

VALORES DE MAGNESIO EN LECHE

DETERMINACION POR METODO COMPLEXOMETRICO

POR HECTOR ABIEL AINCIBURU ¹

El presente trabajo tiene por finalidad establecer valores de magnesio en leches de consumo, en la zona de La Plata y alrededores.

En nuestro país se carece de datos referentes a dicho contenido de magnesio. Distintos autores y publicaciones de diversos países señalan valores de magnesio diferentes, por ejemplo: Forbes y Beigle (1) 10,3 mg % como promedio (mínimo 8 mg % y máximo 12,6 mg %); Alais, C. (2) 12,15 mg % (0,005 M); Davies y White (3) 12 mg % (mínimo 10,4 mg % y máximo 13,6 mg %); Nickerson (4) en seis áreas de California: 9,1 - 9,4 - 8,4 - 8,4 - 8,3 y 7,5 mg % respectivamente; Verma y Sommer (5) 10,8 mg %; Vivario, R. (6) 15 mg %; Domange, L. (7) 11 mg %; Instituto Lactológico de Zurich (8) 12 mg %.

En la realización del trabajo se han efectuado, en el transcurso de un año — desde Diciembre de 1958 a Noviembre de 1959—, 213 determinaciones sobre muestras provenientes de una central lechera de la localidad, que procesa de 15.000 a 20.000 litros diarios de leche de distintos tambos de la zona. Las muestras han sido tomadas directamente de la balanza en que se pesa cada remesa, envasadas en frascos de polietileno y guardadas en heladera hasta el momento de su utilización. Todas las determinaciones se han realizado dentro de las 24 horas de recepción de las muestras.

Los valores hallados en las determinaciones se han logrado uti-

¹ Licenciado en Química. Profesor Adjunto, con carácter de semidedicación, de la cátedra de Química General e Inorgánica de la Facultad de Agronomía de La Plata.

lizando un método analítico complexométrico, de rápida y sencilla ejecución, que además permite la determinación de calcio en la misma muestra. El método de referencia ha sido desarrollado por H. A. Ntalianas y R. Mc L. Whitney (9), teniendo en cuenta el diferente comportamiento del magnesio y del calcio frente a la calceína como indicador. La determinación de ambos cationes se realiza titulando por retorno, con solución de Cl_2Ca , sobre la misma alícuota de leche diluida (1:20) que contiene un exceso de EDTA disódico; a pH 12 - 12,5 se obtiene el total de $\text{Ca} + \text{Mg}$; a pH 13 - 13,5 se obtiene el valor de Ca y, por diferencia, se halla el dato correspondiente al Mg .

REACTIVOS UTILIZADOS

- solución de EDTA disódico 10 ‰ (P/V): disolver 10 g de Titriplex III y 2 g de HOK en lentejas en 500 ml de H_2O , luego llevar a volumen de 1 litro en matraz aforado. Esta solución debe ser estandarizada frente a la solución de Cl_2Ca .
- solución standard de Cl_2Ca : pesar exactamente 2,5 g de CO_3Ca p.a. (previamente secado a 100°C hasta peso constante) y disolverlos en la mínima cantidad de ClH p.a. Transferir a un matraz aforado de 1 litro y llevar a volumen con H_2O . Esta solución contiene 0,05 meq/ml (1,0020 mg Ca/ml).
- solución de HOK 8 N.
- solución de indicador calceína: disolver 0,2 g de calceína (Hopkin y Williams - England) en 25 ml de HOK 0,1 N y, luego, diluir con H_2O a 100 ml. Guardar esta solución en la oscuridad.
- *En la preparación de todas las soluciones, como así a través de todos los ensayos, debe utilizarse H_2O bidestilada o desionizada. Todas las soluciones y el H_2O bidestilada deben envasarse en recipientes o frascos de polietileno.*

TECNICA

Tomar una alícuota de 50 ml de leche diluida (1:20) - 25 ml de leche llevados a un volumen de 500 ml con H_2O o cantidades equivalentes - en un Erlenmeyer de 125 ml y agregar 5 ml de solución de EDTA disódico 10 ‰. Llevar a pH 12 - 12,5 con la solución de

HOK 8 N (generalmente son necesarios 0,15 ml) y agregar 4-5 gotas del indicador calceína. El color de la solución es rosado. Titular por retorno con la solución de Cl_2Ca (utilizar una microcubeta de 5 ml de capacidad graduada en 0,01 ml) hasta la aparición de una fluorescencia verde definida y permanente, que se observa perfectamente sobre fondo negro (puede también usarse, para la observación, una lámpara de rayos ultravioleta - 3655 Å°). Este *primer punto final* permite el cálculo del total de Ca + Mg.

A continuación, en el mismo Erlenmeyer, debe ajustarse el pH a 13-13,5 (es necesario comúnmente agregar 1,5 ml de solución de HOK 8 N). El color de la muestra vuelve a ser rosado. Se continúa entonces la titulación por retorno con la solución de Cl_2Ca hasta obtener nuevamente una fluorescencia verde definida y permanente (en esta etapa de la titulación, el color verde aparece momentáneamente y desaparece con el agregado de las primeras gotas de Cl_2Ca ; por eso debe proseguirse el agregado de Cl_2Ca hasta que el color verde persista). Este *segundo punto final* nos permitirá calcular el valor del Ca total.

CALCULO

$$\begin{aligned} \text{mls EDTA utiliz.} &= \text{mls EDTA agreg.} - \frac{\text{mls soluc. Cl}_2\text{Ca gastados}}{\text{mls Cl}_2\text{Ca equiv. a 1 ml EDTA}} \\ \text{meq (Ca + Mg)/l} &= \\ &= \frac{\text{mls EDTA utiliz. (1er punto final)} \times \text{Normal. EDTA} \times 1.000}{\text{mls de leche en la muestra titulada}} \\ \text{meq. Ca/l} &= \frac{\text{mls EDTA utiliz. (2º punto final)} \times \text{Normal. EDTA} \times 1.000}{\text{mls de leche en la muestra titulada}} \end{aligned}$$

(para convertir en mg Ca %, multiplicar meq. Ca/l \times 2,004)
 meq. Mg/l = meq. (Ca + Mg)/l - meq. Ca/l.

(para convertir en mg Mg %, multiplicar meq. Mg/l \times 1,2156).

Los resultados obtenidos en los ensayos correspondientes se hallan consignados en la tabla I (tabla de frecuencia).

La media aritmética o promedio es: $\bar{X} = \frac{2370,29}{213} = 11,13 \text{ mg Mg \%}$. (Este valor de 11,13 mg Mg % puede ser expresado en otras unidades, por ejemplo: molaridad 0,0046 M; meq/l 9,16 meq. Mg/l, etcétera).

TABLA I

Datos correspondientes a las determinaciones de Mg en muestras de leche de consumo

mg Mg %	Frecuencia	mg Mg %	Frecuencia
8,98	2	11,22	16
9,22	1	11,34	17
9,46	4	11,46	23
9,54	1	11,58	14
9,70	1	11,70	3
9,93	7	11,83	12
10,02	1	11,94	7
10,16	4	12,06	4
10,26	4	12,30	5
10,40	4	12,42	1
10,50	15	12,54	1
10,63	5	12,57	1
10,74	11	12,78	1
10,87	7	13,25	1
10,98	26	13,38	1
11,10	12	14,34	1

La desviación standard correspondiente es: $\sigma = 0,73$.

De la observación de la tabla II y de su correspondiente figura 1, surge que los datos obtenidos se ubican en una distribución normal con una dispersión muy baja.

TABLA II

Intervalo de clases	Frecuencia
8 - 9	2
9 - 10	14
10 - 11	77
11 - 12	104
12 - 13	13
13 - 14	2
14 - 15	1

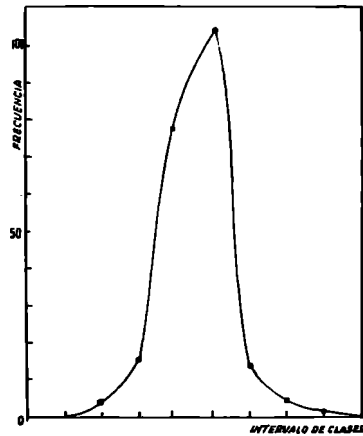


Fig. 1. — Gráfico distribución frecuencias

INFLUENCIA ESTACIONAL

En la tabla III pueden observarse las variaciones en los valores de contenido en Mg, al tener en cuenta los diferentes periodos estacionales.

TABLA III
Valores promedios estacionales de Mg

	I ¹	II ²	III ³	IV ⁴
Número de muestras.....	44	49	54	66
Magnesio (mg %)... ..	10,02	11,50	11,16	11,02
Desviación standard.....	1,18	0,59	0,67	0,61
Coeffic. variabilidad.....	11,77	5,13	6,00	5,53

¹ Diciembre, Enero y Febrero ; ² Marzo, Abril y Mayo ; ³ Junio, Julio y Agosto ; ⁴ Setiembre, Octubre y Noviembre.

Analizadas las diferencias utilizando el método estadístico "t" de Student-Fisher hallamos que, para los diferentes periodos estacionales, los valores de "t" son los siguientes:

$$I) t = 6,0 \quad II) t = 3,78 \quad III) t = 0,29 \quad IV) t = 1,20$$

Como los valores para t_{∞} son: 1,96 (para el 5 %) y 2,58 (para el 1 %) observamos que las diferencias para I y II son altamente significativas mientras que, para III y IV, no son significativas.

El presente trabajo confirma las observaciones de otros investigadores referente a la influencia estacional sobre el contenido de Mg en leche (5). En nuestro caso los valores más bajos se obtuvieron durante el verano y los valores más altos en el otoño.

CONCLUSIONES

Los datos de magnesio obtenidos se hallan dentro de los valores citados en la bibliografía respectiva. En nuestro país son los primeros resultados consignados estadísticamente por lo que, es de esperar, sean de utilidad como datos de referencia en trabajos sobre el tema.

La técnica analítica utilizada (9) — método complexométrico — es sencilla y de fácil ejecución; adaptable al trabajo en laboratorios de la industria láctea por no requerir el uso de aparatos especiales.

Se confirma, a través de los ensayos realizados, la variación estacional en el contenido de magnesio, de acuerdo a los valores hallados en el análisis de las muestras de leche recibidas.

RESUMEN. — Se ha realizado el tratamiento estadístico de los valores correspondientes al contenido de magnesio en 213 muestras de leche de consumo en la zona de La Plata y alrededores. Para las determinaciones se utilizó un método complexométrico propuesto por H. A. Ntallianas y R. Mc L. Whitney.

El promedio de los ensayos efectuados da un valor de 11,13 mg % para el contenido de magnesio en leche, con una desviación standard de 0,73.

Los ensayos abarcan un período de un año, desde Diciembre de 1968 a Noviembre de 1969.

Las pruebas estadísticas confirman la influencia estacional sobre los valores de magnesio hallados en las muestras de leche. Los valores más bajos fueron obtenidos durante el verano (Diciembre, Enero y Febrero), mientras que los valores más altos correspondieron al otoño (Marzo, Abril y Mayo).

SUMMARY. — Values of magnesium in milk. Determination by complexometric method, by HÉCTOR ARIEL AINCIBURU. — A statistical treatment has been done of the corresponding values to the magnesium contain of 213 consumption's milk samples in the La Plata's zone and surroundings.

The complexometric method proposed by H. A. Ntallianas and R. Mc L. Whitney has been used for the determinations.

The average of the essays give a value of 11,13 mg Mg %, with a standard deviation of 0,73.

The essays comprise an annual period, from December 1968 to November 1969.

The statistical test confirm the seasonal influence on the magnesium values founded in the milk's samples. The lower values were attained in Summer (December, January and February), while the higher values corresponding to the Atumm (March, April and May).

BIBLIOGRAFIA CITADA

1. Citado por W. L. Davies en *The Chemistry of Milk* Ed. Chapman-Hall (1939).
2. ALAIS, CHARLES. *Science du lait. Principes des techniques laitières* Edit. Sep, Paris (1965).
3. DAVIES, D. T. and WHITE, J. C. D. *J. Dairy Res.* 29, 285 (1962).
4. NICKERSON, T. A. *J. Dairy Sci.* 43, 598 (1960).
5. VERMA, I. S. and SOMMER, H. H. *J. Dairy Sci.* 40, 331 (1957).

6. VIVARIO, R. *Mises au point de chimie analytique*. 1ère. serie Cap. VI, pág. 135 (1953) Edit. J. A. Gautier.
7. DOMANGE, L. *ibidem*, Cap. I, pág. 3.
8. Citado en *Métodos Analíticos de Laboratorio Lactológico y Microbiología de las Industrias Lácteas* de José M. Rossell e Inacio do Santos, t. I, pág. 30 (1952), Edit. Labor.
9. NTAILIANAS, H. A. and R. Mc L. WHITNEY. *J. Dairy Sci.* 47, 19 (1964).

Laboratorio Cátedra Química General e Inorgánica
Facultad de Agronomía La Plata