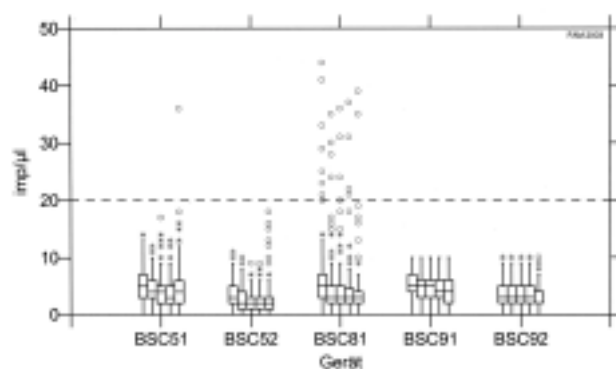
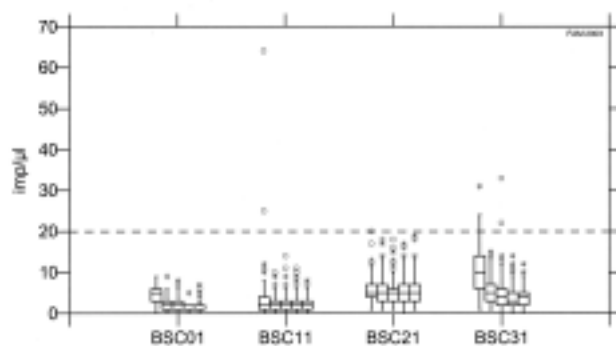




## BactoScan-8000-Keimzähl-Geräte QK Prüfstellen MIBD Startroutinen 2002

|     |                             |   |
|-----|-----------------------------|---|
| 0   | Inhalt                      | 3 |
| 0.1 | Key words                   | 3 |
| 0.2 | Verzeichnis der Tabellen    | 4 |
| 0.3 | Verzeichnis der Abbildungen | 4 |

Titelbild: Blindproben 2002, FAM

Erstveröffentlichung

Herausgeber:

FAM  
Eidg. Forschungsanstalt für Milchwirtschaft  
Liebefeld  
CH-3003 Bern  
Telefon +41 (0)31 323 84 18  
Fax +41 (0)31 323 82 27  
<http://www.fam-liebefeld.ch>  
e-mail [info@fam.admin.ch](mailto:info@fam.admin.ch)

Autoren:

Georges Bühlmann, Nadja Peduto und Riccardo Aebi

Kontaktadresse für Rückfragen:

Dr. G. Bühlmann  
e-mail [georges.buehlmann@fam.admin.ch](mailto:georges.buehlmann@fam.admin.ch)  
Telefon +41 (0)31 323 82 04  
Fax +41 (0)31 322 86 16

Gestaltung: Müge Yildirim

Erscheinungsweise:

In unregelmässiger Folge mehrmals jährlich.

Ausgabe:

August 2003, Nr. 458

ISSN 1660-2587

ISBN 3-905667-06-01

|       |                                             |    |
|-------|---------------------------------------------|----|
| 1.1   | Kurzfassung                                 | 5  |
| 1.2   | Résumé                                      | 6  |
| 1.3   | Summary                                     | 7  |
| 1.4   | Abkürzungen                                 | 8  |
| 2.    | Einführung                                  | 9  |
| 2.1   | Vorgaben                                    | 9  |
| 2.2   | Zielsetzung                                 | 9  |
| 3.    | Material und Methoden                       | 10 |
| 3.1   | Hüfner - MS im Jahr 2002                    | 10 |
| 3.2   | Labors und Geräte                           | 10 |
| 3.5   | Übermittlung und Bearbeitung der Ergebnisse | 11 |
| 4.    | Resultate                                   | 12 |
| 4.1   | Teilnahme                                   | 12 |
| 4.2   | Vollständigkeit, Ausreisser                 | 12 |
| 4.3   | Blindproben                                 | 14 |
| 4.3.1 | Maxima                                      | 15 |
| 4.3.2 | Summen                                      | 15 |
| 4.4   | MS „tief“                                   | 16 |
| 4.4.1 | Richtigkeit                                 | 16 |
| 4.4.2 | Präzision                                   | 16 |
| 4.4.3 | Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit     | 17 |
| 4.4.4 | Regression zum Sollwert                     | 18 |
| 4.5   | MS „hoch“                                   | 18 |
| 4.5.1 | Richtigkeit                                 | 18 |
| 4.5.2 | Präzision                                   | 19 |
| 4.5.3 | Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit     | 19 |
| 4.5.4 | Regression zum Sollwert                     | 20 |
| 4.6   | Pilotproben                                 | 21 |
| 4.6.1 | Präzision                                   | 21 |
| 5.    | Diskussion                                  | 21 |
| 5.1   | Beurteilung der Resultate                   | 22 |
| 5.2   | Eignung der Kriterien                       | 26 |
| 5.3   | Klassierung der Geräte                      | 27 |
| 5.4   | Datenübertragung                            | 28 |
| 5.5   | Folgerungen                                 | 29 |
| 6.    | Dokumente                                   | 30 |
| 7.    | Adressen                                    | 31 |
| 8.    | Dank                                        | 31 |
| 9.    | Anhang: Abbildungen                         | 32 |

### 0.1 Key words, Stichwörter

accreditation; accuracy; AFEMA; BactoScan; collaborative study; control charts; control sample; cow milk; dairy laboratory; ISO 17025; proficiency testing; quality assurance; repeatability; reproducibility; testing laboratory; total microbial counts.

## 0.2 Verzeichnis der Tabellen

|             |                                                                    |    |
|-------------|--------------------------------------------------------------------|----|
| Tabelle 1)  | Sollwerte Hufner MS 2002 in imp/ $\mu$ l                           | 10 |
| Tabelle 2)  | Die beteiligten Prüfstellen                                        | 10 |
| Tabelle 3)  | Prüfkriterien und Anforderungen an die Startroutinen               | 11 |
| Tabelle 4)  | Datensätze pro Gerät und Lieferung                                 | 12 |
| Tabelle 5)  | Erkannte und entfernte Ausreisser                                  | 13 |
| Tabelle 6)  | Anzahl Datensätze pro Gerät mit einem oder mehreren Ausreissern    | 13 |
| Tabelle 7)  | Blindproben klassiert nach Labor und zunehmendem Wert              | 14 |
| Tabelle 8)  | Blindproben Maximum                                                | 15 |
| Tabelle 9)  | Blindproben Summe                                                  | 15 |
| Tabelle 10) | MS „tief“, Richtigkeit                                             | 16 |
| Tabelle 11) | MS „tief“, Präzision                                               | 16 |
| Tabelle 12) | MS „tief“, Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in imp/ $\mu$ l | 17 |
| Tabelle 13) | MS „tief“, Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in log(imp/ml)  | 17 |
| Tabelle 14) | Regressionsparameter MS „tief“                                     | 18 |
| Tabelle 15) | MS „hoch“, Richtigkeit                                             | 18 |
| Tabelle 16) | MS „hoch“, Präzision                                               | 19 |
| Tabelle 17) | MS „hoch“, Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in imp/ $\mu$ l | 19 |
| Tabelle 18) | MS „hoch“, Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in log(imp/ml)  | 20 |
| Tabelle 19) | Regressionsparameter MS „hoch“                                     | 20 |
| Tabelle 20) | Pilotproben, Präzision                                             | 21 |
| Tabelle 21) | Beurteilte Kriterien und Übertretungen der Toleranzwerte           | 21 |
| Tabelle 22) | Datensätze und Anzahl Übertretungen                                | 22 |
| Tabelle 23) | Datensätze pro Lieferung, MS „hoch“ und MS „tief“                  | 24 |
| Tabelle 24) | Datensätze pro Lieferungsperiode, Blind- und Pilotproben“          | 25 |
| Tabelle 25) | Erfüllen der Anforderungen, Kriterien                              | 26 |
| Tabelle 26) | Abhängigkeit der Beurteilungskriterien, Korrelationsmatrix         | 27 |
| Tabelle 27) | Erfüllen der Anforderungen, Gerät                                  | 28 |

## 0.3 Verzeichnis der Abbildungen

|          |                                                                       |    |
|----------|-----------------------------------------------------------------------|----|
| Abb. 1)  | Blindproben 2002, Maxima und Summen                                   | 32 |
| Abb. 2)  | Blindproben 2002, Erster bis fünfter Tageswert                        | 33 |
| Abb. 3)  | MS „tief“ und MS „hoch“, Häufigkeitsverteilungen der Tagesmittelwerte | 34 |
| Abb. 4)  | MS Mittelwerte pro Lieferung                                          | 35 |
| Abb. 5)  | Sollwerte und Mittelwerte                                             | 36 |
| Abb. 6)  | Relative Standardabweichungen                                         | 37 |
| Abb. 7)  | Sicherheitszonen, Reproduzierbarkeit und Wiederholbarkeit             | 38 |
| Abb. 8)  | Richtigkeit und Präzision, Toleranzfeld, erste Jahreshälfte           | 39 |
| Abb. 9)  | Richtigkeit und Präzision, Toleranzfeld, zweite Jahreshälfte          | 40 |
| Abb. 10) | Richtigkeit und Präzision, Toleranzfeld, pro Gerät                    | 41 |
| Abb. 11) | MS „tief“ und MS „hoch“, Regression zum Sollwert                      | 42 |
| Abb. 12) | MS „tief“ und MS „hoch“, Gegenüberstellung, erste Jahreshälfte        | 43 |
| Abb. 13) | MS „tief“ und MS „hoch“, Gegenüberstellung zweite Jahreshälfte        | 44 |
| Abb. 14) | MS „tief“ und MS „hoch“, Gegenüberstellung, pro Gerät                 | 45 |
| Abb. 15) | Richtigkeit und Präzision, Hufner MS und Pilotproben                  | 46 |
| Abb. 16) | Pilotproben, Häufigkeitsverteilung und Abhängigkeit vom CV            | 47 |
| Abb. 17) | Übertretungen der Toleranzwerte                                       | 48 |
| Abb. 18) | Klassierung der Geräte bezüglich Richtigkeit und Präzision            | 49 |

# BactoScan-8000-Keimzähl-Geräte

## QK Prüfstellen MIBD

### Startroutinen 2002

G. Bühlmann, N. Peduto und R. Aebi

Eidgenössische Forschungsanstalt

für Milchwirtschaft (FAM),

Liebelfeld, CH-3003 Bern

#### 1.1 Kurzfassung

Im Jahr 2002 lieferten die sieben Schweizer Qualitäts-Prüfstellen für Verkehrsmilch 1786 Datensätze mit den Aufzeichnungen der Tages-Startroutinen ihrer Keimzählgeräte an die Eidgenössische Zentralstelle MIBD. Von den insgesamt neun Geräten wurde eine detaillierte Auswertung angefertigt zur Dokumentation von Messgenauigkeit, Sicherung des Messniveaus, Einhalten der offiziellen Anforderungen, aber auch zum Aufzeigen der messtechnischen Grenzen und über Verbesserungsmöglichkeiten.

Von jedem Datensatz wurden 7 Kriterien bewertet. 90.7 % der Datensätze erfüllten alle Kriterien; 7.0 % enthielten eine oder mehrer Überschreitungen der Toleranzwerte und 2.3 % enthielten einzelne oder mehrere fehlende oder fehlerhaft aufgezeichnete Daten (Ausreisser). Die 154 Beanstandungen sind nicht gleichmässig auf die verschiedenen Kriterien, Labors, Geräte und Chargen von Standardmilch verteilt.

Die Kriterien «hoch-Präzision» und «Blindwert-Summe» werden ohne grössere Probleme eingehalten: die Übertretungshäufigkeit beträgt jeweils weniger als 1.0 %. Bei «hoch-Richtigkeit», «Blindwert-Maximum» und «tief-Präzision» liegt die Übertretungshäufigkeit tiefer als 1.5 %, bei «tief-Richtigkeit» beträgt sie 1.76 %, und «Pilotproben-Präzision» 2.22 %.

Es gibt deutliche Unterschiede zwischen den Geräten bezüglich der Übertretungshäufigkeit. Im Maximum wurden

von einem Gerät 4.72 % der Kriterien nicht erfüllt, im Durchschnitt waren es 1.25 %, das beste Gerät war beanstandungsfrei. Da es sich ausschliesslich um BactoScan-Geräte Baureihe 8000 der Firma Foss-Electric handelt, sind die Unterschiede wohl weitgehend zurück zu führen auf Bedienung der Geräte, Handhabung der Proben, eventuell auch auf Wartung und technische Betreuung.

Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit sind gesamthaft befriedigend bis gut. Sie sind abhängig vom Keimgehalt: Für Standard «hoch» beträgt RSDr 4.15 und RSDR 6.1; für Standard «tief» 5.23 und 7.03 (alle gemessen in imp/ml). In logarithmierten Einheiten  $\log(\text{imp/ml})$  betragen die entsprechenden Werte 0.326, 0.484, 0.445 und 0.589. Alle diese Parameter sind deutlich besser als im Vorjahr. Die Regressionen zum Sollwert sind gut, die entsprechenden Korrelationskoeffizienten betragen 0.885 für Standard «hoch» und 0.855 für Standard «tief».

Für jedes der 9 Geräte wurde vorgängig ein Sonderheft mit Regelkarten und gerätespezifischen Grafiken angefertigt und den Teilnehmern zugestellt. Obwohl die akkreditierten Labors für Kontrolle und Einhaltung der Toleranzlimiten zuständig sind, erweist sich eine nachträgliche vergleichende und ausführliche Auswertung als unerlässlich. Mit diesem Bericht wird den teilnehmenden Labors die Qualität der Funktionsweise ihrer Geräte bezüglich Messniveau, Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit dokumentiert und attestiert.

## 1.2 Résumé

En 2002, les sept laboratoires CQ de Suisse ont remis à la Centrale fédérale SICL 1786 enregistrements relatifs aux tests de routine de leurs appareils de dénombrements de germes. A partir de ces données qui concernent neuf appareils au total, on a établi une évaluation détaillée sur la précision, le niveau de mesure et le respect des exigences. Cette documentation sert également à donner une image des limites propres aux techniques de mesure et des possibilités d'amélioration.

Pour chaque enregistrement, 7 critères ont été évalués. 90,7 % des enregistrements ont satisfait aux exigences de tous les critères; 7,0 % présentaient un ou plusieurs dépassements des tolérances et 2,3 % comportaient une ou plusieurs données incomplètes ou erronées. Les 154 non-conformités ne sont pas réparties de manière égale en fonction des différents critères, laboratoires, appareils, types d'appareil ou charges de lait de référence.

Les exigences relatives aux critères «précision standard élevé» et «somme échantillon à blanc» ont été respectées sans trop de problèmes: le taux de non-conformité s'élève à chaque fois à moins de 1,0 %. En ce qui concerne les critères «exactitude standard élevé», «maximum échantillon à blanc» et «précision standard bas», le taux de non-conformité atteint moins de 1,5 %, 1,76 % pour «exactitude standard bas» et 2,22 % pour «lait pilote précision».

Des différences considérables sont constatées entre les différents appareils par rapport à la fréquence de non-conformité. Dans le pire des cas, 4,72 % des critères

ne remplissent pas les exigences et dans le meilleur des cas aucune non-conformité n'a été constatée, la moyenne étant de 1,25 %. Etant donné qu'on a utilisé uniquement des appareils BactoScan de la série 8000 de l'entreprise Foss-Electric, les différences sont vraisemblablement liées à la manipulation des appareils, au traitement des échantillons et peut-être également à la maintenance et au support technique.

Dans l'ensemble, la répétabilité et la reproductibilité se révèlent satisfaisantes à bonnes. Elles dépendent de la teneur en germes: pour le standard «élevé», RSDr s'élève à 4,15 et RSDR à 6,1 et pour le standard «bas» à 5,23 et à 7,03 (tous sont mesurés en imp/ml). En unités logarithmiques  $\log(\text{imp/ml})$ , les valeurs correspondantes sont les suivantes: 0,326, 0,484, 0,445 et 0,589. Tous ces paramètres sont nettement meilleurs que l'année précédente. Les régressions jusqu'à la valeur cible sont bonnes, les coefficients de corrélation correspondants s'élevant à 0,885 pour le standard «élevé» et à 0,855 pour le standard «bas».

Un cahier spécifique comprenant les diagrammes de contrôle et les graphiques propres à l'appareil en question a été préalablement établi pour chacun des 9 appareils et remis aux laboratoires concernés. Bien que le contrôle et le respect des valeurs soient de la compétence des laboratoires accrédités, une évaluation comparative et approfondie subséquente est indispensable. Le présent rapport atteste et documente la qualité de fonctionnement, le niveau de mesure, la répétabilité et la reproductibilité des différents appareils utilisés par les laboratoires participants.

Starting routines of the BactoScan-8000-Instruments for detecting TMC in raw milk in 2002

### 1.3 Summary

In 2002 the seven Swiss quality testing laboratories for commercial milk delivered 1786 data sets with the results of the daily starting routines of their instruments for detecting TMC in raw milk to the Swiss federal central office MIBD [Dairy Industry Inspection and Advisory Service]. A detailed evaluation was carried out on the basis of nine instruments in total to document measuring accuracy, safeguarding of measuring level, compliance with official requirements and also technical measuring limits and possible improvements.

7 criteria were assessed from each data set. 90.7 % of data sets fulfilled all criteria; 7.0 % contained one or more occasions when tolerance limits were exceeded and 2.3 % contained single or multiple missing or wrongly recorded data (outliers). The 154 non-conformities are not evenly distributed over the different criteria, laboratories, instruments and batches of standard milk.

The criteria «high-precision» and «blank value-total» are easily complied with: the frequency of non-compliance is less than 1.0 % in each case. In the case of «high-accuracy», «blank value-maximum» and «low-precision», the frequency of non-compliance is less than 1.5 %, whereas it is 1.76 % for «low-accuracy» and 2.22 % for «pilot samples-precision».

There are clear differences in frequency of non-compliance between the instruments. A maximum of 4.72 % of the criteria were not fulfilled by one instrument, the average being 1.25 %, and the best instrument having no non-

conformities. Since we are only dealing with BactoScan 8000 instruments from the firm Foss-Electric, the differences are probably mainly due to operation of the instruments, handling of the samples, and perhaps to servicing and technical support.

Repeatability and reproducibility are satisfactory to good overall. They depend on the cell count: RSDr<sup>1</sup> is 4.15 and RSDR<sup>2</sup> 6.1 for standard «high»; for standard «low», 5.23 and 7.03 (all measured in imp/ml). In logarithmized units log(imp/ml) the corresponding values are 0.326, 0.484, 0.445 and 0.589. All these parameters are clearly better than last year. Regressions to the target value are good, the corresponding correlation coefficients being 0.885 for standard «high» and 0.855 for standard «low».

A special booklet with quality control charts and instrument-specific graphics was first compiled for each of the 9 instruments and given to participants. Although the accredited laboratories are responsible for checking and observance of the tolerance limits, subsequent comparative and detailed evaluation proves to be imperative. This report documents and certifies to the participating laboratories the operating quality of their instruments with regard to measuring level, repeatability and reproducibility.

<sup>1</sup>Relative Standard Deviation of Repeatability

<sup>2</sup>Relative Standard Deviation of Reproducibility

## 1.4 Abkürzungen

|          |                                                                                      |
|----------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| µl       | Volumenangabe: Mikroliter, mm <sup>3</sup>                                           |
| °C       | Temperaturangabe: Grad Celsius                                                       |
| AFEMA    | Arbeitsgruppe zur Förderung von Eutergesundheit und Milchhygiene in den Alpenländern |
| BSC      | Keimzählgerät. Baureihe BactoScan-8000 von Foss-Electric, DK-3400 Hillerød           |
| CQ       | Contrôle de qualité                                                                  |
| CV       | Coefficient of variation, Variationskoeffizient, 100*SD/ME                           |
| FAM      | Eidgenössische Forschungsanstalt für Milchwirtschaft Liebefeld, CH-3003 Bern         |
| imp      | Impulse, Zähleinheit der BactoScan-8000-Geräte in der Schweiz (direct counts)        |
| ISO/IEC  | International Organization for Standardization                                       |
| KbE      | Kolonie- bildende Einheit, ≡ CFU                                                     |
| log      | Dekadischer Logarithmus                                                              |
| MD       | Medianwert, Zentralwert                                                              |
| ME       | Mean, arithmetisches Mittel                                                          |
| MIBD     | Milchwirtschaftliche Inspektions- und Beratungsdienste                               |
| ml       | Volumenangabe: Milliliter, cm <sup>3</sup> , 1000 µl                                 |
| MS       | Milch-Standard von Hufner, D-88239 Wangen im Allgäu                                  |
| N        | Anzahl Einzelwerte, Stichprobenumfang                                                |
| QK       | Qualitäts-Kontrolle                                                                  |
| r        | Präzision, Wiederholbarkeit                                                          |
| R        | Reproduzierbarkeit, Stetigkeit                                                       |
| R/r      | Präzisions-Koeffizient                                                               |
| RSDL     | Relative Standardabweichung der Tages-Datensätze der Geräte, 100*sL/ME               |
| RSDr     | Relative Standardabweichung der Wiederholbarkeit, 100*sr/ME                          |
| RSDR     | Relative Standardabweichung der Reproduzierbarkeit, 100*sR/ME                        |
| SD       | Standard Deviation, Standardabweichung                                               |
| SICL     | Service d'inspection et de consultation en matière d'économie laitière               |
| sL       | Standardabweichung zwischen den Tages-Datensätzen der Geräte, $sL^2 = (sR^2 - sr^2)$ |
| sr       | Standardabweichung der Wiederholbarkeit, r/2.83                                      |
| sR       | Standardabweichung der Reproduzierbarkeit, R/2.83                                    |
| TH-Index | Position zwischen Standard «hoch» und «tief» gemessen als relative Differenz         |
| TMC      | Total Microbial Count, quantifizierte Keimbelastung, «Gesamtkeimzahl»                |
| z-Wert   | Z-Wert, standardisierte Distanz zum Mittelwert, $(x - ME) / SD$                      |

Dezimalstellen werden mit einem Dezimalpunkt abgetrennt.  
Dezimalkommata werden nur im französischsprachigen Résumé verwendet.

## 2. Einführung

Die QK-Prüfstellen, welche die Keimbelastung der Rohmilch im Rahmen der Qualitätsbezahlung beurteilen, müssen die korrekte Funktionsweise ihrer Geräte regelmässig attestieren, indem sie bei der täglichen In-Betrieblnahme die Resultate der „Startroutinen“ aufzeichnen. Dies ist eine Abfolge von vorgeschriebenen Messungen, die erfolgreich durchgeführt werden muss, bevor der Routinebetrieb aufgenommen werden darf.

Dieser Bericht zeigt die Leistungen der Geräte im Jahr 2002.

### 2.1 Vorgaben

Für die Beurteilung der Keimbelastung der Rohmilch bestehen in der Schweiz verbindliche Vorschriften, insbesondere die Milchqualitätsverordnung MQV vom 7. Dezember 1998 und die Weisung der Eidgenössische Zentralstelle MIBD vom 9. Januar 2002 „Über die Untersuchung der Proben und die Analyseverfahren bei der Qualitätskontrolle der Verkehrsmilch“.

Die Registrierung der Keimbelastung in direkten Geräteeinheiten (imp/μl) ist für die Qualitätsbezahlung in der Schweiz verbindlich. Es findet keine Umrechnung oder Konversion in KbE oder andere indirekte Einheiten statt. Es ist also wichtig, dass die Messgeräte korrekt und einheitlich abgestimmt sind.

Auf übernationaler Ebene gilt für die Länder der AFEMA der „Qualitätsleitfaden mit Empfehlungen zum Betrieb von Routine-Untersuchungsgeräten in Rohmilch-Prüfungslaboratorien“ (Ausgabe Oktober 2000).

Der Gerätehersteller, Foss Electric, DK-3400 Hillerød, schreibt ausserdem eine Serie von Massnahmen vor, die als Voraussetzung für den korrekten Routinebetrieb durchgeführt und dokumentiert werden müssen.

Die Weisung der Zentralstelle verlangt namentlich die Durchführung folgender Messungen und die Berichterstattung der Ergebnisse:

- 5 Messungen des Blindwerts
- 5 Messungen von Hufner MS «tief»
- 5 Messungen von Hufner MS «hoch»
- 5 Messungen der Pilotprobe, einer laborinternen stabilisierten Kontrollmilch.

Die einzelnen Messungen werden jeweils unmittelbar nacheinander ausgeführt. Jedes Labor kontrolliert die Startroutinen im Rahmen seiner Qualitätsüberwachung. Es besteht Meldepflicht an die Eidgenössische Zentralstelle.

Im Bericht werden die Geräte mit einem Code bezeichnet, sie sind damit für Aussehenstehende nicht erkennbar. Den Laborleitern werden die Codes ihrer Geräte in einem separaten Begleitbrief mitgeteilt.

### 2.2 Zielsetzung

Die Auswertung soll zeigen, wie gut die Qualitätsanforderungen von den Schweizer QK-Prüfstellen eingehalten wurden, sie soll Schwachstellen aufdecken, Verbesserungsbemühungen auslösen und Vertrauen schaffen. Ausserdem dient sie zur Beurteilung der verwendeten Prüfmittel, Prüfmethode und Vorschriften.

Eine jährliche Übersicht ermöglicht Vergleiche zwischen Geräten, Prüfstellen sowie die Berechnung von wichtigen Kennzahlen bezüglich Richtigkeit, Wiederholbarkeit (r, RSDr) und Reproduzierbarkeit (R, RSDR). Ausserdem kann die Eignung und die Stabilität des Hufner-MS überprüft und dokumentiert werden.

Für jedes Gerät wurde ein separates Heft mit dem vollständigen Satz von Regelkarten und Grafiken zusammen gestellt und den Prüfstellenleitern im Februar 2003 ausgeliefert. Darin sind die Ergebnisse der Messungen der Blindproben, von Standard «tief» und Standard «hoch»,

sowie der Pilotproben im Rahmen der Startroutinen festgehalten, sodass die kritischen Phasen der einzelnen Geräte erkannt werden können. Die Prüfstellen hatten Gelegenheit, allfällige Fehler und Missverständnisse bei der Datenübermittlung zu erkennen und gegebenenfalls zu korrigieren.

3. Material und Methoden

3.1 Hüfner MS im Jahr 2001

Die Firma A. Hüfner, Milk Standard Service, D-88239 Wangen im Allgäu, produziert alle vier Wochen eine Lieferung, bestehend aus einem Standard «tief» und einem Standard «hoch». Im Jahr 2002 wurden 13 Lieferungen herausgegeben. Die Sollwerte der Berichtsperiode sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Die Lieferung 02MS12 wurde am 21. November zunächst etwas tiefer deklariert, nämlich 189 und 359.10 mit einer Relation von 1.90. In der vorliegenden Auswertung wird ausschliesslich der korrigierte Wert vom 2. Dezember verwendet.

Tabelle 1: Sollwerte Hüfner MS 2002 in imp/µl

| Lieferung | "tief" | Relation | "hoch" |
|-----------|--------|----------|--------|
| 01MS12    | 188    | 1.85     | 347.80 |
| 01MS13    | 187    | 2.00     | 374.00 |
| 02MS01    | 181    | 1.90     | 343.90 |
| 02MS02    | 162    | 2.25     | 364.50 |
| 02MS03    | 182    | 1.60     | 291.20 |
| 02MS04    | 166    | 1.95     | 323.70 |
| 02MS05    | 182    | 1.75     | 318.50 |
| 02MS06    | 150    | 1.70     | 255.00 |
| 02MS07    | 165    | 1.90     | 313.50 |
| 02MS08    | 165    | 2.15     | 354.75 |
| 02MS09    | 226    | 1.75     | 395.50 |
| 02MS10    | 207    | 1.95     | 403.65 |
| 02MS11    | 193    | 1.90     | 366.70 |
| 02MS12k   | 195    | 1.90     | 370.50 |
| 02MS13    | 164    | 2.00     | 328.00 |

3.2 Labors und Geräte

An den Messungen waren 7 Laboratorien mit 9 Geräten beteiligt. Es sind ausschliesslich Prüfstellen der Qualitätskontrolle MIBD (Tabelle 2)

Bei den Geräten handelt es sich ausschliesslich um Foss-Fabrikate der Baureihe BactoScan-8000. Alle Labors verfügen über die Software GS2000 zur

automatischen Übertragung der Daten. Die Resultate werden in Geräteeinheiten als fluoreszenzoptisch registrierte «BactoScan-8000-Impulse pro Mikroliter (imp /µl) registriert. Für gewisse Berechnungen, insbesondere Vergleichbarkeit mit anderen Untersuchungssystemen werden auch „imp /ml» oder „log(imp/ml)» verwendet.

Tabelle 2:  
Die beteiligten Prüfstellen

| Prüfstelle               | Ort                 | Telefon         |
|--------------------------|---------------------|-----------------|
| AZZ                      | CH-6300 Zug         | +41 41 725 3241 |
| LAAF Fribourg-Valais     | CH-1725 Grangeneuve | +41 26 305 5746 |
| MIBD St.Gallen-Appenzell | CH-9230 Flawil      | +41 71 394 5313 |
| MIBD Thurgau             | CH-8570 Weinfelden  | +41 716 22 2066 |
| MIBD Zentralschweiz      | CH-6032 Emmen       | +41 41 269 2330 |
| MLZ Bern                 | CH-3052 Zollikofen  | +41 31 919 3366 |
| SRICL Vaud-Genève        | CH-1510 Moudon      | +41 21 905 8131 |

3.3 Übermittlung und Bearbeitung der Messergebnisse

Durchführung und Überwachung der Messungen, Aufzeichnung der Resultate und Übermittlung mit dem Software-Programm GS2000 werden in den Qualitätshandbüchern der Laboratorien beschrieben. Jeder elektronisch erfasste Datensatz enthält das Signet des jeweils verantwortlichen Prüfleiters.

Die Aufzeichnungen pro Tag und Gerät werden zu einer Datei im ASCII-Format zusammengefasst, an die Eidgenössische Zentralstelle MIBD übermittelt und dort in einer Datenbank gespeichert, zu der nur ein „read-only“ - Zugriff besteht. Zur Bearbeitung werden die Zahlen und Anmerkungen in ein SYSTAT9-Daten-File eingelesen und mit eigens angefertigten Befehlssequenzen (Command-Files) ausgewertet.

Jedes Record enthält pro Tag und Gerät die Resultate der letzten fünf Blindproben, fünf Einzelresultate für Standard «tief», Standard «hoch» und die Pilotproben. Ausserdem sind die Spezifikationen der Standard-Lieferung, Sollwerte, Prüfdatum und Signet des verantwortlichen Prüfleiters festgehalten,

Aus den Einzelresultaten werden Maximalwerte, Summen, Mittelwerte und Variationskoeffizienten berechnet, mit denen beurteilt werden kann, ob die vorgegebenen Anforderungen erfüllt sind. Alle MS-Mittelwerte werden zudem in Prozent ihres jeweiligen Sollwerts umgerechnet. Zur Beurteilung gelten die folgenden 7 Anforderungen:

Tabelle 3: Prüfkriterien und Anforderungen an die Startroutinen

| Kriterium             | Anforderung                                                                                                                                |
|-----------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Blindproben Maximum   | Keine der Blindmessungen darf mehr als 20 imp/µl aufweisen                                                                                 |
| Blindproben Summe     | Die fünf Blindmessungen dürfen im Durchschnitt nicht mehr als 10 imp/µl aufweisen, die Summe darf also nicht mehr als 50 imp/5 µl betragen |
| "tief" Richtigkeit    | Der Durchschnittswert für Hüfner MS "tief" darf nicht mehr als 15 % vom Sollwert abweichen                                                 |
| "tief" Präzision      | Der relative Variationskoeffizient für Hüfner MS "tief" darf nicht mehr als 10 % betragen                                                  |
| "hoch" Richtigkeit    | Der Durchschnittswert für Hüfner MS "hoch" darf nicht mehr als 15 % vom Sollwert abweichen                                                 |
| "hoch" Präzision      | Der relative Variationskoeffizient für Hüfner MS "hoch" darf nicht mehr als 10 % betragen                                                  |
| Pilotproben Präzision | Der relative Variationskoeffizient für die Pilotproben darf nicht mehr als 10 % betragen                                                   |

Diese Anforderungen richten sich nach den Vorschriften der Eidgenössischen Zentralstelle MIBD vom 11. November 1998: «Weisung über die Untersuchung der Proben und die Analysenverfahren bei der Qualitätskontrolle der Ver-

kehrsmilch». Die Regelung betreffend Blindproben entspricht dem «Qualitätsleitfaden für den Betrieb von Routine-Untersuchungsgeräten in Rohmilch-Prüfungslaboratorien der AFEMA» (Ausgabe Oktober 2000).

4. Resultate

Es liegen 1786 Datensätze mit Resultaten der Tages-Startroutinen aus dem Jahre 2002 vor. Beteiligt sind 9 Geräte und 15 Lieferungen (Tabelle 4).

4.1 Teilnahme

Pro Gerät liegen zwischen 37 und 237 Datensätze vor (Tabelle 4). Geräte BSC01 wurde Ende Februar (letzter Datensatz 26. Februar) aus dem Dienst

genommen. Die anderen Geräte waren demzufolge pro Woche durchschnittlich zwischen 3.3 bis 4.6 Tage im Betrieb.

Tabelle 4:  
Datensätze pro Ge-  
rät und Lieferung

| GERAET | BSC01 | BSC11 | BSC21 | BSC31 | BSC51 | BSC52 | BSC81 | BSC91 | BSC92 | Total |
|--------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 01MS12 | 2     | 0     | 5     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 7     |
| 01MS13 | 17    | 12    | 12    | 14    | 24    | 24    | 11    | 12    | 12    | 138   |
| 02MS01 | 18    | 14    | 10    | 23    | 9     | 9     | 12    | 22    | 22    | 139   |
| 02MS02 | 0     | 14    | 26    | 12    | 19    | 19    | 21    | 15    | 15    | 141   |
| 02MS03 | 0     | 12    | 9     | 18    | 19    | 19    | 18    | 17    | 17    | 129   |
| 02MS04 | 0     | 9     | 17    | 24    | 18    | 18    | 18    | 19    | 19    | 142   |
| 02MS05 | 0     | 15    | 19    | 18    | 18    | 18    | 17    | 19    | 19    | 143   |
| 02MS06 | 0     | 14    | 12    | 16    | 20    | 20    | 16    | 18    | 18    | 134   |
| 02MS07 | 0     | 14    | 16    | 20    | 17    | 17    | 12    | 18    | 18    | 132   |
| 02MS08 | 0     | 13    | 15    | 25    | 17    | 17    | 20    | 18    | 18    | 143   |
| 02MS09 | 0     | 15    | 16    | 16    | 18    | 18    | 17    | 20    | 20    | 140   |
| 02MS10 | 0     | 14    | 18    | 11    | 18    | 18    | 16    | 18    | 18    | 131   |
| 02MS11 | 0     | 15    | 13    | 18    | 19    | 19    | 31    | 13    | 13    | 141   |
| 02MS12 | 0     | 12    | 16    | 13    | 20    | 20    | 3     | 20    | 20    | 124   |
| 02MS13 | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 1     | 0     | 0     | 0     | 2     |
| Total  | 37    | 173   | 204   | 228   | 237   | 237   | 212   | 229   | 229   | 1786  |

4.2 Vollständigkeit, Ausreisser

Die Mittelwerte von Standard «tief» und Standard «hoch, sowie die dazugehörigen Variationskoeffizienten wurden einer einfachen Varianzanalyse unterworfen und die Abweichung vom Erwartungswert (z-Wert der Residuen) berechnet. Die erkannten Ausreisser wurden registriert und aus der weiteren Auswertung entfernt. Es wurden keine Einzelwerte entfernt, sondern jeweils der ganze Satz aus fünf Einzelmessungen. Der Vorgang wurde zwei Mal wiederholt.

Tabelle 5 zeigt die 19 entfernten Ausreisser. Sie stammen aus 19 Datensätzen von 7 verschiedenen Geräten. Aufgezeichnet wurden die dazugehörigen z-Werte vor Entfernung der Zahlenwerte.

Vereinzelt waren die Daten unvollständig. Der Anteil der Datensätze mit fehlenden Kriterien (inklusive Ausreissern) ist variabel, wie aus Tabelle 6 hervorgeht.

Tabelle 5: Erkannte und entfernte Ausreisser  
z-Werte vor der Entfernung, Ausscheidungsrunde (1 oder (2

| GERAET    | LIEFERUNG | DATUM      | "hoch"<br>Richtigkeit | "hoch"<br>Präzision | "tief"<br>Richtigkeit | "tief"<br>Präzision | Pilot<br>Präzision |
|-----------|-----------|------------|-----------------------|---------------------|-----------------------|---------------------|--------------------|
| BSC11     | 02MS08    | 2002-08-15 |                       |                     |                       |                     | 4.709 (2           |
| BSC11     | 02MS09    | 2002-09-10 |                       |                     |                       |                     | 5.757 (1           |
| BSC21     | 02MS02    | 2002-03-19 | -4.536 (2             |                     |                       |                     |                    |
| BSC21     | 02MS02    | 2002-03-20 | -4.728 (1             |                     |                       |                     |                    |
| BSC21     | 02MS02    | 2002-03-21 | -4.916 (1             |                     |                       |                     |                    |
| BSC21     | 02MS09    | 2002-10-01 |                       |                     |                       | 8.639 (1            |                    |
| BSC31     | 02MS13    | 2002-01-07 |                       |                     |                       |                     | 5.649 (1           |
| BSC31     | 02MS03    | 2002-03-19 |                       |                     |                       | 4.890 (1            |                    |
| BSC31     | 02MS04    | 2002-05-28 |                       |                     | 4.920 (1              |                     |                    |
| BSC31     | 02MS05    | 2002-06-12 |                       |                     | -4.482 (1             |                     |                    |
| BSC31     | 02MS05    | 2002-06-13 | -4.442 (2             |                     |                       |                     |                    |
| BSC51     | 02MS02    | 2002-02-21 |                       |                     |                       | 4.622 (2            |                    |
| BSC51     | 02MS02    | 2002-02-27 |                       |                     |                       |                     | 5.777 (1           |
| BSC51     | 02MS08    | 2002-08-20 |                       |                     |                       |                     | 6.271 (1           |
| BSC52     | 02MS08    | 2002-08-19 |                       |                     |                       |                     | 5.860 (1           |
| BSC52     | 02MS11    | 2002-11-20 |                       |                     |                       | 5.629 (1            |                    |
| BSC81     | 02MS05    | 2002-06-06 |                       |                     | 5.466 (1              |                     |                    |
| BSC81     | 02MS06    | 2002-07-01 |                       |                     |                       | 10.971 (1           |                    |
| BSC92     | 02MS09    | 2002-09-09 |                       |                     |                       | 4.668 (1            |                    |
| Anzahl (1 |           |            | 2                     | 0                   | 3                     | 5                   | 5                  |
| Anzahl (2 |           |            | 2                     | 0                   | 0                     | 1                   | 1                  |
| Anzahl    |           |            | 4                     | 0                   | 3                     | 6                   | 6                  |

Tabelle 6: Anzahl Datensätze pro Gerät mit einem oder mehreren fehlenden Kriterien (inklusive Ausreisser)

| fehlende Kriterien | BSC01 | BSC11 | BSC21 | BSC31 | BSC51 | BSC52 | BSC81 | BSC91 | BSC92 | Total |
|--------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 5                  | 1     | 1     | 0     | 0     | 4     | 3     | 0     | 7     | 4     | 20    |
| 4                  | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     |
| 3                  | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 0     | 1     |
| 2                  | 0     | 0     | 4     | 4     | 1     | 1     | 2     | 0     | 1     | 13    |
| 1                  | 0     | 2     | 1     | 1     | 2     | 1     | 0     | 0     | 0     | 7     |
| mit                | 1     | 3     | 5     | 5     | 7     | 6     | 2     | 7     | 5     | 41    |
| ohne               | 36    | 170   | 199   | 223   | 230   | 231   | 210   | 222   | 224   | 1745  |
| Total              | 37    | 173   | 204   | 228   | 237   | 237   | 212   | 229   | 229   | 1786  |

4.3 Blindproben

Jeder Datensatz enthält die fünf Einzelergebnisse der letzten Blindproben, welche vor den Standard-Messungen vorgenommen wurden. Messeinheit sind die imp/µl als ganzzahlige Einheiten. In Tabelle 7 sind alle Blindmessungen nach zunehmendem Wert zusammengestellt, Klassengröße ist 1 imp/µl.

Tabelle 7:  
Blindproben klassiert nach Labor und zunehmendem Wert

| imp/µl     | BSC01 | BSC11 | BSC21 | BSC31 | BSC51 | BSC52 | BSC81 | BSC91 | BSC92 | Total |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0          | 13    | 85    | 1     | 6     | 28    | 65    | 17    | 41    | 50    | 306   |
| 1          | 48    | 225   | 35    | 86    | 79    | 298   | 133   | 36    | 175   | 1115  |
| 2          | 57    | 233   | 111   | 177   | 189   | 318   | 229   | 131   | 271   | 1716  |
| 3          | 23    | 138   | 156   | 175   | 237   | 215   | 223   | 210   | 229   | 1606  |
| 4          | 9     | 42    | 91    | 76    | 113   | 67    | 97    | 108   | 82    | 685   |
| 5          | 14    | 59    | 198   | 165   | 193   | 94    | 140   | 213   | 131   | 1207  |
| 6          | 8     | 43    | 148   | 112   | 128   | 60    | 59    | 159   | 88    | 805   |
| 7          | 7     | 20    | 101   | 87    | 87    | 38    | 59    | 104   | 53    | 556   |
| 8          | 2     | 4     | 36    | 38    | 38    | 6     | 14    | 46    | 24    | 208   |
| 9          | 4     | 5     | 58    | 53    | 43    | 14    | 27    | 66    | 30    | 300   |
| 10         | 0     | 4     | 35    | 34    | 23    | 4     | 13    | 31    | 12    | 156   |
| 11         | 0     | 3     | 6     | 16    | 7     | 1     | 3     | 0     | 0     | 36    |
| 12         | 0     | 1     | 15    | 19    | 8     | 1     | 6     | 0     | 0     | 50    |
| 13         | 0     | 0     | 13    | 19    | 4     | 1     | 3     | 0     | 0     | 40    |
| 14         | 0     | 1     | 4     | 18    | 2     | 0     | 3     | 0     | 0     | 28    |
| 15         | 0     | 0     | 1     | 6     | 1     | 1     | 2     | 0     | 0     | 11    |
| 16         | 0     | 0     | 3     | 10    | 2     | 1     | 2     | 0     | 0     | 18    |
| 17         | 0     | 0     | 3     | 18    | 1     | 0     | 2     | 0     | 0     | 24    |
| 18         | 0     | 0     | 3     | 9     | 1     | 1     | 2     | 0     | 0     | 16    |
| 19         | 0     | 0     | 1     | 3     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 5     |
| 20         | 0     | 0     | 1     | 5     | 0     | 0     | 2     | 0     | 0     | 8     |
| 21         | 0     | 0     | 0     | 3     | 0     | 0     | 4     | 0     | 0     | 7     |
| 22         | 0     | 0     | 0     | 2     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 3     |
| 23         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 24         | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 2     | 0     | 0     | 3     |
| 25         | 0     | 1     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 2     |
| 28         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 29         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 30         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 31         | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 2     | 0     | 0     | 3     |
| 33         | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 2     |
| 35         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 3     | 0     | 0     | 3     |
| 36         | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 1     | 0     | 0     | 2     |
| 37         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 39         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 41         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 44         | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| 64         | 0     | 1     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     |
| Total      | 185   | 865   | 1020  | 1140  | 1185  | 1185  | 1060  | 1145  | 1145  | 8930  |
| Minimum    | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     |
| Median     | 2.000 | 2.000 | 5.000 | 5.000 | 4.000 | 2.000 | 3.000 | 5.000 | 3.000 | 3.000 |
| Maximum    | 9     | 64    | 20    | 33    | 36    | 18    | 44    | 10    | 10    | 64    |
| Summe      | 486   | 2231  | 5512  | 6469  | 5254  | 3242  | 4663  | 5379  | 3868  | 37104 |
| Mittelwert | 2.627 | 2.579 | 5.404 | 5.675 | 4.434 | 2.736 | 4.399 | 4.698 | 3.378 | 4.155 |
| SD         | 2.063 | 3.006 | 2.929 | 4.28  | 2.773 | 2.103 | 4.784 | 2.373 | 2.246 | 3.336 |
| CV         | 0.785 | 1.165 | 0.542 | 0.754 | 0.625 | 0.769 | 1.087 | 0.505 | 0.665 | 0.803 |

4.3.1 Maxima

1764 Datensätze erfüllen die Anforderung an «Blindproben-Maximum», die in Tabelle 3 festgehalten ist. Die fehlbaren Datensätze gehören zu 4 der 9 Geräte, sie sind in Tabelle 8 zusammengestellt, sortiert nach abnehmender Beanstandungsquote.

| Kriterium     | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|---------------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| Blind Maximum | BSC81 | 0    | 201     | 11      | 212   | 5.19    |
| Blind Maximum | BSC31 | 0    | 220     | 8       | 228   | 3.51    |
| Blind Maximum | BSC11 | 0    | 171     | 2       | 173   | 1.16    |
| Blind Maximum | BSC51 | 0    | 236     | 1       | 237   | 0.42    |
| Blind Maximum | BSC01 | 0    | 37      | 0       | 37    | 0.00    |
| Blind Maximum | BSC21 | 0    | 204     | 0       | 204   | 0.00    |
| Blind Maximum | BSC52 | 0    | 237     | 0       | 237   | 0.00    |
| Blind Maximum | BSC91 | 0    | 229     | 0       | 229   | 0.00    |
| Blind Maximum | BSC92 | 0    | 229     | 0       | 229   | 0.00    |
| Blind Maximum | Total | 0    | 1764    | 22      | 1786  | 1.23    |

Tabelle 8:  
Blindproben-  
Maximum

In Abbildung 1, obere Grafik, sind die Resultate der einzelnen Geräte als Boxplots dargestellt

4.3.2 Summen

Die Anforderung an die Summe der Blindproben-Messungen wurde 14 Mal überschritten, wobei fünf der neun Geräte te beanstandungsfrei sind. (Tabelle 9, Abb.1, untere Grafik).

| Kriterium   | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|-------------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| Blind Summe | BSC81 | 0    | 202     | 10      | 212   | 4.72    |
| Blind Summe | BSC31 | 0    | 226     | 2       | 228   | 0.88    |
| Blind Summe | BSC11 | 0    | 172     | 1       | 173   | 0.58    |
| Blind Summe | BSC51 | 0    | 236     | 1       | 237   | 0.42    |
| Blind Summe | BSC52 | 0    | 237     | 0       | 237   | 0.00    |
| Blind Summe | BSC91 | 0    | 229     | 0       | 229   | 0.00    |
| Blind Summe | BSC92 | 0    | 229     | 0       | 229   | 0.00    |
| Blind Summe | BSC21 | 0    | 204     | 0       | 204   | 0.00    |
| Blind Summe | BSC01 | 0    | 37      | 0       | 37    | 0.00    |
| Blind Summe | Total | 0    | 1772    | 14      | 1786  | 0.78    |

Tabelle 9:  
Blindproben  
Summe

In Abbildung 2 ist ersichtlich, dass bei einigen Geräten eine Tendenz zu höheren Messwerten zu Beginn der Messreihe besteht, das heisst, Tageswerte 1 und 2 sind in der Regel leicht höher als Tageswerte 3, 4 und 5.

4.4 MS «tief»

Der Standard «tief» weist in der Regel einen Sollwert von weniger als 250 imp/µl auf (Tabelle 1, Abbildungen 5). Dieser Messbereich ist bedeutungsvoll, denn die obere Toleranzlimite der Qualitätsstufe 1 für Keimbelastung der Verkehrsmilch beträgt 200 imp/µl.

4.4.1 Richtigkeit

Im Durchschnitt des Jahres 2002 erreichten die Messungen 99.27 % des Sollwerts, die Standardabweichung betrug 6.08: Es gibt Unterschiede von Lieferung zu Lieferung (Abbildungen 4, 5, 8 bis 10 und 12 bis 14) und von Gerät zu Gerät (Abbildung 15). Die Anforderung an die Richtigkeit von Standard «tief» wird von den Geräten zu über 98.2 % eingehalten. Bei vier Geräten wurde nie eine Überschreitung des Toleranzwerts festgestellt (Tabelle 10).

Tabelle 10:  
MS "tief", Richtig-  
keit

| Kriterium          | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|--------------------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| "tief" Richtigkeit | BSC31 | 3    | 206     | 19      | 228   | 8.44    |
| "tief" Richtigkeit | BSC11 | 1    | 168     | 4       | 173   | 2.33    |
| "tief" Richtigkeit | BSC81 | 2    | 206     | 4       | 212   | 1.90    |
| "tief" Richtigkeit | BSC21 | 1    | 200     | 3       | 204   | 1.48    |
| "tief" Richtigkeit | BSC92 | 5    | 223     | 1       | 229   | 0.45    |
| "tief" Richtigkeit | BSC01 | 1    | 36      | 0       | 37    | 0.00    |
| "tief" Richtigkeit | BSC51 | 5    | 232     | 0       | 237   | 0.00    |
| "tief" Richtigkeit | BSC52 | 4    | 233     | 0       | 237   | 0.00    |
| "tief" Richtigkeit | BSC91 | 7    | 222     | 0       | 229   | 0.00    |
| "tief" Richtigkeit | Total | 29   | 1726    | 31      | 1786  | 1.76    |

4.4.2 Präzision

Der Durchschnittswert des CV beträgt beim Standard «tief» 5.49 %. Die Anzahl Überschreitungen der Anforderung für Präzision (Wiederholbarkeit) ist in Tabelle 11 und Abbildung 17 zusam-

mengestellt. Auf den Abbildungen 4, 5, 6 und 7 ist der zeitliche Verlauf ersichtlich, auf den Abbildungen 8 bis 10 die Abhängigkeit zur Richtigkeit.

Tabelle 11:  
MS "tief", Präzision

| Kriterium        | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|------------------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| "tief" Präzision | BSC31 | 3    | 214     | 11      | 228   | 4.89    |
| "tief" Präzision | BSC11 | 1    | 164     | 8       | 173   | 4.65    |
| "tief" Präzision | BSC01 | 1    | 35      | 1       | 37    | 2.78    |
| "tief" Präzision | BSC51 | 5    | 229     | 3       | 237   | 1.29    |
| "tief" Präzision | BSC81 | 2    | 208     | 2       | 212   | 0.95    |
| "tief" Präzision | BSC52 | 4    | 232     | 1       | 237   | 0.43    |
| "tief" Präzision | BSC21 | 1    | 203     | 0       | 204   | 0.00    |
| "tief" Präzision | BSC91 | 7    | 222     | 0       | 229   | 0.00    |
| "tief" Präzision | BSC92 | 5    | 224     | 0       | 229   | 0.00    |
| "tief" Präzision | Total | 29   | 1731    | 26      | 1786  | 1.48    |

4.4.3 Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit

Die Werte für r und R, die Standardabweichungen sL, sr, sR und die relativen Standardabweichungen RSDL, RSDr und RSDR, sowie der Präzisionskoeffizient R/r wurden nach Entfernung der Ausreisser (Tabelle 5) für jede einzelne Lieferung berechnet. Die Kurvenzüge sind in den Abbildungen 6 und 7 dargestellt.

Die Effekte der Untersuchungstage wurden mit den Effekten der Geräte im Parameter sL zusammengefasst; sr umfasst die gepoolte Streuung innerhalb der einzelnen Datensätze pro Tag und Gerät, während sR die Gesamtstreuung pro MS «tief» - Lieferung darstellt.

| LIEFERUNG | LABS   | N   | ME     | SL   | Sr   | SR    | RSDL | RSDr | RSDR | r     | R     | R/r   |
|-----------|--------|-----|--------|------|------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 01MS12    | 7      | 35  | 177.5  | 4.8  | 8.9  | 10.1  | 2.7  | 5.0  | 5.7  | 25.2  | 28.6  | 1.136 |
| 01MS13    | 132    | 660 | 178.6  | 8.3  | 10.5 | 13.4  | 4.7  | 5.9  | 7.5  | 29.7  | 37.9  | 1.277 |
| 02MS01    | 137    | 685 | 177.2  | 10.1 | 10.6 | 14.6  | 5.7  | 6.0  | 8.2  | 29.9  | 41.3  | 1.383 |
| 02MS02    | 139    | 695 | 163.2  | 9.0  | 10.0 | 13.5  | 5.5  | 6.1  | 8.3  | 28.4  | 38.2  | 1.346 |
| 02MS03    | 128    | 640 | 179.7  | 8.4  | 10.6 | 13.6  | 4.7  | 5.9  | 7.5  | 30.1  | 38.3  | 1.273 |
| 02MS04    | 141    | 705 | 167.5  | 8.4  | 9.7  | 12.8  | 5.0  | 5.8  | 7.6  | 27.5  | 36.2  | 1.319 |
| 02MS05    | 141    | 705 | 186.1  | 9.3  | 11.2 | 14.5  | 5.0  | 6.0  | 7.8  | 31.6  | 41.1  | 1.300 |
| 02MS06    | 130    | 650 | 150.8  | 8.7  | 9.3  | 12.7  | 5.8  | 6.2  | 8.5  | 26.3  | 36.0  | 1.369 |
| 02MS07    | 130    | 650 | 162.2  | 7.5  | 9.9  | 12.4  | 4.6  | 6.1  | 7.7  | 28.1  | 35.2  | 1.252 |
| 02MS08    | 143    | 715 | 169.0  | 10.7 | 10.0 | 14.7  | 6.4  | 5.9  | 8.7  | 28.2  | 41.5  | 1.471 |
| 02MS09    | 134    | 670 | 220.4  | 10.7 | 11.3 | 15.6  | 4.9  | 5.1  | 7.1  | 32.0  | 44.1  | 1.379 |
| 02MS10    | 131    | 655 | 205.6  | 9.6  | 11.1 | 14.7  | 4.7  | 5.4  | 7.1  | 31.4  | 41.6  | 1.322 |
| 02MS11    | 139    | 695 | 191.2  | 8.6  | 11.2 | 14.1  | 4.5  | 5.9  | 7.4  | 31.7  | 39.9  | 1.260 |
| 02MS12    | 123    | 615 | 188.3  | 10.0 | 10.5 | 14.5  | 5.3  | 5.6  | 7.7  | 29.7  | 41.1  | 1.383 |
| 02MS13    | 2      | 10  | 170.8  | 8.5  | 4.8  | 9.8   | 5.0  | 2.8  | 5.7  | 13.6  | 27.6  | 2.030 |
| 2002      | Mittel |     | 168.01 | 8.29 | 9.35 | 12.56 | 4.66 | 5.23 | 7.03 | 26.46 | 35.54 | 1.281 |

Tabelle 12: MS "tief", Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in imp/µl

Bei einigen internationalen Testsystemen wird mit logarithmierten Einheiten gerechnet, was numerisch zu deutlich

anderen Ergebnissen führt. Tabelle 13 ist die Zusammenstellung der Resultate in logarithmierter Form.

| LIEFERUNG | LABS   | N   | ME    | SL    | Sr    | SR    | RSDL  | RSDr  | RSDR  | r     | R     | R/r   |
|-----------|--------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 01MS12    | 7      | 35  | 5.249 | 0.012 | 0.022 | 0.025 | 0.221 | 0.416 | 0.471 | 0.062 | 0.070 | 1.133 |
| 01MS13    | 132    | 660 | 5.251 | 0.020 | 0.026 | 0.033 | 0.390 | 0.486 | 0.623 | 0.072 | 0.093 | 1.282 |
| 02MS01    | 137    | 685 | 5.247 | 0.025 | 0.026 | 0.036 | 0.478 | 0.489 | 0.684 | 0.073 | 0.101 | 1.399 |
| 02MS02    | 139    | 695 | 5.211 | 0.023 | 0.026 | 0.035 | 0.449 | 0.507 | 0.677 | 0.075 | 0.100 | 1.336 |
| 02MS03    | 128    | 640 | 5.253 | 0.021 | 0.026 | 0.033 | 0.395 | 0.489 | 0.628 | 0.073 | 0.093 | 1.286 |
| 02MS04    | 141    | 705 | 5.223 | 0.021 | 0.025 | 0.033 | 0.406 | 0.483 | 0.631 | 0.071 | 0.093 | 1.307 |
| 02MS05    | 141    | 705 | 5.268 | 0.022 | 0.026 | 0.034 | 0.426 | 0.494 | 0.653 | 0.074 | 0.097 | 1.320 |
| 02MS06    | 130    | 650 | 5.177 | 0.025 | 0.027 | 0.037 | 0.492 | 0.519 | 0.715 | 0.076 | 0.105 | 1.378 |
| 02MS07    | 130    | 650 | 5.209 | 0.020 | 0.027 | 0.033 | 0.389 | 0.512 | 0.643 | 0.075 | 0.095 | 1.255 |
| 02MS08    | 143    | 715 | 5.226 | 0.027 | 0.026 | 0.037 | 0.517 | 0.491 | 0.713 | 0.073 | 0.105 | 1.452 |
| 02MS09    | 134    | 670 | 5.342 | 0.021 | 0.022 | 0.031 | 0.401 | 0.417 | 0.578 | 0.063 | 0.087 | 1.386 |
| 02MS10    | 131    | 655 | 5.312 | 0.020 | 0.023 | 0.031 | 0.381 | 0.441 | 0.583 | 0.066 | 0.088 | 1.322 |
| 02MS11    | 139    | 695 | 5.280 | 0.020 | 0.025 | 0.032 | 0.370 | 0.475 | 0.602 | 0.071 | 0.090 | 1.268 |
| 02MS12    | 123    | 615 | 5.274 | 0.023 | 0.024 | 0.034 | 0.437 | 0.462 | 0.636 | 0.069 | 0.095 | 1.378 |
| 2002      | Mittel |     | 4.901 | 0.020 | 0.023 | 0.031 | 0.383 | 0.445 | 0.589 | 0.066 | 0.087 | 1.233 |

Tabelle 13: "tief", Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in log (imp/ml)

4.4.4 Regression zum Sollwert

Die Beziehung zwischen Messresultaten und Sollwerten wurde als lineare Regression berechnet. Der Grad der Übereinstimmung ist im Korrelations- beziehungsweise Determinationskoeffizienten ersichtlich. Konstante und Steigung beschreiben die Regressionsgerade der Messwerte gegenüber den Sollwerten. Die Ergebnisse sind in Tabelle 14 zusammengestellt. Abbildung 11 zeigt die beiden Regressionslinien und die Punkte-

wolken der Messresultate in Abhängigkeit vom Sollwert.

Die Berechnung der Regressionsparameter wurde auch in log(imp/ml) durchgeführt mit praktisch identischen, zuweilen etwas besseren Ergebnissen. Die Gesamtaussage ändert sich jedoch nicht, sodass auf eine Widergabe dieser Resultate verzichtet wird.

Tabelle 14:  
Regressionsparameter MS "tief"

| Gerät | N    | Regressionskoeffizient | Determinationskoeffizient | Konstante | Steigung |
|-------|------|------------------------|---------------------------|-----------|----------|
| BSC11 | 172  | 0.793                  | 0.628                     | 62.493    | 0.680    |
| BSC21 | 203  | 0.880                  | 0.775                     | 16.711    | 0.878    |
| BSC31 | 225  | 0.682                  | 0.465                     | 45.168    | 0.717    |
| BSC51 | 232  | 0.946                  | 0.895                     | 15.966    | 0.914    |
| BSC52 | 233  | 0.945                  | 0.893                     | 4.871     | 0.979    |
| BSC81 | 210  | 0.869                  | 0.755                     | -9.203    | 1.019    |
| BSC91 | 222  | 0.902                  | 0.813                     | 17.349    | 0.921    |
| BSC92 | 224  | 0.914                  | 0.835                     | 2.757     | 0.967    |
| ALLE  | 1721 | 0.855                  | 0.732                     | 17.214    | 0.897    |

4.5 MS «hoch»

Der Keimbelastung des Standards «hoch» ist normalerweise höher als 300 imp/µl, er übertrifft die in der Schweiz gültige Qualitätslimite Stufe 1 von 200 imp/µl, ist aber deutlich tiefer als die Qualitätslimite Stufe 2, die 1000 imp/µl beträgt (Tabelle 1, Abbildung 5).

4.5.1 Richtigkeit

Der Durchschnittswert der Messungen im Jahr 2002 beträgt 98.40 % des Sollwerts, die Standardabweichung 5.59. Die Anforderung an die Richtigkeit der Messungen, weniger als 15 % Abweichung vom Sollwert (Tabelle 3), wurde in 21 oder 1.2 % der gemeldeten Datensätze nicht eingehalten (Tabelle 15, Abbildungen 4, 8 bis 10 und 15).

Tabelle 15:  
MS "hoch", Richtigkeit

| Kriterium          | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|--------------------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| "hoch" Richtigkeit | BSC31 | 1    | 219     | 8       | 228   | 3.52    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC21 | 3    | 195     | 6       | 204   | 2.99    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC11 | 1    | 167     | 5       | 173   | 2.91    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC81 | 0    | 210     | 2       | 212   | 0.94    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC01 | 1    | 36      | 0       | 37    | 0.00    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC51 | 4    | 233     | 0       | 237   | 0.00    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC52 | 4    | 233     | 0       | 237   | 0.00    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC91 | 7    | 222     | 0       | 229   | 0.00    |
| "hoch" Richtigkeit | BSC92 | 4    | 225     | 0       | 229   | 0.00    |
| "hoch" Richtigkeit | Total | 25   | 1740    | 21      | 1786  | 1.19    |

4.5.2 Präzision

Der Durchschnittswert des Variationskoeffizienten beträgt beim Standard «hoch» 4.15 % .

Die Anforderung, dass der Wert weniger als 10 % betragen soll, wurde in einem, also in 0.06 % der 1786 Datensätze nicht eingehalten (Tabelle 16, Abbildungen 4 und 15).

| Kriterium |           | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|-----------|-----------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| "hoch"    | Präzision | BSC81 | 0    | 211     | 1       | 212   | 0.47    |
| "hoch"    | Präzision | BSC01 | 1    | 36      | 0       | 37    | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | BSC11 | 1    | 172     | 0       | 173   | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | BSC21 | 3    | 201     | 0       | 204   | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | BSC31 | 1    | 227     | 0       | 228   | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | BSC51 | 4    | 233     | 0       | 237   | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | BSC52 | 4    | 233     | 0       | 237   | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | BSC91 | 7    | 222     | 0       | 229   | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | BSC92 | 4    | 225     | 0       | 229   | 0.00    |
| "hoch"    | Präzision | Total | 25   | 1760    | 1       | 1786  | 0.06    |

Tabelle 16:  
MS "hoch", Präzision

4.5.3 Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit

Die Auswertung der nicht logarithmierten Zählresultate sind in Tabelle 17 zusammengestellt (Messeinheit imp/µl). Die Berechnungen wurden wie bei Tabelle

12 an den Tages - Datensätzen nach Entfernen der Ausreisser durchgeführt. Die Linienzüge sind in den Abbildungen 6 und 7 ersichtlich.

Tabelle 17: MS "hoch" Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in Imp/µl

| LIEFERUNG | LABS   | N   | ME     | SL    | Sr    | SR    | RSDL | RSDr | RSDR | r     | R     | R/r   |
|-----------|--------|-----|--------|-------|-------|-------|------|------|------|-------|-------|-------|
| 01MS12    | 7      | 35  | 335.3  | 12.0  | 15.2  | 19.4  | 3.6  | 4.5  | 5.8  | 42.9  | 54.7  | 1.275 |
| 01MS13    | 132    | 660 | 357.7  | 19.0  | 15.1  | 24.3  | 5.3  | 4.2  | 6.8  | 42.7  | 68.6  | 1.606 |
| 02MS01    | 137    | 685 | 336.3  | 14.9  | 15.7  | 21.6  | 4.4  | 4.7  | 6.4  | 44.3  | 61.1  | 1.380 |
| 02MS02    | 136    | 680 | 356.2  | 19.1  | 14.0  | 23.7  | 5.4  | 3.9  | 6.7  | 39.7  | 67.0  | 1.689 |
| 02MS03    | 129    | 645 | 285.0  | 12.7  | 12.8  | 18.0  | 4.4  | 4.5  | 6.3  | 36.3  | 51.0  | 1.407 |
| 02MS04    | 142    | 710 | 330.9  | 11.0  | 15.0  | 18.6  | 3.3  | 4.5  | 5.6  | 42.4  | 52.7  | 1.242 |
| 02MS05    | 142    | 710 | 323.9  | 14.7  | 15.4  | 21.3  | 4.5  | 4.8  | 6.6  | 43.7  | 60.3  | 1.380 |
| 02MS06    | 131    | 655 | 254.2  | 14.8  | 12.6  | 19.4  | 5.8  | 5.0  | 7.6  | 35.6  | 54.9  | 1.541 |
| 02MS07    | 130    | 650 | 307.2  | 16.7  | 14.0  | 21.8  | 5.4  | 4.5  | 7.1  | 39.5  | 61.6  | 1.560 |
| 02MS08    | 143    | 715 | 353.8  | 18.2  | 15.7  | 24.0  | 5.1  | 4.4  | 6.8  | 44.3  | 67.9  | 1.534 |
| 02MS09    | 136    | 680 | 375.5  | 17.3  | 15.7  | 23.4  | 4.6  | 4.2  | 6.2  | 44.5  | 66.1  | 1.487 |
| 02MS10    | 131    | 655 | 402.4  | 25.6  | 16.0  | 30.2  | 6.4  | 4.0  | 7.5  | 45.1  | 85.3  | 1.892 |
| 02MS11    | 140    | 700 | 352.4  | 15.6  | 14.8  | 21.5  | 4.4  | 4.2  | 6.1  | 41.8  | 60.8  | 1.456 |
| 02MS12    | 123    | 615 | 362.1  | 13.0  | 17.2  | 21.6  | 3.6  | 4.8  | 6.0  | 48.7  | 61.1  | 1.253 |
| 2002      | Mittel |     | 315.53 | 14.97 | 13.95 | 20.59 | 4.41 | 4.15 | 6.1  | 39.43 | 58.21 | 1.380 |

Tabelle 18 zeigt für Standard «hoch» die Resultate der Berechnungen mit den logarithmierten Messresultaten, log(imp/ml); damit wird die Vergleichbarkeit mit anderen Testsystemen ermöglicht.

Tabelle 18: MS "hoch" Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit in log (imp/ml)

| LIEFERUNG | LABS   | N   | ME    | SL    | Sr    | SR    | RSDL  | RSDr  | RSDR  | r     | R     | R/r   |
|-----------|--------|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 01MS12    | 7      | 35  | 5.525 | 0.015 | 0.020 | 0.025 | 0.277 | 0.361 | 0.455 | 0.056 | 0.071 | 1.260 |
| 01MS13    | 132    | 660 | 5.552 | 0.023 | 0.018 | 0.030 | 0.421 | 0.330 | 0.535 | 0.052 | 0.084 | 1.620 |
| 02MS01    | 137    | 685 | 5.526 | 0.019 | 0.020 | 0.028 | 0.349 | 0.365 | 0.505 | 0.057 | 0.079 | 1.384 |
| 02MS02    | 136    | 680 | 5.551 | 0.024 | 0.017 | 0.030 | 0.437 | 0.307 | 0.534 | 0.048 | 0.084 | 1.739 |
| 02MS03    | 129    | 645 | 5.454 | 0.020 | 0.019 | 0.028 | 0.363 | 0.355 | 0.508 | 0.055 | 0.078 | 1.430 |
| 02MS04    | 142    | 710 | 5.519 | 0.015 | 0.020 | 0.024 | 0.264 | 0.354 | 0.442 | 0.055 | 0.069 | 1.247 |
| 02MS05    | 142    | 710 | 5.509 | 0.020 | 0.021 | 0.029 | 0.371 | 0.378 | 0.530 | 0.059 | 0.083 | 1.402 |
| 02MS06    | 131    | 655 | 5.404 | 0.025 | 0.022 | 0.033 | 0.471 | 0.399 | 0.617 | 0.061 | 0.094 | 1.546 |
| 02MS07    | 130    | 650 | 5.486 | 0.024 | 0.020 | 0.031 | 0.433 | 0.362 | 0.565 | 0.056 | 0.088 | 1.558 |
| 02MS08    | 143    | 715 | 5.548 | 0.023 | 0.019 | 0.030 | 0.408 | 0.346 | 0.535 | 0.054 | 0.084 | 1.546 |
| 02MS09    | 136    | 680 | 5.574 | 0.020 | 0.018 | 0.027 | 0.361 | 0.326 | 0.486 | 0.051 | 0.077 | 1.493 |
| 02MS10    | 131    | 655 | 5.603 | 0.028 | 0.017 | 0.033 | 0.506 | 0.309 | 0.593 | 0.049 | 0.094 | 1.917 |
| 02MS11    | 140    | 700 | 5.546 | 0.020 | 0.018 | 0.027 | 0.354 | 0.331 | 0.485 | 0.052 | 0.076 | 1.465 |
| 02MS12    | 123    | 615 | 5.558 | 0.016 | 0.021 | 0.026 | 0.285 | 0.373 | 0.469 | 0.059 | 0.074 | 1.259 |
| 2002      | Mittel |     | 5.157 | 0.019 | 0.018 | 0.027 | 0.353 | 0.326 | 0.484 | 0.051 | 0.076 | 1.391 |

4.5.4 Regression zum Sollwert

Die Beziehung zwischen Messresultaten und Sollwerten wurde als lineare Regression berechnet. Der Grad der Übereinstimmung ist im Korrelations- beziehungsweise Determinationskoeffizienten ersichtlich. Konstante und Steigung beschreiben die Regressionsgerade der Messwerte gegenüber den Sollwerten. Die Ergebnisse sind in Tabelle 19

zusammengestellt. Abbildung 11 zeigt die Regressionslinie und die Punktwolken der Messwerte in Abhängigkeit vom Sollwert.

Wenn die Messergebnisse in log(imp/ml) ausgewertet werden, erfolgen praktisch identische Resultate.

Tabelle 19: Regressionsparameter Hufner MS "hoch"

| Gerät | N    | Regressions-<br>koeffizient | Determinations-<br>koeffizient | Konstante | Steigung |
|-------|------|-----------------------------|--------------------------------|-----------|----------|
| BSC11 | 172  | 0.802                       | 0.643                          | 147.822   | 0.577    |
| BSC21 | 201  | 0.867                       | 0.751                          | 45.727    | 0.827    |
| BSC31 | 227  | 0.819                       | 0.671                          | 50.389    | 0.804    |
| BSC51 | 233  | 0.962                       | 0.926                          | 17.788    | 0.945    |
| BSC52 | 233  | 0.956                       | 0.914                          | 5.226     | 0.991    |
| BSC81 | 212  | 0.884                       | 0.782                          | -31.302   | 1.056    |
| BSC91 | 222  | 0.950                       | 0.902                          | 8.681     | 0.979    |
| BSC92 | 225  | 0.926                       | 0.857                          | 9.285     | 0.950    |
| ALLE  | 1725 | 0.885                       | 0.784                          | 27.163    | 0.904    |

4.6 Pilot-Proben

Die Pilot-Proben werden von den einzelnen Labors aus jeweils konservierter Verkehrsmilch hergestellt und als interner Tagesstandard verwendet. Die Keimbelastung sollte mit Vorteil mehr als 200 imp/µl betragen, damit die Anforderung an die Präzision der fünf Messungen (< 10 %) besser eingehalten werden kann.  
Der Mittelwert der gemeldeten 1758 Messungen des Jahres 2002 beträgt 346.9 imp/µl.

4.6.1 Präzision

Der Mittelwert für die Präzision der Pilotproben-Messungen beträgt 5.036, die Standardabweichung 2.11.  
Tabelle 20 und die Abbildungen 15 und 16 zeigen, dass die Einhaltung der Anforderungen an die Präzision der Pilot-Proben bei vereinzelt Geräten Schwierigkeiten bereitet.

| Kriterium |           | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|-----------|-----------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| Pilot     | Präzision | BSC01 | 1    | 25      | 11      | 37    | 30.56   |
| Pilot     | Präzision | BSC31 | 1    | 213     | 14      | 228   | 6.17    |
| Pilot     | Präzision | BSC11 | 3    | 166     | 4       | 173   | 2.35    |
| Pilot     | Präzision | BSC51 | 6    | 227     | 4       | 237   | 1.73    |
| Pilot     | Präzision | BSC52 | 5    | 228     | 4       | 237   | 1.72    |
| Pilot     | Präzision | BSC21 | 1    | 202     | 1       | 204   | 0.49    |
| Pilot     | Präzision | BSC81 | 0    | 211     | 1       | 212   | 0.47    |
| Pilot     | Präzision | BSC91 | 7    | 222     | 0       | 229   | 0.00    |
| Pilot     | Präzision | BSC92 | 4    | 225     | 0       | 229   | 0.00    |
| Pilot     | Präzision | Total | 28   | 1719    | 39      | 1786  | 2.22    |

Tabelle 20:  
Pilotproben, Präzision

5. Diskussion

Die 154 Überschreitungen in den 12502 beurteilten Kriterien sind nicht unabhängig voneinander und sie treten auch nicht mit konstanter Wahrscheinlichkeit auf. Die Auszählung nach Geräten und Kriterien gibt bereits einen deutlichen Hinweis. Bei der Mehrzahl der Geräte ist die Zahl der Übertretungen gering, in einigen Fällen sind Übertretungen jedoch häufiger als 5 % (Tabelle 21): Ein Kriterium konnte problemlos eingehalten werden (Präzision Standard «hoch»), bei den anderen gab es vereinzelt offensichtlich Probleme.

| Kriterium      | BSC0 | BSC1 | BSC21 | BSC31 | BSC51 | BSC52 | BSC81 | BSC91 | BSC92 | Total |
|----------------|------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|                | 1    | 1    |       |       |       |       |       |       |       |       |
| Blind Maximum  | 0    | 2    | 0     | 8     | 1     | 0     | 11    | 0     | 0     | 22    |
| Blind Summe    | 0    | 1    | 0     | 2     | 1     | 0     | 10    | 0     | 0     | 14    |
| "tief" Richtig | 0    | 4    | 3     | 19    | 0     | 0     | 4     | 0     | 1     | 31    |
| "tief" Präzis  | 1    | 8    | 0     | 11    | 3     | 1     | 2     | 0     | 0     | 26    |
| "hoch" Richtig | 0    | 5    | 6     | 8     | 0     | 0     | 2     | 0     | 0     | 21    |
| "hoch" Präzis  | 0    | 0    | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 1     |
| Pilot Präzis   | 11   | 4    | 1     | 14    | 4     | 4     | 1     | 0     | 0     | 39    |
| Gefehlt        | 12   | 24   | 10    | 62    | 9     | 5     | 31    | 0     | 1     | 154   |
| Prozent        | 4.72 | 1.99 | 0.70  | 3.91  | 0.55  | 0.31  | 2.09  | 0.00  | 0.06  | 1.25  |
| erfüllt        | 242  | 1180 | 1409  | 1525  | 1626  | 1633  | 1449  | 1568  | 1580  | 12212 |
| leer           | 5    | 7    | 9     | 9     | 24    | 21    | 4     | 35    | 22    | 136   |
| Total          | 259  | 1211 | 1428  | 1596  | 1659  | 1659  | 1484  | 1603  | 1603  | 12502 |

Tabelle 21:  
Beurteilte Kriterien und Übertretungen der Toleranzwerte

Die Überschreitungen treten oft gehäuft auf. Es ist aufschlussreich, die Datensätze nach der Anzahl der Übertretungen zu klassieren. Von den 1786 Datensätze sind 2.3 % unvollständig (Tabelle 6). Von

den verbleibenden vollständigen Datensätzen erfüllten 92.8 % alle 7 Kriterien, bei den anderen ist mindestens eine Übertretung (Fehler) festgestellt worden (Tabelle 22).

Tabelle 22:  
Datensätze und Anzahl Übertretungen (Fehler)

| Eigenschaft   | BSC01 | BSC11 | BSC21 | BSC31 | BSC51 | BSC52 | BSC81 | BSC91 | BSC92 | Total |
|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0 Fehler      | 25    | 151   | 192   | 168   | 222   | 226   | 191   | 222   | 223   | 1620  |
| 1 Fehler      | 10    | 16    | 4     | 52    | 7     | 5     | 9     | 0     | 1     | 104   |
| 2 Fehler      | 1     | 2     | 3     | 3     | 1     | 0     | 9     | 0     | 0     | 19    |
| 3 Fehler      | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     | 0     |
| 4 Fehler      | 0     | 1     | 0     | 0     | 0     | 0     | 1     | 0     | 0     | 2     |
| vollständig   | 36    | 170   | 199   | 223   | 230   | 231   | 210   | 222   | 224   | 1745  |
| unvollständig | 1     | 3     | 5     | 5     | 7     | 6     | 2     | 7     | 5     | 41    |
| Total         | 37    | 173   | 204   | 228   | 237   | 237   | 212   | 229   | 229   | 1786  |

5.1 Beurteilung der Resultate

Teilnahme

Die Zahl der Datensätze schwankt von 173 bis 237 (Tabelle 4). Die durchschnittliche Anzahl Betriebstage pro Woche variiert demzufolge zwischen 3.3 und 4.6. Die Unterschiede stehen in Zusammenhang mit Betriebsunterbrüchen wegen Ferien, Gerätewartung, Geräteauslastung oder anderen Einschränkungen des 5-Tage-Betriebs.

Vollständigkeit und Ausreisser

Die als Ausreisser erkannten groben Unregelmässigkeiten sind wohl auf fehlerhafte Übertragung von Ziffern oder auf Verwechslungen zurückzuführen, möglicherweise falsche Bezeichnung der Lieferdaten oder der Sollwerte, Tippfehler, Verwechslung von Standard «tief» mit Standard «hoch» oder der Pilotprobe. Es ist nicht immer erkennbar, ob sie durch eine unsorgfältige Manipulation entstanden oder durch unverschuldete „Betriebsunfälle“.

Zahl und Art der Ausreisser sind in Abschnitt 4.2 beschrieben und in Tabelle 5 aufgelistet. Bei fehlenden Zahlen lässt sich keine Aussage machen über die

Qualität der Messergebnisse. Eine Startroutine mit leeren Datenfeldern muss grundsätzlich als «nicht erfüllt» beurteilt werden. Dies ist bedeutungsvoll bei der Rückführbarkeit der Rohdaten.

Die mutwillige Entfernung von nicht konformen Messresultaten aus den Datensätzen vor der Übermittlung an die Zentralstelle ist nicht zulässig und stellt einen Verstoss gegen die Qualitätsanforderungen dar. Im Rahmen der Überwachungsbesuche durch die Akkreditierungsbehörden muss deshalb stichprobenweise geprüft werden, ob die übermittelten Datensätze mit den Originalaufzeichnungen der Geräte übereinstimmen.

Blindproben

Die Blindproben zeigen, dass die Geräte und Gebrauchslösungen frei sind von Kontaminationen, welche die Keimzahl verfälschen. Sie dokumentieren auch, dass die Geräte die Pulshöhenbilder der Proben korrekt interpretieren und störende Signale aus dem unteren Bereich (Hintergrundgeräusch) nicht als echte imp zählen.

Die Messwerte der Blindproben werden als ganzzahlige Einheiten «imp/μl» registriert, was eine tabellarische Zusammenstellung von Impulsklassen ermöglicht (Tabelle 7). Diese Häufigkeitsverteilung, insbesondere die vereinzelt Resultate mit mehr als 10 imp/μl, folgt nicht der Poissonverteilung. Die vorgefundene Verteilung muss also mindestens zum Teil als Anhäufung von Sonderfällen interpretiert werden.

Besonders auffallend ist die Untervertretung der Klasse «4 imp/μl», die bei allen Geräten deutlich erkennbar ist (Tabelle 6). Wie in früheren Jahren ist dieses Phänomen unbeeinflussbar durch das Bedienungspersonal. Es handelt sich offensichtlich um eine Geräte- oder Betriebssoftware-spezifische Anomalie ohne nachteilige Auswirkungen auf Messresultate.

Echt fehlerhafte Blindproben werden zu allen Jahreszeiten beobachtet (Abbildung 17, Tabelle 24). Bei einigen Geräten kommen sie häufig vor, bei anderen überhaupt nicht (Tabellen 8 und 9). Das Einhalten der Anforderungen an die Qualität der Blindproben ist weitgehend im Griff der Bedienungsmannschaften und ist ein Hinweis auf Sorgfalt und technische Kompetenz.

### Messungen mit Hühner MS

Der Hühner MS ist in der Schweiz das zentrale Prüfmittel zur Gewährleistung der Vergleichbarkeit und der internationalen Konformität der Geräte. Weil die Qualitätsbezahlung der Rohmilch auf den Geräteeinheiten imp/μl basiert, ist die gegenseitige Abstimmung des Messniveaus aller Geräte sowie die Überprüfung der Genauigkeit sehr wichtig. Bei den dezentralen Strukturen der Schweizerischen MIBD kommt diesen Aspekten besondere Bedeutung zu.

Der Milch-Standard wird von der Firma Hühner alle vier Wochen produziert und ausgeliefert. Abbildung 3 zeigt die Ergeb-

nisse der Messung von MS «tief» (Linien) und von MS «hoch» (gestrichelte Linien) als zusammenfassende Häufigkeitsverteilungen. Bereiche mit Beanstandung sind gekennzeichnet durch grauen Hintergrund.

Tabelle 23 fasst alle Tests zusammen, die im Jahr 2002 mit MS «tief» und MS «hoch» durchgeführt wurden.

### MS «tief»

Standard «tief» weist einen deutlich geringeren imp-Gehalt auf (Abbildung 3, obere Grafik). Die gute Trennschärfe gegenüber Standard «hoch» ist deutlich erkennbar. Der TH-Index wird berechnet aus der relativen Differenz des Sollwerts von «hoch» (+1) und «tief» (-1).

Die Richtigkeit aller 1757 Messungen beträgt im Mittel 99.27 Prozent des Sollwerts mit einer Standardabweichung von 6.076. Toleranzlimiten von  $\pm 15\%$  sind also angemessen.

Die Präzision von Standard «tief» konnte gelegentlich nicht eingehalten werden. Die der Auszählung (Tabellen 11, 23) zeigt 26 Überschreitungen (1.48 % der Datensätze, 32.9 % der MS-Bewertungen). Die Häufigkeitsverteilung in Abbildung 3 (unten), die Punktwolken von Abbildung 12 bis 14 und die Boxplots von Abbildung 15 weisen darauf hin, dass die Toleranzlimite von 10 % grosszügig genug ist, um im Normalfall eingehalten werden zu können. Der Mittelwert beträgt 5.032 die Standardabweichung 2.109. Die Extreme der Durchschnittswerte pro Gerät und Jahr betragen 4.288 (BSC81) und 5.805 (BSC31).

Die geringere Richtigkeit im tiefen Messbereich ist für Keimzählgeräte charakteristisch: Die Werten für Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit sind dementsprechend deutlich höher (Tabelle 12, 13) und die Regressions- und Determinationskoeffizienten geringer (Tabelle 14).

Tabelle 23: Datensätze pro Lieferung, MS "hoch" und MS "tief"

| Lieferung |     | Total |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|-----------|-----|-------|-----|---------|----|---------|--|-------------|--------|-----------|--------|
|           |     | leer  |     | gültig  |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     | erfüllt |    | gefehlt |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  | Richtigkeit |        | Präzision |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  | "tief"      | "hoch" | "tief"    | "hoch" |
| 01MS12    | 28  | 0     | 28  | 28      | 0  |         |  | 0           | 0      | 0         | 0      |
| 01MS13    | 552 | 24    | 528 | 521     | 7  |         |  | 3           | 1      | 3         | 0      |
| 02MS01    | 556 | 8     | 548 | 543     | 5  |         |  | 4           | 0      | 1         | 0      |
| 02MS02    | 564 | 14    | 550 | 538     | 12 |         |  | 4           | 5      | 3         | 0      |
| 02MS03    | 516 | 2     | 514 | 513     | 1  |         |  | 0           | 1      | 0         | 0      |
| 02MS04    | 568 | 2     | 566 | 559     | 7  |         |  | 3           | 1      | 3         | 0      |
| 02MS05    | 572 | 6     | 566 | 558     | 8  |         |  | 3           | 2      | 3         | 0      |
| 02MS06    | 536 | 14    | 522 | 518     | 4  |         |  | 1           | 1      | 2         | 0      |
| 02MS07    | 528 | 8     | 520 | 516     | 4  |         |  | 0           | 1      | 3         | 0      |
| 02MS08    | 572 | 0     | 572 | 560     | 12 |         |  | 9           | 2      | 1         | 0      |
| 02MS09    | 560 | 20    | 540 | 534     | 6  |         |  | 2           | 4      | 0         | 0      |
| 02MS10    | 524 | 0     | 524 | 522     | 2  |         |  | 1           | 1      | 0         | 0      |
| 02MS11    | 564 | 6     | 558 | 552     | 6  |         |  | 0           | 2      | 3         | 1      |
| 02MS12    | 496 | 4     | 492 | 487     | 5  |         |  | 1           | 0      | 4         | 0      |
| 02MS13    | 8   | 0     | 8   | 8       | 0  |         |  | 0           | 0      | 0         | 0      |
|           |     |       |     |         |    |         |  | 31          | 21     | 26        | 1      |
|           |     |       |     |         |    |         |  | 39.2%       | 26.6%  | 32.9%     | 1.3%   |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |
|           |     |       |     |         |    |         |  |             |        |           |        |

ge der von Charge zu Charge wechselnden Zusammensetzung der Milch einer gewissen zusätzlichen Destabilisierung der Messqualität zu rechnen.

Die Weisung der Eidgenössischen Zentralstelle MIBD empfiehlt Pilot-Proben mit Keimgehalt von über 250 imp/µl, was in der Regel befolgt wird (Abbildung 16 oben).

Die Tabellen 20 und 21 zeigen, dass das Einhalten der Präzision der Pilot-Proben bei einigen Geräten mit erheblichen Schwierigkeiten verbunden ist.

Die untere Grafik von Abbildung 16 zeigt, dass bei imp-reichen Pilot-Proben (> 600 imp/µl) relativ wenige Überschreitung der Toleranzlimite für Präzision registriert wurden.

Tabelle 20 und Abbildung 17 (unten) zeigen auch einige gerätespezifische Eigenheiten der Pilotproben-Resultate. Wünschenswert ist gute Präzision, also ein geringer CV-Wert d.h. für die grafische Darstellung: tiefer Medianwert in flachen Boxen, sowie wenig Extremwerte (Sterne und Kreise). Der Toleranzbereich sollte nie, vor allem nicht von den senkrechten Bereichsbalken, überschritten werden.

Das Verhalten der Pilotproben nach der Startroutine im Laufe der Routineanalytik wurde in diesem Bericht nicht berücksichtigt. Es gehört in den Verantwortungsbe- reich der Labors, dass die diesbezüglichen Anforderungen eingehalten werden. Die Aufzeichnung der entsprechenden Messresultate werden von der Software GS 2000 erfasst.

Tabelle 24: Datensätze pro Lieferperiode, Blind- und Pilotproben

| Lieferperiode | Total |       |       |         |           |            |            |       |
|---------------|-------|-------|-------|---------|-----------|------------|------------|-------|
|               |       | leer  |       | gültig  |           | Pilotprobe | Blindprobe | Summe |
|               |       |       |       | erfüllt | gefehlt   |            |            |       |
|               |       |       |       |         | Präzision | Maximum    |            |       |
| 01MS12        | 21    | 0     | 21    | 20      | 1         | 1          | 0          | 0     |
| 01MS13        | 414   | 7     | 407   | 398     | 9         | 8          | 0          | 1     |
| 02MS01        | 417   | 2     | 415   | 404     | 11        | 9          | 1          | 1     |
| 02MS02        | 423   | 3     | 420   | 410     | 10        | 0          | 6          | 4     |
| 02MS03        | 387   | 0     | 387   | 386     | 1         | 1          | 0          | 0     |
| 02MS04        | 426   | 0     | 426   | 423     | 3         | 0          | 1          | 2     |
| 02MS05        | 429   | 0     | 429   | 426     | 3         | 3          | 0          | 0     |
| 02MS06        | 402   | 3     | 399   | 393     | 6         | 4          | 2          | 0     |
| 02MS07        | 396   | 2     | 394   | 389     | 5         | 2          | 2          | 1     |
| 02MS08        | 429   | 3     | 426   | 419     | 7         | 4          | 3          | 0     |
| 02MS09        | 420   | 5     | 415   | 409     | 6         | 2          | 2          | 2     |
| 02MS10        | 393   | 1     | 392   | 389     | 3         | 3          | 0          | 0     |
| 02MS11        | 423   | 1     | 422   | 417     | 5         | 1          | 3          | 1     |
| 02MS12        | 372   | 1     | 371   | 366     | 5         | 1          | 2          | 2     |
| 02MS13        | 6     | 0     | 6     | 6       | 0         | 0          | 0          | 0     |
|               |       |       |       |         |           | 39         | 22         | 14    |
|               |       |       |       |         |           | 52.0%      | 29.3%      | 18.7% |
|               |       | 28    | 5330  | 5255    | 75        |            |            |       |
|               |       | 0.05% | 99.5% | 98.6%   | 1.4%      |            |            |       |
| Total         | 5358  |       |       |         |           |            |            |       |

5.2 Eignung der Kriterien

Die Toleranzlimiten für Geräte zur Messung der Keimbelastung sind grosszügiger als bei den Zellzählgeräten. Dies ist berechtigt, denn die Methoden- und Gerätebedingte Messgenauigkeit ist geringer. Umso mehr ist eine sorgfältige Bedienung und ein unablässiges Kontrollieren nötig, um eine gleichbleibende, optimale Messqualität zu garantieren. Dazu sind Startroutinen ein strenges und unverzichtbares Instrument.

Die meisten Schwierigkeiten gab es bei Pilotproben mit geringer Keimzahl und bei Standard «tief», also eher im tiefen Messbereich.

Die in der Weisung der Eidgenössischen Zentralstelle MIBD gesetzten Toleranzlimiten sind bei Keimzählgeräten eher grosszügig. Das Einhalten der Limiten ist gleichwohl eine ernsthafte Herausforderung an die Personen, die mit Bedienung und Pflege der Geräte beauftragt sind.

Verglichen mit den klassischen kulturellen Methoden zur Bestimmung der Keimbelastung wird eine wesentliche Reduktion der Messunsicherheit erreicht.

In der zusammenfassenden Tabelle 25 ist ersichtlich, dass das Einhalten der Präzision vor allem bei den Pilotproben und bei den Messungen von Standard «tief» Schwierigkeiten bereitet.

Tabelle 25:  
Erfüllen der Anforderungen, Kriterien

| Kriterium          | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|--------------------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| Pilot Präzision    | alle  | 28   | 1719    | 39      | 1786  | 2.22    |
| "tief" Richtigkeit | alle  | 29   | 1726    | 31      | 1786  | 1.76    |
| "tief" Präzision   | alle  | 29   | 1731    | 26      | 1786  | 1.48    |
| Blind Maximum      | alle  | 0    | 1764    | 22      | 1786  | 1.23    |
| "hoch" Richtigkeit | alle  | 25   | 1740    | 21      | 1786  | 1.19    |
| Blind Summe        | alle  | 0    | 1772    | 14      | 1786  | 0.78    |
| "hoch" Präzision   | alle  | 25   | 1760    | 1       | 1786  | 0.06    |
| Total              | alle  | 136  | 12212   | 154     | 12502 | 1.25    |

Bei der allgemeinen paarweisen Gegenüberstellung der einzelnen Kriterien (Tabelle 26) erweisen sich 6 der 21 Korrelationskoeffizienten als signifikant. Die höchste Übereinstimmung ist zwischen «Blind-Maximum» und «Blind-Summe». Dies ist erklärbar, weil kaum eine Messerei mit einem hohen Maximum eine geringe Summe liefert, auch wenn die Korrelationen sich auf die logarithmierten Werte beziehen.

Die zweitstärkste Übereinstimmung besteht zwischen «hoch-Richtigkeit» und «tief-Richtigkeit». Dies muss als Hinweis auf eine starke Verknüpfung der beiden Kriterien gedeutet werden: Geräte, die

MS «tief» überbewerten, bewerten tendentiell auch MS «hoch» zu hoch und umgekehrt.

Eine deutlich geringere, aber dennoch signifikante positive Korrelation besteht zwischen «tief-Präzision» und «hoch-Präzision». Das bedeutet, dass Geräte mit geringer Messunsicherheit beim MS «tief» tendentiell auch den MS «hoch» mit geringer Messunsicherheit bewerten.

Die verbleibenden drei signifikanten Korrelationen beschränken sich auf Gegenüberstellungen zwischen Blindproben-Bestimmungen und MS «hoch». Die Richtigkeit von MS «hoch» korreliert

negativ, sowohl mit «Blind-Maximum», als auch mit «Blind-Summe», dies bedeutet, dass hohe Werte bei Blindwertbestimmungen im Zusammenhang mit Unterbewertungen von MS «hoch» stehen. Schliesslich ist auch die Präzision der Bestimmung von MS «hoch» mit «Blind-Maximum» korreliert. Diese positive Korrelation deutet auf eine zunehmende Messunsicherheit von Geräten, die hohe «Blind-Maximum»-Werte aufweisen.

Die Resultate der einzelnen Kriterien sind zum Teil statistisch miteinander gekoppelt. Insbesondere «Blind-Maximum» und «Blind»-Summe» führen zu ähnlichen Aussagen. Des ungeachtet kann jedoch kaum auf eines der Kriterien verzichtet werden, denn die Abhängigkeiten sind doch relativ schwach und schlagen nur scheinbar „in die gleiche Bresche».

Tabelle 26: Abhängigkeiten der Beurteilungskriterien  
Matrix der Pearson- Korrelationskoeffizienten; N = 1745

| Kriterium     | Blind<br>Summe | Blind<br>Maximum | "hoch"<br>Präzision | "hoch"<br>Richtigkeit | "tief"<br>Präzision | "tief"<br>Richtigkeit |
|---------------|----------------|------------------|---------------------|-----------------------|---------------------|-----------------------|
| BL_Maximum    | 0.907***       |                  |                     |                       |                     |                       |
| "hoch"Präzis  | 0.061 ns       | 0.077 *          |                     |                       |                     |                       |
| "hoch"Richtig | -0.126***      | -0.163***        | -0.024 ns           |                       |                     |                       |
| "tief"Präzsi  | 0.063 ns       | 0.072 ns         | 0.087 **            | -0.007 ns             |                     |                       |
| "tief"Richtig | -0.042 ns      | -0.069 ns        | -0.011 ns           | 0.587***              | 0.047 ns            |                       |
| Pilot_Präzis  | 0.013 ns       | 0.048 ns         | 0.017 ns            | -0.070 ns             | 0.010 ns            | -0.025 ns             |

Legende:  
ns Abhängigkeit statistisch nicht gesichert, Bonferroni-Wahrscheinlichkeit > 5 %  
\* Abhängigkeit statistisch gesichert, Bonferroni-Wahrscheinlichkeit < 5 %  
\*\* Abhängigkeit statistisch gesichert, Bonferroni-Wahrscheinlichkeit < 1 %  
\*\*\* Abhängigkeit statistisch gesichert, Bonferroni-Wahrscheinlichkeit < 0.1 %

5.3 Klassierung der Geräte

Im Jahr 2002 wurde durchschnittlich an jedem elften Betriebstag mit einer fehlerhaften oder unvollständig dokumentierten Startroutine gearbeitet. Diese Unregelmässigkeiten sind allerdings ungleichmässig auf die einzelnen Geräte verteilt.

Die festgestellten Übertretungen sind in Abbildung 17 als Säulengruppen dargestellt. Auch Abbildung 15 erlaubt Gerätevergleiche bezüglich Richtigkeit und Präzision für Standard «tief», Standard «hoch» und Pilotproben. Abbildung 16 gibt weitere Hinweise über Pilotproben, Abbildungen 4 bis 9 über die einzelnen Lieferungen und Abbildungen 1 und 2 über die Blindproben.

Eine zusammenfassende Klassierung der Geräte erfolgt in Tabelle 27 und Abbildung 18, wo die fünf wichtigsten Kriterien von jedem Gerät als Jahresmittelwerte dargestellt sind. Pro Kriterium wurde eine Rangliste angefertigt. Die Gerätemittelwerte sind als waagrechte Balken dargestellt.

Bei der Berechnung des prozentualen nicht-Erfüllungsgrades wurden die Leerwerte nicht berücksichtigt. Dies kann zu Fehlbeurteilungen führen, wenn schlechte Messergebnisse wissentlich zensuriert und als Leerwerte übermittelt werden. Die ungleiche Häufigkeit von Leerwerten bei den verschiedenen Geräten

(Tabelle 27) könnte als Hinweis auf einen derartigen Verdacht verstanden werden.

Weil es sich durchwegs um akkreditierte Labors handelt, wird jedoch angenommen, dass die Erfassung und Übermittlung der Messergebnisse korrekt und unbeschönigt erfolgt. Die Labors sind verpflichtet, die Originalaufzeichnungen der Geräte aufzubewahren und gegebenenfalls vorzuweisen. Der Vergleich der Aufzeichnungen mit den gemeldeten Daten ist bei den Überwachungsbesuchen zu überprüfen.

Zu beachten ist, dass auf Abbildung 18 bei der Richtigkeit ein mittlerer Rang mit Werten möglichst nahe des Sollwerts anzustreben ist, bei der Präzision ist das beste Gerät jeweils zu oberst. Allgemein

gilt für jede Darstellung, dass dem besten Gerät der jeweils kürzeste waagrechte Balken zugeordnet ist.

Das Messprinzip ist grundsätzlich identisch, ebenso Chemikalien und andere technisch-verfahrensmässige Eigenschaften. Die 9 an der Studie beteiligten Geräte gehören alle zum Typ BactoScan 8000 der Firma Foss-Electic, DK-3400 Hillerød. Sie wurden vor 1998 neu erworben und in den jeweiligen QK-Prüfstellen installiert, wo sie seither ununterbrochen im Einsatz stehen. Lieferant und Installation erfolgen über die Vertretung für die Schweiz durch die Firma Gerber Instruments in CH-8307 Effretikon, welche seither auch zuständig war für Wartung, Ersatzteile und Verbrauchsmaterial.

**Tabelle 27:**  
**Erfüllen der Anforderungen, Geräte**

| Kriterium | Gerät | leer | erfüllt | gefehlt | Total | Prozent |
|-----------|-------|------|---------|---------|-------|---------|
| Total     | BSC01 | 5    | 242     | 12      | 259   | 4.72    |
| Total     | BSC31 | 9    | 1525    | 62      | 1596  | 3.91    |
| Total     | BSC81 | 4    | 1449    | 31      | 1484  | 2.09    |
| Total     | BSC11 | 7    | 1180    | 24      | 1211  | 1.99    |
| Total     | BSC21 | 9    | 1409    | 10      | 1428  | 0.70    |
| Total     | BSC51 | 24   | 1626    | 9       | 1659  | 0.55    |
| Total     | BSC52 | 21   | 1633    | 5       | 1659  | 0.31    |
| Total     | BSC92 | 22   | 1580    | 1       | 1603  | 0.06    |
| Total     | BSC91 | 35   | 1568    | 0       | 1603  | 0.00    |
| Total     | Total | 136  | 12212   | 154     | 12502 | 1.25    |

5.5 Datenübertragung

Die Übertragung der Daten ist eine Quelle von Fehlern. Bei automatischer Übertragung entstand Verwirrung wegen einem fehlerhaft eingestellten System-Datum. Problematisch sind selbst angefertigte Excel-Dateien mit Verknüpfungen, welche unkontrollierte Veränderungen bewirken können.

Bei Handübertragungen besteht die Gefahr von Verwechslungen, Tippfehlern und Missverständnissen. Ein Teil dieser

Fehler ist auffällig und wird bei der Ausreisserkontrolle erkannt (Tabelle 5). Es müssen aber alle möglichen Vorkehrungen getroffen werden, um Übertragungsfehler zu verhindern.

Grundsätzlich funktioniert die Übertragung am besten mit der Software GS2000, die eigens zum Zweck der Dokumentation der Ergebnisse der Schweizerischen MIBD-Laboratorien angefertigt wurde.

## 5.6 Folgerungen

Den Schweizerischen QK-Prüfstellen wird dokumentiert, dass sie sich gründlich und gewissenhaft bemühen, mit ihren Geräten zur Bestimmung der Keimbelastung eine gute Messqualität einzuhalten.

Die meisten Geräte lieferten im Jahr 2002 gute bis sehr gute Resultate. Die Qualitätsparameter sind besser als im Vorjahr. In einzelnen Fällen sind jedoch immer noch Verbesserungen möglich.

Die Labors sind gehalten, beim Umgang mit dem Hufner MS, und mit allem was mit damit in Verbindung steht, höchste Sorgfalt walten zu lassen: Registrieren, anschreiben, abfüllen, einfrieren, lagern, auftauen, vorwärmen, durchmischen, messen, ablesen, Daten übertragen, entsorgen.

Ähnliches gilt für die Pilot-Proben. Hier sind allerdings die einzelnen Labors für die Zubereitung zuständig und verantwortlich.

In einzelnen Fällen ist es möglich, dass die ungenügenden Startroutinen zu fehlerhaften Messserien geführt haben. In den entsprechenden Regionen wäre dann die Beurteilung der Qualitätsstufen der Verkehrsmilch nicht korrekt (in der Regel zu optimistisch) erfolgt.

Als allgemeiner Grundsatz gilt die Forderung nach hoher Sorgfalt bei der Handhabung der Geräte, insbesondere auch

bei der Durchführung der Startroutine. Möglicherweise muss bei den betroffenen Geräten mehr Zeit in die morgendliche Startroutine investiert werden. Der Umgang mit Reagenzien und mit dem Prüfgut ist zu beachten. Wichtig sind aber auch gewissenhafte Berichterstattung und fehlerfreie Übertragung der nicht automatisch erfassten Ergebnisse.

Besonderer Wert muss auf die Vollständigkeit und Ehrlichkeit der Berichterstattung gelegt werden. Es ist unzulässig, dass unliebsame Messergebnisse vor der Übermittlung von den Prüfstellen wegzensuriert werden.

Der Hufner MS bewährt sich zur Abstimmung der Geräte innerhalb der Schweiz und auf internationaler Ebene. Die hohe Qualität des Prüfmittels muss auch in Zukunft gehalten werden, und es ist anzustreben, dass die internationale Beteiligung ausgeweitet wird. Eine sorgfältige Auswertung und Kommunikation der Ergebnisse soll bei diesen Bemühungen helfen.

Die vergleichende Auswertung der Resultate der Geräte ist eine wichtige Stütze der Qualitätsüberwachung. Sie ermöglicht zeitlich und räumlich die Gegenüberstellung der Leistung der Geräte und bezeugt in Tagesintervallen die Kontinuität. Damit ist sie aufschlussreicher als periodische Ring- und Sternversuche.

## 6. Dokumente

AFEMA:

Qualitätsleitfaden für den Betrieb von Routine-Untersuchungsgeräten in Rohmilch-Prüfungslaboratorien, Ausgabe Oktober 2000

Eidgenössische Zentralstelle MIBD:  
Weisung über die Untersuchung der Proben und die Analysenverfahren bei der Qualitätskontrolle der Verkehrsmilch vom 11. November 1998

FAM-Bericht 98/2001:  
BÜHLMANN G. UND AEBI R.:  
BactoScan-Geräte der AFEMA in der Hufner Collaborative Study 2000 erster Teil: Regelkarten „Richtigkeit und Präzision“, Februar, 35 Seiten (2001)

FAM-Bericht 97/2001:  
AEBI R. UND BÜHLMANN G.:  
FAM-Zellzahlstandard 2000 Erster Teil: Übersicht, „Richtigkeit“ und „Präzision“ Einhalten der Toleranzwerte, Februar, 11 Seiten (2001)

FAM-Bericht 97/2001:  
AEBI R. UND BÜHLMANN G.:  
FAM-Zellzahlstandard 2000 Zweiter Teil: „Richtigkeit“ und „Präzision“, März, (2001)

FAM-Bericht 88/2002:  
BÜHLMANN G., AEBI R. UND ORTEGA M.L.:  
Erster FAM- Ziegenmilch-Sternversuch Mai 2001: Keimbelastung, Zellgehalt Gefrierpunkt, Fett, Protein, Laktose: Einzelwerte, Richtigkeit, Präzision, Reproduzierbarkeit, Sonderauswertungen, 36 Seiten (2002)

FAM-Bericht 86/2002:  
BÜHLMANN G. UND PEDUTO N.:  
BactoScan-8000-Keimzähl-Geräte, QK Labors MIBD, Startroutinen 2000. 38 Seiten (2002)

FAM-Bericht 85/2002: BÜHLMANN G. UND PEDUTO N.:  
BactoScan-8000-Keimzähl-Geräte, QK Labors MIBD, Startroutinen 2001. 38 Seiten (2002)

Foss Electric:  
Bedienungshandbuch BactoScan 8000, P.O.Box 260, DK-3400 Hillerød, 1997.

GS-2000; Software zur Gerätekontrolle und zum Erfassen der Resultate der Startroutinen der Schweizerischen MIBD-Labors, 1998

ISO 3534 Statistics - Vocabulary and symbols. International Organisation for Standardization (1977)

ISO/IEC 17025 Normen zur Akkreditierung von Prüflaboratorien. International Organisation for Standardization (1999)  
QH-Handbücher der FAM und der beteiligten akkreditierten Prüfstellen in der Schweiz, ab 1998

Rey G. und Kreuter U.:  
Statistik im Laboratorium. Separatdruck Schweizerische Laboratoriums-Zeitschrift, 2. korrigierte Auflage (1986)

Schweizerischer Bundesrat:  
Verordnung über die Qualitätssicherung und Qualitätskontrolle in der Milchwirtschaft (MQV), 916.351.0 vom 7. Dezember 1998

SYSTAT9 Software for Scientific Statistics, Version 09.01, for Windows; SPSS Inc., Chicago, IL 60606-6307, 1999

## 7. Adressen, e-Mail-Links

Aebi Riccardo, Labor für instrumentelle Analytik, Mikrobiologie, Eidgenössische Forschungsanstalt für Milchwirtschaft, FAM Liebefeld, Schwarzenburgstrasse 161, CH-3003 Bern.

T +41 31 323 84 83, F +41 31 323 82 27;

E [riccardo.aebi@fam.admin.ch](mailto:riccardo.aebi@fam.admin.ch)

AFEMA-Homepage: [www.afema-ev.de](http://www.afema-ev.de)

Bühlmann Georges, Labor für instrumentelle Analytik, Mikrobiologie, Eidgenössische Forschungsanstalt für Milchwirtschaft, FAM Liebefeld, Schwarzenburgstrasse 159, CH-3003 Bern.

T +41 31 323 82 04, F +41 31 323 82 27;

E [georges.buehlmann@fam.admin.ch](mailto:georges.buehlmann@fam.admin.ch)

FAM-Homepage [www.fam-liebefeld.ch](http://www.fam-liebefeld.ch)

Foss Electric, 69, Slangerupgade,

P.O.Box 260, DK-3400 Hillerød.

T +45 7010 3370, F +45 7010 33719;

E [info@foss-electric.dk](mailto:info@foss-electric.dk)

Gerber Instruments AG, Im Langhag 12, CH-8307 Effretikon,

T +41 52 343 37 37, F +41 52 343 30 70,

E [info@gerber-instruments.ch](mailto:info@gerber-instruments.ch)

Hüfner Milk Standard Service,

Dr. Josef und Andrea Hüfner,

Am Klösterle 11,

D-88239 Wangen im Allgäu,

T +49 7522 20955, F +49 7522 22323,

E [MSS.Huefner@t-online.de](mailto:MSS.Huefner@t-online.de)

Peduto Nadja, Labor für instrumentelle Analytik, Mikrobiologie,

Eidgenössische Forschungsanstalt für

Milchwirtschaft, FAM Liebefeld,

Schwarzenburgstrasse 159,

CH-3003 Bern.

T +41 31 323 82 66, F +41 31 323 82 27;

E [nadja.peduto@fam.admin.ch](mailto:nadja.peduto@fam.admin.ch)

## 8. Dank

Den Laborleiterinnen und Laborleitern und ihren Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern für die Zustellung der Datensätze und für ihre täglichen Anstrengungen, ein hohes Niveau der Messqualität zu erreichen und aufrecht zu erhalten.

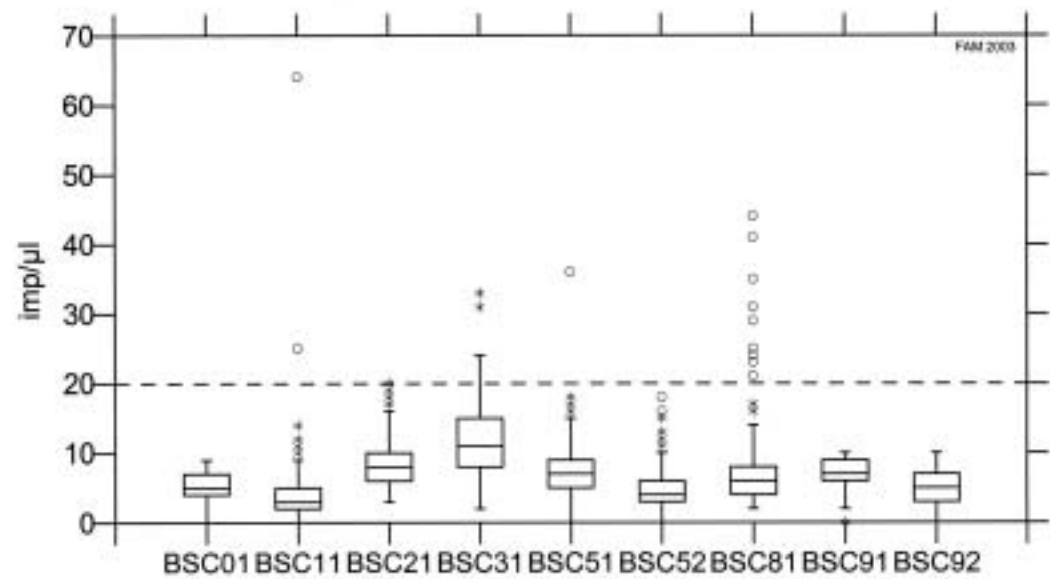
Den Kolleginnen und Kollegen an der FAM für ihre Hilfe beim Zusammenstellen der Resultate, namentlich Gérald Pittet, sowie allen, die ihr Interesse bekundet und uns mit Diskussionen und Anregungen unterstützt haben.

Den Mitarbeiterinnen des Sekretariats und dem Übersetzungsdienst für ihre Beiträge zur Vollendung des Berichts.

## 9. Anhang: Abbildungen

Abb.1) Blindproben 2002, Maxima und Summen

Maxima der 5 Tageswerte



Summen der 5 Tageswerte

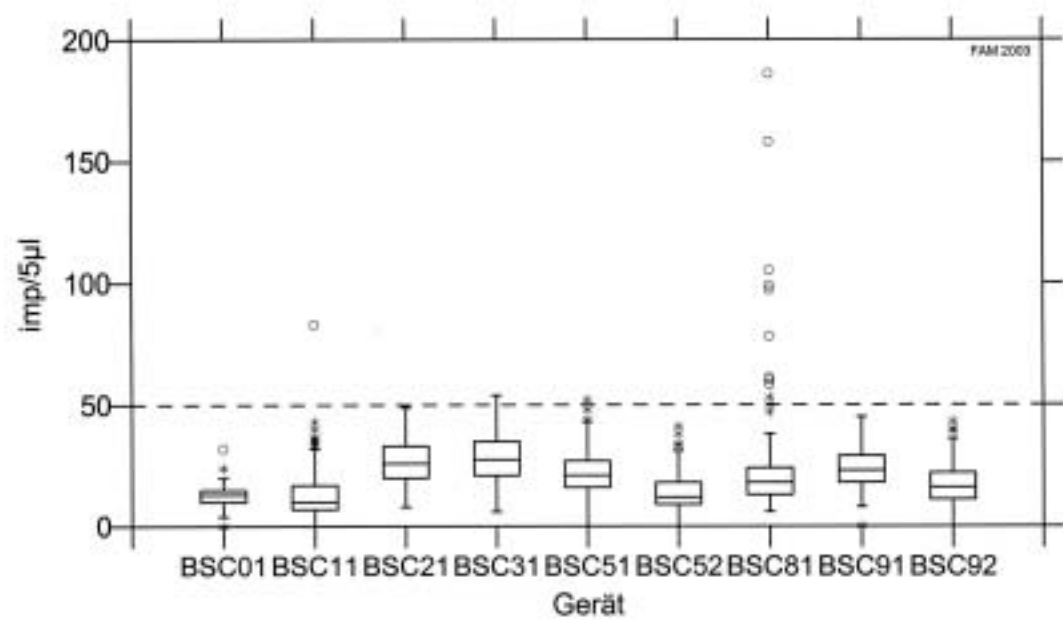


Abb.2) Blindproben 2002, Erster bis fünfter Tageswert

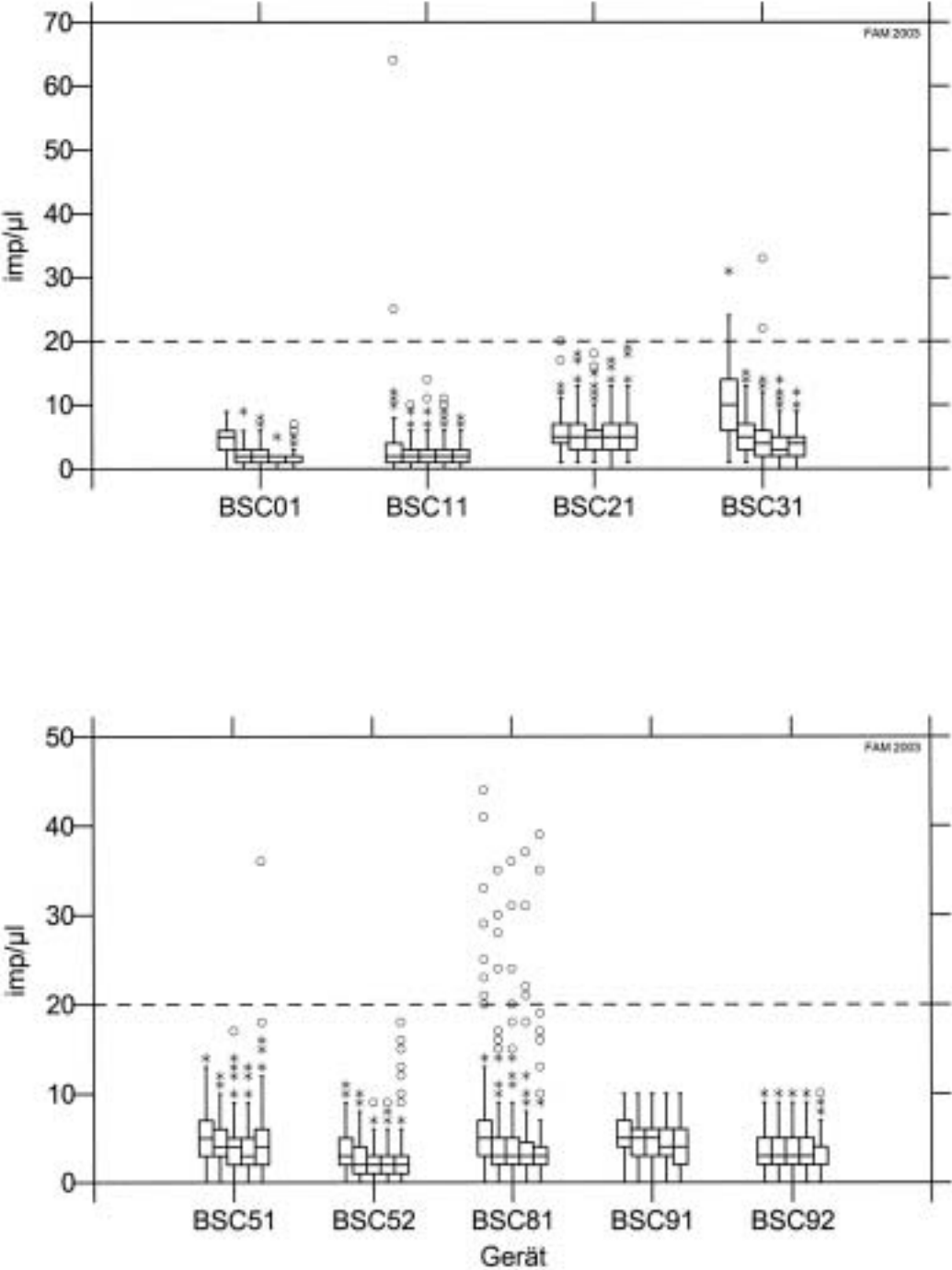
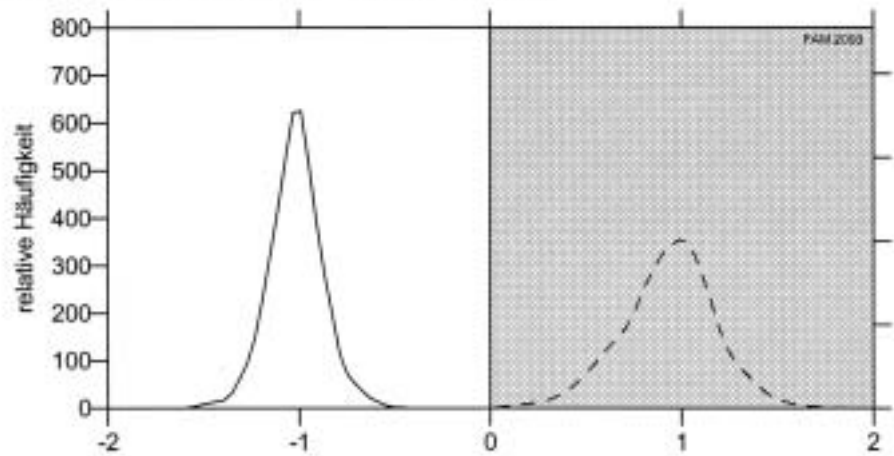
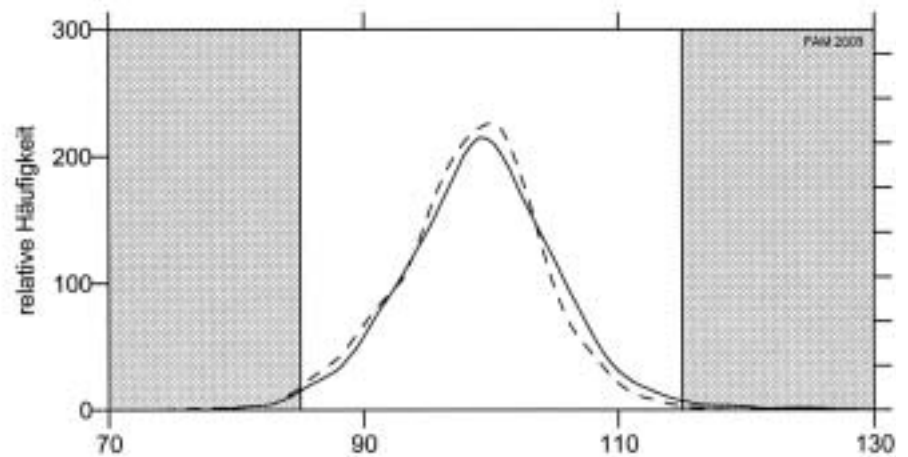


Abb.3) MS"tief" und MS"hoch" 2002, Häufigkeitsverteilung

Trennschärfe MS "tief" und MS "hoch", TH-Index



MS "tief" und MS "hoch", % Sollwert



Variationskoeffizienten von MS "tief" und MS "hoch" in %

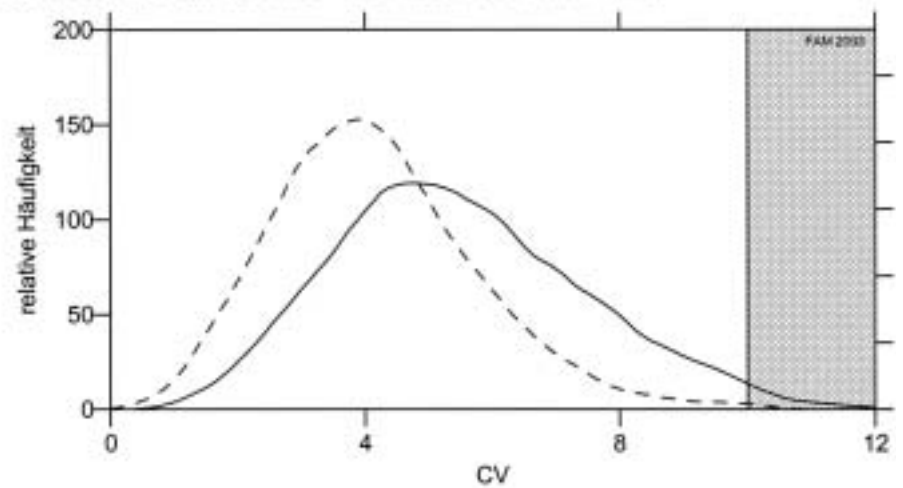


Abb.4) MS, Mittelwerte pro Lieferung

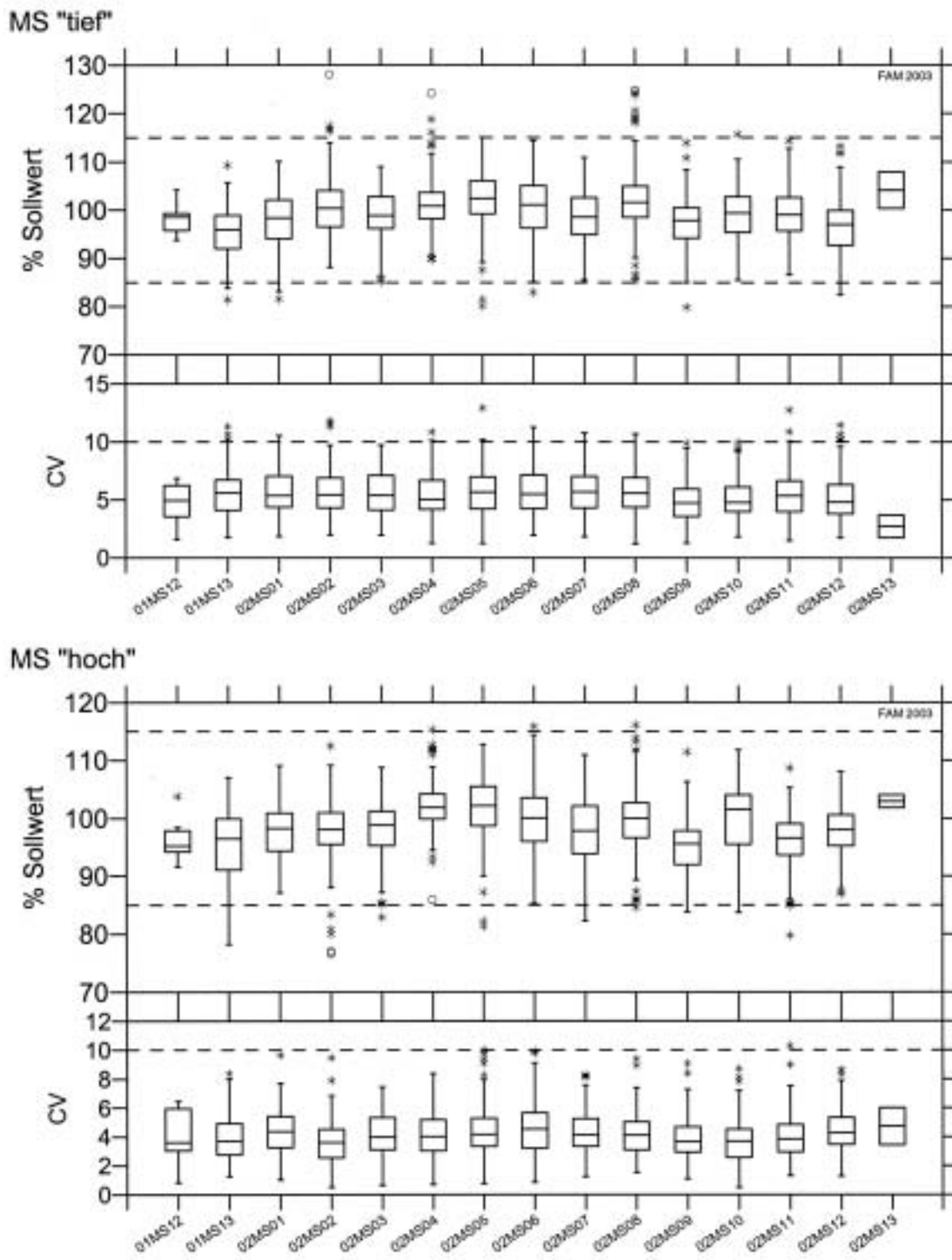


Abb.5) Sollwerte und Mittelwerte  
Richtigkeit (% Sollwert) und Streuung zwischen den Geräte-Tageswerten (CV)

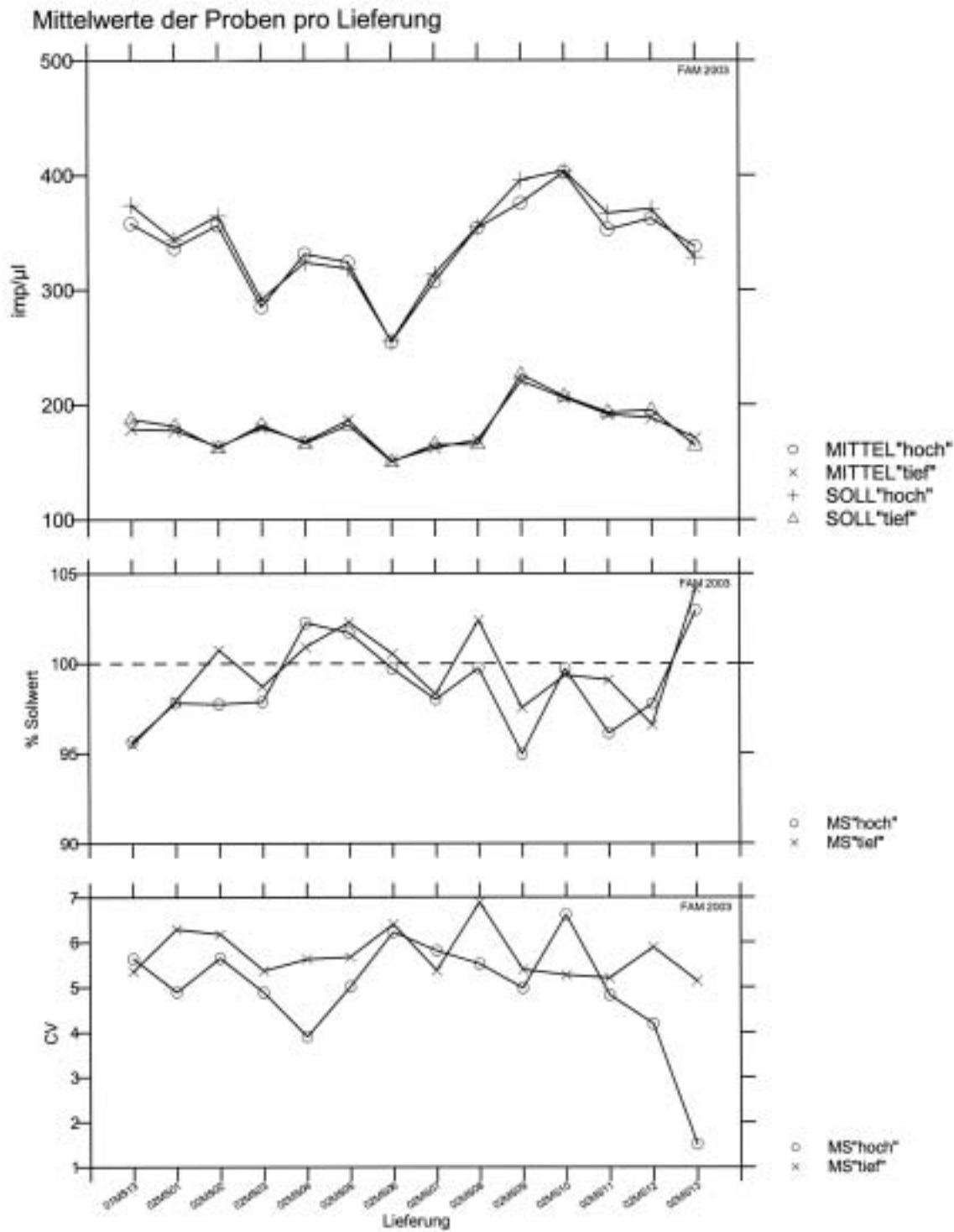


Abb.6) Relative Standardabweichungen

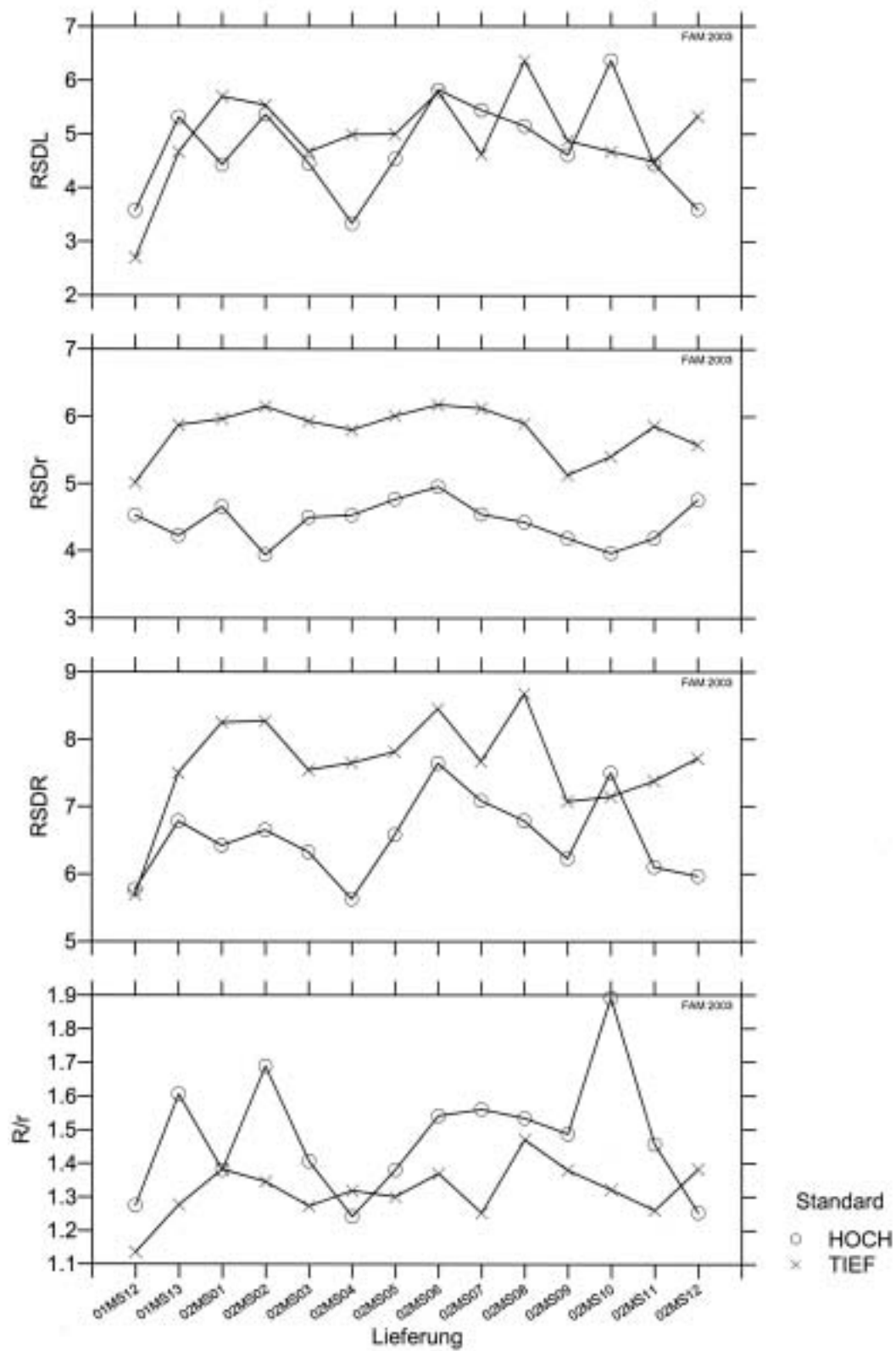
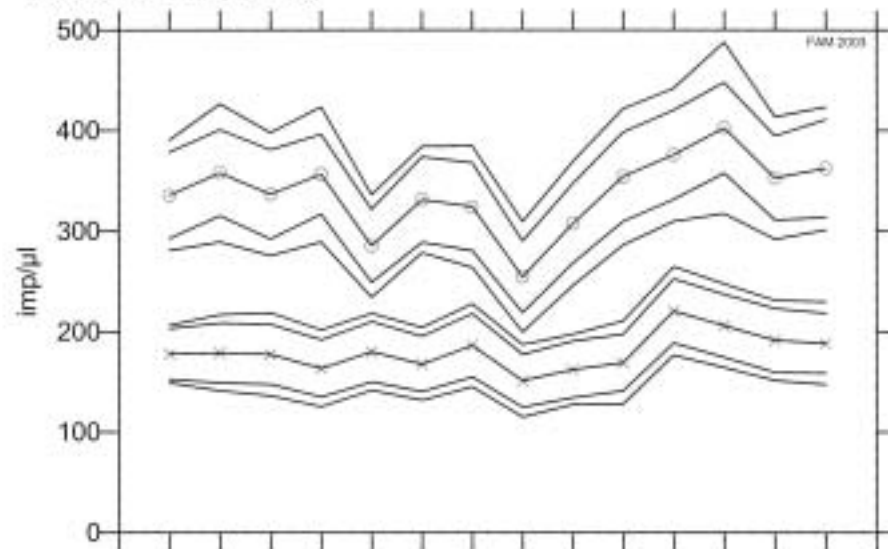
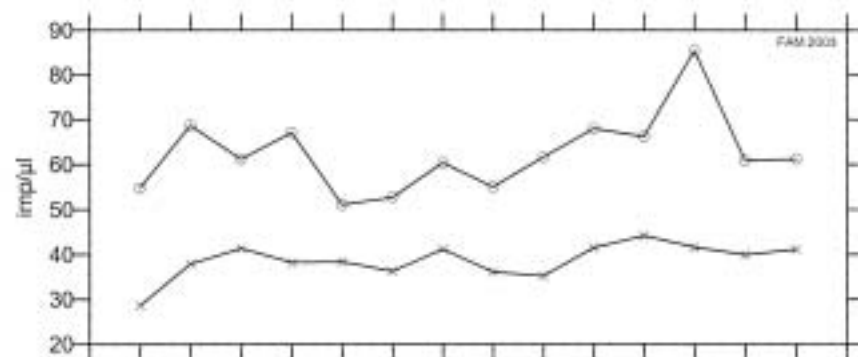


Abb.7) Sicherheitszonen, Reproduzierbarkeit und Wiederholbarkeit

Mittelwerte  $\pm r$  und  $\pm R$



Reproduzierbarkeit R



Wiederholbarkeit r

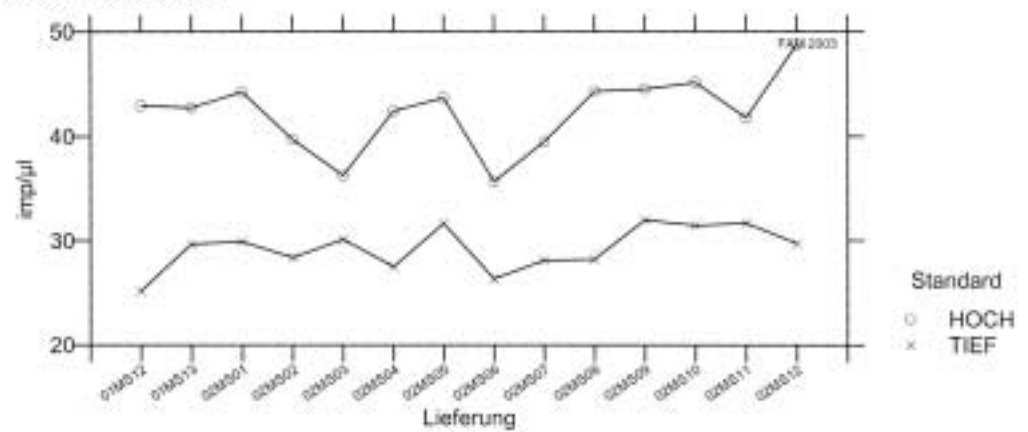


Abb.8) Richtigkeit und Präzision 2002 pro Lieferung, erste Jahreshälfte  
15% x 10% Toleranzfeld, 90% und 99% - Gauss-Ellipsen

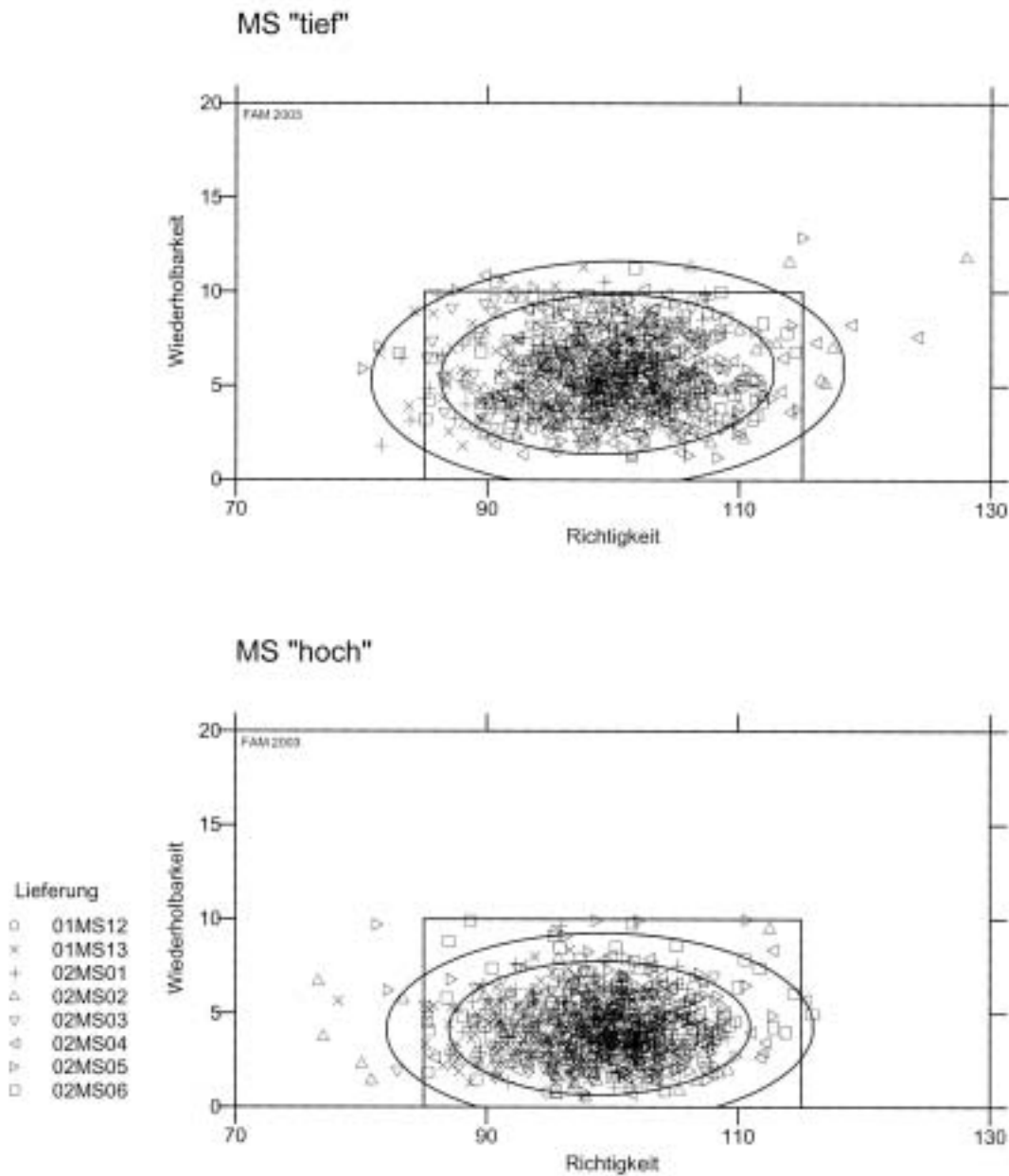


Abb.9) Richtigkeit und Präzision 2002 pro Lieferung, zweite Jahreshälfte  
15% x 10% Toleranzfeld, 90% und 99% - Gauss-Ellipsen

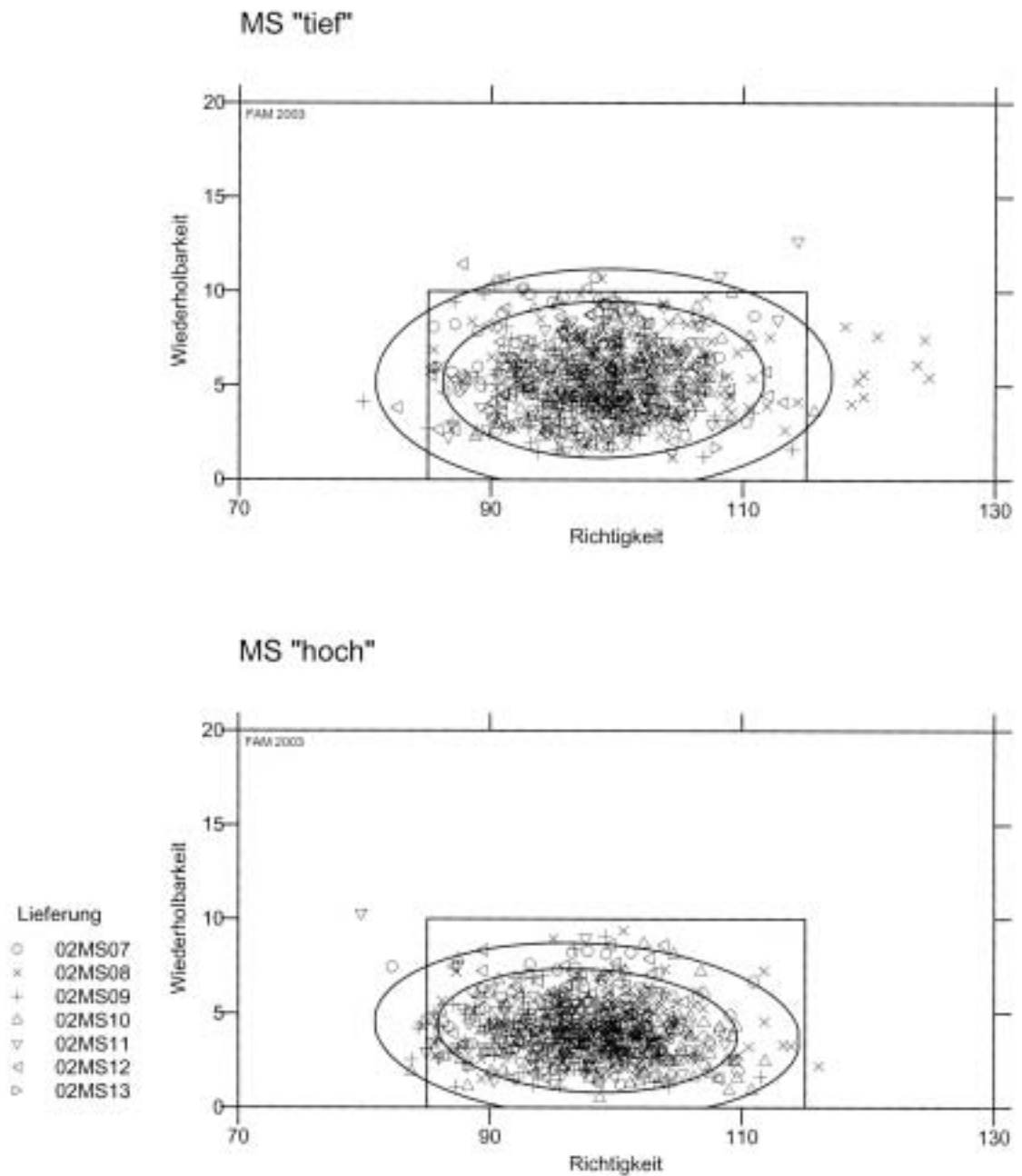


Abb.10) Richtigkeit und Präzision 2002 pro Gerät  
15% x 10% Toleranzfeld, 90% und 99% - Gauss-Ellipsen

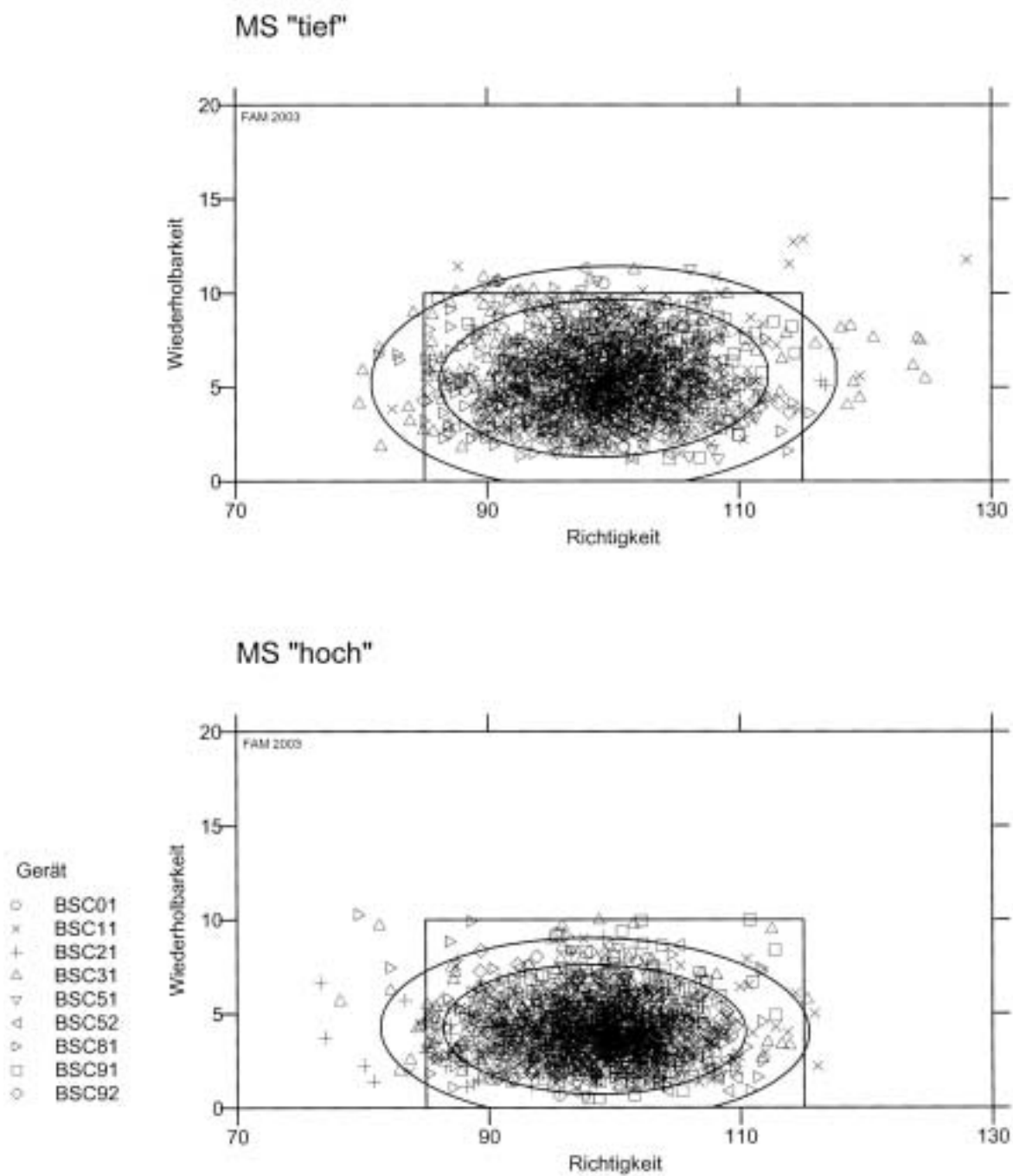
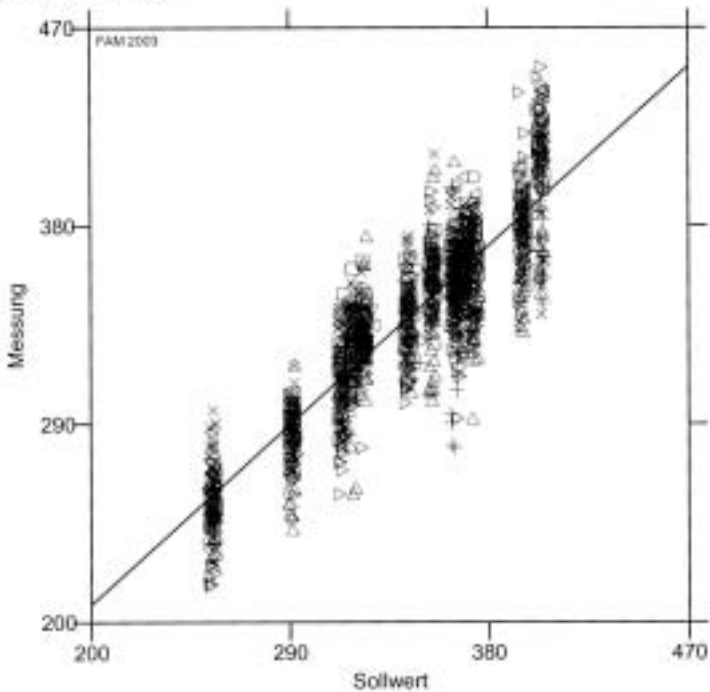


Abb.11) MS "tief" und MS "hoch" 2002, Regression zum Sollwert

Standard "hoch" in imp/μl



Standard "tief" in imp/μl

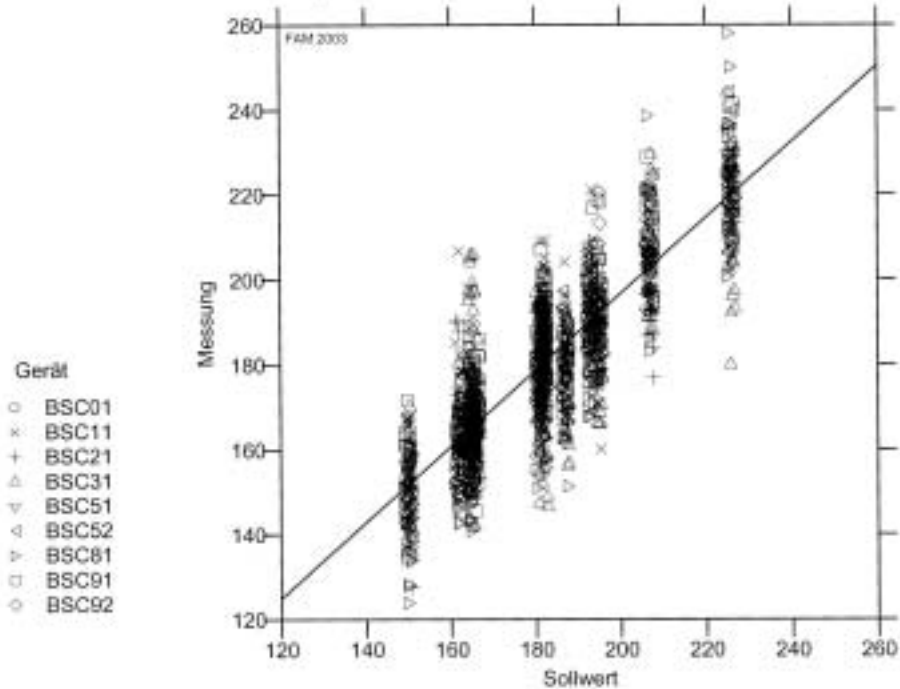
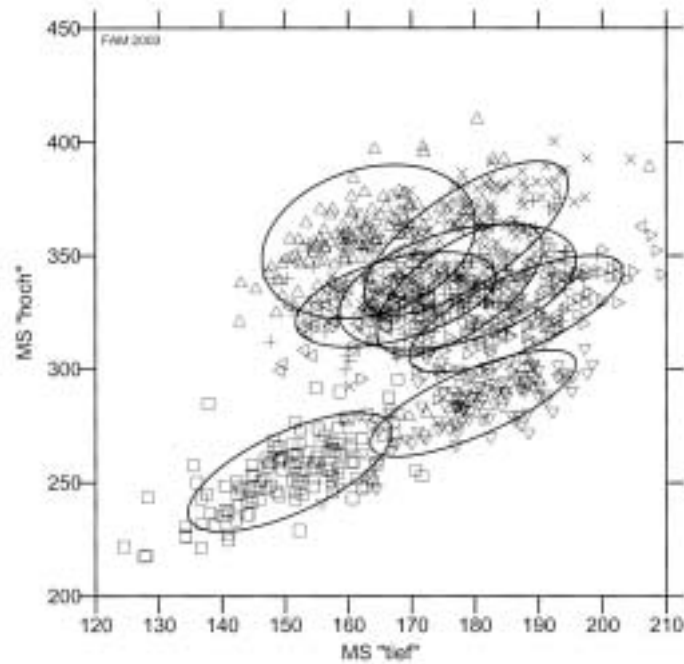


Abb. 12) MS"tief" und MS"hoch" 2002 Gegenüberstellung  
pro Lieferung, erste Jahreshälfte  
75 % - Gauss-Ellipsen

in imp/μl



in Prozent des Sollwerts

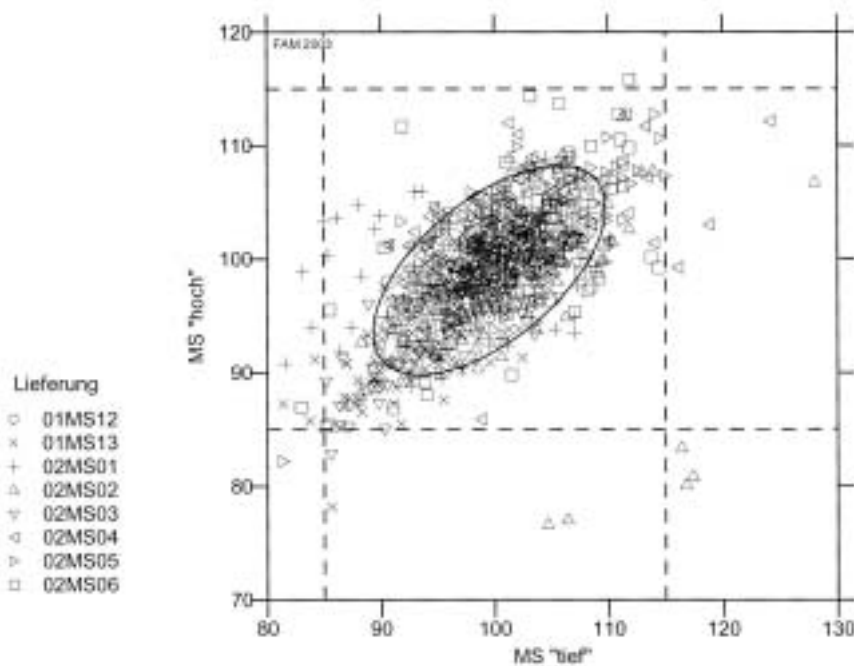
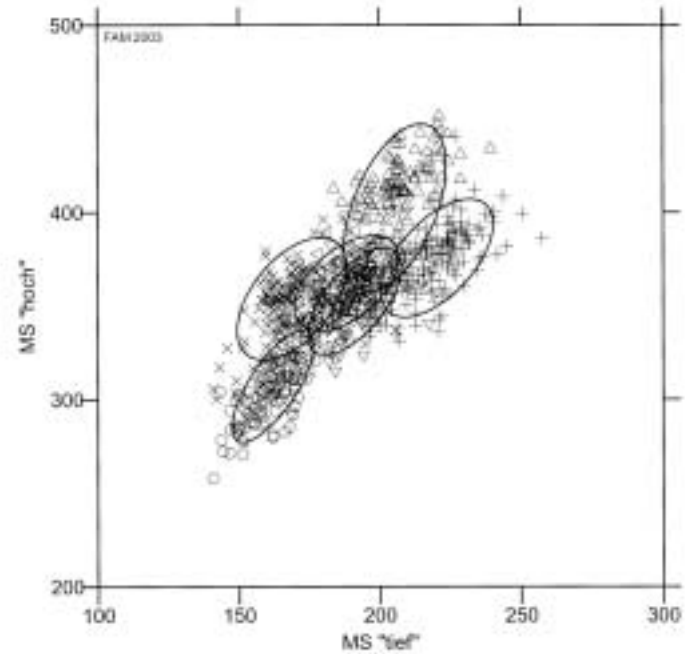


Abb. 13) MS"tief" und MS"hoch" 2002 Gegenüberstellung  
pro Lieferung, zweite Jahreshälfte  
75 % - Gauss-Ellipsen

in imp/μl



in Prozent des Sollwerts

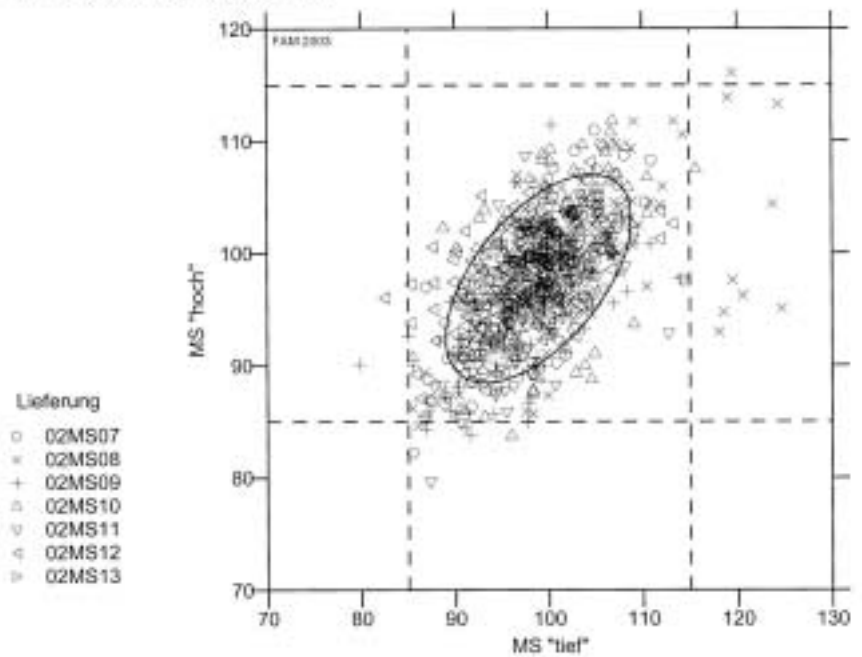
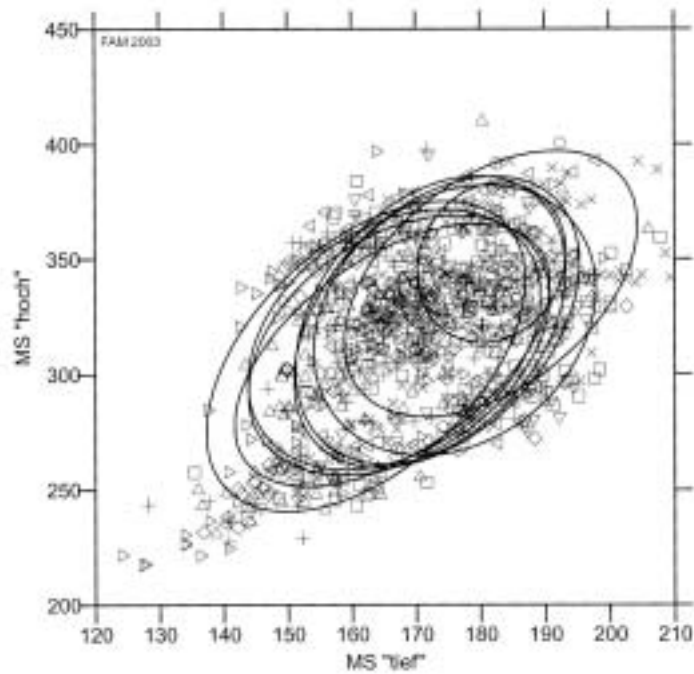


Abb. 14) MS"tief" und MS"hoch" 2002 Gegenüberstellung  
pro Gerät  
75 % - Gauss-Ellipsen

in imp/μl



in Prozent des Sollwerts

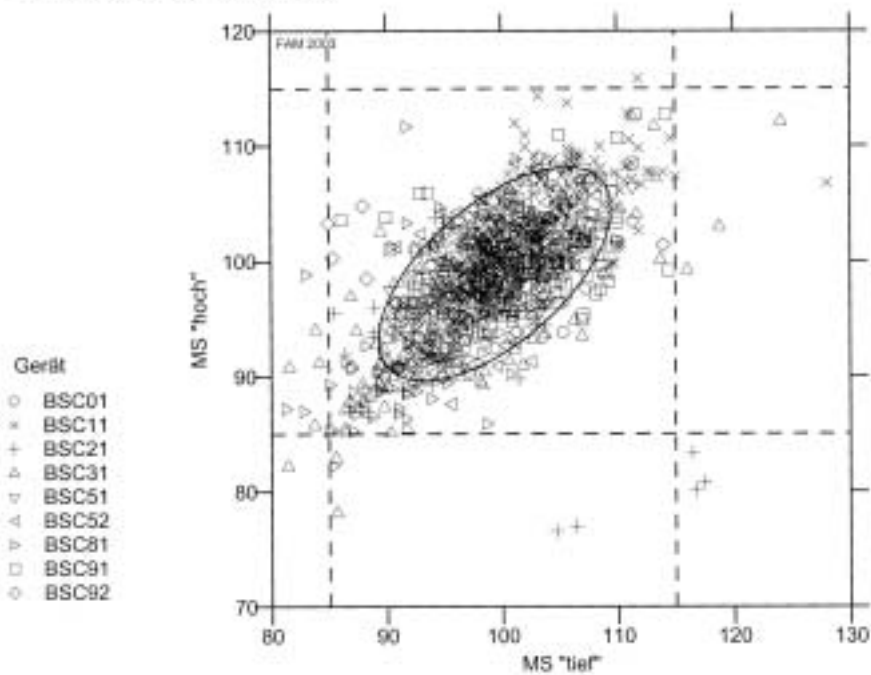


Abb.15) Richtigkeit und Präzision Hühner MS und Pilotproben

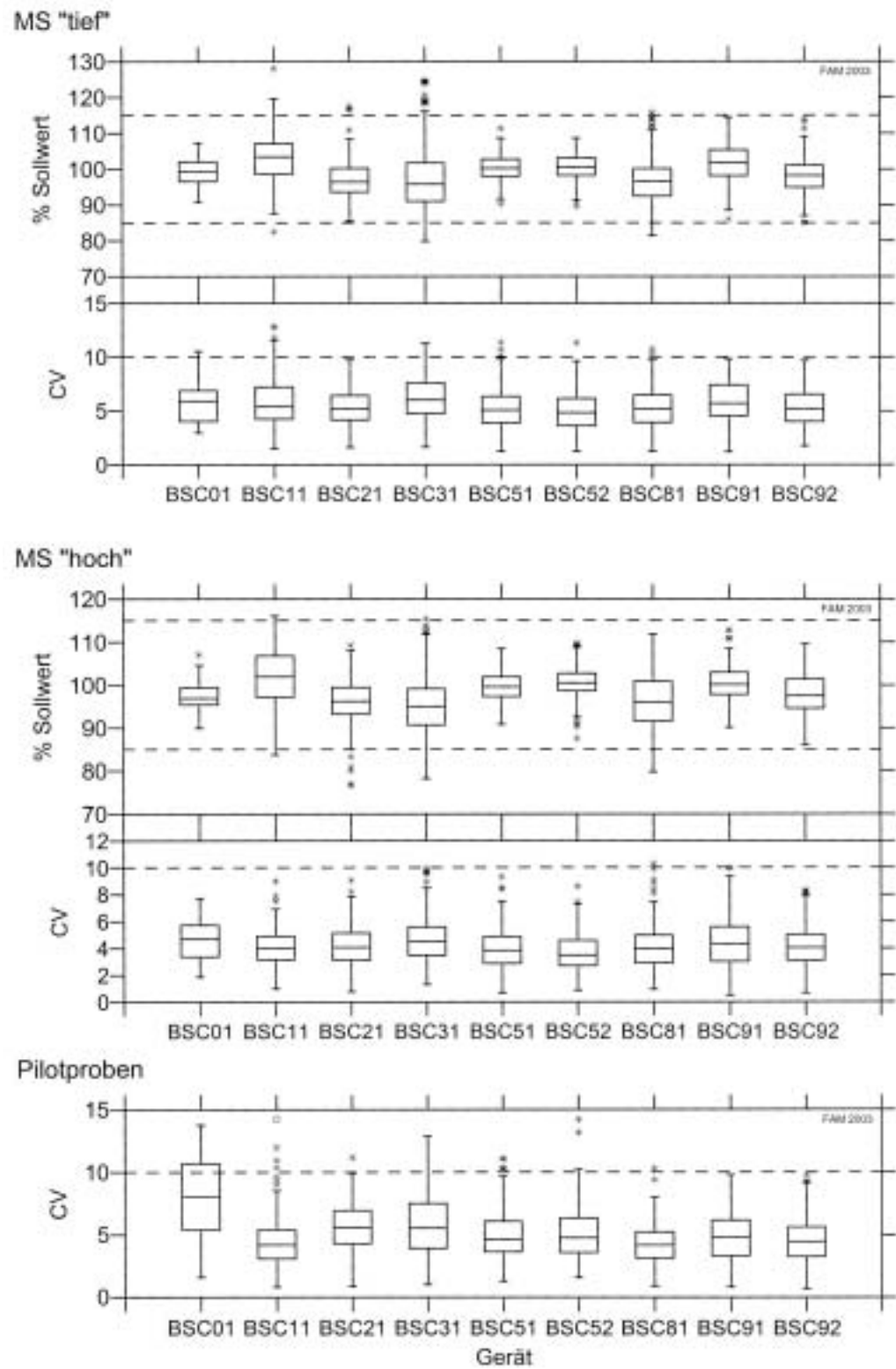
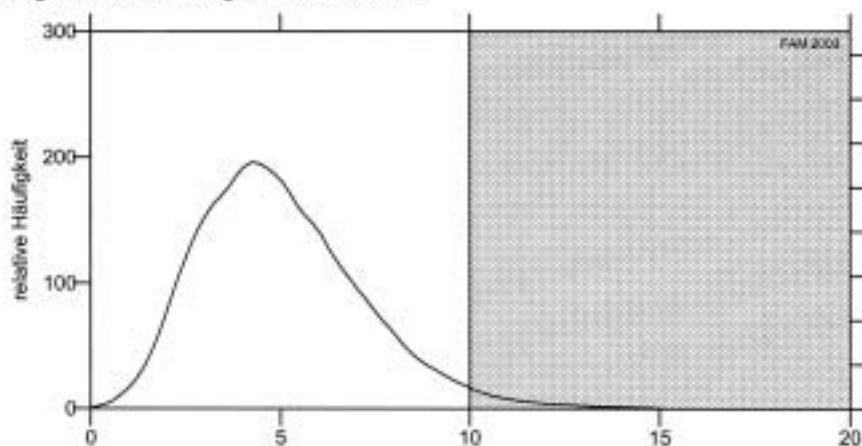


Abb.16) Pilotproben 2002, Häufigkeitsverteilung und Abhängigkeit vom CV

Häufigkeitsverteilung der CV-Werte



Abhängigkeit zwischen Keimbelastung und CV

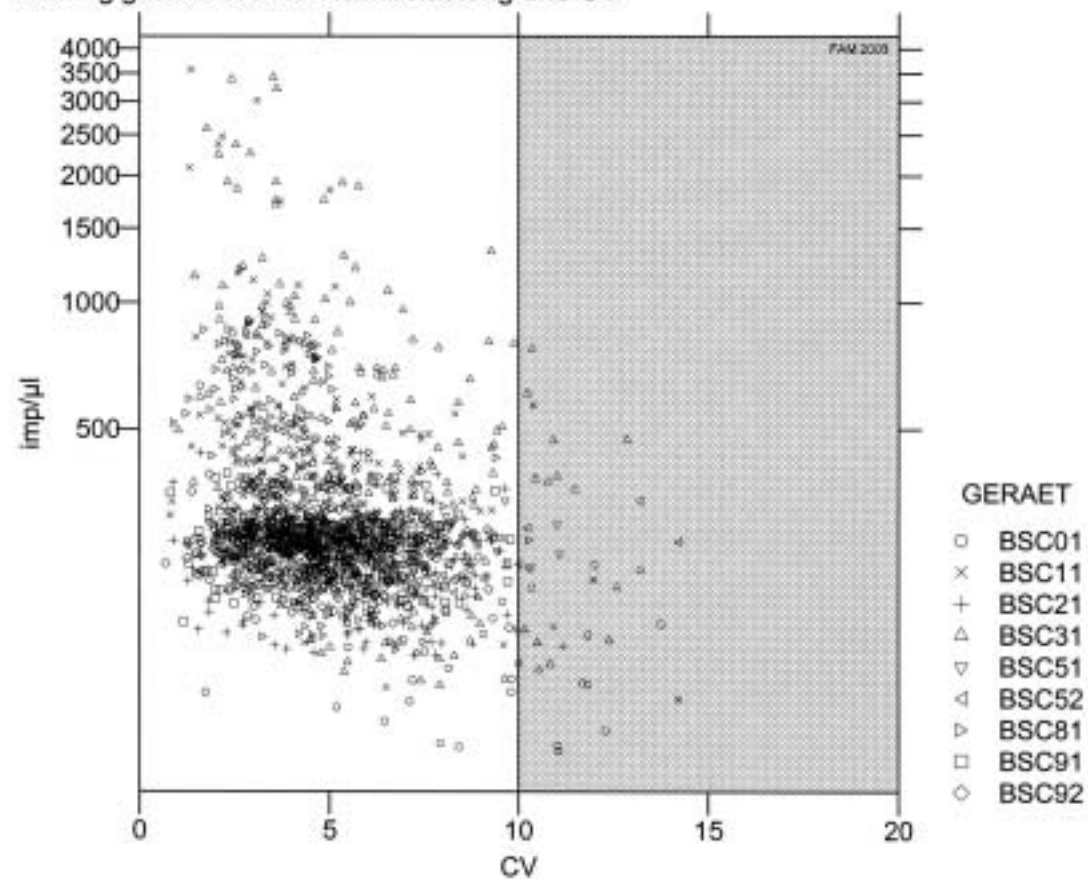
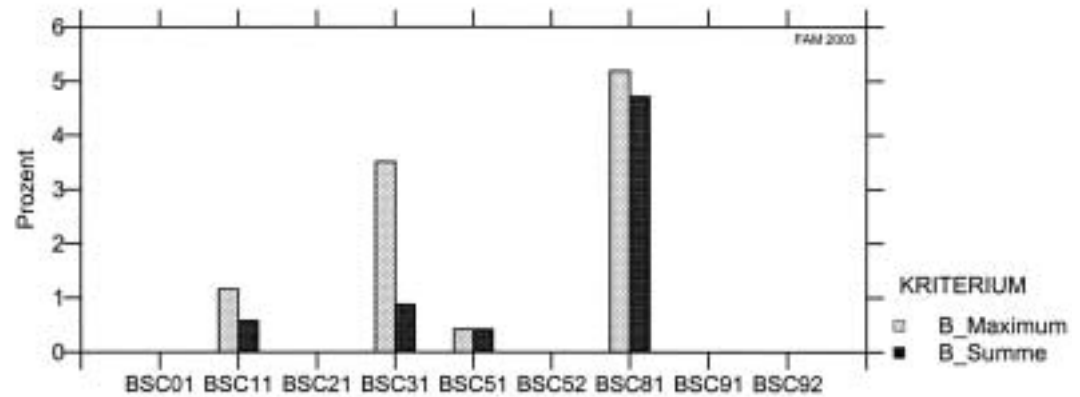
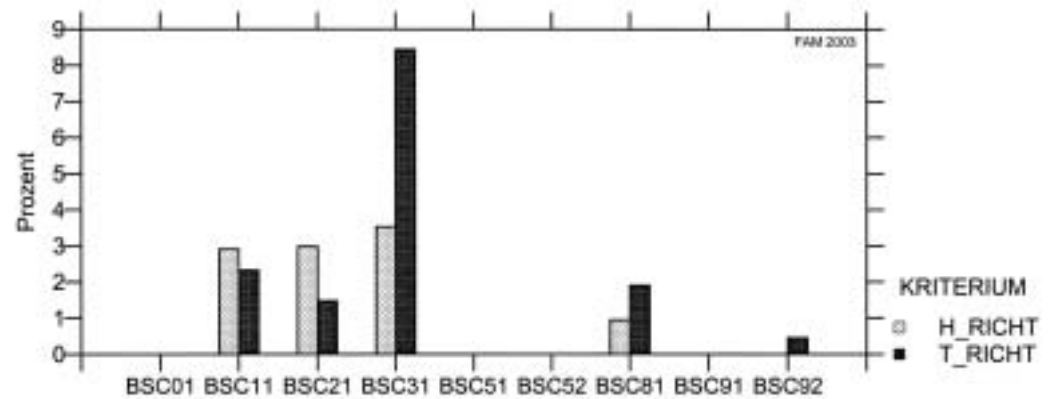


Abb.17) Übertretungen der Toleranzwerte 2002

Blindproben nicht korrekt



Richtigkeit nicht eingehalten: Standard "tief" und "hoch"



Präzision nicht eingehalten: Standard "tief", Standard "hoch", Pilotproben

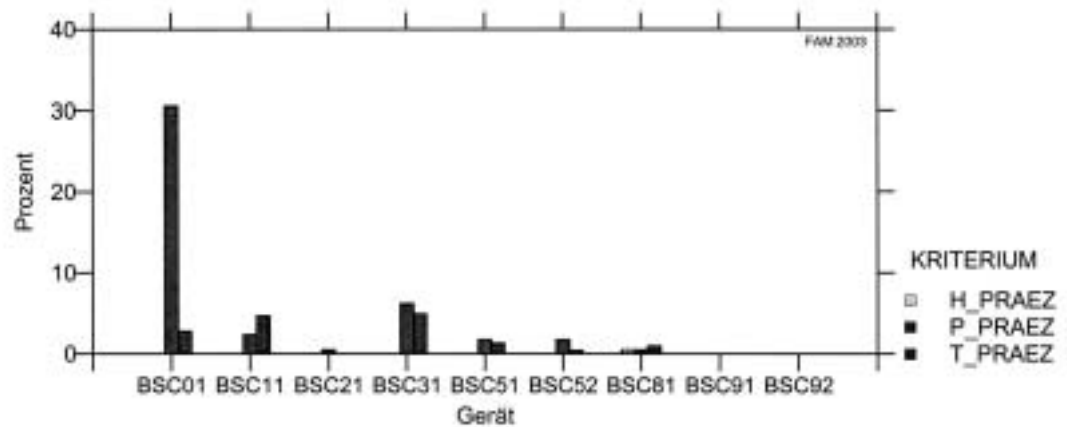


Abb.18) Klassierung der Geräte 2002 bezüglich Richtigkeit und Präzision

