

# Gyors eljárások fémek meghatározására élelmiszerekben komplexxépző anyagokkal VII. A meghatározásokhoz szükséges roncsolás módjai

SPANYÁR PÁL ÉS KEVEI JÁNOSNÉ  
Központi Élelmiszeripari Kutató Intézet, Budapest

Érkezett: 1961. június 23

## I. A hamvasztás és a nedves roncsolás előnyei, ill. hátrányai

Az élelmiszerekben levő fémek meghatározását legtöbb esetben azok szerves anyagainak elroncsolása kell megelőzze. Kivételes esetekben, például italokban, vagy néha pasztaszerű élelmiszereknél, ahol a fém nem, vagy lazán kapcsolódott a kicsapással eltávolítható anyagokhoz, és a fém vízben oldható vegyület formájában van jelen, néhány fém (pl. vas, ón) meghatározására ismerünk közvetlen eljárást is. Itt is azonban legtöbb esetben szerves anyagok teljes eltávolításának hiánya a módszer pontosságát befolyásolja. Az esetek zömében tehát a roncsolás valamely módját feltétlenül alkalmazni kell.

Az erre a célra használt eljárások (1), mint ismeretes, két csoportra oszthatók: hamvasztásra (száraz eljárás) és erősen roncsoló hatású tömény savakkal való kezelésre, úgynevezett nedves roncsolásra (nedves eljárás).

Gorsuch (2) szerint a kétféle eljárás-csoport használatának elterjedése csaknem egyforma: 250 irodalmi adat alapján a hamvasztást az esetek 49%-ában, a nedves eljárást pedig 51%-ban alkalmazták. Áttekintve azonban az irodalmat úgy látszik előttünk, hogy a korábbi időkben a vizsgálók zöme hamvasztással roncsolt, míg az utolsó időben ez — a nedves eljárás javára — egyre jobban háttérbe szorul. Ez az utóbbi arányszám tehát ma már lényegesen megváltozott.

A hamvasztást az esetek zömében minden vegyszer hozzáadása nélkül végzik. Az izzítás 450—700 C° között, de leggyakrabban 500—550 C° hőmérsékleten történik. A folyamat elősegítésére hozzáadott anyagok közül a magnéziumnitrát, magnéziumacetát, kénsav és salétromsav a legnevezetesebbek. A sókat egyszerre, a hamvasztás megkezdése előtt, a savakat részletekben — először rendszerint az elszénésítés után — adják a hamvasztandó anyaghoz.

A hamvasztás előnye, hogy az — megfelelő nagyságú és állandó hőfokra jól beállítható izzító kemence birtokában — sorozatban, állandó felügyelet nélkül végezhető. Ha a hamvasztás hatékonyságát több ízben hozzáadott sav hozzáadásával segítjük elő, ez az előny kisebb lesz. További előnye, hogy hamvasztás esetében a roncsolás idegen anyag hozzáadása nélkül is végbe mehet és a hamu rendszerint híg sósavas oldatban feloldható. Ennek következtében a meghatározandó fém mennyiségi megállapítására végzett reakciót — ellentétben a nedves roncsolással — hozzáadott idegen anyag jelenléte nem zavarja. Ez az előny salétromsav jelenlétében végzett hamvasztásnál is fennáll. Kénsav hozzáadása esetén az utóbbi teljes mértékben nem távolítható el, míg a hozzáadott magnéziumsók teljes mennyiségben visszamaradnak. Ezekben az esetekben tehát a hamvasztás fenti előnye többé-kevésbé elmarad.

Az idegen anyagok hozzáadásának főcélja a hamvasztási idő meg- rövidítése. A hamvasztásnak ugyanis legnagyobb hátránya az, hogy rendszerint igen hosszadalmas. Különösen viszonylag kis fémtartalom esetén, hol legalább 5—10 g minta elhamvasztása szükséges, a hamvasztás időtartama — a minta összetétele szerint — általában 6—8 óra, de egyes esetekben

12—18 óráig is eltarthat, melyet a hozzáadott anyagok csak néhány órával rövidíthetnek meg.

A nedves eljárásoknak — a hamvasztással ellentétben — legfőbb előnyük a gyorsaság. Ezek az eljárások — a roncsoló keverék és az élelmiszerminták tulajdonságaitól függően — 1—10 óra alatt végezhető, gyakorlatilag azonban csak azokat tartjuk megfelelőeknek, melyeknek időtartama 4 órát nem haladja túl. Számatalan változat közül a kénsavas, kénsav + salétromsavas, kénsav + hidrogénperoxidos, kénsav + salétromsav + perklórsavas, salétromsav + perklórsavas eljárás említendő meg. Az eljárások összes változata oly nagy, hogy az fel sem sorolható. Ezek a roncsoló anyagok arányában és a hozzáadás sorrendjében, esetleg még más csekély mennyiségű roncsoló, vagy katalizáló anyagok hozzáadása tekintetében különböznek egymástól.

A nedves eljárások hátránya, hogy állandó felügyeletet igényelnek és ezért egyszerre 6 mintánál több nem roncsolható. Perklórsav használata esetén a robbanás veszélye is fennáll. További hátránya, hogy a roncsoló anyagok egy részének gondos eltávolítása szükséges és ez külön műveletet igényel. Egyes anyagok (pl. kénsav) el sem távolíthatók és ez a fém meghatározás körülményeinek megállapításánál nehézséget okozhat.

A legfontosabb nedves és száraz eljárások összehasonlítása különösen abból a szempontból fontos, hogy az élelmiszerekben levő legjelentősebb fémek meghatározásának pontosságát azok milyen mértékben érintik. Ennek megállapítására Gorsuch (2) kísérleteiből táblázatot állítottunk össze.

A táblázat — nem túlságosan nagyszámú kísérlet alapján nyert — adatai is elégségesek arra, hogy megállapítsuk a következőket:

1. A nedves eljárásokkal általában pontosabb eredményeket kaphatunk, mint a hamvasztással. Az első esetben az eltérések 0—8,5%, a másodikban 0—16% között ingadoznak. Ez az eredmény is igazolja az irodalom-

1. táblázat

### KÜLÖNBÖZŐ RONCSOLÁSI MÓDSZEREK ÁTLAGOS HIBÁI EGYES FÉMEK MEGHATÁROZÁSÁNÁL (GORSUCH ADATAI ALAPJÁN)

Roncsolás módja	Átlagos hiba ±%				
	Cu	Pb	Zn	As	Fe
	meghatározásánál				
<b>I. Hamvasztás</b>					
Egyszerű hamvasztás .....	14,0	3,0	4,0	12,0	1,0
Salétromsav hozzáadásával .....	6,0	1,0	3,0	16,0	1,0
Kénsav hozzáadásával .....	4,0	0,3	0	4,0	0
Magnéziumsók hozzáadásával ....	2,0	2,0	1,0	1,0	0
<b>II. Nedves roncsolás</b>					
Salétromsav + perklórsav alkalmazásával .....	0,5	0	1,0	1,0	1,5
Salétromsav + kénsav + perklórsav alkalmazásával .....	1,0	4,0	1,5	2,0	1,0
Salétromsav + kénsav alkalmazásával .....	0	8,5	0	2,5	1,5

ban több helyen hangoztatott véleményt, mely szerint a hamvasztásnál a fémek egy része a mintából eltávozik, más része pedig az izzító edény anyagához (porcelán, kvare) kapcsolódik.

2. Az élelmiszerekben előforduló legfontosabb öt fém közül (a hatodikról, az ónról *Gorsuch* nem közöl adatokat) a réz, cink, arzén meghatározásának pontossága jóval nagyobb a nedves eljárásnál, vas meghatározásánál a különbség jelentéktelen, ólom meghatározásánál pedig a nedves eljárás van hátrányban abban az esetben, ha a roncsoló keverékben kénsav is van jelen.

3. A hamvasztásos eljárások között a magnéziumsókkal végzett módszerek a legjobbak, viszont ezeknek van egyébként legkevesebb előnyük a nedves eljárásokkal szemben.

4. A nedves eljárások közül a salétromsav + perklórsavas eljárás látszik a legpontosabbnak.

Az előbb elmondottakat is figyelembe véve mi is számos kísérletet végeztünk, s tapasztalatainkat a következőkben foglalhatjuk össze:

A hamvasztásos eljárásokról le kell mondani. Ezek élelmiszer ellenőrzési vizsgálatokhoz általában túl hosszadalmasak, és emellett a nedves eljárásokhoz képest igen pontatlanok.

A nedves eljárások közül csak azok alkalmasak *valamennyi* élelmiszer roncsolására, amelyek perklórsavat tartalmaznak. A perklórsavat nem használó eljárások igen hosszadalmasak, esetleg 8—10 óráig is tarthatnak, és éppen elhúzóadásuk miatt megnő a fémveszteség veszélye is.

Mindezek alapján csak két eljárás között lehet választani: a salétromsav + perklórsavas, ill. salétromsav + kénsav + perklórsavas eljárás között.

A mi tapasztalatunk *Gorsuch*-al egyezően az, hogy valamennyi élelmiszer gyors és tökéletes roncsolására csupán az utábbi megfelelő. Eltér azonban véleményünk *Gorsuch*-tól abban, hogy mi *minden esetben* a kénsav + salétromsav + perklórsav eljárást javasoljuk még akkor is, amidőn a roncsolás (ha valamivel lassabban is) kénsav hozzáadása nélkül is elvégezhető lenne.

Nevezett szerző szerint a kénsav mellőzése esetén az eredmények pontosabbak és a robbanás veszélye kisebb.

Szerintünk igen sok előnye van annak, hogyha valamennyi élelmiszer roncsolására egyező összetételű roncsoló keveréket alkalmazunk. Különbön is nehéz határt szabni, hogy milyen élelmiszereknél vagy milyen fém meghatározásoknál kell vagy lehet a kénsavat a roncsoló keverékbe beiktatni. Az azonos roncsolási eljárásnak meg van az az előnye, is, hogy egy roncsolási törzsoldatból többféle fém is meghatározható. A kétféle roncsolási eljárás pontossága közötti különbség — az ólom-meghatározás kivételével — jelentéktelen. E különbség nagyobb számú vizsgálat esetén — tapasztalataink szerint — még kisebb értéket adott volna, mint az a táblázatból látható. Ólom vizsgálatoknál — különösen sok kalcium jelenléte esetében — a nagyobb veszteség veszélye valóban fennáll. Ez azonban megfelelő rendszabályokkal (3), amelyekre korábban mi is rámutattunk (4), elkerülhető.

A robbanás veszélye — véleményünk szerint — mindkét esetben egyforma. Kénsav jelenlétében ugyan a forrás hőmérséklete nagyobb, és a kénsav és perklórsav gőzök robbanó keverékének keletkezése lehetséges, viszont, ha kénsav nincs jelen, a salétromsav gyors eltávolítása után az anyag gyorsan szárazra párolódhatik, s ez a maradék a perklórsavval tüzet, ill. robbanást okozhat.

## II. A perklórsav biztonságos használatának feltételei

Midőn a perklórsavas roncsolás alkalmazását javasoljuk, tudatában kell lennünk annak, hogy az más, perklórsavat mellőző eljárással nem helyettesíthető, viszont szembe kell néznünk azzal, hogyha helytelenül dolgozunk, a roncsolás tűz, ill. robbanás veszélyével jár.

Hazánkban egyesek a perklórsavat talán a veszély teljes ismerete nélkül vették használatba, mások a veszélyek körülményeit nem ismerve, annak alkalmazásától már eleve tartózkodnak. A helyzet külföldön is hasonló lehet. Ez az oka annak, hogy a perklórsav használatának veszélyeivel és a biztonságos használat körülményeivel a legutolsó időben az amerikai AOAC (5) és az angol Analytical Methods Committee (6) részletesen foglalkoztak. E megfigyelésekhez kapcsolva több éves tapasztalatunkat, a perklórsav biztonságos használatához szükséges tudnivalókat a következőkben foglaljuk össze:

A perklórsav nálunk kb. 70%-os töménységű vizes oldatban kerül kereskedelmi forgalomba. A 85%-nál nem töményebb perklórsav önmagában még melegítésre sem robban.

Tárolás csak üvegdugós üvegekben történhetik. Az esetleges kicsurgás, kiömlés vagy üvegtrös következtében előálló veszély miatt fa polcon nem tárolható. Ehelyett könnyen lemosható üveg-, porcelán-, vagy más kerámiai anyagból készült polcot kell alkalmazni. Ennek hiányában a perklórsavat tartalmazó üveget magas peremű üvegtálcákra kell helyezni. Úgyancsak a fenti veszély miatt szerves anyagokat, továbbá néhány szervetlen sót (pl. hipofoszfítokat, antimonsókat) perklórsavval együtt tárolni nem szabad.

Az esetleges kiöntött perklórsavat vízzel jól fel kell hígítani. Feltörlésére papír, gyapot, vagy más cellulóz anyag még ezután sem használható, ehelyett gyapjú hulladékat vagy valamely éghetetlen anyagot kell igénybe venni. Elszíneződött perklórsavat ne használjunk, de ne is tároljunk. Ezt vízzel bőségesen fel kell hígítani és a kiöntötte öntve lefolyása után hosszabb ideig vizet kell utána engedni.

A perklórsav biztonságos használatának egyik elengedhetetlen feltétele a *megfelelő elszívó fülke*.

A fülke ne legyen fából, hanem valamely éghetetlen anyagból. Egyes források szerint (5) a fa-fülke is megfelelő, ha az impregnált és keményfából készült.

A fülkének olyan erős mesterséges szellőzése legyen, hogy a savgőzök a legmelegebb nyári hónapokban is könnyedén eltávozzanak, és ne kondenzálódjanak a fülke falán. A gőzök útja a szabad levegőig lehetőleg ne legyen hosszú, az elvezető cső ne legyen a falba beépítve, és a ventiláció motorikusan (semmi esetre sem lánggal!) történjék. A gőzök távozásuk útján éghető anyaggal nem érintkezhetnek. Nem szabad az elvezető csövet a kályha kéményébe kapcsolni.

A fülkékben — annak használata közben — ne tartsunk semmiféle olyan anyagot és edényt, vagy eszközt, amely a kísérlethez nem szükséges. A fülkét gyakran kell mosni és a ventilátort napi használat után üresen is hosszabb ideig járattatni kell.

A perklórsav melegítés közben vízgőzzel 72,5%-os azeotrop keveréket alkot, amely sohasem robban. Robbanó keveréket alkot azonban éghetetlen gázokkal is.

Ha a perklórsav kis víztartalmú (pl. cukor, keményítő), vagy perklórsavval nem elegyedő anyaggal (pl. zsír) érintkezik, a roncsoló keverékben tűz vagy robbanás keletkezhet. A perklórsavat tehát csak vizes oldatokkal szabad összehozni. Ezek is csak kevés zsírt tartalmazhatnak.

Mivel a salétromsav a perklórsav oxidáló hatását csökkenti, *először mindig a salétromsavat adjuk a roncsolandó mintához*, perklórsavat csak azután, midőn a minta elfolyósodott. Vigyázni kell arra, hogy perklórsav mellett mindig legyen salétromsav is. Ezért újabb perklórsav hozzáadása esetén is előbb néhány ml salétromsavat adunk a mintához. A hozzáadás előtt a *roncsolási oldatot mindig le kell hűteni*.

Csak annyi perklórsavat szabad használni és csak olyan sorrendben, amennyit és amint az alább közölt előírások megszabnak. Ha ezeket az előírásokat betartjuk, robbanás veszélytől nem kell tartanunk, és a perklórsavat olyan biztonsággal használhatjuk, mint minden más vegyszerünket.

Védőszemüveg, esetleg éghetetlen anyagból készült védőcsuklya használatát általában ajánlják, és a fülke lehúzóajtóját a lehetőségig mindig le kell húzni.

### III. Nedves roncsolás keresztülvitele

A roncsolás keresztülvitele elsősorban nem a meghatározandó fémtől, hanem a roncsolandó élelmiszer minta tulajdonságaitól függ. Tapasztalataink szerint az alább közölt eljárások után az élelmiszerek Cu-, Pb-, Zn-, As-, Fe-, Sn-tartalma elegendő pontossággal meghatározható. Különböző anyagok roncsolásának előírásait az alábbiakban adjuk.

1. *A roncsolás elve:* A vizsgált élelmiszert salétromsav, kénsav, ill. perklórsav oldat jelenlétében mindaddig hevítjük, míg az összes szerves anyagot el nem roncsoljuk. Víziszta fehér, vagy gyengén sárga színű oldatot kapunk, melyet — előkészítés után — vagy teljes egészében felhasználunk, vagy adott térfogatra vízzel feltöltünk. Ez a roncsolási törzsoldat.

#### 2. Kémszerek:

salétromsav p. a. fs.: 1,40

kénsav p. a. fs.: 1,84

perklórsav oldat p. a. fs.: 1,67 (70%-os)

5 n sósav p. a. tisztaságú, fs.: 1,19 sósavból 382,5 ml-t vízzel 1000 ml-re töltünk fel

telitett ammóniumoxalát oldat

#### 3. *A roncsolás keresztülvitele.*

3.1. *Kis (legfeljebb 15%) cukortartalmú folyékony élelmiszerekből* (bor,\* sör, gyümölcslé, zöldséglé, ecet stb.) — homogenizálás után — 5—20 ml-t 250 ml-es Kjeldahl lombikba pipettázunk. A bemért anyagot először 6—8 ml tömény salétromsavval kiforraljuk, majd újabb 4 ml salétromsavat, 4 ml tömény kénsavat és 3 ml tömény perklórsavat adunk egyszerre hozzá, és addig forraljuk — eleinte óvatosan, később erősebben —, amíg a barna nitrózus gőzök eltávoztása után az oldat szintelen (esetleg halványsárgászöld) nem lesz. A forralást ekkor a sűrű fehér füst megjelenése után megszakítjuk, a lombikokat lehűtjük. Roncsolási idő 15—25 perc.

3.2. *Kis cukortartalmú (max. 15%) sűrűn folyó, vagy szilárd élelmiszerekből* (nyers zöldség és gyümölcs, zöldség-, és gyümölcskrém, rostos gyümölcsle (nektár), ivólé — homogenizálás után — 5—10 g-ot 11 cm-es keményített szűrőpapírosra mérünk, majd a szűrőpapírt összecsavarva, 250 ml-es Kjeldahl lombikba helyezük és hosszú üvegbottal a lombik aljára nyomjuk. Rostos gyümölcsleveket közvetlenül a lombikba mérjük. Ezután a bemért anyaghoz 6—8 ml tömény salétromsavat adva azt először kiforraljuk. Utána újabb 6—8 ml salétromsavat 4 ml tömény kénsavat és 3 ml tömény perklór-

\* Bor és egyéb alkoholtartalmú minta roncsolásánál a savkeverék hozzáadása előtt a mintát pár perces forralással alkoholmentesítjük.

savat adva eleinte óvatosabban, majd erősebben — az előző pontban megadott elvek alapján — forraljuk. Ha a minta 20—25 perc alatt nem világosodik ki, lehűtés és néhány ml salétromsav hozzáadása után még 1—2 ml tömény perklórsavat adunk hozzá és 4—5 percig forraljuk. Ezután lehűtjük az oldatot. Ronszolási idő: 25—35 perc.

3.3. *Közepes (15—25%) cukortartalmú pépes (sűrített paradicsom, piritamin, natúrlecsó, zsíroslecsó stb.), valamint cukor mellett több-kevesebb keményítőt is tartalmazó (zöldborsókonzervek stb.) élelmiszerekből* — homogenizálás után — 5—10 g-ot 11 cm-es keményített szűrőpapírra mérünk, majd a szűrőpapírt összecsavarva 250 ml-es Kjeldahl lombikba tesszük és hosszú üvegbottal a lombik aljára nyomjuk. A bemért anyaghoz 6—8 ml tömény salétromsavat adunk és azzal a mintákat kiforraljuk, ügyelve arra, hogy a lombikokban a forralás befejezése után is maradjon kevés szabad salétromsav. Ezt a salétromsavas kiforralást nagyobb keményítőtartalmú anyagok (pl. zöldborsókonzerv) esetében ajánlatos mégegyszer megismételni. Ezután lehűtés után újabb 6—8 ml tömény salétromsavat, 4 ml tömény kénsavat és 3—5 ml tömény perklórsavat adva teljes elszíntelenedésig forraljuk a mintákat. Ronszolási idő: 35—45 perc.

3.4. *Nagy (25% feletti) cukortartalmú élelmiszerek (lekvár, finomíz, sűrített must stb.)* esetén a bemért 5—10 g anyagot kevés desztillált vízzel elkeverjük és 6—8 ml tömény salétromsavval állni hagyjuk. (Legjobb, ha este mérjük be a mintákat és a salétromsav hozzáadása után reggelig hidegen állni hagyjuk a ronszoló fülkében, mert a hidegen állni hagyott savas reakcióelegy a későbbi ronszoláskor kevésbé fog habzani.) Állás után a mintákat kiforraljuk, majd szükség esetén ezt a kiforralást még kétszer-háromszor megismételjük. Ezután lehűtés után újabb 6—8 ml salétromsavat és 4 ml kénsavat adva a mintákhoz melegítés nélkül a ronszoló állványra helyezzük. Néha az anyag már melegítés nélkül is erős forrásba kezd és sűrű barna füst távozik el a lombikból. A heves reakció lefolyása után a lombikokat melegíteni kezdjük, amíg forralással a salétromsav legnagyobb része el nem távozik. Ha ez bekövetkezett, lehűtés után újabb 4—6 ml salétromsavat és 3—5 ml perklórsavat adva hozzá elszíntelenedésig forraljuk. Ronszolási idő 120—150 perc.

3.5. *Tej* esetében 25—50 ml-t mérünk be a Kjeldahl lombikokba, 2—3-szor 5—8 ml tömény salétromsavval kiforraljuk, utána — lehűtés után — újabb 6—8 ml salétromsavat, 4 ml kénsavat és 3—4 ml perklórsavat adagolunk a lombikokba. Addig forraljuk, amíg a folyadék szintelen nem lesz. Ha ez 15—20 perc alatt nem következik be és a folyadék feketedni kezd, lehűtés és néhány ml salétromsav hozzáadása után újabb 1—2 ml perklórsavat adunk hozzá és ezzel befejezzük a ronszolást. Ronszolási idő: 60—90 perc.

3.6. *Nagy szárazanyagtartalmú (szárított zöldség, gyümölcs, gomba, fűszerpaprika, liszt, száraz hüvelyesek stb.) élelmiszerek* esetében a minták alapos elpésműtése után 2—5 g-ot mérünk a Kjeldahl lombikokba, kevés vízzel elpésműtjük, majd 3-szor 6—8 ml tömény salétromsavval kiforraljuk ügyelve itt is arra, hogy minden forralás után maradjon egy kevés szabad salétromsav a ronszolandó anyagokban. Utána újra lehűtjük és újabb 6—8 ml tömény salétromsavat, 4 ml tömény kénsavat és 3—4 ml tömény perklórsavat adunk hozzá. Ha ezzel a savkeverékkel forralva a minták 15—20 perc alatt nem színtelenednek el, lehűtés után újabb 4—5 ml salétromsavat és 1—2 ml perklórsavat adagolunk hozzájuk (a minták előzetes lehűtése után), és ezzel befejezzük a ronszolást. Ronszolási idő: 60—90 perc.

3.7. *Húsból és húsképzímtényekből*, miután a mintákat előbb gondosan felaprítottuk (átdaráltuk) és összekevertük, 2—5 g-ot 11 cm-es keményített

szűrőpapírra mérünk, majd a szűrőpapírt összecsavarva 250 ml-es Kjeldahl lombikba helyezük és hosszú üvegbottal a lombik aljára nyomjuk. A bemért anyagot négyszer 6—8 ml tömény salétromsavval kiforraljuk. Utána újabb 6—8 ml tömény salétromsavat, 4 ml tömény kénsavat és 3—4 ml

2. táblázat

Sorszám	Élelmiszer neve	Bemérhető mennyiség	Roncsolásra felhasznált			Roncsolási idő perc	Összes előkészítési idő perc
			kénsav ml	salétromsav ml	perklórsav ml		
1.	Bor,* sör,* gyümölcslé, zöldséglé, ecet stb.	5—20	4	12—15	3	15—25	45—55
2.	Nyers zöldség és gyümölcs, zöldség és gyümölcskrém, paszta, rostos gyümölcslé ...	5—10	4	12—16	3—5	25—35	55—65
3.	Sűrített paradicsom, pritamín, zöldborsó konzerv, natúr- és zsíros lecsó .....	5—10	4	16—24	3—5	35—45	65—75
4.	Lekvár, finomíz, sűrített must .....	5—10	4	36—48	3—5	120—150	180—200
5.	Tej .....	25—50	4	24—32	3—6	60—90	90—120
6.	Szárított zöldség, gyümölcs, gomba, fűszerpaprika, liszt, szárított hüvelyesek .....	2—5	4	24—32	3—6	60—90	90—120
7.	Hús és húskészítmények ..	2—5	4	24—32	4—6	90—120	120—150
8.	Zsír és vaj ...	2—5	4	30—40	4—6	90—120	150—180

\* Az alkohol kiforralása után adagoljuk a roncsoló keveréket.

A roncsolást általában nagyon megkönnyíti, ha a bemért anyagokat salétromsavval egész éjjel állni hagyjuk a Kjeldahl lombikokban. Ez különösen a nagy cukortartalmú anyagoknál kívánatos.

tömény perklórsavat adagolva 15—20 percig forraljuk a mintákat. Ha ezalatt a minták teljes elszíntelenedése nem következne be, lehűtés és salétromsav hozzáadása után újabb 1—2 ml perklórsav adagolással fejezzük be a roncsolást. Roncsolási idő: 90—120 perc.

3.8. *Zsír- és vajminták* esetében 2—5 g anyagot mérünk be — az előzőekhez hasonló módon — a Kjeldahl lombikokba, és 2—3-szor 6—8 ml tömény salétromsavval kiforraljuk oly módon, hogy mindenegyes forralás után a lombikot jeges vízben lehűtjük és a megszilárdult zsírrétegről a salétromsavas keveréket egy másik Kjeldahl lombikba öntjük át. A zsírt ily módon még 2—4-szer kezeljük salétromsavval és a leöntött folyadékrészeket egyesítjük. Ezt fogjuk tovább roncsolni újabb 6—8 ml tömény salétromsav, 4 ml tömény kénsav és 3—4 ml tömény perklórsav hozzáadása után. Ha szükséges, lehűtés és salétromsav hozzáadása után, a perklórsav-adagolást 1—2 ml-rel még megismételjük. Roncsolási idő: 90—120 perc.

A 3.1—3.8 szerint végzett roncsolás befejeztével kapott víztiszta vagy halvány sárgászöld színű kénsavas oldatból a salétromsav és perklórsav utolsó nyomait el kell távolítani. E célból először 10 ml deszt. vizet adunk a lehűtött oldathoz és addig forraljuk, míg a fehér gőzök megjelennek, majd lehűtve 15 ml 5 n sósavat adunk hozzá és azt is hasonló módon kiforraljuk. Arzén meghatározás esetén a második kiforraláshoz sósav helyett desztillált vizet, ón meghatározás esetén pedig telített ammonoxalát oldatot használunk.

Az így kapott oldatot vagy közvetlenül használjuk fel a fémtartalom meghatározásra, vagy meghatározott térfogatú (50—100 ml) ún. roncsolási törzsolatokat készítünk belőlük. Ez utóbbi esetben ha a törzsolatban zavarosság, sókiválás lépne fel, az oldatot fémmentes, kvantitatív szűrőpapíron átszűrjük.

Az egyes élelmiszerfeleségek roncsolásra bemeérhető mennyiségét, a felhasznált savak ml-einek számát, közvetlenül a savas forraláshoz szükséges időt (roncsolási idő) és az összes előkészítőműveletekkel együttes időt (hűtés, vizes és savas kiforralás stb.) a 2. táblázatban tüntettük fel.

#### IRODALOM

- (1) Analytical Methods Committee 85, 643, 1960.
- (2) Gorsuch, T. T.: Analyst 84, 135, 1959.
- (3) Johnson, E. I., Polhill, A. D.: Analyst 80, 364, 1955.
- (4) Spanyol, P., Kevei, J.-né: ÉVIKE 6, 4, 1960.
- (5) Brabson, J. A., Stein, G., Jakob, K. D.: Journ. of the OAA 43, 171, 1960.
- (6) Analytical Methods Committee: Analyst 84, 214, 1959.

## БЫСТРЫЕ МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕТАЛЛОВ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ КОМПЛЕКСООБРАЗУЮЩИМИ ВЕЩЕСТВАМИ. VII. МЕТОДЫ МИНЕРАЛИЗАЦИИ

П. Шпаняр и Э. Кеvei

На основе результатов сопоставляющих исследований устанавливают, что при определении всех металлов, происходящих в пищевых продуктах успешно применяется только минерализация, смесь азотной + серной + перхлорной кислоты. Способ минерализации зависит от свойств пищевых продуктов. Авторы сообщают 8 разных способов минерализации пищевых продуктов. Сообщают также инструкции правильного хранения, ухода и применения перхлорной кислоты, так как неправильный уход с ней вызывает опасность огня и взрыва.



SCHNELLVERFAHREN ZUR BESTIMMUNG VON METALLEN IN  
LEBENSMITTELN MIT KOMPLEXBILDENDEN STOFFEN VII. DIE  
ZUR BESTIMMUNG ERFORDERLICHEN ZERSETZUNGSVER-  
FAHREN

*P. Spanyol und J. Kevei*

Nach den Untersuchungen der Verfasser kann die zur Bestimmung der in Lebensmitteln vorkommenden sämtlichen wichtigen Metallen erforderliche Zersetzung nur mittels Salpetersäure + Schwefelsäure + Perchlorsäure mit gutem Erfolg durchgeführt werden. Die Ausführung des Verfahrens hängt von den Eigenschaften der Lebensmittel ab. In der Mitteilung werden zur Zersetzung verschiedener Lebensmittel acht Verfahren beschrieben. Da die unrichtige Verwendung der Perchlorsäure feuer- und explosionsgefährlich sein kann, teilen Verfasser auch die Vorschriften für die richtige Lagerung, Handhabung und Verwendung der Perchlorsäure mit.

RAPID METHODS FOR THE DETERMINATION OF METALS IN  
FOODS WITH THE USE OF COMPLEX FORMING AGENTS,  
VII. TECHNIQUE OF THE DESTRUCTION NECESSARY FOR THE  
DETERMINATION

*P. Spanyol and J. Kevei*

According to the investigations of the authors, the destruction of food samples necessary for the determination of all the occurring metals can reliably be carried out only by the nitric acid + sulphuric acid + perchloric acid method. The actual technique to be applied in this method depends on the properties of the food sample. Eight different techniques are presented for the destruction of various foods. Since the improper use of perchloric acid may include fire and explosion hazards, also prescriptions in respect to the correct storage, handling and use of perchloric acid are given by the authors.

MÉTHODES RAPIDES POUR LE DOSAGE DES MÉTAUX DANS LES  
DENRÉES ALIMENTAIRES AVEC DES MATIÈRES FORMANT DES  
COMPLEXES. VII. LES PROCÉDÉS DE DISSOLUTION  
PRÉALABLE

*P. Spanyol et J. Kevei*

Selon les expériences des auteurs le dosage de tous les métaux importants occurants dans les denrées alimentaires ne peut se faire avec sucres qu'après dissolution par le procédé acide nitrique + acide sulfurique et acide perchlorique. Le mode du procédé dépend des propriétés de la denrée alimentaire. Pour le traitement des différentes denrées alimentaires les auteurs donnent huit sortes de procédés. Comme l'emploi inconsidéré de l'acide perchlorique peut mener à des accidents les auteurs donnent aussi des prescriptions pour l'entreposage, le manipulation et l'emploi convenable de l'acide perchlorique.