

# Objektív és műszeres vizsgálaton alapuló új nyerstejminősítő rendszer

*Horváth Zoltán és Molnárné Dobai Ildikó*

Tejellenőrzési Felügyelet, Budapest

Érkezett: 1994. április 20.

A 16/1992 (V.26.) FM-NM együttes rendelet előírja, hogy a feldolgozásra szánt üzemi elegytejet havonta legalább három alkalommal, a vonatkozó MSZ 3698 Termelői Nyerstej Szabvány követelményei szerint minősíteni kell a kijelölt Nyerstej Minősítő Laboratóriumban. Ha a fogyaszthatóság szempontjai úgy kívánják, az elbírálás érdekében a Tejellenőrzési Felügyelet, amit a hivatkozott rendelettel hoztak létre, kezdeményezheti a gyakoribb minősítést is.

Az árkonzekvens minőségi osztályba sorolás kizárólag a Tejellenőrzési Felügyelet által kijelölt laboratóriumban, az általa hitelesített laboratórium vizsgálati bizonyítványa alapján végezhető el. A hitelesítésre azért van szükség, mert a laboratóriumi vizsgálati eredmények egyben a hatósági eljárást megalapozó tanúsítványok is. A vizsgálatot végző laboratóriumok nincsenek hatósági jogkörrel felruházva. Emiatt rendkívül fontosak a Nyerstej Minősítő Laboratóriumok kijelölésénél azok a szempontok, melyek garantálják a megbízható vizsgálati eredményeket. Ezek a következők:

1. A vizsgálatnál a nyugat-európai vizsgálati módszerek kerüljenek alkalmazásba.
2. A vizsgálat objektív, műszeres eljárással történjen.
3. A vizsgálatok gyorsan elvégezhetőek legyenek.
4. A vizsgálati eredmények nyilvántartása és rögzítése egyszerű és megbízható legyen.
5. A személyzet felkészültsége, gyakorlottsága és felelőssége megfelelő legyen.

Mindezek biztosításának céljából a tárgyi és személyi feltételek, a vizsgálati módszerek, vizsgálatok, belső ellenőrzés rendjének részletezése a laboratóriumi kézikönyvben került rögzítésre.

Jelenleg Magyarországon a fentieknek a Magyar Tejgazdasági Kísérleti Intézet (MTKI) által üzemeltetett Nyerstej Minősítő Laboratóriumok felelnek meg. A laboratóriumokat 1980-ban kezdték telepíteni, Veszprém - Debrecen - Szekszárd és Budapest városokban. A laboratórium elhelyezésének az volt a célja, hogy minél rövidebb idő alatt az elegytejminta feldolgozásra kerüljön és az országos elhelyezkedésük jó megközelítést tegyen lehetővé. 1992 évtől a Tejellenőrzési Felügyelet hatáskörébe tartozik a laboratóriumok rendszeres

felügyeleti ellenőrzése és a vizsgálati bizonylatok hitelesítése. Hatáskörébe tartozik továbbá a laboratóriumok és az állomások közötti információáramlás irányítása, és a nem megfelelő minőségű elegyitejéknél a kezdeményezni azoknak a termelőknek és forgalmazóknak a figyelmeztetését, felfüggesztését az Állategészségügyi és Élelmiszer Ellenőrző Állomásokon keresztül, ahol a vizsgálatok alapján erre szükség van.

Rendkívül lényeges a rendszer működése szempontjából a megfelelő mintavétel!

Az üzemi elegyitejet a kiképzett mintavevők, a termelők jelenlétében veszik. A mintavétel időpontja titkos, illetve a feldolgozókkal kötött termelési szerződésben rögzítik, a mintavétel idejét (nem a napot, hanem az időszakot pl. 16-20-a között) azaz azt az időpontot amikor az üzemi elegyitejet elszállítják és az elszállításra kész elegyitejből mintát vesznek. Erre azért van szükség, hogy a termelő vagy megbízottja a mintavételnél jelen lehessen. Itt kell megemlítenünk a konzerválással kapcsolatos véleményünket. Ismeretes, hogy a 4-5 °C-ra lehűtött tej 4 - 8 órán belül megkezdett laboratóriumi vizsgálata konzerválószer nélkül is korrekt eredményt ad. Magyarországon kettős biztosítás van, egyrészt a minta hűtve szállítása 8 °C alatt történik, másrészt konzerválószer alkalmazunk. Erre a célra korábban a mikrobiológiai vizsgálatra vett mintánál bórsavas konzerválószer alkalmaztak. A mintavételi helyek növekedésével, illetve az egytartályos mintavételezéssel a bórsavas konzerválószer helyett egy új konzerválószer alkalmazására került sor. Erre azért volt szükség, mert a bórsavas konzerválószer 20 °C-on jól rögzíti az összcsíraszámot és a sejtszámot, de zavarja a zsír- és fehérjetartalom infravörös abszorpciós elven történő meghatározását. Ezért egy olyan konzerválószer bevezetése vált szükségessé, amely a nyerstej minősítésben alkalmazott vizsgálati módszerek egyikének hibáját sem növeli, és így a komplex minősítés egy mintából is elvégezhető. Erre alkalmas Ropp H. és Münch S. DMZ 39 1984-ben megjelent módszerleírása, illetve ennek módosított változata, amit az MTKI munkatársai dolgoztak ki 1991 évben.

Röviden a komponensek hatásmechanizmusáról, illetve a korrigált komponensek alkalmazásának a jelentőségéről.

A Nátriumazid ( $\text{NaN}_3$ ) 20 mg / 100 cm<sup>3</sup> tej koncentráció felett baktericid, alatta bakteriosztatikus. A citokrom rendszert blokkolja és így elsősorban az aerob Gram negatív csirák élettevékenységét, szaporodását gátolja. A Bronopol (2-bromo-2-nitro-1,3-propándiol) a sejtlégzésben és energiacserében szerepet játszó dehidrogenázok aktivitását gátló anyag, amely 3 mg / 100 cm<sup>3</sup> koncentráció felett baktericid, alatta bakteriosztatikus. A Furacin (5-nitró-2-furaldehid-szemikarbazon) is a dehidrogénező enzimrendszerek működését gátolja és a staphilococcusokkal és enterococcusokkal szemben különösen hatásos, míg 0,07 mg / 100 cm<sup>3</sup> tejkoncentrációban bakteriosztatikus hatású.

A Rapp és Münch által leirt összetételben az egyes komponensek koncentrációja a tejben a következő volt:

Nátriumazid	12,0 mg/100 cm <sup>3</sup>
Bronopol	0,7 mg/100 cm <sup>3</sup>
Furacin	0,07 mg/100 cm <sup>3</sup>

A tejben alkalmazott konzerválószer-komponensek koncentrációjánál a Rapp és München nyomán leirt összetételt vették figyelembe. Az alkalmazott Nátriumazid-Bronopol-Furacin konzerválószer kiválóan alkalmas az összes csiraszám, sejtszám és beltartalom rögzítésére, de az általuk javasolt koncentrációnál a gátlóanyag és a fagyáspont csak feltételesen vizsgálható. A konzerválószer esetenként gátlást okozott a fagyáspontot pedig 0,005 °C-al csökkentette. További kísérletek váltak szükségessé részben a még jobb koncentráció beállítása és a tejekben 8-10 °C tárolási hőmérséklet mellett legalább 30 óráig bakteriosztatikus hatás elérése érdekében, ami alkalmas a tej csiraszámának, valamint avval párhuzamosan a sejtszám és a beltartalom rögzítésére. A gátlóanyag-vizsgálat a teszt-baktériumok szaporodását, savtermelését nem befolyásolja, nem gátolja. A tejjel izotóniás, a fagyáspontot nem változtatja meg.

A vizsgálati eredmények szerint módosított Nátriumazid-Bronopol-Furacin összetételű konzerválószer 0,9 cm<sup>3</sup> konzerválószer / 100 cm<sup>3</sup> tej arányban 8 - 10 °C tárolási hőmérsékleten 32 óráig garantálja a tej eredeti jellemzőinek megőrzését. A további kísérletek 0,9 cm<sup>3</sup> / 110 cm<sup>3</sup> és a 0,9 cm<sup>3</sup>/90 cm<sup>3</sup> konzerválószer - tejarányokkal elvégzett kísérletek azt bizonyították, hogy ezek a koncentráció-különbségek a konzerválás határfokát nem befolyásolják. A 32 óráig tárolt minták ilyen arányok mellett is megőrizték eredeti állapotukat, a 48 órás tárolás után viszont néhány jellemzőnél eltérést állapítottak meg (MTKI 1991. márc.). Összegezve a módosított Nátriumazid-Bronopol-Furacin összetételű konzerválószer 0,9 cm<sup>3</sup> / 100 cm<sup>3</sup> tej arányban  $\pm 10\%$  tej mennyiség eltéréssel) maximum  $8 \pm 1$  °C hőmérsékleten, 32 óráig alkalmas a tej minősítése kapcsán számításba jövő jellemzők, (összcsiraszám, szomatikus sejtszám, gátlóanyag, fagyáspont, zsírtartalom, fehérjetartalom) megőrzésére, stabilizálására.

Az elegytej mintavételét az MSZ ISO 707 "Tej és termékek mintavételi módszerei" című szabvány előírása alapján végezzük, melynek részletezésétől ezen a helyen eltekintünk. A minták kódszámokkal vannak ellátva, amit előzetesen a Nyerstej Minősítő Laboratóriumok a termelő és a mintavevők rendelkezésére bocsátanak, és amelyek alapján kerül sor a minták feldolgozására is. A minták azonosítására szolgáló kódszám - vonalkódos - címkét a mintavétel befejezése után a helyszínen ragasztják fel.

A mintavételt egy 3 példányos jegyzőkönyv rögzíti, amit a termelő és a mintavevő közösen töltenek ki. A mintaszállítást is kíséri egy jegyzőkönyv, amit a gépkocsivezetők töltenek ki közösen az üzem szolgálatos művezetőjével.

A minták laboratóriumi feldolgozása előtt meg kell győződni azok azonosíthatóságáról, sértetlenségéről és az előírt mintamennyiségről. Az ellenőrzés után a mintákat laboratóriumi számmal látják el. A számítógépes vagy manuális azonosítást követően a buktatással egyenlősített, majd a felbontott 10 °C alatti hőmérsékletű mintákat az alábbi sorrendben dolgozzák fel:

- **összecsíraszám** - Petrifosszal
- **gátlóanyag** - Delvotest Multi SP-vel
- **fagyáspont** - termisztoros krioszkóppal
- **pH és savfok** - szabvány szerint
- **szomatikus sejtszám** - Fossomatic 90-nel
- **beltartalom** - Milcoscon 134 A/B- készülékekkel
- **fizikai tisztaság** - tisztasági korong szűrési módszerrel

A vizsgálatok rendje a következő: A + 10 °C alatti hőmérsékletű flakon mintából vett részt a Petrifoss 104 kaccsal kétszeri leoltással feldolgozza. Ezt követően a mintából 0,1 cm<sup>3</sup>-t kell kivenni és a Delvotest cellába adagolni. A gátlóanyag előkészítése után a még hideg tejből a krioszkóp küvettájába adagolunk 2·2 cm<sup>3</sup>-t, majd a mintákat a feldogozásig +2 és +8 °C közötti hőmérsékleten tároljuk.

1. **Petrifoss.** A Thompson kacs elven működő berendezésnél a gyártó által hitelesített kacs alkalmazható. A berendezés a lemezöntést automatikusan végzi. A kacs által kivett minta petricsészébe való bejutásánál 45 ± 2 °C-os Ringer oldatot használunk, melynek mennyisége 1-1,5 cm<sup>3</sup>. A táptalaj hőmérséklete ugyancsak 45 ± 2 °C mennyisége 10-12 cm<sup>3</sup>. A kacs és a szonda leszárítását 0,3 bar nyomású steril levegővel 2-3 mp alatt végezzük. A keverés időtartama (intenzitásától függően) 4-6 másodperc. A kacs merülési mélysége 0,5 cm - 0,6 cm legyen, a kacs merülési sebessége 2 sec lefelé, ugyanannyi felfelé. A műszer ismétlési pontosságának (precision), illetve találati (accuracy) pontosságának ellenőrzése igen fontos.

2. A **mikrobaszám meghatározása.** Ez elektronikus (video) elven alapuló telepszámlálással történik, azaz Biomatikkal (Biomatic), illetve Image Analyserrel. A telepszámláló berendezés sötét háttérű megvilágított alappal, megfelelő nagyítású nagyítólencsével, illetve digitális számlálóval van ellátva. A leszámolás előtt a műszert kalibrálni kell. A kalibrálás a Biomatik esetében az erre a célra rendszeresített teszt-lemezzel történik. Az érzékenység beállításnál a területi korrekciót figyelembe veszik. A Image Analyser kalibrálásához egy kb. 80-120 telepet tartalmazó lemezt kell

vizuálisan leszámolni és a műszer érzékenységét erre kell beállítani. A kalibrációt szükség szerint, de legalább óránként ismételni kell.

3. A mintából ezt követően a Delvotest módszerrel végezzük a **tejidegen anyag meghatározást** *Bacillus Stearothermofilus varietas callidolactis C 953*-ból. A mintából  $0,1 \text{ cm}^3$ -t kell kivenni és a Delvotest cellába adagolni. A lezárt Delvotestet - a jobb értékelhetőség érdekében - 30 percre javasolják hűtőben tárolni, majd csak ezután inkubáljuk  $64 \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ -ra. Az inkubációs idő minimum 2,5 óra. Adott esetben (pl. a kontroll még nem egyértelműen sárga) az inkubáció 3 óráig meghosszabbítható.

Az értékelést a következők szerint végezzük: A sárga szín a gátlóanyag hiányára, a sárga és lila szín közötti átmenet  $0,003 - 0,006 \text{ NE cm}^3$  penicillin valószínű jelenlétére, a lila szín a gátlóanyag határozott jelenlétére utal.

4. A tejidegen **víz tartalom meghatározása** a tej fagyáspontjának méréséből indul ki. A tej fagyáspontja egy állandó standard érték:  $0,520 \text{ }^\circ\text{C}$ , amit jelenleg elfogadnak. Ha a minta fagyáspontja ettől eltér, akkor egy egyszerű matematikai művelettel kiszámítható annak víz tartalma a műszerrel mért érték alapján. A műszeres vizsgálat a fagyáspont termisztoros kriozkópos műszerrel való meghatározását jelenti. A túlhűtött vizsgálandó tejmintában a kikristályosodást rezgéskeltéssel megindítjuk és az állandósult hőmérsékletet a termisztoros műszer kijelzőjén leolvassuk. A kriozkópos módszernél a műszer eltérése  $\pm 0,06 \text{ }^\circ\text{C}$  lehet. A műszert állandó fagyáspontú oldatokkal úgy állítjuk be, hogy a leolvasott fagyáspont-értékek a kalibráló oldat fagyáspontjával azonosak legyenek.

5. A tej titrálható **savasságát, illetve pH-ját** az MSZ 3707-81 szabvány szerint határozzák meg, amit követően a minta felmelegíthető és a további vizsgálatok elvégezhetőek.

6. A **szomatikus sejtszám műszeres meghatározása**. Ezen vizsgálatnak a tej higiéniai minősítésében, illetve ellenőrző módszerként a tőgygyulladások elleni védekezésben nagy jelentősége van. A módszer elve, hogy a tejben található szomatikus sejtek speciális fluoreszcens festékekkel szelektíven festhetők és ultraibolya fénysugárzással jellemző hullámhosszú fénykibocsátásra készíthetők. A speciális készülék a szelektíven megfestett és fluoreszkáló fényt kibocsátó sejteket automatikusan számlálja. A mintákat a vizsgálat előtt  $40 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$  hőmérsékletre melegítjük. A kijelölt megjelenő eredményeket 1000-rel szorozva megkapjuk a  $\text{cm}^3$ -enkénti szomatikus sejtszámot.

A műszer napi ellenőrzése a következőkből áll:

- a) „0”-pont ellenőrzése
- b) elektronikus ellenőrzés
- c) ismert sejtszámú minta visszamérése ( $\pm 10$  % eltérés elfogadott).

A további ellenőrző vizsgálatok az ismétlési pontosság ellenőrzésére, a sejtszám találati pontosságának ellenőrzésére, illetve a mikroszkópos módszerrel történő sejtszám meghatározására irányulnak.

Végül a beltartalom paramétereit mérik az infravörös abszorpciós elven működő műszerek, jelen esetben Milkoscan 134 A/B készülékkel. A módszer elve, hogy a tej különböző alkotórészei az infravörös fényt, illetve annak energiáját a rájuk jellemző hullámhosszon, a koncentrációval arányosan elnyelik. A mérendő komponensre jellemző ismert energiájú fénysugarat keresztül bocsátva, a fénysugár intenzitás-csökkenéséből következtethetünk a tejben levő összetevő mennyiségére.

A készüléket pl. a zsírtartalom esetén a Röse-Gottlieb eljárásra kalibrálva, az eredményt g / 100 g-ban, ha a Gerber eljárásra, akkor a g / 100 g illetve g / 100 cm<sup>3</sup>-ben kapjuk. Azonos mintából megismételt mérés esetén 2 és 6 % zsírtartalom között 0,030 g / 100 cm<sup>3</sup> eltérés megengedett. Ha az eltérés ennél nagyobb, akkor meg kell ismételni a vizsgálatot. Két laboratórium esetében 0,06 g / 100 cm<sup>3</sup> eltérés lehetséges.

A vizsgálati eredmény a műszeren közvetlenül leolvasható. A műszer ellenőrzése két részből tevődik össze, dekádonkénti, illetve havonkénti ellenőrző vizsgálatból, amely áll:

- a „0”-pont ellenőrzéséből;
- az ismert beltartalmi minta ellenőrzéséből F,P,L programokkal (zsír, fehérje, cukor);
- az ismétlési pontosság ellenőrzése dekádonként, ami a relatív szórásérték meghatározását jelenti.

A szórásérték zsír, fehérje, laktóz esetében 2 és 6 % közötti tartományban  $\pm 0,02$  %, a relatív szórás maximum 0,5 % lehet. Amennyiben a szórás a fenti értéket meghaladja szervizhez kell fordulni.

Havi ellenőrző vizsgálatához tartozik a találati pontosság ellenőrzése. Ennek alapja a kontrollminta döntő módszerrel mért értékeinek, illetve a műszer által mért értékeknek az összevetése. A műszer pontossága akkor megfelelő, ha a valós és a mért értékek eltérése egyik csatorna esetében sem haladhatja meg a 0,1 %-ot és a korrelációs koefficiens értékei pedig 0,9-nél

nem kisebbek. Amennyiben ezen feltételek nem teljesülnek, - általában valamely kiugró érték miatt - a gépkönyv vonatkozó utasításainak megfelelően kell megkeresni a hibákat. Az ellenőrzést 0,1 %-nál kisebb standard eltérések és 0,9-nél nagyobb korrelációs koefficiensek esetében minden esetben a műszerkönyv által javasolt kalibrációs program lefuttatásával kell zárni. Végül a maradék mintából a 100 cm<sup>3</sup>-es módszerrel ellenőrizzük a tej fizikai tisztaságát az MSZ 12044-84 szerint.

## **Objektív és műszeres vizsgálaton alapuló új nyerstejminősítő rendszer**

*Horváth Z. és Molnárné Dobai I.*

A Földművelési és Népjóléti Minisztérium közös rendelete által előírt elegytej-vizsgálatokat objektív műszeres eljárással végzik. Ez magában foglalja az összcsíraszám, a gátlóanyag, a fagyáspont, a pH és savfok, a szomatikus sejtszám, a beltartalom és a fizikai tisztaság meghatározását. A nemzetközi ellenőrzési rendszer a bemutatott hazai eljárással teljes mértékben megegyezik.

## **New Method for Qualifying Raw Milk Based upon Objective and Instrumental Investigations**

*Horváth, Z. and Molnár-Dobai, I.*

Investigation of blended milk prescribed by the Ministries of Agriculture and of National Welfare are performed with objective instrumental method. This includes the determination of freezing point, pH and acid degree, somatic cell number, composition and physical purity. The international control system totally corresponds to the national procedure described.

## **Neues Rohmilchbewertungssystem auf der Grundlage objektiver instrumentalanalytischer Untersuchungen**

*Horváth, Z. und Molnárné Dobai, I.*

Die durch die gemeinsame Anordnung des Ministers für Agrarwirtschaft und für Volkswohlstand vorgeschriebene Rohmilchuntersuchungen werden mit objektiven instrumentalanalytischen Verfahren durchgeführt. Diese beinhalten die Bestimmung der Gesamtkeimzahl, der Hemmstoffe, des Gefrierpunktes, des pH und Säuregrades, der Anzahl der somatischen Zellen, der chemischen Zusammensetzung und der physikalischen Reinheit. Das vorgestellte ungarische Verfahren entspricht vollkommen dem internationalen Bewertungssystem für Rohmilch.