

Gyors eljárások fémek meghatározására élelmiszerekben komplexbéplő anyagokkal II.

Ólomtartalom meghatározása

SPANYÁR PÁL és KEVEI JÁNOSNÉ

Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1959. szeptember 24.

Az élelmiszerekben levő ólom-szennyezés meghatározásának igen nagy irodalma van. (1) Erre vonatkozólag nem csupán elszórt közlemények jelentek meg, hanem a javasolt eljárások rendszeres felülvizsgálata is megtörtént, (2) és ennek alapján a legalkalmasabbak a szakkönyvekbe is bekeverültek. Ennek ellenére azóta is újabb és újabb módosításokat javasolnak, jelölve annak, hogy az ismert eljárások által nyert eredmények nem kielégítőek.

Az eddigi kutatások alapján eldöntöttnek tekinthető, hogy az élelmiszerekben előforduló csekély ólom-szennyezés mértékének megállapítására jelenleg csupán a dithizonos eljárás elég érzékeny. Eltérőek azonban az előírások az élelmiszerek elhamvasztásának, illetőleg roncsolásának módja, továbbá az ólom-dithizon komplex képzésének és mérésének körülményei tekintetében. Változnak a módszerek természetesen az élelmiszerekben foglalt egyéb kísérő anyagok minősége és mennyisége, de a megkívánt érzékenység, pontosság, továbbá a meghatározás időtartama szerint is.

Kísérleteinknek az volt a célja, hogy az élelmiszerekben előforduló, az esetek zömében 1 mg/kg-ot meg nem haladó és 2 mg/kg-nál csak igen ritkán több ólom mennyiséget egyszerű eszközökkel, lehetőleg kevés művelettel, 10%-nál nem nagyobb hibával megállapítsuk. Szükséges volt továbbá egy olyan határérték módszer kidolgozása is, amellyel —, ha lehet, még egyszerűbben — legyen megállapítható, hogy az élelmiszerben az ólom-szennyezés meghaladja-e a megűrt (1 mg/kg) mennyiséget.

A kérdés megoldására végzett nagyszámú kísérlet szerint a mérés megbízhatóságát a következő körülmények befolyásolják:

1. *A szerves anyag elroncsolásának módja.* Az élelmiszerek közvetlen elhamvasztása ólomvesztéssel jár, még abban az esetben is, ha általában előűrt 500—520 C° között történik ez a művelet. E tekintetben általában csak keveset segítenek a különböző hamvasztó keverékek is. Sőt, a hamuból nyert kivonathoz az ólom-dithizon komplex képzésnek nagyon nagy szerepet ad. Éppen ezért a hamvasztásról legcélszerűbb lemondani. Ez egyűttal a vizsgálati idő megrövidítéséhez is vezet. A nedves roncsolás esetén az ólomvesztés negymértékben függ a művelet időtartamától. 3 órán túl elhűző melegítés mindig jelentékeny ólomvesztéssel jár. A roncsolás leggyorsabb és legeredményesebb salétromsav és kénsav keverék használata mellett. Sok esetben azonban a roncsolás végén (éppen a művelet meggyorsítása érdekében) a perklorinsav használata sem mellőzhető. Általában a roncsolást meggyorsítja, zavartalanabbá és veszteségmentesebbé teszi, ha a vizsgált élelmiszermintát a roncsoló folyadékkal együtt lombikba egy

éjen át állni hagyjuk. A roncsolás módját az élelmiszer összetétele szerint a később leírtak alapján kell megválasztani. Perklórsav használata azonban mindig csak a roncsolás végén és a lehető legkisebb mértékben engedhető meg. Csak így kerülhető el mind a robbanás veszélye, mind az ólomvesztés. A roncsolás módjának helyes megválasztása lehetővé teszi, hogy az esetek zömében egyszerre 6 mintát 1,5--2,5 óra alatt tökéletesen elroncsoljunk.

Megjegyzendő, hogy vízben oldható élelmi anyagokban a roncsolás teljesen mellőzhető. Így pl. borkősav ólom tartalma annak vizes oldatából is meghatározható.

2. Szennyezések elkerülése a meghatározás folyamán. 10 g-nál nagyobb mennyiségű élelmiszer elroncsolása hosszadalmas, nehézkes és ezért ólomvesztésre vezetne. Ennél kisebb mennyiségű élelmiszerminta az esetek legnagyobb részében viszont nem tartalmaz közvetlenül jól mérhető mennyiségű ólomot. Ezért általában 10 g-os élelmiszerminták vizsgálatát javasoljuk. Ilyen minták elroncsolt oldatában a mérendő ólom-mennyiség az esetek zömében 5—10 γ között van, de a 20 γ -t a legritkább esetekben haladja meg. Ebből következik, hogy a méréseknél az 1 γ -t meghaladó hiba az eredményeket nagyobb mértékben hamisítja meg, mint amennyi azok pontossága szempontjából kívánatos lenne. Ezért nem elég a vegyszerek és oldószerek, továbbá a munkahely és munkaeszközök tisztaságát kiemelni, amelyekről az előírások általában említést tesznek, de amelyekre a módszer felhasználói gyakran nem fordítanak elég gondot. Szükséges valamennyi vegyszert és oldószert azonos mennyiségben használni. Ezáltal lehetővé válik, hogy hasonló módon végzett vakpróba segítségével az el nem kerülhető szennyezéseket a mérésnél biztosan kiiktatjuk. Kívánatos nyugodt kísérleti körülményeket teremteni és a munkát mindig azonos módon kell végezni. Végül rendkívül célravezető, ha *Pregl* csaknem elfelejtett tanácsát itt megfogadva, minden esetben három parallel vizsgálatot végzünk, amelyek közül azt, amelyek nagyobb mértékben elütő eredményt ad, a számításokból ki kell hagyni.

3. Az élelmiszerben foglalt szerves anyagok. Az analitika más területről elhangzott figyelmeztetések (3) nyomán a nehéz és földfémek jelenlétét az élelmiszer ólomtartalmának vizsgálatánál általában túlbecsülik. Az alábbiakban közölt előírások alapján vizsgált élelmiszerek szokványos fém szennyeződése meghatározásainkat sosem zavarta. Nem találtunk eltérést még olyan élelmiszer vizsgálatánál sem, ahol a fémszennyezést a hazánkban megúrt legfelsőbb határértékekre (Cu = 10 mg, Zn = 50 mg, As = 2,5 mg, Sn = 200 mg/kg) állítottuk be. A fémmennyiségek modell-oldatokban sem zavarták az ólom dithizonos reakcióját. Kivétel az ón, amely modell-oldatban zavarólag hat ugyan, azonban az élelmiszervizsgálatok esetében a roncsolás után már nem kerül be a mérendő szűrő oldatba. Hasonlóan legtöbb esetben nem észleltük a vizsgált élelmiszerben a foszfátok több szerző által leírt zavaró hatását sem. Tapasztaltuk azonban olyan élelmiszerek vizsgálatában, ahol a foszfát tartalom a vizsgált mintában — P_2O_5 -ben kifejezve — a 30 mg-ot meghaladja (pl. tejpórá, hús, stb.), valóban zavaró hatás jelentkezik, amely ki kell küszöbölni. Kísérleteink azt mutatták, hogy *Johnson* és *Polhill* (4) erre vonatkozó javaslata megfelelő és sikerrel alkalmazható. A vizsgálatok zömében, ahol a foszfortartalom a fent megadottnál kevesebb, ezt a módosítást bekapcsolni szükségtelen.

4. A módszer érzékenysége. A következőkben javasolt módszerünket úgy állítottuk be, hogy a vizsgálandó oldatban 0—20 γ ólom legyen megbízhatóan mérhető. Ezáltal elértük, hogy egy próbában 10 g-nál nagyobb

mennyiségű minta felhasználására (és főleg elroncsolására) nincsen szükség. Az ólomvesztés leginkább a roncsolás időtartamától függ, és azonos anyagokban a roncsolás időtartama a minta mennyiségével növekszik. A minta mennyiségének csökkentése tehát nagyobb mértékben növeli a módszer pontosságát, mint a vizsgálandó oldatban az ólomtartalom emelkedése. Ezért célszerűbb az esetleg kivételesen nagyobb ólom mennyiséget tartalmazó élelmiszerek vizsgálatánál inkább a *minta mennyiségét csökkenteni* oly mértékben, hogy a belőle készült oldat ólomtartalma 5—20 γ közé essék. Hasonlóképpen kell eljárni nehezen roncsolható, igen nagy (80%-nál nagyobb) szárazanyag tartalmú anyagoknál is, ahol kivételesen a 10 g-nál kisebb, (de 5 g-nál mindig nagyobb) minta használatával is meg kell elégedni. Ilyen esetekben a vizsgálandó oldat ólom tartalma esetleg 5 γ alá is eshetik ugyan, de mérését az alábbiakban közölt addíciós eljárás lehetővé teszi.

5. *A vizsgálat keresztültelének módja.* A meghatározás — mint ismeretes — lényegében azon alapszik, hogy a kloroformos oldatban zöld színű dithizon a reakció lezajlása után rózsaszínű ólom-dithizon komplexet képez. A reakció lejátszódása után tehát keverék színt kapunk, amely ólom-dithizonos komplex és a feleslegben hozzáadott dithizon reagens maradék színéből tevődik össze. Az ólom mennyisége szerint tehát a vizsgálandó oldatnak nemcsak az intenzitása, hanem színárnyalata (zöld-kékes-ibolya-ibolyarózsaszín) is változik. Gyakorlatilag nem volna akadályja annak, hogy ebből a keverék színt tartalmazó oldatból a fel nem használt dithizon az ólom-dithizon mellől káliumcianid oldat segítségével eltávolítsuk s ezután az utóbbi színének erősségét egymagában mérjük. Kísérleteink szerint erre nincs szükség. Pulfrich fotométerben S 50-es használat esetén a dithizon jelenléte a mérés pontosságát nem zavarja. Minthogy a dithizon kioldása semmi előnnyel nem járna, viszont ez a művelet az eljárást csak meghosszabítaná és ezáltal újabb hibára adna lehetőséget, *Snyder* észrevételeire is támaszkodva (5) ezt a műveletet az általunk javasolt előírásból kihagytuk, s mindenkor a kevert szín mérését javasoljuk.

A tapasztalatok azt mutatták, hogy a mérések akkor adnak legpontosabb eredményt, ha a mérendő kivonat ólomtartalma 5—15 γ között mozog. Ezért olyan élelmiszereknél, ahol — az előírás szerint dolgozva — az elkészített kivonat ólomtartalma valószínűleg 5 γ alatt van, célszerű ahhoz — még a reagens hozzáadása előtt — ólomtitrát oldat alakjában ismert mennyiségű: 5—10 γ — ólmot adni. Ennek az *addíciónak* a bevezetését nem az oldat színárnyalatának változása, illetőleg a dithizonon felesleg jelenléte teszi szükségessé. Ez bizonyítható azzal is, hogy eljárásunk nem csupán 5 γ alatt, de 15 γ fölött is kisebb pontosságú eredményt ad, mint 5—15 γ között, holott az utóbbi esetekben a dithizon feleslege a legkisebb.

Az oldat *színárnyalatának változását* felhasználtuk *határérték módszer* kidolgozására. Az általunk javasolt eljárás esetében ugyanis a mérésre kerülő oldat 10 γ ólomtartalomig ibolya színű, ezen felül viszont élesen rózsaszínbe csap át. Ha tehát a vizsgálandó élelmiszerből 10 g-os mintát roncsolunk el és a belőle készült ólom-dithizonos kivonata lila színű, a vizsgált élelmiszer 1 mg/kg-nál kevesebb ólmot tartalmaz, vagyis a szabvány előírásoknak megfelelő. Ha viszont ugyanannyi anyag lemérése esetén a belőle készült kivonat rózsaszínű, az élelmiszer ólomtartalma több, mint 1 mg/kg, tehát kifogás alá esik. Az átmenet elég éles ahhoz, hogy némi gyakorlat után összehasonlító oldat készítése nélkül is elbírálható a vizsgálandó élelmiszer ólomtartalma. Kezdetben, vagy ha csak ritkán végzünk ilyen vizsgálatokat, mégis célszerű ellenőrző oldat készítése.

A vizsgálati módszert az alábbiakban ismertetjük :

Vegyszerek:

1. salétromsav p. a. fs.: 1,40
2. kénsav p. a. fs.: 1,84
3. perklórsav, p. a. fs.: 1,67 (70%-os)
4. 25%-os kénsav
5. 1,25%-os Na-metabiszulfid
6. citromsav p. a. 20%-os
7. brómtimolkék indikátor oldat : 0,1 g brómtimolkék 1,5 ml n/10 NaOH-ban oldva és deszt. vízzel 100 ml-re töltve,
8. ammóniumhidroxid p. a. fs.: 0,88
9. 5 N ammóniumhidroxid
10. hidroxilaminklórhidrát p. a. 20%-os
11. káliumcianid puriss. 10%-os
12. kloroform p. a. (Tisztítása : 250 ml p. a. minőségű kloroformot rázóütölcserben 1 ml 10%-os KCN-al és 25 ml olyan kétszer deszt. vízzel rázunk ki, amely 1—1,2 ml 5 N ammóniumhidroxidot tartalmaz. A rétegek szétválása után a vizes részt eltávolítjuk és a kloroformos részt még kétszer 25 ml kétszer deszt. vízzel kirázzuk. A mosóvizeket mindkét esetben elöntjük és a kloroformot sötét, száraz üvegben szűrjük).
13. „tömény” dithizon oldat : 0,1 g dithizont (difenilthiokarbazon p. a.) 1000 ml p. a. kloroformban oldunk és sötét, üvegdugós üvegben, jégszekrényben tartjuk,
14. „híg” dithizon oldat (naponta frissen készítendő) : 10 ml „tömény” dithizon oldatot 9 ml kétszer deszt. vízzel és 1 ml 5 N ammóniumhidroxiddal választóülcserben jól összerázzuk. A rétegek szétválasztása után az alsó kloroformos réteget leengedjük és elöntjük, míg a felső vizes rétegből a kloroform nyomokat kicentrifugáljuk és az így kapott kristálytiszta, barnászörös vizes dithizon oldatot használjuk fel.
15. metilalkohol, p. a. vízmentes
16. ólom törzsoldat : 16000 g $Pb(NO_3)_2$ p. a.-t 1000 ml olyan kétszer deszt. vízben oldunk, amelybe kb. 10 ml cc. HNO_3 -t adtunk. Ebből az ólom törzsoldatból 5 ml-t hígítunk a meghatározásokhoz 500 ml-re, hogy 10 γ Pb/ml töménységű oldatot kapjunk. (Hetenként frissen készítendő a hígított oldat).

Roncsolás:

1. Kis cukortartalmú (paradicsomsűrítmény, borsókonzerv, befőtt, naturlecsó és zsíroslecsó) pépes, vagy szilárd anyagokból — homogenizálás után — 10 g-ot 11 cm-es keményített szűrőpapírra mérünk, majd a szűrőpapírt összecsavarva 250 ml-es Kjeldahl-lombikba helyezzük és hosszú üvegbottal a lombik aljára lenyomjuk. A folyékony vizsgálendő anyagot közvetlenül a lombikba mérjük. A bemért anyaghoz 4 ml cc. HNO_3 -t és 4 ml cc. H_2SO_4 -at adunk és jól összekeverve állni hagyjuk. (Legjobb, ha este mérjük be a mintákat és a savak hozzáadása után reggelig hidegen állni hagyjuk a roncsoló fülkében), majd jól húzó fülkében addig melegítjük, amíg a barna gőzök el nem távoznak és az anyag feketedni kezd. Ezután lehűtés után 2,5—3,0 ml cc. HNO_3 -at adunk hozzá és ismét melegítjük a barna gőzök távozásáig. A salétromsavas kezelést ezeknél a mintáknál 3—4-szer megismételjük addig, míg a minta világos kávé színű és higan

folyós lesz. Ekkor lehűtés után újra 2—3 ml cc. HNO_3 -at és 1 ml perklor-savat adunk hozzá, és addig melegítjük, míg halvány zöld vagy sárga színű folyadékot kapunk (ez általában 10' alatt történik meg). Ezután még 10 ml kétszer deszt. vízzel forraljuk ki az anyagot, majd újabb lehűlés után 10 ml 5 N HCl-val 5'-ig forraljuk. Ronszolási idő: 1,5—2^h. Nagy száraz-anyagtartalmú élelmiszer vizsgálata esetén a salétromsavas ronszolást többször kell megismételni és perklor-savat is két ízben kell hozzáadni. Ez a ronszolás idejét is meghosszabbítja valamivel.

2. Nagy cukortartalmú anyagok (lekvár, finomíz, sűrített must, stb.) esetén a bemért 10 g anyagot kevés deszt. vízzel elkeverjük és kétszer 4 ml cc. HNO_3 -val forraljuk, majd lehűtés után 2,5—3 ml cc. HNO_3 -val és 4 ml cc. H_2SO_4 -val elegyítjük és *melegítés nélkül* a ronszoló állványra helyez-zük. Az anyag már hidegen erős forrásba kezd és sűrű barna füst távozik el a lombikból. Ennek megszűnte után addig melegítjük, amíg az anyag feketedni kezd. Ezután még 3-szor 2—3 ml cc. HNO_3 -val az l., pontban leírt módon kezeljük és a továbbiakban is aszerint járunk el. Ronszolási idő kb. 2^h—2,5^h.

Meghatározás:

Az elroncsolt anyagot tartalmazó oldatot lehűlés után 10 ml kétszer deszt. vízzel elegyítjük és 200 ml-es rövidszárú rázótölcsérbe öntjük, 3-szor kb. 5 ml vízzel utána mossuk, majd egymás után a következő reagenseket adjuk hozzá: 2 ml nátriummetabiszulfít, 5 ml citromsav, 1 ml hidroxil-aminklorhidrát, pár csepp indikátor és 15 ml cc. NH_4OH + 10 ml 5 N NH_4OH . Ezáltal elérjük, hogy a szép kékszínű oldat kémhatása pH 9 és 10 között lesz. A rázótölcsérben levő felmelegedett oldatot ezután folyó vízzel lehűtjük a rázótölcsér dugójának időnkénti meglazítása mellett. A folyadék lehűlése után 2 ml KCN-ot, 10,0 ml „tisztított” kloroformot és 0,20 ml hígított dithizon oldatot adunk hozzá és 5 percig rázzuk. A két réteg szétválásztása után a rázótölcsér szájából a vizet papíresíkkal gondosan eltávolítjuk és az alsó, kloroformos réteget száraz kémcsőben engedjük le. A kémcsőben lévő kloformos oldatot néhány percig sötétben állni hagyjuk, hogy a vízcseppek kiülepedjenek, majd óvatosan, a kémcső állandó forgatása mellett, másik kémcsőbe öntjük át. Itt is állni hagyjuk pár percig, majd becsiszolt-dugós 15 ml-es kémcsőbe öntjük át és itt a már vízmentesített oldathoz 0,5 ml vízmentes metilalkoholt adunk (az esetleges zavarosság eltüntetése céljából) és a mérésig sötét helyen tároljuk. A viz-gálattal egyidőben vakpróbát is készítünk: 15 ml 25%-os kénsavat kb. 20 ml vízzel elegyítünk és ugyanazon reagenseket adjuk hozzá, mint a mintákhoz és azokhoz hasonlóan kezeljük. Az így kapott kloroformos oldatot használjuk összehasonlító oldatként.

Színmérésre a Pulfrich fotométerben az S 50-es színszűrőt használjuk 1 cm-es küvetta alkalmazásával. Mérési határok 0—20 γ , ami 10 g bemérés esetén 0,0—2 mg/kg ólomnak felel meg.

Számítás:

$$\text{mg/kg ólom} = \frac{0,52 \cdot E}{b}$$

ahol E = extinkció

b = bemért anyag súlya, g

Komparátoros meghatározás határérték vizsgálatnál

Ha csak a határértékre akarunk vizsgálni, vagyis azt akarjuk megállapítani, hogy mintánk ólomtartalma 1 mg/kg alatt, vagy fölött van-e, és ha nem áll rendelkezésünkre Pulfrich fotométer, akkor 10 g vizsgálati minta bemérése esetén — a vizsgálattal egyidejűleg — ismert ólomtartalmú törzsolatból 10 γ Pb-ot tartalmazó kloroformos összehasonlító oldatot készítünk és a színösszehasonlítást komparátor segítségével végezzük. Ha vizsgált mintánk színe lilább, mint az összehasonlító oldat színe vagy azzal megegyezik, az élelmiszer ólomtartalma az 1 mg/kg-nál nem nagyobb, viszont, ha a minta színe rózsaszínű, az élelmiszer ólomtartalma meghaladja az engedélyezett 1 mg/kg értéket.

A vizsgálati módszer pontosságát az 1. és 2. táblázat mutatja.

Az élelmiszerekhez hozzáadott ólomtartalom meghatározása 1. táblázat

Élelmiszer neve	Hozzáadott		Mért		
	ólm tartalom mg/kg				
			átlag	párhuzamos	
			értékek		
Zöldborsó	0,50	0,45	0,43	0,46	—
Barack	0,50	0,51	0,47	0,54	—
Sűrített paradicsom	1,00	1,00	0,57	0,99	1,00
Zsíros lecsó	1,00	0,77	0,76	0,76	0,80
Sűrített must	1,00	0,99	0,75	0,97	1,00
Májkrem	1,00	1,08	0,93	1,14	1,19

Megjegyzés: A dült betűvel szedett, igen elütő értékeket az átlagérték számításkor nem vettük figyelembe.

Az 1. táblázatban az élelmiszerekhez hozzáadott ólom mennyiség meghatározását adjuk. Minthogy valamennyi élelmiszer tartalmazott már eredetileg is ólomszennyezést, a kapott értékek az ólom hozzáadása előtt és után kapott eredmények átlagértékeinek különbségéből adódnak. Emiatt egyes esetekben nagyobb érték ingadozásokra, más esetekben a hibák nagyobb mértékű kompenzálódására van lehetőség. E kísérleteket azonban mégis el kellett végezni, mert a mérések nagyságrendi pontossága csak így lehet — ismert mennyiségű ólom mennyiségek hozzáadása által — ellenőrizhető. Az egyes mérések szórását a 2. táblázat adatai világítják meg jobban, amelyekben az átlagértékek mellett 2—3 párhuzamos érték is fel van tüntetve. Látható, hogy a párhuzamos értékek között a különbség általában 10% alatt van, de az ingadozások nem %-osan emelkednek az ólom tartalommal. Helyesebb az a megállapítás, hogy a mérések eltérése 0—20 γ között rendszerint nem haladja meg az 1 γ -t. Mint a két táblázatból látható, hogy kiugró értékek akadnak. Az általunk végzett kísérletekben ezek főképpen a roncsolásnál előforduló ólomvesztéséből adódnak. Ezért szükséges 3 párhuzamos vizsgálat. A vegyszerek szennyezése gondos munkával jól kompenzálható. Üzemi laboratóriumokban valószínűleg gyakoribbak lesznek a szennyezésekből származó, túl nagy értékek. Mindent összevetve azonban

Élelmiszer neve	Átlagérték				Legnagyobb eltérés
	Párhuzamos érték				
	mg/kg				
1. Zöldborsó konzerv	0,61	0,58	0,63	0,74	0,05
Zöldborsó konzerv	0,18*	0,11	0,16*	0,19*	0,03
3. Zöldborsó konzerv	0,99	0,95	1,00	1,03	0,08
4. Sűrített paradicsom	0,61	0,58	0,63	—	0,05
5. Sűrített paradicsom	0,81	0,74	0,80	0,94	0,06
6. Sűrített paradicsom	0,84	0,38	0,83	0,85	0,02
7. Sűrített paradicsom	0,95	0,90	1,00	—	0,10
8. Zsíros lecsó	0,89	0,85	0,93	—	0,08
9. Zsíros lecsó	1,62	1,61	1,61	1,64	0,03
10. Cseresznye befőtt	0,23*	0,21*	0,21*	0,27*	0,06
11. Cseresznye befőtt	1,27	1,23	1,27	1,32	0,09
12. Őszibarack íz	0,68	0,66	0,69	—	0,03
13. Sűrített must	0,27*	0,26*	0,26*	0,29*	0,03
14. Sertésmájkrém	0,98	0,95	0,98	1,00	0,05
15. Sertésmájkrém	2,14	1,90	2,11	2,16	0,06

Megjegyzés: A *-al jelzett vizsgálatok addíciós eljárással történtek. A dült betűvel szedett értéket az átlagértékszámításból kihagytuk. A 9., 11., 15. mintához 1 mg/kg ólmot adtunk.

az általunk javasolt eljárás itt is elvégezhető és a gyakorlati célokat teljesen kielégíti. Ha csak határérték megállapításról van szó, kivételéző lényegében semmiféle műszer nem szükséges. A vizsgálat időtartama 3—4 óra. Ezen idő alatt 6 vizsgálat mérése végezhető el, tehát 3 párhuzamos vizsgálat beállításával 2 élelmiszer ólomtartalmát lehet meghatározni. Ha roncsolás nem szükséges, a vizsgálat 1 órán belül elvégezhető.

A vizsgálatok elvégzésében Demel Ervinné és Kutz Vasziljné voltak segítségünkre. Közreműködésükért őszinte köszönetünket fejezzük ki.

IRODALOM:

- (1) Polhill, R. D. A.: Food Manufacture 31, 182, 1956.
- (2) Analytical Methods Committee: Analyst 79, 397, 1954.
- (3) Flaschka, H., Huditz, F.: Z. Anal. Chem. 137, 172, 1952.
- (4) Johnson, E. I., Polhill, R. D.: Analyst 80, 364, 1955.
- (5) Snyder, L. J.: Anal. Chem. 19, 684, 1947.

БЫСТРОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ
НАХОДЯЩИХСЯ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ ПРИ ПОМОЩИ
КОМПЛЕКСООБРАЗНЫХ РЕАГЕНТОВ II.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СВИНЦА.

П. Шпаняр и Я. Кевеи

Авторы при помощи разработанного метода измеряют фотометрически окраску комплекса свинца-дитизона в присутствии избытка дитизона. Вообще применяют 10 г. пищевых продуктов при содержании

свинца 0—20 γ . Ошибка метода около 1 γ . Определение соответственности содержания свинца в пищевых продуктах стандартами возможно производить также без какого-нибудь прибора.

SCHNELLVORFAHREN ZUR BESTIMMUNG DER METALLE IN LEBENSMITTELN MITTELS KOMPLEXBILDENDER STOFFE, II.

Bestimmung des Bleigehaltes.

P. Spanyol und Frau J. Kevei

Die von den Verfassern vorgeschlagene Methode misst die Farbe des Blei-Dithizon Komplexes in Anwesenheit des überschüssigen Dithizons auf photometrischem Wege. Im allgemeinen ist eine Probe von 10 g Lebensmittel zu verwenden, der Bleigehalt desselben darf 0—20 γ betragen. Der Fehler der Methode ist ungefähr 1 γ . Die Feststellung dessen, ob der Bleigehalt des Nahrungsmittels der Norm entspricht, ist auch ohne jegliches Instrument möglich.

RAPID METHODS FOR THE DETERMINATION OF METALS IN FOODS, ON USING COMPLEX FORMING AGENTS, II. DETERMINATION OF LEAD CONTENT

P. Spanyol and Mrs. J. Kevei

By the method suggested, the colour of the formed lead-dithizone complex is measured by photometry, in the presence of excess dithizone. In general, food samples of 10 g are to be applied, of lead contents of 0—20 micrograms. The error of the method ranges about 1 microgram. No special instrument is needed for investigations when the only task is to determine whether the food meets the requirements of lead content of the Hungarian Standards.

MÉTHODES RAPIDES POUR DOSER LES MÉTAUX DANS LES MATIÈRES ALIMENTAIRES AVEC DES COMPOSÉS FORMANT DES COMPLEXES. II. DOSAGE DU PLOMB.

P. Spanyol et J. Kevei (Mme)

La méthode préconisée par les auteurs mesure par voie photométrique le couleure du complex plomb-dithizone en présence du dithizone resté en surplus. Le dosage se fait en général sur un échantillon de 10 g, dont la teneur en plomb peut être de 0 à 20 γ . L'erreur de la méthode est environ 1 γ . La méthode permet d'estimer sans appareil si la teneur en plomb du donnée alimentaire est conforme au normes.