

DIN EN ISO 23319



ICS 67.100.30

Einsprüche bis 2020-11-11

Entwurf

**Käse und Schmelzkäseprodukte, Kaseine und Kaseinate –
Bestimmung des Fettgehaltes –
Gravimetrisches Verfahren (ISO/DIS 23319:2020);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 23319:2020**

Cheese and processed cheese products, caseins and caseinates –
Determination of fat content –
Gravimetric method (ISO/DIS 23319:2020);
German and English version prEN ISO 23319:2020

Fromages et fromages fondus, caséines et caséinates –
Détermination de la teneur en matière grasse –
Méthode gravimétrique (ISO/DIS 23319:2020);
Version allemande et anglaise prEN ISO 23319:2020

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2020-09-11 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 Saatwinkler Damm 42/43, 13627 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 44 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23319:2020) 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.

Das zuständige deutsche 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 565	siehe	DIN ISO 565
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.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

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

DIN ISO 565, *Analysensiebe — Metalldrahtgewebe, Lochplatten und elektrogeformte Siebfolien — Nennöffnungsweiten*

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*

<i>Titel de:</i>	Käse und Schmelzkäseprodukte, Kaseine und Kaseinate — Bestimmung des Fettgehaltes — Gravimetrisches Verfahren (ISO/DIS 23319:2020)
<i>Titel en:</i>	Cheese and processed cheese products, caseins and caseinates — Determination of fat content — Gravimetric method (ISO/DIS 23319:2020)
<i>Titel fr:</i>	Fromages et fromages fondus, caséines et caséinates — Détermination de la teneur en matière grasse — Méthode gravimétrique (ISO/DIS 23319:2020)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Reagenzien	7
6 Prüfeinrichtung	7
7 Probenahme	9
8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe	9
8.1 Käse	9
8.2 Caseine und Caseinate	10
9 Durchführung	10
9.1 Einwaage	10
9.2 Blindversuch	10
9.3 Vorbereitung eines Fettsammelgefäßes	11
9.4 Bestimmung	11
10 Berechnung und Angabe der Ergebnisse	15
11 Präzision	15
11.1 Ringversuch	15
11.2 Wiederholpräzision	16
11.3 Vergleichpräzision	16
11.4 Untersuchungsbericht	16
Anhang A (normativ) Weitere Verfahrensweisen	17
A.1 Blindversuch zur Prüfung der Reagenzien	17
A.2 Gleichzeitig mit der Bestimmung durchgeführter Blindversuch (siehe 9.2)	17
A.3 Prüfung auf Peroxide	18
A.4 Diethylether, der Antioxidantien enthält	18
A.5 Ethanol	18
Anhang B (normativ) Modell von Fettextraktionsrohren mit Siphon- oder Waschflascheneinsätzen	19
Anhang C (normativ) Ringversuch für Käse	20
Anhang D (normativ) Ringversuch für Caseine und Caseinate	21
Literaturhinweise	22

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 23319:2020) 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.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 23319:2020 wurde von CEN als prEN ISO 23319:2020 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 von der International Dairy Federation (IDF) erarbeitet. Es wird von ISO und IDF gemeinsam veröffentlicht.

Diese erste Ausgabe von ISO 23319 führt die folgenden Normen zur Bestimmung des Fettgehalts von Milch und Milcherzeugnissen unter Anwendung des SBR-Prinzips zusammen und ersetzt sie:

- ISO 1735:2004|IDF 5:2004, *Cheese and processed cheese products — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)*;
- ISO 5543:2004|IDF 127:2004, *Caseins and caseinates — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)*.

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.

Bei IDF (International Dairy Federation) handelt es sich um eine private, gemeinnützige Organisation, welche auf globaler Ebene die Interessen verschiedener Stakeholder der Milchwirtschaft vertritt. Die Mitglieder der IDF sind in nationalen Komitees organisiert, die als landesweite Vereinigungen aus Vertretern von mit der Milchwirtschaft zusammenhängenden nationalen Interessengruppen bestehen, einschließlich Milchbauern, milchverarbeitender Industrie, Lieferanten von Molkereiprodukten, Wissenschaftlern und Regierungen/Lebensmittelüberwachungsbehörden.

ISO und IDF arbeiten in allen Belangen der Normung von Analyse- und Probenahmeverfahren für Milch und Milcherzeugnisse eng zusammen. Seit 2001 veröffentlichen ISO und IDF ihre Internationalen Normen gemeinsam unter Verwendung der Logos und Verweisnummern 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 Composition* und vom Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products* erarbeitet. Es wird von ISO und IDF gemeinsam veröffentlicht.

Die Arbeiten wurden von der gemeinsamen Arbeitsgruppe (C34) von IDF/ISO des *Standing Committee on Analytical Methods for Composition* unter der Federführung seines Projektleiters, Herr Philippe Trossat (FR), durchgeführt.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann gefährliche Substanzen, Arbeitsgänge und Geräte einschließen. Dieses Dokument erhebt nicht den Anspruch, dass alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme angesprochen werden. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, Vorkehrungen für den Arbeits- und Gesundheitsschutz zu treffen und vor der Anwendung festzulegen, welche einschränkenden Vorschriften gelten.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren für die Bestimmung des Fettgehaltes aller Arten von Käse und Schmelzkäse fest, die weniger als 5 % (Massenanteil) der fettfreien Feststoffe Lactose enthalten, und für alle Arten von Caseinen und Caseinaten.

Das Verfahren ist nicht auf Frischkäsearten anwendbar, die zum Beispiel Früchte, Sirup oder Müsli enthalten. Für derartige Produkte ist das Schmid-Bondzynski-Ratzlaff-(SBR-)Prinzip aufgrund hoher Konzentrationen von Zuckern nicht anwendbar. Für diese Produkte ist das Verfahren nach dem Weibull-Berntrop-Prinzip (ISO 8262-3) geeignet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 3889, *Milk and milk products — Specification of Mojonner-type fat extraction flasks*

ISO 565, *Test sieves — Metal wire cloth, perforated metal plate and electroformed sheet — Nominal sizes of openings*

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

Fettgehalt

Massenanteil der Substanzen, die mit dem in diesem Dokument festgelegten Verfahren bestimmt werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Fettgehalt wird als Massenanteil in Prozent angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Die Einwaage wird mit Salzsäure aufgeschlossen, dann wird Ethanol zugegeben. Die Säure-Ethanol-Lösung wird anschließend mit Diethylether und Petroleumbenzin extrahiert. Die Lösemittel werden durch Destillation oder Verdampfen entfernt. Die Masse der extrahierten Substanzen, die in Petroleumbenzin löslich sind, wird bestimmt.

ANMERKUNG Dies ist allgemein als das Schmid-Bondzynski-Ratzlaff-Prinzip bekannt.

5 Reagenzien

Falls nicht anders festgelegt, dürfen nur Reagenzien von anerkannter Analysenreinheit und destilliertes oder entmineralisiertes Wasser oder Wasser gleichwertiger Reinheit verwendet werden. Die Reagenzien dürfen keinen merklichen Rückstand hinterlassen, wenn die Bestimmung nach dem festgelegten Verfahren durchgeführt wird (siehe Anhang A).

5.1 Salzsäure, die einen Massenanteil an HCl von etwa 36 % enthält ($\rho_{20} = 1,18$ g/ml).

5.2 Verdünnte Salzsäure, die einen Massenanteil von etwa 25 % enthält ($\rho_{20} = 1,125$ g/ml).

675 ml konzentrierte Salzsäure (5.2) werden mit Wasser auf 1 000 ml verdünnt, der Ansatz wird durchmischt.

5.3 Ethanol, (C_2H_5OH), mindestens 94 % (Volumenanteil).

Auf andere Weise als durch Methanol denaturiertes Ethanol darf unter der Voraussetzung verwendet werden, dass das Denaturierungsmittel das Ergebnis der Bestimmung nicht beeinflusst (siehe A.5).

5.4 Diethylether ($C_2H_5OC_2H_5$), frei von Peroxiden (siehe A.3) und ohne oder mit nicht mehr als 7 mg/kg Antioxidantien (siehe A.4).

5.5 Petroleumbenzin, Siedebereich von 30 °C bis 60 °C oder als gleichwertige Substanz Pentan [$CH_3(CH_2)_3CH_3$] mit einem Siedepunkt von 36 °C.

5.6 Lösemittelgemisch, hergestellt kurz vor der Verwendung durch Mischen gleiche Volumenteile von Diethylether (5.4) und Petroleumbenzin (5.5).

6 Prüfeinrichtung

WARNUNG — Da bei der Bestimmung flüchtige entflammbare Substanzen verwendet werden, müssen alle verwendeten elektrischen Prüfeinrichtungen den Rechtsvorschriften in Bezug auf die Gefahren bei der Verwendung solcher Substanzen entsprechen.

Übliche Laborausrüstung und besonders folgende Geräte.

6.1 Analysenwaage, mit der auf 1 mg gewogen werden kann, mit einer Ablesegenauigkeit von 0,1 mg.

6.2 Zentrifuge, in die die Fettextraktionskolben oder -rohre (6.6) eingestellt werden können und die auf eine Drehzahl von 500 min^{-1} bis 600 min^{-1} mit einer wirksamen Zentrifugalbeschleunigung von etwa 80 g bis 90 g , am äußeren Ende der Kolben oder Rohre, einstellbar ist.

ANMERKUNG Die Verwendung der Zentrifuge ist freigestellt, sie wird jedoch empfohlen (siehe 9.4.7).

6.3 Gerät zum Abdestillieren oder Verdampfen, um das Abdestillieren der Lösemittel und des Ethanol aus den Fettsammelkolben oder das Verdampfen aus Bechergläsern und Schalen bei einer Temperatur von höchstens 100 °C zu ermöglichen.

6.4 Trockenschrank, elektrisch beheizt, mit vollständig geöffneter(n) Belüftungsöffnung(en), für den gesamten Arbeitsraum auf 102 °C $\pm$ 2 °C einstellbar. Alternativ darf ein **Vakuumtrockenschrank** eingesetzt werden, der auf 72,5 °C $\pm$ 2,5 °C einstellbar ist. Ein Druck von weniger als 600 mbar (50 mmHg) darf angewendet werden. Der Trockenschrank muss mit einem geeigneten Thermometer ausgestattet sein.

6.5 Siedendes Wasserbad oder Heizplatte.

6.6 Fettextraktionskolben.

6.6.1 Fettextraktionskolben nach Mojonnier, wie in ISO 3889 | IDF 219 festgelegt.

6.6.2 Fettextraktionskolben in Form von Extraktionsrohren.

Es ist auch möglich, Fettextraktionsrohre mit Siphon- oder Waschflascheneinsätzen zu verwenden. Hinsichtlich eines Beispiels siehe Modell in Anhang B.

6.6.3 Stopfen

Die Fettextraktionskolben oder -rohre müssen mit Stopfen aus unterschiedlichem Material, wie z. B. Rindenkork, Silikonkautschuk, Polytetrafluorethylen (PTFE) oder Glas, versehen sein, die durch die verwendeten Reagenzien nicht beeinflusst werden. Rindenkorkstopfen müssen mit Diethylether (5.4) gewaschen und mindestens 15 min in Wasser von mindestens 60 °C gelagert werden. Anschließend müssen sie im Wasser abkühlen gelassen werden, so dass sie bei Gebrauch mit Wasser gesättigt sind.

6.7 Ständer für Fettextraktionskolben oder -rohre.

6.8 Waschflasche, die für die Verwendung mit dem Lösemittelgemisch (5.6) geeignet ist. Eine Waschflasche aus Kunststoff darf nicht verwendet werden.

6.9 Fettsammelgefäße

Zum Beispiel:

- Siedekolben (Stehkolben) mit Nennvolumina von 125 ml bis 250 ml;
- Erlenmeyerkolben mit einem Nennvolumen von 250 ml;
- Metallschalen.

Falls Metallschalen verwendet werden, müssen sie vorzugsweise aus nichtrostendem Stahl sein, einen flachen Boden und vorzugsweise einen Ausguss sowie einen Durchmesser von 80 mm bis 100 mm und eine Höhe von etwa 50 mm aufweisen. Aluminiumschalen dürfen nicht verwendet werden.

6.10 Siedehilfsmittel, fettfrei, aus nicht porösem Porzellan oder Siliciumcarbid oder Glasperlen. Die Verwendung von Glasperlen ist bei Metallschalen freigestellt.

6.11 Messzylinder, Nennvolumina 5 ml und 25 ml.

6.12 Pipetten, graduert, zur Abgabe von 10 ml.

6.13 Zange aus Metall zum Halten von Kolben, Bechergläsern oder Schalen.

6.14 Folien aus Cellulosefilm, unlackiert und in Salzsäure löslich, 0,03 mm bis 0,05 mm dick mit einer Größe von etwa 50 mm × 75 mm. Die Folien müssen unter den Prüfbedingungen inert sein.

6.15 Gerät zum Mahlen oder Reiben, zum Mahlen oder Reiben der Laborprobe bei Bedarf. Dieses Gerät sollte so beschaffen sein, dass sich keine übermäßige Wärme entwickelt und kein Feuchtigkeitsverlust auftritt. Eine Hammermühle darf nicht verwendet werden.

6.16 Prüfsieb, aus Drahtgewebe, mit einem Durchmesser von 200 mm, einer Nennöffnungsweite von 500 µm und einem Auffanggefäß, das den Anforderungen von ISO 565 entspricht.

6.17 Behälter mit Deckel, luftdicht, mit einem derartigen Nennvolumen, dass die Untersuchungsprobe durch Schütteln gemischt werden kann.

6.18 Becherglas oder Kolben, Nennvolumen 100 ml.

7 Probenahme

Eine repräsentative Probe sollte an das Labor gesendet werden. Sie sollte während des Transports oder der Lagerung nicht beschädigt oder verändert worden sein. Die Laborprobe muss in einem sicher verschlossenen luftdichten Behälter aufbewahrt werden.

Die Probenahme ist nicht Bestandteil des in diesem Dokument festgelegten Verfahrens. Ein empfohlenes Probenahmeverfahren ist in ISO 707 [1] angegeben.

Die Untersuchungsproben müssen vom Zeitpunkt der Probenahme an bis zum Beginn des Verfahrens im Fall von Käse bei einer Temperatur von 2 °C bis 6 °C und von Casein und Caseinaten bei Raumtemperatur aufbewahrt werden.

8 Vorbereitung der Untersuchungsprobe

8.1 Käse

Vor der Analyse wird die Rinde, die Schmiere oder die Schimmel-Oberflächenschicht des Käses so entfernt, dass eine Untersuchungsprobe erhalten wird, die für den Käse repräsentativ ist.

Die Untersuchungsprobe wird mittels eines geeigneten Mahl- oder Reibegeräts (6.15) gemahlen oder gerieben. Die gemahlene Masse wird schnell durchmischt und, wenn es bei halbfesten und Hartkäsen erforderlich ist, ein zweites Mal gemahlen und erneut gründlich durchmischt. Hartkäse und halbfeste Käse werden vorzugsweise in Würfel von etwa 15 mm × 15 mm geschnitten. Die Würfel werden durch Schütteln in einem Behälter gemischt. Die Untersuchungsprobe wird dann wie vorstehend festgelegt gemahlen oder gerieben. Nach Vorbereitung jeder Probe wird das Gerät gereinigt.

Wenn die Untersuchungsprobe nicht gemahlen oder gerieben werden kann, wird sie durch intensives Kneten gründlich durchmischt, zum Beispiel mit dem Pistill in einem Mörser. Dabei sollte darauf geachtet werden, einen Feuchtigkeitsverlust zu vermeiden.

Die Untersuchungsprobe wird bis zum Beginn der Untersuchung, die so bald wie möglich nach dem Mahlen durchgeführt werden muss, in einem luftdichten Behälter gelagert.

Wenn eine Verzögerung jedoch unvermeidlich ist, sind alle Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen, um die richtige Erhaltung der Untersuchungsprobe sicherzustellen. Wenn sie gekühlt ist, wird die Untersuchungsprobe der Raumtemperatur angeglichen. Die Probe wird dann gründlich durchmischt, um die dokumentarisch nachgewiesene Feuchtigkeitsübertragung innerhalb des Käses während der Kühlung und des Erwärmens zu beseitigen. Es ist sicherzustellen, dass alles Feuchtigkeitskondensat an der Innenfläche des Behälters vollständig und gleichmäßig wieder durch die Untersuchungsprobe aufgenommen wird. Zerkleinerter Käse, der unerwünschtes Schimmelpilzwachstum oder Anzeichen einer Qualitätsverschlechterung zeigt, darf nicht untersucht werden.

Die gesamte Probenvorbereitung sollte in einer Weise durchgeführt werden, die den Feuchtigkeitsverlust auf ein Mindestmaß herabsetzt. Die Auswirkung eines solchen Feuchtigkeitsverlustes ist die Erhöhung des scheinbaren Fettgehaltes.

8.2 Caseine und Caseinate

Die Laborprobe wird gründlich gemischt, gegebenenfalls nachdem sie vollständig in einen luftdichten Behälter mit geeignetem Fassungsvermögen umgefüllt wurde, indem der Behälter wiederholt geschüttelt und umgedreht wird.

50 g der Laborprobe werden in das Prüfsieb (6.16) überführt. Wenn sie nicht vollständig durch das Sieb hindurchgeht, wird ein Gerät zum Mahlen genutzt, um diesen Zustand zu erreichen. Die gesamte gesiebte Probe wird unverzüglich in den Behälter (6.17) überführt und in dem geschlossenen Behälter gründlich gemischt. Während dieser Arbeitsgänge sind Vorkehrungen zu treffen, um eine Änderung des Wassergehalts des Produkts zu vermeiden.

Nach der Vorbereitung der Untersuchungsprobe wird so bald wie möglich mit der Bestimmung (9.4) fortgefahren.

Wenn der Anteil von 50 g unmittelbar oder fast vollständig durch das Sieb hindurchgeht, wird die vorbereitete Untersuchungsprobe für die Bestimmung verwendet.

9 Durchführung

9.1 Einwaage

Die Untersuchungsprobe wird durch leichtes Rühren durchmischt. Sofort danach werden 1 g bis 3 g der Untersuchungsprobe bei Käse und 2 g bis 3 g bei Caseinen und Caseinaten direkt oder im Differenzverfahren auf 1 mg in einen Fettextraktionskolben (6.6) oder in ein Becherglas oder einen Kolben von 100 ml Volumen (6.18) eingewogen.

Bei Käsen mit einem Massenanteil an Fett von mehr als 30 % wird die Masse der Einwaage so angepasst, dass eine Masse des extrahierten Fettes von 750 mg bis 1 000 mg erhalten wird.

Die Einwaage darf auch auf einer Cellulosefolie (6.14) gewogen werden, die anschließend zusammengefaltet und in das gewählte Gefäß gelegt wird. Bei Kolben nach Mojonier wird die Einwaage so vollständig wie möglich in die untere (kleine) Kugel des Fettextraktionskolbens gegeben.

9.2 Blindversuch

Gleichzeitig mit der Bestimmung wird unter Anwendung der gleichen Verfahrensweise und Verwendung der gleichen Reagenzien, jedoch ohne Einwaage, ein Blindversuch durchgeführt.

Wenn eine Reihe von Untersuchungsproben analysiert wird, unterscheidet sich möglicherweise die Anzahl der Trocknungszyklen zwischen verschiedenen Proben. Wenn eine Blindprobe für die gesamte Reihe verwendet wird, ist sicherzustellen, dass der Blindwert, der bei der Berechnung des Fettgehalts jeder einzelnen Probe verwendet wird, unter den gleichen Bedingungen wie bei der jeweilige Untersuchungsprobe erhalten wurde.

Falls der im Blindversuch erhaltene Wert regelmäßig 1,0 mg überschreitet, sind die Reagenzien zu überprüfen, wenn dies nicht erst kürzlich erfolgt ist (siehe A.1). Korrekturen für Werte von mehr als 2,5 mg im Blindversuch müssen im Untersuchungsbericht angegeben werden (siehe A.2).

9.3 Vorbereitung eines Fettsammelgefäßes

Ein Fettsammelgefäß (6.9) wird mit einer geringen Menge Siedehilfsmittel (6.10) 1 h im Trockenschrank (6.4) getrocknet.

ANMERKUNG Siedehilfsmittel sind wünschenswert, um ein gelindes Sieden während des folgenden Abdestillierens des Lösemittels zu fördern, besonders bei der Verwendung von Glasgefäßen; ihre Verwendung bei Metallschalen ist freigestellt.

Das Fettsammelgefäß wird (staubgeschützt) auf die Temperatur des Wägers abkühlen gelassen (Glasgefäße mindestens 1 h, Metallschalen mindestens 30 min).

Das Fettsammelgefäß sollte nicht in einen Exsikkator gestellt werden, um unzureichendes Abkühlen oder übermäßig lange Abkühlzeiten zu vermeiden.

Zum Aufsetzen des Fettsammelgefäßes auf die Waage wird eine Zange verwendet, besonders um Temperaturschwankungen zu vermeiden. Die Schale wird auf 1 mg gewogen.

9.4 Bestimmung

9.4.1 Abhängig von der Form des Extraktionsgeräts und dem Umfang der Einwaage werden bei Käse 8 ml bis 10 ml und bei Caseinen und Caseinaten 7,5 ml bis 10 ml verdünnte Salzsäure (5.2) zugegeben. Die Salzsäure wird so zugegeben, dass die Einwaage bei Kolben nach Mojonnier in die kleine Kugel des Fettextraktionskolbens (6.6) oder auf den Boden des Becherglases oder Kolbens (6.18) gespült wird, anschließend wird durchmischt.

9.4.2 Unter vorsichtigem Schütteln (zur Vermeidung von Verkohlungen) wird der Fettextraktionskolben oder das Gefäß im siedenden Wasserbad oder auf der Heizplatte (6.5) erwärmt, bis alle Teilchen vollständig gelöst sind.

9.4.3 Der Fettextraktionskolben oder das Gefäß bleibt dann 20 min bis 30 min im siedenden Wasserbad (6.5) stehen oder er/es wird auf der Heizplatte (6.5) 10 min bei leichtem Sieden gehalten. Das Abkühlen erfolgt unter fließendem Wasser.

9.4.4 Wenn der Aufschluss im Fettextraktionskolben erfolgt ist, werden 10 ml Ethanol (5.4) zugegeben. Es wird vorsichtig, aber gründlich durchmischt, indem der Inhalt des Kolbens rückwärts und vorwärts und bei Kolben nach Mojonnier zwischen den beiden Kugeln hin und her fließen gelassen wird, wobei zu vermeiden ist, dass die Flüssigkeit zu nahe an den Hals gelangt.

Anderenfalls, wenn der Aufschluss in einem anderen Gefäß als einem Fettextraktionskolben (6.6) erfolgt ist, wird der Inhalt des Gefäßes in einen Fettextraktionskolben (6.6) gegossen. Nach und nach wird das Gefäß mit 10 ml Ethanol (5.3) gespült. Es wird vorsichtig gemischt, wie vorstehend beschrieben. Dann wird das Gefäß mit 25 ml Diethylether (5.4) gespült und der Inhalt des Gefäßes in den Fettextraktionskolben gegossen, wobei die Spitze oder der Rand des Gefäßes mit etwas zusätzlichem Diethylether oder Lösemittelgemisch (5.6) abgespült wird. Der Fettextraktionskolben wird mit einem Stopfen (6.6.3) verschlossen und der Inhalt wie in 9.4.5 beschrieben geschüttelt. Zum Schluss wird das Gefäß mit 25 ml Petroleumbenzin (5.5) oder Lösemittelgemisch (5.6) erneut gespült und das Lösemittel in den Fettextraktionskolben gegossen, wobei wiederum die Spitze oder der Rand des Gefäßes mit etwas zusätzlichem Petroleumbenzin abgespült wird. Der Fettextraktionskolben wird abermals verschlossen und der Inhalt geschüttelt, wie in 9.4.6 beschrieben. Dann wird mit dem Zentrifugieren nach 9.4.7 fortgefahren.

9.4.5 25 ml Diethylether (5.4) werden zugegeben. Der Fettextraktionskolben wird mit einem Stopfen (6.6.3) verschlossen.

Der Kolben wird 1 min kräftig geschüttelt, aber nicht so kräftig, dass eine beständige Emulsion gebildet wird. Nur bei Kolben nach Mojonier wird der Kolben während des Schüttelns horizontal, mit der kleinen Kugel nach oben zeigend, gehalten, so dass die Flüssigkeit abwechselnd aus der großen Kugel in die kleine Kugel und zurückfließen kann.

Falls erforderlich, wird der Kolben unter fließendem Wasser gekühlt.

Dann wird der Stopfen vorsichtig entfernt und dieser und der Hals des Kolbens werden mit etwas Lösemittelgemisch (5.6) gespült. Dazu wird die Waschflasche (6.8) so verwendet, dass die Spülflüssigkeit in den Fettextraktionskolben fließt.

9.4.6 25 ml Petroleumbenzin (5.5) werden zugegeben. Der Fettextraktionskolben wird mit dem Stopfen verschlossen.

Der Kolben wird wie in 9.4.5 beschrieben vorsichtig geschüttelt, aber nur 30 s.

9.4.7 Der verschlossene Fettextraktionskolben wird 1 min bis 5 min bei der Drehzahl von 500 min^{-1} bis 600 min^{-1} zentrifugiert. Wenn keine Zentrifuge zur Verfügung steht, wird der verschlossene Kolben mindestens 30 min im Ständer (6.7) stehen gelassen, bis die überstehende Phase klar geworden ist und sich deutlich von der wässrigen Phase getrennt hat. Falls erforderlich, wird der Fettextraktionskolben unter fließendem Wasser gekühlt.

9.4.8 Der Stopfen wird vorsichtig entfernt und dieser und die Innenseite des Halses des Fettextraktionskolbens werden mit etwas Lösemittelgemisch (5.6) gespült. Dazu wird die Waschflasche (6.8) so verwendet, dass die Spülflüssigkeit in den Kolben fließt.

Falls sich die Phasengrenzschicht unterhalb des unteren Endes des Kolbenschaftes befindet, wird sie durch vorsichtiges Zugießen von Wasser, das an der Kolbenwand herunterläuft, geringfügig über dieses Niveau gehoben (siehe Bild 1), um das Dekantieren des Lösemittels zu erleichtern.

9.4.9 Verfahrensweise mit Fettextraktionskolben

9.4.9.1 Fettextraktionskolben nach Mojonier

Der Fettextraktionskolben wird an der kleinen Kugel gehalten und es wird vorsichtig so viel wie möglich von der überstehenden Phase in das vorbereitete Fettsammelgefäß (siehe 9.3) dekantiert, das etwas Siedehilfsmittel (6.10) enthält (bei Metallschalen sind Siedehilfsmittel freigestellt). Ein Dekantieren der wässrigen Phase ist zu vermeiden (siehe Bild 2).

ANMERKUNG In Bild 1 und Bild 2 wurde einer der drei in ISO 3889 beschriebenen Typen von Fettextraktionskolben (6.6.1) gewählt, das bedeutet aber nicht, dass diesem der Vorzug gegenüber den anderen Typen gegeben wird.