

ADR-Empfehlung 1.12

Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR

1. Zweck

Die Zentrallaboratorien der LKV und MPR, die mit der Untersuchung der Rohmilch im Rahmen der Milchgütebewertung und Milchleistungsprüfung betraut sind, tragen eine hohe gesellschaftliche Verantwortung. Damit stellt sich für jedes Labor die Aufgabe, ein angemessenes, den Anforderungen der gültigen Norm EN ISO/ICE 17025 bzw. der "Guten Laborpraxis" entsprechendes Qualitätsmanagement zu betreiben, um seine Kompetenz und die Qualität seiner Prüfungen jederzeit nachzuweisen.

Die vorliegende Empfehlung soll einen Beitrag zur Weiterentwicklung der Sicherheit und Qualität der Prüfergebnisse im Sinne von Rückführbarkeit, Rückverfolgbarkeit, Vergleichbarkeit und Reproduzierbarkeit sowie zur weiteren nationalen Harmonisierung der Prüfverfahren leisten. Damit kann die Akzeptanz von Prüfergebnissen erhöht, die Kooperation und der Austausch von Informationen und Erfahrungen zwischen den Laboratorien verbessert werden.

2. Struktur der Qualitätskenndaten

Es werden Maßnahmen der Qualitätssicherung bei der Durchführung der Routineverfahren zur Bestimmung von Fett, Eiweiß, Laktose, somatischen Zellen, Gefrierpunkt und Keimzahl in Rohmilch beschrieben. Die Empfehlungen formulieren Mindestanforderungen.

Die Kenndaten sind als Ergänzung zu den derzeit gesetzlich gültigen Methodenvorschriften, nationalen und internationalen Standards sowie zu den Prüf- und Wartungsmaßnahmen, die seitens der Gerätehersteller vorgeschrieben werden, zu verstehen. Sie entsprechen den internationalen ICAR- Anforderungen an die Qualitätskontrolle in Milchprüflaboratorien.

Die ordnungsgemäße Probenahme sowie die Probenvorbereitung sind nicht Gegenstand dieser Empfehlung. Die Qualität der Milchprobe ist die erste wichtige Anforderung und Voraussetzung für ein gesichertes analytisches Ergebnis.

Es wurde für jeden Untersuchungsparameter ein Datenblatt erstellt, in dem die

- Bezeichnung der angewandten Routinemethode,
 - Definition der zugelassenen Referenzmethode,
 - Maßnahmen der internen und externen Kontrolle einschließlich Angaben zur geforderten Genauigkeit, zu Präzisionsdaten und zulässigen Abweichungen,
 - mitgeltenden Unterlagen in Form von Gerätemanualen sowie nationalen und internationalen Standards
- aufgeführt sind.

Referenzmethoden werden zur Kalibrierung der Routinegeräte genutzt. Hier handelt es sich um standardisierte nationale Methoden, welche in der Regel mit internationalen Referenzmethoden identisch sind.

Routinemethoden sind entweder standardisierte Methoden oder Methoden, die von nationalen/internationalen Organisationen auf der Grundlage einer Leistungsbewertung als Routinemethode anerkannt wurden.

Die Sicherung der Qualität der Prüfergebnisse bei der Untersuchung an den Routinegeräten erfolgt durch

- laborinterne Kontrollen der Kalibration, der Genauigkeit und Rückführbarkeit der Messergebnisse durch Einsatz von externen, zertifizierten sowie lokal hergestellten Referenzmaterialien (Vergleich mit Referenzverfahren),
- laborinterne kontinuierliche Funktionsprüfungen der Geräte (Nullpunkt, Kurzzeitstabilität, Reproduzierbarkeit, Verschleppung),
- externe Kontrollen durch die Einbindung in "Proficiency tests" in Form von laborübergreifenden Vergleichsprüfungen und Ringanalysen.

Die Anforderungen an die Kontroll- und Referenzmilch sind in der ADR-Empfehlung 1.9. beschrieben.

3. Definition statistischer Messgrößen

Wiederholpräzision : *Wiederholte Messungen mit dem gleichen Messverfahren, mit identischem Probenmaterial durch denselben Laboranten mit demselben Messgerät innerhalb kurzer Zeit.*

Die Wiederholpräzision wird in s_r , VK_r und r ausgedrückt

Vergleichspräzision: *Wiederholte Messungen mit dem gleichen Messverfahren, mit identischem Probenmaterial durch verschiedene Laboranten mit unterschiedlichen Geräten zu unterschiedlichen Zeitpunkten.*

Die Vergleichspräzision wird in s_R , VK_R und R ausgedrückt.

- s_r : Standardabweichung der Wiederholbarkeit
 s_R : Standardabweichung der Vergleichbarkeit

(Wurzel aus dem mittleren Quadrat der Abweichung vom Mittelwert; Maßeinheit wie Messwert)

$$s_{r/R} = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (y_i - Y)^2}$$

y_i = i-ter Einzelwert

Y = arithmetischer Mittelwert

n = Anzahl der Messungen

- **r** : Wiederholbarkeit ; **R**: Vergleichbarkeit

(max. zulässige absolute Differenz zwischen zwei einzelnen Prüfergebnissen; Maßeinheit wie Messwert)

$$r = s_r * 2,83 \text{ (95\%ige Wahrscheinlichkeit)}$$

$$R = s_R * 2,83 \text{ (95\%ige Wahrscheinlichkeit)}$$

- **VK_{r/R}**: Variationskoeffizient der Wiederholbarkeit/Vergleichbarkeit

(= relative Standardabweichung: Standardabweichung der Wiederholbarkeit/ Vergleichbarkeit relativ zum Mittelwert)

$$VK_{r/R} \% = \frac{100 s_{r/R}}{Y}$$

Y = arithmetrischer Mittelwert

4. Inkrafttreten

Diese ADR- Empfehlung tritt mit Wirkung vom 01.12.2007 in Kraft.

Anlagen

© Alle Rechte vorbehalten, insbesondere das Recht auf Vervielfältigung und Verbreitung sowie Übersetzung. Kein Teil dieses Textes darf in irgendeiner Form ohne schriftliche Genehmigung von der ADR reproduziert werden oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

Anlage 1

zur ADR-Empfehlung 1.12

Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR

Prüfparameter		Fett und Eiweiß in Rohmilch	
gültige Methode	Routineverfahren zur Untersuchung der Anlieferungsmilch auf Fett und Eiweiß sowie die bakteriologische und zytologische Beschaffenheit (§2 der Milchgüterverordnung), Juni 2003		
Referenzmethode	Fett: § 64 LFGB L 01.00-9 (2002); DIN EN ISO 1211 (Röse-Gottlieb) Eiweiß: § 64 LFGB L 01.00-10/1 (2002); DIN EN ISO 8968-1 (Kjeldahl)		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen
<ul style="list-style-type: none"> • Startroutine, täglich 			
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	5-fach Messung	Mittelwert $\leq \pm 0,02$ % absolut
Kalibrierungskontrolle	Referenzmilch und/oder referenzanalytisch abgesicherte Kontrollmilch	mind. 3-fach Messung	max. Abweichung v. Soll-/Referenzwert $\pm 0,03$ % absolut
<ul style="list-style-type: none"> • Routinekontrollen, kontinuierlich 			
Kurzzeitstabilität	Kontrollmilch	nach max. 200 Proben mind. 2 Kontrollproben	Abweichung v. Sollwert: Warngrenze: $\pm 0,03$ % absolut Eingriffsgrenze: $\pm 0,05$ % absolut
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	nach max. 200 Proben mind. 5fach-Messung (nach Reinigungszyklus)	Mittelwert $\leq \pm 0,02$ % absolut
<ul style="list-style-type: none"> • Routinekontrollen, wöchentlich 			
Reproduzierbarkeit	Rohmilch (z.B. Kontrollmilch)	mind. 10 Messungen in Folge	$S_r < 0,014$ % $r < 0,04$ %
Verschleppung	Blindprobenlösung und Kontrollmilch	2fach- Messung einer Blindprobe, danach Messung einer Kontrollprobe	erste Messung der Kontrollprobe nach Blindprobenlösung $< \pm 0,05$ % vom Sollwert
<ul style="list-style-type: none"> • Kontrolle der Eignung der Kalibrierung, monatlich 			
Slope / Intercept	mind. 4 Referenzmilchproben im Bereich von ca. 2,5 bis 6,0 % Fett bzw. 2,8 bis 4,5 % Eiweiß	monatlich bzw. nach Reparatur- und Wartungsarbeiten	Steigungsdifferenz max. $\pm 0,025$
<ul style="list-style-type: none"> • Externe Kontrolle/Ringtest 			
Ringtest	mind. 3 Milchproben	mind. 4mal/Jahr	$R \leq 0,07$ % absolut

Mitgeltende Dokumente

ADR Empfehlung 1.9 1. Mai 2000	Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)
DIN ISO 9622 (2000) (= § 64 LFGB L01.00-78, 2002) (= IDF 141)	Bestimmung des Milchfett-, Protein- und Laktosegehaltes in Rohmilch und verarbeiteter Milch - Leitfaden für den Betrieb von Mittel-Infrarot-Geräten

Anlage 2

zur ADR-Empfehlung 1.12

Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR

Prüfparameter	Laktose		
Routinemethode	Hausmethode des Geräteherstellers Foss Deutschland		
Referenzmethode	§ 64 LFGB L 01.00-17 (2002); DIN 10344 (1982)		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen

- **Startroutine, täglich**

Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	täglich 5-fach Messung	Mittelwert ± 0,02 % absolut
Kalibrierungskontrolle	Referenzmilch und/oder referenzanalytisch abgesicherte Kontrollmilch	täglich mind. 3-fach Messung	max. Abweichung vom Soll-/Referenzwert ± 0,03 % absolut

- **Routinekontrollen, kontinuierlich**

Kurzzeitstabilität	Kontrollmilch	nach max. 200 Proben mind. 2 Kontrollproben	Abweichung vom Sollwert: Warngrenze: ± 0,03 % absolut Eingriffsgrenze: ≥ 0,05 % absolut
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	nach max. 200 Proben mind. 5-fach Messung (nach Reinigungszyklus)	Mittelwert ± 0,02 % absolut

- **Routinekontrollen, wöchentlich**

Reproduzierbarkeit	Rohmilch (z.B. Kontrollmilch)	mind. 10 Messungen in Folge	$S_r \leq 0,014 \%$ $r \leq 0,04 \%$
Verschleppung	Blindprobenlösung und Kontrollmilch	2fach-Messung einer Blindprobe, danach Messung einer Kontrollprobe	erste Messung der Kontrollprobe nach Blindprobenlösung <+0,05% v. Sollwert

- **Kontrolle der Eignung der Kalibrierung, monatlich**

Slope / Intersept	mind. 4 Referenzmilchproben im Konzentrationsbereich von ca. 4,5 – ca. 5,5	mind. monatlich bzw. nach Reparatur und Wartungsarbeiten	max. ± 0,03 Steigungsdifferenz
-------------------	--	--	--------------------------------

• **Externe Kontrolle/ Ringtest**

Ringtest	mind. 3 Milchproben	monatlich mind. je 3 Messungen / Probe	$R \leq 0,07\%$ abs.
----------	---------------------	--	----------------------

Mitgeltende Dokumente

ADR Empfehlung 1.9 01. Mai 2000	Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)
DIN ISO 9622 (2000) (= § 64 LFGB L01.00-78, 2002) (= IDF 141)	Bestimmung des MilCHFett-, Protein- und Laktosegehaltes in Rohmilch und verarbeiteter Milch - Leitfaden für den Betrieb von Mittel-Infrarot-Geräten

Anlage 3

zur ADR-Empfehlung 1.12

Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR

Prüfparameter		Gefrierpunkt in Rohmilch	
gültige Methode	Routineverfahren zur Untersuchung der Anlieferungsmilch auf Fett und Eiweiß sowie die bakteriologische und zytologische Beschaffenheit (§2 der Milchgüterverordnung), Juni 2003		
Referenzmethode	DIN EN ISO 5764:2002-09: Milch - Bestimmung des Gefrierpunktes – Thermistor-Kryoskop-Verfahren		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen
<ul style="list-style-type: none"> • Startroutine, täglich 			
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	5-fach Messung	max. zulässige Abweichung: $\pm 0,002 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Kalibrierungskontrolle	Referenzmilch und/oder referenzanalytisch abgesicherte Kontrollmilch	mind. 3-fach Messung	max. Abweichung vom Sollwert: $\pm 0,002 \text{ }^{\circ}\text{C}$
<ul style="list-style-type: none"> • Routinekontrollen, kontinuierlich 			
Kurzzeitstabilität	Kontrollmilch	nach max. 200 Proben mind. 1 Kontrollprobe	Eingriffsgrenze: $\pm 0,003 \text{ }^{\circ}\text{C}$ Abweichung vom Sollwert
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	nach max. 300 Proben mind. 5fach-Messung (nach Reinigungszyklus)	max. zulässige Abweichung: $\pm 0,002 \text{ }^{\circ}\text{C}$
<ul style="list-style-type: none"> • Routinekontrollen, wöchentlich 			
Reproduzierbarkeit	Rohmilch (z.B. Kontrollmilch)	mind. 10 Messungen in Folge	$S_r \leq 0,001 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $r \leq 0,003 \text{ }^{\circ}\text{C}$
<ul style="list-style-type: none"> • Kontrolle der Eignung der Kalibrierung, monatlich 			
Slope / Intercept	mind. 20 referenzanalytisch untersuchte unkonservierte Rohmilchproben im Bereich von ca. $-0,480 \text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $-0,530 \text{ }^{\circ}\text{C}$	monatlich bzw. nach Reparatur- und Wartungsarbeiten	max. Abweichung von Referenzwerten $\pm 0,003 \text{ }^{\circ}\text{C}$
<ul style="list-style-type: none"> • Externe Kontrolle/Ringtest 			
Ringtest	mind. 3 Milchproben	mind. 4mal/Jahr	$S_R \leq 0,002 \text{ }^{\circ}\text{C}$ $R \leq 0,006 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Mitgeltende Dokumente

Anweisungen des Geräteherstellers	
DIN EN ISO 5764:2002 (IDF 108)	Milk- Determination of freezing point - Thermistor cryoscop method (Referenz method)

Anlage 4

zur ADR-Empfehlung 1.12

Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR

Prüfparameter		Somatische Zellen in Rohmilch	
gültige Methode	§ 64 LFGB L 01.01-1 Zählung somatischer Zellen in Rohmilch (fluoreszenzoptische Zählung) September 1998		
Referenzmethode	§ 64 LFGB L 01.01-3, Juni 1990; Zählung somatischer Zellen in Rohmilch; Mikroskopische Zählung somatischer Zellen EN ISO 13366-1 (1997): Milch-Zählung somatischer Zellen – Teil 1: Mikroskopisches Verfahren (Referenzverfahren)		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen
<ul style="list-style-type: none"> • Startroutine, täglich 			
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	10-fach Messung	Mittelwert < 5.000 Zellen
Kalibrierungskontrolle	Referenzmilch und/oder Kontrollmilch	mind. 5-fach Messung	Mittelwert ≤ 8 % Abweichung vom Sollwert
<ul style="list-style-type: none"> • Routinekontrollen, kontinuierlich 			
Kurzzeitstabilität	Kontrollprobe	nach max. 200 Proben mind. 1 Kontrollmilch	< 8 % Abweichung vom Sollwert
<ul style="list-style-type: none"> • Routinekontrollen, wöchentlich 			
Kalibrierungskontrolle	Kieler Standard (150. – 200.000) Kieler Standard (400. – 500.000)	mind. jeweils 5-fach Messung	Abweichung zum Referenzwert je nach Niveau ≤ 8 % (ab 150.000) ≤ 6 % (ab 450.000)
Reproduzierbarkeit	Rohmilch (z.B. Kontrollmilch)	wöchentlich mind. 10 Messungen in Folge	VK _R % < 6 % (ab 150.000) < 4 % (ab 450.000)
<ul style="list-style-type: none"> • externe Kontrolle/Ringtest 			
Ringtest	10 Proben zu je 4 Teilproben	mind. 1 mal jährlich	VK _R % < 8 % (ab 150.000) < 6 % (ab 450.000)

Mitgeltende Dokumente

Anweisungen des Geräteherstellers	
DIN EN ISO 13366 (IDF 148)	Teil 1: Mikroskopisches Verfahren (Referenzverfahren) (1997) Teil 2: Leitfaden zum Betrieb fluoreszenzoptoelektronischer Zählgeräte (2006)
ISO 8196-1:2000 (IDF 128)	Milch- Definition und Abschätzung der Gesamtgenauigkeit indirekter Untersuchungsverfahren für Milch- Teil 1: Analytische Merkmale indirekter Verfahren Teil 2: Kalibrierung und Qualitätskontrolle im milchwirtschaftlichen Labor

Anlage 5

zur ADR-Empfehlung 1.12

Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR

Prüfparameter	Keimzahl in Rohmilch																		
gültige Methode	§ 64 LFGB 01.01- 7, Mai 2002 Bestimmung der Keimzahl in Rohmilch; Durchflußzytometrische Zählung von Mikroorganismen (Routineverfahren)																		
Referenzmethode	§ 64 LFGB L 01.00-5, Dezember 2006 , Bestimmung der Keimzahl in Milch und Milchprodukten, Referenzverfahren; DIN EN ISO 4833 (2003): Mikrobiologie von Lebensmitteln und Futtermitteln – Horizontales Verfahren für die Zählung von Mikroorganismen – Koloniezählverfahren bei 30 °C																		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen																
<ul style="list-style-type: none"> • Startroutine, täglich 																			
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	mind. 10-fach Messung	Einzelwert <10 IBC Mittelwert < 5 IBC																
Kontrolle der Schwellenwertfestlegung	Bakterienkontrollprobe (Hersteller)	BCS-Check mind. 3-fach Messung	Signalmittelwert/ Zählwert=chargenspezifische Grenzwerte Hersteller																
Kalibrierungskontrolle	Hüfner Standard A (niedriges Niveau) Hüfner Standard B (hohes Niveau)	mind. jeweils 1 Flasche Standard A und B 3-fach Messung	= Angaben des Herstellers $\pm 10\%$ vom Sollwert																
Sollwertfestlegung + Reproduzierbarkeitskontrolle	Kontrollmilch	mind. 10-fach Messung	Mittelwert=Sollwert <table border="1"> <thead> <tr> <th>IBC</th> <th>s_r</th> <th>r</th> <th>VK_r</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>40</td> <td>5</td> <td>13</td> <td>13 %</td> </tr> <tr> <td>100</td> <td>8</td> <td>22</td> <td>8 %</td> </tr> <tr> <td>250</td> <td>12</td> <td>33</td> <td>5 %</td> </tr> </tbody> </table>	IBC	s_r	r	VK _r	40	5	13	13 %	100	8	22	8 %	250	12	33	5 %
IBC	s_r	r	VK _r																
40	5	13	13 %																
100	8	22	8 %																
250	12	33	5 %																
<ul style="list-style-type: none"> • Routinekontrollen, kontinuierlich 																			
Kurzzeitstabilität	Kontrollprobe	nach max. 100 Proben mind. 1 Kontrollmilch	max. Abweichung vom Sollwert $\pm 2s_r$ = bei Niveau (IBC) 40: $\pm 25\%$ 100: $\pm 13\%$ 250: $\pm 9\%$																
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	nach ca. 500 Proben ≥ 5 -fach Messung	Einzelwert <10 IBC Mittelwert < 5 IBC																

• **externe Kontrolle/Ringtest**

Ringtest	Hüfner Kontrollprobe	monatlich	max. Abweichung vom Mittelwert: $\pm 10\%$																
Ringtest	Rohmilchproben	mind. 1/4jährlich	<table border="1"> <thead> <tr> <th>IBC</th> <th>S_R</th> <th>R</th> <th>VK_R</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>40:</td> <td>7</td> <td>19</td> <td>18 %</td> </tr> <tr> <td>100:</td> <td>12</td> <td>31</td> <td>12 %</td> </tr> <tr> <td>250:</td> <td>23</td> <td>60</td> <td>9 %</td> </tr> </tbody> </table>	IBC	S _R	R	VK _R	40:	7	19	18 %	100:	12	31	12 %	250:	23	60	9 %
IBC	S _R	R	VK _R																
40:	7	19	18 %																
100:	12	31	12 %																
250:	23	60	9 %																

Mitgeltende Dokumente

Anweisungen des Geräteherstellers	
IDF 161A:1995	Milk-Quantitative determination of bacteriological quality, Guidance on evaluation of routine methods
EN ISO 16140 (2003)	Mikrobiologie von Lebensmitteln und Futtermitteln – Arbeitsvorschrift für die Validierung alternativer Methoden
Fortsetzung Prüfparameter Keimzahl, Mitgeltende Dokumente	
DIN EN ISO 21187:2005 (IDF 196:2004)	Milch – Quantitative Bestimmung der bakteriologischen Qualität – Leitfaden für die Erarbeitung einer Übertragungsbeziehung Routine- und Kontrollverfahren sowie deren Verifizierung
ISO 8196-1:2000	Milch- Definition und Abschätzung der Gesamtgenauigkeit indirekter Untersuchungsverfahren für Milch- Teil 1: Analytische Merkmale indirekter Verfahren Teil 2: Kalibrierung und Qualitätskontrolle im milchwirtschaftlichen Labor