

## Entwicklung eines Onlineüberwachungs- Systems zur Früherkennung von Produktinstabilitäten am Beispiel fetthaltiger H-Milch und Prozessentwick- lung für eine erhöhte Schaumstabilität zur „Barista“-Anwendung



Koordinierung:	Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Bonn
Forschungsstelle(n):	Universität Hohenheim Institut für Lebensmittelwissenschaft und Biotechnologie FG Prozessanalytik und Getreidewissenschaft Prof. Dr. Bernd Hitzmann/Dr. Viktoria Zettel  Universität Hohenheim Institut für Lebensmittelwissenschaft und Biotechnologie FG Milchwissenschaft und -technologie Prof. Dr. Dr. Jörg Hinrichs
Industriegruppe(n):	Milchindustrie-Verband e.V. (MIV), Berlin
Projektkoordinator:	Martin Boschet Hohenloher Molkerei eG, Schwäbisch Hall
Laufzeit:	2018 – 2021
Zuwendungssumme:	€ 443.190,-- (Förderung durch BMWi via AiF/FEI)

### **Ausgangssituation**

Flüssige Milchprodukte, wie z. B. haltbare Milch (H-Milch), werden über unterschiedliche Vertriebswege regional, national und in wachsenden Umfang auch international gehandelt. Hieraus resultieren einerseits unterschiedliche Anforderungen zum Erreichen der Mindesthaltbarkeit (MHD), z. B. durch den Transport in unterschiedliche Klimazonen, andererseits Erwartungen an die Technofunktionalität durch den spezifischen Einsatzzweck, z. B. Aufschäumfähigkeit fetthaltiger Milch für Kaffeegetränke. Als Reaktion auf Reklamationen selektieren einzelne Unternehmen ihre fetthaltigen H-Milchchargen direkt nach der Produktion für den Einsatz im Gastronomie- und Cateringbereich, weil bis zu 40 % der Produktionschargen ein vermindertes Heißaufschäumverhalten zeigen.

Treten Reklamationen für fetthaltige H-Milch erst in der Mitte oder zum Ende der Haltbarkeit auf, ist die Ursachenermittlung für die Unternehmen trotz Rückstellproben schwierig. Meist ist kein einfacher monokausaler Zusammenhang mehr ableitbar, denn natürliche jahreszeitliche oder chargenbedingte Schwankungen in der Zusammensetzung des Rohstoffs in Kombination mit sich ändernden Prozessbedingungen (z. B. Start der Produktion: saubere Anlage; Ende: mit Fouling) ermöglichen eine Vielzahl an Interaktionen der Inhaltsstoffe.

Aktuell werden in der Qualitätssicherung Analysenmethoden genutzt, um vor, während oder nach der Produktion mittels quantitativer Daten zu überprüfen, ob die chemischen, physikalischen und mikrobiologischen Zustände innerhalb vorgegebener bzw. empirisch ermittelter Grenzen liegen. Übersehen wird dabei, dass mittels

dieser Methoden nur einzelne Eigenschaften bzw. Marker betrachtet werden können, die nicht die Komplexität der ablaufenden Vorgänge bis zum MHD widerspiegeln. Gerade dies wäre jedoch wichtig, um noch vor dem letzten Prozessschritt oder online vor der Abfüllung Informationen zu erhalten, die es erlauben, unspezifische Abweichungen vom archivierten „Normalzustand“ zu erkennen und/oder eine Prognose über die zeitliche Entwicklung von Qualitätsänderungen zu ermöglichen. Es fehlt derzeit ein Verfahren, das die Informationen aus einer komplexen Matrix direkt vor dem letzten Behandlungsschritt oder der Abfüllung aufnehmen und diese Daten mit archivierten Daten aus vergangenen Produktionen und Produktionen mit Reklamationen vergleichen kann. Hierfür könnten sich spektroskopische Verfahren in Kombination mit einer Meta-Analyse eignen.

Ziel des Forschungsvorhabens war die Entwicklung eines Onlineüberwachungssystems, das auf spektroskopischen Messungen (Raman-, NIR- und Fluoreszenz-Spektren) und einem wissenschaftlichen Auswertemodul basiert. Das System soll direkt in den Produktstrom vor dem letzten Behandlungsschritt und/oder der Abfüllung integriert werden und das flüssige Produkt online analysieren (Monitoring). Es sollte ein „Gold-Standard“ ermittelt werden, von dem sich Abweichungen in den Produkteigenschaften differenzieren bzw. Prognosen zu den Qualitätseigenschaften bis zum MHD ableiten lassen.

### **Forschungsergebnis**

---

Im Rahmen des Forschungsvorhabens wurden ein standardisiertes Aufschäumverfahren, ein Messverfahren zur Bestimmung der Schaumhöhe und -stabilität sowie eine Datenbank von spektroskopischen Messungen gut und schlecht aufschäumbarer H-Milchproben erstellt. Hierbei kamen Raman-, NIR- und Fluoreszenzspektroskopie zum Einsatz. Des Weiteren wurde ein selbstlernendes System zur Detektion von Anomalien bei der Milchherstellung entwickelt.

Zunächst wurde eine Messzelle entwickelt, um während des Prozesses der UHT-Anlage (Forschungsstelle 2) online Spektren aufnehmen zu können. Hierfür wurde ein Rohrstück (DN 25, gleiche Größe wie Milchrohre) mit drei Stützen versehen. In diese Stützen wurden Adapter eingesetzt, um die einzelnen Messsonden in die Stützen einzubringen. Die Adapter konnten mit der Messsonde und einer Rohrverschraubung an der Messzelle befestigt werden. Das andere Ende des Adapters wurde mit einem Schauglas versiegelt. Die Messzelle wurde mit Tri-Clamp-Verschraubungen versehen, erfolgreich implementiert und auf eine CIP-Reinigungsmöglichkeit hin getestet. Zudem wurde für das fertige Produkt H-Milch ein Heißaufschäumsystem entwickelt, mit dem das Heißaufschäumverhalten der H-Milch („Barista“) unter definierten Bedingungen getestet werden konnte. Das Heißaufschäumsystem ermöglicht sowohl das Verhältnis zwischen Druckluft- und Dampfmassenstrom definiert einzustellen als auch die Aufschäumdauer. Mit dem erarbeiteten Protokoll zum „Barista-Test“ wurde zunächst definiert aufgeschäumt und sodann der Schaumzerfall kontinuierlich mittels rotierender Laserabstandsmessung mit einer Genauigkeit von  $\pm 1^\circ\text{mL}$  bestimmt. Zudem wurden mittels Digitalmikroskop im Zeitraster Bilder erfasst, um die Schaumqualität auf mikroskopischer Ebene zu beurteilen. Mit dem entwickelten Messsystem können nicht nur Milchproben, sondern auch Milchanaloga bzgl. ihres Heißaufschäumverhalten und der Schaumstabilität charakterisiert werden. Zusammengefasst können damit objektiviert die Qualität des Schaums bzw. die „Barista“-Eigenschaften der H-Milch oder eines Milchanalogons über das Gesamtvolumen der geschäumten Probe und der zeitlichen Veränderung der Schaumstruktur beurteilt werden. Nachdem postuliert wurde, dass Barista-Aufschäumeigenschaften negativ mit freien Fettsäuren in der H-Milch korrelieren, wurde zum einen die nasschemische Analyse freier Fettsäuren und zum anderen deren Erfassung mittels NIR (LactoScope, PekinElmer, Massachusetts) aufgebaut. Das Kalibrieren der freien Fettsäuren erfolgt mittels eines Rohmilchstandards. Es zeigte sich, dass die mittels NIR (LactoScope) in H-Milch ermittelten Gehalte freier Fettsäuren im Vergleich zu den durch Titration ermittelten Werten erhöht sind.

Zur Implementierung der Online-Messverfahren im Prozess wurden zunächst H-Milchproben unterschiedlicher Hersteller und Fettgehalte sowie eigens dafür hergestellte Proben sowohl nasschemisch als auch spektroskopisch analysiert. Zudem wurden die Milchproben mit dem Heißaufschäumsystem charakterisiert. Diese Messergebnisse bildeten die Datenbasis für die weitere Arbeit. Nach Implementierung der Datenvorverarbeitungsroutinen wurden zum einen etablierte Regressionsmethoden (PCA-R = Principal Component Analysis

Regression) und PLSR (Partial Least Squares Regression), zum anderen eine selektive Auswahl der relevantesten Wellenlängen verwendet. PCA-R und PLSR reduzierten dabei den Datensatz der Spektren auf wenige, linear unabhängige, neue, sog. latente Variablen, die möglichst hohe Werte der Varianz (PCA-R) der Spektren oder der Kovarianz (PLSR) zwischen den Spektren und der zu vorhersagenden Werte beschreiben. Zur Wellenlängenselektion wurde mittels genetischer Algorithmen die Anzahl an Wellenlängen ermittelt, die den kleinsten Kalibrationsfehler erzielen. Dies dient der Optimierung der Modelle sowie der Vereinfachung der Messung und könnte beim Aufbau eines spezifischen Messsystems für eine Kostenreduzierung sorgen. In einem weiteren Schritt wurden sowohl Temperatureffekte als auch Proben, denen Wasser- oder Reinigungsmittel in kleinsten Mengen zugesetzt wurden, untersucht. Damit konnte gezeigt werden, dass sich geringe Änderungen bzw. Abweichungen vom Normalzustand durch Spektroskopiemessungen und passende Auswerterroutinen erkennen lassen. Diese Routinen sind implementiert als selbstlernende Systeme, die Veränderungen bzw. Abweichungen von der Normalität im System erkennen können. So können Reinigungsmittelrückstände in Milch mittels NIR-Spektroskopie und künstlichen neuronalen Netzen (als Autoencoder) detektiert werden. Ebenso lässt sich Wasserzusatz ab 5 % in der Milch nachweisen. Mittels Raman-Spektroskopie lassen sich sogar etwas bessere Vorhersagen machen. Die Prozessabfolge bei der H-Milch-Produktion konnte als Ursache für unterschiedliche Aufschäumeigenschaften ausgeklammert werden. Der absolute Fettgehalt in der H-Milch zeigte auch keinen Effekt, wohingegen der Anteil an freien Fettsäuren als Prognose für ein vermindertes Aufschäumverhalten ermittelt werden musste.

Aus dem Projekt können folgende Empfehlungen abgeleitet werden: Tagesfrische Rohmilch ist mechanisch stabiler als länger gekühlte Rohmilch, so dass mehrfaches Pumpen und Fördern über Ventilknoten die Tendenz zu einem erhöhten Gehalt freier Fettsäuren führen kann. Der Gehalt freier Fettsäuren sollte beim Zwischentapeln der Rohmilch in Puffertanks während der Produktion überprüft werden und die Zwischenlagerdauer minimiert werden. Für die Überwachung von Produktveränderungen (z.B. erhöhter Anteil an freien Fettsäuren, Temperaturabweichungen usw.) oder Produktverunreinigungen könnte die Raman-Spektroskopie in Kombination mit einem Autoencoder genutzt werden.

### ***Wirtschaftliche Bedeutung***

Die deutsche Milchindustrie verarbeitet jährlich rund 31 Mio. t Rohmilch von ca. 56.000 Milcherzeugerbetrieben und exportiert einen erheblichen Anteil der Produkte in den europäischen und vermehrt auch in den asiatischen Raum. Das Produktionsvolumen von UHT-Milch betrug 2019 3 Mio. Tonnen. Eine wichtige Forderung der Kunden ist, dass die Produkte auch am Ende des Mindesthaltbarkeitsdatums ein hohes Qualitätsniveau aufweisen müssen. Die mikrobiologische Qualität (Sterilität) ist Voraussetzung, denn ohne diese wäre H-Milch außerhalb der Kühlkette nicht über 3 Monate und länger haltbar. Deshalb rückt beim Beispiel H-Milch einerseits die sensorische Qualität, wie z. B. die Bitterkeit, andererseits die Technofunktionalität in den Vordergrund. Letzteres betraf bis vor ca. 10 Jahren im Wesentlichen die Emulsionsstabilität. Hinzugekommen ist in jüngerer Zeit durch den Anstieg des Konsums von Kaffeegetränken im Gastronomie- und Cateringbereich sowie dem Trend zu hochwertigen Kaffeemaschinen im privaten Haushalt die Aufschäumqualität von Milch. Obwohl nicht deklariert, wird eine gute Aufschäumbarkeit von H-Milch heute erwartet. Treten Reklamationen auf, wird die Marke im Gastronomie- und Cateringsektor gemieden bzw. die Produzenten werden im Handel ausgelistet. Dies gilt inzwischen analog für den asiatischen Markt durch den dortigen Ausbau von Coffeeshops und -ketten.

Das erarbeitete meta-analytische Onlineüberwachungssystem kann die Qualitätssicherungsabteilungen der Produzenten wirksam unterstützen und dazu beitragen, Schadensfälle oder Reklamationen zu vermeiden. Es ließe sich sowohl zur Beurteilung von Produkteigenschaften als auch zur Früherkennung von Instabilitäten in Rohstoffen, Halbfertigfabrikaten und Prozessen der Verarbeitung flüssiger Produkte einsetzen.

### **Publikationen (Auswahl)**

---

1. FEI Schlussbericht 2021.
2. Sadeghi Vasafi, P., Hinrichs, J. & Hitzmann, B.: Establishing a novel procedure to detect deviations from standard milk processing by using online Raman spectroscopy. Food Contr. 131, 108442, <https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2021.108442> (2022).
3. Sadeghi Vasafi, P., Paquet-Durand, O., Brettschneider, K., Hinrichs, J. & Hitzmann, B.: Anomaly detection in milk processing by autoencoder neural network based on near-infra red spectroscopy. J. Food Engin. 299, 110510, <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2021.110510> (2021).
4. Reiner, J., Protte, K. & Hinrichs, J.: Investigation of the Applicability of Raman Spectroscopy as Online Process Control during Consumer Milk Production. Chem. Engin. 4 (3), 45, <https://doi.org/10.3390/chemengineering4030045> (2020).

### **Weiteres Informationsmaterial**

---

Universität Hohenheim  
Institut für Lebensmittelwissenschaft und Biotechnologie  
FG Prozessanalytik und Getreidewissenschaft  
Garbenstraße 23, 70599 Stuttgart  
Tel.: +49 711 459-23286  
Fax: +49 711 459-23259  
E-Mail: [bernd.hitzmann@uni-hohenheim.de](mailto:bernd.hitzmann@uni-hohenheim.de)

Universität Hohenheim  
Institut für Lebensmittelwissenschaft und Biotechnologie  
FG Milchwissenschaft und -technologie  
Garbenstraße 21, 70599 Stuttgart  
Tel.: +49 711 459-23792  
Fax: +49 711 459-23617  
E-Mail: [jh-lth@uni-hohenheim.de](mailto:jh-lth@uni-hohenheim.de)

Forschungskreis der Ernährungsindustrie e.V. (FEI)  
Godesberger Allee 125, 53175 Bonn  
Tel.: +49 228 3079699-0  
Fax: +49 228 3079699-9  
E-Mail: [fei@fei-bonn.de](mailto:fei@fei-bonn.de)

---

**Förderhinweis**

---

... ein Projekt der **Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF)**

gefördert durch/via



Das o. g. IGF-Vorhaben der Forschungsvereinigung Forschungskreis der Ernährungsindustrie e. V. (FEI), Godesberger Allee 125, 53175 Bonn, wird/wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Bildnachweis - Seite 1: © lhedgehogll - stock.adobe.com #100530730

Stand: 15.11.2021