

Pálinkák réztartalmának komplexometriás meghatározása

ifj. SARUDI IMRE

Fejér – Veszprém Megyei Minőségvizsgáló Intézet, Székesfehérvár

Érkezett: 1966. május 8.

Pálinkafőzés alkalmával a párlatok készülék anyagától nehézfémekkel – főleg rézzel és vassal – szennyeződhetnek. Nagyobb mennyiségben a réz egészségre ártalmas lehet, másrészt a nehézfémek általában károsan befolyásolják az ital érzékszervi tulajdonságait. A pálinkák minőségi követelményeit előíró magyar szabványok (1) a réz mennyiségét az ital fajtájától és minőségi osztályától függően 3–30 mg/liter maximális értéknek tűrik meg.

A réz kimutatására általában a réztetraminkomplex-képződéssel járó kék színreakció és a káliumferrocianidos reakció szolgál. A mennyiségi meghatározás rendszerint e két reakció valamelyikével vizuális kolorimetria útján történik (2–4). A vizuális kolorimetria természetéből adódóan ezeknél az eljárásoknál a szubjektív hiba lehetősége igen nagy. Lényegesen pontosabb műszeres kolorimetriás módszerek találhatók az újabb irodalomban. Ezek közé tartozik *Sándor Z.-né* nátrium-dietil-ditiokarbamátos eljárása (5). Az említett eljárás általában élelmiszereknél használható univerzális módszer, mely pálinkák réztartalmának meghatározására is alkalmas. Egyetlen hátránya a műszerigény (Pulfrich-fotométer, komparátor). Jelen munkánk célja olyan módszer kikísérletezése volt, amely a vizuális kolorimetriás módszereknél pontosabb, másrészt műszerigénytelőbb nem támaszt.

A módszer elve:

a pálinka ciántartalmát savas párlással elűzzük és az esetleg jelen levő vasat brómos vízzel oxidáljuk. A három vegyértékű vas pirofoszfáttal történő álcázása után EDTE mérőoldattal murexid indikátor jelenlétében titráljuk meg a rezet. A titrálás pH = 8 körüli értéknél történik.

Szükséges vegyszerek:

2 n HNO₃

2 n NH₄OH

metilvörös-indikátor

telített Br₂-víz

1%-os Na₄P₂O₇ oldat

szilárd NH₄Cl

komplexometriás indikátor: 0,05 g murexid 50 g szilárd nátriumkloriddal eldörzsölve

0,001 m EDTE

a mérőoldat beállításához: 0,001 m CuSO₄ oldat

A meghatározás módja

50 ml pálinkához 1 ml salétromsavat adunk, vízfürdőn kb. 10 ml-re bepároljuk. A maradékot titráló lombikba mossuk, kb. 100 ml-re hígítjuk desztillált vízzel és 1 csepp metilvörös mellett az ammóniumhidroxid oldattal semlegesítjük. Hozzáadunk 3–4 csepp brómos vizet és a brómot azbeszt lapon kiforraljuk, miközben az indikátor anyag is elroncsolódik. A lombikot vízcsap alatt lehűtjük

és az oldathoz a következőket adjuk hozzá: 1 ml pirofoszfát oldatot, 1 csepp ammóniumhidroxidot, kb. 0,5 g szilárd ammóniumkloridot, végül 0,1–0,2 g murexid-konyhasó keveréket. Ezután az EDTE oldattal sárgás-piros színből lilás színig titrálunk, majd ismét 1–2 csepp ammóniumhidroxid oldatot adagolunk a lombikba. Ekkor az optimális pH kialakul és ennek megfelelően ismét előtűnik a murexid rézkomplexének sárga színe. Az ilyenkor megfigyelt sárga szín sokkal élénkebb, mint a titrálás megkezdése előtt volt. Ezután a mérőoldat adagolását cseppenként folytatjuk határozott lila szín eléréséig (6–7).

1000 ml pálinkában levő réz mennyisége: $20 \cdot 0,0635 \cdot a = 1,27 \cdot a$ mg, ahol 20 = az 50 ml-ről 1000 ml-re való átszámítás szorzótényezője, 0,0635 = az 1 ml 0,001 m EDTE által mért réz mennyisége mg-ban, a = a fogyott mérőoldat ml-einek száma.

Az alábbiakban 6 különböző vegyespálinkánál kapott kísérleti eredményeinket mutatjuk be.

N	Eredeti	Hozzáadott	Összesen talált	Hiba	
	mgCu/l pálinka			%	
1	0,0	6,3	6,1	-0,2	-3,3
2	0,0	10,0	10,8	+0,8	+7,4
3	0,0	10,0	9,8	-0,2	-2,0
4	18,9	10,0	29,3	+0,4	+1,4
5	5,4	13,1	19,5	+1,0	+5,4
6	23,6	12,5	36,5	+0,4	+1,1

Az eredmények a gyakorlati elemzések pontossági követelményeinek megfelelnek. A desztillált víz nagyfokú tisztasága és a mérőoldat esetenkénti beállítás a pontosság fontos kritériuma.

Munkám figyelemmel kíséréseért köszönetet mondok dr. Vass Péter igazgatónak.

I R O D A L O M

- (1) MSZ 9588, MSZ 9592, MSZ 9596, MSZ 9684.
- (2) MSZ 9589.
- (3) *Torbágyi – Novák L.*: Az égetett szeszesitalok, Budapest 1948.
- (4) Schweizerisches Lebensmittelbuch, Bern 1937.
- (5) *Sándor Z.-né*: ÉVÍKE 5, 290, 1959.
- (6) *Sajó S.*: Komplexometria, Műszaki Könyvkiadó Budapest 1962.
- (7) *Pribil R.*: Komplexometrie Band I. 1962..

KOMPLEXOMETRISCHE BESTIMMUNG DES KUPFERGEHALTES VON BRANNTWEINEN

I. Sarudi jun.

Nach Verteilung des Zyanhydrogengehaltes oxydiert man die eventuelle Eisenverunreinigung des Branntweines zu dreiwertigem Eisen und maskiert dieselbe mit Natriumpyrophosphat. Den Kupfergehalt titriert man mit einer 0,01 m EDTE Messlösung unter Anwendung des Murexidindikators.

COMPLEXOMETRIC DETERMINATION OF THE COPPER CONTENT OF BRANDIES

I. Sarudi, jr.

The method suggested by the author is as follows. After removing the content of hydrogen cyanide, the eventual iron contaminations present in the brandy sample are oxidized to iron(III), and masked with sodium pyrophosphate. Then the quantity of copper is determined by titration with 0.001 M EDTA as titrant, in the presence of murexide as indicator.

ANALYSE COMPLEXOMÉTRIQUE DE LA TENEUR EN CUIVRE DES EAUX DE VIE

I. Sarudi jun.

La contamination éventuelle en fer de l'eau de vie est oxydée à trois valences après l'élimination de l'acide cyanique, puis on masque le fer par du pyrophosphate de sodium. Le dosage du cuivre est fait par une solution 0.001 m E D T avec de la murexide comme indicateur.

LUDWICHOWSKI, J.

A vaj fémes és olajos ízének megakadályozása

(Der Verhinderung des metallischen und öligen Geschmacks in der Butter)

Die Lebensmittel-Industrie, 11 389, 1964.

Tárolt vajaknál igen súlyos és gyakori hiba a fémes, olajos és fagygyús íz, vagy a „halas” szag fellépése. A hiba kémiai eredetű és mélyebb tárolási hőmérsékletnél is fellép. Gyakori hiba még a tejszín ún. elvizesedése is. Ez különösen olyan üzemekben lép fel, ahol az üzemi víz vastartalma nagyobb mint 0,5 mg/l. A főlözésnél a vas a tejszínben dúsul fel

és a tejszín zsírtartalmának növekedésével annak vastartalma is megnövekszik. A fémes hiba többnyire a savanyú-tejszín-vajnál fordul elő. A tejszínben levő vas és réz a tejsavval reakcióba lép, a képződő nehézfém vegyületek a vajgyártás során a vitaminok (elsősorban a C vitamin) bomlását meggyorsítják. A vaj vastartalma indirekt módszerrel könnyen ellenőrizhető, egyrészt a főlözött tej, másrészt az író, illetve az írószérum sűrűségének meghatározásával. Mindkét érték viszonya az ún. „fémkoefficientst” adja.

Az író fémkoefficiense (érvényes édes, illetve enyhén savanyú tejszínre, 16 SH°-ig):

$$„M” = \frac{\text{az író laktodenziméter foka}}{\text{a főlözött tej laktodenziméter foka}}$$
$$„S” = \frac{\text{az írószérum laktodenziméter foka}}{\text{a főlözött tej laktodenziméter foka}}$$

Az írószérum fémkoefficiense (teljesen savanyú tejszínre érvényes):

Az írószérum az írónak 50–55 °C-on, mintegy 5 percig tartó melegítésével áll elő.

A nevezett vajhibák kiküszöbölhetőek akkor, ha az „M” érték 1; az „S” értéke pedig 0,82. A vaj minőségében

lényeges javulás várható, ha az „M” 0,94, az „S” értéke pedig 0,776 alá nem süllyed. Az ismertetett határértékek átlépése esetén az említett minőségi hiányosságokkal kell számolni.

A cikk tartalma lengyel szabadalmi bejelentés tárgyát képezi.

Kacs Kovics M. (Pécs)