

Co-funded by the
Erasmus+ Programme
of the European Union



LABORATÓRNA PRÍRUČKA

- ANALÝZY KVALITY SUROVÉHO MLEKA





I. Úvod

Definícia. Mlieko je normálny mliečny sekrét dojnic bez pridávania alebo odoberania akýchkoľvek látok. Surové mlieko je definované ako "mlieko vyrobené zo sekrétu mliečnej žľazy zdravých hospodárskych zvierat, ktoré nebolo zahriate na teplotu vyššiu ako 40 °C ani nebolo podrobené žiadnemu ošetreniu s rovnocenným účinkom".

Požiadavky. Surové mlieko musí spĺňať hygienické požiadavky a normy nariadenia Európskeho Parlamentu a Rady (ES) č. 853/2004 z 29. apríla 2004, ktorým sa ustanovujú osobitné hygienické predpisy pre potraviny živočíšneho pôvodu.

Tabuľka 1. Vybrané požiadavky na surové mlieko podľa nariadenia (ES) č. 853/2004.

I. Zdravotné požiadavky		
1. Surové mlieko musí pochádzať od zvierat (kravy, byvoly, ovce, kozy, iné), ktoré sú v dobrom celkovom zdravotnom stave a nevykazujú žiadne príznaky infekčných chorôb prenosných na človeka (bez akejkoľvek infekcie pohlavných orgánov s výtokom, enteritídy s hnačkou a horúčkou alebo rozpoznateľného zápalu vemena, bez brucelózy a tuberkulózy). Zvieratá nesmú mať žiadne poranenie vemena, ktoré by mohlo ovplyvniť mlieko. 2. Surové mlieko musí pochádzať od zvierat, ktorým neboli podávané žiadne nepovolené látky alebo produkty a ktoré neboli liečené nezákonným spôsobom. 3. Surové mlieko musí pochádzať od zvierat, u ktorých boli v prípade podávania povolených produktov alebo látok dodržané príslušné ochranné lehoty pre tieto látky.		
II. Hygiena v podnikoch na produkciu mlieka		
a. Požiadavky týkajúce sa priestorov (kde sa mlieko skladuje, spracováva alebo chladí), zariadení a náradia - minimalizácia rizika kontaminácie mlieka b. Hygiena počas dojenia, zberu a prepravy - čisté vemená, zvieratá sa musia kontrolovať na prípadné príznaky chorôb a s cieľom vylúčiť zvieratá, ktoré sa liečia, používanie len schválených ceckov a postrekov. Bezprostredne po dojení sa mlieko musí schladiť na teplotu nepresahujúcu 8 °C v prípade denného zberu, alebo nie viac ako 6 °C, ak zber nie je denný. Preprava - chladiaci reťazec musí byť zachovaný tak, aby teplota mlieka pri príchode na miesto určenia nebola vyššia ako 10 °C. Za osobitných okolností, ak mlieko spĺňa mikrobiologické kritériá, nesmie sa chladiť: - ak sa spracuje do 2 hodín po nadojení; - z technologických dôvodov súvisiacich s výrobou určitých mliečnych výrobkov, ale so súhlasom príslušného orgánu. c. Požiadavky na hygienu zamestnancov - vhodné čisté oblečenie, umývacie zariadenia, vysoký stupeň osobnej čistoty.		
III. Kritériá pre surové mlieko		
Kravske mlieko:	Nie viac ako:	Frekvencia testovania:
Počet mikroorganizmov na platničkách pri 30 °C v 1 ml mlieka	100 000	Geometrický priemer za obdobie dvoch mesiacov s najmenej dvoma vzorkami za mesiac.
Počet somatických buniek na 1 ml mlieka	400 000	Geometrický priemer za trojmesačné obdobie s aspoň jednou vzorkou za mesiac.



Mlieko iných druhov:	Nie viac ako:	Frekvencia testovania:
Počet mikroorganizmov na platničkách pri 30 °C v 1 ml mlieka	1 500 000 (alebo 500 000 – mlieko určené na výrobu výrobkov vyrobených bez tepelného spracovania)	Geometrický priemer za obdobie dvoch mesiacov s najmenej dvoma vzorkami za mesiac.
Ďalšie kritériá: mlieko nesmie obsahovať rezíduá antibiotík (prekračujúce povolené množstvo)		
IV. Kritériá pre mlieko bezprostredne pred spracovaním: 1. Teplota nie vyššia ako 6 °C (okrem určitých okolností) 2. Počet mikroorganizmov na 30 °C v 1 ml surového kravského mlieka menej ako 300 000.		

Ďalšie požiadavky na kvalitu surového mlieka

PRE VŠETKY DÁVKY MLIEKA:

Je zakázané dodávať mlieko:

- falšované (napr. s pridanou vodou, odtučnené, s pridanými neutralizačnými látkami);
- z chorého hovädzieho dobytku (alebo iných zvierat: kôz, oviec, byvolov) alebo počas liečebných postupov;
- po liečbe, ale pred koncom ochrannej lehoty stanovenej pre použitý liek;
- nie neskôr ako 3 týždne pred otelením a nie skôr ako 6 dní po otelení (mledzivo);
- v prípade zákazu príjmu stanoveného úradným veterinárnym lekárom.

Required milk parameters:

Vzhľad - farba biela s krémovým odtieňom, bez viditeľných mechanických nečistôt;

vôňa - špecifická pre mlieko, bez cudzieho zápachu;

Teplota - nie vyššia ako 8 °C (denný príjem), 6 °C (ostatný príjem), nechladené (príjem do 2 hodín po dojení).

Kyslosť - miera čerstvosti mlieka:

- titračná kyslosť - 6,0-7,5 °SH;
- pH - 6,6-6,8

PODROBNÉ POŽIADAVKY NA MLIEKO:



- hustota - nie nižšia ako 1,028 g/ml;
- bod tuhnutia - nie vyšší ako -0,520 °C;
- antimikrobiálne látky (antibiotiká, čistiace prostriedky atď.) - neakceptované.

Zloženie mlieka. Existuje mnoho faktorov, ktoré ovplyvňujú zloženie mlieka, ako napríklad: genetické faktory (druh, plemeno, individuálne faktory), fyziologický stav zvierata (štádium laktácie, vek, choroby - najmä mastitídy) a faktory prostredia (podnebie, kŕmenie, spôsob dojenia). V tabuľke 2 je uvedené priemerné zloženie kravského mlieka.

Tabuľka 2. Zloženie kravského mlieka

Komponent:	Priemer:	Rozsah:
Voda 87.5%		
Suchá hmota 12.5%, vrátane.:		
Proteín	3,2%	(2,6 – 4,0)
Tuk	3,6%	(2,7 – 5,5)
Laktóza	4,8%	(4,2 – 5,2)
Popol	0,7%	(0,6 – 0,8)
Iné organické zlúčeniny	0,2%	(0,1 – 0,3)



Obsah

I. UVOD	3
II. ANALÝZY	5
1. MIKROBIOLOGICKÁ KVALITA.....	5
1.1. Počet mikroorganizmov na platničkách pri 30 °C podľa poľskej normy PN-93/A-86034/03-04.....	5
2. ORGANOLEPTICKÉ HODNOTENIE	7
3. VYŠETRENIE MLIEKA NA DIAGNOSTIKU MASTITÍDY.....	7
3.1. Whiteside test.....	7
3.2. Stanovenie koncentrácie chloridov v mlieku Mohrovou metódou.....	9
3.3. Výpočet pomeru chloridov a laktózy	10
4. FYZIKÁLNE VLASTNOSTI	11
4.1. Titrovateľná kyslosť	11
4.2. Meranie pH	12
4.3. Hustota mlieka	12
5. CHEMICKÉ ZLOŽENIE	13
5.1. Obsah tuku podľa Gerberovej metódy.....	13
5.2. Výpočty obsahu sušiny (celkovej mliečnej sušiny) a obsahu netukovej sušiny.....	14
5.3. Celkový obsah popola - metóda mineralizácie (suché spopolnenie).....	15
5.4. Obsah laktózy - polarimetrická metóda	17
6. TECHNOLOGICKÚ KVALITU MLIEKA URČENÉHO NA VÝROBU ZAHUSTENÝCH MLIEČNYCH VÝROBKOV ALEBO SYRA	18
6.1. Číslo alkoholu	18
6.2. Koagulačný test vyvolaný renetou.....	19
6.3. Fermentačné testy	20



II. ANALÝZY

1. MIKROBIOLOGICKÁ KVALITA

1.1. Počet mikroorganizmov na platničkách pri 30 °C podľa poľskej normy PN-93/A-86034/03-04

Princíp. Celkový počet mikroorganizmov v mlieku sa stanovuje inkubáciou vhodného riedenia vzorky mlieka s neselektívnym agarom Milk Plate Count Agar pri 30 °C počas 72 h v aeróbných podmienkach a spočítaním kolónií. Výsledky sa vyjadrujú ako jednotky tvoriace kolónie (KTJ) na 1 ml mlieka.

Prístroje/sklenený riad

- Autokláv
- Inkubátor (30 °C)
- Automatická pipeta (1 ml)
- Vortex
- Sterilné Petriho misky

Chemikálie/reagencie

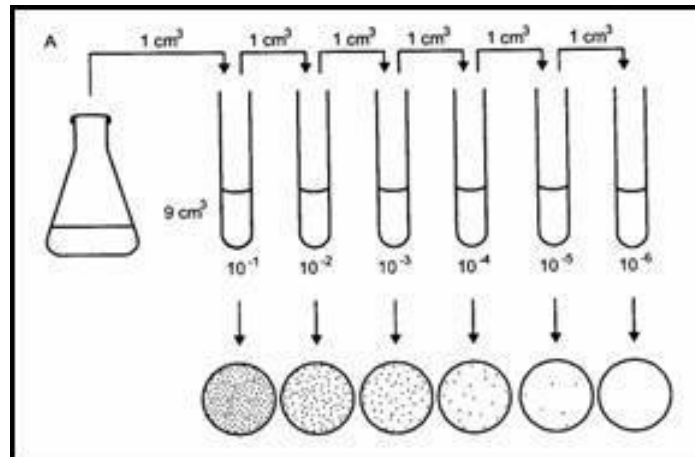
- 9 ml sterilnej peptónovej vody (autoklávovanej pri 121 °C počas 15 minút)
- Sterilné médium* na stanovenie celkového počtu mikroorganizmov (autoklávované vo fľašiach Schott pri 121 °C počas 15 min)

* (zloženie: agar s destilovanou vodou, tryptón, kvasnicový extrakt, glukóza, odstredenú mlieko bez antibiotík; pH 7,0)

Postup

1. Pred odberom vzorky mlieka vo fľaši dôkladne premiešajte.
2. Pomocou sterilnej automatickej pipety napipetujte 1 ml vzorky mlieka do sondy s 9 ml sterilnej peptónovej vody. Dôkladne premiešajte vortexom.

3. Pri správnom riedení postupujte podľa schémy



Obr. 1. Tvorba riešení Listerovou metódou

4. Pipetujte 1 ml každého roztoku do sterilnej Petriho misky. Každé riedenie by sa malo pipetovať do 2 Petriho misiek.
5. Pridajte 12-15 ml sterilného média ochladeného na ~45 °C a jemne premiešajte.
6. Počkajte, kým agar stuhne, a inkubujte platne (hore dnom) s naočkovaným médiom pri 30 °C počas 72 h v aeróbných podmienkach.

Výsledky. Vyberte platne s 10-300 kolóniami a spočítajte mikroorganizmy. Vypočítajte počet mikroorganizmov (L) pomocou nižšie uvedenej rovnice:

$$L = \frac{C}{(N_1 + 0,1N_2) \cdot d}$$

kde:

C - súčet kolónií zo všetkých Petriho misiek vybraných na sčítanie,

N1 - počet misiek z prvého riedenia (napr. 10^{-3} , ak boli spočítané misky z riedení 10^{-3} a 10^{-4}),

N2 - počet misiek z druhého riedenia (napr. 10^{-4} , ak boli spočítané misky z riedení 10^{-3} a 10^{-4}),

d - index riedenia pre prvé zohľadnené riedenie (napr. 10^{-3}).

Výsledky vyjadrite ako jednotky tvoriace kolónie (cfu) na 1 ml mlieka ($1,1 - 9,9 \times 10^x$ JVK/ml).

Výklad. Celkový obsah mikroorganizmov v surovom mlieku by mal spĺňať požiadavky nariadenia (ES) č. 853/2004, t. j. nemal by byť vyšší ako $1,0 - 10^5$ JVK/ml. Ak je surové mlieko určené na priamu spotrebu, tento počet by nemal presiahnuť $5,0 - 10^4$ JVK/ml.

2. ORGANOLEPTICKÉ HODNOTENIE



Postup. Zhodnoíte vôňu a vzhľad mlieka ihneď po otvorení nádoby bez miešania. Pozorujte vzorku mlieka, či na jej povrchu nie sú viditeľné mechanické nečistoty alebo tukové granule.

Výklad. Vzhľad mlieka by mal byť biely so smotanovým alebo svetložltým odtieňom bez okom viditeľných mechanických nečistôt. Vôňa by mala byť čerstvá, prirodzená, bez cudzieho zápachu. V prípade pochybností sa mlieko testuje na chuť, ale po zahriatí na 80 °C a následnom ochladení na izbovú teplotu.

3. VYŠETRENIE MLIEKA NA DIAGNOSTIKU MASTITÍDY

3.1. Whiteside test

Princíp. Test je založený na zvýšení počtu leukocytov v mastitickom mlieku, ktoré reagujú s roztokom NaOH a vytvárajú zrazeniny.

Prístroje/sklenený Tovar

sklenené sklíčko

sklenená tyč

Chemikálie/reagencie

1 N NaOH

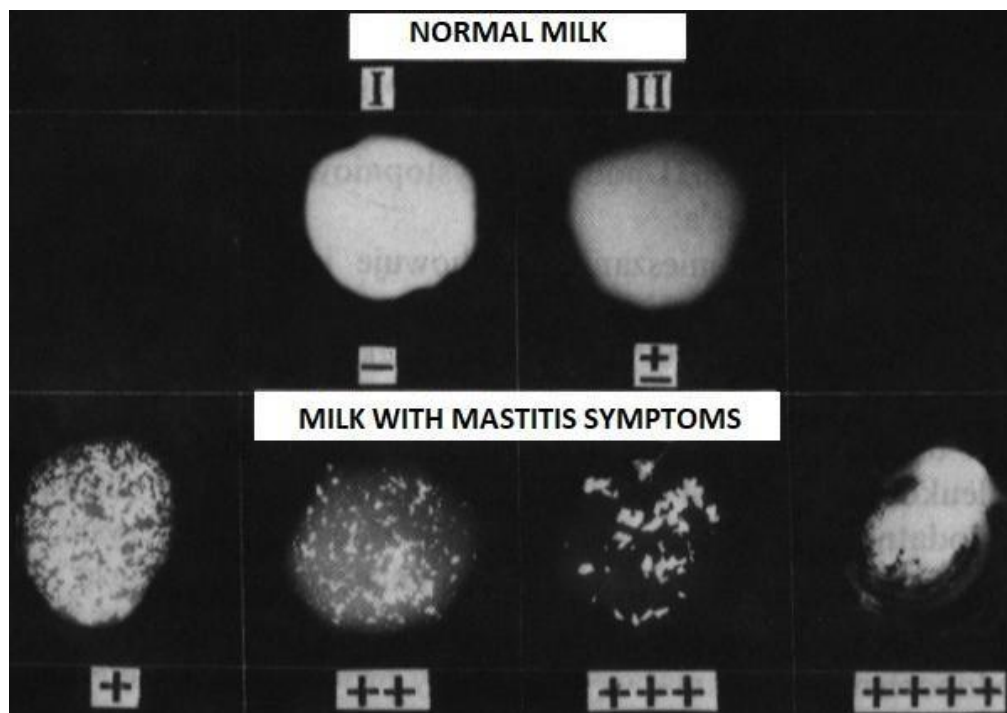
Postup

1. Pridajte jednu kvapku 1 N NaOH k piatim kvapkám mlieka na sklenené sklíčko a zmes 20 sekúnd miešajte sklenenou tyčinkou.
2. Pozorujte konzistenciu vzorky mlieka na tmavom pozadí.

Výsledky/interpretácia: Negatívne vzorky (normálne mlieko) sú úplne bez precipitátu. Množstvo vytvorenej zrazeniny je odstupňované od nepatrnej po hustú viskóznu hmotu a považuje sa za ukazovateľ stupňa podráždenia vemena. Výsledky sa klasifikujú na základe stupňa zrážania mlieka.

Tabuľka 3. Možné výsledky testu Whiteside

Klasifikácia	Popis
Zmes zostáva nepriehľadná a bez častíc	(-) negatívne
Jemné rozptýlené častice pozorované pri podrobnej kontrole na konci testu	(+/-)sledovanie
Zmes sa mierne zahustí, pozorujú sa mierne zrazeniny	(+) pozitívne
Zmes sa zahusťuje, pozoruje sa zrážanie	(++) pozitívne
Pozoruje sa silné zahustenie zmesi a rozdelenie na mliečnu srvátku a biele častice	(+++) pozitívne
Zmes okamžite zhutne a sleduje sklenenú tyčinku, pozoruje sa veľmi silné zrážanie	(++++) pozitívne



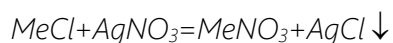
Obr. 2. Možné výsledky testu Whiteside

Mastitída (zápal mliečnej žľazy) mení fyzikálnu, chemickú (zloženie mlieka) a zvyčajne aj bakteriologickú kvalitu mlieka. Výrazne tiež znižuje mliekovú úžitkovosť. Mlieko s príznakmi mastitídy nie je vhodné na spracovanie a nemôže sa nakupovať.

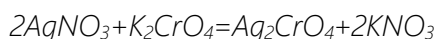


3.2. Stanovenie koncentrácie chloridov v mlieku Mohrovou metódou

Princíp. *Touto metódou sa stanovuje koncentrácia chloridových iónov v mlieku titráciou dusičnanom strieborným za prítomnosti chromanu draselného ako indikátora koncového bodu. Priebeh reakcie je nasledovný:*



Keď sa vyzrážajú všetky chloridové ióny, AgNO_3 reaguje s chromanovými iónmi za vzniku červenohnedej zrazeniny chromanu strieborného:



Prístroje/sklenený riad

- 100 ml odmerná banka
- 250 ml Erlenmeyerova banka
- 10 ml, 5 ml, 1 ml pipety
- 50 ml odmerný valec

Chemikálie/reagencie

- 4 % roztok CuSO_4 (roztok Bertrand I)
- 1 N roztok NaOH
- 10% chroman draselný
- 0,1 N AgNO_3

Postup:

1. Do 100 ml odmernej banky odpipetujte 10 ml mlieka, pridajte 50 ml destilovanej vody, 10 ml 4% roztoku CuSO_4 (Bertrand I) a 2,2-2,3 ml 1N NaOH. Premiešajte a počkajte 10 minút.
2. Upravte objem destilovanou vodou na 100 ml.
3. Znovu premiešajte a zmes prefiltrujte cez zložený filtračný papier do suchej kuželovej banky. Prvé časti filtrátu by sa mali vrátiť a znovu prefiltrovať.
4. Preneste 50 ml filtrátu do suchej kuželovej banky a pridajte 0,5 ml 10 % roztoku chromanu draselného.
5. Titrujte 0,1 N AgNO_3 , kým sa neobjaví červenohnedé sfarbenie.



6. Vypočítajte koncentráciu chloridov v mlieku z rovnice:

$$X = \frac{3,55 \cdot a \cdot 20}{1000} [\% Cl]$$

kde: a - ml 0,1 N AgNO₃ použitého na titráciu

1 ml 0,1 N AgNO₃ sa rovná 3,55 mg Cl

Výklad. Normálne mlieko od zdravých kráv obsahuje v priemere 0,1% chloridov vyjadrených ako Cl⁻ alebo 0,16 % ako NaCl. Zvýšený obsah chloridov (nad 0,145%) môže naznačovať, že mlieko pochádza od zvierat trpiacich zápalom vemena (mastitídou). Vyšší obsah chloridov sa pozoruje aj v mlieku zo začiatku a konca obdobia laktácie (mledzivo). Vyplýva to z nižšej koncentrácie laktózy (≤ 3,5%) v mastitickom mlieku. Laktóza a chloridy sú hlavnými zložkami zodpovednými za konštantný osmotický tlak v mlieku (približne 7,6 pri 38 °C). Zníženie koncentrácie jednej zložky (laktózy) je preto sprevádzané zvýšením koncentrácie druhej zložky (chloridov).

3.3. Výpočet pomeru chloridov a laktózy

Princíp. Pomer chloridov k laktóze sa vypočíta na základe výsledkov získaných zo stanovenia koncentrácie chloridov v mlieku Mohrovou metódou (kap. 3.2) a obsahu laktózy (kap. 5.4):

$$\text{chlorid} / \text{laktóza} = \frac{100 \cdot Cl\%}{\text{laktóza} \%}$$

Výklad. Pomer chloridov k laktóze v normálnom mlieku pochádzajúcom od zdravých zvierat zvyčajne nepresahuje 2,1. Mlieko pochádzajúce od zvierat trpiacich mastitídou je charakterizované číslom 5 - 6 (alebo vyšším) chloridov/laktózy. Nižšie koncentrácie laktózy a chloridov súčasne môžu naznačovať, že mlieko je falšované (zriedené vodou).

4. FYZIKÁLNE VLASTNOSTI



4.1. Titrovateľná kyslosť

Princíp. *Titrovateľná kyslosť sa vyjadruje ako °SH a stanovuje sa titráciou známeho množstva mlieka 0,25 N NaOH s použitím fenolftaleínu ako indikátora. Kyslosť vyjadrená v °SH (Soxhletove-Henkelove stupne) sa získa titráciou 100 ml mlieka 0,25 N NaOH, pričom ako indikátor sa použije fenolftaleín. Táto metóda je bežná v strednej Európe.*

Prístroje/sklenené nádoby

250 ml Erlenmeyerova banka

25 ml pipeta

Chemikálie/reagencie

0,25 N NaOH

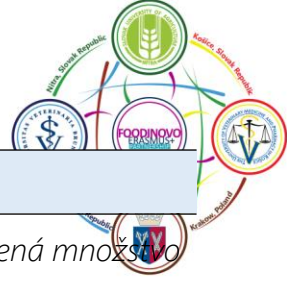
2% etanolový roztok fenolftaleínu

Postup. Napipetujte 50 ml mlieka do 250 ml Erlenmeyerovej banky. Pridajte 2 ml 2 % etanolového roztoku fenolftaleínu a titrujte 0,25 N NaOH, kým sa na 30 sekúnd nezachová slabé ružové sfarbenie.

Výsledky: Titrovateľná kyslosť by sa mala vypočítať pomocou nasledujúcej rovnice (V - ml 0,25 N NaOH použitého pri analýze):

$$^{\circ}\text{SH} = V \times 2$$

Výklad. Úroveň titračnej kyslosti a pH je mierou čerstvosti mlieka. Normálny rozsah titračnej kyslosti čerstvého kravského mlieka je 6,0 - 7,5 °SH (V - ml 0,25 N NaOH použitého na 100 ml mlieka). Kyslosť 8 - 9 °SH znamená mierne prekyslenie mlieka, mlieko charakterizované kyslosťou rovnajúcou sa 10 - 12 °SH sa pri zahrievaní zráža, pri 24 - 28 °SH sa mlieko pri izbovej teplote zráža.



4.2. Meranie pH

Princíp. *pH* (nazývané aj aktívna kyslosť alebo skutočný stupeň kyslosti) znamená množstvo vodíkových iónov (záporný logaritmus koncentrácie vodíkových iónov) v mlieku a meria sa elektrometricky pomocou pH-metra.

Prístroje/sklenený riad

pH-meter

~100 ml kadička

Postup

1. Do malej kadičky nalejte približne 50 ml mlieka.
2. Elektródu pH-metra opláchnite destilovanou vodou a vložte ju do vzorky mlieka spolu so sondou na kompenzáciu teploty.
3. Zapnite pH-meter a chvíľu počkajte, kým sa hodnota pH ustáli.
4. Odčítajte hodnotu pH z displeja.
5. Opláchnite elektródu pH-metra destilovanou vodou a vložte ju do zásobného roztoku KOH.

Interpretácia. Podľa požiadaviek by sa pH mlieka pri 20 °C malo pohybovať v pomerne úzkom rozmedzí 6,6 až 6,8. V mlieku je mnoho zložiek, ktoré zabezpečujú puľrovací účinok. Hlavnými skupinami látok, ktoré určujú puľrovaciu schopnosť mlieka, sú kazeíny a fosfáty. Okyslenie mlieka znižuje hodnotu pH ($\text{pH} < 6,5$), zatiaľ čo neutrálne alebo alkalické pH sa meria v prípade mastitídy.

4.3. Hustota mlieka

Princíp. *Hustota sa odčítava priamo zo stupnice laktodenzimetra (špeciálne odstupňovaný hydrometer).*

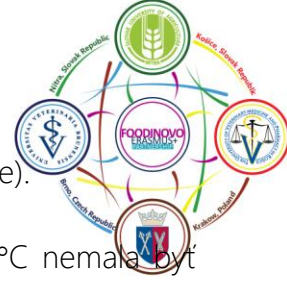
Prístroj/sklenený riad

laktodenzimeter

250 ml valec

Postup

1. Mlieko pomaly nalejte (aby sa zabránilo prevzdušneniu) do čistého a suchého valca.
2. Do mlieka opatrne ponorte laktodenzimeter.
3. Odčítajte nameranú hustotu z hornej stupnice a teplotu mlieka z teplomera (spodná stupnica). Jednotka: 1. V prípade, že je laktóza v mlieku, je potrebné ju odobrať: Stupeň laktodenzimetra, ($^{\circ}\text{Ld}$); $32^{\circ}\text{Ld} = 1,032 \text{ g/cm}^3$



4. Odčítajte hustotu mlieka pri 20 °C z korekčnej tabuľky (uvedenej nižšie).

Interpretácia. Podľa požiadaviek poľskej normy by hustota mlieka pri 20 °C nemala byť nižšia ako 1,028 g/cm³. Hustota mlieka je daná hustotou jeho zložiek podľa ich hmotnostného obsahu (obsah SNF prispieva k vyššej hustote mlieka, zatiaľ čo voda a tuk majú na tento parameter negatívny vplyv). Ďalšími faktormi, ktoré ovplyvňujú hustotu mlieka, sú teplota (tabuľka, ktorá umožňuje prepočítať výsledky získané pri rôznych teplotách, je uvedená nižšie) a zahrnutie vzduchu. Hustota surového mlieka sa môže použiť na kontrolu kvality, pretože jej meraním sa môžu odhaliť odchýlky v zložení mlieka spôsobené pridaním vody (alebo odstredení). Výsledkom 10% pridanej vody je zníženie hustoty mlieka približne o 0,03 (g/cm³). Samotné meranie hustoty mlieka však nemôže byť absolútnym dôkazom zavodenia, pretože odstredenie a zavodenie v rovnakom čase môže poskytnúť "normálnu" hustotu mlieka.

Tabuľka 4. Hustota mlieka pri rôznych teplotách

°Ld	Teplota mlieka počas merania, °C															
	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25
Milk density at 20 °C																
25	1,0233	1,0235	1,0236	1,0237	1,0239	1,0240	1,0242	1,0244	1,0246	1,0248	1,0250	1,0252	1,0254	1,0255	1,0258	1,0260
26	1,0242	1,0244	1,0245	1,0247	1,0249	1,0250	1,0252	1,0254	1,0256	1,0258	1,0260	1,0262	1,0264	1,0266	1,0268	1,0270
27	1,0251	1,0253	1,0254	1,0256	1,0257	1,0259	1,0261	1,0263	1,0265	1,0268	1,0270	1,0272	1,0275	1,0277	1,0279	1,0282
28	1,0260	1,0261	1,0263	1,0265	1,0266	1,0266	1,0270	1,0273	1,0275	1,0278	1,0280	1,0282	1,0285	1,0287	1,0290	1,0292
29	1,0269	1,0271	1,0273	1,0275	1,0276	1,0278	1,0280	1,0283	1,0285	1,0288	1,0290	1,0292	1,0295	1,0297	1,0300	1,0302
30	1,0279	1,0281	1,0283	1,0285	1,0286	1,0288	1,0290	1,0293	1,0295	1,0298	1,0300	1,0302	1,0305	1,0307	1,0310	1,0312
31	1,0288	1,0290	1,0292	1,0294	1,0296	1,0298	1,0301	1,0303	1,0305	1,0308	1,0310	1,0312	1,0315	1,0317	1,0320	1,0322
32	1,0298	1,0300	1,0302	1,0304	1,0306	1,0307	1,0310	1,0312	1,0315	1,0318	1,0320	1,0323	1,0325	1,0328	1,0330	1,0333
33	1,0307	1,0308	1,0311	1,0313	1,0315	1,0317	1,0320	1,0322	1,0325	1,0328	1,0330	1,0333	1,0335	1,0338	1,0341	1,0343
34	1,0317	1,0319	1,0321	1,0323	1,0325	1,0327	1,0330	1,0332	1,0335	1,0338	1,0340	1,0343	1,0344	1,0348	1,0351	1,0353
35	1,0326	1,0328	1,0331	1,0333	1,0335	1,0337	1,0340	1,0342	1,0345	1,0347	1,0350	1,0353	1,0355	1,0358	1,0361	1,0363
36	1,0335	1,0338	1,0340	1,0343	1,0345	1,0347	1,0349	1,0352	1,0356	1,0357	1,0360	1,0362	1,0365	1,0367	1,0370	1,0373

5. CHEMICKÉ ZLOŽENIE

5.1. Obsah tuku podľa Gerberovej metódy

Princíp. Gerberovu metódu vyvinul a patentoval Dr. Niklaus Gerber zo Švajčiarska v roku 1891. Pri tejto metóde sa tuk oddeľuje od mlieka obsahujúceho tuk pridaním kyseliny sírovej, ktorá rozkladá všetky zložky mlieka okrem oleja. Oddelenie sa uiahačuje použitím amylalkoholu a odstredovaním. Obsah tuku sa odčítava priamo na špeciálnom kalibrovanom skle, ktoré sa nazýva butyrometer. Merania by sa mali vykonávať v dvoch opakovaníach.

Prístroje/sklenené nádoby

- špeciálny Gerberov butyrometer - stupnica 0-6%; 0-7% alebo 0-10%,
- kaučuková zátka
- pipeta - 11 ml
- špeciálna Gerberova odstredivka, ~ 1200 otáčok za minútu,
- vodný kúpeľ - 65°C



Reagencie

kyselina sírová, H₂SO₄ - hustota 1,85 g/ml 90-91 %, číra, bezfarebná.
amylalkohol, C₅H₁₂O - hustota 0,81 g/ml

Postup

1. Do butyrometra postupne nalejte: 10 ml kyseliny sírovej, 11 ml mlieka a 1 ml amylalkoholu.
2. Uzavrite butyrometer kaučukovou zátkou a pretrepávajte, kým sa mlieko nerozpustí. Butyrometer otočte 5-krát hore dnom. Vložte butyrometer do vodného kúpeľa a udržiavajte ho pri teplote 65 -70 °C počas 5 minút.
3. Otáčajte v odstredivke 5 minút a opäť vložte do vodného kúpeľa pri teplote 65 -70 °C na 5 minút. Pomocou zátky upravte stĺpec tuku tak, aby bol v odmeranej časti butyrometra. Percento tuku sa potom môže odčítať priamo zo stupnice.

Poznámky

1. Je dôležité nosiť rukavice odolné voči kyselinám, ochranné okuliare alebo ochranný štít.
2. Vzorky obsahujúce cukor sa nesmú analyzovať touto metódou. Cukor môže veľmi prudko reagovať s koncentrovanou kyselinou sírovou a spôsobiť výbuch.
3. Ak je očakávaný obsah tuku blízky 1% alebo ak sa vyžaduje vyššia presnosť obsahu tuku, odporúča sa použiť metódu Röse Gottlieb (extrakcia).

5.2. Výpočty obsahu sušiny (celkovej mliečnej sušiny) a obsahu netukovej sušiny

Princíp. *Obsah celkovej mliečnej sušiny sa vypočíta na základe hustoty a obsahu tuku podľa Fleischmannovho vzorca:*

$$\%TMS(DM) = 1,2 \cdot t + \frac{2,665 \cdot 100 \cdot (d - 1)}{d}$$

kde:

t - obsah tuku stanovený Gerberovou metódou (%);

d - hustota mlieka na 20°C.

Obsah netukovej sušiny sa získa odčítaním obsahu tuku od obsahu sušiny: SNF = dm – t

Výklad. Podľa požiadaviek poľskej normy musí surové kravské mlieko obsahovať najmenej 8,0% netukovej sušiny.

5.3. Celkový obsah popola - metóda mineralizácie (suché spopolnenie)

Princíp. *Obsah popola v mlieku sa analyzuje prostredníctvom mineralizácie mlieka v muflovej peci pri teplote 550 °C.*



Prístroje/sklenený riad

- muflová pec
- porcelánové alebo kremenné nádoby/skrutky
- vodný kúpeľ - vriaci
- elektrická tepelná doska
- pec - 130 · C
- exsikátor
- analytické váhy s presnosťou $\pm 0,0001$

Reagencie

- koncentrovaná kyselina octová

Postup

1. Odvážte 20 g ($\pm 0,001$) vzorky mlieka do vypaľovacej a vopred odváženej kremennej alebo porcelánovej misky.
2. Pridajte niekoľko kvapiek koncentrovanej kyseliny octovej (na vyzrážanie bielkovín a uľahčenie úplného odparenia)
3. Umiestnite misku do sušičky a vysušte ju pri teplote ~ 100 °C a zredukujte mlieko, aby ste získali hustú (sirupovitú) konzistenciu.
4. Misku umiestnite na elektrickú vykurovaciu dosku alebo do rúry a odparovajte, kým sa už nebudú uvoľňovať výpary.
5. Umiestnite misku do muflovej pece (porcelánové misky sa musia umiestniť do studenej pece) a spaľujte ju pri teplote ~ 550 °C, kým sa nezbaví čiernych uhlíkových častíc a nezmení farbu na bielu alebo svetlosivú (6 hodín).
6. Opatrne vyberte misku, ochladte ju v exsikátore a odvážte (s presnosťou na štyri desatinné miesta).
7. Proces spopolňovania, chladenia a váženia by sa mal opakovať, kým sa nepreukáže ďalší úbytok hmotnosti.



8. Obsah popola v mlieku vypočítajte z rovnice:

$$\%ash = \frac{100 \cdot (c - a)}{b - a}$$

kde: a - hmotnosť prázdnej misky (g)

b - hmotnosť misky s mliekom (g)

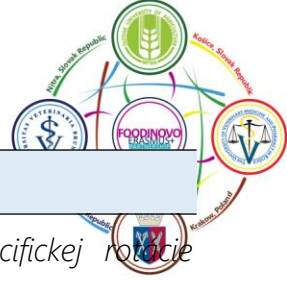
c - hmotnosť misky s popolom (g)

Výklad. Popol je anorganický zvyšok, ktorý zostane po odstránení vody a organických látok zahriatím za prítomnosti oxidačných činidiel a ktorý predstavuje mieru celkového množstva minerálnych látok v potravine. Kravské mlieko obsahuje v priemere 0,7% popola (rozsah: 0,66-0,77%). Mlieko obsahuje v priemere:

Tabuľka 5. Obsah základných minerálnych látok v mlieku (mg/100 ml mlieka)

Kácie		Anióny	
Draslík (K)	138	Fosfor (P)	96
Vápnik (Ca)	125	Chlór (Cl)	103
Sodík (Na)	58	Síra (S)	30
Horčík (Mg)	12	CO ₂	20

Obsah popola a koncentrácia minerálnych zlúčenín sa nemôžu používať ako synonymá, pretože minerálne látky sú v mlieku prítomné v inej forme ako v popole (niektoré z nich sú prítomné vo forme oxidov). Prevaha alkalických prvkov v mliečnom popole je výhodná z hľadiska ľudskej výživy a odlišuje (zvýhodňuje) mlieko a mliečne výrobky medzi ostatnými potravinami, ako sú mäso alebo obilné výrobky.



5.4. Obsah laktózy - polarimetrická metóda

Princíp. Táto metóda kvantifikácie laktózy je založená na meraní špecifickej rotácie polarizovaného svetla v dôsledku asymetrického uhlíka laktózy. Meranie sa vykonáva po odstránení tuku a vyzrážaní bielkovín z mlieka.

Prístroje/sklenený riad

- Polarimeter
- Pipeta - 10 ml
- Valec - 100 ml
- Odmerná banka - 100 ml
- Kónická banka

Reagencie

- Carrezov roztok I - trihydrát hexakynoželezitanu draselného(II) [$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$]: 15 g v 85 ml destilovanej vody
- Carrezov roztok II - heptahydrát síranu zinočnatého ($ZnSO_4 \cdot 7H_2O$): 30 g / 100 ml amoniak, 25 % (w/w)

Postup

1. Preneste 30 ml mlieka do 100 ml odmernej banky
2. Pridajte 15 ml roztoku Carrez I a 15 ml roztoku Carrez II, premiešajte a pridajte dve alebo tri kvapky roztoku amoniaku a opäť premiešajte
3. Upravte objem destilovanou vodou
4. Počkajte 10 minút
5. Zmes prefiltrujte cez zložený filtračný papier do suchej kónickej banky
6. Počkajte 30 minút a upravte teplotu na 20 °C
7. Čistú polarimetrickú skúmavku naplňte filtrátom tak, aby nevznikali vzduchové bubliny, na vrch umiestnite sklenené okienko, za ktorým nasleduje tesnenie, a vrch zaskrutkujte.
8. Naplnenú skúmavku vložte do polarimetra a nastavte uhol podľa príslušných pokynov. Zaznamenajte hodnotu " · ". Meranie by sa malo opakovať dvakrát.



9. Vypočítajte obsah laktózy z nižšie uvedeného výpočtu:

$$C[g/100mL] = \frac{\alpha \cdot 100 \cdot 100}{52,5 \cdot l \cdot 30}$$

kde: α : zorovaný údaj

30 - objem použitého mlieka

l - dĺžka polarimetrickej trubice v dm (l = 2)

52,5: otáčanie vodného roztoku laktózy v rovnovážnom stave.

Presnosť tejto metódy je 10%.

Interpretácia. Priemerný obsah laktózy (ako monohydrátu) v normálnom čerstvom mlieku je 4,8%. Táto hodnota je nižšia na začiatku a na konci obdobia laktácie. Počas zápalu mliečnej žľazy sa pozoruje určité zníženie koncentrácie laktózy v mlieku (na 3% alebo menej) v dôsledku inhibície jej syntézy. Zvyčajne ho sprevádza zvýšenie obsahu chloridov.

6. TECHNOLOGICKÚ KVALITU MLIEKA URČENÉHO NA VÝROBU ZAHUSTENÝCH MLIEČNYCH VÝROBKOV ALEBO SYRA

6.1. Číslo alkoholu

Princíp. *Množstvo 96% etanolu, ktoré spôsobí vyzrážanie 10 ml mlieka, sa nazýva "alkoholové číslo". Táto metóda patrí do skupiny nepriamych metód hodnotenia tepelnej stability mlieka. Čím vyššie je alkoholové číslo, tým vyššia je tepelná stabilita mlieka.*

Prístroje/sklenené nádoby

100 ml kónická banka

10 ml pipeta

Chemikálie/reagencie

96 % etylalkohol (v byrete)



Postup

1. Napipetujte 10 ml mlieka do 100 ml Erlenmeyerovej banky.
2. Vzorku mlieka titrujte 96% etanolom, kým sa nezrazí. Množstvo 96% etanolu, ktoré spôsobí vyzrážanie 10 ml mlieka, sa nazýva "alkoholové číslo".

Interpretácia. Alkoholové číslo vyššie ako 6 znamená, že mlieko má vysokú etanolovú stabilitu a môže byť kvalifikované na výrobu mliečnych koncentrátov. Hlavným dôvodom nízkej etanolovej stability je, keď mlieko kysne alebo je jeho obsah abnormálny (napr. príliš vysoký obsah srvátkových bielkovín, Ca, Mg fosfátov, citrátov). V takom prípade sa zmení rovnováha koloidného systému a bielkoviny sa zrážajú.

6.2. Koagulačný test vyvolaný renetou

Princíp. *Tento test sa vykonáva na vylúčenie vzoriek mlieka, ktoré sa po pridaní syridla nesprávne zrážajú. Test spočíva v meraní času zrážania po pridaní syridla do mlieka (v správnom pomere a pri správnej teplote) a v odhade kvality koagula.*

Prístroje/sklenené nádoby

50 ml kadička

25 ml pipeta

1 ml pipeta

vodný kúpeľ, 35°C

sklenená tyčinka

teplomer

stopky

Chemikálie/reagencie

syridlový roztok (1 g prášku/100 g)

Postup

1. Preneste 25 ml mlieka do 50 ml kadičky a zahrejte ho na 35°C vo vodnom kúpeli.
2. Pridajte 0,25 ml syridlového roztoku a začnite merať čas zrážania.
3. Mlieko niekoľko sekúnd intenzívne miešajte a nechajte ho zrážať.



Interpretácia. Mlieko za daných podmienok by sa malo zrážať po 4 až 10 minútach a syrenina by mala byť pevná. Čas syrenia je ovplyvnený mnohými faktormi: napr. vyššia koncentrácia enzýmu, teplota, koncentrácia bielkovín (kazeínu) a obsah Ca urýchlia tvorbu syreniny. Mlieko so zvýšenou kyslosťou sa zráži v skoršej fáze. Mlieko, ktoré bolo tepelne ošetrené pri vysokej teplote, sa bude vyznačovať predĺženým časom zrážania, slabšou syreninou a vysokým stupňom synerézy.

6.3. Fermentačné testy

Princíp. *Princípom tejto metódy je zistiť, aký druh mikrobioty v surovom mlieku prevláda. Po niekoľkých hodinách inkubácie pri teplote 37-38 °C baktérie mliečneho kvasenia (LAB) spôsobujú zrážanie mlieka. Kvalita získaného koagula, jeho konzistencia a vzhľad sú ovplyvnené druhom mikroorganizmov prítomných v mlieku. Použité podmienky, t. j. 37 - 38°C, podporujú skôr rast škodlivých baktérií, napr. E. coli a hnilobných baktérií, ako rast LAB. Test fermentácie s pridaním syridla navyše poskytuje informácie o kvalite syreniny.*

Prístroje/sklenené nádoby

~50 ml sterilných sond

20 - 40 ml sterilných pipiet

1 ml pipeta

inkubátor, 37-38 °C

Chemikálie/reagencie

syridlový roztok (0,5 g prášku/100 g)

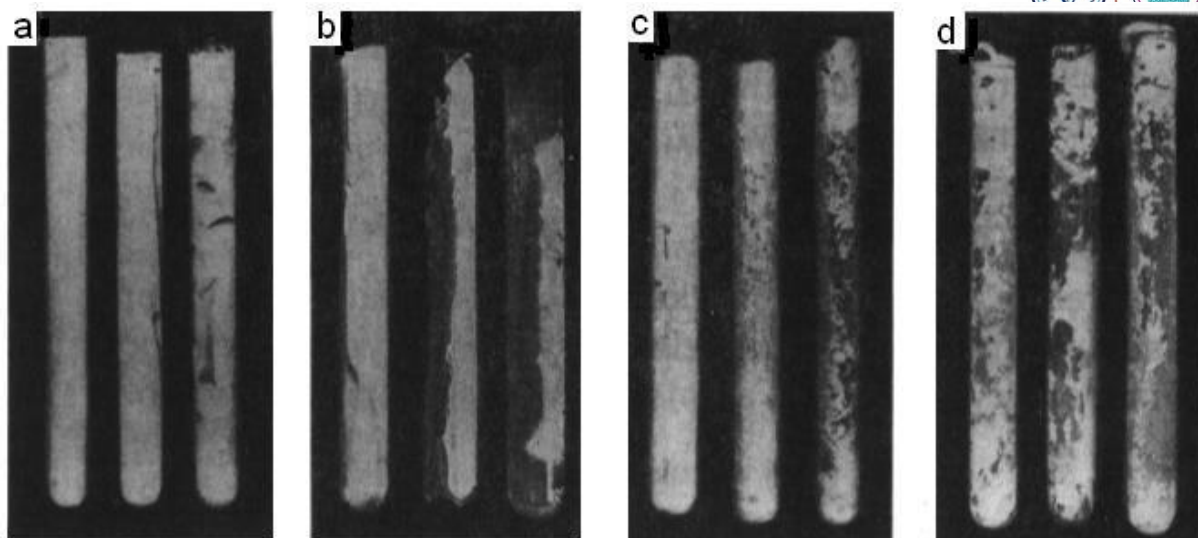
Postup.

1. Do sterilnej sondy na fermentačný test preneste 20 - 40 ml mlieka.
2. Preneste 20 - 40 ml mlieka do sterilnej sondy, pridajte 1 ml syridlového roztoku a premiešajte na fermentačno-syridlový test
3. Umiestnite sondy do inkubátora pri teplote 37-38°C na 12 hodín (fermentačno-sýrenársky test) alebo 24 hodín (fermentačný test).
4. Pozorujte kvalitu syreniny podľa nižšie uvedenej klasifikácie.



Interpretácia. Správne hodnotenie syreniny sa vykoná po 24 hodinách podľa nasledujúcich klasifikácií [tabuľka 6]:

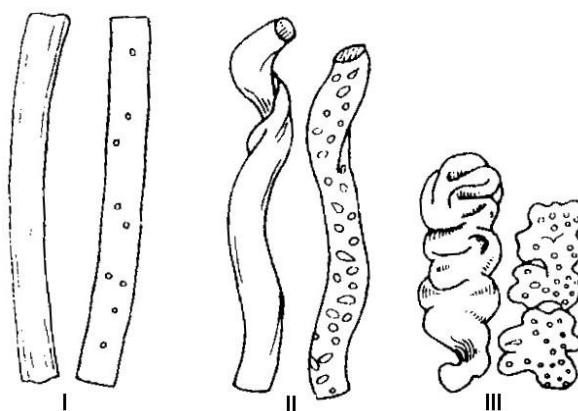
Typ mlieka	Podtyp	Popis	Výklad
L (tekuté mlieko, bez príznakov koagulácie)	L ₁	Mlieko úplne hladké, so sladkou chuťou alebo čisto kyslé	Mlieko typu L môže byť výnimočne čisté, obsahuje veľmi málo mikroorganizmov alebo má vynikajúce vlastnosti bakteriocídov. Tento typ mlieka je pomerne zriedkavý. Ak nevykazuje žiadne iné chyby, je vhodné na spracovanie syra.
	L ₂	Mierne množstvo srvátky pod vrstvou krému, chýbajúce známky zrazeniny	
	L ₃	Iniciačné stočenie je viditeľné	
J (želé - hladký tvaroh bez trhlín, správnej vône a chuti)	J ₁	Rovnomerný tvaroh bez odlučovania srvátky	Mlieko typu J je vhodné na spracovanie
	J ₂	Tvaroh s niekoľkými prasklinami alebo ryhami spôsobenými plynom	
	J ₃	Syrenina s prasklinami a ryhami spôsobenými plynom, s možným miernym oddelením srvátky	
type W (srvátka - syrovátka stiahnutá v menšom alebo väčšom rozsahu, zvyčajne pozdĺž steny tuby, ale nie roztrhnutá, zelená srvátka nie je kyslá)	W ₁	mierne stiahnutá syrenina s malým množstvom srvátky	Mlieko typu W sa môže použiť na spracovanie, ale so znakmi silnejšími ako pri type W3 sa nemôže použiť na výrobu syra.
	W ₂	syrenina vtiahnutá ako ceruzka, zelená srvátka mierne kyslá	
	W ₃	tvaroh silne stiahnutý, čiastočne roztrhaný s nečistou srvátkou	
type G (granulovaný - zrnitý tvaroh vo forme malých vložiek, srvátka zakalená alebo žltá)	G ₁	tenký zrnitý tvaroh, ale jednotný	Mlieko typu G sa môže použiť na spracovanie, ak príznaky charakteristické pre tento typ nie sú intenzívne (slabo G1)
	G ₂	hustý granulovaný tvaroh s viditeľným oddelením srvátky	
	G ₃	hustý zrnitý a trhaný tvaroh	
type S (nabobtnalý - roztrhaný, sypký tvaroh s veľkým množstvom plynových bublín v tvarohu a smotane)	S ₁	napučaný tvaroh, bublinky plynu prítomné v tvarohu a smotane	Mlieko typu S je úplne chybné a nie je vhodné na spracovanie.
	S ₂	tvaroh a smotana vrstva silne napučíava	
	S ₃	tvaroh intenzívne napučaný, hubovitý alebo roztrhaný	



Obr. 3. Možné výsledky fermentačnej skúšky: a) želatínová syrenina; b) srvátková syrenina; c) zrnitá syrenina; d) napučaná syrenina

Klasifikácia mlieka vo fermentačnom teste s prídavkom syridla [tabuľka 7]:

Typ	popis	Klasifikácia
I	Syrenina vo forme hladkej, rovnej alebo mierne klukatej valcovitej tyčinky (ako ceruzka), stredne tvrdá, pevná, hustá, pružná, na priereze úplne hladká alebo s niekoľkými otvormi, číra srvátka s charakteristickou pravidelnou vôňou a kyslou chuťou	Normálne mlieko čistého mliečného kvasenia, vhodné na výrobu syra
II	Syrenina pokrútená, nerovnomerná, slabo hustá, s mnohými dierami v priereze, srvátka nie je číra, chuť a vôňa nie sú úplne jasné	Mlieko typu II sa môže podmienene použiť na spracovanie, ak príznaky charakteristické pre tento typ nie sú intenzívne
III	Syrenina silne pokrútená, hubovitá, príliš tvrdá alebo rozvláknená, roztrhaná, vysoký počet dier alebo viditeľných výduchov v priereze, srvátka nečistá so závadnou chuťou a vôňou	Úplne chybný, nevhodný na výrobu syra



Obr. 4. Typy syreniny pri fermentačnom teste s pridaním syridla



Odkazy (vrátane obrázkov):

1. Bylund G. 2003. Dairy Processing Handbook. Tetra Pak Processing Systems AB, Lund, Sweden. Available at: <https://dairyprocessinghandbook.com/>
2. Jurczak M. 2005. Mleko - produkcja, badanie, przerób. SGGW, Warszawa [in Polish].
3. Polish Standard PN-A-86002: 2002. Raw milk for sale. Requirements and tests [in Polish].
4. Regulation (EC) No [853/2004](#) of the European Parliament and of the Council, of 29 April 2004, laying down specific hygiene rules for food of animal origin.
5. Walstra P., Geurts T. J., Noomen A., Jellema A., van Boekel M. A. J. S. 1999. Dairy Technology. Marcel Dekker Inc., New York.
6. Zmarlicki S. (red.) 1978. Ćwiczenia z analizy mleka i produktów mlecznych: opracowanie zbiorowe. SGGW, Warszawa [in Polish].



Kontrolné otázky (vyberte správnu odpoveď):

Q1. Podľa správnej normy (nariadenie (ES) č. 853/2004) by mal byť počet mikroorganizmov na platničke hodnotený pri 30 ° C v čerstvom surovom mlieku:

- A. Neprekročiť 100 000 KTJ v 1 l mlieka;
- B. testovať najmenej dvakrát mesačne;
- C. Neprekročiť 400 000 KTJ v 1 ml mlieka.

Q2. Negatívny výsledok Whitesideho testu znamená, že:

- A. Mlieko je čerstvé;
- B. Mlieko nie je vhodné na spracovanie a nemôže sa konzumovať;
- C. Mlieko pochádza od zdravých kráv bez zápalu mliečnej žľazy (mastitídy).

Q3. Správna analýza na kontrolu, či je mlieko vhodné na výrobu mliečnych koncentrátov:

- A. Rennet-koagulačný test;
- B. Stanovenie alkoholového čísla;
- C. Fermentačná skúška.



LABORATÓRNA PRÍRUČKA

- ANALÝZY KVALITY SUROVÉHO MLIEKA

Dr hab. inż. Dorota Najgebauer-Lejko, prof. URK
Department of Animal Product Technology
University of Agriculture in Krakow
e-mail: dorota.najgebauer-lejko@urk.edu.pl



Co-funded by the
Erasmus+ Programme
of the European Union

FOODINOVO | Erasmus+ KA2 | 2020-1-SK01-KA203-078333
Innovation of the structure and content of study programs profiling food study fields with a view to digitizing teaching Strategic Partnerships for Higher Education





This work was co-funded by the Erasmus+ Programme of the European Union

Innovation of the structure and content of study programs profiling food study fields with a view to digitizing teaching

Táto publikácia bola spolufinancovaná programom Európskej Únie Erasmus+

Inovácia štruktúry a obsahového zamerania študijných programov profilujúcich potravinárske študijné odbory s ohľadom na digitalizáciu výučby

FOODINOVO | 2020-1-SK01-KA203-078333





Funded by the European Union. Views and opinions expressed are however those of the author(s) only and do not necessarily reflect those of the European Union or the European Education and Culture Executive Agency (EACEA). Neither the European Union nor EACEA can be held responsible for them.

Financované Európskou úniou. Vyjadrené názory a postoje sú názormi a vyhláseniami autora(-ov) a nemusia nevyhnutne odrážať názory a stanoviská Európskej únie alebo Európskej výkonnej agentúry pre vzdelávanie a kultúru (EACEA). Európska únia ani EACEA za ne nepreberajú žiadnu zodpovednosť.

FOODINOVO | 2020-1-SK01-KA203-078333

