

DLQ-Richtlinie 1.9

Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)

Allgemeines

Die Bestimmung der Milchinhaltsstoffe (Gehalt an Fett, Eiweiß und Laktose) ist - z.B. im Rahmen der Untersuchung der Anlieferungsmilch oder von Proben aus der Milchleistungsprüfung - von hoher wirtschaftlicher Bedeutung. Der Messung dieser Parameter 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 Gerätehandbüchern beschrieben werden, und zum IDF-Standard 141/DIN ISO 9622 in der jeweils gültigen Fassung zu verstehen.

1. Zweck und Anwendungsbereich

Die vorliegende Richtlinie legt allgemeine Kriterien fest, nach denen Infrarotspektrophotometer, die im mittleren Infrarotbereich messen und für die Routineuntersuchung 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 17025 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 besonders auf eine homogene Verteilung der Inhaltsstoffe zu achten. Die entsprechend gekennzeichneten KM-Proben werden bei 2 – 6 °C bis zum Zeitpunkt der Verwendung gelagert.

1.3 Probenvorbereitung

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.

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

1.4 Reinigungs- 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 durchzuführenden Kontrolltests 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 messenden 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 analytisch gesicherte 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 Referenz- bzw. Sollergebnissen um nicht mehr als 0,03 % absolut abweichen.

2.1.2 Kontinuierliche Kontrollen

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

2.1.2.1 Kontrolle mit Pilotprobe

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

Die Warngrenze für die Abweichung der am IR-Gerät ermittelten Werte zu den Referenz- bzw. Sollwerten 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 Probenserien in dem Bereich $-0,03$ % bis $-0,05$ % absolut oder $+0,03$ % bis $+0,05$ % absolut, ist das Gerät zu überprüfen und gegebenenfalls zu justieren. 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 hintereinander kontinuierlich gemessenen Proben ist nach einem Reinigungszyklus eine Nullpunktkontrolle und ggf. eine -korrektur gem. 2.1.1.1 vorzunehmen.

2.2 Wöchentliche Kontrollen

2.2.1 Verschleppungskontrolle

Hierzu wird am Gerät zuerst nach einem Reinigungszyklus eine Nullpunktkontrolle ausgeführt. Anschließend werden mind. 3 Messungen einer Rohmilch durchgeführt. Zum Abschluss werden drei Blindproben gemessen. Das Ergebnis der ersten Messung der Rohmilch bzw. der ersten Blindprobe darf um nicht mehr als 0,05 % absolut vom Mittelwert der übrigen Messungen 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 berechnet wird.

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

$$s(x_i) = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x}_i)^2}$$

s = Standardabweichung

n = Anzahl der Messwerte

i = Laufindex

x_i = i'ter Messwert

\bar{x}_i = Arithmetisches Mittel aller in die Berechnung eingehender Messwerte

Ergibt sich eine Standardabweichung unter 0,014 % 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. ¹⁾

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

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

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 Kalibrierungen durchzuführen. Dazu sind Konzentrationsreihen mit jeweils mind. vier verschiedenen Konzentrationsstufen aus mehreren referenzanalytisch untersuchten Rohmilchproben einzusetzen. 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 am IR-Gerät untersucht und die Ergebnisse mit den Sollwerten verglichen. Sofern sich bei der Steigung der berechneten Regressionsgleichung nach IDF-Standard 141/DIN ISO 9622 eine Differenz von mehr als $\pm 0,025$ zur vorherigen ergibt, ist eine Justierung durchzuführen.

2.3.2 Nach der vollzogenen Justierung 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 Richtlinie tritt am 01. Juni 2012 in Kraft.

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