Effiziente Analytik von Milchpulver

interline



> Der Bag Sampler ist definitiv eine Alternative zur aktuellen Methode. Der Transfer vom Beutel in den Becher wird vermieden, was ebenso Zeit spart wie Abfall.
>
> Stefan Schellen

info@q-interline.com | q-interline.de

Die Analytik von heißen und klebrigen, pastösen Proben

Ende letzten Jahres hat Q-Interline den Bag Sampler auf den Markt gebracht. Die Grundidee: Die Analytik von heißen und klebrigen, pastösen Proben so einfach wie möglich zu machen. Proben, wie z.B. Schmelzkäse, werden in einen Beutel gefüllt, glattgestrichen, und auf einem Schlitten arretiert, der während der Messung über das Messfenster fährt. Atline-Ergebnisse in nur 20 Sekunden. Dank modernster FT-NIR Technologie. (Abb.1 und Abb.2)

Dieses einfache Handling, das sich zudem gut in bestehende Arbeitsabläufe integrieren lässt, lädt dazu ein, den Bag Sampler von Q-Interline auch für andere Produkte einzusetzen.



Abbildung 1:
Gesamtansicht des Quant FT-NIR Spektometers mit eingesetztem Bag Sampler.



Abbildung 2:
Anwendungsbeispiel

Automatischer Probenehmer

Stefan Schellen, Labor Experte bei der Arla Foods Deutschland GmbH in Pronsfeld, hat den Bag Sampler jetzt für die Analytik von Milchpulver getestet. In Pronsfeld kommen FT-NIR-Systeme von Q-Interline schon seit vielen Jahren zum Einsatz. Von der Annahme über die einzelnen Labore bis hin zu Inline-Messungen an den Trockentürmen und in der Butterei. Bisher werden Laborproben von Pulvern von einem automatischen Probenehmer in Beutel gezogen (Abb.3), ein Teil davon in einen Becher umgefüllt und mit einer Petrischale von Q-Interline als Deckel verschlossen. Anschließend wird der Becher samt Petrischale kopfüber auf das Quant mit Petri Sampler gestellt und rotierend gemessen.



Abbildung 3:
automatischer Probenehmer

info@q-interline.com | q-interline.de

Stefans Idee

Die Beutel aus dem Probenehmer direkt auf dem Bag Sampler zu messen. Weniger Handgriffe und weniger Abfall, zudem müsste keine Unterprobe gezogen werden und der Beutel könnte ungeöffnet für die weitere Analytik oder als Rückstellmuster verwendet werden. Für die Dauer einer Machbarkeitsstudie stellte die Q-Interline GmbH deswegen ein Quant mit Bag Sampler unentgeltlich zur Verfügung.

Da sich das Leitblech des Bag Samplers bei gut gefüllten Beuteln als hinderlich erwies, wurde es kurzerhand abmontiert. Aus demselben Grund wurde auch auf die Arretierung der Probe verzichtet. Vergleichsmessungen zeigten, dass beides keinen nennenswerten Einfluss auf das Ergebnis hatte. Jedoch zeigte sich, dass durch die Wölbung am Rand ein Großteil des Lichts ins Leere geht, wenn ein solcher Beutel -wie eigentlich vorgesehen- quer zur Laufrichtung des Schlittens aufgelegt wird. (Abb. 4) Den Beutel dagegen in Längsrichtung des Schlittens aufzulegen (Abb.5), beseitigte dieses Problem nicht nur (vgl. Tabelle 1), sondern berücksichtigt auch, dass sich durch das sukzessive Befüllen im Probenehmer Schichten gebildet haben könnten.

			Fett	Protein	Restfeuchte
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:18:16	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,58	33,30	3,61
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:19:01	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,62	33,32	3,60
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:19:46	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,59	33,32	3,62
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:20:33	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,61	33,36	3,65
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:21:21	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,60	33,34	3,65
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:22:06	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,59	33,24	3,61
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:22:56	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,60	33,25	3,62
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:23:44	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,59	33,32	3,66
03 Magermilchpulver	2025-04-28 10:24:37	Wiederholpräzision gleiche Probe neu aufgelegt	0,60	33,29	3,60
		Mittelwert	0,60	33,30	3,62
		Standardabweichung	0,01	0,04	0,02

Tabelle 1: Wiederholpräzision



Abbildung 4: Beutel quer



Abbildung 5: Beutel längs

Kalibration und Validierung

Mit dieser optimierten Probenpräsentation konnte es jetzt an die Methodenentwicklung gehen. Da beide Zubehöre in diffuser Reflexion messen, wurden die bereits vorhandenen Modelle für den Petri Sampler an die Messung auf dem Bag Sampler angepasst. Diese wurden dann für die folgenden Referenzproben verwendet. Die Auswertung der Ergebnisse erfolgte mittels AnalyticTrust, einem cloudbasierten Software-Tool, das nicht nur die ständige Überwachung der Hardware bietet, sondern insbesondere eine kontinuierliche Validierung der hinterlegten Modelle ermöglicht. Arla vertraut bereits seit Jahren auf diese Lösung von Q-Interline, die das Hinterlegen von Prüfplänen über alle an die firmeneigene Cloud angebundenen Systeme, kleinere Korrekturen und eine Vielzahl an Control Charts erlaubt. Exemplarisch werden hier die Charts für die Messgenauigkeit für die Gehalte an Fett, Protein und Restfeuchte dargestellt, die im Rahmen der Machbarkeitsstudie bei Magermilchpulver erzielt wurden. Den als Kalibrierproben gekennzeichneten Spektren werden dabei die Referenzwerte der von den Modellen vorhergesagten Ergebnisse gegenübergestellt und fortlaufend aus den jeweils letzten 30 Proben sowohl SEP als auch Bias berechnet (Abb. 6, 7, 8).

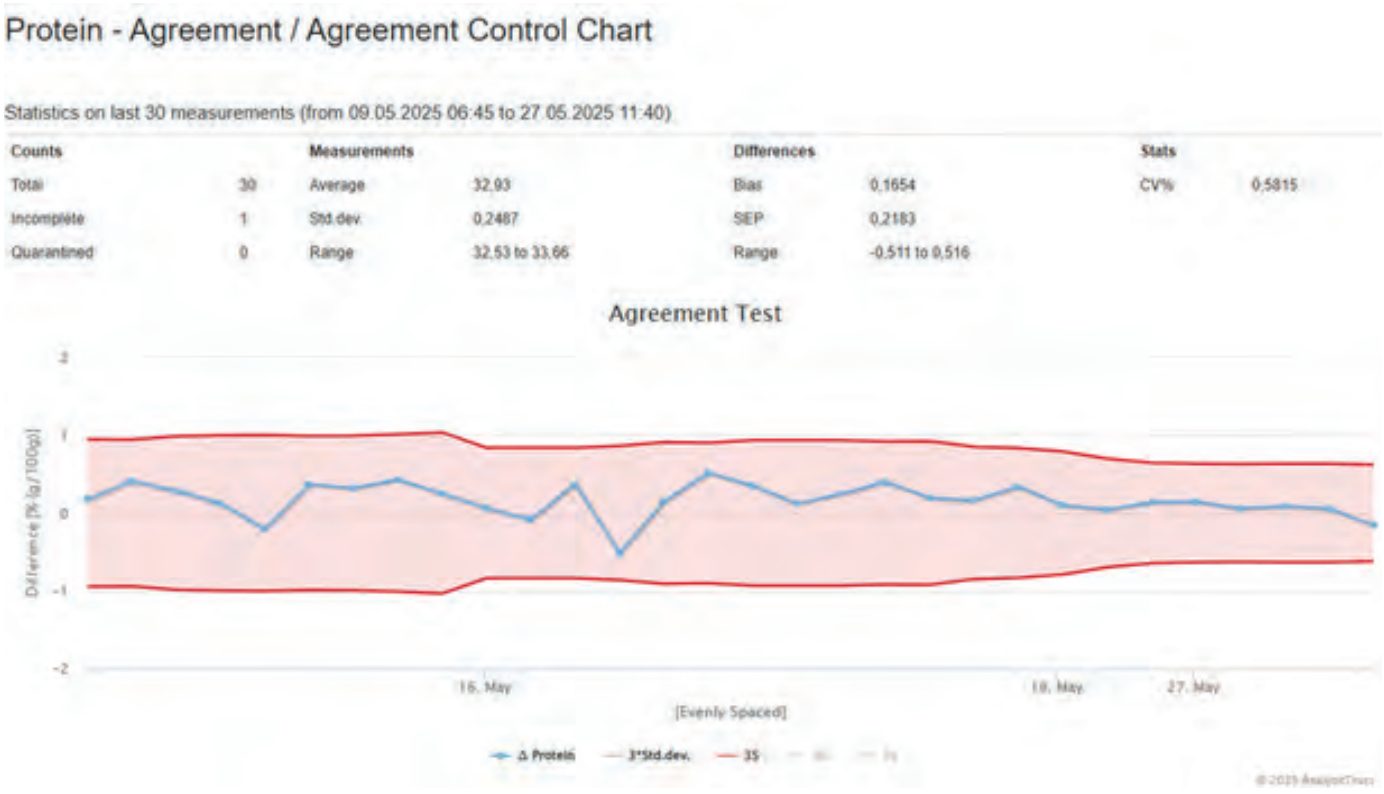

Abbildung 6

Restfeuchte - Agreement / Agreement Control Chart

Statistics on last 30 measurements (from 09.05.2025 06:45 to 27.05.2025 11:40)

Counts		Measurements		Differences		Stats	
Total	30	Average	3,732	Bias	-0,01476	CV%	0,9377
Incomplete	0	Std.dev.	0,2607	SEP	0,04808		
Quarantined	1	Range	3,185 to 4,074	Range	-0,115 to 0,085		



Abbildung 7

Fett - Agreement / Agreement Control Chart

Statistics on last 30 measurements (from 09.05.2025 06:45 to 27.05.2025 11:40)

Counts		Measurements		Differences		Stats	
Total	30	Average	0,597	Bias	-0,02486	CV%	8,371
Incomplete	12	Std.dev.	0,04961	SEP	0,06865		
Quarantined	4	Range	0,529 to 0,68	Range	-0,117 to 0,1		

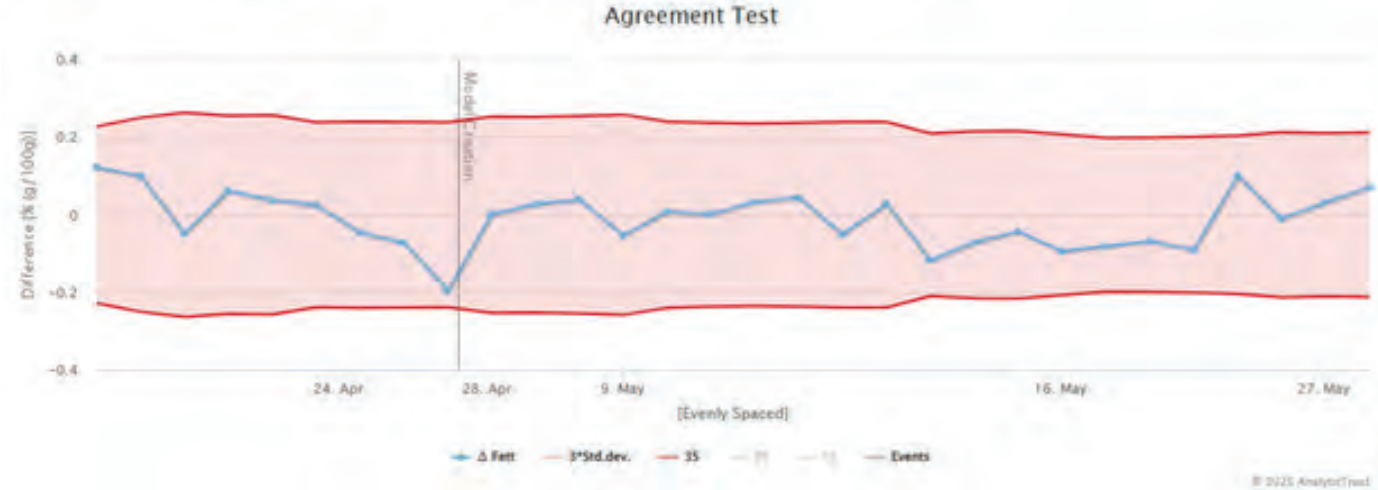

Abbildung 8

Auch wenn die Ergebnisse für sich sprechen,
das letzte Wort soll Stefan Schellen gehören:

> Wie alle Geräte von Q-Interline macht der Bag Sampler einen guten und soliden Eindruck. Einfach und ohne viel Schnickschnack mit verlässlichen, präzisen Ergebnissen, ideal für unsere robuste Umgebung. Der Bag Sampler ist definitiv eine Alternative zur aktuellen Methode. Der Transfer vom Beutel in den Becher wird vermieden, was ebenso Zeit spart wie Abfall.

info.de@q-interline.com | q-interline.de