



# GUVERNUL REPUBLICII MOLDOVA

**HOTĂRÎRE** nr. \_\_\_\_\_

din \_\_\_\_\_  
Chișinău

**Pentru aprobarea Metodologiei de analiză și testare  
a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct**

-----

În temeiul art. 11 din Legea nr. 50/2013 cu privire la controalele oficiale pentru verificarea conformității cu legislația privind hrana pentru animale și produsele alimentare și cu normele de sănătate și de bunăstare a animalelor (Monitorul Oficial al Republicii Moldova, 2013, nr. 122-124, art. 383), Guvernul HOTĂRĂȘTE:

1. Se aprobă Metodologia de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct (se anexează).
2. Controlul asupra executării prezentei hotărâri se pune în sarcina Agenției Naționale pentru Siguranța Alimentelor.
3. Prezenta hotărâre intră în vigoare la 6 luni de la data publicării.

**Prim-ministru**

**PAVEL FILIP**

Contrasemnează:

Ministrul agriculturii,  
dezvoltării regionale  
și mediului

Liviu Volconovici

Aprobată  
prin Hotărîrea Guvernului nr.

## **METODOLOGIA**

### **de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct**

Prezenta Metodologie transpune Decizia Consiliului 92/608 CEE din 14 noiembrie 1992 privind stabilirea anumitor metode de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct, publicată în Jurnalul Oficial al Comunității Europene L 407 din 31 decembrie 1992.

#### **I. DOMENIUL DE APLICARE**

**1.** Prezenta Metodologie stabilește metodele de referință în materie de analiză și testare care să permită determinarea substanței uscate, a conținutului de substanțe grase, a conținutului de substanțe uscate degresate, a conținutului în azot total, a conținutului de proteine și a masei volumice a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct, provenit atât din producția autohtonă, cât și din import.

**2.** Prezenta Metodologie se aplică produselor de la pozițiile tarifare **0401** (0401 10; 0401 10 100; 0401 10 900; 0401 20; 0401 20 110; 0401 20 190; 0401 20 910; 0401 20 990) și **0402** (0402 91; 0402 91 100) din Nomenclatura combinată a mărfurilor, aprobată prin Legea nr. 172/2014.

#### **II. DISPOZIȚII GENERALE**

**3.** Metodele de referință în materie de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct se referă la reactivi, la material, la exprimarea rezultatelor, la criteriile de fidelitate, precum și la raportul analizei.

**4.** Aplicarea metodelor de referință de analiză și testare, stabilirea criteriilor de fidelitate, precum și colectarea eșantioanelor se efectuează în conformitate cu regulile stabilite în anexa nr. 1 din prezenta Metodologie.

**5.** Metoda de referință pentru determinarea conținutului de substanță uscată din lapte este prevăzută în anexa nr. 2 la prezenta Metodologie.

**6.** Metoda de referință pentru determinarea conținutului de substanțe grase din laptele integral, parțial degresat și degresat este descrisă în anexa nr. 3 la prezenta Metodologie.

**7.** Modul de operare, cu tuburi de extracție a substanțelor grase dotate cu un sifon sau cu un dispozitiv de spălare este prezentat în instrucțiunea anexei nr. 3 la prezenta Metodologie.

**8.** Metoda de referință pentru determinarea conținutului de substanțe uscate degresate din laptele tratat termic este descrisă în anexa nr. 4 la prezenta Metodologie.

**9.** Metoda de referință pentru determinarea conținutului în azot total din laptele integral, parțial degresat și degresat este specificată în anexa nr. 5 la prezenta Metodologie.

**10.** Metoda de referință pentru determinarea conținutului de proteine din laptele tratat termic este prevăzută în anexa nr. 6 din prezenta Metodologie.

**11.** Metoda de referință pentru determinarea masei volumice a laptelui crud, a laptelui integral, a laptelui parțial degresat și a laptelui degresat la 20°C este descrisă în anexa nr. 7 la prezenta Metodologie.

**12.** Metodele de referință pot fi aplicate doar de laboratoarele acreditate în condițiile Legii nr. 235/2011 privind activitățile de acreditare și de evaluare a conformității.

**13.** În cazul unor contestații, rezultatul obținut prin metoda de referință este determinant.

Anexa nr. 1  
la Metodologia de analiză și  
testare a laptelui tratat termic  
destinat consumului uman direct

**REGULILE**  
**pentru aplicarea metodelor de referință**  
**de analiză și testare, stabilirea criteriilor de fidelitate,**  
**precum și colectarea eșantioanelor**

## **I. Materiale și metode**

**1.** Prezenta secțiune se referă la reactivi, materiale, exprimarea rezultatelor, criteriile de fidelitate, precum și la raportul analizei.

### **2. Reactivi**

#### **1) Apa**

a) Dacă nu există alte indicații, apa folosită pentru operațiunile de dizolvare, diluare sau clătire trebuie să fie în mod obligatoriu apă distilată, apă deionizată sau apă mineralizată de puritate cel puțin echivalentă.

b) Prin „soluție” sau „diluare” (fără alte precizări) se înțelege „soluție în apă” sau „diluare cu apă”.

#### **2) Produse chimice**

Dacă nu există alte indicații, toate produsele chimice utilizate trebuie să fie de o calitate analitică recunoscută.

### **3. Materiale**

#### **1) Lista materialelor**

Lista materialelor menționate la diferitele metode de referință are în vedere doar obiectele cu uz specific și care prezintă caracteristici particulare.

#### **2) Balanța analitică**

Prin „balanță analitică” se înțelege o balanță care poate cântări cu o precizie de 0,1 mg.

### **4. Exprimarea rezultatelor**

#### **1) Rezultatele**

Dacă nu există alte indicații, rezultatul care figurează în raportul analizei (punctul 6) trebuie să fie media aritmetică a două teste, respectând criteriul repetabilității (punctul 5 subpunctul 1) stabilit pentru metoda respectivă. În cazul în care criteriul repetabilității nu este respectat, testul trebuie repetat.

Dacă acest lucru nu e posibil, rezultatul trebuie anulat.

## 2) Calcularea procentajului

Dacă nu există alte indicații, rezultatul se calculează în procente de masă a eșantionului.

## 5. Criterii de fidelitate

Repetabilitatea și reproductibilitatea care figurează la fiecare metodă sînt definite după cum urmează:

1) repetabilitatea ( $r$ ) reprezintă valoarea sub care se situează valoarea absolută a diferenței dintre două rezultate individuale obținute prin același procedeu, pe un produs identic, în aceleași condiții (același analist, aceeași aparatură, același laborator și interval de timp scurt);

2) reproductibilitatea ( $R$ ) este valoarea sub care se situează valoarea absolută a diferenței dintre două rezultate individuale obținute prin același procedeu, pe un produs identic, în condiții diferite (analisti diferiți, aparaturi diferite, laboratoare diferite și/sau intervale de timp diferite);

3) dacă nu există alte indicații privind oricare dintre metodele aplicate, valorile repetabilității și reproductibilității sînt exprimate la un nivel de probabilitate de 95%, conform standardului SM SR ISO 5725;

4) testele inelare și studiile necesare trebuie planificate și realizate conform orientărilor internaționale.

## 6. Raportul analizei

Raportul analizei trebuie să precizeze procedeul utilizat și rezultatele obținute. În plus, el trebuie să menționeze toate detaliile de operare care nu sînt specificate în metoda de analiză, toate detaliile facultative, precum și toate circumstanțele care ar fi putut influența rezultatele. Raportul analizei trebuie să conțină toate informațiile care să permită identificarea completă a eșantionului.

## II. Eșantionarea laptelui tratat termic

### 1. Obiectul și domeniul de aplicare

Prezentul capitol descrie metoda de referință aplicabilă la colectarea, transportul și conservarea eșantioanelor de lapte tratat termic.

### 2. Considerațiile de ordin general

Eșantionarea laptelui tratat termic (păstrat în cisterne) trebuie să fie efectuată de către inspectorul Agenției Naționale pentru Siguranța Alimentelor sau reprezentantul delegat de către laborator care a beneficiat de o instruire profesională înainte de a efectua colectarea probelor.

### 3. Echipamentul destinat eșantionării

Echipamentul necesar eșantionării nu numai că trebuie să fie fabricat din oțel inoxidabil sau din orice alt material adecvat de rezistență corespunzătoare, ci, prin construcție, trebuie să corespundă utilizării specifice căreia îi este destinat (omogenizare, eșantionare etc.).

Plonjoarele și agitatoarele destinate omogenizării lichidelor în recipiente trebuie să aibă o suprafață suficientă pentru a permite o omogenizare adecvată a produsului, fără însă a duce la apariția gustului de rînced. Fiecare polonic trebuie să fie prevăzut cu un mîner solid, destul de lung pentru a se putea colecta probe de la orice adîncime a recipientului. Capacitatea polonicului trebuie să fie de cel puțin 50 ml.

Recipientele pentru eșantioane și capacele trebuie să fie din sticlă, metal sau material plastic adecvat.

Materialele utilizate la fabricarea echipamentului care va fi folosit pentru eșantionare (recipientele și capacele lor) nu trebuie să producă nicio modificare a eșantionului, care ar putea influența rezultatul analizei. Echipamentul, precum și recipientele destinate păstrării eșantioanelor trebuie să aibă o suprafață curată, uscată, netedă și fără fisuri, iar colțurile trebuie să fie rotunjite.

#### 4. Procedeu de eșantionare

##### 1) Generalități

Oricare ar fi natura analizei de efectuat, înainte de recoltare, laptele trebuie omogenizat în mod corespunzător, manual sau cu un mijloc mecanic.

Eșantionul este recoltat imediat după omogenizare cînd laptele este încă în mișcare.

Volumul eșantionului trebuie să corespundă necesităților analizei. Capacitatea recipientelor utilizate trebuie să fie aleasă astfel încît recipientele să fie aproape umplute de eșantion, permițînd totuși o omogenizare adecvată înainte de efectuarea analizei, dar evitînd în același timp smîntînirea în timpul transportului.

##### 2) Eșantionare manuală

###### a) Eșantionarea unui lot divizat

În cazul în care cantitatea de lapte din care trebuie recoltat eșantionul este repartizată în mai multe recipiente, se recoltează o cantitate reprezentativă din fiecare recipient și se notează cantitatea de lapte căreia îi corespunde eșantionul recoltat. În afara cazului în care fiecare eșantion trebuie supus unei analize separate, se omogenizează părți din aceste cantități reprezentative, proporțional cu cantitatea din recipientul din care a fost recoltat fiecare eșantion. După omogenizare se prelevează una (sau mai multe) probe din aceste cantități proporționale.

b) Recoltare din recipiente mari-cuve de stocare, autocisterne și vagoane-cisternă

b<sub>1</sub>) Se omogenizează laptele printr-un procedeu adecvat, înainte de recoltarea eșantioanelor.

Pentru omogenizarea conținutului recipientelor mari – cuve de stocare, autocisterne și vagoane-cisternă – se recomandă agitarea mecanică (b<sub>2</sub>).

Durata omogenizării depinde de lungimea intervalului de timp în care laptele a rămas nemișcat. Trebuie demonstrat faptul că procedeul de omogenizare folosit în fiecare caz particular este adecvat tipului de analiză preconizată.

Eficacitatea omogenizării influențează în mod considerabil similitudinea rezultatelor analizelor efectuate asupra unor eșantioane recoltate fie din părți diferite ale lotului, fie la gura de evacuare a cuvei, la intervale de timp regulate, în timpul golirii acesteia.

Procedeul de omogenizare a laptelui (crud sau integral) a fost eficient dacă diferența dintre conținutul de substanțe grase a două probe, prelevate în condițiile descrise anterior, este sub 0,1%.

Într-un recipient mare, prevăzut cu o gură de evacuare pe partea inferioară, poate să se adune, în momentul evacuării, o cantitate mică de lapte nereprezentativă pentru ansamblu, chiar și după omogenizare. Din această cauză, este de preferat colectarea eșantioanelor printr-o gură de acces. Dacă recoltarea se face printr-o gură de evacuare, trebuie lăsată să se scurgă o cantitate de lapte suficientă pentru a asigura caracterul reprezentativ al eșantionului.

b<sub>2</sub>) Omogenizarea conținutului recipientelor mari sau al cuvelor de stocare, al autocisternelor sau al vagoanelor-cisternă se poate efectua în felul următor:

- cu ajutorul unui agitator mecanic amplasat în rezervor și acționat de un motor electric;
- cu ajutorul unei elice sau al unui agitator acționat de un motor electric și amplasat în gura de acces, agitatorul fiind suspendat în lapte;
- în cazul autocisternelor și al vagoanelor-cisternă, prin reciclarea laptelui în tubul flexibil de transfer legat de pompă și introdus în gura de acces;
- cu ajutorul aerului comprimat filtrat și curat.

Se vor utiliza o presiune și un volum minim de aer, pentru a evita apariția gustului de rînced al laptelui.

3) Eșantionarea laptelui tratat termic destinat consumului uman direct și ambalat pentru vânzarea cu amănuntul

În ceea ce privește laptele tratat termic destinat consumului uman direct și ambalat pentru vânzarea în detaliu, eșantioanele trebuie neapărat să provină din recipiente intacte și nedeschise. Dacă este posibil, eșantioanele sînt recoltate direct de la mașina de ambalare sau în camera frigorifică a unității de tratare cît se poate de repede după tratare (în cazul laptelui pasteurizat, în aceeași zi).

Numărul de eșantioane prelevate din fiecare tip de lapte tratat termic (pasteurizat, prelucrat „la temperaturi ultraînalte”, sterilizat) trebuie să corespundă numărului de analize care urmează a fi efectuate și conform indicațiilor date de laboratorul însărcinat cu efectuarea analizei sau de o altă autoritate competentă.

## 5. Identificarea eșantionului

Eșantionul trebuie să primească un cod de identificare care să permită identificarea sa rapidă, potrivit indicațiilor date de laboratorul care efectuează analiza sau de o altă autoritate competentă.

#### **6. Tratarea, transportul și stocarea eșantioanelor**

În acord cu autoritatea națională competentă, laboratoarele care efectuează analizele elaborează instrucțiunile privind durata și condițiile de tratare (chimică sau termică), transport și stocare, care trebuie respectate de la recoltarea eșantioanelor și pînă la analizarea lor, în funcție de tipul de lapte și de procedeul de analiză.

Instrucțiunile vor stipula următoarele:

În timpul transportului și stocării se iau măsuri de precauție pentru protejarea eșantionului de orice miros indezirabil și de lumina directă a soarelui.

Dacă recipientul utilizat pentru păstrarea eșantionului este transparent, el este păstrat la adăpost de lumină.



## **DETERMINAREA CONȚINUTULUI DE SUBSTANȚĂ USCATĂ DIN LAPTE**

### **1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Capitolul de față descrie metoda de referință pentru determinarea conținutului de substanță uscată din lapte.

### **2. Definiție**

„Substanța uscată” reprezintă masa exprimată în procente de masă, care rămâne după uscarea completă descrisă în cele ce urmează.

### **3. Principiu**

Evaporarea apei din probă într-o etuvă, la o temperatură de  $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  pînă la obținerea unei mase constante a reziduului uscat.

### **4. Aparatură și sticlărie de laborator**

Material obișnuit de laborator, în special:

- 1) balanță analitică;
- 2) exicator, dotat cu un deshidratant eficient (de exemplu gel de silice uscat recent, cu indicator higrometric);
- 3) etuvă ventilată, reglabilă prin termostat pentru a opera în întreg spațiul de lucru la  $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ;
- 4) capsule cu fund plat avînd o înălțime cuprinsă între 20 și 25 mm, cu diametru între 50 și 75 mm, fabricate din material adecvat, dotate cu capace potrivite și ușor de desfăcut;
- 5) baie de apă la temperatura de fierbere;
- 6) mogenizator.

### **5. Pregătirea eșantionului pentru test**

Se aduce eșantionul de lapte la o temperatură între  $20\text{--}25^{\circ}\text{C}$ . Se omogenizează cu grijă, pentru a se obține o repartizare omogenă a substanțelor grase în interiorul eșantionului. A nu se agita prea puternic, pentru a se evita formarea unei spume sau smîntînirea. Dacă stratul de smîntînă se dispersează greu, se aduce treptat laptele la temperaturi între  $35\text{--}40^{\circ}\text{C}$ , amestecînd cu grijă, pentru a încorpora smîntîna care s-a lipit de peretele recipientului. După aceasta, se răcește rapid eșantionul la  $20\text{--}25^{\circ}\text{C}$ .

Se poate folosi eventual un omogenizator pentru a dispersa mai ușor substanțele grase din lapte.

Rezultatele sînt incorecte dac  eșantionul conține substanțe grase lichide vizibile sau dac  apar particule albe, neregulate, care se lipsesc de pereții recipientului.

## 6. Modul de operare

### 1) Pregătirea capsulei

Se usuc  capsulea (punctul 4 subpunctul 4), cu capacul alături,  n etuvă (punctul 4 subpunctul 3), menținută la  $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  timp de cel pușin 30 de minute. Se așază capacul pe capsulă și se plasează imediat  n exicator (punctul 4 subpunctul 2). Se lasă s  se r ceasc  la temperatura ambiantă (cel pușin 30 de minute) și se c ntărește cu o precizie de 0,1 mg.

### 2) Prelevarea probei

 n capsula pregătită (punctul 6 subpunctul 1) se c ntăresc rapid, cu o precizie de 0,1 mg, 1-5g (conform SM ISO 6731:2014) din eșantion pentru testare (punctul 5).

### 3) Determinarea substanței uscate

a) Se usuc   n prealabil capsula prin plasarea ei pe baia de ap  și se menține  n fierbere timp de 30 de minute (punctul 4 subpunctul 5).

b) Se plasează capsula, cu capacul alături,  n etuvă (punctul 4 subpunctul 3), menținută la  $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  timp de dou  ore. Se pune capacul pe capsulă și se scoate din etuvă.

c) Se lasă s  se r ceasc   n exicator (punctul 4 subpunctul 2) la temperatura ambiantă (cel pușin 30 de minute) și se c ntărește cu o precizie de 0,1 mg.

d) Se plasează din nou capsula, cu capacul alături,  n etuvă, timp de o or . Se așază capacul pe capsulă și se scoate din etuvă. Se lasă s  se r ceasc  timp de aproximativ 30 de minute  n exicator și se c ntărește cu o precizie de 0,1 mg.

e) Se repet  operațiunile descrise la punctul 6 subpunctul 3) litera d) p n  c nd diferența de masă dintre cele dou  c nt riri succesive nu depășește 0,5 mg. Se noteaz  masa cea mai mic .

## 7. Exprimarea rezultatelor

### 1) Calcul și formulă

Se calculeaz  substanța uscată  n procente de masă dup  formula:

$$W_T = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_2} \times 100,$$

unde:

$W_T$  = substanța uscată din 100 g ( n g);

$m_0$  = masa  n grame a capsulei și a capacului (punctul 6 subpunctul 1);

$m_1$  = masa  n grame a capsulei, a capacului și a probei (punctul 6 subpunctul 2);

$m_2$  = masa  n grame a capsulei, a capacului și a probei uscate (punctul 6 subpunctul 3) litera e).

Se rotunjește valoarea obținută la 0,01% (procente de masă).

2) Fidelitate

a) Repetabilitate (r): 0,10 g de substanță uscată la 100 g de produs.

b) Reproducibilitate (R): 0,20 g de substanță uscată la 100 g de produs.

Anexa nr. 3  
la Metodologia de analiză și  
testare a laptelui tratat termic  
destinat consumului uman direct

## **DETERMINAREA CONȚINUTULUI DE SUBSTANȚE GRASE DIN LAPTELE INTEGRAL, PARȚIAL DEGRESAT ȘI DEGRESAT**

### **1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Capitolul de față descrie metoda de referință pentru determinarea conținutului de substanțe grase din laptele integral, parțial degresat și degresat.

### **2. Definiție**

„Conținutul de substanțe grase al laptelui” reprezintă toate substanțele determinate prin procedeul descris în continuare și este exprimat în procente de masă.

### **3. Principiu**

Conținutul de grăsime se determină prin extragerea grăsimii cu eter dietilic și eter petroleic (conform SM EN ISO 1211:2015) dintr-o soluție alcoolică amoniacală a probei, urmată de evaporarea solvenților, cântărirea rezidului, calcularea ca procent din masa probei, conform principiului Rose-Gottlieb.

### **4. Reactivi**

Toți reactivii trebuie să fie de calitate analitică recunoscută și nu trebuie să lase reziduuri semnificative la proba martor.

Pentru a verifica calitatea reactivilor, se face determinarea descrisă la punctul 6 subpunctul 3). Pentru cântărire se folosesc un balon, un pahar de laborator sau o capsulă metalică goală (punctul 5 subpunctul 8), pregătite ca tară după indicațiile de la punctul 6 subpunctul 4) (pentru a se putea corecta influența modificărilor condițiilor atmosferice asupra rezultatului cântăririi). Dacă reziduul global, corectat în funcție de modificările survenite în masa tarei, este mai mare de 2,5 mg, se determină reziduul solvenților, evaporându-se 100 ml de eter dietilic (punctul 4 subpunctul 4) și, respectiv, 100 ml de eter petroleic (punctul 4 subpunctul 5). Se utilizează și o tară pentru cântărire. Dacă reziduul este mai mare de 2,5 mg, se curăță solventul prin distilare sau se înlocuiește.

1) Hidroxidul de amoniu reprezintă o soluție de aproximativ 25 % (m/m)  $\text{NH}_3$ . Poate fi folosită și o soluție de hidroxid de amoniu mai concentrată (punctul 6 subpunctul 5 litera a) din anexă și punctul 1 subpunctul 5) litera a) din instrucțiune).

2) Etanol, cel puțin 94% (v/v). Se poate folosi etanol denaturat prin metanol dacă există certitudinea că acest lucru nu modifică cu nimic rezultatele determinării.

## 3) Roșu de Congo sau roșu de crezol

Se dizolvă 1 g de roșu de Congo sau roșu de crezol în apă și se diluează la 100 ml.

Folosirea acestei soluții, care permite o mai bună observare a suprafeței de contact dintre solvent și stratul apos, este facultativă (punctul 6 subpunctul 5) litera b).

Se pot folosi și alte soluții apoase de coloranți, dacă ele nu modifică rezultatele determinării.

4) Eterul dietilic lipsit de peroxizi, cu conținut de antioxidanți mai mic de 2 mg/kg și conform cerințelor pentru proba martor (punctul 6 subpunctul 3).

5) Eter petroleic cu un punct de fierbere între 30–60°C.

6) Amestec de solvenți preparat cu puțin timp înainte de utilizare, prin amestecarea unor volume egale de eter dietilic (punctul 4 subpunctul 4) și de eter petroleic (punctul 4 subpunctul 5).

## 5. Aparatură și sticlărie de laborator

Având în vedere că în procesul determinării substanțelor se folosesc solvenți volatili inflamabili, aparatura electrică folosită trebuie să fie conformă legislației cu privire la utilizarea acestui tip de solvenți.

Material obișnuit, în special:

1) balanță analitică

2) Centrifugă în care baloanele sau tuburile de extracție (punctul 5 subpunctul 6) pot fi supuse unei viteze de rotație de la 500 până la 600 rot/min<sup>-1</sup>, astfel încât să se producă un câmp gravitațional de 80–90 g la extremitățile exterioare ale baloanelor sau tuburilor.

Folosirea centrifugii este facultativă (punctul 6 subpunctul 5) litera e).

3) Aparate de distilare sau de evaporare care să permită distilarea solvenților și a etanolului din baloane sau evaporarea lor din paharele de laborator sau din capsule (punctul 6 subpunctul 5) literele e) și o), la o temperatură care să nu depășească 100°C;

4) etuvă cu sistem de încălzire electric, dotată cu găuri de ventilație deschise complet, reglabile la o temperatură de 102°C ± 2°C în spațiul de lucru. Etuva trebuie să fie dotată cu un termometru adecvat;

5) baie de apă reglabilă la o temperatură cuprinsă între 35–40°C;

6) baloane de extracție a substanțelor grase de tip Mojonnier

Se pot folosi și tuburi de extracție a substanțelor grase dotate cu un sifon sau un dispozitiv de spălare. Modul lor de operare, diferit în acest caz, este descris în instrucțiunea anexei nr. 3.

Baloanele (sau tuburile) trebuie să fie prevăzute cu dopuri șlefuite, din plută de calitate superioară sau dintr-un alt material care nu va fi alterat de reactivii utilizați. Dopurile din plută trebuie să fie spălate cu oxid dietilic (punctul 4 subpunctul 4), ținute în apă la o temperatură de 60°C sau mai mult, timp de cel puțin 15 minute și răcite apoi în apă, astfel încât, în momentul folosirii lor, să fie îmbibate cu apă;

7) stativ pentru fixarea baloanelor (sau a tuburilor) de extracție a substanțelor grase (punctul 5 subpunctul 6);

8) flacon de spălare adecvat amestecului de solvenți (punctul 4 subpunctul 6). A nu se utiliza flacoane de spălat din plastic;

9) recipiente pentru recuperarea substanțelor grase, de exemplu baloane pentru fierbere (baloane cu fund plat) sau baloane Erlenmeyer cu o capacitate între 125–250 ml sau capsule metalice. Dacă se folosesc capsule metalice, ele trebuie, de preferință, să fie fabricate din oțel inoxidabil, să aibă fund plat, un cioc, diametrul între 80–100 mm și înălțimea de aproximativ 50 mm;

10) regulatori de fierbere, lipsiți de substanțe grase, din porțelan neporos, carbură de siliciu sau bile de sticlă (uz facultativ în cazul capsulelor metalice);

11) cilindri gradati cu o capacitate de 5 și de 25 ml;

12) pipete gradate cu o capacitate de 10 ml;

13) clește metalic pentru manipularea baloanelor, paharelor de laborator și a capsulelor.

## 6. Mod de operare

Celălalt mod de operare cu ajutorul tuburilor de extracție a substanțelor grase dotate cu un sifon sau cu un dispozitiv de spălare (vezi punctul 5 subpunctul 6), care este descris în instrucțiune

### 1) Prepararea eșantionului pentru test

Se aduce eșantionul destinat testului la o temperatură între aproximativ 35 și 40°C, timp de aproximativ 15 minute, utilizându-se, dacă este necesar, baia de apă (punctul 5 subpunctul 5). Se omogenizează îndeajuns, dar cu grijă eșantionul, întorcându-se recipientul de câteva ori, fără a se provoca însă formarea spumei sau a smântînii și se răcește rapid la aproximativ 20°C.

### 2) Prelevarea probei

Se omogenizează eșantionul (punctul 6 subpunctul 1) întorcându-se cu grijă recipientul de trei sau patru ori și se cîntăresc imediat, cu o precizie de 1 mg, 10–11 g din eșantion pentru test, în mod direct sau prin diferență, într-un balon de extracție (punctul 5 subpunctul 6).

Proba prelevată pentru efectuarea testului este plasată cît se poate de complet în bulbul inferior (strîmt) al balonului de extracție.

### 3) Proba martor

Se efectuează o probă martor în același timp cu testul de determinare, utilizându-se același mod de operare și aceiași reactivi, dar înlocuindu-se proba cu 10–11 ml de apă.

Modificarea masei recipientului de recuperare a substanțelor grase, corectată de modificarea masei recipientului de control, nu are voie să depășească 2,5 g.

### 4) Pregătirea recipientului pentru recuperarea substanțelor grase

Se usucă un recipient (punctul 5 subpunctul 9), în care s-au plasat cîtiva regulatori de fierbere (punctul 5 subpunctul 10), pentru a permite o fierbere moderată în cursul eliberării ulterioare de solvenți în etuvă (punctul 5 subpunctul 4), timp de o oră. Se lasă să se răcească recipientul (nu într-un exicator,

dar la adăpost de praf) la temperatura încăperii în care se efectuează cântărirea, (timp de cel puțin o oră în cazul recipientelor din sticlă și timp de cel puțin 30 de minute în cazul capsulelor metalice). Cu ajutorul cleștelui (în special pentru a evita diferențele de temperatură) se așază recipientul pe balanță și se cântărește cu o precizie de 0,1 mg.

#### 5) Determinarea

a) Se adaugă 2 ml de soluție de hidroxid de amoniu (punctul 4 subpunctul 1) sau un volum echivalent dintr-o soluție mai concentrată și se amestecă puternic cu proba aflată în bulbul îngust al balonului. După adăugarea hidroxidului de amoniu se face imediat determinarea.

b) Se adaugă 10 ml de etanol (punctul 4 subpunctul 2) și se amestecă cu grijă, dar îndeajuns, determinând conținutul balonului să curgă dintr-o extremitate a acestuia în cealaltă, evitându-se totodată apropierea lichidului de gâtul balonului. Se pot adăuga eventual două picături de roșu de Congo sau de roșu de crezol (punctul 4 subpunctul 3).

c) Se adaugă 25 de ml de eter dietilic (punctul 4 subpunctul 4), se astupă balonul cu un dop de plută saturat cu apă sau cu un dop umezit cu apă (punctul 5 subpunctul 6), se agită balonul puternic, dar fără a exagera (pentru a evita formarea emulsiilor persistente) timp de un minut, în poziție orizontală, cu bulbul îngust în sus. Din când în când, se lasă lichidul să curgă din bulbul mare în cel îngust. Dacă este necesar, se răcește balonul cu apă curentă și apoi se îndepărtează cu grijă dopul de plută sau dispozitivul de închidere și se clătește, ca și gâtul balonului, cu o mică cantitate de amestec de solvenți (punctul 4 subpunctul 6), utilizându-se un flacon de spălare (punctul 5 subpunctul 8), astfel încât lichidele de clătire să curgă în balon.

d) Se adaugă 25 ml de eter petroleic (punctul 4 subpunctul 5), se astupă balonul cu dopul de plută reumezit (prin îmbibare în apă) sau cu un alt dispozitiv de închidere și se agită cu grijă, timp de 30 de secunde, după indicațiile de la punctul 5 subpunctul 6) litera c).

e) Balonul astupat se pune în centrifugă, timp de 1-5 minute, la o viteză de rotație de 500–600 rot/min<sup>-1</sup> (punctul 5 subpunctul 2). Dacă nu se folosește centrifuga (vezi punctul 5 subpunctul 2) se lasă să se odihnească pe stativ (punctul 5 subpunctul 7), timp de cel puțin 30 de minute, pînă ce stratul supernatant se limpezește și se separă vizibil de stratul apos. Dacă e nevoie, se poate răci balonul cu apă curentă.

f) Se îndepărtează cu grijă dopul de plută sau dispozitivul de închidere și se clătește, ca și interiorul gâtului balonului, cu o cantitate mică de amestec de solvenți (punctul 4 subpunctul 6), astfel încât lichidele de clătire să curgă în fiolă.

Dacă interfața se situează sub baza gâtului balonului, trebuie adusă la bază turnînd apă, cu grijă, de-a lungul pereților balonului, astfel încât să se faciliteze decantarea solventului.

g) Ținînd balonul de extracție de bulbul îngust, se decantează, cu foarte mare grijă, cît se poate de mult din stratul supernatant, în recipientul pregătit, destinat recuperării substanțelor grase (punctul 6 subpunctul 4), care conține cîtiva regulatori de fierbere (punctul 5 subpunctul 10), în cazul baloanelor (facultativ în

cazul capsulelor mecanice), evitându-se decantarea unei părți cât de mici a stratului apos.

h) Se clătește exteriorul gîtului balonului de extracție cu o cantitate mică de amestec de solvenți (punctul 4 subpunctul 6) și se colectează lichidele de clătire în recipientul destinat recuperării substanțelor grase, evitându-se prelingerea amestecului de solvenți în afara balonului de extracție.

Solventul poate fi eventual eliminat, total sau parțial, din recipient prin distilare sau evaporare, potrivit descrierii de la punctul 6 subpunctul 5) litera l);

i) Se adaugă 5 ml de etanol (punctul 4 subpunctul 2) la conținutul balonului de extracție, utilizându-se etanol pentru clătirea interiorului gîtului balonului, după care se amestecă după indicațiile de la punctul 6 subpunctul 5) litera b).

j) Se efectuează o a doua extracție reîncepându-se operațiunile descrise la punctul 6 subpunctul 5) literele c) și h), dar utilizându-se doar 15 ml de oxid dietilic (punctul 4 subpunctul 4) și 15 ml de eter de petrol (punctul 4 subpunctul 5). Se va utiliza oxidul dietilic pentru clătirea interiorului gîtului balonului de extracție. Dacă este necesar, se aduce interfața la mijlocul gîtului balonului, pentru a permite o decantare finală a solvenților cât se poate de completă.

k) Se efectuează o a treia extracție repetându-se din nou operațiunile descrise la punctul 6 subpunctul 5) literele c) și h), dar utilizându-se doar 15 ml de oxid dietilic (punctul 4 subpunctul 4) și 15 ml de eter de petrol (punctul 4 subpunctul 5). Se va utiliza oxidul dietilic pentru clătirea interiorului gîtului balonului de extracție. Dacă este necesar, se aduce interfața la mijlocul gîtului balonului de extracție, pentru a permite o decantare finală a solvenților cât se poate de completă.

În cazul laptelui degresat se poate renunța la a treia extracție.

l) Se elimină solvenții (etanolul inclusiv), în mod cât se poate de complet, din balon prin distilare, prin evaporare din pahar sau din capsulă (punctul 5 subpunctul 3), clătindu-se gîtul balonului cu o cantitate mică de amestec de solvenți (punctul 4 subpunctul 6) înainte de începerea distilării.

m) Se încălzește recipientul destinat recuperării substanțelor grase (balonul se înclină, pentru a permite vaporilor de solvenți să iasă) timp de o oră în etuvă (punctul 5 subpunctul 4). Se scoate din etuvă recipientul destinat recuperării substanțelor grase, se lasă să se răcească (nu într-un exicator, dar la adăpost de praf) la temperatura sălii în care se va efectua cîntărirea (timp de o oră cel puțin în cazul recipientelor din sticlă, timp de cel puțin 30 de minute în cazul capsulelor metalice) și se cîntărește cu o precizie de 0,1 mg.

A nu se șterge recipientul înainte de cîntărire. Se amplasează recipientul pe balanță cu ajutorul cleștelui, pentru a evita în special variațiile de temperatură.

n) Se repetă operațiunile descrise la punctul 6 subpunctul 5) litera m), pînă cînd masa recipientului destinat recuperării substanțelor grase scade sau crește, cu 0,5 mg sau mai puțin, între două cîntăriri succesive. Se notează masa minimă cîntărită ca fiind masa recipientului destinat recuperării substanțelor grase și a substanței extrase.

o) Se adaugă 25 ml de eter petroleic în recipientul de extracție a substanțelor grase, pentru a se verifica dacă substanța extrasă este complet solubilă sau nu. Se



încălzește cu grijă și se agită solventul cu o mișcare circulară pînă la dizolvarea tuturor substanțelor grase.

Dacă substanțele extrase sînt complet solubile în eterul petroleic de petrol, masa substanțelor solubile va fi diferența dintre masa finală a balonului cu substanțele extrase (punctul 6 subpunctul 5) litera n) și masa sa inițială (punctul 6 subpunctul 4).

p) Dacă substanța extrasă nu este complet solubilă în eterul petroleic sau în caz de dubiu, se extrag în întregime substanțele grase din recipient prin spălări repetate cu eter de petrol încălzit.

Se lasă să se depună substanțele insolubile și se decantează cu grijă eterul de petrol, fără însă a îndepărta substanțele insolubile. Se repetă această operațiune de trei ori, utilizîndu-se eterul de petrol pentru clătirea interiorului gîtului recipientului.

În sfîrșit, se clătește exteriorul vîrfului recipientului cu amestecul de solvenți, în așa fel încît solventul să nu se prelingă la exteriorul recipientului. Se elimină vaporii eterului de petrol încălzindu-se recipientul timp de o oră în etuvă, se lasă să se răcească și se cîntărește după indicațiile de la punctul 6 subpunctul 5) literele m) și n).

Masa substanțelor grase este diferența dintre masa determinată la punctul 6 subpunctul 5) litera n) și această masă finală.

## 7. Exprimarea rezultatelor

### 1) Calcul și formulă

Se calculează conținutul de substanțe grase, exprimat în procente de masă, după formula următoare:

$$F = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100,$$

unde:

F = conținutul de substanțe grase;

$m_0$  = masa în grame a probei (punctul 6 subpunctul 2);

$m_1$  = masa în grame a recipientului destinat recuperării substanțelor grase și a substanței extrase, determinată la punctul 6 subpunctul 5) litera n);

$m_2$  = masa în grame a recipientului pregătit pentru recuperarea substanțelor grase sau, în cazul substanțelor nedizolvate, a recipientului destinat recuperării substanțelor grase și a reziduului insolubil, determinat la punctul 6 subpunctul 5) litera p);

$m_3$  = masa în grame a recipientului pentru recuperarea substanțelor grase utilizat la proba martor (punctul 6 subpunctul 3) și a substanței extrase, determinate la punctul 6 subpunctul 5) litera n);

$m_4$  = masa în grame a recipientului pentru recuperarea substanțelor grase (punctul 6 subpunctul 4) utilizat la proba martor (punctul 6 subpunctul 3) sau, în cazul substanțelor nedizolvate, a recipientului pentru recuperarea substanțelor grase și a reziduului insolubil, determinată la punctul 6 subpunctul 5) litera p).

Se notează rezultatul cu o precizie de 0,01 %.

## 2) Fidelitate

## a) Repetabilitate (r):

a<sub>1</sub>) în cazul laptelui integral și parțial degresat: 0,02 g de substanțe grase la 100 g de produs;

a<sub>2</sub>) în cazul laptelui degresat: 0,01 g de substanțe grase la 100 g de produs.

## b) Reproducibilitate (R):

b<sub>1</sub>) în cazul laptelui integral: 0,04 g de substanțe grase la 100 g de produs;

b<sub>2</sub>) în cazul laptelui parțial degresat: 0,03 g de substanțe grase la 100 g de produs;

b<sub>3</sub>) în cazul laptelui degresat: 0,025 g de substanțe grase la 100 g de produs.

*(Instrucțiune la anexa nr. 3)*

**Un alt mod de operare, cu tuburi de extracție a substanțelor grase dotate cu un sifon sau cu un dispozitiv de spălare**

Mod de operare

1) Pregătirea eșantionului pentru test (vezi punctul 6 subpunctul 1) din anexa nr. 3

2) Prelevarea probei

Se procedează după indicațiile de la (punctul 6 subpunctul 2) din anexa nr. 3, dar utilizându-se tuburi de extracție a substanțelor grase (vezi punctul 5 subpunctul 6) din anexa nr. 3.

Proba trebuie transferată, pe cât posibil, în întregime, în fundul tubului de extracție.

3) Proba martor (vezi punctul 6 subpunctul 3) din anexa nr. 3.

4) Pregătirea recipientului destinat recuperării substanțelor grase (vezi punctul 6 subpunctul 4) din anexa nr. 3.

5) Determinarea

a) Se adaugă 2 ml de soluție de hidroxid de amoniu (punctul 4 subpunctul 1) din anexa nr. 3 sau un volum echivalent de soluție de hidroxid de amoniu mai concentrată și se amestecă bine cu proba pre tratată în fundul tubului. După adăugarea hidroxidului de amoniu, determinarea se efectuează imediat.

b) Se adaugă 10 ml de etanol (punctul 4 subpunctul 2) din anexa nr. 3 și se amestecă ușor, dar îndeajuns, în fundul tubului. Eventual se pot adăuga două picături de roșu de Congo sau de roșu de crezol (punctul 4 subpunctul 3) din anexa nr. 3.

c) Se adaugă 25 de ml de eter dietilic (punctul 4 subpunctul 4) din anexa nr. 3, se astupă tubul cu un dop din plută saturat cu apă sau cu un dop dintr-un alt material umezit cu apă (punctul 5 subpunctul 6) din anexa nr. 3 și se agită bine tubul, dar nu prea tare (pentru a evita formarea emulsiilor persistente), prin întoarcerea sa repetată, timp de un minut. Dacă este necesar, se răcește tubul sub apă curentă, se îndepărtează dopul de plută (sau alt material), după care se clătește, ca și gâtul tubului, cu o cantitate mică de amestec de solvenți (punctul 4 subpunctul 6) din anexa nr. 3, utilizându-se flaconul de spălare (punctul 5 subpunctul 8) din anexa nr. 3, astfel încât lichidele de clătire să curgă în tub.

d) Se adaugă 25 ml de eter petroleic (punctul 4 subpunctul 5) din anexa nr. 3, se astupă tubul cu dopul din plută (sau alt material) reumezit (prin îmbibare în apă) și se agită cu grijă tubul, timp de 30 de secunde, după indicațiile de la punctul 1 subpunctul 5) litera c).

e) Se va centrifuga tubul închis timp de 1-5 minute cu o viteză de rotație de 500–600 rot/min<sup>-1</sup> (punctul 5 subpunctul 2) din anexa nr. 3.

În lipsa unei centrifugi (vezi punctul 5 subpunctul 2) din anexa nr. 3, tubul astupat se lasă să se odihnească pe stativ, timp de cel puțin 30 de minute, pînă ce stratul supernatant se limpezește și se separă în mod vizibil de stratul apos. Dacă este necesar, tubul se răcește cu apă curentă.

f) Se îndepărtează cu grijă dopul din plută (sau alt material) și se clătește, ca și gîtul tubului, cu o cantitate mică de amestec de solvenți, astfel încît lichidele de clătire să curgă în tub.

g) Se introduce un sifon sau un dispozitiv de spălare în tub și se scufundă tubulura lungă în interior pînă ce orificiul se află la aproximativ 3 mm deasupra suprafeței de contact dintre straturi. Tubulura din interior trebuie să fie paralelă cu axa tubului de extracție.

Se transvazează cu grijă stratul supernatant din tub în recipientul pregătit pentru recuperarea substanțelor grase (punctul 6 subpunctul 4) din anexa nr. 3, evitîndu-se transvazarea unei părți cît de mici a stratului apos; dacă recipientul e un balon, trebuie să conțină cîtiva regulatori de fierbere (punctul 5 subpunctul 10) din anexa nr. 3 – facultativi în cazul capsulelor metalice. Se clătește orificiul cu o cantitate mică de amestec de solvenți, astfel încît lichidele de clătire să curgă în recipientul pentru recuperarea substanțelor grase.

h) Se desface dispozitivul de la gîtul tubului, după care se ridică ușor și se clătește partea inferioară a tubulurii sale lungi din interior cu o cantitate mică de amestec de solvenți. Se coboară și se reintroduce dispozitivul, pentru transvazarea lichidelor de clătire în recipientul de recuperare a substanțelor grase.

Se clătește orificiul exterior al dispozitivului cu o cantitate mică de amestec de solvenți, după care se colectează lichidele de clătire în recipient. Eventual, solventul poate fi eliminat parțial sau total din recipient, prin distilare sau evaporare, după indicațiile de la punctul 6 subpunctul 5) litera l) din anexa nr. 3.

i) Se desface din nou dispozitivul de la gîtul tubului, se ridică ușor dispozitivul și se adaugă 5 ml de etanol în tub, etanolul se folosește la clătirea tubulurii lungi din interior, după care se amestecă după indicațiile de la punctul 1 subpunctul 5) litera b) din anexa nr. 3.

j) Se face o a doua extracție, repetîndu-se operațiunile descrise la punctul 1 subpunctul 5) literele b) și h), dar utilizînd doar 15 ml de eter dietilic (punctul 4 subpunctul 4) din anexa nr. 3 și 15 ml de eter de petrol (punctul 4 subpunctul 5) din anexa nr. 3. Eter dietilic se va utiliza pentru clătirea tubulurii lungi din interior, după efectuarea primei extracții, în timpul retragerii dispozitivului din tub.

k) Se face o a treia extracție repetîndu-se din nou operațiunile descrise la punctul 1 subpunctul 5) literele b) și h), utilizîndu-se 15 ml de eter dietilic și 15 ml de eter petroleic și clătind tubulura lungă din interior a dispozitivului, după indicațiile de la punctul 1 subpunctul 5) litera j).

În cazul laptelui degresat, se poate renunța la a treia extracție.

l) În continuare, se urmează indicațiile de la punctul 6 subpunctul 5) literele l) și p) din anexa nr. 3.

## **DETERMINAREA CONȚINUTULUI TOTAL DE SUBSTANȚE USCATE DEGRESATE DIN LAPTELE TRATAT TERMIC**

### **1. Obiectul și domeniul de aplicare**

În prezentul capitol se descrie metoda de referință pentru determinarea conținutului de substanțe uscate degresate al laptelui tratat termic.

### **2. Definiție și calcul**

Conținutul total de substanțe uscate degresate se exprimă în procente de masă.

El reprezintă diferența dintre conținutul total de substanțe uscate (anexa nr. 2) și conținutul de substanțe grase (anexa nr. 3).

## **Determinarea conținutului în azot total din laptele integral, parțial degresat și degresat**

### **1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Capitolul de față descrie metoda de referință pentru determinarea conținutului în azot total al laptelui integral, parțial degresat și degresat.

### **2. Definiție**

Prin conținut în azot total al laptelui se înțelege conținutul de azot exprimat în procente de masă, obținut prin metoda Kjeldahl.

### **3. Principiu**

O cantitate cântărită de eșantion de lapte este mineralizată cu ajutorul acidului sulfuric concentrat și al sulfatului de potasiu, în prezența sulfatului de cupru (II), cu rol de catalizator, astfel încât azotul din compușii organici să fie convertit în sulfat de amoniac. Amoniacul eliberat prin adăugarea unei soluții de hidroxid de sodiu este distilat și recuperat într-o soluție de acid boric. Această soluție este apoi tratată cu o soluție acidă.

### **4. Reactivi**

1) Sulfat de potasiu ( $K_2SO_4$ )

2) Soluție de sulfat de cupru. Se dizolvă 5,0 g de sulfat de cupru (II) pentahidrat ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ) în apă și se completează la 100 ml (la 20°C) într-un balon gradat.

3) Acid sulfuric, cu cel puțin 98,0% (m/m)  $H_2SO_4$ .

4) Soluție de hidroxid de sodiu, 47% (m/m) 704 g NaOH/l (la 20°C).

Se poate utiliza și soluție de hidroxid de sodiu mai puțin concentrată, de exemplu 40% (m/m) 572 g/l, 20°C sau 30% (m/m) 399 g/l, 20°C.

5) Soluție de acid boric. Se dizolvă 40 g de acid boric ( $H_3BO_3$ ) într-un litru de apă caldă, se lasă să se răcească și se păstrează într-o sticlă borosilică.

6) Indicator

Se dizolvă 0,01 g de roșu de metil, 0,02 g de albastru de bromtimol și 0,06 g verde de bromocrezol în 100 ml de alcool etilic. Se păstrează soluția într-o sticlă brună astupată, într-un loc răcoros și întunecat.

7) Soluție volumetrică acidă normalizată

C ( $\frac{1}{2}H_2SO_4$ ) sau c (HCL) = 0,05 mol/l titrat cu o precizie de 0,0001 mol/l.

8) Zaharoză fără compuși de azot

9) Sare de amoniu în stare pură, cum ar fi amoniul  $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  sau sulfatul de amoniu  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ .

10) Triptofan ( $\text{C}_{11}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_2$ ), fenacetină ( $\text{C}_{10}\text{H}_7\text{CH}_2\text{CONH}_2$ ) sau mono- sau diclorhidrat de lizină ( $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot \text{HCl}$  respectiv  $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{HCl}$ ).

Gradul de puritate al reactivilor menționați la punctul 4 subpunctele 9) și 10) ar trebui să fie superior „calității analitice”. Pentru punctul 4 subpunctul 9) trebuie să se utilizeze, în măsura posibilităților, o soluție de săruri de amoniu atestate.

## 5. Aparatură și sticlărie de laborator

Material obișnuit, în special:

- 1) baloane Kjeldahl cu o capacitate de 500 ml;
- 2) regulatori de fierbere, de exemplu bile de sticlă cu diametru de aproximativ 5 mm, granule Hengar și piatră ponce;
- 3) biurete sau pipete automate cu dozaj de 1,0 ml;
- 4) cilindri gradați de sticlă, cu o capacitate de 50, 100 și 250 ml;
- 5) aparat de digestie (punctul 5 subpunctul 1) în poziție înclinată (la aproximativ  $45^\circ$ ), dotat cu un dispozitiv de încălzire electrică sau cu un bec de gaz reglabile, astfel încât conținutul balonului să nu urce deasupra treimii gâtului, și cu un dispozitiv de extragere a gazelor arse;
- 6) aparat de distilare din sticlă borosilicată, la care poate fi racordat un balon Kjeldahl (punctul 5 subpunctul 1), și care este compus dintr-un dispozitiv eficient pentru evacuarea lichidului obținut din prima distilare, legat de un refrigerator eficient cu tub interior drept și cu un tub de evacuare racordat în partea sa inferioară; tuburile de legătură și dopurile) trebuie să fie etanșe și de preferință fabricate din neopren;
- 7) pipetă sau pipetă automată cu dozaj de 0,10 ml;
- 8) baloane conice cu o capacitate de 500 ml, gradate la 200 ml;
- 9) biuretă cu capacitate de 50 ml, gradată la intervale de 0,1 ml, cu o eroare maximală de  $\pm 0,05$  ml;
- 10) lupă pentru citiri exacte ale biuretei (punctul 5 subpunctul 9);
- 11) pH-metru;
- 12) biuretă automată.

## 6. Mod de operare

1) Se introduc în mod succesiv în balonul Kjeldahl (punctul 5 subpunctul 1) regulatorii de fierbere (punctul 5 subpunctul 2) (de exemplu trei bile de sticlă), 15g de sulfat de potasiu (punctul 4 subpunctul 1), 1,0 ml de soluție de sulfat de cupru (punctul 4 subpunctul 2), aproximativ 5 g de lapte (cântărit cu o precizie de 0,001g) și 25 ml de acid sulfuric (punctul 4 subpunctul 3). Se utilizează acid pentru a clăti reziduurile soluției de sulfat de cupru, de sulfat de potasiu sau ale laptelui, care rămân pe gâtul balonului, după care se amestecă conținutul balonului.

Dat fiind faptul că substanțele organice absorb acid sulfuric în timpul fierberii, este preferabil să se folosească, pentru digestie, 30 și nu 25 ml de  $H_2SO_4$  (punctul 4 subpunctul 3) dacă laptele conține mai mult de 5,0 % (m/m) substanțe grase. Acest lucru este valabil și pentru proba martor.

2) Se încălzește fiecare balon Kjeldahl pe aparatul de mineralizare (punctul 5 subpunctul 5), mai întâi la foc mic, astfel încât întreaga spumă neagră să rămână în balon.

Dacă spuma inițială dispare pentru a ceda locul unor gaze arse albe abundente, amestecul se aduce la fierbere intensivă (vapori acizilor se vor condensa la jumătatea drumului în gâtul balonului), pînă ce dispar în întregime particulele negre, iar conținutul balonului devine limpede, de culoare albastră-verzuie pală. Se continuă fierberea mai moderat timp de cel puțin o oră și jumătate.

Atenție la indicațiile următoare:

a) perioada de limpezire nu trebuie să depășească o oră, iar durata totală a mineralizării nu trebuie să fie mai mică de două ore și jumătate. Dacă este necesar mai mult de o oră pentru obținerea clătirii, timpul de mineralizare trebuie mărit în consecință;

b) sulfatul de potasiu favorizează mineralizarea, fiindcă ridică temperatura de fierbere. Dacă volumul rezidual de  $H_2SO_4$  la sfîrșitul timpului de mineralizare este mai mic de 15 ml, există posibilitatea să fi survenit o pierdere de azot din cauza încălzirii exagerate. În cazul încălzirii cu gaz, se utilizează o placă dintr-un material izolant, prevăzută cu o deschidere circulară și cu un diametru astfel dimensionat încît flacăra directă să poată atinge doar partea balonului care se află sub suprafața lichidului din balon (punctul 5 subpunctul 5);

c) dacă în gâtul balonului intră particule negre și nu sînt spălate toate spre interiorul balonului cu acidul care se scurge, în timpul fazei inițiale de fierbere intensivă (scurgerea poate fi ajutată prin întoarcerea balonului), se lasă balonul să se răcească îndeajuns și se spală particulele cu o cantitate minimă de apă.

După aceasta se continuă mineralizarea după procedeul descris mai sus.

3) Dacă baloanele Kjeldahl s-au răcit, se adaugă 300 ml de apă în fiecare recipient, astfel încît să se spele toate particulele care aderă la gâtul balonului. Se amestecă cu grijă conținutul balonului, pînă la dizolvarea cristalelor care s-au separat. Se adaugă cîtiva regulatori de fierbere (punctul 5 subpunctul 2) pentru a se obține o fierbere omogenă. După aceasta se adaugă în fiecare balon 70 ml de soluție de hidroxid de sodiu (punctul 4 subpunctul 4) ținîndu-se balonul în poziție înclinată, astfel încît soluția de hidroxid de sodiu să formeze stratul inferior în balon. Se toarnă cu grijă, ca să nu se prelingă soluția în afară.

Volumul combinat de apă și de soluție de hidroxid de sodiu trebuie să fie de 370 ml, pentru a putea colecta aproximativ 150 ml de distilat înainte ca bulele de fierbere să apară la suprafața balonului (punctul 6 subpunctul 4). Dacă se adaugă o cantitate de soluție de hidroxid de sodiu mai mare, cu o concentrație mai mică de 47 % (m/m), volumul de apă adăugat trebuie să fie redus în mod proporțional.



Astfel, dacă se adaugă 85 ml de soluție de 40 % (m/m) sau 125 ml de soluție cu o concentrație de 30 % (m/m), volumul de apă adăugat trebuie să fie de 282, respectiv de 245 ml.

4) Se racordează imediat fiecare balon Kjeldahl la un aparat de distilare (punctul 5 subpunctul 6), asigurându-se că extremitatea tubului refrigeratorului se scufundă în 50 ml de soluție de acid boric (punctul 4 subpunctul 5) și 0,20 ml (5–6 picături) de indicator (punctul 4 subpunctul 6) conținute în balonul conic. Se agită fiecare balon Kjeldahl pentru a amesteca bine conținutul și se aduce la fierbere, mai întâi la foc mic, pentru evitarea formării excesive de spumă. După ce s-au obținut între 100 și 125 ml de distilat, se coboară fiecare balon Erlenmeyer pînă ce extremitatea tubului refrigeratorului se găsește cu aproximativ 40 mm deasupra gradăției de 200 ml. Se continuă fiecare distilare pînă ce apar bule de fierbere la suprafața balonului, după care se oprește brusc încălzirea. Se deconectează fiecare balon Kjeldahl și se clătește extremitatea fiecărui tub de evacuare al refrigeratorului cu puțină apă, colectîndu-se apa după clătire într-un balon Erlenmeyer.

Atenție la indicațiile următoare:

a) viteza de distilare trebuie să permită recoltarea a aproximativ 150 ml de distilat înaintea apariției bulelor de fierbere, corespunzînd unui volum total de aproximativ 200 ml în balonul Erlenmeyer;

b) eficacitatea fiecărui refrigerator trebuie să permită menținerea temperaturii lichidelor din fiecare balon sub 25°C în cursul distilării.

5) Se titrează fiecare distilat cu o soluție volumetrică (punctul 4 subpunctul 7) pînă la valoarea pH  $4,6 \pm 0,1$  utilizîndu-se un pH-metru și o biuretă automată. Adăugarea unui indicator permite verificarea corectitudinii procesului de titrare. Se notează valoarea indicată de fiecare biuretă cu o precizie de 0,01 ml, utilizîndu-se o lupă (punctul 5 subpunctul 10) pentru a evita erorile de paralaxă.

Titrare se poate face folosindu-se doar indicatorul. Se titrează pînă în momentul în care distilatul capătă culoarea unei soluții preparate recent din 150 ml de apă, la care se adaugă 50 ml de soluție de acid boric și 0,20 ml de indicator dintr-un balon Erlenmeyer (punctul 5 subpunctul 8).

6) Se face o probă-martor conform indicațiilor de la punctul 6 subpunctele 1) și 5) inclusiv, utilizîndu-se 5 ml de apă distilată cu aproximativ 0,1 g de zaharoză (punctul 4 subpunctul 8) în locul eșantionului de lapte.

Pentru titrarea distilatului martor este nevoie doar de o cantitate foarte mică de soluție volumetrică acidă normalizată (punctul 4 subpunctul 7).

7) Se verifică periodic fidelitatea rezultatelor prin efectuarea a două teste de recuperare, urmîndu-se indicațiile de la punctul 6 subpunctele 1) și 5).

a) Trebuie de avut grijă ca în cursul distilării să nu aibă loc pierderi de azot, ca urmare a căldurii excesive sau a unor scurgeri mecanice; pentru aceasta se utilizează o probă compusă din 0,15 g de oxalat de amoniu sau sulfat de amoniu (punctul 4 subpunctul 9), cîntărit cu o precizie de 0,001 g, și din 0,1 g de zaharoză (punctul 4 subpunctul 8).

Procentajul de azot recuperat trebuie să se situeze între 99–100 %.

Rezultatele inferioare sau superioare acestui interval sînt dovada unei erori de procedură și/sau a unei erori de concentrație a soluției normalizate (punctul 4 subpunctul 7).

b) Se verifică dacă procedura de mineralizare poate elibera întreaga cantitate de azot proteic, utilizîndu-se o probă compusă din 0,20 g de triptofan pur, 0,35 g de fenacetină sau 0,20 g de clorhidrat de lizină (punctul 4 subpunctul 10). Toți compușii trebuie să fie cîntăriți cu o precizie de 0,001 g. Procentajul de recuperare al azotului trebuie să fie de cel puțin 98–99 %.

## 7. Măsurile de securitate

În timpul manipulării acidului sulfuric concentrat, a hidroxidului de sodiu concentrat și a baloanelor Kjeldahl, trebuie să se poarte întotdeauna un șorț de laborator, ochelari de protecție și mănuși rezistente la acizi.

În cursul distilării, baloanele Kjeldahl sînt supravegheate în permanență.

Pentru a se evita riscurile, se va opri imediat distilarea dacă conținutul balonului începe să fiarbă foarte violent. În caz de pană la sistemul de încălzire al aparatului de distilare timp de mai mult de două, trei minute, se coboară balonul colector, astfel încît extremitatea refrigeratorului să iasă din lichid.

## 8. Exprimarea rezultatelor

### 1) Calcul și formulă

Se calculează conținutul de azot, în grame de azot la 100 g de produs, cu ajutorul formulei:

$$W_N = \frac{1,40 (V - V_0) C}{m},$$

unde:

N = conținutul de azot;

V = volumul în ml al soluției volumetrică acide normalizate folosite la dozaj;

V<sub>0</sub> = volumul în ml al soluției volumetrică acide normalizate folosite la proba martor;

c = concentrația în mol/l a soluției volumetrică acide normalizate (punctul 4 subpunctul 7);

m = masa în grame a probei.

Se rotunjește rezultatul cu 0,001 g pentru 100 g.

### 2) Fidelitate

a) Repetabilitate (r): 0,007 g la 100 g

b) Reproducibilitate (R): 0,015 g la 100 g

## 9. Mod de operare modificat

1) Utilizarea unui cuptor de calcinare în locul sistemului de mineralizare cu baloane Kjeldahl (punctul 5 subpunctele 5) și 1). În acest caz, pentru a evita eventualele pane, se verifică separat fiecare punct (punctul 6 subpunctul 7).

2) În locul încălzirii directe (punctul 6 subpunctul 4), se va folosi un sistem de distilare prin antrenarea vaporilor. Dacă aparatura nu permite folosirea apei distilate, apa folosită nu trebuie să conțină substanțe volatile acide sau alcaline.

3) Se poate folosi o probă de 1 g de lapte (semi-macro Kjeldahl) în loc de 5 g (punctul 6 subpunctul 1), cu condiția ca:

a) cantitățile de reactivi folosiți pentru mineralizare (punctul 6 subpunctul 1): 25 ml  $H_2SO_4$ , 1 ml  $CuSO_4$ , 5ml  $H_2O$ , 5ml  $K_2SO_4$  să fie reduse în mod proporțional (cu o cincime);

b) durata totală a mineralizării (punctul 6 subpunctul 2) să fie redusă la 75 de minute;

c) cantitatea de hidroxid de sodiu (punctul 6 subpunctul 3) să fie redusă în mod proporțional (cu o cincime);

d) să se utilizeze o soluție acidă normalizată (punctul 4 subpunctul 7) de o concentrație mai mică (0,02–0,03 mol/l).

Utilizarea uneia sau alteia dintre aceste opțiuni este acceptabilă doar cu condiția ca repetabilitatea (punctul 8 subpunctul 2) litera a) și rezultatele celor două teste de control al preciziei (punctul 6 subpunctul 7) să corespundă valorilor fixate de normă.

Anexa nr. 6  
la Metodologia de analiză și  
testare a laptelui tratat termic  
destinat consumului uman direct

## **DETERMINAREA CONȚINUTULUI TOTAL DE PROTEINE DIN LAPTELE TRATAT TERMIC**

### **1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Capitolul de față descrie metoda de referință pentru determinarea conținutului de proteine al laptelui tratat termic.

### **2. Definiție**

Conținutul total de proteine al laptelui: valoarea obținută prin înmulțirea cu un factor corespunzător (punctul 3) a conținutului total de azot, exprimat în procente de masă, determinat prin metoda descrisă în anexa nr. 5 (punctul 3).

### **3. Calcul**

Conținutul total de substanțe proteice al laptelui =  $6,38 \times$  conținutul total în azot al laptelui în procente.

Anexa nr. 7  
la Metodologia de analiză și  
testare a laptelui tratat termic  
destinat consumului uman direct

## **Determinarea masei volumice a laptelui crud, a laptelui integral, a laptelui parțial degresat și a laptelui degresat la 20°C**

### **1. Obiectul și domeniul de aplicare**

Prezentul capitol descrie metoda de referință pentru determinarea masei volumice a laptelui crud, a laptelui integral, a laptelui parțial degresat și a laptelui degresat la 20°C.

### **2. Definiție**

Masa volumică a laptelui este masa unui anumit volum de lapte la 20°C, raportată la acest volum.

### **3. Principiu**

Masa volumică la 20°C este determinată prin areometrie.

### **4. Aparatură și sticlărie de laborator**

Material obișnuit de laborator și, în special:

#### 1) areometru

Areometrul de masă volumică este un instrument compus dintr-un flotor de sticlă, lat și lestat la extremitatea sa inferioară, și dintr-o tijă cilindrică de sticlă, sudată în partea superioară a flotorului și coaxială cu acesta, extremitatea superioară a tijei fiind închisă.

Flotorul de sticlă conține lestul (plumb, mercur etc.) pentru ajustarea masei areometrului. Tijă include o scală gradată de la 1,025 la 1,035 g/ml.

Areometrul trebuie verificat prin metoda picnometrică, se folosește un picnometru cu o capacitate de aproximativ 100 ml, dotat cu un termometru de mare precizie;

2) eprubete cilindrice (din sticlă sau oțel inoxidabil) cu următoarele dimensiuni minimale:

a) diametrul interior al cilindrului: aproximativ 35 mm;

b) înălțimea interioară a cilindrului: aproximativ 225 mm;

3) baie de apă reglată la  $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$ ;

4) baie de apă reglată la  $40 \pm 2^\circ\text{C}$ ;

5) termometru gradat la intervale de cel puțin  $0,5^\circ\text{C}$ .

## 5. Mod de operare

1) Se omogenizează eșantionul întorcându-se recipientul, pentru a dispersa substanțele grase. Se introduce eșantionul în baia de apă (punctul 4 subpunctul 4) și se ține pînă cînd atinge 40°C, apoi încă 5 minute la aceeași temperatură. Se amestecă bine, prin întoarceri succesive, pentru a se obține o distribuie omogenă a substanțelor grase. Se răcește la 20°C în a doua baie de apă (punctul 4 subpunctul 3).

2) Se omogenizează bine eșantionul prin întoarcerea recipientului, evitîndu-se însă încorporarea de aer. Se varsă laptele în eprubeta cilindrică (punctul 4 subpunctul 2), se menține în poziție înclinată pentru a se evita formarea spumei sau a bulelor. Se va utiliza o cantitate suficientă de lapte pentru a provoca debordarea lichidului în momentul introducerii areometrului (punctul 4 subpunctul 1) în eprubetă. Se scufundă cu grijă areometrul în lapte și se lasă să plutească liber, pînă ce își găsește punctul de echilibru. Se așază eprubeta în poziție verticală.

Areometrul trebuie plasat în mijlocul coloanei de lichid și nu trebuie să atingă pereții eprubetei.

3) Dacă areometrul și-a atins punctul de echilibru, se citește gradația în partea superioară a meniscului.

4) Imediat după citirea areometrului, se introduce termometrul (punctul 4 subpunctul 5) în eșantion și se citește temperatura cu o precizie de 0,5°C. Temperatura nu trebuie să se depărteze cu mai mult de ± 2°C de 20°C.

## 6. Corecția temperaturii

Dacă temperatura laptelui supus analizei nu este de exact 20°C în momentul măsurării masei volumice, rezultatul trebuie corectat adunîndu-se la masa volumică citită 0,0002 pentru fiecare grad Celsius peste 20°C sau scăzîndu-se 0,0002 pentru fiecare grad Celsius sub 20°C. Această corecție este valabilă doar dacă temperatura eșantionului se depărtează cu maximum 5°C de 20°C.

## 7. Exprimarea rezultatelor

Calcularea masei volumice a eșantionului, exprimată în g/ml de lapte degresat la 20°C, se face după formula următoare:

$$\frac{1000 \times mv - MG \times mv}{1000 - MG \times \frac{mv}{0,92}} = 0,92 mv \frac{(1000 - MG)}{920 - MG \times mv}$$

unde:

mv = masa volumică a eșantionului, obținută prin citirea areometrului (punctul 5 subpunctul 4) în g/l;

MG = conținutul de substanțe grase al eșantionului (g/l);

0,92 = densitatea substanțelor grase.

**8. Fidelitate**

- 1) Repetabilitate (r): 0,0003 g/ml;
- 2) Reproductibilitate (R): 0,0015 g/ml

**Notă informativă**  
**privind elaborarea proiectului Hotărîrii Guvernului pentru aprobarea**  
**Metodologiei de analiză și testare a laptelui tratat termic**  
**destinat consumului uman direct**

Prezentul proiect de hotărîre a Guvernului este elaborat în scopul stabilirii unor metode de referință în materie de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct, ce impune stabilirea metodelor care să permită determinarea substanței uscate, a conținutului de substanțe grase, a conținutului de substanțe uscate degresate, a conținutului în azot total, a conținutului de proteine și a masei volumice.

Metodele menționate cuprind în special stabilirea procedeelelor de analiză și criteriilor de fidelitate, în scopul asigurării unei interpretări uniforme a rezultatelor.

Totodată, necesitatea elaborării și promovării proiectului de hotărîre a Guvernului pentru aprobarea Metodologiei de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct este condiționată de procesul de armonizare a legislației Republicii Moldova cu legislația comunitară în conformitate cu legea nr. 112 din 02.07.2014 pentru ratificarea Acordului de Asociere între Republica Moldova pe de o parte, și Uniunea Europeană și Comunitatea Europeană a Energiei Atomice și statele membre ale acestora, pe de altă parte, precum și întru executarea Planului național de acțiuni pentru implementarea Acordului de Asociere Republica Moldova–Uniunea Europeană în perioada 2017–2019, aprobat prin Hotărîrea Guvernului nr. 1472 din 30.12.2016.

Astfel, Republica Moldova își apropie treptat legislația sanitară și fitosanitară și cea în domeniul bunăstării animalelor de legislația Uniunii Europene, în conformitate cu anexa XXIV-B la Acord, Capitolul 4, Măsuri Sanitare și Fitosanitare, prin transpunerea Deciziei Consiliului 92/608 CEE din 14 noiembrie 1992 privind stabilirea anumitor metode de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct, menționându-se și faptul că, a fost elaborat tabelul de concordanță în care s-a analizat comparativ gradul de transpunere al acestuia, în legislația națională.

Astfel, din concluziile expertizei de compatibilitate reieșite în urma evaluării realizate, proiectul național și-a atins finalitatea propusă asigurând transpunerea corespunzătoare a Deciziei Consiliului 92/608/CEE din 14 noiembrie 2014 privind stabilirea anumitor metode de analiză și testare a laptelui tratat termic destinat consumului uman direct.

Prezentul proiect de hotărîre a Guvernului nu implică cheltuieli financiare din cadrul bugetului de stat. Toate cheltuielile adiționale care vor surveni, vor fi alocate în limita mijloacelor financiare aprobate în legea bugetară anuală.

Prezentul proiect de act normativ nu are impact asupra activității de întreprinzător și nu necesită elaborarea analizei impactului de reglementare.

În contextul celor expuse, considerăm oportun și necesar examinarea și aprobarea proiectului emis spre avizare.

**Ministru**



**Liviu VOLCONOVICI**