

PRILOG PRIMJENI REFRAKTOMETRIJSKE ANALIZE NA MASTI U MLIJEKU I MARGARINU

Dr. Angelina PALIĆ, dipl. inž., Branka SRŠIĆ, dipl. inž., Nada BREBERINA,
dipl. inž., Prehrambeno biotehnološki fakultet, Zagreb

Sažetak

Provedeno je određivanje slobodnih masti u mlijeku u prahu i količina masti u margarinu, određivanjem promjena indeksa refrakcije α -bromnaptalena nakon ekstrakcije masti.

Metoda je uspoređena s konvencionalnim gravimetrijskim postupkom nakon ekstrakcije sa ugljikovim tetrakloridom odnosno etil eterom. Refraktometrijska metoda je brza, jednostavna i dovoljno točna.

Uvod

Primjena refraktometrije za određivanje količine masti sastoji se od ekstrakcije masti pogodnim otapalom, mjerenjem indeksa loma čistog otapala i mjerenjem indeksa loma dobivenog ekstrakta.

Takvo se određivanje može primijeniti na raznovrsne živežne namirnice i njihove prerađevine. Međutim za različite proizvode mora biti propisana individualna obrada, s obzirom na to da li sadrže više ili manje masti, proteina, ugljikohidrata odnosno kazeina (1,2).

Količina slobodne mlječne masti ima važnu ulogu u kvaliteti mlijeka u prahu. Povećana količina slobodne mlječne masti uzrokuje, zbog njene nestabilnosti, neželjene promjene organoleptičkih svojstava kao i smanjenje trajnosti proizvoda.

Tehnološki postupak dobivanja mlijeka u prahu, kao i uvjeti skladištenja gotovog proizvoda (temperatura, relativna vlaga) u mnogome utječu na sadržaj slobodnih masti (3,4), a s time i na kvalitetu mlijeka u prahu. Zbog toga određivanje slobodnih mlječnih masti može poslužiti i kao test kvalitete mlijeka u prahu.

Mi smo primijenili refraktometriju sa željom da ispitamo prikladnost primjene te brze metode za određivanje slobodne mlječne masti u mlijeku u prahu kao i za određivanje količine masti u margarinu.

Paralelno je u tim proizvodima provedeno gravimetrijsko određivanje masti.

Ekperimentalni rad

Ispitana su četiri uzorka mlijeka u prahu i pet uzoraka margarina, koji su nabavljeni u trgovini odnosno direktno od proizvođača.

Aparatura

Abbe-ov refraktometar »Carl Zeiss« Jena

Ultratermostat »VEB PRÜFGERÄTE — WERK«, MEDINGEN/DRESDEN

Postupak

a) **Određivanje slobodne mlječne masti mlijeka u prahu**

Na pet grama uzorka mlijeka u prahu pipetom se doda 5 ml α -bromnaptalena i uz lagano miješanje vrši se 10 minuta ekstrakcija slobodne mlječne

masti. Nakon filtracije, filtratu se odredi indeks loma na temperaturi $20 \pm 0,1$ °C

Količina slobodne mlječne masti može se odrediti bilo direktnim očitavanjem sa baždarne krivulje, bilo računski.

Direktno očitavanje s baždarne krivulje

Pri određenom indeksu loma s baždarne krivulje očitamo grame slobodne mlječne masti te izrazimo u postocima na odvagu uzorka i ukupnu mast. Baždarna krivulja je eksperimentalno konstruirana tako, da su točno odvagane količine masti ekstrahirane sa α -bromnaftalenom. Svakom pojedinom ekstraktu određen je indeks loma.

Ovisnost indeksa loma o količini mlječne masti prikazana je na slici br. 1. Slika prikazuje linearni odnos za svako područje koncentracije, ali je važno paziti na izabrane uvjete rada.

Slobodna mlječna mast u odnosu na ukupnu mast može se izračunati pomoću izraza:

$$\% \text{ slobodne mlječne masti} = K \frac{n_x - n}{n - n_f} \frac{1}{TF} \quad (1)$$

Gdje je:

$$K = \frac{V_x d_f}{E} 10^6 = 0,917 \cdot 10^6$$

n_x indeks loma α -bromnaftalena kod 20 °C

n indeks loma smjese α -bromnaftalena i masti kod 20 °C

n_f indeks loma mlječne masti

T težinski postotak suhe tvari mlijeka u prahu

F težinski postotak ukupne masti mlijeka u prahu

V_x volumen α -bromnaftalena

d_f gustoća masti kod 20 °C

E odvaga uzorka mlijeka u prahu u gramima

b) Određivanje količine masti u margarinu

0,4 do 0,6 g točno izvaganog i usitnjenog margarina i 3 ml α -bromnaftalena grije se dvije minute na vodenoj kupelji ($40 \pm 0,5$ °C) u posudici sa brušenim čepom i zatim filtrira. Filtratu se odredi indeks refrakcije kod temperature $40 \pm 0,1$ °C.

Količina masti izračuna se iz izraza

$$\% \text{ masti} = \frac{V_a d_b (n_a - n_x) 100}{c (n_x - n_b)} \quad (2)$$

gdje je: V_a volumen otapala

d_b gustoća masti

n_a indeks loma otapala

n_x indeks loma otopine masti

n_b indeks loma masti

c odvaga uzorka

Rezultate refraktometrijskog određivanja slobodne mlječne masti usporedili smo s rezultatima dobivenim gravimetrijskom metodom (5) nakon ekstrakcije s ugljikovim tetrakloridom, a količinu masti u margarinu također sa gravimetrijskim rezultatima dobivenim nakon ekstrakcije s dietileterom (6).

Rezultati i diskusija rezultata

Rezultati dobiveni refraktometrijskom i gravimetrijskom metodom za slobodnu mlječnu mast prikazani su u tablicama 1 i 2, a za količinu masti u margarinu u tablici 3.

Tablica 1 pokazuje da su rezultati refraktometrijskog određivanja nakon ekstrakcije s α -bromnaftalenom nešto su niži od gravimetrijskog određivanja nakon ekstrakcije s ugljičnim tetrakloridom.

To je vjerojatno posljedica polaganijeg prodiranja otapala kroz pore i pukotine do dublje ležećih kuglica masti i polaganije ekstrakcije masti iz unutrašnjosti partikula u usporedbi s ekstrakcijom s ugljičnim tetrakloridom.

Otapalo ekstrahira mast sa površine zrnca suhog mlijeka. Kod toga je važno vrijeme provođenja ekstrakcije, jer nakon dužeg vremena može se kroz pukotine i pore ekstrahirati mast i iz zrnaca mlijeka u prahu kroz membranu. Zbog toga je ekstrakcija vršena tokom 10 minuta.

Uspoređujući rezultate u tablici br. 2 uočavamo da računskim putem pomoću izraza (1), a bez korištenja baždarne krivulje, dobivamo rezultate koji su najbliži onima koji su dobiveni gravimetrijskim postupkom.

Rezultati dobiveni korištenjem baždarne krivulje pokazuju veća odstupanja, a uzrok proizlazi iz subjektivnih grešaka i grešaka pri konstrukciji baždarne krivulje.

U tablici 3 paralelno su prikazani rezultati količine masti u margarinu dobiveni pomoću dvije različite metode.

Rezultati dobiveni refraktometrijskom metodom viši su od 0,2 do 1,8%. Razlog tome mogu biti subjektivne pogreške prilikom vaganja i filtracije, a koje su veće nego kod očitavanja na refraktometru. Objektivne pogreške mogu biti prouzrokovane nepotpunom ekstrakcijom masti otapalom. U tom slučaju dobiju se preniski rezultati. U drugom slučaju otapalo može pored masti ekstrahirati i druge sastojke pa su rezultati mjerenja previsoki.

Da bi dobili što bolje rezultate, a pogreške sveli na najmanju mjeru vrlo je važno odabrati otapalo i adekvatnu količinu otapala.

α -bromnaftalen pokazao se kao dobro otapalo kako za proizvode s visokom količinom masti kao što je margarin, ali isto tako i za određivanje slobodnih masti u mlijeku u prahu.

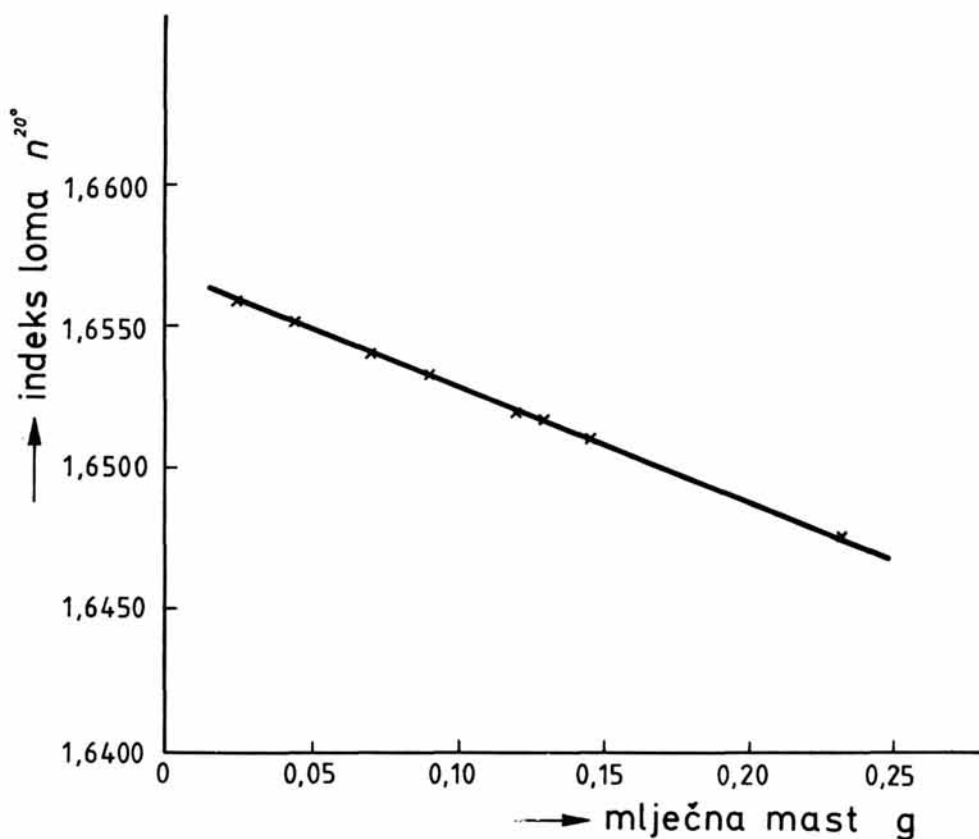
Isto tako može se uspješno koristiti ksilamon (smjesa i di-klornaftalena). Kod gravimetrijskog postupka eter ima prednost pred drugim otapalima, što je poznato iz literature.

Zbog konstitucije masti (smjesa raznih glicerida i masnih kiselina) dobivaju se razlike u očitavanjima, izmjenjivanjem tih faza nastaju i neizbježne razlike u indeksima loma. U toku ekstrakcije dolazi do stvaranja slobodnih masnih kiselina, pa se omjer s trigliceridima mijenja i to rezultira kao prilična razlika indeksa loma. Zato je potrebno da se u odgovarajućoj masnoj fazi indeks loma unaprijed odredi. U tu svrhu određenu količinu probe rastalimo kod 40 °C i filtriranoj masi odredimo indeks refrakcije, koji se upotrijebi za proračun.

Tablica 1

Usporedbeni gravimetrijski i refraktometrijski rezultati za slobodnu mliječnu mast u mlijeku u prahu

Uzorak	Broj određivanja	Gravimetrijska metoda		Refraktometrijska metoda		Srednja vrijednost (%)	Razlika
		Slobodna mliječna mast (%)	Srednja vrijednost (%)	Indeks loma n_{20}^{20}	Slobodna mliječna mast (%)		
A	1	2,85		1,6528	2,17		
	2	2,79		1,6529	2,09		
	3	2,98	2,92	1,6528	2,18	2,15	0,77
	4	2,81		1,6525	2,25		
	5	3,12		1,6527	2,08		
	6	2,94		1,6526	2,14		
B	1	5,39		1,6478	4,66		
	2	5,37	5,29	1,6481	4,54	4,57	0,72
	3	5,10		1,6480	4,53		
C	1	5,12		1,6479	4,58		
	2	4,96	4,99	1,6480	4,57	4,54	0,45
	3	4,89		1,6482	4,46		
D	1	5,22		1,6482	4,47		
	2	5,18	5,18	1,6481	4,56	4,51	0,67
	3	5,15		1,6482	4,50		



Slika 1

Baždarna krivulja za refraktometrijsko određivanje slobodne mlječne masti u mlijeku u prahu.

Tablica 2

Usporedbeni gravimetrijski i refraktometrijski rezultati za slobodnu mlječnu mast izraženi kao postotak slobodne mlječne masti u odnosu na ukupnu mast

Uzorak	% slobodne mlječne masti		
	Gravimetrijska metoda	Refraktometrijska metoda	
		Direktno	Računski (1)
A	11,64 ± 0,36	8,60 ± 0,19	10,72 ± 0,24
B	21,20 ± 0,48	18,38 ± 0,22	18,93 ± 0,20
C	19,96 ± 0,33	18,15 ± 0,20	18,88 ± 0,08
D	20,92 ± 0,20	18,04 ± 0,13	18,74 ± 0,11

Usporedbeni gravimetrijski i refraktometrijski rezultati za količinu masti u margarinu

Uzorak	Broj određivanja	Gravimetrijska metoda		Refraktometrijska metoda		Srednja vrijednost (%)	Razlika
		Količina masti (%)	Srednja vrijednost (%)	Indeks loma n^{40}	Količina masti (%)		
A	1	83,6		1,6258	84,2		
	2	83,8	83,7	1,6231	84,4	84,3	0,7
	3			1,6248	84,4		
B	1	83,9		1,6222	86,1		
	2	84,8	84,3	1,6248	86,2	86,1	1,8
	3			1,6235	85,9		
C	1	81,8		1,6212	82,0		
	2	82,0	81,9	1,6252	82,2	82,3	0,4
	3			1,6242	82,7		
D	1	82,8		1,6266	83,1		
	2	83,0	82,9	1,6222	83,4	83,1	0,2
	3			1,6248	82,9		
E	1	91,9		1,6219	82,2		
	2	82,1	82,0	1,6218	82,0	82,2	0,2
	3			1,6259	82,5		

Zaključak

Za određivanje slobodne mlječne masti u mlijeku u prahu i za određivanje količine masti u margarinu uspoređene su dvije metode: gravimetrijska i refraktometrijska metoda.

Prema dobivenim rezultatima možemo zaključiti da je metoda s refraktometrom dovoljno točna i prikladna za praksu. Prednost tog postupka u odnosu na konvencionalne metode je u tome što je za određivanje potrebno mnogo kraće vrijeme i manji je utrošak kemikalija.

Summary

The free fat in milk powder and fat in margarine is extracted by α -bromonaphthalene. The filtrated extract is refractometrically examined.

The method was compared with the conventional gravimetric determination of fat after extraction by carbon tetrachloride or ethyl ether. The described refractometric determination is considered simple and sufficiently accurate.

Literatura

1. S. RUDISCHER: *Milchwissenschaft*, **22**, 85 (1967).
2. G. MIETH: *Nahrung*, **10**, 225 (1966).
3. M. CRNOBORI i sur.: *Mljekarstvo* **5**, 112 (1969).
4. TRAN THE TRUYEN, *EMKZAH* **21**, 306 (1975).
5. A. KOPECKY: *Milchwissenschaft*, **27** 646 (1972).
6. L. V. COOCK i C. REDE, *Laboratory Handbook for Oil and Fat Analysts* Academic Press, London 1966 str. 264.

PAKISTAN

Pakistan dobiva preko Azijske Banke za razvoj zajam od 7,5 miliona US dolara za tzv. »Beludistanski razvojni projekt«. U okviru tog projekta uvesti će se 1000 frizijskih krava za križanje kako bi se povećala proizvodnja mlijeka. Proizvodnja kao i prerada smjestit će se na 3 mjesta u pokrajini Beludistan. Projekt također obuhvaća tvornicu stočne hrane proizvodnje oko 25000 tona godišnje.

EEZ (Evropska ekonomska zajednica) također sudjeluje sa 8,7 miliona US dolara u navedenom projektu. Pakistan će od EEZ dobiti 100 t mlječnog praha i 100 t maslačnog ulja kao pomoć za prihvaćanje 200.000 izbjeglica iz Afganistana. Ova pomoć će se izvršiti putem komisije za izbjeglice UN. Još se raspravlja o pomoći EEZ-a Pakistanu u količini od 500 tona mlječnog praha i 160 tona maslačnog ulja.

D. B.