



Leitfaden zur Routineuntersuchung von Milchinhaltsstoffen mit dem Infrarot-Gerät

1 Allgemeines

Die Ermittlung der wertbestimmenden Parameter der Anlieferungsmilch ist von hoher wirtschaftlicher Bedeutung. Deshalb nimmt die Infrarot-Spektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung einen besonderen Stellenwert ein.

In Übereinstimmung mit der geltenden Norm, werden alle Gehaltsangaben in g/100 g angegeben. Diese entsprechen den in der Praxis verwendeten Prozentangaben.

Abweichungen von der Norm sind entsprechend begründet und dokumentiert.

2 Anwendungsbereich

Dieser Leitfaden legt allgemeine Kriterien fest, die bei der Infrarot-Spektrophotometrischen Bestimmung in Rohmilch nach der internationalen Norm ISO 9622:1999 (Bestimmung des Milchfett-, Protein- und Lactosegehaltes) / IDF 141C:2000 (Determination of milkfat, protein and lactose content) 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 Wiederholbarkeit berechnet werden (siehe „Periodische Arbeiten“ – Überprüfung der Wiederholbarkeit)

Nullpunkt

- Mindestens 5 Einzelmessungen durchführen
- Zulässige Abweichung vom Nullpunkt:

Fett:	$\pm 0,02$ g / 100 g
Eiweiß:	$\pm 0,02$ g / 100 g
Laktose:	$\pm 0,02$ g / 100 g
Gefrierpunkt:	± 2 m ° Celsius
pH:	$\pm 0,02$
Harnstoff:	± 20 mg/l

Messniveauüberprüfung

- Vor Untersuchungsbeginn ist mindestens eine Referenzmilch und/oder Pilotprobe 3-fach zu untersuchen
- Die zulässigen Toleranzen des Mittelwertes zum Referenz- oder Vorgabewert sind:

Fett:	$\pm 0,03$ g / 100 g
Eiweiß:	$\pm 0,03$ g / 100 g
Laktose:	$\pm 0,03$ g / 100 g
Gefrierpunkt:	± 5 m ° Celsius
pH:	$\pm 0,04$
Harnstoff:	± 35 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 < 0.02 sein (Empfehlung für die Praxis: maximale absolute Abweichung vom Sollwert ± 0.02 g / 100 g). Ist die Homogenität der Pilotprobenmilch nicht ausreichend, ist eine neue Milch vorzubereiten.

Zur Bestimmung der Inhaltsstoffkonzentrationen und des Gefrierpunktes werden die jeweils anerkannten Referenzverfahren angewendet. Alternativ können die Vorgabewerte auch mittels eines oder mehrerer arbeitsfähigen Infrarotgeräte durch mindestens 3 Messungen und Mittelwertbildung aller Einzelwerte bestimmt werden. Vorher ist das Gerät mittels Referenz- und / oder Pilotprobe zu überprüfen.

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 mindestens eine Pilotprobe zu untersuchen (spätestens jedoch nach 150 Proben)
- Die zulässigen Toleranzen zum Vorgabewert sind:

Fett:	$\pm 0,05$ g / 100 g
Eiweiß:	$\pm 0,05$ g / 100 g
Laktose:	$\pm 0,05$ g / 100 g
Gefrierpunkt:	± 5 m ° Celsius
pH:	$\pm 0,05$
Harnstoff:	± 40 mg/l

Werden die oben genannten Toleranzen überschritten wird eine neue Pilotprobe angewärmt und untersucht. Wird die Abweichung bestätigt, muss das Geräteproblem behoben und 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
- Zulässige Abweichung vom Nullpunkt:

Fett:	$\pm 0,02$ g / 100 g
Eiweiß:	$\pm 0,02$ g / 100 g
Laktose:	$\pm 0,02$ g / 100 g
Gefrierpunkt:	± 2 m ° Celsius
pH:	$\pm 0,02$
Harnstoff:	± 20 mg/l

Überprüfung des Homogenisators

Die Effizienz des Homogenisators ist bei Geräten, welche mit dem Parameter H-Index ausgestattet sind, täglich zu überwachen. Der Mittelwert des Parameters H- Index von mindestens 400 Proben muss beim Milcoscan 4000 ≥ 4 und beim Milcoscan FT6000 $\leq 0,90$ sein. Wird der Grenzwert nicht eingehalten, sind die Homogenisatorpatronen auszutauschen.

Bei Geräten ohne H-Index ist monatlich die Effizienz des Homogenisators zu überprüfen.

4.2.2 Wöchentlich

Überprüfung der Wiederholbarkeit

- Mindestens 5 Einzelmessungen durchführen
- Zulässige Toleranzen der Wiederholbarkeit:

Fett:	$Sd \leq 0,014$ g / 100 g
Eiweiß:	$Sd \leq 0,014$ g / 100 g
Laktose:	$Sd \leq 0,014$ g / 100 g

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:	$\pm 0,05$ g / 100 g
Eiweiß:	$\pm 0,05$ g / 100 g
Laktose:	$\pm 0,05$ g / 100 g
Gefrierpunkt:	± 5 m ° Celsius

Überprüfung der Gerätekalibrierung (Slope/ Intercept)

- Die Kontrolle der Kalibrierung von Fett und Eiweiß ist wöchentlich und nach Wartungs-



oder Reparaturarbeiten durchzuführen.

- Die Überprüfung für Fett und Eiweiß erfolgt mit mindestens 4 Standards, welche referenzanalytisch untersucht wurden und den erforderlichen Messbereich abdecken.
- Zulässige Toleranzen zum Referenzwert:

Fett:	$\pm 0,03 \text{ g} / 100 \text{ g}$
Eiweiß:	$\pm 0,03 \text{ g} / 100 \text{ g}$
Laktose:	$\pm 0,03 \text{ g} / 100 \text{ g}$
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.

Milcoscan FT 6000 - Regressionsanalyse über Fossmodul:

- 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.

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 $0,03 \text{ g} / 100 \text{ g}$
- Steilheit maximale absolute Differenz

Fett:	0,015
Eiweiß:	0.025
Laktose:	0.030



4.2.3 Monatlich

Monatliche Überprüfung der Gerätekalibrierung für Gefrierpunkt

Wird kein Referenzmaterial für den Gefrierpunkt eingesetzt, so ist alternativ monatlich (empfehlenswert wöchentlich) die Kalibrierung wie folgt zu überprüfen:

- Vergleichsmessung von 10 verschiedenen Milchproben guter Qualität zwischen Kryoskop und Infrarotgerät durchführen. Beim Kryoskop ist eine Doppeluntersuchung durchzuführen.
- Auswertung
 - Die Standardabweichung der 10 Differenzen zwischen spektrometrischen und kryoskopischen Meßwerten muß $\leq 6 \text{ m}^\circ \text{ Celsius}$ 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 ist monatlich die Effizienz des Homogenisator mit einer unbehandelten Rohmilchprobe zu überprüfen. Eine ausreichende Menge Rohmilch wird auf Untersuchungstemperatur angewärmt.

Ablauf:

- 5 Einzelmessungen (System wird vorgespült)
- Anschließend 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 Proben
 - Mittelwertbildung der 5 nach untersuchten Proben

Die Differenz der beiden Mittelwerte darf den Grenzwert laut IDF- Standard nicht überschreiten (Grenzwert = Fettgehalt $\{g / 100 \text{ g}\} * 0,0143$)
d.h. bei einem Fettgehalt von 3,5 % maximal 0,05 g / 100 g.

- Zudem kann mit diesem Test die Wiederholbarkeit überprüft werden.
- Zusätzlich kann die Fettkügelchengröße mikroskopisch beurteilt werden (Fettkügelchengröße sollte einheitlich sein).

Verschleppungsprüfung:

Die Überprüfung erfolgt durch insgesamt 20 aufeinanderfolgende Messungen von Wasser und homogenisierter Vollmilch (5 * (Wasser, Wasser, Milch, Milch)). Die Berechnung der



Verschleppung erfolgt bei den Parametern Fett, Eiweiß, Laktose und Gefrierpunkt.

Berechnung Spüleffekt $E = (\Sigma M_1 - \Sigma W_2) * 100 / (\Sigma M_2 - \Sigma W_2)$

M_1 – erster Wert der Milch
 M_2 – zweiter Wert der Milch
 W_2 – zweiter Wert für Wasser

} Jeweils bei der gleichen Wellenlänge/ Parameter

Anforderung an E bei jeder Wellenlänge/ Parameter: $\geq 99 \%$
(entspricht einer Verschleppung von maximal 1 %).

5. Empfehlungen

5.1 Durchzuführende Kontrollen

Linearitätsprüfung:

Die Überprüfung der Linearität wird nach einer Reparatur (Filtertausch, Austausch der Lichtquelle oder bei technischen Veränderungen) durchgeführt.

Nach Angaben des Herstellers ist beim Milcoscan FT 6000 die Linearitätsprüfung nicht mehr notwendig – Abweichung zum IDF-Standard.

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.

Beim Milcoscan 4000 wird empfohlen das Trocknungsmittel monatlich zu tauschen, beim Milcoscan FT 6000 bei Umschlag des Farbindikators.

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

5.2 Maßnahmen bei Nichteinhalten der Grenzwerte

Werden die Toleranzen nicht erreicht, sind Gerät und Untersuchungsreagenzien 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

Hinweis: Die Häufigkeit der Wartungsarbeiten ist abhängig von der Anzahl der untersuchten

Proben und kann deshalb je nach Gerätelaufzeit variieren!

5.3.1 Milcoscan 4000

Monatlich:

- Harze (Silikagel) austauschen
- Luftfilter reinigen bzw. bei Bedarf austauschen

Vierteljährlich:

- Verbindungsschläuche Pipette / Input Selector und weiter zur Pumpe austauschen
- Schläuche peristaltische Pumpe austauschen
- Input Selector reinigen bzw. bei Bedarf revisionieren
- Küvettenblock und Akkumulator reinigen bzw. bei Bedarf revisionieren

Halbjährlich:

- Alle Verbindungsschläuche und T-Stücke austauschen

Jährlich:

- Filtereinsätze Ansaugstutzen austauschen
- Vorratsbehälter Nullpunkt- und Spüllösung reinigen
- Revision Pumpeneinheit und Homogenisator

5.3.2 Milcoscan FT 6000

Wöchentlich:

- Reinigung Einlass- und Küvettenfilter

Monatlich:

- Harze (Silikagel) Farbindikator kontrollieren
- Luftfilter reinigen bzw. bei Bedarf austauschen



Vierteljährlich:

- Schläuche peristaltische Pumpe austauschen
- Input Selector reinigen
- Messzelle und Akkumulator reinigen, anschließend Gerätestandardisierung durchführen

Halbjährlich:

- Filtereinsätze Ansaugstutzen austauschen
- Alle Verbindungsschläuche und T-Stücke austauschen

Jährlich:

- Revision Pumpeneinheit und Homogenisator

6. Mitgeltende Dokumente

Diese Kontrollen sind als Erweiterung zum ISO 9622:1999 (Bestimmung des MilCHFett-, Protein- und Lactosegehaltes) / IDF-Standard 141C:2000 (Determination of milkfat, protein and lactose content) 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