

ТРИЛОНОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ В ЗОЛЕ МОЛОКА

И. П. ШЕВЦОВ

В. Г. ГОГОЛЕВ

Метод определения содержания кальция в молоке жоров с помощью щавелевокислого аммония (объемный метод) недостаточно точен и требует много времени. В практических руководствах нет также простого, доступного метода определения содержания магния в молоке. Это побудило нас применить для определения содержания кальция и магния в золе молока трилонометрический метод, который по точности не уступает другим, а по скорости и простоте выгодно отличается от них.

Метод основан на способности двунаатриевой соли этилендиаминтетрауксусной кислоты, которую называют также комплексоном, трилоном Б, хелатоном З, в щелочной среде образовывать с катионами кальция и магния устойчивые комплексы. Поскольку комплексные соединения кальция и магния с трилоном Б бесцветны, конец реакции устанавливают по изменению окраски металл-индикаторов. В качестве последних использовали хромоген ET-00 и мурексид.

Хромоген черный окрашивает растворы, содержащие катионы кальция и магния в вишнево-красный цвет; при связывании этих катионов трилоном Б раствор приобретает сине-голубую окраску. Мурексид в присутствии катиона кальция окрашивает раствор в красный цвет, при связывании его трилоном Б появляется лиловая окраска.

Метод требует соблюдения ряда условий:

наличия щелочной среды: в растворе с хромогеном черным рН 10, с мурексидом — рН 12;

медленного проведения титрования, так как образование комплексных соединений кальция и магния с трилоном Б происходит медленно;

для устранения действия солей железа и других катионов тяжелых металлов добавляется раствор сульфида натрия.

Определение суммы кальция и магния. К 50 мл дистиллированной воды добавляют 2 мл рабочего раствора сульфида натрия, 5 мл аммиачного буферного раствора, 10 капель раствора хромогена черного и взбалтывают. Жидкость приобретает сине-голубую окраску (сиреневая или фиолетовая окраска — свидетельство непригодности дистиллированной воды). Раствор разливают поровну в две конические колбы емкостью 75—100 мл.

В одну колбу прибавляют 1 мл вытяжки золы в 2 нормальной соляной кислоте (50—100 мг золы растворяют в 5 мл 2 н. соляной кислоты в мерной колбе на 50 мл и доводят дистиллированную воду до метки). Появляется винно-красная окраска. Через 1—2 минуты медленно титруют 0,002 н. раствором трилона Б, энергично встряхивают до получения исходного цвета (контролем служит другая колбочка).

Суммарное содержание кальция и магния вычисляют по формуле:

$$X = A \times 0,002 \times K \times 150;$$

где:

X — содержание кальция и магния (мг-экв.);

A — количество раствора трилона Б, пошедшее на титрование (мл);

K — поправка к титру раствора трилона Б.

Определение кальция. К 50 мл дистиллированной воды добавляют 2 мл 10-процентного раствора едкого натрия или калия, около 20 мг порошка мурексида, взбалтывают. Появляется лиловая окраска. Жидкость разливают в две колбы на 75—100 мл. В одну колбу прибавляют 1 мл того же раствора. Цвет в колбе становится малиново-красным. Медленно титруют 0,002 н. раствором трилона Б до первоначальной окраски, сравнивая с контрольной колбой на белом матовом фоне. Расчет проводят, как описано выше. Чтобы выразить данные в мг%, необходимо количество мг-экв. умножить на 20,04.

Определение содержания магния. Зная суммарное содержание кальция и магния, а также кальция в отдельности, по их разности определяют содержание магния, что можно выразить следующей формулой:

$$X_2 = X - X_1,$$

где:

X_2 — содержание магния (мг-экв.);

X — суммарное содержание кальция и магния (мг-экв.);

X_1 — содержание кальция (мг-экв.).

Умножив полученный результат на 12,16, получают содержание магния в мг%.

Содержание кальция и магния (мг%) определялось в золе молока местного симментализированного скота. Приводим данные исследования (100 проб):

	Кальций	Магний
Молозиво:		
на 3-й день	140,2	32
на 7-й день	126	30,4
Молоко:		
на 15-й день	98,2	26,2
через 1 месяц	82	16
через 2 месяца	64,2	17,4

Следовательно, через 3 дня после отела в молозиве содержится: кальция — в 1,7—2,2 раза, магния — в 1,8—2 раза больше, чем в молоке через 1—2 месяца после отела. Это подтверждается данными ряда авторов (Г. С. Инихов, 1956; П. Н. Разумовский, 1965, и др.).

Однако содержание кальция в молоке коров в Амурской области несколько ниже по сравнению с западными зонами СССР. Это можно объяснить, по-видимому, более бедным содержанием кальция в почвах и растениях области (В. В. Ковальский, 1958).

Для проверки точности описанного метода использовали доломит с известным содержанием кальция и магния. Погрешность составила

около $\pm 6\%$, тогда как определение кальция с применением щавелево-кислого аммония — более $\pm 9\%$, что явствует из табл. 1 и 2.

Таблица 1

Определение кальция и магния в доломите трилонометрическим методом

Взято для опред. (мг):		Найдено (мг):		Расхождение (%):	
кальций	магний	кальций	магний	кальций	магний
14,8	—	15,2	—	2,02	—
6,6	—	6,2	—	3,07	—
7,4	—	7,2	—	2,7	—
29,6	—	30,1	—	+1,69	—
—	20	—	20,2	—	+1
—	12	—	12,2	—	+1,66

Таблица 2

Определение кальция трилонометрическим и объемным методами

Взято для опред. (мг):	Найдено (мг):	
	с трилоном Б	с щавелевокисл. аммон.
14,8	15,2	16,24
6,6	6,2	6,01
29,6	30,1	26,1

Реактивы. 1) 0,005 н. раствор трилона Б (0,93 г трилона Б растворить в 1 л дистиллированной воды);

2) 0,002 н. раствор трилона Б (200 мл 0,005 н. раствора трилона Б в мерной колбе; на 500 мл долить дистиллированной водой до метки, установить титр его по титрованному раствору хлористого кальция или сернокислого магния);

3) аммиачный буферный раствор: 100 мл 20-процентного раствора химически чистого хлористого аммония смешать со 100 мл химически чистого аммиака (уд. вес 0,9) и долить до 1 л дистиллированной водой;

4) раствор индикатора хромогена черного: 0,2 г хромогена черного ЕТ-00 растворить в 4 мл аммиачного буферного раствора и долить этиловым спиртом до 40 мл;

5) мурексид: 5 частей мурексида тщательно растереть с 95 частями химически чистого хлористого натрия;

6) рабочий раствор сульфида натрия: 4 мл насыщенного раствора доводить до 100 мл дистиллированной водой.