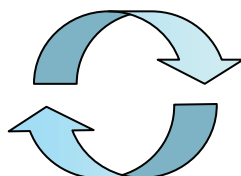


Fotometrische Bestimmung des Massenanteils von Nitrit im Pökelsalz (Mehrpunktkalibrierung)

Betrieb

[Ausbildungsrahmenplan Nr. 7.3](#)



Berufsschule

[Rahmenlehrplan Lernfelder 4, 9](#)

Geräte: Fotometer, Polystyrolküvetten, Messkolben, Pipetten, Büretten, Uhr

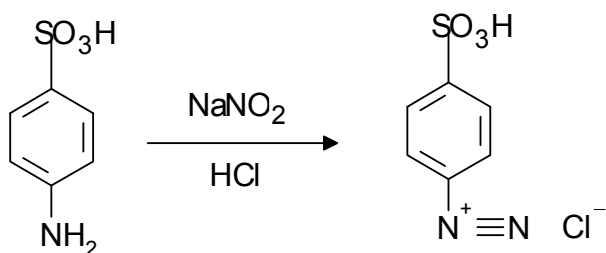
Chemikalien: Sulfanilsäure (R-Sätze: 20 / 21 / 22, S-Sätze 25 - 28, Xn), 1-Naphthylamin (R-Sätze: 45 - 20 / 21 / 22 - 33, S-Sätze: 53 - 22 - 36 - 44, T = Giftig), Natriumnitrit (R-Sätze: 8 - 25, S-Sätze: 44, T = Giftig), Natriumacetatlösung $w(\text{CH}_3\text{COONa}) = 25\%$, Essigsäurelösung $w(\text{CH}_3\text{COOH}) = 98\%$ (R-Sätze: 10 - 35, S 23 - 26 - 36, C), Salzsäure (R-Sätze: 34 - 37, S-Sätze: 2 - 26, C).

Probe: Nitritpökelsalz (NPS, E 250) ist ein Gemisch aus Speisesalz und Natriumnitrit mit höchstens 0,5 % und mindestens 0,4 % Nitrit. Nach der Fleisch-Verordnung ist der Zusatz von Nitritpökelsalz zu Fleisch und Fleischerzeugnissen außer zu Brühwürsten, Weißwürsten, Wollwürsten und Fleischklößen bis zu einer Höchstmenge von 150 mg/kg (für Rohschinken) bzw. 100 mg/kg für andere Fleischerzeugnisse erlaubt.

1. Prinzip

Die Nitritprobe, eine Pökelsalzverdünnung, die zwischen 10 und 60 μg Nitrit in der Messlösung enthält, wird in salzsaurer Lösung mit einem primären aromatischen Amin (Sulfanilsäure) versetzt, dabei entsteht ein Diazoniumsalz.

Mit 1-Naphthylamin entsteht ein Azofarbstoff, dessen Farbstärke von der Konzentration an Nitriten abhängig ist. Die Reaktion wird in einer Pufferlösung aus Natriumacetat und Essigsäure vorgenommen. Von allen Lösungen wird die Extinktion bei 520 nm gegen die Blindlösung bestimmt.



Diazotierungsreaktion

2. Durchführung

2.1. Herstellung der Lösungen

Nitrit-Stammlösung: Die Nitritstammlösung wird aus Natriumnitrit durch Verdünnungen so hergestellt, dass in 100 mL Lösung 400 μg Nitrit enthalten sind. Dazu werden ca. 600 mg Natriumnitrit, auf 0,5 mg genau gewogen, in einen 1000-mL-Meßkolben eingewogen, der mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt wird. Davon werden 10,0 mL in einen 100-mL-Meßkolben pipettiert, der mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt wird. Von dieser Lösung werden wiederum 10,0 mL in einen 100-mL-Meßkolben pipettiert, der mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt wird.

Sulfanilsäurelösung: 0,6 g Sulfanilsäure werden in einen 100-mL-Meßkolben eingewogen, der mit Salzsäure, $c(\text{HCl})=0,2 \text{ mol/L}$ bis zur Marke aufgefüllt wird.

1-Naphthylaminlösung: 0,6 g 1-Naphthylamin werden in einer Mischung von 1 mL Salzsäure, $w(\text{HCl})=37 \%$ und 99 mL Wasser gelöst.

2.2. Durchführung der Probenanalyse

Die Nitritprobenlösung wird so verdünnt, dass in 100 mL Lösung zwischen 200 und 300 μg Nitrit vorhanden sind (das Pökelsalz enthält 0,4 bis 0,5% NaNO_2). Nach und nach werden die in der nachfolgenden Tabelle genannten Reagenzlösungen zugegeben, wobei man nach der Sulfanilsäurezugabe vier Minuten vergehen lässt, bevor die nächste Naphthylaminlösung zugegeben wird. Sind alle Reagenzien im Messkolben, wird dieser bis zur Marke aufgefüllt und 10 Minuten stehen lassen. Danach sind alle Lösungen gegen die Blindlösung (Lösung 0) bei 515 nm zu messen.

Tabelle: Herstellung der Kalibrierlösungen Nitrit sowie der Probenlösung

Nummer	Stammlösung, V in mL	Wasser, V in mL	Sulfanilsäurelösung V in mL, (nach Zugabe 4 Min. warten)	1-Naphthyl- aminlösung, V in mL	Natrium- acetat- Lösung, V in mL	Essigsäure- lösung, V in mL
0	-	40	4,0	4,0	4,0	4,0
1	4,0	36	4,0	4,0	4,0	4,0
2	6,0	34	4,0	4,0	4,0	4,0
3	8,0	32	4,0	4,0	4,0	4,0
4	10,0	30	4,0	4,0	4,0	4,0
5	12,0	28	4,0	4,0	4,0	4,0
Probenlösung	10,0	30	4,0	4,0	4,0	4,0

3. Auswertung

Die Abhängigkeit der Extinktion von der jeweiligen Konzentration an Nitrit wird grafisch in einem Diagramm aufgetragen. Von den Werten sind mit Hilfe einer linearen Regression (Extinktion gegen Konzentration) die Steigung m und der Ordinatenabschnitt b sowie der Korrelationskoeffizient zu berechnen (z. B. mit EXCEL).

Der Ordinatenabschnitt b sollte nicht größer als 0,003 sein, der Korrelationskoeffizient r sollte mindestens 0,998 betragen.

Der Massenanteil an Nitrit im Pökelsalz wird mit der erhaltenen Geradengleichung und der Einwaage an Pökelsalz berechnet.

Anzugeben sind:

- die Geradengleichung,
- der Korrelationskoeffizient r ,
- der Massenanteil an Nitrit im Pökelsalz in %.

4. Umsetzungsvorschlag für den Ausbildungsbetrieb

4.1. Bewertungsvorschlag:

In den folgenden Formeln

$$P = 100 \cdot e^{-\frac{(\Delta-V)^2}{2 \cdot s^2}} \quad \text{mit} \quad \Delta = \frac{|\text{Sollwert} - \text{Istwert}|}{\text{Sollwert}} \cdot 100\%$$

bedeuten:

P Punkte von Hundert

Δ relative Differenz Soll- und Istwert in %

s Sigma

V Vorgabe, innerhalb dieser werden immer 100 Punkte erzielt

Es wird als Vorgabe $V = 1,0$ % und $s = 1,875$ vorgeschlagen.

Zwischen $\Delta = 0$ % und der Vorgabe $V = 1,0$ % werden 100 Punkte erzielt.