

Tejtompítás ellenőrzése differenciál spektrofotometria segítségével

C SERHÁTI TIBOR

Magyar Tejgazdasági Kísérleti Intézet, Mosonmagyaróvár – Budapest

Érkezett: 1968. július 25.

Bevezetés

Tejtek tompítására általában karbonát vagy hidroxid tartalmú lúgos kémhatású anyagokat használnak. Karbonátos tompítószeres kimutatására a széndioxid kiforrálása előtt és után mért pH-érték különbségét (1, 2) vagy az ezzel összefüggő titrálható aciditás különbségét (3) használják. Nem karbonát tartalmú tompítószeres ellenőrzése a tejfelhérjék 2,7 pH-ig történő titrálásával (4) vagy a tejsavmennyiség meghatározásával (5, 6, 7, 8, 9) történhet. Mivel egyedi tejek ellenőrzésére egyedül a tejsavtartalom meghatározása látszott alkalmasnak, elvégeztük a módszer részletes vizsgálatát.

Vizsgálati anyag és módszerek

A vizsgálatokhoz 15 SH^o-nál kisebb savanyúságú, spontán savanyodott nyers és pasztőrözött elegejteket használtunk fel. A tejminta savfokát potenciometrikanus határoztuk meg üveg-kalomel elektródok között (50 ml tejet, 0,25 n NaOH-val 8,4 pH-ig titráltunk).

A meghatározás pontosabbá tételéhez megvizsgáltuk a keletkezett komplex időbeni stabilitását, az esetleges zavaró anyagok (laktóz, hangya-, ecet-, propion-, vaj-, valeriánsav) Fe³⁺ komplexének extinkciós görbéit.

Tejsav meghatározáshoz Taylor és Clegg (5) módszerét használtuk. 7 SH-ig 25, 7–10 SH között 15, 10–12 SH között 10, 12–15 SH között 5 ml tejet mértünk be, és kiegészítettük 25 ml végtérfogatra. Sorrendben hozzáadtunk 10 ml 98,75 g BaCl₂·H₂O/l, 10 ml 0,66 n NaOH és 5 ml 225 g ZnSO₄·7H₂O/l oldatot. A mintát a BaCl₂ és lúg oldat hozzáadása után enyhén, a cinkszulfát hozzáadása után erősen összeráztuk, redős szűrőpapíron szűrtük. A fellépő zavarosodás elkerülésére célszerű volt a szűrletet még egyszer átszűrni a saját csapadékból képződött szűrőágyon. A szűrlet 10 ml-éhez 0,4 ml Fe³⁺ (5 g FeCl₃·6H₂O+12,5 ml n HCl 100 ml végtérfogatban) oldatot adtunk és a kapott ferrilaktát komplex extinkcióját mértük 30 perc várás után Spektromom 202 spektrofotométeren 392,5 nm-nél 1 cm-es küvettában. Összehasonlító oldatként 2,5 mg tejsav fenti módszerrel készült oldatát használtuk.

Mivel a vizsgált mérési tartományban (2,5–25 mg tejsav) a Lambert–Beer törvény érvényes, a kalibrációs egyenesnek csak kezdő- és végpontját határoztuk meg minden méréssorozathoz.

A differenciál spektrofotometriát azért választottuk, mivel hibája lényegesen kisebb a spektrofotometriás eljárásokénál (10).

Az eredményeket matematikai-statisztikai módszerekkel elemeztük (11).

Eredmények

A módszer átlag szórása 0,025 E, a mérések középértékére vonatkoztatott átlagos variációs koefficiens 4,16%.

A Fe^{3+} laktát komplex extinkciója a keletkezést követő 30 percben csökken, utána 4 óráig nem változik.

A zavaró anyagok vizsgálatából kiderült, hogy az ecetsavnál nagyobb szénatom számú zsírsavak Fe^{3+} komplexeinak a mérési hullámhosszon nincs a mérési hibánál nagyobb extinkciójuk.

A hangya- és ecetsav fajtájú extinkciós koeficiense a fenti mérési körülmények között egyaránt 0,005 E/mg-nak, a tejsavé 0,072 E/mg-nak, a tejcukoré 0,091 E/g-nak adódott.

A savfok és tejsavtartalom összefüggését leíró egyenes nyers teje

$$\text{SH} = (37,92 \pm 1,72) \text{ tejsav \%} + 5,22 r = 0,950 n = 55 \text{ pasztrőrozött teje}$$

$$\text{SH} = (35,97 \pm 2,01) \text{ tejsav \%} + 5,06 r = 0,936 n = 46$$

A savfok és pH érték összefüggését leíró egyenes:

$$\text{pH} = 7,34 - (0,108 \pm 0,002)\text{SH} r = 0,972 n = 101$$

Az eredmények értékelése

A hangya- és ecetsav tejsavhoz viszonyított aránya 1 : 400, ill. 1 : 30 lehet, tehát ez a két pomponens a tejsavmeghatározás pontosságát nem befolyásolja.

A tej laktóztartalmát 5%-nak véve 25 ml-es bemérés esetén a laktóz a tejsav tartalmat 0,006%-kal emeli, tehát a kapott értékeket célszerű, mint látszólagos tejsavtartalmat tekinteni. A Fe^{3+} -laktóz komplex extinkciós maximuma 383 nm-nél van, de a Fe^{3+} -laktát komplex maximális elnyelési hullámhosszán is meg tartja maximális extinkciójának 90%-át. Számítástechnikailag lehetséges 2 mérésből (383, ill. 392,5 nm) a Fe^{3+} -laktát extinkcióját meghatározni, ez azonban igen bonyolulttá tenné a vizsgálatot.

A laktóz zavaró hatásának tudható be, hogy a kapott regressziós koeficiens szignifikánsan eltér az elméletitől. (A tejsav-laktóz arány változása miatt az egyenes meredeksége kisebb az elméleti 44,44-nél.)

Tompítás ellenőrzése esetén a kapott látszólagos tejsavtartalom és SH értékeket a megfelelő egyenletbe helyettesítve az értékeknek ki kell elégíteni az egyenes egyenletét.

Határesetekben istállópróbával nyert, tompítószer mentes tejet spontán hagyjuk megsavanyodni a mért savfokig, meghatározzuk a hozzátartozó tejsavtartalmat és összehasonlítjuk a tompítás gyanús tej adataival.

Vizsgálataink szerint ezzel a módszerrel 1 SH tompítás észrevehető.

I R O D A L O M

- (1) *Sobeck-Skal, E. és Hauger, H.*: Öst. Milch. 22 (8) Wiss. Beil. 1, 1967.
- (2) *Gori, R. De, Drandi, F.*, *Boll*: Lab. chim. prov. 6 (3) 81, 1955.
- (3) *Mählschlegel, H.*: Z. U. L. 80, 70, 1940.
- (4) *Woidich K. és Schmid, L.*: Z. U. L. 102, 167, 1955.
- (5) *Taylor, Peggy, B. és Clegg, L. F. L.*: J. Dairy Res. 25, 32, 1958.
- (6) *Pickering, A. és Clegg, L. F. L.*: J. Dairy Industry 23 (5), 325, 1958.
- (7) *Steinsholt, K. és Calbert, H. E.*: Milchwiss. 15 (1), 7, 1960.
- (8) *Pijanowski, E., Dluzewski, M., Gawel, J., Kielbowich, H., Kazberuk, H.*: Die Nahrung 10 (8), 687, 1966.
- (9) *Smeleva, L., Novotyelnov N., Gyerevjanko L.*: Mol. Prom. 24 (6), 18, 1963.
- (10) *Jones, A. G.*: Analytical Chemistry. Some new techniques. Butterworths Scientific Publications, London, 1960.
- (11) *Sváb J.*: Biometriai módszerek a mezőgazdasági kutatásban. Mezőgazdasági Kiadó, Budapest, 1967.

КОНТРОЛЬ ЗАМЕДЛЕНИЯ ФЕРМЕНТАЦИИ МОЛОКА ПРИ ПОМОЩИ ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СПЕКТРОФОТОМЕТРИИ

T. Черхати,

Автор исследовал метод определения молочной кислоты, основывающегося на комплексной экстинкции лактата Fe^{3+} . Исследовал методом математической статистики содержание молочной кислоты в самопроизвольно закисленном молоке в зависимости от титруемой кислотности (цельное и пастеризованное молоко).

Установил, что при помощи данного метода может быть определено замедление ферментации молока с погрешностью 1 SH.

KONTROLLIERUNG DER ABSTUMPFUNG DER MILCH VERMITTELS DIFFERENTIAL-SPEKTROPHOTOMETRIE

T. Cserhádi

Der Verfasser prüfte die auf Messung der Extinktion des Fe^{3+} Komplexes beruhende Bestimmungsmethode für Milchsäure. Er untersuchte – mit mathematisch-statistischen Methoden den Zusammenhang zwischen Milchsäuregehalt und titrierbarer Acidität von spontan sauer gewordener Roh- und pasteurisierter Milch.

Er stellte fest, dass mit dieser Methode die Abstumpfung der Milch mit 1 SH Genauigkeit bestimmt werden kann.

CHECKING THE BUFFERING OF MILK BY DIFFERENTIAL SPECTROPHOTOMETRY

T. Cserhádi

The method of determination of lactic acid based on the measurement of the extinction value of the Fe^{3+} lactate complex has been investigated by the author. The correlations between the lactic acid content and the titratable acidity of spontaneously acidified raw milk and pasteurized milk were examined by mathematical statistical methods. It was found that, on employing this method, the buffering of milks can be detected with an accuracy of 1 SH.

CONTROLE DE L'ESTOMPAGE DU LAIT PAR SPECTROPHOTOMÉTRIE DIFFÉRENTIELLE

T. Cserhádi

L'auteur a étudié le procédé de dosage de l'acide lactique basé sur le mesurage de l'extinction complexe du lactate de Fe^{3+} . Il a étudié avec des méthodes de statistique mathématique la corrélation entre la teneur en acide lactique et le degré d'acidité titratable des échantillons de lait cru et pasteurisé devenus aigres spontanément.

Il a établi qu'avec cette méthode l'on peut établir le degré de l'estompage avec une précision de 1 SH.