

Qualitätsuntersuchung der Rohmilch

STAND: 01.07.2020 - Version 05



www.ama.at



Zertifiziertes Qualitätsmanagement-System nach ÖNORM EN ISO 9001 REG. Nr. 01537/0
Zertifiziertes Informationssicherheits-Managementsystem nach ÖNORM ISO/IEC 27001 REG Nr. 35/0
Zertifiziertes IT Service-Managementsystem nach ISO/IEC 20000-1 REG Nr. 45/0
Zertifiziertes Umweltmanagement-System nach EMAS REG Nr. AT-000680
und ÖNORM EN ISO 14001 REG Nr. 02982/0

ALLGEMEINES	4
KONTROLLEN DURCH DIE LABORS	5
CHEMIKALIEN; ARBEITSLÖSUNGEN UND WARTUNGSARBEITEN	6
MASSNAHMEN BEI NICHTERREICHEN DER GRENZWERTE	6
RECHTSGRUNDLAGE	6
TEIL A: ROUTINEUNTERSUCHUNG MIT DEM FLUORESZENZOPTISCHEN	
ZELLZÄHLGERÄT	7
I ANWENDUNGSBEREICH	7
II PROBENVORBEREITUNG.....	7
III KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB	7
1. Tägliche Kontrollen	
2. Justierungskontrolle mit Referenzmaterial	
3. Monatliche Kontrollen	
IV VERSCHLEPPUNGSABZUG.....	11
1. Abzug für die Verschleppung am Sammelwagen	
2. Abzug für die Verschleppung am Gerät	
V WEITERE DOKUMENTE	12
TEIL B: ROUTINEUNTERSUCHUNG VON MILCHINHALTSSTOFFEN UND	
GEFRIERPUNKT MIT DEM INFRAROT-GERÄT	13
I ANWENDUNGSBEREICH	13
II PROBENVORBEREITUNG.....	13
III KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB	14
1. Tägliche Kontrollen	
2. Wöchentliche Kontrollen	
3. Monatliche Kontrollen	
IV WEITERE DOKUMENTE	18
TEIL C: ROUTINEUNTERSUCHUNG DER KEIMZAHL MIT DEM	
FLUORESZENZOPTISCHEN KEIMZÄHLGERÄT	19
I ALLGEMEINES	19
II ANWENDUNGSBEREICH	19
III PROBENVORBEREITUNG.....	19
IV KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB	20
1. Tägliche Kontrollen	
2. Monatliche Kontrollen	

V	VERSCHLEPPUNGSABZUG UND STORNIERUNG VON FOLGEPROBEN.....	23
	1. Abzug für die Verschleppung am Sammelwagen	
	2. Stornierung von Folgeproben	
	3. Abzug für die Verschleppung am Gerät	
VI	WEITERE DOKUMENTE	25
TEIL D: UNTERSUCHUNG AUF HEMMSTOFFE		26
I	ANWENDUNGSBEREICH	26
II	PROBENLAGERUNG	26
III	UNTERSUCHUNG	26
	1. Zugelassene Testsysteme	
	2. Vergleichsuntersuchung	
	3. Funktionsweise der Testsysteme	
	4. Beimpfung	
	5. Bebrütung	
	6. Positivkontrolle	
	7. Negativkontrolle	
	8. Vorgangsweise bei konservierten Proben	
	9. Wiederholuntersuchung	
IV	AUSWERTUNG UND BEURTEILUNG.....	29
V	WEITERFÜHRENDE UNTERSUCHUNGEN.....	30
VI	WEITERE DOKUMENTE	30
TEIL E: ÜBERPRÜFUNG DES GEFRIERPUNKTES MIT DEM KRYOSKOP		31
I	ALLGEMEINES	31
II	ANWENDUNGSBEREICH	31
III	PROBENVORBEREITUNG.....	31
IV	KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB	32
	1. Startroutine	
	2. Untersuchung von Routineproben	
V	WEITERE DOKUMENTE	32
SANKTIONEN		33
ZUTRITTS- UND KONTROLLRECHTE		33
AUFBEWAHRUNGSPFLICHTEN		33
ÄNDERUNGEN ZUR VORVERSION (STAND 1.2.2018) DES MERKBLATTS.....		34
KONTAKT		35

Das Qualitätsniveau der Rohmilch bildet die Grundvoraussetzung für die Qualität der daraus hergestellten Produkte. Aufgrund der hohen wirtschaftlichen Bedeutung richtet sich der Auszahlungspreis für die angelieferte Milch stark an den qualitätsbestimmenden Parametern aus. Die Bedingungen für die Qualität der Rohmilch werden im Rahmen der Erzeuger-Rahmenbedingungen geregelt. Die angelieferte Rohmilch wird auf folgende Kriterien untersucht:

Fett	Keimzahlvergleichswert
Eiweiß	Hemmstoffe
Somatische Zellen	Gefrierpunkt

Die Untersuchungsmethoden und die Mindestuntersuchungsfrequenz der qualitätsbestimmenden Parameter sind in § 27 Absatz 1 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung festgelegt. ¹

Um eine gemeinsame Ausgangsbasis für die Qualitätsbezahlung der Rohmilch in Österreich sicherzustellen, ist es notwendig, sämtliche Untersuchungsgeräte bei Kontrollen vor Ort nach einem einheitlichen Schema auf ihre Funktionstüchtigkeit hin zu überprüfen.

Die rechtliche Zuständigkeit der Agrarmarkt Austria für diese Überprüfungen ist seit 1. Februar 2016 im § 29 der Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung festgelegt. ²

Die Liste der Labors, die mit der Durchführung der Milchqualitäts- und -inhaltsstoffe-Untersuchung betraut werden können, ist von der AMA verlautbart (siehe unter „Verlautbarung Marktordnungen“ <https://www.ama.at/Fachliche-Informationen/Verlautbarungen>).

¹ Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung: § 27. (1) Die Bewertung erfolgt nach Fettgehalt, Eiweißgehalt, Keimzahl, Hemmstoffen, Gefrierpunkt und Gehalt an somatischen Zellen. Dabei ist bzw. sind

1. der Fett- und Eiweißgehalt in mindestens drei Untersuchungen pro Monat mithilfe der Infrarotspektralphotometrie,
2. die Keim- und Zellzahl in mindestens zwei Untersuchungen pro Monat mithilfe der automatisierten fluoreszenzoptischen Zählmethode,
3. die Hemmstoffe in mindestens einer Untersuchung pro Monat mithilfe des Brillantschwarz-Reduktionstests und
4. der Gefrierpunkt in mindestens einer Untersuchung pro Monat mithilfe der Kryoskopie oder Infrarotmethode festzustellen.

² Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung: § 29. (1) Die technischen Detailvorgaben für die Einstufung der Milch und das Verfahren der Probenahme und des Probenverkehrs einschließlich einer Auflistung der Labors, die für die Durchführung der Untersuchung heranzuziehen sind, sowie zur Durchführung von Ringtests erfolgen durch die AMA und sind im Verlautbarungsblatt der AMA zu veröffentlichen.

(2) Die AMA hat dabei insbesondere vorzugeben:

1. das Verfahren der Probenahme,
2. die Überprüfung der Geräte für eine verschleppungsfreie und repräsentative Probenahme,
3. das Verfahren bei fehlenden Proben sowie
4. das Verfahren für Gegenproben.

(3) Die AMA hat die Referenzmethoden bekannt zu geben und kann einzelne Gerätetypen und Untersuchungsmethoden, sofern aufgrund einer Validierung die Gleichwertigkeit mit der Referenzmethode nachgewiesen wird und wenn diese dem Stand der Technik entsprechen, als zulässig erklären.

(4) Die Liste der Labors, die mit der Durchführung der Milchqualitäts- und -inhaltsstoffe-Untersuchung betraut werden können, ist von der AMA im Verlautbarungsblatt kundzumachen. Die AMA darf nur Labors, die

1. über eine für die Durchführung der Aufgaben entsprechende personelle und technische Ausstattung verfügen,
2. die Qualität der Untersuchungsergebnisse sicherstellen können,
3. gewährleisten, dass die Untersuchungsergebnisse und Daten der Gerätekontrollen mit Referenzmaterialien mindestens drei Jahre aufbewahrt werden und
4. die Aufnahme in die Liste beantragen,

in die Auflistung aufnehmen. Liegen diese Voraussetzungen nicht oder nicht mehr vor, ist dies den Labors bescheidmäßig mitzuteilen und sind diese gegebenenfalls aus der Auflistung zu streichen. Ebenso kann die AMA hinsichtlich der Untersuchungen sowie der Frist zwischen Probenahme und Untersuchung den Labors die für eine ordnungsgemäße Durchführung notwendigen Informationen nach dem Stand der Technik bekannt geben.

(5) Die von den Labors zu verwendende Konservierungslösung ist in einem Unternehmen herzustellen, das qualitätsgesichert arbeitet und von der AMA mit der Herstellung der Konservierungslösung beauftragt wird.

Ebenso ist die Liste der als zulässig erklärten Routinemethoden / Gerätetypen zur Rohmilch-Untersuchung gemäß § 29 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung von der AMA verlautbart (siehe ebenfalls unter „Verlautbarung Marktordnungen“ <https://www.ama.at/Fachliche-Informationen/Verlautbarungen>).

Die Aufnahme in die Auflistung erfolgt aufgrund der Vorlage von Unterlagen, wie z.B.:

- Gerätespezifikation, Validierungsunterlagen und sonstige Angaben des Geräteherstellers zum Gerätetyp,
- Vorlage von Ergebnissen aus internen oder externen Ringtests oder sonstiger Vergleichsuntersuchungen,
- Messergebnisse von Referenzstandards und Kontrollproben,
- Daten aus der routinemäßigen Geräteüberprüfung (z.B. Ermittlung der Verschleppung, Nullpunkt-Kontrolle, etc.)

Insgesamt muss aus den vorgelegten Unterlagen hervorgehen, dass der Gerätetyp in der Lage ist, die in diesem Merkblatt festgelegten Anforderungen zu erfüllen und dass die Probenergebnisse insbesondere hinsichtlich Richtigkeit und Präzision den Erfordernissen entsprechen.

Die Auflistung der Labors gem. § 29 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung durch die AMA, ist an das Vorliegen entsprechender Voraussetzungen gebunden: Darunter fällt auch die Verpflichtung zur Teilnahme an den AMA-Ringtests, die zehn Mal pro Jahr stattfinden. Die Proben und Referenzwerte für diese Tests werden von der Höheren Bundeslehr- und Forschungsanstalt (HBLFA) Tirol – Standort Rotholz bereitgestellt, die Auswertung der Ringuntersuchungen erfolgt im GB I/Abt. 3/ Ref. 8 der AMA.

Bei Erstellung dieses Merkblatts wurde auf eine weitgehende Abstimmung mit den von der AFEMA (Arbeitsgemeinschaft zur Förderung von Eutergesundheit und Milchhygiene in den Alpenländern e.V.) ausgearbeiteten Richtlinien („Qualitäts-Leitfaden für Milch-Prüfungslaboratorien“) Wert gelegt.

Die in dieser Version des Merkblatts aufgenommenen **Änderungen zur Vorversion sind ab 15.07.2020 umzusetzen.**

KONTROLLEN DURCH DIE LABORS

Alle Kontrollen zu Beginn, während und am Ende der Routineproben-Untersuchung sind mit Computer-Ausdruck zu dokumentieren. Diese Unterlagen sind mindestens drei Jahre aufzubewahren. Bei Dokumentation der Originaldaten mittels elektronischer Datenträger müssen der Erstellungszeitpunkt der Files sowie eventuell zwischenzeitlich vorgenommene Änderungen der Daten nachvollziehbar und die jederzeitige Einsichtnahme für die Dauer der Aufbewahrung gewährleistet sein.

Die Laborleitung bzw. deren Vertretung ist durch das Personal über besondere Vorkommnisse und Unregelmäßigkeiten zu informieren.

Es ist sicherzustellen, dass die Bediener von Untersuchungsgeräten erkennbare Probleme bei der Probenahme (z.B. schlecht gefüllte, leere, übervolle Probeflaschen, fehlender Stoppel) melden. Solch auffällige Touren sind durch die Laborleitung bzw. deren Stellvertretung gesondert zu prüfen (u.a. durch Vergleich mit den Vorwerten der Lieferanten).

Zur Reinigungskontrolle des Milchsammelwagens werden sogenannte Vorproben mit den ersten zur Bewertung herangezogenen Hauptproben verglichen. Neben der Keimzahl sind dabei auch die Inhaltsstoffe - vor allem der Fettgehalt – und gegebenenfalls die Vorergebnisse des Lieferanten bei der Beurteilung zu berücksichtigen. Ob eine Stornierung der Proben bzw. der gesamten Tour vorgenommen werden muss bzw. eine Benachrichtigung an den zuständigen Milchkäufer zu erfolgen hat, liegt im Entscheidungsbereich der Laborleitung.

CHEMIKALIEN, ARBEITSLÖSUNGEN UND WARTUNGSARBEITEN

Beim Einsatz von Chemikalien und Arbeitslösungen sind die Angaben des Geräteherstellers bzw. die Angaben des Vertreibers der Chemikalien und Arbeitslösungen einzuhalten.

Für Wartungsarbeiten und Geräteüberprüfungen sind die Anweisungen des Geräte- bzw. Testsystem-Herstellers zu berücksichtigen. Die Rückverfolgbarkeit aller eingesetzten Chemikalienchargen und Referenzmaterialien muss gewährleistet sein. Es wird empfohlen, eine überlappende Kontrolle der neuen Chargen so rechtzeitig durchzuführen, dass die nicht entsprechenden Chargen ersetzt werden können.

MASSNAHMEN BEI NICHTERREICHEN VON GRENZWERTEN

Kann bei Überschreiten der in diesem Merkblatt vorgegebenen Grenzwerte die Ursache durch das Bedienungspersonal nicht behoben werden, ist der Laborleiter bzw. dessen Stellvertreter oder der Bereichsleiter zu informieren.

RECHTSGRUNDLAGE

§§ 27 und 29 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung BGBl. II Nr. 326/2015 idgF

MERKBLATT TEIL A:

ROUTINEUNTERSUCHUNG MIT DEM FLUORESZENZOPTISCHEN ZELLZÄHLGERÄT

I ANWENDUNGSBEREICH

Dieser Teil des Merkblatts legt allgemeine Kriterien fest, die bei der fluoreszenzoptischen Zählung von Zellen in Rohmilch als Mindestanforderung einzuhalten sind.

II PROBENVORBEREITUNG

Alle zur Messung kommenden Proben sind einer Sichtprüfung zu unterziehen. Sichtbar veränderte Proben sind von der Untersuchung auszuschließen.

Die Proben werden bis zur Untersuchung bei +2 bis +8°C gelagert und sind vorzugsweise innerhalb von 48 Stunden nach der Probenahme zu untersuchen. Über diesen Zeitraum hinaus müssen die Proben bei 2-6°C gelagert werden und dann jedenfalls spätestens nach 96 Stunden ab der Probenahme zur Untersuchung gelangen.

Die Proben werden vor der Untersuchung mit Hilfe eines Systems, das eine gleichmäßige Erwärmung sicherstellt, auf eine Temperatur von 40 +/- 3 °C gebracht.

Die Probenvorbereitung erfolgt analog der Bedienungsanleitung der Gerätehersteller. Das Durchmischen der Proben vor der Analyse hat so zu erfolgen, dass die Milch nicht in den zu bestimmenden Parametern verändert wird.

Die Proben sind nach dem Erwärmen innerhalb von 30 Minuten zu untersuchen.

III KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB

1. TÄGLICHE KONTROLLEN

1.1. STARTROUTINE

1.1.1. VORBEREITUNG DES GERÄTES ZUR UNTERSUCHUNG

lt. Herstellerangaben

1.1.2. PROBEN ZUR GERÄTESTABILISIERUNG

→ Es werden mindestens 10 Einzelmessungen aus Rohmilch-Proben durchgeführt.

1.1.3 UNTERSUCHUNG DER BLINDLÖSUNG

→ Es werden 5 Leerwert-Einzelmessungen durchgeführt.

Zulässige Toleranz für die Leerwerte:	alle Einzelwerte:	< 8 (in 1000 Zellen / ml)
	Mittelwert:	≤ 3 (in 1000 Zellen / ml)

1.1.4. FESTLEGUNG DES BASISWERTS DER KONTROLLPROBE ¹

- mindestens 3 Leerwertbestimmungen
- mindestens 5 Einzelmessungen der Kontrollprobe zur Bestimmung des Basiswerts
- mindestens 3 Leerwertbestimmungen

An den Tagen, an denen eine Zellzahl-Standard-Untersuchung (mindestens 1 x wöchentlich) stattfindet (s. wöchentliche Kontrollen):

- mindestens 3 Leerwertbestimmungen
- Standard nieder (mindestens 3 Messungen)
- Standard hoch (mindestens 3 Messungen)
- mindestens 3 Leerwertbestimmungen
- mindestens 5 Einzelmessungen der Kontrollprobe zur Bestimmung des Basiswerts

Alternative, zumindest gleichwertige und dokumentierte Abläufe der Basiswert-Festlegung sind zulässig.

Zulässige Toleranz für die Leerwerte:	siehe oben (1.1.3.)
---------------------------------------	---------------------

1.2. KONTROLLPROBENUNTERSUCHUNG

Vor Untersuchungsbeginn, während des Betriebs spätestens nach 120 Proben und am Ende des Untersuchungstags ist jeweils mindestens eine Kontrollprobe zu untersuchen. Zusätzlich muss jedenfalls gewährleistet sein, dass mindestens drei Kontrollproben pro Stunde zur Untersuchung gelangen. (Dieses Kriterium wird bei niedrigen Probendurchsätzen relevant.)

Die zulässige Toleranz zum Basiswert ist:

+/- 10% des Zellgehalts bei > 150.000 Zellen / ml

+/- 15.000 Zellen/ml bei ≤ 150.000 Zellen / ml

Empfehlung für den Tagesende-Mittelwert aller Kontrollmilchen: <10 %

¹ Als Kontrollprobe ist eine frische unbehandelte Rohmilch mit normaler Zusammensetzung und guter Qualität zu verwenden. Sie wird zur laufenden Kontrolle der Messgeräte eingesetzt. Die Kontrollmilch wird konserviert und kann eine Woche bei Lagerung im Temperaturbereich von + 2° C bis + 8° C verwendet werden (Herstellung s. Anlage 2). Der Basiswert ist das arithmetische Mittel aus mindestens 5 Wiederholungsmessungen mit dem fluoreszenzoptischen Zellszählgerät. Um einen möglichst repräsentativen Basiswert zu erhalten, wird die Untersuchung aus mindestens 2 Fläschchen empfohlen. Sollwert 80.000 – 300.000 Zellen/ml

Werden die oben genannten Toleranzen überschritten, wird eine neue Kontrollprobe untersucht. Wird die Abweichung bestätigt, muss das Geräteproblem behoben und der Probenzyklus bis zur letzten Kontrollprobe wiederholt werden.

1.3 TÄGLICHE ÜBERPRÜFUNG DER WIEDERHOLPRÄZISION

Die Überprüfung der Wiederholpräzision wird mit 10 Wiederholungsmessungen einer Rohmilch-Probe oder mit je 5 Wiederholungsmessungen von 2 unterschiedlichen Rohmilch-Proben empfohlen. Zumindest aber ist die Überprüfung mit 5 Wiederholungsmessungen einer Probe durchzuführen.

Toleranzen für relative Standardabweichung (sr in % = VK%)¹

Anzahl Zellen/ml	sr in %	r
150.000	6	25.000
300.000	5	42.000
450.000	4	50.000
750.000	3	63.000
1.500.000	3	126.000

2. JUSTIERUNGSKONTROLLE MIT REFERENZMATERIAL

Die Geräte sind mit externem Referenzmaterial mindestens einmal wöchentlich einer Justierungskontrolle zu unterziehen.

Die Verwendung des Materials folgender Hersteller ist möglich:

- Labor Dr. Hufner GmbH.
- Associazione Italiana Allevatori (AIA)
- Max-Rubner-Institut (MRI)
- Agroscope
- Höhere Bundeslehr- und Forschungsanstalt (HBLFA) Tirol
- QSE GmbH

Um eine optimale Absicherung zu gewährleisten, sind - innerhalb eines Monats - Standards von mindestens zwei der oben angegebenen Hersteller zu verwenden (z.B. 1x monatlich Standard X; in den übrigen Wochen des Monats Standard Y)

Außerdem ist gemäß des Leitfadens zum Betrieb fluoreszenzoptoelektronischer Zählgeräte (EN ISO 13366-2; Milch – Zählung somatischer Zellen, Teil 2) darauf zu achten, dass mindestens

¹ VK% = relative Standardabweichung (sr in %)

r = Wiederholbarkeit

Berechnungsbeispiel: sr = Standardabweichung der Wiederholbarkeit: $25.000/2,83^* = 8834$

$sr\% = VK\% = sr/Mittelwert * 100$

$sr\% = VK\% = 8834/150.000 * 100 \approx 6$

* 2,83 = Faktor, mit dem die Standardabweichung multipliziert wird, um die Wiederholbarkeit zu erhalten.

einmal monatlich fünf Kalibrierproben unterschiedlicher Niveaus zum Einsatz kommen. Diese sollten insgesamt den Bereich zwischen 80.000 und 1.000.000 Zellen/ml abdecken. In den verbleibenden Wochen sind jeweils mindestens zwei Standards unterschiedlicher Niveaus („nieder“ und „hoch“) vorzugsweise innerhalb eines Bereichs bis 450.000 Zellen/ml zu verwenden.

Ablauf der Justierungskontrolle:

- Vor der Justierungskontrolle sind mindestens drei Leerwert-Messungen durchzuführen.
- mindestens drei unmittelbar aufeinanderfolgende Einzelmessungen pro verwendetem Standard werden zur Bildung des arithmetischen Mittels (Ist-Wert) verwendet.
- Am Ende der Justierungskontrolle werden nochmals drei Leerwerte bestimmt.

Alternative, zumindest gleichwertige und dokumentierte Abläufe der Justierungskontrolle sind zulässig.

Als Grenzwerte für die Abweichung des Mittelwerts zum Sollwert sind die Vorgaben des Herstellers einzuhalten.

Werden die vorgegebenen Toleranzen überschritten, wird das Gerät neu eingestellt und die Justierungskontrolle wiederholt.

3. MONATLICHE KONTROLLEN

3.1. ÜBERPRÜFUNG DER VERGLEICHSPRÄZISION INNERHALB DES LABORS¹

Verfügbare Einzelergebnisse aus Prüfungen der Wiederholpräzision dürfen auch verwendet werden, um die Vergleichspräzision innerhalb des Labors zu prüfen.

Die absolute Differenz der Ergebnisse von zwei voneinander unabhängigen Bestimmungen sollte in nicht mehr als 5% der Fälle größer sein als:

Anzahl Zellen/ml	sRintra	Rintra
150.000	7	29.000
300.000	6	50.000
450.000	5	63.000
750.000	4	84.000
1.500.000	4	168.000

Diese Überprüfung kann vereinfacht durch die Ermittlung der Standardabweichung aus allen Erfassungswerten, die bei den AMA-Ringtests gemessen wurden, erfolgen.

3.2. VERSCHLEPPUNGSPRÜFUNG

Monatlich ist eine Verschleppungsprüfung durchzuführen. Dabei sollte bei der Vorbereitung der Rohmilch eine hohe Zellzahl (im Bereich von etwa 750.000/ml oder mehr) angestrebt werden.

¹ Dieser Punkt ist nur beim Einsatz von mindestens zwei Zellzähl-Geräten relevant.

Anschließend sind mindestens 5 Probensätze dieser Milch herzurichten. 1 Probensatz besteht aus 1 Probe der vorbereiteten Rohmilch und 2 Proben mit Spüllösung. Anschließend ist ein Batch aufzumachen und bei „Sample type“ „Carry Over“ auszuwählen. Als Probenanzahl ist die Gesamtanzahl der Proben einzugeben. Nach der Untersuchung zeigt das Gerät automatisch den ermittelten Verschleppungsfaktor¹ zusammen mit dem bisher verwendeten Faktor an. Der Verschleppungsfaktor wird bei der monatlichen Kontrolle nur überprüft und nur nach einer kompletten Gerätewartung gespeichert.

Die Verschleppung darf max. 1% betragen.

Interpretation des Ergebnisses:

1. Blindprobe hoch: Verschleppung hoch
2. Blindprobe hoch: mögliche Verunreinigungen im Gerät

IV VERSCHLEPPUNGSABZUG

1. ABZUG FÜR DIE VERSCHLEPPUNG AM SAMMELWAGEN

Der jährlichen Überprüfung der Milchsammelwagen liegt eine maximale Verschleppung von 3% zugrunde. Diese maximal mögliche Verschleppung ist bei der Beurteilung der Routineproben in folgender Weise zu berücksichtigen: Ist die Differenz zwischen dem Wert der Vorprobe (im Tourenverlauf) und dem Wert der Probe positiv, das heißt ist der Wert der Probe niedriger als der der Vorprobe, so sind 3% dieser Differenz vom Probenergebnis abzuziehen. Für Resultate aus der Verschleppungsberechnung ist ein Mindestwert von 10.000 Zellen nicht zu unterschreiten. Bei Vorproben mit hohen Zellzahlen über 1.000.000 entscheidet jedenfalls der Laborleiter bzw. dessen Stellvertreter, ob der Verschleppungsabzug berechnet oder eine Stornierung der Probe vorgenommen wird.

Beispiel 1:
Probe 1 im Tourenverlauf: 250.000 Zellen
Probe 2 im Tourenverlauf: 270.000 Zellen

→ Kein Verschleppungsabzug für Probenahme, da Folgeprobe höhere Zellzahl als Vorprobe

Beispiel 2:
Probe 1 im Tourenverlauf: 250.000 Zellen
Probe 2 im Tourenverlauf: 170.000 Zellen

250.000 - 170.000 = 80.000 Zellen
3% von 80.000 Zellen = 2.400 Zellen, das sind (kaufmännisch) gerundet 2.000 Zellen

→ Verschleppungskorrigiertes Ergebnis Probe 2: 170.000 – 2.000 = 168.000

¹ Formel für die Berechnung des Verschleppungsfaktors:
Verschleppungsfaktor eines Probensatzes = $(\sum \text{Blind1} - \sum \text{Blind2}) / (\sum \text{Milch} - \sum \text{Blind 2}) * 100$. Nach der Auswertung aller 10 Probensätze wird daraus der arithmetische Mittelwert gebildet.

2. ABZUG FÜR DIE VERSCHLEPPUNG AM GERÄT

Der im Gerät aktuell eingetragene Verschleppungsfaktor ist bei der Routineuntersuchung anzuwenden. Alternativ zum Verschleppungsabzug kann die Geräteverschleppung durch eine nochmalige Untersuchung von Proben, die auf sehr hohe Ergebnisse folgen (zumindest ab einem Wert der Vorprobe von 1.000.000 Zellen), berücksichtigt werden.

V WEITERE DOKUMENTE

VO (EG) Nr. 853/2004 – Verordnung mit spezifischen Hygienevorschriften für Lebensmittel tierischen Ursprungs

Lebensmittelsicherheits- und Verbraucherschutzgesetz – (LMSVG, BGBl. I Nr. 13/2006 i.d.g.F.) über Sicherheitsanforderungen und weitere Anforderungen an Lebensmittel, Gebrauchsgegenstände und kosmetische Mittel zum Schutz der Verbraucherinnen und Verbraucher

ÖNORM EN ISO 13366-1:2010 02 15: Milch – Zählung somatischer Zellen – Teil 1: Mikroskopisches Verfahren (Referenzverfahren) (ISO 13366-1:2008 + Cor.1:2009 + Corrigendum AC 2010 01)

ÖNORM EN ISO 13366-2: 2007 01 01: Milch – Zählung somatischer Zellen – Teil 2: Leitfaden zum Betrieb fluoreszenzoptoelektrischer Zählgeräte (ISO 13366-2:2006)

AFEMA-Leitfaden zur Routineuntersuchung mit dem fluoreszenzoptischen Zellzählgerät

Leitlinie des Bundesministeriums für Gesundheit und Frauen über mikrobiologische Kriterien für Milch und Milchprodukte

AMA-Merkblatt „Wiederkehrende Prüfung und Wiederholungsprüfung von Systemen zur automatischen Probenahme für die Rohmilch-Untersuchung“

Angaben des Geräteherstellers

Angaben der Standard- und Kontrollmilch-Hersteller

MERKBLATT

TEIL B:

ROUTINEUNTERSUCHUNG VON MILCHINHALTSSTOFFEN UND GEFRIERPUNKT MIT DEM INFRAROT-GERÄT

I ANWENDUNGSBEREICH

Dieser Teil des Merkblatts legt allgemeine Kriterien fest, die bei der Infrarot – Spektrophotometrischen Bestimmung von Fett, Eiweiß und des Gefrierpunkts¹ als Mindestanforderung einzuhalten sind. Besonderer Wert wird dabei auf die Überprüfung der Funktionsfähigkeit der Untersuchungsgeräte gelegt.

Die Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung beinhaltet keine Vorgaben zu den Parametern Laktose und Harnstoff und pH-Wert. Diese Inhaltsstoffe können jedoch indirekt für die Analyse der übrigen Parameter relevant sein. Die in diesem Kapitel vorgegebenen Geräteüberprüfungen schließen daher Richtwerte für Laktose und Harnstoff und pH-Wert mit ein.²

II PROBENVORBEREITUNG

Alle zur Messung kommenden Proben sind einer Sichtprüfung zu unterziehen. Sichtbar veränderte Proben sind von der Untersuchung auszuschließen.

Die Proben werden bis zur Untersuchung bei +2 bis +8°C gelagert. Die Proben werden vor der Untersuchung mit Hilfe eines Systems, das eine gleichmäßige Erwärmung sicherstellt, auf eine Temperatur von 40 +/- 3 °C gebracht.

Die Probenvorbereitung erfolgt analog der Bedienungsanleitung der Gerätehersteller. Das Durchmischen der Proben vor der Analyse muss so erfolgen, dass die Milch nicht in den zu bestimmenden Parametern verändert wird.

¹ Die Untersuchung einer Vollprobe (= Stallprobe) muss mit der Referenzmethode erfolgen.

² Harnstoff- bzw. Laktosegehalt liefern dem Lieferanten bzw. Milchkäufer Informationen hinsichtlich des Herdenmanagements bzw. der Weiterverarbeitung der Rohmilch. Durch ihre Analyse kann auch auf die Plausibilität der übrigen aus einer Milchprobe gewonnen Ergebnisse rückgeschlossen werden.

Der pH-Wert ist ein entscheidendes Kriterium für die Qualität der Proben. Er liefert Hinweise auf mikrobielle und enzymatische Veränderungen in der Milchprobe und auf mögliche Messfehler bei anderen parallel bestimmten Parametern.

In Rohmilchproben mit niedrigem pH-Wert kann ein Einfluss auf die Gerätemesswerte für Fett, Protein, Laktose, Harnstoff und Gefrierpunkt beobachtet werden. Proben mit einem pH-Wert < 6,40 sollten nicht zur Bewertung herangezogen werden.

III KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB

1. TÄGLICHE KONTROLLEN

1.1. STARTROUTINE

1.1.1. VORBEREITUNG DES GERÄTES ZUR UNTERSUCHUNG

lt. Herstellerangaben

1.1.2. PROBEN ZUR GERÄTESTABILISIERUNG

→ Es werden mindestens 10 Einzelmessungen aus Rohmilch-Proben durchgeführt.

1.1.3. NULLPUNKT

→ Es werden mindestens 5 Einzelmessungen durchgeführt.

Zulässige Abweichung vom Nullpunkt:

Fett	+/- 0,02 g / 100 g	
Eiweiß	+/- 0,02 g / 100 g	
Laktose	+/- 0,02 g / 100 g *	
Harnstoff	+/- 2 mg / dl *	
Gefrierpunkt	+/- 2 m°C	
pH-Wert	+/- 0,05 *	* Richtwert

Die Nullpunktkontrolle ist im Routinebetrieb spätestens nach 400 Proben zu wiederholen.

1.2. KONTROLLPROBENUNTERSUCHUNG

Vor Untersuchungsbeginn, spätestens nach 120 Proben und am Ende des Untersuchungstags ist jeweils mindestens eine Kontrollmilch¹ zu untersuchen.

Die zulässigen Toleranzen der Kontrollmilch zum Basiswert betragen:

Die zulässigen Toleranzen der Kontrollmilch zum Basiswert betragen:

Fett	+/- 0,05 g/100 g	
Eiweiß	+/- 0,05 g/100 g	
Laktose	+/- 0,05 g/100 g *	
Harnstoff	+/- 5 mg /dl *	
Gefrierpunkt	+/- 5 m° C	
pH-Wert	+/- 0,05 *	* Richtwert

Werden die genannten Toleranzen überschritten, wird eine neue Kontrollprobe angewärmt und untersucht. Wird die Abweichung bestätigt, muss das Geräteproblem behoben, durch Kontrollanalysen entsprechend erneut überprüft und der Probenzyklus bis zur letzten Kontrollprobe wiederholt werden.

Die Einzelabweichungen der Kontrollproben sind in einer Qualitätsregelkarte unter Angabe der oben angeführten Toleranzen einzutragen. Die Eintragung des kumulativen Mittelwerts der Abweichungen in die Regelkarte ist optional.

1.3. ÜBERPRÜFUNG DES HOMOGENISATORS

Die Effizienz des Homogenisators ist bei Geräten, die mit dem Parameter H-Index ausgestattet sind, täglich zu überprüfen. Folgende Grenzwerte sind einzuhalten:

Mittelwert des H-Index aus mindestens 5 Kontrollproben bzw. mindestens 400 Anlieferungsproben:
bei MSC 6000 und MSC FT⁺ ≤ 1

Wird der Grenzwert nicht eingehalten, sind die Homogenisatorpatronen auszutauschen.

¹ Festlegung des Basiswerts der Kontrollprobe

Als Kontrollprobe ist eine frische unbehandelte Rohmilch mit normaler Zusammensetzung und guter Qualität (Mischmilch) zu verwenden. Sie wird in der Startroutine und zur laufenden Kontrolle der Messgeräte eingesetzt. Die Kontrollmilch wird konserviert und kann eine Woche verwendet und bei + 2° C bis + 8° C gelagert werden (Herstellung: s. Anlage 2).

Von dieser Kontrollmilch wird mindestens einmal wöchentlich der Basiswert als arithmetisches Mittel einer aus mindestens 5 Wiederholungsuntersuchungen bestimmt. Um einen möglichst repräsentativen Basiswert zu erhalten, wird die Untersuchung aus mindestens 2 Fläschchen empfohlen.

Von jeder Charge ist eine Prüfung auf Homogenität durchzuführen:

Mind. 20 Pilotproben der Charge werden zufällig ausgewählt. Diese Proben werden in einer Reihe als Einzelmessung an einem IR-Gerät untersucht. Die Standardabweichung muss für den Parameter „Fett“ unter 0,015 % liegen. Ist die Homogenität der Kontrollprobenmilch nicht ausreichend, ist eine neue Milch vorzubereiten.

2. WÖCHENTLICHE KONTROLLEN

2.1. ÜBERPRÜFUNG DER WIEDERHOLBARKEIT

mindestens 5 Einzelmessungen durchführen

Zulässige Toleranzen der Wiederholbarkeit¹:

Fett:	$Sd \leq 0,014 \text{ g/100g}$	
Eiweiß:	$Sd \leq 0,014 \text{ g/100g}$	
Laktose:	$Sd \leq 0,014 \text{ g/100g}^*$	
Harnstoff:	$Sd \leq 1,5 \text{ mg/dl}^*$	
Gefrierpunkt:	$Sd \leq 1,5 \text{ m}^\circ\text{C}$	* Richtwert

2.2. ÜBERPRÜFUNG DER VERSCHLEPPUNG

Nach einer Spülung und Nullpunktkontrolle wird eine Rohmilchprobe (z.B. Kontrollprobe) zwei Mal hintereinander untersucht:

Die maximal zulässigen Abweichungen zwischen diesen zwei Untersuchungsergebnissen sind:

Fett	+/- 0,05 g/100 g	
Eiweiß	+/- 0,05 g/100 g	
Laktose	+/- 0,05 g/100 g *	
Gefrierpunkt	+/- 5 m° C	* Richtwert

¹

Formel für die Standardabweichung:

$$sd = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

x_i = gemessene Einzelwerte,
 n = Anzahl der gemessenen Einzelwerte

2.3. ÜBERPRÜFUNG DER GERÄTEKALIBRIERUNG

Die Überprüfung der Geräte erfolgt mit 4 Fett-, 4 Eiweiß-, 3 Laktose- und 4 Gefrierpunkt – Langzeit-Kalibrierstandards des Herstellers „QSE GmbH – Betriebsstätte Triesdorf“.

Die zulässige Toleranz zum Referenzwert beträgt:

Fett	+/- 0,03 g/100 g	
Eiweiß	+/- 0,03 g/100 g	
Laktose	+/- 0,03 g/100 g *	
Harnstoff	+/- 5 mg /dl *	
Gefrierpunkt	+/- 5 m° C	
pH-Wert	+/- 0,05 *	* Richtwert

Werden die genannten Toleranzen überschritten ist das Gerät entsprechend der Herstelleranweisung neu zu justieren.

Bei Untersuchung von konservierten Proben auf den Parameter „Gefrierpunkt“ ist der Einfluss der Konservierungssubstanz auf das Messergebnis zu berücksichtigen.

Die Überprüfung der Gerätekalibrierung bzw. die Justierung ist daher unter Verwendung von konservierten Kalibrierstandards vorzunehmen. (Anmerkung: Der zugrundeliegende Sollwert entspricht jenem für die nicht konservierten Standards. Auf diese Weise wird die Korrektur aufgrund der Konservierung berücksichtigt.)

Alternativ dazu kann die Korrektur auch rechnerisch durchgeführt werden, wenn dies entsprechend validiert und abgesichert ist.

3. MONATLICHE KONTROLLEN

3.1 ÜBERPRÜFUNG DER VERSCHLEPPUNG

a) Die Überprüfung erfolgt durch insgesamt 20 aufeinanderfolgende Messungen von Wasser und gut durchmischter Rohmilch (5 mal Wasser / Wasser / Milch / Milch). Die Verschleppung erfolgt bei den Parametern Fett, Eiweiß und Gefrierpunkt.

Berechnung Spüleffekt $E = (\Sigma M1 - \Sigma W2) * 100 / (\Sigma M2 - \Sigma W2)$

M1 – erster Wert der Milch
M2 – zweiter Wert der Milch
W2 – zweiter Wert für Wasser

Anforderung an E für jeden Parameter: ≥ 99

Das entspricht einer Verschleppung von maximal 1 %.

b) In der Praxis bewährte Methoden, die in gleichwertiger Weise zur Kontrolle der Verschleppung dienen, sind alternativ zu a) möglich.

IV WEITERE DOKUMENTE

DIN ISO 9622: 2017 04: Milch und flüssige Milcherzeugnisse – Leitfaden für die Anwendung der Mittel-Infrarot-Spektroskopie (ISO 9622:2013)

Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB: Untersuchung von Lebensmitteln – Infrarotspektrophotometrische Inhaltsstoffbestimmung in Rohmilch – Funktionsprüfung der Geräte; Dezember 2004

DLQ-Richtlinie 1.14 zur Bestimmung und Bewertung von pH-Werten in Milchproben im Rahmen der IR-Routineanalytik

ÖNORM EN ISO 1211:2010 08 15: Milch - Bestimmung des Fettgehaltes - Gravimetrisches Verfahren (Referenzverfahren) (ISO 1211: 2010)

ÖNORM EN ISO 8968-1: 2014 05 01: Milch - Bestimmung des Stickstoffgehaltes - Teil 1: Kjeldahl-Verfahren und Berechnung des Rohproteingehaltes (ISO 8968-1: 2014)

ÖNORM EN ISO 5764: 2009 08 01: Milch - Bestimmung des Gefrierpunktes - Thermistor-Kryoskop-Verfahren (Referenzverfahren) (ISO 5764:2009)

Angaben des Geräteherstellers

Angaben des Standardherstellers

AFEMA-Leitfaden zur Routineuntersuchung von Milchinhaltsstoffen mit dem Infrarot-Gerät

MERKBLATT TEIL C:

ROUTINEUNTERSUCHUNG DER KEIMZAHL MIT DEM FLUORESZENZOPTISCHEN KEIMZÄHLGERÄT

I ALLGEMEINES

Die Milchprobe wird chemisch und mechanisch aufbereitet, wobei die Beeinflussung durch Somatische Zellen, Protein, Fett ausgeschaltet wird und Bakterienkolonien in Einzelkeime zerlegt werden. Die Keime werden mit dem Fluoreszenzfarbstoff Ethidiumbromid versetzt und mittels Durchflusszytometrie als BSC-Impulse gezählt. Da die Europäische Union das „Koch´sche Plattenverfahren“ als Referenzverfahren vorschreibt, werden die BSC-Impulse in „Keimzahlvergleichswerte“ bzw. in eine Bactoscan-Keimzahl/ml umgerechnet (Umrechnungstabelle NEU ab 1.1.2019: s. Anlage 1). Die Messgrenzen liegen zwischen Keimzahlen von 5.000 /ml und 9.999.000 /ml.

II ANWENDUNGSBEREICH

Dieser Teil des Merkblatts legt die Mindestanforderungen zur Keimzahl-Routineuntersuchung mit dem fluoreszenzoptischen Keimzählgerät fest.

III PROBENVORBEREITUNG

Im Zuge der Vorbereitung der Probeflaschen für die Probenahme ist darauf zu achten, dass diese ordnungsgemäß mit Konservierungsmittel versehen sind.¹

¹ Probenkonservierung:

Die Keimzahlstabilisierung der Milchproben erfolgt mit Hilfe eines Konservierungsmittels auf Natriumazid-Chloramphenicol-Basis. Das Konservierungsmittel ist dunkel und bei Raumtemperatur (zwischen 2°C und max. 30°C) zu lagern.

Die Abfüllung des Konservierungsmittels in die Probefläschchen erfolgt in der Untersuchungsstelle. Das Probefläschchen wird dabei mit 0,10ml – 0,15ml Konservierungsmittel beschickt. Der Zeitpunkt der Abfüllung ist so anzusetzen, dass der Zeitraum zwischen Beschickung der Fläschchen und Probenahme möglichst kurz ist. Die Probenfläschchen sind kühl bzw. bei Raumtemperatur (zwischen 2°C und max. 30°C) zu lagern. Jedenfalls dürfen die mit Konservierungsmittel beschickten und dicht verschlossenen Probefläschchen maximal ein Monat zwischengelagert werden. Vor der Probenahme ist jedenfalls zu prüfen, dass zwischenzeitlich keine Kristallisation des Konservierungsmittels erfolgte.

Auf den Probekisten ist folgender Vermerk deutlich sichtbar und dauerhaft anzubringen: „Proben sind für den menschlichen Genuss und zur Verfütterung nicht geeignet“.

Das bei der Probenahme ins Probefläschchen abgefüllte Milchvolumen darf 30 ml nicht unterschreiten und 45 ml nicht überschreiten. Kommt es dennoch zu einer geringfügigen Unterschreitung der Füllmenge bei einzelnen Proben und wird mit Plausibilitätskontrollen gewährleistet, dass kein Probenahmefehler vorliegt und das Ergebnis korrekt ist, kann die Probe im Einzelfall gewertet werden. Nach der Probenahme dürfen die konservierten Milchproben bei einer Temperatur bis + 20°C maximal 6 Stunden und bei Kühlraumtemperatur (2°C bis 8°C) weitere 72 Stunden aufbewahrt werden.

Hinsichtlich der Entsorgung der Milchprobenreste (Art der Entsorgung, ggf. Vorbereitung zur Entsorgung) sind die jeweils geltenden (länder-)spezifischen gesetzlichen Bestimmungen einzuhalten. Das Labor hat eine entsprechende Genehmigung der zuständigen Behörde einzuholen und diese zur Einsichtnahme durch die AMA bereitzuhalten. Bei Entsorgung in einer speziell dafür vorgesehenen Einrichtung (z.B. Biogasanlage) ist diese für die Einhaltung der rechtlichen Bestimmungen verantwortlich.

Alle zur Messung kommenden Proben sind einer Sichtprüfung zu unterziehen. Sichtbar veränderte Proben sind von der Untersuchung auszuschließen. Die Proben dürfen nur so lange vorsichtig geschüttelt werden, bis kein Fettrand mehr sichtbar ist. Es ist sicherzustellen, dass die Proben die vom Gerätehersteller geforderte Temperatur aufweisen.

Wasserqualität: Für die Bactoscan - Flüssigkeiten muss demineralisiertes und filtriertes (0,2 µm-Filter) Wasser verwendet werden. Die Leitfähigkeit muss < 5 µS / cm sein.

IV KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB

Für die verschiedenen Geräteüberprüfungen und Wartungsarbeiten sind die Anweisungen der Herstellerfirma zu berücksichtigen. Die von der AFEMA erstellte Checkliste (s. Anlage 3) ist vom Laborleiter bzw. dessen Vertreter täglich abzuzeichnen.

1. TÄGLICHE KONTROLLEN

1.1. STARTROUTINE

Das Gerät ist lt. Herstellerangaben zur Untersuchung vorzubereiten und zur Gerätestabilisierung sind mindestens 10 Leerwertmessungen aus der Blindlösung durchzuführen.

Anschließend werden mindestens 3 weitere Leerwertbestimmungen durchgeführt:

Zulässige Toleranz für die Leerwerte:	alle Einzelwerte:	≤ 5 (in 1000 Impulse / ml)
	Mittelwert:	≤ 3 (in 1000 Impulse / ml)

Die Vorgabe der Reihenfolge der weiteren Messungen im Rahmen der Startroutine ist nicht zwingend. Es wird jedoch empfohlen, vor der Leerwertbestimmung den hohen Standard der Fa. Hühner (Standard B) zu messen, um eine aussagekräftigere Verschleppungskontrolle zu erhalten.

Bakterienkontrollproben (BCS)-Check

- 3 Messungen einer Bakterienkontrollprobe der Fa. Foss (Untersuchung gemäß der aktuellen Foss-Bedienungsanleitung), Grenzwerte und Untersuchungstemperatur gemäß den Angaben des Geräteherstellers

Überprüfung mit Hühner - Standard B

- Mindestens 5 Messungen mit Hühner- Standard B
- Aus den erfolgten Messungen ist das arithmetische Mittel zu bilden.

Grenzwert des arithmetischen Mittels und Untersuchungstemperatur gemäß Angaben der Fa. Hühner, (+/- 10%)

Grenzwerte des Variationskoeffizienten siehe unten angeführte Tabelle

Leerwertbestimmung

- mindestens 3 Leerwerte aus der Blindlösung zur Verschleppungskontrolle (zulässige Toleranzen s.1.1.3.)

Überprüfung mit Hufner – Standard A

- Mindestens 5 Messungen mit Hufner- Standard A
- Aus den erfolgten Messungen ist das arithmetische Mittel zu bilden.

Grenzwert des arithmetischen Mittels und Untersuchungstemperatur gemäß Angaben der Fa. Hufner (+/-10%).

Grenzwerte des Variationskoeffizienten siehe unten angeführte Tabelle

Grenzwerte VK % für Hufner-Standard A und B¹:

100.000 bis 150.000 Impulse / ml	VK ≤ 10%
151.000 bis 200.000 Impulse / ml	VK ≤ 8%
> 200.000 Impulse / ml	VK ≤ 6%

Hinsichtlich der Grenzwerte für die Präzision bezieht sich die Anzahl Impulse/ml jeweils auf den Sollwert des Kontrollmaterials. (Das ist in jenen Fällen relevant, bei denen die tatsächlich gemessenen Ist-Werte um die betroffenen Grenzen schwanken.)²

Basisimpulswert

- Die Verwendung des Hufner–Standards als Kontrollmilch ist zugelassen (Haltbarkeit: 6 Monate). Als Sollwerte gelten die von der Fa. Hufner angegebenen Werte. Variationskoeffizienten siehe oben angeführte Tabelle.
- Verwendung einer intern hergestellten Kontrollmilch (Herstellung s. Anlage 2)
Von der Kontrollmilch sind mindestens 10 Einzelmessungen durchzuführen. Die Mittelwertberechnung (Basiswert) erfolgt mit den letzten 10 Einzelmessungen (zur Ermittlung eines möglichst repräsentativen Basiswerts wird die Untersuchung aus mindestens 2 Fläschchen empfohlen).

Grenzwerte VK% für intern hergestellte Kontrollmilch:

≤ 50.000 Impulse / ml	VK ≤ 20%
51.000 bis 200.000 Impulse / ml	VK ≤ 15%
> 200.000 Impulse / ml	VK ≤ 12%

¹ Formel für Variationskoeffizient: $VK\% = \frac{sd}{\bar{x}} * 100$ sd = Standardabweichung, \bar{x} = Mittelwert

² Beispiel:

Sollwert: 155.000 Impulse/ml (gem. Fa. Hufner)

Istwerte: 146.000 Impulse/ml, 151.000 Impulse/ml, 150.000 Impulse/ml → Mittelwert: 149.000

Der Grenzwert für die VK% bezieht sich auf den Sollwert und beträgt daher 8%.

Überprüfung der Homogenität:

Von jeder Kontrollmilch-Charge ist die Homogenität zu überprüfen. Mit zufällig ausgewählten 5% der Proben ist a) oder b) zu überprüfen (Bei Verwendung von automatischen Abfüllsystemen und größeren Abfüllmengen kann der Prozentanteil reduziert werden, muss aber mindestens 1% betragen.):

- a) Fettbestimmung am IR-Gerät: Die Standardabweichung muss $< 0,015$ sein.
- b) Untersuchung am BSC-Gerät: Der VK% der oben angeführten Tabelle muss eingehalten werden.

Ist die Homogenität der Kontrollprobenmilch nicht ausreichend, ist eine neue Milch vorzubereiten.

1.2. KONTROLLPROBENUNTERSUCHUNG

Am Beginn der täglichen Routineuntersuchung, dann jeweils nach 50 Proben, spätestens aber nach 60 Proben, nach Unterbrechungen, wenn sie vom Laborleiter bzw. dessen Stellvertreter als die Messung beeinflussend eingestuft werden, und am Ende der täglichen Untersuchung ist die Geräteebene mit mindestens einer Kontrollmilch zu überprüfen.

Zur Vermeidung einer Verschleppung kann vor der Kontrollprobe eine Leerwertbestimmung durchgeführt werden.

Zulässige Abweichungen vom Basiswert:

- a) Verwendung des Hühner-Standards als Kontrollmilch: $\pm 15\%$.
- b) Intern hergestellte Kontrollmilch: Die zulässige Toleranz beträgt für Werte

\leq	100.000 Impulse/ml	\leq	± 20.000 Impulse/ml
$>$	100.000 Impulse/ml	\leq	$\pm 20\%$

Der Sollwert der im Labor hergestellten Kontrollmilch sollte zwischen 50.000 und 300.000 Impulsen/ml liegen.

Werden die oben genannten Toleranzen überschritten, wird eine neue Kontrollprobe untersucht. Wird die Abweichung bestätigt, muss erhoben werden, ob ein Geräteproblem vorliegt und dieses behoben werden. Anschließend ist der Probenzyklus bis zur letzten Kontrollprobe zu wiederholen.

1.3. STOPPROUTINE

lt. Gerätehersteller-Angaben

2. MONATLICHE KONTROLLEN

2.1. PARTIKEL-KONTROLLPROBE

Mindestens einmal monatlich, nach jeder Reparatur und nach jedem Service ist nach der Startroutine eine Partikel-Kontrollprobe zu messen. Die Untersuchung ist mittels eines PHA-Bildes zu dokumentieren.¹

2.3. VERSCHLEPPUNGSPRÜFUNG

Mindestens monatlich ist eine Verschleppungsprüfung nach den Angaben des Geräteherstellers durchzuführen. Der Verschleppungsfaktor muss $<0,5\%$ sein.

2.4. VERSCHLEPPUNGSPRÜFUNG DER INKUBATIONSEINHEIT

Die Überprüfung der Verschleppung zwischen den Bechern in der Inkubationseinheit auf die folgende 30. Probe erfolgt nach den Angaben des Geräteherstellers bzw. nach in der Praxis bewährten Methoden, die in gleichwertiger Weise zur Kontrolle der Verschleppung dienen. Der Verschleppungsfaktor muss $<0,5\%$ sein.

V VERSCHLEPPUNGSABZUG UND STORNIERUNG VON FOLGEPROBEN

Beim Verschleppungsabzug ist grundsätzlich von den Impulszahlen auszugehen.

1. ABZUG FÜR DIE VERSCHLEPPUNG AM SAMMELWAGEN

Der jährlichen Überprüfung der Milchsammelwagen liegt eine maximale Verschleppung von 3% zugrunde. Diese maximal mögliche Verschleppung ist bei der Beurteilung der Routineproben in folgender Weise zu berücksichtigen: Ist die Differenz zwischen dem Wert der Vorprobe (im Tourenverlauf) und dem Wert der Probe positiv, das heißt, ist der Wert der Probe niedriger als der der Vorprobe, so sind 3% dieser Differenz vom Probenergebnis abzuziehen. Für Resultate aus der Verschleppungsberechnung ist ein Keimzahlvergleichswert von 5.000 nicht zu unterschreiten.

¹ Angaben zu den Zielwerten für die Partikel-Kontrollprobe finden Sie auf der Homepage des Geräteherstellers / „Service und Support“ bei Eingabe der Chargen-Nr.

Beispiel 1: Probe 1 im Tourenverlauf: 280.000 Impulse
Probe 2 im Tourenverlauf: 340.000 Impulse

→ Kein Verschleppungsabzug für Probenahme, da Folgeprobe höhere Impulszahl als Vorprobe

Beispiel 2: Probe 1 im Tourenverlauf: 230.000 Impulse
Probe 2 im Tourenverlauf: 40.000 Impulse

$230.000 - 40.000 = 190.000$ Impulse

3% von 190.000 Impulsen = 5.700 Impulse, das sind (kaufmännisch) gerundet 6.000 Impulse

→ Verschleppungskorrigiertes Ergebnis Probe 2: $40.000 - 6.000 = 34.000$ Impulse

→ 34.000 Impulse werden in Keimzahlvergleichswerte umgerechnet

2. STORNIERUNG VON FOLGEPROBEN

Bei Vorproben mit einem Keimzahlvergleichswert von 2.500.000 entscheidet der Laborleiter bzw. dessen Stellvertreter, ob der Verschleppungsabzug berechnet oder eine Stornierung der 1. bzw. 1. und 2. Folgeprobe vorgenommen wird. Die Entscheidung kann etwa auf Basis laborinterner Plausibilitätskontrollen (z.B. Vergleich mit Vorwerten des Lieferanten) getroffen werden.

Wenn eine Milch einen Keimzahlvergleichswert von über 2.500.000 aufweist, dann sind die ersten beiden Folgeproben auf jeden Fall dann zu stornieren, wenn ihre Keimzahlvergleichswerte über 50.000 liegen. Liegt die erste Folgeprobe unter 50.000 Keimen, kann die 2. Folgeprobe als gültig gewertet werden.

3. ABZUG FÜR DIE VERSCHLEPPUNG AM GERÄT:

3.1. VERSCHLEPPUNG AUF DIE FOLGEPROBE IN UNTERSUCHUNGSREIHENFOLGE:

Für die Verschleppung am Gerät ist für die Routineproben ein Verschleppungsfaktor von 0,5 % anzuwenden. Alternativ zum Verschleppungsabzug kann die Geräteverschleppung durch eine nochmalige Untersuchung von Proben, die auf hohe Ergebnisse folgen (zumindest ab einem Wert der Vorprobe von 2.500.000 Keimen), berücksichtigt werden.

3.2. VERSCHLEPPUNG AUF DIE WIEDERKEHRENDE PROBE IM INKUBATIONSBECHER

Das Messergebnis einer Probe kann durch ein sehr hohes Messniveau der zuvor im selben Becher des Inkubationsrads befindlichen Probe beeinflusst werden. Dies ist auf eine Verschleppung in den Bechern der Inkubationseinheit zurückzuführen.

Bei einem Keimzahlvergleichswert von über 2.500.000 ist daher auch die Verschleppung auf die nach einer vollständigen Drehung im selben Becher des Inkubationsrads wiederkehrende Probe (z.B. die 30. Folgeprobe bei einer Kapazität von 150 Proben / Std.) zu berücksichtigen¹:

¹ Hinweis: Im Fall eines Gerätestopps dreht sich das Inkubationsrad weiter. In diesem Fall ist eine andere (als z.B. die 30.) Folgeprobe betroffen.

Die im entsprechenden Becher wiederkehrende Probe ist ein weiteres Mal zu untersuchen. Ist der Messwert niedriger als der Wert der Erstuntersuchung, ist dieser als Ergebnis heranzuziehen.

VI WEITERE DOKUMENTE

VO (EG) Nr. 853/2004 – Verordnung mit spezifischen Hygienevorschriften für Lebensmittel tierischen Ursprungs

Lebensmittelsicherheits- und Verbraucherschutzgesetz – LMSVG i. d. g. F. BGBl. I Nr. 13/2006 über Sicherheitsanforderungen und weitere Anforderungen an Lebensmittel, Gebrauchsgegenstände und kosmetische Mittel zum Schutz der Verbraucherinnen und Verbraucher

ÖNORM EN ISO 4833: 2013 11 15: Mikrobiologie der Lebensmittelkette – Horizontales Verfahren für die Zählung von Mikroorganismen - Koloniezählung **bei** 30 °C mittels Gussplattenverfahren (ISO 4833-1:-2013)

Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB: Untersuchung von Lebensmitteln – Bestimmung der Keimzahl in Rohmilch – Durchflusszytometrische Zählung von Mikroorganismen (Routineverfahren); Mai 2002

AFEMA-Leitfaden zur Keimzahl-Routineuntersuchung mit dem Bactoscan FC

AMA-Merkblatt „Wiederkehrende Prüfung und Wiederholungsprüfung von Systemen zur automatischen Probenahme für die Rohmilch-Untersuchung“

Angaben des Geräteherstellers

Angaben des Kontrollmilch-Herstellers

MERKBLATT TEIL D:

UNTERSUCHUNG AUF HEMMSTOFFE

I ANWENDUNGSBEREICH

Dieser Teil des Merkblatts legt die Kriterien fest, die bei der Untersuchung der Anlieferungsmilch auf das Vorhandensein von Hemmstoffen einzuhalten sind.

II PROBENLAGERUNG

Da Hemmstoffe mit zunehmendem Zeitraum zwischen Probenahme und Untersuchung Abbauvorgängen unterliegen, sollen die Proben innerhalb von 36 Stunden bei einer Lagerung von maximal +8°C untersucht werden. Eine Ausdehnung der Untersuchungsfrist auf 56 Stunden ist nur in Ausnahmefällen möglich. Ein hemmstoffpositives Ergebnis ist jedoch auch noch nach Überschreitung der oben genannten Fristen als gültig zu werten.

III UNTERSUCHUNG

1. ZUGELASSENE TESTSYSTEME

In der geltenden AMA-Verlautbarung „Marktordnungen“ zum Thema Rohmilch-Qualität sind die zur Untersuchung auf das Vorliegen von Hemmstoffen zulässigen Testsysteme aufgelistet (siehe auch Anlage 4 dieses Merkblattes):

Für die Routineuntersuchung gemäß § 27 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung ist der Brillantschwarz-Reduktionstest zugelassen. Für die Untersuchung sind grundsätzlich der BRT-Hemmstoff-Test (Fa. AiM) oder BR-Test AS Brillant (Fa. DSM) einzusetzen.

Ergibt jedoch die im Rahmen der Milcheingangskontrolle beim Erstkäufer durchgeführte Beprobung des Sammelwagentanks ein positives Hemmstoff-Ergebnis, so sind die relevanten Lieferantenproben¹ dieser Anlieferungstour (Rückstellproben oder für die Routineuntersuchung gezogenen Proben) mit dem Testsystem **BRT hi sense (Fa. AIM)** zu analysieren.

Anmerkung: Bei der Milcheingangskontrolle werden Schnelltest-Systeme (Rezeptortests) verwendet, die sich in der Regel auf das Auffinden von β -Laktam-Antibiotika beschränken, innerhalb dieser jedoch auf bestimmte Wirkstoffe (z.B. Wirkstoffe aus der Gruppe der Cephalosporine) besonders sensitiv ansprechen. Teilweise liegt die Sensitivität deutlich unterhalb des MRL-Niveaus (MRL = Maximum Residuum Level gem. VO (EG) Nr. 470/2009). Die hemmstoffbelastete Milch ist gemäß Entscheidung der Kommission 2006/694/EG aufgrund eines

¹ Die relevanten Lieferantenproben sind alle Proben der betroffenen Anlieferungstour, zumindest aber die Proben jener Anlieferungsmilch, die sich in den im Rahmen der Milcheingangskontrolle positiv getesteten Abschnitten (Kammern) des Milchsammelwagens befindet.

positiven Schnelltest-Ergebnisses nicht verkehrsfähig, sofern nicht nachgewiesen wird, dass die MRL-Grenzen eingehalten wurden. Da dieser quantitative Nachweis aus zeitlich-logistischen Gründen üblicherweise nicht erbracht werden kann, wird die Milch entsorgt. Um in diesen Fällen die Rückstandsbelastung auf den Verursacher (Milcherzeuger) zurückzuführen und damit die rechtlich vorgegebenen Schritte setzen zu können, ist es erforderlich, dass die gem. § 29 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung aufgelisteten Labors ein entsprechend sensitives Testsystem für die Untersuchung der Lieferantenproben (BRT hi sense) einsetzen.

2. VERGLEICHSUNTERSUCHUNG

Durch einen Vergleich der Analyseergebnisse des ausschließlich infolge positiver Befunde bei der Milcheingangskontrolle durchgeführten BRT hi sense-Tests (Fa. AIM) mit den bisher eingesetzten Systemen (BRT-Hemmstofftest (AIM) oder BR-Test AS Brillant (DSM)) anhand der in der Praxis auftretenden Fälle können zusätzlich Informationen über die Anwendung der Testsysteme unter den Österreich-spezifischen Bedingungen des Einsatzes von Tierarzneimitteln gewonnen werden. Insbesondere von Interesse ist, wieviel mehr positive Ergebnisse die Untersuchung mit dem BRT hi sense-Test ergibt.

Daher ist es sinnvoll, für die Untersuchung der Lieferantenproben bei Vorliegen eines positiven Ergebnisses der Milcheingangskontrolle parallel zum BRT hi sense-Test den BRT-Hemmstoff-Test (Fa. AiM) oder den BR-Test AS Brillant (Fa. DSM) zu verwenden. Das Ergebnis mit einem der beiden letztgenannten Systeme kann durch Einfachbestimmung gewonnen werden. Es dient der Information. Rechtlich verbindlich ist – ausgenommen, diese Untersuchung wird, wie unter Punkt 9. „Wiederholuntersuchung“ (siehe unten) beschrieben, als Ersatz für eine Wiederholuntersuchung herangezogen – das Ergebnis des BRT hi sense Tests.

3. FUNKTIONSWEISE DER TESTSYSTEME

Die zugelassenen Testsysteme beruhen auf mikrobiologischen Verfahren (sog. Agar-Diffusionsverfahren), bei denen der Testkeim "*Geobacillus stearothermophilus*" im Wachstum gehemmt wird. Die Probe enthält Hemmstoffe, wenn sie das Wachstum des Testkeims hemmt und damit ein Farbumschlag des Indikators unterbleibt. Der Testkeim weist eine besondere Empfindlichkeit gegenüber Penicillinen auf, wobei die Nachweisgrenze für Benzylpenicillin mindestens 4 µg/kg beträgt. Eine Identifizierung und Quantifizierung nachgewiesener Hemmstoffe ist nicht vorgesehen.

Die Milchprobe wird auf ein Kunststofftablett („Mikrotiterplatte“) abgefülltes Agarmedium gebracht. Das Agarmedium ist mit den Sporen des Testkeims „*Geobacillus stearothermophilus* var. *calidolactis*“ beimpft und enthält den Redoxindikator Brillantschwarz. Anschließend wird das Testtablett bebrütet. Während der Bebrütung vermehren sich die Testkeime und bewirken, dass der Nährboden infolge des Indikatorumschlags die Farbe ändert. Der Redoxindikator wird von der blauen Oxidationsstufe in die gelbe Reduktionsstufe übergeführt. Sind in der Probe Substanzen enthalten, deren Wirkung einer Benzylpenicillin-Konzentration von mindestens 4 µg/kg (=Konzentration der Positivkontrolle) entspricht, wird das Wachstum des Testkeims gehemmt.

4. BEIMPfung

Die Abdeckfolie des Testtablets wird entfernt. Die einzelnen Kavitäten werden mittels einer geeigneten Pipette, Spritze oder eines Pipettiergeräts mit jeweils 0,1 ml der Probe beschickt. Auf jedem Testtablett wird mindestens eine Kavität mit 0,1 ml Penicillin-Milchstandard als positive Kontrolle sowie mindestens eine weitere Kavität mit 0,1 ml hemmstofffreiem Substrat als negative Kontrolle beschickt.

5. BEBRÜTUNG

Das mit den Proben und der Positiv- und Negativ-Kontrolle beschickte Testtablett wird mit Klebefolie fest verschlossen und vorzugsweise im Wasserbad oder im Heizblock bei der vom Hersteller angegebenen Temperatur bebrütet. Beim Einbringen des Testtablets in das Wasserbad (Klebefolie nach oben) ist darauf zu achten, dass sich unterhalb des Tablets keine Luftblasen befinden und die Testtablets frei schwimmen. Bei der Bebrütung in einem Brutschrank ist ein Stapeln der Testtablets nicht zulässig. Zur Gewährleistung eines entsprechenden Wärmeaustausches ist ein Abstand zwischen den Tablets erforderlich. Die Bebrütung erfolgt so lange, bis bei der negativen Kontrolle der Farbumschlag des Indikators eingetreten ist (abhängig vom Testsystem – etwa 2,5 Stunden beim BRT-Hemmstoff-Test (Fa. AiM) oder BR-Test AS Brillant (Fa. DSM), etwa 3,5 Stunden beim BRT hi sense-Test – und von der Bebrütungstemperatur). Die Konservierung von Milchproben führt zu einer längeren Bebrütungszeit.

6. POSITIVKONTROLLE

Als Positivkontrolle ist ein Benzylpenicillin-Milchstandard mit 4 µg Benzylpenicillin/kg Milch zu verwenden.

7. NEGATIVKONTROLLE

1 Teil garantiert hemmstofffreies Magermilch- oder Vollmilchpulver (10 g) wird in 9 Teilen (90 g) sterilem, destilliertem Wasser unter Rühren gelöst.

Alternativ kann eine bei der Untersuchung als hemmstofffrei befundene Sammelmilch von mindestens 10 eutergesunden Kühen in normaler Laktation, die für höchstens 3 Tage bei maximal +8°C gelagert wird, verwendet werden.

Die Verwendung kommerziell erhältlicher lyophilisierter Substrate ist möglich.

8. VORGANGSWEISE BEI KONSERVIERTEN PROBEN

Bei Untersuchung von konservierten Proben ist die Negativkontrolle in der gleichen Konzentration wie die Probe selbst zu konservieren. Das bei der Probenahme ins Probefläschchen abgefüllte Milchvolumen darf 30 ml nicht unterschreiten. Bei Unterbefüllung ist die Probe zu verwerfen.

Bei einer Untersuchung der Lieferantenproben in Folge eines positiven Hemmstoffergebnisses im

Milchsammelwagen sind konservierte Proben auch dann zu untersuchen, wenn ihr Volumen weniger als 30 ml beträgt. Dazu ist jedoch vor der Untersuchung das tatsächliche Füllvolumen zu dokumentieren und anschließend das Volumen im Probefläschchen mit hemmstofffreier Milch auf 40 ml zu erhöhen. Eine davon abweichende, jedoch gleichwertige Methode zur Verhinderung eines falschpositiven Ergebnisses aufgrund Überdosierung der Konservierungssubstanz im Probefläschchen ist zu dokumentieren und der AMA zur Beurteilung vorzulegen.

9. WIEDERHOLUNTERSUCHUNG

Eine Wiederholuntersuchung bei positiven Ergebnissen muss unmittelbar nach dem Vorliegen des Ergebnisses der Erstuntersuchung erfolgen. Die Wiederholuntersuchung erfolgt mindestens im Doppelansatz mit demselben Testsystem, das bei der Erstuntersuchung verwendet wurde

Für die Bewertung der Probe ist das Ergebnis der Wiederholuntersuchung entscheidend.

Liegt für den Sammelwagentank im Rahmen der Milcheingangskontrolle ein positives Hemmstoff-Ergebnis vor, ist ein möglichst zeitnahes Eruiieren des Verursachers erforderlich. Um so früh wie möglich eine Aussage über die Ursache der Rückstandsbelastung treffen zu können, wird empfohlen, die Lieferantenproben (Rückstellproben oder im Rahmen der Routinebeprobung gezogene Proben) im Doppelansatz zu analysieren.

Bei Untersuchung im Doppelansatz ist eine weitere Absicherung eines positiven Befundes (Wiederholuntersuchung) nur notwendig, wenn Zweifel am Ergebnis bestehen.

Bei Verwendung des BRT hi sense-Tests für **konservierte Proben** kann es unter Umständen zu Ableseschwierigkeiten kommen. Liefert die im Doppelansatz durchgeführte Untersuchung von konservierten Proben mit dem BRT high-sense kein eindeutiges Ergebnis, hat in diesem Fall eine Wiederholuntersuchung mit dem BRT-Hemmstoff-Test (Fa. AiM) oder BR-Test AS Brillant (Fa. DSM) zu erfolgen. Anstelle dieser Wiederholuntersuchung kann das mithilfe eines der beiden letztgenannten Testsysteme gewonnene Ergebnis der Vergleichsuntersuchung (siehe oben unter Punkt 2.) zur rechtlich verbindlichen Beurteilung herangezogen werden, wenn diese Untersuchung zumindest im Doppelansatz erfolgt.

Der pH-Wert der Probe ist im Fall der Hemmstoff-positiven Bewertung zu ermitteln und bei Unterschreitung der vom Hersteller angegebenen pH-Werte ist von einer Bewertung der Proben abzusehen.

Zur Dokumentation von hemmstoffpositiven Proben im Rahmen der Routineuntersuchung ist das „**Dokumentationsblatt für positives Hemmstoff-Ergebnis**“ (**Anlage 5A**) oder ein gleichwertiges Dokument zu verwenden.

Zur Dokumentation der Hemmstoff-Untersuchung im Zusammenhang mit einem positiven Ergebnis der Milcheingangskontrolle beim Milchkäufer ist das ist das „**Dokumentationsblatt bei positiver Milcheingangskontrolle beim Erstkäufer**“ (**Anlage 5B**) oder ein gleichwertiges Dokument zu verwenden.

IV AUSWERTUNG UND BEURTEILUNG

Nach beendeter Bebrütung werden die Proben durch Kippen des Testtablets nach vorhergehender Entfernung der Klebefolie abgegossen. Zur besseren Ablesung empfiehlt sich einachfolgendes Spülen mit Leitungswasser und anschließender Trocknung mittels Fließpapier.

Die Reaktionen werden an der Plattenunterseite abgelesen. Negativ reagierende Proben sind am Farbumschlag des Redoxindikators von der blauen Oxidationsstufe in die gelbe Reduktionsstufe zu erkennen.

Alle blau gefärbten Reaktionssysteme, die mindestens die Farbintensität der positiven Kontrolle aufweisen, sind als Hemmstoff positiv zu bewerten.

Neben der visuellen Beurteilung kann auch eine photometrische Auswertung erfolgen. Bei der photometrischen Messung ist nach den Angaben des Herstellers vorzugehen.

V WEITERFÜHRENDE UNTERSUCHUNGEN

Die Identifizierung Hemmstoff-positiver Proben (z.B. mittels Penicillinase zur Feststellung von β -Lactamantibiotika mittels Para-Amino-Benzoesäure (PAPA) zur Feststellung von Sulfonamiden bzw. die Erhitzung der Probe zum Nachweis von milchoriginären Hemmstoffen) hat keinen Einfluss auf das im Rahmen der Bestätigungsuntersuchung ermittelte Ergebnis. Sie dient dem Milchkäufer bzw. dem Milcherzeuger als zusätzliche Information und ist somit nicht Gegenstand dieses Merkblatts. Für weitere Informationen zur Identifizierung von Hemmstoffen wird auf den AFEMA-Leitfaden zur Untersuchung von Hemmstoffen verwiesen.

VI WEITERE DOKUMENTE

Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB: Untersuchung von Lebensmitteln – Nachweis von Hemmstoffen in Milch – Agar-Diffusionsverfahren (Blättchentest). L01.00-6, 1997-01

ÖNORM EN ISO 13969: 2004 11 01 Milch und Milchprodukte – Anleitung für eine vereinheitlichte Beschreibung mikrobiologischer Hemmstofftests (ISO13969:2003)

Amtliche Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB: Untersuchung von Lebensmitteln - Nachweis von Hemmstoffen in Sammelmilch – Agar-Diffusionsverfahren (Brillantschwarz-Reduktionstest). L01.01-5, Jänner 2012

AFEMA-Leitfaden zur Untersuchung von Hemmstoffen

Angaben der Testsystem-Hersteller

MERKBLATT TEIL E:

ÜBERPRÜFUNG DES GEFRIERPUNKTES MIT DEM KRYOSKOP

I ALLGEMEINES

Die Gefrierpunktbestimmung wird zur Abschätzung des Anteils von Fremdwasser in der Milch verwendet.

II ANWENDUNGSBEREICH

Dieser Teil des Merkblattes legt allgemeine Kriterien fest, die bei der Gefrierpunktbestimmung mit dem Kryoskopie-Gerät als Mindestanforderung einzuhalten sind.

Bei einer Vollprobe (Stallprobe) ist zwingend das Kryoskop zu verwenden.

III PROBENVORBEREITUNG

Alle zur Messung kommenden Proben sind einer Sichtprüfung zu unterziehen. Sinnfällig veränderte Proben sind von der Untersuchung auszuschließen.

Die Probenvorbereitung erfolgt analog der Bedienungsanleitung der Gerätehersteller. Das Durchmischen der Proben vor der Analyse hat so zu erfolgen, dass die Milch nicht in den zu bestimmenden Parametern verändert wird.

IV KONTROLLEN IM ROUTINEBETRIEB

Für die verschiedenen Geräteüberprüfungen und Wartungsarbeiten sind die Anweisungen der Herstellerfirma zu berücksichtigen.

1. STARTROUTINE

Zur Überprüfung der Kalibrierung des Kryoskops sind zwei NaCl-Standardlösungen zu verwenden.

Bei jeder Standardlösung sind mindestens 3 Einzelmessungen durchzuführen. Zwei aufeinander folgende Werte dürfen um jeweils max. 1m°C voneinander abweichen.

Zulässige Toleranz des Mittelwerts zum Vorgabewert: +/- 2 m°C

Können die Vorgabewerte nicht eingehalten werden, bzw. nach einem Service, ist eine Kalibrierung durchzuführen.

Zur Kalibrierung werden 2,5 +/- 0,1 ml der vorbereiteten Probe in ein sauberes und trockenes Probengläschen abgefüllt und das Gerät wird nach den Anweisungen des Herstellers kalibriert.

2. UNTERSUCHUNG VON ROUTINEPROBEN

Die Proben sind bei einer Temperatur von 2-8 °C zu lagern.

Für die Untersuchung sind 2,5 +/- 0,1 ml der vorbereiteten Probe in ein sauberes und trockenes Probengläschen abzufüllen. Es ist sicherzustellen, dass die Sonde und die Rührereinrichtung sauber und trocken sind.

Von jeder Probe wird eine Doppeluntersuchung durchgeführt.

Die für die Probe erhaltenen Analysewerte werden arithmetisch gemittelt. Die Untersuchungsergebnisse für den Gefrierpunkt werden auf drei signifikante Stellen gerundet angegeben.

Zulässige Toleranz für die Differenz bei der Doppelbestimmung. Gefrierpunkt ≤ 4 m° C

Weichen die beiden Gefrierpunkt-Ergebnisse der Doppelbestimmung um mehr als den oben angegebenen Wert voneinander ab, sind die Ergebnisse zu verwerfen und es ist eine neue Doppelbestimmung durchzuführen.

Alle 10 Proben, spätestens nach einer Stunde während des Betriebs bzw. nach Stehzeiten ab einer Stunde, ist eine Kontrollprobe (vorzugsweise Milch) zu untersuchen.

V WEITERE DOKUMENTE

ÖNORM EN ISO 5764: 2009 08 01: Milch - Bestimmung des Gefrierpunktes - Thermistor-Kryoskop-Verfahren (Referenzverfahren) (ISO 5764: 2009)

Angaben des Geräteherstellers

Angaben des Standard-Herstellers

SANKTIONEN

Gemäß § 29 Abs. 4 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung ist die Liste der Labors, die mit der Durchführung der Milchqualitäts- und -inhaltsstoffe-Untersuchung betraut werden können, von der AMA im Verlautbarungsblatt kundzumachen. Die AMA darf nur Labors, die

1. über eine für die Durchführung der Aufgaben entsprechende personelle und technische Ausstattung verfügen,
2. die Qualität der Untersuchungsergebnisse sicherstellen können,
3. gewährleisten, dass die Untersuchungsergebnisse und Daten der Gerätekontrollen mit Referenzmaterialien mindestens drei Jahre aufbewahrt werden und
4. die Aufnahme in die Liste beantragen,

in die Auflistung aufnehmen.

Liegen die Voraussetzungen für die Auflistung nicht mehr vor, ist dies den Labors per Bescheid mitzuteilen und sind diese gegebenenfalls aus der Auflistung zu streichen.

ZUTRITTS- UND KONTROLLRECHTE

Das gem. § 29 Abs. 4 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung aufgelistete Labor hat den Organen und Beauftragten der AMA (im folgenden Prüforgane genannt) das Betreten der Betriebs- und Lagerräume während der Geschäfts- und Betriebszeiten oder nach Vereinbarung zu gestatten.

Die Prüforgane sind ermächtigt in die Bücher, Aufzeichnungen, Verträge, Belege und sonstigen geschäftlichen Unterlagen, die die Prüforgane für die Prüfung für erforderlich erachten, Einsicht zu nehmen.

Das anerkannte Labor ist verpflichtet, die Anwesenheit einer geeigneten und informierten Auskunftsperson bei der Prüfung zu veranlassen. Diese Auskunftsperson hat die genannten Unterlagen auf Verlangen der Prüforgane zu deren Einsicht vorzulegen, Auskunft zu erteilen und jede sonstige von den Prüforganen verlangte Unterstützung bei der Prüfung zu gewähren.

Die Prüforgane können die zeitweilige Überlassung von Aufzeichnungen und Unterlagen verlangen und haben in diesem Fall deren Aushändigung schriftlich zu bestätigen.

Im Falle automationsunterstützter Buchführung hat das anerkannte Labor auf seine Kosten den Prüforganen auf Verlangen Ausdrucke mit den geforderten Angaben zu erstellen. Kopien der Unterlagen sind auf Verlangen der Prüforgane im unbedingt erforderlichen Ausmaß unentgeltlich zur Verfügung zu stellen.

AUFBEWAHRUNGSPFLICHTEN

Gemäß § 29 Abs. 4 Erzeuger-Rahmenbedingungen-Verordnung sind die Protokolle oder die entsprechenden elektronischen Datenträger in der Untersuchungsstelle mindestens drei Jahre lang ab dem Ende des Jahres ihrer Erstellung aufzubewahren.

ÄNDERUNGEN ZUR VORVERSION (25.02.2019) DES MERKBLATTES

Allgemeines
<ul style="list-style-type: none">▪ Umsetzung der Änderungen dieses Merkblattes per 15. Juli 2020
Teil D: Untersuchung auf Hemmstoffe
<ul style="list-style-type: none">▪ Generelle Überarbeitung, Aufnahme eines zusätzlichen Testsystems bei Vorliegen eines positiven Befundes im Zuge der Milcheingangskontrolle beim Erstkäufer
Anlagen zu diesem Merkblatt
<ul style="list-style-type: none">▪ Anlage 4 („Zugelassene Gerätetypen): Aufnahme eines Testsystems zur Verwendung im Zusammenhang mit einem positiven Hemmstoff-Ergebnis bei der Milcheingangskontrolle▪ Anlage 5 „Dokumentation für hemmstoffpositives Ergebnis im Zuge der Routine-Probenahme“: Umbenennung in Anlage 5A „Dokumentation für hemmstoffpositives Ergebnis im Zuge der Routinebeprobung“▪ Neuaufnahme der Anlage 5B „Dokumentation für Hemmstoff-Ergebnis bei positiver Milcheingangskontrolle beim Erstkäufer“▪ Anlagen allgemein: auf aktuellen Stand „01.07.2020“ geändert.
Kontakt
<ul style="list-style-type: none">▪ Aktualisierung Telefon und Fax

KONTAKT

Agrarmarkt Austria
GB I / Abt. 3
Referat 8 - Marktinformationen
Dresdner Straße 70
A-1200 Wien

Fachliche Ansprechpartner für den Bereich Rohmilch-Qualität:

Telefon: +43 (0) 50 3151-

- DW 305 DI Michaela Masanz
- DW 237 DI Franz Rinnhofer

E-Mail: milk.quality@ama.gv.at

Fax: +43 (0) 50 3151-396

Dieses Merkblatt kann im Internet unter www.ama.at abgerufen werden.

EU-Verordnungen und –Richtlinien finden Sie unter <http://eur-lex.europa.eu/de/index.htm>

Österreichische bundes- und landesrechtliche Bestimmungen stehen unter <http://www.ris.bka.gv.at> zur Verfügung.

Dieses Merkblatt dient als Information und enthält rechtlich unverbindliche Aussagen. Die Ausführungen basieren auf den zum Zeitpunkt des Redaktionsschlusses bestehenden Rechtsgrundlagen. Änderungen werden auf unserer Homepage www.ama.at aktuell gehalten.

Zur besseren Lesbarkeit wurde im vorliegenden Merkblatt die männliche Wortform gewählt. Im Sinne des Gleichheitsgrundsatzes beziehen sich diese Formulierungen selbstverständlich auf Personen jeden Geschlechts. Ebenso erstreckt sich der Begriff Ehe gleichermaßen auf eingetragene Partnerschaften.

Impressum

Informationen gemäß § 5 E-Commerce Gesetz und Offenlegung gemäß § 25 Mediengesetz

Medieninhaber, Herausgeber, Vertrieb: Agrarmarkt Austria
Redaktion: GB I/Abt. 3 - Referat 8, Dresdner Straße 70, 1200 Wien, UID-Nr.: ATU16305503
Telefon: +43 (0) 50 3151-0, Fax: +43 (0) 50 3151-396, E-Mail: milk.quality@ama.gv.at

Vertretungsbefugt:

Dipl.-Ing. Günter Griesmayr, Vorstandsvorsitzender und Vorstandsmitglied für den Geschäftsbereich II
Dr. Richard Leutner, Vorstandsmitglied für den Geschäftsbereich I

Die Agrarmarkt Austria ist eine gemäß § 2 AMA-Gesetz 1992, BGBl. Nr. 376/1992, eingerichtete juristische Person öffentlichen Rechts, deren Aufgaben im § 3 festgelegt sind. Sie unterliegt gemäß § 25 AMA-Gesetz der Aufsicht der Bundesministerin für Landwirtschaft, Regionen und Tourismus.

Hersteller: AMA, Grafik/Layout: AMA, Bildnachweis: AMA

Verlagsrechte: Die hier veröffentlichten Beiträge sind urheberrechtlich geschützt.
Alle Rechte sind vorbehalten. Nachdruck und Auswertung der von der AGRARMARKT AUSTRIA erhobenen Daten sind mit Quellenangabe gestattet. Alle Angaben ohne Gewähr.