

STANDARDIZACIJA KONTROLNIH METODA KOD ANALIZE MLIJEKA I MLJEČNIH PROIZVODA

Tatjana SLANOVEC

Institut za mlekarnstvo, Biotehniška fakulteta Ljubljana

Iz prakse, bilo iz mljekarskih poĝona, bilo iz privrednih organizacija, koje se bave proizvodnjom mleka, sve se češće pojavljuju zahtjevi za usklađenje i legalizaciju jedinstvenih analitičkih postupaka, jer često dolazi do razmimoilaženja u rezultatima, a s time i do materijalnih nesuglasica, jer se na osnovu analitički određene kvalitete mlijeka formira njegova cijena. Zbog aktuelnosti problema bila je tematika uključena u programe IX Seminara za mljekarsku industriju (Prehrambeno-tehnološki institut Zagreb, veljača 1971.) i III Simpozija Savremena proizvodnja i prerada mlijeka (Biotehniška fakulteta, RPR, Institut za mlekarnstvo, Bled, travanj 1971.). U »Mljekarstvu« bili su u posljednjim godinama objavljeni materijali (Jovanović, Markeš, Mašek, Zonji), koji kritički ukazuju na probleme bilo sa stanovišta izbora analitičkih postupaka, bilo u vezi sa zahtjevima naših Pravilnika ili u odnosu na plaćanje mlijeka. Kako započeta diskusija ne bi zamrla odlučili smo, da preko stručnog mljekarskog lista ponovo prikažemo kompleksnu problematiku, a uzastopno i rezultate dosadašnjeg rada s tog područja, u našem institutu.

Nastojanja, da se standardiziraju postupci za analize (od uzimanja i pripreme uzorka do metodike, reagenata, pribora i opreme) mlijeka i mlječnih proizvoda, datiraju otprilike 20 godina unazad. Veliki diapazon mlječnih proizvoda, sve stroži zahtjevi u pogledu kvalitete, ocjenjivanja i klasifikacija na osnovu brojnijih analitičkih podataka, mnoštvo analitičkih postupaka, različiti pribor; oprema, itd., traže sistematsko rješenje. Ovaj zahtjev nije se pojavio samo unutar pojedinih zemalja, već zbog sve veće međunarodne saradnje (istraživanja, međunarodna trgovina) i u međunarodnim razmjerima.

Poznato je, da možemo doći do određenog analitičkog rezultata primjenom različitih analitičkih postupaka-metoda, a rezultati se mogu vrlo dobro slađati ili biti čak identični, iako to ne mora biti uvijek slučaj. Postoje različite izvedbe i rezultati istog postupka npr. titraciono određivanje kislosti mlijeka, dok s druge strane i modifikacije iste metode npr. Soxhlet-Henkel. U prednjem primjeru rezultati pružaju podatke za istu traženu vrijednost (kiselinu), ali se apsolutni rezultati analiza međusobno bitno razlikuju. Navedeno iziskuje naznaku postupka-metode, kojom se do rezultata došlo, kako bi ovi bili usporedivi. Referencijske metode daju egzaktne rezultate, ali su obično komplicirane, iziskuju dosta vremena, opreme i sredstava, pa stoga nisu uvijek upotrebljive za praksu. Rad istraživača bio je, a i danas je, zbog toga usmjeren na pronalaženje rutinskih postupaka, čiji rezultati ne bi bitno odstupali od rezultata referencijskih metoda. Pojavljuju se nove i nove metode, koje povlače za sobom modernije aparature, ili se pojavljuju nove metode slijedeći razvoj tehnike i novih mogućnosti koje im ova pruža. Njihov cilj je olakšati rutinski rad kod velikog broja analiza. Kao primjer može poslužiti Milko-Tester (mast), Prot-O-Mat (bjelančevine), IRMA (mast, bjelančevine, laktoza), AbFex (Röse-Gottlieb, Schmid-Bondzynski) i druge, koje traže mjesta u standardizaciji.

Referat sa IX seminara za mljekarsku industriju, veljača 1971, Tehnološki fakultet, Zagreb

Svaki rezultat bilo koje analize ima određenu granicu tačnosti, koju uvjetuje sama metoda, a i njezino izvođenje. To je zapravo točnost, koju može postići analitičar kod izvođenja paralelnih pokusa. Svaka faza rada može biti izvor greške, dok može doći do širih odstupanja, ako određenu analizu izvode različite osobe. Kod normalnog izvođenja analize predstavlja glavni izvor grešaka neizjednačenost uzorka, upotreba nebaždarenog (ili različitog) pribora i kvaliteta reagenata.

Kao primjer neka posluže butirometri. Do značajnih grešaka u rezultatu može doći radi razlika u njihovom volumenu. Kay (1967) navodi podatke za Van Gulikove butirometre (0—40%), njemačke i holandske proizvodnje (razlika u volumenu 0.12 ml). Iz njegovih podataka vidi se, da se s njemačkim butirometrima utvrđuje kod 10% masti u siru za 0.36% veća vrijednost, dok kod 40% masti čak za 0.70% viša vrijednost, nego s holandskim butirometrima istog tipa.

Potreba za baždarenje i standardizaciju opreme očita je. U internacionalnim razmjerima bavi se navedenom problematikom ISO (International Organisation for Standardisation), dok u pojedinim zemljama nacionalni komiteti (npr. British Standard Institution, Deutsche Normenausschuss, Government Dairy Station, Leyden, Jugoslavenski zavod za standardizaciju, itd.) u skladu s pobudama navedene internacionalne organizacije.

I kemikalije ili iz njih pripremljeni reagenti mogu bitno utjecati na rezultat analize. Kao prvo, nisu sve kemikalije označene sa p. a. i upotrebljive za analitiku u mljekarstvu, a drugo, mnogo toga zavisi o samom postupku pripreme reagenta. Iz iskustva može se reći, da ni svi reagenti, pripremljeni za tržište u specializiranim tvornicama, nisu uvijek besprijekorni. U standardizaciji moraju dakle biti obuhvaćene i kemikalije.

Spomenuta problematika je obimna. Poznavajući našu praksu, može se tvrditi, da o standardizaciji kod nas ne možemo govoriti. Neke metode su propisane u vezi s Pravilnicima, druge nisu, pa svaki laboratorij izabire onu, koja mu u datim prilikama najviše odgovara. U vezi s priborom može poslužiti najjednostavniji primjer Gerberove metode za određivanje masti u mlijeku. Upotrebljavaju se butirometri najmanje 4 proizvođača (Gerber-original, INCO, mađarski, domaći itd.), pipete od 11 i/ili 10.75 ml; ni butirometri ni pipete obično nisu baždarene, dok je kvaliteta sumporne kiseline i amil alkohola isto tako varijabilna. S jedne strane ne može se govoriti o komparativnim rezultatima, dok s druge takva osnova nije baš najbolja za saradnju s međunarodnom ISO komisijom, kojoj se naša zemlja priključila god. 1969.

Međunarodna trgovina mlječnim namirnicama traži zaštitu potrošača na jednoj strani, dok s druge strane bazira cijenu proizvoda i na analitički utvrđenoj kvaliteti. U oba slučaja potrebna je egzaktna metodika analiza, što uvjetuje egzaktno rezultate, koji opet moraju biti komparativni, bez obzira na laboratorij, odnosno zemlju u kojoj su analize vršene. Kako je tehnički razvitak u različitim zemljama različit, postoje i razlike u laboratorijskoj tehnici, koje dovode do različitih metoda, odnosno do razlika u rezultatima. Bilo je zbog toga neophodno, da se u različitim zemljama upotrebljavane metode usklade i uvedu pod zajedničkom oznakom. Ovaj zadatak uzela je na sebe Međunarodna

mljekarska federacija (IDF), koja je osnovana već god. 1903., ali se navedenom problematikom u okviru svojih potkomisija, počela baviti intenzivnije tek god. 1954. Uz saradnju sa FAO, WHO, ISO i nacionalnim komitetima, koji uključuju priznate stručnjake svih grana mljekarstva (fizika, kemija, mikrobiologija itd.), institucije i industriju pribora i opreme, te uz točno određeni tehničko-administrativni postupak, do god. 1966., ova je organizacija razradila 32 metode u obliku internacionalnih standarda. Sakupljeni su u FAO/WHO Zakoniku (Code of Principles). Iz FAO dokumentacije (1966, 1968, 1969) uočljivo je, da je god. 1969. uključeno u Alimentarius Commission, 65 zemalja, među njima i SFRJ. Svaka članica može se u odnosu na propise u svojoj zemlji, ili odmah, ili u određenom pripremnom roku opredijeliti za određeni internacionalni standard, ili se saglasiti s njime uz određene, dokumentirane i sa strane FAO potvrđene promjene ili dopune. Čim daje članica svoju saglasnost obavezna je, da se u cjelini pridržava odnosnog kodeksa. Način rada u vezi s pripremom, izradom i usvajanjem kodeksa osigurava u datom momentu najbolja rješenja, ali se ova ne smatraju kao konačna i moraju se s razvojem nauke i tehnike stalno upotpunjavati.

Zadaci nacionalnih komiteta pojedinih zemalja su ovi: uvođenje postojećih referencijskih metoda, njihovo prilagođavanje tehničkom razvoju, sugeriranje eventualnih poboljšanja internacionalnoj organizaciji, kritičko ispitivanje upotrebljivosti novih metoda, prije uvođenja u praksu i stalno dopunjavanje analitičkih norma, koje bi trebale biti obavezne za sve laboratorije u zemlji. Nacionalni komiteti obično nastoje, da su njihovi nacionalni standardi usklađeni s internacionalnim kodeksom. Ukoliko to nije slučaj, mogu biti obavezni unutar zemlje, dok se u međunarodnoj praksi ne mogu primjenjivati.

Jugoslavija se dosta kasno uključila u navedenu komisiju ISO. Ne može se reći, da se nije razmišljalo o potrebi standardizacije analitičkih metoda, ali konkretni rad se odvija suviše sporo. Prvo što bi se moglo preporučiti je izbor za našu praksu odgovarajućih metoda analiza i izrada odgovarajućih nacionalnih standarda, obaveznih za cijelu SFRJ. Kod toga je nužan oslonac na već usvojene internacionalne norme i praćenje razvoja u svijetu, kako bi i naši standardi uključili najnovije, najbolje, a uz to i ekonomski opravdane metode. Svakako će kod toga odlučujuću ulogu imati naša nacionalna komisija. Kod sadašnjeg stanja bilo bi, po našem mišljenju, potrebno po uhodanom tehničko-administrativnom principu navedenih internacionalnih tijela:

— aktivirati sve institucije i stručnjake u zemlji, koji se bave naznačenom problematikom;

— osigurati suradnju domaće industrije pribora, odnosno propisima obavezati uvoznike, kako bi naši laboratoriji mogli nabavljati normirani pribor i aparate;

— potrebna bi bila aktivna saradnja sa FAO/ISO komisijom u smislu prihvaćanja za nas interesantnih standarda;

— i na kraju, bilo bi potrebno obezbijediti sredstva svim onim naučno-istraživačkim organizacijama, koje bi bile u stanju raditi na osnovnim problemima, kako bi se mogli aktivno i s konkretnim prijedlozima uklopiti u rad komisije FAO/IDF/ISO.

Smatrajući, da je osnova za rasčišćavanje problema, kritička analiza pojedinih metoda, počeli smo na našem institutu sa sistematskim radom na toj problematici, a uz pomoć sredstava Jugoslavenskog poljoprivredno-šumarskog

centra iz Beograda. U razmatranje je do sada uzeto određivanje masti, bjelančevina, kiselosti i reduktazna proba mlijeka. Kod izbora postupaka uzimamo u obzir internacionalne referencijske metode, njemačke standarde te analize, koje vršimo danas u zemlji. Cilj je izbor jednostavnih, praktičnih, brzih i ekonomski opravdanih metoda, koje daju s obzirom na referencijsku metodu odgovarajuće rezultate i koje bi se moglo preporučiti kao rutinske metode za praksu. Naš rad neka bi bio doprinos i dopuna rada ostalih istraživačkih institucija u zemlji i neka sa svoje strane podupre nastojanja za uvođenjem jedinstvenih standarda.

Literatura:

- FAO/WHO — Code of Principles Concerning Milk and Milk Products 1966, 1968, 1969.
FAO/WHO — Codex Alimentarius Commission Report, 1969.
Jovanović V. L., (1969.): Problem snabdevanja mlekarske industrije kvalitetnom sirovinom Mljekarstvo, 1, 11—20.
Kay H., (1967.): Untersuchungen zur butyrometrischen Fettbestimmung in Käse, Deutsche Molkerei Ztg., 88, 49, 1922—1944.
Markeš, M. (1969.): Kvaliteta sirovog mlijeka u vezi s propisima o minimalnim otkupnim cijenama, Mljekarstvo, 10, 237—241.
Markeš, M. (1968.): Otkup, otkupna cijena i premije za mlijeko u razdoblju I—IX 1968. Mljekarstvo, 11, 248—253.
Mašek, Z. (1970.): Pokazatelji svježine sirovog mlijeka, Mljekarstvo, 7, 159—164.
Zonji, Z. (1968.): Neka razmatranja u vezi reduktazne probe, Mljekarstvo, 11, 254—257.

UTICAJ PROMENA SASTOJAKA NA KVALITET MLEKA

Dušica PETROVIĆ

Poljoprivredni fakultet, Zemun

Po svome sastavu mleko predstavlja jedan kompleksan fizičko-hemijski sistem u kome se sastojci mleka nalaze u određenoj ravnoteži. Svaka promena pojedinih sastojaka mleka utiče na određeni način na kvalitet, njegovu tehnološku i prehrambenu vrednost.

Kvalitet mleka može da se tretira s različitih aspekata: sa tehnološkog stanovišta, organoleptičkih svojstava i mikrobiološke vrednosti. Tehnološka vrednost i organoleptička svojstva kvaliteta neposredno su vezana za hemijski sastav.

Ističući značaj odnosa pojedinih sastojaka u mleku ne smemo zanemariti potrebu izbora sirovine u pogledu njegove mikrobiološke ispravnosti, jer je ona u suprotnom ozbiljna mana i najčešći uzrok promena pojedinih sastojaka u mleku. Naročito pri slobodnom razviću mikroorganizama u mleku, transformišu se pojedini sastojci kao: mlečni šećer, belančevine i masti i nastaju sasvim nova jedinjenja, koja mogu promeniti hemijske, fizičke i organoleptičke osobine mleka.

Kada se govori o kvalitetu mleka u nas, obično se može uočiti jedna ne baš povoljna pojava, da se ono dobiva i u lošijim higijenskim uslovima. Prebregava se mogućnost da se u takvim uslovima na mleku dešavaju promene u smislu pogoršanja kvaliteta. Ustanovljeno je da su ove promene na mleku najčešće posledica aktivnosti mikroorganizama i njihovih fermentata, kao i fermentata endogenog porekla. U vezi sa tim, dolazi do izmena sastojaka mleka.

Referat sa IX seminara za mlekarsku industriju, veljača 1971, Tehnološki fakultet, Zagreb