

BRS-Richtlinie 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/IEC 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 Überprüfung 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 Leistungs-bewertung als Routinemethode anerkannt wurden.

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

- laborinterne Kontrollen der Geräteeinstellung, 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 BRS-Richtlinie 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)

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

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)

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

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

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

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

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

Y = arithmetischer Mittelwert

4. Inkrafttreten

Diese BRS-Richtlinie tritt am 1. September 2021 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 des BRS reproduziert werden oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

Anlage 1 zur BRS-Richtlinie 1.12

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

Prüfparameter	Fett und Eiweiß		
gültige Methode	Routineverfahren zur Untersuchung der Anlieferungsmilch auf Fett und Eiweiß sowie die bakteriologische und zytologische Beschaffenheit (§2 der Milchgüterverordnung), Juni 2003		
Referenzmethode	Fett: BVL L 01.00-9; Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung des Fettgehaltes in Milch; - Gravimetrisches Verfahren (Referenzverfahren) (Übernahme der gleichnamigen Norm DIN EN ISO 1211, Ausgabe November 2010) Eiweiß: BVL L 01.00-10/1; Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung des Stickstoffgehaltes in Milch- und Milcherzeugnissen - Teil 1: Kjeldahl-Verfahren und Berechnung des Rohproteingehaltes (Übernahme der gleichnamigen Norm DIN EN ISO 8968-1, Ausgabe Juni 2014)		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen

– 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

– 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. 5-fach Messung (nach Reinigungszyklus)	Mittelwert $\leq \pm 0,02$ % absolut

– **Routinekontrollen, wöchentlich**

Reproduzierbarkeit	Rohmilch (z.B. Kontrollmilch)	mind. 10 Messungen in Folge	$S_r < 0,014 \%$ $r < 0,04 \%$
Verschleppung	Blindprobenlösung und Rohmilch	mind. 3 Messungen einer Rohmilch, danach 3 Blindproben	erste Messung der Rohmilch- bzw. derersten Blindprobe $< \pm 0,05 \%$ vom Mittelwert der übrigen Messungen

– **Kontrolle der Eignung der Kalibrierung, monatlich**

Slope / Intercept	mind. 4 Referenz- milchproben 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. $\pm 0,025$
-------------------	---	--	--

– **Externe Kontrolle/Ringtest**

Ringtest	mind. 3 Milchproben	mind. 4mal/Jahr	$R < 0,07 \%$ absolut
----------	---------------------	-----------------	-----------------------

Mitgeltende Dokumente

BRS-Richtlinie 1.9 31. August 2021	Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)
DIN ISO 9622:2016-04	Milch und flüssige Milcherzeugnisse - Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie ¹

¹ Zurzeit Normentwurf. Die verabschiedete Norm kommt zur Anwendung.

Anlage 2 zur BRS-Richtlinie 1.12

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

Prüfparameter	Laktose		
Routinemethode	Hausmethode mittels Mittel-Infrarot-Spektroskopie		
Referenzmethode	BVL L 01.00-17:2010-09; Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung des Lactose- und Galactosegehaltes von Milch und Milchprodukten - Enzymatisches Verfahren (Übernahme der gleichnamigen deutschen Norm DIN 10344, Ausgabe August 1982 und Ergänzung durch die § 64 Arbeitsgruppe "Chemisch-physikalische Untersuchungsverfahren für Milch und Milchprodukte")		
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 Rohmilch	mind. 3 Messungen einer Rohmilch, danach 3 Blindproben	erste Messung der Rohmilch bzw. der ersten Blindprobe < + 0,05 % vom Mittelwert der übrigen Messungen

– **Kontrolle der Eignung der Kalibrierung, monatlich**

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

– **Externe Kontrolle/ Ringtest**

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

Mitgeltende Dokumente

BRS-Richtlinie 1.9 31. August 2021	Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)
DIN ISO 9622:2016-04	Milch und flüssige Milcherzeugnisse - Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie ¹

¹ Zurzeit Normentwurf. Die verabschiedete Norm kommt zur Anwendung.

Anlage 3 zur BRS-Richtlinie 1.12

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

Prüfparameter	Gefrierpunkt		
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 5764:2009-10; Milch - Bestimmung des Gefrierpunktes – Thermistor-Kryoskop-Verfahren		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen

– Startroutine, täglich

Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	5-fach Messung	max. zulässige Abweichung: ± 0,002 °C
Kalibrierungskontrolle	Referenzmilch und/oder referenzanalytisch abgesicherte Kontrollmilch	mind. 3-fach Messung	max. Abweichung vom Sollwert: ± 0,002 °C

– Routinekontrollen, kontinuierlich

Kurzzeitstabilität	Kontrollmilch	nach max. 200 Proben mind. 1 Kontrollprobe	Eingriffsgrenze: ± 0,003 °C Abweichung vom Sollwert
Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	nach max. 300 Proben mind. 5-fach Messung (nach Reinigungszyklus)	max. zulässige Abweichung: ± 0,002 °C

– Routinekontrollen, wöchentlich

Reproduzierbarkeit	Rohmilch (z.B. Kontrollmilch)	mind. 10 Messungen in Folge	$S_r \leq 0.001 \text{ °C}$ $r \leq 0.003 \text{ °C}$
--------------------	-------------------------------	-----------------------------	--

– Kontrolle der Eignung der Kalibrierung, monatlich

Slope / Intercept	mind. 20 referenzanalytisch untersuchte unkonservierte Rohmilchproben im Bereich von ca. -0.480 °C bis -0.530 °C	monatlich bzw. nach Reparatur- und Wartungsarbeiten	max. Abweichung von Referenzwerten ± 0,003 °C
-------------------	--	---	--

– **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

Anlage 4 zur BRS-Richtlinie 1.12

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

Prüfparameter	Somatische Zellen		
gültige Methode	BVL L 01.01-1:1998-09 Untersuchung von Lebensmitteln - Zählung somatischer Zellen in Rohmilch (fluoreszenzoptische Zählung)		
Referenzmethode	BVL L 01.01-3:1990-06 Untersuchung von Lebensmitteln - Zählung somatischer Zellen in Rohmilch; Mikroskopische Zählung somatischer Zellen DIN EN ISO 13366-1:2008-6 Milch-Zählung somatischer Zellen – Teil 1: Mikroskopisches Verfahren (Referenzverfahren)		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen

– 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

– Routinekontrollen, kontinuierlich

Kurzzeitstabilität	Kontrollprobe	nach max. 200 Proben mind. 1 Kontrollmilch	< 8 % Abweichung vom Sollwert
--------------------	---------------	--	----------------------------------

– 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)

– 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 13366-2	Milch – Zählung somatischer Zellen Teil 2: Leitfaden zum Betriebfluoreszenzoptoelektrischer Zählgeräte: 2007-01

Anlage 5 zur BRS-Richtlinie 1.12

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

Prüfparameter	Keimzahl		
gültige Methode	BVL L 01.01- 7:2002-05 Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung der Keimzahl in Rohmilch; Durchflusszytometrische Zählung von Mikroorganismen(Routineverfahren)		
Referenzmethode	BVL00.00-88:2015-06 Untersuchung von Lebensmitteln - Horizontales Verfahren zur Zählung von Mikroorganismen - Teil 1:Koloniezählung bei 30 °C mittels Gussplattenverfahren		
QS-Maßnahme	Prüfgegenstand	Prüfintervall	Toleranzgrenzen

– Startroutine, täglich

Nullpunktkontrolle	Lösung nach Herstellerangaben	mind. 10-fach Messung	Einzelwert <10 IBC Mittelwert < 5 IBC
Kontrolle der Schwellenwertfestlegung	Bakterienkontroll -probe (Hersteller)	BCS-Check mind. 3-fach Messung	Signalmittelwert/ Zählwert= chargen-spezifische 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 ± 10 % vom Sollwert
Sollwertfestlegung + Reproduzierbarkeitskontrolle	Kontrollmilch	mind. 10-fach Messung	Mittelwert = Sollwert $\frac{IBC}{s_r} \quad r \quad VK_r$ 40: 5 13 13 % 100: 8 2 8 % 250: 12 33 5 %

– Routinekontrollen, kontinuierlich

Kurzzeitstabilität	Kontrollprobe	nach max. 100 Proben mind. 1 Kontrollmilch	max. Abweichung v. Sollwert $\pm 2s_r$ =bei Niveau (IBC) 40: ± 25 % 100: ± 13 % 250: ± 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: ± 10 %																
Ringtest	Rohmilchproben	mind. 1/4jährlich	<table border="1"> <thead> <tr> <th>IBC</th> <th>SR</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	SR	R	VK _R	40:	7	19	18 %	100:	12	31	12 %	250:	23	60	9 %
IBC	SR	R	VK _R																
40:	7	19	18 %																
100:	12	31	12 %																
250:	23	60	9 %																

Mitgeltende Dokumente

Anweisungen des Geräteherstellers	
ISO 16297:2013 (IDF 161:2013)	Milk - Bacterial count - Protocol for the evaluation of alternative methods
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
ISO 16140:2016	Microbiology of food and animal feeding stuffs -- Protocol for the validation of alternative methods
Fortsetzung Prüfparameter Keimzahl, Mitgeltende Dokumente	
DIN EN ISO 21187:2006-01	Milch – Quantitative Bestimmung der bakteriologischen Qualität – Leitfaden für die Erarbeitung einer Übertragungsbeziehung Routine- und Kontrollverfahren sowie deren Verifizierung