

## **Metode kontrole kvalitete mlijeka i mliječnih proizvoda (Method of Milk Quality Control and of the Milk Products)**

Prof. dr. Mirko FILAJDIĆ, dr. Milana RITZ, mr. Nada VAHČIĆ,  
Prehrambeno-biotehnološki fakultet, Zagreb

Stručni rad — Professional Paper  
Prispjelo: 28. 2. 1990.

UDK: 637.072

### Sažetak

Ovaj rad donosi prikaz naših standardnih metoda za kontrolu kvalitete mlijeka i mliječnih proizvoda i uspoređuje ih s metodama objavljenim u priručniku »Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists«, XIV izdanje.

S obzirom da je na 28. simpoziju za mljekarsku industriju Jugoslavije 1990. godine osnovana analitička sekcija, u radu su izneseni i određeni prijedlozi, odnosno smjernice za rad buduće analitičke sekcije.

### **Kratak prikaz obaveznih metoda kontrole kvalitete mlijeka i mliječnih proizvoda u Jugoslaviji**

Kao što je poznato svim prerađivačima mlijeka, u Službenom listu SFRJ objavljeno je koje su metode kontrole kvalitete mlijeka i mliječnih proizvoda kod nas obavezne, i to za fizikalno-kemijske metode, uključujući uzorkovanje, u brojevima 32/83 (Pravilnik...), a za provedbu mikrobioloških metoda u broju 25/80 (Pravilnik...).

Osnovno je obilježje tih metoda da su klasične. Neke od njih su precizne, kao, na primjer, one za određivanje masti, suhe tvari i ledišta u mlijeku, dok one za utvrđivanje nečistoća, pasterizacije i određivanje seruma ne kazuju točne vrijednosti. Navedene metode zahtijevaju opremu i kemikalije koje su dostupne našim laboratorijima koji vrše obavezne kontrole, ali je neugodno što su dugotrajne.

Taj se prigovor odnosi osobito na bakteriološke metode (npr. utvrđivanje somatskih stanica, ukupnog broja mikroorganizama i dr.). Posebni prigovor mogao bi se uputiti zbog odsustva standardiziranih metoda za senzorsku procjenu mlijeka i mliječnih proizvoda. Pri ovom udruženju bila je izabrana komisija (Filajdić, Kršev, Carić) koja je izradila osnovne prijedloge za provedbu senzorskog ispitivanja, te ih objavila u časopisu »Mljekarstvo« 1988. godine, a na temelju preporuke Evropskog udruženja za unapređenje prehrambene industrije (Filajdić i sur., 1988). S tim u vezi, jedan je od prioritarnih zadataka analitičke sekcije da, koristeći iznijete principe, razradi postupke za senzorsku procjenu mlijeka i mliječnih proizvoda koji bi bili predani Saveznom zavodu za standardizaciju, da ih objavi, najprije kao neobavezne, a kasnije i kao obavezne standardne postupke.

Što se pak tiče rada sekcije na ostalim metodama kontrole, preporuča se da se uvažavaju prijedlozi koje je objavio Z. Mašek u »Mljekarstvu« 1982. godine (Mašek, 1982).

### Pregled metoda kontrole kvalitete mlijeka i mliječnih proizvoda u priručniku AOAC (Official..., 1984)

S obzirom da je »Association Official of Analytical Chemists« jedna od najpoznatijih organizacija u svijetu koja se bavi donošenjem analitičkih metoda za materijale biološkog porijekla, sa stogodišnjim iskustvom na tom području, smatramo korisnom inicijativu da naša buduća analitička sekcija pokuša koristiti metode te organizacije i u našoj praksi.

U navedenom priručniku u poglavlju »Mliječni proizvodi« iznošenje metoda započinje s uzorkovanjem. Područje uzorkovanja razradili su zajednički stručnjaci IDF (International Dairy Federation), ISO (International Organization for Standardization), AOAC (Association Official Analytical Chemists), Savez FAO/WHO »Code of Principles Concerning Milk and Milk Product and Associated Standards. Metode su namijenjene za uzorkovanje mlijeka i mliječnih proizvoda te sadrže daljnje upute za praktičnu provedbu. Način obrade metode uzorkovanja mogao bi poslužiti i našoj budućoj analitičkoj sekciji kad bude razrađivala svoje metode uzorkovanja, ukoliko naši stručnjaci nisu zadovoljni postojećim načinima uzorkovanja prema važećem pravilniku (Pravilnik..., Sl. list SFRJ 32/83).

*Fizikalno-kemijske metode* posebno su razrađene za mlijeko, vrhnje, evaporirano i kondenzirano mlijeko, mlijeko u prahu, zaslađeno kondenzirano mlijeko, maslac, sir i sladoled. Za svaki od navedenih proizvoda razrađeno je daleko više metoda nego što je to kod nas slučaj, pa tako za *mlijeko* postoje slijedeće metode:

- sakupljanje uzoraka
- priprema uzoraka
- utvrđivanje specifične gustoće (pomoću piknometra)
- broj somatskih ćelija
- aciditet mlijeka (titracijom)
- limunska kiselina u mlijeku (gravimetrijski)
- spektrofotometrijska metoda za mliječnu kiselinu
- suha tvar (3 metode)
- određivanje pepela
- određivanje dušika (Kjeldahl)
- određivanje proteina (vezivanjem boja i IR-spektroskopijom)
- određivanje kazeina
- utvrđivanje albumina
- određivanje protein-reducirajućih tvari u mlijeku (spektrofotometrijski)
- određivanje laktoze (polarimetrijski, enzimskom metodom, gravimetrijski i IR-metodom)
- određivanje masti (Roese-Gottlieb, Babcock-automatizirano, automatiziranom turbidimetrijskom metodom u dvije varijante)
- određivanje masti, laktoze i proteina pomoću infracrvene spektroskopske metode
- određivanje vode dodane mlijeku (metoda Cu-serum, kriokopskom metodom u modifikaciji po Hortvetu, termistorski, refraktometrijski, VPO-metodom)

- utvrđivanje želatine u mlijeku i mliječnim proizvodima
- određivanje konzervansa
- određivanje dodanih boja
- utvrđivanje sedimenta (5 metoda)
- fosfataza (rezidualna) u mlijeku
- beta-laktam antibiotici u mlijeku (primjena za razine  $\geq 0,01$  IJ penicilina G (ml ili  $\beta$ -lactam ekvivalent) (5 metoda)

Metode za analizu *vrhnja* obuhvaćaju:

- sakupljanje uzoraka
- pripremu uzoraka
- određivanje mliječne kiseline
- masne kiseline (netopive u vodi)
- određivanje hlapivih kiselina
- određivanje suhe tvari
- određivanje dodane vode
- određivanje pepela
- određivanje dušika
- određivanje laktoze
- određivanje masti (Babcock metoda)

Za određivanje želatine, konzervansa, dodane boje i rezidualne fosfataze koriste se metode kao i za mlijeko.

Za analizu *evaporiranog* (nezaslađenog) i *kondenziranog* (zaslađenog) mlijeka navedene metode obuhvaćaju:

- pripremu uzoraka
- određivanje mliječne kiseline
- određivanje suhe tvari
- određivanje pepela
- određivanje masti
- određivanje ukupnog dušika i proteina
- određivanje kazeina i albumina
- određivanja laktoze
- određivanje saharoze
- određivanje želatine, konzervansa i aditiva

Metode analiza *mlijeka u prahu* i *bezasnog mlijeka u prahu* su slijedeće:

- uzorkovanje mlijeka u prahu
- određivanje vlage
- određivanje proteina
- određivanje pepela
- određivanje kiselosti pepela
- određivanje masti
- određivanje limunske kiseline
- određivanje mliječne kiseline
- određivanje N-nitrozodimetilamina u bezmasnom mlijeku u prahu

Za analizu *maslaca* navode se u priručniku slijedeće metode:

- postupak pripreme uzorka za analizu
- metoda određivanja vode
- određivanje masti (direktna metoda)
- određivanje kazeina, pepela i soli (NaCl)
- analize masti: kiselinska vrijednost
  - indeks refrakcije
  - kritična temperatura otapanja ulja
  - aditivi
  - masne kiseline (netopive u vodi) } gravimetrijski
  - maslačna kiselina } kromatografski
  - mliječna kiselina
- hlapive kiseline
- konzervansi
- mikroskopska analiza
- rezidualna fosfataza

Za analizu *sira* postoje slijedeće metode:

- priprema uzorka za analizu
- određivanja vode (sušenjem u vakuum sušioniku, alternativno (brza metoda) sušenjem na 130 °C ili destilacijom s otapalima (n-amil alkohol i ksilen) metoda mikrovalnom sušnicom
- pepeo (gravimetrijski)
- kloridi (potencijometrijski)
- dušik (Kjeldahl)
- određivanje titana u siru (spektrofotometrijski)
- kiselost (titrimetrijski)
- određivanje aditiva
- nitrati i nitriti u siru (modificirana Jones redukcijaska metoda)
- mast (FAO/WHO metoda)
- limunska kiselina u siru (kolorimetrijska IDF-ISO-AOAC metoda, gravimetrijska metoda)
- laktoza u siru
- gume u mekanom siru
- želatina u topljenom siru
- rezidualna fosfataza (metoda se izvodi posebno za pojedine vrste sira i sira različite starosti)
- fosfataza (rezidualna) u siru (kvalitativna metoda)

Metode analize *sladoleda*

- za jedinice volumena (dvije verzije metoda)
- priprema uzoraka za analizu (gravimetrijska)
- proteini (Kjeldahl)
- mast (Roese-Gottlieb metoda)
- mliječna kiselina
- gume u sladoledu (IR-spektroskopska metoda)

- alginati u čokoladiranim smrznutim desertima
- želatina u sladoledu i smrznutim desertima
- dodane boje
- fosfataza (rezidualna)

### Zaključci

Svrha je analitičke sekcije udruženja mljekarskih stručnjaka da izabire, razrađuje i predlaže analitičke metode za kontrolu kvalitete mlijeka i mliječnih proizvoda.

Načini rada sekcije treba da obuhvate:

1. Izbor komisije stručnjaka koji će obraditi određenu metodu;
2. Izbor laboratorija koji će prema potrebi razraditi postupak metode koristeći reducirani faktorski plan, utvrditi značajnost pojedinih analitičkih zahvata u provođenju metode;
3. Nakon uspješno razrađene metode (ukoliko se vrši neka modifikacija poznate međunarodne metode) treba organizirati interlaboratorijsko ispitivanje za utvrđivanje preciznosti metode;
4. Proverene (interlaboratorijskim postupkom) metode dostavljaju se saveznom Zavodu za standardizaciju radi objavljivanja kao privremeni, odnosno kao obavezni standard;
5. Rezultate svake pojedine etape razvoja metode prethodno treba prodiskutirati na sastanku analitičke sekcije, a zaključke eventualno objaviti u časopisu »Mljekarstvo«.

### Literatura

FILAJDIĆ, M., RITZ, M., VOJNOVIĆ, V. (1988): *Mljekarstvo*, 39, 295.

MAŠEK, Z. (1982): *Mljekarstvo*, 32, 276.

Official Methods of Analysis of the Association of Official Analytical Chemists, 14<sup>th</sup> ed., Arlington, (1984).

Pravilnik o metodama uzimanja uzoraka te metodama kemijskih i fizikalnih analiza mlijeka i mliječnih proizvoda, Sl. list SFRJ, br. 32, 1983.

Pravilnik o metrološkim uslovima za laktodenzimetre, Sl. list SFRJ, br. 50, 1986.

Pravilnik o metodama obavljanja mikrobioloških analiza i superanaliza živežnih namirnica, Sl. list SFRJ, br. 25, 1980.

Pravilnik o uvjetima u pogledu mikrobiološke ispravnosti kojima moraju udovoljavati živežne namirnice u prometu, Sl. list SFRJ, br. 45, 1983. sa izmjenama u Sl. listu SFRJ, br. 43. 1989.