

Borkősav-készítmények, valamint ezek felhasználásával készült italok ólom és egyéb nehézfém szennyezésének gyors polarográfiás meghatározása

CIELESZKY VILMOS ÉS SZ. PINTÉR MARGIT
Országos Élelmezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

Érkezett: 1955. június 4.

A borkősav élelmiszeripari termékek, élvezeti cikkek előállításánál hazai viszonylatban is igen kiterjedten nyer felhasználást. A borkősav az előállításánál használatos ólomedényzetből egészségre káros mennyiségű ólmot oldhat ki és így fontos élelmezés-egészségügyi feladat e készítmények ólomszennyezésének (és egyéb nehézfém-szennyezésének) ellenőrzése. Az élelmiszeripari célra felhasználható borkősav még megengedhető ólomszennyezésének felső határát az Eü. Min. ez évben szabályozta és 0,001% (= 10 gamma/g)Pb-ban szabta meg. Átmenetileg — az alkoholos italok kivételével — engedélyezte a 0,006% Pb-szennyezést. Mindkét határérték magára a borkősavra és nem a borkősavval készült termékre vonatkozik.

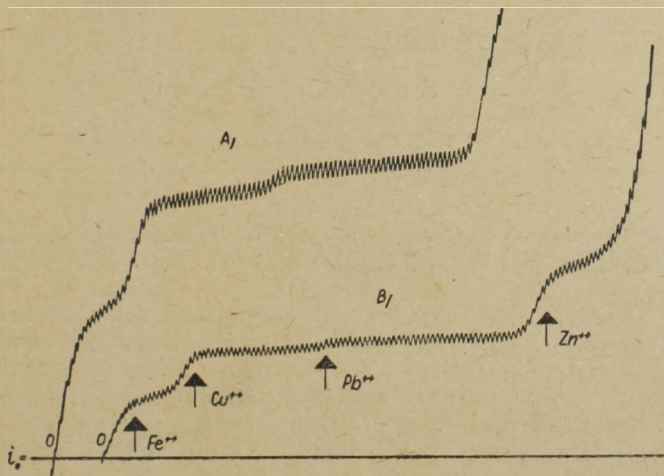
Az alábbiakban egyszerű és gyors eljárást ismertetünk a borkősav és borkősavas készítmények ólom és egyéb nehézfém-szennyezésének (vas, réz és cink) együttes polarográfiás meghatározására. Az eljárás előnye az eddig használatos módszerekkel szemben az, hogy egyetlen polarogram felvétele alapján valamennyi említett nehézfém-szennyezés meghatározható.

A borkősav és ennek alkálisói igen jól oldódó komplexeket adnak ólom-ionokkal, sőt melegítéssel a részben oldhatatlan ólom-szulfátból is oldható komplexszé alakítják az ólmot. Ugyancsak jól oldódó komplexeket adnak a vas, réz és a cink is. Az ólomtartarát komplex polarográfiás lépcsője $-0,67$ V-nál, a vas komplex lépcsője $0,0$, a réz $-0,20$, míg a cinké $-1,2$ V-nál mérhető normál kalomel elektródra vonatkoztatva (1).

A meghatározás menete

a) 0,5 g borkősav (citrompótló, sütőpor, savanyító tabletta, stb.) mintát 5 ml kétszer deszt. vízben enyhe melegítéssel feloldjuk, szükség esetén szűrjük, majd a polarografáló cellába öntjük. Az oldott oxigén nitrogénárammal történő eltávolítása után (6–8 perc) az oldat közvetlenül polarografálható. Sorozatvizsgálatoknál igen jól bevált a Novák-féle cella (2).

Borkősav mintából felvett jellegzetes polarogramot az 1. ábra mutatja. A polarogram felvétele V–301 típusú Heyrovsky-polarográfal történt.



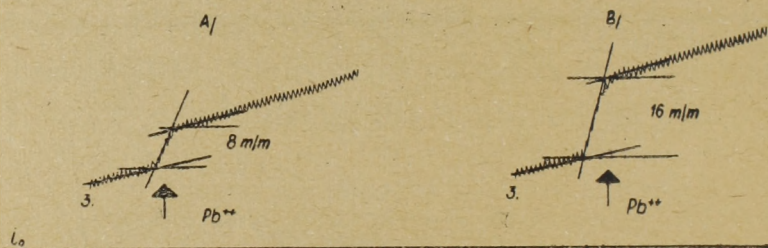
1. ábra

10%-os borkősavoldat (0,5 g/5 ml) polarogramjai: a) 1/30, b) 1/50 galvanométer érzékenységgel; összefeszültség 3 V.

Amint az ábrából látható, egyetlen polarogram alapján meghatározható a vas-, réz-, ólom és a cink-szennyezés mértéke. A vas meghatározásánál a lépcsőmagasságot a polarogramra felvett galvanométer null-vonalától (i_0) mérjük. Az egyes szennyezések mennyiségének meghatározására igen előnyösen használhatjuk a Kilian által először alkalmazott addíciós módszert (3), melynél először felvesszük a polarogramot az eredeti oldatból, majd a kérdéses alkatrészek ismert mennyiségét adva az oldathoz, egy második polarogramot készítünk. Ilyen körülmények között szükségtelenné válik a hőmérséklet állandóan tartása illetve hőmérsékleti korrekció alkalmazása, nem zavarnak a mintában levő esetleges egyéb szennye-

zések illetve más idegen anyagok és bármilyen csepegő elektróddal vonatkoztatási elektród nélkül dolgozhatunk. A számítás egyszerű hármasszabállyal történik a hozzáadás előtt és után felvett polarogramok lépcsőmagasságainak arányából. A 2. ábra ezt az eljárást mutatja be borkősav minta ólomszennyezése esetében.

Az addíciós módszert határérték eljárás céljaira a következőképpen alkalmazhatjuk:



2. ábra

10%-os borkősavoldatnak az ólomlépcső potenciálterületén nagyobb érzékenységgel felvett polarogram-részletei: a) ólomhozzáadás nélkül, b) 6 gamma/ml ólom hozzáadásával; galvanométer érzékenysége 1/10, összefeszítés 3 V.

Törzsoldatot készítünk, mely a vizsgálandó nehézfémek (ólom, réz, cink és vas) olyan mennyiségeit tartalmazza, hogy ezen oldat egy ml-ét adva az 5 ml helyett 4 ml vízben oldott 0,5 g mintához, az éppen a nehézfém-szennyezések megengedhető határérték mennyiségeinek feleljen meg. Elég egy rátekintés a két polarogramra annak megállapítására, hogy fémszennyezés szempontjából kifogás alá esik-e a minta, vagy sem.

b) Borkősav hozzáadásával készült alkoholos italoknál („Koccintó”, „Itóka”) különös fontossággal bír elsősorban az ólomszennyezés ellenőrzése. Köztudomású ugyanis, hogy a nehézfém-szennyezések alkohol jelenlétében károsabbak, mint egyébként. Hasonlóan fontos a savanyú-cukorkák ólomszennyezésének ellenőrzése is, melyek fogyasztása révén éppen a gyermekeknél kell számolni krónikus ólomfelvétellel.

A mintákat a polarografáláshoz a következőképpen készítjük el: Alkoholos italoknál 50 ml-t bepárlás után, cukorkáknál 5–10 g átlagmintát kvarcsészében elhamvasztunk. A hamvasztást szükség esetén néhány csepp salétromsav hozzáadásával siettetjük.

A hamvasztás hőfoka ne haladja meg az 500 C°-ot.

A hamut 0,1 g fémszennyezésmentes borkősavval* forraljuk, majd

* Ólom- (nehézfém)-szennyezésmentes borkősavat kétszer desztillált vízből történő 2–3-szori átkristályosítással nyerhetünk pro anal. készítményből.

deszt. vízzel 5 ml-es mérőlombikba mossuk és jelig feltöltjük. Az oldatot szükség esetén szűrés után, egyébként közvetlenül polarografáljuk. Az alábbi táblázatban alkoholos üdítő ital ugyanazon mintájából két külön beméréssel kapott páthuzamos vizsgálatok eredményeit tüntetjük fel. A polarogramok felvétele 1/20 galvanométer érzékenységgel történt. A szennyezések mennyiségi értékelését a mm-ben megadott lépcsőmagasságok alapján az említett addíciós módszer segítségével végeztük.

Minta:	Ólom		Réz		Cink		Vas	
	Lépcsőmagasság m/m	mg/kg	Lépcsőmagasság m/m	mg/kg	Lépcsőmagasság m/m	mg/kg	Lépcsőmagasság m/m	mg/kg
1.	4,0	0,4	20,0	0,9	28,2	1,2	42,0	3,7
	4,3		20,2		28,0		40,5	
2.	3,8	0,4	19,0	0,9	27,5	1,2	41,7	3,7
	4,1		19,6		28,0		41,0	

ÖSSZEFOGLALÁS

A szerzők eljárást közölnek borkősav, valamint borkősavval készült élelmiszerjárulékos anyagok és élvezeti cikkek ólom, továbbá réz, cink és vasszennyezésének gyors polarográfiás vizsgálatára. A szennyezések mennyiségi értékelése addíciós módszer segítségével történik, mely gyors határérték-vizsgálatra is alkalmazható. Alkoholos italoknál és savanyúcukorkáknál különösen az ólomszennyezés ellenőrzését egészségügyi szempontok indokolják.

СОДЕРЖАНИЕ

Сообщается метод быстрого полярографического определения следов свинца, меди, цинка и железа как загрязнений в винной кислоте и в пищевых продуктах, приготовленных с добавлением винной кислоты. Количественное определение загрязнений осуществляется методом аддиции применимый как быстрое определение допущенных пределов содержания. Контроль загрязнений свинцом спиртовых напитков и конфет важно ввиду требований гигиены.

ZUSAMMENFASSUNG

Die Autoren teilen ein Schnellverfahren zur polarographischen Untersuchung der in Weinsäure, sowie in mit Weinsäure bereiteten accessorischen Substanzen der Nahrungs- und Genussmittel enthaltenen Blei, Kupfer, Zink- und Eisenbeimengungen mit. Die quantitative Auswertung der Verunreinigungen erfolgt mit Hilfe der Additions-

methode, welche auch für rasche Grenzwertbestimmungen geeignet ist. In alkoholischen Getränken und sauren Bonbons ist besonders die Kontrolle der Bleiverunreinigung aus hygienischem Gesichtspunkte erwünscht.

IRODALOM

- (1) *Heyrovsky J.*: Polarographie, Wien, 1941.
- (2) *Novák J. V. A.*: Coll. Czechosl. Chem. Comm., 12 (1947) 237.
- (3) *Stackelberg V. M.*: Polarographische Arbeitsmethoden, Berlin, 1950.

KÖNYV- ÉS LAPSZEMLE

P. Ribéreau-Gayon :

Almasav-meghatározás borban, papírkromatográfiás eljárással

(Evaluation de l'acide malique des vins par chromatographie sur papier. Ann. Falsif. Fraudes 47, 3-9, 1954. Ref.: Z. f. L. u. F. 100, 339, 1955.)

Almasav borban, papírkromatográfia segítségével a következőképpen határozható meg: Alkalmass papirosra (48 × 17 cm) egymástól 3 cm-re, a szélesebb oldal alsó szélétől 2 cm-es távolságban felvisszük a vizsgálandó bort, valamint a tiszta, oldott almasavat. Utóbbiból olyan oldatot készítünk, mely 1 g/lit. almasavat tartalmaz, ebből 1, 2 és 3 mm³-t viszünk fel mikropipetta segítségével, ami megfelel 1, 2 és 3 γ almasavnak. Aorból 2, 4, 6, 8 és 10 mm³-t adagolunk, vigyázva arra, hogy egyszerre csak 1 mm³-t vigyünk fel a papírra és hogy a folt újabb anyagmenyiség hozzáadása előtt teljesen beszáradjon. A papírt ezután keskenyebb oldalai mentén összehúzzuk. A papírhengert alkalmas hengeres edényben olyan oldatba állítjuk be, amely 50 ml n propanol, 50 ml eukaliptol és 20 ml

hangyasav (98%) elegyítésével készült. Ehhez az elegyhez kezdődő zavarosodásig vizet csepegtetünk, majd az opalizáló vizes fázist választótölcsér segítségével eltávolítjuk. További néhány csepp hangyasavtól az oldat teljesen átlátszóvá válik. Egyenletes atmoszféra kialakítása céljából az edénybe 20–30 ml vizet tartalmazó poharat állítunk. Az oldatot 12–15 cm magasra futtatjuk, majd jó szellőztetés mellett megszáritjuk és így a hangyasavat teljesen elűzzük. A foltok előhívása olyan oldat rápermetezésével történik, mely 50 mg brómfenolkéknek 100 ml 96%-os etilalkoholban való feloldásával készült és 0,1 n NaOH-tól éppen bíborpirosra színeződött. Sárga színű kromatogramokat 1%-os NH₃ oldat gőzeivel újra visszakékitünk. Az almasavtartalom kiszámítása annak a borfoltoknak alapján történik, amely 2 γ almasavnak felel meg. A bor ekkor $\frac{2}{X}$ g/lit almasavat tartalmaz, ahol X a bor felvitt mm³-einek száma. Borkősav adja a legalsó, almasav a középső, borostyánkősav a legfelső foltokat.

Gál I. (Budapest)