

УДК 619:614.32:613.4

Приліпко Т.М.*доктор с.-г. наук, професор
Подільський державний аграрно-технічний університет
Кам'янець-Подільський, Україна
E-mail : vtl280726p@ukr.net***Букалова Н.В.¹***кандидат вет. наук, доцент***Богатко Н.М.¹***кандидат вет. наук, доцент,***Лясота В.П.¹***доктор вет.наук, професор**¹Білоцерківський національний аграрний університет
Біла Церква, Україна*

УДОСКОНАЛЕННЯ СПОСОБУ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ КАЛЬЦІЮ В МОЛОЦІ ТИТРОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

Анотація

В основу даних досліджень покладено завдання – вдосконалити спосіб визначення вмісту кальцію в молоці шляхом зміни кількості та концентрації реактивів при осадженні білкових речовин та кальцію у вигляді оксалату та відокремлення його. Отримані результати вирішуються тим, що беруть наважку молока в кількості 20,0–20,2 г та додають розчин трихлороцтової кислоти І з масовою концентрацією 25 % в кількості 20,0–20,2 см³, інтенсивно струшують упродовж 2–3 секунд та залишають відстоюватися упродовж 20–22 хвилин і потім фільтрують крізь фільтрувальний папір беззольний для отримання прозорого фільтрату. Потім у центрифужну циліндричну пробірку із заокругленим дном, місткістю близько 30 см³, поградуйованої до 20 см³ вносять піпеткою 4,0–4,2 см³ прозорого фільтрату, поступово додають 4,0–4,2 см³ розчину трихлороцтової кислоти ІІ з масовою концентрацією 15 %, 1,5–1,6 см³ розчину оксалату амонію з масовою концентрацією 60 %, 0,03–0,04 см³ розчину метилового червоного з масовою концентрацією 0,1 % та 1,5–1,6 см³ розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 22 %. Кількість використаного перманганату калію записують із точністю до 0,01 см³. Паралельно із визначенням здійснюють контрольний дослід, використовуючи 20,0–20,2 см³ дистильованої води замість досліджуваної проби молока. Проведеними дослідженнями визначено, що вміст кальцію у різних пробах молока був в межах норми згідно діючих стандартів в Україні. Спосіб базується на визначенні кількісних показників вмісту кальцію в молоці шляхом зміни кількості та концентрації реактивів при осадженні білків трихлороцтовою кислотою у досліджуваній пробі при виділенні фільтрату – оксалату кальцію та відокремленням його за допомогою розчинами оксалату амонію, метилового червоного, оцтової кислоти та центрифугуванням, промиванням, розчиненням на водяній бані і титруванням перманганатом калію до появи рожевого забарвлення.

Ключові слова: кальцій, молоко, методика, титрометричний метод, якість

Вступ. Велику питому вагу в структурі продовольчого ринку України займають молоко і продукти його переробки. Ринок молока і молокопродуктів є складовою структури продовольчого ринку будь-якої країни, без його розвитку не може бути стабільною економіка держави, її продовольча безпека, високий рівень життя населення.

Розв'язання комплексу проблем, пов'язаних із зміцненням продовольчої безпеки країни, передбачає дослідження характерних особливостей і тенденцій розвитку ринку продовольчих товарів, у тому числі підвищення якості молочної продукції.

Якість молока і продуктів його переробки характеризується різними параметрами, одні з яких піддаються виміру, інші – ні, але в цілому характеризують властивості споживчі, смакові чи естетичні.

Аналіз останніх досліджень та публікацій. Якість молока передусім визначає його хімічний склад і гігієнічну безпечність. Хімічний склад має вплив на витрати і економічну продуктивність переробки, гігієнічна безпечність визначає придатність до споживання. Практично цим визначаються найвищі цінності людини – життя і здоров'я [5]. Питаннями якості та фальсифікації молочних продуктів займаються такі науковці, як Дубініна А., Овчиннікова І., Коломієць Т., Малигіна В., Васильчак С., Донцова І., Присяжнюк М., Ремізова Н. та інші [1]

Мета досліджень – вдосконалення способу визначення вмісту кальцію в молоці шляхом зміни кількості та концентрації реактивів при осадженні білкових речовин та кальцію у вигляді оксалату.

Методологія дослідження. Об'єктами дослідження були проби молока. Вміст кальцію у досліджуваній пробі молока у % за масою обчислювали за формулою [6]. Результат представляли у вигляді числа до третього десяткового числа після коми.

Результати досліджень. Зміна кількості та концентрації реактивів при осадженні білкових речовин та кальцію у вигляді оксалату відокремлення його, додаючи до 20,0–20,2 г дослідної проби молока розчин трихлороцтової кислоти I з масовою концентрацією 25 % в кількості 20,0–20,2 см³, інтенсивно струшуючи та відстоюючи упродовж 20–22 хвилин і фільтруючи; потім до 4,0–4,2 см³ прозорого фільтрату додають 4,0–4,2 см³ розчину трихлороцтової кислоти II з масовою концентрацією 15 %, 1,5–1,6 см³ розчину оксалату амонію з масовою концентрацією 60 %, 0,03–0,04 см³ розчину метилового червоного з масовою концентрацією 0,1 % та 1,5–1,6 см³ розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 22 %, ретельно все перемішуючи та поступово додаючи розчин амонію I з масовою концентрацією 30 % в кількості 2–3 краплі до ледь жовтого кольору і 2–3 краплі розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 25 % до рожевого забарвлення; залишають відстоятися 3 години за температури 22–25 °C [9].

Потім додають до центрифужної пробірки дистильовану воду до досягнення об'єму 20,0–20,2 см³, у подальшому центрифугують за 2000 обертів/хв упродовж 5–6 хв, надосадову рідину відокремлюють, стінки пробірки змочують 5,0–5,2 см³ розчину амонію II з масовою концентрацією 1,0 % і знову центрифугують за 2000 обертів/хв упродовж 2–3 хв, видаляючи після цього надосадову рідину та додаючи до осаду оксалату кальцію 1,5–1,6 см³ розчину сірчаної кислоти з масовою концентрацією 25 % і 5,0–5,2 см³ дистильованої води та ставлячи на киплячу водяну баню (100 °C) до повного розчинення осаду і в подальшому розчинений оксалат кальцію титрують розчином перманганату калію з масовою концентрацією 0,008 моль/дм³ до появи рожевого забарвлення, підтримуючи сталу температуру розчину близько 60 °C та послідовним вирахуванням вмісту кальцію у % за формулою, що забезпечить достовірність результатів при визначенні вмісту кальцію в молоці [4, 6, 7].

Отримані результати вирішуються тим, що беруть наважку молока в кількості 20,0–20,2 г та додають розчин трихлороцтової кислоти I з масовою концентрацією 25 % в кількості 20,0–20,2 см³, інтенсивно струшують упродовж 2–3 секунд та залишають відстоюватися упродовж 20–22 хвилин і потім фільтрують крізь фільтрувальний папір беззольний для отримання прозорого фільтрату [2].

Потім у центрифужну циліндричну пробірку із заокругленим дном, місткістю близько 30 см³, поградуйованої до 20 см³ вносять піпеткою 4,0–4,2 см³ прозорого фільтрату, поступово додають 4,0–4,2 см³ розчину трихлороцтової кислоти II з масовою концентрацією 15 %, 1,5–1,6 см³ розчину оксалату амонію з масовою концентрацією

60%, 0,03–0,04 см³ розчину метилового червоного з масовою концентрацією 0,1 % та 1,5–1,6 см³ розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 22 %. Ретельно змішують, збовтуючи.

Поступово додають до суміші розчинів у центрифужній пробірці розчин амонію І з масовою концентрацією 30 % в кількості 2–3 краплі, поки суміш не набуде жовтого кольору.

Після цього додають 2–2 краплі розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 25 %, поки не з'явиться рожеве забарвлення. Залишають відстоятися упродовж 3 годин за температури 22–25 °С. Потім додають до центрифужної пробірки дистильовану воду до досягнення об'єму 20,0–20,2 см³, у подальшому центрифугують за 2000 обертів упродовж 5–6 хвилин. Надосадову рідину відокремлюють, видаляючи з центрифужної пробірки за допомогою пристрою для відсмоктування.

Стінки центрифужної пробірки змочують 5,0–5,2 см³ розчину амонію ІІ з масовою концентрацією 1,0 %. Слідкують за тим, щоб не зворушити осад оксалату кальцію. Центрифужну пробірку знову центрифугують за 2000 обертів упродовж 2–3 хвилин. Надосадову рідину знову видаляють за допомогою пристрою для відсмоктування. Потім двічі промивають осад дистильованою водою [1, 2, 8].

До осаду оксалату кальцію додають 1,5–1,6 см³ розчину сірчаної кислоти масовою концентрацією 25 % та 5,0–5,2 см³ дистильованої води. Центрифужну пробірку ставлять на кип'ячу водяну баню (100 °С) до повного розчинення оксалату кальцію. Розчинений оксалат кальцію титрують розчином перманганату калію з масовою концентрацією 0,008 моль/дм³ до появи рожевого забарвлення. Під час титрування підтримують сталу температуру розчину близько 60 °С.

Кількість використаного перманганату калію записують із точністю до 0,01 см³. Паралельно із визначенням здійснюють контрольний дослід, використовуючи 20,0–20,2 см³ дистильованої води замість досліджуваної проби молока [9].

Вміст кальцію у досліджуваній пробі молока у % за масою обчислюють за формулою: [6].

$$W = 0,4 \cdot (V - V_0) \cdot f / m, \quad (1)$$

W – вміст кальцію, виражений у відсотках за масою;

V – об'єм розчину перманганату калію, використаного для досліджуваної проби, см³.

V₀ – об'єм розчину перманганату калію, використаного для контрольного дослідження, см³.

m – маса досліджуваної проби молока, г

f – поправковий коефіцієнт для об'єму осаду, отриманого після осадження трихлороцтовою кислотою залежно від вмісту жиру в досліджуваній пробі молока.

Результат представляють у вигляді числа до третього десяткового числа після коми.

Таблиця 1. Показники вмісту кальцію, жиру та білка у різних пробах молока

№ з/п	Проби молока	Кількість проб	Показники		
			вміст кальцію, %	вміст жиру, %	вміст білка, %
1	Молоко з вмістом жиру від 3,5 до 4,5%	7	0,112±0,003	4,0±0,5	2,5±0,2
2	Молоко з вмістом жиру 3,0%	8	0,105±0,002	3,0±0,2	2,7±0,1
3	Молоко з вмістом жиру 2,0 %	6	0,101±0,002	2,0±0,2	3,0±0,2
4	Молоко з вмістом жиру 1,0 %	5	0,098±0,002	1,0±0,1	2,8±0,1

Проведеними дослідженнями визначено, що вміст кальцію у різних пробах молока був в межах норми згідно діючих стандартів в Україні.

Крім того, слід зазначити, що метод є ефективним та економним щодо приготування реактивів, а його результати дають конкретні кількісні показники за вмістом кальцію у молоці.

Висновки і перспективи. Спосіб базується на визначенні кількісних показників вмісту кальцію в молоці шляхом зміни кількості та концентрації реактивів при осадженні білків трихлороцтовою кислотою у досліджуваній пробі при виділенні фільтрату – оксалату кальцію та відокремленням його за допомогою розчинами оксалату амонію, метилового червоного, оцтової кислоти та центрифугуванням, промиванням, розчиненням на водяній бані і титруванням перманганатом калію до появи рожевого забарвлення.

*Дата надходження статті до редакції: 15.09.2020
Рецензування 04.11.2020 Прийняття в друк: 22.12.2020*

Список літературних джерел

1. Дубініна А. А., Овчиннікова І. Ф., Дубініна С. О. та ін. Методи визначення фальсифікації товарів. Підручник. Київ : «Видавничий дім «Професіонал», 2010. 272 с.
2. Молоко коров'яче – сировина. Технічні умови: ДСТУ 3662:2015. [Чинний від 08.10.2017 р.]. Київ : Мінекономрозвитку України, 2017. 12 с. (Національний стандарт України).
3. Молоко. Визначення вмісту азоту. Частина 2. Метод із використанням блоку для спалювання (макрометод): ДСТУ ISO 8968-2:2005. Київ : Держспоживстандарт України, 2008. 10 с. (Національний стандарт України).
4. Молоко. Визначення вмісту кальцію титриметричним методом: ДСТУ ISO 12081:2004. Київ : Держспоживстандарт України, 2006. 5 с. (Національний стандарт України).
5. Донцова І.В. Дослідження проблем якості питного молока [http:// www. nbuv. gov. ua/ portal/natural/Otkhv/2012_28/Doncova.pdf](http://www.nbuv.gov.ua/portal/natural/Otkhv/2012_28/Doncova.pdf)
6. Довідник мікробіологічних методів дослідження харчових продуктів і кормів для тварин згідно з міжнародними стандартами / В.М. Івченко, В.В. Шарандак, О.І. Горбатюк та ін. Біла Церква, 2006. 264 с.
7. Гігієна молока і молочних продуктів. Частина 1. Гігієна молока: Підручник / [І.В. Яценко, Н.М.Богатко, Н.В.Букалова та ін.]. Харків : Діса плюс, 2016. 416 с.
8. Постанова ЄС 178/2002 Встановлення загальних принципів і вимог харчового Законодавства, створених Європейською Владою Безпеки харчових продуктів і встановлення принципів з питань нешкідливості харчових продуктів.
9. Bogatko, N. M., Bukalova, N. V., Lyasota, V. P., Artemenko L. P., Bogatko, L. M., Bakhu., T.M., Prilipko, T. M., Zabarna, I. V., Savchuk, L. B., Tkachuk, S. A. Some indices' determination of raw and pasteurized cow milk by ukrainian manufacturers using unique express methods Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences (JMBFS) August – September 2019, vol. 9, no. 1 MAIN WEB SITEISSUE // www.fbp.uniag.sk

Prylipko T.M.¹

Dr. Sc. in Agriculture, Professor

E-mail: vil280726p@ukr.net

Bukalova N.V.²

Ph.D. in Veterinary, Associate Professor

Bogatko N.M.²

Ph.D. in Veterinary, Associate Professor,

Lyasota V.P.²

Dr. Sc. in Veterinary, Professor

¹ *State Agrarian and Engineering University in Podilya
Kamianets-Podilskyi, Ukraine*

² *Bila Tserkva National Agrarian University, Bila Tserkva, Ukraine*

IMPROVING THE METHOD OF DETERMINING THE CALCIUM CONTENT IN MILK BY TITROMETRIC METHOD

Abstract

These studies are based on the task - to improve the method of determining the calcium content in milk by changing the amount and concentration of reagents in the precipitation of protein and calcium in the form of oxalate and its separation. The results obtained are solved by taking a portion of milk in the amount of 20.0-20.2 g and add a solution of trichloroacetic acid I with a mass concentration of 25% in the amount of 20.0-20.2 cm³, shake vigorously for 2-3 seconds and leave stand for 20-22 minutes and then filter through ashless filter paper to obtain a clear filtrate. Then 4.0-4.2 cm³ of clear filtrate is pipetted into a centrifugal cylindrical tube with a rounded bottom with a capacity of about 30 cm³, graduated to 20 cm³, and 4.0-4.2 cm³ of trichloroacetic acid II solution with a mass concentration of 15% is gradually added., 1.5-1.6 cm³ of ammonium oxalate solution with a mass concentration of 60%, 0.03-0.04 cm³ of methyl red solution with a mass concentration of 0.1% and 1.5-1.6 cm³ of acetic acid solution with a mass concentration of 60% concentration of 22% .. The amount of potassium permanganate used is recorded to the nearest 0.01 cm³. In parallel with the determination, a control experiment is performed using 20.0-20.2 cm³ of distilled water instead of the tested milk sample. Studies have shown that the calcium content in various milk samples was within the norm according to current standards in Ukraine. The method is based on the determination of quantitative indicators of calcium content in milk by changing the amount and concentration of reagents during precipitation of proteins with trichloroacetic acid in the test sample during isolation of calcium oxalate filtrate and its separation by solutions of ammonium oxalate, methyl red, acetic acid, acetic acid, acetic acid in a water bath and titration with potassium permanganate until pink.

Keywords: calcium, milk, method, titrometric method, quality

References

1. Dubinina, A.A., Ovchinnikova, I.F., Dubinina, S.O. et al. (2010). Methods for determining counterfeiting of goods. Textbook. Kyiv: Professional Publishing House.
2. National standard of Ukraine Cow's milk - raw material. Technical conditions: DSTU 3662: 2015. (2017). Kyiv: Ministry of Economic Development of Ukraine.
3. Milk. Determination of nitrogen content. Part 2. Method using a combustion unit (macromethod): DSTU ISO 8968-2: 2005 (2008). Kyiv: Derzhspozhyvstandart Ukrainy.
4. Milk. Determination of calcium content by titrometric method: DSTU ISO 12081: 2004. Kyiv: Derzhspozhyvstandart Ukrainy, 2006. 5 p. (National standard of Ukraine).
5. Dontsova, I.V. Research of problems of quality of drinking milk http://www.nbu.gov.ua/portal/natural/Otkhv/2012_28/Doncova.pdf
6. Ivchenko, V.M., Sharandak, V.V., Gorbatyuk, O.I. et al. (2006). Handbook of microbiological methods for the study of food and animal feed in accordance with international standards. Bila Tserkva.
7. Yatsenko, I.V., Bogatko, N.M., Bukalova N.V. et al. (2016). Hygiene of milk and dairy products. Part 1. Hygiene of milk: Textbook /. Kharkiv: Disa Plus.
8. EU Regulation 178/2002 Establishment of general principles and requirements of food legislation established by the European Food Safety Authority and establishment of principles on food safety.
9. Bogatko, N.M., Bukalova, N.V., Lyasota, V.L., Artemenko L.P., Bogatko, L.M., ...Tkachuk, S.A. (2019). Some indices' determination of raw and pasteurized cow milk by ukrainian manufacturers using unique express methods Journal of Microbiology, Biotechnology and Food Sciences (JMBFS) August – September 2019, vol. 9, no. 1 MAIN WEB SITEISSUE //www.fbp.uniag.sk

Received 09/15/2020

Revision: 11/04/2020 Accepted: 12/22/2020