

Célszerű sütőporvizsgálati eljárások

SARUDI IMRE

Szeged Városi Minőségvizsgáló Intézet

Érkezett: 1961. március 15.

A következőkben azokról a sütőporvizsgálati eljárásokról nyújtok ismertetést, melyek intézetünk gyakorlatában már évek óta használatosak, és melyek használhatóságát saját kísérletek alapján is igazolni tudom.

A hazai gyártmányú sütőporok savanyú alkotórészként borkósavat, borkövet, vagy savanyú nátriumpirofoszfátot; szénsavat szolgáltató alkotórészként nátriumhidrokarbonátot tartalmaznak. Elválasztó anyagként csak kifogástalan minőségű lisztet tartalmazhatnak. Szervetlen elválasztó anyagot (pl. kalciumkarbonátot) alkalmazni nem szabad. Az alább közölt módszerek a szénsav, ill. szódadibikarbóna; a borkósav és a savanyú nátriumpirofoszfát meghatározására vonatkoznak.

A) Szódadibikarbóna + borkósav (vagy borkő) összetételű sütőporok

1. *Borkósav kimutatása.* Néhány tizedgramm sütőport néhány ml híg sósavban oldunk s a megszárt folyadékot szárazra párologtatjuk. A szárazmaradékot 2—3 ml tömény kénsavval öntjük le és a kénsavas folyadékot kémcsőbe öntjük át. Kevés rezorcin hozzáadása után a folyadékot óvatosan (kis láng felett) melegítjük (110—120°). Borkósav jelenlétében erős lilás-piros szín lép fel.

Borkő jelenlétéről erősen pozitív káliumreakció észlelése útján győződünk meg, úgyhogy a 2. b) alatt megtitrált oldat egy részében káliumra kémlelünk. Biztos a megállapításunk akkor, ha a sütőpor a tartarát és bikarbonation kívül más aniont nem tartalmaz.

2. *A borkósav meghatározása.* a) Súlyszerinti meghatározása mint $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ Sarudi I. és Hertelendi Gy. (1) szerint.

1,00 g sütőport 100 ml-es mérőlombikban 60—70 ml vízzel leöntünk s az elegyet gyakori rázogatás közben 1—2 óráig állni hagyjuk. A folyadékot ezután a jelig töltjük fel, összerázás után egy ideig állni hagyjuk, hogy a sütőpor lisztalkotórészei leülepedjenek.

A tisztára megszárt törzsoldatból 25 ml-t (= 0,25 g sütőpor) 100 ml-es Erlenmeyer-lombikba pipetázunk, az oldatot 40 ml-re hígítjuk és 10 ml kalciumacetátoldatot,* majd 10 ml 95—96%-os alkoholt adunk hozzá. Néhány perc múlva az első kristályok megjelennek. A csapadékleválaszt gyakori rázogatással elősegítjük. Ezután 10—15 perces időközökben három részletben 10—10 ml alkoholt adunk a folyadékhoz úgy, hogy végül a kb. 80 ml össztérfogatú folyadék megközelítően 50% alkoholt tartalmaz. A ledugaszolt lombikban éjszakán át állott csapadékot jénai 1 G3 szűrőtégelyben gyűjtjük. Mosófolyadék: kb. 50 térf.%-os alkohol. A lombik falára tapadt csapadékreszecskéket gumizászlócska segítségével dörzsöljük le. A csapadékot előzetesen 50%-os etilalkohollal 2-szer mossuk, majd utoljára 3-szor egyenként 3—4 ml 96—97%-os metilalkohollal is mossuk. Végül 10—15 percig erős levegőáramot szívunk a tégelyen keresztül a lég-szivattyú segítségével és a csapadékot utána azonnal (tehát exszikkátorba nem helyezük) mérjük. A lemért csapadék összetétele: $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$.

* 2 g kalciumkarbonátot 25 ml 2 n ecetsavban melegítés közben oldunk s az oldatot 100 ml-re töltjük fel.

Átszámítási tényezők:

1. sr. $\text{CaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ -nak megfelel:

| | |
|-----------------|------------------------------------|
| 0,5768 sr. | $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ |
| 0,7232 sr. | $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ |
| 0,5689 sr. | $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6$ |

A módszer jó gyakorlati pontosságú. A részletes számadatokat itt újból nem ismertetem; ezeket illetőleg az eredeti tanulmányra utalok. Ismert mennyiségi összetételű sütőporokban a leírt módszerrel a borkősavat $+0,2 + 0,9\%$ hibával sikerült meghatározni. Ezek a hibaértékek az eredeti anyagra vonatkoznak.

b) Tércfogatos módszer. Tájékoztató jellegű gyors eljárás, saját kísérletek szerint.

A módszer azon alapszik, hogy a feleslegben alkalmazott sósavval meg-savanyított sütőpor oldatából a sósav feleslegét bepárlás útján teljesen elűzzük és a visszamaradó borkősavat, mint nemilló savas alkotórészt, lúggal titráljuk.

1,00 g sütőpor 100 ml-es mérőlombikban a) szerint készült vizes törzs-oldatának tiszta szüredékéből 25 ml-t (= 0,250 g sütőpor) kb. 5 ml 4 n sósavval vízfürdőn teljesen beszárítunk. Miután a szárazmaradékot még kb. 1 óráig a vízfürdőn tartottuk (a sósav teljes elűzése!), 10—20 ml vízben oldjuk és a borkősav oldatát a lisztől származó barnás-feketés szerves anyagokról kis szűrőn át titráló edénybe szűrjük.

A szűrő kimosása után a borkősavat 1/10 n nátronlúggal titráljuk. (Fenoltalein.)

1 ml 1/10 n lúg: 0,00750 g $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$;
0,01882 g $\text{C}_4\text{H}_5\text{O}_6\text{K}$

Ha a meghatározást 0,250 g sütőporban végeztük (l. fenti törzsoldatot)

borkősav % = ml 1/10 n lúg $\times 3,00$
borkő % = ml 1/10 n lúg $\times 7,35$

A módszer következetesen 3—4% negatív hibával jár együtt a jelenlevő borkősav mennyiségére vonatkoztatva.

3. A szénsav (nátriumhidrokarbonát) meghatározása, legkényelmesebben, leggyorsabban és kielégítő gyakorlati pontossággal J. Tillmans (2) és O. Heublein és R. Strohecker készülékével történik. A készüléket nálunk is már sok helyen használják; mégis célszerűnek tartom a vele való meghatározást ismertetni, különösképpen azért is, hogy ezzel az egyszerű készülékkel elérhető eléggé pontos eredményeket is közöljem. A készüléket nemcsak a sütőporvizsgálatnál, hanem egyéb technikai elemzéseknél is fel lehet használni a karbonáttartalom gyors meghatározására.

A készülék minden közszerűletét jól be kell csapzsírozni. Az alsó részbe 20 ml 20—25%-os sósavat (lehet nyers sósav is), a felső részébe pedig telített konyhasóoldatot teszünk, és pedig annyit, hogy a gázkivezető cső nyílása 0,5—1 cm-re legyen a sóoldat szintje felett. A sütőporból 0,2—0,3 g-ot mérünk a készülék kanálkájába és a kanálkát a készülékbe illesztjük. A sóoldatot tartalmazó felsőrész ráhelyezése után annak felső nyílását légmentesen zárva a készülék csapját megnyitjuk, mire a külső és belső nyomás kiegyenlítésének következtében néhány ml sóoldat kifolyik. Most mérőhengert helyezünk a csap alá és a kanálkát megfordítjuk. A savba hulló sütőporból fejlődő CO_2 egyenlő térfogatú sóoldatot szorít ki a készülékből. Mikor a csepegés megszűnt, a csapot zárjuk és a készüléket egyik kezünkkel a felső zárodugónál, másik kezünkkel pedig az alsó rész nyakánál fogva enyhén mozgatjuk (kis körmozgások); utána pedig a csapot nyitjuk. Ezt

néhányszor megismételve az oldat kicsepegése a csapon át megszűnik. A kiszorított sóoldat térfogata = a CO₂ térfogatával. 1 ml CO₂ = 0,003774 g NaHCO₃.

Tekintettel a mérőhengeres térfogatmérés pontatlanságára, sokkal helyesebbnek tartom a kiszorított sóoldatnak nem a térfogatát mérni, hanem a súlyát. A 100 ml-es, kitarázott lombikban (legcélszerűbb egy üveg-dugós Erlenmeyer-lombik) felfogott és 0,005 g pontossággal lemerített sóoldat súlyát a telített konyhasóoldat fajsúlyával (1,20) osztva, megkapjuk a sóoldat térfogatát. A súlymérés előnyére a térfogatméréssel szemben *H. Machemer* (3) is felhívja a figyelmet.

A Tillmans—Heublein—Strohecker-féle módszer elfogadható gyakorlati pontossága a pozitív és negatív hibák kölcsönös kiegyenlítésén alapzik. Ugyanis: A *Henry*-féle törvény szerint a sav által szabaddá tett szén-sav egy kis része a savas reakciófolyadékban oldva marad a szénsav parciális nyomásának megfelelően. A jelenlévő szénsav 6—7%-a marad a folyadékban oldottan. Ezt a negatív hibát hasonló nagyságrendű pozitív hiba egyenlíti ki, mely egyrészt abból származik, hogy a fejlődött CO₂-gáz az uralkodó hőmérsékletnek megfelelően vízgőzzel van telítve, másrészt abból, hogy a meghatározást szobahőfokon végezzük. Tillmansék szerint a meghatározás ±2—3% hibahatárokon belül sikerül, ha az uralkodó légnyomás közel 760 mm és a környezet hőmérséklete 15—20°. Én a legpontosabb eredményeket 13—15° hőmérséklet mellett értem el. Hűvös időben ezt a feltételt könnyű megvalósítani legegyszerűbben azáltal, hogy a készüléket a meghatározáskor ablakközben tartjuk. Meleg környezetben a pozitív hiba van túlsúlyban úgy, hogy a jelenlévő szénsav mennyiségére vonatkoztatva +6—10% hibával végezzük a meghatározást. Ezt elkerülendők a megtöltött készüléket a meghatározás előtt hűtőszekrényben tartjuk, hogy kellőképpen lehűljön s azután végezzük a szénsav meghatározását a laboratórium környezetében. A készüléket újabb felmelegedése után célszerű ismét a hideg térbe helyezni, mielőtt a szénsav utolsó részleteit kiűznék.

Az is megtehető, hogy a meghatározást a laboratóriumi meleg környezetben végezzük, de a meghatározás előtt a 15°-nál magasabb laboratóriumi hőfok okozta pozitív hiba százalékos nagyságát ismert mennyiségű (kb. 0,2—0,3 g) analitikai tisztaságú káliumhidrokarbonáttal végzett kísérlettel állapítjuk meg, s a sütőporvizsgálathoz számításba vesszük.

Az 1. táblázatban a *Tillmans*-féle készülékkel talált eredményeimet közlöm. Analitikai tisztaságú káliumhidrokarbonát bemért mennyiségében határoztam meg a CO₂-t. Látható, hogy ez az igen egyszerű módszer a pozitív és negatív hibák egymást megközelítőleg közömbösítő befolyása folytán elfogadható technikai pontosságú eredményeket szolgáltat.

1. táblázat

SZÉNDIOXIDMEGHATÁROZÁS TILLMANS KÉSZÜLÉKÉVEL

| Bemért anyag: KHCO ₃ | | |
|---------------------------------|-----------------------------|-----------------|
| Számított CO ₂ g | Talált CO ₂ g | Különbség mg |
| 0,0891 | 0,0885 | —0,6 |
| 0,0965 | 0,0959 | —0,6 |
| 0,0895 | 0,0888 | —0,7 |
| 0,0809 | 0,0811 | +0,2 |
| 0,0967 | 0,0986 | +1,9 |

B) *Nátriumhidrokarbonát + savanyú nátriumpirofoszfát összetételű sütőporok*

1. *A savanyú nátriumpirofoszfát kimutatása.* A sütőpor vizes kivonatának 5—6 ml szüredékéből cinkszulfátoldattal és kevés jégcettel forraláskor fehér kristályos cinkpirofoszfát válik le.

2. *A savanyú nátriumpirofoszfát meghatározása.* A savanyú nátriumpirofoszfátot először többszöri sósavas bepárlás útján ortofoszfáttá alakítjuk s mint illet határozzuk meg. A foszfát meghatározására a sütőporban levő liszthamualkotórészek mellett nagyon alkalmasnak találom *J. Grossfeld* (4) módszerét, mely a növényi hamuk vizsgálati módszerei között „oxalát-citrát”-os eljárás megjelölés alatt ismeretes.

A foszfát leválasztása előtt a kalciumot a gyengén ecetsavassá tett oldatból főlöszleges ammóniumoxaláttal választjuk le, s a kalciumoxalátot leszűrjük. A vas és alumínium mint komplex oxalátok oldatban maradnak. A foszforsavat mint magnéziumammóniumfoszfátot választjuk le a kalciummentes oldatból. Hogy a vas és alumínium az ammóniákossá tett közegben ne váljon, e fémeket citromsav hozzáadásával mint komplex-citrátokat oldatban tartjuk.

M e g h a t á r o z á s: kb. 1 g sütőpor hamujának sósavas oldatát teljesen beszárítjuk és 15—20 ml hígított sósavval (2 térf. tömény sósav + 1 térf. víz) 3-szor egymásután beszárítjuk (pirofoszfát → ortofoszfát). A száraz maradék híg sósavas oldatát (15—20 ml víz + 1—2 ml 10%-os sósav) 100 ml-es mérőlombikba öblítjük és a kalcium leválasztása céljából 10 ml 3%-os ammóniumoxalátoldatot adunk hozzá. A folyadékot ezután 10%-os ammóniákkal éppen meglúgosítjuk (metiloranzs) és 10 ml 5—6%-os (vagy 5 ml 2/1-n) ecetsavat adunk hozzá. Az oldatot a jelig feltöltjük, összerázzuk s a csapadék teljes ülepedése után, másnap szűrjük. (589³-as szűrő, vagy 1G4 szűrőtégely.) A szüredék 50 ml-ében 0.5 g citromsavat oldunk s 10%-os ammóniákkal gyengén meglúgosítjuk. 10 ml magnéziakeverék hozzáadása után 20 ml 0,91-es ammóniákat csepegtetünk hozzá keverés közben. Másnap 589²-es szűrőn* szűrünk és 2¹/₂%-os ammóniákkal mosunk a kloridreakció megszűnéséig. A csapadékot platinatégelyben a szűrő elhamvasztása után kiizzítjuk és mint Mg₂P₂O₇-t mérjük.

1 sr. Mg₂P₂O₇.....0,9972 sr. Na₂H₂P₂O₇

M a g n é z i a k e v e r é k: 5,5 g MgCl₂ · 6H₂O + 10,5 g NH₄Cl + néhány csepp 10%-os sósav 100 ml-re hígítva.

2. táblázat

FOSZFÁT MEGHATÁROZÁSAIM EREDMÉNYEI GROSSFELD OXALÁT-CITRÁTOS ELJÁRÁSÁVAL

| A foszfát oldata minden esetben 0,040 g Ca-t; 0,013 g Al-t és 0,013 g Fe-t tartalmazott | | |
|---|---|----------------|
| Bemért P ₂ O ₅ g | Talált P ₂ O ₅ g | Különbég mg |
| 0,0212 | 0,0211 | —0,1 |
| 0,0212 | 0,0212 | +0,0 |
| 0,0460 | 0,0467 | +0,7 |
| 0,0460 | 0,0464 | +0,4 |
| 0,0460 | 0,0458 | —0,2 |
| 0,0460 | 0,0460 | +0,0 |

* Célszerűbb porcelánszűrőtégelyt alkalmazni.

- (1) *Sarudi, I. és Hertelenyi, Gy.*: Z. U. L. 95, 179, 1952.
- (2) *Tillmans, J., Heublein, O., Strohecker, R.*: Z. U. L. 37, 377, 1919.
- (3) *Machemer, H.*: F. S. 53, 150, 1951.
- (4) *Grossfeld, J.*: „Zeitschrift für analytische Chemie“ 57, 28, 1917.

EMPFEHLENSWERTE METHODEN ZUR UNTERSUCHUNG DER BACKPULVER

I. Sarudi

Der Verfasser teilt die Beschreibung der in seiner Praxis sich gut bewährten analytischen Methoden mit zur Bestimmung der Weinsäure, des sauren Natriumpyrophosphats und des Natriumhydrokarbonats in Backpulvern. Als Bestimmungsmethoden werden besprochen: die gewichtsanalytische Bestimmung der Weinsäure als Calciumsalz, die acidimetrische Bestimmung mit annähernder Genauigkeit; die gewichtsanalytische Bestimmung des sauren Natriumpyrophosphats als Magnesiumpyrophosphat und die Kohlensäurebestimmung mit dem Apparat nach J. Tillmans und Mitarbeitern. Angaben hinsichtlich der erreichbaren Genauigkeit der besprochenen Methoden werden gemacht.