

ВПЛИВ ЗОВНІШНІХ ФАКТОРІВ НА ТОЧНІСТЬ РЕЗУЛЬТАТІВ АНАЛІЗІВ

Л.А.Млечко, ІПДО НУХТ

Одна з основних проблем молочної промисловості в Україні – це якість молока-сировини. Розроблено та впроваджено новий стандарт на молоко, що заготовляється (ДСТУ 3662-97), який передбачає підвищені вимоги до органолептичних, фізико-хімічних та мікробіологічних показників та гарантування його якості і безпеки. Для забезпечення необхідно систематично контролювати ці показники.

Останнім часом для визначення якісних показників молока пропонується багато приладів, які ґрунтуються не на прямих методах, а на використанні деяких фізичних властивостей молока. Такі прилади мають певні переваги перед традиційними методами, оскільки дозволяють значно прискорити визначення тих чи інших параметрів, менш трудомісткі, не потребують використання складних реактивів та інші. Але вони мають і певні недоліки. Так, результати таких досліджень нестабільні, прилади потребують постійного догляду та налагодження. Але основне - це те, що отримані показники вимірювань можуть бути використані для міжцехових розрахунків, а в стосунках між підприємствами основу складають традиційні хімічні методи визначення. Вони дають більш точні, стабільні показники, проводяться за стандартними методиками. Тобто, незважаючи на використання фізичних методів, актуальність хімічних залишається безперечною. Тим більше, що фізичні методи контролю (з допомогою різних приладів) згідно з діючим ДСТУ 3662-97 поки що не передбачена. Щоправда, хімічні методи потребують дотримання певних умов, які не завжди зазначені в стандартах, але значно впливають на точність результатів вимірювань.

Нижче наведено перелік деяких з таких факторів, які впливають на точність результатів досліджень при визначенні основних параметрів молока – густини, кислотності та вмісту жиру, та аналіз наслідків недотримання умов проведення аналізів.

Визначення густини молока

1. *Наявність у молоці механічних домішок.* Це спостерігається при порушенні санітарно-гігієнічних умов одержання молока та його первинної обробки.
2. *Дослідження проб свіжовидоєного неохолодженого молока раніше, ніж через 2 години після доїння.* Густина свіжовидоєного молока нижча, ніж через декілька годин після доїння. Це пояснюється тим, що у парному молоці в розчиненому стані знаходиться багато газів, особливо вуглекислоти, і жир у рідкому стані. Через дві години або при охолодженні до температури $(20 \pm 2) ^\circ\text{C}$ з молока виходить частина газів, а жир з рідкого стану переходить у твердий.

3. *Надто низька (менше 10⁰С) або висока (більше 25⁰С) температура молока.* Для отримання більш точних результатів необхідно встановити температуру молока (20 ± 2)⁰С. Причому, пробу молока потрібно спочатку підігріти до температури (35-40)⁰С, витримати при цій температурі протягом 5 хв., потім охолодити до (20 ± 2)⁰С і лише після цього визначити густину. Якщо ж охолоджену до низької температури пробу молока підігріти лише до (20 ± 2)⁰С, то результати вимірювання будуть завищені.
4. *Недостатнє або дуже інтенсивне перемішування молока перед проведенням аналізу.* Це призводить до утворення жирових скупчень (грудочок) і повітряних кульок. Проби потрібно перемішувати, повільно перевертаючи або переливаючи із однієї посудини в іншу 3-4 рази та не допускаючи утворення піни.
5. *Недостатньо чистий ареометр.* Промивати і споліскувати ареометр потрібно водою з температурою не вище 35⁰С.
6. *Ареометр торкається стінок циліндра.* Це спостерігається, коли циліндр встановлено на нерівній поверхні або ж він малого діаметру.

Визначення вмісту жиру

1. *Порушення правил відбору, зберігання та підготовки проби до аналізу.* Тривале зберігання проб у відкритих ємкостях призводить до випаровування частини вологи і збільшення кількості жиру у пробі. Залишки води в ємкостях для відбору проб знижують вміст жиру в молоці.
2. *Погрішності калібровки жиромірів.* При підозрі на неправильність калібровки жироміри потрібно звірити з контрольним жироміром шляхом порівнянням вмісту жиру в одній і тій же пробі.
3. *Наявність у сірчаній кислоті домішок, які переходять у жир.* Кислоту необхідно перевірити за методикою визначення вмісту жиру в молоці, при цьому замість молока беруть дистильовану воду, яку в першу чергу заливають у жиромір.
4. *Сірчана кислота зайве міцна або слабка.* Сірчана кислота повинна мати густину від 1,81 до 1,82 г/см³. При використанні кислоти з меншою густиною (нижче 1,81 г/см³) показники вмісту жиру в молоці будуть занижені. Сірчана кислота з густиною вище 1,82 г/см³ викликає енергійне згоряння білків молока. Внаслідок цього утворюється чорна рідина і точно визначити вміст жиру неможливо.
5. *Якість та кількість ізоамілового спирту.* При наявності в ізоаміловому спирті домішок, які переходять у жир, результати вимірювання будуть завищені. Зайва кількість ізоамілового

спирту, доданого при проведенні аналізу, може збільшити об'єм жиру внаслідок того, що має невелику розчинність і переходить у жир. Недостатня кількість ізоамілового спирту (менше 1 мл) призводить до неповного виділення жиру з молока, утворення рихлого осаду в нижній частині стовпчика жиру, що знижує результати вимірювання. Густина ізоамілового спирту при температурі 20 °С повинна бути (0,810 – 0,812) г/см³. Використання спирту з меншою густиною веде до утворення недостатньої кількості аміло-сірчаного ефіру, який сприяє кращому розчиненню жиру в реактивній рідині, і жирність молока при цьому знижується. Те ж саме буде, якщо в жиромір після ізоамілового спирту додають декілька крапель води. При цьому жирність молочного продукту також знижується.

6. *Недостатнє перемішування продукту перед проведенням аналізу.* Результат може бути неточним. Перед початком аналізу пробу потрібно старанно перемішати, переливаючи з однієї посудини в іншу 3-4 рази, не допускаючи утворення піни.
7. *Порушення порядку проведення аналізу.* Якщо влити в жиромір спочатку молоко, а потім кислоту, то суміш сильно нагрівається і нерівномірно розчиняється. Це може призвести до того, що вузька частина жироміра буде заблокована нерозчинним молоком і визначити вміст жиру в пробі буде неможливо. Якщо змішати спирт з кислотою, то крім аміло-сірчаного ефіру утворюється ряд нерозчинних сполук, які призводять до неточності отриманих результатів аналізу. Крім того, передчасна хімічна реакція порушує нормальний хід аналізу, що може також призвести до отримання недостовірних результатів.
8. *Швидкість витікання молока із піпетки.* Молоко повинно витікати з піпетки протягом 8 –10 сек. При цьому кінчиком піпетки торкаються внутрішньої поверхні жироміра біля основи горловини. Піпетку потрібно тримати під кутом 45 °. Слідкують за тим, щоб рідини не змішувались. Після витікання молока з піпетки її тримають ще, не відриваючи від стінки, протягом 3 сек. Залишки молока з піпетки не видувають та не струшують в жиромір.
9. *Використання жиромірів нестандартної ємкості.* В цих жиромірах важко вести підрахунок жиру. Загалом потрібно уникати використання нестандартних жиромірів. Якщо ж з якихось причин визначення жиру проводиться в них, то дозволяється додавати декілька крапель сірчаної кислоти, щоб стовпчик жиру при відліці знаходився в межах шкали жироміру. Не можна додавати воду, оскільки при цьому знижується концентрація кислоти, і жирність молока визначається невірно. Те ж саме буде, якщо жиромір після миття не просушують, а відразу наливають сірчану кислоту.

10. *Неповне змішування молока, кислоти та ізоамілового спирту в жиромірах.* Внаслідок цього шар жиру буде мутний, підрахунок результату аналізу вести важко. Жироміри потрібно струшувати до повного розчинення білка, потім перевернути 4-5 разів і почекати, поки кислота з вузької частини жироміру повністю змішається з усім розчином.
11. *Підрахунок вмісту жиру на шкалі жироміра при температурі нижче 63 або вище 67 °С.* При відрахунку вмісту жиру за температури нижче 63 °С стовпчик жиру має менший об'єм, ніж передбачено стандартом, і результат аналізу буде занижений. За температури вище 67 °С стовпчик жиру має більший об'єм і результат визначення жиру завищується. Потрібно також зазначити, що наявність центрифуги з підігрівом не виключає використання водяної бані, оскільки температура підігріву в центрифугі не завжди відповідає температурним режимам, передбаченим вимогами стандарту, і це призводить до похибки в результатах аналізів у більшу чи меншу сторону.
12. *Недостатня швидкість обертання центрифуги (менше 1000 об/хв..) та скорочення часу центрифугування.* Зниження числа обертів центрифуги та скорочення часу центрифугування спричиняють неповне виділення жиру, в результаті чого вміст жиру в пробі молока буде занижений.
13. *Використання брудної сірчаної кислоти або надто міцної (з концентрацією вищою, ніж передбачено стандартом).* При цьому під стовпчиком жиру спостерігається наявність бурочорної смуги (пробки), що утруднює правильне визначення результату аналізу.
14. *Стовпчик жиру не чітко відокремлений від рідини.* Результат вимірювання може бути занижений, оскільки таке явище спостерігається, якщо жиромір нагрівали у водяній бані при низькій температурі, або центрифугували з недостатньою швидкістю чи скоротили час центрифугування. В такому випадку необхідно вміст жироміра перемішати та повторити аналіз.
15. *Затримка жиру в конічній частині жироміра..* Може призвести до заниження вмісту жиру в пробі молока. Спостерігається, коли стовпчик жиру знаходиться надто високо і частково або повністю жир заповнює конічну частину жироміра або якщо при регулюванні стовпчика жиру пробку сильно закручують. В таких випадках після регулювання потрібно дати жиру повністю витекти з конічної частини (у водяній бані) і після цього визначити вміст жиру.
16. *Тривалий час відліку показників жироміру.* Після виймання жироміра з водяної бані відлік поділок на його шкалі, які визначають вміст жиру в молоці, потрібно проводити швидко, не допускаючи охолодження жироміра. Шкала швидко

оохолоджується і результати вимірювання будуть занижені. Особливо це важливо при проведенні досліджень в зимовий час в холодних приміщеннях. При повторних відліках жиру в одному і тому ж жиромірі його кожен раз потрібно занурювати у водяну баню з температурою $(65 \pm 2) ^\circ\text{C}$ не менше, ніж на 3 хв.

Визначення кислотності молока

1. *Зайва або недостатня кількість води, доданої при титруванні.* Додавання більше, ніж 20 мл дистильованої води, призводить до заниження показників. Недостатня кількість води завищує кислотність молока.
2. *Титрування проб свіжовидоєного молока раніше, ніж через 2 години після видоювання.* Результати титрування будуть завищені, оскільки молоко насичене вуглекислотою.
3. *Швидкість титрування.* Занадто швидке титрування призводить до отримання занижених результатів.
4. *Значна різниця в температурі суміші (молока і води), яку титрують.* Температура суміші повинна бути близько $20 ^\circ\text{C}$. Таку ж температуру повинен мати і розчин лугу. При титруванні молока, охолодженого до температури нижче $10 ^\circ\text{C}$, кислотність молока буде завищена. Якщо ж температура молока значно перевищує $20 ^\circ\text{C}$, кислотність буде заниженою.
5. *Неправильне приготування та зберігання реактивів, які використовуються при визначенні кислотності молока.*
6. *Неправильне приготування та тривале зберігання контрольного еталону кольору.* Еталон придатний для роботи протягом 8-10 годин. Для більш тривалого зберігання еталона до нього можна додати одну краплю фенолфталеїну. Але користуватись контрольним розчином потрібно не більше доби за умови наявності у нього стійкого кольору.
7. *Швидкість визначення результату титрування.* Титрування проводять до появи світло-рожевого забарвлення, яке не зникає протягом 1 хв. і відповідає контрольному еталону кольору. Лише після цього починають відлік кількості лугу, який витрачений на проведення аналізу. При недостатній витримці зразка після досягнення необхідного кольору (менше 1 хв.), або не досягненні необхідного забарвлення кислотність буде занижена.

Література:

1. Методичні рекомендації по одержанню високоякісного молока на фермах та промислових комплексах // Київ: Міністерство сільського господарства УРСР, 1980.
2. Состав и свойства молока как сырья для молочной промышленности /Справочник // Москва: Агропромиздат, 1986.

