

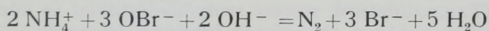
Célszerű munkamenet húsipari termékek fehérje-, foszfor- és nátriumtartalmának meghatározására*

SARUDI IMRE és PÖCZ 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 hatásfokkal elősegíteni, ha az említett oxidálószer beadagolása, a hevítést időnként megszakítva, igen kis részletekben történik (4), ami azonban sorozatvizsgálat esetén meglehetősen nehézkes. Ezen úgy segítettünk, hogy az oxidálószer alkalmazásán kívül szelénssav 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 lejártszódott. 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 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 szelénssav 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 H_2SeO_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 izzítás hőmérsékletén (főleg $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$). Ezzel szemben a nedves roncsolás után nyert oldat már eleve 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 foszformolibdenékké előállításon 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 reagenek és a kénsav koncentrációját illetően – *Thammné* és munkatársainak (8) megállapításaira támaszkodtunk. Összehasonlító vizsgálatokat a *Körmeny-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 emissiójából adódó háttérsugárzást, mivel a lángban nehezen párolgó, meglehetősen nagy termostabilitású kalcium-venyületeket képeznek (10).

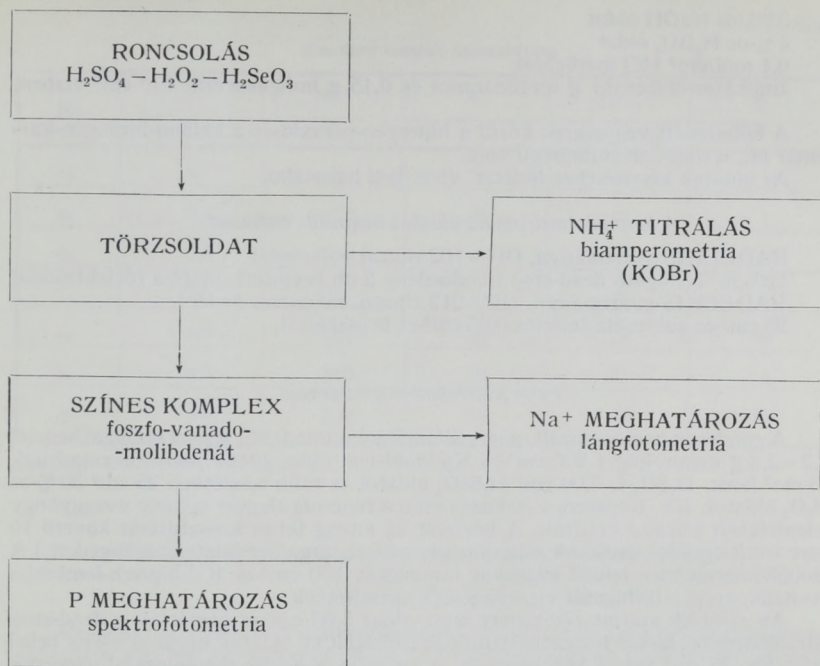
A nátrium esetében a referencia módszer is lángfotometriás mérésen alapult. Az összehasonlító vizsgálat céljára azonban hamvasztás (550 °C) után készített, híg sósavas oldatot használtunk (11).

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

Fehérje-meghatározások

Felhasznált vegyszerek és oldatok

konc. H_2SO_4
30%-os H_2O_2



1. ábra

H_2SeO_3 oldat: 3,00 g szelént fülke alatt 20 cm^3 konc. salétromsavban feloldot-tunk, az anyagot szárazra pároltuk, majd vízzel megfelelő mérőlombikba átmosva 1000 cm^3 katalizátor oldatot készítettünk.

$\sim 0,05\text{ n}$ KOB mérőoldat: 1000 cm^3 -es mérőlombikba bemértünk 1,39 g kálium-bromátot és 7,50 g kálium-bromidot, majd ezeket kb. 300 cm^3 vízben feloldottuk. Az oldatot 200 cm^3 1 mól/dm^3 sósavval megsavanyítottuk, és bedugaszolt lombik-ban 30 percig állni hagytuk. Ezután 200 cm^3 2 mól/dm^3 nátrium-hidroxid oldatot adagoltunk be a lombikba, majd a benne levő folyadék térfogatát vízzel a jelig egé-szítettük ki. Az oldatot sötét üvegben tároltuk, és a hatóértékét naponta ellen-őriztük.

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ standard oldat: 1000 cm^3 $0,2\text{ mg/cm}^3$ nitrogéntartalmú oldat készí-téséhez $0,9438\text{ g}$ $105\text{ }^\circ\text{C}$ -on 2 órán át szárított ammónium-szulfátot mértünk be. Vakkísérlet végzésére szolgáló oldat: 750 cm^3 -es Kjeldahl-lombikba bemértünk 75 cm^3 konc. H_2SO_4 -t, 25 cm^3 H_2SeO_3 oldatot és 125 cm^3 30% -os H_2O_2 oldatot. Ezután az elegyet a kénsavgőzök megjelenéséig hevítettük, majd szobahőmérsék-letre való lehűlés után 500 cm^3 -es mérőlombikba átvittük, és a térfogatát vízzel a jelig egészítettük.

KHCO_3 -oldat: szobahőmérsékleten telített

Katalizátor és forráspont emelő anyag: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{ H}_2\text{O}$ és K_2SO_4 1:4 arányú keveréke

33%-os NaOH oldat

4%-os H_3BO_3 oldat

0,1 mol/dm³ HCl mérőoldat

Indikátor-oldat: 0,1 g metilnarancs és 0,15 g indigókarmin 100 cm³ 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 cm³ térfogatú dead-stop titrálóedény 2 db beépített, platina tüelektróddal

RADELKIS gyártmányú, OP – 912 típusú, mágneses keverő

25 cm³-es automata büretta 0,05 cm³-es beosztással

Fehérjetartalom-meghatározás

A gondosan homogenizált, pépes állományú minta 0,001 g pontossággal bemért 1,2–2,2 g mennyiségét 250 cm³-es Kjeldahl-lombikba vittük, majd hozzáadtunk 15 cm³ konc. H_2SO_4 -t, 5,00 cm³ H_2SeO_3 oldatot és több részletben 25 cm³ 30%-os H_2O_2 oldatot. Kb. 10 perces várakozás után a roncsoló elegyet néhány üvegyöngy 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 cm³-es Kohlrausch-lombikba átvittük, majd a térfogatát vízzel a jelig kiegészítettük.

Az előbbieket szerint elkészített mintaoldat 5,00 cm³-ét bemértük a dead-stop titrálóedénybe, lassan hozzáöntöttünk 25 cm³ $KHCO_3$ oldatot, majd az edény belső falát kb. 25 cm³ vízzel körülmestük. A titrálást a KObBr 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 cm³ mintaoldat és „s” az 5,00 cm³ standard oldat titrálásánál tapasztalt fogyás, „v” pedig az ugyanannyi „vakoldat”-ra fogyott mérőoldat térfogata (cm³); „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 cm³ 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 felszabadított 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 +	K	R	S
	$\mu\text{g}/\text{cm}^3$		$\text{cm}^3/100 \text{ cm}^3$		
s ₀	0	0	10	10	0
s ₁	0,5	2,5	10	10	1
s ₂	1,0	5,0	10	10	2
s ₃	2,0	10,0	10	10	4
s ₄	3,0	15,0	10	10	6
s ₅	4,0	20,0	10	10	8
s ₆	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 cm³ mintegy 60 °C hőmérsékletű vízben feloldottunk, majd a
szobahőmérsékletre lehűlt folyadék térfogatát vízzel 1000 cm³-re egészítettük ki.
(Szükség esetén az oldatot redős szűrőpapíron megszürtük).

Standard törzsoldat (S): 1000 cm³ oldat készítéséhez 0,2197 g KH₂PO₄-t és
0,6356 g NaCl-t mértünk be; az oldat foszfortartalma így 50 mg/dm³, nátrium-ion
koncentrációja pedig 250 mg/dm³ volt. Felhasználás előtt mindkét vegyszert 105 °C-
on 1 órán át kiszáritottuk.

Kénsav oldat (K): 150 cm³ konc. H₂SO₄ vízzel 1 dl térfogatra hígítva.

Standard oldatok: 100 cm³-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 cm³-es mérőlombikba bemértünk 10,00 cm³ kénsavas mintaoldatot és
10 cm³ „R” oldatot, majd a folyadék térfogatát vízzel egészítettük a jelig ki.
Az így előállított sárga színű oldat extinkcióját 400 nm hullámhosszon mértük
meg az „s₀” 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/cm² H₂-nyomás; 1,0 kp/cm² O₂-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 dönthettünk az eltérések számtani középértékének (\bar{z}_f) és szórásának (s_f) ismeretében. A próbatiszttika

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

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 adatpár 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.

Végkövetkeztetés: 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 törzsoldatok közül 20-at foszformeghatározásra is hasznosítottunk. Összehasonlításként a megfelelő hús-készítmények foszfortartalmát hamuból is meghatároztuk. A vizsgálati eredmények matematikai-statisztikai feldolgozása, valamint az ennek során alkalmazott jelölési konvenciók tekintetében a fentiek szolgálták mintául. (Ezért a továbbiakban a részletesebb magyarázattól eltekintünk, és főleg az eredmények közlésére szorítkozunk.)

Terjedelem: 50,2–370,6 mg P/100 g a kénsv törzsoldatból 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 _{0,10}		2,50 < F _{0,10}	
\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 _{0,8}		0,36 < t _{0,7}	

I.: javasolt módszer (biapermetriás)

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 _{0,10}		1,61 < F _{0,10}	
\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 _{0,3}		1,035 < t _{0,3}	

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 _{0,05}	
\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 _f	3,08 > t _{0,05}	

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

VI.: referencia módszer (hamvasztás után történő meghatározás)

n: a meghatározások száma

s: szórás (mg Na⁺/100 g)

%: variációs koefficiens

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

Megjegyzés: az átlagértékek eltéréseinek vizsgálatára nem a közönséges t-próbát, hanem a Welch-féle ún. t_f statisztikát (12) alkalmaztuk, mivel a szórások közti eltérés szignifikáns.

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

Végkövetkeztetés: a javasolt módszer egyszerűbben kivitelezhető, mint az összehasonlításhoz 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⁺/100 g, a hamuból történt összehasonlító vizsgálatok eredményeinél (y_{Na}) 404 – 1715 mg Na⁺/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 kiterjeszthető. (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, Krämer, 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 NH_4^+ находящиеся в разрушенном веществе определяли без дестилляционного отделения, CO Br измерительным раствором биамперметрическим титрованием, что проверяли способом Къельдаль – Винклера. Предложенный способ открывает возможность и для определения ионов Na^+ пламенфотометрией. В основном растворе можно определить еще и ионы PO_4^{3-} в фосфор – моллбдо – ванадатной фмации 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 NH_4^+ -Ionen wurden, ohne irgendeine Arbtennung durch Destillation, durch eine biamprometrische Titrierung mit einer KOBBr -Lösung bestimmt, und die Ergebnisse dieser Titrierung wurden mittels des Kjeldahl–Winkler Verfahrens kontrolliert. Die empfohlene Methode kann auch zur Bestimmung der Na^+ -Ionen mittels Flammphotometrie verwendet werden. In der Stammlösung sind sogar die 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 NH_4^+ -ions present in the digested sample were determined, without separation by distillation, by biamprometric titration with a solution of 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 Na^+ -ions by flame photometry. In the stock solution also the PO_4^{3-} -ions can be determined by spectrophotometry as phosphomolybdovanadate.