

DIN EN ISO 21187



ICS 07.100.30; 67.100.01

Einsprüche bis 2019-05-22
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 21187:2006-01

Entwurf

**Milch –
Quantitative Bestimmung der bakteriologischen Qualität –
Leitfaden für die Erarbeitung einer Übertragungsbeziehung zwischen den
Messwerten von Routine- und Bezugsverfahren sowie deren Verifizierung
(ISO/DIS 21187:2019);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 21187:2019**

Milk –

Quantitative determination of bacteriological quality –
Guidance for establishing and verifying a conversion relationship between results of an
alternative method and anchor method results (ISO/DIS 21187:2019);
German and English version prEN ISO 21187:2019

Lait –

Mesure quantitative de la qualité bactériologique –
Lignes directrices pour établir et vérifier une relation de conversion entre les résultats de la
méthode alternatif et les résultats de la méthode d'ancrage (ISO/DIS 21187:2019);
Version allemande et anglaise prEN ISO 21187:2019

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 51 Seiten

DIN-Normenausschuss Lebensmittel und landwirtschaftliche Produkte (NAL)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21187:2019) 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 beigelegt. 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 4833-1	siehe	DIN EN ISO 4833-1
ISO 7218	siehe	DIN EN ISO 7218
ISO 11095	siehe	DIN ISO 11095
ISO 16140-1	siehe	DIN EN ISO 16140-1
ISO 16140-2	siehe	DIN EN ISO 16140-2
ISO 16297	siehe	DIN EN ISO 16297
ISO/IEC 17025	siehe	DIN EN ISO/IEC 17025

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 21187:2006-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) normative Verweisungen aktualisiert;
- b) Begriffe hinzugefügt;
- c) Festlegungen zu Einflussfaktoren der Übertragungsbeziehungen überarbeitet;
- d) Festlegungen zu Untersuchungsproben überarbeitet;
- e) Abschnitt zur Übertragungsgleichung hinzugefügt;
- f) Bild zum Korrelationskoeffizienten in Anhang A aktualisiert;
- g) Anhang B und Anhang C hinzugefügt;
- h) Literaturhinweise aktualisiert;
- i) redaktionelle Überarbeitung.

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 16297, *Milch — Bestimmung der Gesamtkeimzahl — Protokoll für die Bewertung alternativer Verfahren (ISO 16297)**

DIN EN ISO/IEC 17025, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien (ISO/IEC 17025)*

DIN EN ISO 4833-1, *Mikrobiologie der Lebensmittelkette — Horizontales Verfahren zur Zählung von Mikroorganismen — Teil 1: Koloniezählung bei 30 °C mittels Gussplattenverfahren (ISO 4833-1)*

DIN EN ISO 7218, *Mikrobiologie von Lebensmitteln und Futtermitteln — Allgemeine Anforderungen und Leitlinien für mikrobiologische Untersuchungen (ISO 7218)*

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

* Zur Zeit als Entwurf.

– *Entwurf* –

— Leerseite —

**Milch — Quantitative Bestimmung der bakteriologischen Qualität —
Leitfaden für die Erarbeitung einer Übertragungsbeziehung zwischen den
Messwerten von Routine- und Bezugsverfahren sowie deren Verifizierung
(ISO/DIS 21187:2019)**

Lait — Mesure quantitative de la qualité bactériologique — Lignes directrices pour établir et vérifier une relation de conversion entre les résultats de la méthode alternatif et les résultats de la méthode d'ancrage (ISO/DIS 21187:2019)

Milk — Quantitative determination of bacteriological quality — Guidance for establishing and verifying a conversion relationship between results of an alternative method and anchor method results (ISO/DIS 21187:2019)

ICS:

Deskriptoren:

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Vorwort	6
Einleitung	7
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	8
4 Grundsätze	9
4.1 Allgemeines	9
4.2 Anforderungen an angewandte Verfahren und Laboratorien	9
4.3 Organisationsstruktur	10
5 Betrachtung von Faktoren, die die Übertragungsbeziehung beeinflussen	10
5.1 Allgemeines	10
5.2 Umweltfaktoren	11
5.2.1 Tierarten	11
5.2.2 Hohe somatische Zellzahlen	11
5.2.3 Lagerungsbedingungen von Behältermilch	11
5.2.4 Probenahme und Vorbehandlung der Proben	11
5.2.5 Konservieren von Untersuchungsproben	11
5.2.6 Milchproduktionsbedingungen	12
5.2.7 Saisonbedingte Schwankungen	12
5.3 Analytische Faktoren	12
5.3.1 Gerätetyp und -modell	12
5.3.2 Chemikalien	12
6 Untersuchungsproben	12
6.1 Berechnung der Untersuchungsprobenanzahl	12
6.2 Keimzahlbereich der Proben	13
6.3 Repräsentativität der Proben	13
6.4 Vorbehandlung der Untersuchungsproben	13
6.4.1 Allgemeines	13
6.4.2 Herstellung von Teilproben	14
6.4.3 Lagerung und Transport von Teilproben	14
7 Untersuchung	14
8 Erarbeitung einer Übertragungsbeziehung	15
8.1 Berechnung	15
8.1.1 Allgemeines	15
8.1.2 Gültigkeit der Ergebnisse	15
8.1.3 Entfernung von Ausreißern	16
8.1.4 Übertragungsbeziehung	16
8.1.5 Übertragungsgleichung	16
9 Verifizierung einer Übertragungsbeziehung	17
9.1 Häufigkeit der Verifizierung	17

9.2	Berechnung.....	17
10	Untersuchungsbericht	17
Anhang A (informativ) Anzahl von Proben für lineare Regression		18
Anhang B (informativ) Beispiel – Ermittlung von Ausreißern und Berechnung der Übertragungsgleichung.....		21
Anhang C (informativ) Beispiel – Berechnung der Signifikanz (Verifizierung der Übertragungsbeziehung).....		22
C.1	Allgemeines	22
C.2	Berechnungen.....	22
C.2.1	Berechnung von s_x (Summe des Quadrats von x) des neuen Datensatzes.....	23
C.2.2	Berechnung von s_b (Unsicherheit des Anstiegs) des neuen Datensatzes.....	23
C.2.3	Berechnung von s_a (Unsicherheit des Abschnitts) des neuen Datensatzes.....	23
C.2.4	Prüfung des Anstiegs.....	23
C.2.5	Vergleich der Ergebnisse des Anstiegs (b) des neuen Datensatzes ohne Ausreißer gegenüber dem Anstieg (β) des alten Datensatzes ohne Ausreißer.....	24
C.2.6	Prüfung für den Abschnitt.....	24
C.2.7	Vergleich der Ergebnisse des Abschnitts (a) des neuen Datensatzes gegenüber dem Abschnitt (α) des alten Datensatzes.....	24
Literaturhinweise.....		25

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 21187:2019) 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 21187:2005 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 21187:2019 wurde von CEN als prEN ISO 21187:2019 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

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) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) 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 21187|IDF 196:2004), 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.

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 21187|IDF 161 wurde von der International Dairy Federation (IDF) und dem Technischen Komitee ISO/TC 34, *Food products*, Unterkomitee 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 (S11) des Standing Committee für Statistics and automation unter der Verantwortung der Projektleiter B. Asmussen (DK), R. Kissling (NZ) und B. Müller (DE) durchgeführt.

Einleitung

Übertragung in quantitativer Mikrobiologie bedeutet, dass das mit einem Alternativverfahren ermittelte Ergebnis der quantitativen Bestimmung der bakteriologischen Qualität einer Untersuchungsprobe in der Einheit eines anderen Verfahrens — üblicherweise der des Bezugsverfahrens — ausgedrückt wird. Damit können quantitative Ergebnisse, die mit Alternativverfahren ermittelt wurden, mit Werten oder Grenzwerten verglichen werden, die in Einheiten von Bezugsverfahren festgelegt sind. Für die Erarbeitung und Anwendung einer Übertragungsbeziehung sollte eine Reihe von Vorbedingungen erfüllt sein. Diese werden zwar in der vorliegenden Internationalen Norm erwähnt, sind jedoch im Allgemeinen anderswo beschrieben.

Obwohl ein beträchtlicher Teil der für die Übertragung angewandten Prinzipien mit denen übereinstimmt, die bei der Kalibrierung von indirekten oder Alternativverfahren gegen ein Bezugsverfahren oder mit (zertifizierten) Referenzmaterialien angewandt werden, wird ausdrücklich betont, dass sich Hintergrund und Ziele der Anwendung von Übertragung von denen der Kalibrierung unterscheiden. Kalibrierung umfasst die Bestimmung der Einstellung, die für jede Konzentration eines Analyten notwendig ist, um dem wahren Wert in Konzentration oder Anzahl möglichst nahe zu kommen. In der quantitativen Mikrobiologie gibt es keinen wahren Wert; dieser ist nur durch die Beschreibung des angewendeten Verfahrens definiert. Wenn bei der quantitativen Bestimmung der bakteriologischen Qualität Alternativverfahren angewendet werden, hat man es häufig mit unterschiedlichen methodischen Prinzipien und demzufolge auch mit anderen Einheiten zu tun. Die Übertragung wird angewandt, um die mit unterschiedlichen Verfahren gewonnenen Ergebnisse auf eine gemeinsame Skala zu übertragen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gibt Anleitungen für die Erarbeitung einer Übertragungsbeziehung zwischen den Ergebnissen eines Alternativ- und eines Bezugsverfahrens sowie für deren Verifizierung für die quantitative Bestimmung der mikrobiologischen Qualität von Milch.

ANMERKUNG Die Übertragungsbeziehung kann (1) zur Übertragung von Ergebnissen von einem Alternativverfahren auf die Bezugsbasis verwendet werden oder (2) zur Übertragung von Ergebnissen/Grenzwerten, ausgedrückt auf einer Bezugsbasis, in Ergebnisse in Einheiten eines Alternativverfahrens.

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 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 11095, *Linear calibration using reference materials*

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 16297|IDF 161, *Milk — Bacterial count — Protocol for the evaluation of alternative methods*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die in ISO 8196-1|IDF 128-1, ISO 8196-2|IDF 128-2, ISO 16140-1 angegebenen und die folgenden Begriffe:

3.1 Alternativverfahren
Untersuchungsverfahren, das die quantitative Bestimmung des mikrobiologischen Status einer Untersuchungsprobe ermöglicht

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Verfahren kann firmengebunden oder nichtkommerziell sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: In diesem Dokument bezieht sich der Begriff „Alternativ“ auf das gesamte Verfahren. Er umfasst sämtliche Aspekte (wie beispielsweise Vorbehandlung, Materialien und Geräte), die für die Durchführung des Verfahrens erforderlich sind.

3.2 Bezugsverfahren
international von Experten anerkanntes oder zwischen den Beteiligten vereinbartes Untersuchungsverfahren, das beispielsweise in der Gesetzgebung zur Angabe von offiziellen Grenzwerten für die mikrobiologische Qualität angewendet wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Es wird ausdrücklich betont, dass jeder in der quantitativen Mikrobiologie erhaltene Wert nur durch die Beschreibung des angewandten Verfahrens definiert ist. Das gilt sowohl für jedes Alternativverfahren als auch beispielsweise für die genormte Gesamtkeimzahlbestimmung bei der Auszählung von Mikroorganismen.

3.3

Analyt

Bestandteil oder Eigenschaft, der/die mit dem Untersuchungsverfahren bestimmt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Analyt können der Mikroorganismus, gefärbte Partikel (z. B. mikroskopische Zählung), Bestandteile von Mikroorganismen (z. B. Lipopolysaccharide), das Ergebnis ihrer Fähigkeit, sich zu vermehren (z. B. koloniebildende Einheiten [KBE]), oder ihrer Stoffwechselaktivitäten (z. B. Änderung der Leitfähigkeit/Impedanz) sein.

3.4

organisierende Stelle

Organisation, möglicherweise von einer zuständigen Behörde ernannt, die über geeignetes Personal und Erfahrungen verfügt, um die Aktivitäten für die Erarbeitung der Aufrechterhaltung einer Übertragungsbeziehung zu organisieren, zu koordinieren und über die Ergebnisse zu berichten

3.5

Messbereich

Bereich, in dem zuverlässige Daten mit einem Alternativverfahren erhalten werden können. Präzisionsdaten für diesen Bereich wurden in einer Validierungsstudie bestimmt (z. B. durch den Gerätehersteller oder eine verantwortliche Organisation)

3.6

in Betracht kommender Bereich

numerische Werte, in denen die in einem Laboratorium analysierten Routineproben auftreten können. Dazu gehören auch Werte, die nur selten auftreten. Der in Betracht kommende Bereich umfasst auch offizielle Grenzwerte und Grenzwerte im Zusammenhang mit bestimmten Qualitätsprogrammen

4 Grundsätze

4.1 Allgemeines

Die Erarbeitung und Verifizierung einer Übertragungsbeziehung beruhen auf der Analyse von Untersuchungsproben mit einem Alternativverfahren und einem Bezugsverfahren.

4.2 Anforderungen an angewandte Verfahren und Laboratorien

Für die Erarbeitung und Verifizierung einer Übertragungsbeziehung zwischen den Messergebnissen eines Alternativverfahrens und denen des Bezugsverfahrens gelten folgende Vorbedingungen.

Das Alternativverfahren sollte nach ISO 16140-2 und/oder ISO 16297|IDF 161 beurteilt und validiert worden sein. Verfahren für die Probenahme, Konservierung der Untersuchungsprobe, Probentransport, Probenlagerung, Probenvorbehandlung, Untersuchung und Auswertung der Ergebnisse sollten dokumentiert, streng genormt und nach ISO/IEC 17025, Eurachem Guide „Accreditation for Microbiological Laboratories“ oder vergleichbaren Normen überwacht¹ sein.

Das Bezugsverfahren sollte validiert, dokumentiert, streng genormt und nach ISO/IEC 17025, Eurachem Guide „Accreditation for Microbiological Laboratories“ oder vergleichbaren Normen¹ überwacht worden sein.

Die Vorgehensweise bei der Erarbeitung der Übertragungsbeziehung und deren Verifizierung sollte dokumentiert sein. Sie sollte den Anweisungen der vorliegenden Internationalen Norm folgen.

1 Die regelmäßige Teilnahme an Leistungsprüfungen und Schulung nach den entsprechenden Normen, z. B. ISO 4833-1 und ISO 14461|IDF 169, wird ausdrücklich empfohlen.

4.3 Organisationsstruktur

Es gibt eine Reihe von Situationen, die sich unterscheiden lassen, z. B. sowohl das Alternativverfahren als auch das Bezugsverfahren werden vollständig in demselben Laboratorium durchgeführt, oder an dem Versuch sind mehrere Laboratorien beteiligt.

Wegen der Instabilität und der Variabilität des mikrobiologischen Status von Milchproben wird die stabilste Übertragungsbeziehung dann erhalten, wenn Alternativ- und Bezugsverfahren an denselben Untersuchungsproben, am selben Ort, zur selben Zeit vorgenommen werden. Es muss sichergestellt sein, dass entweder die Abfolge der Prüfung keinen signifikanten Einfluss auf die Prüfergebnisse hat oder das Verfahren mit dem geringsten Einfluss auf die Milchprobe zuerst angewendet wird.

Eine Entnahme von Teilproben sollte vermieden werden. Bei zwei oder mehr teilnehmenden Laboratorien können jedoch Teilproben erforderlich sein.

In sämtlichen Fällen sollte die Organisationsstruktur alle notwendigen Maßnahmen umfassen, um sicherzustellen, dass die erhaltene Übertragungsbeziehung für die Umstände repräsentativ ist, unter denen das Alternativverfahren durchgeführt wird und die sich ergebende Übertragungsbeziehung später angewandt wird. Zu berücksichtigende Faktoren sind in Abschnitt 5 aufgeführt.

Die organisierende Stelle sollte Anleitungen für die teilnehmenden Laboratorien zur Verfügung stellen. Außerdem sollte sie Informationen über kritische Stellen des Verfahrens sammeln. Alle Mitarbeiter an dem Projekt werden gebeten, relevante Informationen aufzuzeichnen, wie z. B. Einzelheiten zum/zu den angewendeten Verfahren, Einzelheiten zur Prüfung von Proben, Daten zur Qualitätskontrolle und möglicherweise Angaben über die Lagerung und zu den Transportbedingungen.

5 Betrachtung von Faktoren, die die Übertragungsbeziehung beeinflussen

5.1 Allgemeines

Eine Reihe von Faktoren kann die Messergebnisse von Alternativ- oder Bezugsverfahren oder von beiden beeinflussen. Das jeweilige Ausmaß der Auswirkungen kann zwischen Untersuchungsproben unterschiedlich sein und ist bei den beiden Verfahren nicht unbedingt gleich. Daher können bestimmte Faktoren auch die Übertragungsbeziehung beeinflussen. Bei der Beurteilung eines Alternativverfahrens sollten sämtliche relevanten Faktoren ermittelt und bei der Erarbeitung der Übertragungsbeziehung berücksichtigt werden, um deren Auswirkungen in die Übertragungsbeziehung einzubeziehen oder durch die Erarbeitung verschiedener Übertragungsbeziehungen zu berücksichtigen.

Wenn keine eindeutigen Unterschiede zwischen Proben bestehen oder sie unter den Bedingungen der Routineuntersuchungen auftreten, sollten im Allgemeinen die Abweichungen der zu Grunde liegenden Variablen in einer Übertragungsbeziehung zusammengefasst werden. Wenn es sich erweist, dass ein Faktor einen signifikanten Einfluss auf die Übertragungsbeziehung ausübt, kann es erforderlich sein, mehr als eine Übertragungsbeziehung zu erarbeiten und anzuwenden.

Einflussfaktoren werden in Umweltfaktoren zusammengefasst, die sich auf die Milchprobe auswirken, z. B. Gehalt von psychrotrophen Bakterien oder Hintergrundrauschen aus der Probenmatrix und analytische Faktoren, die sich auf die Untersuchung selbst beziehen, z. B. Reagenzien.

Nachfolgend sind einige Faktoren genannt, die die Übertragungsbeziehung bei der Untersuchung von Rohmilch möglicherweise beeinflussen können. Einige dieser Faktoren dürfen auch für andere Situationen angewendet werden.

5.2 Umweltfaktoren

Die mikrobiologische Flora einer Milchprobe, d. h. die Art der Mikroorganismen, deren Wachstumsphasen oder Stoffwechselaktivität, beeinflusst je nach Messprinzip² das Ergebnis der Untersuchungsverfahren und kann daher eine signifikante Auswirkung auf die Übertragungsbeziehung haben. Diese normale Variation der mikrobiologischen Flora sollte in einer Übertragungsbeziehung eingeschlossen sein.

Mikroorganismen in Milch stammen aus dem Euter, der Zitzenhaut, aus der Luft und aus Verunreinigungen aus Futtermitteln, Melkeinrichtungen und Behältern. Die Anzahl und Art von Bakterien in Milch kann von den allgemeinen Merkmalen der Milchproduktion wie Melkverfahren, Lagerungsbedingungen und Melkintervallen abhängen. Die Wachstumsphase hängt von der Handhabung der Probe ab. Daher gibt es zahlreiche Umweltfaktoren, die die mikrobiologische Flora einer Milchprobe beeinflussen. Einige dieser Faktoren, die bei der Organisationsstruktur des Versuchs berücksichtigt werden sollten, sind nachstehend genannt.

5.2.1 Tierarten

Einige Bestandteile in der Milch von unterschiedlichen Tierarten wie Kuh und Ziege können sich auf die Untersuchungsergebnisse auswirken und somit die Übertragungsbeziehung beeinflussen.

ANMERKUNG Beeinflussende Bestandteile können auch von artbezogenen Aspekten wie dem Niveau der Milchproduktion, der angewendeten Melktechnik usw. stammen.

5.2.2 Hohe somatische Zellzahlen

Erhöhte somatische Zellzahlen (z. B. > 1 000 000 Zellen/ml) können verstärktes Hintergrundrauschen und höhere Zählwerte verursachen.

5.2.3 Lagerungsbedingungen von Behältermilch

Die Lagerungs- und Transportbedingungen der Behältermilch wirken sich auf die Anzahl der Bakterien und deren Wachstumsphase aus. Wenn die offiziellen Grenzwerte in Abhängigkeit von den Lagerungsbedingungen (z. B. Lagerdauer und -temperatur) festgelegt sind und diese Bedingungen einen signifikanten Einfluss auf die Übertragungsbeziehung haben, dann sollten verschiedene Übertragungsbeziehungen erarbeitet werden.

5.2.4 Probenahme und Vorbehandlung der Proben

Probenahme, Probenlagerung, Transport und Vorbehandlung der Untersuchungsprobe können sich auf Bakterien auswirken, so dass strukturelle Veränderungen (z. B. Zeit und Transport) auch innerhalb der in der Beschreibung des Verfahrens festgelegten Grenzwerte eine Anpassung einer Übertragungsbeziehung erforderlich machen können.

5.2.5 Konservieren von Untersuchungsproben

Konservieren von Untersuchungsproben sollte vermieden werden. Allerdings kann das Konservieren von Untersuchungsproben manchmal erforderlich sein. Bei bestimmten Alternativverfahren kann die Konservierung von Untersuchungsproben zur Stabilisierung angewendet werden. Es sollte geprüft werden, ob die Nachweisbarkeit des Analyten durch das Alternativ- sowie das Bezugsverfahren beeinflusst wird.

2 Beispielsweise werden bei dem Plattenzählverfahren im Gegensatz zum Durchflusszytometerverfahren nur aerobe Mikroorganismen gezählt, während anerobe Linien nicht bestimmt werden können.

5.2.6 Milchproduktionsbedingungen

Diese Faktoren beziehen sich auf die Merkmale, die die Milchproduktion, beispielsweise Melkverfahren und Melkintervalle, kennzeichnen. Dort, wo diese Umstände sich auf die Übertragungsbeziehung auswirken können, sollte beurteilt werden, ob die Unterschiede, beispielsweise bei verschiedenen Regionen, statistisch signifikant sind. Dann sollten getrennte Übertragungsbeziehungen erarbeitet werden.

5.2.7 Saisonbedingte Schwankungen

Wird der jahreszeitlich bedingte Einfluss auf die Übertragungsbeziehung offensichtlich, sollte die Übertragungsbeziehung auf einem Datensatz basieren, in dem Daten eines ganzen Jahres enthalten sind oder an den jahreszeitlich bedingten Einfluss angepasst werden, z. B. durch Verwendung eines rollierenden Systems, einschließlich den Daten aus früheren ähnlichen Saisons (siehe 9.1).

5.3 Analytische Faktoren

5.3.1 Gerätetyp und -modell

Selbst innerhalb derselben Methodologie können unterschiedliche Gerätemodelle oder -marken leicht unterschiedliche Vorbehandlungs- (z. B. bei der Homogenisierung) oder Zählverfahren anwenden, die die Übertragungsbeziehung beeinflussen können.

5.3.2 Chemikalien

Geringe Änderungen von Eigenschaftsmerkmalen von Chemikalien, die bei einem Untersuchungsverfahren zur Anwendung kommen, dürfen die Messergebnisse nicht beeinflussen. Organische Materialien können jedoch besonders schnell wechselnde Eigenschaften besitzen.

6 Untersuchungsproben

6.1 Berechnung der Untersuchungsprobenanzahl

Bei Annahme einer linearen Regression kann die benötigte Anzahl an Untersuchungsproben n im Gesamtprobensatz nach folgender Gleichung nach t -Test Statistik berechnet werden (siehe Anhang A):

$$n = [t^2(1 - r^2)/(\delta^2 \cdot r^2)] + 1$$

Dabei ist

- n die benötigte Anzahl an Untersuchungsproben;
- t der numerische Wert der Studentschen t -Verteilung beim 95 %-Vertrauensintervall und $n-1 \rightarrow \infty$;
- δ der numerische Wert des relativen Fehlers der Schätzabweichung für die Regression (für Zahlungs- und Regulierungszwecke wird empfohlen, mit $\delta = 0,05$ zu arbeiten; allerdings darf unter bestimmten Umständen, z. B. wenn die Arbeitsbelastung zu groß wird, $\delta = 0,10$ ausreichen; für andere Zwecke darf ebenfalls $\delta = 0,10$ angewendet werden);
- r der numerische Wert des geschätzten Korrelationskoeffizienten zwischen den Ergebnissen des Alternativverfahrens und denen des Bezugsverfahrens.