FAM INFORMATION

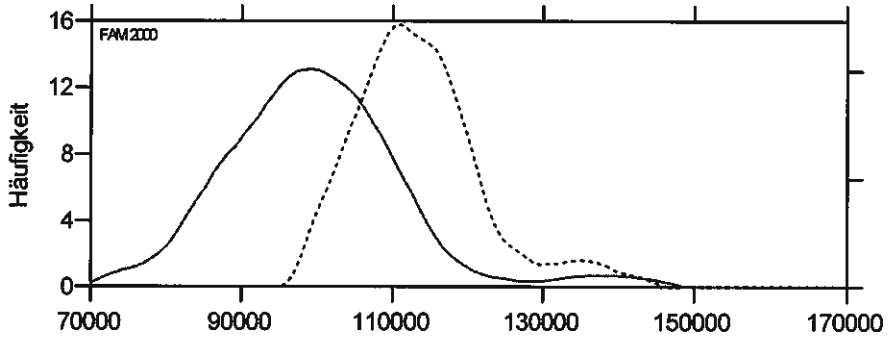
Juli 2000 / 403 W

Eidg. Forschungsanstalt
für Milchwirtschaft
CH-3003 Bern

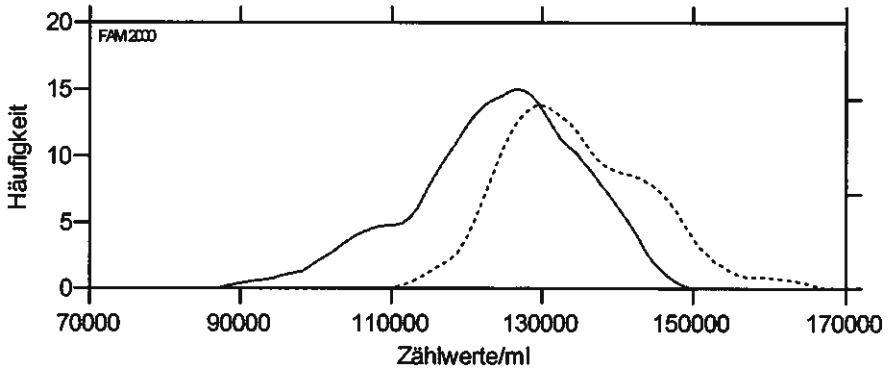
Proficiency-Test „Hüfner-Kontrollmilch“ Januar bis Mai 2000

Georges Bühlmann und Entela Sinani-Gashi

00MS01



00MS05



Inhalt

1.1	Kurzfassung	Seite 2
1.2	Résumé	3
1.3	Summary	4
1.4	Key words, Stichwörter	5
1.5	Abkürzungen	5
1.6	Verzeichnis der Tabellen	6
2.	Einleitung	7
3.	Material und Methoden	8
3.1	Hüfner-Kontrollmilch	8
3.2	BactoScan 8000	8
3.3	BactoScan FC	8
3.4	Aufzeichnung und Übertragung der Resultate	9
4.	Resultate	10
4.1	Teilnahme	10
4.2	Zählwerte BactoScan: imp und fcu	12
4.3	BactoScan 8000-Zählwerte nach Ländergruppen	13
4.4	Wiederholbarkeit: VK(r)	15
4.5	Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit	17
4.6	REL und Richtigkeit	19
4.7	Wiederholbarkeit und Distanzzahl	21
4.8	Regelkarten, Bewertungsgrafiken	22
4.9	Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit nach ISO 3534	22
5.	Diskussion, Folgerungen	22
5.1	Allgemein	22
5.2	Beurteilungskriterien	23
5.3	BactoScan 8000 und BactoScan FC	24
5.4	Empfehlungen	25
6.	Dokumente	26
7.	Adressen	26
8.	Dank	26
9.	Abbildungen	26

1.1 Kurzfassung

Die „Kontrollmilch", die alle vier Wochen zusammen mit dem Hüfner-Milch-Standard ausgeliefert wird, ist Grundlage für einen vorzüglichen internationalen Proficiency Test für Bacto-Scan Keimzählgeräte.

Ergänzend zu der vom Hersteller gelieferten Standard - Auswertung unterzogen wir die Resultate der Lieferungen vom Januar bis Mai 2000 einer eingehenden Analyse. Weil die Zählwerte ohne Umrechnung aufgezeichnet werden, sind Aussagen über die eigentliche, Geräte - bedingte Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit möglich, ohne Konfusion durch regionale oder nationale Konvertierungssysteme.

Die einzelnen Lieferungen der Kontrollmilch unterscheiden sich im durchschnittlichen Zählwert, aber auch im Quotienten der Zählwerte von BactoScan FC und BactoScan 8000. Dies weist auf den unterschiedlichen Keimgehalt, aber auch auf mögliche Unterschiede in der Zusammensetzung der Mikrobenpopulationen hin.

Die beiden Gerätegenerationen unterscheiden sich im Spektrum ihrer Empfindlichkeit, weshalb ihre Zählergebnisse getrennt bearbeitet werden müssen. Es scheint unzweckmässig, nationale Untergruppen bei BactoScan 8000 zu bilden: Nationale Unterschiede sollten grundsätzlich ausnivelliert werden, und ausserdem werden die Ergebnisse infolge der kleinen Teilnehmerzahl ohnehin schlecht reproduzierbar und wenig aussagekräftig.

Der durch regionale Einflüsse verursachte Streuungsanteil (insbesondere spezifische Chemikalienchargen, Instruktion des Personals, logistische Faktoren) wurde in unserer globalisierenden Auswertung zusammengefasst und in den Aspekt der Reproduzierbarkeit aufgenommen.

Der Variationskoeffizient zur Charakterisierung der Wiederholbarkeit VK(r) ist relativ konstant von Lieferung zu Lieferung und beträgt im Durchschnitt 6.6 für BactoScan 8000 und 4.7 für BactoScan FC.

Der mit der Reproduzierbarkeit verbundene Variationskoeffizient VK(R) ist deutlich höher. Auch er ist mit 10.0 bei BactoScan 8000 grösser als bei BactoScan FC mit 7.1. Damit erweist sich die neue Gerätegeneration als zuverlässiger und homogener in ihren Resultaten.

Als Beurteilungskriterien der einzelnen Geräte dienen die Richtigkeit, d.h. die Abweichung vom gemeinsamen Mittelwert und die Wiederholbarkeit VK(r) oder Präzision. Die Richtigkeit wird bei BactoScan FC besser eingehalten. Relative Abweichungen von 20 und mehr Prozent wurden in 10 der 393 Zahlensätze festgestellt, neun davon bei BactoScan 8000 und nur eine bei BactoScan FC. Es gibt 23 Zahlensätze mit einem VK(r) von 10 oder mehr, 19 bei BactoScan 8000 und vier bei BactoScan FC.

Die nach ISO 3534 berechneten Kennzahlen RSD_r, und RSD_R betragen 7.1 und 11.9 bei BactoScan 8000 respektive 5.2 uns 8.5 bei BactoScan FC.

Als weiteres Beurteilungskriterium wurde die Euklidische Distanz von Richtigkeit und Wiederholbarkeit berechnet. Beim BactoScan 8000 beträgt der Medianwert der Distanzzahl 9.5, beim BactoScan FC 7.0. In 16 der 393 Zahlensätze überschreitet die Distanzzahl den Wert 20. Alle Grenzwertüberschreitungen sind signifikant häufiger bei BactoScan 8000 als bei BactoScan FC. Es konnten keine signifikanten Unterschiede der Häufigkeit von Grenzwertüberschreitungen bei BactoScan 8000 zwischen den Ländergruppen festgestellt werden.

Zur grafischen Interpretation der Resultate erweisen sich Häufigkeitsverteilungen, Boxplots, Richtigkeits-Wiederholbarkeits-Distanzzahl-Diagramme und Regelkarten als hilfreich.

Es lohnt sich, dem Hüfner Kontrollmilch-Test vermehrt Aufmerksamkeit entgegenzubringen Die Laboratorien und Qualitätskontrollorgane sind gut beraten, wenn sie die Teilnahme und die Auswertung der Resultate sorgfältig beachten.

1.2 Résumé

Le „lait de contrôle", livré avec les laits standards de la maison Hüfner toutes les quatre semaines, constitue un véritable proficiency test pour les appareils BactoScan utilisés pour le dénombrement des germes totaux dans le lait cru.

En complément du rapport fourni par la maison Hüfner, nous avons analysé en détail les résultats des envois de janvier à mai 2000. Puisque les chiffres sont indiqués en unités directes sans aucune conversion, il est possible de tirer sans confusion aucune des conclusions sur le comportement des appareils en ce qui concerne la répétabilité et la reproductibilité.

Les livraisons de lait de contrôle se distinguent entre elles par le nombre moyen de germes totaux. Comparés aux résultats des appareils de la génération BactoScan 8000, ceux de la nouvelle génération BactoScan FC sont plus élevés. D'une livraison à l'autre, il existe aussi des différences du quotient BactoScan FC / BactoScan 8000. Il y a donc des différences dans le nombre de germes et probablement aussi dans la composition des populations microbiennes.

La sensibilité des deux générations d'instruments n'est donc pas identique et il faut bien en spécifier et séparer les résultats. Pour chaque livraison de lait de contrôle, deux chiffres de référence doivent être fixés, un pour le BactoScan 8000 et l'autre pour le BactoScan FC. D'ailleurs, il ne vaut plus la peine de faire des comparaisons nationales pour les BactoScan 8000: les différences nationales devraient disparaître de plus en plus et le petit nombre d'échantillons de ces subdivisions est source d'incertitudes considérables et statistiquement peu significatives.

La disperion des résultats, en fonction des facteurs régionaux tels que les différentes charges de réactifs, l'instruction du personnel et la logistique, a été intégrée dans notre analyse et prise en compte au niveau de l'expression générale de la reproductibilité CV(R).

La répétabilité, exprimée par le coefficient de variabilité CV(r), est assez stable d'une livraison à l'autre. Pour les BactoScan 8000, elle correspond à 6,6, pour les BactoScan FC à 4,7.

Les coefficients de variabilité CV(R) attribués à la reproductibilité sont en général plus importants que les CV(r). De même, les chiffres pour les BactoScan 8000 sont plus élevés que ceux du BactoScan FC, en moyenne ils s'élèvent à 10,0 et à 7,1. La nouvelle génération des appareils est donc plus fiable et plus homogène au point de vue des résultats.

RSD_r, und RSD_R calculés selon ISO 3534 s'élèvent à 7.1 et 11.9 pour le BactoScan 8000 et à 5.2 et 8.5 pour le BactoScan FC.

Pour caractériser les appareils individuels, nous avons analysé la justesse, c'est à dire la différence du chiffre de référence, et la précision qui est identique à la répétabilité CV(r). La justesse est meilleure avec les appareils BactoScan FC: De 393 observations, une différence de 20 % ou plus a été constatée dix fois au total, neuf fois chez des appareils BactoScan 8000 et une seule fois chez BactoScan FC. On constate 23 cas avec un CV(r) de 10 ou plus, 19 chez des appareils BactoScan 8000 et 4 chez le BactoScan FC.

Un critère additionnel, qui combine les mesures de la justesse et de la répétabilité, est la distance géométrique Euclidienne dont les médianes sont 9,5 chez BactoScan 8000 et 7,0 chez BactoScan FC. 16 des 393 distances atteignent ou surpassent la valeur 20, dont 15 proviennent d' appareils dy type BactoScan 8000 et seulement une seule d'un BactoScan FC. Lors de toutes ces comparaisons, le BactoScan 8000 était inférieur au BactoScan FC d'une manière significative. La comparaison par pays des données BactoScan 8000 au niveau de la fréquence des cas positifs n'a pas donné de différences significatives.

Plusieurs présentations et interprétations graphiques s'avèrent très utiles: Nous avons dessiné des diagrammes de fréquence, des boxplots, des diagrammes combinés de la

justesse, de la répétabilité et de la distance Euclidienne ainsi que des control charts spécialement adaptés.

Il est évident que la participation à la chaîne collaborative „lait de contrôle Hüfner" est avantageuse pour les laboratoires et pour les experts responsables de la surveillance de la qualité. Il vaut donc la peine d'en étudier soigneusement les résultats.

1.3 Summary

The „Control Milk" which is delivered every four weeks together with the Hüfner Standard Milk, is actually a very appreciable international Proficiency Test for BactoScan instruments which assess total microbial counts in raw milk.

In addition to the reports from the producers, we carried out some more detailed analyses on the results of the deliveries from January till May 2000. Because the reports contain the untransformed figures i.e. „BactoScan Direct Counts", it offers the opportunity to extract information about the performance of the instruments with respect to repeatability and reproducibility, without any disguise due to regional or national conversion schemes.

We found distinct differences between the average total microbial counts from delivery to delivery. In general, the results produced by BactoScan FC, the new instrument generation, are higher than by BactoScan 8000. The ratio BactoScan FC by BactoScan 8000 is also dependent on delivery. There are differences in the total microbial counts of the milks and most probably also differences of the relative composition of their microbial populations.

Counting units of the two instrument types are evidently not fully identical, the two instrument generations behave differently and their results must be specified and recorded separately. For every delivery of Control Milk two reference values must be considered, one for BactoScan FC and one for BactoScan 8000. On the other hand, there is no purpose to keep splitting the evaluation and forming national subgroups for results obtained by BactoScan 8000. National differences should no longer matter and because of the small sample size of these subgroups the statistical meaning of their figures is anyhow weak and rather confusing.

In our more generalising method of analysis, the factors causing variation on the regional level (e.g. specific chemicals, instruction of personnel, logistics) were merged and contribute to the expression of reproducibility CV(R).

Repeatability, characterised by the coefficient of variation CV(r), is more or less constant from delivery to delivery. It amounts to 6.6 for BatoScan 8000 and to 4.7 for BactoScan FC.

The coefficients of variation attributed to reproducibility CV(R) are in general higher than those of repeatability. Again BactoScan 8000 has higher values than BactoSan FC. The corresponding averages are 10.0 and 7.1. The new generation of instruments therefore clearly proves to be more reliable and more homogenous.

RSD_r, and RSD_R computed according to ISO 3534 amount to 7.1 and 11.9 for BactoScan 8000 and to 5.2 and 8.5 for BactoScan FC.

The individual instruments were characterised by accuracy, i.e. the difference between the result and the reference value, and the repeatability VK(r) or precision. Accuracy is better by BactoScan FC. From the 393 observations, differences of 20 and more percent were observed in 10 occasions, 9 of them from BactoScan 8000 instrument an only once from BactoScan FC. There were 23 records of repeatabilities KV(r) of 10 percent or more, 19 from BactoScan 8000 and 4 from BactoScan FC.

An additional criterion is the Euclidian distance between accuracy and repeatability. The median of this distance measure was 9.5 for BactoScan 8000, and 7.0 for BactoScan FC. 16 out of the 393 distance measures reached a value of 20 or more, 15 from BactoScan 8000 and only one from BactoScan FC. In all these comparisons, BactoScan 8000 was

significantly inferior to BactoScan FC. Within the observations obtained by BactoScan 8000 however, comparisons of five subgroups by nations did not indicate significant differences.

Graphical interpretation of the results is most helpful. We used frequency plots, box plots, diagrams of accuracy, repeatability and distance measure as well as specially adapted control charts.

It can be stated that Hüfner Control Milk deserves more appreciation, by the laboratories who should take advantage of this proficiency test, but also by the official quality supervisors who are offered a powerful tool to monitor the performance of the instruments.

1.4 Key words, Stichwörter

accreditation; AFEMA; BactoScan; collaborative study; collaborative test; control sample; cow milk; dairy laboratory; proficiency testing; quality assurance; raw milk; repeatability; reproducibility; testing laboratory; total microbial count.

1.5 Abkürzungen

00MSxx	Hüfner-Milk-Standard; Bericht, Nummer xx des Jahres 2000
AFEMA	Arbeitsgruppe zur Förderung von Eutergesundheit und Milchhygiene in den Alpenländern
BSCnnn	Hüfner-Identifikationscode für BactoScan-Gerät vom Typ 8000
CV	Variationskoeffizient, SD/ME
df	Statistische Freiheitsgrade
E	Exponent zur Basis 10
F	Quotient der Varianzen
FAM	Eidgenössische Forschungsanstalt für Milchwirtschaft
FCnnn	Hüfner-Identifikationscode für BactoScan-Gerät vom Typ FC
fcu	Zählwerte mit BactoScan FC
imp	Impulse, Zählwerte mit BactoScan 8000
ISO/IEC	International Organization for Standardization
MD	Medianwert, Zentralwert
ME	Arithmetisches Mittel
MIBD	Milchwirtschaftlicher Inspektions- und Beratungsdienst in der Schweiz
N	Anzahl Messungen, Stichprobenumfang
P	Wahrscheinlichkeit der Nullhypothese, $0 \le P \le 1$
R	Pearson Korrelationskoeffizient, $-1 \le R \le 1$
r	Wiederholbarkeit nach ISO 3534, $2.828 * s_r$
R	Reproduzierbarkeit nach ISO 3534, $2.828 * s_R$
R^2	Bestimmtheitsmass, Determinationskoeffizient, Anteil der erklärten Streuung, $0 \le R^2 \le 1$
REL	Zählwert in Prozent des Sollwerts, gemäss Hüfner-Bericht
RSD_r	Relative Standardabweichung der Wiederholbarkeit nach ISO 3534

RSD_R	Relative Standardabweichung der Reproduzierbarkeit nach ISO 3534
SD	Standardabweichung
s_r	Standardabweichung der Wiederholbarkeit nach ISO 3534
s_R	Standardabweichung der Reproduzierbarkeit nach ISO 3534
VK(R)	Reproduzierbarkeit, Reproducibility: Variationskoeffizient in Prozent
VK(r)	Wiederholbarkeit, Repeatability, Präzision: Variationskoeffizient in Prozent

1.6 Verzeichnis der Tabellen

Tab. 1	Struktur der Urliste	Seite 9
Tab. 2	Teilnahme an Hüfner Collaborative Study, Januar bis Mai 2000	10
Tab. 3	BactoScan 8000: Zahlensätze pro Ländergruppe und Lieferung	10
Tab. 4	BactoScan FC: Zahlensätze pro Ländergruppe und Lieferung	11
Tab. 5	Teilnahme der Geräte aus der Schweiz, Januar bis Mai 2000	11
Tab. 6	Zählwerte Keimbelastung pro Gerätetyp und Lieferung, statistische Kennzahlen	12
Tab. 7	Zählwerte Keimbelastung pro Gerätetyp und Lieferung, Streuungszerlegung	12
Tab. 8	Zählwerte Keimbelastung, Mittelwerte und deren Quotienten	13
Tab. 9	Zählwerte Keimbelastung BactoScan 8000 pro Ländergruppe und Lieferung, Kennzahlen	14
Tab. 10	Zählwerte Keimbelastung BactoScan 8000 pro Ländergruppe und Lieferung, Streuungszerlegung	14
Tab. 11	Wiederholbarkeit VK(r) pro Gerätetyp und Lieferung, Kennzahlen	15
Tab. 12	Wiederholbarkeit VK(r) pro Gerätetyp und Lieferung, Streuungszerlegung	15
Tab. 13	Wiederholbarkeit VK(r) BactoScan 8000 pro Ländergruppe und Lieferung, Kennzahlen	16
Tab. 14	Wiederholbarkeit VK(r) BactoScan 8000 pro Ländergruppe und Lieferung, Streuungszerlegung	16
Tab. 15	Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit nach Hüfner-Berichten	17
Tab. 16	Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit pro Gerätetyp und Lieferung, berechnet	18
Tab. 17	Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit pro Ländergruppe und Lieferung, berechnet	18
Tab. 18	Richtigkeit und REL pro Gerätetyp und Lieferung, Kennzahlen	19
Tab. 19	Richtigkeit und REL, Überschreitungen der Marke 20	19
Tab. 20	Richtigkeit, Wiederholbarkeit, REL-Wert und Distanzzahl, Korrelationsmatrix	21
Tab. 21	Richtigkeit, Wiederholbarkeit, REL-Wert und Distanzzahl, Kennzahlen	21
Tab. 22	Kennzahlen für Richtigkeit und Wiederholbarkeit nach ISO 3534	

2. Einleitung

Die nach ISO/IEC 17025 akkreditierten Prüfstellen sind verpflichtet, an anerkannten Vergleichsprogrammen, d.h. an Ring- oder Proficiency-Tests teilzunehmen (Norm 5.9b).

Die Weisung der Schweiz über die Untersuchung der Proben und die Analysenverfahren bei der Qualitätskontrolle der Verkehrsmilch vom 11. November 1998 schreibt vor, dass die MIBD-Labors zur Überwachung von Richtigkeit und Präzision ihrer Keimzählgeräte vom Typ BactoScan 8000 den von der Firma Hüfner in Wangen im Allgäu angebotenen Milchstandard verwenden (Artikel 5.1.2). Eine entsprechende Vorschrift ist auch im Qualitätsleitfaden der AFEMA vom Oktober 2000 festgehalten und gültig für alle beteiligten Mitgliedstaaten.

Zusammen mit dem Milchstandard liefert die Firma Hüfner alle vier Wochen auch eine „Kontrollmilch". Die Resultate der Messungen an Milchstandard und Kontrollmilch jeder Lieferung werden gesammelt und publiziert.

- Der *Milchstandard* enthält eine definierte Bakterienpopulation und ist geeignet zur täglichen Überprüfung und Kalibrierung der Geräte. Der Referenzwert wird den Labors a priori bekanntgegeben.
- Die Bakterienpopulation der *Kontrollmilch* ist nicht definiert und mit jeder Lieferung anders. Der Sollwert wird erst a posteriori festgelegt und entspricht dem arithmetischen Mittel der Messwerte der beteiligten Geräte.

Die Hüfner-Kontrollmilch ist also ein unabhängiges Vergleichsprogramm, welches das Verhalten der Geräte charakterisiert. Es hat die Funktion eines eigentlichen Proficiency-Tests.

Die von der Firma Hüfner gelieferte Auswertung der Resultate ist eher summarisch, enthält jedoch die nicht-transformierten Mittelwerte von jedem Gerät. Dadurch wird eine nachträglich eingehendere Analyse möglich. Es schien uns wichtig, im Rahmen des laufenden Arbeitsprogrammes, Projekt 35.1.2 „Nationales Referenzlabor" einige grundsätzliche Aspekte und Vorzüge des Tests aufzuzeigen und gleichzeitig partikuläre und mehr zufallsabhängige zu relativieren.

Der Test ist für Betreiber von BactoScan-Geräten besonders aufschlussreich, weil die Geräte-Zählwerte ohne Verfälschung durch irgendwelche Umrechnungs- oder Konversionsfaktoren wiedergegeben werden. Dies gilt besonders für die Schweiz, wo die Geräte-Zählwerte zur Beurteilung der Rohmilchqualität nicht umgerechnet werden.

Die vorliegende Arbeit basiert auf den von der Firma Hüfner in ihren offiziellen Berichten herausgegebenen Aufzeichnungen der ersten fünf Lieferungen des Jahres 2000. Sie hat zum Ziel:

- Bessere Kenntnis der Eigenschaften der Hüfner-Kontrollmilch
- Differenzierte Darstellung der Leistung der beteiligten Geräte
- Vergleich BactoScan FC mit BactoScan 8000
- Darstellung der Leistung der Schweizerischen BactoScan 8000-Geräte
- Überprüfung der Beurteilungskriterien und der Gruppierungen
- Neue Möglichkeiten der Auswertung, insbesondere der grafischen Darstellung
- Berechnungen nach ISO 3534
- Nachweis der Eignung der Hüfner-Kontrollmilch-Untersuchungen als Proficiency-Test.

3. Material und Methoden

3.1 Hüfner-Kontrollmilch

Bei den Proben handelt es sich um rohe Kuhmilch, die mit Azidiol stabilisiert wurde. Durch Zugabe von verschiedenen Bakterienkulturen wird der Zählwert auf 50 000 bis 150 000 imp/ml eingestellt. Jede Lieferung enthält demzufolge eine leicht modifizierte, unterschiedliche Zusammensetzung der Bakterienflora. Der Versand erfolgt alle vier Wochen. Die Proben sind in flüssigem Zustand in 50 ml-Fläschchen aus Polyethylen mit Schraubverschluss, verpackt in Styropor-Schachteln und gekühlt mit Kühlelementen.

Die Labors müssen die Temperatur der Lieferung registrieren: Die Milch darf bei Ankunft nicht gefroren sein und wenn die Temperatur 15°C übersteigt, ist die Lieferung zu refüsieren und Ersatz zu verlangen.

In der Regel werden die Keimzahlmessungen am Tage nach der Ankunft vorgenommen. Laut Hersteller sind die Proben jedoch in gekühltem Zustand ohne weiteres einige Tage haltbar, ohne den Zählwert zu verändern.

3.2 BactoScan 8000

Diese Keimzählgeräte der Firma Foss Electric in DK- 3400 Hillerød haben sich seit Beginn der 90er-Jahre zum weitverbreiteten Standard entwickelt. Sie werden in der Schweiz seit 1997 als offizielle Messinstrumente verwendet. Die Zählergebnisse werden als Impulse/ml (imp/ml) registriert.

Geräte vom Typ BactoScan 8000 registrieren den Keimgehalt von Kuhmilchproben nach Zugabe von Detergens, enzymatischer Verdauung, Färbung mit Acridin Orange und Zentrifugation im Saccharose-Dichtegradienten, indem die spezifisch gefärbten Partikel im Licht einer Xenonlampe aufleuchten und die Lichtimpulse mikroskopisch ausgezählt werden.

3.3 BactoScan FC

Die neuere Generation von Keimzählgeräten der gleichen Herstellerfirma ist in verschiedenen Ländern seit 1999 im Einsatz. Die Zählergebnisse werden in diesem Bericht als fcu (FC-Einheiten) bezeichnet.

Das Funktionsprinzip beruht auf einer Homogenisierung der Probe, einer Detergens- und Enzymbehandlung, Einfärben mit Ethidium-Bromid und anschliessender Zählung der fluoreszierenden Partikel im Durchflusszytometer (Flow Cytometry).

Bei Milchproben mit ähnlicher Zusammensetzung der Bakterienflora korrelieren fcu und imp gut, bei unterschiedlicher Bakterienflora kommt es jedoch unweigerlich zu Differenzen zwischen den beiden Messsystemen. Die differenzierte Registrierung und Bearbeitung der Zählergebnisse ist also gerechtfertigt.

3.4 Aufzeichnung und Übertragung der Resultate

Die Labors teilen der Firma Hüfner ihre Messresultate auf vorgedruckten Formularen mit. In Wangen werden die Meldungen zusammengestellt, als Excel-Tabellen bearbeitet und in periodischen Berichten alle vier Wochen, zusammen mit der Zustellung der neuen Milchstandard-Lieferung, herausgegeben.

Die Berichte enthalten pro Gerät einen Datensatz. Neben der Spezifikation des Gerätes, den Arbeitslösungen, Chemikalienchargen, den Grundeinstellungen und den Zahlen über den vorgängigen sowie den aktuellen Milchstandard sind drei Zahlen über die Messungen der Kontrollmilch enthalten (IMP, VK(r) und REL).

Die Werte der Einzelmessungen und der jeweilige Stichprobenumfang sind aus den Hüfner-Berichten nicht ersichtlich. Im Idealfall basieren sie, wie im vorgedruckten Formular empfohlen, auf 10 Wiederholungen.

Wir haben die Zahlen in eine MS-Word-Tabelle übertragen. Die weitere Bearbeitung erfolgte mit der Statistik-Software SYSTAT 9. Mit vorgängigen Plausibilitätstests konnten mehrere Schreib- und Druckfehler festgestellt und behoben werden. Ausserdem wurden bei der ersten varianz-analytischen Bearbeitung der drei ursprünglichen Kriterien IMP, VK(r) und REL alle Werte mit mehr als vier Standardabweichungen überprüft und mit den Hüfner-Berichten verglichen. Die korrekte Übertragung der Zahlen konnte bestätigt werden, die scheinbaren Ausreisser wurden in der Urliste beibehalten.

Es ist also anzunehmen, dass die so erstellte Urliste frei ist von banalen Abschreibefehlern.

Die Urliste enthält 426 Zahlensätze. Pro Gerät und Kontrollmilchlieferung wurden folgende Einträge aus den Hüfner-Berichten übernommen:

Tabelle 1) Struktur der Urliste

Variable	Spezifikation
Lieferung	Bezeichnung des Hüfner-Berichts, Januar bis Mai 2000
Lfnr	Fortlaufende Nummer innerhalb des Berichts
Land	Kurzbezeichnung des Teilnehmerlandes
Geraet	Individuelle Kennzeichnung des Gerätes und des Gerätetyps
Typ	BactoScan 8000 oder BactoScan FC
imp	Durchschnittlicher Impulswert pro Mikroliter Kontrollmilch, beruhend auf 5 bis 10 Einzelmessungen
VK(r)	Variationskoeffizient der Stichprobe mit 5 bis 10 Einzelmessungen, in Prozent
REL	Relativierter Zählwert, in Prozent. (Der jeweilige Sollwert ist offenbar abhängig von Gerätetyp, Lieferung und Land)

4. Resultate

4.1 Teilnahme

Die Urliste umfasst 426 Zahlensätze von 98 Geräten aus 16 Ländern. Sie sind relativ gleichmässig auf die fünf Lieferungen verteilt. 59 % der Resultate stammen von BactoScan 8000-Geräten.

Tabelle 2) Teilnahme an Hüfner Collaborative Study, Januar bis Mai 2000

	BSC	FC	Total
Belgien	10		10
Dänemark	28		28
Deutschland	39	128	167
Estland	4		4
Finnland	2		2
Italien	25		25
Korea	1		1
Luxemburg	5		5
Niederlande	16		16
Österreich	29	12	41
Schweden		5	5
Schweiz	43		43
Slovenien	3		3
Spanien	40	19	59
Tschechien	8		8
Ungarn		9	9
Total	253	173	426

Es gibt Labors, deren Rückmeldung keine Resultate über Messungen an Kontrollmilch enthält. Die vorliegende Auswertung stützt sich auf die verfügbaren vollständigen Zahlensätze (Tab. 3 und 4)

Tabelle 3) BactoScan 8000: Zahlensätze pro Ländergruppe und Lieferung

	ÖSTER REICH	DÄNE MARK	DEUTSCH LAND	SCHWEIZ	SPANIEN	andere	TOTAL
00MS01	5	5	2	8	9	6	35
00MS02	7	6	7	9	8	23	60
00MS03	7	4	8	9	9	12	49
00MS04	6	6	4	7	5	20	48
00MS05	3	2	7	9	7	11	39
TOTAL	28	23	28	42	38	72	231

Tabelle 4) BactoScan FC: Zahlensätze pro Ländergruppe und Lieferung

	ÖSTER REICH	DEUTSCH LAND	SPANIEN	andere	Total
00MS01	3	21	3	3	30
00MS02	2	24	4	3	33
00MS03	3	23	4	2	32
00MS04	3	25	4	3	35
00MS05	1	24	4	3	32
TOTAL	12	117	19	14	162

Bei den FC-Geräten besteht eine bessere Rückmeldedisziplin, aber auch zwischen den Ländern können Unterschiede festgestellt werden:

- Regelmässige Teilnahme von Belgien, Dänemark, Deutschland, Estland, Österreich, Schweiz, Spanien, Ungarn.
- Teilnahme mit Unterbrüchen von Finnland, Italien, Korea, Niederlande, Slovenien und Tschechien.
- Einige wichtige europäische Milchländer nehmen nicht an den Hüfner-Vergleichstests teil, namentlich Frankreich, England, Norwegen, Polen, Griechenland.

Im Juni 1997 hatten 118 Geräte teilgenommen, im Mai 2000 waren es noch 81. Die Reduktion der Teilnehmerzahl ist vor allem darauf zurückzuführen, dass die Geräte der FC-Generation praktisch doppelte Umsatzleistung aufweisen und deshalb weniger Geräte im Einsatz sind.

9 der 10 Geräte aus der Schweiz gehören zu MIBD-Labors, die verpflichtet sind, an den Hüfner-Vergleichstests teilzunehmen. Die fehlenden Zahlensätze sind auf Übermittlungsverzögerungen zurückzuführen, denn zu spät eintreffende Rückmeldungen können nicht mehr rechtzeitig in der Liste berücksichtigt werden. Es ergaben sich aber auch Ausfälle infolge von Reparatur, Geräterevision oder Ferien. Im Rahmen der Akkreditierung wird Wert darauf gelegt, dass die Vakanzen in Zukunft auf ein Minimum reduziert werden.

Tabelle 5) Teilnahme der Geräte aus der Schweiz, Januar bis Mai 2000

Gerät	00MS01	00MS02	00MS03	00MS04	00MS05	Total
BSC98	1	1	1	0	1	4
BSC130	1	1	1	0	1	4
BSC131	1	1	1	1	1	5
BSC132	0	0	1	1	1	3
BSC133	0	1	1	1	0	3
BSC138	1	1	1	0	1	4
BSC139	1	1	1	1	1	5
BSC140	1	1	1	1	1	5
BSC141	1	1	1	1	1	5
BSC142	1	1	1	1	1	5
Total	8	9	10	7	9	43

4.2 Zählwerte BactoScan: imp und fcu

Bereits die differenzierte Aufzeichnung der Häufigkeitsverteilungen zeigt, dass es bei jeder Milchlieferung Unterschiede zwischen BactoScan 8000 und BactoScan FC gab (Abb. 1): Die Kurven wurden mit SYSTAT9 generiert, so dass die eingeschlossene Fläche jeweils der Zahl der Beobachtungen entspricht. Form und Höhe der Kurve zeigen die mittlere Tendenz, Streuung, Symmetrieeigenschaften, Neigung zu Mehrgipfeligkeit usw.

Eingipfelige und relativ normale Verteilungen liegen bei den Lieferungen 00MS01 und 00MS05 vor. Die anderen Kurven sind eher breit oder asymmetrisch und neigen oft zur Mehrgipfeligkeit.

Generell sind die imp-Werte tiefer und flacher verteilt als die fcu-Werte.

Tabelle 6 enthält die statistischen Kennzahlen der fünf Lieferungen, gemessen mit den beiden Gerätetypen.

Tabelle 6) Zählwerte Keimbelastung pro Gerätetyp und Lieferung, statistische Kennzahlen

LIEFERUNG	TYP	N	MD	ME	SD	CV
00MS01	BSC	35	100000	99657	11024	0.111
00MS02	BSC	60	127000	125850	13654	0.108
00MS03	BSC	49	122000	125184	13732	0.110
00MS04	BSC	48	124000	124646	11004	0.088
00MS05	BSC	39	123000	124051	10260	0.083
00MS01	FC	30	113500	113500	7986	0.070
00MS02	FC	33	128000	125242	10548	0.084
00MS03	FC	32	131000	131750	8629	0.065
00MS04	FC	35	135000	134686	9174	0.068
00MS05	FC	32	132000	134500	8905	0.066

Es fällt auf, dass sämtliche Medianwerte beim FC-Gerät höher sind. Mit Ausnahme von Lieferung 00MS02 gilt dies auch für die arithmetischen Mittelwerte. Die Streuungsmasse SD und CV sind bei BactoScan FC ausnahmslos deutlich tiefer als bei BactoScan 8000.

Diese ersten Eindrücke werden bestätigt durch die Streuungszerlegung (Tab. 7). Es gilt zudem als hoch gesichert, dass bei gewissen Lieferungen der Unterschied zwischen den beiden Gerätetypen grösser ist als bei anderen.

Tabelle 7) Zählwerte Keimbelastung pro Gerätetyp und Lieferung, Streuungszerlegung

Source	Sum-of-Squares	df	Mean-Square	F-ratio	P
LIEFERUNG	2.58286E+10	4	6.45715E+09	52.719	0.000
GERÄETTYP	6.08369E+09	1	6.08369E+09	49.670	0.000
LIEFERUNG*TYP	2.34727E+09	4	5.86818E+08	4.791	0.001
Error	4.69109E+10	383	1.22483E+08		

N = 393; Multiple R = 0.647; Squared multiple R = 0.419

Es ist nicht offensichtlich, dass die beiden Geräte die verschiedenen Milchlieferungen übereinstimmend beurteilen. Die beschränkte Anzahl lässt bei der Korrelationsrechnung keine zuverlässige Aussage zu. Tabelle 8 zeigt, dass der Quotient fcu/imp bei den fünf Lieferungen recht unterschiedlich ist.

Tabelle 8) Zählwerte Keimbelastung, Mittelwerte und deren Quotienten

	BactoScan 8000		BactoScan FC		Quotient
LIEFERUNG	N	imp	N	fcu	fcu/imp
00MS01	35	99657	30	113500	1.139
00MS02	60	125850	33	125242	0.995
00MS03	49	125184	32	131750	1.052
00MS04	48	124646	35	134686	1.081
00MS05	39	124051	32	134500	1.084

4.3 BactoScan 8000-Zählwerte nach Ländergruppen

Die BactoScan 8000-Resultate wurden in sechs Herkunftsgruppen unterteilt (Tab. 3). Wegen der zu geringen Teilnehmerzahl wäre eine feinere Aufteilung unzweckmässig.

Die Übersichtsgrafik (Abb. 2) zeigt eine recht stabile Lage der Medianwerte (waagrechte Marke innerhalb der einzelnen Boxen). Die Boxen sind unterschiedlich hoch, wobei berücksichtigt werden muss, dass es sich zum Teil um eher kleine Gruppen mit wenig Einzelmessungen handelt.

Die statistischen Kennzahlen der Lieferungen und Ländergruppen sind in Tabelle 9 zusammengestellt. In der Regel sind Zahlensätze mit grossem N vertrauenswürdiger und haben auch geringere Streuungsindikatoren.

Tabelle 9) Zählwerte Keimbelastung BactoScan 80000 pro Ländergruppe und Lieferung, statistische Kennzahlen

LIEFERUNG	GRUPPE	N	MD	ME	SD	CV
00MS01	andere	6	98000	99000	4382	0.044
00MS01	DÄNEMARK	5	92000	95200	11212	0.118
00MS01	DEUTSCHLAND	2	93500	93500	19092	0.204
00MS01	ÖSTERREICH	5	105000	104200	10183	0.098
00MS01	SCHWEIZ	8	95500	100500	16570	0.165
00MS01	SPANIEN	9	100000	100667	8185	0.081
00MS02	andere	23	130000	130217	13423	0.103
00MS02	DÄNEMARK	6	130500	132667	9832	0.074
00MS02	DEUTSCHLAND	7	126000	125143	6067	0.048
00MS02	ÖSTERREICH	7	134000	133429	10470	0.078
00MS02	SCHWEIZ	9	126000	124000	8860	0.071
00MS02	SPANIEN	8	103500	104250	4773	0.046
00MS03	andere	12	131500	131750	19620	0.149
00MS03	DÄNEMARK	4	119500	116500	7047	0.060
00MS03	DEUTSCHLAND	8	127500	123750	11055	0.089
00MS03	ÖSTERREICH	7	132000	133429	5028	0.038
00MS03	SCHWEIZ	9	122000	122000	9670	0.079
00MS03	SPANIEN	9	117000	118333	11662	0.099
00MS04	andere	20	126000	127700	12376	0.097
00MS04	DÄNEMARK	6	118000	119000	11507	0.097
00MS04	DEUTSCHLAND	4	120000	122250	13326	0.109
00MS04	ÖSTERREICH	6	124000	127333	6831	0.054
00MS04	SCHWEIZ	7	125000	122000	7394	0.061
00MS04	SPANIEN	5	122000	121600	11014	0.091
00MS05	andere	11	123000	124727	12215	0.098
00MS05	DÄNEMARK	2	128000	128000	8485	0.066
00MS05	DEUTSCHLAND	7	122000	123286	12338	0.100
00MS05	ÖSTERREICH	3	123000	126667	9074	0.072
00MS05	SCHWEIZ	9	124000	122889	9062	0.074
00MS05	SPANIEN	7	126000	123000	10165	0.083

Die zugehörige Streuungszerlegung (Tab. 10) macht deutlich, dass einzelne Ländergruppen sich gegenüber anderen unterscheiden: Österreich eher hoch, Spanien tief, Deutschland, Dänemark und Schweiz im Mittelfeld. Die Interaktion ist hingegen nicht signifikant.

Tabelle 10) Zählwerte Keimbelastung BactoScan 8000 pro Ländergruppe und Lieferung, Streuungszerlegung

Source	Sum-of-Squares	df	Mean-Square	F-ratio	P
LIEFERUNG	1.53492E+10	4	3.83730E+09	29.387	0.000
LÄNDERGRUPPE	2.79599E+09	5	5.59197E+08	4.282	0.001
LIEFERUNG*GRUPPE	3.94209E+09	20	1.97105E+08	1.509	0.081
Error	2.62465E+10	201	1.30580E+08		

N = 231; Multiple R = 0.711; Squared multiple R = 0.506

4.4 Wiederholbarkeit: VK(r)

Mit Wiederholbarkeit wird die Genauigkeit der Übereinstimmung von sich folgenden Messungen eines bestimmten Gerätes unter konstanten Bedingungen definiert. Die Angaben über Wiederholbarkeit wurden den Berichten der Firma Hüfner entnommen, wo zu jedem Zahlensatz der relative Variationskoeffizient VK(r) vermerkt ist. (Diese Zahlen sind nicht identisch mit s_r, der mittleren Standardabweichung der Wiederholbarkeit nach ISO 3534.)

In Abbildung 3 sind die Häufigkeitsverteilungen von VK(r) aufgezeichnet. Mit BactoScan FC-Geräten wurden bessere Wiederholbarkeiten erzielt als mit BactoScan 8000.

Die statistischen Kennzahlen pro Lieferung und Gerätetyp sind in Tabelle 11 zusammengestellt:

Tabelle 11) Wiederholbarkeit VK(r) pro Gerätetyp und Lieferung, statistische Kennzahlen

LIEFERUNG	TYP	N	MD	ME	SD	CV
00MS01	BSC	35	6.50	6.946	2.960	0.426
00MS02	BSC	60	6.65	6.678	2.565	0.384
00MS03	BSC	49	6.70	6.739	2.336	0.347
00MS04	BSC	48	6.15	6.313	2.735	0.433
00MS05	BSC	39	6.60	6.503	2.341	0.360
00MS01	FC	30	4.50	4.853	2.479	0.511
00MS02	FC	33	5.00	5.136	1.971	0.384
00MS03	FC	32	4.00	4.141	2.190	0.529
00MS04	FC	35	5.00	4.880	2.958	0.606
00MS05	FC	32	4.60	4.359	1.532	0.352

Die Streuungszerlegung (Tab. 12) zeigt, dass die Wiederholbarkeit nicht abhängig ist von der Lieferung und auch nicht von einer Interaktion Lieferung * Gerätetyp. Der Gerätetyp ist der einzige Faktor, der zur Gesamtstreuung einen signifikanten Beitrag leistet. Bei Untersuchungen mit BactoScan FC ist VK(r) also durchwegs geringer, egal bei welcher Lieferung.

Tabelle 12) Wiederholbarkeit VK(r) pro Gerätetyp und Lieferungen, Streuungszerlegung

Source	Sum-of-Squares	df	Mean-Square	F-ratio	P
LIEFERUNG	16.684	4	4.171	0.686	0.602
GERÄTETYP	360.534	1	360.534	59.284	0.000
LIEFERUNG*TYP	18.072	4	4.518	0.743	0.563
Error	2329.189	383	6.081		

N = 393; Multiple R = 0.380; Squared multiple R = 0.144

Die Auswertung der Ländergruppen ergab folgende Werte:

Tabelle 13) Wiederholbarkeit VK(r) BactoScan 8000 pro Ländergruppe und Lieferung, statistische Kennzahlen

LIEFERUNG	GRUPPE	N	MD	ME	SD	CV
00MS01	andere	6	5.650	6.383	1.917	0.300
00MS01	DÄNEMARK	5	7.100	6.640	2.509	0.378
00MS01	DEUTSCHLAND	2	11.750	11.750	4.031	0.343
00MS01	ÖSTERREICH	5	7.400	6.840	3.816	0.558
00MS01	SCHWEIZ	8	6.550	6.550	1.058	0.162
00MS01	SPANIEN	9	5.700	6.833	3.905	0.572
00MS02	andere	23	6.500	6.417	2.871	0.447
00MS02	DÄNEMARK	6	7.850	8.233	4.553	0.553
00MS02	DEUTSCHLAND	7	8.000	7.457	1.575	0.211
00MS02	ÖSTERREICH	7	7.000	6.343	2.398	0.378
00MS02	SCHWEIZ	9	7.000	6.744	1.044	0.155
00MS02	SPANIEN	8	5.600	5.800	1.589	0.274
00MS03	andere	12	7.500	7.375	2.202	0.299
00MS03	DÄNEMARK	4	6.950	7.225	1.204	0.167
00MS03	DEUTSCHLAND	8	6.650	7.175	2.693	0.375
00MS03	ÖSTERREICH	7	7.600	7.157	2.627	0.367
00MS03	SCHWEIZ	9	4.300	5.533	2.046	0.370
00MS03	SPANIEN	9	4.800	6.167	2.600	0.422
00MS04	andere	20	5.750	6.065	2.934	0.484
00MS04	DÄNEMARK	6	8.700	9.283	2.673	0.288
00MS04	DEUTSCHLAND	4	6.750	7.075	1.742	0.246
00MS04	ÖSTERREICH	6	6.000	5.300	3.406	0.643
00MS04	SCHWEIZ	7	5.000	5.686	1.081	0.190
00MS04	SPANIEN	5	6.100	5.220	1.305	0.250
00MS05	andere	11	6.700	6.109	3.179	0.520
00MS05	DÄNEMARK	2	7.050	7.050	2.475	0.351
00MS05	DEUTSCHLAND	7	6.900	7.100	1.528	0.215
00MS05	ÖSTERREICH	3	6.300	7.267	1.762	0.242
00MS05	SCHWEIZ	9	7.200	7.000	1.806	0.258
00MS05	SPANIEN	7	4.100	5.400	2.497	0.462

Die Analyse der mit BactoScan 8000 erzielten Wiederholbarkeiten zeigt, dass die Lieferung keinen Einfluss auf das Ergebnis hat, auch nicht als Interaktion (Tab. 14). Die einander gegenübergestellten Ländergruppen verhalten sich jedoch leicht unterschiedlich (Tab. 13).

Tabelle 14) Wiederholbarkeit VK(r) BactoScan 8000 pro Ländergruppe und Lieferung, Streuungszerlegung

Source	Sum-of-Squares	df	Mean-Square	F-ratio	P
LIEFERUNG	18.981	4	4.745	0.724	0.576
LÄNDERGRUPPE	95.146	5	19.029	2.904	0.015
LIEFERUNG*GRUPPE	106.071	20	5.304	0.809	0.701
Error	1317.241	201	6.553		

N = 231; Multiple R = 0.363; Squared multiple R = 0.132

Die Unterschiede zwischen den Länderguppen müssen aus Abbildung 4 und Tabelle 13 herausgelesen werden. Gruppenmittelwerte mit kleinem Stichprobenumfang sind mit Unsicherheit behaftet, was sich oft in hohen Mittelwerten äussert.

4.5 Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit

Die Reproduzierbarkeit zeigt die Übereinstimmung der Ergebnisse der verschiedenen Geräte. In der Streuung enthalten sind demzufolge auch die lokalen, personellen, apparativen und logistischen Unterschiede. (Die diesbezüglich verwendeten Korrelationskoeffizienten sind nicht identisch mit s_R, der mittleren Standardabweichung der Reproduzierbarkeit nach ISO 3534.)

Die Reproduzierbarkeit wird in den Hüfner-Berichten für Gruppen berechnet (Tab. 15). Die Gruppenabgrenzungen sind jedoch nicht eindeutig festgelegt: die Gruppe „ohne Österreich" enthält offenbar noch einmal die deutschen BactoScan 8000-Geräte.

Grundsätzlich ist aber auch aus dieser Zusammenstellung ersichtlich, dass die Regel VK(r) < VK(R) gilt, also dass die Streuung zwischen den Geräten grösser ist als die mittlere Streuung innerhalb einer Messserie bei einzelnen Geräten.

Tabelle 15) Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit, nach Hüfner-Berichten

Selektion	Lieferung	N	ME	VK(r)	VK(R)	Vergleich
nur Deutschland	00MS01	8	94000	11.8	20.4	<
nur Österreich	00MS01	5	104000	6.8	9.8	<
ohne Österreich	00MS01	36	99000	7.0	11.3	<
nur FC	00MS01	32	114000	4.9	7.0	<
nur Deutschland	00MS02	9	125000	7.4	4.9	>
nur Österreich	00MS02	7	133000	6.3	7.9	<
ohne Österreich	00MS02	47	124000	6.8	10.2	<
nur FC	00MS02	25	124000	5.3	7.9	<
nur Deutschland	00MS03	8	124000	7.2	9.1	<
nur Österreich	00MS03	8	133000	7.2	3.8	>
ohne Österreich	00MS03	42	124000	6.7	11.4	<
nur FC	00MS03	35	132000	4.3	7.4	<
nur Deutschland	00MS04	7	123000	7.8	9.6	<
nur Österreich	00MS04	6	127000	5.3	5.2	>
ohne Österreich	00MS04	45	124000	6.5	9.2	<
nur FC	00MS04	36	135000	5.0	6.7	<
nur Deutschland	00MS05	8	123000	7.1	10.6	<
nur Österreich	00MS05	3	127000	7.3	7.2	>
ohne Österreich	00MS05	43	124000	6.4	8.4	<
nur FC	00MS05	34	135000	4.6	6.0	<

Vier der 20 aufgelisteten VK(r)-Werte sind grösser als der dazugehörige VK(R)-Wert.

Die Neuberechnung von Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit ergab die in den Tabellen 16 und 17 zusammengestellten Ziffern.

Tabelle 16) Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit nach Gerätetyp und Lieferung, berechnet

TYP	LIEFERUNG	ME	N	VK(r)	VK(R)	Vergleich
BSC	00MS01	99657	35	6.9	11.1	<
BSC	00MS02	125850	60	6.7	10.8	<
BSC	00MS03	125184	49	6.7	11.0	<
BSC	00MS04	124646	48	6.3	8.8	<
BSC	00MS05	124051	39	6.5	8.3	<
FC	00MS01	113500	30	4.9	7.0	<
FC	00MS02	125242	33	5.1	8.4	<
FC	00MS03	131750	32	4.1	6.5	<
FC	00MS04	134686	35	4.9	6.8	<
FC	00MS05	134500	32	4.4	7.0	<

In Tabelle 4.16 ist die Regel VK(r) < VK(R) ausnahmslos bestätigt. Es wird auch deutlich, dass bei BactoScan FC sowohl VK(R) als auch VK(r) deutlich geringer sind.

Eine weitergehende Unterteilung, z.B. in Ländergruppen, schränkt die Streuung stärker ein. VK(R) wird mit abnehmendem Stichprobenumfang immer weniger aussagekräftig und Eigenschaften, welche die Gruppen charakterisieren (z.B. Instruktion des Personals, Art und Behandlung der Chemikalien), können die Streuung wesentlich beeinflussen, so dass VK(R) seine allgemeine Gültigkeit verliert.

In Tabelle 17 wurden die berechneten VK(R) und VK(r) der Ländergruppen zusammengestellt. Es handelt sich ausschliesslich um BactoScan 8000-Resultate, denn eine Unterteilung der BactoScan FC-Ergebnisse wäre wenig sinnvoll, da die deutschen Geräte stark in der Mehrzahl sind und sich nicht in Untergruppen aufteilen lassen.

Tabelle 17) Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit BactoScan 8000 nach Ländergruppen, berechnet

GRUPPE	LIEFERUNG	N	ME	VK(r)	VK(R)	Vergleich
andere	00MS01	6	99000	6.4	4.4	>
Dänemark	00MS01	5	95200	6.6	11.8	<
Deutschland	00MS01	2	93500	11.8	20.4	<
Österreich	00MS01	5	104200	6.8	9.8	<
Schweiz	00MS01	8	100500	6.6	16.5	<
Spanien	00MS01	9	100667	6.8	8.1	<
andere	00MS02	23	130217	6.4	10.3	<
Dänemark	00MS02	6	132667	8.2	7.4	>
Deutschland	00MS02	7	125143	7.5	4.8	>
Österreich	00MS02	7	133429	6.3	7.8	<
Schweiz	00MS02	9	124000	6.7	7.1	<
Spanien	00MS02	8	104250	5.8	4.6	>

GRUPPE	LIEFERUNG	N	ME	VK(r)	VK(R)	Vergleich
andere	00MS03	12	131750	7.4	14.9	<
Dänemark	00MS03	4	116500	7.2	6.0	>
Deutschland	00MS03	8	123750	7.2	8.9	<
Österreich	00MS03	7	133429	7.2	3.8	>
Schweiz	00MS03	9	122000	5.3	7.9	<
Spanien	00MS03	9	118333	6.2	9.9	<
andere	00MS04	20	127700	6.1	9.7	<
Dänemark	00MS04	6	119000	9.3	9.7	<
Deutschland	00MS04	4	122250	7.1	10.9	<
Österreich	00MS04	6	127333	5.3	5.4	<
Schweiz	00MS04	7	122000	5.7	6.1	<
Spanien	00MS04	5	121600	5.2	9.1	<
andere	00MS05	11	124727	6.1	9.8	<
Dänemark	00MS05	2	128000	7.1	6.6	>
Deutschland	00MS05	7	123286	7.1	10.0	<
Österreich	00MS05	3	126667	7.3	7.2	>
Schweiz	00MS05	9	122889	7.0	7.4	<
Spanien	00MS05	7	123000	5.4	8.3	<

VK(R) ist in acht der dreissig Zahlensätze kleiner als der dazugehörige VK(r). In einigen Fällen ist der jeweilige Stichprobenumfang gering, der Befund kann also zufällig sein. Allgemein wird aber durch die starke Aufgliederung die Bedeutung der allgemeinen Störgrössen, die im Mass für Reproduzierbarkeit enthalten sein sollten, unsachgemäss beschnitten.

4.6 REL und Richtigkeit

In den Hüfner-Berichten ist zu jedem Zahlensatz ein REL-Wert angegeben. Diese Zahl entspricht dem prozentualen Wert des jeweiligen Impulswertes im Verhältnis zu einem von Hüfner festgelegten Sollwert.

$$\text{REL} = (\text{Zählwert} / \text{Sollwert}) * 100$$

Der Hüfner-Sollwert ist abhängig von Lieferung, Gerätetyp und anderen Faktoren, zumindest bei BactoScan 8000 auch davon, ob die Resultate aus Österreich stammen oder nicht. Für einige Berechnungen wurde auch die relative Differenz zum Sollwert (REL-100) oder deren Absolutwert $|\text{REL}-100|$ verwendet.

Als „Richtigkeit" wird die relative Abweichung vom Gruppenmittelwert bezeichnet.

$$\text{Richtigkeit} = (\text{Zählwert} - \text{ME}) / \text{ME}$$

Der Gruppenmittelwert ME ist das arithmetische Mittel der Zählwerte pro Lieferung und Gerätetyp (ME in Tab. 6). In einigen Berechnungen wurde die Richtigkeit als Prozent von ME oder der absolute Wert davon verwendet.

In Tabelle 18 sind einige statistische Kennzahlen für Richtigkeitsmasse und REL.

Tabelle 18) Richtigkeit und REL pro Gerätetyp und Lieferung, Kennzahlen

			REL				Richtigkeit		
TYP	LIEFERUNG	N	MI	MD	ME	MA	MI	MD	ME	MA
BSC	00MS01	35	81	101.0	100.657	139	-19.725	0.344	0.000	38.475
BSC	00MS02	60	80	102.0	100.667	130	-22.130	0.914	0.000	27.930
BSC	00MS03	49	84	98.0	99.939	127	-16.922	-2.543	0.000	25.415
BSC	00MS04	48	75	100.0	100.167	118	-25.389	-0.518	0.000	17.132
BSC	00MS05	39	78	99.0	99.846	113	-21.806	-0.847	0.000	12.857
FC	00MS01	30	91	99.5	99.533	121	-8.370	0.000	0.000	21.586
FC	00MS02	33	83	102.0	99.455	116	-15.364	2.202	0.000	15.776
FC	00MS03	32	88	99.0	99.844	119	-11.954	-0.569	0.000	19.165
FC	00MS04	35	87	100.0	99.743	116	-12.389	0.233	0.000	15.825
FC	00MS05	32	88	98.0	99.656	117	-11.524	-1.859	0.000	17.472
	TOTAL	393	75	100.0	100.0	139	-25.389	0.000	0.119	38.475

In Abbildung 5 werden die Absolutwerte von REL und Richtigkeit als Punktewolken einander gegenübergestellt.

Die Übereinstimmung in der Grafik ist auffallend, was darauf zurückzuführen ist, dass auch Hüfner als Sollwert einen a-posteriori Mittelwert verwendet. Es zeigt sich jedoch, dass vor allem bei österreichischen Geräten die REL deutlich abweichen.

Wenn der Grenzwert bei 20 Einheiten festgelegt wird, ist die Beurteilung durch beide Parameter praktisch identisch (Tab. 19):

Tabelle 19) Richtigkeit und REL, Überschreitungen der Marke 20

		Richtigkeit		
		<20	>=20	Total
REL	<20	379	1	380
	>=20	4	9	13
	Total	383	10	393

388 der 393 Zahlensätze, also 98.7 %, werden von beiden Kriterien gleich beurteilt. Von den fünf nicht übereinstimmenden Zahlensätze wird auf Grund des REL nur ein einziger infolge der Richtigkeit beanstandet.

Es ist zweckmässig, die Richtigkeit der einzelnen Geräte in Regelkarten festzuhalten, denn sie sind ein wesentliches Kriterium der Messgenauigkeit. In Abbildung 8 sind die Werte der Schweizer BactoScan 8000-Geräte zusammengefasst.

4.7 Wiederholbarkeit und Distanzzahl

Zur Beurteilung der Messqualität ist nicht nur die Richtigkeit, sondern auch die Wiederholbarkeit oder Präzision wichtig. Das entsprechende Mass VK(r) hat ein statistisches Verhalten, das in verschiedenen Tabellen bereits beschrieben ist (Tab. 11 bis 17).

Während Richtigkeit und REL hochgradig übereinstimmen, korreliert die Wiederholbarkeit VK(r) nicht mit den Werten für Richtigkeit (Tab. 20, Abb. 6).

Eine Möglichkeit, die Wiederholbarkeit und die Richtigkeit gemeinsam zu beurteilen, ist die Verwendung der „Distanzzahl". Die Distanzzahl ist definiert als die Euklid-Distanz zwischen Wiederholbarkeit und Richtigkeit

$$\text{Distanzzahl} = (\text{Richtigkeit}^2 + \text{Wiederholbarkeit}^2)^{1/2}$$

Abbildung 7 veranschaulicht den Charakter der Distanzzahl als Summe von Richtigkeit und Wiederholbarkeit. Der Wert für Wiederholbarkeit wir zum Wert für Richtigkeit aufaddiert, so dass das eventuelle Überschreiten des Grenzwertes von beiden Kenngrössen beeinflusst wird.

Die Distanzzahl hat die Eigenschaft, dass sie über beide Kriterien etwas aussagt, was mit einer Korrelationsmatrix dargelegt werden kann (Tab. 20). Auch die REL aus den Hüfner-Berichten sind mit der Distanzzahl eng verknüpft, was an dem hochsignifikanten Korrelationskoeffizienten ersichtlich ist.

Tabelle 20) Richtigkeit, Wiederholbarkeit, REL und Distanzzahl, Korrelationsmatrix (und Bonferroni-Wahrscheinlichkeiten); N = 393. Bei REL und Richtigkeit wurden jeweils die Absolutwerte berücksichtigt.

	Richtigkeit	Wiederholbarkeit	REL
Wiederholbarkeit	0.111(0.168)		
REL	0.972(0.000)	0.081(0.659)	
Distanzzahl	0.918(0.000)	0.457(0.000)	0.890(0.000)

Auch die Wiederholbarkeit und die Distanzzahl der einzelnen Geräte dienen als aussagestarke Kriterien der Messgenauigkeit und sollten in Regelkarten festgehalten werden. In den Abbildungen 9 und 10 sind die entsprechenden Werte der Schweizer BactoScan 8000-Geräte dargestellt.

Die Eigenschaften und gerätespezifischen Unterschiede der vier Beurteilungsparameter sind in Tabelle 21 zusammengestellt.

Tabelle 21) Richtigkeit, Wiederholbarkeit, REL und Distanzzahl; Kennzahlen

	Wiederholbrkt		REL		Richtigkeit		Distanzzahl	
	BSC	FC	BSC	FC	BSC	FC	BSC	FC
N	231	162	231	162	231	162	231	162
Minimum	0.400	0.000	75.000	83.000	-25.389	-15.364	1.756	0.569
1.Quartil	5.100	3.300	94.000	94.000	-6.186	-5.576	7.513	5.423
Median	6.500	4.700	100.000	99.000	0.119	-0.406	9.515	7.011
3.Quartil	8.100	5.700	106.000	105.000	6.420	4.744	13.820	9.363
Maximum	16.500	15.000	139.000	121.000	38.475	21.586	38.910	23.706

4.8 Regelkarten, Bewertungsgrafiken

Für die einzelnen Geräte ist es wichtig, den zeitlichen Verlauf der einzelnen Bewertungskriterien zu verfolgen, um allfällige Tendenzen und Periodizitäten zu erkennen. Für die 10 Schweizer Geräte wurden dementsprechend *Regelkarten* angefertigt, die die Veränderung von Richtigkeit (Abb. 8), Wiederholbarkeit (Abb. 9) und Distanzzahl (Abb. 10) als Funktion der Lieferung darstellen. Jede gemeldete Zahl ist als Punkt eingezeichnet, unmittelbar aufeinander folgende Punkte sind mit einer durchgehenden Geraden verbunden. Als gestrichelte waagrechte Linien sind die angenommenen Grenzwerte von 20 für Richtigkeit und Distanzzahl sowie 10 für Wiederholbarkeit eingezeichnet.

Die Eigenschaften der einzelnen Lieferungen und der Gerätetypen sind in den *Bewertungsgrafiken* zusammengefasst mit Richtigkeit, Wiederholbarkeit (Präzision) und Distanzzahl im einheitlichen Koordinatennetz (Abb. 11 bis 16). Jedes Gerät ist als Punkt oder Symbol eingezeichnet. Zur besseren Identifizierbarkeit sind die Symbole den einzelnen Ländergruppen zugeordnet. In Abbildung 11 ist zudem jedes Gerät mit seinem Identifikationscode bezeichnet.

Die Distanzzahl ist nach Definition der Abstand vom Nullpunkt zum Symbol (Euklidische Distanz). In einer Rangstatistik wurden für jede Lieferung und jeden Gerätetyp die Distanzzahlen bestimmt, die von 75 % und von 90 % der Geräte erreicht werden. Diese beiden Zahlen sind die Radien für die konzentrischen Kreise, welche 75 % oder 90 % der beobachteten Werte als „Mantelhülle" einschliessen.

Die Verteilung der Punkte und die Ausdehnung der beiden Kreise veranschaulichen die Leistung der Geräte unter den gegebenen Voraussetzungen (Lieferung der Hüfner-Kontrollmilch). Es wir deutlich, dass BactoScan FC erheblich zuverlässigere Resultate bringt als BactoScan 8000 und dass es im Gesamtbild keine grossen Unterschiede von Lieferung zu Lieferung gibt.

4.9 Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit nach ISO 3534

Die nach ISO 3534 empfohlenen Kennzahlen zur Charakterisierung der Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit weichen von den in den Hüfner-Berichten verwendeten Berechnungen ab:

s_r, die mittlere (gepoolte) Standardabweichung der Wiederholbarkeit ist das geometrische Mittel der beobachteten Standardabweichungen;

s_R, die Standardabweichung der Reproduzierbarkeit ist die Quadratwurzel der Summe der Varianzen zwischen den Labors und der Wiederholbarkeit.

Aus den Hüfner-Berichten haben wir die benötigten Zahlen rekonstruiert, wobei angenommen wurde, dass alle VK(r) auf 5 Wiederholungen basieren. Tabelle 22 zeigt die Zusammenstellung der derart berechneten Parameter.

Tabelle 22) Kennzahlen für Richtigkeit und Wiederholbarkeit nach ISO 3534

Lieferung	Typ	N	ME	s_r	s_R	RSD_r	RSD_R	r	R
00MS01	BSC	35	99657.1	7456.5	12884.3	7.5	12.9	21090.0	36442.3
00MS02	BSC	60	125850.0	8928.0	15817.8	7.1	12.6	25252.1	44739.4
00MS03	BSC	49	125183.7	8935.7	15888.6	7.1	12.7	25274.1	44939.8
00MS04	BSC	48	124645.8	8539.1	13394.7	6.9	10.7	24152.3	37885.9
00MS05	BSC	39	124051.3	8574.7	12809.4	6.9	10.3	24252.8	36230.4
Durchschnitt						7.1	11.9		
00MS01	FC	30	113500.0	6189.5	9717.2	5.5	8.6	17506.5	27484.3
00MS02	FC	33	125242.4	6906.3	12223.3	5.5	9.8	19534.0	34572.8
00MS03	FC	32	131750.0	6163.4	10239.2	4.7	7.8	17432.7	28960.9
00MS04	FC	35	134685.7	7667.1	11453.8	5.7	8.5	21685.9	32396.4
00MS05	FC	32	134500.0	6225.6	10502.2	4.6	7.8	17608.6	29704.8
Durchschnitt						5.2	8.5		

Es wurden keine Zahlensätze eliminiert. In mehreren Fällen ist jedoch anzunehmen, dass die Angaben in den Berichten der Collaborative Studies lückenhaft sind, insbesondere bezüglich das Streuungsmass VK(r). Weil die Anzahl der Messwiederholungen wahrscheinlich nicht in allen Labors gleich war, entsteht eine weitere Unsicherheit.

5. Diskussion, Folgerungen

5.1 Allgemein

Mit der vorliegenden Auswertung konnte die Bedeutung der Hüfner-Kontrollmilch besser hervorgehoben werden. Wegen der relativ hohen Kadenz, 13 Lieferungen pro Jahr, ist die Hüfner-Kontrollmilch geeignet, die Kontinuität und Vertrauenswürdigkeit der BactoScan-Messresultate zu dokumentieren.

Ein entscheidender Vorteil des Tests ist das Format der Rückmeldung in gerätespezifischen Zählwerten als imp/ml oder als fcu/ml. Damit sind Verfälschungen durch regionale oder nationale Konversionssysteme ausgeschlossen.

BactoScan-Geräte sind in den wichtigen Milchproduzentenländern der Welt anerkannter Industriestandard zur Messung der Keimbelastung. Weil die Definition der „Gesamtkeimzahl" erheblichen Interpretationsspielraum bietet, ist es ein allgemeines Bedürfnis, dass zumindest die Messgeräte aufeinander abgestimmt werden können.

Mit der Hüfner-Kontrollmilch lässt sich die grenzüberschreitende Abstimmung der Geräte dokumentieren.

In der Schweiz wird die Keimbelastung zur Qualitätsbezahlung der Rohmilch ausschliesslich mit BactoScan 8000- Geräten ermittelt. Die Grenzwerte für die 1. und 2. Qualitätsstufe sind als direkte Zählwerte bei 200000 und 1000000 imp/ml festgelegt. Damit wird jegliche fragwürdige Umrechnung in KbE vermieden. Dieses pragmatische System hat sich seit der Einführung im Jahre 1997 gut bewährt. Es erfordert aber den ständigen Nachweis der korrekten Funktionsweise der Geräte.

Ein weiterer Vorteil des Tests besteht darin, dass in der Berichterstattung auch die Chargenbezeichnung der verwendeten Chemikalien ersichtlich ist. Somit können Berechnungen durchgeführt werden, um einen den Einfluss der Reagenzien zu prüfen. In der Vergangenheit ist es vorgekommen, dass die Empfindlichkeit und damit die Ergebnisse der BactoScan Geräte bei Wechsel von Farbstoff- oder Enzymchargen allzusehr verändert wurden.

5.2 Beurteilungskriterien

Die *Sollwerte* der Hüfner-Kontrollmilch werden im Unterschied zu Milchstandard oder Kalibriermilch erst nachträglich festgelegt. Bei unserer globalisierenden Auswertung gelten die Mittelwerte pro Lieferung und Gerätetyp als Sollwerte. Die Unterschiede von Lieferung zu Lieferung sind zwar gering, aber statistisch signifikant (Tab. 7).

Die *Richtigkeit,* also die Abweichung der Einzelresultate vom jeweiligen Mittelwert, ist wohl das wichtigste Beurteilungskriterium. Die Hälfte aller Messungen mit BactoScan 8000 liegen zwischen –6.2 und 6.4 Prozent des jeweiligen Sollwerts; beim BactoScan FC betragen die entsprechenden Marken –5.6 und 4.7 Prozent des Sollwerts (Tab. 21). Verglichen mit traditionellen mikrobiologischen Methoden ist damit die Richtigkeit der Gerätetypen der vorliegenden Studie gut bis sehr gut. Auch in den Grafiken wird die Richtigkeit eindrücklich gezeigt (Abb. 8 und 11 bis 16).

REL wird von Hüfner in den vier-wöchentlichen Berichten als dritte Kennzahl zum Zahlensatz über die Kontrollmilch-Resultate jedes Gerätes aufgeführt. Es ist weitgehend identisch mit der Richtigkeit (Tab. 21).

Die Abweichungen von REL zur Richtigkeit beruhen vor allem auf einem unterschiedlichen Sollwert für BactoScan 8000 in Österreich (Abb. 5): Je nach Lieferung ist REL zu tief oder zu hoch. Diese Unterscheidung erscheint nicht gerechtfertigt, weil nur wenige österreichische Geräte teilnehmen und deren Mittelwerte folglich eine beachtliche statistische Unsicherheit aufweisen. Im Proficiency-Test werden eventuelle länderspezifische Unterschiede in den Begriff der Reproduzierbarkeit VK(R) aufgenommen.

Die *Wiederholbarkeit VK(r),* in den Regelkarten der Schweizer Geräte auch als „Präzision" bezeichnet, ist das zweite Kriterium für die Zuverlässigkeit der Messgeräte (Weisung über die Untersuchung von Proben, 1998). Für mikrobiologische Verhältnisse haben die Bacto-Scan-Geräte sehr gute Wiederholbarkeiten. Es steht fest, dass mit diesen Methoden eine erhebliche Verbesserung der Messqualität stattgefunden hat. Es erscheint auch gerechtfertigt, dass die Milchproduzenten von dieser Messqualität profitieren sollen, indem die unverfälschten Zählwerte zur Beurteilung ihrer Milch ausschlaggebend sind.

Die *Distanzzahl* als Euklidische Distanz zwischen den beiden Hauptkriterien ist ein brauchbares, zusammenfassendes Beurteilungsmass, wobei die Richtigkeit allerdings stärker gewichtet wird als die Wiederholbarkeit (Tab. 20). Die Distanzzahl ist weniger ein Kriterium zum Ausschluss von abweichenden Geräten als vielmehr eine Orientierungshilfe bei Beurteilungsgrafiken, namentlich als „Mantelkreise" in den Abb. 11 bis 16.

Reproduzierbarkeit VK(R) umfasst alle weiteren Unterschiede, die beim Gerätevergleich dazukommen und ist abhängig von vielen zusätzlichen Faktoren wie Eigenschaften der einzelnen Geräte, spezifische Chemikalienchargen, Bedienungspersonal, Bedienungsvorschriften, logistische Einflussgrössen, auf die Messung. In den Tabellen 15, 16 und 17 sind die VK(R) zusammengestellt. In der Regel sind sie etwas grösser als die zugehörigen VK(r) und es wird deutlich, dass VK(R)-Werte, die auf einem geringen Stichprobenumfang basieren, wenig vertrauenswürdig sind.

Die *Varianzanalyse* oder Streuungszerlegung erlaubt im vorliegenden Bericht eine detailliertere Gewichtung des Einflusses verschiedener Faktoren auf die Reproduzierbarkeit (Tab. 7, 10, 12 und 14). Besonders eindrücklich ist bei Tabelle 12, dass nur der Gerätetyp an der Gesamtstreuung der Wiederholbarkeit einen signifikanten Einfluss hat; sowohl die verschiedenen Lieferungen als auch mögliche Interaktionen von Gerätetyp mit Lieferung sind bedeutungslos.

5.3 BactoScan 8000 und BactoScan FC

Stärker als alle Unterschiede zwischen den Lieferungen oder zwischen den Ländergruppen kommt der Unterschied zwischen den beiden Gerätetypen zum Ausdruck.

Alle Varianzanalysen (Tab. 7, 10, 12 und 14) zeigen hoch signifikante Unterschiede zwischen den Gerätetypen. Es ist demzufolge angezeigt und gerechtfertigt, für jede Lieferung je einen Sollwert für BactoScan 8000 und BactoScan FC festzulegen (ME in Tab. 6).

Die neue Gerätegeneration, d.h. BactoScan FC zeichnet sich aus durch geringere Abweichungen vom Sollwert, geringere VK(r), Distanzzahl (Tab. 21) und geringere VK(R) (Tab. 15). Damit ist sie den alten Geräten eindeutig überlegen.

Es muss jedoch beachtet werden, dass grundsätzliche Unterschiede bestehen in der Funktionsweise und damit auch im Empfindlichkeitsspektrum. Die Geräte messen also nicht genau dasselbe.

Bei den fünf Lieferungen variierte der Quotient fcu/imp von 0.995 bis 1.139 (Tab. 8). Es ist bekannt, dass dieser Quotient noch stärker abweichen kann, wenn weniger gut normierte Bakterienpopulationen untersucht werden. In der Regel registriert BactoScan FC deutlich (ca. 15 bis 25 %) mehr Zählwerte als BactoScan 8000.

Wenn die neue Generation von Geräten eingeführt werden soll, müssen in der Schweiz die Grenzwerte der Qualitätsstufen neu festgelegt werden. Bei der Registrierung der Resultate ist darauf zu achten, dass zwischen den beiden Gerätetypen exakt unterschieden wird.

5.4 Empfehlungen

Die Hüfner-Kontrollmilch Studie ist ein vorzüglicher Proficiency-Test, der es ermöglicht, die Leistung der BactoScan-Keimzählgeräte zu dokumentieren.

Die Qualität des Tests nimmt zu, wenn möglichst viele Geräte regelmässig mitmachen. Die teilnehmenden Laboratorien sollten die verbindlichen Vorgaben der Lieferanten beachten, damit vor allem das Mass für die Reproduzierbarkeit nicht unnötig ansteigt.

Fehlende und unvollständige Rückmeldungen sind bedauerlich, da sie die Aussagekraft der Studie schwächen.

In der Schweiz sind die Qualitätsüberwachungsorgane daran interessiert, dass die BactoScan 8000-Geräte der akkreditierten Laboratorien die Vorschriften sorgfältig beachten und regelmässig teilnehmen.

Im Hinblick auf die übernationale Bedeutung des Tests sollte das Auswertungssystem für Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit an ISO-Normen, insbesondere ISO 3534 angepasst werden. Anstelle von oder ergänzend zu VK(r) und VK(R) sollten die Parameter s_r, s_R, RSD_r, RSD_R, eventuell auch r und R notiert werden.

Die Auswertung der Ergebnisse sollte umfassend und transparent erfolgen. Eine dreistufige Bearbeitung der Resultate scheint zweckmässig:
1. Kurzfristige Mitteilung der gesammelten Ergebnisse wie bis anhin in aktuellen Berichten
2. Mittelfristige Übersichten, eventuell nach Regionen und Interessentengruppen unterteilt
3. Längerfristige Studien über spezielle Aspekte.

Während Stufe 1 ausschliesslich Sache der Firma Hüfner ist, ist es sehr zu begrüssen, dass auch kompetente unabhängige Bearbeiter sich auf Stufe 2 und 3 beteiligen können.

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

Hüfner A.: BactoScan 8000-Arbeitsanweisung zur Lagerung und Messung der Milchstandard-Kalibrierproben, Wangen i.A., November 1999

Hüfner A.: BactoScan 8000 / FC-Collaborative Study; Berichte mit den Versuchsresultaten an die Teilnehmenden, Januar bis Mai 2000

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

ISO/IEC 17025 Normen zur Akkreditierung von Prüflaboratorien. International Organisation for Standardization (1999)

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

SYSTAT 9 Software for Scientific Statistics, Version 09.01, for Windows; SPSS Inc., Chicago, IL 60606-6307, 1999

7. Adressen

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

Foss Electric, 69, Slangerupgade, P.O.Box 260, DK-3400 Hillerød. T +45 7010 3370, F +45 7010 33719; E info@foss-electric.dk

Hüfner A. und J., Milk Standard Service, Am Klösterle 11, D-88239 Wangen im Allgäu. T +49 7522 20955; F +49 7522 22323; E mss.huefner@t-online.de

Sinani-Gaschi Entela, 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 entela.sinani@fam.admin.ch

8. Dank

Die Autoren danken den Herstellern der Kontrollmilch, A. und J. Hüfner für den zuverlässigen Geschäftsbetrieb, die prompte Berichterstattung und die Gesprächsbereitschaft bei der Durchsicht des Manuskripts.

Wir danken auch allen Kolleginnen und Kollegen in- und ausserhalb der FAM für ihr Interesse und ihre Mithilfe während allen Stufen, vom Konzept bis zur Drucklegung dieses Berichts.

9. Abbildungen

Abb. 1 *Zählwerte Keimbelastung, Häufigkeitsverteilungen:* Pro Lieferung und Gerätetyp sind die mit der Funktion Kernel (SYSTAT9) berechneten Verteilungen eingezeichnet. Die von den Kurven eingeschlossenen Flächen sind proportional zur Anzahl der beteiligten Geräte.

Abb. 2 *Zählwerte Keimbelastung, BactoScan 8000, Ländergruppen:* Pro Ländergruppe und Lieferung sind die Zählwerte imp/ml als Boxplots eingezeichnet. Der Medianwert ist in den Boxen als waagrechte Linie eingezeichnet, die Boxen umfassen 50 % der zentralen Werte, Extremwerte und Ausreisser sind als Punkte und Kreise dargestellt.

Abb. 3 *Wiederholbarkeit, Häufigkeitsverteilungen der Variationskoeffizienten:* Die Verteilungen der VK(r) wurden mit der Funktion Kernel (SYSTAT9) berechnet. Die Flächen sind proportional zur Anzahl der beteiligten Geräte.

Abb. 4 *Wiederholbarkeit, BactoScan 8000, Ländergruppen:* Boxplots der VK(r) gruppiert wie in Abb. 3.

Abb. 5 *Richtigkeit und REL:* Punktewolke, Gegenüberstellung der globalisierten Richtigkeit (absoluter Wert der relativen Abweichungen vom jeweiligen ME) und dem absoluten relativen REL (vom Hersteller zugewiesen unter Berücksichtigung von partikulären Einflussgrössen). N = 393. Gute Übereinstimmung mit Ausnahme einiger Messungen im unteren, weniger sensiblen Bereich (es handelt sich ausschliesslich um österreichische BactoScan 8000 – Geräte). Die angenommenen Qualitätslimiten beim Wert 20 sind als unterbrochene Linien eingezeichnet.

Abb. 6 *Richtigkeit und Wiederholbarkeit:* Gegenüberstellung von VK(r) und der globalisierten Richtigkeit (absoluter Wert der relativen Abweichungen vom jeweiligen ME). Die angenommenen Qualitätslimiten von 10 und 20 sind als unterbrochene Linien eingezeichnet.

Abb. 7 *Richtigkeit und Distanzzahl:* Gegenüberstellung von der berechneten Distanzzahl und der globalisierten Richtigkeit (absoluter Wert der relativen Abweichungen vom jeweiligen ME). Die angenommenen Qualitätslimiten beim Wert 20 sind als unterbrochene Linien eingezeichnet. Definitionsgemäss liegt kein Wert unterhalb der von unten links nach oben rechts führenden Diagonalen.

Abb. 8 *Regelkarten Richtigkeit BactoScan 8000 Schweiz:* Die Richtigkeit (relative Abweichung vom jeweiligen ME) von jeder Messung ist als Punkt eingezeichnet, direkt aufeinanderfolgende Punkte sind mit einer Linie verbunden. Die waagrechten, unterbrochenen Linien stellen die angenommenen Qualitätslimiten bei ± 20 dar. Die Bezeichnung der Geräte bezieht sich auf den Hüfner-Identifikationscode.

Abb. 9 *Regelkarten Wiederholbarkeit BactoScan 8000 Schweiz:* Wie Abb. 8; als Limite wurde der Wert 10 eingezeichnet.

Abb. 10 *Regelkarten Distanzzahl BactoScan 8000 Schweiz:* Wie Abb. 8; als Limite wurde der Wert 20 eingesetzt.

Abb. 11 *Beurteilungsgrafik BactoScan 8000 Lieferung 00MS05:* Diagramm aus Richtigkeit und Wiederholbarkeit mit zentralem Nullpunkt. Die Werte sind als ländertypische Symbole eingezeichnet, zusammen mit dem Identifikationscode des Gerätes. Die beiden Mantelkreise umschliessen 75 % respektive 90 % der Symbole. D Radien der Kreise wurden in einer Rangstatistik berechnet.

Abb. 12 *Richtigkeit, Wiederholbarkeit und Distanzzahl, Lieferung 00MS01:* Wie Abb. 11 jedoch ohne Identifikationscode. Getrennte Darstellung von BactoScan 8000 und BactoScan FC.

Abb. 13 *Richtigkeit, Wiederholbarkeit und Distanzzahl, Lieferung 00MS02:* Wie Abb. 11 jedoch ohne Identifikationscode. Getrennte Darstellung von BactoScan 8000 und BactoScan FC.

Abb. 14 *Richtigkeit, Wiederholbarkeit und Distanzzahl, Lieferung 00MS03:* Wie Abb. 11 jedoch ohne Identifikationscode. Getrennte Darstellung von BactoScan 8000 und BactoScan FC.

Abb. 15 *Richtigkeit, Wiederholbarkeit und Distanzzahl, Lieferung 00MS04:* Wie Abb. 11 jedoch ohne Identifikationscode. Getrennte Darstellung von BactoScan 8000 und BactoScan FC.

Abb. 16 *Richtigkeit, Wiederholbarkeit und Distanzzahl, Lieferung 00MS05:* Wie Abb. 11 jedoch ohne Identifikationscode. Getrennte Darstellung von BactoScan 8000 und BactoScan FC.

Abb.1) Zählwerte Keimbelastung, Häufigkeitsverteilungen

HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000

BactoScan 8000 (Linie) und BactoScan FC (punktiert)

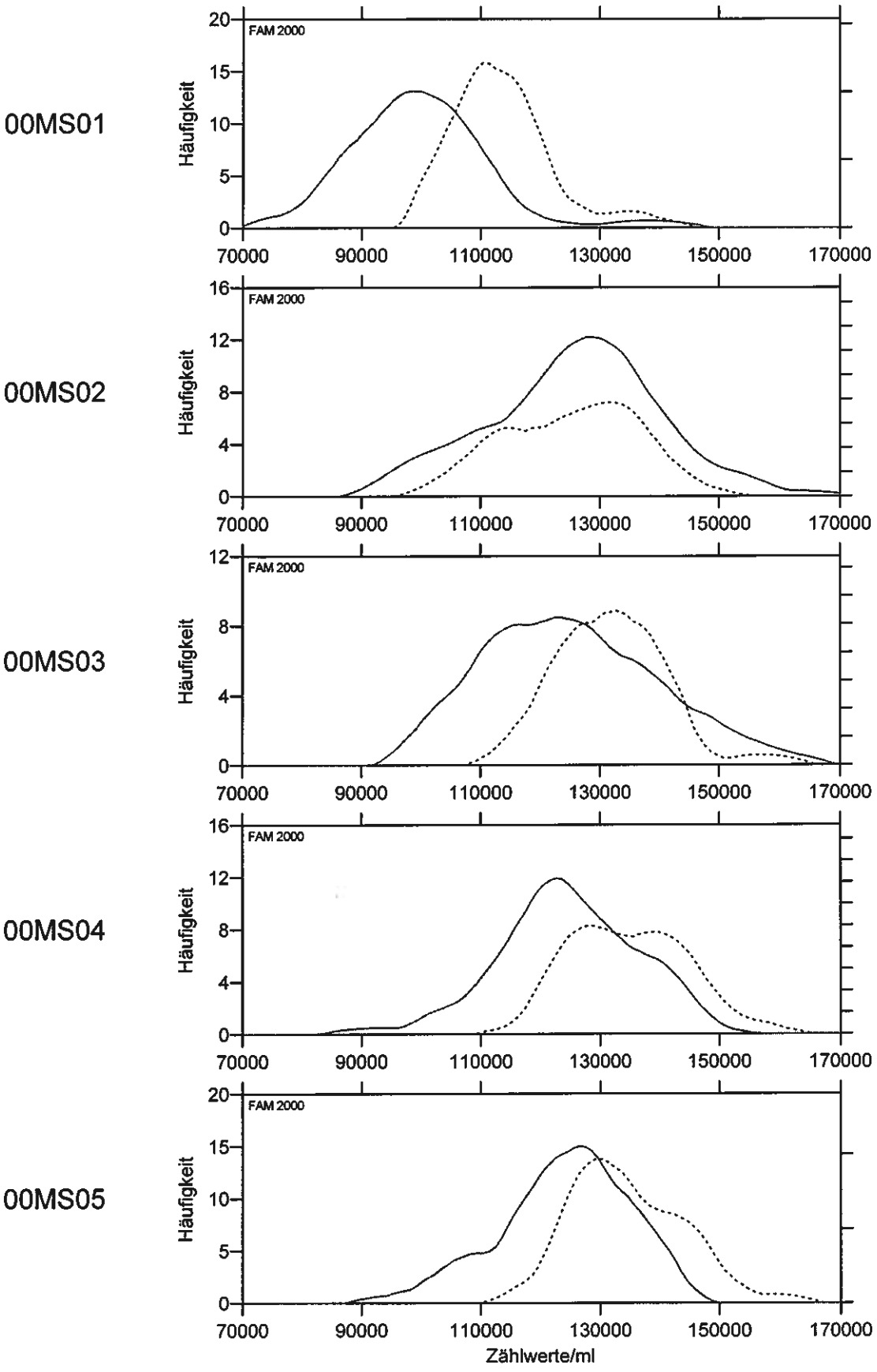


Abb.2) Zählwerte Keimbelastung, BactoScan 80000

HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000

pro Ländergruppe und Lieferung

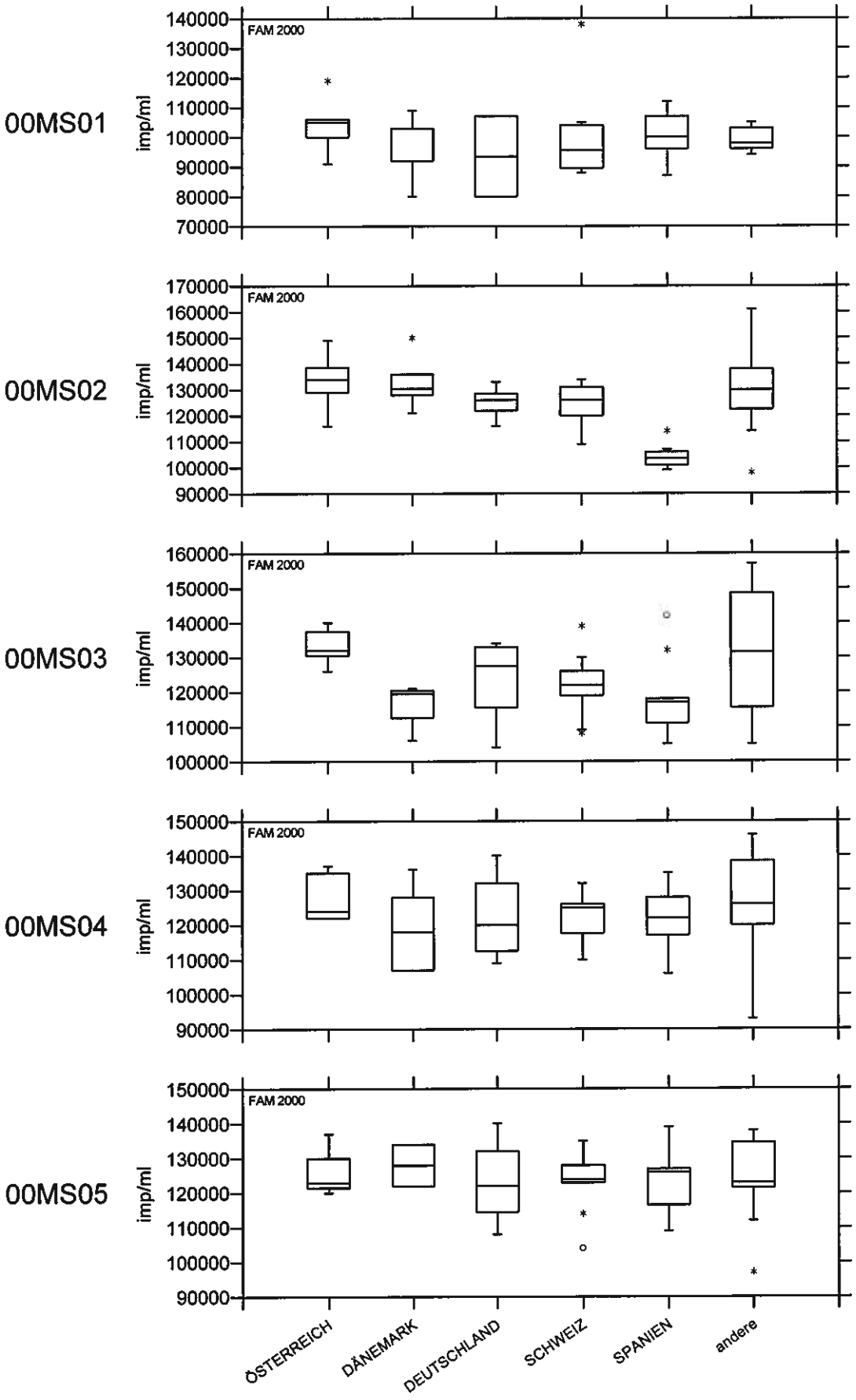


Abb.3) Wiederholbarkeit, Häufigkeitsverteilungen der Variationskoeffizienten

HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000

BactoScan 8000 (Linie) und BactoScan FC (punktiert)

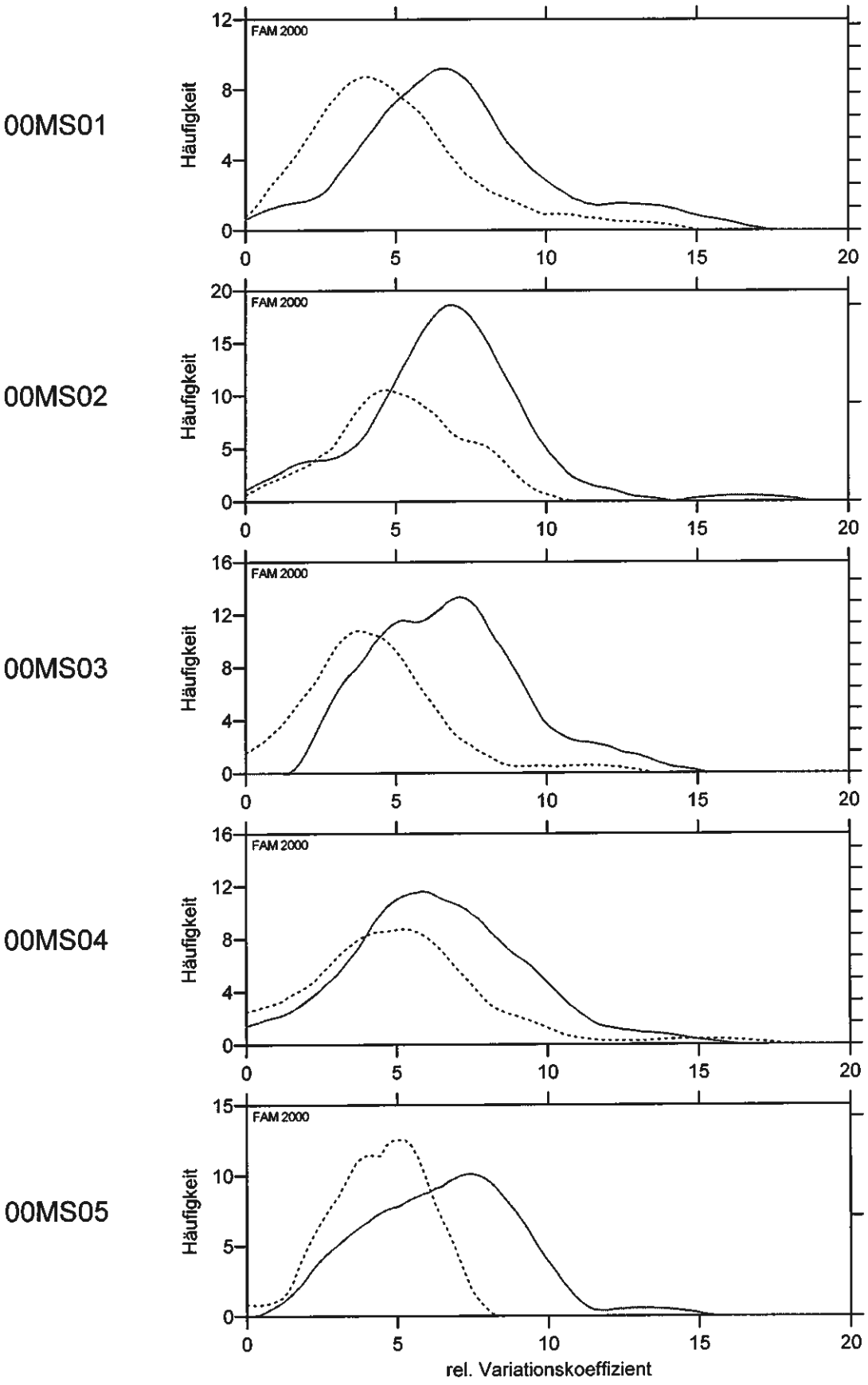


Abb.4) Wiederholbarkeit, BactoScan 80000

HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000

pro Ländergruppe und Lieferung

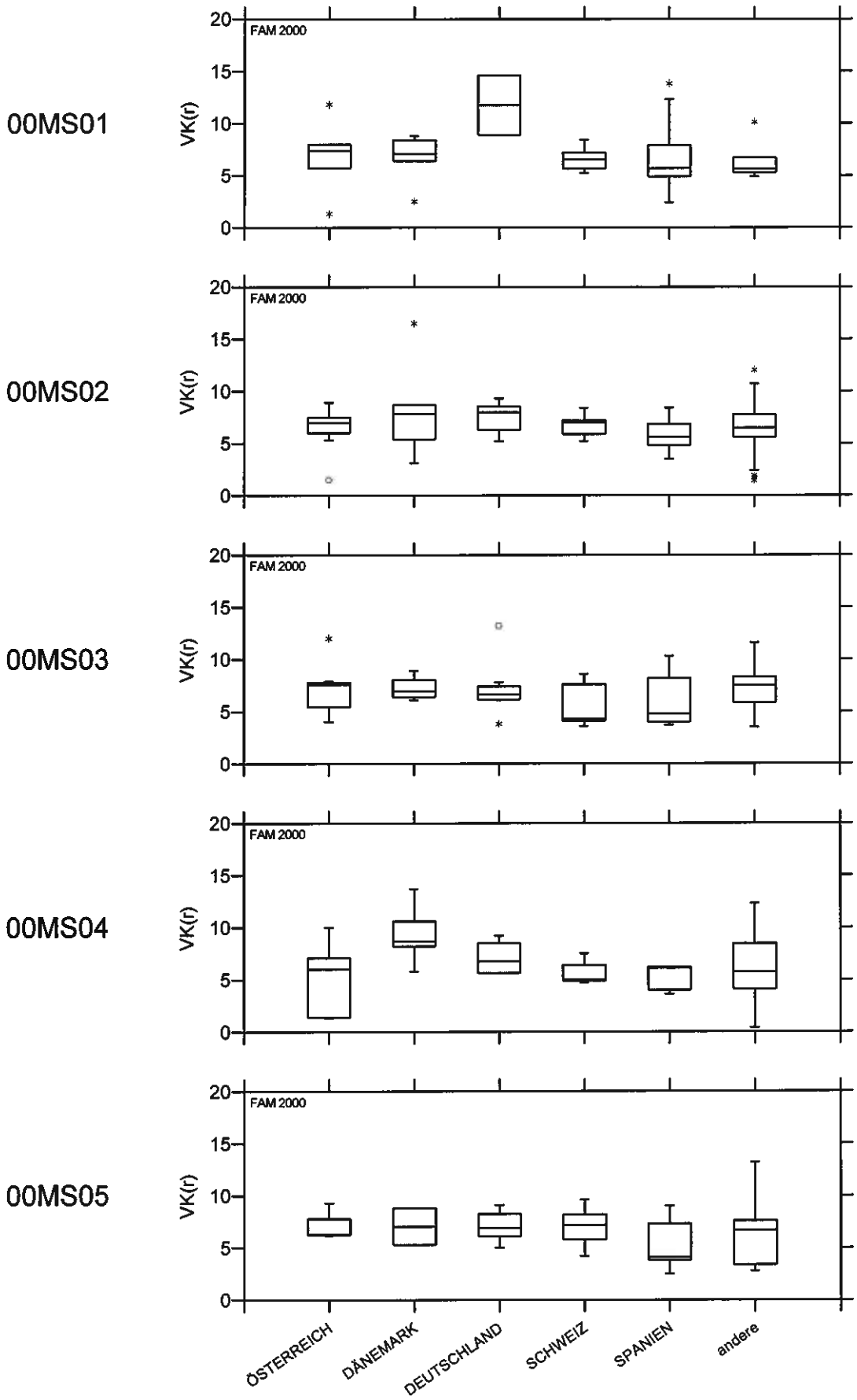
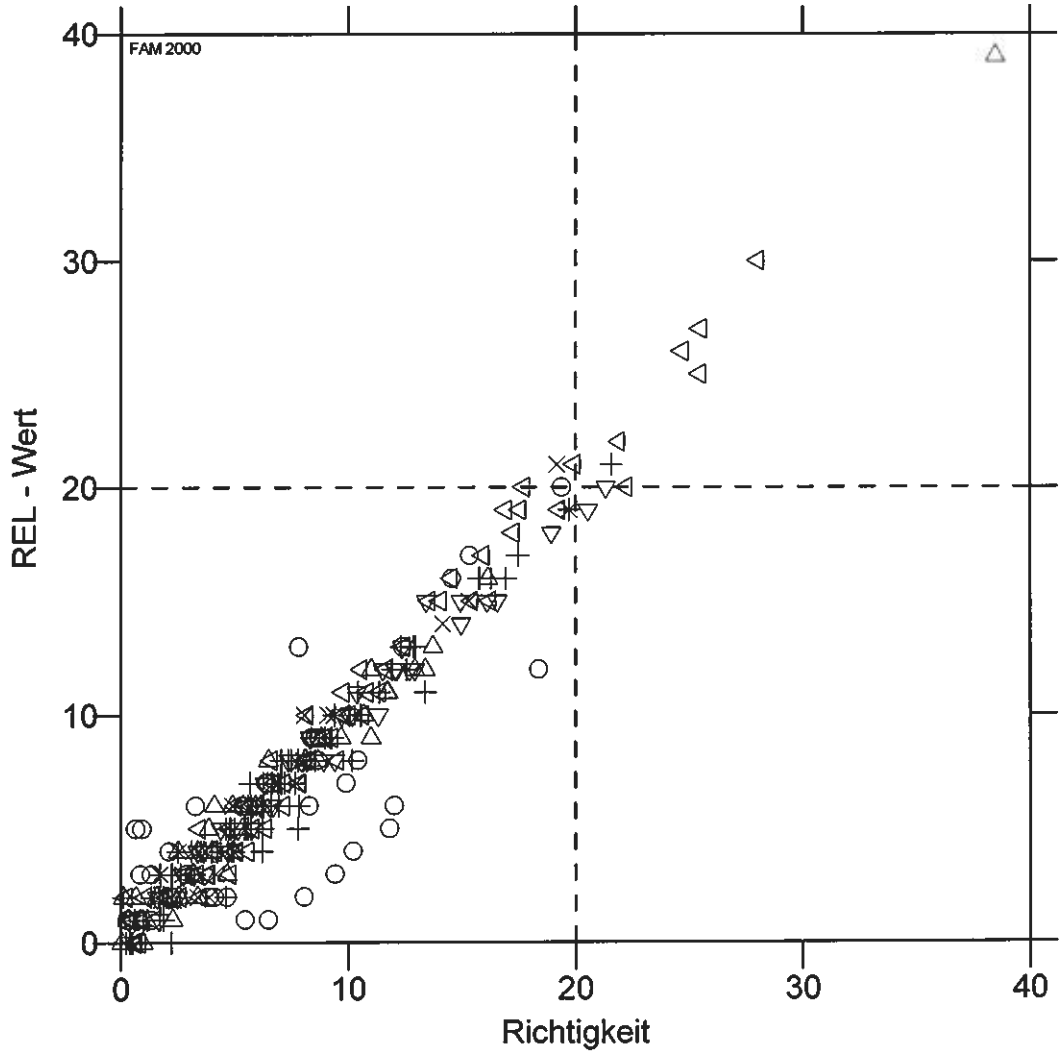


Abb.5) Richtigkeit und REL

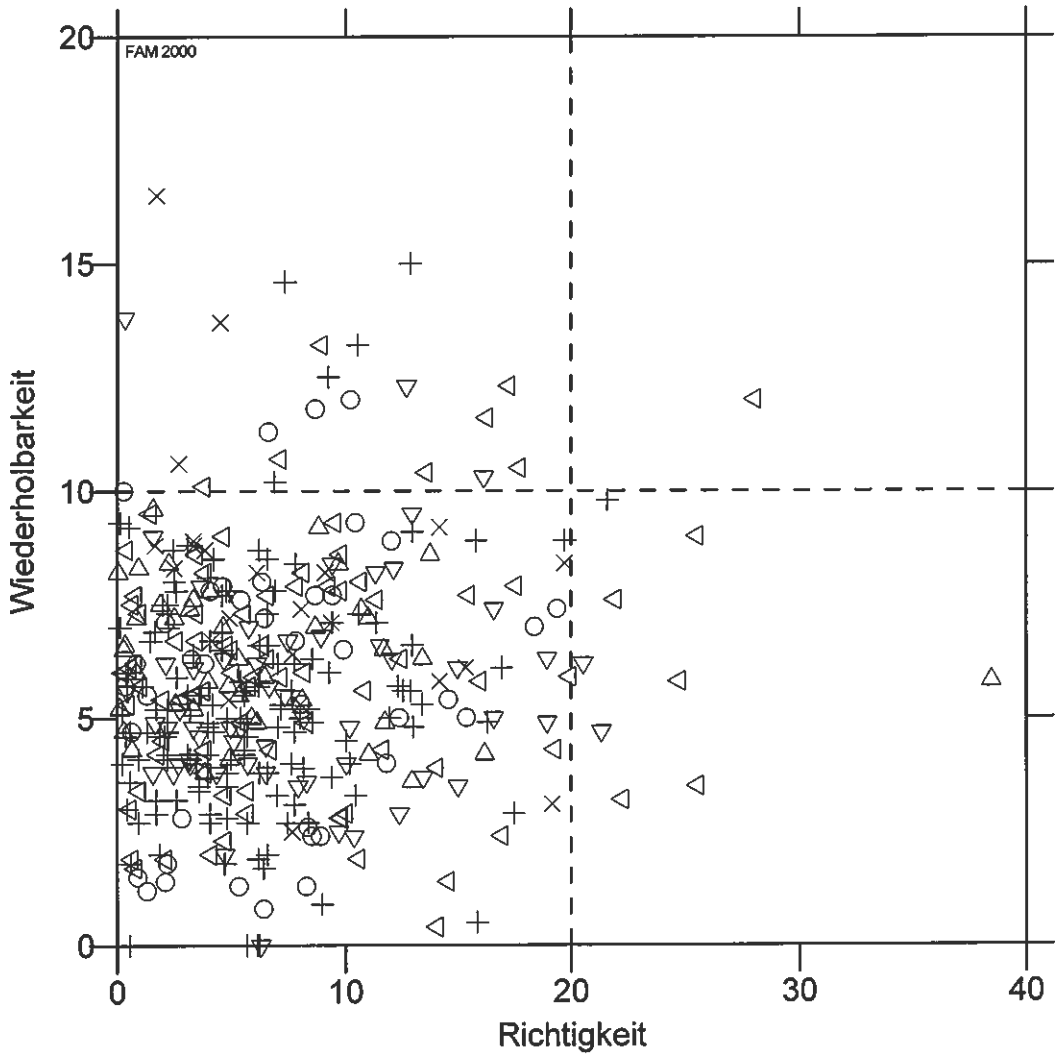
HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000



GRUPPEN

- ○ ÖSTERREICH
- × DÄNEMARK
- \+ DEUTSCHLAND
- △ SCHWEIZ
- ▽ SPANIEN
- ◁ andere

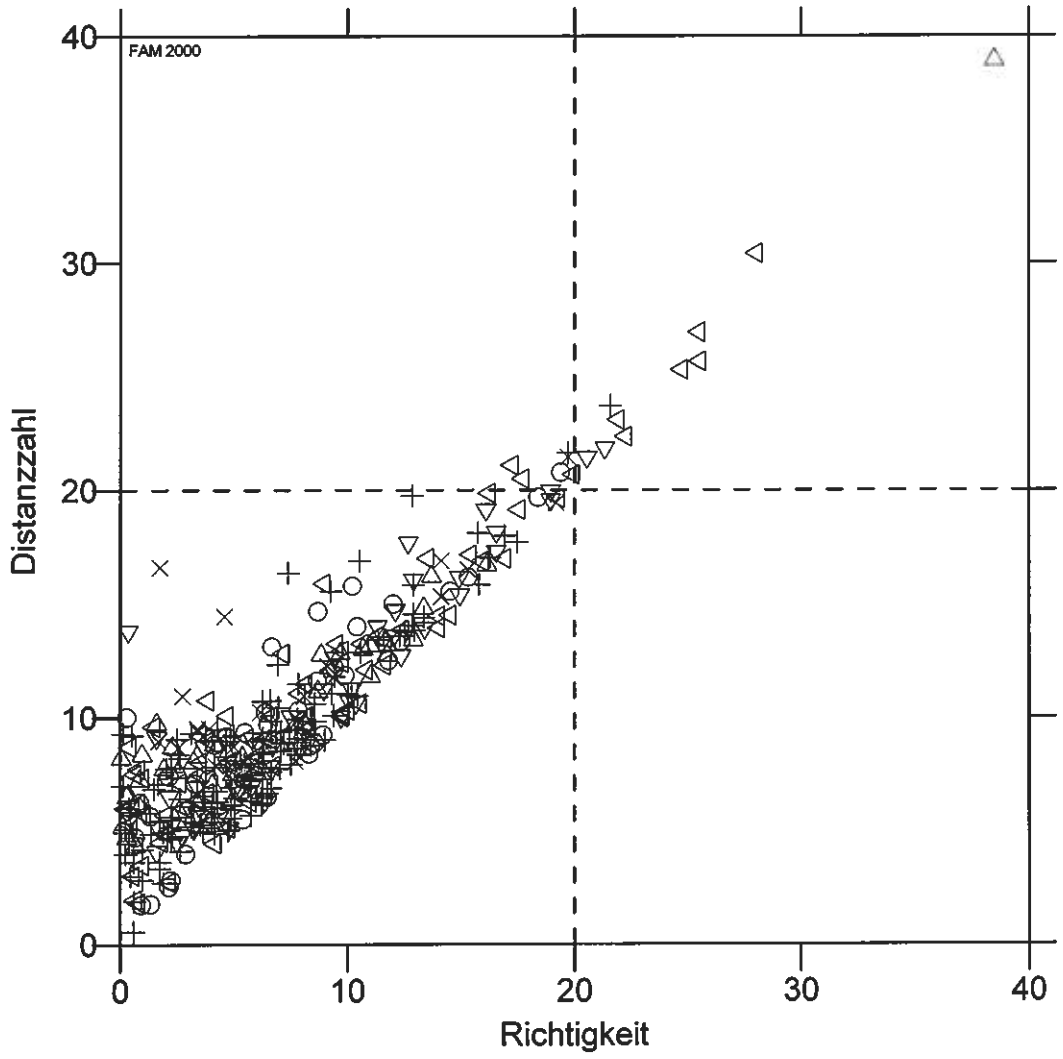
Abb.6) Richtigkeit und Wiederholbarkeit
HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000



GRUPPEN

- ○ ÖSTERREICH
- × DÄNEMARK
- \+ DEUTSCHLAND
- △ SCHWEIZ
- ▽ SPANIEN
- ◁ andere

Abb.7) Richtigkeit und Distanzzahl
HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000



GRUPPEN

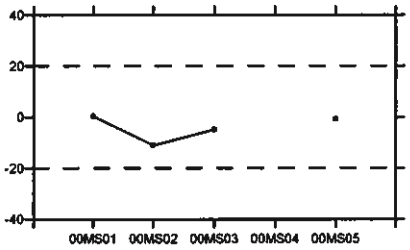
- ○ ÖSTERREICH
- × DÄNEMARK
- \+ DEUTSCHLAND
- △ SCHWEIZ
- ▽ SPANIEN
- ◁ andere

Abb.8) Regelkarten Richtigkeit

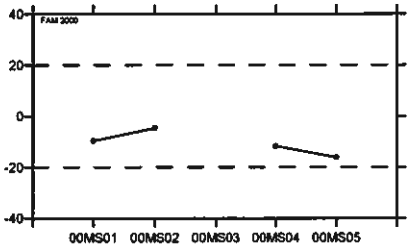
HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000

Schweizer BactoScan 8000 - Geräte

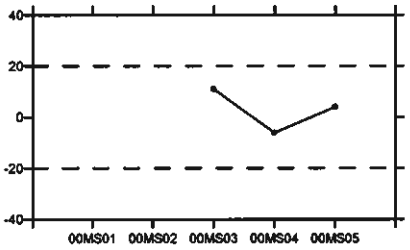
BSC130



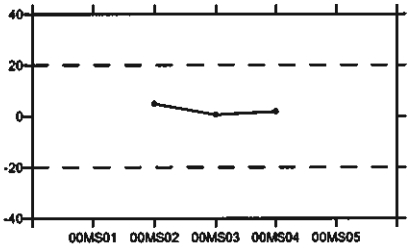
BSC131



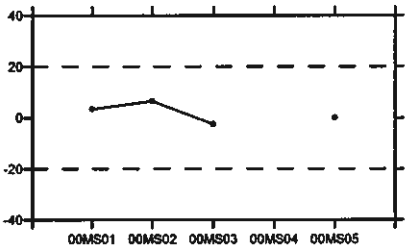
BSC132



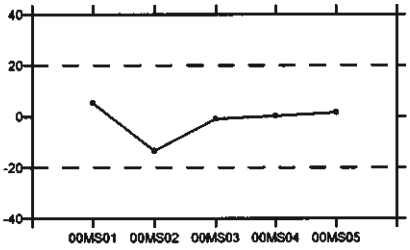
BSC133



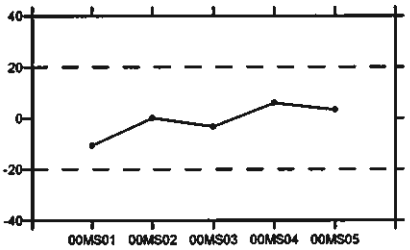
BSC138



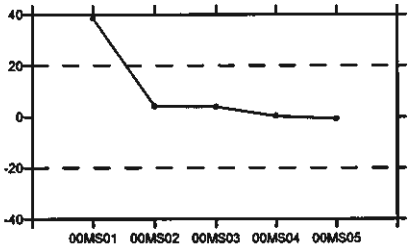
BSC139



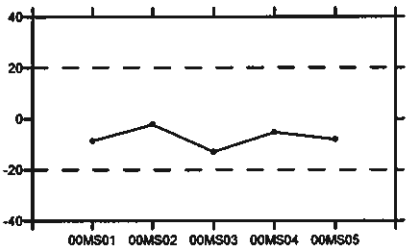
BSC140



BSC141



BSC142



BSC98

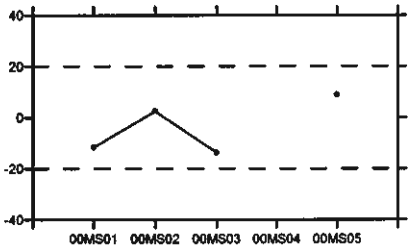
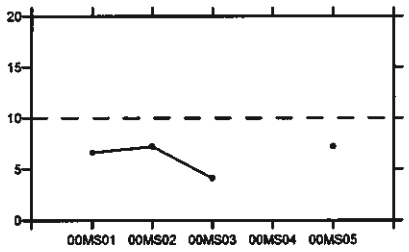


Abb.9) Regelkarten Wiederholbarkeit

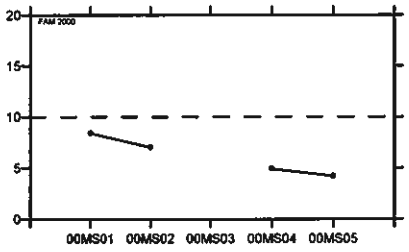
HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000

Schweizer BactoScan 8000 - Geräte

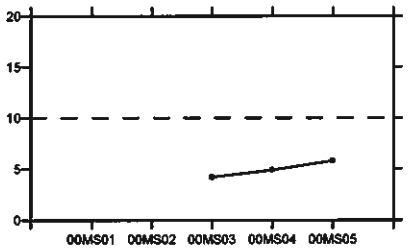
BSC130



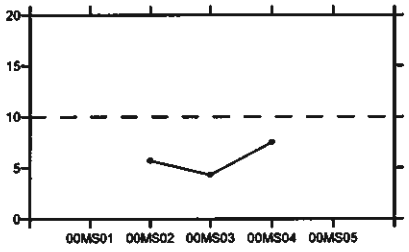
BSC131



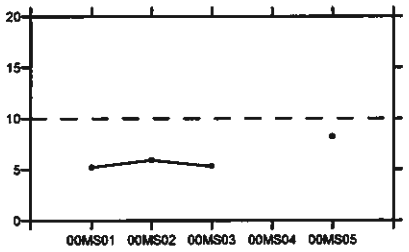
BSC132



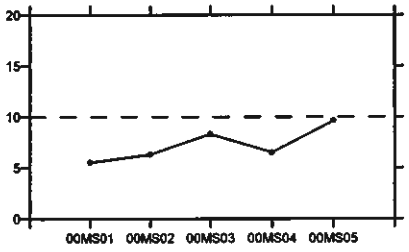
BSC133



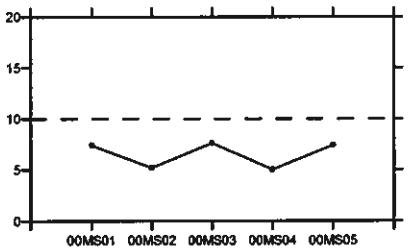
BSC138



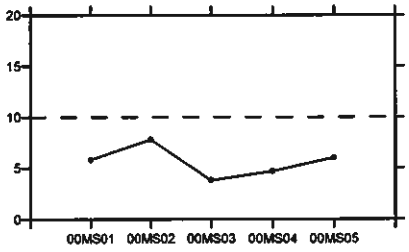
BSC139



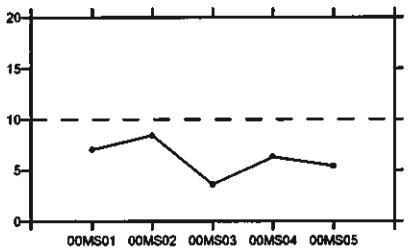
BSC140



BSC141



BSC142



BSC98

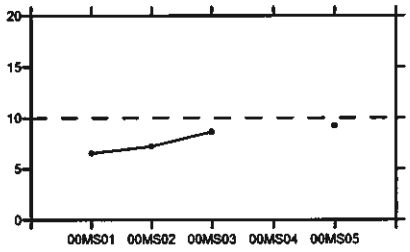
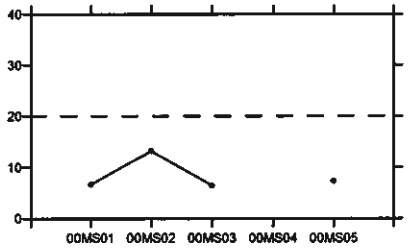


Abb.10) Regelkarten Distanzzahl

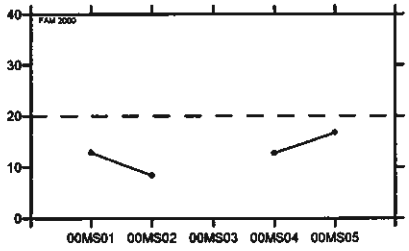
HÜFNER KONTROLLMILCH Januar bis Mai 2000

Schweizer BactoScan 8000 - Geräte

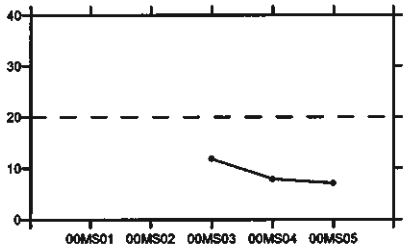
BSC130



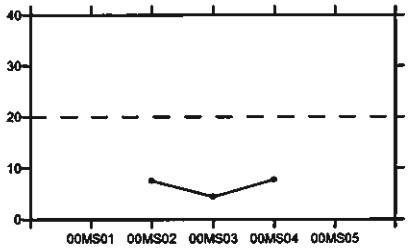
BSC131



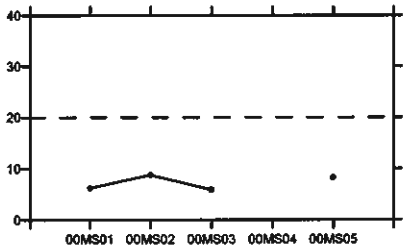
BSC132



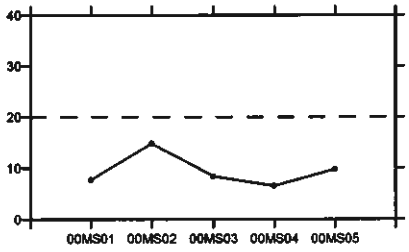
BSC133



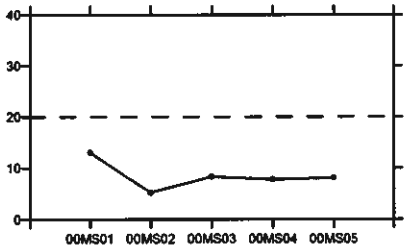
BSC138



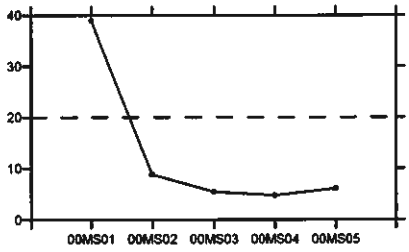
BSC139



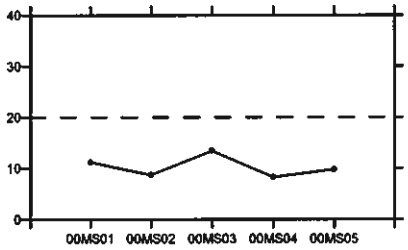
BSC140



BSC141



BSC142



BSC98

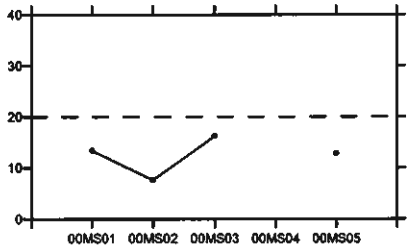


Abb.11) Beurteilungsgrafik

HÜFNER KONTROLLMILCH 00MS05

75% und 90% - Mantelkreis

BactoScan 8000, 39 Geräte

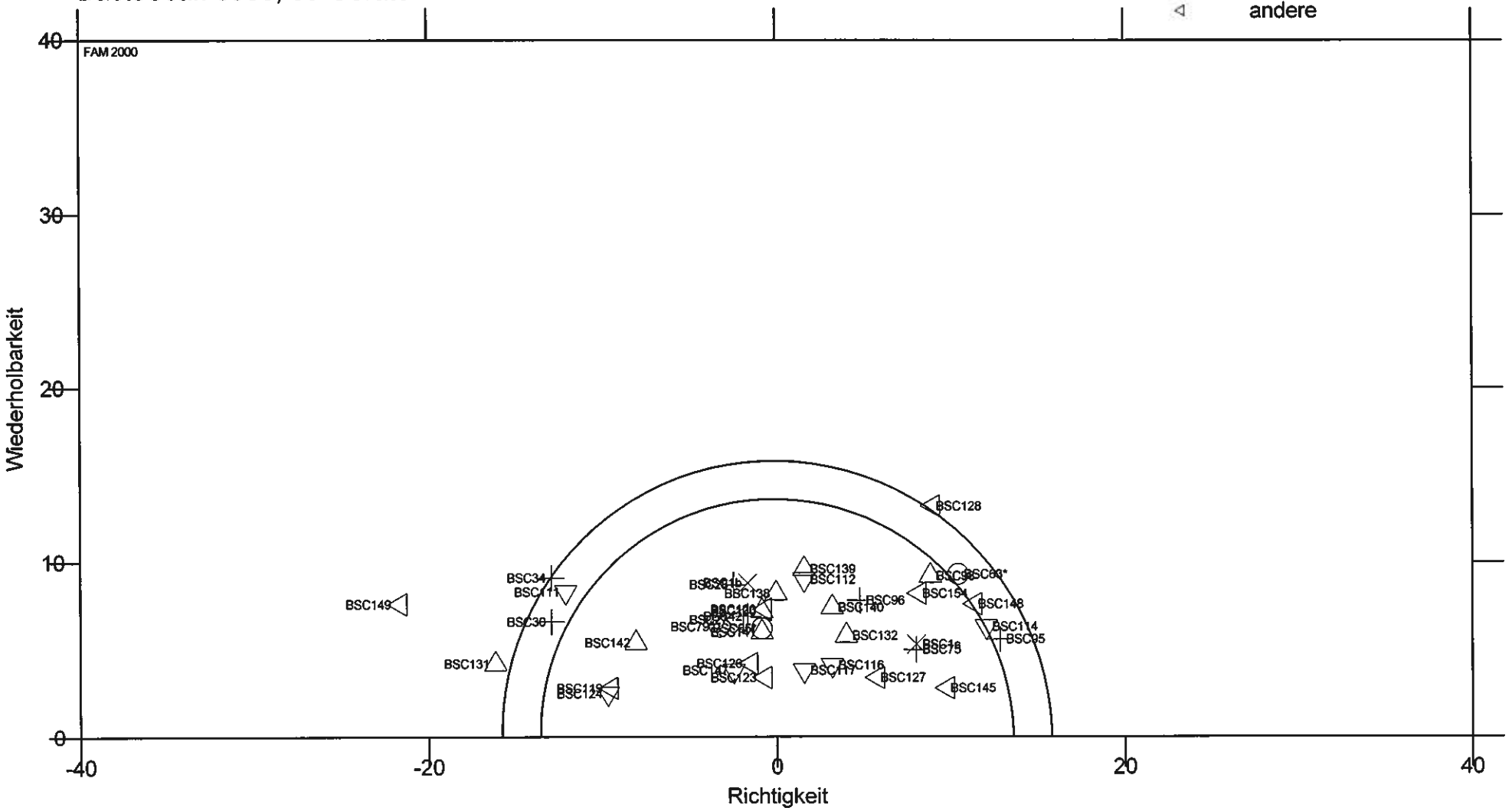
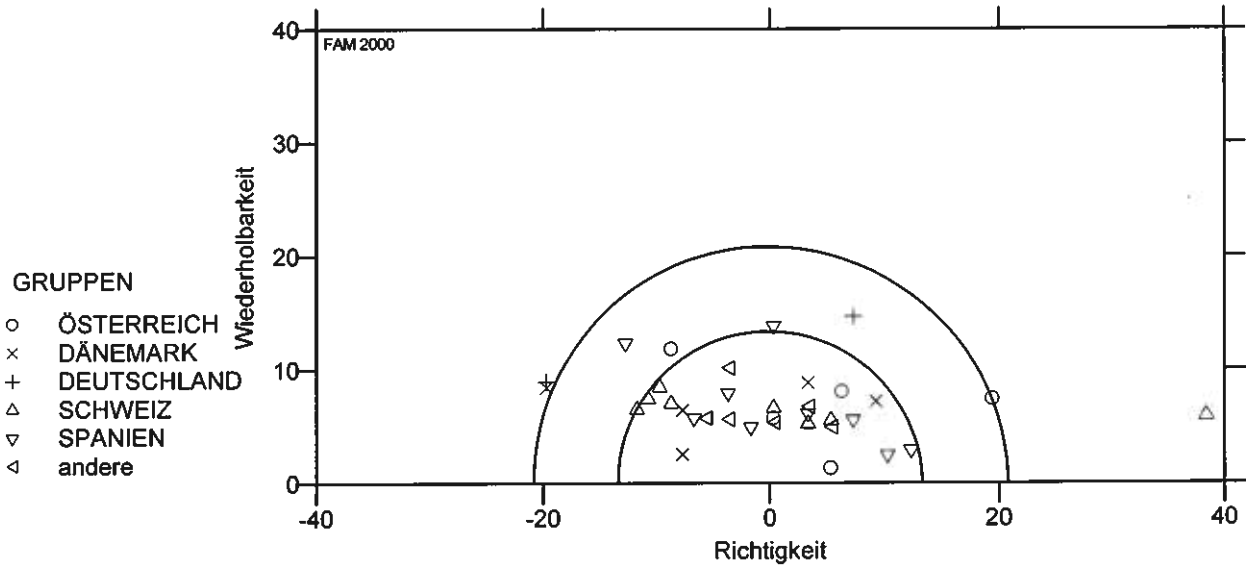


Abb.12) Richtigkeit, Wiederholbarkeit, Distanzzahl
HÜFNER KONTROLLMILCH, Lieferung 00MS01
75% und 90% - Mantelkreis

35 Geräte BactoScan 8000



30 Geräte BactoScan FC

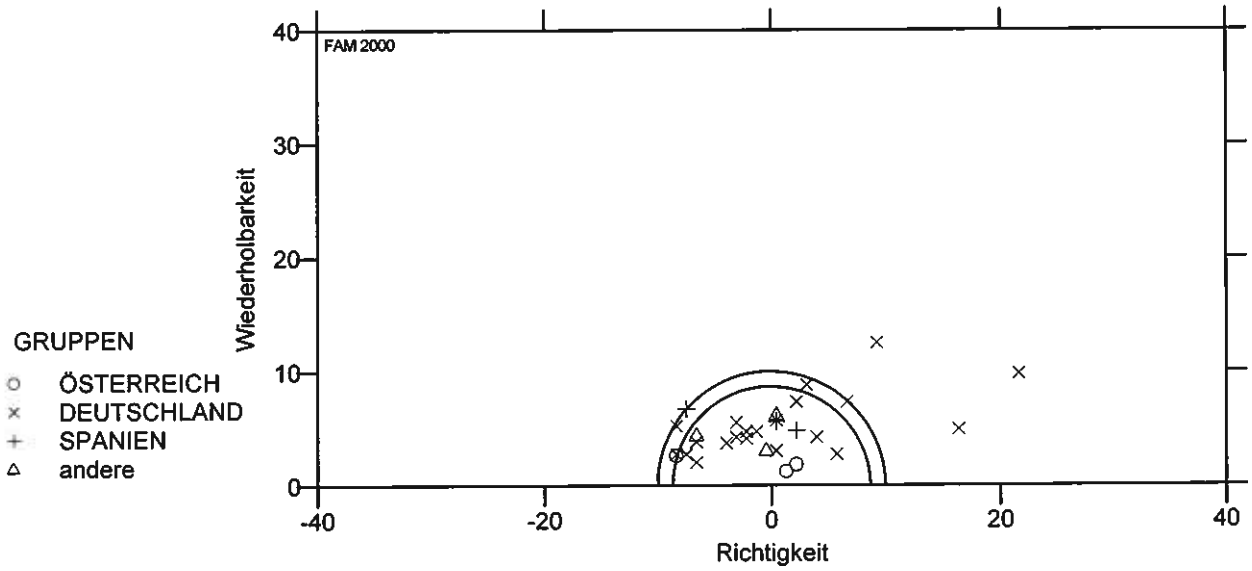
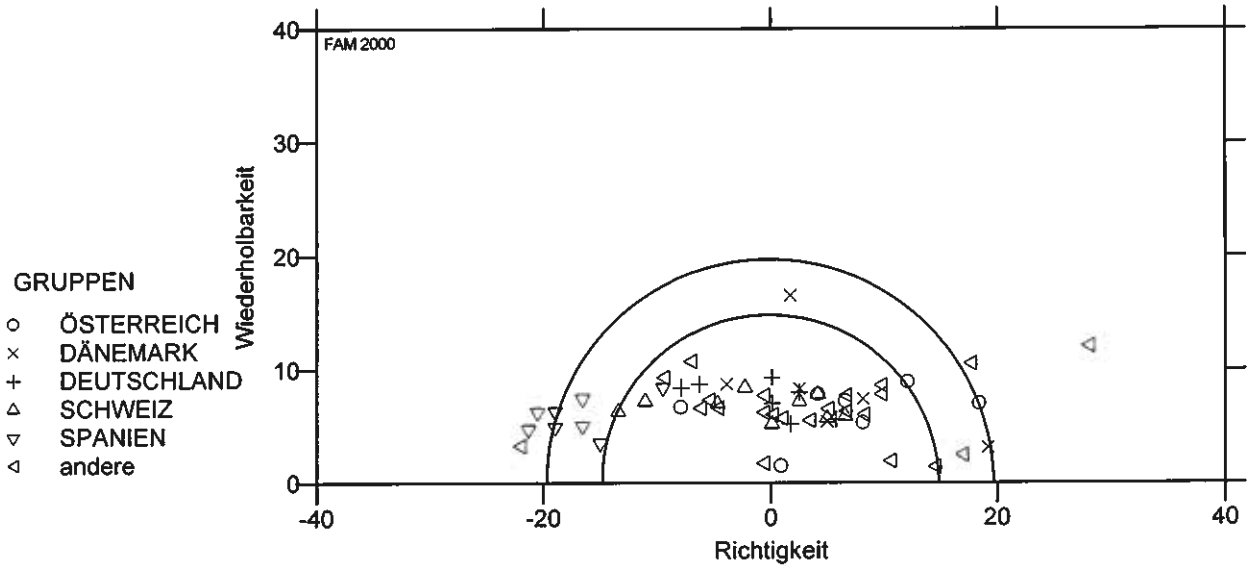


Abb.13) Richtigkeit, Wiederholbarkeit, Distanzzahl
HÜFNER KONTROLLMILCH, Lieferung 00MS02
75% und 90% - Mantelkreis

60 Geräte BactoScan 8000



33 Geräte BactoScan FC

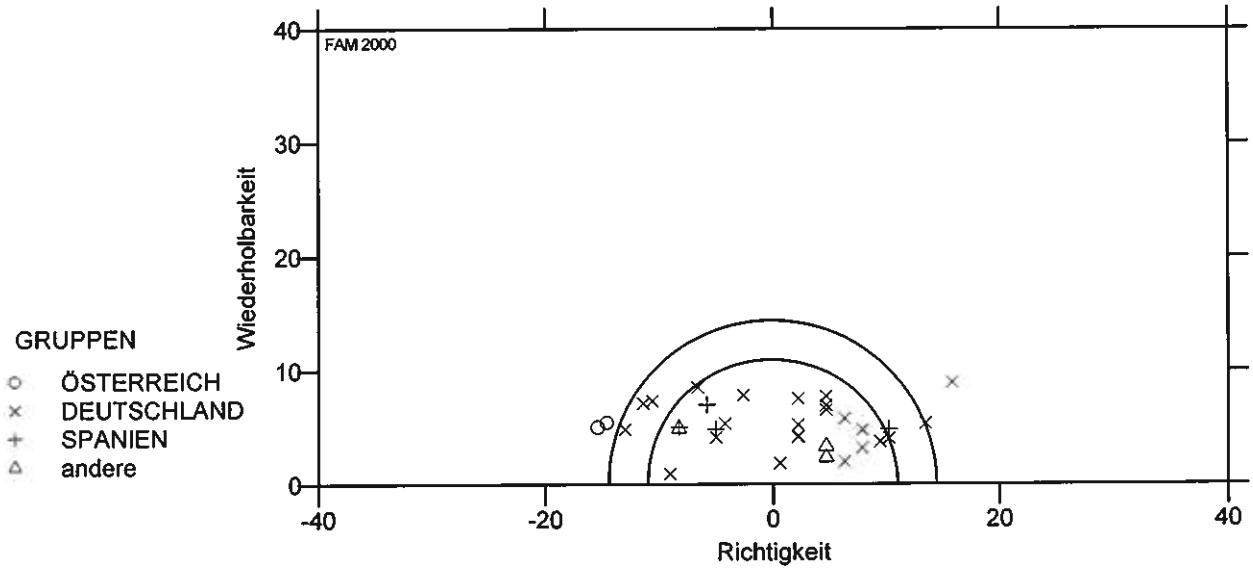
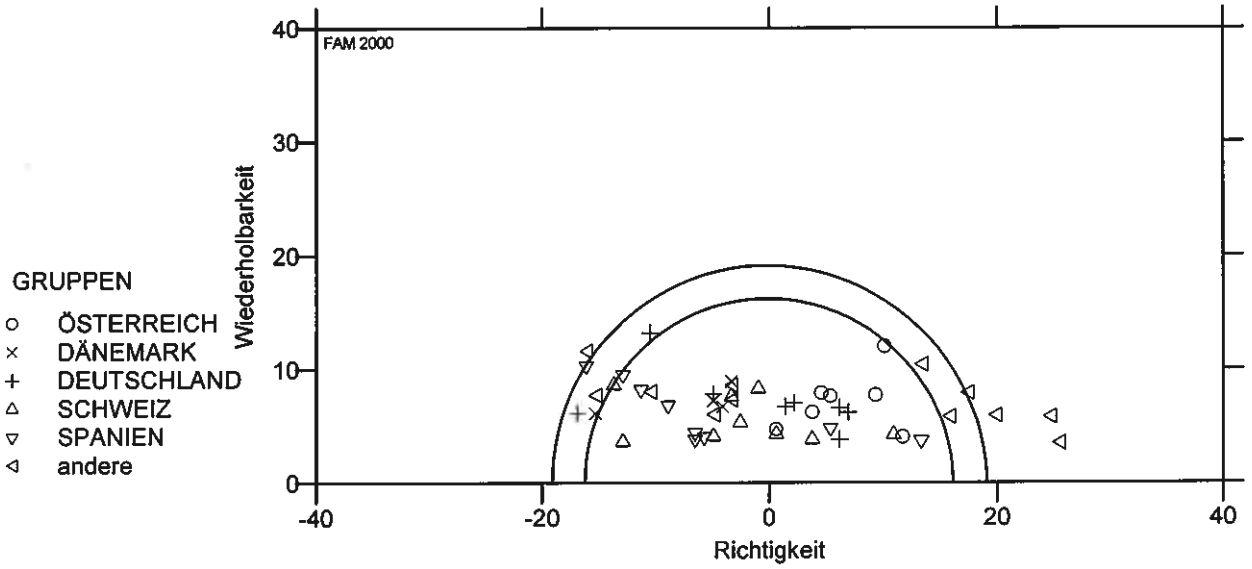


Abb.14) Richtigkeit, Wiederholbarkeit, Distanzzahl
HÜFNER KONTROLLMILCH, Lieferung 00MS03
75% und 90% - Mantelkreis

49 Geräte BactoScan 8000



32 Geräte BactoScan FC

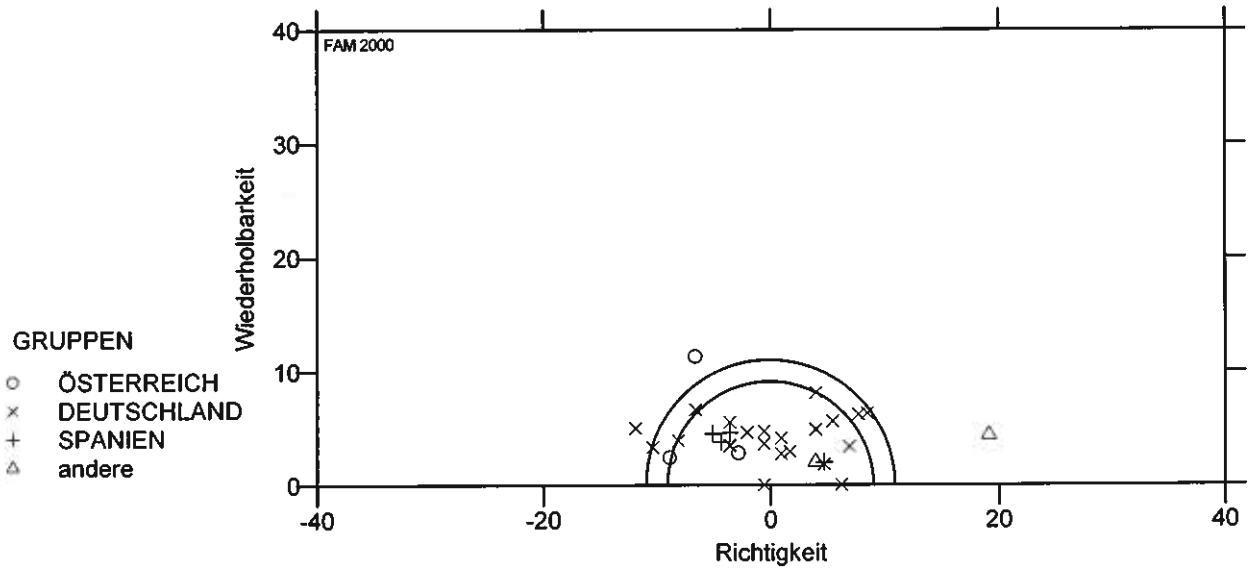
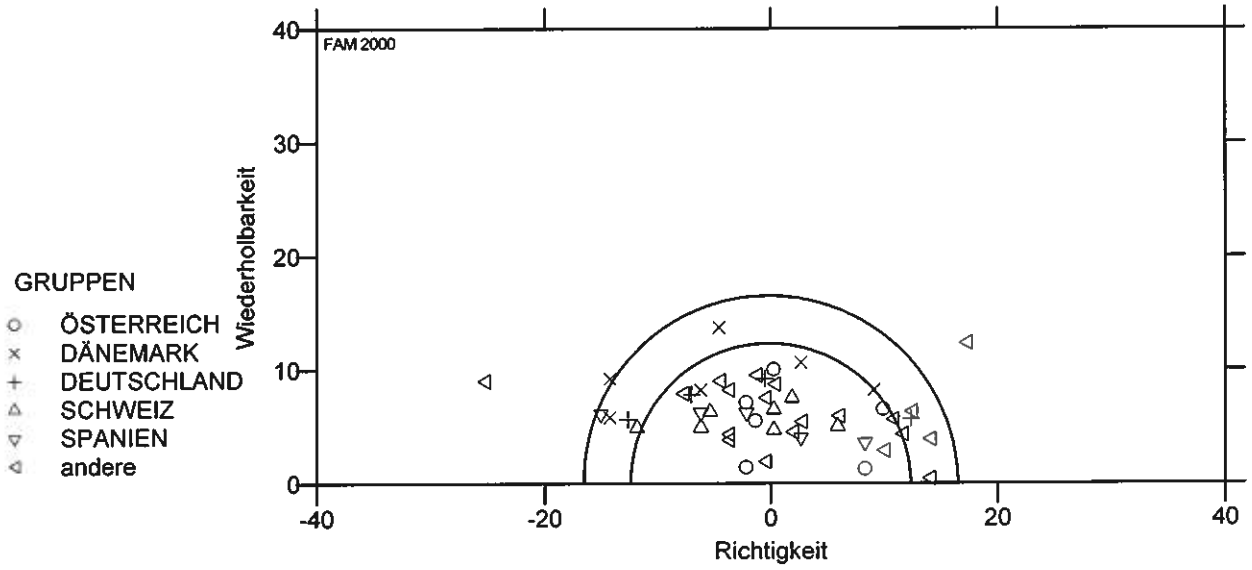


Abb.15) Richtigkeit, Wiederholbarkeit, Distanzzahl
HÜFNER KONTROLLMILCH, Lieferung 00MS04
75% und 90% - Mantelkreis

48 Geräte BactoScan 8000



35 Geräte BactoScan FC

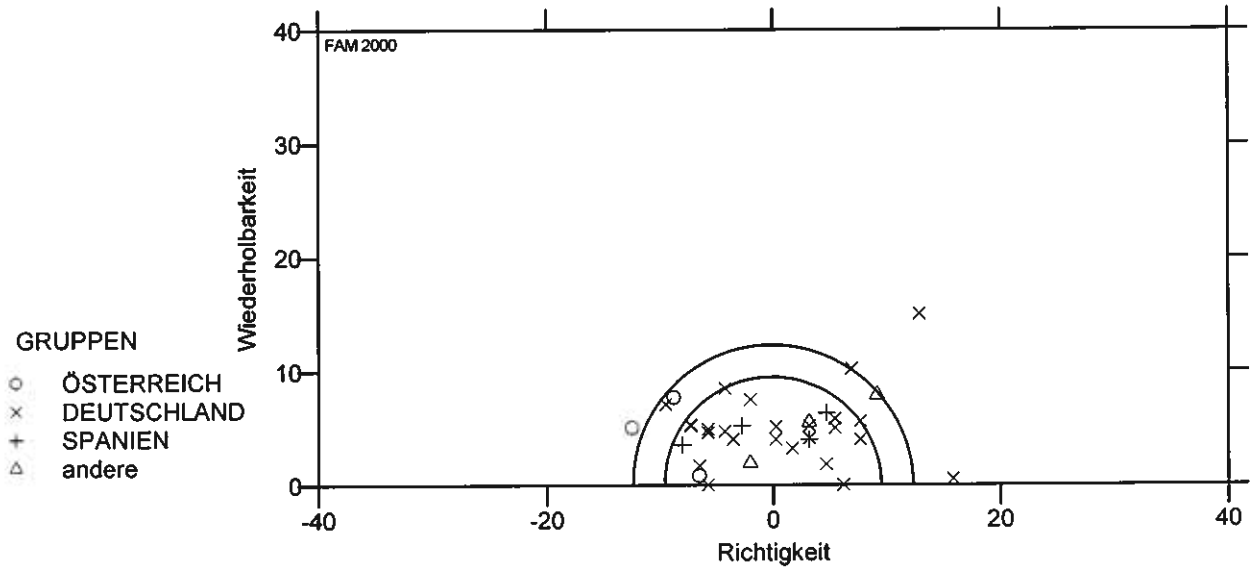
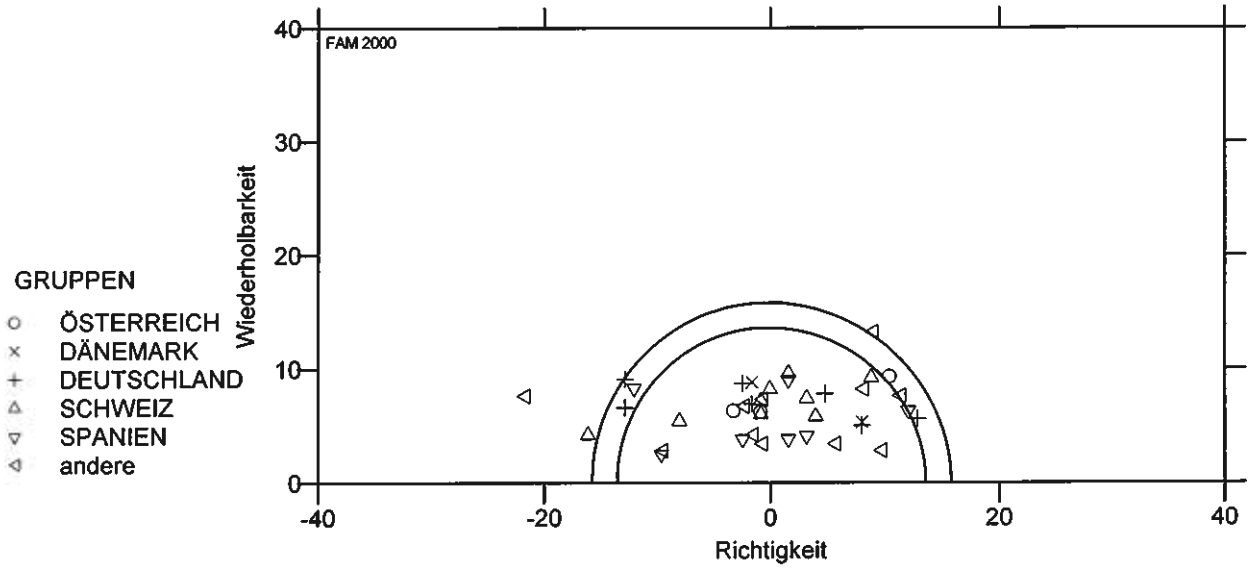
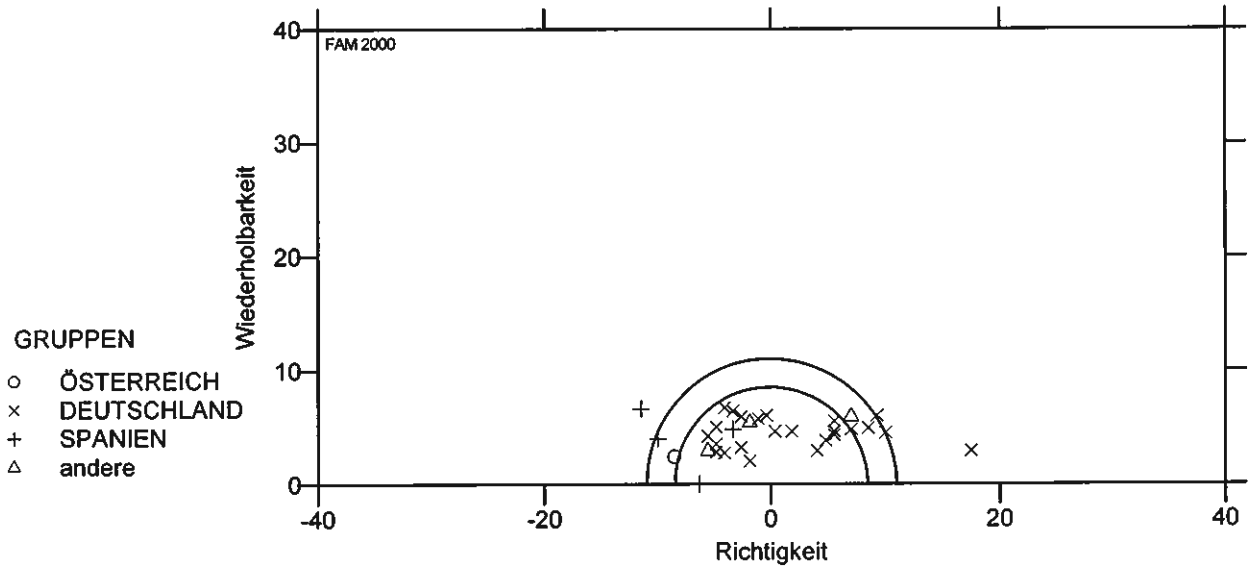


Abb.16) Richtigkeit, Wiederholbarkeit, Distanzzahl
HÜFNER KONTROLLMILCH, Lieferung 00MS05
75% und 90% - Mantelkreis

39 Geräte BactoScan 8000



32 Geräte BactoScan FC