

	Vollmilch Bestimmung des MilCHFett-, Protein- und Lactosegehaltes Leitfaden für den Betrieb von Mittel-Infrarot-Geräten (ISO 9622:1999)	DIN ISO 9622
ICS 67.100.10 Whole milk — Determination of milkfat, protein and lactose content — Guidance on the operation of mid-infrared instruments (ISO 9622:1999) Lait entier — Détermination des teneurs en matière grasse laitière, en protéines et en lactose — Lignes directices pour l'utilisation des appareils de dosage par absorption dans le moyen infrarouge (ISO 9622:1999) Die Internationale Norm ISO 9622:1999 „Whole milk — Determination of milkfat, protein and lactose content — Guidance on the operation of mid-infrared instruments“ ist unverändert in diese Deutsche Norm übernommen worden. Nationales Vorwort Die zu Grunde liegende Internationale Norm wurde vom Unterkomitee SC 5 „Milch und Milchprodukte“ (Sekretariat: Niederlande) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Landwirtschaftliche Lebensmittelerzeugnisse“ (Sekretariat: Ungarn) erarbeitet. Der Arbeitsausschuss „Chemische und physikalische Milchuntersuchung“ des Normenausschusses Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN hatte 1997 die unveränderte Übernahme der Internationalen Norm ins Deutsche Normenwerk beschlossen. Darüber hinaus ist vorgesehen, als Ergänzung zu der vorliegenden Norm auf nationaler Ebene eine praxisorientierte Norm zum Gebrauch von Mittel-Infrarot-Geräten im Routinebetrieb zu erarbeiten. In Ergänzung zu den im Abschnitt „Literaturhinweise“ aufgeführten Verweisungen auf internationale Publikationen wurden in den Nationalen Anhang NA zusätzlich themenrelevante deutsche Veröffentlichungen aufgenommen. Für die im Inhalt zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen: ISO 707 siehe DIN EN ISO 707 ISO 1211 siehe DIN EN ISO 1211 ISO 8968-1 siehe E DIN EN ISO 8968-1 ISO 8968-2 siehe E DIN EN ISO 8968-2 ISO 8968-4 siehe E DIN EN ISO 8968-4 ISO 8968-5 siehe E DIN EN ISO 8968-5 Fortsetzung Seite 2 bis 28 Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.		

Nationaler Anhang NA
(informativ)
Literaturhinweise

DIN EN ISO 707, *Milch und Milchprodukte — Leitfaden zur Probenahme (ISO 707:1997); Deutsche Fassung EN ISO 707:1997.*

DIN EN ISO 1211, *Milch — Bestimmung des Fettgehaltes — Gravimetrisches Verfahren (Referenzverfahren) (ISO 1211:1984); Deutsche Fassung EN ISO 1211:1995.*

E DIN EN ISO 8968-1, *Milch — Bestimmung des Stickstoffgehaltes — Teil 1: Kjeldahl-Verfahren (ISO/DIS 8968-1:1998); Deutsche Fassung prEN ISO 8968-1:1998.*

E DIN EN ISO 8968-2, *Milch — Bestimmung des Stickstoffgehaltes — Teil 2: Blockaufschlussverfahren (Makroverfahren) (ISO/DIS 8968-2:1998); Deutsche Fassung prEN ISO 8968-2:1998.*

E DIN EN ISO 8968-4, *Milch — Bestimmung des Stickstoffgehaltes — Teil 4: Bestimmung des Nicht-proteinstickstoff-Gehaltes (ISO/DIS 8968-4:1998); Deutsche Fassung prEN ISO 8968-4:1998.*

E DIN EN ISO 8968-5, *Milch — Bestimmung des Stickstoffgehaltes — Teil 5: Bestimmung des Proteinstickstoff-Gehaltes (ISO/DIS 8968-5:1998); Deutsche Fassung prEN ISO 8968-5:1998.*

Franz, M. und MIRN-Team, *Identification of Micro-Organisms Using Mid Infrared Spectroscopy and New Developments with Raman Spectroscopy*, Vortragssammlung des 4. Internationalen Symposiums der europäischen AOAC-Sektion, Nyon, Schweiz, 1994, *Journal of AOAC International* **78** (1995).

Franz, M. und MIRN-Team, *Identification of Micro-Organisms Using Mid Infrared Spectroscopy and New Developments with Raman Spectroscopy*, Vortragssammlung des 22. European Congress on Molecular Spectroscopy, Essen, Deutschland, 1994, *Journal of Molecular Structure* **348** (1995) 13.

Franz, M. und MIRN-Team, *Identifizierung von Clostridien mittels FT-IR-Spektroskopie*, *Deutsche Milchwirtschaft* **3** (1994) 130.

Hoffmann, A., Lösekann, S., Rudzik, L., Wüst, E., *Mittelinfrarot-Milch-Netzwerk schafft Vertrauen*, *Deutsche Milchwirtschaft* **24** (1995) 1348.

MIRN-Team, *Infrarot-Inline-Messtechnik: Welche Perspektiven eröffnen sich?* *Deutsche Milchwirtschaft* **23** (1998) 990.

Rudzik, L., *Infrarotfibel*, Behr's Verlag Hamburg, 1993.

Rudzik, L., in *Rapid Methods for Analysis of Food and Food Raw Material*, Behr's Verlag 1990 (Herausgeber W. Baltes).

Wüst, E. und Rudzik, L., *Statistische Bewertung von Grenzfällen in der Analytik*, *Deutsche Milchwirtschaft* **2/1995**.

Deutsche Übersetzung

Vollmilch

Bestimmung des MilCHFett-, Protein- und Lactosegehaltes

Leitfaden für den Betrieb von Mittel-Infrarot-Geräten

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	4	11 Tägliche Überprüfung der Kurzzeitstabilität des Gerätes	12
1 Anwendungsbereich	4	11.1 Allgemeines	12
2 Normative Verweisungen	4	11.2 Herstellung und Lagerung von Einzelproben	12
3 Begriffe	5	11.3 Analyse der Kontrollproben	12
4 Kurzbeschreibung	5	11.4 Überwachung des Analyseverfahrens	12
5 Prinzipielle Charakteristika von Infrarot-Geräten	5	11.5 Anpassung der Kalibrierung	15
6 Faktoren, die die Genauigkeit der Messung beeinträchtigen	6	12 Präzision und Genauigkeit	15
6.1 Gerätetechnische Faktoren	6	12.1 Wiederholpräzision	15
6.2 Physikalisch-chemische und biologische Faktoren	8	12.2 Vergleichpräzision unter Zwischenbedingungen	15
7 Kalibrierung des Gerätes	10	12.3 Genauigkeit	16
7.1 Ziel	10	13 Untersuchungsbericht	16
7.2 Überprüfung der Ausgangskalibrierung für Fett, Protein und Lactose	10	Anhang A (informativ) Verfahren zur Einstellung und zum Test der Linearität basierend auf einer Masse/Volumen-Grundlage	17
7.3 Beibehaltung der Kalibrierung und Bestätigung der Kalibriergültigkeit	11	Anhang B (informativ) Kontrolle und Einstellung der Korrekturfaktoren	18
8 Probenahme	11	Anhang C (informativ) Durchführung der Kalibrierung von Infrarot-Milchanalysatoren unter Verwendung modifizierter Milchproben ...	27
9 Übereinstimmung der Untersuchungsproben	12	Literaturhinweise	28
10 Bestimmung	12		

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitglieds Körperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitglieds Körperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitglieds Körperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitglieds Körperschaften.

Die Internationale Norm ISO 9622 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Landwirtschaftliche Lebensmittelerzeugnisse“, Unterkomitee SC 5 „Milch und Milchprodukte“ in Zusammenarbeit mit dem Internationalen Milchwirtschaftsverband (IDF) und AOAC International erarbeitet und wird gleichfalls von diesen Organisationen veröffentlicht werden.

Die Anhänge A, B und C dieser Internationalen Norm sind informativ.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm erläutert die Voraussetzungen für den Betrieb von Geräten, die zur Bestimmung des Fett-, Protein- und Lactosegehaltes der Milch Anwendung finden und auf der Absorptionsmessung infraroter Strahlung bei den für jeden analysierten Bestandteil geeigneten Wellenlängen beruhen.

ANMERKUNG 1 In der Praxis werden diese Messungen unter Verwendung kommerzieller automatischer oder halbautomatischer Geräte durchgeführt, die in Abschnitt 5 beschrieben sind und in dieser Internationalen Norm als „Infrarot-Geräte“ (IR-Geräte) bezeichnet werden.

Jeder Gerätetyp, der nicht den in dieser Internationalen Norm vorgegebenen Analyseprinzipien entspricht oder der Bauartänderungen enthält, die die grundsätzlichen Kennwerte des Gerätes (Wiederholpräzision, Genauigkeit, Anwendungsbedingungen) oder die Vorrichtungen zur Kalibrierung verändern kann, wird eine gesonderte Norm erfordern.

ANMERKUNG 2 Nicht alle Geräte erlauben die Bestimmung des Lactosegehaltes. Weiterhin erlauben einige Geräte die direkte Messung des Wassergehaltes. Die Gesamttrockenmasse kann durch Summierung des Fett-, Protein- und Lactosegehaltes geschätzt werden, wobei eine Konstante zur Korrektur des Salzgehaltes herangezogen wird.

Das beschriebene Verfahren gilt für die Bestimmung des Fett-, Protein- und, falls zutreffend, Lactosegehaltes von Anlieferungsmilch (Rohmilch). Das Verfahren gilt auch für die Analyse der Milch anderer Tierarten (Ziege, Schaf, Büffel usw.) und verarbeiteter Milch, vorausgesetzt, dass eine besondere Kalibrierung des Gerätes vorgenommen wurde (siehe Abschnitt 7).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisungen in diesem Text Bestandteil dieser Internationalen Norm sind. Bei datierten Verweisungen gelten spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nicht. Anwender dieser Internationalen Norm werden jedoch gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, die jeweils neuesten Ausgaben der nachstehend angegebenen normativen Dokumente anzuwenden. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen normativen Dokuments. Mitglieder von ISO und IEC führen Verzeichnisse der gültigen Internationalen Normen.

ISO 1211, *Milk — Determination of fat content — Gravimetric method (Reference method)*.

ISO 5765-1, *Dried milk, dried ice-mixes and processed cheese — Determination of lactose content — Part 1: Enzymatic method utilizing the glucose moiety of the lactose*.

ISO 5765-2, *Dried milk, dried ice-mixes and processed cheese — Determination of lactose content — Part 2: Enzymatic method utilizing the galactose moiety of the lactose.*

ISO 8968-1, *Milk — Determination of nitrogen content — Part 1: Kjeldahl method.*

ISO 8968-2, *Milk — Determination of nitrogen content — Part 2: Block-digestion method (Macro method).*

ISO 8968-4, *Milk — Determination of nitrogen content — Part 4: Determination of non-protein nitrogen content.*

ISO 8968-5, *Milk — Determination of nitrogen content — Part 5: Determination of protein-nitrogen content.*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Infrarot-Gerät

spezifische Apparatur zur Bestimmung des Massenanteils von Fett, Protein und Lactose in Vollmilch entsprechend den in dieser Internationalen Norm vorgegebenen Bedingungen

3.2

Fett-, Protein- und Lactosegehalt

der Massenanteil der nach dem in dieser Internationalen Norm festgelegten Verfahren bestimmten Substanzen

ANMERKUNG Die Fett-, Protein- und Lactosegehalte werden als Massenanteile in Prozent [früher % (*m/m*)] angegeben.

4 Kurzbeschreibung

Nach Homogenisierung der Milchprobe erfolgt mit einem Infrarot-Spektrometer die Messung der absorbierten Strahlung, hervorgerufen durch Schwingung von Atom- und Molekülgruppen:

- der Carbonylgruppen der Esterbindungen der Glyceride bei etwa 5,7 µm (üblicherweise als A-Filter bezeichnet) und/oder durch die CH-Gruppen bei etwa 3,5 µm (üblicherweise als B-Filter bezeichnet) zur Bestimmung des Fettgehalts;
- der sekundären Amidgruppen der Peptidbindungen bei etwa 6,5 µm zur Bestimmung des Proteingehalts;
- der Hydroxylgruppen der Lactose bei etwa 9,6 µm zur Bestimmung des Lactosegehalts.

Die Ermittlung des Massenanteils jedes Inhaltsstoffes erfolgt durch Vergleich der Menge des absorbierten Infrarotlichts mit Wasser bei der gleichen Wellenlänge oder gegen Milch bei einer anderen Wellenlänge, bei der nur wenig Absorption des betreffenden Inhaltsstoffes vorliegt.

ANMERKUNG Aus praktischen Gründen dürfen die Proben konserviert werden, z. B. mit Kaliumdichromat (0,1 % Massenanteil), Natriumazid (0,03 % Massenanteil) oder Bronopol (0,02 % bis 0,06 % Massenanteil). Dabei ist es erforderlich, die Empfindlichkeit der einzelnen Geräte für die Kanäle zu überprüfen.

5 Prinzipielle Charakteristika von Infrarot-Geräten

Die handelsüblichen Geräte haben eine oder zwei Durchflussküvetten und sind je zu bestimmender Komponente entweder mit einem oder zwei Frequenzbereichsfiltern ausgerüstet. Es werden Einstrahl- und Zweistrahlspektrometer verwendet. Die Geräte verwenden entweder elektronische oder mechanische Einrichtungen zur Bestimmung des Transmissionsverhältnisses. Die Frequenzbereiche werden

entweder durch Beugungsgitter oder Interferenzfilter selektiert oder aus einem mittels Fouriertransformation erzeugten Spektrum ausgewählt. Außerdem können sich die Geräte hinsichtlich der Anzahl der geeigneten Wellenlängenbereiche unterscheiden, die eine Vorhersage der Konzentration eines gegebenen Inhaltsstoffes ermöglichen.

ANMERKUNG Werden interferometrische Techniken angewendet, trifft diese Internationale Norm nur auf die in Abschnitt 4 genannten Wellenlängenbereiche zu.

6 Faktoren, die die Genauigkeit der Messung beeinträchtigen

6.1 Gerätetechnische Faktoren

6.1.1 Linearität

Wurde ein Gerät so kalibriert, dass die Ergebnisse als Massenverhältniswerte angegeben werden, sollten die Lösungen zur Einstellung und Berechnung der Linearität im Massenverhältnis vorbereitet werden. Wurde das Gerät jedoch gegen volumetrische Referenzverfahren kalibriert oder erfolgte die Kalibrierung so, dass die Ergebnisse als Masse je Volumen-Berechnungen eingestellt werden, sollte die Linearität auf einer Masse/Volumen-Basis eingestellt und berechnet werden, um den besten Bezug zum Referenzverfahren herzustellen. Beispiele, wie Masse/Volumen-Berechnungen ausgeführt werden können, sind in Anhang A angegeben. Dieser Abschnitt umreißt nur die auf Masseverhältnissen basierenden Berechnungen.

Zur Prüfung der Linearität jedes Bestandteils werden jeweils sechs Lösungen bekannter Konzentration von jedem der folgenden Inhaltsstoffe, wie nachfolgend beschrieben, vorbereitet:

- a) empfohlen wird unhomogenisierte Sahne mit einem Massenanteil von 8 % Fett, verdünnt mit entrahmter Milch, um die Linearität bei Wellenlängen von 5,7 µm (A-Filter) und 3,5 µm (B-Filter) zur Bestimmung des Fettgehalts zu prüfen;
- b) ultrafiltriertes (UF) Magermilchretentat, verdünnt mit Ultrafiltrat, um die Linearität bei einer Wellenlänge von 6,5 µm zur Bestimmung des Proteingehalts zu prüfen. Alternativ dürfen Molkenproteinkonzentrat, Magermilchpulver oder aufkonzentrierte, entrahmte Magermilch, verdünnt mit destilliertem Wasser, verwendet werden. Die Stammlösung sollte einen Massenanteil von etwa 5,5 % Protein enthalten;
- c) eine Lösung von 60 g/l Lactosemonohydrat, verdünnt mit Wasser, um die Linearität bei einer Wellenlänge von 9,6 µm zur Bestimmung des Lactosegehalts zu prüfen.

Tabelle 1

Anteile Stammlösung (d. h. Sahne, UF-Retentat oder 6 % ige Lactoselösung)	Anteile Verdünnungsmittel (d. h. entrahmte Milch oder Wasser)	Relative Konzentration
100	0	1,0
80	20	0,8
60	40	0,6
40	60	0,4
20	80	0,2
0	100	0

Die Konzentrationen der Lösungen sollten gleichmäßig von Null bis zur gewünschten oberen Grenze der Geräteanzeige verteilt sein.

Wenn möglich, wird das unveränderte Originalsignal zur Prüfung der Linearität verwendet. Jede Probe wird dreimal analysiert, und es werden die Gleichung für die lineare Regression

$$y = bx + a$$

und die Differenzen ϵ_i

$$\epsilon_i = y_i - (ax_i + b)$$

berechnet. Für jeden Bestandteil werden die Differenzen ϵ_i (y-Achse) gegen das Verdünnungsverhältnis (x-Achse) graphisch dargestellt. Die Prüfung der Messpunkte gibt im Allgemeinen ausreichende Information über die Linearität des Signals.

Ist ein objektiveres Linearitätskriterium erforderlich, wird das Verhältnis der Differenz zu dem der Signalwerte berechnet:

$$\Delta\epsilon/\Delta s = (\epsilon_{\max} - \epsilon_{\min})/(s_{\max} - s_{\min})$$

Dabei sind

$\epsilon_{\max}$ und $\epsilon_{\min}$ die minimalen bzw. maximalen Differenzen;

$s_{\max}$ und $s_{\min}$ das maximale bzw. minimale Signal.

$\Delta\epsilon/\Delta s$ liegt üblicherweise im Bereich von 0,01 bis 0,02.

Zur Bestätigung der Nicht-Linearität kann alternativ eine einfache Varianzanalyse ausgeführt werden.

Sind die Verhältnisse der Konzentrationen zu den Geräteanzeigen nicht über den gesamten Bereich der Messungen streng linear, wird die Linearität des Ausgangssignals für den Inhaltsstoff entsprechend den Anweisungen des Herstellers eingestellt.

ANMERKUNG Milch, die nicht von Kühen stammt, kann höhere Konzentrationen an Fett und Protein enthalten. Für derartige Milch kann eine bessere Geräteleistung erzielt werden, wenn die Linearität speziell auf den relevanten Konzentrationsbereich eingestellt und geprüft wird.

6.1.2 Spüleffektivität der Küvette

Nachdem die Probe einmal durch die Küvette gepumpt wurde, darf das Restvolumen der vorhergehenden Probe 1 % des Gesamtvolumens der Zelle nicht überschreiten.

Zur Überprüfung der Effektivität der Spülung werden 20 aufeinander folgende Proben aus Wasser und homogenisierter Vollmilch in der Reihenfolge: Wasser, Wasser, Milch, Milch, Wasser, Wasser usw. analysiert und die Messergebnisse für jede Wasser- bzw. Milchprobe bei allen angewendeten Wellenlängen aufgezeichnet. Für jede Wellenlänge wird die Spüleffektivität E nach folgender Gleichung berechnet:

$$E = \left(\sum M_1 - \sum W_2 \right) \cdot 100 / \left(\sum M_2 - \sum W_2 \right)$$

Dabei ist

M_1 der erste Messwert für Milch;

M_2 der zweite Messwert für Milch;

W_2 der zweite Messwert für Wasser bei der gleichen Wellenlänge.

Der Wert dieses Verhältnisses darf nicht kleiner als 99 % sein.

6.1.3 Homogenisierung

6.1.3.1 Zur Überprüfung der Effektivität des Homogenisators werden zwei aufeinander folgende Messungen ausgeführt, die erste mit einer Probe unhomogenisierter Vollmilch und die zweite mit dergleichen homogenisierten Vollmilchprobe, nachdem diese durch den geräteeigenen Homogenisator homogenisiert wurde. Die Differenz zwischen den beiden Messergebnissen für Fett darf 0,05 % bei einer Milchprobe mit einem Massenanteil von 3,5 % MilCHFett nicht überschreiten. Zur Berechnung der entsprechenden Akzeptanzkriterien für andere MilCHFettkonzentrationen als 3,5 % Massenanteil wird der tatsächliche Fettgehalt mit 0,0143 multipliziert, um die neuen Kriterien zu erhalten.

ANMERKUNG Dieses Verfahren ist für einige Geräte nicht anwendbar.

WARNUNG Die Ergebnisse dieser Prüfung können irreführend sein, wenn ein Gerät, dessen Homogenisator überhaupt nicht arbeitet, nur eine sehr geringe Differenz zwischen dem ersten und dem zweiten Durchlauf ergibt. Ein sichereres, aber aufwendigeres Alternativverfahren wird in 6.1.3.2 beschrieben (siehe [1]).

6.1.3.2 Alternativ werden eine unhomogenisierte und eine homogenisierte Probe derselben Milch gewonnen, indem entweder Rohmilch und verarbeitete Milch aus ein und demselben Tank einer Molkerei entnommen oder kleinere Mengen mit einem Tisch- oder Kleinhomogenisator hergestellt werden. Dann werden sowohl die unhomogenisierte als auch die homogenisierte Milch gemessen und die Differenz der Ergebnisse wird entsprechend den vorstehend erwähnten Akzeptanzkriterien verglichen.

Voraussetzung ist, dass der Wirkungsgrad des externen Homogenisators gut ist. Das kann durch Teilchengrößenanalyse der homogenisierten Milch überprüft werden. Ein annehmbarer Bereich für den Fettkügelchendurchmesser d des Referenzhomogenisats liegt bei $0,75\text{ }\mu\text{m}$ bis $0,85\text{ }\mu\text{m}$, mit einem $d(0,9)$ von $1,4\text{ }\mu\text{m}$ bis $1,5\text{ }\mu\text{m}$ [$d(0,9)$ bedeutet, dass der Fettkügelchendurchmesser von 90 % des MilCHFetts kleiner als d ist]. Bei dieser Verteilung der Teilchengröße wird die Lichtstreuung für beide Wellenlängen, entsprechend der Futterbestimmung mit dem A-Filter und B-Filter, minimal sein.

6.1.4 Wasserdampf im Gerät

Schwankungen der Luftfeuchte im Strahlengang des Gerätes führen zu Schwankungen in der Nullpunkt-einstellung sowie Kalibrierung. Das Wasserabsorbens (Kieselgel) wird gewechselt, bevor ein Farbumschlag eintritt, vorzugsweise jedoch in regelmäßigen Abständen, die durch Erprobung bestimmt werden. Eine bewährte Verfahrensweise ist ein wöchentlicher Wechsel, möglichst vor dem Wochenende, damit die nötige Zeit zum Trocknen gegeben ist.

6.2 Physikalisch-chemische und biologische Faktoren

6.2.1 Milchezusammensetzung

Das an jeder Wellenlänge erhaltene Signal ist das Ergebnis der Absorption durch den zu bestimmenden Inhaltsstoff und, in einem größeren oder kleineren Ausmaß, durch Konzentrationsschwankungen der übrigen Hauptbestandteile, Wasser eingeschlossen, und durch Salz.

Der Einfluss von Schwankungen im Fett-, Protein- und Lactosegehalt der Milch wird durch Kreuzkorrektur oder durch Wechselwirkungsfaktoren korrigiert, die für jede Wellenlänge und für jedes Gerät charakteristisch sind. Diese Wechselwirkungsfaktoren werden entweder durch den Hersteller oder durch den Anwender berechnet und automatisch in die Messungen einbezogen.

Die auszuführenden Messungen und die entsprechenden Korrekturen, die angewendet werden müssen, sind die folgenden:

- keine Bestimmung des Proteingehalts bei $6,5\text{ }\mu\text{m}$ ohne gleichzeitige Bestimmung des Fettgehalts und Korrektur des Proteinwerts bzgl. des Fettgehalts;
- keine Bestimmung des Fettgehalts bei $3,5\text{ }\mu\text{m}$ ohne gleichzeitige Bestimmung des Protein- und Lactosegehalts und Korrektur des Fettwerts bzgl. des Protein- und Lactosegehalts.

Obgleich die Anwendung anderer interner Korrekturen nicht zwingend notwendig ist, werden sie sehr empfohlen, da sie die Genauigkeit der Messung signifikant verbessern.

In Abständen von drei Monaten werden die Korrekturfaktoren des Gerätes unter Anwendung der zum Beispiel in Anhang B beschriebenen Verfahren überprüft. Die auftretenden Wechselwirkungen sollten möglichst nahe bei Null liegen und die Grenzen von $\pm 0,02$ nicht überschreiten. Außerhalb dieser Grenzen müssen die Kreuzkorrekturen entsprechend den Hinweisen des Herstellers eingestellt werden.

Jedes Mal, wenn ein wichtiges Teil des Gerätes, zum Beispiel ein Interferenzfilter, gewartet oder ausgewechselt wurde, sollten die Korrekturfaktoren überprüft werden.

6.2.2 Fett

6.2.2.1 Fettsäurezusammensetzung

Die Schwankungen in der Fettsäurezusammensetzung der Milch (mittlere molare Masse und Grad der Sättigung) beeinflussen entscheidend das Verhältnis zwischen den Ergebnissen des Referenzverfahrens und den Infrarotmessungen bei $5,7\text{ }\mu\text{m}$ und, in geringerem Ausmaß, bei $3,5\text{ }\mu\text{m}$.

Wenn Schwankungen der Zusammensetzung im Gesamtaufkommen der Milch auftreten (zum Beispiel durch jahreszeitliche Schwankung, regionale Unterschiede^{N1)} oder unterschiedliche Rassen), kann eine erneute Kalibrierung des Gerätes notwendig werden.

6.2.2.2 Lipolyse

Die Abspaltung von Fettsäuren durch Lipasen verändert die Messwerte des Gerätes. Eine Zunahme des Lipolyseindex von einem Milliäquivalent je 100 g Fett, gemessen mit dem BDI-Verfahren, verändert das Signal des Gerätes bei 5,7 µm (A-Filter) um -0,022 % Fett (Massenanteil) und bei 3,5 µm (B-Filter) um +0,006 % Fett (Massenanteil) für Milch mit einem Massenanteil an Fett von 3,5 %.

6.2.2.3 Hoher Fettgehalt

Bei der Analyse von Milchproben mit einem Massenanteil an Fett über 7,0 % kann es zu einer schlechten Wiederholpräzision und zu einer Abweichung von der Standardkurve kommen (siehe Abschnitt 7). Eine Rückfrage beim Hersteller sollte sicherstellen, ob das Gerät mit einem für diesen Milchtyp geeigneten Homogenisator ausgestattet ist.

6.2.2.4 Physikalischer Zustand des MilCHFettes

Hat sich ein Teil des MilCHFettes an der Oberfläche als Rahm abgesetzt, wird der in das Gerät gepumpte Anteil der Probe für den Fettgehalt der Gesamtprobe nicht repräsentativ sein. Proben, auf denen sich Rahm abgesetzt hat, dürfen aus diesem Grund nicht verwendet werden. Es sollte darauf geachtet werden, dass Sahneschichten, die an Gefäßwandungen und Verschlüssen anhaften, wieder eingearbeitet werden.

6.2.3 Protein

6.2.3.1 Schwankung des Nichtproteinstickstoffs (NPN)

Die Proteinbestimmung mit Infrarot basiert auf der Absorption von Infrarotenergie durch die Peptidbindungen der Proteinmoleküle. Demgegenüber beeinflussen die Komponenten des Nichtproteinstickstoffanteils bei den Wellenlängen, die der Proteinmessung zu Grunde liegen, kaum das Signal. Ein Gerät kann kalibriert werden, um eine auf Proteinstickstoff (siehe ISO 8968-5) oder auf Gesamtproteinstickstoff basierende Schätzung (siehe ISO 8968-1 oder ISO 8968-2), gemessen mit dem Kjeldahl-Verfahren, zu liefern.

Falls sich der Gerätebenutzer entschieden hat, die auf dem Gesamtstickstoff basierende Proteinkalibrierung anzuwenden, nimmt er/sie an, dass der Nichtproteinstickstoff-(NPN-)Gehalt der Milchproben, die zur Kalibrierung des Gerätes verwendet werden, innerhalb jeder Kalibrierreihe von Probe zu Probe sowie von Kalibrierreihe zu Kalibrierreihe konstant bleibt. Wenn der NPN innerhalb der Kalibrierreihe von Probe zu Probe variiert, werden Beeinträchtigungen der Neigungskalibrierung des korrigierten Signals des Proteinkanals eine größere Standardabweichung zwischen der Kjeldahl-Gesamtstickstoff-Referenzmethode (TN) und den Ergebnissen des Gerätes verursachen.

Schwankungen des NPN-Gehaltes innerhalb und zwischen den in den verschiedenen Laboratorien verwendeten Kalibrierproben werden die Unterschiede in den Mittelwerten und Standardabweichungen zwischen den Proteinergebnissen der Geräte in verschiedenen Laboratorien vergrößern, falls die Gesamtstickstoffkalibrierung angewendet wird. Wenn TN als Referenzverfahren für die Kalibrierung angewendet wird, ist es wichtig, dass der durchschnittliche NPN-Gehalt der für die Kalibrierung verwendeten Milch so dicht wie möglich an der mittleren Population liegt und dass die Schwankungen des NPN/TN-Verhältnisses innerhalb der Kalibrierreihe von Probe zu Probe so niedrig wie möglich gehalten werden. Analytiker sollten sich bei der Proteinkalibrierung dieser Fehlerquelle bewusst sein.

^{N1)} Nationale Fußnote: In der Praxis hat sich gezeigt, dass „regionale Unterschiede“ bei der IR-Messung von Milch vernachlässigt werden können. In verschiedenen Ländern Europas wird mit Erfolg mit einer Milch kalibriert. Aus diesem Grunde wurde vom zuständigen Gremium des Internationalen Milchwirtschaftsverbandes (IDF) bereits 1998 festgelegt, den Ausdruck „charakteristische Milch“ (im Hinblick auf Rasse, jahreszeitliche Schwankungen, Fütterung usw.) zu bevorzugen und vorgeschlagen, den Ausdruck „regionale Unterschiede“ zu eliminieren.