

## ODREĐIVANJE TERMOSTABILNOSTI MLEKA METODOM ČAŠICE\*

Prof. dr I. F. VUJIČIĆ, M. VULIĆ, dipl. inž., Poljoprivredni fakultet,  
Novi Sad

### Sažetak

*Direktne i indirektne metode koje su se do sada primenjivale za ispitivanje termostabilnosti svežeg mleka su tehnički složene i iziskuju dosta vremena i rada.*

*Za rutinska ispitivanja autori su konstruisali čašice zapremine 8 ccm od valjanog aluminijuma. U čašicu se odmeri 2 ml mleka, zatim se ova hermetički zatvori poklopcem s navojem i zagrejava u termostatu na 150 °C. Vreme do časa grušanja (termostabilnost) ustanovljuje se povremenim promatranjem izgleda mleka u čašici.*

*Autori zaključuju da je mleko koje ima veću termostabilnost od 7 minuta, pogodno za UHT sterilizaciju.*

### Uvod

U nekim ranijim ispitivanjima (1, 2, 3, 4, 5, 6,) je ukazano da alkoholna proba kao indirektna metoda nije uvek siguran pokazatelj termostabilnosti mleka. Obzirom na praktični značaj termostabilnosti za izbor mleka za proizvodnju UHT steriliziranih mleka postoji potreba da se razradi neka direktna metoda koja bi bila prikladna za brza rutinska određivanja. U tom pogledu postoje neki pokušaji (3).

Cilj ovoga rada je bio da se razradi jedna rutinska metoda na principu direktnog određivanja termostabilnosti mleka za potrebe u proizvodnji UHT mleka.

### Neki metodološki problemi određivanja termostabilnosti mleka

Pod termostabilnošću mleka se podrazumeva potrebno vreme da bi se pojavila koagulacija mleka na određenoj temperaturi. To je vreme koje mleko izdrži da se ne koaguliše na određenoj temperaturi. Obično se računa vreme od momenta stavljanja probe mleka u uljano kupatilo ili termostat na određenu temperaturu do momenta prve pojave flokula, gela ili sedimenta.

### Direktne metode određivanja termostabilnosti

Od 1919. kada su izvršena prva ispitivanja termostabilnosti razvilo se nekoliko postupaka:

1. Autoklaviranje mleka u epruvetama na 136 °C u toku 20 min. (1919), (2).
2. Zagrevanje mleka u zavarenim ampulama u kupatilu sa parama ksilena na  $137 \pm 1$  °C (1919), (2).

\* — Rad finansirala SIZ za naučni rad SAPV u okviru teme »Uticao termostabilnosti sirovog mleka i visoke termičke obrade na tehnologiju nekih mlečnih proizvoda«, 1981. godine.

— Referat održan na XXI Seminaru za mljekarsku industriju u Zagrebu, 1983.

3. Zagrevanje mleka u konzervama u sterilizatoru (1923), (2).
4. Zagrevanje mleka u zavarenim epruvetama uronjenim u uljano kupatilo uz mehaničko mućkanje (1921), (2).
5. Zagrevanje mleka u hermetički zatvorenoj čaši u termostatu na 140 °C, Belousov (3).
6. Zagrevanje mleka u zavarenim staklenim kapilarama ( $\varnothing$  1 mm/1,2 mm)  $\times$  100 mm, koje se uranjaju u uljano kupatilo na određenu temperaturu, Metro (4), Vujičić (5, 6).

### **Indirektne metode određivanja termostabilnosti**

Pošto je direktno određivanje termostabilnosti mleka tehnički složeno, a zahteva i više ili manje vremena i rada to se za praktične potrebe koriste indirektne metode. Ove metode nisu bazirane na merenju koagulacije mleka koja nastupa toplotnom obradom. Među tim metodama najširu primenu u praksi je našla alkoholna proba, odnosno određivanje stabilnosti mleka prema alkoholu određene koncentracije. U manjoj praktičnoj upotrebi su tzv. kalcijumhlordna i proba na kiselo kuvanje mleka. U ranijim ispitivanjima je pokazano da je mala korelacija između termostabilnosti i alkoholne probe — Vujičić (5).

### **Kritički osvrt**

Indirektne metode se zasnivaju na hemizmu koagulacije koji se potpuno razlikuje od onoga koji nastaje delovanjem toplote. Zbog toga je njihova veza sa stvarnom termostabilnošću veoma mala. Za sigurnu ocenu termostabilnosti neophodno je direktno određivanje. U eksperimentalnim istraživačkim radovima uglavnom se koristi jedna od pomenutih metoda. Među tim metodama najadekvatnija je metoda sa kapilaram. Ona se inače danas široko koristi kod raznih ispitivanja termostabilnosti kao što su enzimi, mikroorganizmi, proteini i dr. Sadržaj u zavarenoj kapilari trenutno postiže temperaturu, kada se uroni u uljno ili parafinsko kupatilo.

Temperaturni ekvilibrijum u kapilari se postiže u toku do 10 s, Scharer (7). Kod ostalih tehničkih rešenja — kao što je metoda sa zavarenim ampulama, zatvorenim epruvetama i čašama — taj ekvilibrijum se najčešće postiže u toku 3 do 5 min. Davis (8), Belousov (3). U raznim ispitivanjima pojedini autori su koristili najčešće temperaturu od 110 do 140 °C za utvrđivanje termostabilnosti mleka. Najveći broj ispitivanja je izveden na temperaturi 130 do 140 °C. S aspekta UHT sterilizacije bez sumnje su najvažnije temperature između 140 i 150 °C. U tom intervalu se može dobiti najpouzdanija predodžba o ponašanju mleka pri UHT sterilizaciji.

Iz ove analize moglo bi se zaključiti sledeće:

1. Najadekvatnija metoda direktnog određivanja termostabilnosti mleka je metoda kapilara na temperaturi 140 °C. Metoda kapilaram može se smatrati standardna, referensna metoda koja u izvesnom smislu pokazuje apsolutnu termostabilnost mleka. Iz tih razloga u svim našim istraživanjima smo koristili ovu metodu.

2. Za rutinsko direktno određivanje termostabilnosti mleka (pri prijemu mleka na rampi u mlekari) može da se koristi neka od napred pomenutih tehnika uključujući i metodu kapilare. Za tu svrhu najnepogodnija je metoda

kapilare i druge tehnike sa zavarivanjem staklenih ampula uz zagrevanje u uljnom ili parafinskom kupatilu. Izvesnu prednost imaju metode sa sudom, čašom, ili sl. koje se mogu lako i brzo hermetički zatvarati i zagrevati u termostatu. Takvi sudovi se mogu dugotrajno upotrebljavati, lako čistiti i održavati. Stoga smo u razradi metode za brzo određivanje termostabilnosti mleka u industrijskim uslovima pošli od tih postavki i istraživanja usmerili u tom pravcu.

### **Materijal i metod rada**

Materijal i opis metodologije je prikazan u radu (6).

**Termografisanje brzine zagrevanja čašice.** Utvrđivanje brzine zagrevanja prazne čaše i sa 1, 2, 3, 4, i 5 ml mleka na temperaturama 140, 150 i 160 °C vršeno je u termostatu »Sterimatic ST — 11« Instrumentarija Zagreb. Termografisanje je vršeno na pisaču »Verian Aerograph« model 20.

Temperatura je merena pomoću termoelementa (Fe-konstanta) koji je bio ugrađen u zid čašice. Usporedna hladna tačka je bila na 0 °C (voda s ledom u termosu).

### **Rezultati istraživanja**

#### **Konstrukcija hermetičke čašice za ispitivanje termostabilnosti mleka**

Polazni problem kod razrade nove metode za određivanje termostabilnosti mleka bio je konstrukcija suda u kome treba da se tretira mleko na visokim temperaturama. U principu to treba da bude sud u kome se može tretirati nekoliko mililitara mleka. On treba da bude dobro hermetički zatvoren, da se onemogući gubitak mleka, odnosno vodene pare koja se obrazuje u toku tretiranja na visokim temperaturama od 135 do 160 °C. Pri tome je poželjno da se što jednostavnije i lakše zatvara i otvara. Potrebno je da bude izrađen od materijala koji ima što bolju toplotnu provodljivost kako bi se postiglo što brže zagrevanje mleka na 140 °C. Na osnovu analize izvesnih mogućnosti došli smo do sledećih rešenja:

#### **Oblik**

Pokušali smo sa nekoliko konstrukcija raznih veličina i oblika sudova te smo zaključili da je najpogodnije rešenje u obliku metalne čaše sa hermetičkim zatvaranjem pomoću poklopca.

#### **Hermetičko zatvaranje**

Postignuto je zatvaranjem poklopca sa navojem i zaptivanje sa klingerit termootpornom brtvom.

#### **Dimenzije**

Veličina čaše je izvedena za količinu probe mleka od 1 do 5 ml. Prvi pokušaji su bili sa nešto većom čašom. Posle ispitivanja i analiza konačno je izvršeno dimenzioniranje čaše kao što sledi:

— prečnik (spoljni)	Ø 40 mm
— prečnik (unutrašnji)	Ø 33 mm
— visina (bez poklopca)	18 mm
— visina sa poklopcem	26,5 mm
— visina sa brtvom	28,0 mm
— dubina čaše	14,3 mm
— debljina zida	3,5 mm
— zapremina zatvorene čaše (prostor u kome se nalazi mleko)	8 cm <sup>3</sup>
— težina čaše	57,4 g
— količina vode koja se otpari u čaši iz 2 ml uzorka	0,015 g

### Materijal

Čaša je izrađena od valjanog aluminijuma.

### Ispitivanje čaše

Ispitivanja brzine zagrevanja čaše sa i bez mleka izvedena su pod raznim uslovima.

Rezultati su dobiveni termografisanjem u termostatu sa temperaturom 140, 150 i 160 °C. Čaše su zagrevane prazne i sa 1, 2, 3, 4 i 5 ml mleka. Prazne čaše (bez mleka) se sporije zagrevaju na 140 i 150 °C, a brže na 160 °C u odnosu na čaše sa mlekom.

S aspekta metodologije određivanja termostabilnosti mleka naročito je važno vreme zagrevanja do 140 °C. Tako se može utvrditi da se 2 ml mleka i čaša zagreju na 140 °C na pojedinim temperaturama grejanja za sledeće vreme:

Temperatura grejanja (termostata), °C	Vreme (s) potrebno da se postigne 140 °C u čaši sa 2 ml. mleka
140	630
145	510
150	420
155	370
160	330

### Komparativna ispitivanja termostabilnosti pomoću kapilare i čašice

Pod uslovom zagrevanja čašice sa 2 ml mleka na 150 °C dobivena termostabilnost u potrebnom vremenu za termokoagulaciju probe se razlikuje od onog vremena koje se dobija kapilarom. U tabeli 1 su prikazani rezultati komparativnih ispitivanja. Prosečna apsolutna termostabilnost (u kapilari) na 140 °C iznosila je 341 s, a sa čašom na 150 °C 610 s. Razlika je iznosila 269 s. Ova razlika nastaje kao posledica različite brzine zagrevanja, odnosno potrebnog vremena da se postigne temperatura 140 °C. Kod ispitivanja sa kapilarom mleko se u toku nekoliko sekundi zagreje na 140 °C, odnosno čim se uroni kapilara u parafin na toj temperaturi.

Posebno izvedeni ogledi na utvrđivanju termostabilnosti sirovog mleka metodom čašice prikazani su u tabeli 2. Zbirno mleko, mešano od večernje i jutarnje muže i hlađeno na 4 °C imalo je termostabilnost 596 s, pri kiselosti



**Čašica za određivanje termostabilnosti mleka**

6,65 °SH, i alkoholnoj probi 76%. Isto mleko koje je čuvano na 4 °C u toku narednih 24 h imalo je smanjenu termostabilnost koja je iznosila 506 s, pri povećanoj kiselosti na 7,4 °SH i smanjenoj alkoholnoj probi na 68%.

**Tabela 1**

**Srednja vrednost za termostabilnost zbirnog sirovog mleka**

Ogledi n = 24	Kiselost °SH	Alkohol proba (% al)	pH	Termost. na 140 °C (kapilara) (s)	Termost. na 150 °C (čaša) (s)	Razlika (s)
$\bar{x}$	6,78	76,75	6,7	345	609,58	264,53

**Tabela 2**

**Termostabilnost zbirnog sirovog mleka**

Broj ogleda n = 8	Starost mleka (dani)	Kiselost °SH	Alkoholna proba (% al.)	pH	Termostab. na 150 °C (čašica) (s)
$\bar{x}$	1	6,65	76,06	6,72	596,25
x	2	7,4	67,88	6,74	506,25

**Postupak za određivanje termostabilnosti mleka pomoću čašice**

U aluminijumsku čašu se odmeri pipetom 2 ml mleka. Zatim se čaša hermetički zatvori. Određivanje termostabilnosti se vrši u termostatu, »Sterimatic

ST-11« proizvodnje Instrumentarije Zagreb na 150 °C za određeno vreme. Prvo se utvrđuje grubo vreme izraženo u minutama u kome se grušalo mleko. Potom se u intervalu između minute u kojoj se mleko grušalo i one minute pre nje vrši ispitivanje na svakih 15 sec. Utvrđivanje grušavanja vršilo se tako da se posmatra sadržaj u čaši.

Ovim postupkom se utvrđuje termostabilnost mleka izražena u vremenu koje je potrebno da se mleko zgruša sa tačnošću  $\pm 7,5$  s. Mleko koje se ne koaguliše u toku 7 minuta smatra se da ima potrebnu termostabilnost za UHT sterilizaciju.

### Zaključak

Na osnovu prednjih ispitivanja mogu se izvesti sledeći zaključci:

1. Razrađen je postupak za rutinsko određivanje termostabilnosti mleka pomoću hermetično zatvorene čašice u termostatu sa prinudnom cirkulacijom zraka na 150 °C.

2. Date su konstrukcione i termičke karakteristike čašice.

3. Na osnovu komparativnih ispitivanja termostabilnosti metodom čašice prema standardnoj, referensnoj metodi kapilare utvrđeno je da se nova metoda može uspešno koristiti za rutinske svrhe. Utvrđeno je da se mleko koje ima veću termostabilnost od 7 minuta metodom čašice može smatrati kao pogodno za UHT sterilizaciju.

### Summary

*Different methods applied until now for thermostability investigation are not quite convenient for practical purposes. They are technically complicated, demand a lot of time and labor.*

*For routine examinations the authors have constructed the aluminium cup 8 cc volume. In this hermetically closed cup 2 ml raw milk is heated until 150 °C. The time of coagulation (thermostability) is determined by observation.*

*Milk coagulated for more than 7 min. is suitable — concludes the authors — for UHT sterilisation because of its satisfactory thermostability.*

### Literatura

1. DAVIS, D. T., WHITE, J. C. D. (1958): The relation between the chemical composition of milk and the stability of the caseinate complex. II Coagulation by ethanol. **J. Dairy Res.** 25 256—266.
2. FOX, P. F., MORRISSEY, P. A. (1977): The heat stability of milk. **J. Dairy Res** 44 627—646.
3. BELOUSOV, A. P., SUROVCEV, A. B., ROSSIHINA, G. A. (1971): Termoustoyčivost moloka i ee opredelenye. **Mol. prom.** 1 6—9.
4. METRO, F., DESMAZEAUD, M. J., CERF, O. (1979): Facteurs influant sur la validité de l'épreuve à l'alcool utilisée pour la sélection des laits à la chaleur. **Le lait** 59 (588) 431 448.
5. VUJIĆIĆ, I. F., VULIĆ, M., POPOVIĆ-VRANJEŠ, A., Effect of pretreatment on the heat stability of milk during UHT sterilization. -21st International Dairy Congr. Moscow, 1982.
6. VUJIĆIĆ, I. F., VULIĆ, M.: Korelacija između alkoholne probe i termostabilnosti mleka za uslove UHT sterilizacije. XXI Seminar za mljekarsku industriju, Zagreb 1983.
7. SCHARER, J. M.: Cit.: Metro et al (4).
8. DAVIS, D. T., WHITE, J. C. D. (1966): The stability of milk protein to heat. I Subjective measurement of heat stability of milk. **J. Dairy Res.** 33, 67.