

NEM HOMOGÉNEZETT ÉS NEM FÖLÖZÖTT TEJ ZSÍRTARTALMÁNAK GERBER-FÉLE MEGHATÁROZÁSA

1. A módszer elve

A tej fehérjéit a Gerber-butirométerbe előzetesen bemért kénsavban amid-alkohol jelenlétében feloldjuk és a centrifugálással elkülönített zsír térfogatát a butirométer skálárészén közvetlenül leolvassuk.

2. Vegyszerek

Kénsav oldat

Készítése: 908 cm³ analitikailag legtisztább minőségű, 20 °C hőmérsékleten 1,84 g/cm³ sűrűségű kénsavat 160 cm³ desztillált vízhez adunk. A lehűtött hígított sav sűrűségét megmérjük. Ha szükséges, desztillált víz vagy kénsav hozzáadásával 1,816 ± 0,004 g/cm³-re állítjuk be a sűrűségét.

Tejvizsgálati amid-alkohol: 20 °C hőmérsékleten 0,808 – 0,818 g/cm³ sűrűségű, összes térfogatának legalább 98%-a primer alkoholból áll (3-metil-bután-1-ol és 2-metil-bután-1-ol), tiszta, szintelen, a vizsgálati módszert befolyásoló vegyületektől mentes, vizet legfeljebb nyomokban tartalmazhat és az alkalmassági vizsgálat követelményeinek megfelel.

Alkalmassági vizsgálat

Standard amid-alkohol készítése: a tejvizsgálati amid-alkoholt frakcionáltan desztilláljuk. Az oszlopról a 128 – 131,5 ± 2 °C hőmérséklet-tartományban átdestilláló frakciót gyűjtjük össze. Ennek a frakciónak az első és végső desztillátumából 10%-nyit összehasonlító eljárással megvizsgálunk. A két vizsgálat között legfeljebb 0,015%-nyi zsírtartalom-eltérés engedhető meg. Ez esetben az amid-alkohol standard amid-alkoholnak tekinthető. Sötét, hűvös helyen évekig eltartható.

Tejvizsgálati amid-alkohol ellenőrzése összehasonlító vizsgálatlal:

4 db tejminta zsírtartalmát 0,01%-nál kisebb skálahibájú butirométerben (melyet e célra hitelesítettek) meghatározzuk. A négy butirométer közül kettőbe 1 – 1 cm³ vizsgálandó amid-alkoholt, kettőbe 1 – 1 cm³ standard amid-alkoholt mérünk. A butirométereket a vizsgálat elvégzése után véletlen sorrendbe tesszük, és a zsírtartalom leolvasását 0,01 % pontossággal két személy közreműködésével elvégezzük. A vizsgálandó és a standard amid-alkohol felhasználásával kapott zsírtartalom-átlagértékek között az eltérés legfeljebb 0,015% lehet.

Furfur-aldehid és más szerves vegyületek kimutatása:

5 cm³ kénsavhoz 5 cm³ amid-alkoholt adunk. Összerázás után legfeljebb sárga vagy világosbarna színeződést észlelhetünk.

Desztillációs tartomány megállapítása:

Az amid-alkoholt 1013 mbar nyomáson desztilláljuk le. 128 °C hőmérséklet alatt a térfogat legfeljebb 5%-a desztillálhat át, 132 °C hőmérséklet alatt pedig a térfogat legalább 98%-ának kell átdesztillálni. A desztillációnak szilárd maradéka ne legyen.

Ha a légnyomás 1013 mbartól eltér, a hőmérséklet intervallumokat 0,03 °C/mbar értékkel korrigálni kell.

3. Eszközök

Gerber-féle butirométer, gumidugóval

Tejpipetta $10,84 \pm 0,075$ cm³-es vagy $11,00 \pm 0,075$ cm³-es

Kénsav pipetta vagy kénsav-adagoló, $10,0 \pm 0,2$ cm³ kénsav beméréséhez

Amid-alkohol pipetta vagy adagoló, $1,0 \pm 0,05$ cm³ amid-alkohol beméréséhez

Kénsav-sűrűségmérő

Centrifuga, fordulatszáma 25 s^{-1} , 350 ± 50 g relatív gyorsulás biztosítására szabályozott

Vízfürdő

Hőmérő, 0 – 100 °C méréshatárú, 1 °C beosztással

Frakcionáló oszlop

Desztilláló készülék

4. A minta előkészítése a vizsgálatra

A minta hőmérsékletét 20 – 30 °C-ra állítjuk be. A mintát ismételt forgatással alaposan, de óvatosan összekeverjük úgy, hogy a nagyobb mértékű habzást vagy a zsír kiköpülődését elkerüljük. Ha a tejszínréteg tökéletes diszpergálása nehéz, vagy a zsír enyhén kiköpülődött, a mintát vízfürdőn lassú, óvatos kevergetéssel 30 – 40 °C hőmérsékletre melegítjük és a zsír egyenletes eloszlása után a mintát szobahőmérsékletűre hűtjük. A mintát 3 – 4 percig állni hagyjuk, hogy a légbuborékok felemelkedjenek. Ezután a vizsgálatot haladéktalanul elkezdjük és megszakítás nélkül befejezzük.

5. A vizsgálatok végrehajtása

Gerber-féle butirométerbe 10,0 cm³ kénsavat mérünk be úgy, hogy a sav ne nedvesítse meg a butirométer nyakát és ne zárjon be légbuborékot. Ezután az előkészített mintából kipipettázzuk a megfelelő mennyiséget úgy, hogy a pipetta szára száraz legyen és a minta-meniszkusz felső széle essen az osztásvonalra. A függőlegesen álló butirométerbe 45°-os szögben helyezzük el a pipettát úgy, hogy kifolyónyílása a butirométer nyaka alá érjen. A mintát lassan folytatjuk le a butirométer falán úgy, hogy a kénsavval történő keveredését a lehetőségekhez mérten kerüljük. A pipettát a minta kifolyása után 3 sec-ig a butirométer falához érintve tartjuk, majd óvatosan kivesszük úgy, hogy a butirométer nyakát ne nedvesítsük be. Ezután 1 cm³ amid-alkoholt mérünk a butirométerbe úgy, hogy közben a minta és a kénsav lehetőleg ne keveredjen. A butirométer nyakát az amid-alkohollal ne nedvesítsük be. Ezután a butirométert gumidugóval bedugaszoljuk. Ha kétvégű gumidugót használunk, azt addig kell a butirométerbe csavarni, míg legszélesebb része a butirométer nyakának felső szélével egy szintben lesz, üreges gumidugó használatkor a dugót – a hozzávaló kulcs segítségével – addig kell a butirométerbe nyomni, míg a dugó széle a butirométer nyakához ér.

A butirométert, melyet a törés vagy a dugó kilazulása ellen megfelelően védünk, mindaddig rázzuk és forgatjuk, míg tartalma megfelelően összekeveredik és a fehérje teljesen feloldódik. Ezután a butirométert azonnal centrifugába tesszük és 5 percig centrifugáljuk. A centrifugálás befejezése után a zsíroszlopot

a gumidugó mozgatásával osztásvonalra állítjuk. A butirométert dugóval lefelé 65 ± 2 °C hőmérsékletű vízfürdőbe helyezzük legalább 3, de legfeljebb 10 percig úgy, hogy a vízfürdő vízszintje a skálarészben levő zsiroszlop felett legyen.

Ezután a butirométert a vízfürdőből kivesszük és a dugó legkisebb mozgatásával a zsiroszlopot osztásvonalra állítjuk (tömör gumidugó használata esetén enyhe visszahúzással, üreges dugó használatakor a kulcs segítségével enyhe nyomással).

Ezután leolvassuk a zsiroszlop aljával és tetejével egybeeső osztásjelet a meniszkusz alsó pontján úgy, hogy közben a zsiroszlop ne mozduljon el. A leolvasás pontossága a legkisebb skálaosztás fele legyen. A leolvasás alatt a butirométert függőlegesen kell tartani, és a leolvasott pont a szem magasságában legyen.

Ha a zsirtartalom értékét ellenőrizni kívánjuk, a butirométert 3–5 percre visszahelyezzük a vízfürdőbe, és a leolvasást megismételjük.

6. Az eredmény kiszámítása

A minta zsirtartalmának százalékos mennyiségét (ZS) 10,84 cm³-es pipetta használata esetén g/100 g termékben, 11,00 cm³-es pipetta használata esetén g/100 cm³ termékben a következő képlet segítségével számítjuk ki:

$$ZS = B - A$$

ahol

A a zsiroszlop alján leolvasott érték

B a zsiroszlop tetején leolvasott érték

7. A mérés pontossága

A módszer ismételhetősége: 0,046

A módszer összehasonlíthatósága: 0,17

8. Megjegyzés

Ha a centrifugálással elkülönített zsiroszlop zavaros, sötét színű, alján fekete vagy fehér anyag látható, akkor a zsirtartalom értéke pontatlan, a vizsgálatot meg kell ismételni.

9. Forrásmunkák

9.1. A módszer előterjesztője:

Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Központ, Baranya megyei Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás

9.2. A körvizsgálati résztvevők:

Baranya megyei-, Bács-Kiskun megyei-, Békés megyei-, Borsod megyei-, Csongrád megyei-, Fejér megyei-, Győr-Sopron megyei-, Hajdú-Bihar megyei-, Komárom megyei-, Nógrád megyei-, Somogy megyei-, Szabolcs-Szatmár megyei-, Szolnok megyei-, Vas megyei-, Veszprém megyei-, Zala megyei és Fővárosi Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomás

9.3. A jóváhagyás időpontja:

1984. november

10. Irodalom

MSZ 3703

ISO 5725