

8. melléklet a .../2010. (... ..) VM rendelethez

„37. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-92/608 számú előírása a közvetlen emberi fogyasztásra szánt hőkezelt tej mintavételi és vizsgálati módszereiről

A rész

1. A közvetlen emberi fogyasztásra szánt hőkezelt tejnek az alábbi jellemzőit vizsgálják referenciamódszerekkel:
 - szárazanyag-tartalom,
 - zsírtartalom,
 - zsírmentes szárazanyag-tartalom,
 - összes nitrogéntartalom,
 - fehérjetartalom,
 - sűrűség.
2. A referenciamódszereket és a mintavételt a B részben ismertetett általános szabályok betartásával kell alkalmazni, illetve elvégezni.
3. A referenciamódszerek részletes szabályait a C rész tartalmazza
4. A D rész alternatív eljárást határoz meg zsírtartalom vizsgálatához.

B rész

I. ÁLTALÁNOS SZABÁLYOK

1. Bevezetés

Ez a fejezet a reagensekre, az eszközökre, az eredmények megadására, a pontosságra és a vizsgálati jegyzőkönyvre vonatkozó azon általános előírásokat tartalmazza, amelyeket a tej mintavételét és vizsgálatát végző ellenőrző laboratóriumoknak be kell tartaniuk.

2. Reagensek

2.1. Víz

- 2.1.1. Ha nincs másképpen előírva, akkor az oldáshoz, a hígításhoz és a mosáshoz minden esetben desztillált vagy ioncserélt, vagy legalább azzal azonos tisztaságú sótalanított vizet kell használni.
- 2.1.2. Ha nincs másképpen előírva, akkor az “oldáson” és a “hígításon” vizes oldás, illetve vizes hígítás értendő.

2.2. Vegyszerek

Ha nincs másképpen előírva, akkor valamennyi felhasznált vegyszer analitikai minőségű legyen.

3. Eszközök

3.1. Az eszközök jegyzéke

A különböző referenciamódszerek leírásában megadott eszközlista csak azokat tartalmazza, amelyek speciálisak, illetve különleges felhasználásúak.

3.2. Analitikai mérleg

Az "analitikai mérleg" 0,1 mg mérésére alkalmas mérleget jelent.

4. Az eredmények megadása

4.1. Eredmények

Ha nincs másképpen előírva, akkor a jegyzőkönyvben megadott eredmény két olyan vizsgálati eredmény számtani átlaga, amelyek kielégítik a módszer ismételhetőségi (5.1.1.) követelményét.

Ha a vizsgálati eredmények az ismételhetőségi követelménynek nem felelnek meg, akkor, ha lehetséges, a vizsgálatot meg kell ismételni, vagy az eredmény érvénytelen.

4.2. A százaléérték számítása

Ha nincs másképpen előírva, akkor az eredményt tömegszázalékban kell megadni.

5. Pontossági ismérvek

5.1. A pontossági ismérvek az egyes módszerek esetében az ismételhetőség és az összehasonlíthatóság.

5.1.1. Az ismételhetőség (r) akkor teljesül, ha ugyanazon eljárással, ugyanazon mintából, ugyanazon feltételek mellett (azonos vizsgáló személy, azonos eszközök, azonos laboratórium és rövid időintervallum) végzett, két egymást követő vizsgálat eredményének abszolút különbsége nem haladja meg az érvényes küszöbértéket.

5.1.2. Az összehasonlíthatóság (R) akkor teljesül, ha ugyanazon eljárással, ugyanazon mintából, különböző feltételek között (különböző vizsgáló személyek, különböző eszközök, különböző laboratóriumok és/vagy különböző időpontok) végzett két vizsgálat eredményének abszolút különbsége nem haladja meg a mindenkor érvényes küszöbértéket.

5.1.3. Ha nincs másképpen előírva, akkor az ismételhetőség és az összehasonlíthatóság küszöbértékére az ISO 5725:1986, 2. kiadása szerinti 95%-os valószínűsége vonatkozó követelmények a mérvadók.

5.1.4. A szükséges körvizsgálatokat a vonatkozó nemzetközi irányelvek szerint kell tervezni és végrehajtani.

6. Vizsgálati jegyzőkönyv

A vizsgálati jegyzőkönyvben meg kell adni az alkalmazott eljárást, valamint a kapott eredményeket. Meg kell adni továbbá, az alkalmazott eljárás minden olyan részletét, amely nincsen rögzítve a vizsgálati módszer leírásában vagy választható, továbbá minden olyan körülményt, amely befolyásolhatta a kapott eredményeket. A jegyzőkönyvben meg kell adni a minta egyértelmű azonosításához szükséges valamennyi adatot.

II. A HŐKEZELT TEJ MINTAVÉTELE

1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírás megadja a hőkezelt tej mintavételének, szállításának és tárolásának referenciamódszerét.

2. Általános előírások

A hőkezelt tej mintavételét szakképzett személynek kell végeznie, aki előzőleg megfelelő oktatásban részesült.

A vizsgálólaboratórium feladata, hogy a megbízott mintavevő személyt megfelelő utasításokkal lássa el a mintavételi technikára vonatkozóan azért, hogy a minta reprezentatív és a tétellel megegyező legyen.

Ugyancsak a vizsgáló laboratóriumnak kell utasítással ellátni a megbízott mintavevő személyt a minta jelölésére vonatkozóan annak érdekében, hogy a minta egyértelműen azonosítható legyen.

3. Mintavevő eszközök

3.1. Általános előírások

A mintavevő eszközök rozsdamentes acélból vagy más, megfelelő szilárdságú anyagból készüljenek és célszerűen kialakítottak legyenek. A nagy tartályokban lévő folyadékok keverésére szolgáló keverőt és keverőberendezést úgy kell méretezni, hogy az alkalmas legyen a folyadék megkeverésére anélkül, hogy a zsír avasodását okozná. A mintavevő nyele erős, megfelelő hosszú legyen, hogy a tartály bármely mélységéből mintát lehessen venni. A mintavevő edény térfogata legalább 50 ml legyen.

A mintavevő edények és a fedelük üvegből, megfelelő fémből vagy műanyagból készüljenek.

A mintavevő eszközök (beleértve az edényeket és a fedeleket) anyagának nem szabad olyan változást előidéznie a mintában, amely befolyásolhatja a vizsgálati eredményeket. A mintavevő eszközök felülete tiszta, száraz, sima és karcmentes legyen, a sarkai pedig legyenek lekerekítve.

4. Mintavételi technika

4.1. Általános előírások

Az elvégzendő vizsgálatoktól függetlenül a tejet a mintavétel előtt kézzel vagy géppel alaposan össze kell keverni.

A mintát közvetlenül a keverés után kell venni, amikor a tej még mozgásban van.

A minta mennyisége feleljen meg a vizsgálati igényeknek. A mintavevő edény térfogatát úgy kell megválasztani, hogy az edényt a minta csaknem teljesen kitöltse, azonban tartalmát a vizsgálat előtt megfelelően össze lehessen keverni, egyidejűleg kizárva a minta szállítás közbeni kiköprülödését.

4.2. Mintavétel

4.2.1. Arányos minta vétele

Ha a mintavételre kijelölt tej több edényben van, akkor minden edényből reprezentatív mennyiséget vegyünk ki, és jegyezzük fel az egyes minták által képviselt tejmennyiségeket.

Ha az egyes edényekből származó mintákat nem vizsgálják külön-külön, akkor ezeket a részmintákat az egyes tankok tejtérfogatának arányában kell összekeverni. Összekeverés után ebből vesszük ki az arányos mintát.

4.2.2. Mintavétel nagy tartályokból, tárolótankokból, vasúti és közúti szállítótartályokból

4.2.2.1. A mintavétel előtt megfelelő eljárással keverjük meg a tejet.

Nagy edények, tárolótankok, vasúti vagy közúti szállítótartályok tartalmának keverésére mechanikus keverés ajánlatos (4.2.2.2.).

A keverés időtartamát a tej állási időtartamától függően kell megválasztani. Az alkalmazott keverés hatásossága terjedjen ki minden körülményre és feleljen meg az elvégzendő vizsgálat céljának. A keverés hatásossága különösen lényeges feltétele a vizsgálati eredmények összehasonlíthatóságának, ha a minták különböző részszállítmányokból származnak, vagy ha azokat a tankok ürítése során a kifolyócsapon át meghatározott időközönként veszik. A tej keverése akkor megfelelő, ha két, azonos feltételek között vett minta zsírtartalmának különbsége legfeljebb 0,1%.

A fenékürítéses nagy tartályok esetében előfordulhat, hogy az ürítési ponton vett kis mennyiségű tejminta még keverés után sem reprezentálja a teljes mennyiséget. Ebben az esetben a mintát előnyös a bűvónyíláson keresztül venni. Ha a mintát az ürítónyíláson keresztül vesszük, akkor elegendő mennyiségű tejet kell kifolyatni annak érdekében, hogy a minta a teljes mennyiséget reprezentálja.

- 4.2.2.2. Nagy tartályok, tárolótankok, vasúti vagy közúti szállítótartályok tartalmának keverését a következőképpen lehet végezni:
- beépített, villanymotor-hajtású mechanikus keverővel;
 - villanymotor-hajtású propelleres vagy egyéb keverővel, amelyet a bűvónyíláson keresztül lógnak a tejbe;
 - vasúti vagy közúti szállítótartályok esetén a tejnek az ürítőtömlőn keresztüli visszakeringtetésével úgy, hogy az ürítőszivattyúra erősített tömlőt bevezetjük a tartály bűvónyílásán;
 - tiszta, szűrt, sűrített levegővel. Ebben az esetben a lehető legkisebb levegőmennyiséget és levegőnyomást kell alkalmazni, hogy megakadályozzuk az avas íz kialakulását.

- 4.3. A fogyasztói kiszerelésű, közvetlen fogyasztásra szánt hőkezelt tej mintavétele
- A fogyasztói kiszerelésű, közvetlen fogyasztásra szánt hőkezelt tej esetében a zárt kiszerelési egységet tekintjük a mintának. Ha lehetséges, akkor a mintákat a feldolgozó üzemben a gyártást követően közvetlenül a csomagológépről vagy a hűtőkamrából kell venni, pasztörözött tej esetén a feldolgozás napján.
- Mindenyik típusú hőkezelt tejből (pasztörözött, UHT és steril) olyan számú mintát veszünk, hogy az megfeleljen az elvégzendő vizsgálatoknak, és kielégítse a vizsgálólaboratórium által előírtakat.

5. A minták azonosítása

A mintát azonosító kóddal kell ellátni úgy, hogy az pontosan azonosítható legyen és feleljen meg a vizsgálólaboratórium vagy az illetékes hatóság előírásainak.

6. A minták tartósítása, szállítása és tárolása

A tartósításra (vegyszer, hőmérséklet), a szállításra, a tárolásra vonatkozó előírásokat, továbbá a mintavétel és a vizsgálat közötti megengedhető időtartamot a vizsgálólaboratórium adja meg a tej típusától és a vizsgálati módszertől, illetve a vonatkozó hatósági előírásoktól függően.

Az előírás a következőre térjen ki:

- A szállítás és a tárolás során óvni kell a mintát az idegen szagoktól és a közvetlen napfénytől. Ha a mintatartó edény átlátszó, akkor a mintát sötét helyen kell tárolni.

C rész

I. A SZÁRAZANYAG-TARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a tej szárazanyag-tartalma meghatározásának referenciamódszere.

2. Fogalommeghatározás

Szárazanyag-tartalom: a megadott szárítási eljárás elvégzése után visszamaradt anyag tömege, tömegszázalékban kifejezve.

3. A módszer elve

A vizet elpárologtatják a tejből 102 ± 2 °C hőmérsékleten, szárítószekrényben.

4. Eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök, valamint a következők:

- 4.1. Analitikai mérleg.
- 4.2. Exszikkátor, hatékony nedvszívó anyaggal (pl. frissen szárított szilikagél a nedvességtartalmat jelző indikátorral).
- 4.3. Szárítószekrény, jól szellőző, 102 ± 2 °C hőmérsékletre szabályozható a szárítótér minden pontján.
- 4.4. Lapos fenekű edény, 20-25 mm magas, 50-75 mm átmérőjű, megfelelő anyagú, jól záró, könnyen eltávolítható fedővel.
- 4.5. Vízfürdő.
- 4.6. Homogenizátor.

5. A vizsgálati minta előkészítése

A tejmintát 20–25 °C hőmérsékletre melegítjük, alaposan összekeverjük a zsír egyenletes eloszlása céljából. Kerüljük az olyan erős keverést, amely a tej habosodását vagy kiköprülódését okozza. Ha a tejszínréteg nehezen oszlik szét, akkor a mintát melegítjük fel lassan 25 és 40 °C közé, és gondos keveréssel emulgáljuk bele az edényhez tapadó tejszint. Gyorsan hűtjük le a mintát 20–25 °C-ra.

Ha szükséges használhatunk homogenizátort is a zsír eloszlásához.

Nem várhatunk pontos eredményeket, ha a minta elkülönült, folyékony zsírt vagy az edény falához tapadó, szemmel látható, szabálytalan alakú, fehér részecskéket tartalmaz.

6. Vizsgálati eljárás

6.1. Az edény előkészítése

A fedelet az edény mellé helyezve, melegítjük az edényt (4.4.) szárítószekrényben (4.3.) 102 ± 2 °C hőmérsékleten legalább 30 percig. Tegyük a fedőt az edényre és azonnal helyezzük exszikkátorba (4.2.), hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre (legalább 30 perc) és mérjük meg 0,1 mg pontossággal.

6.2. Bemérés

Közvetlenül mérjük az edénybe 0,1 mg pontossággal 3-5 g előkészített vizsgálati anyagot.

- 6.3. Meghatározás
- 6.3.1. Az edény tartalmát vízfürdőn (4.5.) 30 percig előszárítjuk.
- 6.3.2. Melegítsük az edényt a mellé helyezett fedővel szárítószekrényben (4.3.) 102 ± 2 °C hőmérsékleten két órán át. Tegyük a fedőt az edényre és vegyük ki a szárítószekrényből.
- 6.3.3. Hagyjuk lehűlni exszikkátorban (4.2.) (legalább 30 perc) szobahőmérsékletre, és mérjük meg 0,1 mg pontossággal.
- 6.3.4. Melegítsük ismét az edényt a mellé helyezett fedővel a szárítószekrényben egy órán keresztül. Tegyük rá a fedőt az edényre és vegyük ki a szárítószekrényből. Hagyjuk lehűlni kb. 30 percig exszikkátorban és mérjük meg 0,1 mg pontossággal.
- 6.3.5. Ismételjük a 6.3.4. pontban leírt műveletet addig, amíg a tömegkülönbség két egymást követő méréskor már nem haladja meg a 0,5 mg-ot. A legkisebb tömeget jegyezzük fel.

7. Az eredmények megadása

7.1. Számítás és képlet

Az összes szárazanyag-tartalmat, tömegszázalékban, a következő képlettel számítjuk ki:

$$W_r = \frac{m_2 - m_o}{m_1 - m_o} \times 100$$

ahol

W_r az összes szárazanyag-tartalom, g/100 g;

m_o az edény és a fedő tömege, g;

m_1 az edény, a fedő és a vizsgálati anyag tömege, g;

m_2 az edény, a fedő és a vizsgálati anyag tömege, szárítás után, g.

Az eredményt 0,01 tömegszázalékra kerekítve kell megadni.

7.2. Pontosság

7.2.1. Ismételhetőség (r): 0,10 g összes szárazanyag/100 g termék.

7.2.2. Összehasonlíthatóság (R): 0,20 g összes szárazanyag/100 g termék.

II. A ZSÍRTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a nyers tej, a teljes tej, a zsírszegény (részben fölözött) és a sovány (fölközött) tej zsírtartalma meghatározásának referenciamódszere.

2. Fogalommeghatározás

A tej zsírtartalma: minden olyan anyag, amelyet ezzel a módszerrel meghatározunk, tömegszázalékban kifejezve.

3. A módszer elve

A vizsgálati anyag ammóniás és etil-alkoholos oldatát dietil-éterrel és petroléterrel extraháljuk, az oldószert ledesztilláljuk vagy elpárologtatjuk és a petroléterben oldható extrahált anyag tömegét meghatározzuk. (Az eljárás Röse–Gottlieb-módszerként általánosan ismert.)

4. Vegyszerek

Az összes vegyszer analitikai minőségű legyen, és a vakpróbának ne legyen maradéka.

A vegyszerek minőségének ellenőrzéséhez a 6.3. pontban leírt meghatározást kell elvégezni. A beméréshez egy kitarázott üres lombikot, főzőpoharat vagy fémcsészét (5.9.) használjunk, amelyet a 6.4. pontban leírtak szerint készítünk elő (hogy a környezeti feltételeknek a mérésre gyakorolt hatását korrigáljuk). Ha a táratömeg látszólagos változásával korrigált visszamaradó anyag tömege 2,5 mg-nál több, akkor külön-külön meg kell határozni 100 ml dietil-éter és 100 ml petroléter elpárologtatás utáni maradékát.

Bemérés előtt ez esetben is meg kell határozni a táratömeget. Ha a visszamaradó anyag 2,5 mg-nál több, akkor meg kell tisztítani az oldószert desztillációval, vagy másik oldószert kell használni.

- 4.1. Ammóniaoldat, kb. 25% (m/m) NH_3 -tartalommal.
Nagyobb koncentrációjú ammóniaoldat is használható (lásd. a 6.5.1. és az A. 1.5.1. pontot).
- 4.2. Etil-alkohol, legalább 94% (V/V)-os. Metil-alkohollal denaturált etil-alkohol is használható, ha bizonyítottan nem befolyásolja a meghatározás eredményeit.
- 4.3. Kongóvörös- vagy krezolvörösindikátor-oldat
Oldjunk fel 1 g kongóvörös- vagy krezolvörösindikátort, és hígítsuk fel 100 ml-re.
Megjegyzés:
Az oldat használata lehetővé teszi az oldószert és a vizes fázis határfelületének pontosabb megállapítását. Használata nem kötelező (6.5.2.).
Más vízzeloldható színezékek is használhatók, feltéve, hogy nem befolyásolják a meghatározás eredményét.
- 4.4. Dietil-éter, peroxidmentes, legfeljebb 2 mg/kg antioxidáns-tartalommal, a tisztasági követelményeket kielégítő (6.3.).
- 4.5. Petroléter, forrási tartománya 30–60 °C.
- 4.6. Oldószerverkeverék, amelyet közvetlenül a felhasználás előtt készítenek azonos mennyiségű dietil-éter (4.4.) és petroléter (4.5.) összekeverésével.

5. Eszközök

Figyelmeztetés: Mivel a meghatározáskor tűzveszélyes oldószereket használunk, ezért minden elektromos készüléknek meg kell felelnie a tűzveszélyes oldószerek használatára vonatkozó előírásoknak.

A szokásos laboratóriumi eszközök és a következők:

- 5.1. Analitikai mérleg.
- 5.2. Centrifuga az extrahálólombikokhoz vagy -csövekhez (5.6.), amely percenként 500-600 fordulatszám mellett 80-90 g gravitációs mezőt eredményez a lombikok, illetve a csövek külső végén.
Megjegyzés:
Használata nem kötelező (6.5.5.).
- 5.3. Desztilláló- vagy lepárlókészülék, amely lehetővé teszi az oldószerek, illetve az etil-alkohol ledesztillálását a lombikból vagy elpárologtatását a főzőpoharokból és a csészékből (6.5.12. és 6.5.15.) legfeljebb 100 °C hőmérsékleten.

- 5.4. Szárítószekrény, elektromos fűtéssel, teljesen nyitott szellőzőnyílásokkal, amely alkalmas a munkatér minden pontján 102 ± 2 °C hőmérséklet tartására.
- 5.5. Vízfürdő, hőmérséklete 35-40 °C-ra szabályozható.
- 5.6. Mojonnier-féle extrahálólombik.
Megjegyzés:
Használhatunk szifonnal vagy mosópalack-feltéttel ellátott extrahálócsöveket is, de ebben az esetben más, a függelékben leírt vizsgálati eljárást kell alkalmazni.
Az extrahálólombikokat (vagy -csöveket) becsiszolt üveg dugóval vagy jó minőségű parafa dugóval vagy más, a használt vegyszereknek ellenálló dugóval kell felszerelni. A parafa dugókat dietil-éterrel kell extrahálni (4.4.), majd legalább 60 °C-os vízben kell tartani legalább 15 percig és vízben kell lehűlni hagyni, hogy használatkor vízzel telítettek legyenek.
- 5.7. Állvány az extrahálólombikokhoz (vagy -csövekhez) (5.6.).
- 5.8. Mosópalack, az oldószerkeverékhez (4.6.). Műanyag palackot nem szabad használni!
- 5.9. Zsírgyűjtő edény, pl. forralólombik (lapos fenekű) vagy Erlenmeyer-lombik 125–250 ml űrtartalommal vagy fémedények. Ha fémedényt használunk, akkor az lehetőleg rozsdamentes acélból készüljön, magassága kb. 50 mm, átmérője 80–100 mm legyen, továbbá lapos fenekű és lehetőleg kiöntőcsőrel ellátott legyen.
- 5.10. Forrást elősegítők, zsírmentes, nem porózus, porcelán, szilikonkarbid vagy üveggyöngy (használat a fémedények esetén nem kötelező).
- 5.11. Mérőhenger, 5 és 25 ml űrtartalommal.
- 5.12. Pipetta, osztott, 10 ml űrtartalommal.
- 5.13. Fogó, fémből, amely alkalmas a lombikok, a főzőpoharak vagy a csészék megfogására.

6. Vizsgálati eljárás

Megjegyzés:

A szifonnal ellátott extrahálócsöves alternatív eljárást (lásd az 5.6. pont megjegyzését) a függelék tartalmazza.

- 6.1. A vizsgálati minta előkészítése
Állítsuk be a laboratóriumi minta hőmérsékletét 15 perc alatt 35-40 °C-ra (szükség esetén vízfürdőn). A mintatartó edény ismételt átforgatásával keverjük meg alaposan, de óvatosan a mintát úgy, hogy a habképződést vagy a kiköptülődést elkerüljük, majd gyorsan hűtsük le 20 °C-ra.
- 6.2. Bemérés
Keverjük meg a vizsgálati anyagot (6.1.) átforgatva az edényt háromszor vagy négyszer, és azonnal mérjük be 10-11 g-ot 1 mg pontossággal, közvetlenül vagy visszaméréssel az egyik extrahálólombikba (5.6.).
A vizsgálati anyagot a lehető legkisebb veszteséggel juttassuk az extrahálólombik alsó (kis) gömbrészébe.
- 6.3. Vakpróba
Végezzünk vakpróbát a meghatározással egyidejűleg, ugyanazokat a vegyszereket használva, de a vizsgálati anyag helyett 10-11 ml vizet mérjük be.
A zsírgyűjtő edény látszólagos tömegvesztése, korrigálva a kontrollédény látszólagos tömegvesztésével, legfeljebb 2,5 mg.

- 6.4. A zsírgyűjtő edény előkészítése
Szárítószekrényben (5.4.) szárítsunk 1 órán át egy edényt (5.9.) forrást elősegítővel (5.10.) együtt, amelyet az egyenletes enyhe forrás fenntartására alkalmazunk. Hagyjuk lehűlni az edényt (nem exszikkátorban, de portól védett helyen) a mérlegszoba hőmérsékletére (üveg-edények esetében legalább 1 óra, fémedények esetében legalább 30 perc). Ügyelve a hőmérséklet-változások elkerülésére, helyezzük fogóval az edényt a mérlegre és mérjük meg 0,1 mg pontossággal.
- 6.5. Meghatározás
- 6.5.1. 2 ml ammóniaoldattal (4.1.) vagy töményebb ammóniaoldat egyenértékű mennyiségével alaposan keverjük össze a vizsgálati anyagot az extrahálólombik kis gömbrészében. Az ammónia hozzáadása után azonnal végezzük el a meghatározást.
- 6.5.2. Adjunk hozzá 10 ml etil-alkoholt (4.2.) és óvatosan, de alaposan keverjük össze úgy, hogy a lombik tartalma előre-hátra folyhasson a két gömb között; vigyázzunk, hogy a folyadék ne kerüljön túl közel a palack nyakához. Ha szükséges, adjunk hozzá két csepp kongóvörös-vagy krezolvörösindikátor-oldatot (4.3.).
- 6.5.3. Adjunk hozzá 25 ml dietil-étert (4.4.), zárjuk le a lombikot vízzel telített parafa dugóval vagy vízzel megnedvesített dugóval (5.6.) és óvatosan rázzuk a lombik tartalmát egy percig (elkerülve a tartós emulzió kialakulását) vízszintesen tartva az edényt úgy, hogy a kis gömbrész felfelé mutasson. A folyadéknak ismételten át kell folynia a nagy gömbből a kis gömbbe. Ha szükséges hűtsük le a lombikot folyó vízzel, azután óvatosan távolítsuk el a dugót és azt, valamint a lombik nyakát öblítsük le kevés oldószerkeverékkel (4.6.), használva a mosópalackot (5.8.) úgy, hogy az oldószerkeverék a lombikba jusson.
- 6.5.4. Adjunk hozzá 25 ml petrolétert (4.5.), zárjuk le a lombikot újrancedvesített dugóval (vízbe mártva), és rázzuk óvatosan 30 másodpercig a 6.5.3. pontban leírtak szerint.
- 6.5.5. Centrifugáljuk a lezárt edényt 1-5 percig 500-600 percenkénti fordulattal (5.2.). Centrifuga hiányában (lásd az 5.2. pont megjegyzését), a lezárt lombikot hagyjuk állni az állványon (5.7.) legalább 30 percig, amíg a felszínen úszó réteg tiszta nem lesz, és tökéletesen el nem különül a vizes rétegtől. Ha szükséges, hűtsük le a lombikot folyó vízzel.
- 6.5.6. Óvatosan távolítsuk el a dugót és azt, valamint a lombik nyakának belső felületét öblítsük le kevés oldószerkeverékkel (4.6.) úgy, hogy az bejusson az edénybe.
Ha a két réteg határfelülete túlságosan alul van, úgy a lombik falán öntsünk óvatosan vizet az elegyhez, a réteghatár megemelésére annak érdekében, hogy az oldószer leönthető (dekantálható) legyen.
- 6.5.7. Az extrahálólombikot a kisgömb-részénél fogva, a felső fázist a lehető legnagyobb mértékben dekantáljuk a forrást elősegítőt (5.10.) tartalmazó zsírgyűjtő edénybe (6.4.). Ügyelni kell arra, hogy a vizes fázisból ne kerüljön anyag a zsírgyűjtő edénybe.
- 6.5.8. Öblítsük le az extrahálólombik nyakának külső végét kevés oldószerkeverékkel (4.6.) a zsírgyűjtő edénybe, ügyelve arra, hogy oldószerkeverék ne jusson a lombik külső falára.
Ha szükséges az oldószert vagy annak egy részét eltávolíthatjuk a lombikból desztillációval vagy elpárologtatással a 6.5.12. pontban leírtak szerint.
- 6.5.9. Adjunk 5 ml etil-alkoholt (4.2.) az extrahálólombik tartalmához, amellyel egyúttal a lombik nyakának belső falát leöblítjük, és keverjük össze a lombik tartalmát a 6.5.2. pontban leírtak szerint.
- 6.5.10. Végezzünk második extrakciót csak 15 ml dietil-éterrel (4.4.) és 15 ml petroléterrel (4.5.) a 6.5.3–6.5.8. pontokban leírtak szerint úgy, hogy a lombik nyakának belső falát is leöblítjük. Ha szükséges, emeljük a két réteg határfelületét a lombik nyakának a feléig, hogy az oldószeres fázis dekantálása minél tökéletesebb legyen.

- 6.5.11. Végezzünk harmadik extrakciót csak 15 ml dietil-éterrel (4.4.) és 15 ml petroléterrel (4.5.) a 6.5.3–6.5.8. pontokban leírtak szerint leöblítve azzal az extrahálólombik nyakának belső falát. Ha szükséges, emeljük a két réteg határfelületét a lombik nyakának a feléig a tökéletes dekantálhatóság érdekében.
- 6.5.12. Távolítsuk el az oldószerkeveréket (beleértve az etil-alkoholt is) a lombikból desztillációval, főzőpohár vagy csésze használata esetén elpárologtatással (5.3.), leöblítve a lombik nyakának belső felületét kevés oldószerkeverékkel (4.6.) a desztilláció előtt.
- 6.5.13. Helyezzük a zsírgyűjtő edényt (a lombikot oldalára fektetve az oldószermaradék könnyebb eltávolítása végett) 1 órára szárítószekrénybe (5.4.). Vegyük ki a zsírgyűjtő edényt a szárítószekrényből, hagyjuk lehűlni abban a helyiségben, ahol mérni fogjuk (nem exsikkátorban, de portól védett helyen) a mérlegszoba hőmérsékletére (üvegedények esetében legalább 1 óra, fémedények esetében legalább 30 perc szükséges), és mérjük le a tömegét 0,1 mg pontossággal.
- Ne töröljük meg az edényt közvetlenül a mérés előtt. Az edényt a mérlegre fogóval helyezzük, és kerüljük a hőmérséklet-különbségeket.
- 6.5.14. Ismételjük meg a 6.5.13. pontban leírt műveleteket mindaddig, amíg a zsírgyűjtő edény egymásután mért, két tömege között az eltérés legfeljebb 0,5 mg. A zsírgyűjtő edény és az extraktum együttes tömegének a legkisebb mért értéket tekintjük.
- 6.5.15. Mérjük 25 ml petrolétert a zsírgyűjtő edénybe annak megállapítására, hogy a kivont anyag teljesen oldható vagy sem. Óvatosan melegítsük mozgatás közben az edényt, amíg az összes zsír fel nem oldódik.
- Ha a kivont anyag teljesen feloldódik a petroléterben, akkor a zsír tömege a kivont anyagot tartalmazó edény legkisebb mért tömege (6.5.14.) és az üres edény tömege közötti (6.4.) különbség.
- 6.5.16. Ha a kivont anyag nem oldódik fel teljesen a petroléterben, vagy kétségünk van felőle, akkor távolítsuk el a zsírt az edényből ismételt meleg petroléteres mosással.
- Hagyjuk az oldhatatlan anyagot leülepedni, és óvatosan dekantáljuk a petrolétert az oldhatatlan anyag felkavarása nélkül. Petrolétert használva ismételjük meg ezt a műveletet háromszor úgy, hogy az edény nyakának belső falát leöblítjük.
- Végül öblítsük le az edény felső, külső részét az oldószerkeverékkel úgy, hogy az oldószer ne terjedjen szét az edény külső falán. Szárítószekrényben 1 órán át melegítve az edényt távolítsuk el a petrolétermoizolációt, hagyjuk lehűlni és mérjük meg a tömegét a 6.5.13. és 6.5.14. pontokban leírtak szerint.
- A zsír tömegének a 6.5.14. pontban meghatározott tömeg és e végső tömeg különbségét tekintjük.

7. Az eredmények megadása

7.1. Számítás és képlet

A zsírtartalmat, tömegszázalékban, a következő képlettel számítjuk ki:

$$F = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

ahol

F zsírtartalom, g/100 g;

m_0 a vizsgálati anyag (6.2.) tömege, g;

m_1 a zsírgyűjtő edény és a 6.5.14. pontban leírtak szerint meghatározott kivont anyag tömege, g;

m_2 az előkészített zsírgyűjtő edény tömege, vagy nem oldódó anyag esetén a zsírgyűjtő edény és a 6.5.16. pontban leírtak szerint meghatározott oldhatatlan anyag együttes tömege, g;

- m_3 a vakpróbához (6.3.) használt zsírgyűjtő edénynek a 6.5.14 pontban leírtak szerint meghatározott tömege, g;
- m_4 a vakpróbához (6.3.) használt zsírgyűjtő edénynek vagy oldhatatlan anyag esetén a 6.5.16. pontban leírtak szerint meghatározott, oldhatatlan maradékot is tartalmazó zsírgyűjtő edénynek a tömege, g.

Az eredményt 0,01% pontossággal kell megadni.

7.2. Pontosság

7.2.1. Ismételhetőség (r):

- teljes tejsre és zsírszegény (részben fölözött) tejsre: 0,02 g zsír/100 g termék;
- sovny (fölözött) tejsre: 0.01 g zsír/100 g termék.

7.2.2. Összehasonlíthatóság (R):

- teljes tejsre: 0,04 g zsír/100 g termék;
- zsírszegény (részben fölözött) tejsre: 0.03 g zsír/100 g termék;
- sovány (fölözött) tejsre: 0.025 g zsír/100 g termék.

III. A ZSÍRMENTES SZÁRAZANYAG-TARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a hőkezelt tej összes zsírmentes szárazanyag-tartalma meghatározásának referenciamódszere.

2. Fogalom meghatározás

Zsírmentes szárazanyag-tartalom: a szárazanyag-tartalom (I. fejezet) és a zsírtartalom (II. fejezet) különbsége.

A zsírmentes szárazanyag-tartalmat tömegszázalékban kell kifejezni.

IV. AZ ÖSSZES NITROGÉNTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a leírás a nyers tej, a hőkezelt teljes tej, a zsírszegény (részben fölözött) és a sovány (fölözött) tej összes nitrogéntartalma meghatározásának referenciamódszere.

2. Fogalom meghatározás

A tej összes nitrogéntartalma: a leírt Kjeldahl-módszerrel meghatározott nitrogéntartalom, tömegszázalékban kifejezve.

3. A módszer elve

A bemért tejmintát kálium-szulfát és réz(II)-szulfát katalizátor jelenlétében tömény kénsavval roncsoljuk abból a célból, hogy a szerves vegyületek nitrogéntartalma ammónium-szulfáttá alakuljon át. Nátrium-hidroxid-oldat hozzáadásával az ammóniát felszabadítjuk majd bórsavoldatba desztilláljuk át és elnyeletjük. Ezt az oldatot azután savmérőoldattal titráljuk.

4. Vegyszerek

4.1. Kálium-szulfát (K_2SO_4).

4.2. Réz-szulfát-oldat. Oldjunk fel 5,0 g kristályos réz(II)-szulfátot ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) vízben és higítsuk 100 ml-re (20 °C-on) mérőlombikban.

4.3. Kénsav, legalább 98,0% (m/m) H_2SO_4 -tartalmú.

- 4.4. Nátrium-hidroxid-oldat. 47% (m/m) -os (704 g NaOH/1 20 °C-on).
Megjegyzés:
 Kisebbségű nátrium-hidroxid-oldatot is szabad használni, pl. 40% (m/m)-ost (572 g/1 20 °C-on) vagy 30% (m/m) -ost (399 g/1 20 °C-on).
- 4.5. Bórsavoldat. Oldjunk fel 40 g bórsavat (H_3BO_3) egy liter forró vízben, hagyjuk lehűlni és tároljuk boroszilikátüvegben.
- 4.6. Indikátoroldat. Oldjunk fel 0,01 g metilvöröset, 0,02 g brómtimolkéket és 0,06 g bróm-krezolzöldet 100 ml etil-alkoholban. Az oldatot zárt barna üvegben, sötét, hűvös helyen kell tárolni.
- 4.7. Mérőoldat.
 0,1 mol/l HCL vagy 0,05 mol/l H_2SO_4 , 0,0001 mol/l pontossággal beállított.
- 4.8. Nitrogénmentes répacukor.
- 4.9. Ammóniumsó, tiszta ammónium-oxalát $/(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O/$ vagy ammónium-szulfát $/(NH_4)_2SO_4/$.
- 4.10. Triptofán ($C_{11}H_{12}N_2O_2$), fenacetin ($C_{10}H_7CH_2CONH_2$) vagy lizin-mono- vagy di(hidrogén-klorid) ($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$), illetve ($C_6H_{14}N_2O_2 \cdot 2 HCl$).
Megjegyzés:
 A 4.9. és a 4.10. pont szerinti reagenseknek analitikailag legtisztább minőségűnek kell lenniük.
 Lehetőség szerint bizonylatolt ammóniumsó-oldatot kell használni (4.9.).

5. Eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök és a következők:

- 5.1. Kjeldahl-lombikok, 500 ml űrtartalommal.
- 5.2. Megfelelő, forrást elősegítő anyag, pl. üveggyöngy kb 5 mm átmérőjű, pl. Hengar-granulátum, habkő.
- 5.3. Büretta vagy automata pipetta, 1,0 ml beméréséhez.
- 5.4. Osztott mérőhengerek üvegből, 50, 100 és 250 ml űrtartalommal.
- 5.5. Roncsolókészülék, amely a roncsolólombikot ferde helyzetben (kb. 45 fokos szögben) tartja, olyan elektromos vagy gáz-fűtőberendezéssel, amellyel elkerülhető, hogy a roncsolólombik folyadékszint feletti része melegítődjön, valamint elszívóberendezés.
- 5.6. Desztillálókészülék boroszilikátüvegből, amelyhez Kjeldahl-lombik szerelhető. Ez megfelelő desztillálófeltétből, hozzákapcsolódó egyenes, belső csöves, hatékony hűtőből és alsó részén egyenes kifolyócsőből áll. A csatlakozótömlőknek, dugóknak megfelelően kell tömíteniük, ezért előnyös, ha neoprégumiból készülnek.
- 5.7. Pipetta vagy automata pipetta 0,10 ml kiméréséhez.
- 5.8. Erlenmeyer-lombik, 500 ml űrtartalommal, 200 ml-nél jelöléssel.
- 5.9. Büretta, 50 ml űrtartalommal, 0,1 ml-es osztással, legfeljebb $\pm 0,05$ ml hibával.
- 5.10. Nagyítólencse, a büretta (5.9.) leolvasásához.
- 5.11. pH-mérő.

5.12. Automata buretta.

6. Vizsgálati eljárás

6.1. Tegyük a Kjeldahl-lombikba (5.1.) forrást elősegítő anyagot (5.2.) (pl. három üvegyöngyöt), 15 g kálium-szulfátot (4.1.), 1,0 ml réz-szulfát-oldatot (4.2.), kb. 5 g tejmintát (0,001 g pontossággal lemérve) és 25 ml kénsavat (4.3.) rétegezzük rá. A lombik nyakára tapadt réz-szulfátot, kálium-szulfátot vagy tejmintát a savval öblítsük a lombikba. Ezután óvatosan keverjük össze a lombik tartalmát.

Megjegyzés:

Mivel a szerves vegyületek a forralás során kénsavat fogyasztanak, 5,0% (m/m)-nál nagyobb zsírtartalmú tejminta esetén 25 ml helyett 30 ml kénsavat (4.3.) használjunk a roncsoláshoz.

Ugyanígy kell eljárni a vakpróbával is.

6.2. Melegítsük a roncsolókészülékre (5.5.) helyezett Kjeldahl-lombikot eleinte egészen óvatosan úgy, hogy a fekete hab teljes egészében a gömbrészben maradjon. Amikor a kezdeti habzás megszűnik és sűrű fehér gőz jelenik meg, kezdjük erősebben forralni az elegyet (a savgőz kondenzálódik a lombik nyakának felénél) addig, amíg eltűnnek a fekete részecskék, a lombik tartalma kitisztul és halvány késsárga színűvé nem válik. Ezután kíméletesen forraljuk még legalább 1,5 órán keresztül. Az alábbi feltételeknek fenn kell állniuk:

- a) a lombik tartalmának a kitisztulásáig eltelt időtartama legfeljebb 1 óra;
a teljes roncsolási időtartam legfeljebb 2,5 óra. Ha egy óránál több időre van szükség a kitisztuláshoz, akkor a teljes roncsolási időtartamot ennek megfelelően meg kell növelni.
- b) A hozzáadott kálium-szulfát segíti a roncsolást, mivel növeli az elegy forráspontját. Ha a roncsolás után visszamaradó kénsav mennyisége kevesebb, mint kb. 15 ml, akkor esetleg nitrogénvesztéssel kell számolni helyi túlhevülés miatt. Ha a hevítést gázégővel végezzük, akkor a lombikot olyan kör alakú nyílással rendelkező, hőszigetelt anyagból készült lemezen hevítjük, amelynek akkora az átmérője, hogy az égő lángja a lombiknak csak a folyadékfelszín alatti részét érje (5.5.).
- c) Ha elszenesedett részek kerülnek a lombik nyakára és ezek nem jutnak vissza az erőteljes hevítés kezdetén a lecsapódó savgőzökkel a lombikba, amit a lombik mozgatásával lehet segíteni, akkor hagyjuk lassan lehűlni a lombikot és kevés vízzel gondosan öblítsük bele. Ezután folytassuk az előzőek szerint a roncsolást.

6.3. Amikor a Kjeldahl-lombik lehűlt, adjunk hozzá 300 ml vizet (lásd a megjegyzést) úgy, hogy a nyakára tapadt anyagot gondosan a lombikba mossuk, és alaposan keverjük meg a tartalmát, hogy a kivált kristályok feloldódjanak.

Adjunk hozzá forrást elősegítő anyagot (5.2.) az egyenletes forrás biztosítására. Ezután mérjük a lombikba 70 ml nátrium-hidroxid-oldatot (4.4.) (lásd a megjegyzést) óvatosan alárétegezve az oldatot a megdöntött lombik nyakán, hogy a nátrium-hidroxid-oldat alsó réteget képezzen. A nyak felső részét ne érje nátrium-hidroxid-oldat.

Megjegyzés:

Fontos, hogy a víz és a nátrium-hidroxid-oldat együttes mennyisége 370 ml legyen azért, hogy kb. 150 ml desztillátumot összegyűjtjünk a késleltetett forrás (lökődések) jelentkezése előtt (6.4.).

Ha hígabb nátrium-hidroxid-oldatból nagyobb mennyiséget mérünk a lombikba, akkor a hozzáadott vízmennyiséget arányosan csökkenteni kell.

Pl. ha 85 ml 40%-os vagy 125 ml 30%-os nátrium-hidroxid-oldatot mérünk be, a hozzáadott víz mennyisége 285 ml, illetve 245 ml legyen.

6.4. A Kjeldahl-lombikot azonnal kapcsoljuk a desztillálókészülékhez (5.6.). Biztosítani kell, hogy a hűtő kivezető csöve a szedőedényben (5.8.) lévő 50 ml bórsavoldat (4.5.) és 0,20 ml (5-6 csepp) indikátoroldat (4.6.) elegyébe merüljön. Keverjük össze alaposan a Kjeldahl-lombik tartalmát, és forraljuk óvatosan, hogy a túlzott habzást elkerüljük. Amikor 100-125

ml desztillátum összegyűlt, süllyesszük le a szedőedényt annyira, hogy a hűtő kivezető csövének vége kb. 40 mm-re legyen a 200 ml jelzés felett. Folytassuk a desztillációt a késleltetett forrás (lökődések) jelentkezéséig; ekkor azonnal kapcsoljuk ki a fűtést. Szereljük le a Kjeldahl-lombikot és a hűtő kivezető csövét kevés vízzel öblítsük a szedőedénybe. Az alábbi követelményeknek kell teljesülniük:

- a) A desztillációt úgy kell végezni, hogy a késleltetett forrás (lökődések) jelentkezéséig összegyűjtött desztillátum mennyisége kb. 150 ml, a szedőedényben lévő folyadék térfogata pedig kb. 200 ml legyen.
- b) A hűtést úgy kell szabályozni, hogy a desztilláció során a desztillátum hőmérséklete ne haladja meg a 25 °C-ot.

- 6.5. Titráljuk a desztillátumot a mérőoldattal (4.7.) pH-mérő készüléket használva $4,6 \pm 0,1$ pH-értékig, tetszés szerint automata bürettát alkalmazva. Indikátor hozzáadásával ellenőrizhetjük a titrálás pontos végpontját. Nagyító (5.10.) használatával kiküszöbölve a parallaxis-hibát, olvassuk le a fogyást 0,01 ml pontossággal.

A titrálást végezhetjük csak indikátor jelenlétében. A végponthoz tartozó szín megegyezik 150 ml vízből, 50 ml bórsavoldatból és 0,20 ml indikátoroldatból Erlenmeyer-lombikban (5.8.) frissen készített elegy színével.

- 6.6. Végezzünk vakpróbát a 6.1-6.5. pontok szerint, 5 ml desztillált vizet és kb. 0,1 g répacukrot (4.8.) bemérve a tejminta helyett.

Megjegyzés:

A vakpróba desztillátumának titrálásakor csak igen kis mennyiségű mérőoldat (4.7.) fogyása kívánatos.

- 6.7. Az eljárás pontosságát a 6.1-6.5. pontokban leírt két visszanyerési vizsgálattal kell ellenőrizni.

- 6.7.1. Annak ellenőrzésére, hogy a desztilláció folyamán nem lép-e fel nitrogénvesztés, helyi túlhevülés vagy a csatlakozások szivárgása miatt, mérjük be 0,15 g ammónium-oxalátot (4.9.) vagy -szulfátot 0,001 g pontossággal, adjunk hozzá 0,1 g répacukrot (4.8.) és végezzük el a vizsgálatot.

A nitrogén visszanyerési százaléka 99,0 és 100,0% között legyen.

A kisebb vagy a nagyobb értékek módszerbeli hibára és/vagy a mérőoldat (4.7.) nem megfelelő koncentrációjára utalnak.

- 6.7.2. A roncsolási folyamatot úgy ellenőrizzük, hogy 0,20 g tiszta triptofánt, 0,35 g fenacetint vagy 0,20 g lizin-hidrogén-kloridot (4.10.) mérünk be annak megállapítására, hogy a nitrogén teljes mennyisége szabaddá vált-e.

Mínegyiket 0,001 g pontossággal kell bemérni.

A nitrogént legalább 98-99%-ban kell visszanyerni.

7. Munkavédelmi előírások

A tömény kénsavval és a nátrium-hidroxiddal való munkavégzéskor, valamint a Kjeldahl-lombikkal végzett munka során mindig viseljünk laboratóriumi köpenyt, biztonsági szemüveget és saválló kesztyűt.

Desztillálás közben soha ne hagyjuk a Kjeldahl-lombikot felügyelet nélkül. Ha a lombik tartalma túl intenzíven forr, akkor veszély miatt azonnal állítsuk le a desztillálást. Ha a gáz vagy az áram több, mint két vagy három percre kimarad, engedjük le a desztillátumot gyűjtő edényt úgy, hogy a hűtő kivezető csöve ne érjen a folyadékba.

8. Az eredmények megadása

- 8.1. Számítás és képlet

Számítsuk ki a nitrogéntartalmat (W_N), g nitrogén/100 g termék egységben, a következő képlettel:

$$W_N = \frac{1,40 (V - V_o) \cdot c}{m}$$

ahol

W_N nitrogéntartalom, g/100 g;

V a meghatározáshoz fogyott savmérőoldat térfogata, ml;

V_o a vakpróbára fogyott savmérőoldat térfogata, ml;

c a savmérőoldat koncentrációja, mol/liter;

m a bemért vizsgálati minta tömege, g.

Az eredményt 0,001 g/100 g-ra kerekítve kell megadni.

8.2. Pontosság

8.2.1. Ismételhetőség (r): 0,007 g/100 g.

8.2.2. Összehasonlíthatóság (R): 0,015 g/100 g.

9. Módosított eljárások

9.1. Blokk-roncsolókészüléket és megfelelő henger alakú roncsolóedényt használhatunk az 5.5. és 5.1. pontokban leírt roncsolókészülék és Kjeldahl-lombik helyett. Ebben az esetben a potenciális hibaforrásokat minden egyes ponton egyedileg kell megvizsgálni (6.7.).

9.2. A közvetlen melegítés helyett alkalmazhatunk vízgőz-desztillációt. Ha a vízgőz-desztilláló készülék nem teszi lehetővé desztillált víz használatát, akkor gondoskodjunk arról, hogy a használt víz ne tartalmazzon illó savas vagy lúgos alkotórészt.

9.3. 5 g-os bemérés (6.1.) helyett alkalmazhatunk 1 g-os mintabemérést (félmikro Kjeldahl), amely esetben:

- a roncsoláshoz használt reagensek mennyiségét (6.1.)
(H_2SO_4 , $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$, K_2SO_4), megfelelő arányban csökkentjük (1/5),
- a teljes roncsolási időtartamot (6.2.) 75 percre rövidítjük,
- a nátrium-hidroxid-oldat mennyiségét (6.3.) ugyanolyan arányban csökkentjük (1:5),
- kisebb koncentrációjú savmérőoldatot (4.7.) (0,02-0,03 mol/l) alkalmazunk.

Megjegyzés:

Ezen választható eljárások közül egy vagy több alkalmazása akkor van megengedve, ha a leírásban meghatározott ismételhetőségi követelmények (8.2.1.), valamint a két ellenőrző vizsgálatra vonatkozó pontosság teljesülnek.

V. A FEHÉRJETARTALOM MEGHATÁROZÁSA

1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a hőkezelt tej fehérjetartalom-meghatározásának a referenciamódszere.

2. Fogalom meghatározás

Fehérjetartalom: a IV. fejezetben leírt eljárással meghatározott és tömegszázalékban kifejezett nitrogéntartalomból megfelelő faktoriala megszorozva kapott érték (3. pont).

3. Az eredmények kiszámítása

A tej fehérjetartalma tömegszázalékban kifejezve egyenlő 6,38 x a tej összes N-tartalma %-ban.

VI. A SŰRŰSÉG MEGHATÁROZÁSA

1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a nyers tej, a hőkezelt teljes tej, zsírszegény (részben fölözött) és a sovány (fölözött) tej 20 °C-on végzett sűrűségmeghatározásának módszere.

2. Fogalom meghatározás

A tej sűrűsége (relatív sűrűsége) meghatározott térfogatú 20 °C-os tej tömegének és a vele azonos térfogatú, 20 °C hőmérsékletű víz tömegének a hányadosa.

3. A módszer elve

A tej sűrűségét 20 °C hőmérsékleten sűrűségmérővel határozzuk meg.

4. Eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök, valamint a következők:

4.1. Sűrűségmérő

A sűrűségmérő olyan üveg úszóttest, amely alsó végén széles és nehéz. A felső végéhez közös tengelyű üvegcső csatlakozik, amelynek felső vége zárt.

Az üveg úszóttestben van a sűrűségmérő tömegének beállításához szükséges nehezék (ólom, higany stb.). Az üvegcsőben osztott skála van, 1,025–1,035 g/ml beosztással.

A sűrűségmérőt piknométeres módszerrel kell ellenőrizni. A piknométer kb. 100 ml űrtartalmú és precíziós hőmérővel van ellátva.

4.2. Hengerek (üveg vagy rozsdamentes acél).

Minimális méretek:

- belső átmérő kb. 35 mm
- belső magasság kb. 225 mm

4.3. Vízfürdő, 20 ± 0,1 °C-ra beállítható.

4.4. Vízfürdő, 40 ± 2 °C-ra beállítható.

4.5. Hőmérő, 0,5 °C beosztással.

5. Vizsgálati eljárás

5.1. A zsír eloszlataása céljából, keverjük meg a mintát a mintatartó edény átforgatásával és tegyük vízfürdőbe (4.4.).

Hagyjuk, hogy a minta felmelegedjen 40 °C hőmérsékletre és tartsuk ezen a hőmérsékleten öt percen át. A mintatartó edény óvatos átforgatásával alaposan keverjük össze a mintát, biztosítva a zsír egyenletes eloszlását. Ezt követően hűtsük le 20 °C-ra a másik vízfürdőben (4.3.).

5.2. Ismét keverjük össze alaposan a mintát a mintatartó edény óvatos átforgatásával, habzás nélkül. Öntsük a tejet a hengerbe (4.2.), amelyet megdöntve tartsunk, hogy elkerüljük a hab- és buborékképződést. Annyi tejmintát használjunk, hogy az kicsorduljon a hengerből, amikor a sűrűségmérőt behelyezzük (4.1.). Óvatosan engedjük a sűrűségmérőt a tejbe és hagyjuk abban szabadon úszni, amíg eléri egyensúlyi helyzetét. A henger függőleges helyzetben álljon. A sűrűségmérőnek a folyadékoszlop közepén kell elhelyezkednie, nem szabad, hogy hozzáérjen az oldalfalhoz.

5.3. Amikor a sűrűségmérő elérte egyensúlyi helyzetét olvassuk le a felső meniszkusznál a sűrűségértéket.

5.4. Közvetlenül a sűrűségmérő leolvasása után helyezzük a hőmérőt (4.5.) a mintába és olvassuk le a hőmérsékletet 0,5 °C pontossággal. A hőmérséklet legfeljebb ± 2 °C-al térhet el a 20 °C-tól.

6. Hőmérséklet-korrekción

- 6.1. Ha a sűrűségméréskor a tejminta hőmérséklete nem pontosan 20 °C, akkor a kapott eredményt korrigálni kell úgy, hogy 20 °C felett hozzáadunk a mért sűrűséghez fokenként 0,0002-t, 20 °C alatt pedig levonunk fokenként 0,0002-t. Ez a korrekció csak akkor érvényes, ha a tejminta hőmérséklete legfeljebb 5 °C-al tér el a 20 °C-tól.

7. Az eredmények megadása

A minta 20 °C-on mért sűrűségét, sovány (főzőt) tejre átszámítva, g/ml-ben, a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{1000 \cdot mv - MG \cdot mv}{1000 - \frac{MG \cdot mv}{0,92}} = \frac{0,92 \cdot mv \cdot (1000 - MG)}{920 - MG \cdot mv}$$

ahol

mv a minta sűrűsége a sűrűségmérőn leolvasva (5.4.), g/ml;

MG a minta zsírtartalma, g/ml;

0,92 a zsír sűrűsége.

8. Pontosság

- 8.1. Ismételtelhetőség (r): 0,0003 g/ml.
- 8.2. Összehasonlíthatóság (R): 0,0015 g/ml.

D rész

Alternatív eljárás szifonnal vagy mosópalackfeltéttel ellátott zsírextraháló csövek alkalmazása esetén a C rész II. fejezetében leírt módszerhez

A.1. Eljárás

- A.1.1. A vizsgálati minta előkészítése
A 6.1. pont szerint.
- A.1.2. Bemérés
A 6.2. pontban megadottak szerint kell eljárni, de zsírextraháló csövet használva (5.6.). A bemért minta egész mennyiségét lehetőleg a cső aljába kell juttatni.
- A.1.3. Vakpróba
A 6.3. pont szerint.
- A.1.4. A zsírgyűjtő edény előkészítése
A 6.4. pont szerint.
- A.1.5. Meghatározás
- A.1.5.1. Adjunk 2 ml ammóniaoldatot (4.1.) vagy ennek megfelelő mennyiségű töményebb ammóniaoldatot a cső alján lévő vizsgálati anyaghoz, és alaposan keverjük össze. Az ammónia hozzáadása után azonnal végezzük el a meghatározást.
- A.1.5.2. Mérjük a csőbe 10 ml etil-alkoholt (4.2.) és a cső alsó végének rázogatósával óvatosan, de alaposan keverjük össze a mintával. Szükség esetén adjunk hozzá két csepp kongó- vagy krezolvörösindikátor-oldatot.

- A.1.5.3. Adjunk hozzá 25 ml dietil-étert (4.4), zárjuk le a csövet vízzel telített parafa dugóval vagy vízzel nedvesített dugóval (5.6.) és ismételt átforgatás mellett rázzuk a csövet egy percig erőteljesen, de csak annyira, hogy elkerüljük a tartós emulzió kialakulását. Ha szükséges, hűtsük le a csövet folyó vízzel, majd óvatosan vegyük ki a dugót és a mosópalackból (5.8.) kevés oldószerkevereggel (4.6.) öblítsük a dugót és a cső nyakát úgy, hogy az a csőbe folyjon.
- A.1.5.4. Mérjünk be 25 ml petrolétert (4.5.), zárjuk le a csövet újranedvesített dugóval (újranedvesítés vízbe mártással) és rázzuk a csövet 30 másodpercig az A.1.5.3. pontban leírtak szerint.
- A.1.5.5. Centrifugáljuk a lezárt csövet 1-5 percig percenként 500-600 fordulatszámmal (5.2.). Centrifuga hiányában (lásd az 5.2. pont megjegyzését), hagyjuk a zárt csövet állni az állványon (5.7.) legalább 30 percig, amíg a felül keletkező réteg tökéletesen ki nem tisztul és élesen el nem válik a vizes rétegtől. Ha szükséges hűtsük le a csövet folyó vízzel.
- A.1.5.6. Óvatosan vegyük ki a dugót, és egy kevés oldószerkeverékkel öblítsük le a dugót és a cső nyakát úgy, hogy az a csőbe folyjon.
- A.1.5.7. Helyezzünk szifont vagy mosópalackfeltétet a csőbe és a hosszú csövet toljuk le addig, hogy a vége kb. 3 mm-re legyen a réteghatár felett. A szifon vagy a feltét hosszú csőve párhuzamos legyen az extrahálócső tengelyével.
- Gondosan vigyük át a felső réteget az extrahálócsőből az előkészített zsírgyűjtő edénybe (6.4.), amelybe lombik használata esetén néhány forrást elősegítő anyagot (5.10.) teszünk (fémcsészék esetén tetszőlegesen) vigyázva arra, hogy a vizes rétegből semmi ne kerüljön át. Öblítsük le a szívócső külső végét kevés oldószerkeverékkel, úgy, hogy az a gyűjtőedénybe jusson.
- A.1.5.8. Lazítsuk meg a feltétet az extrahálócső nyakánál, kissé emeljük meg és öblítsük le a hosszú cső alsó részét belül egy kevés oldószerkeverékkel. Tegyük vissza a feltétet, és az öblítőszert vigyük át a zsírgyűjtő edénybe.
- Öblítsük le a feltét kimeneteli részét egy kevés oldószerkeverékkel és gyűjtsük az öblítőfolyadékot az edénybe. Szükség esetén az oldószert teljesen vagy részben el lehet távolítani az edényből desztillációval vagy elpárologtatással a 6.5.12. pont szerint.
- A.1.5.9. Ismét lazítsuk meg a feltétet, emeljük meg kissé és mérjünk 5 ml etil-alkoholt a csőbe; az etil-alkoholt használjuk fel a feltét belső részének leöblítésére; a keverést az A.1.5.2. pontban leírtak szerint végezzük.
- A.1.5.10. Végezzünk második extrakciót az A.1.5.3–A.1.5.8. pontokban leírtak szerint, de csak 15 ml dietil-étert (4.4) és 15 ml petrolétert használjunk (4.5.). A feltét hosszú csövének belső végét öblítsük le dietil-éterrel, amikor az extrahálás után a feltétet eltávolítjuk az extrahálócsőből.
- A.1.5.11. Végezzünk harmadik extrakciót az A.1.5.3–A.1.5.8. pontokban leírtak szerint 15 ml dietil-étert és 15 ml petrolétert használva.
- A feltétet az A.1.5.10. pontban leírtak szerint öblítsük le.
- Sovány (főlözött) tej esetében a harmadik extrakció elhagyható.
- A.1.5.12. A további műveleteket a 6.5.12-6.5.16. pontokban leírtak szerint végezzük el.