

## **ADR-Empfehlung 1.9**

### **Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)**

#### **Allgemeines**

Die Ermittlung wertbestimmender Parameter, z. B. die Feststellung der Inhaltsstoffmassenkonzentrationen der Anlieferungsmilch, ist von hoher wirtschaftlicher Bedeutung. Der Messung mit Infrarotspektrophotometern kommt daher ein besonderer Stellenwert zu.

Die im Folgenden beschriebenen Maßnahmen sind als Ergänzung zu den Prüfmaßnahmen, die seitens der Hersteller in den Gerätemanualen beschrieben werden, zum IDF-Standard 141B:1996 und zur ISO/FDIS 9622:1998 zu verstehen.

#### **1. Zweck und Anwendungsbereich**

Die vorliegende Norm legt allgemeine Kriterien fest, nach denen Infrarotspektrophotometer, die im mittleren Infrarotbereich messen und für die Untersuchung von Rohmilch eingesetzt werden, überprüft werden. Ganz besonderer Wert wird auf die Überprüfung der Funktionsfähigkeit der Geräte gelegt.

##### **1.1 Referenzmilch**

Referenzmilch (RM) ist eine Milch, die für die Kalibrierung der Geräte bzw. zur Kontrolle der Kalibrierung verwendet wird.

Die Hersteller von Referenzmilch müssen ein anerkanntes Qualitätsmanagement-System besitzen. Die Referenzmilch wird nach den jeweils anerkannten Referenzverfahren untersucht. Die Ergebnisse werden auf einem Zertifikat dokumentiert, das den Forderungen der DIN EN ISO 9002 entspricht. Weiterhin sind Angaben zur Konservierung, zur Lagerung, zur Haltbarkeit und zur Homogenität der Proben usw. zu machen.

##### **1.2 Kontrollmilch**

Eine laborinterne Kontrollmilch (KM) ist eine frische unbehandelte Rohmilch mit normaler Zusammensetzung. Sie wird im Rahmen der Startroutine und zur laufenden Überwachung der Messgeräte eingesetzt. Sie kann je nach Verwendungszweck unkonserviert oder konserviert eingesetzt werden. Die davon abhängigen Lager- und Haltbarkeitsbedingungen sind zu beachten.

Zur Bestimmung der Inhaltsstoffkonzentrationen werden die jeweils anerkannten Referenzverfahren angewendet. Alternativ können die Inhaltsstoffkonzentrationen der Kontrollmilch auch mittels eines oder mehrerer mit der RM eingestellten und arbeitsfähigen IR-Geräte durch mindestens 10 Messungen und Mittelwertbildung bestimmt werden. Die maximale absolute Abweichung von dem Mittelwert (Sollwert) der einzelnen Messwerte darf 0,03 % absolut nicht überschreiten.

Die Untersuchungsergebnisse zur Bestimmung der Inhaltsstoffkonzentrationen sind zu dokumentieren.

Die KM wird ggf. konserviert und in Probeflaschen abgefüllt. Dabei ist auf eine homogene Verteilung der Inhaltsstoffe besonders zu achten. Die entsprechend gekennzeichneten KM-Proben werden bei 4 – 6 °C bis zum Zeitpunkt der Verwendung gelagert.

### **1.3 Probenvorbereitung**

Alle zur Messung kommenden Proben sind einer Sichtprüfung zu unterziehen. Sinnföellig veränderte Proben sind ggf. 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.

Es ist sicherzustellen, dass die Proben die vom Gerätehersteller geforderte Temperatur besitzen.

### **1.4 Reinigung- und Blindprobenlösung**

Als Reinigungs- und Blindprobenlösung können die vom Gerätehersteller empfohlenen oder gleichwertigen Lösungen verwendet werden. Die Lösungen müssen die vom Gerätehersteller geforderte Temperatur aufweisen.

## **2. Überprüfung der Funktionsfähigkeit der IR-Geräte**

Es wird zwischen täglich, wöchentlich und monatlich durchzuföührenden Tests unterschieden. Werden die im Folgenden erläuterten Tests erfolgreich absolviert, sind die Infrarotgeräte einsatzbereit.

### **2.1 Tägliche Kontrollen**

#### **2.1.1 Kontrollen zu Arbeitsbeginn**

Die folgenden Kontrollen sind täglich zu Beginn der Arbeiten durchzuführen. Nach längerem Stillstand der Geräte sind diese Kontrollen ebenfalls notwendig.

##### **2.1.1.1 Nullpunktkontrolle**

Zur Überprüfung bzw. zum Einstellen des Nullpunktes aller zu messender Parameter wird die vom Gerätehersteller empfohlene oder eine vergleichbare Lösung verwendet. Nach erfolgter Reinigung und Entlüftung des gesamten Flow-Systems mit einer Reinigungslösung wird der Nullpunkt mit der o. g. temperierten Lösung entsprechend den Herstellerangaben eingestellt.

Danach werden Rohmilchproben (ggf. für die Kalibrierungskontrolle gem. 2.1.1.2 und/oder die Reproduzierbarkeitsprüfung gem. 2.2.2) untersucht. Anschließend ist erneut eine Nullpunktkontrolle durchzuführen. Sofern die Abweichungen von den jeweiligen Ausgangswerten für alle Parameter nicht größer als 0,02 % absolut sind, ist das Gerät hinsichtlich des Nullpunktes einsatzbereit.

Bei größeren Abweichungen ist das System erneut zu reinigen, zu entlüften und sind ggf. vom Hersteller empfohlene Maßnahmen einzuleiten. Sofern damit der Fehler

nicht zu beseitigen ist, muss das Gerät auf die technische Funktionsfähigkeit überprüft werden.

#### **2.1.1.2 Kalibrierungskontrolle**

Täglich bei der Inbetriebnahme der IR-Geräte ist eine Kontrolle der Kalibrierung vorzunehmen. Damit wird sichergestellt, dass das Gerät so eingestellt ist, dass es richtige Messergebnisse liefert.

Diese Kontrolle kann sowohl mit RM als auch mit KM vorgenommen werden. Die RM und/oder KM werden mindestens 3 mal gemessen.

Die gemittelten Messwerte dürfen von den Referenzergebnissen um nicht mehr als 0,03 % absolut abweichen.

#### **2.1.2 Kontinuierliche Kontrollen**

Diese Kontrollen werden während des laufenden Routinebetriebes kontinuierlich durchgeführt, um eine durchgehende Funktionssicherheit des Untersuchungsgerätes zu prüfen.

##### **2.1.2.1 Kontrolle mit Pilotprobe**

Zur kontinuierlichen Überwachung wird als Pilotprobe eine RM und/oder KM gem. Punkt 1.1 und/oder Punkt 1.2 eingesetzt. Grundsätzlich ist am Ende einer Probenreihe, maximal jedoch nach 200 Proben, mindestens eine Pilotprobe zu messen.

Die Warngrenze für die Abweichung der am IR-Gerät ermittelten Werte zu den Referenzwerten liegt bei  $\pm 0,03$  % absolut. Bei diesen Abweichungen ist noch kein Eingreifen notwendig. Es ist lediglich erhöhte Aufmerksamkeit geboten.

Liegen die Abweichungen der Pilotproben von drei aufeinanderfolgenden Probenreihen in dem Bereich  $-0,03$  % bis  $-0,05$  % absolut oder  $+0,03$  % bis  $+0,05$  % absolut, ist das Gerät zu überprüfen. Bei einer Abweichung von mehr als  $\pm 0,05$  % absolut ist die Eingriffsgrenze erreicht, sofern sich bei der Untersuchung einer weiteren Pilotprobe die Abweichung bestätigt. Die zuvor ermittelten Routineergebnisse müssen verworfen werden. Das Gerät ist zu überprüfen.

##### **2.1.2.2 Kontinuierliche Nullpunktkontrolle**

Nach maximal 300 gemessenen Proben ist nach einem Reinigungszyklus eine Nullpunktkontrolle und ggf. -korrektur gem. 2.1.1.1 vorzunehmen.

### **2.2 Wöchentliche Kontrollen**

#### **2.2.1 Verschleppungskontrolle**

Hierzu wird am Gerät zuerst zweifach Blindproben-Lösung und anschließend eine KM gemessen. Das Ergebnis der ersten Messung der KM darf um nicht mehr als 0,05 % absolut vom Sollwert abweichen.

### 2.2.2 Reproduzierbarkeitsprüfung

Die Reproduzierbarkeit wird geprüft, indem 10 einzelne Messungen einer Rohmilch hintereinander durchgeführt werden und dann für jeden Parameter die Standardabweichung exklusiv des jeweils ersten Messwertes berechnet wird.

Die Standardabweichung (quadratische Streuung) ist nach folgender Formel zu berechnen

$s =$

$s$  = Standardabweichung

$n$  = Anzahl der Messwerte

$i$  = Laufindex

$a_i$  =  $i$ 'ter Messwert

AM = Arithmetisches Mittel aller in die Berechnung eingehender Messwerte

Ergibt sich eine Standardabweichung unter 0,015 % absolut (entspricht  $r = 0,04$  % absolut), so ist die Reproduzierbarkeit des Gerätes gegeben. Kann keine ausreichende Reproduzierbarkeit erreicht werden, ist der gleiche Test mit der Blindlösung durchzuführen. Ist hier die Reproduzierbarkeit gegeben, so kann dies als Hinweis für einen fehlerhaft arbeitenden Homogenisator gewertet werden. <sup>1)</sup>

Sofern die Standardabweichung auch mit der Blindlösung zu groß ist, muss das gesamte System auf seine technische Funktionsfähigkeit hin überprüft werden.

## 2.3 Monatliche Kontrollen

### 2.3.1 Kontrolle der Kalibrierung

Monatlich oder nach dem Austausch bestimmter Bauteile (z.B. Küvette, Homogenisator) ist am Analysengerät eine Kontrolle der Kalibrierung durchzuführen. Dazu sind Konzentrationsreihen aus mindestens 4 Rohmilchproben einzusetzen. Diese Proben sind referenzanalytisch zu untersuchen. Als Konzentrationsbereich für die Parameter Fett und Eiweiß sind zu empfehlen:

Fett: ca. 2,5 % bis ca. 6,0 %

Protein: ca. 2,8 % bis ca. 4,5 %

Die Proben werden gemessen und die Ergebnisse mit den Sollwerten verglichen. Daraus ergibt sich eine Regressionsgleichung nach dem Gleichungssystem  $y = ax + b$ , wobei  $x$  = referenzanalytischer Wert,  $y$  = IR-Wert ist. Sofern sich bei der Steigung  $a$  der berechneten Regressionsgleichung eine Differenz von mehr als  $\pm 0,025$  ergibt, ist eine Kalibrierung durchzuführen.

**2.3.2** Nach der vollzogenen Kalibrierung ist das Gerät gem. Punkt 2.1.1.2 (Kalibrierungskontrolle) mit den verschiedenen RM und/oder KM zu überprüfen. Erst wenn die ermittelten Ergebnisse die Toleranzen einhalten, kann mit dieser Kalibrierung weiter gearbeitet werden.

## 3. Dokumentation

Alle durchgeführten Tests sind lückenlos zu dokumentieren und zu archivieren.

#### **4. Inkrafttreten**

Die Empfehlung tritt am 1. März 2000 in Kraft.

<sup>1</sup> Bei einigen Gerätetypen kann die Homogenisatorfunktion anhand eines technischen Parameters (z.B. H-Index) beurteilt werden. Die Herstellerangaben sind zu beachten.

© Alle Rechte vorbehalten, insbesondere das Recht auf Vervielfältigung und Verbreitung sowie Übersetzung. Kein Teil dieses Textes darf in irgendeiner Form ohne schriftliche Genehmigung von der ADR reproduziert werden oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.