

ANALIZE SIRA

1 MAŠČOBA SIRA (metoda po Van Guliku)

ISO 3433-2008 Cheese - Determination of fat content - Van Gulik method

Bistvo

Maščobo sprostimo tako, da z žvepleno kislino raztopimo beljakovinske ovojnice okoli maščobnih kroglic. Izločimo jo s centrifugiranjem in odčitamo njeno količino na skali butirometra. Amilni alkohol zmanjšuje površinsko napetost in jo bistri, kar pomaga pri odčitavanju rezultata.

Pribor

- Butirometer po van Guliku, zamašek
- Analitska tehničnica
- Pipete
- Centrifuga
- Vodna kopel

Reagenti

- Žveplena kislina, gostota pri 20 °C 1,522±0,005 g/ml, kar ustreza 61,72-62,63 (ut.) %
- Amilni alkohol, gostota pri 20 °C 1,0808-0,818 g/ml

Postopek

V čašo butirometra, ki smo jo predhodno starirali, odtehtamo 3±0,005 g pripravljenega vzorca. Čašo z vzorcem vstavimo v spodnjo odprtino butirometra in ga s tem zapremo. Skozi vrhno odprtino dodamo približno 10 ml žveplene kisline, tako da je vstavljena čašica z vzorcem prekrita s kislino. Butirometer postavimo (s skalo obrnjeno navzgor) v vodno kopel na temperaturo 65±2 °C za 5 minut. Butirometer vzamemo iz vodne kopeli, ga stresamo 10 sekund in ponovno postavimo v vodno kopel. To ponavljamo do popolne raztopitve sira. Ko je ves sir raztopljen, dodamo 1 ml amilnega alkohola, pretresemo in, če je potrebno, še toliko žveplene kisline, da seže nivo tekočine do oznake 35 %. Vsebinsko dobro premešamo in postavimo ponovno v vodno kopel za 5 minut. Sledi centrifugiranje 10 minut pri 350±50 g. Po centrifugiranju postavimo butirometer za 5 minut v vodno kopel na 65 °C in odčitamo rezultat na spodnjem delu meniskusa.

Izračun

Po veljavnih predpisih je za opredelitev tipa sira potreben tudi podatek o količini maščobe v suhi snovi. Izračunamo ga iz podatka o količini suhe snovi in količine maščobe po formuli:

$$\% \text{ maščobe v suhi snovi} = \frac{\% m}{\% ss} * 100$$

Zahteve pravilnika

Prekmasten sir: najmanj 55 % maščobe v suhi snovi

Polnomasten sir: najmanj 50 % maščobe v suhi snovi

Masten sir: najmanj 45 % maščobe v suhi snovi

Tričetrt masten sir: najmanj 35 % maščobe v suhi snovi

Polmasten sir: najmanj 25 % maščobe v suhi snovi

Četrtn masten sir: najmanj 15 % maščobe v suhi snovi

Pusti sir: manj kot 15 % maščobe v suhi snovi.

2 MOČ SIRIŠČA

Definicija

S pojmom moč sirišča izražamo toliko delov mleka, ki jih more (zmore) koagulirati en del sirišča v 40 minutah pri temperaturi mleka 35 °C.

IDF 176:1996 Microbial coagulants – Determination of total milk-clotting activity

(metoda je skladna s testiranjem koagulacijske moči govejega himozina IDF 157:1992 – Bovine rennets – Determination of total milk-clotting activity)

Pribor

- Bireta
- Pipete
- Porcelanaste skodelice
- Vodna kopel
- 100 ml merilni bučki
- Erlenmajerice
- Tehnica
- Termometer

Reagenti

- 0,25 M NaOH
- 2 % alkoholna raztopina fenoltaleina
- 5 % vodna raztopina $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Postopek

Zatehtamo 100 mg sirišča v prahu ali odpipetiramo 1 ml tekočega sirišča in ga raztopimo v 100 ml merilni bučki, ki jo napolnimo do oznake z destilirano vodo. Odmerimo 100 ml mleka v porcelanasto skodelico. Predhodno določimo kislinsko stopnjo mleka, ki naj bo med 6,5 in 7,5 SH. Mleko segrejemo na 35 °C v vodni kopeli. Med mešanjem dodamo s pipeto 5 ml raztopine sirišča. Ko izteče iz pipete polovica sirišča, pričnemo meriti čas koagulacije. Med stalnim mešanjem moramo paziti, da temperatura ne pade pod 34,5 °C in ne preskoči nad 35,5 °C. Čas koagulacije ne sme biti krajši od 15 minut, v nasprotnem primeru moramo sirišče ponovno razredčiti. Moč sirišča (L) izračunamo po formuli:

$$L = \frac{M * 1000 * 2400}{l * t} \text{ - sirišče v prahu; } \quad L = \frac{M * 100 * 2400}{l * t} \text{ - tekoče sirišče}$$

M - količina mleka v ml

l - količina sirišča v mg oz. ml

t - koagulacijski čas v sekundah

Primer (Sirišče v prahu)

t₁ mleka s 7,2 SH=436 s

t₂ mleka s 6,7 SH=625 s

$$L_{7,2 \text{ SH}} = \frac{100 * 1000 * 2400}{5 * 436} = 110.091$$

$$L_{6,7 \text{ SH}} = \frac{100 * 1000 * 2400}{5 * 625} = 76.800$$

$$L_{0,5 \text{ SH}} = 33.291$$

$$L_{0,1 \text{ SH}} = 6.658$$

$$L_{7,0 \text{ SH}} = L_{7,2 \text{ SH}} - 2 * L_{0,1 \text{ SH}} = 110.091 - 13.316 = 96.775$$

$$L_{7,0 \text{ SH}} = L_{6,7 \text{ SH}} + 3 * L_{0,1 \text{ SH}} = 76.800 + 19.975 = 96.775$$

Moč sirišča je 1: 96.775, kar pomeni, da 1 del sirišča v prahu usiri 96.775 delov mleka v 40 minutah pri 35 °C.

Zahteve pravilnika

Sirišče v prahu: 1:50.000; 1:100.000; 1:150.000.

Tekoče sirišče: 1:5.000; 1:10.000.

3 VSEBNOST SUHE SNOVI V SIRU

IDF 4A:1982 Cheese and processed cheese - Determination of the total solids content (Reference method)

Bistvo

Količina suhe snovi je količina ostanka, ki ga dobimo s sušenjem vzorca. Rezultat izražamo v utežnih %.

Pribor

- Analitska tehtnica
- Sušilnik s temperaturo 102 °C
- Eksikator
- Aluminijska folija
- Strgalnik

Postopek

Najprej stehtamo dvojno aluminijsko folijo. V pregib odtehtamo 3 g vzorca sira na 0,1 g natančno. Folijo na robovih zapognemo in vzorec splastimo. Aluminijsko folijo s splastenim vzorcem razgrnemo in damo v sušilnik za 2 uri na temperaturo 102 ± 1 °C. Aluminijsko folijo po sušenju ponovno zapognemo, ohladimo in tehtamo. Sušenje ponavljamo (po pol ure) do konstantne teže.

Izračun

$$\% \text{ suhe snovi} = \frac{(c - a)}{(b - a)} * 100$$

a - masa folije

b - masa folije in sira pred sušenjem

c - masa folije in sira po sušenju

S pomočjo podatka o količini suhe snovi izračunamo količino vode:

$$\% \text{ vode} = 100 - \% \text{ suhe snovi}$$

Za opredelitev tipa sira v zvezi s konsistenco je pomemben podatek o količini vode v nemastni snovi sira:

$$\% \text{ vode v nemastni snovi} = \frac{\% \text{ vode}}{100 - \% m} * 100$$

Zahteve pravilnika

Trdi siri: 35-40 % vode; siri za ribanje do 35 %, siri za rezanje 35-40 %

Poltrdi siri: 40-50 % vode

Mehki siri: nad 50 % vode

Sveži sir: najmanj 20 % suhe snovi, sveži sir iz posnetega mleka: najmanj 18 % suhe snovi

Sirni namaz: najmanj 25 % suhe snovi, če pa mu je dodana sveža zelenjava ali sadje najmanj 18 % suhe snovi.

4 VSEBNOST KLORIDOV V SIRIH

ISO 2970-1974 Cheese - Determination of chloride content (Reference method)

Sire v teku izdelave solimo. Z ugotavljanjem količine soli (NaCl) kontroliramo proces izdelave in soljenja. Nekateri standardi količino soli tudi predpisujejo glede na tip sira.

Bistvo

NaCl sprostimo iz organskih snovi s pomočjo dušične kisline in kalijevega permanganata. Cl⁻ ione ugotovimo s titracijo presežka srebrovih ionov s tiocianatom ob prisotnosti amonijevega feri sulfata kot indikatorja.

Pribor

- Analitska tehcnica
- Erlenmajerica
- Pipete
- Merilni valj
- Bireta

Reagenti

- Dušična kislina (HNO_3 , gostota pri 20 °C je 1,40-1,42 g/ml, kar ustreza 66,9-71,6 (ut.)%)
- Kalijev permanganat (nasičena raztopina KMnO_4)
- Amonijev feri sulfat (nasičena raztopina $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$)
- Glukoza ali oksalna kislina
- Srebrov nitrat (0,1 M AgNO_3)
- Kalijev ali amonijev tiocianat (0,1 m KSCN ali 0,1 M NH_4SCN)

Postopek

Odtehamo 2 g vzorca sira na 1 mg natančno. Dodamo 25 ml 0,1 M raztopine srebrovega nitrata in 25 ml koncentrirane dušične kisline ter premešamo. Segrevamo do vrenja in med vrenjem dodamo 10 ml kalijevega permanganata. Premešamo in pustimo, da vsebina rahlo vre. Ko se raztopina razbarva, dodamo še kalijev permanganat ter ga dodajamo toliko časa, da se raztopina ne razbarva več (običajno še 5-10 ml). Prisotnost presežka permanganata (rjava barva) kaže na to, da je razgradnja organskih snovi končana. Presežek odstranimo z dodatkom majhne količine oksalne kisline ali glukoze. Vzorec razredčimo s 100 ml hladne destilirane vode in dodamo 2 ml amonijevega feri sulfata ter temeljito premešamo. Takoj titriramo presežek srebrovega nitrata z raztopino 0,1 M tiocianata. Titracija je končana, ko postane raztopina rdeče-rjave barve, ki je obstojna okrog 30 sekund.

Izračun

$$\% \text{ NaCl} = \frac{0,585 * (a - b)}{c}$$

- a količina dodanega AgNO_3 (25 ml)
- b poraba ml tiocianata pri titraciji vzorca
- c masa vzorca sira v g

1 ml 0,1 M srebrovega nitrata = 0,00585 g NaCl