

## Előzetes színkompenzáció alkalmazása színes oldatok színátcsapásos titrálásánál\*

LINDNER KÁROLY

Országos Élelmezési és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

Érkezett: 1955. szeptember 6.

Biológiai anyagok, így élelmiszerek és takarmányok vizsgálatánál, amikor az anyag színes, sokszor gondot okoz az egyszerű színátcsapásos titrálás végrehajtása. Ilyenkor általában az anyag színtelenítéséről kell gondoskodnunk, vagy olyan indikáló anyagról, illetve módszerről, amely alkalmas a színező anyag jelenlétében is a reakció befejezésének jelzésére. Ez esetben vagy a pontosságban, vagy a meghatározás időtartamában engedményeket vagyunk kénytelenek tenni.

Ilyen természetű nehézségek lépnek fel például az aszkorbinsav 2,6-diklórfenolindofenolos titrálásánál is, ha a kék színű festékekkel savas közegben — melyben a festék felesleg rózsaszínnel jelentkezik — paradicsom, csipkebogyó, vagy héjával együtt feldolgozott rózsaszínű burgonyamintát titrálunk. Ebben az esetben közvetlen titrálásnál helyes végpont megállapításról alig lehet szó, mert azt többnyire csak a festék nagy feleslegénél észlelhetjük.

Erre az esetre Tillmans és munkatársai (1) nitrobenzolos kibrázást javasolnak, amely a reagens festéket oldja, míg a növényi festékanyagokat nem. Mások xilollal rázzák ki a növényi színezőanyagok mellől a reagens festék feleslegét. Kirk és Tressler (2) elektrometriás titrálást alkalmaznak a végpont éles megállapítására. Vannak, akik az előkészített oldatot aktív szénnel színtelenítik el, ami természetesen leginkább aszkorbinsav veszteséggel jár, míg mások fordított titrálást végeznek úgy, hogy a le-

\* A „Zeitschrift für Lebensmittel-Untersuchung u. Forschung”-ban megjelent dolgozat (102. 1. 1955, 37—39.).

mért mennyiségű festékoldatot a bürettában elhelyezett vizsgálati anyag oldatával titrálják meg.

A fent ismertetett módszerek alkalmazásakor, mind az abszolút, mind pedig az összehasonlító vizsgálatoknál fennáll az a veszély, hogy hamis értékeket kapunk. A színtelen vizsgálati anyagok közvetlen titrálásával szemben a beavatkozások után végzett meghatározások általában jelentősen eltérő eredményeket adnak. Az elektrometriás eljárás megbízható ugyan, de műszeres felkészültséget igényel, míg a fordított titrálás nem alkalmas sorozatvizsgálatok végzésére.

Az optikában és az ipar számos területén színhatások megszüntetésére kiterjedten használják a megfelelő intenzitású és hullámhosszú kiegészítő (komplementer) színeket. Így például az üvegearban a színtelen üveg előállítására, a vizuális fotometriánál stb. Kézenfekvő volt megkísérelni a titrálendő színes oldatok színének kompenzálását olyan festékoldatokkal, amelyek egyfelől megszüntetik a színhatást, másfelől a titrálás menetét sem zavarják, mert reakcióba nem lépnek, sem pedig saját színiüket titrálás közben nem változtatják.

Először a példaként felhozott aszkorbinsav meghatározásánál — főleg a vörös színű vizsgálandó oldatok esetében, melyeket paradicsom, különféle bogyós gyümölcsök, cékla, rózsaszínű burgonya stb. vizsgálatánál nyerünk — kíséreltem meg az oldatban történő előzetes színekompenzálás alkalmazását. A vörös szín kétféle, bíbor és narancs árnyalatára való tekintettel kétféle színű festéket, a patentkék A (Schultz tab. 827) és a fényzöld R (Schultz tab. 765) oldatát alkalmaztam sikerrel.

Célszerűen mind a patentkékből, mind pedig a fényzöldből kétféle koncentrációjú oldatot készítünk. Egy töményebbet, amely 0,1 g festéket tartalmaz 100 ml desztillált vízben — ezt az erősebben festett oldatok megközelítő színekompenzációjára használjuk —, továbbá ennek tízszeres hígítását, mellyel a gyengébben festett, illetve megközelítőleg kompenzált színű oldatok maradék vörös színét kompenzáljuk teljesen. A kékes árnyalatú, bíborvörös színű oldatokhoz mindig a fényzöld festéket adagoljuk, így például cékla esetében. A sárgás árnyalatú vörös, narancsvörös oldatokhoz például csipkebogyó, paradicsom esetében pedig a patentkék festék oldatát használjuk.

A színhatás megszüntetését úgy kell végezni, hogy a kompenzálás folytán a piros szín utolsó nyoma is éppen megszűnjék. Ezért kell a gyengén színezett oldatokat, továbbá a már durván kompenzált oldatokat kis koncentrációjú festékoldatok-

kal kompenzálni. A tömény festékoldat egy cseppje ugyanis esetleg már a kék vagy zöldeskék színárnyalatba vinné át a keverék színt, ami a titrálásakor jelentkező rózsaszín megjelenését bizonyos mértékig késleltetné, tehát a titrálás pontatlan lenne.

Az aszkorbinsav meghatározását Tillmans szerint előzetes színekompenzáció alkalmazásával a következő módon végezzük.

Az 1 százalékos oxálsavas növényi kivonatot vagy üvegporral eldörzsöléssel, vagy turmix-szel készítjük el. A várható aszkorbinsav-tartalomnak megfelelően 2—10 ml-t kicsiny, 50—100 ml-es főzőpohárba pipettázzuk és 10—15 ml 1 százalékos oxálsavoldattal felhígítjuk. Ezután az előre elkészített festékoldatot élénk keverés mellett pipettából óvatosan hozzáadagoljuk addig, amíg a piros színhatás a keverékszín beálltakor meg nem szűnik. Majd 2,6-diklórfenolindofenollal megtitráljuk. A módszert Strohecker és Vaubel (3) szerint félperces színállandóság alkalmazása mellett igen jó eredménnyel alkalmazhatjuk, aminek szemléltetésére az alábbi táblázatot közlöm.

Előzetes színekompenzáció alkalmazásával végzett aszkorbinsav-  
vizsgálatok eredményei

Vizsgált anyag		A s z k o r b i n s a v $\mu$ g					Hiba %
		Eredeti tartalom	Hozzá- adott	Számi- tott	Talált	Eltérés	
Paradicsom (1 g-ban)	I.	111	250	361	357	- 4	-1,10
	II.	111	250	361	362	+ 1	+0,27
Csipkebogyó (0,2 g-ban)	I.	574	250	824	831	+ 7	+0,94
	II.	574	250	824	835	+11	+1,32
Cékla (1 g-ban)	I.	13	250	263	261	- 2	-0,77
	II.	13	250	263	266	+ 3	+1,15
Őszirozsa burg. N (1 g-ban)	I.	133	250	383	379	- 4	-1,05
	II.	133	250	383	374	- 9	-2,35
Őszirozsa burg. K (1 g-ban)	I.	102	250	352	350	- 1	-0,57
	II.	102	250	352	345	- 7	-2,00

Megjegyzés:

A titrálásokat olyan 2,6 diklórfenolindofenol oldattal végeztük, amelynek 1 ml-e 50 mikrogramm aszkorbinsavnak felel meg. A I. és II. jelzés a párhuzamos vizsgálatokat mutatja. A burgonyák melletti N jelzés a nagyecsedű származást, a K jelzés pedig a kisvárdai származást jelenti.

A színes oldatok titrálás előtti színekompenzációját természetesen nemcsak az említett vörös színek esetében, hanem ál-

talánosan minden más színnel is alkalmazhatjuk. Előfordulhatnak például zöldes vagy kékes árnyalatú aszkorbinsavkivonatok is: ilyenkor megfelelő árnyalatú vörös színű komplementer festéket adunk kellő mennyiségben titrálás előtt az oldathoz, beállítva a semleges fehér vagy szürke hatású keverékszint.

Az előzetes színekompensáció elvének alkalmazása egyéb térfogatosszínátcsapásos analízisnél is alkalmazható bizonyos megfontolásokkal. Használható vizsgálataink szerint színezett C-vitamin tartalmú cukorkákban az aszkorbinsav meghatározására, sőt alkalmas színezett cukorkák, vegyesízek, likőrök stb. savtartalmának megállapítására is — ha az anyagban levő színezék lúg hatására az átcsapásnál jelentősen nem változtatja színét — oly módon, hogy a megfelelő komplementer színű festékoldattal előállítjuk a semleges keverékszint és a titrálást fenoltalein indikátor jelenlétében végezzük.

#### ÖSSZEFOGLALÁS:

A szerző előzetes színekompensáció elvének bevezetését dolgozta ki színes oldatok térfogatosszínátcsapásos analízisére.

Az aszkorbinsav 2,6 — diklórfenolindofenolos meghatározása színes növényi kivonatokból előzetes színekompensáció mellett  $\pm 3$  százalékos hibahatáron belül végrehajtható.

*К. Линднер: Применение предварительной компенсации окраски при титровании окрашенных растворов методом с изменением цвета*

Автор выработал метод для обменного анализа окрашенных растворов методом с изменением цвета после предварительной компенсации окраски. Определение аскорбиновой кислоты с помощью 2—6 диклорфенолиндофенола в окрашенных растительных экстрактах после предварительной компенсации окраски осуществимо с точностью ошибки  $\pm 3\%$ .

*K. Lindner: Anwendung einer vorhergehenden Farbkompensation bei Farbumschlagstitrations von farbigen Lösungen.*

Der Verfasser hat für die volumetrische Farbumschlagsanalyse farbiger Lösungen die Einführung eines Farbkompensationsprinzips ausgearbeitet.

Die Bestimmung der Ascorbinsäure in farbigem Pflanzenmaterial mit 2,6-Dichlorphenolindophenol kann mit einer Fehlergrenze von  $\pm 3\%$  durchgeführt werden.

#### IRODALOM:

- (1) Tillmans J., P. Hirsch és J. Jackisch: Z. Untersuch. Lebensm. 63, 1932, 241.
- (2) Kirk M. M. és D. Tressler: Ind. Eng. Chem., Anal. Ed. 11, 1939, 322.
- (3) Strohecker R. és R. Vaubel: Angew. Chem. 49, 1936, 666.