

A turbidimetria elvén működő Milko-tester zsírvizsgáló készülék tejpári alkalmazása*

BORSI MIKLÓSNÉ és VARGA GYÖRGYNÉ

Tejtermékek Ellenőrző Állomása, Budapest

Érkezett: 1971. április 27.

A módszer elve

A dán A/S N. Foss Electric cég Milko-tester II. tejszírvizsgáló készüléke a tej zsírtartalmának meghatározását turbidimetriás elven végzi, ugyanis a tejmintán átbocsátott fény mennyisége fordítottan arányos a tej zsírtartalmával. Ez az arány azonban nem pontos, mert azonos zsírtartalmú, de különböző méretű, illetve számú zsírgolyócskát tartalmazó tejmintában a fénytörés és a fényabszorpció mértéke különböző. Ezt az eltérést a Milko-tester készülékben a tejszír négy lépcsős homogénezése egyenlíti ki. A meghatározás pontosságát biztosítja még az is, hogy a tejfehérje zavaró hatását alkalikus detergens oldatban, ún. verzén-oldatban való oldással küszöböli ki.

A mérés leírása

Ez a tranzisztoros elektronikus precíziós műszer a tej zsírtartalmának gyors meghatározására a következő mechanizmus szerint alkalmas:

A mérések megkezdése előtt a készüléket áram alá helyezzük. Egy órán át tartó fűtés után ellenőrizzük a skála 0 pontját, valamint a vízfürdő hőmérsékletét, melynek 60 °C-nak kell lennie. Ezután megkezdhetjük a mérést. A tejmintás palackot a szűrő alá helyezzük. Megindítjuk a szivattyút, amely huszonkét ütemig működik, automatikusan megáll, miután a szűrőn az előfűtőspirálon és a beszívó szelepen átkb. 35 ml tejmintát felszívott és átnyomott a homogenizáló szelepen és a tejpipettán. Így az előző tejminta a rendszerből teljesen kiöblítődik. Ezután a tölcser a tejpipetta szája alá kerül és a tölcser szelepe bezárul. A fecskendőből pontosan mért térfogatú verzén-oldat (összetétele: 45,0 g komplexon III. dinátrium-etilén-diamin-tetraacetát 2 H₂O; 10,0 g "Tween-20" poli-oxietilén-szorbitán-mono-palmitát) jut a tejpipetta szelepen át a tölcserbe, ahol egy elektromos keverő tökéletesen teszi a 60 °C-os 1 ml tej és 7 ml verzén-oldat keveredését. A fecskendő automatikusan töltődik újra verzén-oldattal. A tölcser alsó szelepe ekkor kinyílik, a mérendő oldat – amely már csak a zsírgolyócskáktól zavaros – átfolyik a mérőküvettné, az előző tejmintát kiáramoltatja, a maradék tejminta eljut a mérőküvettnébe. A küvettné a 12 V 0,5 A-es lámpa és a kondenzor lencse világítja meg, a fotocella felveszi az átbocsátott fényt, és arányos áramot bocsát a mérőre, amely a tej zsírtartalmát zsírszázalékban közvetlenül mutatja. A készülék méréshatára (közvetlen leolvasásra) 0 és 9,3% zsírtartalom között van.

Az előbbieken ismertetett tejszír-tartalom meghatározó mechanizmussal 1 perc 30 másodperc szükséges egy tejminta vizsgálatára.

* A MTA Élelmiszertudományi Bizottsága, a MÉTE és a KÉKI közös rendezésében tartott tudományos kollokviumon elhangzott előadás (szerk.).

A pontosság megállapítása

A Milko-ester és Milko-tester II. típusú készülékünk mérési pontosságának megismerésére a Milko-testeres vizsgálatokat a Gerber-féle acidobutirométeres zsírmeghatározással hasonlítottuk össze, mivel a magyar tejiparban ez a vizsgáló módszer általános. A gyártó cég a műszer beállítását a Röse – Gottlieb-féle súlyanalitikai zsírvizsgálat adatai alapján végezte. Méréseinket a vizsgálati eredmények reprodukálhatóságának megállapításával kezdtük. Értékeltek a mérések hibáját különböző zsírtartalmú, mégpedig a 2,5%-os, 3,8%-os és 5,1%-os nyers és tartósított, valamint pasztörözött elegytejmintákban. Mindegyik csoportban a meghatározást egymásután tizenöt-ször végeztük. Az egyenkénti eredményekből számítottuk a középértéket és a kétszeres szórásértéket. A szórás-érték a tejminták zsírtartalmának növekedésével arányosan nagyobbodik. Az adatokat az 1. táblázat tartalmazza.

Milko-testen zsírvizsgálat reprodukálhatóságának megállapítása a szórásérték számítása útján különböző zsírtartalmú elegytejmintákban

1. táblázat

Zsírtartalom %	$\pm 2 \delta = 2 \sqrt{\frac{\sum(x_1 - \bar{x})^2}{n-1}}$
2,18	0,03
2,56	0,04
3,77	0,03
5,10	0,05

Az adatok értékelése azt bizonyítja, hogy a Milko-testeres mérések pontossága megfelelő a tejminták zsírtartalmának meghatározására, ha figyelembe vesszük azt, hogy a Gerber-módszernél a párhuzamos vizsgálatok közötti eltérés 0,10 vagy a Röse – Gottlieb-módszernél 0,05 zsírszázalék lehet (MSZ 3703 – 65). A Gerber eljárás műszeres helyettesítésének lehetőségét vizsgálva párhuzamosan mértünk nyers egyedi tejet, tartósított egyedi tejet, valamint elegytejet Miko-tester II. és Gerber módszerrel és a mérési adatokat matematikai-statisztikai módszerrel értékeltük.

Egyedi tejminták Gerber-módszerrel és Milko-tester készülékkel meghatározott zsírtartalmából kiszámítottuk a regressziós egyenes egyenletét:

$$y = 0,0252 + 1,0132x$$

x = Gerber vizsgálati eredmények,

y = Milko-tester vizsgálati eredmények.

Az egyenlet alkalmas arra, hogy a Milko-tester II. készülékkel mért zsírtartalmat korrigáljuk a Gerber-módszerhez képest. Átlagos korrekció: $-0,07$ zsírszázalék. Más készülék korrekciós értéke ettől eltérő lehet.

Elegytej vizsgálatánál a Gerber és Milko-tester vizsgálati eredmények regressziós egyenesének egyenlete:

$$y = -0,3285 + 1,0954x$$

x = Gerber vizsgálati eredmények,

y = Milko-tester vizsgálati eredmények.

Elegytejminták összehasonlító zsírvizsgálatánál az előforduló zsírtartományban a korrekció elhanyagolható.

Tartósított, nyers egyedi tejminták összehasonlító zsírvizsgálata azt mutatta, hogy a műszeres meghatározással átlagban 0,09 zsírszázalékkal alacsonyabb zsírértéket kaptunk a Gerber vizsgálati értéknél.

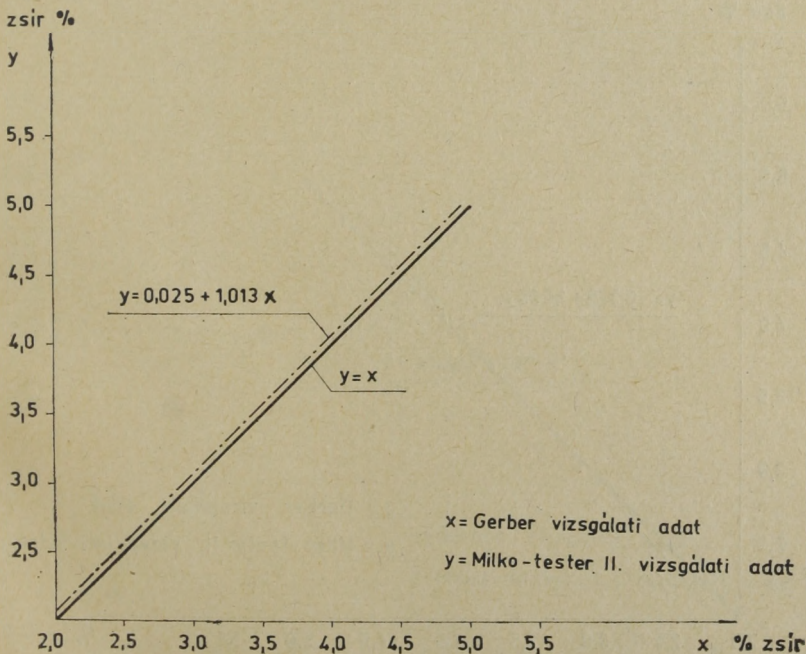
Tartósított egyedi tejminták Gerber és Milko-tester vizsgálati eredményeiből a regressziós egyenes egyenlete:

$$y = -0,1404 + 1,0153x$$

x = Gerber vizsgálati eredmények,

y = Milko-tester vizsgálati eredmények.

A műszeres mérés pontosságának megállapításánál figyeltük azt is, hogy mennyire befolyásolja az értékeket a 20 °C és 40 °C hőmérsékleten kipipettázott tejminta hőfok különbség okozta térfogatnövekedése. A 40 °C-os mérésekre azért volt szükség, mert a tárolt és magasabb zsírtartalmú minták felfölzödött zsírját a legjobban a 40 °C-ra való felmelegítéssel lehet elosztatni. A tejnek hőokozta tágulása a műszeres mérésnél nem okoz mérhető mennyiségű zsírszázalék eltérést, mivel a fotométerben történő mérés előtt a tej-verzén-oldószer keverék a Milko-tester II. készülék termosztátjában 60 °C-ra melegszik, és így a mérés mindig minden körülmények között azonos hőmérsékleten megy végbe.

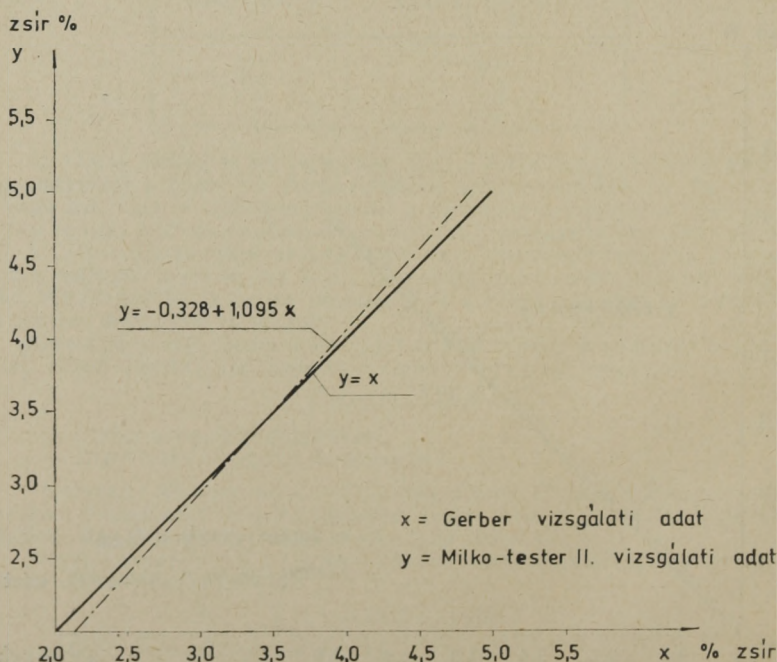


Milko-tester készüléssel a tartósított tejminták zsirtartalma is meghatározható. Különböző típusú konzerválószereket, így higany-II-kloridot 0,06% koncentrációban, káliumbikromátot, vagy ami ezzel egyenértékű és a magyar tejparban elterjedt, az ún. Mitekrom tablettát 0,2% koncentrációban alkalmaztunk egy. és kéthetes tárolási időre szobahőmérsékleten, illetve hűtőszekrényben.

Hosszabb tárolási időre vizsgálataink nem terjedtek ki, mert ipari vonatkozásban csak egy-, legfeljebb kéthetes tartósított tárolásnak van jelentősége a tejminta zsirtartalmának meghatározásában. A tárolási idő fokozatos előrehaladásával a tejminta Milko-testerrel mért zsirtartalma csökkent. Átlagosan 0,1% zsírérték csökkenést kaptunk a tárolási időszak végére, amit azzal magyaráztunk, hogy a tárolás során észlelt felfölöződés, illetve zsirkiválás a naponkénti többszöri rázással nem osztható egyenletesen annyira el, hogy ismételt zsírvizsgálatkor ez ne okozna mérési hibát.

A konzerválószer mennyisége, ill. két-, háromszoros túladagolása nem okoz 0,02%-nál nagyobb zsírértéket, így a rutinvizsgálatoknál a tartósítás első napján nem állapítható meg különbség a konzervált és konzerválatlan tejminták között.

A tejipari pasztörözési eljárások a Milko-testerrel megállapítható zsirtartalmat nem befolyásolják.



2. ábra

Regressziós egyenes elegytej minták Milko-tester II. készülékkel és Gerber-féle acidobutírométeres módszerrel mért vizsgálati adataiból

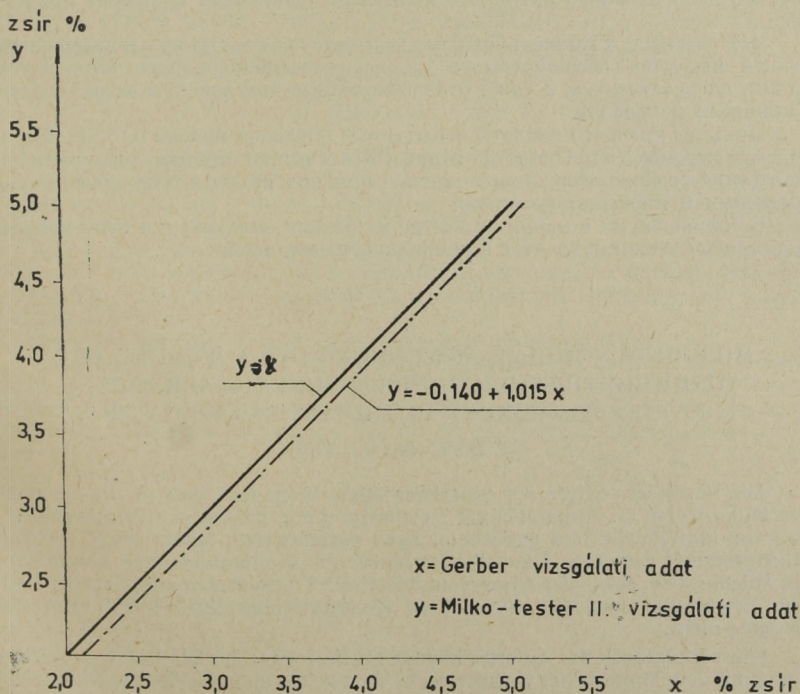
A Milko-tester készülékekkel a tején kívül egyéb folyékony tejtermékek zsírtartalma is meghatározható, figyelembe véve az illető termék egyedi sajátosságait, pl. a savfokot a savanyú termékek esetében, vagy a konzisztenciát a sűrített tej, és alvadttej esetében. Műszeres mérést csak a 9,0 °SH savfok alatti tejben és termékekben, valamint a tejhez hasonló állományúakban végezhetünk.

Tejeskakaó zsírtartalma nem vizsgálható, mert a finom szűrő a kakaóporszemcséktől már a mérés megkezdésekor eltömődik. Cukrozott sűrített tej zsírtartalma az előírásos hígítás után mérhető $\pm 0,2\%$ -os pontossággal. 2,0%-os édesítő zsírtartalom vizsgálatai a 0,05%-os hibahatáron belül jól egyeztek a Gerber módszerrel. Alvadt tej, valamint joghurt és kefir minták zsírtartalma 25%-os, 10 : 1 arányú ammóniumhidroxidos hígításban a tejfehérjék tökéletes feloldása után ugyancsak kellő pontossággal meghatározható. Ízesített savanyú termékeknel az ízesítésre használt lekvárféleségnek sajátos színe a mérést zavarja.

Újabb műszertípusok

A Foss cég az utóbbi 3 évben a Milko-tester készülékek újabb típusait bocsátotta piacra: Milko-tester III. és Milko-tester automatic néven.

A korábbi típusokkal szemben ezek előnye, hogy a mintáspalackok hozzavezetése automatikus, a tejminta mennyisége csekély, 1 ml. A leolvasás nem



3. ábra

Regressziós egyenes tartósított nyers egyedi tejminták Milko-tester II. készülékkel és Gerber-féle acidobutirométeres módszerrel mért vizsgálati adataiból

zsírskála előtt elmozduló mutatóval, hanem digitálisan – század zsírszázalék pontossággal – történik. A műszerek 1–9 zsír-% és 0–1 zsír-% méréstartományában állíthatók be, így a kis zsírtartalmú tej, író, savó minták előzetes kezelése szükségtelen.

Milko-tester III. regisztráló egységgel egészíthető ki, a Milko-tester automatic-nak pedig tartozéka a regisztráló egység. A legmodernebb laboratóriumok részére a Milko-tester és Pro Milk műszereket kombináltan gyártják.

ПРИМЕНЕНИЕ ПО ПРИНЦИПУ ТУРБИДИМЕТРИИ ДЕЙСТВУЮЩЕГО ЖИРОИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПРИБОРА „МИЛКО-ТЕСТЕР” В МОЛОЧНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ

М. Борши и Дь. Варга

Авторы испытаниями точности прибора по определению содержания молочного жира „типа Милко-тестер II.” установили, что индивидуальное молоко и месье молока, а также и пастеризованное молоко подходящее для точного лабораторного рутинного испытания одиночных молочных продуктов.

Жёлтый цвет, а также и белковое вещество образца молока и содержание сухого вещества обезжиренного молока консервированного бихроматом калия, нагревание его, а также и перечисленные консерванты не оказывают влияния на измерение.

Пределы крепости кислоты испытываемых образцов молока 9,0° SH. Европейские страны и большинство стран США считают официальным методом испытание содержания жира помощью прибора Милко-тестер для выбора животных и проверки потомков.

В Европейских странах принятие за основу оплачивания цены молока в настоящее время находится в процессе осуществления.

MILCHINDUSTRIELLE ANWENDUNG DES AUFGRUND DES TURBIDIMETRISCHEN PRINZIPIES FUNKTIONIERENDEN, FETTBESTIMMENDEN MILKO-TESTER APPARATES

М. Borsi und Gy. Varga

Die Verfasser stellten auf experimentellem Wege fest, dass die Genauigkeit des Milko-tester II. Apparates zur Fettbestimmung präzise routinemässige Arbeit für individuelle und gemischte, bzw. pasteurisierte Milch, sowie einzelne Milchprodukte gestattet. Die gelbe Farbe der mit Kaliumbichromat konservierten Milchproben, sowie der Eiweiss- und fettfreie Trockensubstanzgehalt der Proben, Erwärmung und die aufgezählten Konservierungsmittel beeinflussen die Messung nicht.

Säuregradgrenze der untersuchbaren Milchproben: 9,0 SH Die Fettbestimmung mit dem Milko-tester wurde zwecks Tierausslese und Nachkommenkontrolle von den meisten Staaten in Europa und der USA als offizielle Methode akzeptiert. Ihre Einführung als Grundlage der Milchpreis-Zahlung ist in den europäischen Ländern zurzeit im Gange.

USE IN THE DAIRY INDUSTRY OF THE FAT ANALYZER MILKO-TESTER BASED ON THE PRINCIPLE OF TURBIDIMETRY

M. Borsi and Gy. Varga

Investigations carried out concerning the accuracy of the milk fat analyzer instrument Milko-tester II proved that it is suitable for the exact laboratory routine tests of individual and mixed milk samples, pasteurized milk, and certain dairy products.

The data of measurement are not affected by the yellow tint of the milk samples preserved by potassium dichromate, by the protein- and fat-free dry matter content of the milk samples, by heating and by the listed preserving agents.

The limit of acidity of the tested milk samples is 9.0° SH.

Fat analysis by the Milko-tester instrument has been accepted for the purposes of animal selection and progeny testing by the European countries and by most states of USA as an official method. Its recognition as a basis of milk price in the European countries is for the time being in progress.

L'UTILISATION DANS L'INDUSTRIE LAITIÈRE DE L'ANALYSEUR DE GRAISSES MILKO-TESTER FONCTIONNANT À LA BASE DE LA TURBIDIMÉTRIE

M. Borsi et Gy. Varga

Les auteurs ont établi que l'exactitude de l'appareil Milko-Tester II qui sert à la détermination de la teneur en graisse du lait, se prête à la détermination routine exacte du lait individuel et mélange, du lait pasteurisé, et de quelques produits laitiers.

La couleur jaune des échantillons conservés au bichromate de potassium, ainsi que la matière sèche du lait déprotéinisé et dégraissé, le chauffage, ainsi que les produits conservateurs spécifiés dans la publication n'influencent pas la détermination.

Le degré d'acidité limite des échantillons à mesurer est 9.0° SH.

La plupart des états de l'Europe et des États Unis ont approuvé comme méthode officielle la détermination des graisses avec l'appareil Milko-Tester pour le choix des animaux et le contrôle des descendants. L'approbation de la méthode comme base du prix du lait est en cours d'exécution dans les états européens.