

DIN EN ISO 11816-2

ICS 67.100.30

Einsprüche bis 2023-01-25
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 11816-2:2016-12

Entwurf

**Milch und Milchprodukte –
Bestimmung der Aktivität der alkalischen Phosphatase –
Teil 2: Fluorimetrisches Verfahren für Käse (ISO/DIS 11816-2:2022);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 11816-2:2022**

Milk and milk products –
Determination of alkaline phosphatase activity –
Part 2: Fluorimetric method for cheese (ISO/DIS 11816-2:2022);
German and English version prEN ISO 11816-2:2022

Lait et produits laitiers –
Détermination de l'activité de la phosphatase alcaline –
Partie 2: Méthode fluorimétrique pour le fromage (ISO/DIS 11816-2:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO 11816-2:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-11-25 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 46 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 11816-2:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-13 AA „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 707	siehe	DIN EN ISO 707
ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 11816-2:2016-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ersetzen von FLM200 durch FLM300 und damit einhergehende Änderungen an der Benutzerschnittstelle, die sich auf einige der Anweisungen zum Gebrauch und den Ablauf dieser Anweisungen auswirken;
- b) technische und redaktionelle Überarbeitung und Ergänzung zur Anpassung an derzeit gültige Gestaltungsregeln.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 707, *Milch und Milcherzeugnisse — Leitfaden zur Probenahme*

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 11816-2:2023-01

– Leerseite –

**Milch und Milchprodukte – Bestimmung der Aktivität der alkalischen Phosphatase –
Teil 2: Fluorimetrisches Verfahren für Käse (ISO/DIS 11816-2:2022)**

Milk and milk products – Determination of alkaline phosphatase activity – Part 2: Fluorimetric method for cheese (ISO/DIS 11816-2:2022)

Lait et produits laitiers – Détermination de l'activité de la phosphatase alcaline – Partie 2: Méthode fluorimétrique pour le fromage (ISO/DIS 11816-2:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Kurzbeschreibung	7
5 Reagenzien	8
6 Prüfeinrichtung	9
7 Probenahme	10
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	10
9 Durchführung	10
9.1 Überprüfung der Leistungsfähigkeit des Messgerätes	10
9.1.1 Allgemeines	10
9.1.2 Tägliche Gerätetests	11
9.1.3 Unter Anwendung von FLM200	11
9.1.4 Unter Anwendung von FLM300	11
9.1.5 Kontrollen	11
9.2 Reagenzkontrollen zur Prüfung der Eignung des gebrauchsfertigen Arbeitssubstrats (5.3)	12
9.3 Kalibrierung	12
9.3.1 Allgemeines	12
9.3.2 Unter Anwendung von FLM200	13
9.3.3 Unter Anwendung von FLM300	13
9.4 Bestimmung	13
9.5 Kontrollen, bezogen auf die Untersuchungsprobe	15
9.5.1 Empfohlene Untersuchungen mit Negativ- und Positivkontrollen	15
9.5.2 Untersuchung auf störende Substanzen	15
9.5.3 Kontrolluntersuchung auf hitzestabile mikrobielle alkalische Phosphatase	15
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	15
10.1 Kalibrierverhältnis	15
10.2 Berechnung	16
10.2.1 Überstand	16
10.2.2 Käse	16
10.3 Angabe der Ergebnisse	17
11 Präzision	17
11.1 Ringversuch	17
11.2 Wiederholpräzision	17
11.3 Vergleichpräzision	17
12 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Ringversuch	18
A.1 Einleitung	18
Anhang B (informativ) Beispiele für die Vorbereitung einer Untersuchungsprobe	20
Literaturhinweise	22

Bilder

Bild B.1 — Vorbereitung der Untersuchungsprobe von einem großen Stück Hartkäse	20
Bild B.2 — Vorbereitung der Untersuchungsprobe von einem Weichkäse	21
Bild B.3 — Vorbereitung der Untersuchungsprobe von einem Schnittkäse	21

Tabellen

Tabelle A.1 — Zusammenfassung der statistischen Parameter der Ringversuche	18
---	-----------

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 11816-2:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 11816-2:2016 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 11816-2:2022 wurde von CEN als prEN ISO 11816-2:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products*, und der International Dairy Federation (IDF) in Zusammenarbeit mit dem Europäischen Komitee für Normung (CEN), Technisches Komitee CEN/TC 302, *Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren*, in Übereinstimmung mit der Vereinbarung zur technischen Zusammenarbeit zwischen ISO und CEN (Wiener Vereinbarung) erarbeitet. Es wird von ISO und IDF gemeinsam veröffentlicht.

Diese zweite Ausgabe von ISO 11816-2|IDF 155-2 ersetzt die erste Ausgabe (ISO 11816-2|IDF 155-2:2003), die technisch überarbeitet wurde.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 11816-2|IDF 155-2:2016), die technisch überarbeitet wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

Das FLM200 erforderte eine Aktualisierung der Elektronik, um den weltweiten behördlichen Anforderungen zu entsprechen. Daher wurde das Gerät eingestellt und es wird die Version FLM300 des Geräts eingeführt. Mit dieser Version wurden die Elektronik und die Benutzerschnittstelle verbessert. Die Änderungen an der Benutzerschnittstelle wirkten sich auf einige der Gebrauchsanweisungen und den Ablauf dieser Anweisungen aus, die hier in der neuen Norm ausführlich beschrieben werden. Die Änderungen an der Software und der Schnittstelle führten zu keiner Änderung der Messung oder des Untersuchungsverfahrens. Das Gerät enthält jetzt den Heizblock (Temperierblock), der vorher ein eigenständiges Teil war.

Eine Auflistung aller Teile der Normenreihe ISO 11816|IDF 155 ist auf der ISO-Internetseite abrufbar.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

IDF (International Dairy Federation) ist eine private, gemeinnützige Organisation, welche auf globaler Ebene die Interessen verschiedener interessierter Parteien der Milchwirtschaft vertritt. Die Mitglieder der IDF sind in nationalen Komitees organisiert, bei denen es sich um nationale Vereinigungen von Vertretern der in der Milchwirtschaft tätigen nationalen Interessensgruppen, einschließlich Milchbauern, milchverarbeitender Industrie, Lieferanten von Molkereierzeugnissen, Wissenschaftlern und Regierungsstellen sowie Lebensmittelüberwachungsbehörden, handelt.

ISO und IDF arbeiten in allen Belangen der Normung von Probenahme- und Analyseverfahren für Milch und Milcherzeugnisse eng zusammen. Seit 2001 veröffentlichen ISO und IDF ihre Internationalen Normen gemeinsam. Dabei verwenden sie die Logos und Verweisungsnummern beider Organisationen.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. IDF ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Dieses Dokument wurde vom IDF Standing Committee on *Analytical Methods for Processing Aids and Indicators* und vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products* erarbeitet. Es wird von IDF und ISO gemeinsam veröffentlicht.

Die Arbeiten wurden vom IDF/ISO Action Team P05 des Standing Committee on *Analytical Methods for Processing Aids and Indicators* unter der Federführung seines Projektleiters, Herrn Rick Zampa (US), durchgeführt.

1 Anwendungsbereich

Dieser Teil von ISO 11816|IDF 155 legt ein fluorimetrisches Verfahren für die Bestimmung der Aktivität der alkalischen Phosphatase (ALP, EC 3.1.3.1) in Käse fest.

Dieses Verfahren gilt für Weichkäse, Schnittkäse und Hartkäse unter der Voraussetzung, dass der Schimmel nur an der Käsoberfläche und nicht auch im Innern des Käses vorhanden ist (z. B. Blauschimmelkäse). Für große Hartkäse laibe gelten spezifische Probenahmebedingungen (siehe Abschnitt 7).

Das Gerät kann Aktivitäten im Überstand von bis zu 7 000 Milliunits je Liter (mU/l) auslesen.

2 Normative Verweisungen

Es gibt keine normativen Verweisungen in diesem Dokument.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

3.1

Aktivität der alkalischen Phosphatase

ALP-Aktivität

im Produkt vorliegende Aktivität der alkalischen Phosphatase, bestimmt nach dem festgelegten Verfahren

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Aktivität der alkalischen Phosphatase wird in Milliunits Enzymaktivität je Gramm der Probe (mU/g) angegeben.

3.2

Einheit der Aktivität der alkalischen Phosphatase

Menge des Enzyms alkalische Phosphatase, die die Umsetzung von 1 µmol Substrat je Minute katalysiert

4 Kurzbeschreibung

Die Aktivität der alkalischen Phosphatase in einer Probe wird durch eine direkte kontinuierliche fluorimetrische Messung der Kinetik bestimmt. Das Phosphatradikal eines nicht fluoreszierenden aromatischen Monophosphorsäureester-Substrats, 2'-[2-Benzothiazolyl]-6'-hydroxybenzothiazol-Phosphat, wird in Gegenwart der in der Probe vorliegenden alkalischen Phosphatase hydrolysiert, wobei ein stark fluoreszierendes Produkt gebildet wird. Die fluorimetrische Messung der Aktivität der alkalischen Phosphatase (ALP) erfolgt bei 38 °C über eine Zeitspanne von 3 min unter Verwendung von Fluorophos^{®1}. Dies umfasst die Vorinkubation des Substrates und der Probe, gefolgt von der multiplen kinetischen Aufnahme der Reaktionsgeschwindigkeit.

1 Fluorophos ist ein eingetragenes Warenzeichen. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte weder durch ISO noch durch IDF. Gleichwertige Produkte dürfen verwendet werden, wenn sie nachweisbar zu den gleichen Ergebnissen führen.

ANMERKUNG Obwohl es sich um eine 3-minütige Untersuchung handelt, ist die erste Minute eine Anpassungszeit, um sicherzustellen, dass die Temperatur der Probe 38 °C beträgt. Die tatsächlichen Messungen der Aktivität erfolgen vom Beginn der zweiten Minute bis zum Ende der dritten Minute (d. h., über eine Zeitspanne von 2 min).

5 Reagenzien

Falls nicht anders festgelegt, werden nur Reagenzien von anerkannter analytischer Qualität und destilliertes oder vollentsalztes Wasser oder Wasser entsprechender Reinheit verwendet.

5.1 Fluorophos®-Substrat², in Flaschen, die jeweils 144 mg Fluorophos®-Substratpulver enthalten, molare Masse 580 Gramm je Mol.

Dies ist ein nicht fluoreszierendes aromatisches Monophosphorsäureester-Substrat, 2'-[2-Benzothiazolyl]-6'-hydroxybenzothiazol-Phosphat.

Dieses Substrat bleibt ab dem Herstellungsdatum zwei Jahre haltbar, sofern es in ungeöffneten Flaschen bei einer Temperatur zwischen 2 °C und 8 °C gelagert wird. Vor Licht schützen.

5.2 Substratpufferlösung, Diethanolamin(DEA)-Pufferlösung, $c(\text{DEA}) = 2,4 \text{ mol/l}$, mit einem pH-Wert von 10,0.

Die Substratpufferlösung bleibt ab dem Herstellungsdatum zwei Jahre haltbar, sofern sie in ungeöffneten Flaschen bei einer Temperatur zwischen 2 °C und 8 °C gelagert wird. Vor Licht schützen.

5.3 Arbeitssubstrat.

Das Fluorophos®-Substrat (5.1) und die Substratpufferlösung (5.2) werden auf Raumtemperatur erwärmen gelassen. Der Inhalt einer Flasche Substratpufferlösung (240 ml) (5.2) wird zu dem einer Flasche Fluorophos®-Substrat (144 mg) (5.1) gegeben und der Ansatz durch mehrmaliges Umdrehen des Gefäßes 3 min gut durchmischt. Zum Schutz gegen Licht wird Braunglas verwendet.

Die erhaltene Lösung wird vor Gebrauch mindestens 30 min bei Raumtemperatur stehen gelassen.

Der Analog-Digitaltest (A/D-Test) in 9.1.3 wird verwendet, um die Eignung des gebrauchsfertigen Arbeitssubstrats zu prüfen. Das Arbeitssubstrat darf nicht mehr verwendet werden, wenn Anzeigewerte über 1 200 FLU (Fluoreszenzeinheiten) erhalten werden.

Das Arbeitssubstrat bleibt bei lichtgeschützter Lagerung bei einer Temperatur zwischen 2 °C und 8 °C 60 Tage oder bei 38 °C 6 h haltbar.

5.4 Arbeits-Kalibrierlösungen, Fluoroyellow® (FY) [2'-(2-Benzothiazolyl)-6'-hydroxybenzothiazol] in Substratpufferlösung (5.2).

Die Arbeits-Kalibrierlösungen bleiben ab dem Herstellungsdatum 18 Monate haltbar, sofern sie in ungeöffneten Flaschen bei einer Temperatur zwischen 2 °C und 8 °C gelagert werden.

Um optimale Ergebnisse sicherzustellen, wird vor der Verwendung vorsichtig durchmischt.

2 Die in 5.1 bis 5.7 festgelegten Reagenzien und die in 6.1 bis 6.4 (außer 6.3.1) festgelegten Geräte sind von Advanced Instruments Inc., Two Technology Way, Norwood, Massachusetts 02062, USA, erhältlich. Der Hersteller darf die Packungszusammenstellung, die mit dem Fluorophos-Testsystem geliefert wird, ändern. Der Anwender sollte sich auf die Anweisungen des Herstellers zur Vorbereitung der Reagenzien beziehen, falls diese von den hier angegebenen abweichen. Fluorophos und Fluoroyellow sind eingetragene Warenzeichen von Advanced Instruments Inc. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte weder durch ISO noch durch IDF.

5.4.1 Kalibrierlösung A, mit $0 \mu\text{mol/l}$ Fluoroyellow®.

5.4.2 Kalibrierlösung B, mit $17,24 \times 10^{-3} \mu\text{mol/l}$ Fluoroyellow®.

5.4.3 Kalibrierlösung C, mit $34,48 \times 10^{-3} \mu\text{mol/l}$ Fluoroyellow®.

5.5 Lösung zur täglichen Messgerätekontrolle, mit $34,48 \times 10^{-3} \mu\text{mol/l}$ Fluoroyellow®.

Die Lösung zur täglichen Messgerätekontrolle bleibt ab dem Herstellungsdatum 18 Monate haltbar, vorausgesetzt, sie wird in ungeöffneten Flaschen bei einer Temperatur zwischen 2°C und 8°C gelagert.

Um optimale Ergebnisse sicherzustellen, wird vor der Verwendung vorsichtig durchmischt.

5.6 Fluorophos®-Extraktionspuffer für Käse, Diethanolamin(DEA)-Pufferlösung, pH-Wert = 8,0 mit Magnesium und Triton X-100.

Der Extraktionspuffer für Käse bleibt ab dem Herstellungsdatum drei Jahre haltbar, sofern er in ungeöffneten Flaschen bei einer Temperatur zwischen 2°C und 8°C gelagert wird.

5.7 Positive, negative und Phosphacheck-N™ Kontrollen.

6 Prüfeinrichtung

Die üblichen Laborgeräte, insbesondere folgende Geräte.

6.1 Filter-Fluorimeter, mit thermostatisch einstellbarem Küvettenhalter; geeignet zum Betrieb bei $38^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, und mit einer rechtwinkligen Optik, die die Anregung bei einer Wellenlänge von 440 nm und die Emission zwischen 520 nm und 560 nm ermöglicht [z. B. Fluorophos®-Gerät¹].

6.2 Küvetten, zum Einmalgebrauch, aus nicht fluoreszierendem Glas, mit einem Durchmesser von 12 mm und einer Länge von 75 mm .

6.3 Pipetten

6.3.1 Pipette, mit einem Nennvolumen von $2,0 \text{ ml}$ und $3,0 \text{ ml}$.

6.3.2 Direktverdrängerpipette oder Pipette mit Luftpolster, mit einem Nennvolumen von $0,075 \text{ ml}$.

6.4 Temperierblock, der in der Lage ist, eine Temperatur von $(38 \pm 1)^\circ\text{C}$ aufrechtzuerhalten, und zur Aufnahme der Küvetten geeignet ist.

6.5 Folie aus Kunststoff und Paraffin (z. B. Parafilm®³) oder eine andere geeignete Verschlussfolie von Laborqualität.

6.6 Vortex-Schüttelgerät.

6.7 Mahlvorrichtung.

6.8 Becherglas, mit einem Nennvolumen von 5 ml (mit einem Durchmesser von etwa 20 mm und einer Länge von etwa 30 mm) und von 10 ml (mit einem Durchmesser von etwa 25 mm und einer Länge von etwa 30 mm).

3 Parafilm® und Ultra turrax® sind Beispiele für geeignete handelsübliche Produkte. Diese Angabe dient nur zur Unterrichtung der Anwender dieses Dokuments und bedeutet keine Anerkennung dieser genannten Produkte weder durch ISO noch durch IDF.

6.9 Hochgeschwindigkeitshomogenisiergerät (z. B. Ultra turrax^{®3}) mit einem Stabdurchmesser von etwa 6 mm bis 8 mm.

6.10 Messkolben mit einer Marke, mit einem Nennvolumen von 25 ml.

6.11 Zentrifuge, geeignet zum Zentrifugieren bei 1 000g bei 4 °C.

6.12 Reagenzglas, mit einem Durchmesser von etwa 12 mm und einer Länge von 10 cm.

6.13 Pasteurpipette aus Glas, eine Pipette mit Luftpolster kann ebenso verwendet werden.

6.14 Wasserbad, das in der Lage ist, eine Temperatur von (63 ± 1) °C aufrechtzuerhalten.

7 Probenahme

Dem Labor sollte eine repräsentative Probe zugesandt werden. Sie sollte während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert worden sein.

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in diesem Teil von ISO 11816|IDF 155 festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 707|IDF 50 [1] angegeben.

ISO 707|IDF 50 ist jedoch nicht für große Hartkäse laibe geeignet, wenn das Gemisch aus Molke und Bruch bei Temperaturen von über 50 °C gebrüht wurde. Wenn der Käse aus Rohmilch hergestellt wird, ist die ALP-Aktivität innerhalb dieser Käse nicht homogen verteilt. Die Aktivität in der äußeren Schicht des Käse laibs, zwischen 0 cm bis 4 cm unterhalb der Rinde der runden Seite, ist hoch, jedoch im Inneren sehr niedrig oder sogar nicht nachweisbar.

Deshalb müssen Proben von großen Hartkäse laiben durch Entnahme eines Stücks von 1 cm, das 0,5 cm unterhalb der Rinde der runden Seite zu entnehmen ist (siehe Bild B.1), beprobt werden.

Wenn Zweifel bezüglich der Art des Käses bestehen, zwischen einem Hart- oder Schnittkäse, wird die Probenahme entsprechend der Beschreibung für große Hartkäse laibe durchgeführt.

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

Die Rinde oder die Oberfläche wird mit einem sauberen Messer von der Untersuchungsprobe entfernt. Es wird sichergestellt, dass die Untersuchungsprobe während dieser Vorbereitung nicht mit der Mikroflora der Oberfläche kontaminiert wird. Besonders bei Weichkäse mit Oberflächenschimmel wird die gesamte Rinde entfernt, jedoch in einer möglichst dünnen Schicht, wobei das Entfernen der Fettschicht unter dem Oberflächenschimmel vermieden wird (siehe Bild B.2). Bei großen Hartkäse laiben wird wie in Abschnitt 7 beschrieben verfahren. Die Untersuchungsprobe wird mit einer Mühle oder einem anderen geeigneten Gerät (6.7) zerkleinert und gut durchmischt. Die so hergestellte Probe wird in einem luftdicht verschließbaren Behälter aufbewahrt.

9 Durchführung

9.1 Überprüfung der Leistungsfähigkeit des Messgerätes

9.1.1 Allgemeines

Es ist wichtig, die Leistungsfähigkeit des Messgerätes hinsichtlich Drift, Streulicht und Stabilität vor der Untersuchung von Untersuchungsproben zu überprüfen. Die Prinzipien der Guten Laborpraxis sind bei der Bedienung des Filter-Fluorimeters (6.1) zu befolgen.

Prüfungen der Qualitätskontrolle umfassen das Folgende:

- a) den täglichen A/D-Test (Analog-Digitaltest), mit dem die korrekte Arbeitsweise der Anlage geprüft wird;