Grundsätze der

G U T E N L A B O R - P R A X I S

GLP - HANDBUCH

Untersuchung von

Anlieferungsmilchproben

gemäß Milchgüte-Verordnung

in

Niedersächsischen

Untersuchungsstellen

Gültig ab: 01.01.2007

Stand: 10.11.2006

Inhaltsübersicht

A Vorspann

A.1 Präambel 3

A.2 Allgemeine Anforderungen nach den GLP-Grundsätzen 4

A.3 Begriffsbestimmungen 6

A.4 Anerkannte Untersuchungsstelle 7

B Untersuchungsverfahren

1 Bestimmung der Inhaltsstoffe 8

2 Indirekte Gefrierpunktsermittlung mittels Messung der Infrarotabsorption und der Leitfähigkeit 17

3 Bestimmungen des Gehaltes an somatischen Zellen 25

4 Bestimmung der Keimzahl in Rohmilch: Durchflusszytometrische Zählung von Mikroorganismen (Routineverfahren) 31

5 Hemmstoff-Nachweis (BR-Test) 35

A.1 P R Ä A M B E L

Die Untersuchungsergebnisse wertbestimmender Merkmale (Gütemerkmale) der Anlieferungsmilch sind Grundlage für deren Bezahlung.

Die zu untersuchenden Gütemerkmale sind in § 1 Abs. 1 der Milch-Güteverordnung (MGVO) festgelegt, die Untersuchungen sind in den nach § 2 Abs. 8 der VO von den zuständigen Stellen zugelassenen Untersuchungsstellen durchzuführen.

Um eine in allen zugelassenen Untersuchungsstellen einheitliche Verfahrensweise und damit eine Gleichbehandlung aller Milcherzeuger zu gewährleisten, ist es geboten, verbindliche Grundsätze festzulegen, nach denen die Untersuchungen vorzunehmen sind. Diese Grundsätze der Guten Laborpraxis (GLP) sind im folgenden Handbuch zusammengefasst.

Die Anwendung der Grundsätze der GLP ist für die nach § 2 Abs. 8 der Milch-Güteverordnung zugelassenen Untersuchungsstellen verbindlich. Die in diesem Papier festgelegten GLP-Grundsätze stellen somit einheitliche Regelungen für den Gesamtbereich Niedersachsen dar.

A.2 Allgemeine Anforderungen nach den GLP-Grundsätzen

Die Anforderungen umfassen:

1. Personal
2. Räumlichkeiten und Einrichtungen, die zur Lagerung der Proben und Durchführung der Analytik notwendig sind
3. organisatorische Abläufe und
4. Dokumentation

Die Anforderungen werden aus den Grundsätzen der OECD zur Guten Laborpraxis sowie aus der Normenserie EN 45000 ff sinngemäß übertragen.

Um Laboruntersuchungen richtig, vergleichbar und reproduzierbar durchführen zu können,

müssen Prüfunterlagen vorliegen,
die Prüfspezifikation (festgelegte Prüfmerkmale),
Prüfablaufpläne (Zeitpunkt und Ort der Prüfungen) und
Prüfanweisungen (z.B. Methoden) enthalten.

Darüber hinaus schließen die Prüfunterlagen Angaben ein über:

- Prüfbedingungen
- Probenahme
- Häufigkeit der Prüfung
- Auswertung.

Folgendes ist zu dokumentieren und regelmäßig auf Einhaltung zu überprüfen:

I. Anforderungen an Prüfpersonal (ausreichende Sachkunde und Zuverlässigkeit, Funktionsbeschreibungen, Verantwortungsbereiche)
II. Geeignete und funktionsfähige Prüfsysteme in ausreichender Anzahl (Ausrüstung, Wartung, Reinigung, Kalibrierung)
III. Umgang mit Prüf- und Referenzsubstanzen (Kennzeichnung, Lagerung, Überwachung)
IV. Prüfverfahren, Arbeitsanweisungen und Untersuchungsmethoden
V. Ergebnisse (Dokumentation und Verwaltung der Rohdaten, Auswertung, Berichterstattung, Archivierung)
VI. Gesundheitsschutz- und Sicherheitsmaßnahmen (z.B. Umgang mit Konservierungsmitteln)
VII. Umweltschutzvorkehrungen
VIII. Qualitätssicherungsprogramme für das Prüfwesen

Werden Abweichungen von den vorgegebenen Normen, d.h. Fehler erkannt, so müssen diese Fehler erfasst und bewertet werden (Dokumentation).

In jedem Fall sind Maßnahmen notwendig, die das Wiederauftreten des Fehlers verhindern, indem sie

- Fehlerursachen beseitigen und
- Fehlerverhütung gewährleisten.

Diese Maßnahmen müssen dokumentiert werden.

A.3 B E G R I F F S B E S T I M M U N G E N

A.3.1 Gute Laborpraxis GLP befasst sich mit den organisatorischen Abläufen und den Bedingungen, unter denen Laboruntersuchungen und Prüfungen geplant, durchgeführt und kontrolliert werden.

A.3.2 Untersuchungsstellen gem. § 2 Abs. 8 MGVO sind neutrale, regionale Labors (Regionallabors), die von der zuständigen Stelle als Untersuchungsstellen zur Untersuchung der Anlieferungsmilch auf die Inhaltsstoffe, den Gefrierpunkt, die bakteriologische Beschaffenheit, den Hemmstoffgehalt und den Gehalt an somatischen Zellen anerkannt sind. Die Untersuchungsstelle umfasst die Personen, die Räumlichkeiten und die Arbeitseinrichtungen.

A.3.3 Qualitätssicherungsprogramm ist ein internes Kontrollverfahren, das sichert, dass die Untersuchungen den Grundsätzen der GLP entsprechen**.**

A.3.4 Prüfsysteme sind Gerätschaften oder Apparate, die bei einer Untersuchung verwendet werden.

A.3.5 Probe ist eine homogene Anlieferungsmilch-Menge, die durch ein Probenahmesystem gewonnen wurde.

A.3.6 Kontrollproben sind Referenzsubstanzen, die zum Vergleich und zur Kalibrierung der Prüfsysteme nach entsprechenden Anweisungen einzusetzen sind (z.B. Standardmilch).

A.3.7 Prüfverfahren ist der Ablauf von der Probenahme über die Untersuchung bis zur Labordaten-Erfassung.

A.3.8 Arbeitsanweisungen sind schriftliche Vorgänge, die die Durchführung bestimmter, immer wiederkehrender Laboruntersuchungen und verwandte Tätigkeiten beschreibt, die in der Regel in Untersuchungsrichtlinien nicht beschrieben sind.

A.3.9 Untersuchungsmethode ist die Durchführungsvorschrift zur Bestimmung eines Kriteriums inkl. Auswertung.

A.4 A N E R K A N N T E U N T E R S U C H U N G S S T E L L E

Die anerkannte Untersuchungsstelle hat mindestens folgende Punkte bzgl. Organisation und Ausstattung zu dokumentieren:

A.4.1 Träger, Organisationsform und –sitz
Träger
Organisationsform
Sitz der Gesellschaft

A.4.2 Zuständigkeitsbereich

A.4.3 Namen und Aufgaben des Leiters der Untersuchungsstelle
Name
Qualifikation
Aufgabenbereich

A.4.4 Namensliste und Aufgaben des Personals sowie Arbeitsablaufpläne
Namensliste der jeweiligen Arbeitsbereiche
Pläne des Arbeitsauflaufes im jeweiligen Arbeitsbereich

A.4.5 Qualifikation des Personals
Aufstellung der Qualifikation des Personals
Weiterbildungsmaßnahmen

A.4.6 Räumlichkeiten incl. Raumplan der gesamten Untersuchungsstelle
Beschreibung der Räumlichkeiten
Raumpläne

A.4.7 Geräteausstattung incl. Aufstellungspläne
Geräteausstattung incl. Anerkennung von Geräten
Aufstellungspläne

A.4.8 Anerkennung der Untersuchungsstelle

B. Untersuchungsmethoden

1 Bestimmung der Inhaltsstoffe

1.1 Einleitung

Die Bestimmung der Inhaltsstoffe basiert auf der Messung der inhaltsstoffabhängigen IR-Absorption der Milchprobe mittels eines IR- Spektralphotometers: Die Milchprobe wird im Messsystem homogenisiert und durch eine Durchflussküvette geleitet. In der Durchflussküvette wird die Infrarotabsorption der Milchprobe in einem Spektralbereich, der für die Quantifizierung von Fett, Eiweiß und Laktose geeignet ist, gemessen (Mittlerer Infrarotbereich). Die Absorptionswerte der Probe werden mittels eines geräteintegrierten Rechenverfahrens in die Fett-, Eiweiß- und Laktose-Gehalte umgerechnet. Die Kalibrierung der IR-Geräte erfolgt mittels einer autorisierten Standardmilch mit referenzanalytisch bestimmtem Fett-, Eiweiß- und Laktosegehalt sowie mit referenzanalytisch untersuchten Linearitätstestreihen für Fett und Eiweiß.

1.2 Standardmilch

1.2.1 Definition

Standardmilch ist die zur Kalibrierung und zur laufenden Kontrolle der Kalibrierung der IR- Spektralphotometer unmittelbar einzusetzende Referenzmilch.

Es handelt sich um eine Rohmilch, die im Auftrag der zuständigen Überwachungsstelle vom Institut für Lebensmittelqualität der LUFA Nord-West in Oldenburg hergestellt wird („Norddeutsche Standardmilch“).

Diese Milch ist so ausgewählt, dass sie insbesondere hinsichtlich des Inhaltsstoff- und des biochemisch-chemischen Status eine bestmögliche Repräsentativität für die jeweils zu untersuchenden Rohmilchproben aufweist. Der biochemische und mikrobiologische Status muss dabei eine einwandfreie Haltbarkeit über die maximale Nutzungsdauer der Standardmilch erlauben.

1.2.2 Herstellung und Nutzung

Abfüllung: Der Hersteller hat eine homogene und schonende Abfüllung zu gewährleisten. Die Homogenität der Abfüllung muss durch stichprobenartige Messungen belegt werden (Abfüllkontrolle).

Referenzwerte: Die Bestimmung der Inhaltsstoffe der jeweiligen Standardmilch erfolgt in mindestens 3 geeigneten Laboratorien mittels Referenzmethoden (Fett n. Röse-Gottlieb, Eiweiß n. Kjeldahl, Laktose n.

enzymatischem Verfahren). Das Institut für Lebensmittelqualität bestimmt aus den ermittelten Werten die verbindlichen Referenzwerte der jeweiligen Standardmilch unter Beachtung statistischer Regeln und teilt diese den Untersuchungsstellen mit. Die Rückmeldung der mit alter Kalibrierung gemessenen Inhaltsstoffgehalte der neuen Standardmilch muss bis 10 Uhr des zweiten Tages nach Herstellung (in der Regel Donnerstag) an das Institut für Lebensmittelqualität Oldenburg erfolgen. Die Rückmeldewerte werden statistisch ausgewertet. Bei größeren Übergangssprüngen muss den Ursachen nachgegangen werden.

Konservierung: Die Standardmilch wird in einer Konzentration von 0,05 % mit Bronopol konserviert und mittels eines Farbstoffzusatzes eingefärbt (Eosin B, rötliche Einfärbung).

Nutzungsdauer: Die Standardmilch ist wöchentlich mindestens einmal durch eine neue Standardmilch zu ersetzen. Sie ist maximal 10 Tage nach Herstellung einzusetzen. Ausnahmen können nur durch das Institut für Lebensmittelqualität zugelassen werden.

Transport: Die Auslieferung der Standardmilch erfolgt mittels Übernachttransport, dabei sollen die Temperaturen der Standardmilch innerhalb des Bereichs von 2 °C bis 10 °C bleiben.

Lagerung: Die Lagerung der Standardmilch erfolgt bei + 4 °C ± 1 °C in einem geeigneten, für Unbefugte unzugänglichen Raum (Flaschen auf den Kopf stellen).

1.3 Geräte

a) Infrarotspektralphotometer

   Zur Ermittlung der Inhaltsstoffe der Anlieferungsmilch sind nur Geräte zu verwenden, die für diesen Zweck durch die zuständige Überwachungsstelle zugelassen sind.

b) Wasserbad, thermostatisch geregelt zum Erwärmen der Proben auf 40 °C ± 2 °C.

1.4 Probenvorbereitung

Konservierung der Proben: Die Konservierung erfolgt bevorzugt durch Kühlung, ansonsten chemisch.

Konservierung durch Kühlung: Kühlung der Proben bis zum Eingang im Labor bei 6 °C ± 2 °C. Die Kühlkette darf nicht unterbrochen sein. Während oder unmittelbar nach der Untersuchung der Probe ist zu prüfen, ob die Probe einen normalen pH-Wert aufweist. Verwerfen der Proben ab

pH < 6,5.

Chemische Konservierung: Natriumazid (0,02 %) oder Bronopol (0,05 %), Farbstoff Eosin B. Bei Flüssigzugabe des Konservierers ist das Lösungsmittel vor Gebrauch der Probenflaschen vollständig zu verdampfen.

Lagerung der Proben: Vom Eingang im Labor bis zur Untersuchung sind die Proben bei einer Temperatur von 2 °C bis 6 °C in einem geeigneten, für Unbefugte nicht zugänglichen Raum zu lagern.

Untersuchungszeitpunkt: Die Proben sind unverzüglich nach der Probenahme zu untersuchen. Sofern dies nicht möglich ist, hat die Untersuchung der Proben am nächsten Tag - in begründeten und dokumentierten Ausnahmefällen innerhalb von 3 Tagen - vom Zeitpunkt der Probenahme an gerechnet zu erfolgen. Soweit bei den Proben gleichzeitig eine Zellzahlbestimmung durchgeführt werden soll, sind die diesbezüglichen Bestimmungen zu § 64 LFGB zusätzlich zu beachten, bei gleichzeitiger Ermittlung des Gefrierpunktes ist die in der diesbezüglichen GLP-Vorschrift festgelegte Regelung zusätzlich zu beachten.

Probenkontrolle: Vor der Untersuchung sind die Proben einer Sichtprüfung zu unterziehen. Augenscheinlich sinnfällig veränderte Proben sind zu verwerfen. pH-Kontrolle bei nicht chemisch konservierten Proben (s.o.).

Probentemperierung: Vor der Messung werden die Proben in einem Umwälz-Wasserbad von + 40 °C ± 2 °C temperiert (ca. 15 - 20 min, max. 30 min). Bei der Entnahme von Probenmilch aus der Probenflasche durch das Messgerät zwecks Messung und bei der Messung müssen die Proben eine Temperatur von + 40 °C ± 2 °C aufweisen.

Probenvorhomogenisierung: Unmittelbar vor der Messung sind die Proben zwecks einer homogenen Inhaltsstoffverteilung gut durchzumischen. Es ist sicherzustellen, dass zum Zeitpunkt der Entnahme von Probenmilch aus der Probenflasche die Inhaltsstoffe der Milch homogen verteilt sind.

Zweituntersuchungen: Die Ergebnisse von Zweituntersuchungen bereits untersuchter Proben dürfen nur unter folgenden Bedingungen verwendet werden:

1) Entnahme bei Erstuntersuchung erfolgte aus homogener Probe.
2) Zweituntersuchung erfolgte in engem zeitlichem Zusammenhang mit der Erstmessung.
3) Zweitergebnis stimmt mit Erstergebnis überein. Die Übereinstimmung muss dann nicht gegeben sein, wenn das Erstergebnis aufgrund eines klar erkennbaren Fehlers eindeutig falsch ist („Unfallergebnis“). Der Grund für derartige Abweichungen ist zu dokumentieren.

1.5 Durchführung der Messungen

Generell sind die zum ordnungsgemäßen Betreiben sowie zur Aufrechterhaltung eines einwandfreien Zustandes der IR-Spektralphotometer notwendigen Betriebsanweisungen des Geräteherstellers zu beachten und einzuhalten.

Die Durchführung der Messungen und die Auswertung der Kontrollmessungen sowie eventuell anfallende Korrekturmaßnahmen erfolgen eigenverantwortlich in den jeweiligen Untersuchungsstellen.

1.5.1 Reinigung

Die Reinigung der Küvette sowie aller milchführenden Teile im IR-Gerät erfolgt nach der Geräteherstellerangabe.

Im laufenden Betrieb ist nach maximal 140 Probenmessungen bzw. nach längeren Messpausen als 30 min eine Reinigung durchzuführen.

Als Reinigungslösung kann jede vom Hersteller empfohlene oder gleichwertige Lösung verwendet werden.

1.5.2 Einstellung und Kontrolle des Nullpunktes

Die Kontrolle des Nullpunktes hat zu Beginn jeder Messreihe und während des Betriebes in regelmäßigen Abständen, spätestens nach 240 Proben, nach der Geräteherstellerangabe zu erfolgen. Der jeweilige Mittelwert von 5 Messungen darf dabei nur eine maximale Abweichung von **± 0,020 %** vom Nullpunkt aufweisen. Bei größeren Abweichungen ist der Nullpunkt neu einzustellen. Die maximale Differenz der Einzelwerte darf nicht größer als **0,04 %** sein.

1.5.3 Kalibrierung des IR-Gerätes und Überprüfung der Kalibrierung während des Messbetriebes

1.5.3.1 Kalibrierung

Kalibrierung ist die Einstellung der IR - Geräte mit der aktuellen Standardmilch auf die jeweiligen Referenzwerte der Inhaltsstoffe. Dabei ist nach den Angaben des Geräteherstellers zu verfahren.

Häufigkeit und Zeitpunkt der Kalibrierung ergeben sich aus den Ergebnissen der Kalibrierungskontrollen. Der Erfolg der Kalibrierung ist vor Wiederaufnahme von Probenmessungen gemäß den Vorgaben der Kalibrierungskontrolle zu überprüfen (siehe 1.5.3.2). Jede Kalibrierung ist mit

allen Messwerten der Standardmilch **vor und nach der Kalibrierung** und dem jeweiligen Zeitpunkt fälschungssicher zu dokumentieren.

1.5.3.2 Überprüfung der Kalibrierung während des Messbetriebes

Nach längeren Messpausen als 30 Minuten, im laufenden Betrieb mindestens alle 60 Minuten bzw. nach maximal 200 Probenmessungen sowie zum Abschluss der täglichen Laufzeit ist eine Kalibrierungskontrolle durchzuführen. Dazu werden die Inhaltsstoffe der aktuellen Standardmilch von **mindestens 3 Standardmilch-Probenflaschen** im Routine-Messmodus direkt hintereinander je einmal gemessen.

Diese Kalibrierungskontrolle ergibt keinen Handlungsbedarf, wenn für die Parameter Fett, Eiweiß und Laktose jeweils folgende Kriterien erfüllt sind (genannt sind jeweils die Absolutwerte):

Der arithmetische Mittelwert der Einzelmesswerte weicht nicht mehr als **maximal ± 0,020 %** absolut vom Sollwert (Referenzwert) ab. Eine Mittelwertbildung ist nur zulässig, wenn die Abweichung der 3 Einzelmesswerte untereinander **maximal 0,04 %** absolut beträgt. Bei höherer Abweichung der Einzelwerte ist die Messserie mit 3 weiteren Standardmilchproben zu wiederholen.

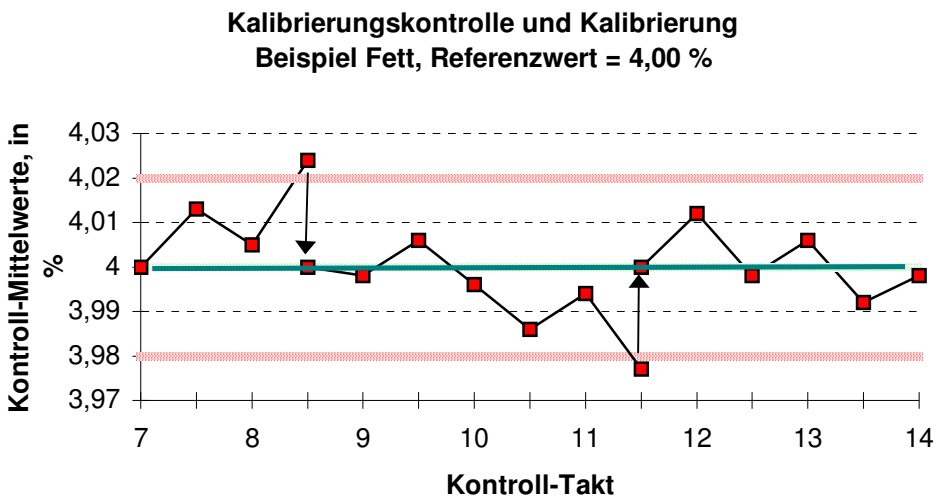
Weicht der zulässig gebildete Mittelwert stärker ab, ist neu zu kalibrieren.

Ist die Abweichung des Mittelwertes bei Fett oder Eiweiß größer als **± 0,050 %** absolut, ist vor der Kalibrierung eine zweite Kontrollmessserie mit 5 Standardmilchproben durchzuführen. Bestätigt sich dabei die Abweichung von über 0,050 %, sind alle nach der letzten einwandfreien Kalibrierungskontrolle angefallenen Messwerte zu verwerfen.

Mittels statistischer Kontrollen ist sicherzustellen, dass sich durch den vorgegebenen Justierspielraum keine <u>systematische</u> Abweichung der Justiereinstellung vom Sollwert ergibt, sondern diese sich im Bereich der Zufallsstreuung bewegt.

Alle im Zusammenhang mit der Kalibrierungskontrolle stehenden Originalmesswerte sind mit Datum und Uhrzeit fälschungssicher zu dokumentieren.

Ein nicht ordnungsgemäß kalibrierbares Gerät ist stillzulegen.



Grafische Darstellung vom Toleranz - und Eingreifbereich am Beispiel Fettgehalt (Kalibrierungskontrolle).

1.5.4 Verschleppungskontrolle

Einmal pro Woche ist für jedes IR-Gerät für die Parameter Fett und Eiweiß ein Verschleppungstest durchzuführen. Dazu ist eine repräsentative, homogen mehrfach in Standardprobenflaschen abgefüllte Rohmilch (z.B. die jeweils aktuelle Standardmilch) und Nullpunktkalibrierlösung heranzuziehen.

Durchführung: Unmittelbar hintereinander wird eine Folge von Standardmilchproben (S) und Nullpunktkalibrierlösungen (W) gemessen: S-S-W-**S**-S-S-W-**S**-S-S-W-**S**-S-S.

Auswertung: Die 3 direkt nach den Wasserproben erhaltenen Standardmilch-Messwerte für Fett und Eiweiß dürfen im Mittel nicht stärker als **0,04 %** absolut vom Mittel der restlichen 8 Standardmilch-Messungen abweichen. Die maximale Abweichung letzterer Messwerte darf untereinander nicht höher als **0,04 %** absolut sein.

Erfüllt die Messserie nicht die gesetzte Norm, ist eine zweite Messserie mit gleichem Umfang durchzuführen. Wird das Ergebnis der ersten Serie nicht bestätigt, entscheidet eine dritte Serie. Bestätigt sich bei der zweiten bzw. dritten Serie die Abweichung von der o. a. Norm, muss das Gerät technisch überprüft werden. Es darf für Messungen erst bei nachweislicher Erfüllung der Norm wieder eingesetzt werden.

Dokumentation: Die Verschleppungskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

1.5.5 Wiederholbarkeitskontrolle

Einmal pro Monat ist für die Parameter Fett, Eiweiß und Laktose bei jedem IR-Gerät ein Wiederholbarkeitstest durchzuführen. Dazu ist eine repräsentative homogene, nicht homogenisierte Rohmilchprobe heranzuziehen.

Durchführung: Die o.g. Probe wird 18 x unmittelbar hintereinander im Routinemessmodus gemessen.

Auswertung: Der Test ist bestanden bei einer maximalen Abweichung der Einzelwerte untereinander von **0,05 %** absolut sowie einer maximalen Standardabweichung von **s = 0,015 %** absolut. Die erste Messung der Serie wird bei der Auswertung weggelassen.

Erfüllt die Messserie nicht die gesetzte Norm, ist eine zweite Messserie mit gleichem Umfang durchzuführen. Wird das Ergebnis der ersten Serie nicht bestätigt, entscheidet eine dritte Serie. Bestätigt sich bei der zweiten bzw. dritten Serie die Abweichung von der o. a. Norm, muss das Gerät technisch überprüft werden. Es darf für Messungen erst bei nachweislicher Erfüllung der Norm wieder eingesetzt werden.

Dokumentation: Die Wiederholbarkeitskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

Die Wiederholbarkeitskontrolle gilt als erfüllt, wenn mindestens einmal im Monat im Laufe des Tages im Rahmen der Kalibrierüberprüfung mittels Standardmilch mindestens 18 Standardmilchproben gemessen wurden, und dabei über alle Messwerte des Tages eine maximale Abweichung der Einzelwerte untereinander von **0,05 %** absolut sowie eine maximalen Standardabweichung von **s = 0,015 %** absolut erreicht werden. (Fett, Eiweiß bzw. Laktose).

Alternative: Die Wiederholbarkeitskontrolle gilt ebenfalls als erfüllt, wenn im Laufe des ersten Werktages des Monats im Rahmen der Kalibrierüberprüfung mindestens 18 Standardmilchproben gemessen wurden, und dabei über alle Messwerte des Tages die o.g. Anforderung für die Standardabweichung erreicht wird (Fett, Eiweiß bzw. Laktose).

Dokumentation: Die Wiederholbarkeitskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden (kann im Falle der Alternative über die Netzwerkauswertung erfolgen).

1.5.6 Linearitätskontrolle

Einmal pro Monat und nach jedem Küvetten- oder Homogenisatorwechsel ist für die Parameter Fett und Eiweiß ein Linearitätstest durchzuführen. Dazu ist jeweils vom Institut für Lebensmittelqualität entsprechendes Standardmaterial zu beziehen. Die Linearitätsstandards sind nicht für absolute Kalibriereinstellungen geeignet.

Fett-Reihen: Eine Fettreihe besteht aus 10 Milchproben mit unterschiedlichen, mittels Referenzmethode bestimmten Fettgehalten. Die Fettgehalte verteilen sich gleichmäßig über einen Bereich von ca. 3 % bis 6 %. Sie werden durch Mischung von durch Aufrahmung fettab- bzw. -angereicherter Milchkomponenten hergestellt.

Eiweiß-Reihen: Eine Eiweißreihe besteht aus 10 Milchproben mit unterschiedlichen, mittels Referenzmethode bestimmten Eiweißgehalten. Die Eiweißgehalte verteilen sich gleichmäßig über einen Bereich von ca. 2,7 % bis 4,5 %. Sie werden durch Mischung von durch Ultrafiltration eiweißab- bzw. -angereicherter Milchkomponenten hergestellt.

Durchführung: Jeweils 1 Standardreihe für Fett bzw. Eiweiß wird hintereinander vermessen.

Auswertung: Mit den Messwerten werden für Fett bzw. Eiweiß nach Eliminierung etwaiger Ausreißer nach Grubbs-Ranfft folgende statistische Kenngrößen berechnet: Steigung der Regressionsgeraden, Korrelationskoeffizient, Mittelwert der absoluten Abweichungen vom jeweiligen Sollwert. Es besteht kein Korrekturbedarf, wenn folgende Werte erreicht werden:

Steigung der Regressionsgeraden:	**0,975 – 1,025**
Korrelationskoeffizient:	**mind. 0,999**
Mittelwert der abs. Abweichungen:	**max. 0,08 %**

Bei Nichterfüllung der Steigungsanforderung ist für den betreffenden Parameter eine Neukalibrierung der Steilheit des Gerätes erforderlich. Der Erfolg der Neukalibrierung ist anhand einer neuen Standardreihe zu prüfen. Werden die Anforderungen für den Korrelationskoeffizienten oder den Mittelwert der absoluten Abweichungen nicht erfüllt, ist die Steilheitsprüfung als ungültig zu werten. Den Ursachen der Abweichung ist nachzugehen.

Dokumentation: Die Linearitätskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen sowie Auswertungen dokumentiert werden.

1.5.7 Homogenisatorkontrolle

Zur weiteren Kontrolle der Geräte sind in regelmäßigen Abständen Überprüfungen des Homogenisators durchzuführen (z.B. nach DIN 10478).

1.6 Ringversuche

Zur Verifizierung und Prüfung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist die Teilnahme an Ringversuchen erforderlich. Dazu wird vom Institut für Lebensmittelqualität in von der Überwachungsstelle festgelegten Intervallen ein Satz von Ringversuchsproben bezogen. Dieser besteht aus Rohmilchproben mit natürlicher Variation (außer Laktose) bzgl. der zu

prüfenden Parameter in dreifacher Abfüllung pro Gerät. Die Proben dienen gleichzeitig als Ringversuchsmaterial für die Parameter Gefrierpunkt und Zellzahl.

Durchführung: Mit jedem Gerät wird innerhalb des vorgegebenen Zeitrahmens jeweils ein kompletter Ringprobensatz vermessen.

Auswertung: Die Auswertung erfolgt durch das Institut für Lebensmittel-qualität.

Dokumentation: Die Ringversuchsmessungen müssen vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

1.7 Dokumentation

Es sind seitens der Untersuchungsstelle Protokolle zu führen, die alle Daten in Originalform enthalten müssen, aus dem sich die Ordnungsmäßigkeit des Untersuchungsablaufes überprüfen lässt.

Der Austausch von Geräteteilen mit festgesetzten Verschleißzeiten ist termingerecht durchzuführen und als Maßnahme ebenso wie durchgeführte Reparaturen, Wartungen und sonstige Änderungen ins Laborjournal nachvollziehbar zu dokumentieren.

Sie sind bei Bedarf den mit der Überwachung beauftragten Stellen zugänglich zu machen. Die Protokolle sind vom Bedienungspersonal zu unterzeichnen.

Die Aufbewahrungspflicht beträgt drei Jahre.

2 Indirekte Gefrierpunktsermittlung mittels Messung der Infrarotabsorption und der Leitfähigkeit

2.1 Begriff und Anwendungsbereich

Unter dem Gefrierpunkt von Milch wird der nach dem in § 64 LFGB genannten Thermistor-Kryoskop-Verfahren (Referenzverfahren) ermittelte Wert, angegeben in Grad Celsius, verstanden. Bei dem vorliegenden Verfahren wird dieser Wert nicht unmittelbar gemessen, sondern aus infrarotspektroskopisch ermittelten Parametern und der Leitfähigkeit errechnet (Routineverfahren).

2.2 Kurzbeschreibung der Methode

Von der Milchprobe werden die Leitfähigkeit und die IR-Absorption bei verschiedenen Wellenlängen gemessen. Die Absorptionswerte werden über eine spezielle Regressionsberechnung (Partielle Least Square, PLS) in Kombination mit der Leitfähigkeitsmessung in Gefrierpunktwerte transformiert. Die Kalibrierung der Geräte erfolgt durch Vergleichs-untersuchungen für die Gefrierpunktbestimmung nach dem Thermistor-Kryoskop-Verfahren (§ 64 LFGB L 01.00-29).

2.3 Geräte

a) Infrarotspektralphotometer mit Leitfähigkeitsmessung

Zur Ermittlung des Gefrierpunktes der Anlieferungsmilch sind nur Geräte zu verwenden, die für diesen Zweck durch die zuständige Überwachungsstelle zugelassen sind.

Vor erstmaliger Inbetriebnahme des Gerätes ist eine Basiskalibrierung mit repräsentativen Milchproben der Region nach den Angaben des Geräte-herstellers durchzuführen.

b) Wasserbad, thermostatisch geregelt zum Erwärmen der Proben auf 40 °C ± 2 °C.

2.4 Probenvorbereitung

Konservierung der Proben: Die Konservierung erfolgt durch Kühlung. Kühlung der Proben bis zum Eingang im Labor auf 6 °C ± 2 ° C. Die Kühlkette darf nicht unterbrochen sein. Während oder unmittelbar nach der Untersuchung der Probe ist zu prüfen, ob die Probe einen normalen pH-Wert aufweist. Verwerfen der Proben ab pH < 6,5.

Lagerung der Proben: Vom Eingang im Labor bis zur Untersuchung sind die Proben bei einer Temperatur von 2 °C bis 6 °C in einem geeigneten, für Unbefugte nicht zugänglichen Raum zu lagern.

Untersuchungszeitpunkt: Die Proben sind unverzüglich nach der Probenahme zu untersuchen. Sofern dies nicht möglich ist, hat die Untersuchung der Proben am nächsten Tag - in Ausnahmefällen innerhalb von 48 h - vom Zeitpunkt der Probenahme an gerechnet - zu erfolgen.

Probenkontrolle: Vor der Untersuchung sind die Proben einer Sichtprüfung zu unterziehen. Augenscheinlich sinnfällig veränderte Proben sind zu verwerfen.

Probentemperierung: Vor der Messung werden die Proben in einem Umwälz-Wasserbad von + 40 °C ± 2 °C temperiert (ca. 15 - 20 min, max. 30 min). Bei der Entnahme von Probenmilch aus der Probenflasche durch das Messgerät zwecks Messung und bei der Messung müssen die Proben eine Temperatur von + 40 °C ± 2 °C aufweisen.

Probenvorhomogenisierung: Unmittelbar vor der Messung sind die Proben zwecks einer homogenen Inhaltsstoffverteilung gut durchzumischen. Es ist sicherzustellen, dass zum Zeitpunkt der Entnahme von Probenmilch aus der Probenflasche die Inhaltsstoffe der Milch homogen verteilt sind.

Es dürfen keine konservierten oder wiederaufgetauten Proben untersucht werden.

Zweituntersuchungen: Die Ergebnisse von Zweituntersuchungen bereits untersuchter Proben dürfen nur unter folgenden Bedingungen verwendet werden:

1) Entnahme bei Erstuntersuchung erfolgte aus homogener Probe.
2) Zweituntersuchung erfolgte in engem zeitlichem Zusammenhang mit der Erstmessung.
3) Zweitergebnis stimmt mit Erstergebnis überein. Die Übereinstimmung muss dann nicht gegeben sein, wenn das Erstergebnis aufgrund eines klar erkennbaren Fehlers eindeutig falsch ist („Unfallergebnis“). Der Grund für derartige Abweichungen ist zu dokumentieren.

2.5 Durchführung der Messungen

Generell sind die zum ordnungsgemäßen Betreiben sowie zur Aufrechterhaltung eines einwandfreien Zustandes der IR-Spektralphotometer notwendigen Betriebsanweisungen des Geräteherstellers zu beachten und einzuhalten.

Die Durchführung der Messungen und die Auswertung der Kontrollmessungen sowie eventuell anfallende Korrekturmaßnahmen erfolgen eigenverantwortlich in den jeweiligen Untersuchungsstellen.

2.5.1 Reinigung

Die Reinigung der Küvette sowie aller milchführenden Teile im IR-Gerät erfolgt nach der Geräteherstellerangabe.

Im laufenden Betrieb ist nach maximal 140 Probenmessungen bzw. nach längeren Messpausen (> 30 min) eine Reinigung durchzuführen.

Als Reinigungslösung kann jede vom Hersteller empfohlene oder gleichwertige Lösung verwendet werden.

2.5.2 Einstellung und Kontrolle des Nullpunktes

Die Kontrolle des Nullpunktes hat zu Beginn jeder Messreihe und während des Betriebes in regelmäßigen Abständen, spätestens nach 240 Proben nach Angaben des Geräteherstellers zu erfolgen. Der jeweilige Mittelwert von 5 Messungen darf dabei eine maximale Abweichung von ± 0,001 °C vom Nullpunkt aufweisen. Bei größeren Abweichungen ist der Nullpunkt neu einzustellen. Bei der Mittelwertbildung darf die maximale Differenz der Einzelwerte nicht größer als 0,003 °C sein; anderenfalls ist die Messserie zu wiederholen.

2.5.3 Kalibrierung des IR-Gerätes und Überprüfung der Kalibrierung während des Messbetriebes

2.5.3.1 Kalibrierung

Die Kalibrierung erfolgt mit einer unkonservierten, frischen **repräsentativen** Rohmilchprobe (Referenzmilch), deren Gefrierpunkt unmittelbar vorher nach dem Referenzverfahren (DIN EN ISO 5764 "Milch – Bestimmung des Gefrierpunktes – Thermistor-Kryoskop-Verfahren“) bestimmt wurde (Referenzwert). Auf die Repräsentativität der Referenzprobe ist besonderer Wert zu legen.

Bei der Kalibrierung ist nach den Angaben des Geräteherstellers zu verfahren.

Häufigkeit und Zeitpunkt der Kalibrierung ergeben sich aus den Ergebnissen der Kalibrierungskontrollen. Der Erfolg der Kalibrierung ist vor Wiederaufnahme von Probenmessungen gemäß den Vorgaben der Kalibrierungskontrolle zu überprüfen (siehe 2.5.3.3). Jede Kalibrierung ist mit allen Messwerten der Referenzmilch **vor und nach der Kalibrierung** und dem jeweiligen Zeitpunkt zu dokumentieren.

2.5.3.2 Ermittlung des Referenzwertes der Referenzmilch

Der aktuelle Referenzgefrierpunkt (Referenzwert) der Referenzmilch ist mittels Referenzverfahren (DIN EN ISO 5764) zu bestimmen.

Dazu sind die kryoskopischen Messwerte von mindestens 5 Proben der Referenzmilch zu ermitteln. Der Mittelwert der Einzelmessungen ist der aktuelle Referenzwert. Die Mittelwertbildung ist nur zulässig, wenn die Einzelmesswerte innerhalb einer Bandbreite von 0,003 °C liegen.

2.5.3.3 Überprüfung der Kalibrierung des IR-Gerätes mittels Referenzmilch

Zur Überprüfung der Kalibrierung mittels Referenzmilch werden - zeitnah nach Ermittlung des Refererenzwertes der aktuellen Referenzmilch – mit dem IR-Gerät die Gefrierpunktwerte von mind. 5 Proben der Referenzmilch gemessen.

Die Kalibrierkontrolle ergibt keinen Handlungsbedarf, wenn der Mittelwert der Einzelmesswerte nicht mehr als **± 0,001 °C** vom Referenzwert abweicht.

Eine Mittelwertbildung ist nur zulässig, wenn die Abweichung der 5 Einzelmesswerte untereinander maximal **0,004 °C** beträgt. Bei höherer Abweichung ist die Messserie mit 5 weiteren Proben der Referenzmilch zu wiederholen. Weicht der zulässig gebildete Mittelwert stärker ab, ist nach Herstellerangaben neu zu kalibrieren.

Die Originalmesswerte sind mit Datum und Uhrzeit fälschungssicher zu dokumentieren.

2.5.3.4 Ermittlung des Sollwertes der Standardmilch

Vor dem ersten Einsatz der aktuellen Standardmilch (Standardmilch für Inhaltsstoffmessungen) sowie nach Kalibrierungen des IR-Gerätes (2.5.3.1) und Abweichungen zwischen den Ergebnissen der Kalibrierungskontrollen mit Standardmilch und mit Referenzmilch ist der Soll-Gefrierpunkt (Sollwert) dieser Standardmilch zu ermitteln. Dazu sind mit dem IR-Gerät unmittelbar

nach erfolgreicher Kalibrierungskontrolle des IR-Gerätes mittels Referenzmilch (2.5.3.3) die Gefrierpunktwerte von 5 Standardmilchproben zu ermitteln. Der gebildete Mittelwert ist der Sollwert der Standardmilch.

Die Mittelwertbildung ist nur zulässig, wenn die Einzelwerte nicht stärker als **0,003 °C** voneinander abweichen. Bei höherer Abweichung ist die Messserie mit 5 weiteren Standardmilchproben zu wiederholen.

Die Originalmesswerte sind mit Datum und Uhrzeit fälschungssicher zu dokumentieren.

2.5.3.5 Überprüfung der Kalibrierung mit der Standardmilch

Nach längeren Messpausen als 30 Minuten sowie im laufenden Betrieb mindestens alle 60 Minuten bzw. nach spätestens 200 Proben ist eine Kalibrierkontrolle mittels Standardmilch durchzuführen.

Dazu sind mind. 3 Standardmilch - Probenflaschen der aktuellen Standardmilch in den laufenden Messriegel zu integrieren und die Standardmilch im Routinemodus mitzumessen.

Die Kalibrierkontrolle ergibt keinen Handlungsbedarf, wenn der Mittelwert der Einzelmesswerte nicht mehr als **± 0,002 °C** vom Sollwert abweicht.

Eine Mittelwertbildung ist nur zulässig, wenn die Abweichung der 3 Einzelmesswerte untereinander **maximal 0,004 °C** beträgt. Bei höherer Abweichung ist die Messserie mit 3 weiteren Standardmilchproben zu wiederholen.

Weicht der zulässig gebildete Mittelwert stärker ab, ist die Kalibrierung nach 2.5.3.3 zu überprüfen. Entsprechend der Regeln muss das IR-Gerät gegebenenfalls neu kalibriert werden. Ergibt die Kalibrierungskontrolle nach 2.5.3.3 keinen Kalibrierungsbedarf, ist der aktuelle Sollwert der Standardmilch neu zu bestimmen (2.5.3.4).

Ergibt die Überprüfung der Kalibrierung nach 2.5.3.3 eine Abweichung des Mittelwertes von mehr als **± 0,004 °C** sind alle nach der letzten einwandfreien Kalibrierungs-Kontrolle (mit Standardmilch) angefallenen Messwerte zu verwerfen.

Ein nicht ordnungsgemäß kalibrierbares Gerät darf erst bei nachweislicher Erfüllung der Normen wieder für Messungen eingesetzt werden.

Alle im Zusammenhang mit der Kalibrierungskontrolle stehenden Originalmesswerte sind mit Datum und Uhrzeit fälschungssicher zu dokumentieren.

2.5.4 Verschleppungskontrolle

Einmal pro Woche ist für jedes IR-Gerät ein Verschleppungstest durchzuführen. Dazu ist eine repräsentative, homogen mehrfach in Standardprobenflaschen abgefüllte Rohmilch (z.B. die jeweils aktuelle Standardmilch) und Nullpunktkalibrierlösung heranzuziehen.
Durchführung: Unmittelbar hintereinander wird eine Folge von Standardmilchproben (S) und Nullpunktkalibrierlösungen (W) gemessen:
S-S-W-**S**-S-S-W-**S**-S-S-W-**S**-S-S.

Auswertung: Die 3 direkt nach den Wasserproben erhaltenen Standardmilch-Messwerte dürfen im Mittel nicht stärker als **0,004 °C** absolut vom Mittel der restlichen 8 Standardmilch-Messwerte abweichen. Die maximale Abweichung letzterer Messwerte darf untereinander nicht höher als **0,003 °C** sein.

Erfüllt die Messserie nicht die gesetzte Norm, ist eine zweite Messserie mit gleichem Umfang durchzuführen. Wird das Ergebnis der ersten Serie nicht bestätigt, entscheidet eine dritte Serie. Bestätigt sich bei der zweiten bzw. dritten Serie die Abweichung von der o. a. Norm, muss das Gerät technisch überprüft werden. Es darf für Messungen erst bei nachweislicher Erfüllung der Norm wieder eingesetzt werden.

Dokumentation: Die Verschleppungskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

2.5.5 Wiederholbarkeitskontrolle

Einmal pro Monat ist bei jedem IR-Gerät ein Wiederholbarkeitstest durchzuführen. Dazu ist eine repräsentative homogene, nicht homogenisierte Rohmilchprobe heranzuziehen.

Durchführung: Die o.g. Probe wird 18 x unmittelbar hintereinander im Routinemessmodus gemessen.

Auswertung: Der Test ist bestanden bei einer maximalen Abweichung der Einzelwerte untereinander von **0,004 °C** sowie einer maximalen Standard-abweichung von **s = 0,001 °C**. Die erste Messung der Serie wird bei der Auswertung weggelassen.

Erfüllt die Messserie nicht die gesetzte Norm, ist eine zweite Messserie mit gleichem Umfang durchzuführen. Wird das Ergebnis der ersten Serie nicht bestätigt, entscheidet eine dritte Serie. Bestätigt sich bei der zweiten bzw. dritten Serie die Abweichung von der o. a. Norm, muss das Gerät technisch überprüft werden. Es darf für Messungen erst bei nachweislicher Erfüllung der Norm wieder eingesetzt werden.

Alternative: Die Wiederholbarkeitskontrolle gilt ebenfalls als erfüllt, wenn im Laufe des ersten Werktages des Monats im Rahmen der Kalibrierüberprüfung mittels Standardmilch mindestens 18 Standardmilchproben gemessen wurden, und dabei über alle Messwerte des Tages die o.g. Anforderung für die Standardabweichung erreicht wird.

Dokumentation: Die Wiederholbarkeitskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden (kann im Falle der Alternative über die Netzwerkauswertung erfolgen).

2.5.6 Linearitätskontrolle

Monatlich und nach jedem Küvetten- oder Homogenisatorwechsel ist ein Linearitätstest durchzuführen. Dazu sind Standardreihen von unkonservierten Rohmilchproben zu verwenden.

Die Standardreihen bestehen aus mindestens 10 Milchproben mit unterschiedlichen, mittels aktueller Referenzmethode bestimmten Gefrierpunkten, die sich möglichst gleichmäßig über einen Bereich von ca. –0,480 °C bis –0,535 °C verteilen.

Durchführung: Die Proben der Standardreihe werden zeitnah nach Bestimmung der Referenzwerte unmittelbar hintereinander vermessen.

Auswertung: Es werden die Mittelwerte der beiden Messungen gleicher Standards gebildet. Mit den Mittelwerten werden nach Eliminierung etwaiger Ausreißer nach Grubbs-Ranfft folgende statistische Kenngrößen berechnet: Steigung der Regressionsgeraden, Korrelationskoeffizient. Es besteht kein Korrekturbedarf, wenn folgende Werte erreicht werden:

Steigung der Regressionsgeraden:	**0,940 – 1,060**
Korrelationskoeffizient:	**mind. 0,997**

Bei Nichterfüllung der Steigungsanforderung ist für den betreffenden Parameter eine Neukalibrierung der Steilheit des Gerätes erforderlich. Der Erfolg der Neukalibrierung ist anhand einer neuen Standardreihe zu prüfen. Werden die Anforderungen für den Korrelationskoeffizienten nicht erfüllt, ist die Steilheitsprüfung als ungültig zu werten. Den Ursachen der Abweichung ist nachzugehen.

Dokumentation: Die Linearitätskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen sowie Auswertungen dokumentiert werden.

2.6 Ringversuche

Zur Verifizierung und Prüfung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist die Teilnahme an Ringversuchen erforderlich. Dazu wird vom Institut für Lebensmittelqualität in von der Überwachungsstelle festgelegten Intervallen ein Satz von Ringversuchsproben bezogen. Dieser besteht aus Rohmilchproben mit natürlicher Variation des Gefrierpunktes in dreifacher Abfüllung pro Gerät. Die Proben dienen gleichzeitig als Ringversuchsmaterial für die Parameter Inhaltsstoffe und Zellzahl.

Durchführung: Mit jedem Gerät wird innerhalb des vorgegebenen Zeitrahmens jeweils ein kompletter Ringprobensatz vermessen.

Auswertung: Die Auswertung erfolgt durch das Institut für Lebensmittelqualität.

Dokumentation: Die Ringversuchsmessungen müssen vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

2.7 Dokumentation und Aufbewahrungspflicht

Es sind seitens der Untersuchungsstelle Protokolle zu führen, die alle Daten in Originalform enthalten müssen, aus dem sich die Ordnungsmäßigkeit des Untersuchungsablaufes überprüfen lässt.

Der Austausch von Geräteteilen mit festgesetzten Verschleißzeiten ist termingerecht durchzuführen und als Maßnahme ebenso wie durchgeführte Reparaturen, Wartungen und sonstige Änderungen ins Laborjournal nachvollziehbar zu dokumentieren.

Sie sind bei Bedarf den mit der Überwachung beauftragten Stellen zugänglich zu machen. Die Protokolle sind vom Bedienungspersonal zu unterzeichnen.

Die Aufbewahrungspflicht beträgt drei Jahre.

3 Bestimmung des Gehaltes an somatischen Zellen

3.1 Einleitung

Bei den angewandten Methoden handelt es sich um automatische, fluoreszenzoptische Verfahren, die nach entsprechender Kalibrierung und Festlegung eines bestimmten Schwellenwertes somatischer Zellen in Rohmilch, auch chemisch konserviert, nach Anfärben der Zellkern-DNS im Fluoreszenzmikroskop erfassen und zählen.

Die Zählung somatischer Zellen in Rohmilch erfolgt in Anlehnung an das Verfahren der amtlichen Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 01.01-1 in der jeweils aktuellen Fassung.

Die in dieser Methode vorgesehenen Arbeiten mit gesundheitsschädlichen Chemikalien sind unter geeigneten Vorsichts- und Schutzmaßnahmen durchzuführen.

3.2 Geräte

a) Messgerät: Zur Ermittlung der somatischen Zellzahl der Anlieferungsmilch sind nur Geräte zu verwenden, die für diesen Zweck durch die zuständigen Behörden zugelassen sind.

b) Wasserbad, thermostatisch geregelt zum Erwärmen der Proben auf 40 °C ± 2 °C.

3.3 Probenvorbereitung

Konservierung der Proben: Die Konservierung erfolgt bevorzugt durch Kühlung, ansonsten chemisch.

Konservierung durch Kühlung: Kühlung der Proben bis zum Eingang im Labor bei 6 °C ± 2 °C. Die Kühlkette darf nicht unterbrochen sein. Während oder unmittelbar nach der Untersuchung der Probe ist zu prüfen, ob die Probe einen normalen pH-Wert aufweist. Verwerfen der Proben ab pH < 6,5.

Chemische Konservierung: Natriumazid (0,02 %) oder Bronopol (0,05 %), Farbstoff Eosin B. Bei Flüssigzugabe des Konservierers ist das Lösungsmittel vor Gebrauch der Probenflaschen vollständig zu verdampfen.

Lagerung der Proben: Vom Eingang im Labor bis zur Untersuchung sind die Proben bei einer Temperatur von 2 °C bis 6 °C in einem geeigneten, für Unbefugte nicht zugänglichen Raum zu lagern.

Untersuchungszeitpunkt: Die Proben sind unverzüglich nach der Probenahme zu untersuchen. Sofern dies nicht möglich ist, hat die Untersuchung der Proben spätestens

- bei nicht chemisch konservierten Proben innerhalb von 30 h
- bei chemisch konservierten Proben
  - Natriumazid: innerhalb von 30 h
  - Bronopol: innerhalb von 72 h

vom Zeitpunkt der Probenahme an gerechnet zu erfolgen.

Probenkontrolle: Vor der Untersuchung sind die Proben einer Sichtprüfung zu unterziehen. Augenscheinlich sinnfällig veränderte Proben sind zu verwerfen. pH-Kontrolle bei nicht chemisch konservierten Proben (s. Inhaltsstoffe.).

Probentemperierung: Vor der Messung werden die Proben in einem Umwälz-Wasserbad von + 40 °C ± 2 °C temperiert (ca. 15 - 20 min, max. 30 min). Innerhalb von 15 min nach Erreichen der Solltemperatur muss die Zählung eingeleitet werden.

Probenvorhomogenisierung: Unmittelbar vor der Entnahme von Probenmilch aus der Probenflasche zwecks Messung sind die Proben zur homogenen Verteilung der somatischen Zellen gut durchzumischen.

3.4 Durchführung der Messungen

Generell sind die zum ordnungsgemäßen Betreiben sowie zur Aufrechterhaltung eines einwandfreien Zustandes des Messgerätes notwendigen Betriebsanweisungen des Geräteherstellers zu beachten und einzuhalten.

Die Durchführung der Messungen und die Auswertung der Kontrollmessungen sowie eventuell anfallende Korrekturmaßnahmen erfolgen eigenverantwortlich in den jeweiligen Untersuchungsstellen.

3.4.1 Leerwertbestimmung

Als Leerwert wird der Partikelgehalt der Farbstoff-Pufferlösung ohne Milchzusatz bezeichnet.

Die Leerwerte werden mindestens am Beginn und am Ende des Messtages untersucht (jeweils zehn Einzelwerte), wobei der einzelne Zählwert **10** nicht überschreiten darf und der Mittelwert **< 5** liegen muss.

Bei Abweichungen von der o.g. Norm ist das Gerät nicht einsetzbar und muss technisch überprüft werden.

3.4.2 Richtigkeitskontrolle

Die Richtigkeit der Zählverfahren wird zu Beginn der Tagesmessungen durch jeweils mindestens 3 Zählungen von zwei Referenzstandardproben der Bundesanstalt für Ernährung und Lebensmittel in Kiel festgestellt (Standard 1: ca. 150.000 bis 200.000, Standard 2: ca. 400.000 – 500.000 Zellen pro ml). Die Chargen-Nr. und der vom Hersteller angegebene Referenzwert müssen dokumentiert werden.

Die Prüfung ist bestanden, wenn die relativen Abweichungen zwischen dem Mittelwert der Zählungen und dem jeweiligen Referenzwert nicht größer sind als

bei Standard 1: **± 8 %**,
bei Standard 2: **± 6 %.**

Erfüllt die Messserie nicht die gesetzte Norm, ist eine zweite Messserie mit gleichem Umfang durchzuführen. Wird das Ergebnis der ersten Serie nicht bestätigt, entscheidet eine dritte Serie. Bestätigt sich bei der zweiten bzw. dritten Serie die Abweichung von der o. a. Norm, muss das Gerät technisch überprüft werden. Es darf für Messungen erst bei nachweislicher Erfüllung der Norm wieder eingesetzt werden.

3.4.3 Überprüfung der Kalibrierung während des Messbetriebes

Zur Überprüfung der aktuellen Kalibrierung des Zählverfahrens sind - analog zur Inhaltsstoffkontrolle - grundsätzlich die aktuellen Standardmilchproben vom Institut für Lebensmittelqualität der LUFA Nord- West in Oldenburg (Zellgehalt etwa 150.000 bis 450.000 pro ml) zu verwenden.

Dazu ist zu Beginn des Messtages der "Sollwert" der Standardmilch zu bestimmen:

Mindestens fünf Messungen (5 Standardmilchproben) des aktuellen Zellgehaltes der Standardmilch werden durchgeführt und der Mittelwert der Messungen gebildet (Sollwert). Die Mittelwertbildung ist nur zulässig, wenn die Einzelwerte nicht stärker als **10 %** voneinander abweichen. Bei höheren Abweichungen ist die Messserie mit fünf weiteren Standardmilchproben zu wiederholen.

Nach längeren Messpausen als 30 Minuten, im laufenden Betrieb mindestens alle 60 Minuten bzw. nach maximal 200 Probenmessungen sowie zum Abschluss der täglichen Laufzeit ist eine Kalibrierungskontrolle durchzuführen. Dazu werden die Zellzahlen der aktuellen Standardmilch von **mindestens 3**

Standardmilch-Probenflaschen im Routine-Messmodus direkt hintereinander je einmal gemessen.

Diese Kalibrierungskontrolle ergibt keinen Handlungsbedarf, wenn jeweils folgende Kriterien erfüllt sind:

Der arithmetische Mittelwert der Einzelmesswerte weicht nicht mehr als **8 %** vom Sollwert ab. Eine Mittelwertbildung ist nur zulässig, wenn die Abweichung der 3 Einzelmesswerte untereinander **maximal 10 %** beträgt. Bei höherer Abweichung der Einzelwerte ist die Messserie mit 3 weiteren Standardmilchproben zu wiederholen.

Weicht der zulässig gebildete Mittelwert stärker ab, ist die Kalibrierung mit Hilfe der Kieler Standards (s.o.) zu überprüfen. Bestätigt sich hierbei eine zu große Abweichung vom Referenzwert, sind alle nach der letzten einwandfreien Kalibrierungskontrolle angefallenen Messwerte zu verwerfen. Liegt die Überprüfung der Kieler Standards innerhalb der Toleranz, ist der aktuelle Sollwert der Standardmilch neu zu bestimmen.

Alle im Zusammenhang mit der Kalibrierkontrolle anfallenden Messwerte sind nachprüfbar mit Datum und Uhrzeit zu dokumentieren.

Ein nicht ordnungsgemäß kalibrierbares Gerät ist stillzulegen.

3.4.4 Wiederholbarkeitskontrolle

Einmal pro Monat ist für jedes Gerät ein Wiederholbarkeitstest durchzuführen. Dazu ist eine repräsentative homogene, nicht homogenisierte Rohmilchprobe heranzuziehen.

Durchführung: Die o.g. Probe wird 18 x unmittelbar hintereinander im Routinemessmodus gemessen.

Auswertung: Es wird der Variationskoeffizient der Messwerte berechnet. Die erste Messung der Serie wird bei der Auswertung weggelassen. Der Test ist bei einem Variationskoeffizienten von maximal 4 % bestanden.

Erfüllt die Messserie nicht die gesetzte Norm, ist eine zweite Messserie mit gleichem Umfang durchzuführen. Wird das Ergebnis der ersten Serie nicht bestätigt, entscheidet eine dritte Serie. Bestätigt sich bei der zweiten bzw. dritten Serie die Abweichung von der o. a. Norm, muss das Gerät technisch überprüft werden. Es darf für Messungen erst bei nachweislicher Erfüllung der Norm wieder eingesetzt werden.

Alternative: Die Wiederholbarkeitskontrolle gilt ebenfalls als erfüllt, wenn im Laufe des ersten Werktages des Monats im Rahmen der Kalibrierüberprüfung mittels Standardmilch mindestens 18 Standardmilchproben gemessen wurden, und dabei über alle Messwerte des Tages ein maximaler Variationskoeffizient von 4% auftritt.

Dokumentation: Die Wiederholbarkeitskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden (kann im Falle der Alternative über die Netzwerkauswertung erfolgen).

3.4.5 Linearitätskontrolle

Einmal pro Monat ist für jedes Gerät ein Linearitätstest durchzuführen. Die hierfür erforderlichen Zellzahllinearitätsreihen werden vom Institut für Lebensmittelqualität zur Verfügung gestellt.

Eine Zellzahlreihe besteht i.d.R. aus sechs Proben mit unterschiedlichen Zellgehalten. Die Zellgehalte verteilen sich über einen Bereich von ca. 150.000 bis 800.000 Zellen pro ml.

Durchführung: Jeweils 1 Reihe wird hintereinander vermessen.

Auswertung: Es werden die Mittelwerte der beiden Messungen gleicher Standards gebildet. Mit den Mittelwerten werden nach Eliminierung etwaiger Ausreißer nach Grubbs-Ranfft folgende statistische Kenngrößen berechnet: Steigung der Regressionsgeraden und Korrelationskoeffizient. Es besteht kein Korrekturbedarf, wenn folgende Werte erreicht werden:

Steigung der Regressionsgeraden:	**0,950 – 1,050**
Korrelationskoeffizient:	**mind. 0,997**

Bei Nichterfüllung der Steigungsanforderung ist eine Neukalibrierung der Steilheit des Gerätes erforderlich. Der Erfolg der Neukalibrierung ist anhand einer neuen Standardreihe zu prüfen. Werden die Anforderungen für den Korrelationskoeffizienten nicht erfüllt, ist die Steilheitsprüfung als ungültig zu werten. Den Ursachen der Abweichung ist nachzugehen.

Dokumentation: Die Linearitätskontrolle muss vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen sowie Auswertungen dokumentiert werden.

3.5 Ringversuche

Zur Verifizierung und Prüfung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist die Teilnahme an Ringversuchen erforderlich. Dazu wird vom Institut für

Lebensmittelqualität in von der Überwachungsstelle festgelegten Intervallen ein Satz von Ringversuchsproben bezogen. Dieser besteht aus Rohmilchproben mit natürlicher Variation bzgl. der Zellzahl in dreifacher Abfüllung pro Gerät. Die Proben dienen gleichzeitig als Ringversuchsmaterial für die Parameter Gefrierpunkt und Inhaltsstoffe.

Durchführung: Mit jedem Gerät wird innerhalb des vorgegebenen Zeitrahmens jeweils ein kompletter Ringprobensatz vermessen.

Auswertung: Die Auswertung erfolgt durch das Institut für Lebensmittel-qualität.

Dokumentation: Die Ringversuchsmessungen müssen vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

Zusätzlich ist die Teilnahme an dem jährlich durchgeführten Ringtest des Instituts für Hygiene der Bundesanstalt für Ernährung und Lebensmittel in Kiel mit mindestens 1 Gerät verpflichtend.

3.6 Dokumentation und Aufbewahrungspflicht

Es sind seitens der Untersuchungsstelle Protokolle zu führen, die alle Daten in Originalform enthalten müssen, aus dem sich die Ordnungsmäßigkeit des Untersuchungsablaufes überprüfen lässt.

Der Austausch von Geräteteilen mit festgesetzten Verschleißzeiten ist termingerecht durchzuführen und als Maßnahme ebenso wie durchgeführte Reparaturen, Wartungen und sonstige Änderungen ins Laborjournal nachvollziehbar zu dokumentieren.

Sie sind bei Bedarf den mit der Überwachung beauftragten Stellen zugänglich zu machen. Die Protokolle sind vom Bedienungspersonal zu unterzeichnen.

Die Aufbewahrungspflicht beträgt drei Jahre.

4 Bestimmung der Keimzahl in Rohmilch: Durchflusszytometrische Zählung von Mikroorganismen (Routineverfahren)

4.1 Einleitung

Die Keimzahlbestimmung in Rohmilch erfolgt in Anlehnung an das Verfahren der amtlichen Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 01.017.

Diese Methode beschreibt ein Routineverfahren zur Zählung von Mikroorganismen in roher Sammelmilch, auch chemisch konserviert.

4.2 Geräte

Messgerät: Zur Ermittlung der Keimzahl der Anlieferungsmilch sind nur Geräte zu verwenden, die für diesen Zweck durch die zuständigen Behörden zugelassen sind.

4.3 Probenvorbereitung

Konservierung der Proben: Die Konservierung erfolgt durch Kühlung oder chemisch.

Konservierung durch Kühlung: Kühlung der Proben bis zum Eingang im Labor bei 5 °C ± 3 °C. Die Kühlkette darf nicht unterbrochen sein. Die Messung der Proben muss innerhalb von 6 h erfolgen.

Chemische Konservierung: Die Konservierung erfolgt mit einer ca. 5 %igen wässrigen Borsäurelösung (Endkonzentration in der Probe: 0,6 g +/- 0,1 g / 100 ml). Dabei darf ein maximaler Verdünnungseffekt von 15 % (z.B. 6,0 ml auf 40,0 ml Probe) nicht überschritten werden.

Kühlung der Proben bis zum Eingang im Labor bei 5 °C ± 3 °C (max. 6 h über 5 °C). Messung spätestens nach 54 h nach Probenahme.

Lagerung der Proben: Vom Eingang im Labor bis zur Untersuchung sind die Proben bei einer Temperatur von 2 °C bis 6 °C in einem geeigneten, für Unbefugte nicht zugänglichen Raum zu lagern.

Untersuchungszeitpunkt: Die Proben sind unverzüglich nach der Probenahme zu untersuchen. Sofern dies nicht möglich ist, sind die o.g. Maximalzeiträume einzuhalten.

Probenkontrolle: Vor der Untersuchung sind die Proben einer Sichtprüfung zu unterziehen. Augenscheinlich sinnfällig veränderte Proben sind zu verwerfen.

Probentemperierung: Bei der Entnahme von Probenmilch aus der Probenflasche durch das Messgerät zwecks Messung müssen die Proben eine Temperatur von 8 °C bis 40 °C aufweisen. Unkonservierte Proben dürfen nicht ein zweites Mal angewärmt und untersucht werden.

Probenvorhomogenisierung: Unmittelbar vor der Messung sind die Proben zwecks einer homogenen Keimverteilung gut durchzumischen.

4.4 Durchführung der Messungen

Generell sind die zum ordnungsgemäßen Betreiben sowie zur Aufrechterhaltung eines einwandfreien Zustandes der Keimzahlgeräte notwendigen Betriebsanweisungen des Geräteherstellers zu beachten und einzuhalten.

Die Durchführung der Messungen und die Auswertung der Kontrollmessungen sowie eventuell anfallende Korrekturmaßnahmen erfolgen eigenverantwortlich in den jeweiligen Untersuchungsstellen.

4.4.1 Startroutine

Zur täglichen Geräteüberprüfung vor Messbeginn gehören:

a.) Leerwertbestimmung mit mind. 5 Messungen im Wiederholmodus. Anforderung: Kein Zählwert oberhalb 10, Mittelwert <5.

b.) Überprüfung der Schwellenwert-Festlegung mit der Bakterienkontroll-probe. Anforderung: Der Mittelwert der Zählwerte aus 3 Messungen und der Kanalwert des Maximums in der Impulshöhen-Verteilung müssen innerhalb der spezifizierten Grenzwerte der jeweiligen Charge liegen.

c.) Kalibrierungskontrolle mit Hüfner-Standards A und B (3-fach Messung). Anforderung: Abweichungen maximal 15 % vom Sollwert.

d.) Ermittlung des Sollwertes der Pilotprobe

Pilotprobe: Die Milch zur Herstellung der Pilotprobe soll aus einem Sammelbehälter entnommen werden und hinsichtlich ihrer Beschaffenheit und Zusammensetzung repräsentativ für die zu untersuchenden Milchproben sein. Die Pilotprobe ist so wie die zu untersuchenden Milchproben zu konservieren und zu lagern.

Zur Ermittlung des Sollwertes der Pilotprobe werden mindestens 10 Messungen (10 Pilotmilchproben) durchgeführt und der Mittelwert errechnet (= „Sollwert“). Die Einzelwerte müssen innerhalb der Wiederholbarkeit r (maximale Differenz zwischen Minimal- und Maximalwert) liegen:
:

Messniveau	**Wiederholbarkeit r**
< 100.000	15.000
> 100.000	20% des Mittelwertes

(Angaben als koloniebildende Einheiten pro 1 ml)

Alternativ können auch Hüfner-Standards als Pilotprobe verwendet werden.

4.4.2 Kontinuierliche Überprüfung

Die kontinuierliche Überprüfung der Geräteeinstellung erfolgt mit der Pilotprobe.

Sie erfolgt mindestens alle 150 Proben sowie am Anfang und am Ende der Untersuchung. Dazu werden jeweils 3 Pilotproben in Folge gemessen.

Anforderungen:

a) Die Einzelwerte müssen innerhalb der o.g. Wiederholbarkeit liegen.

b) Der Mittelwert muss im Bereich des Sollwertes ± folgender Toleranzen liegen:

Messniveau	**Toleranzen**
< 100.000	15.000
> 100.000	15 % des Sollwertes

(Angaben als koloniebildende Einheiten pro 1 ml)

Bei größeren Abweichungen bzgl. der Anforderungen nach a) und b) ist die Kontrolle mit weiteren 5 Pilotproben zu wiederholen. Bestätigt sich dabei die erhöhte Abweichung sind die nach der letzten einwandfreien Kontrolle ermittelten Analysenergebnisse zu verwerfen und die Geräteeinstellungen und –funktionen zu überprüfen.

c) Mittels statistischer Kontrollen ist sicherzustellen, dass sich durch den vorgegebenen Toleranzbereich keine systematische Abweichung der

Geräteeinstellung vom Sollwert ergibt, sondern diese sich im Bereich der Zufallsstreuung bewegt.

Bei einer zu hohen systematischen Abweichung nach c) ist die Startroutine zu wiederholen.

4.4.3 Auswertung

Die Messergebnisse sind in 1000 koloniebildende Einheiten pro 1 ml anzugeben. Für die entsprechende Bewertung der gemessenen Impulse ist das jeweils gültige Umrechnungsverfahren anzuwenden, das von der Bundesanstalt für Ernährung und Lebensmittel in Kiel hinterlegt ist.

4.5 Ringversuche

Zur Verifizierung und Prüfung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist die Teilnahme an Ringversuchen erforderlich. Dazu wird vom Institut für Lebensmittelqualität in von der Überwachungsstelle festgelegten Intervallen ein Satz von Ringversuchsproben bezogen. Dieser besteht aus konservierten Rohmilchproben mit natürlicher Variation der Keimzahl.

Durchführung: Mit jedem Gerät wird innerhalb des vorgegebenen Zeitrahmens jeweils ein kompletter Ringprobensatz vermessen.

Auswertung: Die Auswertung erfolgt durch das Institut für Lebensmittel-qualität.

Dokumentation: Die Ringversuchsmessungen müssen vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

Zusätzlich sind 1 x monatlich Hüfner-Kontrollproben nach den Vorgaben des Herstellers zu untersuchen.

4.6 Dokumentation

Es sind seitens der Untersuchungsstelle Protokolle zu führen, die alle Daten in Originalform enthalten müssen, aus dem sich die Ordnungsmäßigkeit des Untersuchungsablaufes überprüfen lässt.

Der Austausch von Geräteteilen mit festgesetzten Verschleißzeiten ist termingerecht durchzuführen und als Maßnahme ebenso wie durchgeführte Reparaturen, Wartungen und sonstige Änderungen ins Laborjournal nachvollziehbar zu dokumentieren.

Sie sind bei Bedarf den mit der Überwachung beauftragten Stellen zugänglich zu machen. Die Protokolle sind vom Bedienungspersonal zu unterzeichnen. Die Aufbewahrungspflicht beträgt drei Jahre.

5 Hemmstoff-Nachweis (BR-Test)

5.1 Einleitung

Der Nachweis von Hemmstoffen in Sammelmilch erfolgt in Anlehnung an das Verfahren der amtlichen Sammlung von Untersuchungsverfahren nach § 64 LFGB L 01.01. 5 (Februar 1996).

Diese Methode beschreibt ein Verfahren zum Nachweis von Hemmstoffen in Sammelmilch mit dem Brillantschwarz-Reduktionstest (BRT).

5.2 Probenvorbereitung

Von der Probenahme bis zum Eingang im Labor müssen die Proben bei 6°C ± 2°C und im Labor bis zur Untersuchung bei 2°C bis 6°C gelagert werden.

Die Proben sollen so bald wie möglich, spätestens einen Tag nach der Probenahme untersucht werden. Sollten die Proben ausnahmsweise nicht innerhalb dieser Zeit untersucht werden können, können sie bei Temperaturen zwischen –30°C und –15°C maximal 72 h gelagert werden. Eingefrorene Proben werden für die Untersuchung im Wasserbad bei etwa +45°C aufgetaut.

5.3 Geräte und Untersuchungsmaterialien

5.3.1 Mikrotiterplatte (BRT)

Die Testplatten müssen für den eingesetzten Zweck grundsätzlich geeignet sein und von einem für die Herstellung der Platten zertifizierten Hersteller bezogen werden.
Mikrotiterplatten müssen trocken bei 4°C ±1°C gelagert werden.
Die maximale Lagerdauer wird vom Hersteller der Mikrotiterplatten festgelegt.
Vor der Benutzung erfolgt eine visuelle Kontrolle jeder Platte.

5.3.2 Standardlösungen

Die Standards beinhalten eine positive und eine negative Kontrollmilchprobe. Die positive Kontrolle enthält 0,004 µg/ml Benzylpenicillin. Als negative Kontrolle wird hemmstofffreie Milch verwendet.

5.3.3 Bebrütungseinrichtungen

Zur Bebrütung ist die vom Hersteller des Testsystems vorgegebene Bebrütungstemperatur ± 1 °C einzuhalten. Die Einhaltung der Temperatur ist mit einem geeichten Thermometer zu kontrollieren (Skaleneinteilung 0,1 °C).

Bebrütung mittels Klimaschränken: relative Luftfeuchtigkeit mindestens 90%. Die Klimaschränke müssen eine ausreichende Temperaturkonstanz gewährleisten.

Bebrütung mittels Wasserbädern: Die Wasserbäder müssen abdeckbar sein und eine ausreichende Temperaturkonstanz gewährleisten.

5.4 Durchführung

Mit einer geeigneten Pipette werden 0,1ml jeder zu untersuchenden Probe in jeweils eine Kavität überführt.

Auf jeder Testplatte wird jeweils mindestens eine Kavität mit 0,1ml der positiven und negativen Kontrollprobe beschickt.

Die Mikrotiterplatte wird mit einer Klebefolie verschlossen und diese so fest angedrückt, dass an den Rändern kein Wasser zwischen Platte und Folie eindringen kann.

Anschließend wird die Platte solange bebrütet, bis bei der negativen Kontrollprobe der Farbumschlag nach gelb erfolgt ist.

Alle Proben sind bis zur evtl. Nachkontrolle bei 2 °C bis 6 °C zu lagern.

5.5 Auswertung und Nachuntersuchungen

5.5.1 Grundauswertung

Die visuelle Auswertung erfolgt von der Unterseite der Mikrotiterplatte. Alle Proben, die mindestens den blauen Farbton der positiven Kontrolle aufweisen, sind als hemmstoffpositiv zu bewerten und einer Nachkontrolle zu unterziehen.

5.5.2 Nachkontrolle

a) Prüfung des pH-Wertes: Bei Unterschreitung eines pH-Wertes von 6,50 ist das Ergebnis zu verwerfen.

b) Liegt der pH-Wert der betreffenden Probe bei mind. 6,50 ist das hemmstoffpositive Ergebnis durch Mehrfachansatz der jeweiligen Probe

abzusichern. Bei der Nachkontrolle sind zusätzlich Verdünnungsreihen bis 1:3 herzustellen.

5.5.3 Spezifischer Nachweis von Penicillin

Jede hemmstoffpositive Probe wird mit Penicillinase (0,05 ml Difko-Bacto-Penase, 1 Millionen I.U./ml, auf 1 ml Milchprobe) behandelt und erneut untersucht.
Reagiert die Probe nun hemmstoffnegativ, so enthielt sie Penicillin.

5.6 Ringuntersuchungen

Zur Verifizierung und Prüfung der Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist die Teilnahme an Ringversuchen erforderlich. Dazu wird vom Institut für Lebensmittelqualität in von der Überwachungsstelle festgelegten Intervallen ein Satz von Ringversuchsmilchproben bezogen.

Durchführung: Mit jeder Bebrütungseinrichtung wird innerhalb des vorgegebenen Zeitrahmens jeweils ein kompletter Ringprobensatz vermessen.

Auswertung: Die Auswertung erfolgt durch das Institut für Lebensmittel-qualität.

Dokumentation: Die Ringversuchsmessungen müssen vollständig mit allen Originalmesswert-Protokollen dokumentiert werden.

5.6 Dokumentation

Es sind seitens der Untersuchungsstelle Protokolle zu führen, die alle Daten in Originalform enthalten müssen, aus dem sich die Ordnungsmäßigkeit des Untersuchungsablaufes überprüfen lässt.

Der Austausch von Geräteteilen mit festgesetzten Verschleißzeiten ist termingerecht durchzuführen und als Maßnahme ebenso wie durchgeführte Reparaturen, Wartungen und sonstige Änderungen ins Laborjournal nachvollziehbar zu dokumentieren.

Sie sind bei Bedarf den mit der Überwachung beauftragten Stellen zugänglich zu machen. Die Protokolle sind vom Bedienungspersonal zu unterzeichnen.

Die Aufbewahrungspflicht beträgt drei Jahre.