



ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

УКРАЇНА

(19) UA

(11) 81818

(13) U

(51) МПК

G01N 33/04 (2006.01)

(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки: **u 2013 01252**

(22) Дата подання заявки: **04.02.2013**

(24) Дата, з якої є чинними
права на корисну
модель: **10.07.2013**

(46) Публікація відомостей
про видачу патенту: **10.07.2013, Бюл.№ 13**

(72) Винахідник(и):

**Богатко Надія Михайлівна (UA),
Букалова Наталія Володимирівна (UA),
Мазур Тетяна Григорівна (UA),
Голуб Ольга Юріївна (UA),
Журбенко Ірина Олександрівна (UA),
Пашкіна Альона Федорівна (UA)**

(73) Власник(и):

**Богатко Надія Михайлівна,
вул. Академіка Вула, 6, кв. 97, м. Біла
Церква, Київська обл., 09100 (UA),
Букалова Наталія Володимирівна,
вул. Героїв Чорнобиля, 5, кв. 34, м. Біла
Церква, Київська обл., 09100 (UA),
Мазур Тетяна Григорівна,
бул. Перемоги, 150, кв. 35, м. Біла Церква,
Київська обл., 09100 (UA),
Голуб Ольга Юріївна,
вул. Комсомольська, 45, кв. 334, м. Біла
Церква, Київська обл., 09100 (UA),
Журбенко Ірина Олександрівна,
вул. Ломоносова, 4, кв. 31, м. Миколаїв,
54040 (UA),
Пашкіна Альона Федорівна,
вул. Щорса, 85-а, кв. 50, м. Біла Церква,
Київська обл., 09100 (UA)**

(54) СПОСІБ ВДОСКОНАЛЕННЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ КАЛЬЦІЮ В МОЛОЦІ ТИТРОМЕТРИЧНИМ МЕТОДОМ

(57) Реферат:

Спосіб вдосконалення визначення вмісту кальцію в молоці титрометричним методом включає визначення 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 відокремленні його за допомогою розчинів оксалату амонію, метилового червоного, оцтової кислоти та центрифугуванням, промиванням, розчиненням на водяній бані і титруванням перманганатом калію до появи рожевого забарвлення.

UA 81818 U

Корисна модель належить до сільського господарства, зокрема до ветеринарної медицини, і може бути використана для визначення вмісту кальцію в молоці у виробничих лабораторіях потужностей з переробки молока та в державних лабораторіях ветеринарної медицини та у лабораторіях ветсанекспертизи на агропродовольчих ринках. За результатами цього методу можна отримати кількісні значення при оцінці якості молока та молочної сировини при виготовленні молочних продуктів.

Аналогом корисної моделі є метод визначення вмісту азоту в молоці з використанням блока для спалювання з додаванням концентрованої сірчаної кислоти, сульфату калію та сульфату міді, як каталізатора для перетворення азоту органічних сполук проби на сульфат амонію [1]. Недоліком даного методу є те, що він громіздкий, довготривалий, та необхідно мати спеціальний блок для спалювання, а також метод дає похибку у визначеннях від 15 до 20 %.

Прототипом корисної моделі є титрометричний метод визначення вмісту кальцію в молоці [2], в якому осаджують білкові речовини молока трихлороцтовою кислотою, отримуючи фільтрат кальцію у вигляді оксалату кальцію та відокремлюють його центрифугуванням та титрують розчином калію перманганату і в подальшому його вміст вираховують за формулою. Недоліком даного методу є те, що розчини трихлороцтової кислоти I та II, розчин оксалату амонію готуються у великій кількості, низької концентрації і нестійкі. Крім цього даний метод дає похибку у 10-15 % під час проведення аналізу та вирахування вмісту кальцію у молоці.

В основу даної корисної моделі поставлено задачу 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, 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 °С. 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 воді баню (100 °С) 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 °С та послідовним вирахуванням вмісту кальцію у % за формулою, що забезпечить достовірність результатів при визначенні вмісту кальцію в молоці.

Задача корисної моделі вирішується 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. 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 I 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 II 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.

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 °C) 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 °C.

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.

Вміст кальцію у досліджуваній пробі молока у % за масою обчислюють за формулою:

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

де W - вміст кальцію, виражений у відсотках за масою;

V - об'єм розчину перманганату калію, використаного для досліджуваної проби, см³;

V_0 - об'єм розчину перманганату калію, використаного для контрольного дослід, см³;

m - маса досліджуваної проби молока, г;

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

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

Етапи вирішення даної задачі наведено у нижчезазначених прикладах.

Приклад 1. Для розробки методу використовують наважку молока в кількості 20,0-20,2 г та додають розчин трихлороцтової кислоти I з масовою концентрацією 20 % в кількості 18,0-18,2 см³, інтенсивно струшують упродовж 2-3 секунд та залишають відстоюватися упродовж 30-32 хвилин і потім фільтрують крізь фільтрувальний папір беззолний для отримання прозорого фільтрату. Потім у центрифужну циліндричну пробірку із заокругленим дном, місткістю близько 30 см³, поградуйовану до 20 см³ вносять піпеткою 4,5-4,7 см³ прозорого фільтрату, поступово додають 5,0-5,2 см³ розчину трихлороцтової кислоти II з масовою концентрацією 12 %, 2,0-2,2 см³ розчину оксалату амонію з масовою концентрацією 50 %, 0,01-0,02 см³ розчину метилового червоного з масовою концентрацією 0,05 % та 1,5-1,6 см³ розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 10 %. Ретельно змішують, збовтуючи. Поступово додають до суміші розчинів у центрифужній пробірці розчин амонію I з масовою концентрацією 20 % в кількості 1-3 краплі, поки суміш не набуде жовтого кольору. Після цього додають 2-3 краплі розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 15 %, поки не з'явиться рожеве забарвлення. Залишають відстоюватися упродовж 4 годин за температури 18-20 °C.

Потім додають до центрифужної пробірки дистильовану воду до досягнення об'єму 22,0-22,2 см³, у подальшому центрифугують за 1400 обертів упродовж 8-9 хвилин. Надосадову рідину відокремлюють, видаляючи з центрифужної пробірки за допомогою пристрою для відсмоктування. Стінки центрифужної пробірки змочують 4,0-4,2 см³ розчину амонію II 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.

До осаду оксалату кальцію додають 3,0-3,2 см³ розчину сірчаної кислоти масовою концентрацією 15 % та 4,0-4,2 см³ дистильованої води. Центрифужну пробірку ставлять на кип'ячу водяну баню (80 °C) до повного розчинення оксалату кальцію на 7-8 хв. Розчинений оксалат кальцію титрують розчином перманганату калію з масовою концентрацією 0,006 моль/дм³ до появи рожевого забарвлення. Під час титрування підтримують сталу температуру розчину близько 60 °C.

Кількість використаного перманганату калію записують із точністю до 0,01 см³. Паралельно із визначенням здійснюють контрольний дослід, використовуючи 18,0-18,2 см³ дистильованої води замість досліджуваної проби молока.

Вміст кальцію у досліджуваній пробі молока у % за масою обчислюють за формулою (1).

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

Приклад 2. Для розробки методу використовують наважку молока в кількості 20,0-20,2 г та додають розчин трихлороцтової кислоти I з масовою концентрацією 22 % в кількості 25,0-25,2 см³, інтенсивно струшують упродовж 2-3 секунд та залишають відстоюватися упродовж 25-26 хвилин і потім фільтрують крізь фільтрувальний папір беззолний для отримання прозорого фільтрату. Потім у центрифужну циліндричну пробірку із заокругленим дном, місткістю близько

30 см³, поградуйовану до 20 см³ вносять піпеткою 5,0-5,2 см³ прозорого фільтрату, поступово додають 6,0-6,2 см³ розчину трихлороцтової кислоти II з масовою концентрацією 10 %, 2,5-2,7 см³ розчину оксалату амонію з масовою концентрацією 30 %, 0,01-0,02 см³ розчину метилового червоного з масовою концентрацією 0,05 % та 2,0-2,2 см³ розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 15 %. Ретельно змішують, збовтуючи. Поступово додають до суміші розчинів у центрифужній пробірці розчин амонію I з масовою концентрацією 15 % в кількості 3-4 краплі, поки суміш не набуде жовтого кольору. Після цього додають 2-3 краплі розчину оцтової кислоти з масовою концентрацією 10 %, поки не з'явиться рожеве забарвлення. Залишають відстоятися упродовж 3 годин за температури 20-22 °С.

Потім додають до центрифужної пробірки дистильовану воду до досягнення об'єму 21,0-21,2 см³, у подальшому центрифугують за 2000 обертів упродовж 5-7 хвилин. Надосадову рідину відокремлюють, видаляючи з центрифужної пробірки за допомогою пристрою для відсмоктування. Стінки центрифужної пробірки змочують 6,0-6,2 см³ розчину амонію II з масовою концентрацією 1,0 %. Слідкують за тим, щоб не зворушити осад оксалату кальцію. Центрифужну пробірку знову центрифугують за 2000 обертів упродовж 3-4 хвилин. Надосадову рідину знову видаляють за допомогою пристрою для відсмоктування. Потім двічі промивають осад дистильованою водою.

До осаду оксалату кальцію додають 2,5-2,7 см³ розчину сірчаної кислоти масовою концентрацією 20 % та 4,5-4,7 см³ дистильованої води. Центрифужну пробірку ставлять на кип'ячу водяну баню (95 °С) до повного розчинення оксалату кальцію на 6-7 хв. Розчинений оксалат кальцію титрують розчином перманганату калію з масовою концентрацією 0,004 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.

Вміст кальцію у досліджуваній пробі молока у % за масою обчислюють за формулою (1).

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

Приклад 3. Для розробки методу використовують 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. Потім у центрифужну циліндричну пробірку із заокругленим дном, місткістю близько 30 см³, поградуйовану 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 I з масовою концентрацією 30 % в кількості 2-3 краплі, поки суміш не набуде жовтого кольору. Після цього додають 2-3 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 II 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.

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 на 3-5 хв. 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.

Вміст кальцію у досліджуваній пробі молока у % за масою обчислюють за формулою (1).

Результат представляють у вигляді числа до третього десяткового числа після коми.
Порівняльна оцінка результатів випробування вищезазначених способів вдосконалення визначення вмісту кальцію в молоці до прототипу наведені в таблиці 1.

Таблиця 1

Порівняння методів визначення вмісту кальцію в молоці до прототипу

№ п/п	Показники, що порівнюються	Прототип	Приклади		
			1	2	3
1	2	3	4	5	6
1.	Складові методу:				
	Маса проби, г	20,0	18,0-18,2	20,0-20,2	20,0-20,2
	Розчин три хлороцтової кислоти I:				
	концентрація, %	20,0	20,0	22,0	25,0
	кількість, см ³	30,0	30,0-30,2	25,0-25,2	20,0-20,2
	Час струшування, с	2	2-3	2-3	2-3
	Час відстоювання, хв.	30	30-32	25-26	20-22
	Час фільтрування, хв.	4-6	4-6	4-6	4-6
2.	Осадження кальцію у вигляді оксалату.				
	Кількість фільтрату, см ³	5,0	4,5-4,7	5,0-5,2	4,0-4,2
	Додавання реактивів:				
	Розчин три хлороцтової кислоти II:				
	концентрація, %	12,0	12,0	10,0	15,0
	кількість, см ³	5,0	5,0-5,2	6,0-6,2	4,0-4,2
	Розчин оксалату амонію насичений:				
	концентрація, %	40,0	50,0	30,0	60,0
	кількість, см ³	2,0	2,0-2,2	2,5-2,7	1,5-1,6
	Розчин метилового червоного:				
	концентрація, %	0,05	0,05	0,05	0,1
	кількість, см ³	0,02	0,01-0,02	0,01-0,02	0,03-0,04
	Розчин оцтової кислоти:				
	концентрація, %	20,0	10,0	15,0	22,0
	кількість, см ³	7 0	1,5-1,6	2,0-2,2	1,5-1,6
	Час змішування, хв.	1-2	1-2	1-2	1-2
3	Додавання до суміші розчинів.				
	Розчин амонію I:				
	концентрація, %	25,0	20,0	15,0	30,0
	кількість, в краплях	4-6	1-3	3-4	2-3
	Розчин оцтової кислоти:				
	концентрація, %	20,0	15,0	10,0	25,0
4.	Експозиція відстоювання, год.	4,0	4,0	3,0	3,0
	Температура, °C	20-22	18-20	20-22	22-25
5.	Додавання дистильованої води до досягнення об'єму, см ³	20,0	22,0-22,2	21,0-21,2	20,0-20,2
6.	Експозиція центрифугування:				
	час, хв.	10,0	8-9	5-7	5-6
	кількість обертів	1400	1400	2000	2000
	Час відокремлення рідини, хв.	2-3	2-3	2-3	2-3
7.	Змочування стінок пробірки.				
	Розчин амонію II,				
	концентрація, %	0,5	1,0	1,0	1,0
	кількість розчину	5,0	4,0-4,2	6,0-6,2	5,0-5,2

Продовження таблиці 1

8.	Експозиція центрифугування:				
	час, хв.	5,0	2-3	4-3	2-3
	кількість обертів	1400	2000	2000	2000
	Час відокремлення рідини, хв.	2-3	2-3	2-3	2-3
9.	Промивання осаду дистильованою водою	2 рази	2 рази	2 рази	2 рази
10	Додавання реактивів до осаду оксалату кальцію:				
	Розчин сірчаної кислоти:				
	концентрація, %	20,0	15,0	20,0	25,0
	кількість, см ³	2,0	3,0-3,2	2,5-2,7	1,5-1,6
	Дистильована вода, см ³	5,0	4,0-4,2	4,5-4,7	5,0-5,2
11	Експозиція на водяній бані: час, хв.	3-5	7-8	6-7	3-5
	Температура, °C	100,0	80,0	95,0	100,0
12	Проведення титрування розчином перманганату калію:				
	концентрація, моль/дм ³	0,004	0,006	0,004	0,008
13	Швидкість проведення дослідів, хв.	4 год. 38 хв.	4 год. 40 хв.	3 год. 52 хв.	3 год. 40 хв.
14	Стабільність показників вмісту кальцію, %	95,8	78,4	81,5	98,9
15	% співвідношення результатів досліджень до показників вмісту жиру	88,0-90,4	78,0-82,4	90,0-92,5	97,3-98,8
16	% співвідношення результатів досліджень до показників вмісту білка	87,0-88,5	75,5-76,8	88,0-89,2	97,9-99,1

Дані таблиці 1 свідчать, що більш достовірні дані в порівнянні до результатів досліджень по вмісту жиру - у 97,3-98,8 % [3] та до результатів досліджень по вмісту білка - у 97,9-99,1 % [4] були отримані при застосуванні методу за прикладом № 3. Також найвища стабільність показників по вмісту нітриту натрію була за прикладом № 3 - 98,9 %.

Використовуючи метод за прикладом № 3, ми визначили вміст кальцію у 26 пробах молока: 7 проб молока із вмістом жиру від 3,5 до 4,5 %; 8 проб молока із вмістом жиру 3,0 %; 6 проб молока із вмістом жиру 2,0 %; 5 проб молока із вмістом жиру 1,0 %. Норма згідно діючих стандартів по вмісту кальцію в молоці складає 0,120 %. Результати наведені в таблиці 2.

Таблиця 2

Показники вмісту кальцію, жиру та білка у різних пробах молока

№ п/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. Ці дані були стабільними та достовірними, отже метод за прикладом № 3 можна використовувати при визначенні вмісту кальцію.

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

Метод за прикладом № 3 нами пропонується як кількісний спосіб вдосконалення визначення вмісту кальцію в молоці поряд з іншими методами визначення якості молока (вміст жиру, вміст білка, вміст сухої речовини [5]). Метод має перевагу перед існуючими методами визначення якості молока в тому, що результати мають високу достовірність та кількісні значення.

Джерела інформації:

1. ДСТУ ISO 8968-2:2005 Молоко. Визначення вмісту азоту. Частина 2. Метод із використанням блоку для спалювання (макрометод). - К.: Держспоживстандарт України, 2008. - 10 с. - (Національний стандарт України).

2. ДСТУ ISO 12081:2004 Молоко. Визначення вмісту кальцію титриметричним методом. - К.: Держспоживстандарт України, 2006. - 5 с. - (Національний стандарт України).

3. ГОСТ 5867-90 Молоко и молочные продукты. Методы определения жира. - М.: Госкомитет СССР по стандартам, 1990. - 7 с. - (Межгосударственный стандарт).

4. ГОСТ 25179-82 Молоко. Колориметрический метод определения белка. - М.: Госкомитет СССР по стандартам, 1982. - 6 с. - (Межгосударственный стандарт).

5. ГОСТ 3626-73 Молоко и молочные продукты. Методы определения влаги и сухого вещества. - М.: Госкомитет СССР по стандартам, 1973. - 16 с. - (Межгосударственный стандарт).

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

Спосіб вдосконалення визначення вмісту кальцію в молоці титриметричним методом, що включає використання 20,0-20,2 г проби молока, в якій проводять осадження білкових речовин та осадження кальцію у вигляді оксалату та відокремлення його, який **відрізняється** тим, що додають 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 см 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 °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 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 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 ставлять на кип'ячу водяну баню (100 °С) 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 °С та послідовним вирахуванням вмісту кальцію за даною формулою.

Комп'ютерна верстка М. Ломалова

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601