

Húskészítmények nitrittartalmának meghatározása gyors módszerrel

OJTOZY KRISTÓNÉ ÉS CSEHI GABRIELLA

Budapest Főváros Vegyészeti és Élelmiszervizsgáló Intézete

Érkezett: 1962. január 16.

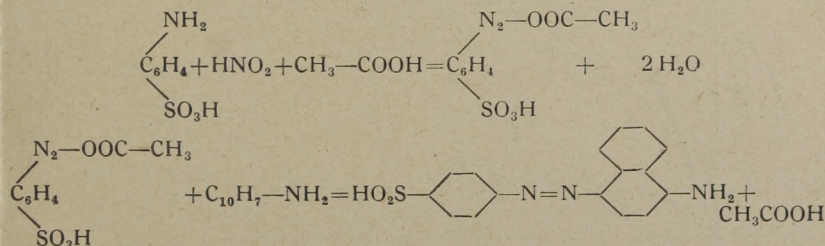
A húspari termékek vizsgálatánál mind jobban előtérbe lép a nitrittartalom meghatározásának kérdése. Ugyanis egyre több terméknél térnek át a gyors pácolási eljárással történő gyártásra. Az új, korszerű technológia, a higiénikusabb gyártás meg is kívánja az új eljárás bevezetését, mert ezáltal az elkészítés folyamata lerövidül, a szakaszosság megszűnik, valamint a gyártásközbéli baktériumos fertőződés veszélye lecsökken.

Az új eljárás kiszélesítése azonban megnöveli a nátriumnitrites pácsó alkalmazási területét és ezzel együtt az ellenőrző vizsgálatok számát is. Ezért szükségesnek látszott nitritmeghatározásra olyan vizsgálati módszert keresni, amely gyorsan kivitelezhető és ezáltal sorozat vizsgálatokra alkalmas. Erre a célra a legmegfelelőbbnek látszott a Grauféle nitritmeghatározási módszer elvén alapuló leegyszerűsített eljárás (1).

A javasolt módszer lényegesen meggyorsítja a vizsgálatot és határértékek megállapítására alkalmas. Ha a vizsgált készítmény nátriumnitrit tartalma az előírt határérték alatt van, a módszer megbízhatóan használható. Abban az esetben, ha a vizsgálandó anyag nitrittartalma az előírt határérték körül van vagy esetleg azt meghaladja, akkor a vizsgálatot a Grau-Ma Mirna módszer szerint vagy más pontos értéket megadó módszer szerint meg kell ismételni. A tapasztalat azt mutatja, hogy ismétlésre csak ritka esetben van szükség, mert a húskészítmények nitrittartalma csak kivételes esetben közelíti meg az engedélyezett határértéket.

A vizsgálati módszer elve

Szulfanilsav és α naftilamin ecetsavas oldata nitritek jelenlétében rózsavörös színeződést ad. Az ecetsav által szabaddá tett salétromossav a szulfanilsavat diazotálja és a keletkező diazoniumsó a jelenlevő α naftilaminnal piros színű azofestékké kapcsolódik (2).



A kapott piros színű azofesték színintenzitása a nitrit mennyiségétől függ, 15 mg/100 g határértékre beállított összehasonlító oldat segítségével megállapítható hogy a megvizsgált anyag nitrittartalma a határérték alatt, vagy felett van-e?

Eszközök

Kémcsövek 5 és 10 ml-es osztásközre kalibrálva.

Kémszerek

[1] 0,5 g szulfanilsavat 30 ml jégcetben oldunk, majd 100 ml deszt. vizet adunk hozzá és összerázás után szűrjük. Barna üvegben kb. 1 hónapig eltartható.

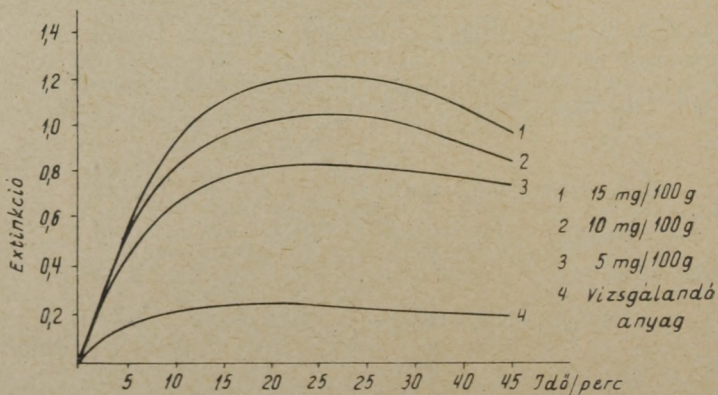
[2] 0,1 g α naftilamint 100 ml forróvízben oldunk, lehűtés után 30 ml jégcetet adunk hozzá és szűrjük. Barna üvegben 2 hétig eltartható.

[3] 10 %-os ecetsav.

Meghatározás

1 g anyagot a kalibrált kémcsőbe helyezünk 4–5 ml deszt. vizet adunk hozzá (a deszt. vizet ellenőrizzük, hogy nitritmentes legyen) és 15 percig forró vízfürdőben tartjuk. Lehűlés után 1 csepp 10%-os ecetsavval megsavanyítjuk és deszt. vízzel 10 ml-re töltjük. Az oldat tisztáját szűrjük. Egy másik kalibrált kémcsőbe 1 ml szűrletet és 0,1–0,1 ml [1] és [2] reagenst adunk, majd deszt. vízzel feltöltjük 5 ml-re. Összehasonlítható oldat készítéséhez NaNO_2 -t használunk. (NaNO_2 tartalmát előzőleg KMnO_4 -el ellenőrizzük). Töménységét úgy állítjuk be, hogy az oldat 1 ml-ében 15 γ NaNO_2 legyen.* A vizsgálandó oldathoz hasonlóan 1 ml-t kémcsőbe teszünk és hozzáadunk 0,1–0,1 ml [1] és [2] reagenst, majd deszt. vízzel 5 ml-re töltjük.

A vizsgálandó oldat és az összehasonlító oldat színét 15–20 perc múlva nézzük meg. Ha a vizsgálandó oldat színe az összehasonlító oldat színénél halványabb, akkor a készítmény nátriumnitrit tartalma 15 mg/100 g alatt van. Ha az oldat színe az összehasonlító oldat színével megegyezik, akkor a készítmény nitrittartalma 15 mg/100 g körüli érték. Ebben az esetben, vagy ha a vizsgálandó oldat színe sötétebb az összehasonlítóénál a meghatározást más módszerrel meg kell ismételni.



1. ábra

* (Az összehasonlító oldat frissen készítendő)

Ha a 15 mg/100 g alatti nitrattartalom mennyiségére vonatkozóan jobban megközelítő adatot akarunk kapni akkor olyan összehasonlító oldatot is készítünk, mely ml-ként 10 ill. 5 γ NaNO_2 -ot tartalmaz. A vizsgálandó anyagunkat ezen oldatok színével is összehasonlíthatjuk és megállapíthatjuk, hogy a vizsgált készítmény nitrattartalma 5 – 10 vagy 15 mg-os határértéknek felel-e meg.

A színkialakulás időbeli változására illetve stabilitására vonatkozóan is végeztünk vizsgálatokat. Ez úgy történt, hogy a leírt módon előkészített oldatok színének kialakulását Pulfrich fotométeren mértük az idő függvényében.

A mérés eredményét az 1. ábra szemlélteti. Az ábráról megállapítható, hogy a színkialakulás 15 – 20 perc után következik be és 10 percig állandó. Az összehasonlítást tehát ebben az időközben kell elvégezni. Az 1. táblázatban közöljük néhány készítmény a fenti módszerrel meghatározott nitrattartalmának közelítő eredményeit, valamint ugyanezen készítmények Grau-Ma Mirna eljárása alapján meghatározott nitrattartalmát.

1. táblázat

| Vizsgált anyag megnevezése | Ellenőrző mérési eredmény NaNO_2 mg/100 g | Gyorseljárással készült határérték NaNO_2 mg/100 g |
|----------------------------|--|---|
| Párisi | 10,8 | 15 alatt |
| „ | 9,8 | 15 alatt |
| „ | 8,6 | 10 alatt |
| „ | 8,5 | 10 alatt |
| „ | 12,0 | 10 alatt |
| „ | 4,0 | 5 alatt |
| krinolin | 11,2 | 10 – 15 között |
| „ | 10,6 | 10 – 15 között |
| „ | 12,5 | 10 – 15 között |
| „ | 8,6 | 10 alatt |
| virslis | 8,5 | 10 alatt |
| „ | 4,2 | 5 alatt |
| „ | 8,6 | 10 alatt |
| „ | 10,2 | 10 – 15 között |
| „ | 7,5 | 5 – 10 között |
| különleges vagdalthús .. | 5,0 | 5 – 10 között |
| „ „ | 5,5 | 5 – 10 között |
| „ „ | 3,0 | 5 alatt |
| „ „ | 5,0 | 5 alatt |
| „ „ | 2,0 | 5 alatt |
| „ „ | 2,0 | 5 alatt |
| „ „ | 5,0 | 5 – 10 között |
| reggeli konzerv | 5,7 | 5 – 10 között |
| „ „ | 3,5 | 5 – 10 között |
| füstölt libamell | 5,2 | 5 – 10 között |
| „ „ | 8,6 | 10 alatt |
| „ „ | 10,8 | 15 alatt |

Összegezve a vizsgálati eredményeket megállapíthatjuk, hogy a módszer sorozatvizsgálatoknál közelítő eredmények megállapítására alkalmas. Egyszerű és gyors, semmiféle különleges műszert nem igényel. Ezért üzemi laboratóriumok is könnyen használhatják.

I R O D A L O M

(1) *Grau I.*: Zeitschrift für Analytische Chemie 158, 3182, 1957.
 (2) *Erdey L.*: Bevezetés a kémiai analízisbe. (Budapest, Egyetemi Nyomda, 1947)

БЫСТРЫЙ МЕТОД ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ НИТРИТОВ В МЯСНЫХ ИЗДЕЛИЯХ

Э. Ойтози и Г. Чеху

Для определения приблизительного содержания нитритов в мясных изделиях авторы предлагают следующий быстрый предельный метод: раствор сульфаниловой кислоты и альфа нафтиламина в уксусной кислоте образует розовую окраску в присутствии нитритов. Интенсивность окраски зависит от содержания нитритов. Сопоставлением интенсивности окраски исследуемого раствора с интенсивностью окраски раствора известного содержания нитрита (например 15 мг NaNO_2 в 100 г), в течении 30 мин. можно установить, находится ли содержание нитрита в исследуемом растворе ниже или выше указанного предела.

BESTIMMUNG DES NITRITGEHALTES VON FLEISCHWAREN MIT EINER SCHELLMETHODE

E. Ojtozy und G. Csehi

Zur Bestimmung des Nitritgehaltes von Fleischwaren empfehlen die Verfasser folgende rasche Grenzwertmethode: In Anwesenheit von Nitriten gibt die essigsäure Lösung von Sulfanilsäure und Alpha-Naphtylamin eine rosenrote Färbung. Die Farbintensität hängt vom Nitritgehalt ab. Mit Hilfe einer auf bestimmte Konzentration (15 mg/100 g NaNO_2) eingestellten Vergleichslösung kann etwa binnen 30 Minuten festgestellt werden, ob der Nitritgehalt der untersuchten Probe unter dem obigen Grenzwert liegt, oder nicht.

DETERMINATION OF THE NITRITE CONTENT IN MEAT PREPARATIONS BY A RAPID METHOD

E. Ojtozy and Csehi

For the approximative determination of the nitrite content of meat preparations, the following rapid method is suggested by the authors in order to obtain limit values. The solutions of sulfanylic acid and of α -naphthylamine in acetic acid show a pink colour in the presence of nitrites. The intensity of colour depends on the amount of nitrite present. Using a standard solution adjusted to a defined concentration (15 mg in 100 g of NaNO_2) it is possible to establish within about 30 minutes whether the tested substance contains nitrite above or below this limit value.

DOSAGE RAPIDE DE LA TENEUR EN NITRITES DES PRODUITS DÉRIVÉS DE LA VIANDE

E. Ojtozy et G. Csehi

Pour le dosage rapide de la teneur en nitrites des produits dérivés de la viande les auteurs préconisent la méthode rapide suivante qui donne une valeur limite: en présence de nitrites la solution acétique de l'acide sulfanilique et de l' α -naphtylamine se colore en rose. L'intensité de la coloration dépend de la teneur en nitrites. A l'aide d'une solution à une certaine concentration en nitrites (15 mg/100 g NaNO_2), servant pour la comparaison, l'on peut établir en 30 minutes, à peu près, si le teneur en nitrites de la matière examinée est au-dessous de la valeur limite mentionnée ou non.