



Suisselab
Zollikofen

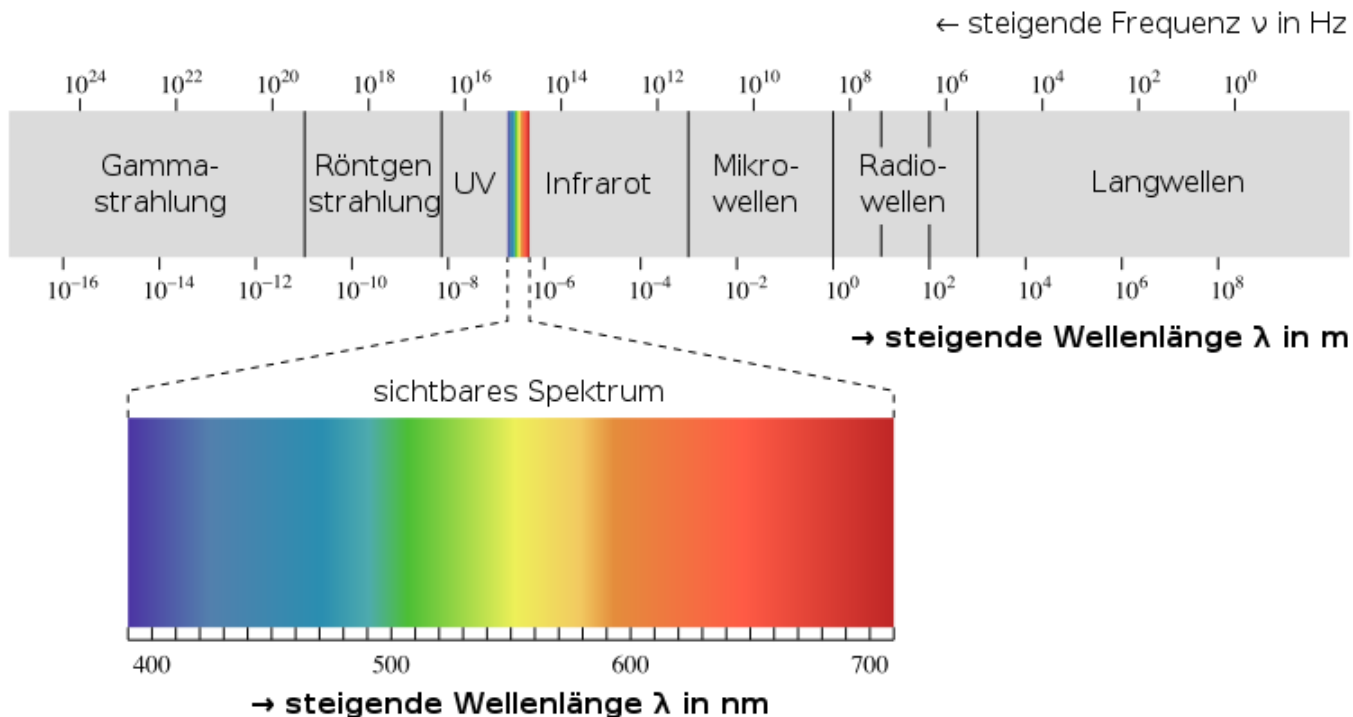
Infrarot-Spektroskopie Wirkungsweise und Möglichkeiten

Martin Stierli
dipl. Lm-Ing. ETH
Bereichsleiter Milchanalytik

Jubiläumsanlass 10 Jahre Suisselab AG, 14. September 2017

Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie

- 1800: Entdeckung der infraroten Strahlung durch F.W. Herschel
- Untersuchung der einzelnen Farben des Sonnenspektrums
 - Erwärmung einer geschwärzten Fläche durch Strahlen jenseits des roten Bereichs (jenseits, unterhalb = infra, deshalb: Infrarot)

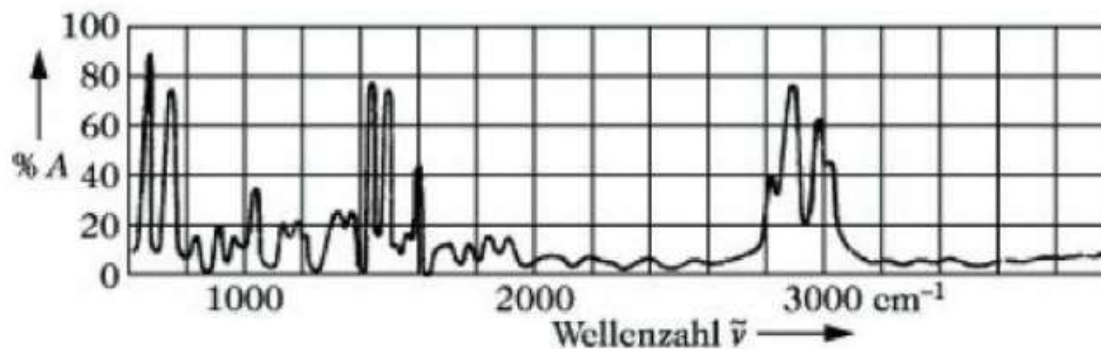


Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie

- Der Infrarotbereich wird eingeteilt in:
 - Nahes Infrarot (NIR), Wellenlänge 0.8 – 2.5 μm
 - Mittleres Infrarot (MIR) Wellenlänge 2.5 – 25 μm
 - Fernes Infrarot (FIR), Wellenlänge 25 – 1'000 μm
- Wird ein Stoff mit elektromagnetischen Wellen bestrahlt, werden bestimmte Frequenzbereiche absorbiert
- Bei der Spektroskopie wird eine Strahlung zerlegt
- Im Fall der Infrarot-Spektroskopie im Mittleren Bereich werden nur die Strahlen mit Wellenlängen 2.5 – 25 μm verwendet
- Diese führt zu einer Schwingungsanregung von chemischen Bindungen
- Diese chemischen Bindungen sind typisch für funktionelle Gruppen und damit für die betrachteten Stoffe

Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie

- Die Absorption ist abhängig von Art der Stoffe (Wellenlänge mit grosser Absorption) und der Menge des Stoffes (Grösse der Absorption)
- Für Fett ist diese Absorption in den Bereichen $3.5 \mu\text{m}$ und $5.8 \mu\text{m}$ typisch
- Die Schwingungsanregung äussert sich zeitlich unregelmässig
- Wir verwenden das Prinzip der Fourier-Transformation Infrarotspektroskopie (FTIR-Spektroskopie)
- Die Fourier-Transformation ist eine mathematische Methode, um zeitlich unregelmässige Signale in ein kontinuierliches Spektrum umzuformen



Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie

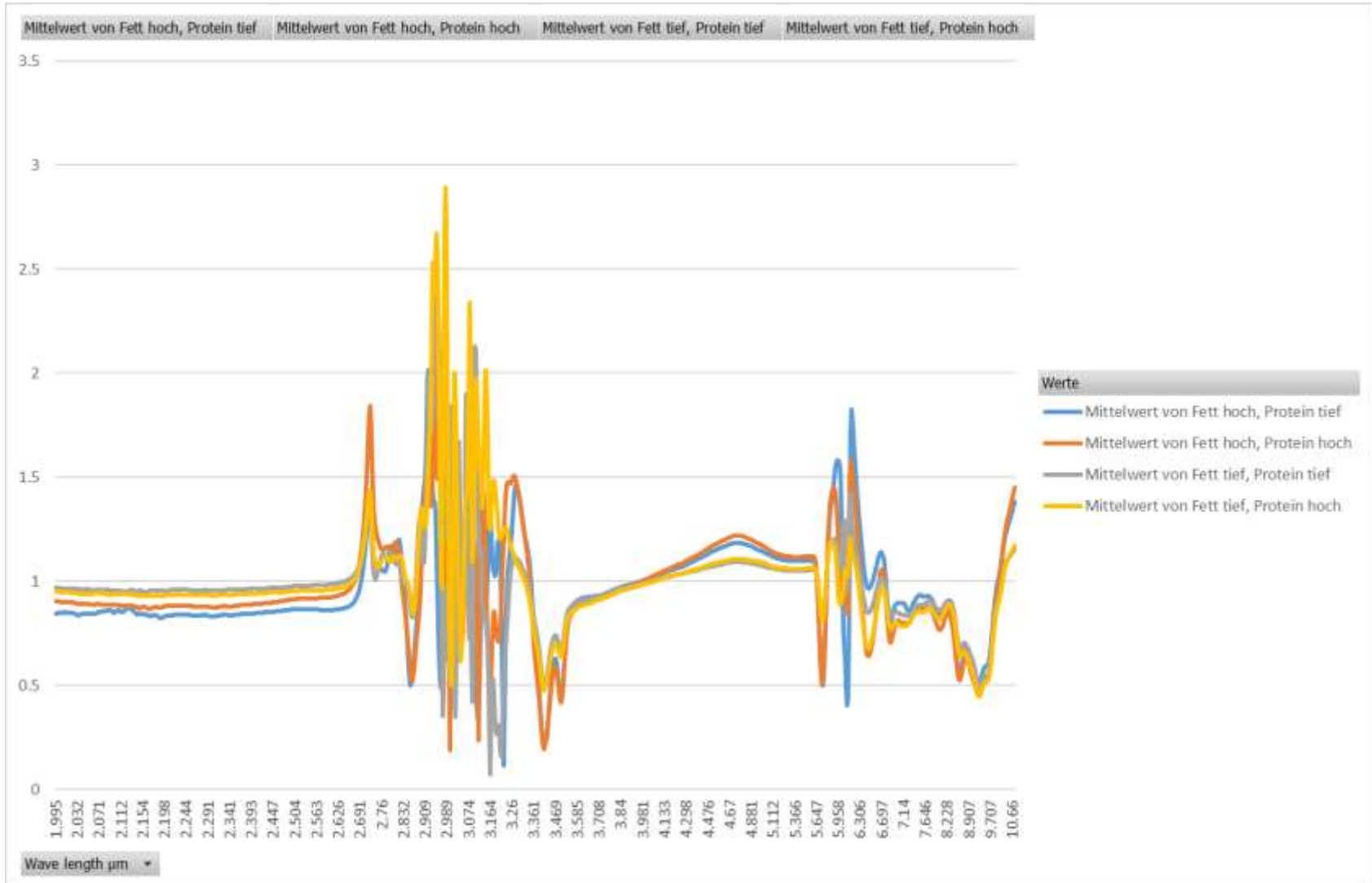
- Bei Suisselab werden Geräte des Typs MilkoScan der Firma FOSS, Dänemark eingesetzt



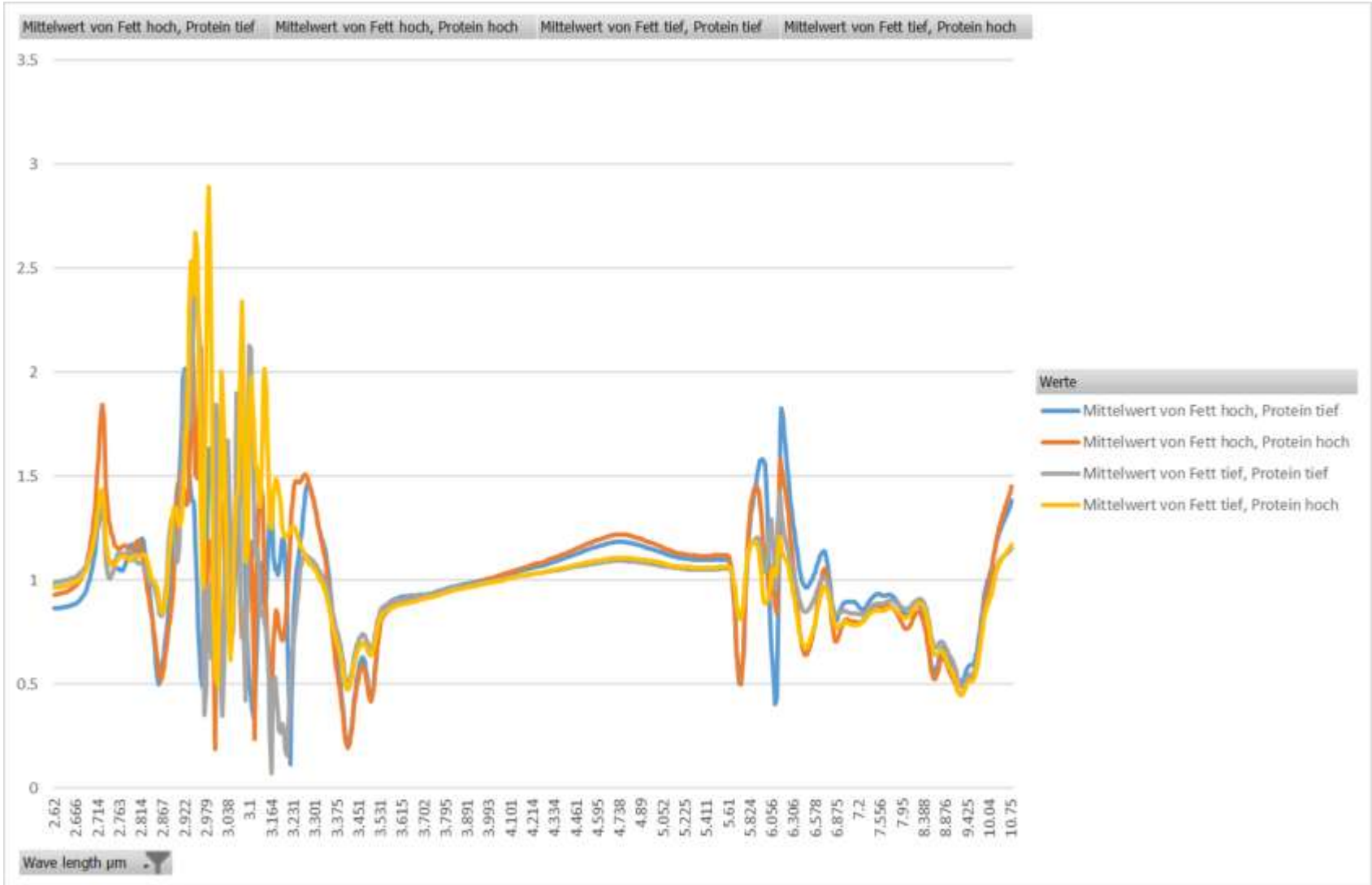
Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie



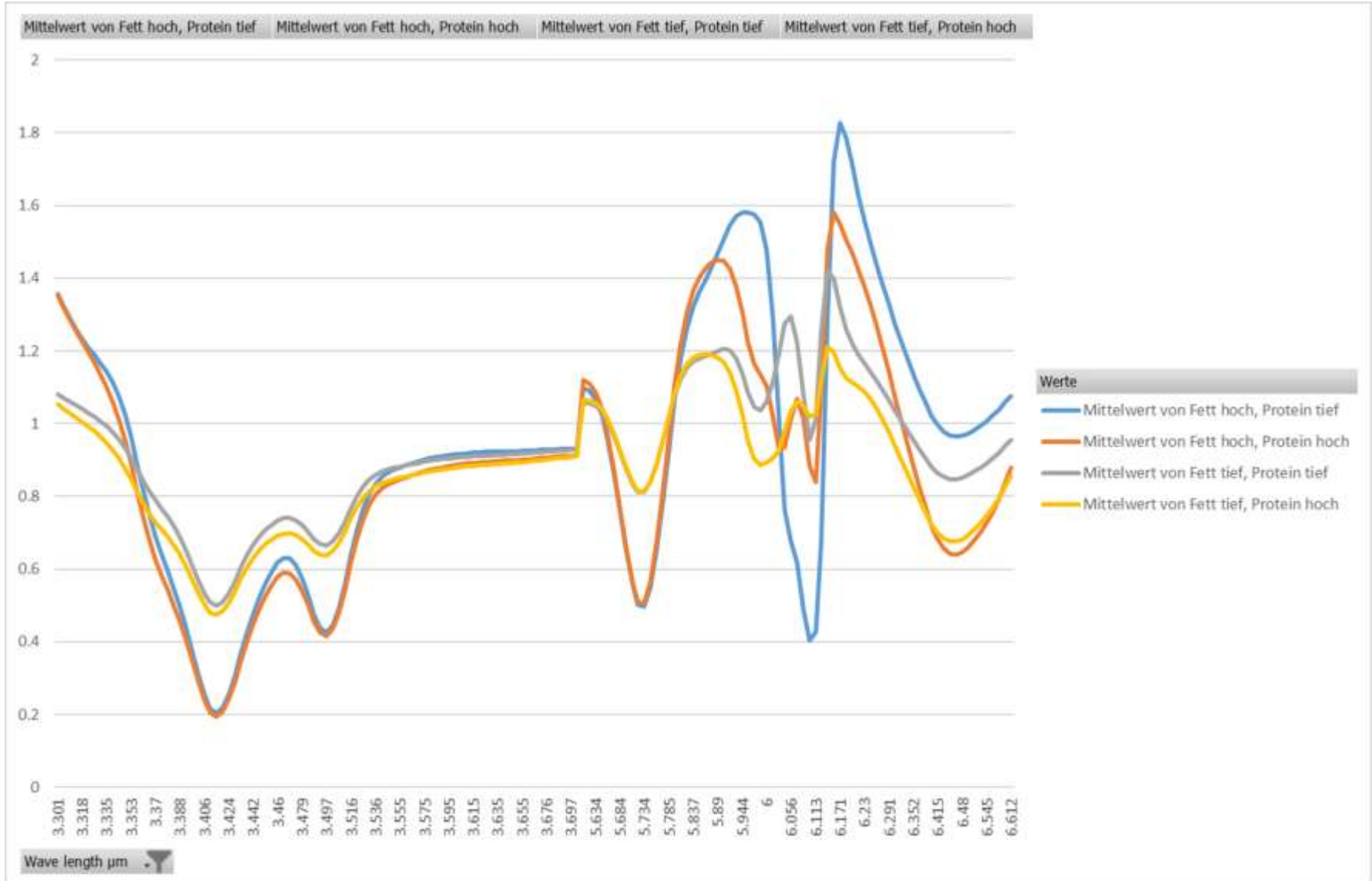
Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie



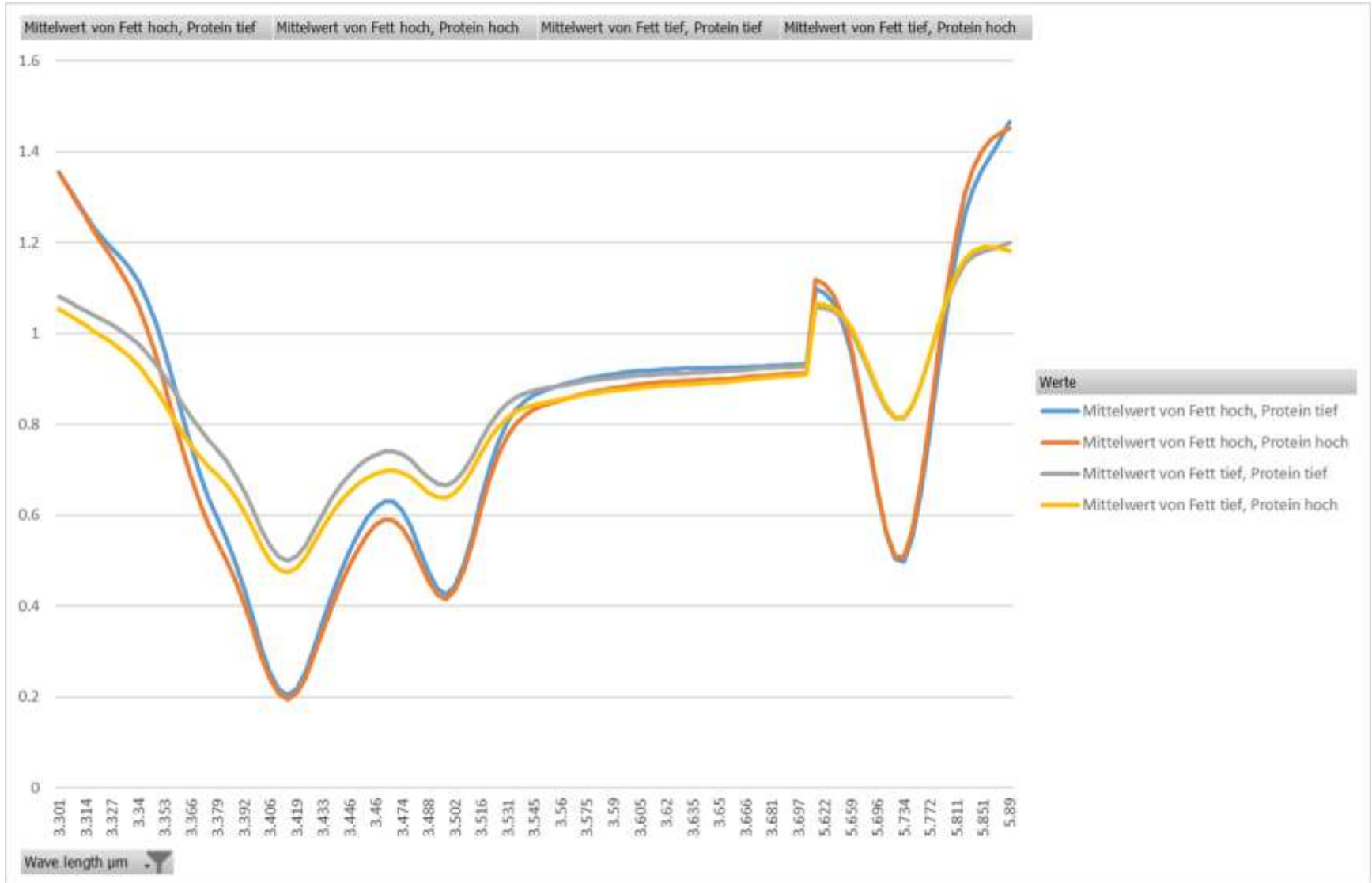
Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie



Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie



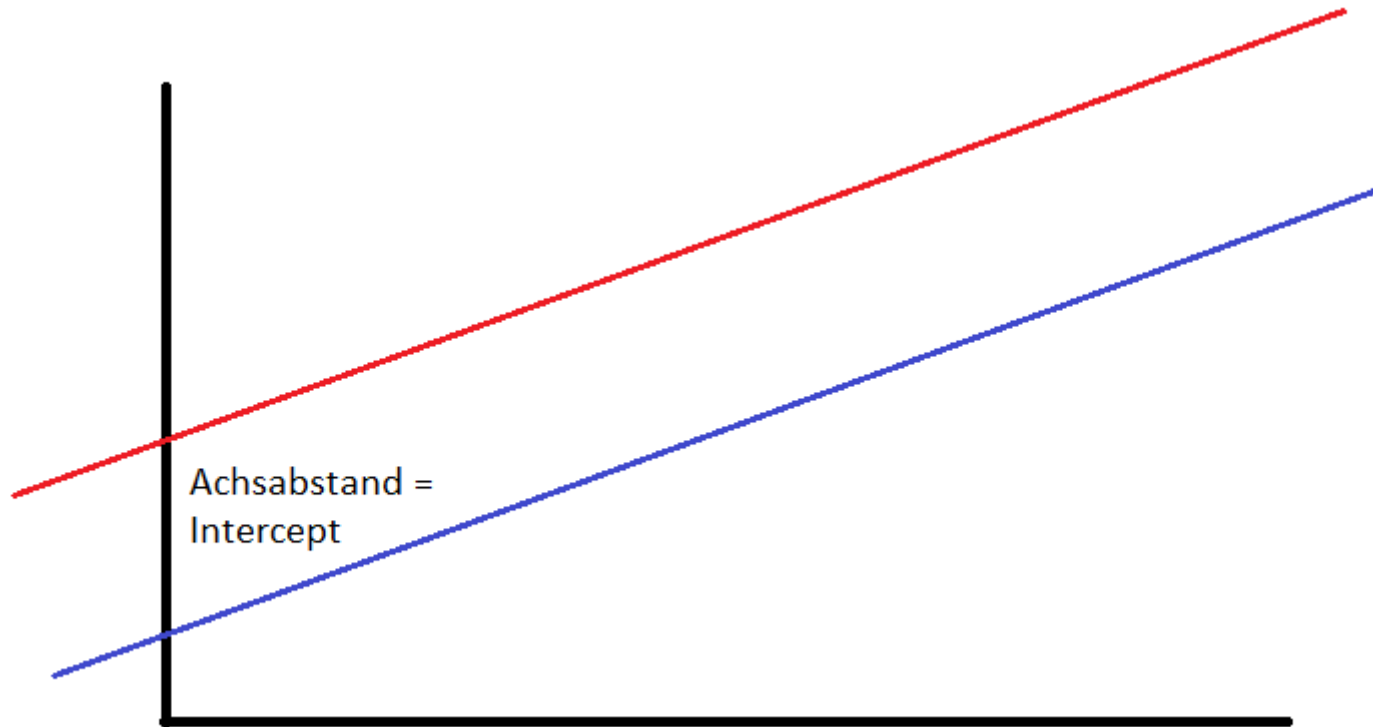
Das Prinzip der Infrarot-Spektroskopie



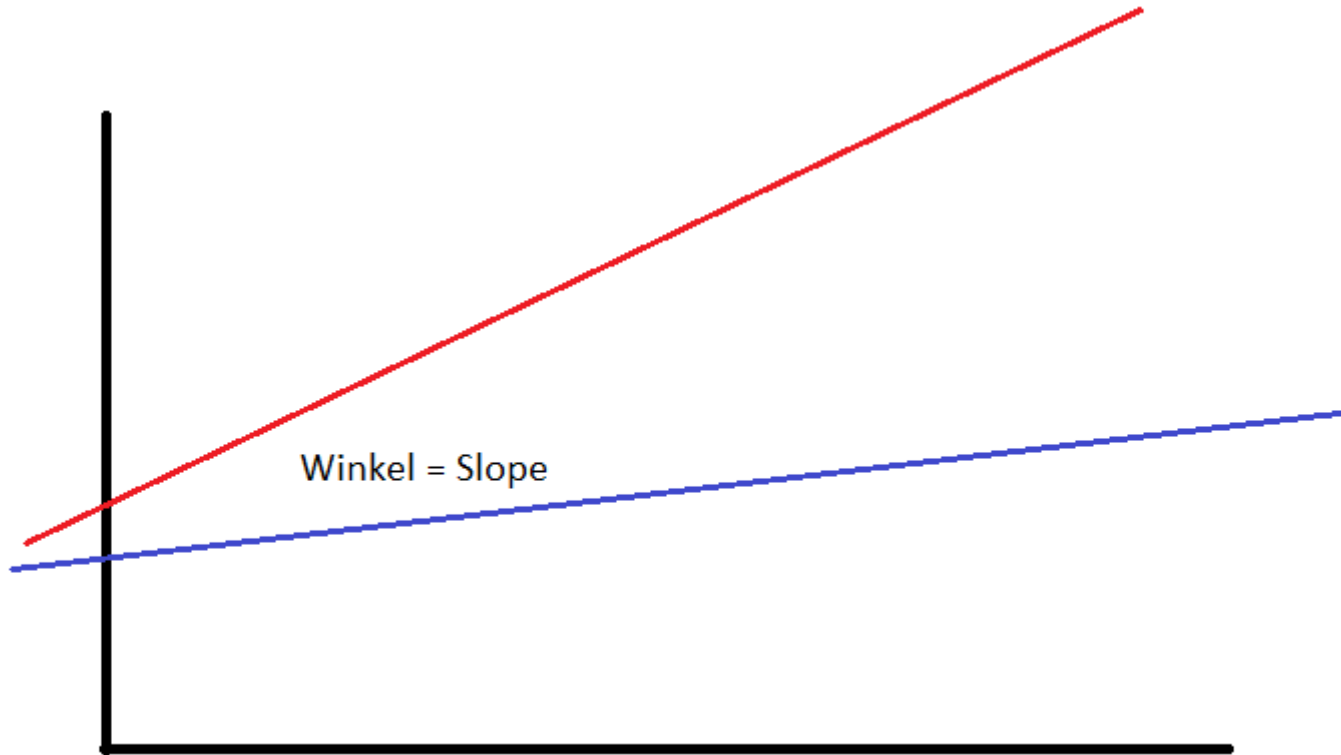
Kalibrierung der Geräte

- Die Messungen der Infrarot-Spektroskopie müssen für die spezifischen Inhaltsstoffe berechnet werden
- Die Geräte sind mit einer Grundkalibrierung ausgestattet
- Damit ist es möglich eine Aussage über Art und Menge der Inhaltsstoffe zu machen
- Um die Geräte ganz exakt auf die mit der Referenzmethode ermittelten Resultate abzustimmen, werden sie mit Referenzproben kalibriert
- Bei diesen Referenzproben wurden die Inhaltsstoffe mit der Referenzmethode bestimmt
- Die Messungen der IR-Geräte werden mit der Spezifikation der Referenzprobe verglichen

Kalibrierung der Geräte



Kalibrierung der Geräte



Überwachung der Geräte

- Sicherstellen, dass alle Geräte auf dem gleichen Messniveau messen:
 - Eine Milch wird auf allen Geräten gemessen (Pilotmilch)
 - Es wird der Durchschnittswert aller Messungen gebildet
 - Die Pilotmilch wird mit diesem Durchschnittswert definiert
 - Es werden für alle Werte Toleranzbereiche definiert
 - Jede 48. Probe ist eine Pilotmilch
 - Wenn die ermittelten Werte innerhalb der Toleranzen liegen, kann weiter analysiert werden
 - Bei Abweichungen werden Massnahmen ergriffen:
 - Nachmessen
 - Instandstellung des Geräts

Überwachung der Geräte

		FO_866 Pilotmilch	Version: 4 Freigabe: 15.12.16	
Definition Pilotmilch ab:	29.08.2017			
Definition:	Messwerte von 1 Tag / alle CF (Messwerte der Serie)			
Gerätfreigabe:	Bedingungen für die Freigabe der Geräte in der Startroutine			
Einzelwerte:	$\pm 0.05 \text{ g/100g}$			
Mittelwert:	$\pm 0.03 \text{ g/100g}$			
ZZ Pilotwerte	$\leq 150/\text{ml}$ Limite abs. ± 15 $> 150 \pm 10 \%$			
Merkmal	Definition	Toleranzen		
		Einzelwerte ± 0.05 4.14 - 4.24		
Fettgehalt	4.19	Mittelwert	4.16	- 4.22
<small>g/100g</small>		± 0.03		
		Einzelwerte ± 0.05 3.23 - 3.33		
Eiweissgehalt	3.28	Mittelwert	3.25	- 3.31
<small>g/100g</small>		± 0.03		
		Einzelwerte ± 0.05 4.49 - 4.59		
Laktosegehalt	4.54	Mittelwert	4.51	- 4.57
<small>g/100g</small>		± 0.03		
		Einzelwerte ± 0.05 2.57 - 2.67		
Kaseingehalt	2.62	Mittelwert	2.59	- 2.65
<small>g/100g</small>		± 0.03		
		Einzelwerte ± 0.004 0.024 - 0.032		
Harnstoffgehalt	0.028	Mittelwert	0.025	- 0.031
<small>g/dl</small>		± 0.003		
	Differential ± 15	Einzelwert ± 15 110 - 140		
Zellzahl	125	Mittelwert	119	- 132
<small>1000/ml</small>		$\pm 5\%$		
		Einzelwerte ± 5 526 - 536		
Gefrierpunkt	531	Mittelwert	527	- 535
<small>m°C</small>		± 4		

Überwachung der Geräte

- Um sicherzustellen, dass die Werte korrekt sind, nehmen wir an internationalen Ringversuchen teil
- Dabei analysieren verschiedene Labor dieselben Proben
- Die Resultate werden verglichen



Möglichkeiten und Grenzen der Methode

Aktuelle Nutzung von FTIR-Spektren:

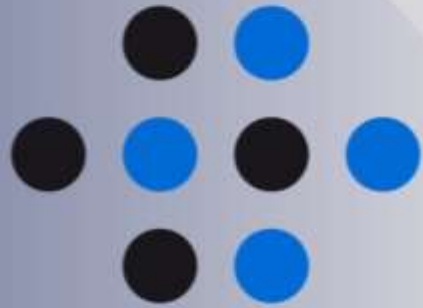
- Fett
- Eiweiss, Casein
- Laktose
- Harnstoff
- Aceton / BHB
- Gefrierpunkt (+ Leitfähigkeitszelle)
- FFA (Free Fatty Acids = Freie Fettsäuren)

Möglichkeiten und Grenzen der Methode

- Grundsätzlich ist findet sich vieles zum Tier im Blut und somit bei Säugetieren auch in der Milch
- Diese Substanzen haben einen Einfluss auf das IR-Spektrum
- Mit dem Spektrum und den Resultaten der Referenzanalytik kann eine Korrelation bestimmt werden
- Dies funktioniert z.B. sehr gut bei Fett, wo bei wenigen Wellenlängen eine definierte Absorption erfolgt
- Schwierig wird es dort, wo nur geringen Konzentrationen des Stoffes vorliegen oder wo Absorptionen überlagert werden

Weiterentwicklung des Systems

- Für neue Parameter, die vielleicht keine exakten Werte ermöglichen, können qualitative Systeme eingeführt werden
- Dabei kann es sich um Ampelsysteme handeln (grün = in Ordnung, gelb = gefährdet, rot = Warnstufe)
- Beispiele dafür sind:
 - Frühwarnsystem für Energiestoffwechselstörungen (Ketosen)
 - Screening auf „abnorme Milch“ / Kontaminationen bei der Anlieferungsmilch
 - Beurteilung der Käseereitauglichkeit von Milch (Labfähigkeit, Gerinnungseigenschaften)



SuisseLab
Zollikofen

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!