

Hamu meghatározás lisztekben és egyes NaCl-tartalmú lisztből készült termékekben alkoholos Mg-acetátos módszerrel

LÁSZTITY RADOMIR

Budapesti Műszaki Egyetem Élelmiszerkémiai Tanszék, Budapest

Érkezett: 1957. január 28.

A lisztek és lisztből készült termékek kémiai vizsgálatánál fontos adat azok hamutartalma. A lisztek kiörlési fokát, a sütőipari termékekhez felhasznált liszt minőségét, az esetleges szervesetlen szennyezések mértékét a hamutartalom alapján szokták ellenőrizni.

A lisztek és sütőipari termékek hamujának meghatározásánál sok nehézség lép fel. A legnagyobb nehézséget az okozza, hogy a hamu (főleg a foszfátok hamuja) már aránylag kis hőmérsékleten megolvad, magába zár el nem égett részecskéket s így a hamvasztás nem lesz teljes vagy pedig túl hosszú időt vesz igénybe. Nagyobb hőmérsékletek alkalmazása megrövidíti ugyan az elhamvasztás idejét, de közben veszteségek léphetnek fel (alkáliloridok illóak, foszfátok, alkáli földfémkarbonátok részben átalakulhatnak). A hamvasztás gyorsítása és a fellépő nehézségek kiküszöbölése céljából számos segédanyag felhasználásával kísérleteztek. Az ideális segédanyag a következő követelményeknek kell, hogy eleget tegyen: hevítéskor jól definiált vegyületté alakuljon át (lehetőleg nem higroszkópos oxiddá); ne olvadjon meg az elhamvasztás hőfokán; a hamut ne tegye higroszkópossá; gyorsítsa az elhamvasztást és végül könnyen beszerezhető legyen. A felsorolt követelmények legtöbbjét a Th, Y, Ce, La, Zr nitrátjai közelítik meg, melyek hevítéskor jól definiált nem higroszkópos oxidokká alakulnak át; Ezek azonban meglehetősen drága és aránylag nehezen beszerezhető vegyületek. Az alkáli földfémek közül a legmegfelelőbb a magnézium, melynek nitrátja, illetve acetátja már 600 C°-on nem higroszkópos magnéziumoxiddá alakul át. Az irodalomban több szerző közöl adatokat az alkoholos magnézium-acetátoldattal végzett liszthamu meghatározásokról. (1, 2, 3, 4, 6.) A legtöbb adat azonban kis hamutartalmú lisztekre és főleg búzalisztekre vonatkozik. Ezenkívül a kapott eredmények főleg csak a szerzők országában használatos szabványos módszer adataival vannak összehasonlítva. A lisztből készült termékekre vonatkozóan nem találunk ilyen adatokat, csak kenyérrel

kapcsolatban rövid utalást (5). Ezért vizsgálatokat végeztem különböző lisztek, de főleg lisztből készült termékek (kenyér, szárastészta) hamujának magnéziumacetátos módszerrel való meghatározására. A lisztből készült termékeknel az elhamvasztást azok nagy nátriumklorid tartalma miatt különös gondossággal és alacsony hőmérsékleten kell végezni. A hamvasztási idő tehát hosszúra nyúlik, s így fokozott jelentősége van a meghatározási idő lerövidítésének.

Vizsgálataim során különböző búza-, rozs- és szójalisztek, valamint általam készített kenyerek és szárastészták hamutartalmát határoztam meg. A meghatározást a következő módon végeztem: 2—5 g lisztet, illetve szárított és finoman porított kenyeret vagy szárastésztát kvarccsészében (esetleg porcelán tégelyben) lemérünk, hozzáadunk 3 ml (szárastésztánál és kenyérnél 5 ml) alkoholos magnézium acetátoldatot (16,1 g magnéziumacetát 1 liter 95%-os alkoholban). A kvarccsésze tartalmát óvatosan elszenesítjük, majd 700 C°-os (szárastészta és kenyér esetében 600 C°-os) izzítókemencébe téve elhamvasztjuk. A nyert eredményből le kell vonni a hozzáadott magnéziumacetát oldatnak megfelelő magnéziumoxid mennyiségét. Ezt az értéket célszerű vakpróba útján meghatározni. A lisztek vizsgálatánál kapott eredményeket az I. táblázatban közlöm.

I. táblázat

Liszt fajta	Hamutartalom					
	Szabvány módszer	Mg acetátos módszer				
		1	2	3	4	átlag [*]
Búza 1.	0,38	0,37	0,38	0,38	0,39	0,39
Búza 2.	0,45	0,46	0,46	0,44	0,45	0,45
Búza 3.	0,48	0,50	0,48	0,49	0,49	0,49
Búza 4.	0,65	0,64	0,66	0,65	0,65	0,65
Búza 5.	0,76	0,77	0,77	0,76	0,76	0,77
Búza 6.	0,96	0,95	0,96	0,95	0,95	0,95
Búza 7.	1,03	1,03	1,05	1,04	1,02	1,04
Búza 8.	1,44	1,43	1,42	1,44	1,44	1,43
Rozs 1.	0,67	0,66	0,66	0,67	0,68	0,67
Rozs 2.	0,80	0,80	0,80	0,81	0,70	0,80
Rozs 3.	1,02	1,05	1,03	1,04	1,02	1,03
Rozs 4.	1,85	1,83	1,82	1,83	1,82	1,83
Szója 1.	4,81	4,76	4,80	4,77	4,77	4,78
Szója 2.	5,13	5,13	5,11	5,10	5,12	5,12
Szója 3.	6,15	6,07	6,14	6,10	6,15	6,11

A táblázat adatai azt mutatják, hogy az ezzel a módszerrel nyert eredmények a hibahatárokon belül jól reprodukálhatók és jól egyeznek a szabványmódszerrel nyert értékekkel.

Az elhamvasztás ideje lényegesen megrövidül, a liszt fajtájától és kiörlési fokától függően 20—80 perc.

A száraztészta és kenyerek vizsgálatánál kapott értékeket a II. táblázat mutatja.

II. táblázat

Minta fajtája	Hamuartalom								Eltérés
	Mg-os módszer				Szabvány módszer				
	1	2	3	átlag	1	1	3	átlag	
Kenyér 1.	3,33	3,32	3,32	3,32	3,24	3,17	3,13	3,18	—0,14
Kenyér 2.	3,01	3,03	3,02	3,02	2,89	2,91	2,91	2,90	—0,12
Tészta 1.	2,81	2,83	2,81	2,81	2,60	2,67	2,69	2,66	—0,15
Tészta 2.	2,68	2,66	2,67	2,67	2,59	2,61	2,57	2,59	—0,08

A II. táblázat eredményei azt mutatják, hogy a szabvány módszerrel nyert hamuértékek minden esetben kisebbek a magnéziumacetátos módszerrel nyert értékeknél. A meghatározás ideje a magnéziumacetátos módszernél 30—90 perc míg a szabványmódszernél 3—5 óra. Eleinte azt hittem, hogy a kétféle módszerrel nyert értékek eltérésének oka a szabványmódszernél esetleg fellépő súlyvesztés, (a nátriumkloridnak a magas hőmérsékleten bekövetkező illékonysága miatt). Ezért kísérleteket végeztem annak megállapítása céljából, hogy az adott körülmények között milyen mértékű veszteség lép fel a nátriumklorid elillanása következtében. Vizsgálataim azt mutatták, hogy 30—150 mg nátriumkloridot mérve be kvarcsészébe 600 C°-on 3 óra alatt a nátriumklorid veszteség 0,4—1,3 milligramm között változik, a bemért nátriumklorid mennyiségtől függően. A veszteség mértékében nem tapasztaltam lényeges eltérést akkor sem, amikor a nátriumkloridot magnéziumacetátoldat jelenlétében izzítottam. Mivel a kétféle hamumeghatározás közötti eltérés abszolút súlyban számítva 4—7 mg, az eltérés oka az lehet, hogy nátriumklorid reakcióba lép valamelyik kenyér, ill. tészta hamualkatrésszel. Ilyen reakció lehetőségére több szerző utal az irodalomban. A problémával legrészletesebben *Lutter és Bot* (7) foglalkozott, akik azt találták, hogy az izzítás hőmérsékletén a nátriumklorid reakcióba lép a savanyú foszfátokkal és sósav távozása mellett nátriumoxid marad vissza. Hogy kiderítsem a magnéziumacetát szerepét a hamu meghatározás közben, további kísérleteket végeztem. Meghatároztam a kétféle módon nyert hamú, másrészt a vizsgált kenyér, illetve

száraztészta NaCl tartalmát, továbbá modellkísérleteket végeztem oly módon, hogy ismert mennyiségű nátriumkloridot porcelántégelybe bemérve hozzáadtam 1%-os KH_2PO_4 -oldatot és az oldat bepárlása után Bunsen-láng fölött izzítottam súlyállandóságig, majd lehűlés után mértem a maradék súlyát és NaCl tartalmát. Ugyanezeket a kísérleteket megismételtem NaCl, különböző mennyiségű KH_2PO_4 oldat és magnézium-acetátoldat együttes jelenlétében.

A felhasznált KH_2PO_4 oldat 3 ml-ének izzítási maradéka 0,0266 g volt, ami jól megfelelt a káliummetafoszfáttá való átalakulásnak. A használt magnéziumoldat izzítási maradék 0,0103 g volt. A klorid meghatározásokat Volhard módszerével végeztem. A vizsgálatok eredményét a III. és IV. táblázat tartalmazza.

III. táblázat

Minta fajtája	Hamutartalom mg-ban Szabvány Mg acetátos módszer		NaCl tartalom	NaCl a hamuban Szabvány Mg ac.-os módszer		5-4	2-1
	1	2		4	5		
Kenyér 1. ..	159,0	166,0	108,6	95,8	108,4	12,6	7,0
Kenyér 2. ..	145,0	151,0	102,2	91,2	101,2	10,0	6,0
Tészta 1. ...	133,0	140,5	105,1	92,6	104,8	12,5	7,5
Tészta 2. ...	129,5	133,5	99,2	91,0	98,9	7,9	4,0

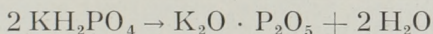
IV. táblázat

Minta sorszám	Bemért NaCl mg	Bemért KH_2PO_4 oldat ml	Bemért Mg-ac oldat ml	Izzítási maradék mg	NaCl a maradékban mg	NaCl veszteség mg
1.	31,2	3	—	50,9	14,0	17,2
2.	49,6	3	—	68,9	32,0	17,6
3.	104,4	3	—	121,7	84,8	19,6
4.	26,4	3	3	62,6	26,2	0,2
5.	51,0	3	3	87,7	50,6	04,
6.	75,2	3	3	112,5	75,1	0,1
7.	21,0	6	3	75,0	11,8	9,2
8.	39,4	6	3	91,7	29,0	10,4
9.	51,5	6	3	107,1	42,8	8,7
10.	52,8	9	3	119,2	29,8	23,0
11.	75,2	9	3	141,8	51,0	24,2
12.	127,9	9	3	189,7	98,8	29,1

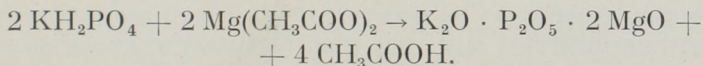
Az adatok 5 g hamumeghatározáshoz használt szárított, aprított kenyérre, ill. szárasztészta vonatkoznak.

A III. és IV. táblázat adataiból a következő következtetések vonhatók le: a magnéziumacetátos módszerrel nyert hamu gyakorlatilag az összes nátriumkloridot tartalmazza, mely az eredeti kenyérben illetve tésztában megvolt, a szabványmódszerrel kapott hamu jelentősen kevesebb NaCl-t tartalmaz, mivel az izzítás alatt a NaCl egy része elbomlik, reakcióba lépve a savanyú foszfátokkal. Magnéziumacetát jelenlétében a savanyú foszfátok a magnéziumacetáttal lépnek reakcióba és ezáltal nem lép fel NaCl veszteség. Ha a foszfát feleslegben van jelen, akkor magnéziumacetát jelenlétében is NaCl veszteség lép fel. A vizsgálati adatok azt mutatják, hogy kb. egy molekula KH_2PO_4 lép reakcióba egy molekula magnéziumacetáttal. Vizsgálataim azt is mutatják, hogy az adagolt 3 ml magnéziumacetátoldat mindig elegendő a lisztben, illetve lisztből készült termékekben levő savanyú foszfátok lekötésére.

A



reakció magnéziumacetát jelenlétében valószínűleg a következő:



Összefoglalva a vizsgálatok eredményét, a következő állapítható meg:

1. A magnéziumacetátos hamumeghatározási módszer alkalmas lisztek, szárasztészta és kenyerek hamutartalmának meghatározására. A kapott értékek jól reprodukálhatók, a meghatározás ideje jelentősen lerövidül.

2. NaCl tartalmú termékek esetében a szabványmódszerrel nyert hamutartalom kisebb a valódi értéknél, mivel a NaCl egy része reakcióba lépve a savanyú foszfátokkal, elbomlik.

Magnéziumacetátos módszer esetében ilyen veszteség nem lép fel, mivel a jelenlevő savanyú foszfátok a magnéziumacetáttal lépnek reakcióba.

Munkámat dr. Telegdy Kováts László egyetemi tanár irányítása mellett végeztem, kinek tanácsaiért ezúton is hálás köszönetet mondok.

- (1) *Spalding, J. L.*: Cereal Chem. 7. 93, 1950.
- (2) *Mangels, C. L.*: Cereal Chem. 9. 429, 1932.
- (3) *Working Earl, B.—Anderson, E. I.*: Cereal Chem. 11. 84, 1934.
- (4)—(5) *Pelschenke, P.*: Untersuchungsmethoden für Brotgetreide, Mehl und Brot. Moritz Schäfer, Leipzig, 1938. 32—33 és 234.
- (6) *Osztrovszkij, A. I.*: Tyehno-himiceszkij kontrolj hlebopekarnogo proizvodstva, Pissepromizdat, Moszkva, 1951. 154 oldal.
- (7) *Lutter B. F.—Bot G.*: Cereal Chem. 24. 485, 1947.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЗОЛЬНОСТИ МУКИ А ТАКЖЕ И НЕКОТОРЫХ СОЛЬСОДЕРЖАЩИХ ХЛЕБОПЕКАРНЫХ ПРОДУКТОВ МЕТОДОМ УКСУСНОКИСЛОГО МАГНИЯ

P. Lásztity

Автор определял зольность разных сортов муки и сольсодержащих хлебопекарных продуктов, методом уксуснокислого магния. Установил, что при разных сортах муки, полученные результаты совпадают с результатами полученными стандартным методом. (Сжигание при 600 °C без ускорителей). При сольсодержащих хлебопекарных продуктах результаты всегда больше, чем стандартные, вследствие реакции между NaCl и кислым фосфатом, вызывающей потерю веса. В присутствии уксуснокислого магния такая потеря не обнаруживается, потому что кислый фосфат связывается уксуснокислым магнием.

ASCHENBESTIMMUNG IN MEHLEN UND IN NaCl ENTHALTENDEN MEHLPRODUKTEN MIT DER MAGNESIUMACETAT-METHODE

R. Lásztity

Es wurde der Aschegehalt verschiedener Mehle und Mehlprodukte mit dem Mg-acetat Verfahren bestimmt. Es wurde festgestellt dass die Resultate bei Mehlen mit dem Normalverfahren (Veraschung bei 600° C ohne Hilfsmittel) gut übereinstimmen. Die Resultate bei den NaCl enthaltenden Mehlprodukten fallen immer höher aus, denn beim Normalverfahren reagieren die sauren Phosphate mit dem NaCl und es tritt Gewichtsverlust ein. In Anwesenheit vom Magnesiumacetat tritt ein solcher Gewichtsverlust nicht ein, weil die sauren Phosphate durch Magnesiumacetat gebunden werden.

ASHING FOR FLOURS AND SALTED BAKERY PRODUCTS BY THE MAGNESIUM ACETATE METHOD

R. Lásztity

The ash content of flours and bakery products containing sodium chloride was determined by the magnesium acetate method. The results agree with those of the standard procedure (ashing at 600° without any

addition). In the case of salted products, however, an increase in ash weight indicates that the reaction between sodium chloride and acid phosphates which cause a loss at the official method, is checked by the use of magnesium acetate.

L'ANALYSE DES FARINES ET DE QUELQUES PRODUITS DE FARINE,
CONTENANT DE NaCl, EN VUE DE LEUR TENEUR EN CENDRES,
À L'AIDE DE LA MÉTHODE À L'ACÉTATE
DE MAGNÉSIE ALCOOLIQUE

R. Lásztity

L'auteur a vérifié la teneur en cendres dans de diverses farines et de produits de farine, contenant de NaCl, en y employant la méthode à l'acétate de magnésie. En cas des farines, il y a un bon accord entre les résultats obtenus à cette façon et entre ceux dérivés des méthodes orthodoxes. Quant aux résultats obtenus des produits de farine à teneur en NaCl, ceux-ci sont toujours plus élevés à cause d'une réaction entre les phosphates acidifères et le NaCl, et par celà, une diminution en poids se présente. En présence de l'acétate de magnésie, telle perte ne peut pas être observée, due à la réaction des phosphates acides avec l'acétate de magnésie.