



MONITORUL OFICIAL

AL

ROMÂNIEI

Anul 171 (XV) — Nr. 667

PARTEA I
LEGI, DECRETE, HOTĂRÂRI ȘI ALTE ACTE

Luni, 22 septembrie 2003

SUMAR

Nr. ACTE ALE ORGANELOR DE SPECIALITATE ALE ADMINISTRAȚIEI PUBLICE CENTRALE
515/824/320. — Ordin al ministrului agriculturii, pădurilor, apelor și mediului, al ministrului sănătății și al președintelui Autorității Naționale pentru Protecția Consumatorilor pentru aprobarea metodelor de

prelevare a probelor în vederea efectuării analizelor chimice pentru controlul laptelui conservat și a metodelor de analiză pentru anumite sortimente de lapte conservat, parțial sau total deshidratat, destinate consumului uman 1-16

ACTE ALE ORGANELOR DE SPECIALITATE ALE ADMINISTRAȚIEI PUBLICE CENTRALE

MINISTERUL AGRICULTURII, PĂDURILOR, APELOR ȘI MEDIULUI
Nr. 515 din 7 august 2003

MINISTERUL SĂNĂTĂȚII
Nr. 824 din 3 septembrie 2003

AUTORITATEA NAȚIONALĂ PENTRU PROTECȚIA CONSUMATORILOR
Nr. 320 din 11 septembrie 2003

ORDIN

pentru aprobarea metodelor de prelevare a probelor în vederea efectuării analizelor chimice pentru controlul laptelui conservat și a metodelor de analiză pentru anumite sortimente de lapte conservat, parțial sau total deshidratat, destinate consumului uman

Având în vedere prevederile art. 38 alin. (9) lit. b) din Ordonanța de urgență a Guvernului nr. 97/2001 privind reglementarea producției, circulației și comercializării alimentelor, aprobată și modificată prin Legea nr. 57/2002, în temeiul Hotărârii Guvernului nr. 739/2003 privind organizarea și funcționarea Ministerului Agriculturii, Pădurilor, Apelor și Mediului, al Hotărârii Guvernului nr. 743/2003 privind organizarea și funcționarea Ministerului Sănătății și al Hotărârii Guvernului nr. 755/2003 privind organizarea și funcționarea Autorității Naționale pentru Protecția Consumatorilor, văzând Referatul de aprobare nr. 144.475 din 9 iunie 2003 al Direcției generale de elaborare și armonizare a politicilor, strategiilor și programelor,

ministrul agriculturii, pădurilor, apelor și mediului, ministrul sănătății și președintele Autorității Naționale pentru Protecția Consumatorilor emit următorul ordin:

Art. 1. — Se aprobă:

a) metodele de prelevare a probelor în vederea efectuării analizelor chimice pentru controlul laptelui conservat, prevăzute în anexa nr. 1 care face parte integrantă din prezentul ordin;

b) metodele de analiză recomandate pentru anumite sortimente de lapte conservat, parțial sau total deshidratat, destinate consumului uman, prevăzute în anexa nr. 2 și

descrise în anexa nr. 3, precum și ustensilele și echipamentele utilizate pentru prelevarea probelor, prezentate în anexa nr. 4. Anexele nr. 1, 2, 3 și 4 fac parte integrantă din prezentul ordin.

Art. 2. — Metodele de prelevare a probelor și metodele de analiză se aplică de către agenții economici care produc și comercializează sortimentele de lapte conservat, parțial sau total deshidratat, destinate consumului uman, și

de către autoritățile competente pentru executarea controlului oficial al alimentelor, stabilite prin art. 38 al Ordonanței de urgență a Guvernului nr. 97/2002 pentru reglementarea producției, circulației și comercializării alimentelor, aprobată și modificată prin Legea nr. 57/2002.

Art. 3. — Agenții economici care produc și/sau care comercializează sortimente de lapte conservat, parțial sau total deshidratat, ale căror denumire și compoziție, menționate pe etichetă, nu corespund cu rezultatele analizelor de laborator se sancționează de către autoritățile

Ministrul agriculturii, pădurilor, apelor și mediului,
Ilie Sârbu

menționate la art. 2, conform art. 41—43 din Ordonanța de urgență a Guvernului nr. 97/2002, aprobată și modificată prin Legea nr. 57/2002.

Art. 4. — Ministerul Agriculturii, Pădurilor, Apelor și Mediului, Ministerul Sănătății și Autoritatea Națională pentru Protecția Consumatorilor vor duce la îndeplinire prevederile prezentului ordin.

Art. 5. — Prezentul ordin se publică în Monitorul Oficial al României și intră în vigoare la data de 1 ianuarie 2004.

Ministrul sănătății,
Mircea Beuran

Președintele Autorității Naționale pentru Protecția Consumatorilor,
Rovana Plumb

ANEXA Nr. 1

M E T O D E

de prelevare a probelor în vederea efectuării analizelor chimice pentru controlul laptelui conservat

I. PREVEDERI GENERALE

1. Instrucțiuni administrative

1.1. Personalul

Prelevarea de probe se va efectua de o persoană calificată autorizată, conform celor specificate în prezenta anexă.

1.2. Sigilarea și etichetarea probelor

Fiecare probă prelevată pentru uz oficial va fi sigilată la locul prelevării și va fi identificată conform prezentei anexe.

1.3. Probe duplicat

Pentru analiză trebuie prelevate simultan cel puțin două probe echivalente.

Probele trebuie trimise la laborator imediat după prelevare.

1.4. Raport

Probele vor fi însoțite de un raport care se elaborează în conformitate cu legislația în vigoare.

2. Echipamente de prelevare a probelor

Specificatii

— Toate echipamentele de prelevare vor fi confecționate din materiale corespunzătoare, cu rezistență adecvată, ce nu vor determina modificări ale probei care pot afecta rezultatele analizelor ulterioare și nici nu vor cauza modificări ale probei în timpul efectuării procesului de prelevare a probelor. Se recomandă utilizarea oțelului inoxidabil.

— Toate suprafețele trebuie să fie netede și fără fisuri, iar colțurile trebuie să fie rotunjite.

Echipamentul de prelevare a probelor va fi în conformitate cu cerințele stabilite pentru fiecare produs din care se vor preleva probe.

3. Recipiente folosite la prelevarea probelor

Specificatii

— Recipientele și capacele folosite la prelevarea probelor vor fi astfel construite și confecționate din materiale care protejează corespunzător proba și care nu vor determina modificări ale probei care ar putea afecta rezultatele analizelor sau examinărilor ulterioare. Materialele corespunzătoare includ sticla, unele metale și unele materiale din plastic.

— Recipientele vor fi de preferință opace. Dacă însă recipientul plin este transparent sau translucid, el va trebui păstrat în locuri întunecate.

— Recipientele și capacele vor fi curate și uscate. Forma și capacitatea recipientelor vor fi în conformitate cu cerințele stabilite pentru fiecare dintre produsele din care vor fi prelevate probe.

— Pot fi utilizate recipiente din plastic de unică folosință, recipiente confecționate din plastic, laminate, inclusiv folie de aluminiu sau pungi din plastic adecvate, prevăzute cu sisteme corespunzătoare de închidere.

— Recipientele, în afară de pungile din plastic, vor fi bine închise fie cu un dop adecvat, fie cu un capac filetat din metal sau din material plastic, fiind prevăzut, dacă este necesar, cu căptușeală din plastic etanșă. Toate dopurile sau benzile utilizate trebuie să fie insolubile, impermeabile la apă și la grăsimi și nu trebuie să afecteze mirosul, aroma, proprietățile sau compoziția probei.

— Dopurile vor fi confecționate sau acoperite cu materiale inodore neabsorbante.

4. Metoda de prelevare

Recipientul folosit la prelevare va fi închis imediat după efectuarea prelevării de probe.

5. Depozitarea probelor

Temperaturile de depozitare recomandate pentru probele prelevate din produsele menționate în prezenta anexă nu vor depăși 25°C. Timpul și temperatura de depozitare trebuie luate în considerare împreună și nu separat.

6. Transportul probelor

— Probele vor fi aduse cât mai repede posibil la laboratorul responsabil cu testarea (de preferat în 24 de ore de la prelevarea probelor).

— În timpul tranzitului trebuie luate măsurile de precauție necesare pentru a preveni expunerea la mirosuri contaminante, la lumina directă a soarelui și la temperaturi mai mari de 25°C.

II. METODA Nr. 1: PRELEVAREA DE PROBE PENTRU SORTIMENTELE DE LAPTE PARȚIAL DESHIDRATAT

1. Obiect și domeniu de aplicare:

a) lapte concentrat neîndulcit, cu conținut ridicat de grăsimi;

b) lapte concentrat neîndulcit;

c) lapte concentrat neîndulcit, parțial degresat;

d) lapte concentrat neîndulcit, degresat;

e) lapte concentrat îndulcit;

f) lapte concentrat îndulcit, degresat;

g) lapte concentrat îndulcit, parțial degresat.

2. Echipamente

2.1. **Generalități** — vezi pct. 2 din partea I — Prevederi generale

2.2. Ustensile și agitatoare

— Ustensilele sau agitatoarele utilizate la amestecarea lichidelor depozitate în vrac vor avea o suprafață suficientă pentru a produce o bună omogenizare a produsului, fără a dezvolta o aromă rancedă. Având în vedere forma și dimensiunile diferite ale recipientelor nu se recomandă aceeași formă de agitatoare pentru toate produsele, ci trebuie proiectate astfel încât să se evite zgărirea suprafeței interioare a recipientului în timpul agitării produsului.

— Materialele adecvate au fost descrise la pct. 2 din partea I — Prevederi generale.

— Forma de agitator recomandat pentru amestecarea lichidelor în găleți sau în vase metalice trebuie să aibă următoarele dimensiuni: (fig. 1 din anexa nr. 4): un disc cu diametrul de 150 mm, perforat cu 6 orificii, fiecare orificiu având diametrul de 12,5 mm, dispuse pe un cerc cu diametrul de 100 mm, iar în centrul discului este fixată o tijă metalică având la cealaltă extremitate un mâner cu buclă. Lungimea tijei, inclusiv mânerul, este de aproximativ 1 m.

— Ustensilele corespunzătoare pentru utilizarea în tancuri mici vor avea următoarele dimensiuni aproximative (fig. 2 din anexa nr. 4): o tijă cu lungimea de cel puțin 2 m, având la o extremitate un disc cu diametrul de 300 mm, perforat cu 12 orificii, fiecare orificiu având un diametru de 30 mm, dispuse pe un cerc cu diametrul de 230 mm.

— Pentru amestecarea lichidelor din recipiente mari se recomandă agitarea mecanică sau agitarea cu aer comprimat curat. Se va utiliza un volum minim de aer, la o presiune minimă, pentru a preveni contaminarea.

Notă: De câte ori este solicitat „aer comprimat curat” este necesar să se utilizeze aerul comprimat din care s-au eliminat toți contaminanții (inclusiv uleiurile, apa și praful).

2.3. Agitator

Cu lamă lată, cu o lungime destul de mare pentru a se ajunge la baza recipientului cu produs, fiind de preferat ca una dintre margini să aibă forma recipientului (fig. 3 din anexa nr. 4).

2.4. Cupe

— Fig. 4 din anexa nr. 4 prezintă o cupă de dimensiuni și formă corespunzătoare pentru prelevarea probei. Cupa este dotată cu un mâner solid cu o lungime de cel puțin 150 mm.

Capacitatea cupei nu trebuie să fie mai mică de 50 ml. Un avantaj în plus îl reprezintă mânerul îndoit. Forma conică permite stivuirea cupelor.

— Alternativ, se pot utiliza cupe de o capacitate similară, care trebuie să aibă părțile laterale gradate în 5 secțiuni egale pentru a asista prelevarea de probe a produselor păstrate proporțional în mai multe recipiente.

2.5. Bagheta

Rotundă, cu lungimea de aproximativ 1 m și diametrul de 35 mm.

2.6. Recipient

Pentru o capacitate de prelevare de 5 l, cu gura largă.

2.7. Lingura sau spatula

Cu lame late.

2.8. Recipiente cu probe

Conform pct. 3 din partea I — Prevederi generale

3. Procedura

3.1. Prelevarea de probe din sortimentele de lapte parțial deshidratat, neîndulcit

Se prelevează o probă în cantitate minimă de 200 g.

3.1.1. Se omogenizează bine produsul, prin amestecare sau prin agitare cu ustensilele menționate ori prin agitare mecanică sau prin transvazarea dintr-un recipient într-altul ori prin utilizarea aerului comprimat (vezi nota de la pct. 2.2), până în momentul în care produsul va fi suficient de omogen.

Proba se ia imediat după ce s-a omogenizat cu ajutorul unei sonde. Dacă atingerea unei omogenități suficiente se dovedește dificilă, probele trebuie prelevate din părți diferite ale recipientului care conține produsul respectiv, până la cantitatea totală minimă de 200 g (dacă proba este un amestec de subprobe, acest lucru trebuie menționat pe eticheta probei și în raportul însoțitor).

3.1.2. Prelevarea de probe din produsele ambalate în recipiente mici destinate comercializării cu amănuntul:

Recipientul intact și închis poate constitui o probă. Se pot lua unul sau mai multe recipiente având același număr de lot sau cod, astfel încât să poată constitui o probă de cel puțin 200 g.

3.2. Prelevarea de probe din laptele parțial deshidratat, îndulcit

3.2.1. Generalități

Prelevarea de probe din recipientele pentru vânzarea en gros a laptelui parțial deshidratat, îndulcit, poate fi foarte dificilă, mai ales dacă produsul nu este omogen și este foarte vâcos.

Probleme de prelevare pot apărea și datorită prezenței cristalelor mari de zaharoză sau lactoză ori din cauza precipitării unor săruri variate care se pot forma în interiorul produsului sau pot adera de pereți; probleme mai pot apărea și datorită prezenței bucăților mari de produs. Aceste condiții devin evidente în momentul în care se introduce în recipientul cu produsul o sondă de prelevare, ce se scoate după ce a fost explorată o suprafață cât mai mare. Dacă dimensiunea cristalelor nu depășește 6 mm, nu vor fi probleme de prelevare din această cauză. Dacă produsul nu este omogen, acest lucru trebuie notat pe eticheta probei de pe raportul însoțitor. Deoarece laptele concentrat îndulcit este depozitat frecvent la temperatura atmosferică, se recomandă ca, pentru a se obține o probă reprezentativă, să se aducă conținutul la o temperatură de minimum 20°C.

3.2.2. Procedura

Se prelevează o probă în cantitate de minimum 200 g.

— Recipiente deschise

Unul dintre capetele recipientului va fi scos după ce a fost curățat și uscat în prealabil pentru a preveni pătrunderea materiilor străine în recipient în timpul deschiderii. Conținutul va fi amestecat cu ajutorul unui agitator (fig. 3 din anexa nr. 4). Se va trece lama peste marginile și fundul recipientului pentru a se scoate orice urmă de produs. Conținutul va fi bine amestecat printr-o combinație de mișcări rotative și verticale, cu agitatorul înclinat diagonal, cu grijă pentru ca aerul să nu se încorporeze în probă. Se va scoate agitatorul, iar laptele concentrat aderent va fi transferat într-un recipient de 5 l (pct. 2.6), cu ajutorul unei spatule sau a unei linguri. Amestecarea și scoaterea vor fi repetate până se vor aduna 2—3 l de lapte concentrat. Acesta se amestecă până când devine omogen și până când se va preleva o probă de cel puțin 200 g.

— Butoaie închise, cu dopuri la vârf sau laterale

Din motivele descrise la pct. 3.2.1 prelevarea de probe prin orificiul lăsat de dop se poate efectua doar dacă laptele concentrat este foarte fluid și dacă are o consistență uniformă. Conținutul va fi amestecat prin introducerea unei baghete prin orificiu, iar după ce a fost explorat și agitat în cât mai multe direcții bagheta se va scoate și se va pregăti o probă conform celor descrise la pct. 3.2.1. Alternativ, se poate transvaza conținutul într-un recipient corespunzător, astfel încât să se recupereze cât mai mult din butoi. După agitarea cu un agitator proba se va colecta conform celor descrise la pct. 3.2.1.

3.2.3. Prelevarea de probe din produsele ambalate în recipiente mici destinate comercializării cu amănuntul.

Recipientul intact și închis poate constitui o probă. Se pot lua unul sau mai multe recipiente din același lot sau cu același număr de cod, astfel încât să poată constitui o probă de cel puțin 200 g.

3.3. Conservarea, depozitarea și transportul probelor

Se face în conformitate cu pct. 5 și 6 din partea I — Prevederi generale.

III. METODA Nr. 2: PRELEVAREA DE PROBE DIN SORTIMENTELE DE LAPTE PRAF

1. Obiect și domeniu de aplicare

Metoda se referă la prelevarea de probe pentru analiza chimică a:

- laptelui deshidratat integral sau a laptelui praf integral;
- laptelui deshidratat degresat sau a laptelui praf degresat;
- laptelui deshidratat parțial degresat sau laptelui praf parțial degresat;
- laptelui deshidratat cu conținut ridicat de grăsimi sau laptelui praf cu conținut ridicat de grăsimi.

2. Echipamente

Conform pct. 2 din partea I — Prevederi generale

2.1. Sonde cu dimensiunea destul de mare pentru a atinge baza recipientului care conține produsul

Sondele care sunt în conformitate cu descrierea cuprinsă în partea a IV-a sunt cele potrivite acestei utilizări.

2.2. Polonic, lingură sau spatulă cu lamă lată**2.3. Recipiente cu probe**

Conforme pct. 3 din partea I — Prevederi generale

3. Procedura**3.1. Generalități**

Produsul nu trebuie să absoarbă umiditatea atmosferică în timpul în care este depozitat în recipient sau în perioada anterioară prelevării de probe pentru analiză. După prelevarea de probe recipientul va fi bine închis.

3.2. Prelevarea de probe

Se va preleva o probă de cel puțin 200 g. Sonda curată și uscată se introduce în produs, dacă este nevoie cu recipientul înclinat sau așezat pe o parte. Sonda se introduce cu deschiderea în jos și se utilizează o rată de penetrare uniformă. În momentul în care sonda atinge baza recipientului, ea va fi rotită la 180°, scoasă din recipient, iar conținutul va fi turnat în recipientul de probă. Pentru formarea unei probe de cel puțin 200 g sunt necesare una sau mai multe sonde. Imediat după ce s-a terminat prelevarea de probe recipientul de probe se închide.

3.2.1. Prelevarea de probe din produsele ambalate în recipiente mici destinate vânzării cu amănuntul

Recipientul intact și închis poate constitui o probă. Se pot lua unul sau mai multe recipiente din același lot sau cu același număr de cod, astfel încât să poată constitui o probă în cantitate minimă de 200 g.

Notă: În cazul produselor descrise cu denumirea „instant”, proba trebuie să fie constituită dintr-un pachet întreg nedeschis.

3.3. Conservarea, depozitarea și transportul probei

Se face în conformitate cu pct. 5 și 6 din partea I — Prevederi generale.

IV. SONDE PENTRU PRELEVAREA DE PROBE DIN LAPTELE PRAF CONSERVAT, ÎN VRAC**1. Tipuri de sonde**

Tipul A: lungă

Tipul B: scurtă

(fig. 5 din anexa nr. 4)

2. Materiale

Lama și tija vor fi confecționate din metal lustruit, de preferat din oțel inoxidabil.

Sonda de tip lung va fi de preferință confecționată din oțel inoxidabil.

Sonda de tip scurt va fi prevăzută cu un mâner detașabil din lemn sau din plastic, dotat cu o tijă prinsă de lamă.

3. Construcția

3.1. Forma, materialul și finisarea sondei trebuie să permită curățarea ușoară.

3.2. Muchiile lamei de tip A trebuie să fie ascuțite, pentru a permite prelevarea probei prin răzuire.

3.3. Vârful lamei va fi suficient de ascuțit pentru a facilita prelevarea de probe.

4. Dimensiunile principale

Sondele vor fi conforme cu dimensiunile date în tabelul de mai jos (cu o toleranță de 10%):

| | Tipul A lung | Tipul B scurt |
|---|--------------|---------------|
| Lungimea lamei | 800 | 400 |
| Grosimea lamei | de la 1 la 2 | de la 1 la 2 |
| Diametrul interior al lamei la vârf | 18 | 32 |
| Diametrul interior al lamei la mâner sau tijă | 22 | 28 |
| Lățimea șanțului la vârf | 4 | 20 |
| Lățimea șanțului la mâner sau tijă | 14 | 14 |

5. Notă privind utilizarea sondelor

5.1. Sondele pot fi introduse vertical, dacă există mai puține particule care plutesc liber.

Sondele de tip A vor fi complet umplute prin întoarcere și astfel pot fi retrase vertical.

Sondele de tip B sunt deja umplute complet în timpul inserării, dar trebuie scoase în poziție oblică pentru a se evita pierderile de la partea inferioară.

5.2. În cazul în care sunt prezente particule care plutesc liber, se înclină recipientul, iar sondele sunt inserate aproape orizontal, cu șanțurile în jos, la scoatere fiind orientate cu șanțul în sus.

ANEXA Nr. 2

METODE DE ANALIZĂ**recomandate pentru anumite sortimente de lapte conservat parțial sau total deshidratat****I. Prevederi generale****II. Determinarea substanței uscate în:**

a) lapte concentrat neîndulcit, cu conținut ridicat de grăsime, conform metodei nr. 1 descrise în anexa nr. 3;

b) lapte concentrat neîndulcit, conform metodei nr. 1 descrise în anexa nr. 3;

c) lapte concentrat neîndulcit, parțial degresat, conform metodei nr. 1 descrise în anexa nr. 3;

d) lapte concentrat neîndulcit, degresat, conform metodei nr. 1 descrise în anexa nr. 3;

e) lapte concentrat îndulcit, conform metodei nr. 1 descrise în anexa nr. 3;

f) lapte concentrat îndulcit, parțial degresat, conform metodei nr. 1 descrise în anexa nr. 3;

g) lapte concentrat îndulcit, degresat, conform metodei nr. 1 descrise în anexa nr. 3.

III. Determinarea umidității în:

a) lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime, conform metodei nr. 2 descrise în anexa nr. 3;

b) lapte deshidratat integral sau lapte praf integral, conform metodei nr. 2 descrise în anexa nr. 3;

c) lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat, conform metodei nr. 2 descrise în anexa nr. 3;

d) lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat, conform metodei nr. 2 descrise în anexa nr. 3.

IV. Determinarea grăsimii în:

a) lapte concentrat neîndulcit, cu conținut ridicat de grăsime, conform metodei nr. 3 descrise în anexa nr. 3;

b) lapte concentrat neîndulcit, conform metodei nr. 3 descrise în anexa nr. 3;

c) lapte concentrat neîndulcit, parțial degresat, conform metodei nr. 3 descrise în anexa nr. 3;

d) lapte concentrat neîndulcit, degresat, conform metodei nr. 3 descrise în anexa nr. 3;

e) lapte concentrat îndulcit, conform metodei nr. 3 descrise în anexa nr. 3;

f) lapte concentrat îndulcit, parțial degresat, conform metodei nr. 3 descrise în anexa nr. 3;

g) lapte concentrat îndulcit, degresat, conform metodei nr. 3 descrise în anexa nr. 3;

h) lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime, conform metodei nr. 4 descrise în anexa nr. 3;

i) lapte deshidratat integral sau lapte praf integral, conform metodei nr. 4 descrise în anexa nr. 3;

j) lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat, conform metodei nr. 4 descrise în anexa nr. 3;

k) lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat, conform metodei nr. 4 descrise în anexa nr. 3.

V. Determinarea zaharozei din:

a) lapte concentrat îndulcit, conform metodei nr. 5 descrise în anexa nr. 3;

b) laptele concentrat îndulcit, parțial degresat, conform metodei nr. 5 descrise în anexa nr. 3;

c) laptele concentrat îndulcit, degresat, conform metodei nr. 5 descrise în anexa nr. 3.

VI. Determinarea acidului lactic și lactaților din:

a) lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime, conform metodei nr. 6 descrise în anexa nr. 3;

b) lapte deshidratat integral sau lapte praf integral, conform metodei nr. 6 descrise în anexa nr. 3;

c) lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat, conform metodei nr. 6 descrise în anexa nr. 3;

d) lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat, conform metodei nr. 6 descrise în anexa nr. 3.

VII. Determinarea activității fosfatazei în:

a) lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime, conform metodelor nr. 7 sau 8 descrise în anexa nr. 3;

b) lapte deshidratat integral sau lapte praf integral, conform metodelor nr. 7 sau 8 descrise în anexa nr. 3;

c) lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat, conform metodelor nr. 7 sau 8 descrise în anexa nr. 3.

d) lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat, conform metodelor nr. 7 sau 8 descrise în anexa nr. 3.

ANEXA Nr. 3

DESCRIEREA METODELOR DE ANALIZĂ

pentru anumite sortimente de lapte conservat, parțial sau total deshidratat, destinate consumului uman

PREVEDERI GENERALE

1. Prepararea probei pentru analiza chimică

1.1. Lapte concentrat neîndulcit cu conținut ridicat de grăsime

Lapte concentrat neîndulcit

Lapte concentrat neîndulcit, parțial degresat

Lapte concentrat neîndulcit, degresat

Recipientul închis se agită și se răstoarnă. Se deschide recipientul și se transvazează încet laptele în al doilea recipient care poate fi închis ermetic, omogenizând prin transfer repetat. Se asigură omogenizarea grăsimii rămase și a lactelului, care au aderat la pereții și la capacul recipientului. Se închide recipientul. În cazul în care conținutul nu este omogen, se încălzește recipientul într-o baie de apă la temperatura de 40°C. Se agită puternic la fiecare 15 minute. După două ore recipientul se scoate din baia de apă și se lasă la răcit la temperatura camerei. Se scoate capacul și se amestecă bine conținutul recipientului cu o lingură sau cu o spatulă (dacă s-a separat grăsimea, proba nu trebuie verificată). Se păstrează la loc rece.

1.2. Lapte concentrat îndulcit

Laptele concentrat îndulcit, parțial degresat

Laptele concentrat îndulcit, degresat

Cutii de conserve: Cutia de conserve închisă se încălzește într-o baie de apă la temperatura de 30–40°C timp de aproximativ 30 de minute. Se deschide cutia și se amestecă bine conținutul cu o lingură sau cu o spatulă, cu mișcări ascendente, descendente și circulare, până se obține un amestec omogen al straturilor superioare și inferioare cu tot conținutul. Se asigură încorporarea în probă a lactelului rămas pe pereții și pe baza cutiei. În măsura posibilităților se varsă conținutul într-un al doilea recipient prevăzut cu un capac ermetic. Se închide recipientul și se păstrează la loc rece.

Tuburi: Se taie capătul și se varsă conținutul într-un recipient prevăzut cu capac ermetic. Apoi tubul se taie longitudinal. Se răzuiește conținutul care s-a lipit pe interior și se amestecă cu grijă cu restul conținutului. Recipientul se păstrează la loc rece.

1.3. Lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime

Lapte deshidratat integral sau lapte praf integral

Lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat

Lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat

Laptele praf se transferă într-un recipient curat și uscat (cu capac ermetic), cu o capacitate de două ori mai mare decât volumul lactelului praf. Se închide imediat recipientul și se amestecă bine laptele praf prin agitarea continuă și răsturnarea recipientului. În timpul pregătirii probei trebuie evitată, pe cât posibil, expunerea lactelului praf la condițiile atmosferice pentru a se minimiza absorbția de umiditate.

2. Reactivi

2.1. Apa

2.1.1. În cazurile în care se menționează apa pentru dizolvare, diluare sau spălare, se va utiliza apa distilată sau demineralizată ori un tip de apă cu puritate cel puțin echivalentă.

2.1.2. În cazul în care se face referire la „dizolvare“, „soluție“ sau „diluare“ fără alte indicații, se face în fapt referire la „soluția în apă“ și „diluarea în apă“.

2.2. Reactivi chimici

Toți reactivii chimici utilizați trebuie să aibă calitatea analitică recunoscută reactivilor, cu excepția stipulărilor contrare.

3. Echipamente

a) Listele de echipamente

Listele de echipamente conțin doar acele aparate cu utilizări specializate și aparatele cu specificații proprii.

b) Balanța analitică

Balanța analitică reprezintă balanța care poate cântări cu o precizie de cel puțin 0,1 mg.

4. Exprimarea rezultatelor

c) Calcularea procentelor

Cu excepția stipulărilor contrare, rezultatele vor fi calculate ca procent raportat la masa probei sub forma primită în laborator.

d) Numărul cifrelor semnificative

Rezultatul nu va conține mai multe cifre semnificative decât cele care sunt justificate de precizia metodei de analiză utilizate.

5. Raportul testului

— Raportul testului va identifica metoda de analiză utilizată și rezultatele obținute. În plus, acesta va menționa toate detaliile procedurii nespecificate în metoda de analiză sau cele opționale, precum și orice circumstanțe care ar fi putut influența rezultatele obținute.

— Raportul testului va furniza toate informațiile necesare pentru identificarea completă a probei.

**METODA Nr. 1: DETERMINAREA CONȚINUTULUI
DE SUBSTANȚĂ USCATĂ**
(etuvă la temperatura de 99°C)

1. Obiect și domeniu de aplicare

Această metodă determină conținutul de substanță uscată din:

- laptele concentrat neîndulcit, cu conținut ridicat de grăsimi;
- laptele concentrat neîndulcit;
- laptele concentrat neîndulcit, parțial degresat;
- laptele concentrat neîndulcit, degresat;
- laptele concentrat îndulcit;
- laptele concentrat îndulcit, parțial degresat;
- laptele concentrat îndulcit, degresat.

2. Definiție

Conținutul de substanță uscată a tipurilor de lapte concentrat — conținutul de substanță uscată determinat prin metoda specificată.

3. Principiu

O cantitate determinată de probă se diluează în apă, se amestecă cu nisip și se usucă la o temperatură de 99°C±1°C. Masa după uscare reprezintă masa de substanță uscată și se calculează ca procent raportat la masa probei.

4. Reactivi

Nisip de cuarț sau nisip de mare, tratat cu acid clorhidric (dimensiunea grăunțelor: 0,18—0,5 mm, care sunt trecute printr-o sită de 500 microni și reținute cu o sită de 180 microni).

Nisipul trebuie să respecte următorul test de control: se încălzesc aproximativ 25 g de nisip timp de două ore în etuvă (pct. 5.3), conform celor descrise la pct. 6.1.—6.3. Se adaugă 5 ml de apă, se încălzește iar în etuvă timp de două ore, se răcește și se recântărește. Diferența dintre cele două mase nu trebuie să depășească 0,5 mg.

Dacă este nevoie, se tratează nisipul cu o soluție de acid clorhidric 25% timp de 3 zile, amestecându-se din când în când. Se spală cu apă până dispăre reacția acidă sau până când apa de spălare nu mai conține clor. Se usucă la temperatura de 160°C și se testează din nou, conform celor descrise mai sus.

5. Aparatura

5.1. Balanță analitică

5.2. Capsule metalice, preferabil din nichel, aluminiu sau oțel inoxidabil. Capsulele trebuie să fie prevăzute cu capace care se închid foarte bine, dar care se scot ușor. Dimensiunile adecvate sunt: diametrul 60—80 mm și adâncimea aproximativ 25 mm.

5.3. Etuvă la presiune atmosferică, bine aerisită, prevăzută cu dispozitiv de termoreglare, cu o temperatură fixată la 99°C±1°C. Temperatura în etuvă trebuie să fie uniformă.

5.4. Exicator, prevăzut cu silicagel proaspăt uscat, tratat cu un indicator higrometric sau cu un agent deshidratant echivalent.

5.5. Baghete din sticlă, aplatizate la un capăt, astfel încât să poată fi introduse în interiorul capsulelor metalice (pct. 5.2.).

5.6. Baie de apă fierbinte.

6. Procedura

6.1. În capsulă se introduc 25 g de nisip (pct. 4) și o baghetă scurtă din sticlă (pct. 5.5).

6.2. Fără a acoperi capsula și conținutul său cu capacul, capsula, conținutul și capacul se introduc în etuvă (pct. 5.3) și se încălzesc timp de două ore.

6.3. Se pune capacul și se transferă capsula în exicator (pct. 5.4.). Se răcește la temperatura camerei și se cântărește cu o precizie de 0,1 mg (M0).

6.4. Se pune nisipul într-o parte a capsulei. În spațiul rămas liber se introduc aproximativ 1,5 g probă de lapte concentrat îndulcit sau 3,0 g lapte concentrat neîndulcit. Se pune capacul și se cântărește cu o precizie de 0,1 mg (M1).

6.5. Se ia capacul, se adaugă 5 ml de apă și, cu ajutorul unei tije din sticlă, se amestecă lichidele și apoi nisi-

pul cu porțiunea ocupată de lichide. Bagheta se lasă în amestec.

6.6. Se pune capsula într-o baie de apă la temperatura de fierbere (pct. 5.6) până la evaporarea apei, care durează de obicei 20 de minute. Din când în când se agită amestecul cu bagheta, pentru ca masa să fie astfel aerisită și să nu se compacteze în momentul uscării. Bagheta se lasă în interiorul capsulei.

6.7. Se introduce capsula împreună cu capacul în etuvă (pct. 5.3) și se lasă o oră și jumătate.

6.8. Se pune capacul, se transferă capsula în exicator (pct. 5.4) și se lasă la răcit la temperatura camerei, apoi se cântărește cu o precizie de 0,1 mg.

6.9. Se introduce din nou în etuvă capsula cu capac, se ia capacul de pe capsulă și se încălzește împreună cu capacul timp de încă o oră.

6.10. Se repetă procesul descris la pct. 6.8.

6.11. Se repetă procesele descrise la pct. 6.9 și 6.10 până în momentul în care diferența dintre cele două mase cântărite succesiv este mai mică de 0,5 mg sau până când masa crește. Dacă apare o creștere a masei, se va utiliza cea mai mică masă obținută prin calcul (pct. 7.1) Ultima greutate înregistrată trebuie să fie M2 g.

7. Exprimarea rezultatelor

7.1. Metoda de calcul

Conținutul de substanță uscată, calculat ca procent raportat la masa probei, este dat de formula:

$$\frac{M2 - M0}{M1 - M0} \times 100,$$

în care:

M0 — masa exprimată în grame a capsulei, capacului și nisipului după procesul descris la pct. 6.3;

M1 — masa exprimată în grame a capsulei, capacului, nisipului și probei după procesul descris la pct. 6.4;

M2 — masa exprimată în grame a capsulei, capacului, nisipului și probei uscate după procesul descris la pct. 6.11.

7.2. Repetabilitate

Diferența dintre rezultatele celor două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă pe aceeași probă, de același analist, în aceleași condiții, nu va depăși 0,2 g de substanță uscată/100 g de produs.

8. Calculul substanței uscate totale și al substanței uscate negrase a laptelui

8.1. Conținutul de substanță uscată totală lactată din lapte concentrat îndulcit este dat de relația:

Substanța uscată totală (obținută prin metoda nr. 1) — zaharoza (obținută prin metoda nr. 5).

8.2. Conținutul de substanță uscată negrasă a laptelui concentrat îndulcit este dat de formula:

Substanța uscată totală (obținută prin metoda nr. 1) — (conținutul de zaharoză obținut prin metoda nr. 5 și conținutul de grăsime obținut prin metoda nr. 3).

8.3. Conținutul de substanță uscată negrasă a sortimentelor de lapte concentrat neîndulcit este dat de formula:

Substanța uscată totală (obținută prin metoda nr. 1) — conținutul de grăsime (obținut prin metoda nr. 3).

METODA Nr. 2: DETERMINAREA UMIDITĂȚII

(etuvă la temperatura de 102°C)

1. Obiect și domeniu de aplicare

Această metodă determină pierderea masei la uscarea:

- laptelui deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau a laptelui praf cu conținut ridicat de grăsime;
- laptelui deshidratat integral sau a laptelui praf integral;
- laptelui deshidratat parțial degresat sau a laptelui praf parțial degresat;
- laptelui deshidratat degresat sau a laptelui praf degresat.

2. Definiție

Conținutul de umiditate: pierderea masei prin uscare, determinată prin metoda specificată.

3. Principiu

Masa reziduală a unei probe prelevate pentru testare este determinată după uscarea la presiunea atmosferică, într-o etuvă la temperatura de $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, până la obținerea unei mase constante. Pierderea de masă va fi calculată ca procent raportat la masa probei.

4. Aparatura

4.1. Balanța analitică

4.2. **Capsule**, preferabil din nichel, aluminiu, oțel inoxidabil sau sticlă. Capsulele trebuie să fie prevăzute cu capace care se închid foarte bine, dar care se scot ușor. Dimensiunile adecvate sunt: diametrul 60–80 mm și adâncimea aproximativ 25 mm.

4.3. **Etuvă** la presiune atmosferică, bine aerisită, prevăzută cu dispozitiv de termoreglare, cu o temperatură fixată la temperatura de $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Temperatura în etuvă trebuie să fie uniformă.

4.4. **Excicator** care conține silicagel proaspăt uscat, tratat cu un indicator higrometric sau cu un agent deshidratant echivalent.

5. Procedura

5.1. Se ia capacul de pe capsulă (pct. 4.2), se așază împreună cu acesta în etuvă (pct. 4.3) și se încălzește timp de aproximativ o oră.

5.2. Se acoperă capsula cu capacul și se transferă în excicator (pct. 4.4). Se lasă la răcit la temperatura camerei și se cântărește cu o precizie de 0,1 mg (MO).

5.3. În capsulă se introduce aproximativ 2g probă de lapte deshidratat, se acoperă capsula cu capacul, iar capsula astfel acoperită se cântărește imediat, cu o precizie de 0,1 mg (M1).

5.4. Se ia capacul de pe capsulă și se introduce capsula descoperită împreună cu capacul în etuvă unde se lasă două ore.

5.5. Se pune capacul, se transferă în excicator capsula acoperită, se lasă la răcit la temperatura camerei și se cântărește imediat cu o precizie de 0,1 mg.

5.6. Se ia capacul de pe capsulă și se încălzește capsula descoperită în etuvă împreună cu capacul timp de o oră.

5.7. Se repetă procedura descrisă la pct. 5.5.

5.8. Se repetă procedurile descrise la pct. 5.5 și 5.6 până în momentul în care micșorarea masei dintre cântăririle succesive nu depășește valoarea de 0,5 mg sau până în momentul în care se mărește masa. În cazul în care apare o creștere a masei, se va utiliza cea mai mică masă obținută prin calcul (pct. 6.1). Ultima greutate înregistrată trebuie să fie M2g.

6. Exprimarea rezultatelor

6.1. Metoda de calcul

Pierderea masei prin uscarea probei, exprimată ca procent raportat la masă, se calculează cu formula:

$$\frac{M1 - M2}{M1 - M0} \times 100,$$

în care:

M0 — masa exprimată în grame a capsulei și capacului după procedura descrisă la pct. 5.2;

M1 — masa exprimată în grame a capsulei, capacului și probei după procedura descrisă la pct. 5.3;

M2 — masa exprimată în grame a capsulei, capacului și probei finale după procedura descrisă la pct. 5.5.

6.2. Repetabilitatea

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu va depăși 0,1 g umiditate/100 g de produs.

METODA Nr. 3: DETERMINAREA CONȚINUTULUI DE GRĂSIME DIN SORTIMENTELE DE LAPTE CONCENTRAT (METODA RÖSE — GOTTLIEB)

1. Obiect și domeniu de aplicare

Metoda determină conținutul de grăsime din:

- lapte concentrat neîndulcit, cu conținut ridicat de grăsime;
- lapte concentrat neîndulcit;
- lapte concentrat neîndulcit, parțial degresat;
- lapte concentrat neîndulcit, degresat;
- lapte concentrat îndulcit;
- lapte concentrat îndulcit, parțial degresat;
- lapte concentrat îndulcit degresat.

2. Definiție

Conținutul de grăsime al sortimentelor de lapte concentrat — conținutul de grăsime determinat prin metoda specificată.

3. Principiu

Conținutul de grăsime se determină prin extragerea grăsimii cu eter etilic și eter de petrol dintr-o soluție alcoolică amoniacală a probei, urmată de evaporarea solventilor, cântărirea reziduului, calcularea ca procent din masa probei, conform principiului Röse — Gottlieb.

4. Reactivi

Toți reactivii trebuie să respecte cerințele specificate pentru proba martor (pct. 6.1.). Dacă este necesar, reactivii pot fi redistați în prezența unui gram de grăsime de unt pentru 100 ml de solvent.

4.1. Soluția amoniacală, aproximativ 25% (m/m) NH_3 (densitatea la temperatura de 20°C este de aproximativ 0,91 g/ml) sau o soluție amoniacală de concentrație cunoscută.

4.2. Alcool etilic, $96 \pm 2\%$ (v/v), sau, dacă nu este disponibil alcool etilic denaturat cu metanol, etil-metil-cetonă sau eter de petrol.

4.3. Eter etilic, fără peroxizi.

Nota 1: Pentru testarea peroxizilor se adaugă până la 10 ml de eter într-un cilindru mic de sticlă cu dop, clătit înainte cu eter, 1 ml soluție proaspăt pregătită de iodură de potașiu 10%. Se agită și se lasă în repaus timp de un minut. În nici unul dintre straturi nu trebuie să apară culoarea galbenă.

Nota 2: Eterul etilic poate fi menținut fără peroxizi, prin adăugarea unei folii ude de zinc care a fost complet introdusă în soluție diluată de sulfat de cupru acidificată timp de un minut și ulterior a fost spălată cu apă. Se utilizează aproximativ 8.000 mm^2 folie de zinc pe litru; se taie în benzi suficient de lungi pentru a ajunge cel puțin la jumătatea recipientului.

4.4. Eter de petrol, cu intervalul de distilare între 30°C și 60°C .

4.5. Amestec solvent, preparat cu puțin timp înainte de utilizare prin amestecarea unor volume egale de eter etilic (pct. 4.3) și de eter de petrol (pct. 4.4) (în cazul în care se indică utilizarea amestecului solvent, el poate fi înlocuit cu eter etilic sau cu eter de petrol, singure).

5. Aparatura

5.1. Balanță analitică

5.2. Tuburi sau baloane adecvate de extracție, prevăzute cu dopuri șlefuite sau cu alte dispozitive de închidere care nu sunt afectate de solventii utilizați.

5.3. Baloane cu pereți subțiri și cu fund plat, cu capacitatea între 150–250 ml.

5.4. Etuvă la presiune atmosferică, bine aerisită și prevăzută cu dispozitiv de termoreglare (reglat pentru operarea la temperatura de $102^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$).

5.5. Granule care împiedică clocotirea, degresate, neporoase, nefriabile, de exemplu granulele de sticlă sau bucățile de carbură de siliciu (utilizarea acestui material este opțională; vezi pct. 6.2.1).

5.6. Sifon pentru tuburile de extracție.

5.7. Centrifugă (opțional).

6. Procedură

6.1. Proba oarbă

În același timp cu determinarea conținutului de grăsime din probă se efectuează o probă oarbă, pe 10 ml de apă, utilizându-se același tip de aparatură de extracție, aceiași reactivi, în aceleași cantități și cu ajutorul aceleiași proceduri, conform celor descrise mai jos, cu excepția pct. 6.2.2. În cazul în care rezultatul probei oarbe depășește 0,5 mg, trebuie verificați reactivii, iar reactivii impuri trebuie purificați sau înlocuiți.

6.2. Determinarea

6.2.1. Se usucă un balon (pct. 5.3), dacă este necesar împreună cu niște granule care împiedică clocotirea (pct. 5.5), pentru a se efectua o fierbere ușoară în timpul eliminării ulterioare a solvenților în etuvă (pct. 5.4) timp de jumătate de oră — o oră. Se lasă balonul să se răcească la temperatura camerei în care se efectuează cântărirea și apoi se cântărește corespunzător balonul răcit, cu o precizie de 0,1 mg.

6.2.2. Se agită proba preparată și se cântăresc imediat, cu o precizie de 1 mg, 2—2,5 g de probă, dacă este îndulcită, sau 4—5 g de probă dacă este neîndulcită, direct în aparatul de extracție (pct. 5.2). Se adaugă apă până la 10,5 ml și se agită ușor, încălzindu-se puțin proba (la temperatura de 40°C—50°C) până când produsul este complet dispersat. Proba trebuie dispersată complet pentru că altfel determinarea trebuie repetată.

6.2.3. Se adaugă 1,5 ml de amoniac (25%) (pct. 4.1) sau un volum corespunzător dintr-o soluție mai puternică și se amestecă bine.

6.2.4. Se adaugă 10 ml alcool etilic (pct. 4.2) și se amestecă lichidele în aparatul menținut deschis.

6.2.5. Se adaugă 25 ml eter etilic (pct. 4.3). Se răcește sub jet de apă. Se închide aparatul, se agită puternic și se întoarce de mai multe ori timp de un minut.

6.2.6. Se scoate cu atenție dopul și se adaugă 25 ml eter de petrol, utilizându-se primii mililitri pentru clătirea dopului și a interiorului gâtului aparatului, lăsând soluția cu care s-a clătit să pătrundă în interiorul aparatului. Se închide cu dopul, se agită și se întoarce de mai multe ori timp de 30 de secunde. Nu se agită prea tare dacă nu se folosește centrifuga în cazul descris la pct. 6.2.7.

6.2.7. Se lasă aparatul în repaus până când se limpezește stratul superior de lichid și se separă distinct de stratul apos inferior. Alternativ se efectuează o separare prin utilizarea unei centrifuge adecvate (pct. 5.7).

Notă: În cazul în care se folosește o centrifugă ce nu este acționată de un motor în 3 faze, se pot produce scântei și de aceea trebuie să se evite cu foarte multă atenție explozia sau focul care poate fi declanșat de vapori de eter provenind, de exemplu, dintr-un tub spart.

6.2.8. Se scoate dopul, se clătește dopul și interiorul gâtului aparatului cu câțiva mililitri de solvent amestecat (pct. 4.5) și se lasă soluția cu care s-a clătit să curgă în interiorul aparatului. Se transferă cu foarte multă atenție un volum cât mai mare din stratul supranatant, prin decantare sau cu ajutorul unui sifon (pct. 5.6), în balonul pregătit (pct. 6.2.1).

Notă: Dacă transferul nu se efectuează cu ajutorul unui sifon, poate fi necesar să se adauge puțină apă pentru ridicarea interfeței dintre cele două straturi, astfel ajutându-se decantarea.

6.2.9. Se clătește interiorul și exteriorul gâtului aparatului sau vârful și stratul inferior al sifonului cu câțiva mililitri de solvent amestecat (pct. 4.5). Se lasă soluția cu care s-a clătit partea exterioară a aparatului să curgă în balon, iar pe cea cu care s-a clătit interiorul gâtului și sifonul în interiorul aparatului de extracție.

6.2.10. Se efectuează o a doua extracție prin repetarea procedurii descrise la pct. 6.2.5—6.2.9 inclusiv, dar folosind 15 ml eter etilic și 15 ml eter de petrol.

6.2.11. Se efectuează o a treia extracție prin repetarea procedurii menționate la pct. 6.2.10, dar se omite clătirea finală (pct. 6.2.9).

Notă: Nu este obligatoriu să se efectueze această a treia extracție la analizarea probelor de lapte concentrat neîndulcit, degresat, și de lapte concentrat îndulcit, degresat.

6.2.12. Se evaporă sau se distilează cu atenție o cantitate cât mai mare de solvent (inclusiv etanol). Dacă balonul este de capacitate mică, va fi nevoie ca după fiecare extracție să se scoată o anumită cantitate de solvent.

6.2.13. Dacă solventul nu emană un miros puternic, se așază balonul în etuvă și se încălzește o oră.

6.2.14. Se scoate balonul din etuvă, se lasă să se răcească la temperatura camerei în care se va efectua cântărirea și se va cântări cu o precizie de 0,1 mg.

6.2.15. Se repetă procedurile descrise la pct. 6.2.12 și 6.2.14 pentru perioade de încălzire de 30—60 de minute până când diferența dintre cele două mase cântărite succesiv este mai mică de 0,5 mg sau până în momentul în care crește masa. Dacă apare o creștere a masei, se va utiliza cea mai mică masă obținută prin calcul (pct. 7.1). Greutatea finală înregistrată va fi M1g.

6.2.16. Se adaugă 15—25 ml eter de petrol pentru a se confirma că substanța extrasă este total solubilă. Se încălzește ușor și se agită solventul până la dizolvarea totală a grăsimii.

6.2.16.1. Dacă substanța extrasă este total solubilă în eterul de petrol, masa grăsimii va reprezenta diferența dintre greutatea determinată la procedurile descrise la pct. 6.2.1 și 6.2.15.

6.2.16.2. Dacă se remarcă prezența unei anumite cantități de substanță insolubilă sau în caz că există dubii, grăsimea se va extrage complet din baloane, prin spălare repetată cu eter de petrol cald, lăsând materialul nedizolvat să se așeze după fiecare decantare. Se clătește de 3 ori exteriorul gâtului balonului. Se încălzește balonul, se introduce în etuvă și se lasă timp de o oră, se lasă apoi să se răcească la temperatura camerei în care se va efectua cântărirea (pct. 6.2.1) și se va cântări cu o precizie de 0,1 mg. Masa grăsimii va reprezenta diferența dintre masa obținută potrivit pct. 6.2.15 și această masă finală.

7. Exprimarea rezultatelor

7.1. Metoda de calcul

Masa exprimată în grame de extras de grăsime este:

$$(M1 - M2) - (B1 - B2),$$

iar conținutul de grăsime al probei, exprimat sub formă de procent, este:

$$\frac{(M1 - M2) - (B1 - B2)}{S} \times 100,$$

în care:

M1 — masa exprimată în grame a balonului M cu grăsime după etapa descrisă la pct. 6.2.15;

M2 — masa exprimată în grame a balonului M după procedura descrisă la pct. 6.2.1 sau, în caz de substanțe nedizolvate ori de neclarități, după etapa descrisă la pct. 6.2.16.2;

B1 — masa exprimată în grame a balonului B al probei martor după etapa descrisă la pct. 6.2.15;

B2 — masa exprimată în grame a balonului B după etapa descrisă la pct. 6.2.1 sau, în caz de substanțe nedizolvate ori de dubii, după etapa descrisă la pct. 6.2.16.2;

S — masa exprimată în grame a probei utilizate.

7.2. Repetabilitatea

Diferența dintre rezultatele a două determinări obținute simultan sau într-o succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu va depăși 0,05 g grăsime / 100 g de produs.

METODA Nr. 4: DETERMINAREA CONȚINUTULUI DE GRĂSIMI DIN SORTIMENTELE DE LAPTE DESHIDRATAT (METODA RÖSE — GOTTLIEB)

1. Obiect și domeniu de aplicare

Această metodă determină conținutul de grăsime din:

a) laptele deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau laptele praf cu conținut ridicat de grăsime;

b) laptele deshidratat integral sau laptele praf integral;

c) laptele deshidratat parțial degresat sau laptele praf parțial degresat;

d) laptele deshidratat degresat sau laptele praf degresat.

2. Definiție

Conținutul de grăsime din sortimentele de lapte deshidratat — conținutul de grăsime determinat prin metoda specificată.

3. Principii

Conținutul de grăsime se determină prin extragerea grăsimii cu eter etilic și eter de petrol dintr-o soluție alcoolică amoniacală a probei, urmată de evaporarea solvenților, cântărirea rezidului și calcularea ca procent din masa probei, conform principiului Röse—Gottlieb.

4. Reactivi

Toți reactivii trebuie să respecte cerințele specificate pentru proba oarbă (pct. 6.1). Dacă este necesar, reactivii pot fi redistați în prezența unui gram de grăsime de unt pe 100 ml de solvent.

4.1. Soluție amoniacală, aproximativ 25% (m/m) NH_3 (densitatea la temperatura de 20°C este de aproximativ 0,91 g/ml) sau o soluție mai puternică de concentrație cunoscută

4.2. Alcool etilic, 96 ± 2% (v/v), sau, dacă nu este disponibil, alcool etilic denaturat cu metanol, etil-metil-cetonă sau eter de petrol

4.3. Eter etilic, fără peroxizi

Nota 1: Pentru testarea peroxidilor se adaugă până la 10 ml de eter într-un cilindru mic de sticlă cu dop, clătit înainte cu eter, 1 ml soluție proaspăt pregătită de iodură de potasiu 10%. Se agită și se lasă în repaus timp de un minut. În nici unul dintre straturi nu trebuie să apară culoarea galbenă.

Nota 2: Eterul etilic poate fi menținut fără peroxizi, prin adăugarea unei folii umede de zinc care a fost complet introdusă în soluție diluată de sulfat de cupru acidificată, timp de un minut și ulterior a fost spălată cu apă. Se utilizează aproximativ 8.000 mm² folie de zinc/litru; se taie în benzi suficient de lungi pentru a ajunge cel puțin la jumătatea recipientului.

4.4. Eterul de petrol, cu domeniul de distilare între 30°C și 60°C

4.5. Amestecul solvent, preparat cu puțin timp înainte de utilizare, prin amestecarea unor volume egale de eter etilic (pct. 4.3) și de eter de petrol (pct. 4.4) (în cazul în care se indică utilizarea amestecului solvent, acesta se poate înlocui cu eter etilic sau cu eter de petrol, singure).

5. Aparatura

5.1. Balanță analitică

5.2. Eprubete sau baloane adecvate de extracție, prevăzute cu dopuri șlefuite sau alte dispozitive de închidere neafectate de solvenții utilizați

5.3. Baloane cu pereți subțiri și cu fund plat, cu capacitatea între 150—250 ml

5.4. Etuvă la presiune atmosferică, bine aerisită și prevăzută cu dispozitiv de termoreglare (reglat pentru operarea la temperatura de 102°C ± 1°C)

5.5. Granule împotriva clocotirii, degresate, neporoase, nefriabile la utilizare, de exemplu granule de sticlă sau bucăți de carbură de siliciu (utilizarea acestui material este opțională; pct. 6.2.1)

5.6. Baie de apă la temperatura de 60°C—70°C

5.7. Sifon pentru tuburile de extracție

5.8. Centrifugă (opțional).

6. Procedura

6.1. Probă oarbă

În același timp cu determinarea conținutului de grăsime din probă, se efectuează o determinare blanc pe 10 ml de apă, utilizându-se același tip de aparat de extracție, aceiași reactivi, în aceleași cantități și cu ajutorul aceleiași proceduri, conform celor descrise mai jos, cu excepția pct. 6.2.2. În cazul în care testul blanc depășește 0,5 mg, reactivii trebuie verificați, iar reactivii impuri trebuie purificați sau înlocuiți.

6.2. Determinarea

6.2.1. Se usucă în etuvă (pct. 5.4.) un balon (pct. 5.3) și, dacă este necesar, niște granule împotriva clocotirii (pct. 5.5), pentru a se susține o fierbere ușoară în

timpul eliminării ulterioare a solvenților timp de jumătate de oră—o oră. Se lasă balonul să se răcească la temperatura camerei în care se efectuează cântărirea și apoi se cântărește corespunzător balonul răcit, cu o precizie de 0,1 mg.

6.2.2. Se cântărește cu o precizie de 1 mg, direct în aparatul de extracție (pct. 5.2) sau prin diferență, aproximativ 1 g de lapte praf integral sau aproximativ 1,5 g lapte praf degresat ori parțial degresat. Se adaugă 10 ml de apă și se agită ușor, până când se amestecă complet tot laptele praf (pentru anumite probe s-ar putea să fie nevoie de căldură).

6.2.3. Se adaugă 1,5 ml de amoniac (25%) (pct. 4.1) sau un volum corespunzător dintr-o soluție mai puternică și se încălzește într-o baie de apă (pct. 5.6) timp de 15 minute la o temperatură de 60°C—70°C, agitându-se din când în când. Se răcește, de exemplu, sub jet de apă.

6.2.4. Se adaugă 10 ml etanol (pct. 4.2) și se amestecă lichidele în aparatul menținut deschis.

6.2.5. Se adaugă 25 ml eter etilic (pct. 4.3). Se răcește sub jet de apă. Se închide aparatul, se agită puternic și se întoarce de mai multe ori timp de un minut.

6.2.6. Se scoate cu atenție dopul și se adaugă 25 ml eter de petrol (pct. 4.4), utilizându-se primii mililitri pentru clătirea dopului și a interiorului gâtului aparatului, lăsând soluția cu care s-a clătit să pătrundă în aparat. Se închide cu dopul, se agită și se întoarce de mai multe ori timp de 30 de secunde. Nu se agită prea tare dacă nu se va folosi centrifugarea în cazul descris la pct. 6.2.7.

6.2.7. Se lasă aparatul în repaus până când se limește stratul superior de lichid și se separă distinct de stratul apos inferior. Alternativ se efectuează separarea prin utilizarea unei centrifugi adecvate (pct. 5.8).

Notă: În cazul în care se folosește o centrifugă ce nu este acționată de un motor în 3 faze, se pot produce scântei și de aceea trebuie să se evite cu foarte multă atenție explozia sau focul care pot fi declanșate de vaporii de eter provenind, de exemplu, dintr-o eprubetă spartă.

6.2.8. Se scoate dopul, se clătește dopul și interiorul gâtului aparatului cu câțiva mililitri de solvent amestecat (pct. 4.5) și se lasă soluția cu care s-a clătit să curgă în interiorul aparatului. Se transferă cu foarte multă atenție în balonul pregătit (pct. 6.2.1) un volum cât mai mare din stratul supranatant, prin decantare sau cu ajutorul unui sifon (pct. 5.7).

Notă: Dacă transferul nu se efectuează cu ajutorul unui sifon, poate fi necesar să se adauge puțină apă pentru ridicarea interfeței dintre cele două straturi, astfel susținându-se decantarea.

6.2.9. Se clătește interiorul și exteriorul gâtului aparatului sau vârful și partea inferioară a sifonului cu câțiva mililitri de solvent amestecat. Se lasă soluția cu care s-a clătit partea exterioră a aparatului să curgă în balon, iar pe cea cu care s-a clătit interiorul gâtului și sifonul, în interiorul aparatului de extracție.

6.2.10. Se efectuează o a doua extracție prin repetarea procedurii descrise la pct. 6.2.5—6.2.9 inclusiv, dar folosindu-se doar 15 ml eter etilic și 15 ml de eter de petrol.

6.2.11. Se efectuează o a treia extracție prin repetarea procedurii menționate la pct. 6.2.10, dar se omite clătirea finală (pct. 6.2.9).

Notă: Nu este obligatoriu să se efectueze această a treia extracție la analizarea probelor de lapte deshidratat degresat.

6.2.12. Se evaporă sau se distilează cu atenție o cantitate cât mai mare de solvent (inclusiv etanol). Dacă balonul este de capacitate mică, este nevoie ca după fiecare extracție să se îndepărteze o anumită cantitate de solvent.

6.2.13. Dacă solventul nu emană un miros puternic, se așază balonul în etuvă și se încălzește timp de o oră.

6.2.14. Se scoate balonul din etuvă, se lasă să se răcească la temperatura camerei în care se efectuează cântărirea (pct. 6.2.1) și se cântărește cu o precizie de 0,1 mg.

6.2.15. Se repetă procedurile descrise la pct. 6.2.13 și 6.2.14 cu perioade de încălzire de 30–60 de minute până când diferența dintre cele două mase cântărite succesiv este mai mică de 0,5 mg sau până în momentul în care crește masa. Dacă apare o creștere a masei, se va utiliza cea mai mică masă obținută prin calcul (pct. 7.1). Greutatea finală înregistrată va fi M1g.

6.2.16. Se adaugă 15–25 ml eter de petrol pentru a se confirma că substanța extrasă este total solubilă. Se încălzește ușor și se agită solventul până la dizolvarea totală a grăsimii.

6.2.16.1. Dacă substanța extrasă este total solubilă în eter de petrol, masa grăsimii reprezintă diferența dintre greutatea determinată la procedurile descrise la pct. 6.2.1 și 6.2.15.

6.2.16.2. Dacă se remarcă prezența unei anumite cantități de substanță insolubilă sau în caz că există dubii, grăsimea se extrage complet din balon prin spălare repetată cu eter de petrol cald, lăsând materialul nedizolvat să se așeze după fiecare decantare. Se clătește de 3 ori exteriorul gâtului balonului.

Se încălzește balonul în etuvă timp de o oră, se lasă apoi să se răcească la temperatura camerei în care se va efectua cântărirea (pct. 6.2.1) și se cântărește cu o precizie de 0,1 mg. Masa grăsimii reprezintă diferența dintre masa obținută potrivit pct. 6.2.15 și această masă finală.

7. Exprimarea rezultatelor

7.1. Metoda de calcul

Masa exprimată în grame de grăsime extrasă este:

$$(M1 - M2) - (B1 - B2),$$

iar conținutul de grăsime al probei, exprimat sub formă de procent, este:

$$\frac{(M1 - M2) - (B1 - B2)}{S} \times 100,$$

în care:

M1 — masa exprimată în grame a balonului M cu grăsime după etapa descrisă la pct. 6.2.15;

M2 — masa exprimată în grame a balonului M după procedura descrisă la pct. 6.2.1 sau, în caz de substanțe nedizolvate ori dacă apar neclarități, după etapa descrisă la pct. 6.2.16.2;

B1 — masa exprimată în grame a balonului B al testului blanc după etapa descrisă la pct. 6.2.15;

B2 — masa exprimată în grame a balonului B după etapa descrisă la pct. 6.2.1 sau, în caz de substanțe nedizolvate ori dacă apar neclarități, după etapa descrisă la pct. 6.2.16.2;

S — masa exprimată în grame a probei utilizate.

8. Repetabilitatea

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu va depăși 0,2 g grăsime/100 g de produs, cu excepția laptelui praf degresat în cazul căruia diferența nu trebuie să depășească 0,1 g grăsime/100 g produs.

METODA Nr. 5: DETERMINAREA CONȚINUTULUI DE ZAHAROZĂ (METODA POLARIMETRICĂ)

1. Obiect și domeniul de aplicare

Această metodă determină conținutul de zaharoză din:

- laptele concentrat îndulcit;
- laptele concentrat îndulcit, parțial degresat;
- laptele concentrat îndulcit, degresat.

Probele nu trebuie să conțină zahăr invertit.

2. Definiție

Conținutul de zaharoză din sortimentele de lapte condensat îndulcit — conținutul de zaharoză determinat prin metoda specificată.

3. Principiu

Metoda se bazează pe principiul inversiunii Clerget, care constă în tratarea blândă a probei cu acid, care produce hidroliza completă a zaharozei, dar nu și a lactozei sau a altor zaharuri. Conținutul de zaharoză se obține prin schimbarea puterii de rotație a soluției. Soluția limpede filtrată a

probei, fără mutarotație prin lactoză, se pregătește prin tratarea soluției cu amoniac, urmată de neutralizare și limpezire, efectuate prin adăugarea succesivă a soluțiilor de acetat de zinc și ferocianură de potasiu.

Într-o porțiune a filtratului zaharoza este hidrolizată într-un mod specific.

Conținutul de zaharoză se calculează cu ajutorul formulei corespunzătoare din rotația filtratului înainte și după inversiune.

4. Reactivi

4.1. Soluție de acetat de zinc, 1M: se dizolvă 21,9 g acetat de zinc cristalizat $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ și 3 ml acid acetic glacial în apă și se completează până la 100 ml cu apă.

4.2. Soluție ferocianură de potasiu, 0,25 M: se dizolvă 10,6 g trihidrat (II) hexacianoferrat de potasiu cristalizat $K_4[Fe(CN)_6]$ în apă și se completează până la 100 ml cu apă.

4.3. Soluție de acid clorhidric, $6,35 \pm 0,20$ M (20 la 22%) sau $5,0 \pm 0,2$ M (16 la 18%)

4.4. Soluție de amoniac, $2,0 \pm 0,2$ M (3,5%)

4.5. Soluție de acid acetic, $2,0 \pm 0,2$ M (12%)

4.6. Indicator albastru bromotimol, 1% (m/v) soluție în etanol.

5. Aparatura

5.1. Balanță cu o precizie de 10 mg

5.2. Tub polarimetric, 2 dm, de o lungime exact calibrată

5.3. Polarimetru sau zaharimetru:

a) polarimetru cu lumină de sodiu sau cu lumină verde pentru mercur (lampă cu vapori de mercur cu prismă sau ecranul special Wratten nr. 77A), care va înregistra cu o precizie de cel puțin 0,05 grade unghiulare;

b) zaharimetru cu scala internațională a zaharurilor, care folosește lumina albă ce trece printr-un filtru de 15 mm de soluție de bicromat de potasiu 6% sau lumină de sodiu, care va înregistra cu o precizie de cel puțin $0,1^\circ$ pe scala internațională a zaharurilor.

5.4. Baie de apă, reglată la temperatura de $60^\circ C \pm 1^\circ C$.

6. Procedura

6.1. Determinarea de control

Pentru standardizarea procedurii, reactivilor și a aparatului se efectuează o determinare de control în duplicat, conform celor descrise mai jos, utilizându-se un amestec de 100 g de lapte și 18 g zaharoză pură sau un amestec de 110 g de lapte degresat și 18 g zaharoză pură, fiecare fiind corespondentul a 40 g de lapte condensat care conține 45% zaharoză. Conținutul de zaharuri se calculează cu ajutorul formulei specificate la pct. 7, substituind M, F și, respectiv, P din formula 1 cu cantitatea de lapte luată și grăsimea și conținutul de proteine din această cantitate de lapte, iar în formula 2, M se înlocuiește cu valoarea 40,00. Media valorilor găsite nu va reprezenta mai mult de 0,2% din 45,0%.

6.2. Determinare

6.2.1. Se cântăresc cu o precizie de 10 mg aproximativ 40 g de probă bine amestecată, într-un pahar de laborator de 100 ml. Se adaugă 50 ml de apă fierbinte (la temperatura de 80–90°C) și se amestecă bine.

6.2.2. Se transferă amestecul cantitativ într-un balon cotelat de 200 ml, clătind paharul cu mai multe cantități succesive de apă la temperatura de 60°C, până când volumul total va fi între 120 ml și 150 ml. Se amestecă și se lasă să se răcească la temperatura camerei.

6.2.3. Se adaugă 5 ml de soluție de amoniac diluată (pct. 4.4): se amestecă din nou și apoi se lasă în repaus 15 minute.

6.2.4. Se neutralizează amoniacul prin adăugarea unei cantități echivalente de soluție diluată de acid acetic (pct. 4.5). Se determină exact numărul anterior de mililitri prin titrarea soluției de amoniac cu indicatorul albastru bromotimol (pct. 4.6). Se amestecă.

6.2.5. Se adaugă 12,5 ml de soluție de acetat de zinc (pct. 4.1) amestecând ușor prin rotirea balonului înclinat.

6.2.6. Se adaugă 12,5 ml de soluție ferocianură de potasiu (pct. 4.2) în același mod în care a fost adăugată soluția de acetat.

6.2.7. Se aduce conținutul balonului la o temperatură de 20°C și se completează până la semnul de 200 ml cu apă la temperatura de 20°C.

Notă: În timpul tuturor etapelor descrise până acum toate adăugările de apă sau de reactivi trebuie efectuate astfel încât să se evite formarea bulelor de aer și, în același scop, toate amestecările trebuie efectuate prin rotirea balonului și nu prin agitare. Dacă până la completarea volumului de 200 ml se găsesc bule de aer, ele vor putea fi eliminate prin conectarea temporară a balonului la o pompă de vid și prin rotirea balonului.

6.2.8. Se acoperă balonul cu un dop uscat și se amestecă bine prin agitare puternică.

6.2.9. Se lasă în repaus câteva minute și apoi se filtrează printr-o hârtie de filtru uscată, respingându-se primii 25 ml de filtrat.

6.2.10. Polarizarea directă: se determină rotația optică a filtratului la temperatura de 20°C±1°C.

6.2.11. Inversiunea: se picură cu pipeta 40 ml de filtrat obținut anterior într-un balon cotat de 50 ml. Se adaugă 6,0 ml de 6,35 M acid clorhidric sau 7,5 ml de 5,0 M acid clorhidric (pct. 4.3). Se introduce balonul într-o baie de apă la temperatura de 60°C, timp de 15 minute, asigurându-se că întregul balon este acoperit de apă. Se amestecă prin mișcări rotative în decursul primelor 5 minute, timp în care conținutul balonului va trebui să atingă temperatura băii de apă. Se răcește la temperatura de 20°C și se completează volumul cu apă la temperatura de 20°C. Se amestecă și se lasă în repaus o oră la această temperatură.

6.2.12. Polarizarea inversă

Se determină rotația soluției invertite la temperatura de 20°C±0,2°C. (Cu toate acestea, dacă temperatura T a lichidului din eprubeta de polarizare este diferită cu mai mult de 0,2°C în timpul măsurătorii, va trebui aplicată corecția de temperatură menționată la punctul 7.2.).

7. Exprimarea rezultatelor

7.1. Metoda de calcul

Conținutul de zaharoză se determină cu ajutorul formulei de mai jos:

$$(1) v = \frac{M}{100} (1,08 F + 1,55 P);$$

$$(2) S = \frac{D - 1,25 I}{Q} \times \frac{V - v}{V} \times \frac{V}{L \times M} \%,$$

în care:

S — conținutul de zaharoză;

M — masa probei cântărite, în grame;

F — procentul de grăsime din probă;

P — procentul de proteine (N x 6,38) din probă;

V — volumul în ml la care a fost diluată proba înainte de filtrare;

v — corecția, în ml, a volumului precipitatului format în timpul limpezirii;

D — afișajul direct al polarimetrului (polarizarea înainte de inversiune);

I — afișajul polarimetrului după inversiune;

L — lungimea, în dm, a tubului polarimetrului;

Q — factorul de inversiune, ale cărui valori sunt date mai jos.

Observații:

a) Când se cântăresc exact 40,00 g de lapte concentrat și se utilizează un polarimetru cu lampă pentru sodiu, grade unghiulare și un tub de polarimetru de 2 dm, la temperatura de 20°C ± 1°C, conținutul de zaharoză a laptelui concentrat normal (C = 9) poate fi calculat după următoarea formulă:

$$S = (D - 1,25 I) \times (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P)$$

b) Dacă polarizarea inversă se măsoară la o temperatură diferită de 20°C, numerele se înmulțesc cu:

$$1 + 0,0037 (T - 20)$$

7.2. Valoarea factorului de inversiune Q

Prin formula de mai jos se obțin valorile precise ale Q, pentru surse variate de lumină, cu corecțiile necesare ale concentrației și temperaturii:

Lumina pentru sodiu și polarimetrul cu grade unghiulare:
 $Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (T - 20)$

Lumina verde pentru mercur și polarimetrul cu grade unghiulare:

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039 (T - 20)$$

Lumina albă cu filtru dicromat și zaharimetru cu scala internațională a zahărului:

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - 0,0095 (T - 20)$$

În cadrul formulelor de mai sus:

C — procentul zaharurilor totale din soluția invertită polarizată;

T — temperatura soluției invertite de pe afișajul polarimetrului.

Nota 1: Procentul zaharurilor totale C din soluția invertită poate fi calculat cu ajutorul afișajului direct și al modificării inversiunii, în mod obișnuit, prin utilizarea valorilor uzuale pentru rotația specifică a zaharozei, lactozei și zahărului invertit.

Corecția 0,0006 (C - 9) este precisă doar în cazul în care C este aproximativ 9; pentru laptele concentrat normal, această corecție poate fi neglijată, C fiind foarte aproape de 9.

Nota 2: Variația de temperatură de la 20°C la 1°C nu are o mare influență asupra afișării directe a rezultatului, dar variația de peste 0,2°C în afișajul substanței invertite va necesita o corecție. Corecția — 0,0033 (T - 20) este precisă doar în cazul temperaturilor cuprinse între 18°C și 22°C.

7.3. Repetabilitatea

Diferența dintre rezultatele celor două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu va depăși 0,3 g de zaharoză pe 100 g lapte concentrat.

METODA Nr. 6: DETERMINAREA ACIDULUI LACTIC ȘI A CONȚINUTULUI DE LACTAȚI

1. Obiect și domeniu de aplicare

Această metodă determină conținutul de acid lactic și lactați, exprimați ca acid lactic, din:

- lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime;
- lapte deshidratat integral sau lapte praf integral;
- lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat;
- lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat.

2. Definiție

Conținutul de acid lactic și lactați din sortimentele de lapte deshidratat — acidul lactic și lactații, exprimați sub formă de conținut de acid lactic, determinat prin metoda specificată.

3. Principiu

Grăsimile, proteinele și lactoza sunt simultan eliminate dintr-o soluție de probă prin adăugarea sulfatului de cupru și a hidroxidului de calciu, urmată de filtrare.

Acidul lactic și lactații din filtrat sunt convertiți în acetaldehidă prin acțiunea acidului sulfuric concentrat în prezența sulfatului (II) de cupru.

Conținutul de acid lactic se determină colorimetric prin adăugarea de p-hidroxi-di-fenil.

Conținutul de acid lactic și lactați se exprimă ca mg de acid lactic pe 100 g substanță uscată negrasă.

4. Reactivi

4.1. Soluție de sulfat de cupru (II): se dizolvă 250 g de sulfat (II) de cupru (CuSO₄ · 5H₂O) în apă și se diluează până la 1.000 ml cu apă.

4.2. Suspensie de hidroxid de calciu

4.2.1. Se sfărâmă 300 g hidroxid de calciu [Ca(OH)₂] într-un mojar cu apă, utilizându-se în total 900 ml. Suspensia trebuie preparată imediat înainte de utilizare.

4.2.2. Suspensie de hidroxid de calciu: se sfărâmă 300 g de hidroxid de calciu [Ca(OH)₂] într-un mojar cu apă, utilizându-se în total 1.400 ml. Suspensia trebuie preparată imediat înainte de utilizare.

4.3. Soluție de acid sulfuric — sulfat (II) de cupru: se adaugă până la 300 ml acid sulfuric, 95,9 la 97,0 % (m/m) de H_2SO_4 , 0, 5 ml de soluție de sulfat (II) de cupru (4.1).

4.4. Soluție de p-hidroxi-di-fenil ($C_6H_5C_6H_4OH$): se dizolvă prin agitare și încălzirea ușoară a 0,75 g de p-hidroxi-di-fenil în 5 ml de soluție apoasă a hidroxidului de sodiu, care conține 5 g de NaOH pe 100 ml. Se diluează până la 50 ml în apă, într-un balon cotat. Soluția se păstrează într-o sticlă de culoare maro, într-un loc întunecat și rece. Stabilitatea maximă la depozitare este de 72 de ore.

4.5. Soluție etalon de acid lactic: se dizolvă cu puțin timp înainte de utilizare 0,1067 g de lactat de litiu ($CH_3CHOHCOOLi$) în apă și se diluează până la 100 ml într-un balon cotat. 1 ml din această soluție corespunde cu 0,1 mg de acid lactic.

4.6. Laptele reconstituit etalon: se analizează înainte câteva probe de lapte deshidratat de calitate superioară. Pentru pregătirea curbei de calibrare se selectează proba care are cel mai mic conținut de acid lactic, care nu conține mai mult de 30 mg de acid lactic pe 100 g de substanță uscată negrasă. Se respectă procedura descrisă la pct. 6.2.1 și 6.2.2 de mai jos.

5. Aparatura

5.1. Balanța analitică

5.2. Spectrofotometru adecvat pentru indicarea la o lungime de undă de 570 nm

5.3. Baie de apă la temperatura de $30^\circ C \pm 2^\circ C$

5.4. Mojar și pistil

5.5. Hârtie de filtru (Schleicher și Schull 595, Whatman 1 sau un echivalent)

5.6. Eprubete din pirex sau echivalent (dimensiune 25 x 150 mm)

Notă: Toate materialele din sticlă trebuie să fie perfect curate și destinate utilizării exclusive pentru această aplicație. Materialele din sticlă care conțin reziduuri precipitate se clătesc, înainte de spălare, cu acid clorhidric concentrat.

6. Procedura

6.1. Proba oarbă

Proba oarbă se obține prin introducerea a 30 ml de apă într-o eprubetă gradată de 50 ml și tratatea acestei eprubete conform celor descrise la pct. 6.2.4—6.2.11, inclusiv. Dacă proba măsurată în comparație cu apa depășește un echivalent de 20 mg de acid lactic/100 g substanță uscată negrasă, atunci trebuie verificați reactivii, iar reactivii sau reactantul impur trebuie înlocuiți. Proba oarbă se efectuează în același timp cu analiza probei.

6.2. Determinarea

Notă: Se va evita contaminarea cu impurități, în special cu salivă sau transpirație.

6.2.1. Se determină conținutul de substanță uscată negrasă (*a*) g de probă prin îndepărtarea conținutului de grăsime (determinat prin metoda nr. 4) și a conținutului de umiditate (determinat prin metoda nr. 2) din 100.

6.2.2. Se cântăresc $\frac{1.000}{(a-10)}$ g de probă cu o precizie

de 0,1 g. Această cantitate de probă se adaugă la 100 ml de apă și se amestecă bine.

6.2.3. Se picură cu pipeta 5 ml de soluție obținută într-o eprubetă gradată de 50 ml și se diluează cu apă până la aproximativ 30 ml.

6.2.4. În timpul agitării se adaugă încet 5 ml de soluție de sulfat (II) de cupru (pct. 4.1) și se lasă în repaus timp de 10 minute.

6.2.5. În timpul agitării se adaugă încet 5 ml de suspensie de hidroxid de calciu (pct. 4.2.1) sau 10 ml de suspensie de hidroxid de calciu (pct. 4.2.2).

6.2.6. Se diluează cu apă până la 50 ml, se agită puternic, se lasă în repaus timp de 10 minute și apoi se filtrează. Se iau primele rezultate.

6.2.7. Se pune cu pipeta 1 ml de filtrat într-o eprubetă (pct. 5.6).

6.2.8. În eprubetă se adaugă, cu ajutorul unei biurete sau a unei pipete gradate, 6,0 ml de soluție de acid sulfuric — soluție de sulfat (II) de cupru (pct. 4.3). Se amestecă.

6.2.9. Se încălzește în baia de apă timp de 5 minute. Se răcește la temperatura camerei, sub jet de apă.

6.2.10. Se adaugă două picături de reactant p-hidroxi-di-fenil (pct. 4.4) și se agită puternic, astfel încât reactantul să se împrăștie uniform în lichid. Se așază eprubeta în baia de apă la temperatura de $30^\circ C \pm 2^\circ C$; se lasă în repaus timp de 15 minute, agitându-se din când în când.

6.2.11. Se introduce eprubeta într-o baie de apă și se ține 90 de secunde. Se răcește la temperatura camerei, sub jet de apă.

6.2.12. Se măsoară densitatea optică comparativ cu proba martor (pct. 6.1) în 3 ore, la lungimea de undă specificată la pct. 5.2.

6.2.13. Dacă densitatea optică depășește densitatea celui mai înalt punct de pe curba de etalonare, se va repeta testul, diluându-se corespunzător filtratul obținut conform pct. 6.2.6.

6.3. Prepararea curbei de etalonare

6.3.1. Se picură cu pipeta 5 ml de lapte reconstituit (pct. 4.6) în 5 eprubete gradate de 50 ml. În aceste eprubete se picură cu pipeta 0, 1, 2, 3 și, respectiv, 4 ml de soluție etalon (pct. 4.5), astfel încât să se obțină o serie de soluții etalon care să corespundă cu 0, 20, 40, 60 și 80 mg de acid lactic adăugat pe 100 g de substanță uscată negrasă a laptelui deshidratat.

6.3.2. Se diluează cu apă până la aproximativ 30 ml și se tratează conform celor descrise la pct. 6.2.4—6.2.11.

6.3.3. Se măsoară densitățile optice ale soluțiilor etalon (pct. 6.3.1), comparativ cu proba oarbă (pct. 6.1) la lungimea de undă specificată la pct. 5.2. Densitățile optice se introduc într-o diagramă, cu cantitățile de acid lactic enumerate la pct. 6.3.1, adică 0 mg, 20 mg, 40 mg, 60 mg și 80 mg/100 g de substanță uscată negrasă. Se desenează cea mai potrivită linie dreaptă care unește punctele și se pregătește curba standard prin mișcarea acestei linii paralel cu ea însăși, astfel încât să treacă prin originea sa.

7. Exprimarea rezultatelor

7.1. Metoda de calcul

Densitatea optică măsurată conform pct. 6.2.12 sau 6.2.13 se transformă în mg de acid lactic/100 g de substanță uscată negrasă din probă, făcându-se referire la curba de etalonare. Acest rezultat se înmulțește cu factorul de diluare, dacă filtrul a fost diluat în conformitate cu pct. 6.2.13.

7.2. Repetabilitatea

Diferența dintre rezultatele celor două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă, pe aceeași probă, de către același analist și în aceleași condiții, nu va depăși 8 mg de acid lactic/100 g substanță uscată negrasă pentru un conținut de până la 8 mg. Pentru valori mai mari această diferență nu va trebui să depășească 10% din cea mai mică valoare.

METODA Nr. 7: DETERMINAREA ACTIVITĂȚII FOSFATAZEI (PROCEDURA SANDERS ȘI SAGER MODIFICATĂ)

1. Obiect și domeniu de aplicare

Această metodă descrie modul de determinare a activității fosfatazei din:

- lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime;
- lapte deshidratat integral sau lapte praf integral;
- lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat;
- lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat.

2. Definiție

Activitatea fosfatazică a tipurilor de lapte deshidratat reprezintă cantitatea de fosfatază alcalină activă prezentă. Se exprimă prin cantitatea de fenol în μg eliberată de 1 ml de lapte reconstituit, determinat prin procedura descrisă mai jos.

3. Principiu

Activitatea fosfatazei din sortimentele de lapte deshidratat este determinată prin posibilitatea fosfatazei de a elibera fenolul din fenilfosfat disodic. Cantitatea de fenol eliberată în condițiile stabilite este determinată printr-o măsurare spectrofotometrică a culorii obținute cu reactantul Gibb.

4. Reactivi

4.1. Soluția A

Soluție tampon de borat hidroxid de bariu: pH 10,6 ± 0,1 la 20°C

Se dizolvă 25,0 g de hidroxid de bariu [Ba(OH)₂·8H₂O] în apă și se diluează până la 500 ml.

Se dizolvă 11,0 g acid boric (H₃BO₃) în apă și se diluează până la 500 ml.

Se încălzesc cele două soluții la 50°C și se amestecă. Amestecul se agită și se răcește la temperatura camerei. Se reglează pH-ul la 10,6 ± 0,1 cu soluția de hidroxid de bariu și se filtrează.

Soluția se păstrează într-un recipient bine închis cu dop. Înainte de utilizare soluția tampon se diluează cu o cantitate egală de apă.

4.2. Soluția B

Soluție tampon pentru dezvoltarea culorii

Se dizolvă 6,0 g de metaborat de sodiu (NaBO₂) (sau 12,6 g de NaBO₂·4H₂O) și 20,0 g de clorură de sodiu (NaCl) în apă și se diluează până la 1.000 ml cu apă.

4.3. Soluția C

Soluție tampon de substrat

4.3.1. Se dizolvă 0,5 g de fenilfosfat disodic (Na₂C₆H₅PO₄·2H₂O) în 4,5 ml de soluție B (pct. 4.2). Se adaugă două picături din soluția E (pct. 4.5) și se lasă în repaus timp de 30 de minute. Culoarea se extrage cu ajutorul a 2,5 ml de butanol (pct. 4.10). Dacă este nevoie, extracția culorii se repetă. După separare butanolul se elimină. Această soluție trebuie păstrată câteva zile la frigider. Înainte de utilizare culoarea se dezvoltă și se elimină încă o dată.

4.3.2. Se picură cu pipeta 1 ml din această soluție într-un balon cotelat de 100 ml și se completează volumul rămas cu soluția A. Soluția tampon se prepară imediat înainte de utilizare.

4.4. Soluția D

Precipitant

Se dizolvă 3,0 g sulfat de zinc (ZnSO₄·7H₂O) și 0,6 g de sulfat (II) de cupru (CuSO₄·5H₂O) în apă și se completează până la 100 ml cu apă.

4.5. Soluția E

Reactivul Gibbs

Se dizolvă 0,040 g de 2,6-dibromchinonă 1,4 clorimidă (O₂C₆H₂Br₂·NCI) în 10 ml etanol 96%.

Soluția se păstrează în frigider, într-o sticlă de culoare închisă. Reactivul se aruncă dacă s-a decolorat.

4.6. Soluție tampon de diluare a culorii

Se diluează 10 ml de soluție B (pct. 4.2), soluție tampon pentru dezvoltarea culorii, până la 100 ml cu apă.

4.7. Soluție de sulfat de cupru

Se dizolvă 0,05 g de sulfat (II) de cupru (CuSO₄·5H₂O) în apă și se completează până la 100 ml cu apă.

4.8. Soluție etalon de fenol

Se dizolvă 0,200 ± 0,001 g de fenol pur în apă și se completează până la 100 ml într-un balon cotelat cu apă. Această soluție poate fi păstrată la frigider mai multe luni. 10 ml din această soluție se diluează până la 100 ml cu apă. Soluția diluată conține 200 μg de fenol într-un ml și va putea fi utilizată la pregătirea mai multor soluții diluate.

4.9. Apă distilată fiartă

4.10. n. — Butanol

5. Aparatura:

5.1. Balanța analitică

5.2. Baie de apă, reglată termostatic la temperatura de 37°C ± 1°C

5.3. Spectrofotometru adecvat pentru indicarea la o lungime de undă de 610 nm;

5.4. Hârtie de filtru (Schleicher și Schull 597, Whatman 42 sau o hârtie de filtru echivalentă);

5.5. Baie de apă, fierbător;

5.6. Folie de aluminiu.

6. Procedura

Măsurile de precauție:

— Se evită expunerea directă la soare.

— Toate materialele din sticlă, dopurile și produsele pentru curățare trebuie să fie impecabil de curate. Se recomandă să fie clătite și fierte cu apă sau tratate cu abur.

— Se va evita utilizarea materialelor din plastic (dopurile din plastic), deoarece pot conține fenoli.

— Saliva conține fosfatază; de aceea trebuie evitate cu foarte mare grijă contaminările cu salivă.

6.1. Pregătirea probei

6.1.1. Se cântăresc, cu o precizie de 0,1 g, 10 g de probă și se dizolvă în 90 ml de apă. Temperatura pentru dizolvarea probei nu va depăși în nici un caz 35°C.

6.2. Determinarea

6.2.1. În două eprubete se introduce câte 1 ml de lapte reconstituit, pregătit conform celor descrise la pct. 6.1.1.

6.2.2. Una dintre cele două eprubete se încălzește în apă timp de două minute. Se acoperă eprubeta și baia de apă (pct. 5.5) sau, de exemplu, paharul de laborator cu o folie de aluminiu (pct. 5.6), pentru a se asigura încălzirea suprafeței totale a eprubetei. Se răcește în apă rece la temperatura camerei. Pentru proba martor se folosește această eprubetă. Pentru toate operațiunile ulterioare cele două eprubete vor fi tratate identic.

6.2.3. Se adaugă 10 ml de soluție C (pct. 4.3.2). Se amestecă și se introduc eprubetele în baia de apă la temperatura de 37°C (pct. 5.2).

6.2.4. Se lasă la încălzit în baia de apă, agitându-se din când în când.

6.2.5. Eprubetele se transferă imediat într-o baie de apă (pct. 5.5) în fierbere și se încălzesc timp de două minute; se răcesc la temperatura camerei în apă rece.

6.2.6. Se adaugă 1 ml de soluție D (pct. 4.4), se amestecă și se filtrează printr-o hârtie de filtru; se elimină primele picături filtrate până se obține o soluție clară.

6.2.7. Se iau 5 ml din fiecare filtrat în eprubete, se adaugă 5 ml de soluție B (pct. 4.2) și 0,1 de soluție E (pct. 4.5). Se amestecă.

6.2.8. Se lasă să se dezvolte culoarea la temperatura camerei timp de 30 de minute, departe de căldura soarelui.

6.2.9. Se măsoară densitatea optică a soluției probei, comparativ cu proba oarbă, la lungimea de undă indicată la pct. 5.3.

6.2.10. Determinarea se repetă dacă densitatea optică a soluției este mai mare decât cea a probei etalon cu 20 μg de fenol preparat în conformitate cu pct. 7.

Dacă se depășește această limită, se diluează un volum coresponzător de lapte reconstituit, conform pct. 6.1.1, cu un volum coresponzător din acest tip de lapte fiert, conform celor indicate la pct. 6.2.2, pentru a inactiva fosfataza prezentă.

7. Pregătirea curbei de etalonare

7.1. În 4 baloane cotelate de 100 ml se picură cu pipeta 1, 3, 5 și 10 ml de soluție etalon diluată conform pct. 4.8 și se completează volumul cu apă; aceste soluții diluate vor conține respectiv 2, 6, 10 și 20 μg de fenol/ml.

7.2. Se picură cu pipeta 1 ml de apă, 1 ml din fiecare soluție etalon (pct. 7.1) în eprubete, pentru a se obține o serie de probe care conțin o (valoarea martor obținută prin utilizarea unui ml de apă) -2-6-10 și 20 μg de fenol.

7.3. Se picură succesiv cu pipeta în fiecare eprubetă 1 ml de soluție de sulfat (II) de cupru (pct. 4.7), 5 ml de soluție tampon pentru diluarea culorii (pct. 4.6), 3 ml de apă și 0,1 ml de soluție E (pct. 4.5). Se amestecă.

7.4. Se lasă eprubetele timp de 30 de minute la temperatura camerei, ferite de lumina directă a soarelui.

7.5. Se măsoară absorbanta soluțiilor din fiecare dintre eprubete, comparativ cu valoarea martor, la lungimea de undă indicată la pct. 5.3.

7.6. Curba de etalonare se obține prin trasarea valorilor absorbantei, comparativ cu cantitățile de fenol în μg , conform celor indicate la pct. 7.2.

8. Exprimarea rezultatelor

8.1. Metoda de calcul

8.1.1. Rezultatele determinate conform pct. 6.2.9 se transformă în μg de fenol, prin referința la curba standard.

8.1.2. Activitatea fosfatazei exprimată ca μg de fenol pe ml de lapte reconstituit se calculează cu ajutorul următoarei formule:

Activitatea fosfatazei = $2,4 \times P$,

unde P = cantitatea de fenol în μg , conform 8.1.1.

8.1.3. Dacă a fost necesară diluarea, conform pct. 6.2.10, se înmulțește rezultatul obținut la pct. 8.1.2 cu factorul de diluție.

8.2. Repetabilitatea

Diferența dintre rezultatele a două determinări efectuate simultan sau într-o succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist și în aceleași condiții, nu va depăși $2 \mu\text{g}$ de fenol eliberat de 1 ml de lapte reconstituit.

METODA Nr. 8: DETERMINAREA ACTIVITĂȚII FOSFATAZEI (PROCEDURA ASCHAFFENBURG ȘI MÜLLEN)

1. Obiect și domeniu de aplicare

Această metodă descrie modul de determinare a activității fosfatazei din:

- lapte deshidratat cu conținut ridicat de grăsime sau lapte praf cu conținut ridicat de grăsime;
- lapte deshidratat integral sau lapte praf integral;
- lapte deshidratat parțial degresat sau lapte praf parțial degresat;
- lapte deshidratat degresat sau lapte praf degresat.

2. Definiție

Activitatea fosfatazică a sortimentelor de lapte deshidratat reprezintă cantitatea de fosfatază alcalină activă prezentă. Se exprimă prin cantitatea de p-nitrofenol în μg eliberată de 1 ml de probă reconstituită, determinată prin procedura descrisă mai jos.

3. Principiu

Proba reconstituită este diluată cu un substrat tampon cu pH 10,2 și se lasă la incubare, la o temperatură de 37°C , timp de două ore. Orice cantitate de fosfatază alcalină prezentă în probă va elibera, în acest caz, p-nitrofenolul din p-nitrofenil fosfat disodic adăugat. P-nitrofenolul eliberat se determină prin compararea directă cu sticlă colorată standard într-un colorimetru simplu care utilizează reflecția luminii.

4. Reactivi

4.1. Soluția tampon de carbonat – bicarbonat de sodiu

Se dizolvă 3,5 g de carbonat de sodiu anhidru și 1,5 g de bicarbonat de sodiu în apă și se diluează cu apă până la 1.000 ml într-un balon cotel.

4.2. Substratul tampon

Se dizolvă 1,5 p-nitro-fenilfosfat disodic în soluția tampon de carbonat de sodiu – bicarbonat de sodiu (pct. 4.1) și se diluează cu apă până la 1.000 ml într-un balon cotel.

Această soluție va rămâne stabilă dacă se păstrează în frigider ($\leq 4^\circ\text{C}$) timp de o lună, dar pe această soluție va trebui efectuat un test de control al culorii (pct. 6 – măsura de precauție nr. 3 de mai jos).

4.3. Soluții de limpezire

4.3.1. Soluție de sulfat de zinc

Se dizolvă 30,0 g de sulfat de zinc (ZnSO_4) în apă și se diluează cu apă până la 100 ml într-un balon cotel.

4.3.2. Soluție (II) de hexacianoferat de potasiu

Se dizolvă 17,2 g de trihidrat (II) de hexacianoferat de potasiu [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] și se diluează cu apă până la 100 ml într-un balon cotel.

5. Aparatura

5.1. Balanța analitică

5.2. Baie de apă, reglată termostatic la temperatura de $37^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$.

5.3. Colorimetru, cu un disc special care conține sticle colorate standard calibrat în μg p-nitrofenol pe ml de lapte și cu cuve de $2 \times 25 \text{ mm}$.

6. Procedura

Măsurile de precauție:

– După utilizare eprubetele vor fi golite, clătite cu apă, spălate cu apă fierbinte care conține un detergent alcalin, după care vor fi clătite cu apă caldă, curată, de la robinet. În final, trebuie clătite cu apă și uscate înainte de utilizare.

Pipetele trebuie clătite bine cu apă rece, curată, de la robinet, imediat după utilizare, după care vor fi iar clătite cu apă și uscate înainte de utilizare.

– Dopurile eprubetelor trebuie clătite bine cu apă caldă de la robinet, imediat după utilizare, după care vor fi fierte două minute în apă.

– Soluția substrat tampon (pct. 4.2) trebuie să rămână stabilă cel puțin o lună, dacă este păstrată într-un frigider, la temperatura de 4°C sau mai mică. Toate formele de instabilitate se văd prin apariția culorii galbene. Deoarece rezultatele testului sunt întotdeauna obținute prin comparația cu produsul fiert care conține aceeași soluție substrat tampon, se recomandă ca soluția respectivă să nu fie utilizată dacă dă o indicație a culorii mai mare de $10 \mu\text{g}$, atunci când este citită într-o cuvă de 25 mm din colorimetru, utilizându-se apa distilată din cealaltă cuvă de 25 mm .

– Pentru fiecare probă se utilizează o pipetă separată și se evită contaminarea pipetei cu salivă.

– Testul trebuie ferit în permanență de lumina directă a razelor solare.

6.1. Pregătirea probei

Se dizolvă 10 g de lapte praf în 90 ml de apă. Temperatura de dizolvare a laptelui praf nu trebuie să depășească temperatura de 35°C .

6.2. Determinarea

6.2.1. Într-o eprubetă curată și uscată se picură cu pipeta 15 ml de soluție substrat tampon (pct. 4.2), după care se vor testa 2 ml de probă reconstituită (pct. 6.1). Se pune un dop la eprubetă, se amestecă prin întoarcere și se introduce într-o baie de apă la temperatura de 37°C (pct. 5.2).

6.2.2. În același timp se introduce în baia de apă o eprubetă conținând 15 ml de soluție substrat tampon și 2 ml de probă fiartă reconstituită, similară celei supuse testării.

6.2.3. După două ore se scot ambele eprubete din baia de apă, se adaugă 0,5 ml de soluție de sulfat de zinc (pct. 4.3.1), se pune dopul, se agită puternic și se lasă în repaus timp de 3 minute. Se adaugă 0,5 ml de soluție (II) hexacianoferat de potasiu (pct. 4.3.2), se amestecă bine și se filtrează prin hârtie de filtru cutată (pct. 5.4), iar filtratul colectat se adună într-o eprubetă curată.

6.2.4. Se transferă filtratul într-o cuvă de 25 mm și se compară cu filtratul probei fierte de control din colorimetru, utilizându-se discul special al colorimetrului (pct. 5.3).

7. Exprimarea rezultatelor

7.1. Metoda de calcul

Indicația directă obținută conform pct. 6.2.4 va fi înregistrată ca μg p-nitrofenol pe ml de probă sau pe ml de probă reconstituită.

7.2. Repetabilitatea

Diferența dintre rezultatele celor două determinări efectuate simultan sau în succesiune rapidă pe aceeași probă, de către același analist, în aceleași condiții, nu va depăși $2 \mu\text{g}$ de p-nitrofenol eliberat de 1 ml de lapte reconstituit.

Echipamente și ustensile utilizate pentru prelevarea probelor de lapte conservat

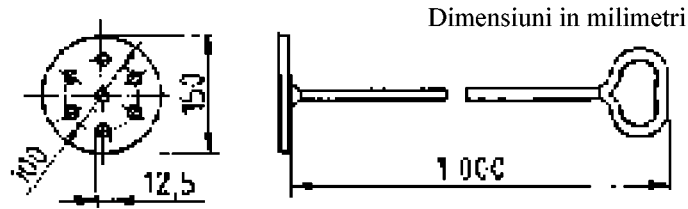


Fig.1 Ustensila recomandata pentru recipiente si galeti

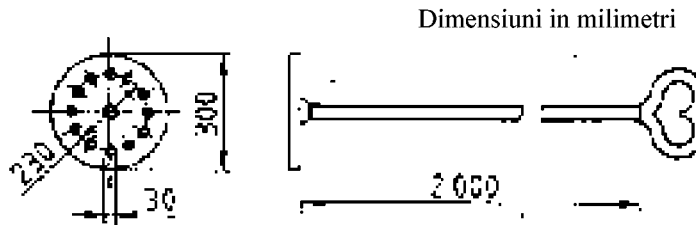


Fig.2 Ustensila recomandata pentru tancuri mici

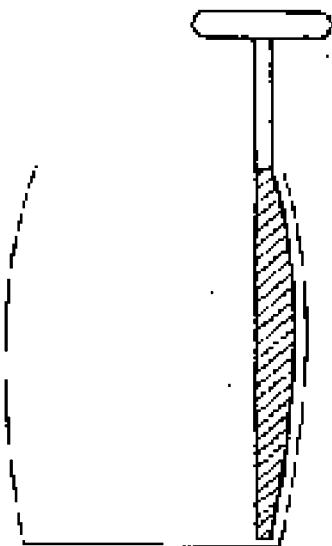


Fig.3 Agitator corespunzator pentru amestecarea
laptelui condensat indulcit

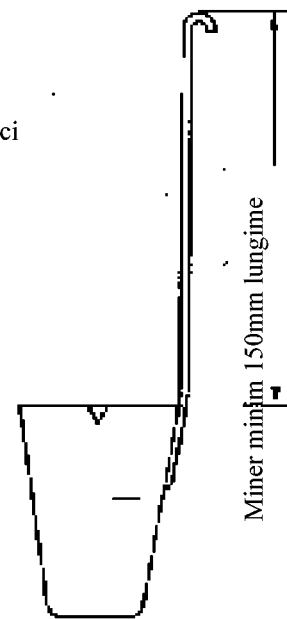


Fig.4 Cupa corespunzatoare pentru lichide

*) Anexa nr. 4 este reprodusă în facsimil.

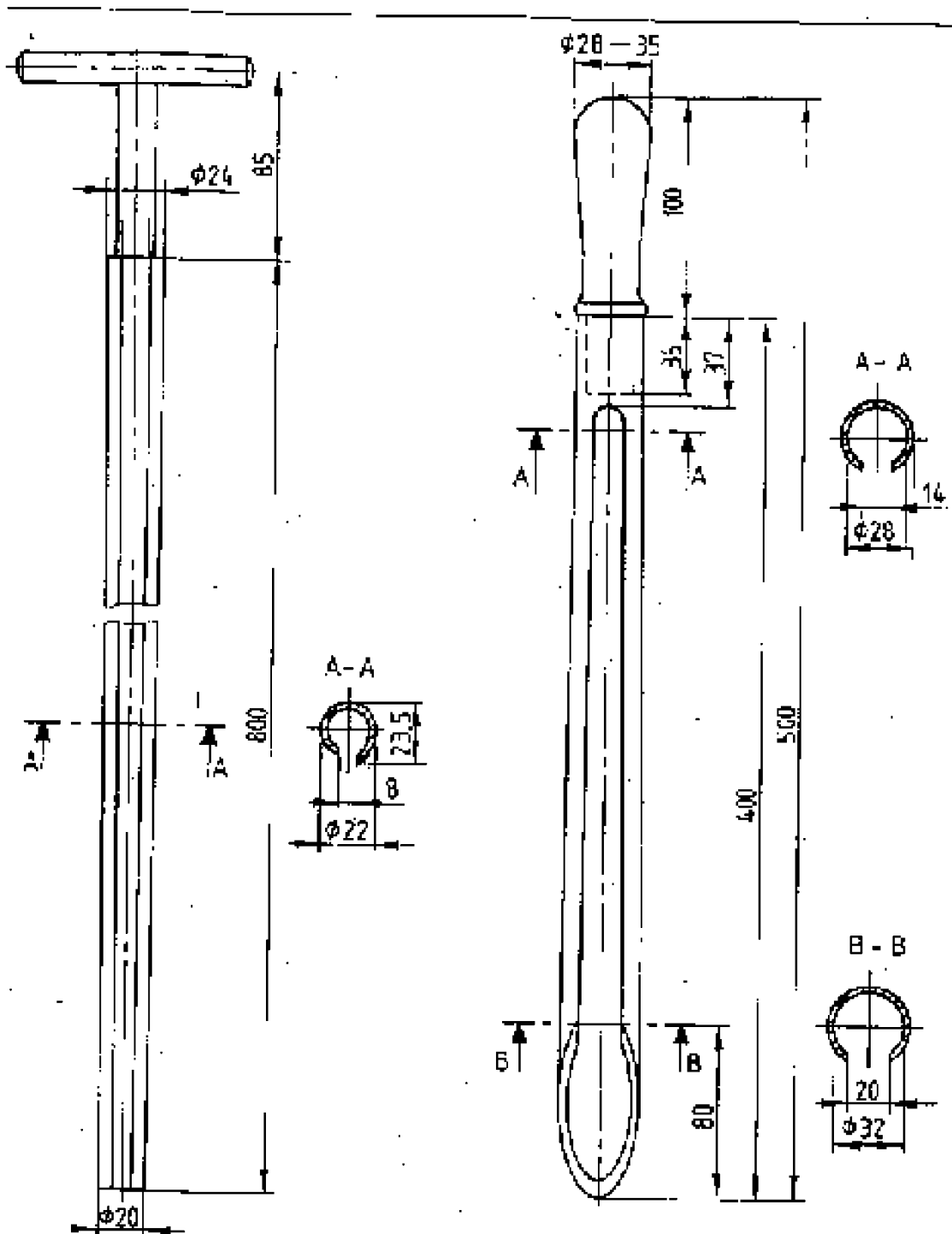


Fig.5 Sonde pentru lapte deshidratat (toate dimensiunile in milimetri)

EDITOR: PARLAMENTUL ROMÂNIEI – CAMERA DEPUTAȚILOR

Regia Autonomă „Monitorul Oficial”, str. Izvor nr. 2-4, Palatul Parlamentului, sectorul 5, București,
 cont nr. 2511.1-12.1/ROL Banca Comercială Română – S.A. – Sucursala „Unirea” București
 și nr. 5069427282 Direcția de Trezorerie și Contabilitate Publică a Municipiului București
 (alocat numai persoanelor juridice bugetare).

Adresa pentru publicitate: Centrul pentru relații cu publicul, București, șos. Panduri nr. 1,
 bloc P33, parter, sectorul 5, tel. 411.58.33 și 411.97.54, tel./fax 410.77.36.

Tiparul : Regia Autonomă „Monitorul Oficial”, tel. 490.65.52, 335.01.11/2178 și 402.21.78,
 E-mail: marketing@ramo.ro, Internet: www.monitoruloficial.ro
