

# Bijlage Advies SciCom 13-2015

## ISO 8196-3:2009-norm Melk - Definitie en beoordeling van de algemene nauwkeurigheid van de alternatieve analysemethoden voor melk - Deel 3: Protocol voor de beoordeling en de validatie van alternatieve kwantitatieve analysemethoden voor melk

fase I een validatieprotocol opmaken op basis van een vergelijkende studie van de alternatieve methode met een referentiemethode

fase II bestaat uit een studie voor de bevestiging van de resultaten onder routineanalyses omstandigheden

## ISO 13366-1:2008-norm Melk - Bepaling van het aantal somatische cellen - Deel 1 : Microscopische methode (Referentiemethode)

Toestel	SomaScope Smart / SomaScope LFC (automatisch)	LactoScope FTIR™ Advanced	CombiScope FTIR 600/300 Hp (LactoScope 600 + Somascope LFC 600)
Evaluator fase I	ACTILAIT - CECALAIT	ACTILAIT - CECALAIT	ACTILAIT - CECALAIT
Evaluator fase II	A.I.A.		
Consumptiegoederen	Klassieke oplossing voor reiniging Carrier Kleurstof  → weinig en niet gangbare consumptiegoederen, minimum onderhoud.	Klassieke oplossing voor reiniging Klassieke nuloplossing  → weinig en niet gangbare consumptiegoederen	Klassieke oplossing voor reiniging Klassieke nuloplossing  → weinig en niet gangbare consumptiegoederen
Geteste parameters	Aantal somatische cellen	Vetstof (V) Eiwit (E) Droge stof (DS) Vriespunt (VP)	Vetstof (V) Eiwit (E) Droge stof (DS) Vriespunt (VP) Ureum (U) Aantal somatische cellen
Matrix	Rauwe koemelk aan drie groepen <b>aantal cellen</b> 0-300*10 <sup>3</sup> c/ml 301-450*10 <sup>3</sup> c/ml 451-750*10 <sup>3</sup> c/ml 751-1500*10 <sup>3</sup> c/ml  Melk van een beslag van melkgeiten (enkel herhaalbaarheid en juistheid).  Melk van een beslag van melkschapen (enkel herhaalbaarheid en juistheid).	Melk van koeien van een beslag of individuele dieren met 4 gehalteniveaus van <b>V</b> en <b>E</b> .	Melk van koeien van een beslag of individuele dieren met 4 gehalteniveaus van <b>V</b> en <b>E</b> .  Melk van een beslag van melkgeiten (enkel herhaalbaarheid en juistheid).  Melk van een beslag van melkschapen (enkel herhaalbaarheid en juistheid).
Stabiliteit	$S_R \leq 5\%$ OK ISO 8196-3/IDF 128-3.  +/- 10% ten opzichte van de referentiemethode.  Voor UHT-melk wordt een aanpassing gevraagd (geen UHT-melk als referentiemateriaal) zoals ijsmelk van 5% tot 10% max. aanpassing (gemiddeld relatief verschil).		Automatische modus 600 monsters/uur.  $S_R (V, E, U) < \text{limiet (ISO 8196-3/IDF 128-3)}$ . $S_R (VP) < 3,6^\circ\text{C}$ CNIEL PROC CR IR 04 handbook.
Contaminatie tussen monsters	$T_c \leq 2\%$ CNIEL PROC CR 04 handbook. Conform bijlage B ISO 8196-3 voor de dagelijkse precisie.		Automatische modus 600 monsters/uur. Sequentie Melk-Melk-Water-Water-Melk-Melk. $T_c (V, E) < 1\%$ (ISO 8196-3/IDF 128-3). $T_c (VP) < 2\%$ (limiet CNIEL PROC CR IR 06 handbook).

<p><b>Lineariteit</b></p>	<p>Getest met hoge (H) en lage (L) celgehaltes, in 5 proporties.</p> <p><math>r = 0,44\% &lt; 2\%</math> vereiste limiet ISO 13366-2:2006</p> <p><b>Ar/At</b> = 2,4% &gt; 2% ISO 8196-3/IDF 128-3.</p> <p>Niet-conform resultaat (complexe bereiding van de monsters onder experimentele omstandigheden), maar lineariteit is voldoende in de schaal van 0 tot 2500.10<sup>3</sup> cellen/ml. Eenvoudigere bereiding van de routinemonsters, met lineariteit conform aan ISO 13366-2:2006 en ISO 8196-3.</p>	<p>Norm ISO 9622-3/IDF 141 : <math>\leq 2\%</math></p> <p><b>S<sub>r(V, E)</sub></b> &lt; 0,14 g/l vereiste limiet ISO 9622-3/IDF 141 C:2000 en CNIEL PROC handbook.</p> <p><b>V</b></p> <p>Ar/At<sub>0-60 g/l</sub> = 0,4% &lt; 2% (ISO 9622-3/IDF 141).  Ar/At<sub>60-120 g/l</sub> = 0,7% &lt; 2% (ISO 9622-3/IDF 141).  Voldoende voor gehalte van 0-120 g/l.</p> <p><b>E</b></p> <p>Ar/At<sub>0-120 g/l</sub> = 0,3% &lt; 2% (ISO 9622-3/IDF 141).  Voldoende voor gehalte van 0-120 g/l.</p>	<p>Norm ISO 8196-3/IDF 128-3 : <math>\leq 2\%</math></p> <p><b>S<sub>r(V, E)</sub></b> &lt; 0,14 g/l vereiste limiet ISO 9622-3/IDF 141 C:2000 en CNIEL PROC handbook.</p> <p><b>V</b></p> <p>Ar/At<sub>0-120 g/l</sub> = 2,01% = 2% (ISO 8196-3/IDF 128-3).  Ar/At<sub>0-100 g/l</sub> = 1% &lt; 2% (ISO 8196-3/IDF 128-3).  Ar/At<sub>20-60 g/l</sub> = 0,34% &lt; 2% (ISO 8196-3/IDF 128-3).</p> <p><b>E</b></p> <p>Ar/At<sub>0-80 g/l</sub> = 1% &lt; 2% (ISO 8196-3/IDF 128-3).  Ar/At<sub>20-40 g/l</sub> = 0,53% &lt; 2% (ISO 8196-3/IDF 128-3).</p>
<p><b>Ijking</b></p>	<p>Bias van het gemiddelde en de helling van de regressielijn OK met aanbeveling ISO 8196-3/IDF 128-3 en CNIEL PROC CE 04 handbook.</p>	<p><b>V &amp; E</b></p> <p><b>SI1<sub>V</sub> &amp; SI3<sub>V</sub></b> <math>\leq 0,20</math> g/l OK met CNIEL/IR handbook.  <b>SI1<sub>E</sub> &amp; SI3<sub>E</sub></b> <math>\leq 0,15</math> g/l OK met CNIEL/IR handbook.  INDIEN zeer bevredigend.</p> <p><b>DS</b></p> <p><b>SI1<sub>DS</sub> &amp; SI3<sub>DS</sub></b> = 0,53 g/l geen ISO referentiewaarde.</p> <p>Enkel de MLR (multilineaire regressie) calibraties werden getest. Over het algemeen wordt PLS in België gebruikt. Maar resultaten over het algemeen equivalent.</p> <p><b>V</b></p> <p>CECALAIT : acido-butyrometrische methode volgens Gerber volgens NF V 04-2010 (enkelvoudige proef).  Gangbare methode in België : gravimetrische methode ISO 1211IDF 1.</p> <p><b>E</b></p> <p>CECALAIT : methode Noir Amido volgens NF V 04-216 (dubbele proef)  Gangbare methode in België : de totale stikstofmethode volgens Kjeldahl ISO-IDF 8968- IDF 20-1.</p>	<p>Procedure voor de beoordeling van het referentiemateriaal IR "high" en "median".</p> <p>Niet gepreciseerd welk equatiemodel MLR of PLS werd gebruikt.</p> <p><b>Median V &amp; E</b></p> <p><b>SI1<sub>V</sub> &amp; SI3<sub>V</sub></b> <math>\leq 0,25</math> g/l OK met CNIEL PROC IR 06 handbook.  <b>SI1<sub>E</sub> &amp; SI3<sub>E</sub></b> <math>\leq 0,15</math> g/l OK met CNIEL PROC IR 06 handbook.  Bias van het gemiddelde en de helling van de regressielijn : OK met aanbeveling ISO 8196-3/IDF 128-3.</p> <p><b>High V &amp; E</b></p> <p><b>SI1<sub>V</sub> &amp; SI3<sub>V</sub></b> <math>\leq 0,50</math> g/l OK met CNIEL PROC IR 06 handbook  biais van het gemiddelde en de helling van de regressielijn : OK aanbeveling ISO 8196-3/IDF 128-3.</p> <p><b>SI1<sub>E</sub> &amp; SI3<sub>E</sub></b> <math>\leq 0,30</math> g/l OK met CNIEL PROC IR 06 handbook  biais van het gemiddelde en de helling van de regressielijn : &gt; aanbeveling ISO 8196-3/IDF 128-3 (foute afstelling lais de zones).</p> <p><b>V</b></p> <p>CECALAIT : acido-butyrometrische methode volgens Gerber volgens NF V 04-2010 (enkelvoudige proef).  Gangbare methode in België : gravimetrische methode ISO 1211IDF 1.</p> <p><b>E</b></p> <p>CECALAIT : methode Noir Amido volgens NF V 04-216 (dubbele proef)  Gangbare methode in België : de totale stikstofmethode volgens Kjeldahl ISO-IDF 8968- IDF 20-1.</p>

Herhaalbaarheid	<p><b><u>Melk van een beslag van melkkoeien</u></b></p> <p><b>Algemeen en gemiddeld percentage</b>  <math>S_{r\%} &lt; 4\%</math> vereiste limiet ISO 13366-2:2006 en ISO 8196-3/IDF 128-3  <math>\leq 6\%</math> CNIEL PROC CE 04 handbook.</p> <p>Experimentele omstandigheden :  <math>&gt; 100.000</math> c/ml : herhaalbaarheid conform bijlage B ISO 8196-3.  <math>&lt; 100.000</math> c/ml : herhaalbaarheid = <math>9,4\% &gt; 8\%</math> → herhaalbaarheid niet-conform bijlage B ISO 8196-3, maar ook waargenomen met andere gebruikelijke fotometers.</p>	<p><b><u>Rauwe melk van een beslag van melkkoeien</u></b></p> <p><math>S_{r(V, E)} \leq 0,14</math> g/l OK ISO 9622-3/IDF 141 C:2000 &amp; OK CNIEL/IR handbook.  OK handboek CNIEL/IE  OK Belgisch begeleidingsprotocol</p> <p><math>S_{r(VP)}</math> geen ISO referentiewaarde  <math>\leq 2</math> m°C OK limiet CNIEL/IR handbook.  OK Belgische begeleidingscriteria 1,09 m°C.</p> <p><math>S_{r(V)}</math> geen norm, maar <math>\leq 0,26</math> g/l vereiste limiet ISO 6731/IDF 21:2010.</p>	<p><b><u>Rauwe melk van een beslag van melkkoeien</u></b></p> <p><math>S_{r(V, E)} \leq 0,14</math> g/l OK ISO 8196-3/IDF 128-3  OK CNIEL PROC IR 06 handbook  OK Handleiding CNIEL/IE  OK Belgisch begeleidingsprotocol</p> <p><math>S_{r(VP)}</math> geen ISO referentiewaarde  <math>\leq 2</math> m°C OK limiet CNIEL PROC CR IR 06 handbook  OK Belgische begeleidingscriteria 1,09 m°C.</p> <p><math>S_{r(DS)}</math> geen norm, maar <math>\leq 0,036</math> g/l vereiste limiet ISO 6731/IDF 21:2010.</p>
	<p><b><u>Individuele koemelk</u></b></p> <p><b>Algemeen gehalte</b>  <math>S_{r\%} &gt; 4\%</math> vereiste limiet ISO 13366-2:2006 et ISO 8196-3/IDF 128-3  <math>&gt; 6\%</math> CNIEL PROC CE 04 handbook.  Want laag percentage bij veel resultaten.</p> <p><b>Schaal 101 à 1000.10<sup>3</sup> cellen/ml</b>  Maar standaardafwijking blijkt bevredigend te zijn in de schaal 101 à 1000.10<sup>3</sup> cellen/ml.  <math>S_{r\%} &lt; 4\%</math> vereiste limiet ISO 13366-2:2006 en ISO 8196-3/IDF 128-3</p>		<p><b><u>Individuele rauwe koemelk</u></b></p> <p><math>S_{r(V, E)} \leq 0,14</math> g/l OK ISO 8196-3/IDF 128-3 &amp; OK CNIEL PROC IR 06 handbook  OK Belgisch begeleidingsprotocol.</p> <p><math>S_{r(VP)}</math> geen ISO referentiewaarde  <math>\leq 2</math> m°C OK limiet CNIEL PROC CR IR 06 handbook  OK Belgische begeleidingscriteria 1,09 m°C.</p> <p><math>S_{r(DS)}</math> geen norm, maar <math>\leq 0,036</math> g/l vereiste limiet ISO 6731/IDF 21:2010.</p>
	<p><b><u>Melk van een beslag van melkgeiten</u></b></p> <p><math>S_{r\%} \leq 4\%</math> ISO 8196-3/IDF 128-3 en  <math>\leq 3\%</math> CNIEL PROC CE 04 handbook.</p> <p>! Voor hogere gehalten 1001 à 2500.10<sup>3</sup> c/ml</p> <p><math>S_{r\%} &gt; 2\%</math> ISO 8196-3/IDF 128-3</p>		<p><b><u>Melk van een beslag van melkgeiten</u></b></p> <p><math>S_{r(V, E)} \leq 0,14</math> g/l ISO 8196-3/IDF 128-3 en CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p><math>S_{r(VP)}</math> geen ISO referentiewaarde  <math>\leq 2</math> m°C CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p>DS niet-geëvalueerd.</p>
	<p><b><u>Melk van een beslag van melkschapen</u></b></p> <p><math>S_{r\%} \leq 4\%</math> ISO 8196-3/IDF 128-3 en  <math>\leq 3\%</math> CNIEL PROC CE 04 handbook.</p>		<p><b><u>Melk van een beslag van melkschapen</u></b></p> <p><math>S_{r(V, E)} \leq 0,29</math> g/l ISO 8196-3/IDF 128-3 en CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p><math>S_{r\% (V, E)} \leq 0,35\%</math> ISO 8196-3/IDF 128-3 en CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p> <p><math>S_{r(PC)}</math> geen ISO referentiewaarde  <math>\leq 3</math> m°C CNIEL PROC CR IR 06 handbook.</p>

Juistheid	<p><b><u>Melk van een beslag van melkkoeien</u></b></p> <p><math>S_{y,x} \% \leq 10 \%</math> conform ISO 8196-3/IDF 128-3  Helling van de regressielijn en snijpunt niet significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.</p> <p>'+/- 10% ten opzichte van de referentiemethode.</p> <p>Voor UHT-melk wordt een aanpassing gevraagd (geen UHT-melk als referentiemateriaal) zoals ijsmelk van 5% tot 10% max. aanpassing (gemiddeld relatief verschil).</p>	<p><b><u>Rauwe melk van een beslag van melkkoeien</u></b></p> <p><b>V</b>  Gemiddeld en standaardafwijking gedeeltelijk OK ISO 9622-3/IDF 141 C:2000, met niet-standaard monster,  Helling van de regressielijn niet significant verschillend van 1. Maar snijpunt significant verschillend van 0.  Gemiddelde en standaardafwijking van de afwijking in overeenstemming met ISO 9622-3/IDF 141, maar juist in overeenstemming met norm ISO 8196-3:2010.</p> <p><b>E</b>  Gemiddelde en standaardafwijking OK ISO 9622-3/IDF 141 C:2000  Helling van de regressielijn niet significant verschillend van 1. Maar snijpunt significant verschillend van 0.  Gemiddelde en standaardafwijking van de afwijking in overeenstemming met ISO 9622-3/IDF 141 en de norm ISO 8196-3:2010.</p> <p><b>VP</b>  <math>S_{y,x} = 2,6 \text{ m}^\circ\text{C}</math>. Geen norm.  Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.  Oorzaak : geen nauwkeurige voorafgaande calibratie op de representatieve monsters.</p> <p><b>DS</b>  <math>S_{y,x} = 0,348 \text{ g/l}</math>. Geen norm.  Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.</p>	<p><b><u>Rauwe melk van een beslag van melkkoeien</u></b></p> <p><b>V</b>  <math>S_{y,x} \leq 0,72 \text{ g/l}</math> conform ISO 8196-3/IDF 128-3  Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.</p> <p><b>E</b>  <math>S_{y,x} \leq 0,72 \text{ g/l}</math> conform ISO 8196-3/IDF 128-3  Helling van de regressielijn en snijpunt niet significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.</p> <p><b>VP</b>  <math>S_{y,x} = 2,8 \text{ m}^\circ\text{C}</math>. Geen norm.  Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.</p> <p><b>DS</b>  <math>S_{y,x} = 0,043 \text{ g/100g}</math>. Geen norm.  Helling van de regressielijn niet significant verschillend van 1. Maar snijpunt significant verschillend van 0.</p>
	<p><b><u>Individuele koemelk</u></b></p> <p><math>S_{y,x} \% \leq 4 \%</math> conform ISO 8196-3/IDF 128-3  Helling van de regressielijn en snijpunt niet significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.</p>		<p><b><u>Individuele rauwe koemelk</u></b></p> <p><b>V</b>  <math>S_{y,x} \leq 1,03 \text{ g/l}</math> conform ISO 8196-3/IDF 128-3  Helling van de regressielijn niet significant verschillend van 1. Maar snijpunt significant verschillend van 0.</p> <p><b>E</b>  <math>S_{y,x} \leq 1,03 \text{ g/l}</math> conform ISO 8196-3/IDF 128-3  Helling van de regressielijn en snijpunt niet significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.</p> <p><b>U</b>  <math>S_{y,x} \leq 61,8 \text{ g/l}</math> conform ISO 8196-3/IDF 128-3.  Helling van de regressielijn niet significant verschillend van 1. Maar snijpunt significant verschillend van 0.</p>

**Melk van een beslag van melkgeiten**

$S_{y,x} \% \leq 10$  % conform ISO 8196-3/IDF 128-3  
Helling van de regressielijn en snijpunt niet significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.

**Melk van een beslag van melkschapen**

$S_{y,x} \% \leq 10$  % conform ISO 8196-3/IDF 128-3  
Maar helling van de regressielijn significant verschillend van 1.  
Snijpunt niet significant verschillend van 0.

**Melk van een beslag van melkgeiten**

**V**  
 $S_{y,x} \leq 0,72$  g/l conform ISO 8196-3/IDF 128-3.  
Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.

**E**  
 $S_{y,x} \leq 0,72$  g/l conform ISO 8196-3/IDF 128-3.  
Maar helling van de regressielijn significant verschillend van 1.  
Snijpunt niet significant verschillend van 0.

**VP**  
 $S_{y,x} = 3,5$  m°C. Geen norm.  
Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.

**DS**  
/

**Melk van een beslag van melkschapen**

**V**  
 $S_{y,x} \leq 1,45$  g/l conform ISO 8196-3/IDF 128-3.  
 $S_{y,x} \% \leq 1,75$ % conform ISO 8196-3/IDF 128-3.  
Helling van de regressielijn en snijpunt niet significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.

**E**  
 $S_{y,x} \leq 1,45$  g/l conform ISO 8196-3/IDF 128-3.  
 $S_{y,x} \% \leq 2,0$  % conform ISO 8196-3/IDF 128-3.  
Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.

**VP**  
 $S_{y,x} = 5,4$  m°C. Geen norm.  
Maar helling van de regressielijn en snijpunt significant verschillend van respectievelijk 1 en 0.

**DS**  
/