

## A ZSÍRTARTALOM MEGHATÁROZÁSA BUTIROMÉTERES MÓDSZERREL

**Történet:** A tej zsírtartalom meghatározás butirométeres módszerét dr. N. Gerber dolgozta ki 1892-ben. A módszer 1935-ben vált nemzetközileg is elfogadottá, mint acido-butimetriás eljárás, amely megjelenik úgy a nemzetközi, mint a magyar szabványokban (ISO 2446, IDF 105, MSZ 3703, MSZ 2714 stb.) is. A Gerber-módszer egy gyors módszer, amelyet ma is széles körben használnak a különböző automatizált, műszeres zsírvizsgáló eljárások mellett. A módszer előnyei a következők:

- Nincs szükség a mérési térfogat kalibrálására, amely rendkívül időigényes.
- A beruházási költségek relatív alacsonyak.
- A módszer csaknem valamennyi tejsre és tejtermékre alkalmazható.

A hátránya, hogy a vizsgálathoz alkalmazott tömény kénsav nagyon agresszív. Ezért szigorúan be kell tartani egy sor biztonsági előírást, valamint az elhasznált vizsgálati anyagot csak a környezetvédelmi előírásoknak megfelelően szabad tárolni és megsemmisíteni.

**A módszer elve:** A vizsgálat során a vizsgálandó anyag egy speciális mérőedénybe, az ún. butirométerbe kerül. Ebben meghatározható annak zsírtartalma, mind tömeg, mind térfogat százalékban.

A zsír a tejben 0,1-20 µm átmérőjű zsírgolyók alakjában van jelen. Ezek a zsírgolyók a tejben emulziót alkotnak. A zsírgolyók felületén ugyanis egy foszfolipidekből, fehérjékből és hidrát vízből álló védőburok található. Ez a védőburok meggátolja a zsírgolyók összeolvadását és stabilizálja azok emulziós állapotát.

Ahhoz, hogy a zsírt ki tudjuk szabadítani, el kell roncsolni a zsírgolyók védőburkát. Ezt 90-91% töménységű kénsavval érjük el. A tömény kénsav oxidálja a védőburkot, elroncsolja a tej fehérjéit is. A reakció során nagy mennyiségű hő szabadul fel, ezért a butirométerek felmelegednek. A roncsolást állandó kb. 65 °C hőmérsékleten kell végezni, annak érdekében, hogy az összes zsír szabad formában legyen jelen. A roncsolás gyorsasága és határfoka a butirométereknek 65 °C-os vízfürdőbe helyezésével segíthető elő. Az elroncsolt tejalkotórészek barna színűek. A szabaddá vált zsírt centrifugálással választjuk ki. Amilalkohol hozzáadása mellett a zsír és a savas oldat élesen elkülönülnek egymástól. A tej zsírtartalma ezek után, a bemért tejmennyiségtől függően térfogat vagy tömeg százalékban olvasható le a butirométer skálájáról.

A vizsgálat 0-10% zsírtartalmú nyers, pasztörözött és UHT hőkezelt tejhez alkalmazható. A homogénezett tej vizsgálata különleges centrifugálási eljárást igényel.

**Vegyszerek:** Kénsav (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>), 20 °C-on 1,818±0,002 g/cm<sup>3</sup> sűrűségű. Színtelen vagy legfeljebb enyhén színezett, amely mentes bármely oldott anyagtól, üledéktől.

A kénsav sűrűségét pontosan be kell állítani. Kerüljük a töményebb vagy hígabb koncentrációkat. 65 °C-on a kénsav töményebb koncentrációban megtámadja az amilalkoholt, amely vízelvonást okoz és olefinek képződnek. A hígabb kénsav nem roncsolja el a fehérjéket és csak részben szabadítja ki a zsírt. Mindez kedvezőtlenül befolyásolja a vizsgálati folyamatot.

A Gerber-féle zsírmeghatározáshoz olyan amilalkohol használható, amely izomer keverék és 2-Methylbutan-1-ol-ból és 3-Methylbutan-1-ol-ból áll. 20 °C-on 0,811± 0,002 g/cm<sup>3</sup> sűrűségű. Az amilalkohol ne tartalmazzon olyan anyagot, ami a vizsgálati eredményeket befolyásolhatja.

Az amilalkoholnak nyolc különböző izomerje ismert, azonban a Gerber-féle zsírmeghatározáshoz csak a fenti izomer keverék alkalmas.

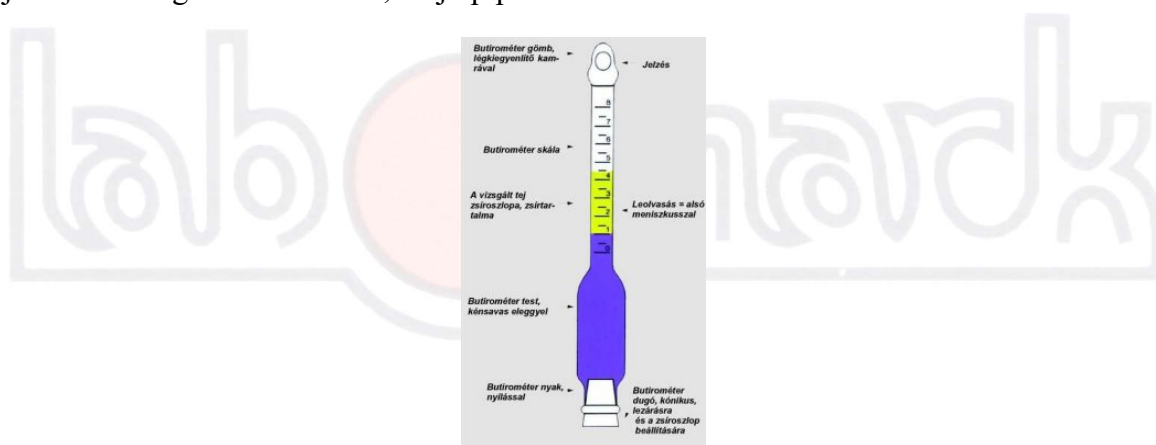
**Eszközök:**

1. Kalibrált, hitelesített butirométer, dugóval (**8. ábra**).
2. Tejpipetta (11 ml vagy 10,75 ml)<sup>1</sup>.
3. 10 ml-es kénsav adagoló.
4. 1 ml-es amilakohol adagoló.
5. Fűthető centrifuga (**9. ábra**)
6. Temperáló berendezés butirométerek számára (pl. vízfürdő (65±2 °C)).

A centrifugának teljesen feltöltött állapotban képesnek kell lennie 350±50 g centrifugális erő kifejtésére, a butirométer dugó külső oldalán. Az eredmény leolvasását 65±2 °C hőmérsékleten kell elvégezni.

**A vizsgálat:** Melegítsük fel a tejet kb. 20 °C-ra, majd keveréssel egyenlőssítsük, úgy hogy a zsír a tejben egyenletesen eloszoljon. Kerüljük el a tej habzását.

A tejszír könnyebb, mint a víz, ezért a zsírgolyók a gravitációs erő hatására felfelé törekednek és a tej felszínén feldúsulnak. Amennyiben 20 °C-on a tejszírt nem tudjuk egyenletesen eloszlatni akkor melegítsük fel a tejet lassan 35-40 °C-ra, ezen a hőmérsékleten érjük el homogén zsíreloszlást, majd pipettázás előtt hűtsük vissza 20 °C-ra.



**8. ábra** A Gerber butirométer

<sup>1</sup> 11 ml minta bemérése esetén az eredményt térfogat szerint (g/ml), 10,75 ml esetén tömeg szerint (g/g) kapjuk, százalékban.



9. ábra Nova-Safety fűthető centrifuga

Ha a tej habosodik, előfordulhat, hogy a zsírgolyócskák védőburka felhasad. Ilyen eseten keverés hatására a tej kiköpülődik. 40 °C felett a folyamat felgyorsul, a zsír megolvad és cseppfolyós állapotba megy át. Az egyenlősítés után a mintát 1 - 2 percig hagyjuk állni annak érdekében, hogy a légbuborékok eltávozzanak.



10. ábra A kénsav adagolása

A tej bemérését 20 °C-on végezzük. Bármely lényeges hőmérsékleti eltérés hatással lehet a vizsgálati anyag térfogatára. A légbuborékok az anyag sűrűségét, valamint a vizsgált tej térfogatát is befolyásolják. Minden mintát párhuzamossal vizsgáljunk.

1. Helyezzük a két butirométert a butirométer állványba. Mérjünk 10 ml kénsavat a butirométerbe. A kénsav adagolását kellő óvatossággal végezzük, amelyhez mindig használjunk védőszemüveget és védőkesztyűt. A kénsav adagolható a **10. ábrán** látható automata, vagy az egyszerűbb kivitelű buktató adagolóval is.

2. Pipetázzunk súly szerinti módszer esetében 10,75 ml, térfogat szerinti módszer esetében 11 ml tejet a butirométerbe. Vigyázzunk, hogy a tej ne érintse a butirométer nyakát, és ne keveredjen össze a kénsavval. Ezt úgy érhetjük el, hogy a pipetta hegyét, olyan mélyen,

ahogy csak lehet a butirométer belső falához nyomjuk és lassan a kénsavra rétegezzük a tejet. Ha e műveletet pontosan és precízen végezzük, akkor a kénsav és a tej határán csak egy nagyon vékony halvány barna csík jelenik meg.

3. Mérjük 1 ml amilalkoholt a tejre. Az amilalkohol alacsony sűrűségének köszönhetően a két elegy egymással nem keveredik.

4. Zárjuk le a butirométert dugóval, anélkül, hogy a folyadékok összekeverednének.

5. Helyezzük a butirométert, gömbjével lefelé, butirométer rázócsőbe. Rázzuk meg erősen a butirométert, míg a folyadékok teljesen össze nem keverednek. Tartsuk a hüvelykujjunkt szorosan a dugóhoz nyomva. A butirométert néhányszor fel- és lefelé fordítva a folyadékokat elegyítsük össze (**11. ábra**).

A folyadékok elegyítésekor hő szabadul fel, gáz fejlődik, amely a dugót kinyomhatja, sőt a butirométer akár el is törhet. A butirométer rázó-csőnek biztonsági okból van jelentősége. Ha a butirométert nem rázzuk meg elég erőteljesen, vagy túl sokáig tartjuk fölöslegesen nyugalmi helyzetben, meggátoljuk az anyagok gyors keveredését, s ezáltal a gyors roncsolást. Mindez hibás vizsgálati eredményhez vezethet.

6. Miután az elegyítés megtörtént, a forró butirométereket dugóval lefelé helyezzük egy előmelegített Gerber centrifugába. Fontos, hogy a butirométereket pontosan egymással szemben helyezzük el. A centrifugába helyezés előtt próbáljuk meg a butirométer dugóját nagyjából olyan mértékben benyomni, amekkorára a zsíroszlop magasságát számítjuk. Állítsuk be a centrifugálási időt. Miután - kb. egy perc múlva - elértük a megfelelő centrifugális erőt ( $350 \pm 50$  g), folytassuk a centrifugálást legalább négy percig. A Funke-Gerber cég által gyártott, Nova-Safety - Magyarországon kizárólag a Labomark Kft. által forgalmazott - centrifugák a fenti gyorsulási értékre, a  $65\text{ °C}$  üzemi hőmérsékletre gyárilag beállítottak és a centrifugálási idő után automatikusan fékeznek, leállnak.



**11. ábra** Butirométer összerázása, butirométer rázó-csőben. A művelethez használjunk védőszemüveget és gumikesztyűt

7. A butirométereket vegyük ki a centrifugából anélkül, hogy kézzel közvetlenül hozzájuk érjünk. Helyezzük azokat  $65\text{ °C}$ -os vízfürdőbe 5 percre, dugóval lefelé (**12. ábra**). Annak érdekében, hogy pontos eredményeket kapjunk, állandó hőmérsékletet kell fenntartani. Csak a  $65\text{ °C}$ -on leolvasott eredmények pontosak. Ha a hőmérséklet alacsony, a zsíroszlop térfogata csökken, s így a valószínűleg alacsonyabb mérési eredményeket kapunk.

8. Miután a butirométereket kivettük a vízfürdőből, emeljük őket függőleges helyzetbe, szemmagasságba. A dugó segítségével állítsuk be a zsíroszlop magasságát. Az eredményt

biztonsági lámpa segítségével pontosabban tudjuk leolvasni. Ha a leolvasás előtt túl sok idő telt el, és a butirométer kihűlt, helyezze vissza újra a vízfürdőbe (**13. ábra**). Ha a folyadékoszlop és az Ön szeme nincs egy magasságban, nem tudja az eredményeket megfelelően leolvasni.

**Vizsgálati eredmények értékelése és a pontosság:** Az eredmény max. fél skálabeosztás mértékéig (pl. 0,05%) lehet pontos. Ennél pontosabb eredményt butirométerrel nem érhetünk el. Ha folyadékoszlop alsó meniszkusza skálabeosztáson áll, akkor ezt az eredményt kell elfogadni. Ha a folyadékoszlop alsó meniszkusza két skálapont között van, akkor az alacsonyabbik értéket kell elfogadni. Az eltérés a két butirométerről leolvasott érték között nem lehet több mint 0,10% (**14. ábra**).

Az adatok rögzítésekor tüntessük fel, hogy a mintákat Gerber-módszer szerint vizsgáltuk.

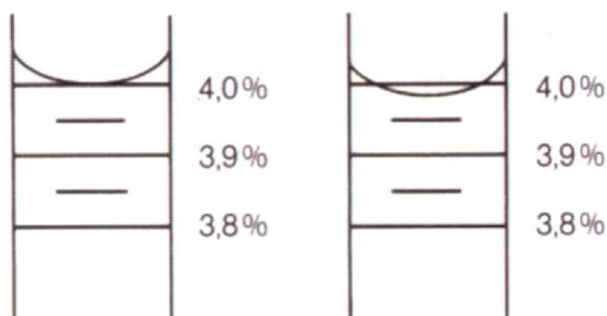


**12. ábra** A butirométer megfelelő hőmérsékletét vízfürdőben állítjuk be



**13. ábra** Az eredmény biztonsági lámpa segítségével pontosan tudjuk leolvasni





A helyes leolvasás 4%      A helyes leolvasás 3,95%

**14. ábra** A butirométer leolvasása

## 1.1. Acido-butimetriás zsírmeghatározás különböző tejtermékekben

### 1.1.1. A tejszín zsírtartalmának meghatározása Köhler-szerint (térfogat szerinti módszer)

**A módszer rövid leírása:** Használjon tejszín butirométert, Köhler szerint. Mérjen a butirométerbe a következő sorrendben: 10 ml kénsavat (sűrűség:  $1,818 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$ ), 5,05 ml tejszín, 5 ml vizet, 1 ml amilalkoholt. Rázza össze a butirométer tartalmát. Előfűtött centrifugában centrifugálja a butirométert 5 percig. Ezután helyezze  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe 5 percre, majd végezze el a leolvasást (**15. ábra**).

0 - 40 %: 0.5  
0 - 50 %: 1.0  
0 - 60 %: 1.0  
0 - 70 %: 1.0



**15. ábra** Tejszín butirométer Köhler szerint

### 1.1.2. A tejszín zsírtartalmának meghatározása Roeder-szerint (tömeg szerinti módszer)

**A módszer rövid leírása:** Használjon tejszín butirométert, Roeder szerint. Mérjünk ki 5 g tejszín egy terménypohárba, majd helyezzük a butirométerbe. A butirométer felső peremén keresztül töltsön kb. 15 ml kénsavat a butirométerbe. A kénsav sűrűsége  $1,523 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$  legyen (ún. termény kénsav). Zárja le a butirométert és helyezze  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe, majd rázza addig, amíg a fehérje teljesen fel nem oldódik. Töltse tovább a butirométert kénsavval, míg a folyadék el nem éri a skála alját, majd adjon hozzá 1 ml amilakoholt. Zárja le a butirométert, rázza össze, és ismét helyezze  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe, további 5 percre. Centrifugálja öt percen keresztül, majd helyezze ismét  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe. Állítsa be a zsíroszlopot nullpontra, majd olvassa azt le  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -on az alsó meniszkusz szerint (**16. ábra**).



16. ábra Tejszín butirométer Roeder szerint

### 1.1.3. A vaj zsírtartalmának meghatározása Roeder-szerint (tömeg szerinti módszer)

**A módszer rövid leírása:** Használjon vaj butirométert, Roeder szerint. Mérjen ki 5 g jól összekevert vaját egy üveg terménypohárba, majd helyezze a butirométerbe. A felső nyíláson keresztül töltsön kb. 15 ml kénsavat (sűrűség:  $1,523 \pm 0,02 \text{ g/cm}^3$ ) a butirométerbe. Zárja le a butirométert, helyezze  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe, majd rázza össze a tartalmát addig, amíg a fehérje teljesen fel nem oldódik. Adjon hozzá annyi kénsavat, hogy a folyadék szintje a skálarész alsó beosztásáig érjen. Adjon hozzá 1 ml amilalkoholt. Zárja le a butirométert, majd helyezze 10 percre  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe. Centrifugálja 5 percig. Helyezze a butirométert  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe, állítsa a zsíroszlopot a nullpontra, majd olvassa le a zsírtartalmat, az alsó meniszkusz szerint.

### 1.1.4. A sajt vagy túró zsírtartalmának meghatározása Van-Gulik szerint (tömeg szerinti módszer)

**A módszer rövid leírása:** Használjon sajt butirométert, Van-Gulik szerint. Mérjen egy bemérőcsónakba 3 g sajtot, helyezze a butirométerbe, majd zárja le. A pépes állagú sajtmintákat lyukas, üveg terménypohárba mérjük ki és így helyezzük a butirométerbe. Mérjen rá kb. 15 ml kénsavat (sűrűség:  $1,523 \pm 0,002 \text{ g/cm}^3$ ). Helyezze a lezárt butirométert  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe. Rázzuk a butirométer tartalmát addig, amíg a sajt teljesen fel nem oldódik. Ezután adjunk hozzá 1 ml amilalkoholt a felső nyíláson keresztül, valamint annyi kénsavat, hogy a folyadék szintje a skálán a 15%-os jelzést elérje. Ezután zárja le a butirométert, rázza össze a tartalmát. Centrifugálja öt percig, majd tegye öt percre  $65 \text{ }^\circ\text{C}$ -os vízfürdőbe, állítsa a zsíroszlopot a nullpontra és olvassa le a zsírtartalmat, alsó meniszkusz szerint (17. ábra).



17. ábra Sajt butirométer van Gulik szerint

### 1.1.5. Savanyú tejtermékek (pl. joghurt, kefir) zsírtartalmának meghatározása

**A módszer rövid leírása:** Mérőhengerben mérjük a minta mennyiségét (V), majd átöntjük egy megfelelő térfogatú Erlenmeyer lombikba. 10%-nyi pontosan bemért 25%-os (V/V%) ammónium-hidroxid oldatot adunk hozzá. Összerázás után az oldatot 40 °C-os vízfürdőbe helyezük, majd addig keverjük, míg az alvadék fel nem oldódik teljesen. A feloldott tejminta térfogatát mérőhengerben pontosan megmérjük (V2). Az adatokat lejegyezzük, majd az így előkészített mintából elvégezzük a zsírmeghatározást Gerber féle butirométerrel.

Alvadt tejminta esetében a zsírtartalmat a következő képlet alapján számítjuk ki:

$$\text{Zsír}\% = \frac{\text{zs2} * \text{V2}}{\text{V}}$$

ahol:

zs2 = az ammóniás oldat butirométeren leolvasott zsírtartalma (%);

V2 = az ammóniás oldat térfogata;

V = a vizsgált minta térfogata.

### 1.1.6. A homogénezett tej zsírtartalmának meghatározása

**A módszer rövid leírása:** Az eljárás azonos a 2-5. oldalon leírtakkal, azzal a különbséggel, hogy 5 perc centrifugálás után a butirométerek tartalmát ismét összerázzuk és még egyszer 5 percig centrifugáljuk.