

BUNDESGESETZBLATT

FÜR DIE REPUBLIK ÖSTERREICH

Jahrgang 1997

Ausgegeben am 15. Mai 1997

Teil II

129. Verordnung: Kondensmilch- und Milchpulverarten
[CELEX-Nr.: 376L0118, 378L0630, 383L0635, 379L1067, 387L0524]

129. Verordnung der Bundesministerin für Frauenangelegenheiten und Verbraucherschutz über Kondensmilch- und Milchpulverarten

Auf Grund der §§ 10 Abs. 1, 19 Abs. 1 und 42 Abs. 4 des Lebensmittelgesetzes 1975, zuletzt geändert durch das Bundesgesetz BGBl. I Nr. 21/1997, wird – hinsichtlich der §§ 10 und 11 im Einvernehmen mit dem Bundesminister für wirtschaftliche Angelegenheiten – verordnet:

Allgemeine Bestimmungen

§ 1. (1) Diese Verordnung ist auf Kondensmilch- und Milchpulverarten anzuwenden.

(2) Diese Verordnung gilt nicht für diätetische Lebensmittel einschließlich Säuglings- und Kleinkindernahrung.

§ 2. Gemäß dieser Verordnung ist

1. „**eingedickte Milch**“ das flüssige Erzeugnis, das unmittelbar durch teilweisen Wasserentzug aus Milch, aus ganz oder teilweise entrahmter Milch oder einer Mischung dieser Erzeugnisse, auch unter Zusatz von Rahm, Trockenmilch oder diesen beiden Erzeugnissen hergestellt wird, wobei der Zusatz von Trockenmilch 25% des Trockenmassenanteils im Enderzeugnis nicht überschreiten darf; darunter fallen

- a) ungezuckerte und
 - b) gezuckerte
- Kondensmilcharten;

2. „**Trockenmilch**“ das unmittelbar durch Wasserentzug aus Milch, aus entrahmter oder teilentrahmter Milch, aus Rahm oder aus einer Mischung dieser Erzeugnisse hergestellte feste Erzeugnis mit einem Gehalt an Restwasser von nicht mehr als 5% im Enderzeugnis; darunter fallen Milchpulverarten.

§ 3. Der Gehalt an Laktaten bei den Erzeugnissen gemäß § 1 Abs. 1 darf 300 mg in 100 g fettfreiem Trockenmassenanteil nicht überschreiten.

§ 4. Für die Erzeugnisse gemäß § 1 Abs. 1 sind die Bestimmungen der Richtlinie Nr. 95/2/EG des Europäischen Parlaments und Rates vom 20. Februar 1995 über andere Lebensmittelzusatzstoffe als Farbstoffe und Süßungsmittel, ABl. Nr. L 61/1 vom 18. März 1995, in der jeweils geltenden Fassung, anzuwenden.

§ 5. Die für den Letztverbraucher bestimmten Erzeugnisse gemäß § 1 Abs. 1 müssen vom Hersteller oder Abfüller in geschlossenen Behältnissen verpackt werden, die eine nachteilige Beeinflussung der Erzeugnisse ausschließen und an den Verbraucher in unbeschädigtem Zustand abgegeben werden müssen.

Bezeichnung und Beschreibung

§ 6. Ungezuckerte Kondensmilcharten gem. § 2 Z 1 lit. a haben je nach ihrer Sachbezeichnung folgenden Anforderungen zu entsprechen:

1. a) **Kondensmilch, ungezuckerte Kondensmilch oder kondensierte Vollmilch**

ist die eingedickte Milch mit einem Gehalt an Fett von mindestens 7,5% und an gesamter Milchtrockenmasse von mindestens 25%;

b) **Kondensmagermilch, ungezuckerte Kondensmagermilch, kondensierte Magermilch oder ungezuckerte kondensierte Magermilch**

ist die eingedickte Milch mit einem Gehalt an Fett von höchstens 1% und an gesamter Milchtrockenmasse von mindestens 20%;

- c) **teilentrahmte Kondensmilch oder ungezuckerte teilentrahmte Kondensmilch**
ist die eingedickte Milch mit einem Gehalt an Fett von mehr als 1 und weniger als 7,5% und an gesamter Milchtrockenmasse von mehr als 20%, wobei ausschließlich teilentrahmte Kondensmilch oder ungezuckerte teilentrahmte Kondensmilch mit einem Gehalt an Fett von 4 bis 4,5% und an gesamter Milchtrockenmasse von mindestens 24% unter dieser Bezeichnung im Einzelhandel verkauft werden darf;
- d) **Kondensmilch mit hohem Fettgehalt, ungezuckerte Kondensmilch mit hohem Fettgehalt, kondensiertes Kaffeeobers oder kondensierte Kaffeesahne**
ist die eingedickte Milch mit einem Fettgehalt von mindestens 15% und einem Anteil an gesamter Milchtrockenmasse von mindestens 26,5%;
2. Die unter Z 1 genannten Erzeugnisse sind zum Zwecke der Haltbarmachung zu sterilisieren.

§ 7. Gezuckerte Kondensmilcharten gemäß § 2 Z 1 lit. b haben je nach ihrer Sachbezeichnung folgenden Anforderungen zu entsprechen:

1. a) **gezuckerte Kondensmilch oder gezuckerte kondensierte Vollmilch**
ist die eingedickte Milch mit Zusatz von Saccharose (= Halbweißzucker, Weißzucker oder raffiniertem Weißzucker) und einem Gehalt an Fett von mindestens 8% und an gesamter Milchtrockenmasse von mindestens 28%, wobei ausschließlich gezuckerte Kondensmilch oder gezuckerte kondensierte Vollmilch mit Zusatz von Saccharose und einem Gehalt an Fett von mindestens 9% und an gesamter Milchtrockenmasse von 31% unter dieser Bezeichnung im Einzelhandel verkauft werden darf;
- b) **gezuckerte Kondensmagermilch oder gezuckerte kondensierte Magermilch**
ist die eingedickte Milch mit Zusatz von Saccharose und einem Gehalt an Fett von nicht mehr als 1% und an gesamter Milchtrockenmasse von nicht weniger als 24%;
- c) **gezuckerte teilentrahmte Kondensmilch oder gezuckerte teilentrahmte kondensierte Milch**
ist die eingedickte Milch mit Zusatz von Saccharose und einem Gehalt an Fett von mehr als 1 und weniger als 8% und an gesamter Milchtrockenmasse von mehr als 24%, wobei ausschließlich gezuckerte teilentrahmte Kondensmilch oder gezuckerte teilentrahmte kondensierte Milch mit Zusatz von Saccharose und einem Gehalt an Fett von 4 bis 4,5% und an gesamter Milchtrockenmasse von mindestens 28% unter dieser Bezeichnung im Einzelhandel verkauft werden darf;
2. Den unter Z 1 genannten Erzeugnissen ist zum Zwecke der Haltbarmachung Saccharose zuzusetzen.
3. Die Ausgangsprodukte für die unter Z 1 genannten Erzeugnisse müssen einer Wärmebehandlung unterzogen werden, die zumindest einer Pasteurisierung entspricht.
4. Bei der Herstellung von gezuckerten Kondensmilcharten ist der Zusatz von Laktose in einem Verhältnis von nicht mehr als 0,02% bezogen auf das Endprodukt zulässig.

§ 8. Milchpulverarten gemäß § 2 Z 2 haben je nach ihrer Sachbezeichnung folgenden Anforderungen zu entsprechen:

1. a) **Milchpulver oder Vollmilchpulver**
ist die Trockenmilch mit einem Gehalt an Fett von mindestens 26%;
- b) **Magermilchpulver**
ist die Trockenmilch mit einem Gehalt an Fett von höchstens 1,5%;
- c) **teilentrahmtes Milchpulver**
ist die Trockenmilch mit einem Gehalt an Fett von mehr als 1,5% und weniger als 26%;
- d) **Milchpulver mit hohem Fettgehalt, Rahmpulver oder Sahnepulver**
ist die Trockenmilch mit einem Gehalt an Fett von mindestens 42%.
2. Die Haltbarmachung der unter Z 1 genannten Erzeugnisse hat durch Wasserentzug zu erfolgen.
3. Die Ausgangsprodukte für die unter Z 1 genannten Erzeugnisse müssen einer Wärmebehandlung unterzogen werden, die zumindest einer Pasteurisierung entspricht.

Probenahme und Analysenmethoden

§ 9. (1) Die Probenahme für Kondensmilch- und Milchpulverarten hat gemäß den Bestimmungen des **Anhangs I** zu erfolgen.

(2) Für die Prüfung der Zusammensetzung von Kondensmilch- und Milchpulverarten, welche nach den im **Anhang II** angeführten Kriterien zu erfolgen hat, sind die im **Anhang III** beschriebenen Analysemethoden anzuwenden.

Kennzeichnung

§ 10. (1) Unbeschadet der Bestimmungen der Lebensmittelkennzeichnungsverordnung 1993 – LMKV, BGBI. Nr. 72/1993, in der jeweils geltenden Fassung, sind bei Abgabe an den Letztverbraucher auf den Verpackungen, Behältnissen oder Etiketten der Erzeugnisse gemäß § 1 Abs. 1 die folgenden Hinweise anzubringen:

1. die handelsübliche Sachbezeichnung gemäß den §§ 6 Z 1, 7 Z 1 und 8 Z 1;
2. die Nettofüllmenge dieser Erzeugnisse ausgedrückt in Masseneinheiten, die Nettofüllmenge der ungezuckerten Kondensmilcharten gemäß § 6 Z 1, die in anderen Behältnissen als in Metall-dosen bzw. Tuben abgefüllt sind, ausgedrückt in Masseneinheiten und Volumeneinheiten;
3. der Gehalt an Milchfett in Prozent des Enderzeugnisses außer bei den Erzeugnissen gemäß den §§ 6 Z 1 lit. b, 7 Z 1 lit. b und 8 Z 1 lit. b, sowie der Gehalt an fettfreier Milchtrockenmasse bei allen Kondensmilcharten;
4. bei allen Erzeugnissen Empfehlungen für die Verdünnung oder Rekonstitution;
 - a) bei allen Kondensmilcharten kann diese Angabe durch eine aufschlußreiche Information über die Verwendung des Erzeugnisses ersetzt werden, wenn dieses in unveränderter Form verwendet werden soll;
 - b) bei Milchpulverarten gemäß § 8 Z 1 lit. a, c und d außerdem der Fettgehalt des auf diese Weise verdünnten oder rekonstituierten Erzeugnisses;
5. die Angabe „ultrahocherhitzt“ oder „Ultrahocherhitzung“ bei ungezuckerten Kondensmilcharten gemäß § 6 Z 1, sofern diese Erzeugnisse einer solchen Behandlung unterworfen und aseptisch abgefüllt wurden;
6. die Angabe „sofort löslich“ in Verbindung mit der Sachbezeichnung bei Milchpulverarten gemäß § 8 Z 1 lit. a, c und d, bei denen es sich um ein sofort lösliches Erzeugnis (Instant) handelt.

(2) Die Angaben gemäß Abs. 1 Z 1 und 3 sind im gleichen Sichtfeld im Sinne des § 3 Abs. 2 LMKV anzubringen.

(3) Bei Erzeugnissen unter 20 g je Einheit mit einer äußeren Umhüllung braucht die erforderliche Kennzeichnung mit Ausnahme der Sachbezeichnung nur auf der äußeren Umhüllung vermerkt zu sein.

§ 11. (1) Bei Abgabe nicht für den Letztverbraucher bestimmter Erzeugnisse sind auf den Verpackungen, Behältnissen oder Etiketten der Erzeugnisse gemäß § 1 Abs. 1 die folgenden Hinweise gut sichtbar, deutlich lesbar, leicht verständlich und unverwischbar anzubringen:

1. die handelsübliche Sachbezeichnung gemäß §§ 6 Z 1, 7 Z 1 und 8 Z 1;
2. die Nettofüllmenge nach Kilogramm oder Gramm;
3. der Name (Firma oder Firmenschlagwort) und die Anschrift der erzeugenden oder verpackenden Unternehmung oder eines in einem Mitgliedstaat der Europäischen Union oder einem anderen Vertragsstaat des Abkommens über den Europäischen Wirtschaftsraum niedergelassenen Verkäufers;
4. das Ursprungsland bei ausländischen, nicht aus dem Europäischen Wirtschaftsraum eingeführten Produkten;
5. das Herstellungsdatum oder eine Angabe, die eine Feststellung des Loses ermöglicht.

(2) Die Angaben nach Abs. 1 Z 2 und 4 brauchen nur auf den die Waren begleitenden Geschäftspapieren aufzuscheinen.

Prammer

**METHODEN ZUR PROBENAHEME FÜR DIE CHEMISCHE ANALYSE VON BESTIMMTEN
SORTEN EINGEDICKTER MILCH UND TROCKENMILCH FÜR DIE MENSCHLICHE
ERNÄHRUNG**

I. ALLGEMEINE BESTIMMUNGEN

1. **Verwaltungsvorschriften**
 - 1.1. *Personal*

Die Probenahme soll von einer mit den in dem Mitgliedstaat geltenden Vorschriften qualifizierten und zugelassenen Person vorgenommen werden.
 - 1.2. *Verschließen und Kennzeichnen der Proben*

Jede offizielle Probe wird am Ort der Entnahme versiegelt und gemäß den Vorschriften des Mitgliedstaats gekennzeichnet.
 - 1.3. *Parallelproben*

Für die Analysen sind mindestens zwei gleiche Proben gleichzeitig zu entnehmen. Vorbehaltlich der noch auszuarbeitenden Gemeinschaftsbestimmungen hängt die Anzahl der zu entnehmenden Proben von den entsprechenden einzelstaatlichen Rechtsvorschriften der einzelnen Mitgliedstaaten ab.
Die Proben sind dem Laboratorium so bald wie möglich nach der Probenahme zuzusenden.
 - 1.4. *Protokoll*

Der Probe ist ein Entnahmebericht beizufügen, der gemäß den Rechtsvorschriften des Mitgliedstaates erstellt wird.
2. **Geräte für die Probenahme**

Eigenschaften

Alle Geräte müssen für die Probenahme geeignet sein und keine Veränderungen der Probe bewirken, die die Analysenergebnisse beeinflussen. Die Verwendung von Geräten aus rostfreiem Stahl wird empfohlen. Alle Oberflächen sollen glatt und frei von Kratzern und alle Ecken abgerundet sein.
Die Geräte für die Probenahmen müssen den Anforderungen genügen, die für jedes der zu prüfenden Erzeugnisse festgelegt sind.
3. **Probenbehälter**

Eigenschaften

Die Behälter und die Verschlüsse für die Proben sollen aus Werkstoffen bestehen und so gestaltet sein, daß die Probe angemessen gegen jede mögliche Veränderung geschützt ist, die das Ergebnis der nachfolgenden Analyse oder Untersuchungen beeinflussen kann. Zu den geeigneten Werkstoffen gehören Glas, einige Metalle und einige Kunststoffe. Der Behälter sollte vorzugsweise undurchsichtig sein. Wenn lichttransparente Behälter benutzt werden, sollen diese mit Inhalt an einem dunklen Ort aufbewahrt werden.
Die Behälter und die Verschlüsse müssen sauber und trocken sein. Die Form und das Fassungsvermögen der Behälter müssen den Anforderungen entsprechen, die für das zu prüfende Erzeugnis festgelegt sind.
Einweg-Kunststoffbehälter, Behälter aus mit Aluminiumfolie beschichtetem Kunststoff und geeignete Kunststoffbeutel mit entsprechenden Verschlüssen können benutzt werden.
Andere Behälter als Plastikbeutel müssen dicht verschlossen werden können, entweder mit einem geeigneten Stopfen oder durch Metall- oder Kunststoff-Schraubkappen, die erforderlichenfalls mit einer feuchtigkeitsdichten, unlöslichen, nichtabsorbierenden und fettresistenten Kunststoffbeschichtung ausgekleidet sind, so daß jede Beeinflussung des Geruches, des Geschmacks, der Eigenschaften oder der Zusammensetzung der Probe vermieden wird.
Werden Stopfen verwendet, so sollen diese aus nichtabsorbierendem, geruchlosen Material bestehen.
4. **Technik der Probenahme**

Der Probenbehälter soll unmittelbar nach der Probeentnahme verschlossen werden.

5. Aufbewahrung und Lagerung der Proben

Die Lagertemperatur vor dem Transport der Proben der verschiedenen Erzeugnisse soll 25 °C nicht überschreiten. Die Lagertemperatur soll so rasch wie möglich nach der Probenahme erreicht werden.

6. Beförderung der Proben

Die Proben sollen so rasch wie möglich nach der Probenahme (nach Möglichkeit innerhalb von 24 Stunden) zu dem Untersuchungslabor befördert werden. Während der Beförderung sind Vorsichtsmaßnahmen zu treffen, um eine Beeinträchtigung durch gasförmige Kontaminationen, direktes Sonnenlicht und Temperaturen von mehr als 25 °C zu vermeiden.

II. METHODE 1: ENTNAHME EINGEDICKTER MILCH**1. Anwendungsbereich**

Diese Methode ist zur Probenahme für die chemische Analyse folgender Milchsorten anzuwenden:

- Kondensmilch, ungezuckerte Kondensmilch oder kondensierte Vollmilch,
- Kondensmagermilch, ungezuckerte Kondensmagermilch, kondensierte Magermilch, ungezuckerte kondensierte Magermilch,
- teilentrahmte Kondensmilch oder ungezuckerte teilentrahmte Kondensmilch,
- Kondensmilch mit hohem Fettgehalt oder ungezuckerte Kondensmilch mit hohem Fettgehalt,
- gezuckerte Kondensmilch oder gezuckerte kondensierte Vollmilch,
- gezuckerte Kondensmagermilch oder gezuckerte kondensierte Magermilch,
- gezuckerte teilentrahmte Kondensmilch oder gezuckerte teilentrahmte kondensierte Milch.

2. Geräte**2.1. Allgemeine Bemerkungen**

Vergleiche Absatz 2 der allgemeinen Bestimmungen.

2.2. Rührstäbe mit Lochscheibe und Rührer

Rührstäbe und Rührer zur Durchmischung von Flüssigkeiten in großen Mengen müssen über eine für eine entsprechende Durchwirbelung des Produkts ausreichend große Fläche verfügen, ohne die Entwicklung von ranzigem Geschmack oder Geruch zu fördern. Mit Rücksicht auf die unterschiedlichen Formen und Größen der Behälter lassen sich keine spezifischen Ausführungen von Rührstäben für jeden Zweck empfehlen; sie müssen jedoch so ausgeführt sein, daß sie ein Zerkratzen der Innenflächen der Probenbehälter während des Rührens verhindern.

Die Geräte sind bereits in Absatz 2 der allgemeinen Bestimmungen beschrieben worden.

Ein Rührstab, der als für die Durchmischung von Flüssigkeiten in Eimern oder Kannen geeignet empfohlen werden kann (siehe Abbildung 1) hat die folgenden ungefähren Abmessungen: eine Scheibe mit einem Durchmesser von 150 mm, die mit sechs Löchern mit einem Durchmesser von 12,5 mm auf einen Kreis mit einem Durchmesser von 100 mm versehen ist, ist in ihrer Mitte mit einem nicht aus Metall bestehenden Stab verbunden, der am anderen Ende zu einem schlaufenförmigen Griff geformt ist. Die Länge des Stabes einschließlich des Griffs beträgt etwa 1 m.

Ein geeigneter Rührstab für die Verwendung in Kleintanks hat die folgenden ungefähren Abmessungen (siehe Abbildung 2): ein Stab von mindestens 2 m Länge ist mit einer Scheibe mit einem Durchmesser von 300 mm verbunden; die Scheibe ist mit zwölf Löchern mit einem Durchmesser von jeweils 30 mm versehen, die sich auf einem Kreis mit einem Durchmesser von 230 mm befinden. Zur Mischung des Inhalts großer Gefäße ist mechanisches Rühren mit sauberer Preßluft empfehlenswert. Dabei ist ein minimaler Luftdruck und ein minimales Volumen zu verwenden, um die Entwicklung ranzigen Geschmacks und Geruchs zu verhindern.

Bemerkung: Sofern in dieser Richtlinie „saubere Preßluft“ vorgeschrieben wird, ist es erforderlich, Preßluft zu verwenden, aus der sämtliche Verunreinigungen (einschließlich Öl, Wasser und Staub) entfernt worden sind.

2.3. *Rührer*

Das Rührgerät muß ein breites Blatt haben. Es muß lang genug sein, um bis zum Boden des Behälters zu reichen. Eine Seite des Rührers sollte genau der Form des Behälters angepaßt sein (Abbildung 3).

2.4. *Schöpflöffel*

Ein Schöpflöffel geeigneter Größe und Form für die Entnahme von Proben ist in Abbildung 4 dargestellt. Der Schöpflöffel muß mit einem festen Stiel von mindestens 150 mm versehen sein. Das Fassungsvermögen des Schöpflöffels muß mindestens 50 ml betragen. Es ist vorteilhaft, wenn der Stiel umgebogen ist. Die verjüngte Form des Bechers ermöglicht ein Ineinanderstapeln der Schöpflöffel.

Alternativ dazu kann ein Schöpflöffel von gleichem Fassungsvermögen verwendet werden, der jedoch parallele Seiten aufweist, die in fünf gleiche Abschnitte graduiert sind, die es erleichtern, entsprechende Proben aus Warensendungen zu entnehmen, die in mehr als einem Behälter aufbewahrt werden.

2.5. *Stab*

Rund, etwa 1 m lang, 35 mm Ø.

2.6. *Behälter*

Zur Entnahme von Teilproben, Fassungsvermögen 5 l, weithalsig.

2.7. *Löffel oder Spatel*

Mit breitem Blatt.

2.8. *Probenbehälter*

Siehe Abschnitt 3 der allgemeinen Bestimmungen.

3. **Verfahren**

3.1. *Probenahme bei ungezuckerter eingedickter Milch*

Es ist eine Probe von mindestens 200 g zu entnehmen.

3.1.1. Die Probe ist durch Auf- und Abbewegen mit einem Rührstab, durch Rühren mit einem Rührer, durch mechanische Bewegungen, durch Umfüllen von einem Behälter in einen anderen oder mit Hilfe sauberer Preßluft (vgl. Punkt 2.2) gründlich durchzumischen, bis ausreichende Homogenität erreicht ist.

Die Probe ist unmittelbar nach dem Durchmischen mit einem Schöpflöffel zu entnehmen. Wenn das Erzielen ausreichender Homogenität Schwierigkeiten bereitet, sind Proben von verschiedenen Seiten des Behälters zu entnehmen, so daß sich eine Gesamtprobe von mindestens 200 g ergibt.

Wenn eine Probe aus einer Mischung von Teilproben besteht, ist dieses auf dem Etikett der Probe oder im beigefügten Protokoll anzugeben.

3.1.2. *Fertigpackungen*

Eine unbeschädigte, ungeöffnete Fertigpackung wird zur Probenahme verwendet. Möglichst sind ein oder mehrere Fertigpackungen derselben Partie oder derselben Kennzeichnummer zu nehmen, um eine Probe von mindestens 200 g zu erhalten.

3.2. *Entnahme von gezuckerter eingedickter Milch*

3.2.1. *Allgemeines*

Die Probenahme von in Großbehältern abgefüllter eingedickter gezuckerter Milch kann große Schwierigkeiten bereiten, insbesondere wenn das Produkt nicht homogen und hochviskos ist. Probleme bei der Probenahme können durch das Vorkommen großer Saccharose- oder Laktosekristalle durch Ausfällung verschiedener Salze, die durch das gesamte Produkt verteilt oder an den Wänden haftend auftreten können oder durch das Vorkommen von Klumpen verursacht werden. Derartige Bedingungen werden erkennbar, wenn man einen Probenahmestab in den Produktbehälter einführt und wieder herauszieht, nachdem man einen möglichst großen Bereich des Behälters erfaßt hat. Sofern die Größe der Zuckerkristalle 6 mm nicht überschreitet, kann davon ausgegangen werden, daß sie die Schwierigkeiten bei der Probenahme nicht verursacht haben. Wenn das Produkt nicht homogen ist, ist dies auf dem Etikett der Probe und im beigefügten Protokoll anzugeben. Da eingedickte gezuckerte Milch häufig bei Temperaturen der Außenatmosphäre gelagert wird, wird zur Erzielung einer

repräsentativen Probe empfohlen, den Inhalt auf eine Temperatur von mindestens 20 °C zu bringen.

3.2.2. Verfahren

Es ist eine Probe von mindestens 200 g zu entnehmen.

– Offene Behälter

Ein Ende des Behälters wird vor dem Öffnen gründlich gereinigt und getrocknet, um zu verhindern, daß Fremdstoffen während des Öffnungsvorganges in den Behälter gelangen. Der Inhalt wird unter Verwendung eines Rührers (siehe Abbildung 3) durchgemischt. Mit dem Rührerblatt werden Wände und Boden abgeschabt, um daran anhaftendes Produkt zu entfernen. Der Inhalt ist durch eine Kombination rotierender und vertikaler Bewegungen mit einem diagonal gehaltenen Rührer gründlich zu durchmischen, wobei darauf zu achten ist, daß das Einarbeiten von Luft in die Probe vermieden wird. Der Rührer wird herausgenommen und die an ihm haftende eingedickte Milch mit einem Spatel oder Löffel in einen 5-Liter-Behälter abgestreift (2.6). Das Mischen und Herausnehmen des Rührers wird wiederholt, bis 2 bis 3 Liter gesammelt sind. Nach Durchmischen bis zur Homogenität wird eine Probe von mindestens 200 g entnommen.

– Geschlossene Behälter (Trommeln) mit Spund am Ende oder an der Seite

Aus den in Abschnitt 3.2.1 beschriebenen Gründen ist eine Probenahme durch die Ausgußöffnung (Spundloch) nur bei eingedickter Milch möglich, die leicht fließt und eine gleichmäßige Konsistenz aufweist. Der Inhalt wird durchgemischt, indem ein Probenahmestab durch die Öffnung eingeführt und soweit wie möglich nach allen Richtungen bewegt und gerührt wird. Nach Herausnahme des Stabes wird, wie in 3.2.1. beschrieben, eine Probe gesammelt. Alternativ kann man den Inhalt in ein geeignetes Gefäß laufen lassen, wobei darauf zu achten ist, daß soviel wie möglich vom ursprünglichen Inhalt erfaßt wird. Nach Durchmischen mit einem Rührer wird, wie in 3.2.1 beschrieben, eine Probe entnommen.

3.2.3. Probenahme von Produkten in kleinen Fertigpackungen

Eine unbeschädigte, ungeöffnete Fertigpackung wird zur Probenahme verwendet. Möglichst sind eine oder mehrere Fertigpackungen derselben Partie oder derselben Kennzeichnungsnummer zu nehmen, um eine Probe von mindestens 200 g zu erhalten.

3.3. *Haltbarmachung, Lagerung und Transport der Proben*

(Vgl. Kapitel 5 und 6 der Allgemeinen Bestimmungen).

III. METHODE 2: PROBENAHME VON TROCKENMILCH

1. **Anwendungsbereich**

Diese Methode beschreibt die Probenahme für die chemische Analyse von:

- Milchpulver oder Vollmilchpulver,
- Magermilchpulver,
- teilentrahmtes Milchpulver,
- Milchpulver mit hohem Fettgehalt.

2. **Geräte**

(Vgl. Absatz 2 der Allgemeinen Bestimmungen).

2.1 *Bohrer, die ausreichend lang sind, um den Boden des Produktbehälters zu erreichen*

Zugelassen sind Bohrer, die den Vorschriften in Teil IV des Anhangs 2 entsprechen.

2.2 *Löffel oder Spatel*

Mit breitem Blatt.

2.3 *Probenbehälter*

Siehe Absatz 3 der Allgemeinen Bestimmungen.

3. **Durchführung**

3.1. *Allgemeine Bemerkungen*

Es ist darauf zu achten, daß der Inhalt des Behälters während oder vor der Probenahme so wenig wie möglich Luftfeuchtigkeit aufnimmt. Der Behälter muß nach der Probenahme sorgfältig verschlossen werden.

3.2. *Probenahme für chemische Analysen*

Die zu entnehmende Probemenge soll mindestens 200 g betragen. Die saubere und trockene Probenahmesonde (Bohrer) wird durch das Produkt hindurchgeführt, erforderlichenfalls wird hierzu der Behälter geneigt oder auf die Seite gelegt. Die Öffnung der Sonde wird nach unten gerichtet, das Einführen soll gleichmäßig erfolgen. Wenn die Sonde den Boden des Behälters erreicht, wird sie um 180° gedreht, wieder herausgezogen und der Inhalt in den Probenbehälter eingefüllt. Für die Menge von 200 g sind eine oder mehrere Entnahmen vorzunehmen. Sobald die genügende Probemenge gesammelt ist, wird der Probebehälter sofort verschlossen.

3.2.1. Probenahme von Produkten in Fertigverpackungen

Eine unbeschädigte, ungeöffnete Fertigpackung wird zur Probenahme verwendet. Möglichst sind eine oder mehrere Fertigpackungen derselben Partie oder derselben Kennzeichnungsnummer zu nehmen, um eine Probe von mindestens 200 g zu erhalten.

Anmerkung: Wenn es erforderlich ist, veränderliche Eigenschaften zu bestimmen, ist dieses Probenahmeverfahren stets anzuwenden.

3.3. *Erhaltung, Lagerung und Beförderung der Probe*

Siehe Punkt 5 und 6 der allgemeinen Bestimmungen.

IV. SONDEN FÜR DIE PROBENAHME VON NICHT VERPACKTER TROCKENMILCH

1. **Sondenarten**

Typ A: lang

Typ B: kurz

(Vergleiche Abbildung 5).

2. **Geräte**

Blatt und Halterung sollten aus poliertem Metall, möglichst aus rostfreiem Stahl bestehen.

Der Griff der langen Sonde sollte vorzugsweise aus rostfreiem Stahl angefertigt sein.

Die kurze Sonde sollte mit einem abnehmbaren Griff aus Holz oder Kunststoff versehen sein, der mit einem Bajonettverschluß auf die eigentliche Sonde aufgesetzt wird.

3. **Fertigungsweise**

3.1. Form, Material und Endbearbeitung sollten dem Gerät solche Eigenschaften geben, daß es leicht gereinigt werden kann.

3.2. Der hervorstehende Rand des Sondenblattes des Typs A soll genügend scharf sein, um als Schaber dienen zu können.

3.3. Die Spitze des Sondenblattes muß hinreichend scharf sein, um die Probenahme zu erleichtern.

4. **Hauptabmessungen**

Die Sonden sollen den in der nachstehenden Tabelle aufgeführten Maßen mit einer Toleranz von 10% entsprechen

(Abmessungen in Millimeter)

	Typ A lang	Typ B kurz
Länge des Sondenblattes	800	400
Dicke des Metalls des Blattes	1 bis 2	1 bis 2
Innendurchmesser der Sonde an der Spitze	18	32
Innendurchmesser der Sonde unter dem Griff	22	28
Schlitzweite an der Spitze	4	20
Schlitzweite unter dem Griff	14	14

5. **Hinweise zur Anwendung der Sonden**

- 5.1. In mehr oder weniger leicht fließende Pulver können die Sonden senkrecht eingeführt werden. Die Sonde (Bohrer) vom Typ A wird vollständig durch Drehen gefüllt und kann senkrecht zurückgezogen werden. Die Sonde (Bohrer) vom Typ B wird während des Einführens bereits vollständig gefüllt, muß aber beim Zurückziehen in geeigneter Stellung gehalten werden, um Verluste zum unteren Ende zu vermeiden.
- 5.2. Bei mehr oder weniger freifließendem Pulver werden die Behälter geneigt und die Sonden (Bohrer) fast horizontal mit dem Schlitz nach unten eingeführt und mit dem Schlitz nach oben wieder herausgezogen.

Angaben in mm

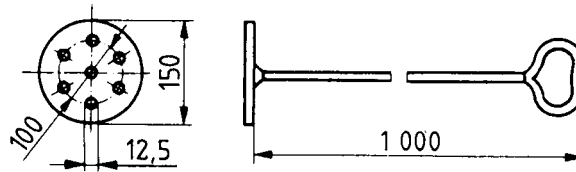


Abbildung 1: Geeigneter Rührstab für Kannen und Eimer

Angaben in mm

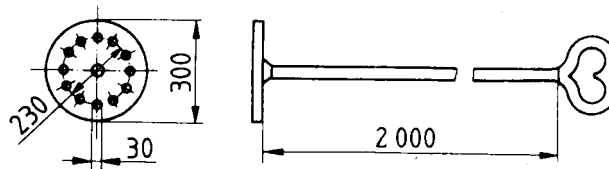


Abbildung 2: Geeigneter Rührstab für Kleintanks

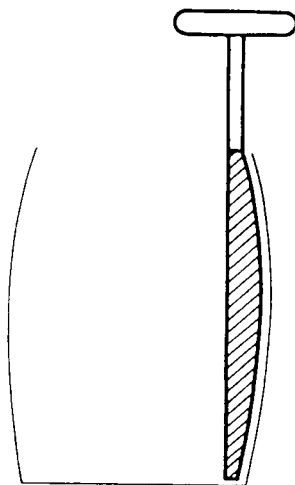


Abbildung 3: Geeigneter Rührer zum Durchmischen von gezuckerter eingedickter Milch

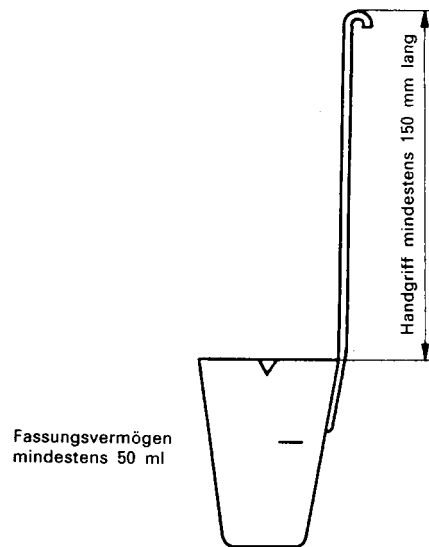


Abbildung 4: Geeigneter Schöpflöffel für Flüssigkeiten

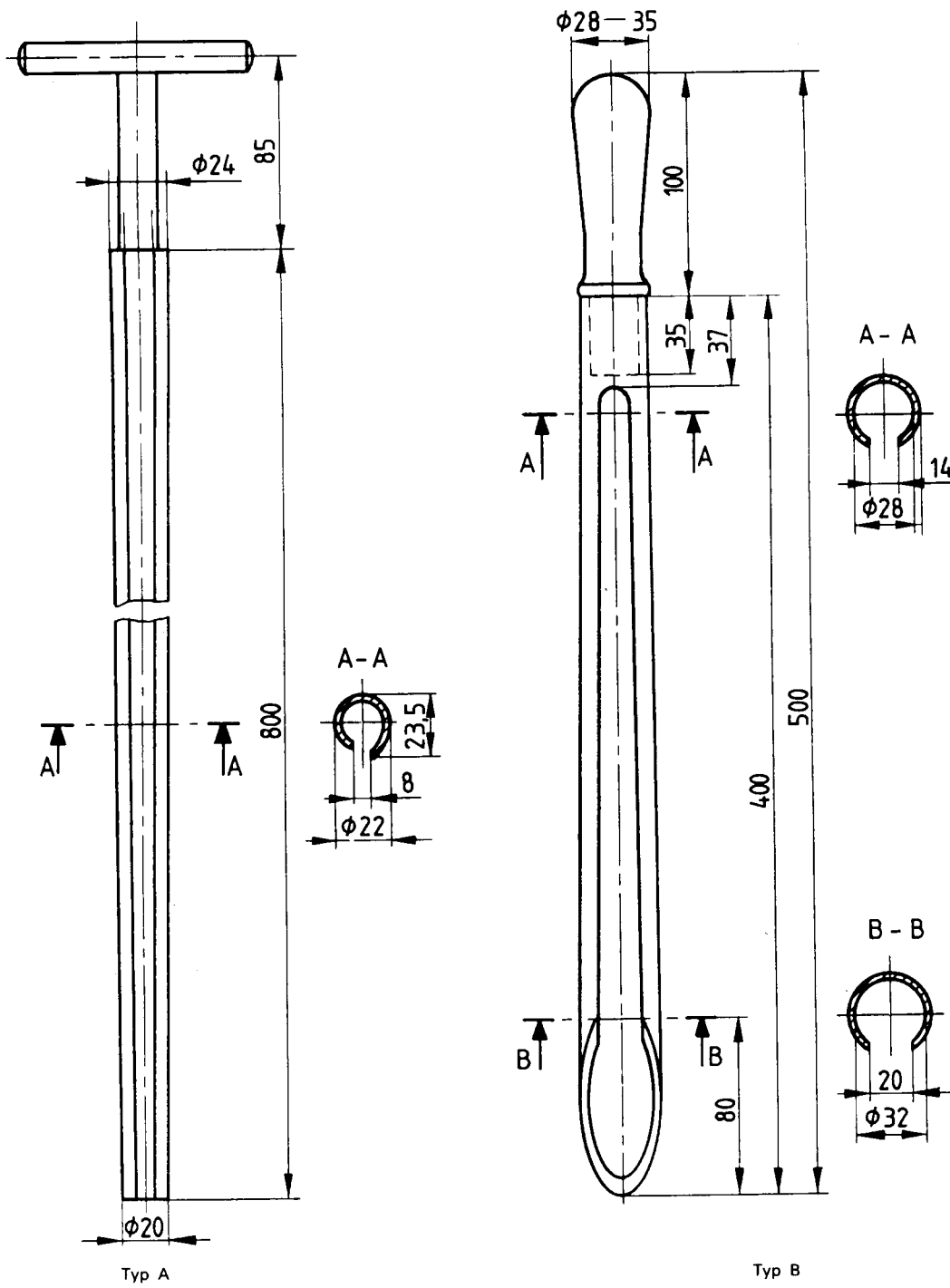


Abbildung : 5: Probesonde für Milchpulver (alle Angaben in mm)

ANHANG II

**ANWENDUNGSBEREICH DER ERSTEN ANALYSEMETHODEN DER GEMEINSCHAFT
FÜR DIE RICHTLINIE ÜBER BESTIMMTE GANZ ODER TEILWEISE GETROCKNETE,
HALTBAR GEMACHTE MILCHSORTEN**

- I. **Einführung**
- II. **Bestimmung der Trockenmasse von:**
- ungezuckerter Kondensmilch mit hohem Fettgehalt (Verwendung von Methode 1, Anhang II),
 - ungezuckerter Kondensmilch (Verwendung von Methode 1, Anhang II),
 - ungezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch (Verwendung von Methode 1, Anhang II),
 - ungezuckerter Kondensmagermilch (Verwendung von Methode 1, Anhang II),
 - gezuckerter Kondensmilch (Verwendung von Methode 1, Anhang II),
 - gezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch (Verwendung von Methode 1, Anhang II),
 - gezuckerter Kondensmagermilch (Verwendung von Methode 1, Anhang II).
- III. **Bestimmung des Wassergehalts von:**
- Milchpulver mit hohem Fettgehalt (Verwendung von Methode 2, Anhang II),
 - Milchpulver (Vollmilchpulver) (Verwendung von Methode 2, Anhang II),
 - teilentrahmtem Milchpulver (Verwendung von Methode 2, Anhang II),
 - Magermilchpulver (Verwendung von Methode 2, Anhang II).
- IV. **Bestimmung von Fett in:**
- ungezuckerter Kondensmilch mit hohem Fettgehalt (Verwendung von Methode 3, Anhang II),
 - ungezuckerter Kondensmilch (Verwendung von Methode 3, Anhang II),
 - ungezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch (Verwendung von Methode 3, Anhang II),
 - ungezuckerter Kondensmagermilch (Verwendung von Methode 3, Anhang II),
 - gezuckerter Kondensmilch (Verwendung von Methode 3, Anhang II),
 - gezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch (Verwendung von Methode 3, Anhang II),
 - gezuckerter Kondensmagermilch (Verwendung von Methode 3, Anhang II),
 - Milchpulver mit hohem Fettgehalt (Verwendung von Methode 4, Anhang II),
 - Milchpulver (Vollmilchpulver) (Verwendung von Methode 4, Anhang II),
 - teilentrahmtem Milchpulver (Verwendung von Methode 4, Anhang II),
 - Magermilchpulver (Verwendung von Methode 4, Anhang II).
- V. **Bestimmung von Saccharose in:**
- gezuckerter Kondensmilch (Verwendung von Methode 5, Anhang II),
 - gezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch (Verwendung von Methode 5, Anhang II),
 - gezuckerter Kondensmagermilch (Verwendung von Methode 5, Anhang II).
- VI. **Bestimmung von Milchsäure und Lactaten in:**
- Milchpulver mit hohem Fettgehalt (Verwendung von Methode 6, Anhang II),
 - Milchpulver (Vollmilchpulver) (Verwendung von Methode 6, Anhang II),
 - teilentrahmtem Milchpulver (Verwendung von Methode 6, Anhang II),
 - Magermilchpulver (Verwendung von Methode 6, Anhang II).
- VII. **Bestimmung der Phosphatase-Aktivität in:**
- Milchpulver mit hohem Fettgehalt (Verwendung von Methode 7 oder 8, Anhang II),
 - Milchpulver (Vollmilchpulver) (Verwendung von Methode 7 oder 8, Anhang II),
 - teilentrahmtem Milchpulver (Verwendung von Methode 7 oder 8, Anhang II),
 - Magermilchpulver (Verwendung von Methode 7 oder 8, Anhang II).

ANHANG III

**ANALYSENVERFAHREN BEZÜGLICH DER ZUSAMMENSETZUNG BESTIMMTER
TEILWEISE ODER GANZ GETROCKNETER, HALTBAR GEMACHTER, FÜR DEN
MENSCHLICHEN VERBRAUCH BESTIMMTER MILCHPRODUKTE**

EINFÜHRUNG

1. VORBEREITUNG PER PROBE FÜR DIE CHEMISCHE ANALYSE

1.1. **Ungezuckerte Kondensmilch mit hohem Fettgehalt****Ungezuckerte Kondensmilch****Ungezuckerte, teilentrahmte Kondensmilch****Ungezuckerte Kondensmagermilch**

Die geschlossene Dose schütteln und stürzen. Die Dose öffnen und die Milch langsam in einen zweiten, hermetisch verschließbaren Behälter überführen, wobei durch wiederholtes Umgießen zu mischen ist. Sicherstellen, daß alle verbleibenden, an Wand und Boden haftenden Fett- und Milchreste mit der Probe vermischt werden. Den Behälter schließen. Wenn der Inhalt nicht homogen ist, den Behälter im Wasserbad auf 40 °C erhitzen. Alle 15 Minuten kräftig schütteln. Nach zwei Stunden den Behälter aus dem Wasserbad entnehmen und bei Raumtemperatur abkühlen lassen. Den Deckel abnehmen und den Inhalt des Behälters mit einem Löffel oder Spatel gründlich mischen (falls sich das Fett abgeschieden hat, sollte die Probe nicht untersucht werden). Kühl lagern.

1.2. **Gezuckerte Kondensmilch****Gezuckerte, teilentrahmte Kondensmilch****Gezuckerte Kondensmagermilch**

Dosen: Die geschlossene Dose im Wasserbad bei 30 bis 40 °C ungefähr 30 Minuten anwärmen. Die Dose öffnen und den Inhalt mit einem Spatel oder einem Löffel durch Aufwärts-, Abwärts- und kreisförmige Bewegungen umrühren, um eine innige Vermischung der oberen und unteren Schichten mit dem Gesamtinhalt zu erreichen. Sicherstellen, daß die verbleibenden Milchreste am Rand und an der Wand sowie am Boden der Dose mit in die Probe eingehen. Den Inhalt soweit wie möglich in einen zweiten, mit einem luftdicht schließenden Deckel versehenen Behälter gießen. Den Behälter schließen und kühl lagern.

Tuben: Den Boden abschneiden und den Inhalt in einen mit einem luftdichten Deckel versehenen Behälter überführen. Dann die Tube der Länge nach aufschneiden. Alles Material aus dem Inneren herauskratzen und es sorgfältig mit dem Rest des Inhalts mischen. Den Behälter kühl lagern.

1.3. **Milchpulver mit hohem Fettgehalt****Milchpulver (Vollmilchpulver)****Teilentrahmtes Milchpulver****Magermilchpulver**

Das Milchpulver in einen sauberen, trockenen (mit luftdichtem Deckel versehenen) Behälter mit einem Fassungsvermögen vom doppelten Volumen des Pulvers überführen. Den Behälter sofort schließen und das Milchpulver durch wiederholtes Schütteln und Stürzen des Behälters gründlich mischen. Während der Vorbereitung der Probe sollte soweit wie möglich vermieden werden, daß das Milchpulver der Atmosphäre ausgesetzt wird, um die Feuchtigkeitsaufnahme auf ein Minimum zu reduzieren.

2. REAGENZIE

2.1. **Wasser**

2.1.1. Wo immer Wasser für die Lösung, die Verdünnung oder das Waschen erwähnt wird, ist destilliertes oder entmineralisiertes Wasser von mindestens gleicher Reinheit zu verwenden.

2.1.2. Wo immer „Lösung“ oder „Verdünnung“ ohne weitere Angaben erwähnt wird, ist „Lösung in Wasser“ oder „Verdünnung mit Wasser“ gemeint.

2.2. **Chemikalien**

Alle verwendeten Chemikalien müssen von anerkannter analytischer Reinheit sein, sofern nichts anderes angegeben wird.

3. GERÄTE UND HILFSMITTEL**3.1. Listen für Geräte und Hilfsmittel**

Die Listen für Geräte und Hilfsmittel enthalten nur solche mit spezifischem Anwendungszweck und mit einer speziellen Spezifikation.

3.2. Analysenwaage

Analysenwaage bedeutet eine Waage mit einer Ablesegenauigkeit von mindestens 0,1 mg.

4. ANGABE DER ERGEBNISSE**4.1. Berechnung des Gehalts**

Wenn nicht anders angegeben, wird das Ergebnis als Massengehalt der Probe in %, wie sie vom Laboratorium erhalten wurde, berechnet.

4.2. Anzahl der signifikanten Stellen

Das Ergebnis soll nicht mehr signifikante Zahlenstellen enthalten als durch die Genauigkeit der verwendeten Analysenmethode zu rechtfertigen ist.

5. PRÜFBERICHT

Im Prüfbericht sind die Analysenmethoden und die erhaltenen Ergebnisse anzugeben. Zusätzlich sind alle Verfahrensdetails anzugeben, die in der Analysenmethode nicht spezifiziert oder die wahlweise gestattet sind, sowie alle Umstände, die möglicherweise das erhaltene Ergebnis beeinflußt haben.

Der Prüfbericht muß alle für die vollständige Identifizierung der Probe erforderlichen Daten enthalten.

METHODE 1: BESTIMMUNG DER TROCKENMASSE

(Trockenschrank 99 °C)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird bestimmt der Trockenmassegehalt von

- ungezuckerter Kondensmilch mit hohem Fettgehalt,
- ungezuckerter Kondensmilch,
- ungezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch,
- ungezuckerter Kondensmagermilch,
- gezuckerter Kondensmilch,
- gezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch,
- gezuckerter Kondensmagermilch.

2. DEFINITION

Trockenmasse von Kondensmilch: die nach dieser Methode bestimmte Trockenmasse.

3. PRINZIP DER METHODE

Eine bekannte Menge der Probe wird mit Wasser verdünnt, mit Sand gemischt und bei einer Temperatur von 99 ± 1 °C getrocknet. Die Masse nach der Trocknung ist die Trockenmasse. Die Trockenmasse wird als Massenprozent der Probe berechnet.

4. REAGENZIEN

Quarzsand oder Seesand, mit Salzsäure behandelt (Korngröße: 0,18 bis 0,5 mm, dh. er passiert ein 500-Mikronnetz und wird von einem 180-Mikronnetz zurückgehalten). Er sollte die folgende Prüfung bestehen:

Etwa 25 g Sand zwei Stunden in einem Trockenschrank (5.3), wie unter 6.1 bis 6.3 beschrieben, erhitzen. 5 ml Wasser hinzugeben, erneut im Trockenschrank zwei Stunden erhitzen, abkühlen und nochmals wiegen. Die Differenz zwischen den beiden Massen sollte 0,5 mg nicht überschreiten.

Wenn notwendig, den Sand mit Salzsäurelösung (25%) drei Tage behandeln; gelegentlich umrühren. Mit Wasser waschen, bis die Säurereaktion verschwindet oder das Waschwasser chloridfrei ist. Bei 160 °C trocknen und erneut wie oben prüfen.

5. GERÄTE**5.1. Analysenwaage**

- 5.2. Metallschalen, vorzugsweise aus Nickel, Aluminium, oder rostfreiem Stahl. Die Schalen sollten Deckel haben, die sehr gut schließen, jedoch schnell abgenommen werden können. Geeignete Abmessungen sind: Durchmesser 60 bis 80 mm und Tiefe etwa 25 mm.
- 5.3. Trockenschrank mit atmosphärischem Druck, gut belüftet, thermostatisch geregelt, für eine Temperatur von 99 ± 1 °C. Die Temperatur soll im ganzen Schrank gleichmäßig sein.
- 5.4. Exsikkator mit frisch aktiviertem, einen Feuchtigkeitsindikator enthaltenden Silikagel oder mit einem gleichwertigen Trockenmittel.
- 5.5. Glasstäbe, an einem Ende abgeflacht und einer Länge, daß sie in die Metallschalen (5.2) überführt werden können.
- 5.6. Wasserbad, siedend.

6. DURCHFÜHRUNG

- 6.1. Etwa 25 g Sand (4) und einem kurzen Glasstab (5.5) in die Schale (5.2) überführen.
- 6.2. Schale, Deckel und Inhalt bei abgenommenem Deckel zwei Stunden im Trockenschrank (5.3) erhitzen.
- 6.3. Deckel wieder aufsetzen und die Schale in den Exsikkator geben. Auf Raumtemperatur abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau abwiegen (M_0).
- 6.4. Den Sand auf eine Seite der Schale kippen. In den Freiraum etwa 1,5 g der Probe bei gezuckerter Kondensmilch und 3,0 g bei ungezuckerter Kondensmilch überführen. Den Deckel erneut aufsetzen und auf 0,1 mg genau wiegen (M_1).
- 6.5. Den Deckel abnehmen, 5 ml Wasser hinzugeben und mit Hilfe des Glasstabs (5.5) die Flüssigkeiten mischen, anschließend den Sand und den flüssigen Teil. Den Stab in der Mischung belassen.
- 6.6. Die Schale auf das siedende Wasserbad (5.6) stellen, bis das Wasser verdampft ist; das dauert normalerweise 20 Minuten. Die Mischung von Zeit zu Zeit mit dem Stab umrühren, um die Masse gut zu belüften, so daß die Masse beim Trocknen keinen Kuchen bildet. Den Stab in der Schale belassen.
- 6.7. Schale und Deckel für eine Stunde und 30 Minuten in den Trockenschrank stellen.
- 6.8. Den Deckel erneut aufsetzen, die Schale in den Exsikkator (5.4) stellen, auf Raumtemperatur abkühlen und anschließend auf 0,1 mg genau abwiegen.
- 6.9. Die Schale öffnen und mit ihrem Deckel im Trockenschrank eine Stunde erhitzen.
- 6.10. Arbeitsgänge nach 6.8 wiederholen.
- 6.11. Die beschriebenen Arbeitsgänge 6.9 und 6.10 wiederholen, bis die Massendifferenz zweier aufeinanderfolgender Wägungen weniger als 0,5 mg ausmacht oder bis die Masse zunimmt. Bei Auftreten einer Massezunahme wird bei der Berechnung (7.1) die geringste erhaltene Masse verwendet. Das endgültig erhaltene Gewicht wird als M_2 bezeichnet.

7. AUSWERTUNG

7.1. Berechnung

Der Trockenmassegehalt, der als %-Masse der Probe angegeben wird, ergibt sich durch:

$$\frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \times 100$$

dabei ist: M_0 = Masse in g von Schale, Deckel und Sand nach Arbeitsgang 6.3;

M_1 = Masse in g von Schale, Deckel, Sand und Probe nach Arbeitsgang 6.4;

M_2 = Masse in g von Schale, Deckel, Sand und getrockneter Probe nach Arbeitsgang 6.11.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher mit der gleichen Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,2 g Trockenmasse je 100 g Erzeugnis nicht überschreiten.

8. **BERECHNUNG DER MILCHTROCKENMASSE UND DER FETTFREIEN MILCHTROCKENMASSE**
- 8.1. Die Milchtrockenmasse in gezuckerter Kondensmilch ergibt sich aus:
Gesamttrockenmasse (erhalten nach Methode 1, Anhang II) – Saccharose (erhalten nach Methode 5, Anhang II).
- 8.2. Die fettfreie Milchtrockenmasse in gezuckerter Kondensmilch ergibt sich aus:
Gesamttrockenmasse (erhalten nach Methode 1, Anhang II) – Saccharosegehalt (erhalten nach Methode 5, Anhang II) und Fettgehalt (erhalten nach Methode 3, Anhang II).
- 8.3. Die fettfreie Milchtrockenmasse in ungezuckerter Kondensmilch ergibt sich aus:
Gesamttrockenmasse (erhalten durch Methode 1, Anhang II) – Fettgehalt (erhalten durch Methode 3, Anhang II).

METHODE 2: BESTIMMUNG DES WASSERGEHALTS

(Trockenschrank 102 °C)

1. **ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH**
Nach dieser Methode wird bestimmt der Wassergehalt von:
– Milchpulver mit hohem Fettgehalt,
– Milchpulver (Vollmilchpulver),
– teilentrahmtem Milchpulver,
– Magermilchpulver.
2. **DEFINITION**
Wassergehalt: der nach dieser Methode bestimmte Massenverlust beim Trocknen.
3. **PRINZIP**
Die verbleibende Masse der Probe wird durch Trocknung bei atmosphärischem Druck im Trockenschrank bei 102 ± 1 °C bis zur Massenkonstanz bestimmt. Der Massenverlust wird als Massenprozent der Probe berechnet.
4. **GERÄTE**
- 4.1. Analysenwaage
- 4.2. Schalen, vorzugsweise aus Nickel, Aluminium, rostfreiem Stahl oder Glas. Die Schalen müssen Deckel haben, die sehr gut schließen, jedoch schnell abgenommen werden können. Geeignete Abmessungen sind: Durchmesser 60 bis 80 mm und Tiefe etwa 25 mm.
- 4.3. Trockenschrank mit atmosphärischem Druck, gut belüftet, thermostatisch geregelt, für eine Temperatur von 102 ± 1 °C. Die Temperatur soll im ganzen Trockenschrank gleichmäßig sein.
- 4.4. Exsikkator, mit frisch aktiviertem, einen Feuchtigkeitsindikator enthaltenden Silikagel oder mit einem gleichwertigen Trockenmittel.
5. **DURCHFÜHRUNG**
- 5.1. Die Schale (4.2) abdecken und mit dem Deckel in den Trockenschrank (4.3) für etwa eine Stunde stellen.
- 5.2. Den Deckel auf die Schale setzen und die Schale in den Exsikkator (4.4) stellen. Auf Raumtemperatur abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau abwiegen (M_0).
- 5.3. Etwa 2 g der Trockenmilchprobe in die Schale überführen, die Schale mit dem Deckel zudecken und die zugedeckte Schale schnell auf 0,1 mg genau abwiegen (M_1).
- 5.4. Die Schale abdecken und sie mit dem Deckel für zwei Stunden in den Trockenschrank stellen.
- 5.5. Den Deckel aufsetzen, die zugedeckte Schale in den Exsikkator überführen, auf Raumtemperatur abkühlen lassen und schnell auf 0,1 mg genau wiegen.
- 5.6. Die Schale abdecken und mit dem Deckel eine Stunde im Trockenschrank erhitzen.
- 5.7. Arbeitsgang 5.5 wiederholen.
- 5.8. Arbeitsgänge 5.6 und 5.7 wiederholen, bis die Massenabnahme zwischen zwei aufeinanderfolgenden Wiegevorgängen 0,5 mg nicht überschreitet oder bis die Masse

zunimmt. Wenn eine Massenzunahme eintritt, wird die geringste erhaltene Masse für die Berechnung (6.1) verwendet.

Das endgültige Gewicht wird als M_2 bezeichnet.

6. AUSWERTUNG

6.1. Berechnung

Der Massenverlust beim Trocknen der Probe, ausgedrückt als Masse in %, wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \times 100$$

dabei ist: M_0 = die Masse in g der Schale und ihres Deckels nach Arbeitsgang 5.2;

M_1 = die Masse in g der Schale, ihres Deckels und der Probe nach Arbeitsgang 5.3;

M_2 = die Masse in g der Schale, ihres Deckels und der getrockneten Probe nach Arbeitsgang 5.5.

6.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher mit der gleichen Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,1 g Wasser je 100 g Erzeugnis nicht überschreiten.

METHODE 3: BESTIMMUNG DES FETTGEHALTS (RÖSE-GOTTLIEB-METHODE)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird bestimmt der Fettgehalt von:

- ungezuckerter Kondensmilch mit hohem Fettgehalt,
- ungezuckerter Kondensmilch,
- ungezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch,
- ungezuckerter Kondensmagermilch,
- gezuckerter Kondensmilch,
- gezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch,
- gezuckerter Kondensmagermilch.

2. DEFINITION

Der Fettgehalt von Kondensmilch: der nach der angegebenen Methode bestimmte Fettgehalt.

3. PRINZIP DER METHODE

Der Fettgehalt wird durch Extraktion des Fettes aus einer Ammoniak-Alkohollösung der Probe mit Diäthyläther und Petroläther und anschließender Verdampfung der Lösungsmittel und Wiegen des Rückstands und Berechnung als Massenprozent der Probe entsprechend dem Röse-Gottlieb-Prinzip bestimmt.

4. REAGENZIEN

Alle Reagenzien sollen den im Blindversuch (6.1) angegebenen Anforderungen entsprechen. Wenn nötig, können die Reagenzien in Gegenwart von etwa 1 g Butterfett pro 100 ml Lösungsmittel erneut destilliert werden.

4.1 Ammoniaklösung, etwa 25% (m/m) NH_3 (Dichte bei 20 °C etwa 0,91 g/ml) oder eine stärkere Lösung bekannter Konzentration.

4.2 Äthanol, $96 \pm 2\%$ (v/v) oder, wenn nicht vorhanden, mit Methanol, Methyl-Äthyl-Keton oder Petroläther denaturiertes Äthanol.

4.3 Diäthyläther, peroxidfrei.

Anmerkung 1:

Zur Prüfung auf Peroxide wird zu 10 ml Äther in einen kleinen, mit Glasstopfen verschließbaren Meßzylinder, der vorher mit etwas Äther ausgespült wurde, 1 ml einer frisch zubereiteten 10%igen Kaliumjodidlösung gegeben, schütteln und während einer Minute stehen lassen. In keiner der beiden Schichten darf eine gelbe Verfärbung entstehen.

Anmerkung 2:

Der Diäthyläther kann frei von Peroxiden aufbewahrt werden, indem eine feuchte Zinkfolie zugegeben wird, die vorher für eine Minute in eine verdünnte, angesäuerte Kupfersulfatlösung getaucht, dann mit Wasser abgewaschen wurde. Für 1 l Diäthyläther eine Zinkfolie von zirka 8 000 mm², die in genügend lange Streifen geschnitten ist, verwenden, die mindestens bis zur Hälfte des Behälters reichen.

- 4.4. Petroläther mit einem Siedebereich zwischen 30 und 60 °C.
- 4.5. Lösungsmittelmischung, kurz vor Verwendung durch Mischen gleicher Volumina von Diäthyläther (4.3) und Petroläther (4.4) hergestellt. (Man kann die Lösungsmittelmischung, dort wo ihre Verwendung vorgeschrieben ist, durch Diäthyläther oder Petroläther ersetzen.)
5. GERÄTE
 - 5.1. Analysenwaage
 - 5.2. Geeignete Extraktionsrohre oder Kolben, mit eingeschliffenen Glasstopfen oder anderen Verschlüssen, die gegen die verwendeten Lösungsmittel unempfindlich sind.
 - 5.3. Dünnwandige Stehkolben, Nennvolumen 150 bis 250 ml.
 - 5.4. Trockenschrank mit atmosphärischem Druck, gut belüftet und thermostatisch reguliert (für einen Betrieb bei 102 ± 1 °C eingestellt).
 - 5.5. Siedesteinchen, fettfrei, nicht porös, bei Verwendung nicht brüchig, zB Glasperlen oder Stückchen von Siliciumcarbid (die Verwendung dieses Materials ist wahlfrei; siehe 6.2.1).
 - 5.6. Heber, passend zu den Extraktionsrohren.
 - 5.7. Zentrifuge (wahlweise).
6. DURCHFÜHRUNG
 - 6.1. **Blindversuch**

Gleichzeitig mit der Bestimmung des Fettgehalts der Probe einen Blindversuch durchführen mit 10 ml destilliertem Wasser unter Verwendung des gleichen Extraktionsgerädetyps, der gleichen Reagenzien in den gleichen Verhältnissen und unter Anwendung der gleichen Arbeitsgänge wie nachstehend beschrieben, mit Ausnahme von 6.2.2. Wenn der Blindwert mehr als 0,5 mg beträgt, so sollten die Reagenzien überprüft und das oder die unreinen Reagenzien ersetzt oder gereinigt werden.
 - 6.2. **Durchführung der Untersuchung**
 - 6.2.1. Den Kolben (5.3) (gegebenenfalls mit den Siedesteinchen) (5.5), die ein gemäßigtes Sieden während des Verdampfens der Lösungsmittel erleichtern, im Trockenschrank (5.4) während einer halben bis eine Stunde trocknen. Den Kolben auf die Temperatur des Wägers abkühlen lassen und den abgekühlten Kolben auf 0,1 mg genau wiegen.
 - 6.2.2. Die vorbereitete Probe durchrühren und sofort, bei gezuckerten Proben 2 bis 2,5 g, bei ungezuckerten Proben 4 bis 5 g direkt oder durch Differenzwägung auf 0,1 mg genau in das Extraktionsgefäß (5.2) einwiegen. Wasser bis zu einem Volumen von 10,5 ml hinzufügen, unter leichtem Erwärmen (40 bis 50 °C) vorsichtig bis zur vollständigen Verteilung des Erzeugnisses schütteln. Die Probe muß vollständig dispergiert werden, anderenfalls ist die Bestimmung zu wiederholen.
 - 6.2.3. 1,5 ml Ammoniaklösung (25%) (4.1) oder ein äquivalentes Volumen einer stärkeren Lösung hinzufügen und gut mischen.
 - 6.2.4. 10 ml Äthanol (4.2) hinzufügen und die Flüssigkeiten langsam aber vollständig im unverschlossenen Gerät mischen.
 - 6.2.5. 25 ml Diäthyläther (4.3) hinzufügen. Unter fließendem Wasser abkühlen. Das Gerät schließen und während einer Minute kräftig schütteln und dabei wiederholt stürzen.
 - 6.2.6. Den Stopfen vorsichtig abnehmen und 25 ml Petroläther hinzufügen (4.4), wobei die ersten wenigen Milliliter zum Abspülen des Stopfens und der Innenseite des Gerätehalses zu verwenden sind; die Spülflüssigkeit läßt man in das Gerät fließen. Das Gerät wieder mit dem Stopfen schließen, mehrmals während 30 Sekunden schütteln und wiederholt stürzen. Wenn man bei dem unter 6.2.7 beschriebenen Arbeitsgang kein Zentrifugieren vorsieht, so darf nicht zu kräftig geschüttelt werden.

- 6.2.7. Das Gerät stehen lassen, bis die obere Flüssigkeitsschicht klar geworden ist und sich eindeutig von der wäßrigen Schicht getrennt hat. Man kann die Trennung auch mittels einer geeigneten Zentrifuge (5.7) durchführen.

Anmerkung:

Bei Verwendung einer Zentrifuge, die nicht mit einem dreiphasigen Motor ausgestattet ist, können Funken entstehen, und es muß daher besonders darauf geachtet werden, daß eine Explosion oder ein Brand verhindert werden, welche durch die Anwesenheit von Ätherdämpfen entstehen können (zB im Falle eines Rohrbruchs).

- 6.2.8. Den Stopfen abnehmen, ihn und die Innenseite des Gerätehalses mit einigen Millilitern der Lösungsmittelmischung (4.5) abspülen und die Spülflüssigkeit in das Gerät fließen lassen. Durch Dekantieren oder mit einem Heber sorgfältig und so vollständig wie möglich die überstehende Schicht in den Kolben (6.2.1) überführen.

Anmerkung:

Wenn die Überführung nicht mittels eines Hebers durchgeführt wird, kann es notwendig sein, etwas Wasser hinzuzufügen, um die Phasengrenze zwischen den beiden Flüssigkeiten zur Erleichterung des Dekantierens zu erhöhen.

- 6.2.9. Die Außen- und Innenseite des Gerätehalses oder die Spitze und den unteren Teil des Hebers mit einigen Millilitern der Lösungsmittelmischung abspülen. Die Spülflüssigkeit der Geräteaußenseite in den Kolben fließen lassen und diejenige der Innenseite und des Hebers in das Extraktionsgerät.

- 6.2.10. Eine zweite Extraktion unter Wiederholung der unter 6.2.5 bis einschließlich 6.2.9 beschriebenen Arbeitsgänge, jedoch unter Anwendung von nur 15 ml Diäthyläther und 15 ml Petroläther durchführen.

- 6.2.11. Eine dritte Extraktion gemäß 6.2.10, jedoch ohne die letzte Spülung (6.2.9) durchführen.

Anmerkung:

Bei ungezuckerter und gezuckerter Kondensmagermilch ist die dritte Extraktion nicht notwendig.

- 6.2.12. Durch sorgfältiges Verdampfen oder Destillieren so viel wie möglich an Lösungsmittel (einschließlich des Äthanols) entfernen. Wenn das Fassungsvermögen des Kolbens klein ist, so muß nach jeder Extraktion auf die oben beschriebene Weise etwas Lösungsmittel entfernt werden.

- 6.2.13. Wenn kein Lösungsmittelgeruch mehr vorhanden ist, den Kolben liegend während einer Stunde im Trockenschrank erhitzen.

- 6.2.14. Den Kolben auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau wiegen.

- 6.2.15. Die beschriebenen Arbeitsgänge 6.2.13 und 6.2.14 wiederholen, bis die Massendifferenz zweier aufeinanderfolgender Wägungen weniger als 0,5 mg ausmacht oder bis die Masse zunimmt. Bei Auftreten einer Massenzunahme wird bei der Berechnung (7.1) die geringste erhaltene Masse verwendet. Das endgültig erhaltene Gewicht wird als M_1 g bezeichnet.

- 6.2.16. 15 bis 25 ml Petroläther hinzufügen, um zu prüfen, ob die extrahierte Substanz vollständig löslich ist. Das Lösungsmittel leicht erwärmen und schütteln, bis das ganze Fett gelöst ist.

- 6.2.16.1. Wenn die extrahierte Substanz im Petroläther vollständig löslich ist, so ist der Unterschied zwischen den Wägungen unter 6.2.1 und 6.2.15 die Masse des Fettes.

- 6.2.16.2. Wenn unlösliche Substanzen vorhanden sind oder im Falle von Zweifel das im Kolben enthaltene Fett vollständig durch wiederholtes Waschen mit warmem Petroläther extrahieren, wobei das Unlösliche sich vor jedem Dekantieren absetzen soll. Dreimal die Außenseite des Kolbenhalses spülen. Den Kolben liegend eine Stunde im Trockenschrank erhitzen, wie oben angegeben (6.2.1), auf die Temperatur des Wägeraumes abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau wiegen. Die Fettmenge ist die Differenz zwischen der Masse nach 6.2.15 und dieser endgültigen Masse.

7. AUSWERTUNG

7.1. **Berechnung**

Die in Gramm ausgedrückte Masse des extrahierten Fettes ist:

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)$$

und der Fettgehalt der Probe in % ist:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

Dabei bedeutet:

M₁ = Masse des Kolbens M mit dem Fett nach Arbeitsgang 6.2.15 in g;

M₂ = Masse des Kolbens M in g nach Arbeitsgang 6.2.1 oder im Fall von Ungelöstem oder Zweifel nach Arbeitsgang 6.2.16.2;

B₁ = Masse des Kolbens B in g vom Blindversuch nach Arbeitsgang 6.2.15;

B₂ = Masse des Kolbens B in g nach Arbeitsgang 6.2.1 oder im Falle von Ungelöstem oder Zweifel nach Arbeitsgang 6.2.16.2;

S = Masse der verwendeten Probe in g.

7.2. **Wiederholbarkeit**

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen mit der gleichen Probe durchgeführt worden sind, darf 0,05 g Fett pro 100 g des Erzeugnisses nicht überschreiten.

METHODE 4: BESTIMMUNG DES FETTGEHALTS (RÖSE-GOTTLIEB-METHODE)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird bestimmt der Fettgehalt von:

- Milchpulver mit hohem Fettgehalt,
- Milchpulver (Vollmilchpulver),
- teilentrahmtem Milchpulver,
- Magermilchpulver.

2. DEFINITION

Der Fettgehalt von getrockneter Milch: der nach der angegebenen Methode bestimmte Fettgehalt.

3. PRINZIP DER METHODE

Der Fettgehalt wird durch Extraktion des Fettes aus einer Ammoniak-Alkohollösung des Milchpulvers mit Diäthyläther und Petroläther und anschließender Verdampfung der Lösungsmittel und Wiegen des Rückstands und Berechnung als Massenprozent der Probe entsprechend dem Röse-Gottlieb-Prinzip bestimmt.

4. REAGENZIEN

Alle Reagenzien sollen den im Blindversuch (6.1) angegebenen Anforderungen entsprechen. Wenn nötig, können die Lösungsmittel in Gegenwart von etwa 1 g Butterfett pro 100 ml Lösungsmittel erneut destilliert werden.

4.1. Ammoniaklösung, etwa 25% (m/m) NH₃ (Dichte bei 20 °C etwa 0,91 g/ml) oder eine stärkere Lösung bekannter Konzentration.

4.2. Äthanol, 96 ± 2% (v/v) oder, wenn nicht vorhanden, mit Methanol, Äthyl-Keton oder Petroläther denaturiertes Äthanol.

4.3. Diäthyläther, peroxidfrei

Anmerkung 1:

Zur Prüfung auf Peroxide wird zu 10 ml Äther in einen kleinen, mit Glasstopfen verschließbaren Meßzylinder, der vorher mit etwas Äther ausgespült wurde, 1 ml einer frisch zubereiteten 10%igen Kaliumjodidlösung gegeben, schütteln und während einer Minute stehen lassen. In keiner der beiden Schichten darf eine gelbe Verfärbung entstehen.

Anmerkung 2:

Der Diäthyläther kann frei von Peroxiden aufbewahrt werden, indem eine feuchte Zinkfolie zugegeben wird, die vorher während einer Minute in eine verdünnte, angesäuerte Kupfersulfatlösung getaucht, dann mit Wasser abgewaschen wurde. Für 1 l Diäthyläther eine Zinkfolie von ca. 8 000 mm², die in genügend lange Streifen geschnitten ist, verwenden, so daß diese mindestens bis zur Hälfte des Behälters reichen.

- 4.4. Petroläther mit einem Siedebereich zwischen 30 und 60 °C.
- 4.5. Lösungsmittelmischung, kurz vor Verwendung durch Mischen gleicher Volumina von Diäthyläther (4.3) und Petroläther (4.4) hergestellt. (Man kann die Lösungsmittelmischung dort, wo ihre Verwendung vorgeschrieben ist, durch Diäthyläther oder Petroläther ersetzen.)
5. **GERÄTE**
 - 5.1. Analysenwaage
 - 5.2. Geeignete Extraktionsrohre oder Kolben mit eingeschliffenem Glasstopfen oder anderen Verschlüssen, die gegen die verwendeten Lösungsmittel unempfindlich sind.
 - 5.3. Dünnwandige Stehkolben, Nennvolumen 150 bis 250 ml
 - 5.4. Trockenschrank mit atmosphärischem Druck, gut belüftet und thermostatisch reguliert (für einen Betrieb bei 102 ± 1 °C eingestellt)
 - 5.5. Siedesteinchen, fettfrei, nicht porös, bei Verwendung nicht brüchig, zB Glasperlen oder Stückchen von Siliciumcarbid (die Verwendung dieses Materials ist wahlfrei; siehe 6.2.1)
 - 5.6. Wasserbad, bei 60 bis 70 °C
 - 5.7. Heber, passend zu den Extraktionsrohren
 - 5.8. Zentrifuge (wahlweise)
6. **DURCHFÜHRUNG**
 - 6.1. **Blindversuch**

Gleichzeitig mit der Bestimmung des Fettgehalts der Probe einen Blindversuch durchführen mit 10 ml destilliertem Wasser unter Verwendung des gleichen Extraktionsgerädetyps, der gleichen Reagenzien in den gleichen Verhältnissen und unter Anwendung der gleichen Arbeitsgänge wie nachstehend beschrieben, mit Ausnahme von 6.2.2. Wenn der Blindwert mehr als 0,5 mg beträgt, so sollten die Reagenzien überprüft und das oder die unreinen Reagenzien ersetzt oder gereinigt werden.
 - 6.2. **Durchführung der Untersuchung**
 - 6.2.1. Den Kolben (5.3) (gegebenenfalls mit den Siedesteinchen (5.5), die ein gemäßigtes Sieden während des Verdampfens der Lösungsmittel erleichtern) im Trockenschrank (5.4) während einer halben bis eine Stunde trocknen. Den Kolben auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen lassen und den abgekühlten Kolben auf 0,1 mg genau wiegen.
 - 6.2.2. Entweder direkt oder durch Differenzwägung zirka 1 g Vollmilchpulver oder ca. 1,5 g teilentrahmtes Milchpulver oder Magermilchpulver auf 0,1 mg genau in das Extraktionsgerät (5.2) einwiegen. 10 ml Wasser hinzufügen und bis zur vollständigen Lösung des Milchpulvers leicht schütteln (bei einigen Proben kann Erwärmung notwendig sein).
 - 6.2.3. 1,5 ml Ammoniaklösung (25%) (4.1) hinzufügen oder ein äquivalentes Volumen einer stärkeren Lösung und im Wasserbad (5.6) unter gelegentlichem Umschwenken 15 Minuten auf 60 bis 70 °C erwärmen, danach kühlen, zB unter fließendem Wasser.
 - 6.2.4. 10 ml Äthanol (4.2) hinzufügen und die Flüssigkeiten vorsichtig aber vollständig im unverschlossenen Extraktionsgerät mischen.
 - 6.2.5. 25 ml Diäthyläther (4.3) hinzufügen, unter fließendem Wasser kühlen. Das Gerät schließen und eine Minute lang kräftig schütteln und dabei mehrmals stürzen.
 - 6.2.6. Den Stopfen vorsichtig abnehmen und 25 ml Petroläther hinzufügen (4.4), wobei die ersten wenigen Milliliter zum Abspülen des Stopfens und der Innenseite des Gerätehalses zu verwenden sind; die Spülflüssigkeit läßt man in das Gerät fließen. Das Gerät wieder mit dem Stopfen schließen, mehrmals während 30 Sekunden schütteln und wiederholt stürzen. Wenn man bei dem unter 6.2.7 beschriebenen Arbeitsgang kein Zentrifugieren vorsieht, so darf nicht zu kräftig geschüttelt werden.

- 6.2.7. Das Gerät stehen lassen, bis die obere Flüssigkeitsschicht klar geworden ist und sich deutlich von der wäßrigen Schicht getrennt hat. Man kann die Trennung auch mittels einer geeigneten Zentrifuge (5.8) durchführen.

Anmerkung:

Bei Verwendung einer Zentrifuge, die nicht mit einem dreiphasigen Motor ausgestattet ist, können Funken entstehen, und es muß daher besonders darauf geachtet werden, daß eine Explosion oder ein Brand verhindert werden, welche durch die Anwesenheit von Ätherdämpfen entstehen können (zB im Falle eines Rohrbruchs).

- 6.2.8. Den Stopfen abnehmen, ihn und die Innenseite des Gerätehalses mit einigen Millilitern der Lösungsmittelmischung (4.5) abspülen und die Spülflüssigkeit in das Gerät fließen lassen. Durch Dekantieren oder mit einem Heber (5.7) sorgfältig und so vollständig wie möglich die überstehende Schicht in den Kolben (6.2.1) überführen.

Anmerkung:

Wenn die Überführung nicht mittels eines Hebers durchgeführt wird, kann es notwendig sein, etwas Wasser hinzuzufügen, um die Phasengrenze zwischen den beiden Flüssigkeiten zur Erleichterung des Dekantierens zu erhöhen.

- 6.2.9. Die Außen- und Innenseite des Gerätehalses oder die Spitze und den unteren Teil des Hebers mit einigen Millilitern der Lösungsmittelmischung abspülen. Die Spülflüssigkeit der Geräteaußenseite in den Kolben fließen lassen und diejenige der Innenseite und des Hebers in das Extraktionsgerät.

- 6.2.10. Eine zweite Extraktion unter Wiederholung der unter 6.2.5 bis einschließlich 6.2.9 beschriebenen Arbeitsgänge, jedoch unter Anwendung von nur 15 ml Diäthyläther und 15 ml Petroläther durchführen.

- 6.2.11. Eine dritte Extraktion gemäß 6.2.10, jedoch ohne die letzte Spülung (6.2.9) durchführen.

Anmerkung:

Bei Magermilchpulver ist die dritte Extraktion nicht notwendig.

- 6.2.12. Durch sorgfältiges Verdampfen oder Destillieren so viel wie möglich an Lösungsmittel (einschließlich des Äthanols) entfernen. Wenn das Fassungsvermögen des Kolbens klein ist, so muß nach jeder Extraktion auf die oben beschriebene Weise etwas Lösungsmittel entfernt werden.

- 6.2.13. Wenn kein Lösungsmittelgeruch mehr vorhanden ist, den Kolben liegend während einer Stunde im Trockenschrank erhitzen.

- 6.2.14. Den Kolben auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen lassen, wie weiter oben angeführt (6.2.1), und auf 0,1 mg genau wiegen.

- 6.2.15. Die beschriebenen Arbeitsgänge 6.2.13 und 6.2.14 wiederholen, bis die Massendifferenz zweier aufeinanderfolgender Wägungen weniger als 0,5 mg ausmacht oder bis die Masse zunimmt.

Bei Auftreten einer Massenzunahme wird bei der Berechnung (7.1) die geringste erhaltene Masse verwendet. Das endgültig erhaltene Gewicht wird als M_1 g bezeichnet.

- 6.2.16. 15 bis 25 ml Petroläther hinzufügen, um zu prüfen, ob die extrahierte Substanz vollständig löslich ist. Das Lösungsmittel leicht erwärmen und schütteln, bis das ganze Fett gelöst ist.

- 6.2.16.1. Wenn die extrahierte Substanz im Petroläther vollständig löslich ist, so ist der Unterschied zwischen den Wägungen unter 6.2.1 und 6.2.15 die Masse des Fettes.

- 6.2.16.2. Wenn unlösliche Substanzen vorhanden sind, oder im Falle von Zweifel das im Kolben enthaltene Fett vollständig durch wiederholtes Waschen mit warmem Petroläther extrahieren, wobei das Unlösliche sich vor jedem Dekantieren absetzen soll. Dreimal die Außenseite des Kolbenhalses spülen.

Den Kolben liegend eine Stunde im Trockenschrank erhitzen, wie oben angegeben (6.2.1), auf die Temperatur des Wägeraums abkühlen lassen und auf 0,1 mg genau wiegen. Die Fettmenge ist die Differenz zwischen der Masse nach 6.2.15 und dieser endgültigen Masse.

7. AUSWERTUNG

7.1. Berechnung

Die in Gramm ausgedrückte Masse des extrahierten Fettes ist:

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)$$

und der Fettgehalt der Probe in % ist:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \times 100$$

Dabei bedeutet:

M₁ = Masse des Kolbens M mit dem Fett nach Arbeitsgang 6.2.15 in g;

M₂ = Masse des Kolbens M in g nach dem Arbeitsgang 6.2.1 oder im Fall von Ungelöstem oder Zweifel nach Arbeitsgang 6.2.16.2;

B₁ = Masse des Kolbens B in g vom Blindversuch nach Arbeitsgang 6.2.15;

B₂ = Masse des Kolbens B in g nach Arbeitsgang 6.2.1 oder im Falle von Ungelöstem oder Zweifel nach Arbeitsgang 6.2.16.2;

S = Masse der verwendeten Probe in g.

7.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher mit der gleichen Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,2 g Fett pro 100 g des Erzeugnisses nicht überschreiten mit Ausnahme von Magermilchpulver, bei dem die Differenz 0,1 g Fett pro 100 g des Erzeugnisses nicht überschreiten darf.

METHODE 5: BESTIMMUNG DES SACCHAROSEGEHALTS (POLARIMETRISCHE METHODE)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird bestimmt der Saccharosegehalt von:

- gezuckerter Kondensmilch,
- gezuckerter, teilentrahmter Kondensmilch,
- gezuckerter Kondensmagermilch.

Die Proben dürfen keinen Invertzucker enthalten.

2. DEFINITION

Der Saccharosegehalt von gezuckerter Kondensmilch: der nach dieser Methode bestimmte Saccharosegehalt.

3. PRINZIP DER METHODE

Die Methode beruht auf dem Prinzip der Inversion nach Clerget: eine milde Säurebehandlung, die eine vollständige Hydrolyse bei Saccharose, jedoch fast keine bei Lactose oder anderen Zuckerarten hervorruft. Der Saccharosegehalt ergibt sich aus der Änderung des Drehungsvermögens der Lösung.

Ein klares Filtrat der Probe ohne Mutarotation durch Lactose wird durch Behandlung der Lösung mit Ammoniak, nachfolgender Neutralisation und Fällung mit nacheinander zugesetzter Zinkacetat- und Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung hergestellt.

In einem Teil des Filtrats wird die Saccharose unter besonderen, diesem Milchfiltrat entsprechenden Bedingungen hydrolysiert.

Aus dem Drehungsvermögen des Filtrats vor und nach der Inversion wird der Saccharosegehalt mit Hilfe von entsprechenden Formeln berechnet.

4. REAGENZIEN

- 4.1. Zinkacetatlösung, 1 M: 21,9 g kristallisiertes Zinkacetat ($Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2 H_2O$) und 3 ml Eisessig auf 100 ml mit Wasser auffüllen.
- 4.2. Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung, 0,25 M: 10,6 g kristallisiertes Kaliumhexacyanoferrat(II) $K_4(Fe(CN)_6) \cdot 3 H_2O$ auf 100 ml mit Wasser auffüllen.
- 4.3. Salzsäurelösung, $6,35 \pm 0,20$ M (20 bis 22%) oder $5,0 \pm 0,2$ M (16 bis 18%)
- 4.4. Ammoniaklösung, $2,0 \pm 0,2$ M (3,5%)
- 4.5. Essigsäurelösung, $2,0 \pm 0,2$ M (12%)
- 4.6. Bromothymolblau-Indikator, 1%ige Lösung (m/v) in Äthanol

5. GERÄTE

5.1. Waage, Empfindlichkeit 10 mg

5.2. Polarimeter-Rohr, 2 dm, mit genau kalibrierter Länge

5.3. Polarimeter oder Saccharimeter:

a) Polarimeter mit Natriumlicht oder grünem Quecksilberlicht (Quecksilberdampflampe mit Prisma oder dem speziellen Wratten-Filter Nr. 77A), das mit einer Genauigkeit von mindestens 0,05 Winkelgraden abgelesen werden kann;

b) Saccharimeter mit internationaler Zuckerskala, unter Verwendung von weißem, durch ein 15 mm dickes Filter einer 6%igen Kaliumdichromatlösung geleitetem Licht oder Natriumlicht mit einer Ablesegenauigkeit von mindestens 0,1 Grad auf der internationalen Zuckerskala.

5.4. Wasserbad, eingestellt auf 60 ± 1 °C

6. DURCHFÜHRUNG

6.1. **Kontrollbestimmung**

Zur Überprüfung der Methode, der Reagenzien und der Geräte nach der nachstehenden Methode eine Doppelkontrollbestimmung durchführen, unter Verwendung eines Gemisches von 100 g Milch oder 110 g Magermilch und 18,00 g reiner Saccharose; diese Mischung entspricht 40,00 g kondensierter Milch mit einem Saccharosegehalt von 45%. Den Zuckergehalt anhand der Formel unter 7 berechnen, wobei in der Formel 1 für M, F und P die gewogene Milchmenge, der Fettgehalt und der Eiweißgehalt dieser Milch, und in der Formel 2 für M die Zahl 40,00 eingesetzt werden. Der Mittelwert der festgestellten Werte sollte nicht um mehr als 0,2% von den tatsächlichen 45,0% abweichen.

6.2. **Bestimmung**

6.2.1. Etwa 40 g der gut durchgemischten Probe mit einer Genauigkeit von 10 mg in ein 100 ml fassendes Becherglas einwiegen. 50 ml heißes Wasser (80 bis 90 °C) hinzufügen und gut mischen.

6.2.2. Die Mischung quantitativ in einen 200-ml-Meßkolben überführen und das Becherglas mehrmals mit kleinen Mengen destillierten Wassers von 60 °C bis zu einem Gesamtvolumen von 120 bis 150 ml nachspülen. Mischen und auf Zimmertemperatur abkühlen.

6.2.3. 5 ml der verdünnten Ammoniaklösung (4.4) hinzufügen. Erneut mischen und dann 15 Minuten stehen lassen.

6.2.4. Den Ammoniak durch Zugabe einer äquivalenten Menge verdünnter Essigsäurelösung (4.5) neutralisieren. Vorher die genaue Zahl von Milliliter durch Titration der Ammoniaklösung mit Bromthymolblau als Indikator (4.6) bestimmen. Mischen.

6.2.5. 12,5 ml Zinkacetatlösung (4.1) unter vorsichtigem Vermischen durch kreisende Bewegung des geeigneten Kolbens hinzufügen.

6.2.6. In gleicher Weise wie bei der Acetatlösung 12,5 ml Kaliumhexacyanoferratlösung(II) (4.2) hinzufügen.

6.2.7. Den Inhalt des Kolbens auf 20 °C bringen und Wasser (von 20 °C) bis zur 200-ml-Marke hinzufügen.

Anmerkung:

Bis zu diesem Stadium sollten alle Zusätze von Wasser oder Reagenzien in einer solchen Weise erfolgen, daß die Bildung von Luftblasen vermieden wird, und mit dem gleichen Ziel sollte jedes Mischen durch kreisende Bewegung des Kolbens und nicht durch Schütteln erfolgen. Luftblasen, die vor der vollständigen Verdünnung auf 200 ml festgestellt werden, können durch vorübergehenden Anschluß des Kolbens an eine Vakuumpumpe und kreisende Bewegung des Kolbens beseitigt werden.

6.2.8. Den Kolben mit einem trockenen Stopfen verschließen und durch kräftiges Schütteln gründlich mischen.

6.2.9. Einige Minuten stehen lassen und dann durch ein trockenes Filterpapier filtrieren und die ersten 25 ml Filtrat verwerfen.

6.2.10. Direkte Polarisation: die optische Drehung des Filtrats bei ± 1 °C bestimmen.

- 6.2.11. Inversion: 40 ml des wie oben erhaltenen Fitrats in einen 50-ml-Meßkolben pipettieren. 6,0 ml 6,35 M oder 7,5 ml 5,0 M Salzsäure (4.3) hinzugeben.

Den Kolben für 15 Minuten in ein Wasserbad von 60 °C stellen, wobei der Kolben bis zum Hals eingetaucht wird. Durch kreisende Bewegung während der ersten 5 Minuten mischen; in dieser Zeit sollte der Inhalt des Kolbens die Temperatur des Bades erreicht haben. Auf 20 °C abkühlen und bis zur 50-ml-Marke mit Wasser von 20 °C auffüllen. Mischen und bei dieser Temperatur eine Stunde stehen lassen.

- 6.2.12. *Polarisation nach Inversion*

Die Drehung der invertierten Lösung bei $20 \pm 0,2$ °C bestimmen. (Wenn die Temperatur T der Flüssigkeit im Polarisationsrohr jedoch während der Messung um mehr als 0,2 ° von 20 °C abweicht, muß die unter Ziffer 7.2 angegebene Temperaturkorrektur angewandt werden.)

7. AUSWERTUNG

7.1. Berechnung

Berechnen des Saccharosegehalts mit folgenden Formeln:

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

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

S = Saccharosegehalt,

M = Masse der eingewogenen Probe in Gramm,

F = Fettgehalt in der Probe in %,

P = Eiweißgehalt (N x 6,38) in der Probe in %,

V = Volumen in ml, auf das die Probe vor dem Filtrieren verdünnt wurde,

v = Korrektur in ml für das Volumen des durch die Fällung gebildeten Niederschlags,

D = direkte Polarimeter-Ablesung (Polarisation vor der Inversion),

I = Polarimeter-Ablesung nach der Inversion,

L = Länge in dm des Polarimeterrohrs,

Q = Inversionsfaktor, dessen Werte unten angegeben werden.

Anmerkungen:

- a) Wenn genau 40,00 g Kondensmilch eingewogen und ein Polarimeter mit Natriumlicht, Winkelgraden und einem Polarimeterrohr von 2 dm Länge bei $20 \pm 0,1$ °C verwendet werden, kann der Saccharosegehalt normaler Kondensmilch (C = 9) mit der folgenden Formel berechnet werden:

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

- b) Wenn die Polarisation nach der Inversion bei einer von 20 °C abweichenden Temperatur (T) gemessen wird, müssen die Werte multipliziert werden mit:

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

7.2. Werte für den Inversionsfaktor Q

Die folgenden Formeln ergeben genaue Werte für Q bei verschiedenen Lichtquellen, mit Korrekturen für Konzentration und Temperatur:

Natriumlicht und Polarimeter mit Winkelgraden:

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (T - 20);$$

grünes Quecksilberlicht und Polarimeter mit Winkelgraden:

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

weißes Licht mit Dichromatfilter und Saccharimeter mit internationalen Zuckerskalagraden:

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

In den obigen Formeln sind:

C = Gesamtgehalt an Zucker in der invertierten Lösung entsprechend der polarimetrischen Messung in Prozent,

T = Temperatur der invertierten Lösung bei der polarimetrischen Messung.

Anmerkung 1:

Der Gehalt an Gesamtzucker in % (C) in der invertierten Lösung kann aus der direkten Ablesung und der Änderung nach der Inversion in der üblichen Weise unter Verwendung der normalen Werte für das spezifische Drehungsvermögen von Saccharose, Lactose und Invertzucker berechnet werden.

Die Korrektur $0,0006 (C - 9)$ usw. ist nur dann genau, wenn C etwa = 9 ist; bei normaler Kondensmilch kann auf diese Korrektur verzichtet werden, da C nahe bei 9 liegt.

Anmerkung 2:

Eine Temperaturabweichung von 1 °C gegenüber der Meßtemperatur von 20 °C macht bei der direkten Ablesung wenig aus, jedoch Abweichungen von mehr als 0,2 °C bei der Ablesung nach der Inversion erfordern eine Korrektur. Die Korrektur $-0,0033 (T - 20)$ usw. ist nur zwischen 18 °C und 22 °C genau.

7.3. **Wiederholbarkeit**

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher mit der gleichen Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 0,3 g Saccharose/100 g Kondensmilch nicht überschreiten.

METHODE 6: BESTIMMUNG DES MILCHSÄURE- UND LACTATGEHALTS

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Nach dieser Methode wird bestimmt der Milchsäure- und Lactatgehalt von:

- Milchpulver mit hohem Fettgehalt,
- Milchpulver (Vollmilchpulver),
- teilentrahmtem Milchpulver,
- Magermilchpulver.

2. DEFINITION

Milchsäure- und Lactatgehalt von getrockneter Milch: der nach dieser Methode bestimmte Milchsäure- und Lactatgehalt, berechnet als Milchsäure.

3. PRINZIP DER METHODE

Fett, Protein und Lactose werden gleichzeitig durch Zusatz von Kupfersulfat und Calciumhydroxid und anschließende Filtration entfernt.

Die Milchsäure im Filtrat wird durch konzentrierte Schwefelsäure in Gegenwart von Kupfersulfat in Acetaldehyd umgewandelt.

Der entstandene Acetaldehyd wird kolorimetrisch unter Verwendung von 4-Hydroxydiphenyl bestimmt.

Der Milchsäure- und Lactatgehalt wird in mg Milchsäure pro 100 g fettfreier Trockenmasse ausgedrückt.

4. REAGENZIEN

- 4.1. Kupfer(II)sulfatlösung: 250 g Kupfer(II)sulfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) in Wasser auflösen und auf 1 000 ml verdünnen.
- 4.2. Calciumhydroxid-Suspension:
 - 4.2.1. 300 g Calciumhydroxid ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) in einem Mörser mit Wasser unter Verwendung von insgesamt 900 ml mahlen. Die Suspension ist vor Gebrauch frisch herzustellen.
 - 4.2.2. Alternativ: 300 g Calciumhydroxid ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) in einem Mörser mit Wasser unter Verwendung von insgesamt 1 400 ml mahlen. Die Suspension ist vor Gebrauch frisch herzustellen.
- 4.3. Schwefelsäure-Kupfer(II)sulfatlösung: Zu 300 ml Schwefelsäure (95,5 bis 97,0% (m/m) H_2SO_4) 0,5 ml der Kupfer(II)sulfatlösung (4.1) hinzufügen.
- 4.4. Lösung von 4-Hydroxydiphenyl ($\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$): Durch Schütteln und leichtes Erhitzen 0,75 g 4-Hydroxydiphenyl in 5 ml einer wäßrigen Lösung von Natriumhydroxid auflösen, die 5 g NaOH pro 100 ml enthält. Mit Wasser auf 50 ml in einem Meßkolben verdünnen. Die Lösung an einem dunklen und kühlen Ort in einer braunen Glasflasche aufbewahren. Nicht verwenden, falls Farbänderungen oder Trübungen auftreten. Die maximale Lagerfähigkeit beträgt 72 Stunden.

- 4.5. Milchsäure-Standardlösung: Kurz vor der Verwendung 0,1067 g Lithiumlactat ($\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$) in Wasser auflösen und in einem Meßkolben auf 1 000 ml verdünnen. 1 ml dieser Lösung entspricht 0,1 mg Milchsäure.
- 4.6. Rekonstituierte Standardmilch: Mehrere Proben Trockenmilch von hoher Qualität werden im Vorwege analysiert. Zur Aufstellung der Eichkurve die Probe auswählen, die den geringsten Milchsäuregehalt hat und die nicht mehr als 30 mg Milchsäure pro 100 g fettfreier Trockenmasse enthält. Die Arbeitsschritte gemäß 6.2.1 und 6.2.2 einhalten.
5. GERÄTE
- 5.1. Analysenwaage
- 5.2. Spektralphotometer, geeignet für Ablesungen bei einer Wellenlänge von 570 nm.
- 5.3. Wasserbad bei 30 ± 2 °C
- 5.4. Mörser und Pistill
- 5.5. Filterpapier (Schleicher und Schüll 595, Whatman 1 oder äquivalent)
- 5.6. Reagenzgläser aus Pyrex oder äquivalent (Abmessungen 25 x 150 mm)

Anmerkung:

Alle Glasgefäße müssen vollkommen rein und nur für die Verwendung zu dieser Bestimmung vorgesehen sein. Glasgefäße, die Niederschläge enthalten, mit konzentrierter Salzsäure spülen und dann auswaschen.

6. DURCHFÜHRUNG

6.1. **Blindversuch**

Eine Blindprobe durchführen, indem 30 ml Wasser in einen 50-ml-Meßkolben gegeben werden und wie unter 6.2.4 bis einschließlich 6.2.11 beschrieben weiter verfahren wird. Wenn die Ergebnisse des Blindversuchs, gegen Wasser gemessen, das Äquivalent von 20 mg Milchsäure pro 100 g fettfreier Trockenmasse überschreiten, sollten die Reagenzien geprüft werden und die unreinen Reagenzien bzw. das unreine Reagenz ersetzt werden. Den Blindversuch gleichzeitig mit der Untersuchung der Probe durchführen.

6.2. **Bestimmung**

Anmerkung: Verunreinigungen insbesondere mit Speichel und Schweiß vermeiden.

- 6.2.1. Der Gehalt an fettfreier Trockenmasse (a) der Probe wird durch Abzug des Fettgehalts (erhalten nach Methode 4) und des Wassergehalts (erhalten nach Methode 2) von 100 errechnet.
- 6.2.2. $\frac{1\,000}{a-10}$ g der Probe auf 0,1 g genau abwiegen. Zu dieser Probemenge 100 ml Wasser geben, gründlich mischen.
- 6.2.3. 5 ml der erhaltenen Lösung in einen 50-ml-Meßkolben pipettieren und mit Wasser auf etwa 30 ml verdünnen.
- 6.2.4. Unter Umschwenken langsam 5 ml der Kupfersulfatlösung (4.1) hinzufügen und zehn Minuten stehen lassen.
- 6.2.5. Unter Umschwenken langsam 5 ml der Calciumhydroxidsuspension 4.2.1 oder 10 ml der Calciumhydroxidsuspension 4.2.2 hinzufügen.
- 6.2.6. Auf 50 ml mit Wasser verdünnen, kräftig schütteln, zehn Minuten stehen lassen, dann filtrieren. Die ersten Filtratanteile verwerfen.
- 6.2.7. 1 ml des Filtrats in ein Reagenzglas (5.6) pipettieren.
- 6.2.8. Mit einer Bürette oder einer graduierten Pipette 6,0 ml der Schwefelsäure-Kupfersulfatlösung (4.3) in das Reagenzglas geben. Mischen.
- 6.2.9. Das Reagenzglas fünf Minuten lang in kochendem Wasserbad erhitzen. Unter fließendem Wasser auf Raumtemperatur abkühlen.
- 6.2.10. 2 Tropfen 4-Hydroxydiphenyl-Reagenz (4.4) hinzufügen und kräftig schütteln, um das Reagenz gleichmäßig in der ganzen Flüssigkeit zu verteilen. Das Reagenzglas in das Wasserbad von 30 ± 2 °C bringen; es dort 15 Minuten belassen, von Zeit zu Zeit schütteln.

- 6.2.11. Das Reagenzglas 90 Sekunden in das kochende Wasserbad einsetzen. Unter fließendem Wasser auf Raumtemperatur abkühlen.
- 6.2.12. Die optische Dichte gegen den Blindversuch (6. 1) innerhalb von drei Stunden bei der unter 5.2 angegebenen Wellenlänge messen.
- 6.2.13. Falls die optische Dichte diejenige des höchsten Punktes der Eichkurve überschreitet, die Untersuchung unter Verwendung einer geeigneten Verdünnung des unter 6.2.6 erhaltenen Filtrats wiederholen.
- 6.3. **Erstellung der Eichkurve**
- 6.3.1. 5 ml der rekonstituierten Milch (4.6) in fünf 50-ml-Meßkolben pipettieren. In diese Kolben 0, 1, 2, 3 bzw. 4 ml der Eichlösung (4.5) pipettieren, um so Eichlösungen zu erhalten, die 0, 20, 40, 60 und 80 mg zugesetzter Milchsäure pro 100 g fettfreier Trockenmasse des Milchpulvers entsprechen.
- 6.3.2. Mit Wasser auf etwa 30 ml verdünnen und wie unter 6.2.4 bis einschließlich 6.2.11 beschrieben behandeln.
- 6.3.3. Die optischen Dichten der Standards (6.3.1) gegen den Blindversuch (6.1) bei der unter 5.2 angegebenen Wellenlänge messen. In ein Diagramm die optischen Dichten gegen die Mengen an Milchsäure eintragen, die in 6.3.1 angegeben sind, also 0 mg, 20 mg, 40 mg, 60 mg und 80 mg pro 100 g fettfreier Trockenmasse. Eine diesen Punkten am besten entsprechende Gerade zeichnen und die Eichkurve anfertigen, indem diese Gerade parallel zu sich selbst verschoben wird, so daß sie durch den Nullpunkt der Koordinaten geht.

7. AUSWERTUNG

7.1. **Berechnung**

Die optische Dichte, die unter 6.2.12 oder 6.2.13 gemessen wurde, in mg Milchsäure pro 100 g fettfreie Trockenmasse in der Probe entsprechend der Eichkurve verwandeln. Dieses Ergebnis mit dem Verdünnungsfaktor multiplizieren, falls das Filtrat gemäß 6.2.13 verdünnt worden ist.

7.2. **Wiederholbarkeit**

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher mit der gleichen Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf 8 mg Milchsäure pro 100 g fettfreie Trockenmasse für Gehalte bis 80 mg nicht überschreiten. Bei höheren Werten darf diese Differenz 10%, bezogen auf den niedrigsten Wert, nicht überschreiten.

METHODE 7: BESTIMMUNG DER PHOSPHATASEAKTIVITÄT (MODIFIZIERTES SANDERS- UND SAGAR-VERFAHREN)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode beschreibt die Bestimmung der Phosphataseaktivität in

- Milchpulver mit hohem Fettgehalt,
- Milchpulver (Vollmilchpulver),
- teilentrahmtem Milchpulver,
- Magermilchpulver.

2. DEFINITION

Die Phosphataseaktivität ist ein Maß für die vorhandene Menge an aktiver alkalischer Phosphatase. Sie wird in µg Phenol, die nach der hier beschriebenen Methode von 1 ml der rekonstituierten Milch freigesetzt werden, bestimmt.

3. PRINZIP

Die Phosphataseaktivität von Trockenmilch wird durch die Fähigkeit der Phosphatase, Phenol aus Dinatriumphosphat freizusetzen, bestimmt. Die Menge an Phenol, die unter den beschriebenen Bedingungen freigesetzt wird, wird durch spektrophotometrische Messung der mit dem Gibb'schen Reagenz entwickelten Farbe bestimmt.

4. REAGENZIEN

4.1. **Lösung A**

Bariumborat-hydroxid-Puffer: pH 10,6 ± 0,1 bei 20 °C.

25,0 g Bariumhydroxid (Ba(OH)₂·8 H₂O) werden in Wasser gelöst und auf 500 ml verdünnt.

11,0 g Borsäure (H_3BO_3) werden in Wasser gelöst und auf 500 ml verdünnt.

Beide Lösungen auf 50 °C erwärmen und mischen.

Die Mischung schütteln und auf Raumtemperatur abkühlen.

Den pH-Wert mit Bariumhydroxidlösung auf $10,6 \pm 0,1$ einstellen und filtrieren.

Die Lösung in einem dicht verschlossenen Behälter aufbewahren.

Den Puffer vor der Verwendung mit der gleichen Menge Wasser verdünnen.

4.2. **Lösung B**

Farbentwicklungspuffer

6,0 g Natriummetaborat (NaBO_2) (oder 12,5 g $\text{NaBO}_2 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$) und 20,0 g Natriumchlorid (NaCl) in Wasser auflösen und auf 1 000 ml verdünnen.

4.3. **Lösung C**

Substrat-Puffer-Lösung

4.3.1. 0,5 g Dinatriumphosphat ($\text{Na}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$) in 4,5 ml der Lösung B (4.2) auflösen. Zwei Tropfen von Lösung E (4.5) hinzufügen und 30 Minuten stehen lassen. Farbstoff mit 2,5 ml Butanol (4.10) extrahieren. Falls notwendig, Farbstoffextraktion wiederholen. Nach der Abscheidung Butanol verwerfen. Die Lösung kann in einem Kühlschrank mehrere Tage aufbewahrt werden. Vor der Verwendung die Farbe nochmals entwickeln und extrahieren.

4.3.2. 1 ml dieser Lösung in einen 100-ml-Meßkolben überführen und mit der Lösung A bis zur Marke auffüllen. Die Pufferlösung unmittelbar vor der Verwendung vorbereiten.

4.4. **Lösung D**

Fällungsreagenz

3,0 g Zinksulfat ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$) und 0,6 g Kupfersulfat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) in Wasser auflösen und auf 100 ml auffüllen.

4.5. **Lösung E**

Gibb's-Reagenz

0,040 g 2,6-Dibromchinon-1,4-Chlorimid ($\text{O}_6\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2\text{NCl}$) in 10 ml 96%igem Äthylalkohol auflösen. Die Lösung in einer Flasche aus dunklem Glas im Kühlschrank aufbewahren. Bei Entfärbung das Reagenz verwerfen.

4.6. Farbverdünnungspuffer

10 ml der Lösung B (4.2) des Farbentwicklungspuffers mit Wasser auf 100 ml verdünnen.

4.7. Kupfersulfatlösung

0,05 g Kupfersulfat (II) ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$) in Wasser lösen und auf 100 ml mit Wasser auffüllen.

4.8. Phenol-Standardlösung

0,200 \pm 0,001 g reines Phenol in Wasser auflösen und auf 100 ml in einem Meßkolben auffüllen. Diese Lösung kann einige Monate im Kühlschrank aufbewahrt werden. 10 ml dieser Lösung mit Wasser auf 100 ml verdünnen. Diese verdünnte Lösung enthält 200 μg Phenol in 1 ml und kann zur Herstellung weiterer Verdünnungen verwendet werden.

4.9. Abgekochtes, destilliertes Wasser

4.10. n-Butanol

5. GERÄTE

5.1. Analysenwaage

5.2. Wasserbad, thermostatisch eingestellt auf 37 °C \pm 1 °C

5.3. Spektralphotometer, geeignet für Ablesungen bei einer Wellenlänge von 610 nm

5.4. Filterpapier (Schleicher und Schüll 597, Whatman 42 oder gleichwertiges Filterpapier)

5.5. Wasserbad, siedend

5.6. Aluminiumfolie

6. DURCHFÜHRUNG

Vorsichtsmaßnahmen:

1. Direkte Einwirkung von Sonnenlicht vermeiden.

2. Alle Glasgeräte, Stopfen und Entnahmeggeräte sollten vollständig sauber sein. Es wird empfohlen, diese Gegenstände mit Wasser zu spülen und zu kochen oder sie mit Dampf zu behandeln.
3. Die Verwendung von Kunststoffmaterial (zB Stopfen) vermeiden, sie können Phenol enthalten.
4. Speichel enthält Phosphatase; Kontamination durch Speichelspuren muß sorgfältig vermieden werden.

6.1. **Vorbereitung der Probe**

- 6.1.1. 10 g der Probe (auf 0,1 g genau gewogen) in 90 ml Wasser auflösen. Die Temperatur bei der Auflösung des Pulvers darf unter keinen Umständen 35 °C überschreiten.

6.2. **Bestimmung**

- 6.2.1. In zwei Reagenzgläser je 1 ml der rekonstituierten Milch eingeben, die entsprechend 6.1.1 vorbereitet wurde.
- 6.2.2. Eines der Reagenzgläser zwei Minuten in kochendem Wasser erhitzen. Das Reagenzglas und das Wasserbad (5.5) (zB ein Becherglas) mit Aluminiumfolie (5.6) abdecken, um sicherzustellen, daß das gesamte Reagenzglas erhitzt wird. In kaltem Wasser auf Raumtemperatur abkühlen. Dieses Reagenzglas wird für den Blindversuch verwendet. Von diesem Punkt an die beiden Reagenzgläser in gleicher Weise behandeln.
- 6.2.3. 10 ml Lösung C (4.3.2) hinzufügen. Mischen und das Reagenzglas in das Wasserbad von 37 °C (5.2) stellen.
- 6.2.4. 60 Minuten im Wasserbad inkubieren und von Zeit zu Zeit schütteln.
- 6.2.5. Die Reagenzgläser sofort in ein kochendes Wasserbad (5.5) stellen und zwei Minuten erhitzen; in kaltem Wasser auf Zimmertemperatur abkühlen.
- 6.2.6. 1 ml der Lösung D (4.4) hinzufügen, mischen und durch ein trockenes Filterpapier filtrieren; die ersten Filtrate verwerfen, bis eine klare Flüssigkeit erhalten wird.
- 6.2.7. 5 ml jedes der beiden Filtrate in Reagenzgläser eingeben, 5 ml Lösung B (4.2) und 0,1 ml Lösung E (4.5) hinzugeben. Mischen.
- 6.2.8. Zur Farbentwicklung 30 Minuten bei Zimmertemperatur geschützt vor Sonnenlicht stehen lassen.
- 6.2.9. Die optische Dichte der Probelösung gegen den Blindversuch bei der unter 5.3 angegebenen Wellenlänge messen.
- 6.2.10. Die Bestimmung wiederholen, falls die optische Dichte der Lösung über der der Standardprobe mit 20 µg Phenol liegt, die gemäß 7 erhalten wurde.
Wenn dieser Wert überschritten wird, ein entsprechendes Volumen rekonstituierter Milch (6.1.1) mit einem entsprechenden Volumen dieser Milch, die gemäß 6.2.2 sorgfältig abgekocht wurde, um die vorhandene Phosphatase zu inaktivieren, verdünnen.

7. **ERSTELLUNG DER EICHKURVE**

- 7.1. In vier 100-ml-Meßkolben je 1, 3, 5 und 10 ml der nach 4.8 verdünnten Standardlösung eingeben und bis zur Marke mit Wasser auffüllen; diese Verdünnungen enthalten 2, 6, 10 und 20 µg Phenol in 1 ml.
- 7.2. 1 ml Wasser oder 1 ml jeder Referenzlösung (7.1) in die Reagenzgläser pipettieren, um eine Reihe von Proben zu erhalten, die 0 (Nullwert) – 2 – 6 – 10 und 20 µg Phenol enthalten.
- 7.3. Nacheinander in jedes Reagenzglas 1 ml der Kupfersulfatlösung (4.7), 5 ml des Farbverdünnungspuffers (4.6), 3 ml Wasser und 0,1 ml Lösung E (4.5) hinzufügen. Mischen.
- 7.4. Die Reagenzgläser bei Zimmertemperatur vor Sonnenlicht geschützt 30 Minuten stehen lassen.
- 7.5. Die optische Dichte der Lösungen aus den Reagenzgläsern im Vergleich zum Nullwert bei der in 5.3 angegebenen Wellenlänge messen.
- 7.6. Die Eichkurve durch Aufzeichnen der optischen Dichtewerte gegen die Phenolmengen in µg wie bei 7.2 angegeben aufzeichnen.

8. AUSWERTUNG

8.1. Berechnung

8.1.1. Die nach 6.2.9 erhaltenen Werte unter Benutzung der Eichkurve in μg Phenol umrechnen.

8.1.2. Die Phosphataseaktivität, ausgedrückt als μg Phenol je ml rekonstituierter Milch, wird nach folgender Formel berechnet:

$$\text{Phosphataseaktivität} = 2,4 \times P,$$

hierin ist P = die Phenolmenge in μg entsprechend 8.1.1.

8.1.3. Falls es nötig war, entsprechend der Angabe nach 6.2.10 zu verdünnen, das unter 8.1.2 erhaltene Resultat mit dem Verdünnungsfaktor multiplizieren.

8.2. Wiederholbarkeit

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander von demselben Untersucher, mit derselben Probe und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf $2 \mu\text{g}$ freigesetztes Phenol je 1 ml rekonstituierter Milch nicht überschreiten.

METHODE 8: BESTIMMUNG DER PHOSPHATASEAKTIVITÄT (ASCHAFFENBURG- UND MULLEN-VERFAHREN)

1. ZWECK UND ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode beschreibt die Bestimmung der Phosphataseaktivität in

- Milchpulver mit hohem Fettgehalt,
- Milchpulver (Vollmilchpulver),
- teilentrahmtem Milchpulver,
- Magermilchpulver.

2. DEFINITION

Die Phosphataseaktivität von Trockenmilch ist ein Maß für die Menge an aktiver alkalischer Phosphatase im Produkt. Sie wird in μg p-Nitrophenol, die nach der hier beschriebenen Methode von 1 ml der rekonstituierten Probe freigesetzt werden, bestimmt.

3. PRINZIP

Die rekonstituierte Probe wird mit einem Puffersubstrat bei pH 10,2 verdünnt und bei einer Temperatur von 37°C zwei Stunden bebrütet. Die in der Probe vorhandene alkalische Phosphatase setzt unter diesen Bedingungen p-Nitrophenol aus Dinatrium (p-Nitrophenyl)-phosphat frei.

Das freigesetzte p-Nitrophenol wird durch direkten Vergleich mit Standardfarbgläsern in einem einfachen Komparator unter Verwendung von reflektiertem Licht bestimmt.

4. REAGENZIEN

4.1. Natriumcarbonat-Hydrogencarbonat-Puffer

3,5 g wasserfreies Natriumcarbonat und 1,5 g Natrium-Hydrogencarbonat in Wasser auflösen und in einem Meßkolben auf 1 000 ml verdünnen.

4.2. Puffersubstrat

1,5 g Dinatrium p-Nitrophenyl-Phosphat im Natriumcarbonat-Hydrogencarbonat-Puffer (4.1) auflösen und in einem Meßkolben mit dem Puffer (4.1) auf 1 000 ml auffüllen.

Diese Lösung ist einen Monat stabil, wenn sie in einem Kühlschrank ($\leq 4^\circ\text{C}$) gelagert wird, jedoch sollte eine Farbprüfung an solchen gelagerten Lösungen durchgeführt werden; siehe 6, Anmerkung 3.

4.3. Fällungsreagenzien

4.3.1. Zinksulfatlösung

30,0 g Zinksulfat in Wasser auflösen und in einem Meßkolben auf 100 ml verdünnen.

4.3.2. Kalium-Hexacyanoferrat(II)lösung

17,2 g Kalium-Hexacyanoferrat(II)-Trihydrat in Wasser auflösen und in einem Meßkolben auf 100 ml verdünnen.

5. GERÄTE

5.1. Analysenwaage

5.2. Wasserbad, thermostatisch auf 37 ± 1 °C eingestellt

5.3. Komparator mit einer besonderen, auf μg p-Nitrophenol je ml Milch geeichte, Standardfarbgläser aufweisende Scheibe und zwei Küvetten von 25 mm

6. DURCHFÜHRUNG

Vorsichtsmaßnahmen:

1. Nach der Verwendung müssen die Reagenzgläser geleert, mit Wasser gespült, in heißem Wasser mit einem alkalischen Waschmittel gewaschen und anschließend in reinem heißem Leitungswasser gespült werden. Schließlich müssen sie vor der Verwendung mit Wasser gespült und getrocknet werden.

Die Pipetten sind gründlich in sauberem kaltem Leitungswasser sofort nach der Verwendung zu spülen, anschließend muß vor der Verwendung mit Wasser gespült und getrocknet werden.

2. Die Stopfen der Reagenzgläser müssen sofort nach der Verwendung in heißem Leitungswasser gründlich gespült werden, anschließend sind sie zwei Minuten in Wasser abzukochen.

3. Die Puffersubstratlösung (4.2) sollte mindestens ein Monat stabil bleiben, wenn sie in einem Kühlschrank bei 4 °C oder darunter aufbewahrt wird. Etwaige Instabilitäten zeigen sich an der Bildung einer Gelbfärbung. Während die Probe immer gegen eine abgekochte Kontrollprobe abgelesen wird, die die gleiche Puffersubstratlösung enthält, wird empfohlen, daß die Lösung nicht verwendet werden sollte, wenn sich eine Farbablesung ergibt, die in einer 25-mm-Küvette des Komparators, bei dem in der anderen Küvette destilliertes Wasser verwendet wird, mehr als 10 μg beträgt.

4. Eine getrennte Pipette für jede Probe verwenden und Speichelkontamination der Pipette vermeiden.

5. Die Probe darf zu keiner Zeit direktem Sonnenlicht ausgesetzt werden.

6.1. **Vorbereitung der Probe**

10 g Pulver in 90 ml Wasser auflösen. Die Temperatur für die Lösung des Pulvers darf 35 °C nicht überschreiten.

6.2. **Bestimmung**

6.2.1. 15 ml des Puffersubstrats in ein sauberes trockenes Reagenzglas pipettieren, anschließend 2 ml der zu testenden rekonstituierten Probe (6.1). Das Reagenzglas verschließen, durch Stürzen mischen und in das 37 °C-Wasserbad stellen.

6.2.2. Gleichzeitig ein Reagenzglas mit 15 ml Puffersubstrat und 2 ml der abgekochten rekonstituierten Probe in der gleichen Art wie die zu prüfende Probe in das Wasserbad stellen.

6.2.3. Nach zwei Stunden beide Reagenzgläser aus dem Wasserbad entfernen, 0,5 ml Zinksulfatlösung (4.3.1) hinzufügen, den Stopfen wieder aufsetzen, kräftig schütteln und drei Minuten stehen lassen. 0,5 ml Kalium-Hexacyanoferrat(II)-Lösung (4.3.2) hinzugeben, gründlich mischen, filtern und das klare Filtrat in einem sauberen Reagenzglas auffangen.

6.2.4. Das Filtrat in eine 25-mm-Küvette einbringen und mit dem Filtrat der abgekochten Gegenprobe im Komparator unter Verwendung der Spezielscheibe (5.3) vergleichen.

7. AUSWERTUNG

7.1. **Berechnung**

Die direkte Ablesung nach 6.2.4 wird als μg p-Nitrophenol je ml der rekonstituierten Probe ausgedrückt.

7.2. **Wiederholbarkeit**

Die Differenz zwischen den Ergebnissen von Doppelbestimmungen, die gleichzeitig oder unmittelbar nacheinander mit derselben Probe von demselben Untersucher und unter denselben Bedingungen durchgeführt worden sind, darf nicht mehr als 2 μg Nitrophenol je ml rekonstituierter Milch betragen.