DIN EN ISO 16297

ICS 67.100.10

Einsprüche bis 2019-05-22
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 16297:2014-09

Entwurf

Milch – Bestimmung der Gesamtkeimzahl – Protokoll für die Bewertung alternativer Verfahren (ISO/DIS 16297:2019); Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 16297:2019

Milk –
Bacterial count –
Protocol for the evaluation of alternative methods (ISO/DIS 16297:2019);
German and English version prEN ISO 16297:2019

Lait –
Dénombrement bactériologique –
Protocole pour l'évaluation des méthodes alternatives (ISO/DIS 16297:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 16297:2019

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2019-03-22 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nal@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL), 10772 Berlin, Saatwinkler Damm 42/43, 13627 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 41 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

AVA Documents Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16297:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige deutsche Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 057-05-13 AA „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ im DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 5725-1	siehe	DIN ISO 5725-1
ISO 5725-2	siehe	DIN ISO 5725-2
ISO 16140-1	siehe	DIN EN ISO 16140-1
ISO 16140-2	siehe	DIN EN ISO 16140-2
ISO 11095	siehe	DIN ISO 11095
ISO 21187	siehe	DIN EN ISO 21187

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 16297:2014-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

a) normative Verweisungen aktualisiert;

b) 5.2.1 zur unteren Bestimmungsgrenze aktualisiert und Formel hinzugefügt;

c) Unterabschnitt 5.3 zur Verschleppung überarbeitet;

d) Abschnitt 6 inklusive der Bilder überarbeitet;

e) Literaturhinweise aktualisiert;

f) redaktionelle Überarbeitung.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

Nationaler Anhang NA
(informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 16140-1, *Mikrobiologie der Lebensmittelkette — Verfahrensvalidierung — Teil 1: Terminologie (ISO 16140-1)*

DIN EN ISO 16140-2, *Mikrobiologie der Lebensmittelkette — Verfahrensvalidierung — Teil 2: Arbeitsvorschrift für die Validierung von alternativen (urheberrechtlich geschützten) Verfahren anhand eines Referenzverfahrens (ISO 16140-2)*

DIN EN ISO 21187, *Milch — Quantitative Bestimmung der bakteriologischen Qualität — Leitfaden für die Erarbeitung einer Übertragungsbeziehung zwischen den Messwerten von Routine- und Bezugsverfahren sowie deren Verifizierung (ISO/DIS 21187)*[*]

DIN ISO 5725-1, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Begriffe (ISO 5725-1)*

DIN ISO 5725-2, *Genauigkeit (Richtigkeit und Präzision) von Messverfahren und Messergebnissen — Teil 2: Grundlegende Methode für die Ermittlung der Wiederhol- und Vergleichpräzision eines vereinheitlichten Messverfahrens (ISO 5725-2)*

DIN ISO 11095, *Lineare Kalibrierung unter Verwendung von Referenzmaterialien (ISO 11095)*

[*] Zur Zeit als Entwurf.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

— Leerseite —

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

– Entwurf –

CEN/TC 302

Datum: 2019-04

prEN ISO 16297:2019

CEN/TC 302

Sekretariat: NEN

Milch — Bestimmung der Gesamtkeimzahl — Protokoll für die Bewertung alternativer Verfahren (ISO/DIS 16297:2019)

Lait — Dénombrement bactériologique — Protocole pour l'évaluation de méthodes alternatives (ISO/DIS 16297:2019)

Milk — Bacterial count — Protocol for the evaluation of alternative methods (ISO/DIS 16297:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

Inhalt

Seite

Europäisches Vorwort ... 3
Vorwort ... 4
Vorwort ... 5
Einleitung ... 6
1 Anwendungsbereich ... 7
2 Normative Verweisungen ... 7
3 Begriffe ... 7
4 Transformation von Ergebnissen ... 8
5 Merkmale des alternativen Verfahrens ... 8
5.1 Beschreibung des zu bewertenden Verfahrens ... 8
5.1.1 Beschreibung ... 8
5.1.2 Checkliste ... 8
5.2 Messbereich ... 9
5.2.1 Untere Bestimmungsgrenze (LLQ, en: lower limit of quantification) ... 9
5.2.2 Obere Bestimmungsgrenze ... 9
5.2.3 Linearität des Messgerätesignals ... 9
5.3 Verschleppung ... 10
5.4 Stabilität ... 12
5.5 Präzision ... 12
5.5.1 Allgemeines ... 12
5.5.2 Wiederholpräzision ... 12
5.5.3 Vergleichpräzision ... 13
5.5.4 Bewertung von Faktoren, die die Ergebnisse beeinflussen ... 13
6 Das alternative Verfahren als ein Schätzwert des Bezugsverfahrens ... 13
6.1 Allgemeines ... 13
6.2 Bewertung von Faktoren, die die Schätzung beeinflussen ... 13
6.3 Messvorschrift ... 14
6.4 Berechnungen ... 14
6.4.1 Sichtprüfung eines Streudiagramms ... 14
6.4.2 Ausreißer ... 15
6.4.3 Genauigkeit des Schätzwertes und Genauigkeitsprofil ... 15
6.5 Merkmale des alternativen Verfahrens, angegeben in Einheiten des Bezugsverfahrens ... 17
7 Bewertung der ausgearbeiteten Merkmale ... 17
Anhang A (informativ) Angabe von Präzisionsparametern ... 18
Literaturhinweise ... 20

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 16297:2019) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 „Food products“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 302 „Milch und Milcherzeugnisse — Probenahme- und Untersuchungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 16297:2014 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 16297:2019 wurde von CEN als prEN ISO 16297:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Themen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 34 *Food products,* Unterkomitee SC 5, *Milk and milk products* und der International Dairy Federation (IDF) erarbeitet. Es wird gemeinsam von IDF und ISO veröffentlicht.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 16297|IDF 161:2013), die technisch überarbeitet wurde.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

Vorwort

Bei IDF (International Dairy Federation) handelt es sich um eine gemeinnützige Organisation, die den Milchsektor weltweit vertritt. Die IDF-Mitgliedschaft umfasst nationale Komitees in jedem Mitgliedsland sowie regionale Milchverbände, die eine formelle Vereinbarung über die Zusammenarbeit mit der IDF unterzeichnet haben. Alle Mitglieder der IDF haben das Recht, in den IDF Standing Committees vertreten zu sein, die die fachliche Arbeit durchführen. IDF arbeitet mit der ISO bei der Entwicklung von Standardanalyse- und Probenahmeverfahren für Milch und Milcherzeugnisse zusammen.

Die Hauptaufgabe der Standing Committee ist es, Internationale Normen zu erarbeiten. Die Entwürfe Internationaler Normen, die von den Standing Committees verabschiedet wurden, werden den nationalen Komitees zur Billigung vorgelegt, bevor sie als Internationale Norm veröffentlicht werden. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 50 % der abstimmenden nationalen Komitees der IDF.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. IDF ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

ISO 16297|IDF 161 wurde von der International Dairy Federation (IDF) und dem Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomittee SC 5, *Milk and milk products* erarbeitet. Sie wird gemeinsam von IDF und ISO veröffentlicht.

Die Arbeiten wurden von der gemeinsamen Arbeitsgruppe von ISO/IDF (S18) des Standing Committee für *Statistics and automation* unter der Verantwortung der Projektleiter V. Tzeneva (NED) und I. Andersson (SWE) durchgeführt.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

Einleitung

Bei jeder quantitativen Messung in der Mikrobiologie sollte berücksichtigt werden, dass bezüglich des mikrobiologischen Zustands in einer Probe die Forderung besteht, diesen als einen Punkt innerhalb der Koordinaten eines mehrdimensionalen Systems zu betrachten, der auf eine eindimensionale Skala des angewendeten Verfahrens, d. h. Koloniezählverfahren, Durchflusszytometrie, zu projizieren ist. Aspekte, wie z. B. Flora (Arten und Anzahl an Mikroorganismen und deren Verteilung), Wachstumsphase, subletale Schäden, Stoffwechselaktivität und Vorgeschichte, beeinflussen mehr oder weniger jeden Parameter, der gemessen wird. Es ist offensichtlich, dass jede Projektion einer n-dimensionalen Situation auf eine eindimensionale Skala zwangläufig zu einem eingeschränkten Bild der tatsächlichen Situation führt. In dieser Hinsicht muss das Unausweichliche akzeptiert werden, unabhängig davon, welches Messverfahren bevorzugt wird.

Die Benennung Bezugsverfahren in der vorliegenden Internationalen Norm steht für ein international von Sachverständigen anerkanntes Verfahren, das in der Gesetzgebung oder aufgrund einer Vereinbarung zwischen den Beteiligten angewendet wird. Bei der Bewertung eines alternativen Verfahrens bestehen Anforderungen hinsichtlich der Umrechnung auf das Bezugsverfahren und das Verfahren basiert auf Messungen von für den vorgesehenen Verwendungszweck geeigneten Proben.

Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt Anleitungen für die Bewertung alternativer instrumenteller Verfahren zur Bestimmung der Gesamtkeimzahl in Rohmilch von verschiedenen Tierarten.

ANMERKUNG Das Dokument wird als Ergänzung zu ISO 16140-2 und ISO 8196|IDF 128 (siehe Abschnitt 2) angesehen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 5725-1, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions*

ISO 5725-2, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method*

ISO 8196-1, *Milk — Definition and evaluation of the overall accuracy of alternative methods of milk analysis — Part 1: Analytical attributes of alternative methods*

ISO 8196-2, *Milk — Definition and evaluation of the overall accuracy of alternative methods of milk analysis — Part 2: Calibration and quality control in the dairy laboratory*

ISO 8196-3, *Milk — Definition and evaluation of the overall accuracy of alternative methods of milk analysis — Part 3: Protocol for the evaluation and validation of alternative quantitative methods of milk analysis*

ISO 16140-1, *Microbiology of the food chain — Method validation — Part 1: Vocabulary*

ISO 16140-2, *Microbiology of the food chain — Method validation — Part 2: Protocol for the validation of alternative (proprietary) methods against a reference method*

ISO 21187|IDF 196, *Milk — Quantitative determination of bacteriological quality — Guidance for establishing and verifying a conversion relationship between routine method results and anchor method results*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 8196-1|IDF 128-1, 8196-2|IDF 128-2 und ISO 8196-3|IDF 128-3.

Bezüglich der Definitionen von Präzision, Wiederholpräzision und Vergleichpräzision siehe ISO 5725-1, ISO 5725-2, ISO 8196-1|IDF 128-1 und ISO 16140-1.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter http://www.iso.org/obp

— IEC Electropedia: verfügbar unter http://www.electropedia.org/

Documents
Document Sharing Hub
Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

4 Transformation von Ergebnissen

Eine Voraussetzung für die bei der Bewertung von Messverfahren gängigsten Statistiken ist die Approximation an eine Normalverteilung der Daten. Die exponentielle Vermehrung von Mikroorganismen führt üblicherweise zu einer rechtsschiefen Verteilung von quantitativen mikrobiologischen Parametern. Folglich ist im Allgemeinen für die Approximation an die Normalverteilung eine Transformation der Rohdaten notwendig. Das ist üblicherweise eine gewöhnliche logarithmische Transformation. Die geeignetste Transformation kann durch Vergleich von Histogrammen überprüft werden. Sofern nicht anders festgelegt, werden sämtliche statistischen Angaben anschließend aus den transformierten Daten berechnet und nur die Endergebnisse werden erneut transformiert, um dem Anwender eine aussagekräftigere Vorstellung von der Situation zu vermitteln (siehe auch Anhang A).

5 Merkmale des alternativen Verfahrens

ANMERKUNG Die in diesem Abschnitt dargelegten Parameter brauchen nicht für jedes alternative Verfahren vollständig bewertet zu werden. Zum Beispiel wird der Messbereich (siehe 5.2) des Platten-Ösen-Verfahrens durch die verwendete(n) Öse(n) bestimmt.

5.1 Beschreibung des zu bewertenden Verfahrens

5.1.1 Beschreibung

Die Beschreibung des zu untersuchenden Verfahrens muss mit der Checkliste in 5.1.2 übereinstimmen.

Die meisten Angaben sind in der Spezifikation des Verfahrens enthalten, die vom verantwortlichen Lieferanten oder einer anderen Quelle (Autor) bereitgestellt wird.

5.1.2 Checkliste

a) Kurzbeschreibung des Verfahrens;

b) Parameter oder Einheit;

c) technische Ausführung des Messverfahrens;

d) Anwendungsbereich:

   1) Zweck: z. B Forschung, Übersichtsuntersuchung (Screening), Einstufung der Milch in Güteklassen;

   2) Matrix: z. B. Rohmilch von Kühen;

e) Lieferant(en) von Messgeräten, Reagenzien, Standards;

f) vom Hersteller oder Autor bereitgestellte Spezifikation des Verfahrens:

   1) Voraussetzung für die Probenahme (wird oft mit der Situation der Fettanalyse verglichen);

   2) Möglichkeiten der Probenkonservierung [Reagens (Reagenzien), Lagerungsbedingung(en)];

   3) quantitatives (Einheiten: zu untersuchendes Verfahren oder Bezugsverfahren) und qualitatives (die Art der erfassten Mikroorganismen) Spektrum;

   4) Präzision (in den Einheiten des zu untersuchenden Verfahrens oder des Bezugsverfahrens);

   5) Genauigkeit des Schätzwertes (in den Einheiten des Bezugsverfahrens);

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04

6) Proben je Stunde;

7) Quellennachweis.

5.2 Messbereich

5.2.1 Untere Bestimmungsgrenze (LLQ, en: lower limit of quantification)

Die untere Bestimmungsgrenze ist bei Milchproben ohne oder mit einer sehr geringen Bakterienkonzentration definiert. Die Standardabweichung der n-fachen Messungen wird geschätzt; im Allgemeinen ist $n = 10$. Die Standardabweichung s_0 wird in Einheiten des alternativen Verfahrens ohne Transformation der Daten mit Gleichung (1) berechnet:

$$s_0 = \sqrt{\frac{1}{n-1}\sum_{j=1}^{n}\left(y_j - \bar{y}\right)^2} \quad (1)$$

Dabei ist

n die Gesamtzahl der verwendeten Probenmenge;

y_j das nicht transformierte Ergebnis der Probenmenge j;

$\bar{y}$ ist das mittlere, nicht transformierte Ergebnis aller Probenmengen.

Die untere Bestimmungsgrenze wird mit $LLQ = 10\ s_0$ berechnet (siehe auch ISO 16140-2).

5.2.2 Obere Bestimmungsgrenze

Die obere Bestimmungsgrenze wird durch den höchsten möglichen Anzeigewert des Verfahrens oder durch verfahrensbedingte Einschränkungen, z. B. Koinzidenzeffekte, Ungenauigkeit im oberen Messbereich, Zusetzen von Filtern, bestimmt. Koinzidenz tritt auf, wenn zwei oder mehr Elemente der Messgröße gleichzeitig nachgewiesen und als nur eine Einheit identifiziert werden. Wenn zum Beispiel bei der Durchflusszytometrie zwei Bakterienzellen gleichzeitig den Detektor passieren, werden sie als eine Zelle nachgewiesen. Der Koinzidenzeffekt ist bei höheren Konzentrationen einer Messgröße größer.

Die obere Bestimmungsgrenze wird als die höchste Konzentration bestimmt, bei der das Messgerät noch linear nach 5.2.3 misst.

5.2.3 Linearität des Messgerätesignals

Der Zusammenhang zwischen den Messergebnissen des Geräts und den erwarteten Werten muss innerhalb des betreffenden Bereichs von Keimzahlen linear sein. Abweichungen von der Linearität können sich von nicht spezifischen Signalen und Koinzidenzeffekten ableiten.

Eine Überprüfung der Linearität erfolgt zuerst visuell unter Verwendung geeigneter graphischer Darstellungen, um einen Eindruck von der Form des Zusammenhangs zu erhalten. Immer, wenn eine Abweichung von der Linearität offensichtlich erscheint, wird ein quantitativer Parameter berechnet, um zu erkennen, ob die beobachtete Tendenz annehmbar ist oder nicht.

Zu diesem Zweck ist eine Milch mit hoher Keimzahl zu verwenden, die mit keimarmer Milch in Reihe verdünnt wird, woraus sich ein Satz von mindestens 10 Proben ergibt, der den interessierenden Messbereich erfasst.

AVA Documents
Document Sharing Hub

Full document details: E DIN EN ISO 16297:2019-04