II

(Πράξεις για την ισχύ των οποίων απαιτείται δημοσίευση)

ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ

ΑΠΟΦΑΣΗ ΤΟΥ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟΥ

της 14ης Νοεμβρίου 1992

για την καθιέρωση ορισμένων μεθόδων ανάλυσης και δοκιμής του θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος που προορίζεται για άμεση ανθρώπινη κατανάλωση

(92/608/ΕΟΚ)

ΤΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Οικονομικής Κοινότητας,

την οδηγία 85/397/ΕΟΚ του Συμβουλίου της 5ης Αυγούστου 1985 για τα υγειονομικά προβλήματα και την υγειονομική πολιτική κατά τις ενδοκοινοτικές συναλλαγές του θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος [1], και ιδίως το άρθρο 11 παράγραφος 6,

την πρόταση της Επιτροπής,

Εκτιμώντας:

ότι, σύμφωνα με το άρθρο 11 παράγραφος 6 της οδηγίας 85/397/ΕΟΚ, το Συμβούλιο θεσπίζει τις λεπτομέρειες του ελέγχου που προβλέπεται στην παράγραφο 1 του εν λόγω άρθρου· ότι ο έλεγχος αυτός που πρέπει να πραγματοποιείται από τις μονάδες, υπό την εποπτεία, την ευθύνη και τον περιοδικό έλεγχο της επίσημης υπηρεσίας αποσκοπεί στην εξασφάλιση της τήρησης των απαιτήσεων της οδηγίας 85/397/ΕΟΚ, και κυρίως αυτών που προβλέπονται στο άρθρο 3 στοιχείο Α σημείο 3·

ότι η θέσπιση των λεπτομερειών ελέγχου περιλαμβάνει τον καθορισμό των μεθόδων που είναι αναγκαίες για τη θέση σε εφαρμογή τους·

ότι θα πρέπει να καθοριστούν, για το θερμικά επεξεργασμένο γάλα που προορίζεται για άμεση ανθρώπινη κατανάλωση, οι μέθοδοι που επιτρέπουν να προσδιοριστούν η ξηρά ύλη, η περιεκτικότητα σε λιπαρή ουσία, η περιεκτικότητα σε μη λιπαρή ξηρά ύλη, η περιεκτικότητα σε συνολικό άζωτο, η περιεκτικότητα σε πρωτεΐνες και η μάζα κατ' όγκον·

ότι για τεχνικούς λόγους θα πρέπει, σε ένα πρώτο στάδιο, να θεσπιστούν οι πρότυπες μέθοδοι για τις αναλύσεις και τις δοκιμές που αποσκοπούν στην εξασφάλιση της τήρησης των προδιαγραφών που προβλέπονται στο άρθρο 3 παράγραφος Α σημείο 3 της οδηγίας 85/397/ΕΟΚ· ότι σημασία έχει κυρίως να συνεχιστεί η εξέταση των όρων χρησιμοποίησης των συνήθων μεθόδων ανάλυσης και δοκιμής· ότι, εν αναμονή του αποτελέσματος της εξέτασης αυτής, εναπόκειται στις αρμόδιες αρχές να μεριμνούν ώστε να χρησιμοποιούνται οι κατάλληλες συνήθεις μέθοδοι προκειμένου να τηρούνται οι εν λόγω προδιαγραφές·

ότι ο προσδιορισμός των εν λόγω μεθόδων περιλαμβάνει, ιδίως, την επιλογή διαδικασιών ανάλυσης και τον καθορισμό κριτηρίων αξιοπιστίας, προκειμένου να εξασφαλιστεί μια ενιαία ερμηνεία των αποτελεσμάτων,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΑΠΟΦΑΣΗ:

Άρθρο 1

Οι μέθοδοι ανάλυσης και δοκιμής, όσον αφορά το θερμικά επεξεργασμένο γάλα που προορίζεται για άμεση ανθρώπινη κατανάλωση, είναι οι ακόλουθες:

— προσδιορισμός της ξηράς ύλης,

— προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε λιπαρή ουσία,

— προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε μη λιπαρή ξηρά ύλη,

— προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε συνολικό άζωτο του γάλακτος,

— προσδιορισμός της περιεκτικότητας σε πρωτεΐνες,

— προσδιορισμός της μάζας κατ' όγκον.

[1] ΕΕ αριθ. L 226 της 24. 8. 1985, σ. 13· οδηγία όπως τροποποιήθηκε τελευταία από την οδηγία 89/662/ΕΟΚ (ΕΕ αριθ. L 395 της 30. 12. 1989, σ. 13).

Άρθρο 2

Η θέση σε εφαρμογή των πρότυπων μεθόδων αναφοράς για δοκιμές, ο καθορισμός των κριτηρίων αξιοπιστίας και η συλλογή των δειγμάτων πρέπει να πραγματοποιούνται σύμφωνα με τους κανόνες που καθορίζονται στο παράρτημα I.

Άρθρο 3

Οι μέθοδοι που αναφέρονται στο άρθρο 1 περιγράφονται στο παράρτημα II.

Άρθρο

Η παρούσα απόφαση απευθύνεται στα κράτη μέλη.

Βρυξέλλες, 14 Νοεμβρίου 1992.

Για το Συμβούλιο

Ο Πρόεδρος

J. GUMMER

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ I

I. **ΓΕΝΙΚΕΣ ΔΙΑΤΑΞΕΙΣ**

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Οι γενικές διατάξεις αφορούν τα αντιδραστήρια, τον εξοπλισμό, τη διατύπωση των αποτελεσμάτων, τα κριτήρια ακρίβειας και το δελτίο ανάλυσης, οι αρμόδιες αρχές των κρατών μελών και τα εργαστήρια ελέγχου δειγματοληψίας και παρακολούθησης της ποιότητας του γάλακτος πρέπει να τηρούν τις γενικές διατάξεις.

2. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

2.1. **Νερό**

2.1.1. Εκτός αντίθετης ένδειξης, το νερό που χρησιμοποιείται για διαλύματα, αραιώσεις ή εκπλύσεις, πρέπει να είναι υποχρεωτικώς νερό αποσταγμένο, απιονισμένο ή αφαλατωμένο, ισοδύναμης τουλάχιστον καθαρότητας.

2.1.2. Οπουδήποτε γίνεται μνεία σε διάλυμα ή αραίωση χωρίς παραπέρα διευκρίνιση νοείται διάλυμα σε νερό ή αραίωση με νερό.

2.2. **Χημικές ουσίες**

Όλες οι χημικές ουσίες που χρησιμοποιούνται πρέπει να είναι αναγνωρισμένης ποιότητας αναλυτικού βαθμού, εκτός αν ορίζεται διαφορετικά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ

3.1. **Κατάλογοι οργάνων**

Ο κατάλογος οργάνων που δίνονται στις διάφορες πρότυπες μεθόδους αφορά μόνον τα όργανα εξειδικευμένης χρήσης ή με ιδιαίτερα χαρακτηριστικά.

3.2. **Αναλυτικός ζυγός**

Ως αναλυτικός ζυγός νοείται ζυγός ικανός να ζυγίζει 0,1 mg.

4. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

Αν δεν προβλέπεται ρητά κάτι διαφορετικό, το αποτελέσμα που θα αναφέρεται στο δελτίο ανάλυσης (6) πρέπει να είναι η μέση τιμή που λαμβάνεται από δύο δοκιμασίες ανταποκρινόμενες στο κριτήριο της επαναληψιμότητας (5.1.1) που έχει καθοριστεί για την εν λόγω μέθοδο. Αν το κριτήριο της επαναληψιμότητας δεν πληρούται, τότε η δοκιμή πρέπει να επαναληφθεί στο μέτρο του δυνατού, διαφορετικά πρέπει να ακυρωθεί το αποτέλεσμα.

4.2. **Υπολογισμός της επί τοις εκατό αναλογίας**

Εκτός αν ορίζεται διαφορετικά, το αποτέλεσμα πρέπει να υπολογίζεται σε ποσοστό επί τοις εκατό της μάζας του δείγματος.

5. ΚΡΙΤΗΡΙΑ ΑΚΡΙΒΕΙΑΣ: ΕΠΑΝΑΛΗΨΙΜΟΤΗΤΑ ΚΑΙ ΑΝΑΠΑΡΑΓΩΓΙΜΟΤΗΤΑ

5.1. Τα κριτήρια ακριβείας που δίνονται σε κάθε μέθοδο καθορίζονται ως εξής:

5.1.1. *Επαναληψιμότητα (r)* είναι η τιμή κάτω από την οποία τοποθετείται η απόλυτη τιμή της διαφοράς μεταξύ δύο αποτελεσμάτων μονών δοκιμασιών που ελήφθησαν με την ίδια μέθοδο σε ταυτόσημο προϊόν, κάτω από ίδιες συνθήκες (ίδιος αναλυτής, ίδιες συσκευές, ίδιο εργαστήριο, βραχεία χρονική διαφορά μεταξύ δοκιμασιών).

5.1.2. *Αναπαραγωγιμότητα (R)* είναι η τιμή κάτω από την οποία τοποθετείται η απόλυτη διαφορά μεταξύ δύο αποτελεσμάτων μονών δοκιμασιών που ελήφθησαν με την ίδια μέθοδο σε ταυτόσημο προϊόν, κάτω από διαφορετικές συνθήκες (διαφορετικοί αναλυτές, διαφορετικές συσκευές, διαφορετικά εργαστήρια ή/και διάφορες χρονικές στιγμές).

5.1.3. Αν δεν προβλέπεται ρητά κάτι το διαφορετικό για κάθε μεμονωμένη μέθοδο, οι τιμές επαναληψιμότητας και αναπαραγωγιμότητας εκφράζονται σε επίπεδο αξιοπιστίας 95 %, όπως καθορίζεται από τον ISO 5725: 2η έκδοση 1986.

5.1.4. Οι δοκιμασίες συνεργασίες και οι αναγκαίες μελέτες θα πρέπει να προγραμματιστούν και διεξαχθούν σύμφωνα με τις διεθνείς κατευθυντήριες γραμμές.

6. ΔΕΛΤΙΟ ΑΝΑΛΥΣΗΣ

Το δελτίο ανάλυσης πρέπει να διευκρινίζει τη μέθοδο ανάλυσης που χρησιμοποιήθηκε καθώς και τα αποτελέσματα που προέκυψαν. Επιπλέον, πρέπει να δίνει όλες τις λεπτομέρειες της διαδικασίας που χρησιμοποιήθηκε και που δεν διευκρινίζεται στη μέθοδο ανάλυσης ή τις προαιρετικές λεπτομέρειες, καθώς και όλα τα άλλα περιστατικά που είναι δυνατόν να έχουν επηρεάσει τα αποτελέσματα. Το δελτίο ανάλυσης πρέπει να δίνει όλα τα στοιχεία τα απαραίτητα για την πλήρη ταυτοποίηση του δείγματος.

II. ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΕΞΕΡΓΑΣΜΕΝΟΥ ΓΑΛΑΚΤΟΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η διαδικασία αυτή καθορίζει τις πρότυπες μεθόδους για τις λήψεις, τη μεταφορά και την αποθήκευση δειγμάτων θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος.

2. ΓΕΝΙΚΑ

Δειγματοληψία θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος (σε βυτία), πρέπει να πραγματοποιείται από έμπειρο χειριστή που να έχει ακολουθήσει κατάλληλη εκπαίδευση πριν την ανάληψη της δειγματοληψίας του γάλακτος.

Αν κριθεί ότι ενδείκνυται, οι αρμόδιες αρχές ή το εργαστήριο εξέτασης καθοδηγεί το προσωπικό δειγματοληψίας σχετικά με την τεχνική της δειγματοληψίας ώστε να εξασφαλιστεί ότι το δείγμα είναι αντιπροσωπευτικό και ανταποκρίνεται στο σύνολο της παρτίδας.

Αν κριθεί ότι ενδείκνυται, οι αρμόδιες αρχές ή το εργαστήριο εξέτασης καθοδηγεί το προσωπικό δειγματοληψίας σχετικά με την επισήμανση του δείγματος για να εξασφαλιστεί η αναμφισβήτητη ταυτοποίηση του δείγματος.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ

3.1. Γενικά

Ο εξοπλισμός δειγματοληψίας πρέπει να είναι από ανοξείδωτο χάλυβα ή άλλο κατάλληλο υλικό κατάλληλης αντοχής και κατασκευής που ενδείκνυται για τη συγκεκριμένη χρήση (ανάμειξη, δειγματοληψία κ.λπ.). Διατάξεις ανάσυρσης δείγματος και αναδευτήρες υγρών σε βυτία πρέπει να διαθέτουν αρκετό χώρο για να επιτυγχάνεται η καλή ανάμειξη του προϊόντος αλλά αποφεύγοντας την ανάπτυξη ταγγής γεύσης. Οι δειγματολήπτες (δοχεία) πρέπει να έχουν στερεό βραχίονα αρκετού μήκους ώστε να μπορεί να γίνει δειγματοληψία σε οποιοδήποτε βάθος του βυτίου χρειαστεί. Η χωρητικότητα του δειγματολήπτη πρέπει να μην είναι μικρότερη από 50 ml.

Οι υποδοχείς του δείγματος και τα πώματα πρέπει να είναι από γυαλί, κατάλληλα μέταλλα ή πλαστικά.

Το υλικό από το οποίο ο εξοπλισμός δειγματοληψίας (περιλαμβανομένων των υποδοχέων και των πωμάτων) είναι κατασκευασμένος δεν πρέπει να προκαλεί καμία αλλαγή στο δείγμα που να μπορεί να προσβάλλει τα αποτελέσματα της ανάλυσης. Όλες οι επιφάνειες πρέπει να είναι καθαρές και στενές, λείες και απαλλαγμένες σχισμών. Οι γωνίες πρέπει να έχουν αμβλυνθεί.

4. ΤΕΧΝΙΚΗ ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑΣ

4.1. Γενικά

Ανεξάρτητα από τις δοκιμασίες που πρόκειται να πραγματοποιηθούν το γάλα πρέπει να έχει αναμειχθεί πριν τη δειγματοληψία, είτε με χειροκίνητο είτε με μηχανικό μέσο.

Το δείγμα πρέπει να λαμβάνεται αμέσως μετά την ανάμειξη και όσο το γάλα βρίσκεται ακόμη σε ανακίνηση.

Ο όγκος του δείγματος πρέπει να είναι ο κατάλληλος για τις απαιτήσεις της ανάλυσης. Η χωρητικότητα των υποδοχέων που χρησιμοποιούνται πρέπει να είναι τέτοια που να πληρούνται σχεδόν εντελώς οι υποδοχείς από το δείγμα, σε τρόπο που να μπορεί να ανακινηθεί το περιεχόμενο πριν την εξέταση αλλά να αποφεύγεται ανατάραξη κατά τη μεταφορά.

4.2. Δειγματοληψία με χειροκίνητο μέσο

4.2.1. *Δειγματοληψία υποδιαιρεμένου φορτίου*

Όταν η ποσότητα του γάλακτος που πρέπει να δειγματισθεί φέρεται σε περισσότερους από έναν περιέκτες, λαμβάνεται μια αντιπροσωπευτική ποσότητα από κάθε περιέκτη και σημειούται η ποσότητα του γάλακτος στην οποία αντιστοιχεί κάθε δείγμα. Εκτός από την περίπτωση κατά την οποία δείγματα από κάθε περιέκτη πρέπει να εξεταστούν εξατομικευμένα, αναμειγνύονται μέρη από αυτές τις αντιπροσωπευτικές ποσότητες σε αναλογίες αντίστοιχες με τις ποσότητες των υποδοχέων από τους οποίους κάθε δείγμα έχει ληφθεί. Λαμβάνεται δείγμα (ή δείγματα) από αυτές τις αναλογικά συνενωμένες ποσότητες έπειτα από ανάμειξη.

4.2.2. *Δειγματοληψία από μεγάλες δεξαμενές βυτία αποθήκευσης ή σιδηροδρομικής ή οδικής διακίνησης*

4.2.2.1. Αναμειγνύεται το γάλα με κατάλληλη μέθοδο πριν τη δειγματοληψία. Για την ανάμειξη του περιεχομένου μεγάλων δεξαμενών πλοίων ή βυτίων αποθήκευσης ή βυτίων οδικής ή σιδηροδρομικής μεταφοράς συνιστάται η χρησιμοποίηση μηχανικής ανακίνησης (4.2.2.2).

Η διάρκεια της ανάμειξης πρέπει να είναι η κατάλληλη για την χρονική περίοδο κατά την οποία το γάλα έμεινε ακίνητο. Η αποτελεσματικότητα της μεθόδου ανάμειξης που εφαρμόστηκε σε όποιες ιδιαίτερες περιστάσεις πρέπει να αποδειχθεί ότι ταιριάζει για τις ανάγκες της ανάλυσης που μέλει να πραγματοποιηθεί. Το πρόβλημα της ανάμειξης επηρεάζει ιδιαίτερα την ομοιότητα των αναλυτικών αποτελεσμάτων για δείγματα που πάρθηκαν είτε από διαφορετικά μέρη της ποσότητας παραλαβής είτε από τον κρουνό της δεξαμενής κατά διαστήματα κατά τη διάρκεια της απόχυσης. Μια μέθοδος ανάμειξης του γάλακτος πρέπει να θεωρείται αποτελεσματική αν η διαφορά σε περιεκτικότητα σε λιπαρές ουσίες μεταξύ δύο δειγμάτων, που πάρθηκαν κάτων από αυτές τις συνθήκες, είναι μικρότερη από 0,1 %.

Σε μια μεγάλη δεξαμενή με κρουνό απόχυσης, στον πυθμένα μπορεί να υπάρχει, στα σημεία εκφόρτωσης, μια μικρή πρσότητα γάλακτος που να μην είναι αντιπροσωπευτική του όλου περιεχομένου ακόμη και μετά την ανάμειξη. Για το λόγο αυτό, τα δείγματα πρέπει να λαμβάνονται κατά προτίμηση από την ανθρωποθυρίδα. Αν τα δείγματα λαμβάνονται κατά προτίμηση, αφήνεται να ρεύσει αρκετό γάλα για να εξασφαλιστεί ότι τα δείγματα είναι αντιπροσωπευτικά του συνόλου.

4.2.2. Η ανάμειξη του περιεχομένου μεγάλων δεξαμενών ή βυτίων αποθήκευσης ή βυτίων σιδηροδρομικής ή οδικής μεταφοράς μπορεί να πραγματοποιηθεί:

— με μηχανικό αναδευτήρα εγκατεστημένο στη δεξαμενή και κινούμενο με ηλεκτρικό κινητήρα,

— με προπέλλα ή αναδευτήρα κινούμενο με ηλεκτρικό κινητήρα και τοποθετημένο στην ανθρωποθυρίδα, με τον αναδευτήρα αιωρούμενο στο γάλα,

— στην περίπτωση βυτίων σιδηροδρομικής ή οδικής μεταφοράς, με επανακυκλοφορία του γάλακτος μέσα από τον σωλήνα μεταφοράς με προσαρμογή στο βυτίο έπειτα από αποφόρτιση των αντλιών και με εισαγωγή τους από την ανθρωποθυρίδα,

— με καθαρό διηθημένο πεπιεσμένο άερα. Σε αυτή την περίπτωση, η πίεση και ο όγκος του αέρος πρέπει να είναι όσο γίνεται πιο μικρός για να προληφθεί το τάγγισμα του γάλακτος.

4.3. **Δειγματοληψία θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος για άμεση κατανάλωση σε συσκευασίες λιανικής πώλησης**

Ως δείγμα θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος για άμεση κατανάλωση σε συσκευασίες λιανικής πώλησης θεωρείται μια πλήρης σφραγισμένη συσκευασία. Αν είναι δυνατόν, τα δείγματα πρέπει να λαμβάνονται από τη μηχανή συσκευασίας ή τον ψυχρό θάλαμο στην εγκατάσταση επεξεργασίας το συντομότερο δυνατό μετά την επεξεργασία για το παστεριωμένο γάλα την ίδια ημέρα με την επεξεργασία.

Τα δείγματα λαμβάνονται από κάθε τύπο θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος (παστεριωμένου, UHT και αποστειρωμένου) σε αριθμούς αντίστοιχους με τις εξετάσεις που πρόκεται να πραγματοποιηθούν και σε συμφωνία με τις οδηγίες που έχουν καταρτισθεί από το εργαστήριο εξέτασης ή άλλη αρμόδια αρχή.

5. ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ

Το δείγμα πρέπει να επισημαίνεται με κωδικό αναγνώρισης έτσι ώστε να μπορεί εύκολα να αναγνωρίζεται με βάση τις οδηγίες που δίδονται από το εργαστήριο αναλύσεων.

6. ΔΙΑΤΗΡΗΣΗ, ΜΕΤΑΦΟΡΑ ΚΑΙ ΑΠΟΘΗΚΕΥΣΗ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ

Οι οδηγίες σχετικά με τις συνθήκες διατήρησης (χημικές ουσίες, θερμοκρασία) μεταφοράς, αποθήκευσης και περιόδου μεταξύ συλλογής και ανάλυσης του γάλακτος πρέπει να συντάσσονται από το εργαστήριο ελέγχου ανάλογα με τον τύπο του γάλακτος και τη χρησιμοποιούμενη μέθοδο ανάλυσης. Οι οδηγίες πρέπει να θεσπίζονται σύμφωνα με την αρμόδια εθνική αρχή.

Στις οδηγίες πρέπει να συμπεριλαμβάνονται τα ακόλουθα στοιχεία:

— πρέπει να λαμβάνονται προφυλάξεις κατά τη μεταφορά και αποθήκευση ώστε να προληφθεί η έκθεση σε μολυσματικές οσμές και απευθείας ηλιακό φως. Εάν το δοχείο που χρησιμοποιείται για τα δείγματα είναι διαφανές, πρέπει να φυλάσσεται σε σκοτεινό μέρος.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ II

I. **ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΟΛΙΚΩΝ ΣΤΕΡΕΩΝ**

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η διαδικασία αυτή καθορίζει τη μέθοδο αναφοράς για τον προσδιορισμό της περιεκτικότητας των στερεών συστατικών σε γάλα.

2. ΟΡΙΣΜΟΣ

Περιεκτικότητα ολικών στερεών: Η μάζα που απομένει μετά την ολοκλήρωση της καθοριζόμενης διαδικασίας αποξήρανσης και εκφράζεται ως ποσοστό επί της μάζας.

3. ΑΡΧΗ

Εξάτμιση του νερού από μια δοκιμαστική δόση σε θερμοκρασία 102 ± 2 °C σε κλίβανο ξήρανσης.

4. ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ

Συνηθισμένος εργαστηριακός εξοπλισμός, και ιδιαίτερα:

4.1. **Αναλυτικός ζυγός**

4.2. **Αποξηραντής**, εφοδιασμένος με κατάλληλο αποξηραντικό (για παράδειγμα πρόσφατα αφυδατωμένο οξείδιο πυρίτιου με δείκτη περιεκτικότητας νερού).

4.3. **Κλίβανος ξήρανσης**, εξαεριζόμενος, θερμοστατικά ρυθμισμένος στους 102 ± 2 °C καθόλη τη διάρκεια της πειραματικής περιόδου.

4.4. **Τρυβλία επίπεδου πυθμένα**, ύψους 20 με 25 mm, διαμέτρου 50 με 75 mm, και από κατάλληλο υλικό, εφοδιασμένα με καλά προσαρμόσιμα και εύκολα αποσυρόμενα πώματα.

4.5. **Ζέον υδρόλουτρο**

4.6. **Ομογενοποιητής**

5. ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΤΟΥ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ ΠΡΟΣ ΑΝΑΛΥΣΗ

Το δείγμα του γάλακτος φέρεται σε θερμοκρασία 20 με 25 °C. Αναμειγνύεται πλήρως για να εξασφαλιστεί μια ομογενής κατανομή του λίπους σε όλο το δείγμα. Αποφεύγεται να αναταραχθεί τόσο ζωηρά ώστε να προκληθεί αφρισμός του γάλακτος ή αποκούφωση του λίπους. Εάν η διασπορά της στοιβάδας κρέμας αποδειχθεί δύσκολη, θερμαίνεται σιγά μεταξύ των 35 και 40 °C και ενσωματώνεται, με προσεκτική ανάμειξη, κάθε ποσό κρέμας προσκολημμένο στο δοχείο. Το δείγμα ψύχεται γρήγορα στους 20 με 25 °C.

Εάν είναι επιθυμητό, μπορεί να χρησιμοποιηθεί ομογενοποιητής για να βοηθήσει στη διασπορά του λίπους.

Δεν μπορούν να αναμένονται ορθά αποτελέσματα εάν το δείγμα περιέχει διαχωρισμένο υγρό λίπος ή ορτά, ξέχωρα, λευκά σωματίδια ακανόνιστου σχήματος προσκολλημένα στα τοιχώματα του δοχείου.

6. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

6.1. **Προετοιμασία του τρυβλίου**

Θερμαίνεται ένα τρυβλίο (4.4), με το κάλυμα του τοποθετημένο δίπλα του μέσα στον κλίβανο (4.3) ρυθμισμένο στους 102 ± 2 °C, επί 30 λεπτά τουλάχιστον. Το κάλυμα τοποθετείται πάνω στο τρυβλίο που μεταφέρεται αμέσως στον αποξηραντή (4.2), αφήνεται να ψυχθεί σε θερμοκρασία δωματίου (δηλαδή επί 30 λεπτά τουλάχιστον) και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,1 mg.

6.2. **Δοκιμαστική δόση**

Ζυγίζονται αμέσως, με ακρίβεια 0,1 mg τρία έως 5 γραμμάρια του προετοιμασμένου δείγματος προς ανάλυση (5), μέσα στο προετοιμασμένο τρυβλίο (6.1).

6.3. **Προσδιορισμός**

6.3.1. Προξήρανση του τρυβλίου επί 30′ με θέρμανσή του σε λουτρό βράζοντος ύδατος (4.5).

6.3.2. Το τρυβλίο θερμαίνεται, με το κάλυμα δίπλα του, μέσα στον κλίβανο (4.3), ρυθμισμένο στους 102 ± 2 °C επί δύο ώρες. Το κάλυμα τοποθετείται πάνω στο τρυβλίο, που αποσύρεται από τον κλίβανο.

6.3.3. Αφήνεται να ψυχθεί στον αποξηραντή (4.2) σε θερμοκρασία δωματίου (δηλαδή επί 30 λεπτά τουλάχιστον) και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,1 mg.

6.3.4. Το τρυβλίο θερμαίνεται ξανά, με το κάλυμά του δίπλα του, επί μία ώρα στον κλίβανο. Το κάλυμα τοποθετείται πάνω στο τρυβλίο, που αποσύρεται από τον κλίβανο. Αφήνεται να ψυχθεί στον αποξηραντή επί 30 λεπτά περίπου και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,1 mg.

6.3.5. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία που περιγράφεται στο σημείο 6.3.3 έως ότου η διαφορά σε μάζα δύο διαδοχικών μετρήσεων να μην υπερβαίνει τα 0,5 mg. Καταγράφεται η μικρότερη μάζα.

7. ΕΚΦΡΑΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

7.1. **Υπολογισμός και σχέση**

Η περιεκτικότητα ολικών στερεών υπολογίζεται ως ποσοστό επί της μάζας σύμφωνα με τον τύπο:

$$T = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

όπου:

T = η περιεκτικότητα ολικών στερεών σε g ανά 100 g

m_0 = η μάζα, σε γραμμάρια, του τρυβλίου και καλύματος (6.1)

m_1 = η μάζα, σε γραμμάρια, του τρυβλίου, καλύματος και δοκιμαστικής δόσης (6.2)

m_2 = η μάζα, σε γραμμάρια, του τρυβλίου, καλύματος και ξηρής δοκιμαστικής δόσης (6.3.5)

Η λαμβανόμενη τιμή στρογγυλοποιείται με προσέγγιση 0,01 % (ποσοστό επί της μάζας).

7.2. **Ακρίβεια**

7.2.1. *Επαναληψιμότητα (r):* 0,10 g ολικών στερεών ανά 100 g προϊόντος.

7.2.2. *Αναπαραγωγιμότητα (R):* 0,20 g ολικών στερεών ανά 100 g προϊόντος.

II. **ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΣΕ ΛΙΠΑΡΑ**

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η διαδικασία αυτή καθορίζει την πρότυπη μέθοδο προσδιορισμού της περιεκτικότητας σε λιπαρά για το πλήρες γάλα, το μερικώς αποκορυφωμένο γάλα και το αποκορυφωμένο γάλα.

2. ΟΡΙΣΜΟΣ

Περιεκτικότητα γάλακτος σε λιπαρά: όλα τα συστατικά όπως προσδιορίζονται από την καθοριζόμενη μέθοδο. Εκφράζεται ως ποσοστιαία αναλογία μάζας.

3. ΑΡΧΗ

Αιθανολικό αμμωνιακό διάλυμα αναλυτικής δόσης εκχυλίζεται με διαιθυλαιθέρα και ελαφρό πετρέλαιο, οι διαλύτες απομακρύνονται με απόσταξη ή εξάτμιση και προσδιορίζεται η μάζα των εκχυλισθέντων διαλυτών στο ελαφρύ πετρέλαιο, συστατικών. (Η διαδικασία είναι κοινά γνωστή ως μέθοδος Rose-Gottlieb).

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αναγνωρισμένης αναλυτικής ποιότητας και να μην αφήνουν υπολογίσιμο υπόλειμμα όταν χρησιμοποιούνται σε δοκιμή ελέγχου (τυφλό).

Για να ελεγχθεί η ποιότητα των αντιδραστηρίων, εκτελείται ένας προσδιορισμός όπως καθορίζεται στην 6.3. Χρησιμοποιείται προς ζύγιση άδεια φιάλη, ποτήρι ζέσης ή μεταλλικός δίσκος (5.8), παρασκευασμένα όπως καθορίζεται στο σημείο 6.4 ως απόβαρο (ώστε να καταστεί δυνατή η διόρθωση ως προς τις επιδράσεις στο αποτέλεσμα της ζύγισης, προερχόμενες από αλλαγές των ατμοσφαιρικών συνθηκών). Εάν το υπόλειμμα, διορθωμένο ως προς τη φαινόμενη αλλαγή της μάζας του απόβαρου, είναι μεγαλύτερο από 2,5 mg προσδιορίζεται χωριστά το υπόλειμμα των διαλυτών εξατμίζοντας, αντίστοιχα, 100 ml διαιυλαιθέρα (4.4) και 100 ml ελαφρού πετρελαίου (4.5). Επίσης χρησιμοποιείται απόβαρο για τη ζύγιση. Όταν το υπόλειμμα είναι μεγαλύτερο από 2,5 mg, ο διαλύτης καθαρίζεται μέσω απόσταξης ή αντικαθίσταται.

4.1. **Διάλυμα αμμωνίας,** περιέχον περίπου 25 % (m/m) NH_3. Μπορεί επίσης να χρησιμοποιηθεί πυκνότερο διάλυμα αμμωνίας (6.5.1 και A.1.5.1).

4.2. **Αιθανόλη**, τουλάχιστον 94% (κατ' όγκο). Μπορεί να χρησιμοποιηθεί αιθανόλη μετουσιωμένη με μεθανόλη, εφόσον εξασφαλιστεί ότι δεν επηρεάζονται τα αποτελέσματα του προσδιορισμού.

4.3. **Διάλυμα ερυθρού Κογκό ή ερυθρού κρεζόλης**

Διαλύεται 1 g ερυθρού Κογκό ή ερυθρού κρεζόλης σε νερό και αραιούται στα 100 ml.

Σημείωση: η χρήση αυτού του διαλύματος, που επιτρέπει να φανεί καθαρότερα η ενδιάμεση φάση μεταξύ των υδατικών στοιβάδων και αυτών του διαλύτη, είναι προαιρετική (6.5.2).

Μπορούν να χρησιμοποιηθούν άλλα διαλύματα χρωστικών, εφόσον δεν επηρεάζουν το αποτέλεσμα του προσδιορισμού.

4.4. **Διαιθυλαιθέρας**, απηλλαγμένος υπεροξείδιων, που περιέχει περισσότερο από 2 mg/kg αντιοξειδωτικά και πληροί τις προϋποθέσεις της δοκιμής ελέγχου (τυφλού) (6.3).

4.5. **Ελαφρό πετρέλαιο**, με οποιαδήποτε περιοχή βρασμού μεταξύ 30 και 60 °C.

4.6 **Μεικτός διαλύτης**, παρασκευαζόμενος λίγο πριν τη χρήση με ανάμειξη ίσων όγκων διαιθυλαιθέρα (4.4) και ελαφρού πετρελαίου (4.5).

5. ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ

Προειδοποίηση: Αφού ο προσδιορισμός περιλαμβάνει τη χρήση πτητικών ευφλέκτων διαλυτών, κάθε χρησιμοποιούμενο ηλεκτρικό όργανο πρέπει να πληροί τη σχετική νομοθεσία για τη χρήση τέτοιων διαλυτών.

Συνηθισμένος εργαστηριακός εξοπλισμός και ιδιαίτερα:

5.1. **Αναλυτικός ζυγός**

5.2. **Φυγόκεντρη**, στην οποία οι φιάλες ή οι σωλήνες εκχύλισης λίπους (5.6) μπορούν να περιστραφούν σε συχνότητα περιστροφής 500 έως 600 στροφές/λεπτό ώστε να παράγουν βαρυτικό πεδίο 80 έως 90 g στο εξώτερο άκρο των φιαλών ή των σωλήνων.

Σημείωση: Η χρήση φυγόκεντρης είναι προαιρετική (6.5.5).

5.3. **Συσκευή απόσταξης ή εξαέρωσης**, που να επιτρέπει στους διαλύτες και την αιθανόλη να αποστάζονται από τις φιάλες ή να εξατμίζονται από ποτήρια ζέσης και δισκία (6.5.12 και 6.5.15) σε θερμοκρασία που δεν ξεπερνά τους 100 °C.

5.4. **Κλίβανος**, ηλεκτρικά θερμαινόμενος, με τελείως ανοικτές θυρίδες εξαερισμού, ικανές να ελέγχονται σε θερμοκρασία 102 ± 2 °C καθόλο το χρόνο λειτουργίας. Ο κλίβανος πρέπει να είναι εφοδιασμένος με κατάλληλο θερμόμετρο.

5.5. **Υδρόλουτρο**, ικανό να διατηρείται σε θερμοκρασία 35-40 °C.

5.6. **Φιάλες εκχύλισης λίπους, τύπου Mojonnier**

Σημείωση: Είναι επίσης δυνατό να χρησιμοποιηθούν σωλήνες εκχύλισης λίπους με εξαρτήματα σιφωνίου ή υδροβολέα, αλλά τότε η διαδικασία είναι διαφορετική και καθορίζεται στο προσάρτημα.

Οι φιάλες (ή σωλήνες) πρέπει να εφοδιαστούν με πώματα από αδιαφανές γυαλί ή καλής ποιότητας φυσικό φελλό ή άλλα πώματα απρόσβλητα στα χρησιμοποιούμενα αντιδραστήρια. Τα πώματα από φελλό πρέπει να εκχυλιστούν με διαιθυλαιθέρα (4.4) να παραμείνουν σε νερό στους 60 °C ή περισσότερο επί τουλάχιστον 15 λεπτά μετά να αφεθούν να ψυχθούν σε νερό, έτσι ώστε να είναι κορεσμένα όταν χρησιμοποιηθούν.

5.7. **Στήριγμα**, προς συγκράτηση των φιαλών (ή σωλήνων) εκχύλισης λίπους (βλέπε σημείο 5.6).

5.8. **Υδροβολές**, κατάλληλος για χρήση με το μεικτό διαλύτη (4.6). Δεν πρέπει να χρησιμοποιείται πλαστικός υδροβολέας.

5.9. **Δοχεία συλλογής λίπους**, για παράδειγμα φιάλες ζέσης (επίπεδου πυθμένα), ή κωνικές φιάλες χωρητικότητας 125-250 ml ή μεταλλικά δισκία. Εάν χρησιμοποιούνται μεταλλικά δισκία, πρέπει κατά προτίμηση να είναι από ανοξείδωτο χάλυβα, να είναι επίπεδου πυθμένα, κατά προτίμηση με στόμιο, και να έχουν διάμετρο 80 έως 100 mm και ύψος περίπου 50 mm.

5.10. **Βοηθητικά βρασμού**, σφαιρίδια απηλλαγμένα λίπους από μη πορώδη πορσελάνη ή καρβίδιο πυριτίου ή γυαλί (προαιρετικά στην περίπτωση των μεταλλικών δισκίων).

5.11. **Ογκομετρικοί κύλινδροι**, χωρητικότητας 5 και 25 ml.

5.12. **Σιφώνια**, βαθμολογημένα, χωρητικότητας 10 ml.

5.13. **Λαβίδες**, μεταλλικές, κατάλληλες για στήριξη φιαλών, ποτηριών ζέσης ή δίσκων.

6. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

Σημείωση: Εναλλακτική διαδικασία με χρήση σωλήνων εκχύλισης λίπους με διατάξεις σιφωνίου ή υδροβολέα (βλέπε τη σημείωση στο σημείο 5.6) περιγράφεται στο προσάρτημα.

6.1. **Προετοιμασία του αναλυτικού δείγματος**

Η θερμοκρασία του εργαστηριακού δείγματος ρυθμίζεται στους 35-40 °C περίπου επί 15 λεπτά, χρησιμοποιώντας, αν χρειαστεί, υδρόλουτρο. Το δείγμα αναδεύεται καλά, αλλά απαλά, με επανειλλημένες αναστροφές της φιάλης του δείγματος, χωρίς να προκληθεί αφρισμός ή ανατάραξη, και ψύχεται γρήγορα στους 20 °C περίπου.

6.2. **Αναλυτική δόση**

Το αναλυτικό δείγμα (6.1) αναμειγνύεται με απαλή αναστροφή της φιάλης τρεις ή τέσσερεις φορές και ζυγίζονται αμέσως, με ακρίβεια 1 mg, 10 έως 11 g του αναλυτικού δείγματος, απευθείας ή με διαφορά ζύγισης, σε μία από τις φιάλες εκχύλισης (5.6).

Η αναλυτική δόση πρέπει να αποτεθεί κατά το δυνατόν εντελώς μέσα στο κατώτερο (μικρό) κοίλο χώρο των φιαλών εκχύλισης.

6.3. **Δοκιμή ελέγχου (τυφλό)**

Η δοκιμή ελέγχου εκτελείται ταυτόχρονα με τον προσδιορισμό χρησιμοποιώντας την ίδια διαδικασία και τα ίδια αντιδραστήρια, αλλά αντικαθιστώντας την αναλυτική δόση με 10 έως 11 ml νερού.

Η μεταβολή της φαινόμενης μάζας του δοχείου συλλογής λίπους, διορθωμένη ως προς τη φαινόμενη μεταβολή της μάζας του δοχείου ελέγχου, δεν πρέπει να είναι μεγαλύτερη από 2,5 mg.

6.4. **Προετοιμασία του δοχείου συλλογής λίπους**

Ξηραίνεται δοχείο (5.9) μαζί με λίγα βοηθητικά βρασμού (5.10) για να υποβοηθηθεί ο ήπιος βρασμός κατά τη διάρκεια της διαδοχικής απομάκρυνσης του διαλύτη στον κλίβανο (5.4) επί μία ώρα. Το δοχείο αφήνεται να ψυχθεί (όχι μέσα σε αποξηραντή, αλλά προστατευμένο από τη σκόνη) στη θερμοκρασία του δωματίου ζύγισης (γυάλινα δοχεία αφήνονται τουλάχιστον μία ώρα, μεταλλικά δισκία φήνονται τουλάχιστον 0,5 της ώρας). Προσέχοντας ώστε να αποφευχθούν θερμοκρασιακές διακυμάνσεις, χρησιμοποιούνται λαβίδες για την τοποθέτηση του δοχείου στον ζυγό και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,1 mg.

6.5. **Προσδιορισμός**

6.5.1. Προστίθενται 2 ml διαλύματος αμμωνίας (4.1) ή ισοδύναμος όγκος πυκνότερου διαλύματος αμμωνίας και αναμειγνύεται καλά με την αναλυτική δόση στο μικρό κοίλο χώρο της φιάλης. Μετά την προσθήκη της αμμωνίας, εκτελείται ο προσδιορισμός χωρίς καθυστέρηση.

6.5.2. Προστίθενται 10 ml αιθανόλης (4.2) και αναμειγνύονται απαλά, αλλά καλά αφήνοντας τα περιεχόμενα της φιάλης να ρέουν προς τη μία και την άλλη κατεύθυνση μεταξύ των δύο κοίλων χώρων· αποφεύγεται να φέρεται το υγρό πολύ κοντά στο λαιμό της φιάλης. Εάν είναι επιθυμητό, προστίθενται δύο σταγόνες διαλύματος ερυθρού Κογκό ή ερυθρού κρεζόλης (4.3).

6.5.3. Προστίθενται 25 ml διαιθυλαιθέρα (4.4), η φιάλη κλείνεται με πώμα από φελλό κορεσμένο με νερό ή με πώμα υγρανθέν με νερό (βλέπε 5.6) και η φιάλη ανακινείται ζωηρά αλλά όχι υπερβολικά (για να αποφευχθεί ο σχηματικός σταθερών γαλακτωμάτων), επί ένα λεπτό με τη φιάλη σε οριζόντια θέση και το μικρό κοίλο χώρο να προεξέχει προς τα πάνω. Κατά διαστήματα αφήνεται το υγρό στο μεγάλο κοίλο χώρο να ρέει σε τρεχούμενο νερό, μετά αποσπάται προσεκτικά ο φελλός ή πώμα και πλένεται αυτός και ο λαιμός της φιάλης με μικρή ποσότητα του μεικτού διαλύτη (4.6) χρησιμοποιώντας τον υδροβολέα (5.8) έτσι ώστε τα εκπλύματα να ρέουν μέσα στη φιάλη.

6.5.4. Προστίθενται 25 ml ελαφρού πετρελαίου (4.5), η φιάλη κλείνεται με τον επανυγρανθέντα φελλό ή πώμα (επανύγρανση με εμβάπτιση σε νερό), και η φιάλη ανακινείται ήπια μέχρι 30 δευτερόλεπτα όπως περιγράφεται στο σημείο 6.5.3.

6.5.5. Η κλειστή φιάλη φυγοκεντρείται επί ένα έως πέντε λεπτά σε συχνότητα περιστροφής 500 έως 600 στροφές/λεπτό (5.2). Εάν δεν είναι διαθέσιμη φυγόκεντρη (βλέπε σημείωση στο σημείο 5.2) η φιάλη αφήνεται να στέκεται στο στήριγμα (5.7) επί τουλάχιστον 30 λεπτά έως ότου η υπερκείμενη στοιβάδα είναι διαυγής και ευκρινώς διαχωρισμένη από την υδατική στοιβάδα. Εάν χρειαστεί, η φιάλη ψύχεται σε τρεχούμενο νερό.

6.5.6. Ο φελλός ή το πώμα αποσπάται προσεκτικά και πλένεται, αυτός και το εσωτερικό του λαιμού της φιάλης, μικρή ποσότητα του μεικτού διαλύτη (4.6) έτσι ώστε τα εκπλύματα να ρέουν μέσα στη φιάλη.

Εάν η ενδιάμεση φάση βρίσκεται κάτω από τον πυθμένα του λαιμού της φιάλης, ανυψώνεται αυτή ελαφρά πάνω από το επίπεδο αυτό, προσθέτοντας απαλά νερό προς τα κάτω κατά μήκος της φιάλης, για να προκληθεί η απόχυση, χωρίς ανατάραξη, του διαλύτη.

6.5.7. Κρατώντας τη φιάλη εκχύλισης από το μικρό κοίλο χώρο, εκχύεται προσεκτικά, χωρίς ανατάραξη, όση το δυνατόν περισσότερη από την υπερκείμενη στοιβάδα μέσα στο προετοιμασμένο δοχείο συλλογής (6.4) που περιέχει λίγα βοηθητικά βρασμού (5.10) στην περίπτωση των φιαλών (προαιρετικά για τα μεταλλικά δισκία), αποφεύγοντας την απόχυση τυχόν ποσότητας της υδατικής στοιβάδας.

6.5.8. Το εξωτερικό του λαιμού της φιάλης εκχύλισης πλένεται με μικρή ποσότητα του μικρού διαλύτη (4.6), συλλέγοντας τα εκπλύματα στο δοχείο συλλογής λίπους και προσέχοντας να μην εκτιναχθεί ο μεικτός διαλύτης προς το εξωτερικό της φιάλης εκχύλισης.

Εάν είναι επιθυμητό, ο διαλύτης ή μέρος του διαλύτη μπορεί να απομακρυνθεί από το δοχείο με απόσταξη ή εξάτμιση όπως περιγράφεται στο σημείο 6.5.12.

6.5.9. Προστίθενται 5 ml αιθανόλης (4.2) στο περιεχόμενο της φιάλης εκχύλισης, χρησιμοποιώντας την αιθανόλη για να καθαριστεί το εσωτερικό του λαιμού της φιάλης και αναμειγνύεται όπως περιγράφηκε στο σημείο 6.5.2.

6.5.10. Εκτελείται μία δεύτερη εκχύλιση επαναλαμβάνοντας τις διαδικασίες που περιγράφηκαν στην 6.5.3 έως 6.5.8, αλλά χρησιμοποιώντας μόνο 15 ml διαιθυλαιθέρα (4.4) και 15 ml ελαφρού πετρελαίου (4.5)· ο αιθέρας χρησιμοποιείται για να πλυθεί το εσωτερικό του λαιμού της φιάλης εκχύλισης. Εάν είναι απαραίτητο, υψώνεται η ενδιάμεση φάση στο μέσον του κορμού της φιάλης για να μπορέσει η τελική απόχυση του διαλύτη να είναι κατά το δυνατόν πλήρης.

6.5.11. Πραγματοποιείται μία τρίτη εκχύλιση επαναλαμβάνοντας περαιτέρω τις διαδικασίες που περιγράφηκαν στην 6.5.3 έως 6.5.8, αλλά χρησιμοποιώντας μόνο 15 ml διαιθυλαιθέρα (4.4.) και 15 ml ελαφρού πετρελαίου (4.5)· ο αιθέρας χρησιμοποιείται για να πλυθεί το εσωτερικό του λαιμού της φιάλης εκχύλισης. Εάν χρειαστεί, η ενδιάμεση φάση υψώνεται στο μέσον του λαιμού της φιάλης για να μπορέσει η τελική απόχυση του διαλύτη να είναι κατά το δυνατόν πλήρης.

Η τρίτη εκχύλιση μπορεί να παραλειφθεί στην περίπτωση του αποκορυφωμένου γάλακτος.

6.5.12. Οι διαλύτες (συμπεριλαμβανόμενης της αιθανόλης) απομακρύνονται κατά το δυνατόν πληρέστερα από τη φιάλη με απόσταξη ή από το ποτήρι ζέσης ή το δισκίο με εξαέρωση (5.3.) εμβαπτίζοντας το εσωτερικό του λαιμού της φιάλης με μικρή ποσότητα μεικτού διαλύτη (4.6.) προτού αρχίσει η απόσταξη.

6.5.13. Θερμαίνεται το δοχείο συλλογής λίπους (με τη φιάλη κεκλιμμένη για να αφήνει να διαφεύγουν οι ατμοί του διαλύτη) επί μία ώρα στον κλίβανο, (1.4.). Το δοχείο συλλογής λίπους απομακρύνεται από τον κλίβανο, αφήνεται να ψυχθεί (όχι μέσα σε αποξηραντή, αλλά προστατευμένο από την σκόνη) στην θερμοκρασία του δωματίου ζύγισης (γυάλινα δοχεία αφήνονται επί τουλάχιστον 1 ώρα, μεταλλικά δισκία αφήνονται επί τουλάχιστον 0,5 της ώρας) και ζυγίζεται με ακρίβεια 0,1 mg.

Το δοχείο δεν σκουπίζεται αμέσως πριν ζυγιστεί. Το δοχείο τοποθετείται στον ζυγό χρησιμοποιώντας λαβίδες για να αποφεύγονται ιδίως οι διακυμάνσεις της θερμοκρασίας.

6.5.14. Επαναλαμβάνονται οι διαδικασίες που περιγράφηκαν στο σημείο 6.5.13 μέχρις ότου η μάζα του δοχείου συλλογής λίπους ελλατωθεί, κατά 0,5 mg ή λιγότερο, ή αυξηθεί μεταξύ δύο διαδοχικών ζυγίσεων. Καταγράφεται η ελάχιστη παρατηρηθείσα μάζα του δοχείου συλλογής λίπους και του εκχυλισθέντος υλικού.

6.5.15. Προστίθενται 25 ml ελαφρού πετρελαίου στο δοχείο συλλογής λίπους για να διαπιστωθεί κατά πόσον η εκχυλισθείσα ύλη είναι πλήρως διαλυτή. Θερμαίνεται ελαφρά και ο διαλύτης αναδεύεται έως ότου διαλυθεί όλο το λίπος.

Εάν η εκχυλισθείσα ύλη είναι πλήρως διαλυτή στο ελαφρύ πετρέλαιο, ως μάζα του λίπους θεωρείται η διαφορά μεταξύ της τελικής μάζας του δοχείου που περιέχει την εκχυλισθείσα ύλη (6.5.14) και της αρχικής του μάζας (6.4).

6.5.16. Εάν η εκχυλισθείσα ύλη δεν είναι πλήρως διαλυτή στο ελαφρό πετρέλαιο, ή σε περίπτωση αμφιβολίας, το λίπος εκχυλίζεται πλήρως από το δοχείο με επαναλαμβανόμενες εκπλύσεις με θερμό πετρελαϊκό αιθέρα.

Αφήνεται να κατακαθήσει τυχόν ίχνος αδιάλυτης ύλης και αποχύεται προσεκτικά το ελαφρό πετρέλαιο χωρίς να αναταραχθεί τυχόν αδιάλυτη ύλη. Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται τρεις φορές ακόμα, χρησιμοποιώντας το ελαφού πετρέλαιο για την έκπλυση του εσωτερικού του λαιμού του δοχείου.

Τελικά, εκπλύεται το εξωτερικό της κορυφής του δοχείου με μεικτό διαλύτη, έτσι ώστε να μην εκτιναχθεί ο διαλύτης πέρα από το εξωτερικό του δοχείου. Απομακρύνονται οι ατμοί του ελαφρού πετρελαίου από το δοχείο με θέρμανση του δοχείου επί μία ώρα στον κλίβανο που αφήνεται να ψυχθεί και ζυγίζεται όπως περιγράφεται στα σημεία 6.5.13 και 6.5.14.

Ως μάζα του λίπους θεωρείται η διαφορά μεταξύ της μάζας που προσδιορίστηκε στο σημείο 6.5.14 και αυτής της τελικής μάζας.

7. ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

7.1. Υπολογισμός και σχέση

Η περιεκτικότητα σε λιπαρά υπολογίζεται ως ποσοστό επί της μάζας μέσω του τύπου:

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

όπου:

F = εκφράζει την περιεκτικότητα σε λιπαρά

m_0 = είναι η μάζα, σε γραμμάρια, της αναλυτικής δόσης (6.2)

m_1 = είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του δοχείου συλλογής λίπους και της εκχυλισθείσας ύλης όπως προσδιορίζεται στο σημείο 6.5.14

m_2 = είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του προετοιμασμένου δοχείου συλλογής λίπους ή, στην περίπτωση αδιάλυτης ύλης, του δοχείου συλλογής λίπους και τους αδιάλυτου υπολείμματος, όπως προσδιορίζεται στο σημείο 6.5.16

m_3 = είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του δοχείου συλλογής λίπους που χρησιμοποιήθηκε στην δοκιμή ελέγχου (τυφλό) (6.3) και τυχόν εκχυλισθείσας ύλης που προσδιορίζεται στο σημείο 6.5.14

m_4 = είναι η μάζα, σε γραμμάρια, του προετοιμασμένου δοχείου συλλογής λίπους (6.4) που χρησιμοποιήθηκε στη δοκιμή ελέγχου (τυφλό) (6.3), ή, στη περίπτωση αδιάλυτης ύλης, του δοχείου συλλογής λίπους και του αδιάλυτου υπολείμματος όπως προσδιορίζεται στο σημείο 6.5.16.

Το αποτέλεσμα καταγράφεται με προσέγγιση 0,01 %.

7.2. **Ακρίβεια**

7.2.1. *Επαναληψιμότητα (r)*

— για το πλήρες γάλα και το μερικώς αποκορυφωμένο γάλα: 0,02 g λίπους ανά 100 g προϊόντος,

— για το αποκορυφωμένο γάλα: 0,01 g λίπους ανά 100 g προϊόντος.

7.2.2. *Αναπαραγωγιμότητα (R)*

— για πλήρες γάλα: 0,04 g λίπους ανά 100 g προϊόντος,

— για μερικώς αποκορυφωμένο γάλα: 0,03 g λίπους ανά 100 g προϊόντος,

— για αποκορυφωμένο γάλα: 0,025 g λίπους ανά 100 g προϊόντος.

III. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΟΛΙΚΩΝ ΜΗ ΛΙΠΑΡΩΝ ΣΤΕΡΕΩΝ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η διαδικασία αυτή καθορίζει την πρότυπη μέθοδο προσδιορισμού της περιεκτικότητας ολικών μη λιπαρών στερεών σε θερμικά επεξεργασμένο γάλα.

2. ΟΡΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΙ

Η περιεκτικότητα ολικών μη λιπαρών στερεών πρέπει να εκφραστεί ως ποσοστό επί της μάζας. Η περιεκτικότητα μη λιπαρών στερεών είναι η περιεκτικότητα ολικών στερεών (κεφάλαιο I) μείον την περιεκτικότητα λίπους (κεφάλαιο II).

IV. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΑΖΩΤΟΥ ΣΤΟ ΓΑΛΑ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η διαδικασία καθορίζει την πρότυπη μέθοδο προσδιορισμού της περιεκτικότητας ολικού αζώτου του πλήρους γάλακτος, του μερικώς αποκορυφωμένου γάλακτος και του αποκορυφωμένου γάλακτος.

2. ΟΡΙΣΜΟΣ

Ως περιεκτικότητα ολικού αζώτου του γάλακτος νοείται η περιεκτικότητα αζώτου, εκφρασμένη ως ποσοστό επί της μάζας, όπως προσδιορίζεται από την εφαρμογή της μεθόδου Kjeldahl.

3. ΑΡΧΗ

Ζυγισμένη ποσότητα του δείγματος γάλακτος αναλίσκεται με πυκνό θειικό οξύ και θειικό κάλιο και θειικό χαλκό (II) σαν καταλύτη, για να μετατραπεί το άζωτο των οργανικών συστατικών σε θειικό αμμώνιο. Η αμμωνία αποδεσμεύεται με την προσθήκη διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου και μετά αποστάζεται και απορροφάται σε διάλυμα βορικού οξέος. Αυτό τιτλοδοτείται με όξινο διάλυμα.

4. ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ

4.1. **Θειικό κάλιο** (K_2SO_4).

4.2. **Διάλυμα θειικού χαλκού,** διαλύονται 5,0 g πενταένυδρου θειικού χαλκού (II) ($CuSO_4$, $5H_2O$) σε νερό και αραιούνται στα 100 ml (στους 20 °C) σε ογκομετρική φιάλη.

4.3. **Θειικό οξύ,** τουλάχιστον 98,0 % (m/m) (H_2SO_4).

4.4. **Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου,** 47 % (m/m) 704 g NaOH/l (20 °C).

Σημείωση: Μπορεί να χρησιμοποιηθεί λιγότερο πυκνό διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου, για παράδειγμα: 40 % (m/m) 572 g/l, 20 °C ή 30 % (m/m), 399 g/l, 20 °C.

4.5. **Διάλυμα βορικού οξέος,** διαλύονται 40 g βορικού οξέος (H_3BO_3) σε ένα λίτρο ζεστού νερού, αφήνονται να ψυχθούν και διατηρούνται σε φιάλη από βοροπυριτικό γυαλί.

4.6. **Διάλυμα δείκτη,** διαλύονται 0,01 g ερυθρού του μεθυλίου, 0,02 g κυανού της βρωμοθυμόλης και 0,06 g πράσινου της βρωμοκρεζόλης σε 100 ml αιθανόλης. Το διάλυμα διατηρείται σε σκούρα κλειστή φιάλη, σε δροσερό, σκοτεινό μέρος.

4.7. **Ογκομετρικό διάλυμα,** c ($^1/_2$ H_2SO_4) ή c (HCl) = 0,5 mol/l τυποποιημένο με προσέγγιση 0,0001 mol/l.

4.8. **Σακχαρόζη απηλλαγμένη αζώτου**

4.9. **Άλας αμμωνίου, καθαρό,** όπως οξαλικό αμμώνιο $(NH_4)_2C_2O_4$, H_2O ή θειικό αμμώνιο $(NH_4)_2SO_4$.

4.10. **Τρυπτοφάνη** $(C_{11}H_{12}N_2O_2)$, **φαινακετίνη** $(C_{10}H_7CH_2CONH_2)$ ή μονο- ή δι-υδροχλωριούχα λυσίνη $(C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$ ή $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot 2HCl)$.

Σημείωση: Η καθαρότητα των αντιδραστηρίων στα σημεία 4.9 και 4.10 πρέπει να είναι ποιότητας υψηλότερης από «αναλυτικού βαθμού». Εάν είναι διαθέσιμο, πρέπει να χρησιμοποιείται πιστοποιημένο διάλυμα άλατος αμμωνίου (4.9)».

5. ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ

Συνήθης εργαστηριακός εξοπλισμός, και ιδιαίτερα:

5.1. **Φιάλες Kjeldahl,** χωρητικότητας 500 ml.

5.2. **Κατάλληλα βοηθητικά βρασμού,** για παράδειγμα γυάλινα σφαιρίδια διαμέτρου περίπου 5 mm, ρινίσματα Hengar, ελαφρόπετρα.

5.3 **Προχοΐδα ή αυτόματο σιφώνιο,** για παροχή 1,0 ml.

5.4. **Βαθμολογημένοι ογκομετρικοί κύλινδροι,** γυάλινοι, χωρητικότητας 50, 100 και 250 ml.

5.5. **Συσκευή ανάλωσης,** σε κεκλιμένη στάση (περίπου 45°) με ηλεκτρικούς θερμαντήρες ή λύχνους αερίου που να μην θερμαίνουν τις φιάλες πάνω από το επίπεδο του περιεχομένου τους, με σύστημα απαγωγής ατμών.

5.6. **Συσκευή απόσταξης,** από βοροπυριτικό γυαλί, στην οποία μπορεί να προσαρμοστεί φιάλη Kjeldahl (5.1), αποτελούμενη από κατάλληλη κεφαλή σύνδεσης, συνδεδεμένη με κατάλληλο ψυκτήρα με ευθύ εσωτερικό σωλήνα και σωλήνα εξαγωγής προσαρτημένο στο κατώτερο άκρο του· η σωλήνωση και το (τα) πώμα(τα) διασύνδεσης πρέπει να είναι καλής εφαρμογής και κατά προτίμηση από ελαστικό νεοπρενίου.

5.7. **Σιφώνιο ή αυτόματο σιφώνιο,** για παροχή 0,10 ml.

5.8. **Κωνικές φιάλες,** χωρητικότητας 500 ml, βαθμολογημένες στα 200 ml.

5.9. **Προχοΐδα,** χωρητικότητας 50 ml, βαθμολογημένη στα 0,1 ml, μέγιστου σφάλματος ± 0,05 ml.

5.10. **Μεγεθυντικοί φακοί,** για ανάγνωση της προχοΐδας (5.9).

5.11. **pH-μετρο**

5.12. **Αυτόματη προχοΐδα**

6. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

6.1. Προστίθενται στη φιάλη Kjeldahl (5.1) για βοηθητικά βρασμού (5.2), (π.χ. τρία γυάλινα σφαιρίδια), 15 g θειικού κάλιου (4.1), 1,0 ml διαλύματος θειικού χαλκού (4.2), περίπου 5 g δείγματος γάλακτος (ζυγισμένο με προσέγγιση 0,001 g) και 25 ml θειικού οξέος (4.3). Το οξύ χρησιμοποιείται προς απόπλυση, προς τα κάτω, τυχόν ποσότητας διαλύματος θειικού χαλκού, θειικού καλίου ή γάλακτος από το λαιμό της φιάλης και τα περιεχόμενα της φιάλης αναμειγνύονται ελαφρά.

Σημείωση: Επειδή η οργανική ύλη καταναλώνει θειικό οξύ κατά τη διάρκεια του βρασμού, χρησιμοποιούνται για την ανάλωση 30 ml H_2SO_4 (4.3), αντί για 25 μml, εάν το γάλα περιέχει περισσότερο από 5,0 % (m/m) λίπος. Αυτό πρέπει επίσης να γίνει και στη δοκιμή ελέγχου (τυφλό).

6.2. Κάθε φιάλη Kjeldahl θερμαίνεται πάνω στη συσκευή ανάλωσης (5.5) πολύ ήπια στην αρχή, έτσι ώστε όλος ο μαύρος αφρός να παραμείνει στην κοιλότητα της φιάλης. Όταν ο αρχικός αφρισμός έχει σταματήσει και εμφανίζεται άφθονος λευκός ατμός, εκτελείται ζωηρός βρασμός (οι ατμοί του οξέος θα συμπυκνωθούν προς το μέσο του λαιμού της φιάλης) έως ότου δεν απομείνει κανένα μαύρο σωματίδιο και έως ότου η αναλωθείσα ύλη γίνει διαυγής ελαφρού κυανοπράσινου χρώματος. Τότε εκτελείται ήπιος βρασμός επί τουλάχιστον 1,5 ώρα. Σημειώνονται οι ακόλουθες προϋποθέσεις:

α) ο χρόνος διαύγασης της αναλωθείσας ύλης δεν πρέπει να είναι μεγαλύτερος από μία ώρα και ο συνολικός χρόνος ανάλωσης δεν πρέπει να είναι μικρότερος από 2,5 ώρες. Εάν χρειαστεί περισσότερο από μία ώρα για να επιτευχθεί η διαύγαση, πρέπει να αυξηθεί ανάλογα ο συνολικός χρόνος ανάλωσης·

β) το προστιθέμενο θειικό κάλιο προάγει την ανάλωση, καθώς αυξάνει τη θερμοκρασία βρασμού του μείγματος. Εάν ο υπολειπόμενος όγκος του H_2SO_4 είναι μικρότερος από περίπου 15 ml στο τέλος του χρόνου ανάλωσης, μπορεί να έχει χαθεί άζωτο λόγω υπερβολικής θέρμανσης. Εάν η θέρμανση γίνεται με καύση αερίου, η φιάλη θερμαίνεται πάνω σε σχάρα από θερμομονωτικό υλικό, που φέρει κυκλικό άνοιγμα τέτοιας διαμέτρου, ώστε η ελεύθερη φλόγα να αγγίζει μόνον το τμήμα της φιάλης που βρίσκεται κάτω από την επιφάνεια του υγρού περιεχομένου (5.5)·

γ) εάν μαύρα σωματίδια ανεβούν στο λαιμό της φιάλης και δεν εκπλυθούν όλα προς τα κάτω μέσα στην κοιλότητα της φιάλης με την επαναρροή του οξέος κατά τη διάρκεια των αρχικών σταδίων της περιόδου του ζωηρού βρασμού (αυτό μπορεί να διευκολυνθεί με περιστροφή της φιάλης), η φιάλη αφήνεται να ψυχθεί επαρκώς και εκπλύνεται προσεκτικά με όσο το δυνατό λιγότερο νερό. Μετά η ανάλωση προσεκτικά με όσο το δυνατό λιγότερο νερό. Μετά η ανάλωση συνεχίζεται όπως περιγράφηκε ανωτέρω.

6.3. Όταν οι φιάλες Kjeldahl είναι ψυχρές, προστίθενται 300 ml νερού (βλ. σημείωση) έτσι ώστε να εκπλυθεί προσεκτικά προς τα κάτω ο λαιμός της φιάλης και τα περιεχόμενα αναμειγνύονται πλήρως, εξασφαλίζοντας ότι διαλύονται οι κρύσταλλοι που είχαν αποχωριστεί. Προστίθενται μερικά βοηθητικά βρασμού (5.2) για να εξασφαλιστεί ομοιόμορφος βρασμός. Μετά προστίθενται σε κάθε φιάλη 70 ml διαλύματος υδροξειδίου νατρίου (4.4) (βλέπε σημείωση) με ελαφριά απόχυση του διαλύματος προς τα κάτω μέσα στον κεκλιμένο λαιμό της φιάλης για να σχηματιστεί μια στοιβάδα στον πυθμένα της κοιλότητας· δεν πρέπει να υγρανθεί η κορυφή του λαιμού με το διάλυμα υδροξειδίου νατρίου.

Σημείωση: Είναι απαραίτητο ο συνδυασμένος όγκος νερού και διαλύματος υδροξειδίου νατρίου, συνολικά 370 ml, να δώσει περίπου 150 ml αποστάγματος που συλλέγεται ακριβώς πριν επακολουθήσει ακανόνιστος βρασμός (εκτινάξεις) (6.4).

Έτσι, αν προστεθεί μεγαλύτερος ισοδύναμος όγκος διαλύματος υδροξειδίου νατρίου συγκέντρωσης μικρότερης από 47 % (m/m), ο όγκος του προστιθέμενου νερού πρέπει να μειωθεί ανάλογα. Για παράδειγμα, εάν πρόκειται να προστεθούν 85 ml από 40 % (m/m) ή 125 ml από 30 % (m/m) διαλύματος υδροξειδίου νατρίου, ο όγκος του προστιθέμενου νερού πρέπει να είναι 285 ml και 245 ml αντίστοιχα.

6.4. Συνδέεται αμέσως κάθε φιάλη Kjeldahl με μια συσκευή απόσταξης (5.6). Εξασφαλίζεται ότι η άκρη του σωλήνα εξαγωγής του ψυκτήρα βρίσκεται βυθισμένη σε 50 ml διαλύματος βορικού οξέος (4.5) μαζί με 0,20 ml (5-6 σταγόνες) διαλύματος δείκτη (4.6), με όλα να περιέχονται σε κωνική φιάλη (5.8). Τα περιεχόμενα κάθε φιάλης Kjeldahl αναδεύονται για να αναμειχθούν πλήρως και βράζονται, αλλά ήπια στην αρχή για να αποφευχθεί υπερβολικός αφρισμός. Όταν έχουν συλλεγθεί 100 με 125 ml αποστάγματος, κάθε κωνική φιάλη χαμηλώνεται ώστε η άκρη του σωλήνα εξαγωγής του ψυκτήρα να βρίσκεται περίπου 40 mm πάνω από την ενδεικτική γραμμή των 200 ml. Κάθε απόσταξη συνεχίζεται έως ότου αρχίσει ακανόνιστος βρασμός και αμέσως μετά διακόπτεται η θέρμανση. Κάθε φιάλη Kjeldahl αποσυνδέεται και η άκρη του σωλήνα εξαγωγής κάθε ψυκτήρα εκπλύνεται με μικρή ποσότητα νερού, συλλέγοντας τα εκπλύματα μέσα στην κωνική φιάλη. Σημειώνονται οι ακόλουθες προϋποθέσεις:

α) η ταχύτητα απόσταξης πρέπει να είναι τέτοια ώστε περίπου 150 ml αποστάγματος να συλλέγονται όταν αρχίζει ακανόνιστος βρασμός (εκτινάξεις), οπότε ο όγκος των περιεχομένων κάθε κωνικής φιάλης θα είναι τότε περίπου 200 ml?

β) η αποτελεσματικότητα κάθε ψυκτήρα πρέπει να είναι τέτοια ώστε η θερμοκρασία των περιεχομένων κάθε κωνικής φιάλης να μην υπερβαίνει τους 25 °C κατά τη διάρκεια της απόσταξης.

6.5 Κάθε απόσταγμα τιτλοδοτείται με πρότυπο ογκομετρικό διάλυμα (4.7) έως ότου το pH γίνει 4,6 ± 0,1, χρησιμοποιώντας pHmetro και, εάν είναι επιθυμητό, αυτόματη προχοΐδα. Η προσθήκη δείκτη βοηθά στον έλεγχο της ορθής πορείας της τιτλοδότησης. Κάθε ανάγνωση προχοΐδας λαμβάνεται με ακρίβεια 0,01 ml με τη βοήθεια μεγεθυντικού φακού (5.10) αποφεύγοντας σφάλματα παράλλαξης.

Η τιτλοδότηση μπορεί να πραγματοποιηθεί με τη βοήθεια του δείκτη. Το απόσταγμα τιτλοδοτείται μέχρι το χρώμα του να αντιστοιχεί σε διάλυμα που έχει ετοιμασθεί πρόσφατα από 150 ml νερού με την προσθήκη 50 ml βορικού οξέος και 0,20 ml του δείκτη, που περιέχονται όλα σε κωνική φιάλη.

6.6. Εκτελείται δοκιμή ελέγχου (τυφλό) σύμφωνα με τα σημεία 6.1 έως 6.5 συμπεριλαμβανομένου, εφαρμόζοντας τη διαδικασία σε 5 ml απεσταγμένου νερού μαζί με περίπου 0,1 g σακχαρόζης (4.8), αντί για το δείγμα του γάλακτος.

Σημείωση: Η τιτλοδότηση του αποστάγματος ελέγχου θα απαιτήσει έναν πολύ μικρό μόνο όγκο του πρότυπου ογκομετρικού διαλύματος (4.7).

6.7. Ελέγχεται τακτικά η ακρίβεια της διαδικασίας χρησιμοποιώντας δύο δοκιμές ανάκτησης ακολουθώντας τη διαδικασία σύμφωνα με τα σημεία 6.1 έως 6.5.

6.7.1. Ελέγχεται η μη απώλεια αζώτου σαν αποτέλεσμα υπερβολικής θέρμανσης ή μηχανικών διαρροών κατά τη διάρκεια της απόσταξης, χρησιμοποιώντας δοκιμαστική δόση 0,15 g οξαλικού ή θειικού αμμώνιου (4.9) ζυγισμένου με ακρίβεια 0,001 g μαζί με 0,1 g σακχαρόζης (4.8).

Το ποσοστό του αζώτου που ανακτάται πρέπει να είναι μεταξύ 99,0 και 100 %.

Χαμηλότερα ή υψηλότερα ποσοστιαία αποτελέματα υποδηλώνουν σφάλματα κατά τη διαδικασία ή/και ανακριβή συγκέντρωση του πρότυπου διαλύματος (4.7).

6.7.2. Ελέγχεται αν η διαδικασία ανάλωσης επαρκεί για την αποδέσμευση όλου του πρωτεϊνικού αζώτου χρησιμοποιώντας δοκιμαστική δόση 0,20 g καθαρής τρυπτοφάνης, 0,35 g φαινακετίνης ή 0,20 g υδροχλωριούχου λυσίνης (4.10). Όλες οι ζυγίσεις πρέπει να είναι ακρίβειας 0,001 g. Πρέπει να ανακτηθεί τουλάχιστον 98-99 % του αζώτου.

7. ΠΡΟΦΥΛΑΞΕΙΣ ΑΣΦΑΛΕΙΑΣ

Όταν πραγματοποιείται εργασία με πυκνό θειικό οξύ και υδροξείδιο του νατρίου και όταν γίνονται χειρισμοί φιαλών Kjeldahl, πρέπει πάντα να φοράται εργαστηριακή ποδιά, γυαλιά ασφαλείας και γάντια ανθεκτικά σε οξύ.

Κατά τη διάρκεια της απόσταξης δεν πρέπει να αφήνονται ποτέ οι φιάλες Kjeldahl χωρίς επιτήρηση. Λόγω του υπάρχοντος κινδύνου, η απόσταξη διακόπτεται αμέσως εάν τα περιεχόμενα της φιάλης αναπηδούν υπερβολικά ζωηρά. Εάν διακοπεί το ρεύμα για περισσότερο από 2-3 λεπτά, η φιάλη συλλογής χαμηλώνεται έτσι ώστε η απόληξη του αποστακτήρα να βρίσκεται έξω από το υγρό.

8. ΕΚΦΡΑΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

8.1. **Υπολογισμός και σχέση:**

Υπολογίζεται η περιεκτικότητα αζώτου (W_N), εκφρασμένη σε γραμμάρια αζώτου ανά 100 g προϊόντος με τον τύπο: :

$$N = \frac{1{,}40\,(V - V_0)\,c}{m}$$

όπου:

W_N : είναι η περιεκτικότητα του αζώτου.

V : είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του πρότυπου ογκομετρικού διαλύματος οξέος που χρησιμοποιήθηκε στον προσδιορισμό,

V_0 : είναι ο όγκος, σε χιλιοστόλιτρα, του πρότυπου ογκομετρικού διαλύματος οξέος που χρησιμοποιήθηκε στη δοκιμή ελέγχου

c : είναι η συγκέντρωση, εκφρασμένη σε γραμμομόρια ανά λίτρο, του πρότυπου ογκομετρικού διαλύματος οξέος (4.7)

m : είναι η μάζα, σε γραμμάρια, της δοκιμαστικής δόσης

Το αποτέλεσμα στρογγυλοποιείται με προσέγγιση 0,001 g ανά 100 g.

8.2. **Ακρίβεια**

8.2.1. *Επαναληψιμότητα (r):* 0,007 g ανά 100 g.

8.2.2. *Αναπαραγωγιμότητα (R):* 0,015 g ανά 100 g.

9. ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΜΕΝΕΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΕΣ

9.1. Χρησιμοποιείται ενιαία συσκευή ανάλωσης εφοδιασμένη με κυλινδρικές φιάλες, αντί της συσκευής ανάλωσης και των φιαλών Kjeldahl (σημεία 5.5 και 5.1). Για να αναγνωριστεί πιθανό πρόβλημα στην περίπτωση αυτή, κάθε στοιχείο πρέπει να ελέγχεται μεμονωμένα (6.7).

9.2. Χρησιμοποιείται απόσταξη με ατμό αντί της απευθείας θέρμανσης των φιαλών (6.4). Όταν η συσκευή δεν επιτρέπει τη χρήση απεσταγμένου νερού, πρέπει να λαμβάνεται μέριμνα ώστε το νερό να μην περιέχει όξινες ή αλκαλικές πτητικές ουσίες.

9.3. Μπορεί να χρησιμοποιηθεί μια δοκιμαστική δόση του 1 g γάλακτος (ημιμακρο Kjeldahl) αντί των 5 g (6.1) εφόσον:

— οι ποσότητες των αντιδραστήριων που χρησιμοποιούνται για ανοργανοποίηση (6.1): H_2SO_4, $CuSO_4,5\,H_2O$, K_2SO_4 ελαττώνονται κατά την ίδια αναλογία (1/5),

— ο ολικός χρόνος ανάλωσης (6.2) ελαττώνεται στα 75 λεπτά,

— η ποσότητα του διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου (6.3) ελαττώνεται κατά την ίδια αναλογία (1/5),

— πρέπει να χρησιμοποιηθεί τυποποιημένο όξινο διάλυμα (4.7) μικρότερης συγκέντρωσης (0,02 έως 0,03 mol/l).

Σημείωση: Η χρησιμοποίηση μιας ή περισσότερων των επιλογών αυτών είναι αποδεκτή μόνον αν η τιμή επαναληψιμότητας (8.2.1) και τα αποτελέσματα των δύο δοκιμών ακρίβειας (6.7) είναι σε συμφωνία με τις απαιτήσεις αυτής της μεθόδου.

V. **ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΠΕΡΙΕΚΤΙΚΟΤΗΤΑΣ ΠΡΩΤΕΪΝΗΣ**

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η διαδικασία αυτή καθορίζει την πρότυπη μέθοδο προσδιορισμού της περιεκτικότητας πρωτεΐνης θερμικά επεξεργασμένου γάλακτος (βλέπε άρθρο 3 παράγραφος Α σημείο 3 της οδηγίας 85/397/ΕΟΚ).

2. ΟΡΙΣΜΟΣ

Περιεκτικότητα πρωτεΐνης: Η τιμή που λαμβάνεται πολλαπλασιάζοντας επί κατάλληλο συντελεστή (3) την ολική περιεκτικότητα αζώτου, εκφρασμένη ως ποσοστό επί της μάζας, προσδιορισμένη σύμφωνα με τη μέθοδο που περιγράφεται στο IV.

3. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ

Περιεκτικότητα πρωτεΐνης γάλακτος ως ποσοστό επί της μάζας = 6,38 × ολική περιεκτικότητα γάλακτος %.

VI. ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΕΙΔΙΚΟΥ ΒΑΡΟΥΣ

1. ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Το παρόν κεφάλαιο περιγράφει την πρότυπη μέθοδο προσδιορισμού του ειδικού βάρους στους 20 °C του ακατέργαστου γάλακτος, του πλήρους γάλακτος, του μερικώς αποκορυφωμένου γάλακτος και του αποκορυφωμένου γάλακτος.

2. ΟΡΙΣΜΟΣ

Το ειδικό βάρος του γάλακτος είναι ο λόγος του βάρους συγκεκριμένου όγκου γάλακτος στους 20 °C προς το βάρος ίδιου όγκου νερού στους 20 °C.

3. ΑΡΧΗ

Το ειδικό βάρος στους 20 °C προσδιορίζεται με υδρόμετρο.

4. ΟΡΓΑΝΑ ΚΑΙ ΓΥΑΛΙΝΑ ΣΚΕΥΗ

Συνηθισμένος εργαστηριακός εξοπλισμός, και ιδιαίτερα:

4.1. **Υδρόμετρο**

Το υδρόμετρο ειδικής βαρύτητας είναι ένα όργανο αποτελούμενο από γυάλινο πλωτήρα, ο οποίος, στο κατώτερο άκρο του, είναι ευρύς και βαρύς. Μια γυάλινη ράβδος κυλινδρικού σχήματος είναι προσαρμοσμένη στο ανώτερο άκρο του πλωτήρα και ομοαξονικά προσανατολισμένη προς αυτόν· το ανώτερο άκρο της ράβδου είναι κλειστό.

Ο γυάλινος πλωτήρας περιέχει τη γέμιση (μόλυβδο, υδράργυρο, κ.λπ.) που προορίζεται για την προσαρμογή της μάζας του υδρόμετρου. Η ράβδος περιλαμβάνει μια βαθμολογημένη κλίμακα από 1,025 έως 1,035 g/ml.

Το υδρόμετρο πρέπει να ελέγχεται με την πυκνομετρική μέθοδο, χρησιμοποιώντας πυκνόμετρο χωρητικότητας περίπου 100 ml εφοδιασμένο με θερμόμετρο ακριβείας.

4.2. **Κύλινδροι** (γυάλινοι ή από ανοξείδωτο χάλυβα) που έχουν τις ακόλουθες ελάχιστες διαστάσεις:

— εσωτερική διάμετρος: 35 mm περίπου,

— εσωτερικό ύψος: 225 mm περίπου.

4.3. **Υδρόλουτρο,** ρυθμισμένο στους 20 ± 0,1 °C.

4.4. **Υδρόλουτρο,** ρυθμισμένο στους 40 ± 2 °C.

4.5. **Θερμόμετρο,** βαθμολογημένο τουλάχιστον ανά 0,5 °C.

5. ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

5.1. Το δείγμα αναμειγνύεται με αναστροφή για να διασπαρεί το λίπος και τοποθετείται στο υδρόλουτρο (4.4). Το δείγμα αφήνεται να αποκτήσει θερμοκρασία 40 °C και διατηρείται στη θερμοκρασία αυτή επί 5 λεπτά. Αναμειγνύεται πλήρως με προσεκτική αναστροφή ώστε να εξασφαλιστεί ότι το λίπος έχει κατανεμηθεί ομοιογενώς. Ψύχεται στους 20 °C στο δεύτερο υδρόλουτρο (4.3).

5.2. Το δείγμα αναμειγνύεται πλήρως με προσεκτική αναστροφή για να αποφευχθεί εγκλωβισμός αέρα. Το γάλα εκχύεται στον κύλινδρο (4.2), τοποθετημένο υπό κλίση ώστε να αποφευχθεί ο σχηματισμός αφρού ή φυσαλίδων. Χρησιμοποιείται επαρκής ποσότητα δείγματος γάλακτος ώστε να εξασφαλιστεί ότι λίγη ποσότητα αυτού θα υπερεκχυλίζει από τον κύλινδρο όταν το υδρόμετρο (4.1) τοποθετείται σε αυτόν. Το υδρόμετρο βυθίζεται προσεκτικά στο γάλα και αφήνεται να επιπλεύσει ελεύθερα όταν αποκτήσει τη θέση ισορροπίας του. Ο κύλινδρος πρέπει να τοποθετείται κατακόρυφα. Το υδρόμετρο πρέπει να βρίσκεται στο μέσο της υγρής στήλης και δεν πρέπει να αγγίζει τα τοιχώματα του κυλίνδρου.

5.3. Όταν το υδρόμετρο ισορροπήσει, γίνεται ανάγνωση της βαθμολόγησης στην κορυφή του μηνίσκου.

5.4. Αμέσως μετά την ανάγνωση του υδρόμετρου εισάγεται το θερμόμετρο (4.5) στο δείγμα και γίνεται ανάγνωση της θερμοκρασίας με ακρίβεια 0,5 °C. Η θερμοκρασία δεν πρέπει να διαφέρει περισσότερο από ± 2 °C από τους 20°C.

6. ΔΙΟΡΘΩΣΗ ΤΗΣ ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΣ

6.1. Εάν η θερμοκρασία του δείγματος του γάλακτος δεν είναι ακριβώς 20 °C όταν γίνεται η μέτρηση του ειδικού βάρους του, τότε το λαμβανόμενο αποτέλεσμα πρέπει να διορθωθεί προσθέτοντας στο προσδιορισμένο ειδικό βάρος 0,0002 για κάθε βαθμό Κελσίου πάνω από τους 20 °C. Αυτή η διόρθωση ισχύει μόνον αν η θερμοκρασία του δείγματος γάλακτος δεν διαφέρει περισσότερο από 5 °C από τους 20°C.

7. ΔΙΑΤΥΠΩΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η μέθοδος υπολογισμού και ο τύπος για την εξεύρεση της ειδικής μάζας του δείγματος η οποία εκφράζεται σε g/ml αποκορυφωμένου γάλακτος σε 20 °C είναι η εξής:

$$\frac{1\,000 . mv - MG . mv}{1\,000 - \frac{MG . mv}{0{,}92}} = \frac{0{,}92\ mv\ (1\,000 - MG)}{920 - MG . mv}$$

όπου:

mv : είναι η ειδική μάζα του δείγματος που εμφαίνεται στο υδρόμετρο (5.4) και εκφράζεται σε g/l,

MG : είναι η περιεκτικότητα σε λιπαρά και εκφράζεται σε g/l,

0,92 : είναι η πυκνότητα των λιπαρών.

8. ΑΚΡΙΒΕΙΑ

8.1. **Επαναληψιμότητα (r):** 0,0003 g/ml.

8.2. **Αναπαραγωγιμότητα (R):** 0,0015 g/ml.

Προσάρτημα

(του παραρτήματος II)

ΕΝΑΛΛΑΚΤΙΚΗ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΣΩΛΗΝΩΝ ΕΚΧΥΛΙΣΗΣ ΛΙΠΟΥΣ ΜΕ ΕΞΑΡΤΗΜΑΤΑ ΣΙΦΩΝΙΟΥ Η ΥΔΡΟΒΟΛΕΑ

A.1 ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑ

A.1.1. **Προετοιμασία του δείγματος προς ανάλυση**

Βλέπε σημείο 6.1.

A.1.2. **Αναλυτική δόση**

Εκτελούμε όπως καθορίστηκε στο σημείο 6.2, αλλά χρησιμοποιώντας τους σωλήνες εκχύλισης λίπους (5.6).

Η αναλυτική δόση πρέπει να αποτίθεται κατά το δυνατόν πλήρως στον πυθμένα του σωλήνα εκχύλισης.

A.1.3. **Δοκιμή ελέγχου (τυφλό)**

Βλέπε σημείο 6.3.

A.1.4. **Προετοιμασία του δοχείου συλλογής λίπους**

Βλέπε σημείο 6.4.

A.1.5. **Προσδιορισμός**

A.1.5.1. Προστίθενται 2 ml του διαλύματος αμμωνίας (4.1), ή ισοδύναμος όγκος πυκνότερου διαλύματος αμμωνίας, και αναμειγνύονται πλήρως με την προεπεξεργασμένη αναλυτική δόση στον πυθμένα του σωλήνα. Μετά την προσθήκη της αμμωνίας, εκτελείται ο προσδιορισμός χωρίς καθυστέρηση.

A.1.5.2. Προστίθενται 10 ml αιθανόλης (4.2) και αναμειγνύονται με ήπια, αλλά πλήρη ανάδευση, στον πυθμένα του σωλήνα. Εάν είναι επιθυμητό, προστίθενται δύο σταγόνες του διαλύματος ερυθρού του Κογκό ή ερυθρού της κρεζόλης (4.3).

A.1.5.3. Προστίθενται 25 ml διαιθυλοαιθέρα (4.4), ο σωλήνας κλείνεται με φελλό κορεσμένο με νερό ή με πώμα υγρανθέν με νερό (5.6) και ο σωλήνας ανακινείται ζωηρά, αλλά όχι υπερβολικά (για να αποφευχθεί ο σχηματισμός σταθερών γαλακτωμάτων), με επαναλαμβανόμενες αναστροφές επί ένα λεπτό. Εάν χρειαστεί, ο σωλήνας ψύχεται με τρεχούμενο νερό, μετά αποσπάται προσεκτικά ο φελλός ή πώμα και εκπλύνεται αυτός και ο λαιμός του σωλήνα με μικρή ποσότητα του μεικτού διαλύτη (4.6) χρησιμοποιώντας τον υδροβολέα (5.8) έτσι ώστε τά εκπλύματα να ρέουν μέσα στο σωλήνα.

A.1.5.4. Προστίθενται 25 ml ελαφρού πετρελαίου (4.5), ο σωλήνας κλείνεται με τον επανυγρανθέντα φελλό ή πώμα (επανύγρανση με εμβάπτιση σε νερό) και ο σωλήνας ανακινείται ελαφρά επί 30 δευτερόλεπτα όπως περιγράφεται στο σημείο A.1.5.3.

A.1.5.5. Ο κλειστός σωλήνας φυγοκεντρείται επί ένα έως πέντε λεπτά με συχνότητα περιστροφής 500 έως 600 στροφών/λεπτό (5.2). Εάν δεν διατίθεται φυγόκεντρος (βλέπε σημείωση στο σημείο 5.2), ο κλειστός σωλήνας αφήνεται να στέκεται στο στήριγμα επί τουλάχιστον 30 λεπτά έως ότου η υπερκείμενη στοιβάδα γίνει διαυγής και διαχωριστεί σαφώς από την υδατική στοιβάδα. Εάν χρειαστεί, ο σωλήνας ψύχεται με τρεχούμενο νερό.

A.1.5.6. Ο φελλός ή πώμα αποσπάται προσεκτικά και εκπλύνεται, αυτός και ο λαιμός του σωλήνα, μικρή ποσότητα του μεικτού διαλύτη, έτσι ώστε τα εκπλύματα να ρέουν στο σωλήνα.

A.1.5.7. Εισάγεται εξάρτημα σιφώνιου ή εξάρτημα υδροβολέα στο σωλήνα και προωθείται προς τα κάτω το μακρύ εσωτερικό σκέλος του εξαρτήματος μέχρις ότου το στόμιο εισαγωγής βρεθεί περίπου 3 mm πάνω από την ενδιάμεση φάση μεταξύ των στοιβάδων. Το εσωτερικό σκέλος του εξαρτήματος πρέπει να είναι παράλληλο προς τον άξονα του σωλήνα εκχύλισης.

Η υπερκείμενη στοιβάδα μεταφέρεται προσεκτικά έξω από το σωλήνα μέσα σε προετοιμασμένο δοχείο συλλογής λίπους (6.4) που περιέχει μερικά βοηθητικά βρασμού (5.10) στην περίπτωση των φιαλών (προαιρετικά για τα μεταλλικά δισκία), αποφεύγοντας τη μεταφορά οσουδήποτε μέρους της υδατικής στοιβάδας. Το στόμιο εξαγωγής του εξαρτήματος εκπλύεται με μικρή ποσότητα του μεικτού διαλύτη, συλλέγοντας τα εκπλύματα μέσα στο δοχείο συλλογής λίπους.

A.1.5.8. Το εξάρτημα ξεσφίγγεται από το λαιμό του σωλήνα, στη συνέχεια ανυψώνεται ελαφρά και εκπλύνεται το κατώτερο τμήμα του μακρού εσωτερικού σκέλους του με μικρή ποσότητα του μεικτού διαλύτη. Το εξάρτημα χαμηλώνεται και επανεισέρχεται και τα εκπλύματα μεταφέρονται στο δοχείο συλλογής λίπους.

Το στόμιο εξαγωγής του εξαρτήματος εκπλύνεται με μικρή ποσότητα του μεικτού διαλύτη, συλλέγοντας τα εκπλύματα μέσα στο δοχείο. Εάν είναι επιθυμητό, ο διαλύτης ή μέρος του διαλύτη μπορεί να απομακρυνθεί από το δοχείο με απόσταξη ή εξαέρωση όπως περιγράφηκε στο σημείο 6. 5. 12.

A.1.5.9. Το εξάρτημα ξεσφίγγεται ξανά από το λαιμό, το εξάρτημα ανυψώνεται ελαφρά και προστίθενται 5 ml αιθανόλης στα περιεχόμενα του σωλήνα, χρησιμοποιώντας την αιθανόλη προς έκπλυση του μακρού εσωτερικού σκέλους του εξαρτήματος· αναμειγνύουμε όπως περιγράφεται στο σημείο A.1.5.2.

A.1.5.10. Εκτελείται η *δεύτερη εκχύλιση* επαναλαμβάνοντας τις διαδικασίες που περιγράφονται στα σημεία A.1.5.3. έως A.1.5.8. αλλά χρησιμοποιώντας μόνο 15 ml διαιθυλοαιθέρα (4.4) και 15 ml ελαφρού πετρελαίου (4.5). Ο αιθέρας χρησιμοποιείται προς έκπλυση του μακρού εσωτερικού σκέλους του εξαρτήματος παρά την απόσπαση του εξαρτήματος από το σωλήνα μετά την προηγούμενη εκχύλιση.

A.1.511. Εκετελείται *τρίτη εκχύλιση* και πάλι επαναλαμβάνοντας τις διαδικασίες που περιγράφονται στα σημεία A.1.5.3 έως A.1.5.8, χρησιμοποιώντας 15 ml διαθυλοαιθέρα και 15 ml ελαφρού πετρελαίου και εκπλύνοντας το μακρύ εσωτερικό σκέλος του εξαρτήματος όπως περιγράφεται στην A.1.5.10.

Η τρίτη εκχύλιση μπορεί να παραλειφθεί για το αποκορυφωμένο γάλα

A.1.5.12. Εκτελούμε όπως περιγράφηκε στα σημεία 6.5.12 έως 6.5.14, συμπεριλαμβανομένου.