

DIN ISO 9622

ICS 67.100.10

Ersatz für
die 2016-01 zurückgezogene
Norm
DIN ISO 9622:2000-12

**Milch und flüssige Milcherzeugnisse –
Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie
(ISO 9622:2013)**

Milk and liquid milk products –
Guidelines for the application of mid-infrared spectrometry (ISO 9622:2013)

Lait et produits laitiers liquides –
Lignes directrices pour l'application de la spectrométrie dans le moyen infrarouge
(ISO 9622:2013)

Gesamtumfang 22 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	5
1 Anwendungsbereich.....	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Prinzipielle Charakteristika von Infrarot-Geräten	7
6 Die Messung beeinträchtigende Faktoren.....	7
7 Kalibrierung des Gerätes	15
8 Probenahme	17
9 Bestimmung.....	18
10 Tägliche Überprüfung der Kurzzeitstabilität des Gerätes.....	18
11 Präzision	19
12 Prüfbericht.....	21
Literaturhinweise.....	22

Nationales Vorwort

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der vom Unterkomitee SC 5 „Milk and milk products“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) des Technischen Komitees ISO/TC 34 „Food products“ (Sekretariat: AFNOR, Frankreich) in Zusammenarbeit mit dem Internationalen Milchwirtschaftsverband (IDF) ausgearbeiteten Internationalen Norm ISO 9622:2013. Beim IDF ist die Internationale Norm unter der Bezeichnung IDF 141 veröffentlicht worden.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-13 AA „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Für die in diesem Dokument 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 5725 (all parts)	siehe DIN ISO 5725 (alle Teile)
ISO 5764	siehe DIN EN ISO 5764
ISO 8968-1	siehe DIN EN ISO 8968-1
ISO 8968-2	siehe DIN EN ISO 8968-1
ISO 8968-4	siehe DIN EN ISO 8968-4
ISO 8968-5	siehe DIN EN ISO 8968-4
ISO 14637	siehe DIN EN ISO 14637

Hinweis: Nach Veröffentlichung von ISO 9622:2013 wurden ISO 8968-1 und ISO 8968-2 durch eine Neuausgabe von ISO 8968-1 sowie ISO 8968-4 und ISO 8968-5 durch eine Neuausgabe von ISO 8968-4 ersetzt.

Änderungen

Gegenüber der 2016-01 zurückgezogenen Norm DIN ISO 9622:2000-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Inhalt wurde technisch überarbeitet;
- b) der Anwendungsbereich wurde konkretisiert;
- c) der Abschnitt 3, Begriffe, wurde überarbeitet;
- d) die Abschnitte 4 und 5 wurden allgemeiner dargestellt;
- e) die Prüfung der Wiederholpräzision und Nullpunktstabilität (6.1.1 und 6.1.2) wurde neu aufgenommen;
- f) Vorgehensweisen wurden zum Teil ausführlicher dargestellt;
- g) 6.2, Physikalisch-chemische und biologische Faktoren, wurde um 6.2.7, pH-Wert, und 6.2.9, Wirkungen der Erzeugnis-Matrix, ergänzt;
- h) Abschnitt 7, Kalibrierung des Gerätes, wurde komplett überarbeitet;
- i) statistische Absicherung des Verfahrens in 10.3 und 10.4 (vormals 11.3 und 11.4) wurde stark verkürzt dargestellt (inzwischen Teil der guten Laborpraxis);
- j) Angaben zur Vergleichpräzision (11.3) wurden neu aufgenommen;
- k) Anhang A wurde entfernt und teilweise in den normativen Bereich überführt;
- l) Norm redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN ISO 9622: 2000-12

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 707, *Milch und Milcherzeugnisse — Leitfaden zur Probenahme*

DIN EN ISO 1211, *Milch — Bestimmung des Fettgehaltes — Gravimetrisches Verfahren (Referenzverfahren)*

DIN ISO 5725 (alle Teile), *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen*

DIN EN ISO 5764, *Milch — Bestimmung des Gefrierpunktes — Thermistor-Kryoskop-Verfahren (Referenzverfahren)*

DIN EN ISO 8968-1, *Milch und Milcherzeugnisse — Bestimmung des Stickstoffgehaltes — Teil 1: Kjeldahl-Verfahren und Berechnung des Rohproteingehaltes*

DIN EN ISO 8968-4, *Milch und Milcherzeugnisse — Bestimmung des Stickstoffgehaltes — Teil 4: Bestimmung des Proteinstickstoff-Gehaltes und des Nichtproteinstickstoff-Gehaltes und Berechnung des tatsächlichen Proteingehaltes (Referenzverfahren)*

DIN EN ISO 14637, *Milch — Bestimmung des Harnstoffgehaltes — Enzymatisches Verfahren mit pH-Änderung (Referenzverfahren)*

Milch und flüssige Milcherzeugnisse — Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm enthält einen Leitfaden für die quantitative Zusammensetzungsanalyse von Milch und flüssigen Milcherzeugnissen, wie z. B. Rohmilch, verarbeitete Milch, Sahne und Molke, durch Messung der Absorption von Mittel-Infrarot-Strahlung.

Zusätzliche integrierte Gerätefunktionen, z. B. ein Leitfähigkeitssensor, können die Leistungsfähigkeit bei der Bestimmung der Parameter der Zusammensetzung verbessern und ermöglichen die Abschätzung von weiteren Parametern.

Der festgelegte Leitfaden gilt für die Analyse von Kuhmilch. Der Leitfaden gilt auch für die Analyse von Milch anderer Tierarten (Ziege, Schaf, Büffel usw.) und daraus gewonnenen flüssigen Milcherzeugnissen unter der Voraussetzung, dass entsprechende Kalibrierungen für jede Anwendung erstellt werden und angemessene Kontrollverfahren vorhanden sind.

Die Anwendung ist auf Erzeugnisse mit geringer Viskosität begrenzt, die durch das Durchflusssystem des Analysators gepumpt werden können, und auf Analyten, die zu keiner optischen Sättigung bei den angewendeten spezifischen Wellenlängen führen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 8196|IDF 128 (alle Teile), *Milk — Definition and evaluation of the overall accuracy of indirect methods of milk analysis*

ISO 8968-1|IDF 20-1, *Milk — Determination of nitrogen content — Part 1: Kjeldahl method*

ISO 8968-2|IDF 20-2, *Milk — Determination of nitrogen content — Part 2: Block-digestion method (Macro method)*

ISO 8968-5|IDF 20 5, *Milk — Determination of nitrogen content — Part 5: Determination of proteinnitrogen content*

ANMERKUNG Abhängig von der spezifischen Anwendung oder der Kalibrierung des automatisierten Analysators können weitere normative Dokumente gelten.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 8196|IDF 128 (alle Teile) und die folgenden Begriffe.

3.1

Spektralkalibrierung

Modell der Spektralkalibrierung

Kalibrierung auf der Grundlage der Kombination von Absorptionssignalen bei mehreren (> 2) Wellenlängen im mittleren Infrarotbereich oder von Signalen von anderen Sensoren, um mathematisch optimiert zum besten Schätzwert für den zu untersuchenden Parameter zu gelangen

3.2

Kalibrierung mit Steigung und Achsenabschnitt

einfache lineare Regressionskoeffizienten, bestimmt aus einer Regression nach der Methode der kleinsten Quadrate von optimierten Messwerten des Gerätes gegen Ergebnisse, die mit physikalisch-chemischen Referenzverfahren ermittelt wurden

4 Kurzbeschreibung

Nach der Vorbehandlung und, falls erforderlich, der Homogenisierung, wird die Probe mit einem Infrarot-Spektrometer gemessen, das die Quantität der bei der Transmission bei spezifischen Wellenlängen im mittleren Infrarotbereich absorbierten Strahlung aufzeichnet. Die Spektraldaten werden durch Kalibriermodelle, die von repräsentativen Proben aus der zu untersuchenden Population entwickelt werden, in Schätzwerte der Konzentrationen der Bestandteile oder andere physikalisch-chemische Parameter umgewandelt. Bei einigen Parametern, d. h. Gefrierpunkt-Äquivalenten, dürfen Signale von zusätzlich installierten Sensoren in das Kalibriermodell einfließen.

5 Prinzipielle Charakteristika von Infrarot-Geräten

Die Signale bei den relevanten Wellenlängen dürfen entweder mithilfe eines durch Fouriertransformation ermittelten Interferogramms oder mithilfe optischer Filter erzeugt werden. Geräte und angewendete Kalibriermodelle können sich hinsichtlich der Anzahl der spezifischen Wellenlängen unterscheiden, die bei der Abschätzung der zu untersuchenden Parameter angewendet werden.

Ein Infrarot-Gerät ist ein kommerzielles Gerät, das bei Anwendung unter den in dieser Internationalen Norm festgelegten Bedingungen Schätzwerte der Parameter der Zusammensetzung und weitere Parameter in Milch und flüssigen Milcherzeugnissen liefert.

6 Die Messung beeinträchtigende Faktoren

6.1 Gerätetechnische Faktoren

6.1.1 Wiederholpräzision

Zur Prüfung der Wiederholpräzision des Gerätes wird eine einheitliche repräsentative Probe mindestens 12-mal in Folge analysiert. Die ersten beiden Ergebnisse der Wiederholungen werden verworfen, um Verschleppungseffekte (Carry-over-Effekt) auf ein Mindestmaß zu verringern. Die berechnete Wiederholpräzision sollte den Wiederholgrenzen des betreffenden Parameters und der Probenmatrix entsprechen.

6.1.2 Nullpunktstabilität

Zur Überprüfung der Nullpunktstabilität wird eine Blindprobe (Wasser oder Nulllösung) regelmäßig während der Routineanwendung des Gerätes analysiert. Die Drift (Abweichung) sollte relativ gering und beliebig in der Richtung ($\pm$) sein, sodass die kumulative Drift minimal ist. Eine grafische Darstellung der Nulldrift gegen die Zeit in einem Koordinatensystem ist ein wirksamer Weg zur Rückverfolgung der Gerätestabilität.