

DIN EN ISO 707



ICS 67.100.01

Ersatz für
DIN EN ISO 707:1997-10**Milch und Milcherzeugnisse –
Leitfaden zur Probenahme (ISO 707:2008);
Deutsche Fassung EN ISO 707:2008**

Milk and milk products –
Guidance on sampling (ISO 707:2008);
German version EN ISO 707:2008

Lait et produits laitiers –
Lignes directrices pour l'échantillonnage (ISO 707:2008);
Version allemande EN ISO 707:2008

Gesamtumfang 52 Seiten

Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 707:2008) fällt in den Zuständigkeitsbereich des Technischen Komitees CEN/TC 302 „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: NEN, Niederlande). Die ihr zugrundeliegende Internationale Norm ISO 707:2008 wurde vom Unterkomitee SC 5 „Milk and milk products“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) ausgearbeitet.

Aufgrund der Ergebnisse des parallelen Abstimmungsverfahrens wurde ISO 707:2008 als Europäische Norm EN ISO 707:2008 übernommen.

Die Mitarbeit des DIN beim Europäischen Komitee für Normung (CEN) wird für das CEN/TC 302 „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) über den DIN-Arbeitsausschuss „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) wahrgenommen.

Dem Anwender des Formblattes in Anhang D ist unbeschadet der Rechte des DIN an der Gesamtheit des Dokumentes die Vervielfältigung des Formblattes gestattet.

Für die in diesem Dokument zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 5155	siehe	DIN EN ISO 5155
ISO 7218	siehe	DIN EN ISO 7218
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 707:1997-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) die Norm wurde technisch überarbeitet und ergänzt und damit an die derzeit gültigen Gestaltungsregeln angepasst;
- b) der Begriff „Prüfmenge“ wurde aufgenommen;
- c) die Vorlage eines Probenahmeberichts für Käse wurde als informativer Anhang D aufgenommen.

Frühere Ausgaben

DIN 10327: 1973-08, 1993-08
DIN 10465: 1992-09
DIN EN ISO 707: 1997-10

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 5155, *Haushalt-Kühlgeräte — Tiefkühl- und Gefriergeräte — Eigenschaften und Prüfverfahren*^{*)}

DIN EN ISO 7218, *Mikrobiologie von Lebensmitteln und Futtermitteln — Allgemeine Anforderungen und Leitlinien für mikrobiologische Untersuchungen*

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien*

^{*)} Zurückgezogen und ersetzt durch DIN EN ISO 15502, *Haushalt-Kühl-/Gefriergeräte — Eigenschaften und Prüfverfahren*.

— Leerseite —

Deutsche Fassung

Milch und Milcherzeugnisse —
Leitfaden zur Probenahme
(ISO 707:2008)

Milk and milk products —
Guidance on sampling
(ISO 707:2008)

Lait et produits laitiers —
Lignes directrices pour l'échantillonnage
(ISO 707:2008)

Diese Europäische Norm wurde vom CEN am 14. August 2008 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist. Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Management-Zentrum des CEN oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Management-Zentrum mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, den Niederlanden, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, der Schweiz, der Slowakei, Slowenien, Spanien, der Tschechischen Republik, Ungarn, dem Vereinigten Königreich und Zypern.



EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
EUROPEAN COMMITTEE FOR STANDARDIZATION
COMITÉ EUROPÉEN DE NORMALISATION

Management-Zentrum: rue de Stassart, 36 B- 1050 Brüssel

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung.....	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen.....	5
3 Begriffe	5
4 Allgemeine Vereinbarungen	5
5 Geräte.....	7
6 Probenahme	9
7 Probenkonservierung.....	9
8 Probenaufbewahrung und -transport	9
9 Milch und flüssige Milcherzeugnisse	11
10 Kondensmilch, gezuckerte Kondensmilch und Milchkonzentrat	14
11 Halbfeste und feste Milcherzeugnisse, außer Butter und Käse.....	17
12 Speiseeis, Speiseeishalbprodukte (halbfertig) und andere gefrorene Milcherzeugnisse	19
13 Milchpulver und Trockenmilcherzeugnisse	21
14 Butter und verwandte Erzeugnisse.....	22
15 Butterfett (Butteröl) und ähnliche Erzeugnisse	25
16 Käse	26
Anhang A (informativ) Beispiele von Probenahmegeräten und Formen der Proben	29
Anhang B (informativ) Wärmegegedämmte Transportbehälter für gekühlte, gefrorene und tiefgefrorene Lebensmittelproben	40
Anhang C (informativ) Zusätzliche Hinweise für den Einsatz von wärmegegedämmten Transportbehältern	44
Anhang D (informativ) Probenahmebericht für Käse	45
Literaturhinweise	48

Vorwort

Dieses Dokument (EN ISO 707:2008) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milchprodukte — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat vom NEN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muss den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Februar 2009, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Februar 2009 zurückgezogen werden.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Texte dieses Dokuments Patentrechte berühren können. CEN [und/oder CENELEC] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Dieses Dokument ersetzt EN ISO 707:1997.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen: Belgien, Bulgarien, Dänemark, Deutschland, Estland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Lettland, Litauen, Luxemburg, Malta, Niederlande, Norwegen, Österreich, Polen, Portugal, Rumänien, Schweden, Schweiz, Slowakei, Slowenien, Spanien, Tschechische Republik, Ungarn, Vereinigtes Königreich und Zypern.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO 707:2008 wurde vom CEN als EN ISO 707:2008 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Einleitung

Die Probenahme erfordert größte Sorgfalt. Es kann nicht eindringlich genug darauf hingewiesen werden, dass es erforderlich ist, unbedingt eine repräsentative Probe zu erhalten. Schriftliche Probenahmeverfahren werden von ISO/IEC 17025 [6] gefordert, falls die Probenahme durch die Laboratorien erfolgt. Schriftliche Verfahrensweisen sind auch für die Probenteilung im Labor erforderlich, d. h. auf die Herstellung der Prüfmengen. Das Probenahmeverfahren ist ein Teil des Untersuchungsverfahrens, aber nicht Teil der Untersuchung selbst. Es trägt daher nicht zur Messunsicherheit bei. Abweichungen, die aus den vom Labor angewendeten Probenahmeverfahren herrühren, tragen zur Unsicherheit des aufgezeichneten Ergebnisses bei und müssen daher zur Messunsicherheit addiert werden. Literaturhinweis [10] beinhaltet einen Leitfaden zu diesem Thema.

Die in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahrensweisen haben sich in der Praxis bewährt und sollten nach Möglichkeit eingehalten werden. Es ist jedoch nicht möglich, für alle auftretenden Fälle feste Regeln aufzustellen, die Urteilsvermögen, Geschick und Erfahrung voll ersetzen können. Insbesondere unvorhersehbare Umstände können Abänderungen erfordern. Wenn spezielle Anforderungen an die Probenahme gestellt werden und/oder sich aus Besonderheiten einer durchzuführenden Untersuchung ergeben, sollte diesen entsprochen werden.

Die Heterogenität von Käse stellt eine besondere Herausforderung für die Probenahme dar. Die Unsicherheit der Probenahme wird hauptsächlich durch die Heterogenität der Probe, die Probengröße und das Probenahmeverfahren beeinflusst.

Es treten erhebliche Auswirkungen sowohl für mikrobiologische als auch für chemische Untersuchungen von Käse auf. Normalerweise ist der Käsebruch in einer bestimmten Gestalt und Größe ausgeformt, was das Vorgehen beeinflussen kann. Während der Reifung des geformten Käsebruches unter geregelten Bedingungen oder in einer Umgebung mit kontrollierter Feuchtigkeit, Temperatur und möglicherweise Zusammensetzung der Atmosphäre, wird sich die Außenseite des Käses in eine halbgeschlossene Schicht mit einem niedrigeren Feuchtigkeitsgehalt, die Rinde, entwickeln. Dies wird oftmals ausgelöst durch Einsalzen. Durch den Einfluss des Salzgradienten in der Salzlake, des Sauerstoffs, des Austrocknens und von anderen Reaktionen wird die Rinde sukzessiv eine etwas andere Zusammensetzung als die des Käseinneren entwickeln.

Lab und Mikroorganismen, die als ausgewählte Kulturen zugegeben werden oder natürlich vorhanden sind, ändern durch enzymatische oder mikrobiologische Aktivität die Struktur und Zusammensetzung des inneren Bereichs des Käses. Außerdem sind Mikroorganismen oft nicht homogen über den gesamten Käse verteilt.

Die Reifung wird durch Lagertemperatur, Zeit, Feuchtigkeit und Salzgradienten beeinflusst. Während oder nach der Reifung kann die Käserinde behandelt oder natürlicherweise durch gewünschten Kulturen von Mikroorganismen besiedelt sein. Die entstehende Schicht, im letzteren Fall als Schmiere bezeichnet, wird weiteren Einfluss auf die Reifung des Grenzbereiches haben. Um richtige Entscheidungen zum beprobenden Material treffen zu können, ist spezielles Wissen über die Käsureifung nötig. In Abhängigkeit von der gewünschten Aussage muss entschieden werden, wo eine Probe zu nehmen ist und wie viele Proben notwendig sind.

Aus diesen Gründen wurde die ISO 707|IDF 50 eher als Leitfaden denn als „zwingend zu befolgende“ Norm verfasst.

Die mit den in dieser Internationalen Norm beschriebenen Verfahren erhaltenen Untersuchungsproben sind „Laboratoriumsproben“ nach der Definition aus ISO 78-2:1999 [1], 3.1. Die nach den beschriebenen Verfahren erhaltene „Prüfmenge“ ist auch in ISO 78-2:1999 [1], 3.3 beschrieben.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm stellt einen Leitfaden zur Probenahme von Milch und Milcherzeugnissen für mikrobiologische, chemische und physikalische Untersuchungen sowie für sensorische Prüfungen mit Ausnahme der (halb)automatischen Probenahme dar.

ANMERKUNG Siehe auch Literaturhinweis [9].

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 7002, *Agricultural food products — Layout for a standard method of sampling from a lot*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 7002 und die folgenden Begriffe.

3.1

Laboratoriumsprobe

Probe, die für die Übersendung an das Laboratorium vorbereitet wurde und für die Prüfung oder Untersuchung vorgesehen ist

[ISO 78-2:1999 [1], 3.1]

3.2

Prüfmenge

Materialmenge, abgenommen von der Laboratoriumsprobe, an der die Untersuchung oder Beobachtung eigentlich durchgeführt wird

[In Anlehnung an ISO 78-2:1999 [1], 3.3.]

ANMERKUNG Es ist möglich, dass Prüfmengen von Milch und Milcherzeugnissen eine weitere Verarbeitung erfordern können, z. B. Entfernung von Teilen, die das Untersuchungsergebnis beeinträchtigen, aseptische Extraktion von Teilen oder Zerkleinerung.

4 Allgemeine Vereinbarungen

Diese Internationale Norm ist nicht geeignet, als Basis zur Formulierung rechtlicher Verpflichtungen zwischen Vertragspartnern zu dienen. In solchen Fällen sind zusätzliche schriftliche Anforderungen notwendig.

Die Anzahl der Einheiten, die zur Probenahme für die Attributprüfung ausgewählt wird, darf nach ISO 5538|IDF 113 [3] bestimmt werden. Die Probenahme für die Variablenprüfung darf nach ISO 8197 (IDF 136A) [5] bestimmt werden.

Die folgenden Anweisungen sind nicht notwendigerweise auf die Probenahme für Routinezwecke anwendbar:

- a) den betroffenen Parteien oder ihren Vertretern sollte die Möglichkeit gegeben werden, bei der Probenahme anwesend zu sein;
- b) wenn besondere Anforderungen für die Probenahme angegeben werden und/oder sich aus den Besonderheiten einer durchzuführenden Untersuchung ergeben, sollten diese Anforderungen befolgt werden.

4.1 Probenehmer¹⁾

Eine autorisierte Person, die mit der jeweiligen Technik gut vertraut ist, z. B. für mikrobiologische Untersuchungen, und frei von jeder Infektionskrankheit ist, muss die Probenahme durchführen.

4.2 Verpacken und Beschriften der Proben

Die Proben sollten versiegelt (falls dies eine gesetzliche Vorschrift ist oder zwischen den betroffenen Parteien vereinbart ist) und mit einem Etikett zur Identifikation versehen werden, auf dem die Art des Erzeugnisses und mindestens die Kennzeichnungsnummer, der Name und die Unterschrift (oder die Initialen) des verantwortlichen Probenehmers (4.1) angegeben sind.

Falls erforderlich, dürfen zusätzliche Angaben aufgenommen werden, wie der Zweck der Probenahme, die Masse oder das Volumen der Probe, die Einheit, aus der die Probe entnommen worden ist, der Zustand des Produktes während der Probenahme und die Aufbewahrungsbedingungen der Proben.

4.3 Rückstellproben

Die Proben sollten doppelt oder mehrfach entnommen werden, wenn dies eine gesetzliche Vorschrift erfordert oder eine entsprechende Vereinbarung zwischen den betroffenen Parteien besteht.

Es wird empfohlen, zusätzliche Probensätze zu entnehmen und für Schiedszwecke aufzubewahren, wenn es zwischen den betroffenen Parteien vereinbart wurde.

4.4 Probenahmebericht

Den Proben sollte ein Bericht beigelegt sein, der von dem autorisierten Probenehmer (4.1) unterschrieben oder mit dessen Initialen versehen und — soweit es notwendig ist oder zwischen den betroffenen Parteien vereinbart wurde — von anwesenden Zeugen gegengezeichnet wurde.

Der Bericht sollte zumindest folgende Informationen enthalten:

- a) Ort, Datum und Zeit der Probenahme (die Probenahmezeit ist nur erforderlich, wenn es zwischen den betroffenen Parteien vereinbart wurde);
- b) Namen und Unterschriften des Probenehmers und gegebenenfalls der Zeugen;
- c) das genaue Probenahmeverfahren einschließlich Probenvorbereitung und Homogenisierverfahren;
- d) Art und Anzahl der Einheiten, die die Lieferung bilden, zusammen mit den Chargenbezeichnungen, sofern diese vorhanden sind;
- e) Kennzeichnungsnummer und alle Kennzeichnungen der Charge, von der die Proben entnommen wurden;
- f) die Anzahl der Proben, ordnungsgemäß gekennzeichnet bezüglich der Chargen, von denen sie entnommen wurden;
- g) wenn nötig, die Anschrift, an die die Proben geschickt werden müssen;
- h) wenn möglich, den Namen und die Anschrift des Herstellers oder Händlers oder der für die Verpackung des Produktes verantwortlichen Personen.

Gegebenenfalls sollte der Bericht weitere sachdienliche Angaben über Bedingungen und Umstände enthalten (z. B. Zustand der Produktbehälter, Umgebungseinflüsse, Temperatur und Luftfeuchte, Alter des Produktes, Sterilisationsverfahren der Probenahmegeräte, ob den Proben Konservierungsmittel zugesetzt wurden) sowie besondere Informationen über das Produkt, von dem die Proben entnommen wurden z. B. Schwierigkeiten beim Homogenisieren des Produktes.

1) In einigen Ländern ist es üblich, eine vereidigte Person mit der Probenahme zu betrauen.

Die Größe der Probe und die Behandlung hängen von der vorgesehenen Prüfung ab und sind unter der entsprechenden Überschrift in den jeweiligen internationalen Untersuchungsnormen zu finden.

Die Probenahme umfasst auch die Probenvorbereitung im Labor. Deshalb sollte der Probenahmebericht oder ein gesonderter Laborbereich klar feststellen, wie die Proben vorbereitet wurden. Probenahmeberichte werden zusammen mit den Untersuchungsberichten an die entsprechenden Behörden übermittelt. Ein Beispiel für einen Probenahmebericht für Käse wird in Anhang A angegeben (siehe auch 16.3).

5 Geräte

5.1 Probenahmegeräte

5.1.1 Allgemeines

Die Probenahmegeräte sollten aus nichtrostendem Stahl oder aus anderen geeigneten Werkstoffen vergleichbarer Stabilität gefertigt sein, die zu keiner Veränderung der Probe führen, die die Ergebnisse der nachfolgenden Untersuchungen beeinflussen könnte.

Alle Oberflächen sollten glatt und frei von Rissen sein. Alle Ecken sollten abgerundet sein, ausgenommen in dem in 5.1.2 genannten Verfahren D. Die Geräte sollten vor dem Gebrauch trocken sein.

5.1.2 Für mikrobiologische Untersuchung

Die Probenahmegeräte sollten vor der Verwendung sauber sein und sterilisiert werden. Einweg-Kunststoffgeräte sollten steril sein.

Wenn bei der Herstellung der Geräte Lötmittel verwendet wurden, sollten sie gegen eine Temperatur von 180 °C beständig sein. Wenn möglich, sollte zur Sterilisation eines der drei folgenden Verfahren angewendet werden:

- a) Verfahren A: Behandeln mit Heißluft bei 170 °C für mindestens 1 h oder Gleichwertiges (siehe ISO 7218 [4]);
- b) Verfahren B: Behandeln mit Dampf in einem auf 121 °C ± 1 °C eingestellten Autoklaven, mindestens 15 min (siehe ISO 7218 [4]);
- c) Verfahren C: Behandeln mit einer ausreichenden Dosis von γ -Strahlung.

Nach der Sterilisation nach Verfahren A, B oder C sollten die Probenahmegeräte unter Bedingungen gelagert werden, die die Sterilität bis zum Gebrauch sicherstellen.

Wenn in besonderen Fällen die Sterilisation nach Verfahren A, B oder C nicht möglich ist, dürfen folgende alternative Verfahren angewendet werden, unter der Voraussetzung, dass die Geräte sofort nach der Behandlung benutzt werden. Dennoch sollten diese Verfahren als zweitrangige Verfahren betrachtet werden.

- d) Verfahren D: Abflammen aller Arbeitsflächen des Probenahmegerätes mit einer geeigneten Flamme;
- e) Verfahren E: Eintauchen in Ethanol, Volumenanteil mindestens 70 % (siehe 5.5.1), gefolgt von einer Trocknungszeit von 5 min;
- f) Verfahren F: Abflammen mit Ethanol, Volumenanteil 96 % (siehe 5.5.2).

Nach Behandlung nach Verfahren D oder Verfahren F sollte das Abkühlen der Probenahmegeräte unter geeigneten Bedingungen erfolgen, um den Reinigungszustand vor der Probenahme aufrechtzuerhalten.

5.1.3 Für chemische und physikalische Untersuchungen und die sensorische Prüfung

Die Probenahmegeräte sollten sauber und trocken sein, sie sollten weder die Eigenschaften wie Geruch, Geschmack oder Konsistenz oder die Zusammensetzung des Produktes beeinflussen. In bestimmten Fällen ist die Verwendung von Geräten notwendig, die wie in 5.1.2 beschrieben behandelt wurden, um eine mikrobiologische Verunreinigung des Produktes zu vermeiden.

Die Kennzeichnung der Proben sollte nicht die Eigenschaften oder Zusammensetzung des Produktes beeinflussen. Geruchlose Markierungsgeräte sollten verwendet werden, z. B. geruchlose dauerhafte Tinte oder Filzstifte.

5.2 Probengefäße

Die Probengefäße und Verschlüsse sollten aus solchen Werkstoffen gefertigt und derart konstruiert sein, dass die Probe angemessen geschützt wird und keine Veränderung in der Probe eintritt, die die Ergebnisse einer sich anschließenden Untersuchung oder Prüfung beeinflussen könnte. Geeignete Werkstoffe sind außer Glas einige Metalle (z. B. nichtrostender Stahl) und einige Kunststoffe (z. B. Polypropylen).

Die Gefäße sollten vorzugsweise lichtundurchlässig sein. Wenn nötig, sollten gefüllte durchsichtige Gefäße im Dunkeln aufbewahrt werden. Gefäße und Verschlüsse sollten trocken, sauber und entweder steril oder nach einem der in 5.1.2 beschriebenen Verfahren behandelbar sein. Es sollte darauf geachtet werden, dass zur Probenahme in Produktionsbereichen keine Glasgefäße verwendet werden.

Die Form und das Fassungsvermögen der Gefäße sollten den festgelegten Anforderungen für das zu entnehmende Produkt genügen. Einweg-Kunststoffgefäße dürfen ebenso wie Aluminiumfolie ausreichender Stärke (steril und nicht steril) und geeignete verschließbare Kunststoffbeutel verwendet werden.

Außer den Kunststoffbeuteln sollten die Probengefäße entweder mit einem passenden Stopfen oder einem Schraubverschluss aus Metall oder Kunststoff sicher zu verschließen sein, die, wenn nötig, mit einem flüssigkeitsdichten Kunststoffüberzug versehen sein sollten, der unlöslich, nicht absorbierend und fettdicht ist und die Zusammensetzung, die Eigenschaften sowie den Geruch und den Geschmack der Probe nicht beeinflusst. Falls Stopfen verwendet werden, sollten diese entweder aus einem nicht absorbierenden, geruchs- oder geschmacksneutralen Werkstoff gefertigt oder mit einem solchen überzogen worden sein. Probengefäße müssen gasdicht/verschlossen sein, um Verunreinigung und Lufteintritt zu verhindern.

Behältnisse zur Aufnahme von Proben für mikrobiologische Untersuchungen sollten auch bei Vorhandensein eines Überzugs nicht mit Korkverschlüssen oder Verschlüssen mit Korkdichtung verschlossen werden. Für feste, halbfeste und zähflüssige Produkte sollten weithalsige Gefäße verwendet werden.

Im Falle von kleinen Verbraucherpackungen werden diese als Probenbehälter angesehen; die Probe sollte aus dem Inhalt einer oder mehrerer unversehrter, ungeöffneter Packungen bestehen.

Anforderungen an wärmeisolierte Gefäße für den Transport gekühlter, gefrorener oder tiefgefrorener Proben werden in Anhang B angegeben.

5.3 Ausrüstung zur Probenvorbereitung

Die technische Ausrüstung zur Probenvorbereitung sollte im spezifischen Untersuchungsverfahren beschrieben werden.

5.4 Anforderungen an Thermometer

Die bei Probenahmeverfahren verwendeten Thermometer sollten validiert und sein und eine ausreichende Genauigkeit aufweisen.

5.5 Ethanol

5.5.1 Ethanol, nicht denaturiert, mit einem Volumenanteil von 70 %.

5.5.2 Ethanol, nicht denaturiert, mit einem Volumenanteil von 96 %.

ACHTUNG — Diese Lösung ist hygroskopisch und kann ihre Konzentration über einen längeren Zeitraum verändern. Es sind frisch hergestellte Lösungen zu verwenden.

6 Probenahme

Die Probenahme sollte derart durchgeführt werden, dass eine repräsentative Probe des Produktes erhalten wird.

Wenn getrennte Laboratoriumsproben für mikrobiologische, chemische und physikalische Untersuchungen und sensorische Prüfungen genommen werden, sollten die Proben für die mikrobiologischen Untersuchungen zuerst unter aseptischen Bedingungen und unter Zuhilfenahme von sterilisierten Geräten und Gefäßen (siehe 5.1.2) entnommen werden.

Es sollte darauf geachtet werden, dass bei der Probenahme für sensorische Prüfungen durch die Verwendung von Probenahmegeräten oder Probenahmehähnen, z. B. nach Verfahren E oder F (5.1.2), der Geschmack der Probe nicht nachteilig beeinflusst wird.

Das genaue Verfahren der Probenahme und die zu entnehmende Menge oder das zu entnehmende Volumen des Produktes richten sich nach der Art des Produktes und dem Bestimmungszweck der Probe.

Diese Anforderungen sind im Einzelnen in den Abschnitten 9 bis 16 beschrieben. Bei Produkten mit grobstückigen Bestandteilen kann es notwendig sein, die Mindestprobenmenge zu erhöhen. Das Probengefäß sollte sofort nach der Probenahme verschlossen werden.

Bei kleinen Verbraucherpackungen besteht die Probe aus einer oder mehreren ungeöffneten Packungen.

Wenn es notwendig erscheint, wird eine weitere Probe für die Überprüfung der Temperatur während des Transportes zum Untersuchungslabor entnommen.

7 Probenkonservierung

Proben, die für mikrobiologische Untersuchungen oder die sensorische Prüfung bestimmt sind, sollten in der Regel keine Konservierungsmittel zugegeben werden. Einigen Milcherzeugnissen dürfen Konservierungsmittel zugesetzt werden unter der Voraussetzung, dass:

- a) eine entsprechende Anweisung des Untersuchungslabors hierfür vorliegt;
- b) das Konservierungsmittel die nachfolgende Untersuchung nicht beeinflusst und keine Überprüfung von Textur und Geschmack erfolgen sollte;
- c) Art und Menge des Konservierungsmittels im Probenahmebericht und vorzugsweise auf dem Etikett angegeben werden;
- d) die Sicherheitsanweisungen für das verwendete Konservierungsmittel eingehalten werden.

In bestimmten Fällen kann das Konservierungsmittel Auswirkungen auf den Analyten ausüben. In diesen Fällen sollten angemessene Korrekturen durchgeführt werden.

8 Probenaufbewahrung und -transport

Die Aufbewahrung und der Transport der Proben sollten so erfolgen, dass der Zustand der Probe bis zum Zeitpunkt des Untersuchungsbeginns im Wesentlichen unverändert bleibt.

Wenn nötig, sollten während des Transports Vorkehrungen gegen äußere Gerüche, direktes Sonnenlicht und andere ungünstige Bedingungen getroffen werden. Im Falle der Notwendigkeit der Kühlung sind als Mindestbedingungen die Temperaturen einzuhalten, die vom Gesetzgeber vorgeschrieben oder vom Hersteller angegeben werden. Die Lagertemperatur nach der Probenahme sollte so schnell wie möglich erreicht werden. Die Zeit und die Temperatur sollten im Zusammenhang und nicht unabhängig voneinander gesehen werden.

Die Lagertemperaturen werden in Tabelle 1 angegeben.

Nach der Probenahme sollten die Proben unverzüglich an das Untersuchungslabor versendet werden. Die Zeit für den Transport der Proben in das Untersuchungslabor sollte so kurz wie möglich sein, vorzugsweise nicht länger als 24 h. Gegebenenfalls sollten besondere Vorschriften des Untersuchungslabors für den Transport beachtet werden.

Nach der Herstellung der Untersuchungsprobe sollte unverzüglich mit der Untersuchung begonnen werden.

Tabelle 1 — Probenkonservierung, Lagertemperatur und Mindestprobenmenge

Probe- nahme nach Abschnitt	Erzeugnis	Konservierung zulässig für Proben, die für chemische und physikalische Untersuchungen bestimmt sind	Lager- temperatur ^a vor und während des Transports °C	Zusammen- gefasste Proben- menge mindestens ^b
9	Nicht sterilisierte Milch und flüssige Milcherzeugnisse	ja	1 bis 5	100 ml oder 100 g
9	Sterilisierte Milch, UHT-Milch und sterilisierte flüssige Milcherzeugnisse in ungeöffneten Originalpackungen	nein	Umgebung, max. 30	100 ml oder 100 g
9	Sterilisierte Milch, UHT-Milch und sterilisierte flüssige Milcherzeugnisse nach Entnahme aus der Produktionslinie oder aus einer oder mehreren Originalpackung(en)	ja	1 bis 5	100 ml oder 100 g
10	Kondensmilch, gezuckerte Kondensmilch, Milchkonzentrate und sterilisierte Konzentrate	nein	Umgebung, max. 30	100 g
11	Halbfeste und feste Milcherzeugnisse, außer Butter und Käse	nein	1 bis 5	100 g
12	Speiseeis und Speiseeishalberzeugnisse	nein	≤ −18	100 g
13	Milchpulver und Trockenmilcherzeugnisse	nein	Umgebung, max. 30	100 g
14	Butter und Buttererzeugnisse	nein	1 bis 5 (im Dunkeln)	50 g
15	Butterfett (Butteröl und ähnliche Erzeugnisse)	nein	1 bis 5 (im Dunkeln)	50 g
16	Friskäse	nein	1 bis 5	100 g
16	Schmelzkäse	nein	1 bis 5	100 g
16	Anderer Käse	nein	1 bis 5	100 g

^a Die angegebenen Temperaturen stellen allgemeine Leitlinien dar (siehe ISO 7218 [4]). Bei bestimmten Untersuchungszielen können andere Temperaturen besser geeignet sein. Unter bestimmten gegebenen Bedingungen kann es schwierig oder sogar unmöglich sein, die „idealen“ oder wünschenswerten Temperaturen einzuhalten, die in dieser Tabelle angegeben sind. Es wird deshalb empfohlen, wenn es erforderlich ist, geeignete Gefäße zu benutzen (siehe auch Anhang B) und die Temperaturen in geeigneter Weise zu überwachen und aufzuzeichnen.

^b In bestimmten Fällen kann es notwendig sein, eine Anzahl von Proben zu entnehmen, um eine Mischprobe mit der entsprechenden Mindestgröße herzustellen. In Abhängigkeit von den vorgesehenen Untersuchungen und der Art des Produktes können größere Probenmengen erforderlich sein. Kleinere Probenmengen sind möglich, falls keine analytischen und statistischen Gründe dagegen sprechen. Zur Bestimmung der Zonenunterschiede z. B. in Käse, kann es sogar notwendig sein, kleinere Probenmengen zu nehmen.

9 Milch und flüssige Milcherzeugnisse

9.1 Anwendung

Die in diesem Abschnitt gegebenen Anweisungen sind anwendbar auf Rohmilch und wärmebehandelte Milch, Vollmilch, teilentrahmte und entrahmte Milch, Milchmischgetränke, Sahne, Sauermilch, Buttermilch, flüssige Molke und ähnliche Erzeugnisse.

9.2 Geräte

Die Probenahmegeräte sollten den Anforderungen nach Abschnitt 5 entsprechen.

9.2.1 Geräte zum manuellen Mischen

Geräte zum Mischen von Flüssigkeiten in großen Mengen sollten eine ausreichend große Fläche besitzen, um eine hinreichende Durchmischung der Produktes zu bewirken. Mit Rücksicht auf die unterschiedlichen Formen und Größen der Behälter wird keine spezielle Ausführung von Geräten für alle Zwecke empfohlen, sie sollten jedoch so gestaltet sein, dass eine Beschädigung der Innenfläche des Behälters während des Rührens ausgeschlossen ist.

9.2.1.1 Geräte zum manuellen Mischen in kleinen Gefäßen

Geeignet für das Durchmischen von Flüssigkeiten in kleinen Gefäßen, z. B. in Eimern und Kannen, ist ein Rührstab (Tauchmischer) mit der Form und den Maßen, die in Bild A.1 dargestellt werden. Die Länge sollte der Tiefe des Gefäßes angepasst sein.

9.2.1.2 Geräte zum manuellen Mischen in großen Gefäßen

Ein Rührstab (Tauchmischer), dessen Form und Maße in Bild A.2 dargestellt werden, ist für den Gebrauch in größeren Gefäßen (z. B. Tankwagen und Hoftanks) geeignet.

9.2.2 Geräte zum mechanischen Mischen

9.2.2.1 Eingebaute Rührwerke

Bei eingebauten Rührwerken bestimmt das für den Tank oder Behälter vorgesehene Rührgut die technischen Merkmale und die Konstruktion des Rührers. Es werden die verschiedenartigsten Rührwerke angewendet, aber es ist in dieser Internationalen Norm nicht versucht worden, einige von ihnen zu beschreiben.

9.2.2.2 Nicht eingebaute Rührwerke

Nicht eingebaute Rührwerke sind üblicherweise Propellerrührwerke, die durch die Inspektionsöffnung in die Transporttanks, Tanklastzüge und Eisenbahntanks eingebracht werden. Die beste Rührwirkung wird bei einer Eintauchtiefe erzielt, die dem 0,7fachen der Füllhöhe entspricht. Ein Eintauchwinkel des Rührers von 5 Grad bis 20 Grad ist empfehlenswert, da damit sowohl eine horizontale als auch eine vertikale Komponente zu der entstehenden Rührbewegung in der Flüssigkeit beigetragen werden.

9.2.3 Geräte zur Entnahme von Proben

9.2.3.1 Geräte zur Probenahme

Geeignet für die Probenahme ist eine Schöpfkelle, deren Form und Maße im Bild A.3 angegeben sind. Die konische Form der Schöpfmulde erlaubt es, die Schöpfkellen ineinander zu stapeln.

9.2.3.2 Probengefäße

Die Probengefäße sollten so bemessen sein, dass sie weitgehend mit der Probe gefüllt werden und ein gründliches Mischen des Inhalts vor der Untersuchung möglich ist, jedoch ein Ausbuttern während des Transportes verhindert wird.

9.2.3.3 Wärme gedämmte Transportbehälter

Siehe Anhang B.

9.3 Probenahme

Alle Flüssigkeiten werden gründlich gemischt, z. B. durch Stürzen, Umrühren, mehrfaches Umgießen von einem Produktbehälter in einen anderen gleicher Größe, bis eine ausreichende Homogenität erreicht ist, wobei Schaumbildung vermieden wird. Dazu dürfen die in 9.2.1 und 9.2.2 beschriebenen Geräte verwendet werden.

Die Probenahme erfolgt sofort nach dem Mischen. Zu Mindestprobenmenge und akzeptablen Probenahmetemperaturen wird auf Tabelle 1 verwiesen.

9.3.1 Probenahme für mikrobiologische Untersuchungen

Die Proben für mikrobiologische Untersuchungen sollten immer zuerst unter aseptischen Bedingungen möglichst aus demselben Produktbehälter entnommen werden, wie die Proben für chemische und physikalische Untersuchungen und die sensorische Prüfung.

Die Probenahmegeräte und Probengefäße für die mikrobiologische Untersuchung werden nach 5.1.2 behandelt.

Es wird nach 9.3.2 weiter verfahren, aber unter aseptischen Bedingungen.

9.3.2 Probenahme für chemische und physikalische Untersuchungen und die sensorische Prüfung

Für chemische und physikalische Untersuchungen und die sensorische Prüfung sollten in bestimmten Fällen Geräte und Gefäße verwendet werden, die nach 5.1.2 behandelt wurden.

9.3.2.1 Kleine Behälter, Milcheimer und Kannen

Die Milch ist z. B. durch Umfüllen, Rühren oder Auf- und Abbewegung (Tauchmischer) gründlich zu durchmischen.

9.3.2.2 Milchtanks oder -wannen

Die Milch ist mechanisch so lange zu rühren (mindestens 5 min), bis ausreichende Homogenität erreicht ist. Wenn der Tank mit einem Rührsystem ausgerüstet ist, das periodisch einschaltet, darf die Probenahme nach kürzerem Durchrühren (1 min bis 2 min) erfolgen. Wenn sich ein Rührwerkpropeller im Bereich des Flüssigkeitsspiegels befindet, sollte das Rührwerk wegen der Schaumbildung nicht benutzt werden.

9.3.2.3 Waagenbehälter

Um eine repräsentative Probe zu erhalten, ist es erforderlich, die Milch im Waagenbehälter entsprechend durchzumischen. Der beim Befüllen des Waagenbehälters erreichte Vermischungsgrad ist ungenügend und reicht für eine ordnungsgemäße Probenahme nicht aus. In diesem Fall ist es erforderlich, die Vermischung durch zusätzliches Rühren zu fördern. Der Umfang dieser zusätzlichen Durchmischung sollte experimentell bestimmt werden. Wenn das Volumen, der als Probe zu entnehmenden Milch, das Fassungsvermögen des Waagenbehälters überschreitet, sollte eine für die gesamte Menge repräsentative Probe entnommen werden.