

Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung
in Rohmilch
Funktionsprüfung der Geräte

DIN
10478

ICS 67.100.10

Determination of ingredients in raw milk using infrared spectrophotometry —
Function test of the instruments

Détermination des ingrédients du lait cru par spectrophotométrie infrarouge —
Test de la fonction d'instruments

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), Arbeitsausschuss „Chemische und physikalische Milchuntersuchung“, erarbeitet.

Einleitung

Die Ermittlung wertbestimmender Parameter, z. B. die Feststellung der Inhaltsstoffkonzentrationen der Anlieferungsmilch, ist von hoher wirtschaftlicher Bedeutung. Der exakten Messung mit Infrarotspektrophotometern ist daher ein besonderer Stellenwert beizumessen.

Die im Folgenden beschriebenen Maßnahmen sind als Ergänzung zu den Prüfmaßnahmen zu verstehen, die seitens der Hersteller in den Bedienungsanleitungen beschrieben werden.

Darüber hinaus ergänzt diese Norm die Festlegungen nach DIN ISO 9622.

Fortsetzung Seite 2 bis 7

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt allgemeine Kriterien fest, nach denen Infrarotspektrophotometer, die im mittleren Infrarotbereich messen und für die Untersuchung von Rohmilch eingesetzt werden, überprüft werden. Ganz besonderer Wert wird auf die Überprüfung der Funktionsfähigkeit der Geräte gelegt.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN ISO 9622, *Vollmilch — Bestimmung des Milchfett-, Protein- und Lactosegehaltes — Leitfaden für den Betrieb von Mittel-Infrarot-Geräten (ISO 9622:1999)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff.

3.1 Referenzmilch (RM)
eine für die Kalibrierung sowie zur laufenden Prüfung der Kalibrierung der Untersuchungsgeräte unmittelbar und ausschließlich einzusetzende Milchprobe

ANMERKUNG Hierbei handelt es sich um Rohmilch, die insbesondere hinsichtlich des Inhaltsstoff- und des biochemisch-chemischen Status repräsentativ für die jeweils zu untersuchenden Rohmilchproben ist.

4 Grundsätzliche Anforderungen

Der biochemische und mikrobiologische Status der Rohmilch muss eine einwandfreie Haltbarkeit über die maximale Nutzungsdauer der Referenzmilch erlauben.

Die Hersteller von Referenzmilch müssen ein anerkanntes Qualitätsmanagementsystem besitzen.

Die Referenzmilch ist nach den jeweils anerkannten Referenzverfahren durch mindestens zwei verschiedene Referenzlaboratorien zu untersuchen.

Die Art der Konservierung, die Lagerbedingungen, die Haltbarkeit sowie die Homogenität der Referenzmilchproben richten sich nach den Angaben des Herstellers. Die Konservierung ist so zu wählen, dass dadurch keine Verfälschung des Messergebnisses stattfindet.

5 Probenvorbereitung

Alle zur Messung kommenden Proben sind einer Sichtprüfung zu unterziehen. Sinnfällig veränderte Proben sind gegebenenfalls von der Untersuchung auszuschließen.

Die Probenvorbereitung erfolgt analog der Bedienungsanleitung der Gerätehersteller. Das Durchmischen der Probe vor der Analyse muss so erfolgen, dass die Milch in den zu bestimmenden Parametern nicht verändert wird.

Es ist sicherzustellen, dass die Proben die vom Gerätehersteller geforderte Temperatur aufweisen und sich während des Temperierens in den zu bestimmenden Parametern nicht messbar verändern.

6 Reinigungs- und Blindprobenlösung

Als Reinigungs- und Blindprobenlösung können die vom Gerätehersteller empfohlenen oder gleichwertige Lösungen verwendet werden. Die Lösungen müssen die vom Gerätehersteller geforderte Temperatur aufweisen.

7 Funktionsprüfung der Geräte

7.1 Allgemeines

Es wird zwischen täglich, wöchentlich und monatlich durchzuführenden Prüfungen unterschieden. Werden die im Folgenden beschriebenen Prüfungen erfolgreich absolviert, sind die Geräte einsatzbereit. Sämtliche Prüfergebnisse sind zu protokollieren.

7.2 Tägliche Prüfungen

7.2.1 Prüfungen zu Arbeitsbeginn

7.2.1.1 Allgemeines

Die Prüfungen nach 7.2.1.2 und 7.2.1.3 sind täglich zu Beginn der Arbeiten oder nach längeren Unterbrechungen des Messbetriebes durchzuführen.

7.2.1.2 Nullpunktprüfung

Zur Überprüfung bzw. Einstellung des Nullpunktes aller zu messenden Parameter wird eine vom Gerätehersteller empfohlene oder eine vergleichbare Lösung verwendet.

Nach erfolgter Reinigung des gesamten Durchflusssystemes mit einer Reinigungslösung und Entlüftung wird der Nullpunkt mit der temperierten Lösung (siehe Abschnitt 5) entsprechend den Herstellerangaben eingestellt.

Die Referenzmilch wird durch mindestens fünf Einzelmessungen untersucht. Anschließend ist erneut eine Nullpunktprüfung durchzuführen. Sofern die absoluten Abweichungen von den jeweiligen Ausgangswerten für alle Parameter nicht größer als 0,02 % sind, ist das System hinsichtlich des Nullpunktes einsatzbereit.

Bei größeren Abweichungen ist das System erneut zu reinigen, zu entlüften und es sind gegebenenfalls vom Hersteller empfohlene Maßnahmen einzuleiten. Sofern damit der Fehler nicht zu beseitigen ist, muss das Gerät auf die technische Funktionsfähigkeit hin überprüft werden.

Bei Geräten mit automatischer Einstellung des Nullpunktes bei Inbetriebnahme ist danach die oben beschriebene Nullpunktprüfung einmalig durchzuführen. Im laufenden Betrieb erfolgt eine automatische Einstellung des Nullpunktes nach Vorgabe des Herstellers.

Bei Geräten mit automatischer Nullpunktüberwachung im laufenden Betrieb ist bei Abweichungen von 0,02 % und darüber eine erneute Nullpunktprüfung durchzuführen.

7.2.1.3 Kalibrierprüfung

Täglich bei Inbetriebnahme der IR-Geräte ist eine Prüfung der Kalibrierung vorzunehmen. Damit wird sichergestellt, dass das Gerät so eingestellt ist, dass es richtige Messergebnisse liefert.