

# Pálinkák réztartalom meghatározási módszereinek összehasonlítása

BEKE ÉVA és MANDEL PÁL

Fővárosi Élelmiszerellenőrző és Vegyvizsgáló Intézet, Budapest

A kereskedelmi és bérfőzésből származó és a forgalmazásra kerülő gyümölcs-pálinkák gyakran nagy réztartalma (mg/l felett) egyre inkább felveti a kvantitatív rézmeghatározás megbízható és gyors módszerének az igényét.

Célunk egy ilyen gyors módszer adaptálása volt (1,2), melynek alkalmazhatóságát a szabványos döntő módszerrel (3) történő összehasonlítás során is igazolni kívántuk.

A továbbiakban fő vonalaiban ismertetjük a cuproinos rézmeghatározási módszer lényegét, vizsgálati eredményeit az MSZ 3612/2 szabványos módszerrel nyert vizsgálati adatokkal egybevetve.

## Módszer elve

A pálinkákban levő kétértékű rezet hidroxilaminklórhidráttal egyértékűvé redukáljuk. Az egyértékű réz az azoamilalkoholban oldott cuproinnal reakcióba lép és színes komplex vegyületet képez. A redukció és a színes komplex képződésének biztosítására a megfelelő pH-t nátriumacetáttal állítjuk be.

A már redukált, megfelelő pH-jú közegben levő rész kirázás közben heterofázisú reakcióba lép a cuproinnal, majd a fázisok szétválásával a cuproinnal alkotott rézkomplex a szerves oldószer fázisába megy át. A szerves fázisban színes komplex extinkciója lineáris összefüggésben van a rézkoncentrációval. A heterofázisú reakció során a pálinkában levő etilalkohol az izoamilalkoholban oldódik, így a szerves fázis térfogata a pálinka alkoholtartalmának függvényében változik, magasabb alkoholtartalom esetén megnövelve a szerves fázis térfogatát és így csökkentve annak extinkcióját. A térfogat állandósítása érdekében 50 tf%-os alkohol-koncentrációt vettünk alapul, tekintve, hogy a jelenleg érvényben levő szabvány értelmében a forgalmazásra kerülő valódi pálinkák alkoholtartalma 50 tf%.

## Módszer leírása

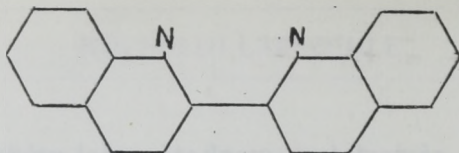
Szükséges anyagok:

Hidroxilaminklórhidrát (at)

Nátriumacetát (at)

Izoamilalkoholban oldott cuproin:

1000 cm<sup>3</sup> izoamilalkoholban 0,2 g cuproint oldunk. (Az oldódás elősegítésére 4 órán át mágneses keverőt alkalmazunk.)



Cuproin:

2,2'-dikininolil (2,2'-bikinolin)

Szükséges készülék: Látható tartományban mérő spektrofotométer.

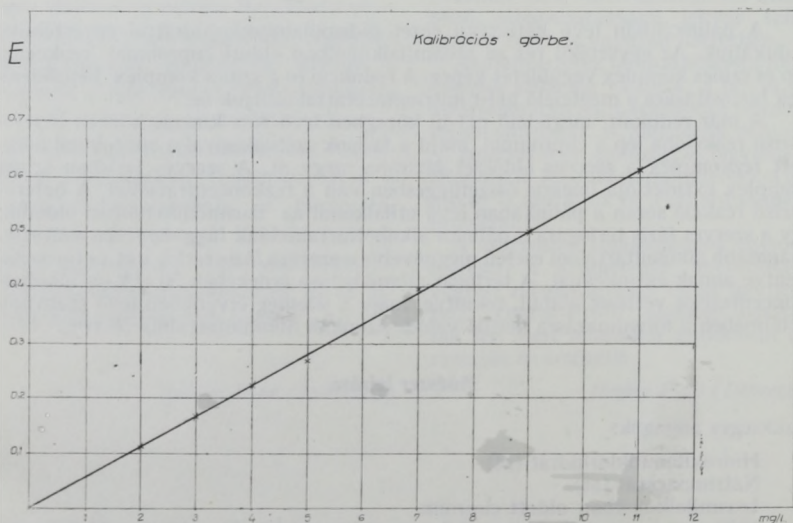
A felhasználásra kerülő laboratóriumi üvegedényeket 10%-os salétromsavval majd kétszer desztillált vízzel kimossuk. 15 cm<sup>3</sup>-es becsiszolt dugós kémcsőbe 5 cm<sup>3</sup> (50 tf%-os) pálinkát pipettázunk, majd 0,5 g hidroxilaminklórhidrátot és 0,5 g nátriumacetátot adunk hozzá. A redukálószer és puffer feloldása után 5 cm<sup>3</sup> izoamilalkohol cuproint pipettázunk a kémcsőbe. 1 percig intenzíven rázzuk a kémcsövet. (A fázisok szétválását enyhe centrifugálással elősegíthetjük.) A vizes fázis (alsófázis) megtartja eredeti színét, míg a szerves fázisban (felső fázis) a pálinka réztartalmától függő lilás-sötétlilas elszíneződés észlelhető.

A szerves fázist óvatosan 1 cm-es bideszt. vízzel kimosott és kiszáritott kuvetába töltjük. Spektrofotométeren 546 nm hullámhosszon mérjük a színes komplex extinkcióját.

Vonatkozási (referencia) oldatként a fenti vizsgálattal egyidőben vakpróbát készítünk, amelyhez cuproinos izoamilalkohol helyett izoamilalkoholt adagolunk.

Az átszámítási faktor megállapításához kalibrációs görbét vettünk fel (1. ábra).

Az átszámítási faktor (szorzótényező) a felvett görbe alapján 18,15-nek adódik.



1. ábra

A vizsgálati módszer alkalmazhatóságának igazolására különböző réztartalmú pálinkákba ( $P_1 \dots P_5$ ) ismert réztartalmat (2,50 mg/l) mértünk be és meghatároztuk a pálinkák eredeti, valamint a beméréssel növelt réztartalmát. Eredményeinket a táblázatban foglaltuk össze.

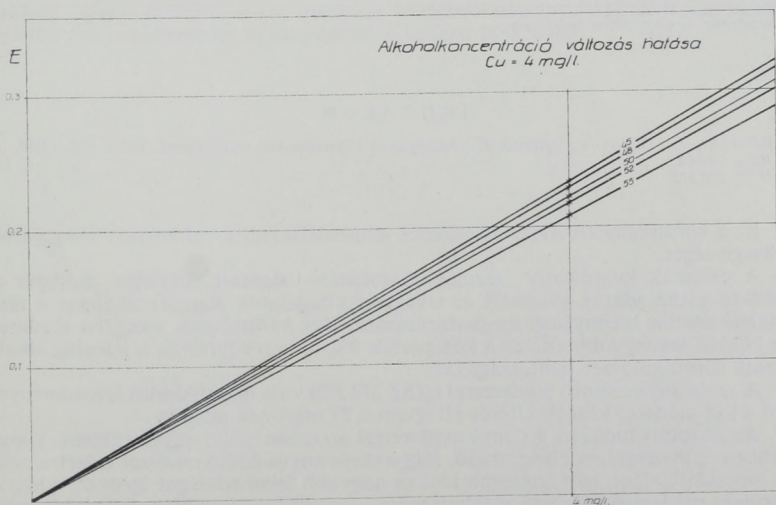
1. táblázat

Pálinka minta	Alkoholtart. tf %	Eredeti réztartalom		Bemért réztartalom mg/l	Eredeti + bemért réztartalom		Eltérés mg/l
		E	mg/l		E	mg/l	
$P_1$	50,1	0,026	0,47	2,50	0,175	3,18	0,21
$P_2$	50,3	0,140	2,54	2,50	0,289	5,25	0,21
$P_3$	50,5	0,219	3,97	2,50	0,347	6,30	0,17
$P_4$	49,8	0,317	5,75	2,50	0,447	8,11	0,14
$P_5$	50,7	0,550	9,98	2,50	0,673	12,22	0,26

A réztartalom kiszámítását mg/l-ben az alábbi képlettel végezzük:

$$X = 18,15 \times E$$

Szükségesnek látszott az alkoholkoncentráció hatásának vizsgálata a réztartalomra 45–55 tf%-os intervallumban, mivel a gyakorlati munka során nemegyszer még 50 tf%-ra nem beállított pálinkák vizsgálatára is sor kerül. Az eredmények – lásd 2. ábra – lehetővé teszik 50 tf% körüli (49–51) pálinkák réztartalmának meghatározását pontos alkoholbeállítás nélkül is.



2. ábra



A szabványos (MSZ 3612/2) módszer és a cuproinos módszer összehasonlítása

Pálinka minta	Réztartalom mg/l		Eltérés mg/l
	I. módszer	II. módszer	
Barack (Dömsöd)	7,94	8,31	0,37
Törköly (Tápióbitske)	14,31	14,58	0,27
Vegyes gyüm. (BULIV)	3,99	3,75	0,24
Vegyes gyüm. (BULIV)	20,36	20,95	0,49
Alma (Tápióbitske)	9,51	9,21	0,30
Barack (Tápióbitske)	11,63	11,92	0,29
Vegyes gyüm. (Csemő)	6,12	6,38	0,26
Alma (Csemő)	4,68	4,45	0,29
Szilva (Nagykörös)	16,21	16,48	0,27
Szilva (Cegléd)	3,27	3,08	0,19
Barack (Cegléd)	5,13	5,39	0,26
Törköly (Pánd)	13,54	13,86	0,32
Vegyes gyüm. (VOSZK)	0,89	0,94	0,05

I. módszer = MSZ 3612/2 szabvány szerint

II. módszer = cuproinos módszer

#### I R O D A L O M

- (1) Ribereau, J. – Gayon és Peynaud, E.: Analyse et Contrôle des vins. Paris. 1958. 193–199.  
 (2) MSZ 14844  
 (3) MSZ 3612/2

Ez a körülmény elvetette az előzetes alkoholeltávolítással végzett vizsgálatok szükségességét.

A pálinkák kvantitatív réz meghatározására adaptált cuproinos módszer a standard görbe adatai, valamint az elvégzett vizsgálatok alapján alkalmas a réztartalom pontos mennyiségi meghatározására. Két párhuzamos vizsgálat eredménye közötti legnagyobb eltérés a középérték 3%-a, ami egybevág a jelenleg alkalmazott döntő módszer pontosságával.

A szabványos döntő módszerrel (MSZ 3612/2) való összehasonlítás eredményeként a két módszer közötti eltérés átlagban 0,27 mg/l-nek adódik.

Az adaptált módszer a döntő módszerrel szemben jóval egyszerűbben, könnyebben és gyorsabban elvégezhető. Míg a szabványos döntő módszer előzetes nedves roncsolást ajánl, ami hosszabb időt és nagyobb felszereltséget igényel, addig a cuproinos módszerrel történő meghatározás – a cuproin szelektív jellegéből adódóan – előzetes roncsolás nélkül, rövid idő alatt (kb. 15–20 perc) kivitelezhető.

## СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ МЕДИ В НАСТОЙКАХ

*E. Beke и П. Мандел*

Авторы исследования по определению содержания меди в разных настоя-  
вках проводили купроиновым методом.

Установили, что точность измерения купроинового метода соответствует  
исследовательским работам проводимых согласно стандарту МС 9598.

## VERGLEICH DER ZUR BESTIMMUNG DES KUPFERGEHALTES VON BRANNTWEINEN DIENENDEN METHODEN

*É. Beke and P. Mandel*

Der Kupfergehalt verschiedener Fruchtbranntweinen wurde mit der Cuproin-  
methode bestimmt. Es wurde dabei bestätigt, dass die Genauigkeit der Cuproin-  
methode den Erfordernissen der Ungarischen Norm MSZ 9598 entspricht.

## COMPARISON OF THE METHODS FOR THE DETERMINATION OF THE COPPER CONTENT OF BRANDIES

*É. Beke and P. Mandel*

The copper content of various fruit brandies was determined by the cuproine  
method. It was found that the accuracy of measurement by the cuproine method  
satisfies the requirements of Hungarian standard MSZ 9598.