

Zuverlässige Ergebnisse

Analytische Qualitätssicherung bei Milch, Milchlischgetränken und Fruchtsäften

Mit steigendem Bedürfnis nach Produktsicherheit und Verbraucherschutz rücken Themen wie Qualitätssicherung im Bereich Analytik und Sensorik immer weiter in den Vordergrund. Denn Fehler in der Analytik können zu kostenträchtigen Produktionsausfällen führen. Ringversuche und der Einsatz von Referenzmaterialien tragen dazu bei, die Ergebnisqualität zu erhöhen – Voraussetzung für mehr Lebensmittelsicherheit, positive Auswirkung auf das Image des Betriebes mit eingeschlossen.



Die Teilnahme an Ringversuchen und der regelmäßige Einsatz von Referenzmaterialien sind leistungsfähige Instrumente der internen und externen Qualitätssicherung für analytische Laboratorien. Sie bieten mit überschaubarem Aufwand eine Fülle an Informationen hinsichtlich der Effektivität und Genauigkeit der verwendeten Methoden sowie der Fähigkeiten des Personals. Darüber hinaus werden Probleme bzw. Fehler in der Analytik verdeutlicht und rasche, effektive Korrekturen möglich. Somit lässt sich die analytische Leistung eines Labors stetig verbessern bzw. auf einem konstant guten



Dr. Ute Braun

Leiterin der Abteilung Ringversuche/ Referenzmaterialien beim Labor- und Dienstleistungszentrum muva Kempten.
www.muva.de

Level halten und darüber hinaus gegenüber Dritten nachhaltig dokumentieren.

Demgegenüber können abweichende Analysenergebnisse zu Maßnahmen führen, die Produktionsausfälle hervorrufen. Darüber hinaus können aufgrund einer zu geringen Wiederfindung eines Inhaltsstoffes, z. B. des Fettgehaltes, Produktverluste entstehen, die mit entsprechenden Kosten verbunden sind. Nicht zuletzt tragen zuverlässige Analysenergebnisse zur Lebensmittelsicherheit und damit auch zum Image des Betriebes nachhaltig bei.

Die Kosten für die Teilnahme an Ringversuchen oder für den Einsatz von Referenzmaterialien sind gemessen an dem Nutzen für das Unternehmen, das dadurch seine Wirtschaftlichkeit verbessern kann und vor allem gegenüber Kunden und Zertifizierungsstellen mehr Glaubwürdigkeit erhält, gering.

Höhere Sicherheit durch Ringversuche und Referenzmaterialien

Ringversuche im physikalisch-chemischen, mikrobiologischen und sensorischen Bereich sind speziell für die Bedürfnisse und Anforderungen der Qualitätssicherung der jeweiligen Lebensmittelbranche abgestimmt. In einem chemischen Ringversuch für die Fruchtsaftindustrie sind beispielsweise neben den analytisch relevanten Parametern (z. B. Gesamtsäure, Fructose, Glucose, pH-Wert und Ethanol) auch ausgewählte Zusatzstoffe bzw. Kontaminanten (z. B. Schwefeldioxid und Patulin) zu analysieren.

Ringversuchsberichte enthalten grundsätzlich relevante Informationen zur Ringversuchsdurchführung, unter anderem:

- Alle Daten zu den teilnehmenden Laboratorien, die verschlüsselt angegeben werden, um die Anonymität zu wahren
- Erläuterungen zum Probenmaterial, seiner Homogenität und Stabilität
- Eine Auflistung der zu analysierenden Parameter sowie der eingesetzten Methoden und deren Präzisionsdaten
- Die Berechnung und Bedeutung der verwendeten Bewertungskriterien
- Die statistische Auswertung der Datensätze und die Festlegung des besten Schätzwertes.

Durch die spezifische Methodenauswertung werden bei bis zu drei verschiedenen Methoden die Mittelwerte in der Grafik sichtbar gemacht (siehe Abb. 3).

Die analytische Kompetenz eines Labors wird mithilfe verschiedener Bewertungskriterien beurteilt, wobei der z-Wert aufgrund seiner Unabhängigkeit vom vorliegenden Ringversuch bei den Akkreditierungsbehörden die höchste Akzeptanz findet. Als Grundlage für seine Berechnung werden die Präzisionsdaten aus den nationalen bzw. internationalen Standards sowie aus den Referenzmethoden herangezogen. Liegen keine Präzisionsdaten vor, so kann auf den z'-Wert als Bewertungskriterium zurückgegriffen werden. Sowohl der z- als auch der z'-Wert leiten sich von der Gauß'schen Normalverteilung ab, das heißt, jedes zuverlässige Labor sollte Ergebnisse liefern, die innerhalb eines Vertrauensbereiches von 95 Prozent Wahrscheinlichkeit liegen.

In der Regel werden im Ringversuch zwei unterschiedliche Proben zur Analyse angeboten, so dass über den Youden-Plot aber auch über das Vorzeichen der z-Werte systematische Fehler eines Laboratoriums deutlich werden.

Regelmäßige Teilnahme sinnvoll

Allerdings ist einmal keinmal! Das heißt, im Grunde bringt eine einzige Teilnahme keine ausreichende Erkenntnis über die analytische Leistungsfähigkeit eines Laboratoriums, sondern stellt lediglich eine Momentaufnahme dar. Vielmehr ist eine regelmäßige Teilnahme an Ringversuchen in Folge sinnvoll, wobei die Leistungsentwicklung über einen längeren Zeitraum auf unterschiedliche Weise grafisch dargestellt werden kann. Ein Beispiel ist die Abbildung nach Shewhart (Abb. 1).

Durch die regelmäßige, objektive und unabhängige Bewertung der Routineanalytik über einen längeren Zeitraum hinweg kann das Unternehmen einerseits die analytische Qualität seines Laboratoriums, das heißt die Leistungsfähigkeit eines einzelnen Mitarbeiters oder einer eingesetzten Methode, beurteilen und evtl. nachhaltig verbessern. Andererseits lässt sich eine zuverlässige und vertrauenswürdige Analytik gegenüber Dritten unter Beweis stellen.

Die Notwendigkeit zur Teilnahme an Ringversuchen geht Hand in Hand mit den Forderungen in den nationalen und internationalen Normen, denen sich so-

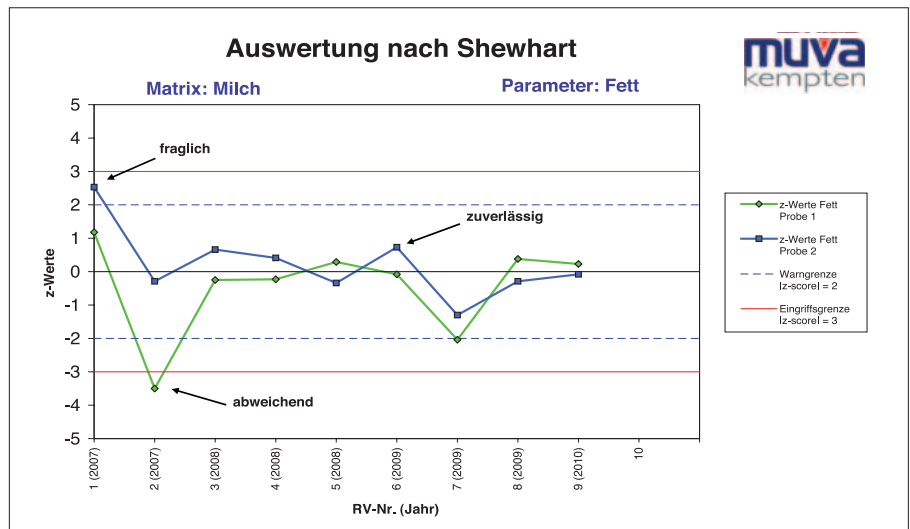


Abb. 1: Die Routineanalytik sollte im Rahmen der Qualitätssicherung regelmäßig, objektiv und unabhängig bewertet werden.

wohl Industrie als auch Dienstleistungsunternehmen stellen müssen, wenn sie auf dem Markt bestehen wollen.

Bei nicht zufriedenstellenden Ergebnissen ist es sinnvoll, das im Ringversuch charakterisierte Probenmaterial als Referenzmaterial zur Überprüfung und Verbesserung der Analytik bzw. zur Schulung des Personals zu verwenden. Darüber hinaus können Referenzmate-

rialien für die Zeit zwischen den Eignungstests zum regelmäßigen Monitoring des analytischen Prozesses mit Hilfe von Qualitätsregelkarten bzw. zur Validierung von modifizierten Methoden eingesetzt werden. Beides, die konsequente Teilnahme an Ringversuchen sowie der regelmäßige Einsatz von Referenzmaterialien, liefert (als Referenzsystem) eine optimale Maßnahme zur Sicherung der Qualität.

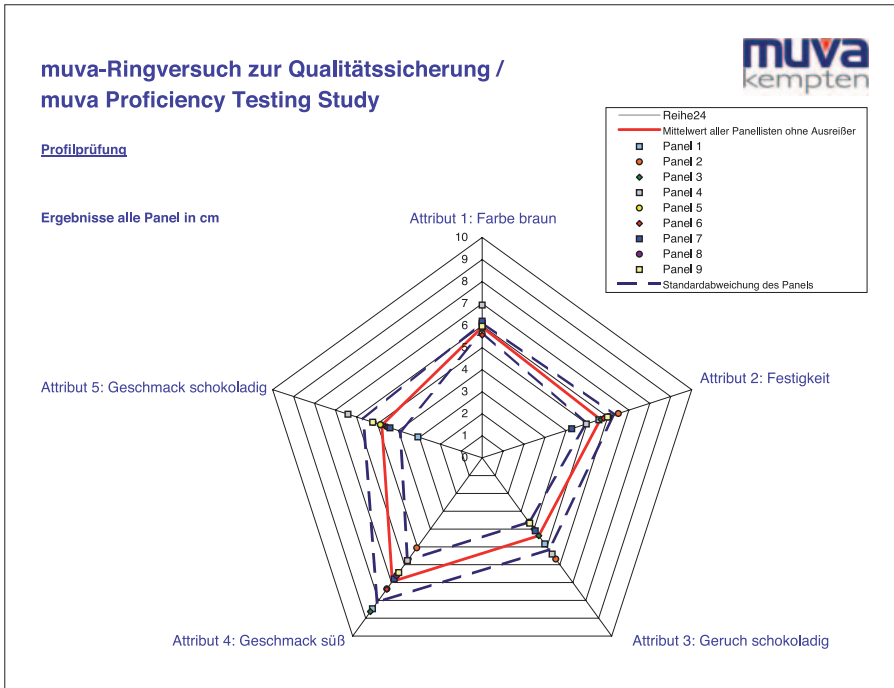


Abb. 2: Grafische Darstellung von Ergebnissen eines Sensorik-Ringversuches

Nach Durchführung eines Ringversuches an der Matrix Fruchtsaft kann auch dieses Material zukünftig als Referenzmaterial zum Einsatz kommen und zur Verbesserung bzw. Überwachung der eigenen Analytik eingesetzt werden. Im Milchbereich werden unter anderem folgende Referenzmaterialien angeboten: Milchpulver, Molkenpulver, Kondensmilch sowie UHT-Milch.

Qualitätssicherung in der Sensorik

Neben der chemischen und mikrobiologischen Begutachtung gewinnt die sensorische Beurteilung von Lebensmitteln stetig an Bedeutung. Ein gut geschultes Panel ist daher heute im analytischen Labor unerlässlich. Aus diesem Grund spielt die Qualitätssicherung nicht nur in der Analytik, sondern mittlerweile auch in der Sen-

sorik eine wesentliche Rolle. Durch die Teilnahme an Sensorik-Ringversuchen sind einzelne Sensoriker sowie auch ganze Sensorik-Panels in der Lage, ihr Können sowie ihre Leistungsfähigkeit sowohl intern als auch extern unter Beweis zu stellen.

Das Angebot umfasst Geschmack-Ringversuche, Geruch-Ringversuche, einen „Ringversuch der Sinne“ sowie Profilprüfungen. Bei den ersten beiden Ringversuchsarten muss zunächst der Grundgeschmack bzw. das Aroma in den Proben erkannt werden und anschließend müssen diese in eine Rangfolge nach steigender Intensität geordnet werden. Neben dem Geschmacks- und dem Geruchssinn werden im „Ringversuch der Sinne“ der Tast- sowie der Gesichtssinn geprüft, wobei auch hier Rangordnungen gebildet werden müssen.

In der Profilprüfung werden dem Panel, das aus mindestens drei Prüfpersonen bestehen sollte, drei Prüfproben zur Verfügung gestellt, wobei zwei Proben als Referenzen dienen. In den Proben müssen beispielsweise fünf verschiedene Attribute (z. B. Geschmack, Geruch, Konsistenz, Farbe) hinsichtlich ihrer Intensität auf einer Skala von 1 bis 10 eingeordnet werden. Die Intensitäten der Referenzen sind als Richtwerte bereits auf der Skala eingezeichnet. Die Ergebnisse werden grafisch als Spinnennetz dargestellt sowie statistisch ausgewertet, somit kann die Messunsicherheit der einzelnen Panels bestimmt werden. □

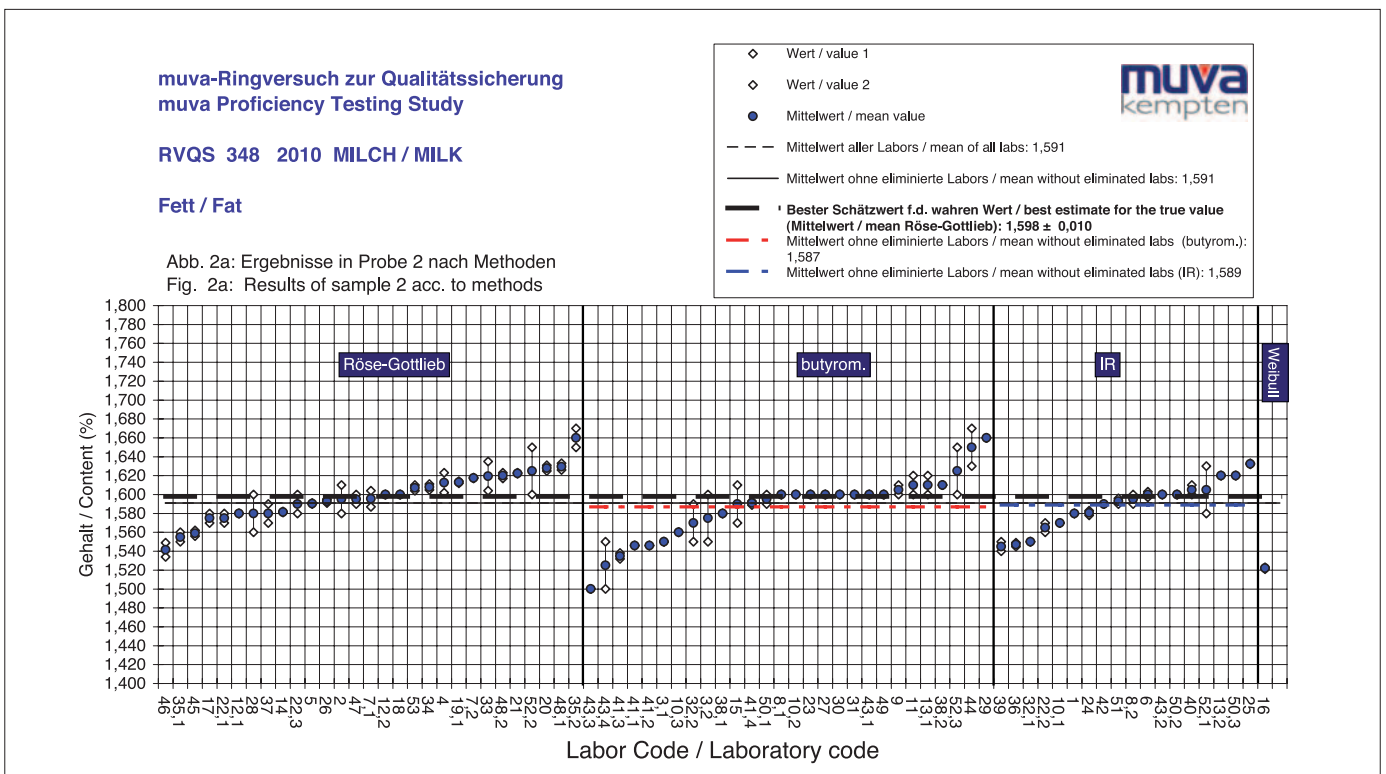


Abb. 3: Durch die spezifische Methodenauswertung werden bei Ringversuchen bei bis zu drei verschiedenen Methoden die Mittelwerte in der Grafik sichtbar gemacht.