

A pirofoszfát tartalom komplexometriás meghatározása sütőporban

ifj. SARUDI IMRE

Megyei Minőségvizsgáló Intézet, Székesfehérvár

Érkezett: 1966. november 15.

id. Sarudi I. a sütőporok részletes analizisével foglalkozó munkájában (1) a savanyú nátriumpirofoszfát meghatározására *J. Grossfeld* (2) „oxalát-citrát”-os módszerét javasolja. Ez a gravimetrikus eljárás pontos eredményekre vezet, de nagy időigénye indokoltá teszi valamely gyorsabb, egyszerűbb módszer bevezetését.

Komplexometriásan a pirofoszfát közvetett úton határozható meg. A nem nagy számú módszer közül a legismertebb az az eljárás, melynek során megfelelő pH-ra beállított közegben a pirofoszfátot cinksó hozzáadásával lecsapjuk, majd az elkülönített és kimosott cinkpirofoszfát csapadékot ammóniumhidroxidban feloldjuk. Az oldat megfelelő pufferolása után Eriokrómfekete T indikátor jelenlétében titráljuk meg a pirofoszfáttal ekvivalens cinket (3), (4). Megnehezíti a módszer kivitelezését, hogy a csapadék leválasztása előtt pontos pH-beállításra van szükség. Ez utóbbi műveletnél célszerű elektrometriás pH-ellenőrzést alkalmazni, melyre nincs mindenütt lehetőség. pH-mérő készülék hiányában használhatunk ugyan legalább 0,3 pH-érzékenységű univerzál indikátorpapírt is, de a beállításnak ez a módja sokszor bizonytalan. Ezért legcélszerűbbnek tartottuk a lecsapást oly módon eszközölni, hogy maga a lecsapószer összetételéből biztosítsa az optimális 3,9 körüli pH-t. Ilyen fajta lecsapási mód a gravimetrikus eljárások között ismeretes (5), melyet sikerrel alkalmaztunk az általunk kidolgozott komplexometriás munkamenetben is. Még nagyobb problémát jelentett a cinkpirofoszfát csapadék rossz szűrhetősége. Kísérleteink során Schleicher-Schüll 589¹ és 589² szűrőpapírokat sikertelenül alkalmaztunk, mert a csapadék több órai, sőt egy napos állás után is átment rajtuk. A csapadék szűrhetőségének tanulmányozása közben végeztünk leválasztásokat oly módon, hogy a cinksó oldatot egyszerre adtuk hozzá a folyadékhoz, kísérleteztünk azzal is, hogy bürettából cseppenként adagoltuk a lecsapószeret, de ezek a körülmények a szűrhetőséget számottevően nem befolyásolták. Schleicher-Schüll 589³ szűrőpapír nem engedte át ugyan a csapadékot, de a szűrés és kimosás rendkívül lassúnak bizonyult. Fentiek figyelembevételével úgy módosítottuk az előbbiekből idézett komplexometriás pirofoszfát meghatározást, hogy szűrést nem végeztünk, hanem a csapadék leülepedése után a lecsapószer feleslegét titráltuk meg. Ekkor azonban egy további módosítást is végeznünk kellett, mivel az Eriokrómfekete T indikátor a sütőporban levő liszt ásványi alkotórészei mellett cinkre nem specifikus. Legmegfelelőbbnek tartottuk ezért a xilenolorange indikátort, melynek nagy előnye, hogy savas közegben is alkalmazható. A titrálás 5,8–6,0 körüli pH-nál történik, így az alkáli földfémek nem befolyásolják az eredményt. Más szempontból előnye még az indikátornak az is, hogy az átcsapás élesebb, mint az Eriokrómfekete T mellett végzett titrálásoknál. Xilenolorange helyett metiltimolkék is alkalmazható, de ennél a végpontjelzés már nem annyira biztonságos.

Szükséges vegyszerek.

Leccsapószer: 20 g kristályos cinkacetátot és 62 ml jégecetet 435 ml desztillált vízben oldunk.

szilárd urotropin,
xilenolorange 1%-os vizes oldata,
0,02 m EDTE mérőoldat.

A meghatározás módja

1,2–1,5 g 0,0002 g pontossággal lemért sütőport desztillált vízzel 200 ml-es mérőlombikba mosunk és a kb. félig felt lombikot 50 percig állni hagyjuk, miközben többször összerázzuk. Ezután a lombikot felig töltjük, összerázzuk és közepes pórústavolságú papírból készült redős szűrő segítségével opalizáció mentes szűretet nyerünk. A szüredék 50 ml-ét 200 ml-es mérőlombikba mérjük és 25 ml leccsapószeret pipettázunk hozzá. A leccsapás szobahőmérsékleten történik. 10 perc állás után a lombikot feltöltjük, összerázzuk és kb. 40 percig ülepítjük. A csapadék feletti tiszta folyadékából 25 ml-t titráló lombikba mérünk, hozzáadunk 25 ml desztillált vizet, 2–3 csepp indikátor oldatot, végül kb. 1 g urotropint. Ez utóbbi hozzáadásakor a folyadék piros színének lilára kell változnia. Az urotropin az oldat 6 körüli pH-ját biztosítja. Ezután titráljuk a cinket az EDTE mérőoldattal élénksárgába való színátcsapásig. Közvetlenül a végpont előtt az oldat lilás színe pirosba megy át.

A leccsapószer mérőoldat fogyasztását a fenti módon vakpróbával határozzuk meg, tehát 25 ml leccsapószer 200 ml-re hígítunk és 25 ml aliquot részt titrálunk meg. A vakpróbánál észlelt mérőoldat fogyasztásból levonjuk a pirosulfát meghatározásakor fogyott mérőoldatot. Így kapjuk meg a pirofoszfát által megkötött cinkkel egyenértékű EDTE mennyiségét.

Számítás

$$P_2O_7\% = \frac{32 \cdot 0,0017395 \cdot (v - a) \cdot 100}{b} = \frac{5,566 \cdot (v - a)}{b}$$

ahol: 32 a hígítási tényező.

0,0017395: az 1 ml 0,02 m EDTE által mért P_2O_7 mennyisége g-ban.

a: a meghatározáskor fogyott mérőoldat ml-einek száma.

v: a vakpróbánál fogyott mérőoldat térfogata ml-ben.

b: a bemérés mennyisége g-ban.

Ha az eredményt saványú nátriumpirofoszfát alakban kívánjuk megkapni, akkor a képlet így módosul:

$$Na_2H_2P_2O_7\% = \frac{8,102 \cdot (v - a)}{b}$$

Eredmények

A minta sorszáma	$Na_2H_2P_2O_7\%$	
	komplexometriásan	J. Grossfeld szerint
1	17,23	17,50
	17,33	
	17,33	
	17,29	
	17,24	
2	17,30	17,32
	17,42	
	17,39	

A módszer pontossága és reprodukálhatósága megfelelő. A gravimetrikus eljárásához képest kis időigénye és egyszerűsége miatt a sütőpor esetleges szabványosításakor hivatalos módszernek javasoljuk.

I R O D A L O M

- (1) *id. Sarudi I.*: ÉVIKE, 7, 253, 1961.
- (2) *Grossfeld, J.*: Zeitschrift für analytische Chemie 57, 28, 1917.
- (3) *Sajó I.*: Komplexometria. Műszaki K. Budapest 1962.
- (4) *Pribil, R.*: Komplexometrie. Band 1. 69. Leipzig 1960.
- (5) *Erdey L.*: A kémiai analízis súlyszerinti módszerei III. 189 – 190. o. Akadémia K. Budapest 1960.

КОМПЛЕКСОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПИРОФОСФАТА В ПЕКАРНОМ ПОРОШКЕ

И. Шаруди мл.

Автор из водного экстракта пекарного порошка определяет пирофосфат осадителем ацетата цинка – уксусной кислоты. Состав осадителя такой, что сам обеспечивает оптимальную pH необходимую для осаждения пирофосфата цинка. Из-за плохой фильтруемости осадка не производит фильтрацию, а из чистого раствора имеющегося над осажденным пирофосфатом измерительным раствором ЕДТЕ определяет избыток осадителя в присутствии индикатора ксиленолоранжа. Результат полученный этим методом хорошо соответствует данным получаемых гравиметрическим способом Л. Гроссфельда.

KOMPLEXOMETRISCHE BESTIMMUNG DES PYROPHOSPHATGEHALTES IN BACKPULVER

I. Sarudi jun.

Verfasser fällt Pyrophosphat aus dem wässrigen Extrakt des Backpulvers vermittels des Fällungsmittels Zinkacetat-Essigsäure. Die Zusammensetzung des Fällungsmittels ist eine solche, dass sie das zur Abscheidung des Zinkpyrophosphates nötige optimale pH sichert. Infolge der schlechten Filtrierbarkeit des Niederschlages wird nicht filtriert, sondern der Überschuss des Fällungsmittels wird aus der klaren Lösung über der Zinkpyrophosphatfällung in Anwesenheit des Indikators Xylenorange vermittels einer EDTE Messlösung bestimmt. Die mit der Methode erhaltenen Resultate stimmen mit den mit der gravimetrischen Methode Grossfelds erhaltenen gut überein.

COMPLEXOMETRIC DETERMINATION OF THE CONTENT OF PYROPHOSPHATE IN BAKING POWDERS

I. Sarudi, Jr.

According to the method suggested by the author, pyrophosphate is precipitated from the aqueous extract of the baking powder with a reagent consisting of zinc acetate and acetic acid. The composition of the reagent is chosen in a way that the optimum pH value required for the precipitation of zinc pyrophosphate is simply attained by the addition of the reagent. Owing to the poor filtrability of the precipitate, instead of filtration, the excess precipitating agent is determined in the supernatant over the sedimented zinc pyrophosphate, by titration with EDTA as titrant, in the presence of xylenolorange as indicator. The results obtained with this method were in fair accordance with the data yielded by the gravimetric method of J. Grossfeld.