

## **DLQ-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 Leistungsbewertung 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 DLQ-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<sub>r</sub>**: Standardabweichung der Wiederholbarkeit  
**s<sub>R</sub>**: 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)

$r = s_r * 2,83$  (95%ige Wahrscheinlichkeit)

$R = s_R * 2,83$  (95%ige Wahrscheinlichkeit)

- **VK<sub>r/R</sub>**: 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 DLQ-Richtlinie tritt mit Wirkung vom 01.12.2016 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 DLQ reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden.

**Anlage 1**  
**zur DLQ-Richtlinie 1.12**  
**Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von**  
**Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR**

Prüfparameter	Fett und Eiweiß		
<b>gültige Methode</b>	Routineverfahren zur Untersuchung der Anlieferungsmilch auf Fett und Eiweiß sowie die bakteriologische und zytologische Beschaffenheit (§2 der Milchgüterverordnung), Juni 2003		
<b>Referenzmethode</b>	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. der ersten Blindprobe $< \pm 0,05$ % vom Mittelwert der übrigen Messungen

- **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. $\pm 0,025$
-------------------	---	---	-------------------------------------

- **Externe Kontrolle/Ringtest**

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

**Mitgeltende Dokumente**

DLQ-Richtlinie 1.9 9. Mai 2012	Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)
DIN ISO 9622:2016-04	Milch und flüssige Milcherzeugnisse - Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie <sup>1</sup>

---

<sup>1</sup> Zurzeit Normentwurf. Die verabschiedete Norm kommt zur Anwendung.

**Anlage 2**  
**zur DLQ-Richtlinie 1.12**  
**Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von**  
**Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR**

<b>Prüfparameter</b>	<b>Laktose</b>		
<b>Routinemethode</b>	Hausmethode mittels Mittel-Infrarot-Spektroskopie		
<b>Referenzmethode</b>	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")		
<b>QS-Maßnahme</b>	<b>Prüfgegenstand</b>	<b>Prüfintervall</b>	<b>Toleranzgrenzen</b>

• **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. ± 0,03 Steigungsdifferenz
-------------------	--	--	--------------------------------

- **Externe Kontrolle/ Ringtest**

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

**Mitgeltende Dokumente**

DLQ-Richtlinie 1.9 9. Mai 2012	Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch (Funktionsprüfung der Geräte)
DIN ISO 9622:2016-04	Milch und flüssige Milcherzeugnisse - Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie <sup>1</sup>

---

<sup>1</sup> Zurzeit Normentwurf. Die verabschiedete Norm kommt zur Anwendung.

**Anlage 3**  
**zur DLQ-Richtlinie 1.12**  
**Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von**  
**Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR**

<b>Prüfparameter</b>	<b>Gefrierpunkt</b>		
<b>gültige Methode</b>	Routineverfahren zur Untersuchung der Anlieferungsmilch auf Fett und Eiweiß sowie die bakteriologische und zytologische Beschaffenheit (§2 der Milchgüteverordnung), Juni 2003		
<b>Referenzmethode</b>	DIN EN ISO 5764:2009-10; Milch - Bestimmung des Gefrierpunktes – Thermistor-Kryoskop-Verfahren		
<b>QS-Maßnahme</b>	<b>Prüfgegenstand</b>	<b>Prüfintervall</b>	<b>Toleranzgrenzen</b>

• **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	$S_R \leq 0.002 \text{ °C}$ $R \leq 0.006 \text{ °C}$
----------	---------------------	-----------------	--

**Mitgeltende Dokumente**

Anweisungen des Geräteherstellers
-----------------------------------



**Anlage 4**  
**zur DLQ-Richtlinie 1.12**  
**Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von**  
**Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR**

<b>Prüfparameter</b>	<b>Somatische Zellen</b>		
<b>gültige Methode</b>	BVL L 01.01-1:1998-09 Untersuchung von Lebensmitteln - Zählung somatischer Zellen in Rohmilch (fluoreszenzoptische Zählung)		
<b>Referenzmethode</b>	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)		
<b>QS-Maßnahme</b>	<b>Prüfgegenstand</b>	<b>Prüfintervall</b>	<b>Toleranzgrenzen</b>

• **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 <sub>r</sub> % < 6 % (ab 150.000) < 4 % (ab 450.000)

• **externe Kontrolle/Ringtest**

Ringtest	10 Proben zu je 4 Teilproben	mind. 1 mal jährlich	VK <sub>R</sub> % < 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 Betrieb fluoreszenzoptoelektrischer Zählgeräte: 2007-01

**Anlage 5**  
**zur DLQ-Richtlinie 1.12**  
**Kenndaten der Qualitätssicherung bei der Routineuntersuchung von**  
**Rohmilch in den Laboratorien der LKV und MPR**

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

• **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= 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 $\pm 10\%$ vom Sollwert
Sollwertfestlegung + Reproduzierbarkeitskontrolle	Kontrollmilch	mind. 10-fach Messung	Mittelwert= Sollwert IBC $s_r$ $r$ $VK_r$ 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 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 $\geq 5$ -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	IBC $s_R$ $R$ $VK_R$ 40: 7 19 18 % 100: 12 31 12 % 250: 23 60 9 %

## Mitgeltende Dokumente

Anweisungen des Geräteherstellers	
ISO 16297:2013 (IDF 161:2013) IDF 161A:1995	Milk - Bacterial count - Protocol for the evaluation of alternative methods Milk-Quantitative determination of bacteriological quality, Guidance on evaluation of routine methods
EN ISO 16140 (2003) ISO 16140:2016	Mikrobiologie von Lebensmitteln und Futtermitteln – Arbeitsvorschrift für die Validierung alternativer Methoden 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