

KLORIDTARTALOM MEGHATÁROZÁSA KONDUKTOMETRIÁS TITRÁLÁSSAL TEJBEŒ ÉS EGYES TEJTERMÉKEKBEN

KOVÁCS ERZSÉBET*

A tej különbözô ásványi sókat tartalmaz, amelyek közül a kálium-klorid átlagos értéke 0,0830%, a nátrium-kloridé pedig 0,0962% [1]. Az ásványi sók következtében a tej jelentôs elektromos vezetôképességgel rendelkezik, amelynek értéke $443 \cdot 10^{-5}$ – $640 \cdot 10^{-5}$ Ohm⁻¹ [10]. Puzi és Parkasch [11] összefüggést állapít meg a tej kloridtartalma és elektromos vezetôképessége között.

A tejben levô kloridtartalom befolyásolja a belôle készült termékek sótartalmát, de mennyiségének ismerete állategészségügyi szempontból fontos. Az állatoknál bizonyos betegségek esetén megnô mennyisége a tejben, amely megnöveli a vezetôképesség-értékét. Így a vezetôképesség mérésébôl direkt konduktometriás módszerrel következtetni lehet arra, hogy a tej egészséges vagy beteg állattól származik [10].

Egyes termékek ízhatása szempontjából fontos annak sótartalma, amelyet a technológiai eljárás során sótartalom beállítással biztosítunk. Tejtermékeknél a technológiai folyamat ezen szakaszának, valamint a késztermék minôségének ellenôrzése szempontjából fontos a sótartalom meghatározása.

A tej, illetve tejtermékek kloridtartalmának meghatározására szolgáló klasszikus módszer a Mohr-féle ezüst-nitrátos titrálás, amely nálunk a szabvány eljárással [2, 3]. Bányai és id. Sarudi [4], valamint Bányai és Miklya [5] a klorid meghatározására merkurimetriás eljárást dolgoztak ki.

A klasszikus módszerek mellett mûszeres eljárások is ismertek. Andersen [6] a sajtok kloridtartalmát direkt potenciometrius úton határozza meg, míg Senft, Grochowalski és Cieslar [7], valamint Kacskovics és Schumann [8] potenciometrius titrálással. Katona, Garai és Dévai [9] a potenciometrius titrálás mellett még coulombometriás módszert is javasol. A mûszeres módszerek a csapadékos titrálások végpont indikációját egyértelművé teszik. Így az eredmények pontosabbak, reprodukálhatóbbak.

A vizsgálataink célja annak megállapítása, hogy a konduktometriás titrálás milyen feltételek mellett alkalmazható kloridtartalom mérésére tejben és sajtféléségekben. Az összehasonlító méréseket a szabvány módszerrel végeztük el [2, 3].

Az alkáli-kloridok konduktometriás meghatározása ezüstnitráttal történô titrálással eszközölhető [12, 13, 14]. A titrálás végpontjának megállapítására a vezetôképesség-mérés rendkívül kedvezô, mivel a reakcióban keletkező csapadék nem befolyásolja a vezetôképesség alakulását, továbbá a nátrium-, kálium-, valamint ezüst-ionok mozgékonyasága közötti különbség megfelelô ahhoz, hogy az ekvivalencia

* Kémia Tanszék

pontban jelentős vezetőképesség-változás következék be. Így 0,1 n koncentrációjú oldattal titrálva az ekvivalencia pontban éles törés mutatkozik a titrálási görbén. 0,01 n koncentrációban a titrálási görbe lefutásában az ekvivalencia pont környezetében görbület jelentkezik, mivel itt érvényesül a csapadék disszociációjának hatása. Azonban a görbe kezdeti és végső egyenes szakaszának meghosszabbításából adódó metszéspont egyértelműen kijelöli az ekvivalencia pont helyét [12, 14].

KÍSÉRLETI RÉSZ

A konduktometriás titrálásokhoz a Radelkis OK-102 típusú konduktométert használtunk.

1. Tej kloridtartalmának meghatározása

A kísérletekhez két különböző tejmintát használtunk: tej A pH=6,5 és tej B pH=6,4.

a) Szabvány módszer [2]

A vizsgált tejminta 10,00 milliliteréhez főzőpohárba 10,00 ml Martins-Lüttke-oldatot adunk. (Martins—Lüttke-oldat összetétele: 1000 ml desztillált vízben 8,5 g ezüst-nitrát, 20 g vas(III)-ammónium-szulfát és 180 ml 1,40 fajsúlyú salétromsav) Az ezüst-nitrát felesleget 0,1 n kálium-rodanid-oldattal titráljuk vissza állandó keverés közben. Az ekvivalencia pontot 3 percig megmaradó rózsaszín színeződés jelzi. A kloridtartalmat a szabvány táblázata alapján számítottuk ki.

b) Konduktometriás módszer

A konduktometriás titrálásnál a mérőoldat egy-egy milliliterének adagolása után a műszeren leolvasható a vezetőképesség értéke mikro-, vagy millisiemens (Ohm^{-1}) egységekben. Az ekvivalencia pont helyének meghatározása minden esetben a titrálási görbe grafikus ábrázolásával, a mért vezetőképesség értékeken át meghúzató egyenesek metszéspontjából történik. Az 1. ábra a tej konduktometriás titrálási görbéjét mutatja 0,01 n ezüst-nitrát használata esetén.

A meghatározás alkalmával 50,00 ml tejmintából 2×10 ml dietil-éterrel választótölcsérben való kizárással a zsírt eltávolítjuk. Ezután 2,00 ml tejet homogenizálunk 100 ml 25 °C-os desztillált vízben (a desztillált víz mennyisége, illetve a hőfoka befolyásolja a vezetőképesség értékét). Mágneses rezgő keverővel egyenletes keverést biztosítunk. Ezután 0,01 n ezüst-nitrát-oldattal titrálunk.

A tej homogenizálására desztillált víz helyett 100 ml 1—2%-os ecetsav-oldatot is használhatunk.

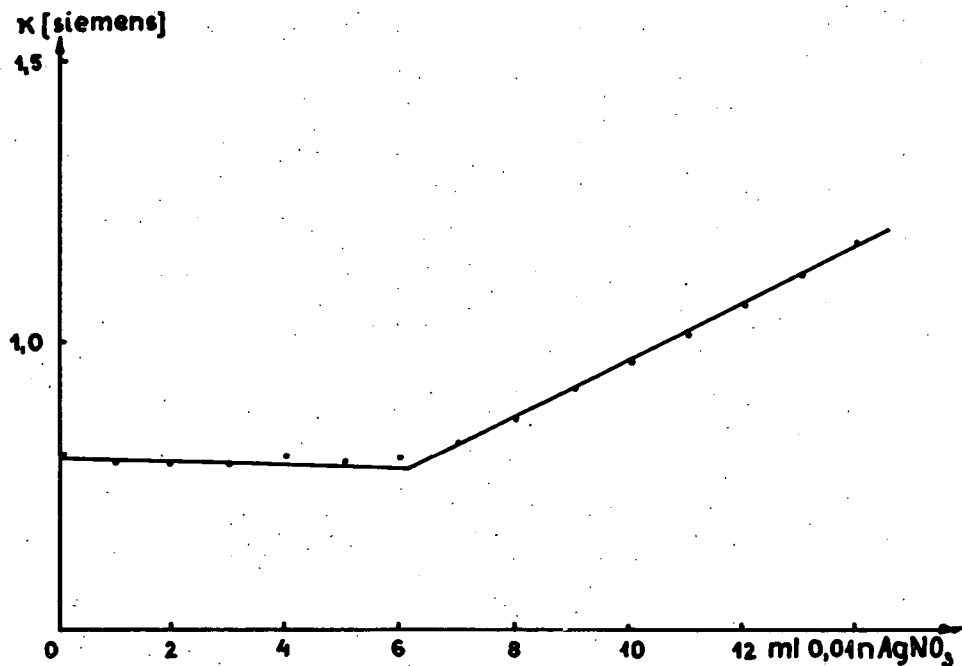
A homogenizáláskor keletkező diszperz rendszer kloridion adszorpciójának zavaró hatását úgy ellenőriztük, hogy a tej mellé ismert mennyiségű kálium-kloridot vittünk be. A titrálások során ennek megfelelően megnőtt a tej kloridtartalma.

A mérési eredményeket az 1. táblázat tartalmazza.

1. táblázat

Tej kloridtartalmának meghatározása szabvány és konduktometriás módszerrel

Minta	Szabvány módszer		Konduktometriás módszer		Minta	Szabvány módszer		Konduktometriás módszer	
	0,1 n KSCN ml	tej Cl ⁻ tartalma mg/100 ml	0,01 n AgNO ₃ ml			0,1 n KSCN ml	tej Cl ⁻ tartalma mg/100 ml	0,01 n AgNO ₃ ml	
tej A	2,04	105	112	6,39	tej B	2,29	96	123	6,79
	1,90	110	110	6,28		2,13	102	123	6,79
	2,10	106	113	6,49		2,18	99	123	6,79
	2,02	105	111	6,30		2,07	104	119	6,60
	2,18	99	113	6,50		1,94	108	121	6,70
	2,09	103	112	6,44		2,02	105	117	6,59
	1,97	108	113	6,49		2,00	107	121	6,70
	2,04	104	113	6,49		2,02	105	117	6,59
	2,20	99	113	6,49		1,86	116	119	6,60
	2,25	97	114	6,41		2,24	97	117	6,58
	1,95	108	113	6,36		1,86	116	117	6,58
Számtani átlag		102	112			105	119		
Szórás		12,6	6,51			11,4	7,73		
Relatív %-os hiba		3,54	1,66			3,27	1,95		



1. ábra. Tej konduktometriás titrálási görbéje

2. Sajtfeleségek kloridtartalmának meghatározása

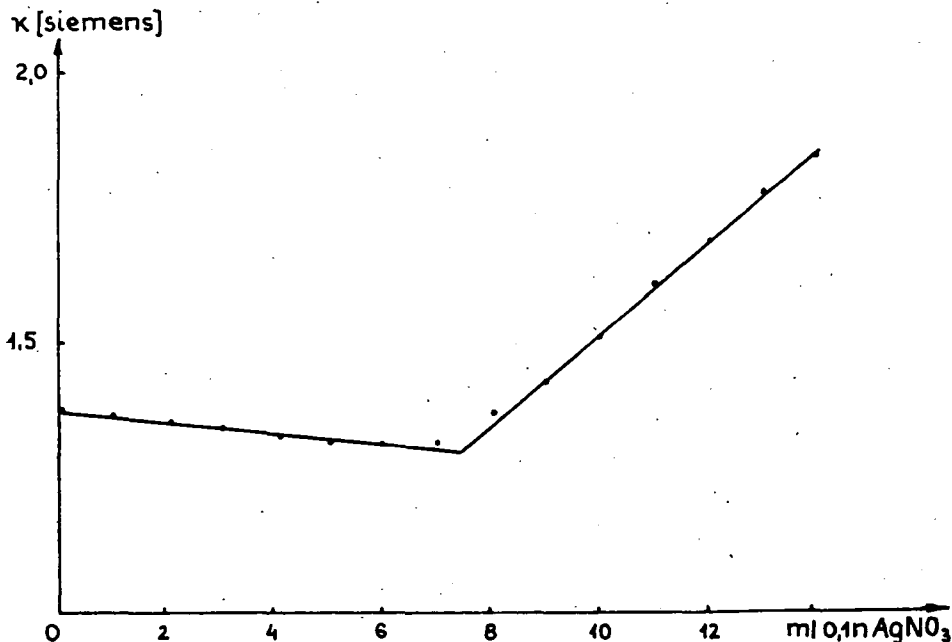
A vizsgálatoknál modell anyagként a trappista sajtot választottuk. Ezen kívül elvégeztük a nátrium-klorid tartalom meghatározást Mackó ömlesztett sajtban. Ömlesztett sajtot azért választottunk, hogy az ömlesztő só esetleges zavaró hatására lehessen következtetni.

a) Szabvány módszer [3]

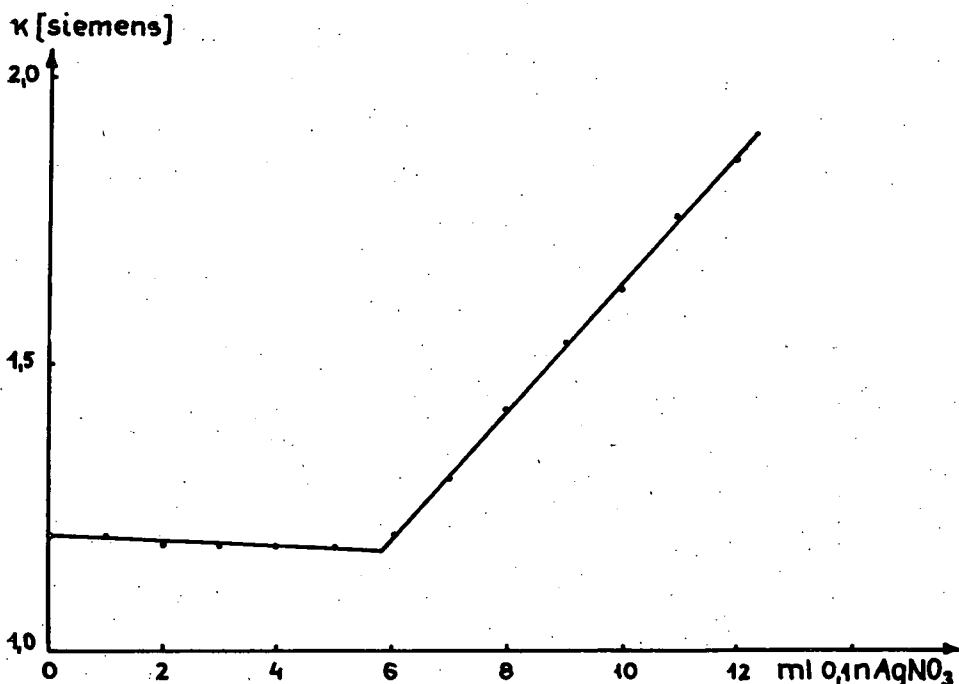
A reszelt sajt minta 1–3,5 g-os részleteit analitikai mérlegen Erlenmeyer lombikba mérjük. Először 20,00 ml 0,1 n AgNO_3 -oldatot, majd összerázás után 20 ml tömény HNO_3 -at adunk hozzá. Forrásig melegítjük, és addig adagolunk hozzá 7,5%-os kálium-per-manganát-oldatot, amíg az oldat kitisztul, sárga színűvé válik. Ezután 150 ml desztillált víz és 5 ml telített $\text{Fe(III)NH}_4(\text{SO}_4)_2$ hozzáadása után az AgNO_3 felesleget 0,1 n KSCN -oldattal visszatitráljuk, maradandó vörös szín megjelenéséig.

b) Konduktometriás módszer

A konduktometriás titrálás kiértékelése és kivitelezése az 1. b. ponthoz hasonlóan történik. A 2. ábra mutatja a trappista sajt konduktometriás titrálási görbét, a 3. ábrán a Mackó ömlesztett sajté látható 0,1 n AgNO_3 mérőoldattal titrálva.



2. ábra. Trappista sajt konduktometriás titrálási görbéje



3. ábra. Mackó sajt konduktometriás titrálási görbéje

A meghatározásnál a sajtreszelékből 1—3,5 g közötti mennyiségeket mértünk be analitikai mérlegen száraz főzőpohárba. A sajt zsírtartalmát 2×10 ml dietiléterrel extraháltuk. A maradék éter elpárolgása után a sajt NaCl-tartalmát kb. 40 ml desztillált vízzel oldottuk ki fűthető mágneses keverővel elősegítve az extrakciót, mely $60-70^\circ\text{C}$ -on vált teljessé, kb. 30 perc alatt. (Fűthető mágneses keverő helyett gyakori rázogató mellett $60-70^\circ\text{C}$ -os vízfürdőn az extrakciós idő kb. 2 óra.)

A titrálási eredményeket a 2. és 3. táblázatok mutatják.

Vizsgálatainkat azért eszközöltük a bemérés függvényében, hogy megállapíthassuk: van-e korreláció a kapott NaCl eredményekkel, s ezzel esetleg a vizsgálati körülményekből adódható hibára is következtessünk. Az adatokból ez nem állapítható meg, így az egész adathalmazra végeztük el az átlag, szórási- és relatív-hiba számításokat.

Kísérleti eredmények értékelése

Az 1, 2. és 3. ábrákon bemutatott titrálási görbékből látható, hogy a vezetőképesség-értékek méréséből az ekvivalencia pont helye könnyen meghatározható.

A tej vizsgálatánál a szabvány és konduktometriás eljárással meghatározott kloridtartalom között 10—14 mg különbség van. A szabvány módszerrel meghatározott kloridtartalom alacsonyabb, mint a konduktometriás módszerrel mért. Ez az

2. táblázat

Nátrium-klorid tartalom alakulása trappista sajtban szabvány és konduktometriás eljárással, a bemérés függvényében

Sajtbemérés g	Szabvány módszer		Konduktometriás módszer	
	0,1 n AgNO ₃ ml	NaCl %	0,1 n AgNO ₃ ml	NaCl %
1,0	2,63	1,538	2,51	1,474
	2,63	1,538	2,51	1,474
	2,12	1,241	2,62	1,532
1,5	3,58	1,396	3,56	1,389
	3,58	1,396	3,66	1,431
	3,80	1,482	3,66	1,431
2,0	4,57	1,336	4,71	1,379
	4,55	1,331	4,92	1,444
	4,50	1,316	4,92	1,444
2,5	5,50	1,287	5,86	1,373
	5,48	1,282	5,86	1,373
	5,58	1,305	6,07	1,422
3,0	6,79	1,324	6,70	1,307
	6,63	1,293	6,91	1,348
	6,60	1,287	6,91	1,348
3,5	7,23	1,208	8,59	1,436
	7,80	1,304	8,59	1,436
	7,80	1,304	8,69	1,453
Számítási átlag		1,342	1,416	
Szórás		0,096	0,024	
Relatív %-os hiba		1,703	0,407	

alacsonyabb érték a szabvány módszer vizuális végpont jelzéséből adódik, ugyanis könnyen fellép a túltitrálás, és ez alacsonyabb kloridtartalmat eredményez. A szabvány módszer szórása és relatív százalékos hibája nagyobb, mint a konduktometriás módszeré.

A sajtok nátrium-klorid-tartalma mind a szabvány, mind a konduktometriás módszernél a beméréstől független. A trappista és a Mackó sajt esetében a két módszerrel meghatározott kloridtartalom között 2—6% eltérés mutatkozik. A konduktometriás módszer szórása és relatív %-os hibája alacsonyabb, mint a szabvány eljárásé.

A konduktometriás titrálási módszer tehát alkalmas tej- és sajtfeleségek klorid-tartalmának meghatározására. A módszer pontossága, szórása és relatív %-os hibája jobb, mint a szabvány eljárásoké. Emellett kedvező a gyakorlat szempontjából az, hogy a kivitelezés egyszerűbb, gyorsabb, kevesebb vegyszert és munkát igényel, mint a szabvány módszer. Sorozatvizsgálatok elvégzésre kimondottan alkalmas. A Mackó sajt esetében végzett kísérletek arra utalnak, hogy az ömlesztő sóknak nincs zavaró hatása a fenti körülmények között.

3. táblázat

Nátrium-klorid tartalom alakulása Mackó ömlesztett sajtban szabvány és konduktometriás eljárással, a bemérés függvényében

Sajtbemérés g	Szabvány módszer		Konduktometriás módszer	
	0,1 n AgNO ₃ ml	NaCl %	0,1 n AgNO ₃ ml	NaCl %
1,0	2,73	1,597	2,59	1,515
	2,73	1,597	2,59	1,515
	2,73	1,597	2,59	1,515
1,5	3,93	1,533	3,77	1,470
	3,92	1,530	3,77	1,470
	3,92	1,530	3,80	1,482
2,0	5,14	1,503	4,71	1,378
	4,98	1,456	4,92	1,471
	4,76	1,396	4,80	1,404
2,5	6,65	1,556	6,81	1,603
	6,52	1,527	6,91	1,612
	6,52	1,527	6,85	1,615
3,0	7,76	1,514	7,75	1,511
	7,76	1,514	7,75	1,511
	7,76	1,514	7,75	1,511
3,5	8,88	1,484	8,59	1,435
	8,93	1,492	8,60	1,438
	8,93	1,492	8,58	1,435
Számítási átlag		1,519	1,493	
Szórás		0,071	0,057	
Relatív %-os hiba		1,39	0,061	

IRODALOM

1. *Inichow, G. Sc.*: Biochemie der Milch und Milchprodukten. VEB Verlag Technik. Berlin, 1959.
2. MSZ 3712—51 Tejvizsgálat. Klorid meghatározása.
3. MSZ 3728—68 Sajt- és túróvizsgálat. Sótartalom meghatározása.
4. *Bátyai J.—id. Sarudi I.*: Élelmiszervizsgálati Közlemények 1, 14. (1966).
5. *Bátyai J.—Miklya I.*: Élelmiszervizsgálati Közlemények 5, 304. (1967).
6. *Andersen V.*: Milchwissenschaft 18, 285. (1963).
7. *Senft, B.—Grochowalski, K.—Ciestar, P.*: Milchwissenschaft 20, 470. (1965).
8. *Kacs Kovács M.—Schumann R.*: Élelmiszervizsgálati Közlemények 14, 183. (1963).
9. *Katona F.—Garai T.—Dévai J.*: Élelmiszervizsgálati Közlemények 5, 285. (1969).
10. *W. Böttger—Drucker C.*: Physikalische Methoden der Analytischen Chemie. Teil II. Akademische Verlagsgesellschaft M. B. H. Leipzig, 1936.
11. *Parkasch, Puri*: Ind. Dairy Sci. 16, 47. (1963).

12. *H. T. S. Britton: Physical Methods in Chemical Analysis. Volume II. Academic Press. ing. Publischer New York, 1951.*
13. *Csányi L.—Farsang Gy.—Szakács O.: Műszeres analizis. Tankönyvkiadó, Budapest, 1969.*
14. *Friedrich Ochme: Angewandte Konduktometrie. dr. Alfred Hüthig Verlag GMBH. Heidelberg, 1961.*

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДА В МОЛОКЕ И МОЛОЧНЫХ ПРОДУКТАХ КОНДУКТО-МЕТРИЧЕСКИМ ТИТРОВАНИЕМ

Эржебет Ковач

Содержание хлорида в молоке и различных сырах автор предлагает определять титрованием 0,01 н и 0,1 н раствором нитрата серебра кондукто-метрическим методом. Результаты такого титрования при параллельных измерениях достаточно точно совпадают, относительная погрешность меньше, чем при измерениях соответствующими стандартными методами. Данный метод может быть применён для серийных анализов.

DETERMINATION OF CHLORIDE IN MILK AND OTHER DAIRY PRODUCTS BY CONDUCTOMETRIC TITRATION

Erzsébet Kovács

The chloride contents of milk and cheese varieties were determined by conductometric titration with 0,01 N and 0,1 N silver nitrate. The results of the conductometric titration are reproducible, and their spreads and relative percentage errors are smaller than those of the corresponding standard procedures. The method is suitable for serial examination.

DIE BESTIMMUNG DES CHLORIDGEHALTES IN DER MILCH UND IN EINIGEN MILCHPRODUKTEN MITTELS KONDUKTOMETRISCHER TITRIERUNG

Von

E. Kovács

Es wurde der Chloridgehalt von Milch und Käsesorten bei Anwendung von 0,01 n und 0,1 n Silbernitrat konduktometrisch titriert. Die auf diesem Wege erhaltenen Ergebnisse sind reproduzierbar; ihre Streuung und ihr relativer prozentueller Fehler sind geringer als im Falle der Normalverfahren. Die Methode ist auch für Reihenuntersuchungen geeignet.