



# Leitfaden zur Routineuntersuchung von Milchinhaltsstoffen mit dem Infrarot-Gerät

## 1 Allgemeines

Die Ermittlung der Werte bestimmenden Parameter der Anlieferungsmilch ist von hoher wirtschaftlicher Bedeutung. Deshalb nimmt die infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung einen besonderen Stellenwert ein.

Alle Gehaltsangaben von Fett, Eiweiß und Laktose werden als Massenanteile in Prozent (früher: g/100 g) angegeben

**Abweichungen von der Guideline sind entsprechend begründet und dokumentiert.**

## 2 Anwendungsbereich

Dieser Leitfaden legt allgemeine Kriterien fest, die bei der infrarot-spektrophotometrischen Bestimmung in Rohmilch nach der aktuell gültigen Fassung der internationalen Guideline ISO 9622 / IDF 141 einzuhalten sind. Ganz besonderer Wert wird dabei auf die Überprüfung der Funktionsfähigkeit der Untersuchungsgeräte gelegt.

## 3 Probenvorbereitung

Die Proben werden bis zur Untersuchung bei 0 bis + 6 °C gelagert

**Abweichend von der Norm wird eine Lagerungstemperatur von +2° bis + 8 °C akzeptiert.**

Alle zur Messung kommenden Proben sind einer Sichtprüfung zu unterziehen. Sinnfällig veränderte Proben sind von der Untersuchung auszuschließen.

Die Probenvorbereitung erfolgt analog der Bedienungsanleitung der Gerätehersteller. Das Durchmischen der Probe vor der Analyse hat so zu erfolgen, dass die Milch nicht in den zu bestimmenden Parametern verändert wird.

## 4 Durchzuführende Kontrollen im Routinebetrieb

Für die verschiedenen Geräteüberprüfungen und Wartungsarbeiten sind die Anweisungen der Herstellerfirma zu berücksichtigen.

### 4.1 Chemikalien und Arbeitslösungen

Bei der Vorbereitung der Arbeitslösungen sind die Herstellerangaben einzuhalten. Die einge-



setzten Chemikalienchargen werden in einem Formular vermerkt (Bezeichnung, Chargennummer, Verfall, Datum Wareneingang, erster und letzter Einsatz).

## **4.2 Überprüfung der Funktionsfähigkeit**

### **4.2.1 Täglich durchzuführende Kontrollen**

#### **4.2.1.1 Startroutine**

##### **Vorbereitung des Untersuchungsgerätes zur Untersuchung**

- Laut Herstellerangaben.

##### **Proben zur Gerätstabilisierung**

- Mindestens 10 Einzelmessungen durchführen.
- Von diesen Proben kann die Standardabweichung der Wiederholbarkeit berechnet werden (siehe „Periodische Arbeiten“ – Überprüfung der Wiederholbarkeit).

##### **Nullpunkt**

- Mindestens 5 Einzelmessungen durchführen.

##### **Zulässige Abweichung vom Nullpunkt:**

Fett:	$\pm 0,02 \%$
Eiweiß:	$\pm 0,02 \%$
Laktose:	$\pm 0,02 \%$
Gefrierpunkt:	$\pm 2 \text{ m } ^\circ \text{ Celsius}$
pH:	$\pm 0,02$
Harnstoff:	$\pm 20 \text{ mg/L}$

##### **Messniveauüberprüfung**

- Vor Untersuchungsbeginn ist mindestens ein Referenzstandard und/oder eine Pilotprobe mind. 3-fach zu untersuchen.

- Die zulässigen Toleranzen des Mittelwertes zum Referenz- oder Vorgabewert sind:

Fett:	$\pm 0,03 \%$
Eiweiß:	$\pm 0,03 \%$
Laktose:	$\pm 0,03 \%$
Gefrierpunkt:	$\pm 5 \text{ m } ^\circ \text{ Celsius}$
pH:	$\pm 0,04$
Harnstoff:	$\pm 35 \text{ mg/L}$



### **Festlegung Vorgabewert Pilotprobe**

Als Pilotprobe ist eine frische unbehandelte Rohmilch mit normaler Zusammensetzung und guter Qualität zu verwenden. Sie wird in der Startroutine und zur laufenden Überwachung der Messgeräte eingesetzt. Sie kann je nach Verwendungszweck konserviert oder unkonserviert eingesetzt werden. Die davon abhängigen Lager- und Haltbarkeitsbedingungen sind zu beachten.

Von jeder Charge ist die Homogenität zu überprüfen. Von 5 % der Proben, welche zufällig ausgewählt werden, ist mit dem Infrarotgerät eine Fettbestimmung durchzuführen. Bei Verwendung von automatischen Abfüllsystemen und größeren Abfüllmengen kann der Prozentanteil reduziert werden, muss aber mindestens 1 % betragen. Die Standardabweichung muss  $< 0,015$  % sein (Empfehlung für die Praxis: maximale absolute Abweichung vom Sollwert  $\pm 0,02$  %). Ist die Homogenität einer Charge nicht ausreichend, muss diese verworfen werden, und unter Umständen ist eine neue Milch vorzubereiten.

Zur Bestimmung der Inhaltsstoffkonzentrationen und des Gefrierpunktes können die jeweils anerkannten Referenzverfahren angewendet werden. Alternativ empfiehlt es sich, die Vorgabewerte durch eines oder mehrerer mittels Referenzstandards und / oder Pilotproben überprüfter Infrarotgeräte mit mindestens 6 Messungen und Mittelwertbildung aller Einzelwerte zu bestimmen.

Die vorbereiteten Pilotproben werden bis zum Zeitpunkt der Verwendung bei  $+2$  bis  $+8$  ° Celsius gelagert.

#### **4.2.1.2 Routinekontrollen**

##### **Pilotprobenuntersuchung – Überprüfung der Messstabilität**

- Nach 50 Proben ist im Routinebetrieb mind. eine Pilotprobe zu untersuchen (spätestens jedoch nach 150 Proben).
- Die zulässigen Toleranzen zum Vorgabewert der Pilotprobe sind:

Fett:	$\pm 0,05$ %
Eiweiß:	$\pm 0,05$ %
Laktose:	$\pm 0,05$ %
Gefrierpunkt:	$\pm 5$ m ° Celsius
pH:	$\pm 0,05$
Harnstoff:	$\pm 40$ mg/L

Werden die oben genannten Toleranzen überschritten wird mind. eine neue Pilotprobe angewärmt und untersucht. Wird die Abweichung bestätigt, muss das Geräteproblem behoben und nach einer Validierung mittels Pilotprobe/n der Probenzyklus wiederholt werden.

**Im IDF-Standard wird die Qualitätsregelkarte für den Einzel- und den kumulativen**



### **Mittelwert vorgeschrieben.**

**Abweichend zum IDF- Standard wird die Qualitätsregelkarte mit Vertrauensbereichen nur für den Einzelwert und nicht für den kumulativen Mittelwert vorgesehen. Der Grund dafür ist, dass die derzeitige Software keinen Ausreißertest durchführt.**

### **Nullpunkt**

- Die Nullpunktkontrolle ist im Routinebetrieb spätestens nach 300 Proben durchzuführen.
- Mindestens 5 Einzelmessungen durchführen.

Grenzwerte gelten wie unter Punkt: 4.2.1.1 Nullpunkt.

### **Überprüfung des Homogenisators**

Die Effizienz des Homogenisators ist bei Geräten, welche mit dem Parameter H-Index oder anderen Überwachungsparametern für den Homogenisator ausgestattet sind, täglich zu überwachen. Der Mittelwert des Parameters H- Index oder alternativen Parameter von mindestens 400 Proben muss den Vorgaben des Geräteherstellers entsprechen. Wird der Grenzwert nicht eingehalten, ist der Homogenisator zu überprüfen ggf. auszutauschen.

Bei Geräten ohne H-Index ist monatlich die Effizienz des Homogenisators zu überprüfen. (siehe monatliche Überprüfung)

### **4.2.2 Wöchentlich**

#### **Überprüfung der Wiederholbarkeit**

- Mindestens 5 Einzelmessungen durchführen.
- Zulässige Toleranzen der Wiederholbarkeit:  
Fett:  $r \leq 0,04 \%$   
Eiweiß:  $r \leq 0,04 \%$   
Laktose:  $r \leq 0,04 \%$

#### **Überprüfung der Verschleppung**

- Nach einer Spülung und Nullpunktkontrolle wird eine Rohmilchprobe (z.B. Pilotprobe) zwei mal hintereinander untersucht
- Maximal zulässige Abweichungen zwischen diesen 2 Untersuchungsergebnissen sind:  
Fett:  $\pm 0,05 \%$   
Eiweiß:  $\pm 0,05 \%$   
Laktose:  $\pm 0,05 \%$



Gefrierpunkt:  $\pm 5 \text{ m } ^\circ\text{C}$

### Überprüfung der Gerätekalibrierung (Slope/ Intercept)

- Die Kontrolle der Kalibrierung von Fett und Eiweiß ist mindestens monatlich und nach Wartungs- oder Reparaturarbeiten durchzuführen.
- Die Überprüfung für Fett und Eiweiß erfolgt abweichend von der ISO Guideline 9622 mit mindestens 4 Standards welche referenzanalytisch durch mehrere verschiedene akkreditierte Labore bestimmt wurden und den erforderlichen Messbereich für Rohmilch abdecken.
- Zulässige Toleranzen zum Referenzwert:

Fett:	$\pm 0,03 \%$
Eiweiß:	$\pm 0,03 \%$
Laktose:	$\pm 0,03 \%$
Gefrierpunkt:	$\pm 5 \text{ m } ^\circ\text{Celsius}$
pH:	$\pm 0,04$
Harnstoff:	$\pm 35 \text{ mg/L}$
- Werden die zulässigen Toleranzen zum Referenzwert nicht eingehalten, ist die Gerätekalibrierung über eine Regressionsanalyse zu überprüfen. Durchführung erfolgt laut Angaben der Gerätehersteller, siehe Anlage 1.

### 4.2.3 Monatlich

#### Monatliche Überprüfung der Gerätekalibrierung für Gefrierpunkt

Wird kein Referenzmaterial für den Gefrierpunkt eingesetzt, so ist alternativ monatlich (empfehlenswert wöchentlich) das Gerät zu kalibrieren:

- Vergleichsmessung von 10 verschiedenen Milchproben guter Qualität zwischen Kryoskop und Infrarotgerät durchführen. Beim Kryoskop ist eine Doppeluntersuchung durchzuführen.
- Auswertung
  - Die Standardabweichung der 10 Differenzen ( $S_D$ ) zwischen spektrometrischen und kryoskopischen Messwerten muss  $\leq 6 \text{ m } ^\circ\text{C}$  sein.
  - Der Mittelwert der Differenzen muss im Bereich  $\pm 3 \text{ m } ^\circ\text{Celsius}$  liegen.

### Überprüfung des Homogenisators

Bei Geräten ohne den Parameter H- Index oder alternativen Überwachungsparametern ist monatlich die Effizienz des Homogenisators mit einer unbehandelten Rohmilchprobe zu überprüfen. Eine ausreichende Menge Rohmilch wird auf Untersuchungstemperatur



angewärmt.

### Ablauf:

- 5 Einzelmessungen (System wird vorgespült)
- Anschließend mindestens 20 Einzelmessungen durchführen. Beim Abflussschlauch wird jener Teil der Milch gesammelt, welcher homogenisiert wurde. Diese gesammelte homogenisierte Milch wird wieder auf Untersuchungstemperatur angewärmt und 5-fach nachuntersucht.
- Auswertung:
  - Mittelwertbildung der 20 unhomogenisierten Proben
  - Mittelwertbildung der 5 homogenisierten Proben

Die Differenz der beiden Mittelwerte darf den Grenzwert laut ISO/IDF- Standard nicht überschreiten (Grenzwert = Fettgehalt { % } \* 0,01)  
d.h. bei einem Fettgehalt von 4,0 % maximal 0,04 %.

- Dieser Test kann auch über die Wiederholbarkeitsprüfung homogenisierter Milch und unhomogenisierter Rohmilch durchgeführt werden.
- Zusätzlich kann die Fettkügelchengröße mikroskopisch beurteilt werden (Fettkügelchengröße sollte einheitlich sein).

### Verschleppungsprüfung:

Die Überprüfung erfolgt durch insgesamt 20 aufeinanderfolgende Messungen von Wasser und Rohmilch oder homogenisierter Vollmilch (5 \* (Wasser, Wasser, Milch, Milch)). Die Berechnung der Verschleppung erfolgt bei den Parametern Fett, Eiweiß, Laktose und Gefrierpunkt.

Berechnung Spüleffekt:

$$E_W = (\Sigma M_2 - \Sigma M_1) * 100 / (\Sigma M_2 - \Sigma W_2)$$

$$E_M = (\Sigma W_1 - \Sigma W_2) * 100 / (\Sigma M_2 - \Sigma W_2)$$

$M_1$  – Summe erster Wert der Milch

$M_2$  – Summe zweiter Wert der Milch

$W_1$  – Summe erster Wert für Wasser

$W_2$  – Summe zweiter Wert für Wasser

} Jeweils bei  
gleichem Parameter

Anforderung an E bei jedem Parameter: < 1 % (entspricht einer Verschleppung von maximal 1 %).



## 5. Empfehlungen

### 5.1 Durchzuführende Kontrollen

#### **Linearitätsprüfung:**

**Nach Angaben einiger Hersteller ist die Linearitätsprüfung ihrer IR-Analysengeräte nach ISO-Guideline nicht mehr notwendig –. Angaben der Gerätehersteller beachten.**

#### **Wasserdampf / Silikagel:**

Der Austausch der Trocknungsmittel ist von der Geräteart und den klimatischen Bedingungen im Laboratorium abhängig. In erster Linie sind die Anweisungen des Herstellers zu beachten.

**Die Abweichung zum IDF- Standard ist begründet, weil bei einer zu häufigen Kontrolle eher Feuchtigkeit in das System eindringen und dadurch Probleme verursachen kann.**

### 5.2 Maßnahmen bei Nichteinhalten der Grenzwerte

Werden Toleranzen nicht erreicht, sind Gerät und Untersuchungsreagenzien zu sperren und gemäß Anleitung des Herstellers auf Fehlermöglichkeiten zu prüfen, die Ursachen zu beheben und der Gerätecheck zu wiederholen. Kann die Ursache durch das Bedienungspersonal nicht ermittelt bzw. nicht behoben werden, entscheidet der Labor- oder Bereichsleiter über das weitere Vorgehen.

### 5.3 Wartungsarbeiten

In regelmäßigen Abständen sollten alle eingesetzten Untersuchungsgeräte gewartet werden, um einem plötzlichen Geräteausfall in der Routine vorzubeugen. Empfohlen wird, dies durch Techniker der jeweiligen Gerätehersteller ausführen zu lassen. Hinweis: Das Intervall der Wartungsarbeiten ist abhängig von der Anzahl der untersuchten Proben und kann deshalb je nach Gerätelaufzeit variieren!

## 6. Mitgeltende Dokumente

Diese Kontrollen sind als Erweiterung zur aktuell gültigen ISO 9622 / IDF-Standard 141 und den Anweisungen der Herstellerfirma zu verstehen.

## 7. History- Chart

- Version 1.01. vom 22.06.2004, Originalversion
- Version 1.02 vom 06.04.2005, Aufnahme der Parameter pH, Gefrierpunkt und Harnstoff



- Version 1.03 vom 24.04.2012, Aktualisierung zur revidierten Norm ISO 9622 / IDF 141C, Streichung Filtergeräte, Wegfall Gerätehersteller- Spezifizierung





## Anlage 1

### **Überprüfung der Gerätekalibrierung (Slope/ Intercept) nach Herstellerangaben:**

#### **FOSS: Regressionsanalyse über Fossmodul des FOSS Integrators:**

- Formular „Schlüsselwerte für Slope/ Intercept“ öffnen
- Die Angaben von „Genauigkeit (rel)“ (=VK) überprüfen. Ist der „vorgeschlagene“ Wert um mindestens 20 % besser als der „aktuelle“ Wert, ist eine Kalibrierung durchzuführen. Der „vorgeschlagene“ Wert muss aber immer  $< 1$  sein, andernfalls ist die Kalibrierung zu verwerfen.

#### **FOSS: Milcoscan 4000 - Regressionsanalyse über Fossmodul:**

- Die Angaben von „Std. Error“ (=Sd) überprüfen. Ist der „vorgeschlagene“ Wert um mindestens 20 % besser als der „aktuelle“ Wert, ist eine Kalibrierung durchzuführen. Der „vorgeschlagene“ Wert muss aber immer  $< 0,04$  sein, andernfalls ist die Kalibrierung zu verwerfen.

Alternativ kann über ein externes Modul der Achsenabschnitt und die Steigung berechnet werden. Folgende Grenzwerte sind einzuhalten:

- Achsenabschnitt maximale absolute Differenz von 0,03 %
- Steilheit maximale absolute Differenz

Fett: 0,015 %  
Eiweiß: 0,025 %  
Laktose: 0,030 %

#### **Bentley: FTS – Regressionsanalyse über Bentley Interface**

- Die Angaben von Genauigkeit (rel.) überprüfen. Ist der "vorgeschlagene" Wert um mindestens 20% besser als der "aktuelle" Wert, ist eine Kalibrierung durchzuführen. Der "vorgeschlagene" Wert muss aber immer  $< +/- 0,04$  % absolut zum Referenzwert sein, andernfalls ist die Kalibrierung zu verwerfen.