

DIN ISO 9622



ICS 67.100.10

Entwurf

Einsprüche bis 2016-05-04
Vorgesehen als 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);
Text Deutsch und Englisch**

Milk and liquid products –
Guidance for the application of mid-infrared spectrometry (ISO 9622:2013);
Text in German and English

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

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-03-04 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und
Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes
besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe
der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort
wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im
Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter
www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL),
10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten
Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 38 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Prinzipielle Charakteristika von Infrarot-Geräten	6
6 Die Messung beeinträchtigende Faktoren.....	6
7 Kalibrierung des Gerätes.....	13
8 Probenahme	16
9 Bestimmung.....	16
10 Tägliche Überprüfung der Kurzzeitstabilität des Gerätes.....	16
11 Präzision	18
12 Untersuchungsbericht.....	19
Literaturhinweise.....	20

Nationales Vorwort

Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der vom Unterkomitee SC 5 „Milch und Milchprodukte“ (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).

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	siehe DIN ISO 5725
ISO 5764	siehe DIN EN ISO 5764
ISO 8968-4	siehe DIN EN ISO 8968-4
ISO 14637	siehe DIN EN ISO 14637

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung der ISO 9622 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

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) redaktionell überarbeitet.

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, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Meßverfahren und Meßergebnissen*

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

E 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 flüssige 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. Die Leitlinie gilt auch für die Analyse von Milch anderer Tierarten (Ziege, Schaf, Büffel usw.) und von aus flüssiger Milch gewonnenen Erzeugnissen 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 Wellenlänge 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 protein nitrogen content*

NOTE 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 mathematisch optimierten Signalen von anderen Sensoren, um zum besten Schätzwert für den zu untersuchenden Parameter zu gelangen

3.2

Kalibrierung mit Steigung und Achsenabschnitt

Steigung-Achsenabschnitt-Kalibrierung

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

4 Kurzbeschreibung

Nach der Vorbehandlung und Homogenisierung, falls erforderlich, 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 herstellerspezifisches (proprietäres) 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 die 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.

ANMERKUNG Bestimmte Geräte sind werksmäßig zur automatischen Korrektur des Nullpunktes in regelmäßigen Zeitabständen voreingestellt. Es ist beabsichtigt, dass die Anwender diese automatischen Korrekturen überprüfen, um sicherzustellen, dass die kumulative Drift nicht unangemessen ist.

6.1.3 Homogenisierung

Zur Überprüfung des Wirkungsgrades des Homogenisators werden zwei aufeinanderfolgende Analysen ausgeführt, die erste mit einer unhomogenisierten Vollmilchprobe und die zweite mit der gleichen Vollmilchprobe, nachdem diese durch den geräteeigenen Homogenisator homogenisiert wurde. Wenn der Mittelwert von fünf wiederholten Messergebnissen für Fett ermittelt ist, darf die Differenz zwischen diesen fünf wiederholten Messergebnissen für Fett mit einer Milchprobe mit einem Massenanteil von 4,0 % Milchfett 0,04 % nicht überschreiten. Zur Berechnung der entsprechenden Akzeptanzkriterien für andere Milchfettkonzentrationen als 4,0 % Massenanteil wird der tatsächliche Fettgehalt mit 0,01 multipliziert, um die neuen Kriterien zu erhalten.

ANMERKUNG 1 Dieses Verfahren ist nur für Geräte anwendbar, in denen der homogenisierte Abfluss getrennt und gesammelt werden kann.

ANMERKUNG 2 Bei Anwendungen, die Probenmatrices mit höheren Konzentrationen an Fett (d. h. Rohsahne) einbeziehen, ist es ratsam, den Wirkungsgrad der Homogenisierung mit einer repräsentativen Probe mit hohem Fettgehalt zu überprüfen. Spezifische Parameter für die Leistungsfähigkeit des Homogenisators sind von der Matrix abhängig.

ANMERKUNG 3 Die Messwerte des Gerätes für jeden Milchfettbestandteil (z. B. einzelne Fettsäuren oder Gruppen von Fettsäuren) sind vom Wirkungsgrad der Homogenisierung abhängig. Die in den Kalibriermodellen verwendeten unterschiedlichen Wellenlängen führen zur uneinheitlichen Empfindlichkeit in Bezug auf den Wirkungsgrad des Homogenisators und möglicherweise zu größeren relativen Wirkungen als bei Fett. Bei der Messung derartiger Milchfettbestandteile ist beabsichtigt, dass die Prüfung des Wirkungsgrades des Homogenisators für diese Bestandteile durchgeführt wird, und die Differenz nicht dafür vorgesehen ist, die Wiederholgrenzen für den Bestandteil zu überschreiten.

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.

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

Voraussetzung ist, dass der Wirkungsgrad der Homogenisierung des externen Homogenisators gut ist. Das kann durch Teilchengrößenanalyse der homogenisierten Milch überprüft werden. Eine annehmbare Größenverteilung für die Fettkügelchen ist durch einen Durchmesser $d(0,9)$ von 1,4 µm bis 1,5 µm gekennzeichnet [$d(0,9)$ bedeutet, dass 90 % der Fettkügelchen einen Durchmesser kleiner als d haben]. [17]

Einige Geräte ermöglichen dem Anwender, einen Indexwert der Homogenisierung zu überwachen, um die Leistungsfähigkeit des Homogenisators zu verfolgen. Die Herstelleranweisungen sollten berücksichtigt werden.

Die Überwachung der Wiederholpräzision des Gerätes kann auch wertvolle Informationen in Bezug auf den Zustand des Homogenisators liefern. Sofern die Wiederholpräzision bei homogenisierter Milch zufriedenstellend ist, während die Wiederholpräzision bei Rohmilch schlecht ist (mehr als die zweifache Abweichung), funktioniert der Homogenisator wahrscheinlich nicht auf einem annehmbaren Niveau.

6.1.4 Linearität

ANMERKUNG 1 Die in diesem Unterabschnitt beschriebene Prüfung der Linearität gilt nur für die Messung der Hauptbestandteile der Milch. Bei der Prüfung der Linearität insbesondere für Erzeugnisse mit höherem Fettgehalt oder für andere Parameter als die Hauptparameter wird es Unterschiede geben. Es ist beabsichtigt, dass in diesen Fällen die Herstelleranweisungen berücksichtigt werden.

ANMERKUNG 2 Die Linearität kann entweder auf der Grundlage des Masse/Masse-Verhältnisses oder auf der Grundlage des Masse/Volumen-Verhältnisses bewertet werden. Da die Küvette des Gerätes ein bestimmtes Volumen der Probe enthält, ist es angebrachter, die Linearität auf der Grundlage des Masse/Volumen-Verhältnisses zu bewerten. In jedem Fall werden die Lösungen für die Linearität durch genaues Abwägen der Anteile hergestellt. Zur Bewertung der Linearität auf einer Volumen-Grundlage, ist beabsichtigt, dass genaue Messungen der Dichte durchgeführt werden und geeignete Umwandlungen berechnet werden.

ANMERKUNG 3 Es ist kritisch, vor der Bewertung der Linearität zu bestätigen, dass der Homogenisator des Gerätes angemessen funktionsfähig ist (siehe 6.1.3).

Zur Prüfung der Linearität für jeden Hauptbestandteil werden mindestens 10 Lösungen mit bekannter Konzentration hergestellt, die den typischen Bereich für den bestimmten Bestandteil abdecken. Die folgenden Lösungen werden empfohlen:

- a) Homogenisierte Sahne mit einem Massenanteil von 8 % Fett, verdünnt mit entrahmter Milch oder Nulllösung, um die Linearität zur Bestimmung des Fettgehalts zu prüfen. Falls homogenisierte Sahne mit diesem Fettgehalt nicht verfügbar ist, darf auch unhomogenisierte Sahne unter der Voraussetzung verwendet werden, dass der Homogenisator des Gerätes ordnungsgemäß funktioniert (siehe 6.1.3).
- b) Ultrafiltriertes (UF) Magermilchretentat, verdünnt mit Ultrafiltrat, um die Linearität zur Bestimmung des Proteingehalts zu prüfen. Alternativ dürfen Molkenproteinkonzentrat, Natriumkaseinat, Kalziumpropionat, Magermilchpulver oder aufkonzentrierte 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 oder einer Milchmineralien-Lösung [14], um die Linearität zur Bestimmung des Lactosegehalts zu prüfen.

Eine Stammlösung mit einer Konzentration am oberen Ende des typischen Bereiches wird verwendet, Verdünnungsreihen können entsprechend Tabelle 1 hergestellt werden:

Tabelle 1 — Verdünnungsreihen

Anteile der Stammlösung	Anteil des Verdünnungsmittels	Relative Konzentration
100	0	1,0
90	10	0,9
80	20	0,8
70	30	0,7
60	40	0,6
50	50	0,5
40	60	0,4
30	70	0,3
20	80	0,2
10	90	0,1
0	100	0,0

Die Konzentrationen der Lösungen sollten gleichmäßig von Null bis zu den gewünschten oberen Grenzen der Geräteanzeigen verteilt sein.

Jede Probe wird dreimal analysiert, die Ergebnisse werden gemittelt und die Gleichung für die lineare Regression $y = bx + a$ berechnet. Eine lineare Regression mit den voraussichtlichen Werten je Probe auf der x-Achse und den gemessenen Werten je Probe auf der y-Achse wird angewendet. Die Differenzen $e_i = y_i - (bx_i + a)$ werden aus der Regression berechnet. Die Differenzen e_i (y-Achse) gegen die voraussichtlichen Werte (x-Achse) werden in einem Koordinatensystem grafisch dargestellt. Eine Sichtprüfung der Messpunkte ergibt üblicherweise ausreichende Informationen über die Linearität des Signals. Jede abweichende Differenz (Ausreißer) sollte gestrichen werden und das Berechnungsverfahren vor der Durchführung der weiteren Prüfung mit den verbleibenden Daten wiederholt werden.

Sofern aufgezeichnet, kann die Kurve durch das Verhältnis, r , mithilfe der Formel (1) angegeben werden:

$$r = \frac{(e_{\max} - e_{\min})}{(M_{\max} - M_{\min})} \times 100 \quad (1)$$

Dabei ist

$e_{\max}$ der Zahlenwert der größten Differenz aus der Regression;

$e_{\min}$ der Zahlenwert der kleinsten Differenz aus der Regression;

$M_{\max}$ der Zahlenwert des oberen gemessenen Wertes für die betreffende Probenreihe;

$M_{\min}$ der Zahlenwert des unteren gemessenen Wertes für die betreffende Probenreihe.

Das Verhältnis, r , sollte kleiner als 2 % sein. Falls dieser Wert übertroffen wird, kann eine bessere Leistung durch die Durchführung getrennter Kalibrierungen für die verschiedenen Bereiche erhalten werden.

Schließlich wird die Linearität der Geräteantwort für den Bestandteil entsprechend den Herstelleranweisungen eingestellt. Siehe auch Verweisung [18].

ANMERKUNG Alternativ ist es möglich, eine Prüfung der Linearität mit der Kalibrierung mit Steigung und Achsenabschnitt zu kombinieren.

6.1.5 Verschleppung

Verschleppung (Übertragung) ist festgelegt als das Restvolumen der vorhergehenden Probe als ein prozentualer Anteil des Gesamtvolumens der Küvette des Gerätes nach einem einzelnen Pumpvorgang einer Probe durch die Küvette des Gerätes.

Interne Faktoren/Aspekte, die die Verschleppung beeinflussen, umfassen die Pumpeneinstellungen, Mängel des Durchflusssystems und Kompensationsfaktoren. Die Verschleppung beeinflussende externe Faktoren umfassen die Verschleppung durch den Rührer oder die Pipette.

Zur Bewertung der Verschleppung für das gesamte System einschließlich der Verschleppung durch das gegebenenfalls angewendete automatische Probenahmesystem erfolgt ein Durchlauf von Proben aus 20 einzelnen Fläschchen unter Einsatz des gesamten Systems.

Zur Bewertung der Verschleppung nur für das Durchflusssystem erfolgt der Durchlauf der Proben manuell, dabei wird die Pipette zwischen den Zyklen abgewischt.

Zur Überprüfung der Verschleppung werden 20 aufeinanderfolgende Proben von Wasser und Vollmilch (mit Rohmilch ist vorsichtig umzugehen; sie muss homogenisiert werden) in der Reihenfolge: Wasser, Wasser, Milch, Milch, Wasser, Wasser usw. analysiert und die Messergebnisse für jeden der Hauptparameter der Zusammensetzung für jede Wasser- bzw. Milchprobe werden aufgezeichnet.

Für jeden Parameter wird das Verhältnis der Wasser/Milch-Verschleppung, E_W , und das Verhältnis der Milch/Wasser-Verschleppung, E_M , mittels der Formeln (2) und (3) berechnet:

$$E_W = \frac{(m_2 - m_1)}{(m_2 - w_2)} \times 100 \quad (2)$$

$$E_M = \frac{(w_1 - w_2)}{(m_2 - w_2)} \times 100 \quad (3)$$

Dabei ist

w_1 die Summe der ersten Messwerte des Wassers (Nr. 1 + 5 + 9 + 13 + 17);

w_2 die Summe der zweiten Messwerte des Wassers (Nr. 2 + 6 + 10 + 14 + 18);

m_1 die Summe der ersten Messwerte der Milch (Nr. 3 + 7 + 11 + 15 + 19);

m_2 die Summe der zweiten Messwerte der Milch (Nr. 4 + 8 + 12 + 16 + 20).

Die berechneten Verschleppungswerte, E_W und E_M , müssen kleiner als $\pm 1 \%$ sein.

ANMERKUNG Es ist beabsichtigt, dass die Bewertung der Verschleppung unter Anwendung dieses Verfahrens nur für die Hauptbestandteile der Milch erfolgt.

6.1.6 Wasserdampf im Gerät

Schwankungen der Luftfeuchte im Strahlengang des Gerätes führen zu Schwankungen bei der optischen Nullpunkteinstellung sowie bei der Kalibrierung. Bevor ein Farbumschlag eintritt, wird das Wasserabsorbens (Kieselgel) in den vom Hersteller festgelegten Mindestzeitspannen gewechselt. Die Umgebungsbedingungen innerhalb bestimmter Laboratorien könnten häufigere Wechsel erfordern.

6.2 Physikalisch-chemische und biologische Faktoren

6.2.1 Milchezusammensetzung

Das bei jeder Wellenlänge erhaltene Signal ist das Ergebnis der Absorption durch alle Bestandteile einschließlich Wasser.

Wird ein Modell der Spektralkalibrierung für einen spezifischen Bestandteil angewendet, dürfen die Auswirkungen von Schwankungen bei anderen Bestandteilen allgemein in das Kalibriermodell einbezogen werden. Festgestellte verbleibende Wechselwirkungen (Interkorrekturdefekte) können aus der unzureichenden Schwankung von Konzentrationen der Bestandteile in der Probenreihe der Spektralkalibrierung stammen.

Mit üblichen Kalibrierungen auf der Grundlage von Absorptionssignalen bei voreingestellten Wellenlängen (multiple lineare Regressions(MLR)-Kalibrierungen, en: multiple lineare regression calibration) ist es notwendig, eine Interkorrektur (Kreuzkorrektur) anzuwenden, um die Schwankungen bei der Konzentration der anderen Bestandteile anzupassen. Die so genannten Interkorrekturkoeffizienten sind bei jeder Wellenlänge und jedem Gerätetyp spezifisch.

Jede verbleibende Wechselwirkung von Hauptbestandteilen wird, falls erforderlich, überprüft und die Interkorrekturkoeffizienten werden in Zeitspannen entsprechend den vom Gerätehersteller oder dem Lieferanten des Referenzmaterials festgelegten Verfahren eingestellt.

Jede unabhängige Zugabe des reinen Bestandteils zur Milch sollte keine signifikante Verschiebung bei den Ergebnissen der anderen Bestandteile ergeben, die von den erwarteten Ergebnissen aus der Verdünnung mit dem zugefügten Bestandteil abweichen. Bei den Hauptbestandteilen kann das wie folgt erreicht werden: [17]

- a) zu einer Milchprobe wird hinzugefügt:
- Sahne der gleichen Milch;
 - eine abgewogene Menge, m_{cas} , von getrocknetem Caseinat oder Milchprotein, um den Proteingehalt um etwa 1 g/100 g zu erhöhen;
 - eine abgewogene Menge, m_{las} , von getrockneter Lactose, um den Lactosegehalt um etwa 1 g/100 g zu erhöhen;
- b) die ursprünglichen Proben werden analysiert und die angereicherten Proben mindestens vierfach;
- c) die Mittelwerte der Wiederholungen und anschließend die systematischen Abweichungen (Bias) der Wechselwirkung werden mittels Formel (4) berechnet.

$$d_{y/x} = \frac{(Y_{Hx} - Y_{Lx} \cdot f_x)}{(H_x - L_x)} \quad (4)$$

Dabei sind (ist)

- Y_{Lx} und Y_{Hx} die gemessenen mittleren Konzentrationen für den interferierten Bestandteil Y vor bzw. nach der Zugabe des interferierenden Bestandteils;
- Y_x und Y_x die gemessenen niedrigen und hohen Konzentrationen für den interferierenden Bestandteil X vor bzw. nach seiner Zugabe;
- f_x der Verdünnungsfaktor für den zugefügten Bestandteil X: Fett $f_F = 1 - 0,011 \cdot (H_F - L_F)$, Protein $f_P = 1 - 0,008 \cdot m_{\text{cas}}$ und Lactose $f_L = 1 - 0,006 \cdot m_{\text{las}}$.

Für die drei Hauptbestandteile sollten sechs Kombinationen geprüft werden: F/P, F/L, P/F, P/L, L/F, L/P.

Bei Populationen von Milchproben, die große Konzentrationsbereiche zeigen (z. B. einzelne Milchsorten), sollten die systematischen Abweichungen (Bias) der Wechselwirkung innerhalb von $\pm 0,02$ liegen.

Verfahren und modifizierte Milchproben für die Prüfung und die Einstellung der Interkorrekturkoeffizienten sind an anderer Stelle beschrieben. [15] [16] [17]

Die Interkorrekturkoeffizienten sollten jedes Mal geprüft werden, wenn ein wichtiges Teil des Gerätes, z. B. die Lichtquelle, der Detektor oder die optische Zelle, gewartet oder ausgewechselt wurde.

6.2.2 Fettsäurezusammensetzung

Mit den üblichen Kalibrierungen auf der Grundlage von Absorptionssignalen bei voreingestellten Wellenlängen (MLR-Kalibrierungen) können die Schwankungen in der Fettsäurezusammensetzung der Milch (mittlere molare Masse und Grad der Sättigung) signifikant das Verhältnis zwischen den Ergebnissen des Referenzverfahrens und den Infrarot-Messungen beeinflussen. Wenn Schwankungen der Zusammensetzung auftreten (z. B. durch jahreszeitliche Schwankung, regionale Unterschiede oder unterschiedliche Arten), kann eine erneute Kalibrierung des Gerätes notwendig werden.

ANMERKUNG Mit Spektralkalibrierungen ist es möglich, den Einfluss der jahreszeitlichen und regionalen Schwankungen durch Einbeziehung dieser Schwankungstypen in die Probenreihe der Kalibrierung zu verringern.

6.2.3 Lipolyse

Die Abspaltung von Fettsäuren durch Lipase kann die Messwerte des Gerätes verändern. Wenn beispielsweise ein Gerät mit üblichen MLR-Kalibrierungen angewendet wird, verändert eine Zunahme des Lipolyseindex von einem Milliäquivalent je 100 g Fett, gemessen mit dem BDI-Verfahren (ISO/TS 22113|IDF/RM 204) das Signal des Gerätes bei 5,7 µm (A-Filter) um -0,022 % Fett und bei 3,5 µm (B-Filter) um +0,006 % Fett bei einer Probe mit einem Massenanteil an Fett von 3,5 %.

Eine Zunahme des Lipolyseindex von einem Milliäquivalent je 100 g Fett, gemessen mit dem BDI-Verfahren, verändert das Signal des Gerätes um +0,013 % Protein bei 6,5 µm für eine Untersuchungsprobe mit einem Massenanteil an Protein von 3,0 %.

6.2.4 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.

6.2.5 Schwankung des Nichtproteinstickstoffs (NPN)

Die Proteinbestimmung mit Infrarot basiert nur auf der Absorption von Infrarotenergie durch die Peptidbindungen der Proteinmoleküle, während bei Filtergeräten die Komponenten des Nichtproteinstickstoffanteils (en: non-protein-nitrogen, NPN) bei den Wellenlängen, die der Proteinmessung zugrunde liegen, das Signal kaum beeinflussen. Ein Gerät darf kalibriert werden, um eine auf Proteinstickstoff (nach ISO 8968-5|IDF 20-5) oder auf Gesamtproteinstickstoff basierende Schätzung (nach ISO 8968-1|IDF 20-1 oder ISO 8968-2|IDF 20-2), gemessen mit dem Kjeldahl-Verfahren, zu liefern.

Falls mit den üblichen MLR-Kalibrierungen die Auswahl getroffen wird, die auf dem Gesamtstickstoff basierende Proteinkalibrierung anzuwenden, wird angenommen, dass der 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, können Beeinträchtigungen der Neigungskalibrierung des korrigierten Signals des Proteinergebnisses zu einer größeren Standardabweichung der Differenz zwischen der Kjeldahl-Gesamtstickstoff(TN)-Referenzmethode und den Ergebnissen des Gerätes führen, die eine verringerte Genauigkeit ergibt. Bei der auf dem Gesamtstickstoff basierenden Proteinkalibrierung könnten somit Schwankungen des durchschnittlichen NPN-Gehalts aus einer Kalibrierreihe gegenüber einer anderen zu einer Neuanpassung (Korrektur) der Kalibrierung führen. [13]

6.2.6 Schwankung des Citronensäuregehaltes

Citronensäure absorbiert Energie bei 6,5 µm, d. h. dort, wo auch das Protein bestimmt wird. Schwankungen im Citronensäuregehalt müssen deshalb durch Änderung der Proteinkalibrierung kompensiert werden.

6.2.7 pH-Wert

In Rohmilchproben mit niedrigem pH-Wert kann ein Einfluss auf die Gerätemesswerte für Fett, Protein, Lactose, Harnstoff und Gefrierpunkt beobachtet werden. Unterhalb eines pH-Wertes von 6,4 tendieren die Messwerte für den Proteingehalt und den Gefrierpunkt dazu, signifikant niedriger zu sein, während diese bei Fett und Lactose dazu tendieren, höher als die bei einem pH-Wert von 6,7 ermittelten Werte zu sein. [10]