

OSZILLOPOLAROGRAPHISCHE TITRATION DER PHOSPHATE

EDMUND SZYSZKO

Polarographisches Institut an der Tschechoslowakischen Akademie der Wissenschaften
in Praha und Staatliches Institut der Hygiene in Warszawa

Byla vypracována titrační metoda na stanovení fosforečnanů. Titruje se odměrným roztokem Pb^{2+} a sleduje se závislost hloubky zářezu Pb od množství přidaného odměrného činidla.

Ausser dem natürlichen Phosphor können Lebensmittel auch eine gewisse Menge dieses Elementes enthalten, das in verschiedenen Verbindungen als Zugabe zu den Lebensmitteln dient. Die Phosphorverbindungen können in Lebensmitteln auch als Insektizide oder Detergenten vorliegen [1]. Orthophosphate und die kettenförmigen Polyphosphate, wie zum Beispiel Graham'sches Salz und Kurrol'sches Salz werden sehr oft als Zugabe zu Lebensmitteln angewendet [2] um die organoleptischen Eigenschaften zu verbessern.

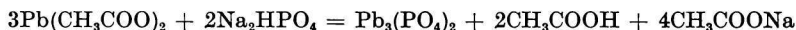
Für die Hygieniker und Nahrungsmittelanalytiker ist es sehr wichtig diese Verbindungen in Lebensmitteln zu bestimmen [3].

Diese Arbeit befasst sich mit der Untersuchung der Möglichkeiten der quantitativen Bestimmung von Dinatriumphosphat. Eine direkte oszillographische Bestimmung ist hier unmöglich, weil das untersuchte Anion keine Einschnitte bietet, deshalb wurde die oszillographische Titration mit einer Bleiazetatlösung angewendet.

Experimenteller Teil

In einen 100 ml Messkolben gibt man eine genau bekannte Menge der 0,2 M Dinatriumphosphatlösung, hierauf setzt man 50 ml Wasser und 1 ml 98 % Essigsäure zu. Durch Zusatz von 10 % Natriumhydroxydlösung stellt man den pH Wert auf 5,2 ein; dann gibt man 5 ml 1 % Gelatinelösung zu und füllt mit Wasser bis zur Marke. 10 ml dieser Lösung gibt man in ein kleines Becherglas und titriert mit einer Masslösung von 0,03 M Bleiazetat. Nach jeder Zugabe durchmischt man die Lösung, wartet eine Minute ab, bis sich der Niederschlag abgesetzt hat und liest die Bleieinschnittstiefe auf dem kathodischen Teil der Kurve $dE/dt = f_1(E)$ mit Hilfe der verschiebbaren Achse ab. Dieser Wert wird dann in einen Graf gegen Zugaben von Bleiazetatlösung eingetragen und aus der so entstandenen Titrationskurve der Titrationsverbrauch ermittelt (Abb. 1).

1 ml 0,03 M Bleiazetatlösung entspricht 0,61 mg% Phosphor nach der folgenden Gleichung:



Die Bestimmungen wurden mit dem Polaroskop P 576 mit Quecksilbertropfelektrode ausgeführt, wobei die Bezugslektrode eine Graphitelektrode war.

Ergebnisse

In Abb. 2 zeigt man zwei Oszillogramme. Das erste Oszillogramm zeigt die Kurve der titrierten Lösung am Anfang der Titration und das zweite beim Überschuss von Blei.

So ist es möglich Mengen von etwa 1 mg% Phosphorgehalt mit einer Genauigkeit von $\pm 1\%$ zu bestimmen. Die Anwesenheit der Ca^{2+} und Cl^- -Ionen stört die Bestimmung nicht. Einfluss der anderen Ionen auf die oszillopolarographische Kurve wurde nicht untersucht, da sie ausserhalb der Calcium- und Chloridionen in Lebensmitteln nur in geringer Menge vorhanden sind. Zum Schluss kann betont werden, dass auf die Bestimmung des Dinatrium-

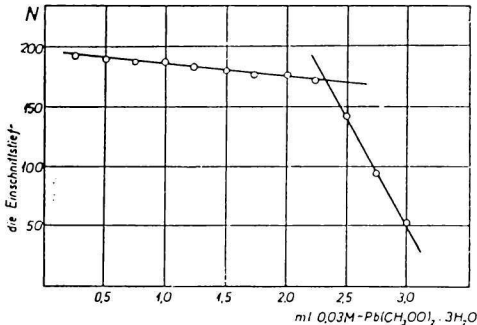


Abb. 1. Verlauf der Titration des Dinatriumphosphates mit Bleiazetatlösung.

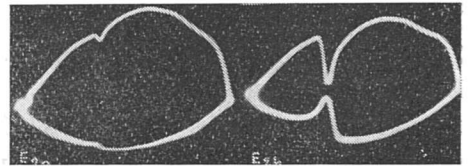


Abb. 2. $dE/dt = f_1(E)$ -Kurve von Pb^{2+} während der Titration einer Phosphatlösung: a) vor; b) nach dem Äquivalenzpunkt.

phosphat der richtige pH-Wert einen wesentlichen Einfluss hat. Die Veränderung des pH-Wertes um ± 1 vergrössert den Fehler der Bestimmung um mehr als 10 %.

Die beschriebene Methode wurde zur Bestimmung von Phosphor in Lebensmitteln angewendet:

Getrocknetes, zerkleinertes Pflanzenmaterial in der Menge von 5–10 g wird durch 4–6 stundenlanges Erhitzen auf 550 °C verbrannt und nach der Zugabe von konzentriertem HNO_3 noch einmal verascht. Hierauf wird die Pflanzenasche mit 1 ml 98 % Essigsäure versetzt und in einen Messkolben übertragen. Nachher wird 50 ml Wasser zugegeben und mit 10 % Natriumhydroxydlösung der pH-Wert auf 5,2 eingestellt.

Die Titration wird dann wie bei der erwähnten Dinatriumphosphatbestimmung durchgeführt. Einige Ergebnisse bringt Tabelle 1.

Tabelle 1

Phosphorgehalt in einigen Lebensmitteln in mg%

Lebensmittel	Feuchtigkeit in %	Phosphor in mg%*
Schwadengrütze	12,7	51,0
Haferflocken	9	180,1
Reis	10	41,7
Weizenmehl	12	96,7

* Es wurde auf 100 g getrockneter Masse berechnet.

Aus den durchgeführten Experimenten geht hervor, dass die oszillopolarographische Titration der Phosphate bei Phosphorbestimmungen in Lebensmitteln angewendet werden kann.

Ich danke Herrn Dr. R. Kalvoda für die Zusammenarbeit bei der Durchführung der Versuche.

Zusammenfassung

Es wurde eine Methode der oszillopolarographischen Titration der Phosphate, die auf der Titration des Dinatriumphosphates mit einer Masslösung von 0,03 M Bleiazetat beruht, ausgearbeitet. Genauigkeit der Bestimmung beträgt $\pm 1\%$ bei Mengen von rund 1 mg% Phosphorgehalt.

ОСЦИЛЛОПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ТИТРОВАНИЕ ФОСФАТОВ

ЭДМУНД ШИШКО

Полярнографический институт Чехословацкой академии наук в Праге

Государственный институт гигиены в Варшаве

Был разработан объемно-аналитический метод определения фосфатов. Титрование производится рабочим раствором Pb^{2+} и наблюдается зависимость глубины зубца Pb от количества добавленного реактива.

LITERATUR

1. Muszyński J., *Farmacja Polska* 3, 251 (1950). — 2. Kiermeier F., Möhler K., *Z. Lebensm. Untersuch. Forsch.* 106, 1, 33 (1957). — 3. Szyszko E., *Roczniki P. Z. H.* 3, 250 (1961).

Dr. Edmund Szyszko, Warszawa, Państwowe Zakłady Higieny.