

## **DLQ-Richtlinie 1.10**

### **zur infrarotanalytischen Untersuchung von Schaf- und Ziegenmilch mit dem MilkoScan**

#### **1. Präambel**

Die Erzeugung und Verarbeitung von Schaf- und Ziegenmilch ist regional von wirtschaftlicher Bedeutung. Für die Optimierung des Produktionsprozesses wie auch der Milchqualität nehmen die Halter von Milchschaafen und -ziegen an der Milchleistungsprüfung teil. Eine Untersuchung der Milchproben nach chemischen Verfahren ist jedoch aufwendig und aus Kostengründen nicht vertretbar. Auch eine Kalibrierung der Infrarot-Untersuchungsgeräte mit referenzanalytisch untersuchter Schaf- oder Ziegenmilch ist aufgrund der geringen Anzahl Proben aus arbeitswirtschaftlichen und finanziellen Gründen häufig nicht angemessen. Daher werden die mit Kuhmilch kalibrierten Infrarot-Analysegeräte auch zur Ermittlung der Inhaltsstoffe von Schaf- und Ziegenmilchproben genutzt und der analytische Fehler durch Korrekturfaktoren ausgeglichen. Es wird davon ausgegangen, dass Geräte, die die Fourier-Transformation (FT) nutzen, die gleiche Charakteristik aufweisen. Insofern kann der seinerzeit für die MilkoScan FT 6000 festgelegte Korrekturwert für den Eiweißgehalt auch für die FT+ sowie für Geräte anderer Hersteller mit FT Technik verwendet werden.

Die Durchführung erfolgt auf der Grundlage des Tierzuchtgesetzes und in Analogie zum Verfahren der Durchführung der Milchleistungsprüfung bei Rindern gem. ADR-Richtlinie 1.1.

Für Geräte zur Bestimmung der Milchinhaltstoffe gelten die Mindestanforderungen der Milch-Güteverordnung und der landesrechtlichen Bestimmungen in den jeweils geltenden Fassungen.

#### **2. Zweck**

Zweck dieser Richtlinie ist es, eine bundeseinheitliche Vorgehensweise bei der Bestimmung des Fett- und Eiweißgehaltes von Schaf- und Ziegenmilch unter Nutzung von Infrarot-Analysegeräten festzulegen, um vergleichbare Untersuchungsergebnisse für züchterische und betriebswirtschaftliche Zwecke zu erhalten. Die DLQ-Richtlinie 1.9 „Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch“ ist dabei ebenfalls zu beachten.

### 3. Grundlagen

Durch Paralleluntersuchungen in den Jahren 1998 und 1999 in den Regionen Brandenburg, Niedersachsen, Sachsen und Westfalen-Lippe wurden Regressionen zwischen den Ergebnissen der Untersuchung der Schaf- und Ziegenmilch mit kuhmilchkalibrierten Infrarotspektrophotometern (MilkoScan 4000) und den Ergebnissen der Referenzmethoden (nach Kjeldahl, Röse-Gottlieb bzw. Gerber) ermittelt. Aus den Infrarotergebnissen lassen sich dadurch die den Ergebnissen der Referenzmethode entsprechenden Fett- und Eiweißwerte berechnen. Die zusammengefassten Untersuchungsergebnisse, die Korrelation zwischen den Ergebnissen von Referenz- und Routineverfahren und die ermittelten Regressionen sind in Tabelle 1 dargestellt.

**Tabelle 1: Untersuchung von Schaf- und Ziegenmilch nach Referenz- und Infrarotverfahren**

	Schafmilch	Ziegenmilch
Milchproben n =	337	273
<b>Fettgehalt</b>		
Röse-Gottlieb, Gerber Infrarot <sup>1)</sup>	5,42 % 5,31 %	3,51 % 3,44 %
Messbereich (IR)		
Minimalwert	2,92 %	1,83 %
Maximalwert	8,63 %	7,44 %
Korrelation r =	0,987	0,992
Regression <sup>2)</sup> y =	0,9863x + 0,1829	1,0079x + 0,0441
<b>Eiweißgehalt</b>		
Kjeldahl Infrarot <sup>1)</sup>	4,99 % 4,77 %	3,22 % 2,97 %
Messbereich (IR)		
Minimalwert	2,38 %	2,12 %
Maximalwert	6,05 %	5,42 %
Korrelation r =	0,960	0,983
Regression <sup>2)</sup> y =	0,9143x + 0,6295	1,0008x + 0,2519

1) MilkoScan 4000;

2) y = Ergebnis nach Referenzverfahren, x = Ergebnis nach Infrarotverfahren

Die Korrelationen zwischen den Ergebnissen der Infrarotmethode und den entsprechenden Ergebnissen des Referenzverfahrens sind mit  $r > 0,96$  sehr hoch, was eine Umrechnung der infrarotanalytisch ermittelten Ergebnisse in Werte, die der Referenzmethode entsprechen, rechtfertigt.

Die in Tabelle 1 zusammengefassten Ergebnisse gelten für Messergebnisse am Infrarot-Analysegerät MilkoScan 4000. Bei Vergleichsuntersuchungen von Schaf- und Ziegenmilch nach dem Referenz- und Infrarotverfahren unter Nutzung des Infrarot-Analysegerätes MilkoScan FT 6000 wurden im Zeitraum 2000 bis 2002 in den Regionen Brandenburg und Sachsen abweichende Ergebnisse erzielt, die in der Tabelle 2 zusammengefasst sind. Hieraus ergibt sich eine abweichende Korrekturempfehlung bei Verwendung eines MSilkoScan FT 6000-Analysegerätes.

**Tabelle 2: Untersuchung von Schaf- und Ziegenmilch nach Referenz- und Infrarotverfahren (MilkoScan FT 6000)**

	Schafmilch	Ziegenmilch
Milchproben n =	43	57
<b>Fettgehalt</b>		
Roese-Gottlieb, Gerber Infrarot <sup>1)</sup>	6,27 % 6,26 %	3,10 % 3,11 %
<b>Messbereich (IR)</b>		
Minimalwert	2,85 %	1,99 %
Maximalwert	9,32 %	4,59 %
Korrelation r =	0,999	0,998
Regression <sup>2)</sup> y =	0,9865x + 0,0926	0,9922x + 0,0175
<b>Eiweißgehalt</b>		
Kjeldahl Infrarot <sup>1)</sup>	5,07 % 4,94 %	2,96 % 2,86 %
<b>Messbereich (IR)</b>		
Minimalwert	4,08 %	2,41 %
Maximalwert	6,34 %	3,59 %
Korrelation r =	0,996	0,985
Regression <sup>2)</sup> y =	0,9755x + 0,2501	1,0094x + 0,0708

1) MilkoScan FT 6000

2) y = Ergebnis nach Referenzverfahren, x = Ergebnis nach Infrarotverfahren

## 4. Empfehlung

Für die Untersuchung von Schaf- und Ziegenmilch mittels Infrarotspektrometern (MilkoScan 4000 und MilkoScan FT 6000) auf Fett- und Eiweißgehalt werden folgende Alternativen empfohlen:

### 4.1 Kalibrierung mit Schaf- oder Ziegenmilch

Das Infrarot-Analysegerät wird je nach Probenart mit Rohmilchproben der entsprechenden Tierart, die vorher referenzanalytisch untersucht wurden, kalibriert (vgl. auch DLQ-Richtlinie 1.9). Nach der Kalibrierung erfolgt die Untersuchung der bereitgestellten Schaf- bzw. Ziegenmilchproben. Die Untersuchungsergebnisse werden ohne weitere Korrekturen übernommen.

### 4.2 Kalibrierung mit Kuhmilch

Bei MilkoScan 4000 wird das Infrarot-Analysegerät mit Kuhmilch kalibriert und die Schaf- bzw. Ziegenmilchproben untersucht. Die Fett- und Eiweißergebnisse werden mit den in Tabelle 1 aufgeführten Regressionsgleichungen umgerechnet.

Alternativ kann eine Korrektur anhand der **Anlage 1** (für Schafmilch) bzw. **Anlage 2** (für Ziegenmilch) für den entsprechenden Wertebereich vorgenommen werden. Bei Ziegenmilch ist aus Vereinfachungsgründen auch die einheitliche Addition von 0,08 % Fett bzw. 0,25 % Eiweiß über den gesamten Wertebereich möglich.

Bei MilkoScan FT 6000 wird das Infrarot-Analysegerät mit Kuhmilch kalibriert und die Schaf- bzw. Ziegenmilchproben untersucht. Die ermittelten Fettergebnisse werden unverändert übernommen. Zu den Eiweißergebnissen wird sowohl bei Ziegen- als auch bei Schafmilch einheitlich 0,10 % (absolut) über den gesamten Wertebereich hinzu addiert.

## 5. Inkrafttreten

Die Richtlinie tritt mit Wirkung vom 1.Mai 2013 in Kraft.

**Anlage 1 zur DLQ-Richtlinie 1.10:** Regressionsgleichung und Abweichungen zwischen der infrarotspektroskopischen Untersuchung von Schafmilch und nach den Referenzmethoden mit MilkoScan 4000

Fett (%)		Eiweiß (%)	
Regression	$y = 0,9863 x + 0,1829$	$y = 0,9143 x + 0,6295$	
Milkoscan	Korrektur	Milkoscan	Korrektur
2,8 ... 3,4	+ 0,14	2,2	+ 0,44
3,5 ... 4,2	+ 0,13	2,3	+ 0,43
4,3 ... 4,9	+ 0,12	2,4 ... 2,5	+ 0,42
5,0 ... 5,6	+ 0,11	2,6	+ 0,41
5,7 ... 6,4	+ 0,10	2,7	+ 0,40
6,5 ... 7,1	+ 0,09	2,8	+ 0,39
7,2 ... 7,8	+ 0,08	2,9	+ 0,38
7,9 ... 8,6	+ 0,07	3,0	+ 0,37
8,7 ... 9,3	+ 0,06	3,1 ... 3,2	+ 0,36
		3,3	+ 0,35
		3,4	+ 0,34
		3,5	+ 0,33
		3,6	+ 0,32
		3,7	+ 0,31
		3,8 ... 3,9	+ 0,30
		4,0	+ 0,29
		4,1	+ 0,28
		4,2	+ 0,27
		4,3	+ 0,26
		4,4	+ 0,25
		4,5 ... 4,6	+ 0,24
		4,7	+ 0,23
		4,8	+ 0,22
		4,9	+ 0,21
		5,0	+ 0,20
		5,1	+ 0,19
		5,2 ... 5,3	+ 0,18
		5,4	+ 0,17
		5,5	+ 0,16
		5,6	+ 0,15
		5,7	+ 0,14
		5,8	+ 0,13
		5,9 ... 6,0	+ 0,12
		6,1	+ 0,11
		6,2	+ 0,10
		6,3	+ 0,09
		6,4	+ 0,08
		6,5	+ 0,07
		6,6 ... 6,7	+ 0,06

\*) Regression : Regressionsgleichung zwischen den Ergebnissen der infrarotanalytischen Methode und denen der Referenzmethode

**Anlage 2 zur DLQ-Richtlinie 1.10:** Regressionsgleichung und Abweichungen zwischen der infrarotspektroskopischen Untersuchung von Ziegenmilch und nach den Referenzmethoden mit MilkoScan 4000

Fett (%)		Eiweiß (%)	
Regression	$Y = 1,0079x + 0,0441$	$y = 1,0008x + 0,2519$	
Milkoscan	Korrektur	Milkoscan	Korrektur
1,8 ... 2,6	+ 0,06	2,0 ... 3,8	+ 0,25
2,7 ... 3,9	+ 0,07	3,9 ... 6,0	+ 0,26
4,0 ... 5,1	+ 0,08		
5,2 ... 6,4	+ 0,09		
≥ 6,5	+ 0,10		

\*) Erläuterung Regression s. Anlage 1

© 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 DLQ reproduziert werden oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.