

Приложение 4. Взятие и подготовка проб для проверки точности анализатора молока, осуществление коррекций и рекалибровка.

1. Необходимые консумативы и приборы:

- дистиллированная вода;
- не менее трех проб молока с известными стоимостями содержания жира, СОМО, белка, плотности, лактозы, солей;
- согревающий водяной банник;
- охлаждающий водяной банник или камера.

2. Общие положения

Взятие и сохранение проб сырого, термическим образом обработанного молока и его производных (сливки, сыворотка, пахта и др.) с целью проверки точности анализатора молока, осуществления коррекций и рекалибровки, делается при соблюдении следующих требований:

- Пробы надо брать из однородных партий, соблюдая все правила по п. 4.1.;
- Объемное количество проб должно быть достаточно для проделки не менее 5 измерений каждой из проб или не менее 0.5 литров;
- Пробы должны отвечать стандартным органолептическим, физикохимическим и микробиологическим требованиям, быть чистыми, без примесей, без добавления очищающих и других несвойственных веществ и не быть фальсифицированными;
- Проб с общей титруемой кислотностью превышающей 17 °Т, использовать нельзя!
- Сосуды, в которые ставятся пробы, должны быть чистыми, сухими, из стекла, металла или другого подходящего материала, закрываться плотно резиновыми или другими затычками. Затычки должны не впитывать воды и жиров и не влиять на состав проб, предназначенных для анализа.

До начала анализа пробы сохраняются при условиях, обеспечивающих сохранение их состава и свойств (желательно при низкой температуре - 1 - 3 °С). Для более продолжительного сохранения проб прибегают к добавлению консерванта, как указано в п. 9.1.1, вслед за которым пробу надо хорошо размешать.

3. Репрезентативность проб

Пробы должны быть представительными для данного типа молока. Изменение анализируемых показателей в пробах должно по возможности охватывать весь диапазон измерения – т.е.

использованные пробы должны быть низкого, среднего и высокого содержания анализируемых компонентов.

Примерные стоимости, которые рекомендуются:

Коровье молоко

Показатель	Низкая стоимость	Высокая стоимость
% содержание жира	2,00	6,00
% содержание СОМО	8,00	9,00

Процентное содержание лактозы (4,0-5,5; в среднем - 4,7), протеина (2,00-4,00; в среднем - 3,3) и мин. веществ (0,7-0,8) пропорционально содержанию СОМО. При подготовке проб эти показатели меняются в тесных границах.

Овечье молоко

Показатель	Низкая стоимость	Высокая стоимость
% содержание жира	5,50	10,00
% содержание СОМО	9,00	11,50

Процентное содержание лактозы (в среднем - 4,6), протеина (в среднем - 5,8) и мин. веществ (в среднем - 1,0) пропорционально содержанию СОМО. При подготовке проб эти показатели меняются в тесных границах.

Буйволинное молоко

Показатель	Низкая стоимость	Высокая стоимость
% содержание жира	5,50	10,50
% содержание СОМО	9,00	11,00

Процентное содержание лактозы (в среднем - 4,7), протеина (в среднем - 4,3) и мин. веществ (в среднем - 0,8) пропорционально содержанию СОМО. При подготовке проб эти показатели меняются в тесных границах.

Козье молоко

Показатель	Низкая стоимость	Высокая стоимость
% содержание жира	2,00	6,00
% содержание СОМО	8,00	10,00

Процентное содержание лактозы (в среднем - 4,6), протеина (в среднем - 3,7) и мин. веществ (в среднем - 0,8) пропорционально содержанию СОМО. При подготовке проб эти показатели меняются в тесных границах.

Сливки

Показатель	Низкая стоимость	Высокая стоимость
% содержание жира	8,00	20,00
% содержание СОМО	2,50	5,00

Пробы сливок разряжаются дистиллированной водой. Степень разряжения - 2-3 раза, в зависимости от начального содержания жира в сливках.

Сыворотка

Показатель	Низкая стоимость	Высокая стоимость
% содержание жира	0,20	0,80
% содержание СОМО	5,00	7,50

Содержание жира и СОМО в сыворотке зависит от типа производимого молочного продукта, от которого она получается.

4. Подготовка проб

Молоко – сырое и термическим образом третированное

Как проба сырого молока со средним содержанием анализируемых компонентов, желательно чтобы использовалось сборное молоко, взятое от не менее десяти животных наиболее распространенной в районе использования анализатора породы.

Пробы с пониженным и с высоким содержанием анализируемых компонентов готовятся следующим способом:

Наличное пресное или термически обработанное молоко наливается в делительную воронку, которая оставляется в холодильнике при температуре $+4 \div +6$ °C не менее чем за 12 часов, с тем чтобы произошло расслоение. Для большего расслоения необходимо выждать больше времени.

Нижний слой отслоившегося молока вытачивается в отдельный сосуд, размешивается хорошо при помощи переливания и нагревается на водяном баннике до 40° C.

Верхний слой выливается в другой сосуд.

При помощи сертифицированных методик определяется плотность и концентрация анализируемых компонентов, таких как жирность, белок, СОМО, лактоза, соли.



Точность анализатора зависит единственным образом от точности химического анализа компонентов в пробах и от нормальной кислотности проб во время калибровки!

Желательно чтобы первая проба коровьего молока низкого содержания жира содержала около: 1.8-2% ЖИРА; 8.7-9% СОМО; 3,3-3,5 % БЕЛКА; 4,8-4,9% ЛАКТОЗЫ; 0,75 СУХОГО ВЕЩЕСТВА; 1030-1033 кг/м³ ПЛОТНОСТИ.

Желательно чтобы вторая проба с повышенным содержание жирности содержала: 5-5,5% ЖИРА; 8.4-8,79% СОМО; 3,1-3,2% БЕЛКА; 4,6-4,7% ЛАКТОЗЫ; 0,7 СУХОГО ВЕЩЕСТВА; 1028-1029 кг/м³ ПЛОТНОСТИ.

Пробы с промежуточными стоимостями отдельных параметров получаются при смешении двух крайних проб в определенных пропорциях.

Консервируйте пробы по вышеописанному способу с целью их долговременного сохранения.

При использовании проб, сохраняемых на короткое время, молоко предварительно переливается несколько раз из одного сосуда в другой для равномерного распределения молочных компонентов, причем надо действовать осторожно с тем чтобы в пробе не образовалась пена.

При продолжительном сохранении проб желательно их медленно нагреть до 35-45 °С, внимательно качая. В то же время если есть прилипнувшие сливки, они устраняются со стен сосуда. Проба переливается несколько раз и охлаждается (рекомендуется до 20 °С).



Если проба содержит отделившийся сжиженный жир или наблюдаются белые, неправильно оформленные частички, прилипнувшие к стенкам сосуда, пробу использовать нельзя.

Пахта и сыворотка

Пробы размешиваются при помощи нескольких переливаний из одного сосуда в другой. В случае необходимости делается постепенное нагревание с размешиванием и последующим охлаждением.

Сливки

Проба обязательно нагревается медленно до 35 – 40 °С в водяном баннике, причем она размешивается внимательно до полного рассеивания жира и гомогенизирования пробы. Из гомогенизированных сливок готовится проба для анализа при помощи разряжения дистиллированной водой в степени достаточной для достижения параметров, входящих в диапазон измерения аппарата.

5. Рекомендуемая схема для самостоятельного определения содержания параметров разных партий молока и его производных

При невозможности пользоваться услугами аккредитованных лабораторий и вышеуказанных анализаторов молока, мы рекомендуем Вам придерживаться к следующей схеме определения содержания разных параметров качества молока и его производных:

Для коровьего молока (цельное молоко, молоко с низким содержанием жира, снятое молоко и УНТ):

Определение содержания жира – по методу Гербера, описанного в Методиках п. 9.4.3.4.

Определение плотности – с использованием ареометра, описано в Методиках п. 9.4.3.3.

Определение содержания СОМО – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.1.Б

Определение содержания лактозы – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.2.А

Определение содержания минеральных солей – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.3.А

Определение содержания общего белка – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.4.А

Пример: Определение качественных показателей двух проб коровьего молока (с низким и высоким содержанием жира), полученных и подготовленных согласно п. 9.1.2.3.1 и п. 9.1.2.4.1.

Сперва - определяем содержание жира в пробах по методу Гербера (т. 9.3.3.2.)

Допускаем, что за первую пробу получаем 2,0 %М, а за вторую – 5,9 %М.

Во вторых – определяем плотность молока при помощи ареометра (п.9.3.3.1)

Допускаем, что за первую пробу получаем 1,0316 , а за вторую – 1,0274

Во третьих – вычисляем содержание СОМО, используя формулу (п. 3.2.3.1.Б)

$$СБО = \frac{0,075 * 2,0 + 100 - 100 / 1,0316}{0,378} = 8,50\%$$

$$СБО = \frac{0,075 * 5,9 + 100 - 100 / 1,0274}{0,378} = 8,23\%$$

В четвертых – определяем содержание лактозы по формуле (9.3.2.3.2.А)

Лакт. = СОМО * 0,55 = 8.50 * 0.55 = 4.67 %

Лакт. = СОМО * 0,55 = 8.23 * 0.55 = 4.53 %

В пятых – определяем содержание мин. солей по формуле (т.3.2.3.3.А)

$$\text{Мин.соли.} = \text{СОМО} * 0,083 = 8.50 * 0.083 = 0.71 \%$$

$$\text{Мин.соли.} = \text{СОМО} * 0,083 = 8.23 * 0.083 = 0.68 \%$$

В шестых – определяем содержание общего белка по формуле (т.3.2.3.4.А).

$$\text{Белок} = \text{СОМО} * 0,367 = 8.50 * 0.367 = 3.12 \%$$

$$\text{Белок} = \text{СОМО} * 0,367 = 8.23 * 0.367 = 3.02 \%$$

Итак, при калибровке анализатора молока будем использовать молочные пробы со следующими параметрами:

	<u>I проба</u> (низкое содержание Ж)	<u>II проба</u> (высокое содержание Ж)
молочный жир	2,00	5,90
СОМО	8,50	8,23
плотность	1,0316	1,0274
лактоза	4,67	4,53
мин. соли	0,71	0,68
общий белок	3,12	3,02

Для овечьего молока

Определение содержания жира – по методу Гербера, описано в Методиках п. 9.4.3.4.

Определение плотности – с использование ареометра, описанного в Методиках п. 9.4.3.3.

Определение содержания СОМО – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.1.Б

Определение содержания лактозы – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.2.Б

Определение содержания минеральных солей – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.3.Б

Определение содержания общего белка – при помощи формулы – п. 9.3.2.3.4.Б

Пример: Определение качественных показателей двух проб овечьего молока (низкого и высокого содержания жира), полученных и подготовленных согласно п. 2.3.2 и п. 2.4.1.

Во первых - определяем содержание жира в пробах по методу Гербера (п.3.2.)

Допускаем, что за первую пробу получаем 5,6 %Ж, а за вторую – 9,8 %Ж.

Во вторых – определяем плотность молока при помощи ареометра (п.3.1)

Допускаем, что за первую пробу получаем 1,0352 , а за вторую – 1,0300

Во третьих – вычисляем содержание СОМО, пользуясь формулой (п.3.2.3.1.Б)

$$СБО = \frac{0,075 * 5,6 + 100 - 100 / 1,0352}{0,378} = 10,11\%$$

$$СБО = \frac{0,075 * 9,8 + 100 - 100 / 1,0300}{0,378} = 9,65\%$$

В четвертых – определяем содержание лактозы по формуле (п.3.2.3.2.Б)

Лакт. = СОМО * 0,45 = 10,11 * 0.45 = 4.55 %

Лакт. = СОМО * 0,45 = 9,65 * 0.45 = 4.34 %

В пятых – определяем содержание мин. солей по формуле (п.3.2.3.3.Б)

Мин.соли. = СОМО * 0,075 = 10,11 * 0.075 = 0.76 %

Мин.соли. = СОМО * 0,075 = 9,65 * 0.075 = 0.72 %

В шестых – определяем содержание общего белка по формуле (п.3.2.3.4.Б)

Белок = СОМО * 0,475 = 10,11 * 0.475 = 4,80 %

Белок = СОМО * 0,475 = 9,65 * 0.475 = 4,58 %

Итак, при калибровке анализатора молока будем использовать молочные пробы со следующими показателями:

	<u>I проба</u> (низкое содержание Ж)	<u>II проба</u> (высокое содержание Ж)
молочный жир	5,60	9,80
СОМО	10,11	9,65
плотность	1,0352	1,0300
лактоза	4,55	4,34
мин. соли	0,76	0,72
общий белок	4,80	4,58

Для сыворотки, пахты и сливок

Определение содержания жира – по методу Гербера, описанного в Методиках п. 9.4.3.4.

Определение плотности – при помощи ареометра, описано в Методиках п. 9.4.3.3.

Определение содержания СОМО – определение сухого вещества при помощи сушки - п. 3.3. и применения формулы – п. 3.2.3.1.А