

Tento výukový materiál je autorským dílem, které je chráněno autorským právem VŠCHT Praha.

Některé části přednášky vycházejí z autorských děl třetích osob, která VŠCHT Praha užívá pro účely výuky svých studentů na základě zákonné licence.

Obsah této přednášky je určen výlučně pro výuku studentů VŠCHT Praha.

Obsah přednášky nesmí být rozmnožován, zaznamenáván, napodobován, publikován ani jinak rozšiřován bez písemného souhlasu majitele autorských práv.

Autorské právo neporušuje ten student VŠCHT Praha, který výlučně pro svou osobní potřebu zhotoví záznam či napodobeninu díla nebo užije dílo jiným způsobem, který dle zákona autorské právo neporušuje.

© VŠCHT Praha 2020



ANALÝZA MLÉKA A MLÉČNÝCH VÝROBKŮ

Obsah kapitoly:

- tržní druhy - rozdíly, různé výrobky
- ukazatele kvality a nezávadnosti
- chemické složení
- analýza mléka
- analýza mléčných výrobků



Tržní a další druhy – Vyhláška č. 397/2016 Sb., o požadavcích na mléko a mléčné výrobky, mražené krémy a jedlé tuky a oleje (*eagri.cz*)

-ruší: č. 77/2003 Sb.; č. 124/2004 Sb.; č. 370/2008 Sb.; č. 336/2013 Sb.

Složení mléka podle živočišného druhu (%)

<u>Druh mléka</u>	<u>Voda</u>	<u>Bílkoviny</u>	<u>Tuk</u>	<u>Laktóza</u>	<u>Popel</u>
Kravské	87,4	3,3	3,9	4,6	0,72
Lidské	86,5	2,0	4,1	7,2	0,21
Kozí	86,9	3,3	4,5	4,6	0,79
Kobylí	89,8	2,0	1,5	6,1	0,41
Tulení	34,0	12,0	54,0	neobsahuje	0,53

Typické charakteristiky (kravské): hustota = 1,028 - 1,032 g.cm⁻³
bod tuhnutí = -0,54 až -0,57 °C
pH = 6,50 - 6,70



Složení mléka - jednotlivé složky I

Bílkoviny:

- 1) micelární (75-85 %) = kasein asociovaný s vápníkem, fosfátem a citrátem
- otevřená různá struktura
(precipitace při pH 4,6)
- 2) syrovátkové (15-22 %) - různé globulární molekuly
(rozpuštěné při pH 4,6)
- 3) proteosová a peptonová frakce (2-4 %)

Nebílkovinné dusíkaté látky:

- Např.: volné AMK, močová k., kreatin, nukleotidy, orotová k., amoniak ...
- močovina (0,015 - 0,030 %, tj. rozpětí mezi běžným a pastevním chovem)



Složení mléka - jednotlivé složky II

Lipidy:

Lipidická složka	Obsah (%)
Triacylglyceroly	98-99
Diacylglyceroly	0,2-0,5
Monoacylglyceroly	0,02
Vosky	stopy
Volné mastné kyseliny	stopy
Fosfolipidy:	0,2-1,0
Lecitiny	35-40
Kefaliny	29-38
Sfingomyeliny	19-24
Steroly:	0,25-0,40
Cholesterol	0,2-0,4
Lanosterol	stopy
7-dehydrocholesterol	stopy
Vitamín A	7-8,5 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
Karotenoidy	8-10 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
Vitamín E	2-50 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
Vitamín D	0,01 $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$
Vitamín K	stopy



Složení mléka - jednotlivé složky III

Sacharidy:

- 1) laktóza (mléčný cukr) - disacharid
(glukóza, galaktóza)
- 2) hexózy - glukóza, galaktóza
- 3) aminocukry - lakto-N-tetróza apod.



Složení mléka - jednotlivé složky IV

Minerální látky (celkové = popel):

Minerální látky (1 litr mléka)	6,0 - 8,0 g
Vápník	1,20 - 1,40 g
Hořčík	0,10 - 0,13 g
Sodík	0,50 g
Draslík	1,45 - 1,50 g
Fosfáty (jako PO_4^{3-})	2,10 g
Chloridy	1,00 g
Sírany	0,10 g
Bikarbonáty	0,20 g
Citráty (jako citrónová k.)	2,00 g
Laktáty	0,20 g

Zinek	1,0 - 6,0 mg
Křemík	0,87 - 2,27 mg
Hliník	50 - 1000 μg
Bór	100 - 400 μg
Železo	300 μg
Bróm	180 - 250 μg
Jód	10 - 80 μg
Měď	15 - 170 μg
Molybden	20 - 150 μg
Mangan	12 - 25 μg
Kobalt	0,2 - 1,4 μg

Ukazatele kvality a nezávadnosti

Kvalita - technologické parametry:

čerstvost, zpracování, balení

- očekávané/odpovídající složení:

makrosložky, výživové faktory

Nezávadnost - mikrobiologická, chemická:

omezení MO, aditivní látky, kontaminanty,
mechanická čistota



Přehled výrobků

**A) různě upravené mléko - čerstvé homogenizované
odstředěné
zahuštěné
sušené**

**B) běžné mléčné výrobky - smetana (zakysaná)
máslo
jogurt
tvaroh
sýry**



Složení (průměrné) vybraných mléčných výrobků (%)

<i>Výrobek</i>	<i>Voda</i>	<i>Tuk</i>	<i>Bílkoviny</i>	<i>Laktóza</i>	<i>Popel</i>	<i>Mléčná k.</i>
Smetana	73,7	19,1	2,6	3,9	0,59	-
Šlehačka	55,4	39,3	2,0	3,0	0,43	-
Máslo	16	80-84	-	-	-	-
Jogurt	86	1-10	5,0	4,6	-	-
Sýry	30-50	20-60	10-25	-	1-4	0,2-1,5
Cottage	79,1	3,9	13,8	-	1,3	0,23

Vliv zpracování na analýzu

Obtížná definice vzorku - vyplývá ze složení mléka

VZOREK: celé mléko X vodný podíl X tuk

Čerstvé (syrové mléko) - rychle se odděluje tuk
(usazuje se na povrchu)
→ pečlivá homogenizace

Odstředěné nebo homogenizované mléko
- problémy může způsobit zbytkový tuk



Prováděné analýzy

Měření hustoty

Obsah tuku

Celková sušina a netuková sušina

Bod tuhnutí

Kyselost

Obsah a složení bílkovin

Obsah laktózy, popela, chloridů, mědi, citronové kyseliny

Obsah mechanických nečistot

Obsah přidaných barviv a konzervovadel

Stupeň kontaminace detergenty, antibiotiky

Stupeň pasterace (fosfatázová aktivita)



Analytické metody používané pro mléko I

**Hustota - laktometr: kalibrace v rozsahu 1,025 - 1,035
25,0 - 35,0 [laktometrické stupně]**

**Bod tuhnutí (zmrznutí): - 0,535 °C (535 m°C) - bez přídavku vody
* *kryoskopicky* = 534 - 530 m°C - možná zředěné vodou
< 529 m°C zředěné vodou**

Stanovení sušiny - sušení do rozdílu do 1 mg

**Stanovení tuku - Gerberova m., McDonald m., apod.
Rose-Gottliebova gr. m., Werner-Schmid gr.m.**

Stanovení titrační kyselosti

**Stanovení bílkovin - Kjeldahlova makrometoda (k.f. 6,38)
- formolová titrace**



Analytické metody používané pro mléko II

Stanovení kaseinového dusíku (ve sraženém kaseinu
Kjeldahlovou m.)

Analýza nečistot: a) odstředění po 72h stání: limit > 30 $\mu\text{l/ml}$
b) filtrace (200 ml) - fotogr. srovnání na
speciálním filtr. papíře (stand. odstín bílé):
limit > 3 mg/ml:

Stanovení popela (525 ± 25 °C)

Stanovení laktózy - Lanova a Eynonova m. (titr. cukerným r.),
polarimetricky, GLC, HPLC

X

Rychlé automatické IČ stanovení tuku, bílkovin, laktózy a celkové
sušiny (Milcoscan ap.)



Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - A

ČSNENISO	707	570003	1.11.2009	Mléko a mléčné výrobky - Návod pro odběr vzorků.
----------	-----	--------	-----------	-----------------------------------------------------

Souhrn podmínek v tabulce (výběr příkladů)

<i>Materiál</i>	<i>Teplota (°C)</i>	<i>Množství</i>	<i>Konzervace</i>
Mléko	0 - 4	100 ml / g	ano
Steril. mléko, UHT - balené	do 30	100 ml / g	ne
Polotuhé a tuhé ml. výr.	0 - 4	100 g	ne
Čerstvé sýry	0 - 8	100 g	ne
Tavené sýry	do 30	100 g	ne

Typy vzorkovačů a postupy vzorkování: nerezové apod., vykrajovače sýrů apod.

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - B

ČSNENISO	14675	570004	1.7.2003	Mléko a mléčné výrobky - Směrnice pro standardizovaný popis imunozkoušek s kompetitivními enzymy - Stanovení obsahu aflatoxinů M1.
ČSNEN	14131	570072	1.2.2004	Potraviny - Stanovení folátů mikrobiologickou zkouškou.
ČSNISO	14637	570102 Změna Z1	1.2.2006 1.3.2007	Mléko - Stanovení obsahu močoviny - Enzymatická metoda s použitím změny v pH (Referenční metoda).

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Ca

ČSN	570105-2	570105	1.1.2003	Metody zkoušení mléčných výrobků sušených a zahuštěných - Část 2: Odběr vzorků
ČSN	570105-3	570105	1.1.2003	Metody zkoušení mléčných výrobků sušených a zahuštěných - Část 3: Stanovení obsahu sušiny v zahuštěném slazeném a neslazeném mléce.
ČSN	570105-4 Změna 1 Změna 2 Změna 3	570105	31.8.1978 1.10.1996 1.6.1999 1.10.2000	Metody zkoušení mléčných výrobků sušených a zahuštěných. Stanovení obsahu tuku.
ČSN	570105-11	570105	1.1.2003	Metody zkoušení mléčných výrobků sušených a zahuštěných - Část 11: Stanovení fosfatázové aktivity v sušeném mléce.
ČSN	570105-13	570105	1.1.2003	Metody zkoušení mléčných výrobků sušených a zahuštěných - Část 13: Stanovení obsahu vody v sušeném mléce.

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Cb

570105 - série norem pro sušené a zahuštěné výrobky

Příklady

570105-3: Vážkové stanovení sušiny - vzorek + voda + písek → 99 ± 1 °C

570105-4: Stanovení obsahu tuku podle -

a) Röse-Gottlieba: NH_3 (rozp.bílk.) → extr.EtOH, DEE, PE → odpaření, vážení

b) Weibula - s HCl hydrolyzou

c) acidobutyrometricky (podle Gerbera): uvolnění pomocí H_2SO_4 → odstředění → + amyalkohol + odečtení % na stupnici butyrometru

570105-13: Stanovení vody - 102 ± 1 °C



Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - D

ČSN	570106	570106	9.10.1963	Metody zkoušení mražených mléčných výrobků.
*ČSNENISO	7328	570106	1.3.2009	Mléčné mražené krémy, zmrzliny a směsi pro jejich výrobu - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSN	570107	570107	3.11.1965	Metody zkoušení sýrů, tvarohů, krémů a pomazánek.
ČSN	570108-12	570108	27.10.1980	Metody zkoušení másla.

* Extrakce amoniakálního ethalonického roztoku vzorku pomocí DEE a PE → odstranění rozpouštědel (ze spojených frakcí opakované extrakce) → vážení

Postup: vzorek se po navážení spláchne ze stěn vodou 65 ± 2 °C → + 2ml roztoku NH_3 → 15-20 min při 65 °C → ochlazení + 10 ml ethanolu → třepání s 25 ml DEE (příp. emulze) → + 25 ml PE → odstředění (postup se opakuje - spojují se frakce tuku - horní vrstva)

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Ea

ČSN	570111-1	570111	1.9.2002	Metody zkoušení kaseinu a kaseinátů - Část 1: Všeobecná ustanovení.
ČSN	570111-2	570111	1.9.2002	Metody zkoušení kaseinu a kaseinátů - Část 2: Odběr vzorků k chemickým analýzám.
ČSN	570111-3	570111	1.9.2002	Metody zkoušení kaseinu a kaseinátů - Část 3: Stanovení vlhkosti.
ČSN	570111-5	570111	1.9.2002	Metody zkoušení kaseinu a kaseinátů - Část 5: Stanovení obsahu bílkovin.
ČSN	570111-7	570111	1.9.2002	Metody zkoušení kaseinu a kaseinátů - Část 7: Stanovení obsahu popela.
ČSN	570111-8	570111	1.9.2002	Metody zkoušení kaseinu a kaseinátů - Část 8: Stanovení titrační kyselosti.

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - Eb

ČSN	570111-12	570111	1.9.2002	Metody zkoušení kaseinu a kaseinátů - Část 12: Stanovení pH.
ČSNISO	5543	570112	1.12.2006	Kaseiny a kaseináty - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSNISO	17997-1	570526	1.9.2006	Mléko - Stanovení obsahu kaseinového dusíku - Část 1: Nepřímá metoda (Referenční metoda).
ČSNISO	17997-2	570526	1.9.2006	Mléko - Stanovení obsahu kaseinového dusíku - Část 2: Přímá metoda.

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - F

ČSNENISO	14891	570527	1.11.2002	Mléko a mléčné výrobky - Stanovení obsahu dusíku - Rutinní metoda s užitím spalování dle Dumase.
ČSNENISO	8968-1	570528	1.8.2014	Mléko - Stanovení obsahu dusíku - Část 1: Metoda podle Kjeldahla a výpočet hrubého proteinu.
ČSNISO	8968-3 Změna Z1	570528	1.2.2006 1.9.2007	Mléko - Stanovení obsahu dusíku - Část 3: Metoda s blokovou mineralizací (Semi-mikro rychlá rutinní metoda).
ČSNENISO	8968-4	570528	1.10.2002	Mléko - Stanovení obsahu dusíku - Část 4: Stanovení obsahu nebílkovinného dusíku.
ČSNENISO	8968-5	570528	1.10.2002	Mléko - Stanovení obsahu dusíku - Část 5: Stanovení obsahu bílkovinného dusíku.

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - G

ČSNENISO	11816-1	570532	1.12.2006	Mléko a mléčné výrobky - Stanovení aktivity alkalické fosfatázy - Část 1: Fluorimetrická metoda pro mléko a mléčné nápoje na bázi mléka.
ČSNENISO	11816-2	570532	1.9.2003	Mléko a mléčné výrobky - Stanovení aktivity alkalické fosfatázy - Část 2: Fluorometrická metoda pro sýry.
ČSN	570533	570533	1.5.1997	Mléko - Stanovení látkového obsahu volných mastných kyselin.
ČSNENISO	1211	570534	1.11.2011	Mléko - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSNISO	6731	570535	1.12.2011	Mléko, smetana a zahuštěné neslazené mléko - Stanovení obsahu celkové sušiny (Referenční metoda).

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - H

ČSNISO	8196-1	570536	1.1.2016	Mléko - Definice a vyhodnocení celkové přesnosti alternativních metod pro analýzu mléka - Část 1: Analytické atributy alternativních metod.
ČSNISO	8196-2	570536	1.1.2016	Mléko - Definice a vyhodnocení celkové přesnosti alternativních metod pro analýzu mléka - Část 2: Kalibrace a řízení kvality v laboratoři při analýzách mléka alternativními metodami.
ČSNISO	8196-3	570536	1.1.2016	Mléko - Definice a vyhodnocení celkové přesnosti alternativních metod pro analýzu mléka - Část 3: Protokol pro hodnocení a validaci alternativních metod pro analýzu mléka.

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - I

ČSNENISO	14501	570540	1.4.2008	Mléko a sušené mléko - Stanovení obsahu aflatoxinu M1 - Čištění imunoafinitní chromatografií a stanovení pomocí HPLC.
ČSNENISO	1737	570541	1.12.2009	Neslazené zahuštěné mléko a slazené zahuštěné mléko - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSNISO	11870	570542	1.10.2010	Mléko a mléčné výrobky - Stanovení obsahu tuku - Obecné směrnice pro použití butyrometrických metod.
ČSNISO	2446	570543	1.8.2010	Mléko - Stanovení obsahu tuku.
ČSNENISO	14673-1	570544	1.12.2004	Mléko a mléčné výrobky - Stanovení obsahu dusičnanů a dusitanů - Část 1: Metoda s užitím redukce kadmíem a spektrometrie.
ČSNENISO	14673-2	570544	1.1.2005	Mléko a mléčné výrobky - Stanovení obsahu dusičnanů a dusitanů - Část 2: Metoda s užitím segmentové průtokové analýzy (Rutinní metoda).
ČSNENISO	14673-3	570544	1.1.2005	Mléko a mléčné výrobky - Stanovení obsahu dusičnanů a dusitanů - Část 3: Metoda s užitím redukce kadmíem a průtokové injekční analýzy s in-line dialýzou (Rutinní metoda).

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - J

ČSNENISO	8381	570545	1.3.2009	Kojenecká výživa na bázi mléka - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSNISO	3356	570551	1.5.2011	Mléko - Stanovení alkalické fosfatasy.
ČSNENISO	5764	570552	1.12.2009	Mléko - Stanovení bodu mrznutí - Termistorová kryoskopická metoda (Referenční metoda).
ČSNENISO	7208	570555	1.3.2009	Odstředěné mléko, syrovátka a podmáslí - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSNISO	3728	570561	1.12.2006	Mražené krémy a mléčné zmrzliny - Stanovení obsahu celkové sušiny (Referenční metoda).
ČSNENISO	5536	570581	1.11.2013	Mléčné výrobky s obsahem tuku - Stanovení obsahu vody - Karl Fischerova metoda.
ČSN	570645	570645	1.2.2000	Kysané mléčné výrobky - Společná ustanovení.
ČSN	570660	570660	1.2.2000	Smetana (tekutá) - Společná ustanovení.
ČSNENISO	2450	570661	1.2.2010	Smetana - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).

Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - K

ČSN	570701	570701	1.2.2000	Zahuštěné mléčné výrobky - Společná ustanovení.
ČSNISO	2911	570730	1.5.2011	Slazené zahuštěné mléko - Stanovení obsahu sacharózy - Polarimetrická metoda.
ČSNISO	6734	570731	1.12.2011	Zahuštěné slazené mléko - Stanovení obsahu celkové sušiny (Referenční metoda).
ČSN	570801	570801	1.3.2000	Sušené mléko a sušená smetana - Společná ustanovení.
ČSNISO	15322	570829	1.10.2006	Sušené mléko a sušené mléčné výrobky - Stanovení jejich chování v horké kávě (Kávový test).
ČSNENISO	1736	570830	1.11.2010	Sušené mléko a sušené mléčné výrobky - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSNISO	5765-1	570831	1.1.2004	Sušené mléko, sušené zmrzlinové směsi a tavené sýry - Stanovení obsahu laktózy - Část 1: Enzymatická metoda s využitím glukózové poloviny laktózy.
ČSNISO	5765-2	570831	1.1.2004	Sušené mléko, sušené zmrzlinové směsi a tavené sýry - Stanovení obsahu laktózy - Část 2: Enzymatická metoda s využitím galaktózové poloviny laktózy.



Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - L

*ČSNENISO	5537	570832	1.1.2005	Sušené mléko - Stanovení obsahu vlhkosti (Referenční metoda).
ČSNENISO	5534	571003	1.1.2005	Sýry a tavené sýry - Stanovení obsahu celkové sušiny (Referenční metoda).
ČSNENISO	5943	571006	1.6.2007	Sýry a tavené sýrové výrobky - Stanovení obsahu chloridů - Potenciometrická titrační metoda.
ČSNENISO	1735	571007	1.2.2005	Sýry a tavené sýrové výrobky - Stanovení obsahu tuku - Gravimetrická metoda (Referenční metoda).

* Sušení v sušárně suchým vzduchem, který prochází sušeným vzorkem
- 5h při 87 ± 1 °C



Přehled vybraných platných norem ČSN[EN][ISO] - M

ČSN	571121	571121	1.3.2000	Tvaroh - Společná ustanovení.
ČSNENISO	1854	571176	1.3.2009	Syrovátkový sýr - Stanovení obsahu tuku - Vážková metoda (Referenční metoda).
ČSN	571300	571300	1.3.2000	Tavené sýry a tavené sýrové výrobky - Společná ustanovení.
ČSN	580310	580310	1.3.2000	Mlékárenské máslo - Společná ustanovení.
ČSNENISO	3727-1	571603	1.9.2003	Máslo - Stanovení obsahu vody, tukuprosté sušiny a tuku - Část 1: Stanovení obsahu vody (Referenční metoda).
ČSNENISO	3727-2	571603	1.9.2003	Máslo - Stanovení obsahu vody, tukuprosté sušiny a tuku - Část 2: Stanovení obsahu tukuprosté sušiny (Referenční metoda).
ČSNENISO	3727-3	571603	1.9.2003	Máslo - Stanovení obsahu vody, tukuprosté sušiny a tuku - Část 3: Výpočet obsahu tuku.
ČSNENISO	17189	571604	1.4.2005	Máslo, emulze jedlých olejů a roztíratelné tuky - Stanovení obsahu tuku (Referenční metoda).