ΚΑΝΟΝΙΣΜΟΣ (ΕΟΚ) αριθ. 3711/86 ΤΗΣ ΕΠΙΤΡΟΠΗΣ

της 4ης Δεκεμβρίου 1986

που τροποποιεί τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 625/78 περί των λεπτομερειών της κρατικής αποθεματοποιήσεως του αποκορυφωμένου γάλακτος σε σκόνη

Η ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΤΩΝ ΕΥΡΩΠΑΪΚΩΝ ΚΟΙΝΟΤΗΤΩΝ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Οικονομικής Κοινότητας,

τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 804/68 του Συμβουλίου της 27ης Ιουνίου 1968 περί κοινής οργανώσεως αγοράς στον τομέα του γάλακτος και των γαλακτοκομικών προϊόντων [1], όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 1335/86 [2] και ιδίως το άρθρο 7 παράγραφος 5,

Εκτιμώντας:

ότι ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 1014/68 του Συμβουλίου της 20ής Ιουλίου 1968, περί θεσπίσεως των γενικών κανόνων που διέπουν τη δημόσια αποθεματοποίηση αποκορυφωμένου γάλακτος εις κόνιν [3], όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 1272/79 [4], αναφέρει στο άρθρο 3 ότι η τιμή παρεμβάσεως εφαρμόζεται στο αποκορυφωμένο γάλα σε σκόνη που παραδίδεται σε αποθήκη που βρίσκεται σε μία μεγίστη απόσταση, που θα καθοριστεί, από τον τόπο στον οποίο είχε εναποθηκευτεί· ότι η αποθήκη όπου το αποκορυφωμένο γάλα σε σκόνη έχει παραδοθεί βρίσκεται σε μία απόσταση μεγαλύτερη από αυτή τη μεγίστη απόσταση, τα συμπληρωματικά έξοδα μεταφοράς που θα καθοριστούν κατ' αποκοπή, αναλαμβάνονται από τον οργανισμό παρεμβάσεως·

ότι ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 625/78 της Επιτροπής [5], όπως τροποποιήθηκε τελευταία από τον κανονισμό (ΕΟΚ) αριθ. 2256/86 [6], καθόρισε σε 100 χιλιόμετρα την εν λόγω μεγίστη απόσταση· ότι η πείρα που αποκτήθηκε απέδειξε ότι η απόσταση αυτή είναι ανεπαρκής για να επιτρέψει στους οργανισμούς παρεμβάσεως να ρυθμίσουν, με τις καλύτερες δυνατές συνθήκες, την πρόσβαση στις δημόσιες αποθήκες· ότι πρέπει, κατά συνέπεια, η απόσταση αυτή να αυξηθεί σε 350 χιλιόμετρα·

ότι το παράρτημα I του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 625/78 όσον αφορά την ποιότητα του αποκορυφωμένου γάλακτος σε σκόνη, προβλέπει στο σημείο 2 τις μεθόδους ελέγχου που χρησιμοποιούνται για την έρευνα ορισμένων προϊόντων· ότι κρίνεται σκόπιμο να προβλεφθεί η αναφορά στις διεθνείς προδιαγραφές για τις δειγματοληψίες·

ότι το παράρτημα IV του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 625/78 προβλέπει τη μέθοδο προσδιορισμού του ελεύθερου οξέος για τη διερεύνηση του ορού γάλακτος τύπου πυτίας στο αποκορυφωμένο γάλα που προορίζεται για δημόσια αποθεματοποίηση· ότι η μέθοδος αυτή χρησιμοποιήθηκε προσωρινά ως τις 31 Μαρτίου 1986· ότι πρέπει, ως εκ τούτου, να διαγραφεί το εν λόγω παράρτημα·

ότι η Επιτροπή Διαχείρισης Γάλακτος και Γαλακτοκομικών Προϊόντων δε διατύπωσε γνώμη στην προθεσμία που έθεσε ο πρόεδρός της,

ΕΞΕΔΩΣΕ ΤΟΝ ΠΑΡΟΝΤΑ ΚΑΝΟΝΙΣΜΟ:

Άρθρο 1

Ο κανονισμός (ΕΟΚ) αριθ. 625/78 τροποποιείται ως εξής:

1) Στο άρθρο 5 παράγραφος 1 οι όροι «100 χιλιόμετρα» αντικαθίστανται από τους όρους «350 χιλιόμετρα».

2) Στο παράρτημα I σημείο 2 στοιχείο α), οι όροι «προδιαγραφή ISO» αντικαθίστανται κάθε φορά από τους όρους «διεθνής προδιαγραφή ISO».

3) Στο παράρτημα I σημείο 2 στοιχείο β) το κείμενο της δεύτερης περίπτωσης αντικαθίσταται από το εξής κείμενο:

«Ορός γάλακτος τύπου πυτίας: προσδιορισμός των γλυκομακροπεπτιδίων με υγρή χρωματογραφία υψηλής αποδόσεως [3]».

4) Στο παράρτημα I σημείο 2 προστίθεται το ακόλουθο κείμενο:

«γ) Η δειγματοληψία πραγματοποιείται σύμφωνα με τη διαδικασία που προβλέπεται από τη Διεθνή Προδιαγραφή ISO 707· τα κράτη μέλη μπορούν ωστόσο να χρησιμοποιούν άλλη μέθοδο δειγματοληψίας εφόσον η τελευταία είναι σύμφωνη με τις αρχές της προαναφερθείσας προδιαγραφής.»

5) Στο παράρτημα I, η υποσημείωση [4] διαγράφεται.

6) Το παράρτημα IV διαγράφεται.

7) Το παράρτημα V αντικαθίσταται από το κείμενο που περιλαμβάνεται στο παράρτημα του παρόντος κανονισμού.

Άρθρο 2

Ο παρών κανονισμός αρχίζει να ισχύει την ημέρα της δημοσίευσής του στην *Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων.*

Τα σημεία 4 και 7 του άρθρου 1 εφαρμόζονται από τις 2 Φεβρουαρίου 1987.

---

[1] ΕΕ αριθ. L 148 της 28. 6. 1968, σ. 13.
[2] ΕΕ αριθ. L 119 της 8. 5. 1986, σ. 19.
[3] ΕΕ αριθ. L 173 της 22. 7. 1968, σ. 4.
[4] ΕΕ αριθ. L 161 της 29. 6. 1979, σ. 11.
[5] ΕΕ αριθ. L 84 της 31. 3. 1978, σ. 19.
[6] ΕΕ αριθ. L 196 της 18. 7. 1986, σ. 41.

Ο παρών κανονισμός είναι δεσμευτικός ως προς όλα τα μέρη του και ισχύει άμεσα σε κάθε κράτος μέλος.

Βρυξέλλες, 4 Δεκεμβρίου 1986.

Για την Επιτροπή

Frans ANDRIESSEN

Αντιπρόεδρος

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ

«ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ V

ΑΝΙΧΝΕΥΣΗ ΟΡΟΥ ΓΑΛΑΚΤΟΣ ΤΥΠΟΥ ΠΥΤΙΑΣ ΣΤΟ ΑΠΟΚΟΡΥΦΩΜΕΝΟ ΓΑΛΑ ΣΕ ΣΚΟΝΗ, ΠΟΥ ΠΡΟΟΡΙΖΕΤΑΙ ΓΙΑ ΚΡΑΤΙΚΗ ΑΠΟΘΕΜΑΤΟΠΟΙΗΣΗ, ΜΕ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΩΝ ΓΛΥΚΟΜΑΚΡΟΠΕΠΤΙΔΙΩΝ ΜΕ ΥΓΡΗ ΧΡΩΜΑΤΟΓΡΑΦΙΑ ΥΨΗΛΗΣ ΑΠΟΔΟΣΕΩΣ (CLHP)

1. **Θέμα και τομέας εφαρμογής**

Με τη μέθοδο αυτή είναι δυνατόν να διαπιστωθεί η παρουσία ορού γάλακτος τύπου πυτίας στο αποκορυφωμένο γάλα σε σκόνη που προορίζεται για κρατική αποθεματοποίηση διά του προσδιορισμού των γλυκομακροπεπτιδίων.

2. **Αναφορές**

Διεθνές πρότυπο ISO 707 — Γάλα και γαλακτοκομικά προϊόντα — Μέθοδοι δειγματοληψίας σύμφωνα με τις ενδείξεις που αναφέρονται στο τελευταίο εδάφιο σημείο 2 στοιχείο γ) του παραρτήματος I.

3. **Ορισμός**

Περιεκτικότητα σε γλυκομακροπεπτίδια του αποκορυφωμένου γάλακτος σε σκόνη: περιεκτικότητα σε ουσίες προσδιοριζόμενη σύμφωνα με τη μέθοδο που ορίζεται παρακάτω και εκφραζόμενη σε επί τοις εκατό, ποσοστό κατά μάζα.

4. **Αρχή**

— Ανασύσταση του αποκορυφωμένου γάλακτος σε σκόνη, απομάκρυνση των λιπαρών ουσιών και των πρωτεϊνών, με τη βοήθεια τριχλωροξικού οξέος και φυγοκέντρηση.

— Ποσοτικός προσδιορισμός των γλυκομακροπεπτιδίων (GMP) του επιπλέοντος μέρους, με τη βοήθεια υγρής χρωματοληψίας υψηλής αποδόσεως (CLHP).

— Αξιολόγηση του αποτελέσματος σε συνάρτηση με δείγματα αναφοράς τα οποία συνίστανται από αποκορυφωμένο γάλα σε σκόνη απηλλαγμένο από γνωστό ποσοστό ορού γάλακτος σε σκόνη ή στο οποίο έχει προστεθεί γνωστό ποσοστό ορού γάλακτος σε σκόνη.

5. **Αντιδραστήρια**

Όλα τα αντιδραστήρια πρέπει να είναι αποδεδειγμένου αναλυτικού βαθμού καθαρότητας. Το χρησιμοποιούμενο νερό είναι αποσταγμένο ή τουλάχιστον ισοδύναμης καθαρότητας.

5.1. *Διάλυμα τριχλωροξικού οξέος*

Διαλύονται 240 g τριχλωροξικού οξέος (Cl_3CCOOH) σε νερό και συμπληρώνονται μέχρι τελικού όγκου 1 000 ml.

5.2. *Διάλυμα εκλούσεως, pH 6,0*

Διαλύονται 1,74 g όξινου φωσφορικού καλίου (K_2HPO_4), 12,37 g δισόξινου φωσφορικού καλίου (KH_2PO_4) και 21,41 g θειικού νατρίου (Na_2SO_4) σε 700 ml νερού περίπου.

Εφόσον αυτό είναι αναγκαίο, προστίθεται διάλυμα φωσφορικού οξέος ή υδροξειδίου του νατρίου μέχρι pH 6,0.

Προστίθεται νερό μέχρι τελικού όγκου 1 000 ml και επακολουθεί ομογενοποίηση. Διηθείται το διάλυμα εκλούσεως, πριν από τη χρησιμοποίησή του, με τη βοήθεια ηθμού διαμέτρου πόρων 0,45 μm.

5.3. *Διάλυμα εκπλύσεως και διατηρήσεως των στηλών*

Αναμειγνύεται ένας όγκος κυανιούχου μεθυλίου ακετονιτριλίου (CH_3CN) με εννέα όγκους νερού. Διηθείται το μείγμα, προτού χρησιμοποιηθεί, σε ηθμό διαμέτρου πόρων 0,45 μm.

Σημείωση: Είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθεί οποιοδήποτε άλλο διάλυμα εκπλύσεως το οποίο έχει βακτηριοκτόνες ιδιότητες και δεν μεταβάλλει τη διαχωριστική ικανότητα των στηλών.

5.4. *Δείγματα αναφοράς*

5.4.1. Αποκορυφωμένο γάλα σε σκόνη το οποίο ανταποκρίνεται στις απαιτήσεις του κανονισμού (ΕΟΚ) αριθ. 625/78, δηλαδή [0].

5.4.2. Το ίδιο γάλα, νοθευμένο σε ποσοστό 5 % (m/m) με ορό γάλακτος σε σκόνη τύπου πυτίας, μέσης σύνθεσης, δηλαδή [5].

6. **Όργανα**

6.1. Αναλυτικός ζυγός.

6.2. Συσκευή φυγοκεντρήσεως η οποία μπορεί να επιτύχει δύναμη φυγοκεντρήσεως 2 200 g, εφοδιασμένη με πωματισμένους σωλήνες φυγοκεντρήσεως, χωρητικότητας 25 ml περίπου.

6.3. Μηχανικός αναδευτήρας.

6.4. Μαγνητικός αναδευτήρας.

6.5. Υάλινο χωνί, διαμέτρου περίπου 7 cm.

6.6. Χάρτινοι ηθμοί μέσης διηθητικής ικανότητας, διαμέτρου 12,5 cm περίπου.

6.7. Υάλινη διάταξη διηθήσεως, εφοδιασμένη με ηθμό διαμέτρου πόρων 0,45 μm.

6.8. Βαθμονομημένο σιφώνιο χωρητικότητας 10 ml, σύμφωνο με το ISO 648, κατηγορία A, ή το ISO/R 835.

6.9. Υδρόλουτρο, με θερμοστάτη ρυθμισμένο στους 25 ± 0,5 °C.

6.10. Εξοπλισμός υγρής χρωματογραφίας υψηλής αποδόσεως, ο οποίος περιλαμβάνει:

6.10.1. αντλία·

6.10.2. εγχυτήρα, χειροκίνητο ή αυτόματο, χωρητικότητας 15 έως 30 μl·

6.10.3. δύο στήλες εν σειρά TSK 2000 SW (μήκος 30 cm, εσωτερική διάμετρος 0,75 cm) και μια στήλη αρχικής φάσεως άναντα (3 cm × 0,3 cm) εφοδιασμένη με I 125 ή με υλικό αντίστοιχης απόδοσης·

6.10.4. κλίβανο με στήλη που φέρει θερμοστάτη ρυθμισμένο στους 35 ± 1 °C·

6.10.5. ανιχνευτή υπεριωδών διαφόρου μήκους κύματος, με δυνατότητες διενέργειας μετρήσεων στα 205 nm, ευαισθησίας 0,008 A·

6.10.6. ολοκληρωτής με δυνατότητες ολοκλήρωσης από τη μία πτωτική περιοχή της καμπύλης στην άλλη.

Σημείωση: Είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθούν στήλες που έχουν διατηρηθεί σε θερμοκρασία του περιβάλλοντος. Η διαχωριστική τους ικανότητα όμως είναι κατά τι μικρότερη. Στην περίπτωση που χρησιμοποιηθούν, οι διακυμάνσεις θερμοκρασίας κατά την ίδια σειρά αναλύσεων πρέπει να είναι μικρότερες των ± 5 °C.

7. **Δειγματοληψία**

7.1. Διεθνές πρότυπο ISO 707 — Γάλα και γαλακτοκομικά προϊόντα — Μέθοδοι δειγματοληψίας σύμφωνα με τις ενδείξεις που αναφέρονται στο τελευταίο εδάφιο σημείο 2 στοιχείο γ) του παραρτήματος I.

7.2. Το δείγμα διατηρείται σε συνθήκες τέτοιες ώστε να μη σημειωθεί αλλοίωση ή μεταβολή της σύστασης.

8. **Τρόπος εργασίας**

8.1. *Προετοιμασία του υπό δοκιμασία μείγματος*

Μεταφέρεται το γάλα σε σκόνη σε περιέκτη διπλάσιας περίπου χωρητικότητας από τον όγκο της σκόνης, εφοδιασμένο με αεροστεγές κάλυμμα. Κλείνουμε τον περιέκτη αμέσως.

Αναδεύεται καλά το γάλα σε σκόνη διά διαδοχικών αναστροφών του περιέκτη.

8.2. *Δειγματοληψία*

Ζυγίζονται 2,000 ± 0,001 g υπό δοκιμασία δείγματος, σε σωλήνα φυγοκεντρήσεως (6.2).

8.3. *Απομάκρυνση των λιπαρών και πρωτεϊνικών ουσιών*

8.3.1. Στο δείγμα προστίθενται 20 g χλιαρού νερού (50 °C). Διαλύεται η σκόνη αναδεύοντας επί πέντε λεπτά με τη βοήθεια του αναδευτήρα (6.3). Η θερμοκρασία του σωλήνα ρυθμίζεται στους 25 °C.

8.3.2. Προστίθενται, σε διάστημα δύο λεπτών, 10,0 ml διαλύματος τριχλωροξικού οξέος (5.1) υπό μαγνητική ανάδευση (6.4.). Τοποθετείται ο σωλήνας στο υδρόλουτρο (6.9) και διατηρείται επί 60 λεπτά.

8.3.3. Διενεργείται φυγοκέντρηση (6.2) στα 2 200 g επί δέκα λεπτά.

Η διήθηση επί χάρτου (6.6) και απομακρύνονται τα 5 πρώτα ml του διηθήματος.

8.4. *Χρωματογραφικός προσδιορισμός*

8.4.1. Ενίενται 15 έως 30 μl ακριβώς, υπερκείμενης στιβάδας ή διηθήματος (8.3.3) στη συσκευή υγρής χρωματογραφίας υψηλής αποδόσεως (6.10), υπό παροχή 1,0 ml διαλύματος εκλούσεως (5.2) ανά λεπτό.

Σημείωση:

1. Η θερμοκρασία του διαλύματος εκλούσεως (5.2) διατηρείται στους 85 °C καθ' όλη τη διάρκεια της χρωματογραφικής ανάλυσης προκειμένου να διατηρηθεί απαεριωμένο το διάλυμα εκλούσεως και να προβλεφθεί κάθε ανάπτυξη βακτηριδίων. Κάθε προληπτικό μέτρο με ανάλογο αποτέλεσμα είναι αποδεκτό.
2. Σε κάθε διακοπή εκπλύνονται οι στήλες με νερό.

   Δεν πρέπει να αφήνονται υπό το διάλυμα εκλούσεως (5.2).

Πριν από κάθε διακοπή πέραν των 24 ωρών, εκπλύνονται οι στήλες με νερό και στη συνέχεια καθορίζονται με το διάλυμα (5.3) για τρεις ώρες τουλάχιστον, υπό παροχή 0,2 ml ανά λεπτό.

8.4.2. Τα αποτελέσματα της χρωματογραφικής ανάλυσης του υπό δοκιμασία δείγματος [E] λαμβάνονται υπό μορφήν χρωματογράμματος, όπου κάθε κορυφή αναγνωρίζεται από το χρόνο κατακρατήσεώς της (RT), δηλαδή:

Κορυφή II: δεύτερη κορυφή του χρωματογράμματος, του οποίου ο χρόνος κατακρατήσεως (RT) είναι 12,5 λεπτά περίπου.

Κορυφή III: τρίτη κορυφή του χρωματογράμματος, η οποία αντιστοιχεί στα γλυκομακροπεπτίδια (GMP), των οποίων ο χρόνος κατακρατήσεως είναι 15,5 ± 1,0 λεπτά.

Κορυφή IV: τέταρτη κορυφή του χρωματογράμματος, της οποίας ο χρόνος κατακρατήσεως είναι περίπου 17,5 λεπτά.

Η ποιότητα των στηλών μπορεί να επηρεάσει το χρόνο κατακρατήσεως των διαφόρων κορυφών.

Ο ολοκληρωτής (6.10.6) υπολογίζει αυτόματα την επιφάνεια A κάθε κορυφής, δηλαδή:

A_{II}: επιφάνεια της κορυφής II,

A_{III}: επιφάνεια της κορυφής III,

A_{IV}: επιφάνεια της κορυφής IV.

Προκειμένου να εντοπισθούν οι τυχόν ανωμαλίες που οφείλονται είτε στην κακή λειτουργία των οργάνων ή των στηλών είτε στην προέλευση και τη φύση του υπό ανάλυση δείγματος, είναι αναγκαίο να μελετάται η μορφή κάθε χρωματογράμματος προτού επιχειρηθεί οποιαδήποτε ποσοτική ερμηνεία. Σε περίπτωση αμφιβολιών επαναλαμβάνεται η ανάλυση.

8.5. *Προτυποποίηση*

8.5.1. Εφαρμόζεται ακριβώς στα δείγματα αναφοράς (5.4) ο τρόπος εργασίας που περιγράφεται στα σημεία 8.2 και 8.4.2.

Χρησιμοποιούνται προσφάτως παρασκευασθέντα διαλύματα, δεδομένου ότι τα γλυκομακροπεπτίδια (GMP) προσβάλλονται σε περιβάλλον τριχλωροξικού οξέος 8 %. Η περιεκτικότητά τους ελαττώνεται κατά 0,2 % περίπου ανά ώρα στους 30 °C.

8.5.2. Προτού επιχειρηθεί οποιοσδήποτε χρωματογραφικός προσδιορισμός των δειγμάτων, ενίεται επανειλημμένως στις στήλες διάλυμα (8.5.1) του δείγματος αναφοράς (5.4.2) μέχρι σταθεροποιήσεως της επιφάνειας και του χρόνου κατακρατήσεως της κορυφής που αντιστοιχεί στα γλυκομακροπεπτίδια (GMP).

8.5.3. Καθορίζονται οι συντελεστές ανταποκρίσεως R εγχέοντας τον ίδιο όγκο διηθημάτων (8.5.1) με αυτόν των δειγμάτων.

9. Έκφραση των αποτελεσμάτων

9.1. *Τρόπος υπολογισμού και τύποι*

9.1.1. Υπολογισμός των συντελεστών ανταποκρίσεως R:

Κορυφή II: $R_{II} = \frac{100}{A_{II}\,[0]}$

Κορυφή IV: $R_{IV} = \frac{100}{A_{IV}\,[0]}$

όπου:

R_{II} και R_{IV} είναι αντιστοίχως οι συντελεστές κορυφών II και IV.

$A_{II}\,[0]$ και $A_{IV}\,[0]$ είναι αντιστοίχως οι επιφάνειες των κορυφών II και IV του δείγματος αναφοράς [0] που λαμβάνονται υπό 8.5.3.

Κορυφή III: $R_{III} = \frac{W}{A_{III}\,[5] - A_{III}\,[0]}$

όπου:

R_{III} ο συντελεστής ανταποκρίσεως της κορυφής III

$A_{III}\,[0]$ και $A_{III}\,[5]$ είναι αντιστοίχως οι επιφάνειες της κορυφής III στα δείγματα αναφοράς [0] και [5] που λαμβάνονται υπό 8.5.3.

W η ποσότητα ορού γάλακτος που περιέχεται στο δείγμα αναφοράς [5] δηλαδή 5.

9.1.2. Υπολογισμός της σχετικής επιφάνειας των κορυφών του δείγματος [E]

S_{II} [E] = R_{II} × A_{II} [E]

S_{III} [E] = R_{III} × A_{III} [E]

S_{IV} [E] = R_{IV} × A_{IV} [E]

όπου:

S_{II} [E], S_{III} [E], S_{IV} [E] = είναι αντιστοίχως οι σχετικές επιφάνειες των κορυφών II, III και IV του δείγματος [E].

A_{II} [E], A_{III} [E], A_{IV} [E] = είναι αντιστοίχως οι επιφάνειες των κορυφών II, III και IV του δείγματος [E] οι οποίες λαμβάνονται υπό 8.4.2.

R_{II}, R_{III}, R_{IV} = είναι οι συντελεστές ανταποκρίσεως που υπολογίζονται στο σημείο 9.1.1.

9.1.3. Υπολογισμός του σχετικού χρόνου κατακρατήσεως της κορυφής III του δείγματος [E]:

$$RRT_{III}\ [E] = \frac{RT_{III}\ [E]}{RT_{III}\ [5]}$$

όπου:

RRT_{III} [E] = είναι ο σχετικός χρόνος κατακρατήσεως της κορυφής III του δείγματος [E].

RT_{III} [E] = είναι ο χρόνος κατακρατήσεως της κορυφής III του δείγματος [E] που λαμβάνεται υπό 8.4.2.

RT_{III} [5] = είναι ο χρόνος κατακρατήσεως της κορυφής III του δείγματος αναφοράς [5] που λαμβάνεται υπό 8.5.3.

9.1.4. Έχει πειραματικά αποδειχθεί ότι υφίσταται γραμμική σχέση μεταξύ του σχετικού χρόνου κατακρατήσεως της κορυφής III, δηλαδή RRT_{III} [E], και του ποσοστού του ορού γάλακτος σε σκόνη που προστίθεται μέχρι 10 %.

— Σε περιεκτικότητα < 5 %, το RRT_{III} [E] είναι > 1,000·

— Σε περιεκτικότητα ⩽ 5 %, το RRT_{III} [E] είναι ⩾ 1,000.

Το επιτρεπόμενο περιθώριο αβεβαιότητας για τις τιμές του RRT_{III} είναι ± 0,002.

Κανονικά, η τιμή του RRT_{III} [0] λίγο διαφέρει από 1,034. Ανάλογα με την κατάσταση των στηλών, η τιμή αυτή μπορεί να προσεγγίσει το 1,000, αλλά πρέπει πάντοτε να είναι μεγαλύτερη από αυτό.

9.2. *Υπολογισμός τού επί τοις εκατό ποσοστού ορού γάλακτος σε σκόνη, τύπου πυτίας, που περιέχεται στο δείγμα:*

$$W = S_{III}\ [E] - [1{,}3 + (S_{III}\ [0] - 0{,}9)]$$

όπου:

W = το επί τοις εκατό ποσοστό m/m ορού γάλακτος τύπου πυτίας, που περιέχεται στο δείγμα [E]·

S_{III} [E] = η σχετική επιφάνεια της κορυφής III του υπό δοκιμασία δείγματος [E] που λαμβάνεται υπό 9.1.2·

1,3 = η μέση σχετική επιφάνεια της κορυφής III, εκφρασμένη σε g ανά 100 g ορού γάλακτος τύπου πυτίας, που καθορίζεται σε ανόθευτα αποκορυφωμένα γάλατα σε σκόνη διαφορετικής προελεύσεως. Ο αριθμός αυτός ελήφθη πειραματικά·

S_{III} [0] = η σχετική επιφάνεια της κορυφής III που αντιστοιχεί με R_{III} × A_{III} [0], των οποίων οι τιμές λαμβάνονται υπό 9.1.1 και 8.5.3·

(S_{III} [0] — 0,9) = είναι η διόρθωση που πρέπει να γίνει στη μέση σχετική επιφάνεια 1,3, όταν η τιμή του S_{III} [0] απέχει του 0,9. Πειραματικά, η μέση σχετική επιφάνεια της κορυφής III του δείγματος αναφοράς [0] είναι 0,9.

9.3. *Ακρίβεια της μεθόδου*

9.3.1. Επαναληψιμότητα

Η διαφορά μεταξύ των αποτελεσμάτων δύο προσδιορισμών που διεξάγονται ταυτόχρονα ή με μικρή διαφορά μεταξύ τους, από τον ίδιο αναλυτή και με τα ίδια όργανα, επί του ίδιου δείγματος, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,2 m/m.

9.3.2. Αναπαραγωγικότητα

Η διαφορά μεταξύ δύο μεμονωμένων και ανεξαρτήτων αποτελεσμάτων από δύο διαφορετικά εργαστήρια, επί του ίδιου δείγματος, δεν πρέπει να υπερβαίνει τα 0,4 m/m.

9.4. *Ερμηνεία*

9.4.1. Τεκμαίρεται η απουσία ορού γάλακτος εφόσον η σχετική επιφάνεια της κορυφής III, S_{III} [E], εκφρασμένη σε γραμμάρια ορού γάλακτος τύπου πυτιάς, ανά 100 γραμμάρια προϊόντος είναι $\leq 2,0 + (S_{III}\,[O] - 0,9)$.

όπου:

2,0 = είναι η μέγιστη αποδεκτή τιμή για τη σχετική επιφάνεια της κορυφής III που λαμβάνει υπόψη της σχετική επιφάνεια της κορυφής III, ήτοι 1,3 του περιθωρίου αβεβαιότητας που οφείλεται στις διακυμάνσεις της συστάσεως του αποκορυφωμένου γάλακτος σε σκόνη, και την αναπαραγωγικότητα της μεθόδου (9.3.2).

$(S_{III}\,[O] - 0,9)$ = είναι η διόρθωση που πρέπει να γίνει όταν η επιφάνεια $S_{III}\,[O]$ είναι διάφορη του 0,9 (βλέπε σημείο 9.2.).

9.4.2. Εάν η σχετική επιφάνεια της κορυφής III, S_{III} [E] είναι $> 2,0 + (S_{III}\,[O] - 0,9)$ και η σχετική επιφάνεια της κορυφής II, S_{II} [E] ≤ 160, υπολογίζεται η περιεκτικότητα σε ορό γάλακτος τύπου πυτιάς που υπάρχει όπως αναφέρεται στο σημείο 9.2.

9.4.3. Εάν η σχετική επιφάνεια της κορυφής III, S_{III} [E] είναι $> 2,0 + (S_{III}\,[O] - 0,9)$ και η σχετική επιφάνεια της κορυφής II, S_{II} [E] $> 2,0$ και η επιφάνεια της κορυφής II, S_{II} [E] > 160, προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε ολικές αζωτούχες ουσίες (P %)· στη συνέχεια εξετάζονται οι γραφικές παραστάσεις 1 και 2.

9.4.3.1. Τα στοιχεία που λαμβάνονται μετά από ανάλυση των μη αλλοιωμένων δειγμάτων του αποκορυφωμένου γάλακτος σε σκόνη, με υψηλή περιεκτικότητα σε ολικές αζωτούχες ουσίες, συγκεντρώνονται στις γραφικές παραστάσεις 1 και 2.

Η ευθεία που εμφαίνεται με συνεχή γραμμή αντιπροσωπεύει την ευθεία της γραμμικής παλινδρομήσεως της οποίας οι συντελεστές υπολογίζονται με την μέθοδο των ελαχίστων τετραγώνων.

Η ευθεία που εμφαίνεται με διακεκομένη γραμμή καθορίζει το ανώτατο όριο της σχετικής επιφάνειας της κορυφής III, με μια πιθανότητα να μην ξεπεραστεί στο 90 % των περιπτώσεων.

Οι ισότητες των ευθειών με διακεκομένη γραμμή των γραφικών παραστάσεων 1 και 2 ισούνται αντίστοιχα με:

$S_{III} = 0,376\ P\,\% - 10,7$ (γραφική παράσταση 1)

$S_{III} = 0,0123\ S_{II}\,[E] + 0,93$ (γραφική παράσταση 2)

όπου:

S_{III} είναι η σχετική επιφάνεια της κορυφής III υπολογιζόμενη είτε σύμφωνα με την περιεκτικότητα σε ολικές αζωτούχες ουσίες, είτε σύμφωνα με τη σχετική επιφάνεια της κορυφής S_{II} [E]·

P % είναι η περιεκτικότητα σε ολικές αζωτούχες ουσίες εκφρασμένη σε σταθμισμένο ποσοστό·

S_{II} [E] είναι η σχετική επιφάνεια του δείγματος που υπολογίζεται στο σημείο 9.1.2.

Οι εξισώσεις αυτές ισούνται με τον αριθμό 1,3 που μνημονεύεται στο σημείο 9.2.

Η απόκλιση (T_1 και T_2) μεταξύ της σχετικής επιφάνειας S_{III} [E] και της σχετικής επιφάνειας S_{III} δίδεται από τις ακόλουθες σχέσεις:

$T_1 = S_{III}\,[E] - [(0,376\ P\,\% - 10,7) + (S_{III}\,[O] - 0,9)]$

$T_2 = S_{III}\,[E] - [(0,0123\ S_{II}\,[E] + 0,93) + (S_{III}\,[O] - 0,9)]$

9.4.3.2. Εάν T_1 ή/και T_2 είναι κατώτερα ή ίσα με μηδέν, δεν μπορεί να καθορισθεί η παρουσία ορού γάλακτος τύπου πυτιάς.

Εάν T_1 και T_2 είναι ανώτερα του μηδενός, το συμπέρασμα είναι η ύπαρξη ορού γάλακτος τύπου πυτιάς.

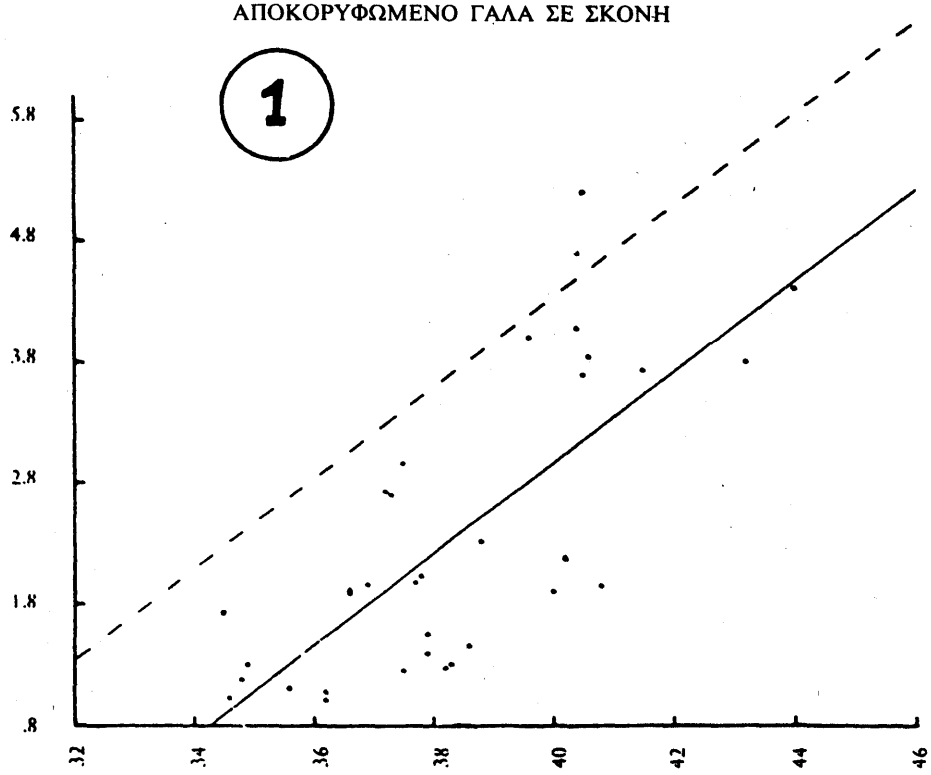
Η περιεκτικότητα σε υπάρχοντα ορό γάλακτος υπολογίζεται σύμφωνα με τον ακόλουθο τύπο:

$$W = T_2 + 0,91$$

όπου:

0,91 αντιπροσωπεύει την απόκλιση από τον κάθετο άξονα μεταξύ της ευθείας με συνεχή γραμμή και της ευθείας με διακεκομένη γραμμή.

ΑΠΟΚΟΡΥΦΩΜΕΝΟ ΓΑΛΑ ΣΕ ΣΚΟΝΗ



ΑΠΟΚΟΡΥΦΩΜΕΝΟ ΓΑΛΑ ΣΕ ΣΚΟΝΗ

