

## PRIMJENA ION — SELEKTIVNE ELEKTRODE ZA ODREĐIVANJE Klorida U MLIJEKU

Dr Angelina PALIĆ, Antun MIJATOVIĆ, dipl. inž.,  
Prehrambeno biotehnološki fakultet, Zagreb

### Sažetak

Provedeno je određivanje klorid iona u mlijeku primjenom ion-selektivne elektrode. Paralelno je izvršeno određivanje klasičnom, potenciometrijskom te kulometrijskom titracijom.

Primjenom klorid-selektivne elektrode dobiveni su reproducibilni rezultati. Standardna greška je — 3,5 mg Cl/100 ml. Vrijednosti određene klorid-selektivnom elektrodom su nešto više od onih dobivenih ostalim primjenjenim metodama, no smatramo da primjena ion-selektivne elektrode ima prednost zbog brzine određivanja, te se preporuča za rutinski postupak.

### Uvod

Sadržaj klorida u mlijeku ukazuje na zdravstveno stanje krave muzare. U slučaju mastitisa smanjuje se količina laktoze, a povećava količina klorida, kako bi se osmotski pritisak održao konstantnim.

Vrijednost 0,14% klorida uzeta je kao granična između normalnog i abnormalnog mlijeka. Normalno zdravo mlijeko sadrži 0,08 do 0,10% klorida. Iz toga razloga određivanje klorida u mlijeku je važno za praksu, a naročito je poželjno da postupak bude brz i da se može primjeniti na poljoprivrednim dobrima, na mjestima skupljanja mlijeka.

Mi smo vršili ispitivanje primjene ion-selektivne elektrode za određivanje klorida u mlijeku. Paralelno su kloridi određivani taloženjem sa srebrnim nitratom i titracijom neizreagirano srebro sa kalijevim rodanidom (1). Nadalje je primjenjena potenciometrijska titracija (2) sa srebrnom i kalomel elektrodom na automatskom titratoru ABU 13 Radiometer. Kulometrijska titracija provedena je srebrnom elektrodom P 4401 i referentnom K 610 živa-živin sulfat elektrodom na CMT-10 Radiometer titratoru.

### Eksperimentalni rad

#### Metodika

Ispitano je 10 uzoraka mlijeka, od toga je sedam nabavljeno u trgovini, a tri su sa privatnog gospodarstva. Svi uzorci su od mjeseca srpnja. Aparatura

Ionalyzer digital pH/mV metar »Orion« model 801 A sa membranskom klorid selektivnom elektrodom »Orion« i standardnom kalomel elektrodom.

#### Postupak

Mlijeko se zagrije na 37°C i dobro promiješa da se emulgira mast, te ohladi na 20°C.

1 ml mlijeka i 10 ml 1M KNO<sub>3</sub> se promiješa magnetskom mješalicom te drži u termostatu na 20°C. Nakon jedne minute izmjeri se potencijal. Prije svakog mjerenja elektrode treba oprati u 5%-tnoj otopini EDTA kojoj je dodano malo detergenta i nakon toga u destiliranoj vodi.

Za svaku izmjerenu vrijednost potencijala u mV očitava se iz baždarnog dijagrama mg klorida u litri mlijeka.

Otopine za pripremu baždarnog dijagrama sadržavale su 500, 1000, 2000 i 2500 mg klorida u litri. Standardna krivulja daje linearni odnos između mV i logaritma koncentracije klorida.

### Rezultati određivanja

Tablica 1

Usporedbeni prikaz rezultata dobivenih klasičnom, potenciometrijskom i kulometrijskom titracijom, te primjenom ion-selektivne elektrode

Uzorak br.	mg Cl <sup>-</sup> / 100 ml			
	klasična titr.	potenciomet- rijska titr.	kulometrijska titr.	Klorid-selektivna el.
1	93,1	97,0	98,3	112,5
2	89,6	94,8	96,0	105,5
3	87,4	91,3	92,5	92,8
4	89,2	93,1	94,3	106,0
5	88,7	93,1	94,4	105,0
6	90,9	93,4	95,5	103,5
7	93,1	97,9	99,1	104,2
8	90,5	95,1	96,5	110,0
9	95,8	99,7	101,0	118,0
10	101,9	107,2	108,4	129,5

### Diskusija rezultata

U tablici prikazani su paralelno rezultati dobiveni sa četiri različite metode. Vrijednosti ukazuju na razlike između rezultata dobivenih različitim metodama.

Najbolja je podudarnost rezultata potenciometrijske i kulometrijske titracije. To smo i očekivali s obzirom da klasična titracija uključuje rad s indikatorom koji je trom u odnosu na potenciometrijsku titraciju kod koje se kao indikator koristi potencijal srebrne elektrode, a to omogućuje rad u kiselom mediju. Rad u kiselom mediju pak isključuje interferenciju s kazeinom. Na pH 2 micelle kazeina su male i dispergirane.

Iz tabelarnog prikaza se vidi da je koncentracija klorida dobivena mjerenjem s klorid-selektivnom elektrodom viša od one dobivene ostalim metodama. Razlog tome bi mogli biti prisutni proteini i masti, jer nije vjerojatno da mlijeko sadrži ione koji će interferirati u određivanju klorida.

Mjerenje koncentracije klorida rađeno je i s nerazrijeđenim mlijekom, no rezultati su bili neujednačeni. Tome je vjerojatno razlog začepljenje membrane elektrode sa masti i proteinima, no razrijeđenjem mlijeka sa 10 volumena 1M KNO<sub>3</sub> (3) dobili smo zadovoljavajuće reproducibilne rezultate.

Utjecaj svijetla na elektrodni potencijal može se potpuno zanemariti za klorid-selektivne elektrode na svim koncentracijama, ako je predviđeno miješanje uzorka za vrijeme mjerenja.

# APPLICATION OF ION — SELECTIVE ELECTRODE FOR DETERMINATION OF CHLORIDES OF MILK

## Summary

The determination of chloride ions in milk by using ion-selective electrode was studied. Comparatively, the determination of these ions by applying classical, potentiometric and coulometric titration was made.

Using the chloride-selective electrode the reproducible results were obtained. Standard error is — 3,5 ml Cl/100 ml. The values are some greater than the values obtained by the other methods. But we prefer the use of ion-selective electrode from the quick procedure which is applicable for the routine measurements.

## Literatura

1. »The Chemical Analysis of Liquid Milk and Cream« British Standard 1741:1963
2. B. L. HERRINGTON i D. KLEYN J. *Dairy Sci.*, 40,1050(1960)
3. W. M. SWEETSUR, *Analyst*, 99,690/1974/