



Leitfaden zur Bestimmung des Gefrierpunktes. Referenzverfahren mit dem Thermistor- Kryoskop

1 Allgemeines

Die Gefrierpunktuntersuchung wird in der EU- Hygienerichtlinie 92/46 EWG vorgeschrieben. Der EN ISO- Standard wurde überarbeitet und an die neuen Anforderungen angepasst. Die nachfolgenden Ausführungen beziehen sich auf die

EN ISO 5764: 2002/ IDF- Standard Nr. 108

Bei diesem Referenzverfahren ist die Verwendung von Geräten erforderlich, die ein Plateau messen.

Für Routinemessungen können andere Thermistor- Kryoskopie- Verfahren (z.B. Festzeit) verwendet werden, die aber nicht Inhalt dieses Leitfadens sind.

Einzelheiten hierzu im Anhang B der EN ISO 5764.

2 Anwendungsbereich

Dieser Leitfaden legt allgemeine Kriterien fest, die bei der praktischen Durchführung der Gefrierpunktbestimmung mit dem Thermistor- Kryoskop nach der internationalen Norm EN ISO 5764 einzuhalten sind. Der Gefrierpunkt von Milch kann zur Abschätzung des Anteils von Fremdwasser in Milch verwendet werden.

Angaben zu Methodenbeschreibung, Chemikalien, die technische Geräteausstattung und sonstige Details entnehmen sie bitte der EN ISO 5764.

Abweichungen von der Norm sind entsprechend begründet und dokumentiert.

3 Probenvorbereitung

- Die Probenahme ist nicht Bestandteil dieses Leitfadens. Es ist jedoch wichtig, dass dem Labor eine Probe zur Verfügung gestellt wird, die tatsächlich repräsentativ ist und die während des Transportes oder Lagerung nicht beschädigt oder verändert wurde. Eine sinnfällig veränderte Probe ist von der Untersuchung auszuschließen.
- Falls erforderlich, dürfen die Proben bei einer Temperatur von 0 –6 ° Celsius aufbewahrt werden. Die Proben sollten sofort nach Eintreffen im Labor untersucht werden.
Abweichend von der Norm wird für Milchgüteproben eine Lagertemperatur von +2 bis +8 ° Celsius toleriert.
- Zu Beginn der Untersuchung sollten die Untersuchungsproben und die Natriumchlorid-Standardlösungen die gleiche Temperatur aufweisen.



4 Durchzuführende Kontrollen im Routinebetrieb

4.1 Chemikalien und Arbeitslösungen

Bei der Vorbereitung der Arbeitslösungen sind die Herstellerangaben einzuhalten. Die Rückverfolgbarkeit der eingesetzten Chemikalienchargen muß gewährleistet sein.

4.2 Überprüfung der Funktionsfähigkeit

4.2.1 Täglich durchzuführende Kontrollen

4.2.1.1 Startroutine

Vorbereitung des Untersuchungsgerätes zur Untersuchung

- Die Vorprüfungen der Geräte werden nach Maßgabe der Herstelleranweisungen durchgeführt.
- Es sind anerkannte und spezifische Reagentien nach Angabe des Herstellers zu verwenden.
- Zur Überprüfung der Kalibrierung sind die vom Hersteller angegebenen NaCl-Standardlösungen zu verwenden. (z.B. die NaCl- Standardlösung: $-0,512\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-0,521\text{ }^{\circ}\text{C}$). Vor jeder Bestimmungsreihe ist der Gefrierpunkt einer NaCl- Standardlösung so oft zu messen, bis die Differenz der bei zwei aufeinander folgenden Bestimmungen erhaltenen Werte höchstens $1\text{ m}^{\circ}\text{Celsius}$ beträgt.
- Falls das arithmetische Mittel der beiden Ergebnisse der Gefrierpunktbestimmungen der verwendeten NaCl- Standardlösung um mehr als $2\text{ m}^{\circ}\text{Celsius}$ vom Sollwert abweicht, ist das Kryoskop neu zu kalibrieren.

Kalibrierung des Thermistor- Kryoskops

- Es ist sicherzustellen, dass das Kryoskop nach den Anweisungen des Herstellers betriebsfähig ist.
- Die Lage der Sonde (gleicher Abstand zum Probenglas), die Vibrationsamplitude der Röhreinrichtung (ca. 2-3 mm Ausschlag) sind zu überprüfen. Die Überprüfung der Temperatur der Kühleinrichtung ($- 7,0 \pm 0,5^{\circ}\text{Celsius}$) erfolgt automatisch. Bei Abweichung bringt das Gerät eine Fehlermeldung.
- Es sind zwei NaCl- Standardlösungen (z.B. $-0,408\text{ }^{\circ}\text{C}$ und $-0,600\text{ }^{\circ}\text{C}$) auszuwählen, die den zu erwartenden Gefrierpunkt der zu prüfenden Milch eng einschließen. Die Gefrierpunktdifferenz der beiden ausgewählten NaCl- Standardlösungen muss mindestens $100\text{ m}^{\circ}\text{Celsius}$ betragen.



- Es ist darauf zu achten, dass die Temperatur der ausgewählten NaCl- Standardlösungen und der Untersuchungsprobe annähernd gleich sind.
- $2,5 \pm 0,1$ ml der NaCl- Standardlösungen werden in saubere, trockene Probengläschen gegossen und das Gerät nach den Anweisungen des Herstellers kalibriert.
- Es sind Probengläschen des gleichen Typs zu verwenden wie bei der Untersuchung der Probe.

4.2.1.2 Untersuchung von Routineproben:

- Das Probenbehältnis wird vorsichtig gestürzt und mehrfach umgeschwenkt, um dessen Inhalt durchzumischen. Dabei ist Lufteinschluss zu vermeiden.
- Für die Untersuchung sind $2,5 \pm 0,1$ ml der vorbereiteten Probe in ein sauberes und trockenes Probengläschen abzufüllen. Es ist sicherzustellen, dass die Sonde und die Rührereinrichtung sauber und trocken sind.
- Nach Einsetzen des Probengläschens ins Kryoskop wird das Gerät zum Kühlen der Einwaage eingeschaltet und der Gefriervorgang bei $-3,0 \pm 0,1^\circ$ Celsius eingeleitet.
- Das Plateau ist erreicht, wenn der Temperaturanstieg während der letzten 20 Sekunden $0,5^\circ$ Celsius nicht übersteigt.
- Falls der Gefriervorgang eingeleitet wird bevor eine Temperatur von $-3,0 \pm 0,1^\circ$ Celsius erreicht ist, ist die Untersuchung abzubrechen und zu wiederholen.
- Die Thermistorsonde und Rührereinrichtung ist bei manuellen Geräten nach jeder Bestimmung mit Wasser zu spülen und anschließend mit einem weichen, sauberen und nicht fasernden Tuch abzuwischen. Bei automatischen Geräten ist sicherzustellen, dass nach jeder Bestimmung die Haftmilch von der Thermistorsonde und Rührereinrichtung entfernt wird.
- Von der Untersuchungsprobe ist eine zweite Bestimmung durchzuführen. Wenn die beiden Gefrierpunkte um mehr als den Wert der Wiederholgrenze (nicht häufiger als in 5 % der Fälle $> 4 \text{ m}^\circ \text{C}$) voneinander abweichen, sind die Ergebnisse zu verwerfen und eine erneute Doppelbestimmung durchzuführen.
- Falls das Kryoskop ununterbrochen verwendet wird, ist die Kalibrierung mindestens stündlich mit einer NaCl- Standardlösung zu überprüfen.
- Zuverlässigkeit der Methode:
 - Wiederholpräzision: nicht häufiger als in 5 % der Fälle $> 4 \text{ m}^\circ \text{C}$.
 - Vergleichspräzision : nicht häufiger als in 5 % der Fälle $> 6 \text{ m}^\circ \text{C}$.



- **Mittelwert- Berechnung**
Die Untersuchungsergebnisse für den Gefrierpunkt werden auf drei Dezimalstellen angegeben. Die Mittelwerte sind wie folgt zu runden: Wenn als vierte Dezimalstelle die Zahl 5 auftritt, ist die dritte Dezimalstelle auf die nächste gerade Zahl zu ändern.

Beispiele zum Runden der Mittelwerte:

Ergebnis 1	Ergebnis 2	Mittelwert
-0,540	-0,542	-0,541
-0,541	-0,542	-0,542
-0,540	-0,541	-0,540

5. Empfehlungen

5.1 Maßnahmen bei Überschreitung der Grenzwerte

Werden die angegebenen Toleranzen nicht eingehalten, sind Gerät und Reagentien gemäß Anleitung des Herstellers zu prüfen, die Ursachen zu beheben und die Geräteüberprüfung zu wiederholen.

Es wird auf das jeweilige Qualitätsmanagement verwiesen, wie zu verfahren ist, wenn die Grenzwerte nicht eingehalten werden. Alle Kontrollen sind im Qualitätsmanagementsystem zu dokumentieren.

5.2 Wartungsarbeiten am Thermistor- Kryoskop

5.2.1 Monatlich:

- Luftfilter reinigen bzw. bei Bedarf austauschen

5.2.2 Vierteljährlich:

- Kühlmittel austauschen

5.2.3 Halbjährlich:

1. Rührstab und Halterung austauschen

5.2.4 Jährlich:

- Magnetspule austauschen



6. Mitgeltende Dokumente

- EN ISO 5764
- Betriebsanweisung des Herstellers

7. History- Chart

- Version 1.01. vom 22.06.2004, Originalversion