizsgálatára nem a közönséges t-próbát, hanem a Welch-féle ún. t<sub>f</sub> statisztikát (12) alkalmaztuk, mivel a szórásiok közötti eltérés szignifikáns.

A további eredmények alapján tett megállapításokat a 3. táblázat tartalmazza.

Véggövetkeztetés: a javasolt módszer egyszerűbben kivitelezhető, mint az összehasonlítással alkalmazott eljárás (feltéve, hogy fehérje-meghatározásra is szükség van), megbízhatóság szempontjából pedig egyenértékű azzal.

*A nátrium-meghatározási módszerek megbízhatóságának összehasonlítása*

Nátrium-meghatározást egyrészt a foszfor-meghatározásra már alkalmazást nyert hús színes oldatból, másrészt a megfelelő minták hamujából végeztünk.

Terjedelem: a javasolt módszerrel kapott eredményeknél ( $x_{Na}$ ) 431 – 1880 mg Na<sup>+</sup>/100 g, a hamuból történt összehasonlító vizsgálatok eredményeinél ( $y_{Na}$ ) 404 – 1715 mg Na<sup>+</sup>/100 g.

Számtani középértékek:

$$\bar{x}_{Na} = 888,3 \text{ mg Na}^+/100 \text{ g}$$

$$\bar{y}_{Na} = 850,5 \text{ mg Na}^+/100 \text{ g}$$

A számtani középértékek relatív eltérése:

$$\frac{\bar{x}_{Na} - \bar{y}_{Na}}{\bar{y}_{Na}} \cdot 100 = 4,4\%$$

Nullhipotézis:

$$H_0: M(z_{Na}) = 0 \quad \text{ahol } z_{Na} = x_{Na} - y_{Na}$$

$$t = \frac{\bar{z}_{Na}}{s_{Na}} \sqrt{n} = \frac{37,8}{61,3} \sqrt{20} = 2,758 > t_{0,05} = 2,093$$

A nullhipotézist tehát az 5%-os valószínűségi szinten el kell utasítanunk.

A továbbiakban egy kiválasztott, igen gondosan homogenizált minta esetében párhuzamos meghatározásokat végeztünk. A 4. táblázatban szereplő adatok az előző megállapításhoz hasonlóan szintén azt bizonyítják, hogy a nedves roncsolást követően kapott eredmények szignifikánsan magasabbak a hamvasztásos eljárással nyert eredményeknél. (Ez annak ellenére van így, hogy az összehasonlító mérések-nél a lángban képződő CaO emissziója az alkalmazott, meglehetősen csekély optikai szelektivitású készülék esetében számottevő pozitív hibát okozhat.) Feltételezzük, hogy a megfelelő átlagértékek eltérése nem a javasolt eljárás szisztematikus hibájából, hanem a hamvasztás során bekövetkező szublimációs veszteségből adódik. Ezt valószínűsíti egyébként az is, hogy a hamvasztásos módszerrel kapott vizsgálati eredmények szórása szignifikánsan nagyobb, mint a javasolt eljárással nyert eredményeké.

Befejezésként rá kívánunk mutatni arra, hogy a kidolgozott munkamenet a sorozatvizsgálatra való alkalmasság és a megbízhatóság mellett azzal az előnnyel is rendelkezik, hogy más alkotórészek vonatkozásában is kiterjeszhető. (A színes foszfátkomplexet tartalmazó oldat pl. az előzőekben tárgyalt kettős felhasználáson kívül atomabszorpciós magnézium-meghatározásra is alkalmas.)

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

- (1) Willard, H., Cake, W. E.: J. Am. chem. Soc. 42, 2646, 1920.
- (2) Sarudi, I. jr.: Acta Alimentaria, 6, 331, 1977.
- (3) Winkler, L.: Z. angew. Chem., 114, 231, 1913.
- (4) Sarudi, I. sen.: Z. U. 82, 451, 1941.
- (5) Remy, H.: Lehrbuch der anorganischen Chemie. Akademische Verlagsgesellschaft. Leipzig, 1955.
- (6) Upor, E., Mohai, M.-né, Novák, Gy.: Fotometriás nyomelemzési módszerek. Műszaki Könyvkiadó. Budapest, 1978.
- (7) Misson, G.: Chem. Zeitung, 32, 633, 1908.
- (8) Thamm, F.-né, Krámer, M., Sarkadi, J.: Agrokémia és Talajtan, 17, 145, 1968.
- (9) Körmeny, L.: Az Országos Húsipari Kutató Intézet Közleményei, 1960. I. és II. MSZ 19590.
- (10) Price, W. J.: Atomabszorpciós spektrometria. Műszaki Könyvkiadó. Budapest, 1977.
- (11) Bills, Ch. E.: Anal. Chem., 21, 1076, 1949.
- (12) Vincze, I.: Matematikai statisztika ipari alkalmazásokkal. Műszaki Könyvkiadó. Budapest, 1968.
- (13) Fisher, R. A., Yates, F.: Statistical tables for biological, agricultural and medical research. Oliver and Boyd. London, 1963.

# ЦЕЛЕСООБРАЗНЫЙ ХОД РАБОТЫ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ АЗОТА, ФОСФОРА И НАТРИЯ В ПРОДУКТАХ МЯСНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ МЕТОДОМ КЪЕЛЬДАЛЯ

*П. Шаруди и Д. Пёц*

Авторы в исследовательских работах для проведения разрушения по Къельдалю применяли селено-кислотную катализацию. Ионы  $\text{NH}_4^+$  находящиеся в разрушенном веществе определяли без дестилляционного отделения,  $\text{KOBr}$  измерительным раствором биамперметрическим титрованием, что проверяли способом Къельдаль – Винклера. Предложенный способ открывает возможность и для определения ионов  $\text{Na}^+$  пламенометрией. В основном растворе можно определить еще и ионы  $\text{PO}_4^{3-}$  в фосфор – моллбдо – ванадатной формации спектрофотометрическим методом.

## EIN ZWECKMÄSSIGER ARBEITSGANG ZUR BESTIMMUNG DES GEHALTES AN PROTEIN (KJELDAHL-STICKSTOFF), PHOSPHOR UND NATRIUM IN PRODUKTEN DER FLEISCHINDUSTRIE

*I. Sarudi and Gy. Pöcz*

Bei den Untersuchungen wurde Selenigesäure als Katalysator bei der Kjeldahl-Zersetzung angewendet. Die im digerierten Muster gegenwärtigen  $\text{NH}_4^+$ -Ionen wurden, ohne irgendeine Arbtennung durch Destillation, durch eine biamprometrische Titrierung mit einer  $\text{KOBBr}$ -Lösung bestimmt, und die Ergebnisse dieser Titrierung wurden mittels des Kjeldahl-Winkler Verfahrens kontrolliert. Die empfohlene Methode kann auch zur Bestimmung der  $\text{Na}^+$ -Ionen mittels Flammenphotometrie verwendet werden. In der Stammllösung sind sogar die  $\text{PO}_4^{3-}$ -Ionen als Phosphormolybdänvanadat durch Spektrophotometrie bestimmbar.

## A PRACTICAL WORKING PROGRAM FOR THE DETERMINATION OF THE CONTENTS OF PROTEIN (KJELDAHL NITROGEN), PHOSPHORUS AND SODIUM IN PRODUCTS OF THE MEAT INDUSTRY

*I. Sarudi and Gy. Pöcz*

In the investigations selenious acid was used as a catalyst in the Kjeldahl digestion. The  $\text{NH}_4^+$ -ions present in the digested sample were determined, without separation by distillation, by biamprometric titration with a solution of  $\text{KOBBr}$  as titrant, and the results obtained by this titration were checked by the Kjeldahl-Winkler procedure. The suggested method enables also the determination of  $\text{Na}^+$ -ions by flame photometry. In the stock solution also the  $\text{PO}_4^{3-}$ -ions can be determined by spectrophotometry as phosphomolybdovanadate.