

**Beschreibung der Eignungsprüfungen
(Organisation und Datenanalyse)**

INHALT

	Seite
EINLEITUNG	1
PLANUNG, ORGANISATION und DURCHFÜHRUNG von EIGNUNGSPRÜFUNGEN	2
1 Die Organisation muva kempten GmbH	2
2 Teilnehmer an Eignungsprüfungen der muva kempten GmbH	3
3 Sicherung der Vertraulichkeit und Anonymität	3
4 Umfang des Angebotes	4
5 Zeitlicher Ablauf einer Eignungsprüfung	4
6 Auswertung und Darstellung der Ergebnisse der chemischen und mikrobiologischen Eignungsprüfungen (Eignungsprüfungsbericht)	6
6.1 Homogenität der Prüfmaterialeien	6
6.2 Festlegung des zugewiesenen Wertes und dessen Unsicherheit	6
6.3 Auswertung mikrobiologischer Eignungsprüfungen	7
6.4 Eignungsprüfungsbericht	7
6.5 Bewertungskriterien zur Laborleistung und Zertifikat	7
7 Beschreibung der sensorischen Eignungsprüfungssysteme	9
7.1 Rangordnung	9
7.2 Profilprüfung	9
7.3 Dreieckstest	9
7.4 Intensitätsprüfung Verpackung	9
7.5 Sensorische Beurteilung von kaltgepresstem, nativen Öl	10
7.6 Beurteilung von Milchprodukten nach ISO 22935	10
7.7 Absicherung des Prüfmateriale	10
7.8 Auswertung der sensorischen Eignungsprüfungen (Eignungsprüfungsberichte)	10
8 Darstellung des analytischen Leistungsverlaufs	12
9 Teilnahmebedingungen	12
LITERATUR	14

EINLEITUNG

Für analytische Laboratorien stellen Eignungsprüfungen leistungsfähige Instrumente der internen sowie externen Qualitätssicherung dar. Eignungsprüfungen sind Laborvergleichsuntersuchungen (Ringversuche) zur Beurteilung der analytischen Kompetenz der einzelnen Teilnehmer.

Nach der neuen Norm für Ringversuchsanbieter DIN EN ISO 17043:2010 können sie unter anderem für folgende Zwecke eingesetzt werden [1]:

- Bewertung der analytischen Leistung eines Labors
- Erkennen von Problemen in der Analytik und Durchführung von Verbesserungsmaßnahmen
- Feststellung der Effektivität und Vergleichbarkeit von Methoden
- Verbesserung der Vertrauensbasis bei Kunden
- Vergleich der Ergebnisse der Laboratorien und Erkennung von Unterschieden
- Schulung der teilnehmenden Laboratorien auf der Grundlage dieser Ergebnisse

Bei Akkreditierungen bzw. Zertifizierungen ist die Teilnahme an Eignungsprüfungen zur Demonstration der analytischen Kompetenz eines Labors mittlerweile unerlässlich geworden. Mit überschaubarem Aufwand bietet sich eine Fülle an Informationen hinsichtlich der Effektivität und Genauigkeit der verwendeten Methoden sowie der Fähigkeiten des Personals. Darüber hinaus lassen sich Fehler und Probleme in der Analytik erkennen. Somit wird die analytische Leistung eines Labors auf einem konstant guten Level gehalten bzw. stetig verbessert.

Zuverlässige Analysenergebnisse vermeiden Unkosten, führen damit zu einer verbesserten Wirtschaftlichkeit sowie vor allem zu mehr Glaubwürdigkeit gegenüber Zertifizierungs- bzw. Akkreditierungsstellen und Kunden.

Die Teilnahme an Eignungsprüfungen ermöglicht eine regelmäßige, objektive und unabhängige Dokumentation der analytischen Leistung.

PLANUNG, ORGANISATION und DURCHFÜHRUNG von EIGNUNGSPRÜFUNGEN

1 Die Organisation muva kempten GmbH

Als Labor- und Dienstleistungszentrum bietet die muva kempten GmbH ein umfassendes Angebot an Dienstleistungen wie umfangreiche Analysen von Lebensmitteln und Verpackungen, Seminare, Schulungen (einschließlich Sensorik-Workshops), Beratung in allen Qualitätsfragen sowie Eignungsprüfungen und Referenzmaterialien.

muva-Eignungsprüfungen zur Qualitätssicherung gehören zu den weltweit führenden Systemen für die chemische, mikrobiologische und sensorische Analytik von Lebensmitteln.

Die Planung, Organisation und Durchführung der Eignungsprüfungen übernimmt die Abteilung Eignungsprüfungen / Referenzmaterialien der muva kempten GmbH. Sie verfügt über mehr als 20 Jahre Erfahrung hinsichtlich der Organisation und Auswertung von Eignungsprüfungen sowie bezüglich der analytischen Qualitätssicherung in Betriebs- und Prüflaboratorien. Seit 2007 ist die muva kempten GmbH offiziell als erster Ringversuchsanbieter in Deutschland auf dem Gebiet der Lebensmittelanalytik akkreditiert.

Durch die DAKKS, Deutsche Akkreditierungsstelle GmbH, wurde 2011 die international anerkannte Akkreditierung zur Durchführung von Ringversuchen gemäß der neuen Norm für Ringversuchsanbieter DIN EN ISO/IEC 17043:2010 erteilt.

Bei analytischen Fragen sowie bei der Entwicklung von neuen Eignungsprüfungssystemen greift die Abteilung auf die weitreichenden Kenntnisse der Beratergruppe der muva kempten GmbH zurück, die sich aus wissenschaftlichen Mitarbeitern aller Bereiche zusammensetzt. Darüber hinaus ist die

Abteilung in nationalen und internationalen Arbeitsgruppen zu den Themen Statistik, Qualitätssicherung in der Analytik und Standardisierung vertreten.

In der Liste der DKLL (Deutsche Koordinierungsstelle für Laboreignungsprüfungen im Bereich der amtlichen Lebensmittelüberwachung des Bundesamtes für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit) ist die muva kempten GmbH als Anbieter für Eignungsprüfungen auf dem Lebensmittelsektor zugelassen.

2 Teilnehmer an Eignungsprüfungen der muva kempten GmbH

Die muva kempten GmbH ist ein internationaler Eignungsprüfungsanbieter. An den Eignungsprüfungen nehmen ca. 400 Laboratorien aus 35 unterschiedlichen Ländern teil.

Die Teilnehmer setzen sich aus folgenden Bereichen zusammen:

- Untersuchungs- u. Forschungsinstitute für Milch und Lebensmittel
- Rohmilch-Kontroll-Laboratorien
- Molkerei- und Milchindustrielaboratorien
- Sonstige Laboratorien der Lebensmittelindustrie
- Private Lebensmitteluntersuchungslaboratorien
- Amtliche Lebensmittel-, Veterinär- und Zollüberwachung
- Universitätslaboratorien
- Andere Laboratorien

Die durchschnittliche Teilnehmerzahl liegt bei ca. 40 Teilnehmern pro Eignungsprüfung.

Damit eine sinnvolle Auswertung der statistischen Daten möglich ist, wird die Mindestteilnehmerzahl für Eignungsprüfungen auf 10 Teilnehmer festgelegt. Um bei geringen Teilnehmerzahlen eine zuverlässige Auswertung zu gewährleisten, wird bei bis zu 13 Teilnehmern die doppelte Probenmenge an die Laboratorien versendet und jeweils zwei Ergebnisse pro Labor abgefragt.

Sensorische Eignungsprüfungen werden ab 5 teilnehmenden Laboratorien durchgeführt, da jedes Panel aus mehreren Teilnehmern besteht.

Im Normalfall liegen für die Teilnahme an Eignungsprüfungen der muva kempten GmbH keine Beschränkungen vor. Lediglich für mikrobiologische Eignungsprüfungen mit Prüfmaterial der Risikogruppe 2 müssen die Teilnehmer die gesetzliche Zulassung zum Umgang mit diesen Mikroorganismen in schriftlicher Form vorlegen.

3 Sicherung der Vertraulichkeit und Anonymität

Sämtliche Informationen, die unsere Kunden und Teilnehmer an muva-Eignungsprüfungen betreffen, werden stets streng vertraulich behandelt. Dazu gehören

- die Adressen der teilnehmenden Laboratorien
- die Ergebnisse der Teilnehmer sowie die dazugehörigen Bewertungskriterien, welche in den Berichten codiert dargestellt werden.

Um die Vertraulichkeit zu gewährleisten, erhalten die Laboratorien bei den einzelnen Eignungsprüfungsrunden einen zufällig verteilten Labor-Code, der von Runde zu Runde variiert.

Darüber hinaus werden die Teilnahmebescheinigungen sowie die Zertifikate aus diesem Grund auf dem Postweg an die Kunden versendet.

Falls – in Ausnahmefällen – Ergebnisse eines Teilnehmers an Dritte weitergegeben werden müssen, so wird im Vorfeld die schriftliche Zustimmung des Teilnehmers eingeholt. Wenn eine Behörde Ergebnisse eines Teilnehmers einfordert, so wird dieser vorher schriftlich darüber in Kenntnis gesetzt.

4 Umfang des Angebotes

Eignungsprüfungen der muva kempten GmbH umfassen die chemische, chemisch-physikalische, mikrobiologische und sensorische Analyse von Lebensmitteln und Verpackungen.

Der Schwerpunkt der Prüfmaterialien liegt hierbei im Bereich der Milch und Milchprodukte. Daneben werden andere Lebensmittel wie zum Beispiel Schokolade, Wurst oder Getränke als Prüfmaterialien eingesetzt.

Die muva kempten GmbH bietet ein breites Spektrum an Parametern:

- Haupt- und Nebeneinhaltsstoffe
- Zusatzstoffe
- Mineralstoffe (Mengenelemente) und Spurenelemente
- Rückstände
- Chemisch-physikalische Parameter (z.B. pH-Wert, Gefrierpunkt, Trockenmasse, Asche)

Um den Laboratorien ohne Einschränkung eine Teilnahme zu ermöglichen werden in den mikrobiologischen Eignungsprüfungen bisher ausschließlich Mikroorganismen der Risikogruppe 1 eingesetzt.

Die sensorischen Eignungsprüfungen werden in der Regel in realen Prüfmaterialien (Milch und Milchprodukte, Öle, Getränke, Verpackungsmaterialien etc.) durchgeführt und umfassen nahezu sämtliche relevanten Testmethoden der sensorischen Analytik:

- Erkennung der Grundgeschmacksart bzw. des Aromas
- Rangordnungsprüfungen (Sehen, Schmecken, Riechen, Tasten)
- Dreiecksprüfungen
- Profilprüfungen
- Prüfungen zur Intensitätsbestimmung sowie einfach beschreibende Prüfungen (Verpackungssensorik)
- Prüfungen von Milch und Milchprodukten nach dem 5-Punkte Schema der DLG

Das jeweilige Jahresprogramm enthält u.a. folgende Informationen

- Angebot sämtlicher Eignungsprüfungen (inkl. Prüfmaterialien und Parameter)
- Zeitplan der einzelnen Eignungsprüfungsrunden
- Preise
- Anmeldeformulare

Es wird bis spätestens Oktober des Vorjahres an die Teilnehmer versendet und außerdem auf der muva-Homepage unter www.muva.de allen Interessenten zur Verfügung gestellt.

5 Zeitlicher Ablauf

Der typische zeitliche Ablauf einer muva-Eignungsprüfung ist wie folgt

- Sammeln und Verwaltung der Anmeldungen zu den einzelnen Eignungsprüfungen
- Homogenitäts- und Stabilitätstest der Prüfmaterialien. Anschließende Auswertung der Homogenitätsdaten sowie Beurteilung der Homogenität.
- Versand des Ankündigungsschreibens 3 Wochen vor dem Probenversand an die teilnehmenden Laboratorien mit Angaben zum Termin des Probenversandes und der Ergebnismitteilung sowie Informationen zum Material und den zu analysierenden Parametern. Die Teilnehmer werden gebeten zur Analyse eine Methode ihrer Wahl zu verwenden. Da es sich um eine Eignungsprüfung handelt, empfiehlt es sich Analysenmethoden zu wählen, die im Labor routinemäßig angewendet werden.

Falls ein Labor mehr als eine Doppelbestimmung durchführen möchte, z.B. um mehrere Mitarbeiter/innen oder verschiedene Geräte zu testen, kann dies der Abteilung Eignungsprüfungen/Referenzmaterialien mittels eines beigefügten Formblatts per Fax mitgeteilt werden.

- Versand von zwei auf Homogenität und Stabilität geprüften, in der Zusammensetzung ähnlichen Proben. Falls die Proben nicht den Qualitätsanforderungen entsprechen, bitten wir die Teilnehmer um sofortige Information. Die Proben werden in diesem Fall umgehend ersetzt.
 - ♦ Zusammen mit den Proben erhalten die Laboratorien Informationen zur Behandlung der Prüfgegenstände (z.B. Lagerung) sowie – falls nötig – eine genaue Beschreibung zur Vorbereitung der Proben.
 - ♦ Die Teilnehmer werden gebeten für jeden Parameter eine Doppelbestimmung mit der Methode ihrer Wahl unter Wiederholbedingungen durchzuführen. Weitere Doppelbestimmungen sind möglich.
 - ♦ Die Analysenergebnisse (Einzelwerte, Mittelwert) für die jeweiligen Parameter sind in die beigefügten Ergebnisblätter einzutragen.
 - ♦ Mit der Unterschrift auf dem Ergebnisblatt bestätigen die Teilnehmer, dass sie die Analysen selbstständig, im eigenen Labor und den eigenen Gerätschaften durchgeführt haben.
 - ♦ Die Ergebnisse sind von den Teilnehmern termingerecht, d.h. normalerweise 3 Wochen nach Erhalt der Proben, der muva kempten GmbH mitzuteilen. In Ausnahmefällen kann die Analysenzeit kürzer ausfallen, z.B. aufgrund der begrenzten Stabilität der Proben.
 - ♦ Es besteht die Möglichkeit, die Ergebnisblätter auf der muva-Homepage zu nutzen: www.muva.de → Eignungsprüfungen → Ergebnisblätter. Nach dem Eintragen der Ergebnisse sollten die Dokumente auf dem eigenen PC gespeichert werden und können anschließend per e-Mail an die Abteilung Eignungsprüfungen / Referenzmaterialien (ring-ref@muva.de) gesendet werden.
- Statistische Auswertung der Daten und Berechnung der Bewertungskriterien zur analytischen Leistung (s. Punkt 6.5) durch die Abteilung Eignungsprüfungen / Referenzmaterialien.
- Erstellen des Berichtes sowie des Zertifikates mit der Auflistung der Bewertungskriterien z-Wert und z'-Wert (für chemische und mikrobiologische Eignungsprüfungen).
- Versand der Berichte, der Teilnahmebescheinigung, der Zertifikate sowie der Rechnung an sämtliche Teilnehmer. Normalerweise wird der Bericht innerhalb ein bis zwei Monate nach dem endgültigen Termin zur Ergebnisabgabe erstellt und versendet. Der Bericht kann im PDF-Format per e-Mail zugestellt werden. Teilnahmebescheinigung (mit persönlichem Laborcode) und Zertifikat werden in jedem Fall auf dem Postweg versendet um die Vertraulichkeit zu gewährleisten.

6 Auswertung und Darstellung der Ergebnisse der chemischen und mikrobiologischen Eignungsprüfungen (Eignungsprüfungsbericht)

Informationen zur Auswertung, zur Festlegung des zugewiesenen Wertes und seiner Unsicherheit sowie zur Berechnung der Bewertungskriterien finden sich im „statistischen Protokoll“ [5] auf der muva-Homepage unter www.muva.de.

6.1 Homogenität der Prüfmaterialien

Die Homogenität der Prüfmaterialien wird entweder nach der Methode des BCR/48/93 [4] oder nach der Methode der DIN ISO EN 13528:2009 [2] und dem IUPAC Harmonized Protocol [3] bestimmt und beurteilt.

Nähere Informationen hierzu finden Sie im statistischen Protokoll [5].

6.2 Festlegung des zugewiesenen Wertes (= Bester Schätzwert) und dessen Unsicherheit

Die Ergebnisse (Mittelwerte) der Teilnehmer (Datensätze) werden vorrangig mit Hilfe der sensiblen Statistik ausgewertet. Dies ist ein nach DIN ISO EN 13528:2009 [2] anerkanntes Verfahren zur Ermittlung des zugewiesenen Wertes (bester Schätzwert). Da es kein ideales statistisches Verfahren zur Auswertung von Datensätzen gibt, verwendet die muva kempten GmbH außerdem das Modell der robusten Statistik (Hampel-Schätzer). Die Ergebnisse der robusten Auswertung dient zur Absicherung der mit Hilfe der sensiblen Statistik erhaltenen Ergebnisse.

Der zugewiesene Wert wird wie folgt festgelegt

- ♦ Ausschließliche Verwendung der Datensätze, die mit Hilfe der Referenzmethode bzw. der national/international anerkannten (direkten) Methode ermittelt wurden.
- ♦ Die Auswertung erfolgt ab mindestens 8 Datensätzen.
- ♦ Prüfung des Datensatzes auf Normalität (Test nach David, χ^2 -Verteilung)
- ♦ Prüfung des Datensatzes auf Ausreißer (Ausreißer-Test nach Grubbs) und Eliminierung der detektierten Ausreißer
- ♦ Ermittlung des arithmetischen Mittels über den ausreißerbereinigten Datensatz. Das arithmetische Mittel wird durch den verwendeten Datensatz am besten beschrieben und liegt dem wahren Wert am nächsten. Die Anzahl der Datensätze überschreitet im Normalfall die Mindestanzahl der Datensätze deutlich, was die Zuverlässigkeit des Wertes zusätzlich erhöht.
- ♦ Festlegung des arithmetischen Mittels als zugewiesener Wert.
- ♦ Der Median des Datensatzes wird als zugewiesener Wert festgelegt, wenn keine Normalverteilung vorliegt bzw. wenn die Ergebnisse der sensiblen Statistik und der robusten Statistik zu stark voneinander abweichen.

Festlegung der Unsicherheit des zugewiesenen Wertes

Als Unsicherheit des zugewiesenen Wertes wird entweder der Vertrauensbereich des zugewiesenen Wertes oder der Streubereich aus dem Homogenitätstest (Materialstreuung) festgelegt, wobei jeweils der größere Wert als Unsicherheit des zugewiesenen Wertes herangezogen wird. Diese Vorgehensweise hat sich aufgrund jahrelanger Erfahrung im Bereich der Milch- und Lebensmittelanalytik bestens bewährt.

6.3 Auswertung mikrobiologischer Eignungsprüfungen

Bei mikrobiologischen Eignungsprüfungen liegen die erhaltenen Datensätze in der Regel in Form einer exponentiellen Verteilung bzw. als Poisson-Verteilung vor. Daher ist es üblich, in mikrobiologischen Eignungsprüfungen, die Keimgehalte als dekadischen Logarithmus anzugeben, um die häufig exponentielle Verteilung der Ergebnisse an die Normalverteilung anzupassen [11]. Entsprechend werden die Einzelwerte und Mittelwerte sowohl als absolute Keimgehalte mit der Einheit KBE/ml bzw. KBE/g als auch in logarithmierter Form angegeben. Alle weiteren statistischen Daten sowie die Bewertungskriterien (z' -Werte) werden auf Grundlage der logarithmierten Labormittelwerte berechnet zur Basis 10. Somit erfolgt Festlegung des zugewiesenen Wertes sowie seiner Unsicherheit auf Basis der logarithmierten Werten.

Zur Festlegung der Unsicherheit wird eine kombinierte Standardabweichung auf Basis der Standardabweichung des zugewiesenen Wertes, der Standardabweichung zwischen den Packungseinheiten sowie der Standardabweichung zwischen den Packungseinheiten aus dem Homogenitätstest herangezogen [11, 12].

6.4 Eignungsprüfungsbericht

Der Eignungsprüfungsbericht enthält folgende Informationen

- ♦ Anzahl, Herkunft und Typ der teilnehmenden Laboratorien
- ♦ Methoden, die als Grundlage zur Berechnung der Bewertungskriterien herangezogen werden
- ♦ Informationen zur Beschaffenheit der Proben sowie Daten zur Homogenität und Stabilität
- ♦ Erläuterungen zur Ermittlung des zugewiesenen Wertes und seiner Unsicherheit
- ♦ Formeln und Erklärungen zu Berechnung der Bewertungskriterien zur analytischen Laborleistung
- ♦ Eine Zusammenfassung der Ergebnisse mit sämtlichen relevanten Informationen, die die vorliegende Eignungsprüfung betreffen
- ♦ Empfehlungen und Anlagen
- ♦ Tabellen mit sämtlichen Einzel- und Mittelwerten, die von den Laboratorien verwendeten Methoden sowie evtl. Bemerkungen der Teilnehmer
- ♦ Die Bewertungskriterien z -Wert, z' -Wert und CRD (Verhältnis zur kritischen Differenz der Referenzmethode)
- ♦ Die statistischen Auswertedaten
- ♦ Grafische Darstellungen (Grafik über sämtliche Datensätze, methodenabhängige Darstellung, Balkendiagramm der Bewertungskriterien und Youden-Plot). In mikrobiologischen Eignungsprüfungen werden zusätzliche Grafiken zum Einsatz verschiedener Medien, Bebrütungstemperaturen etc. zur Verfügung gestellt.

6.5 Bewertungskriterien zur Laborleistung und Zertifikat

6.5.1 z -Wert

Der z -Wert ist ein von der vorliegenden Eignungsprüfung weitgehend unabhängiges Bewertungskriterium zur analytischen Leistung. Daher wird diesem Kriterium die meiste Bedeutung zugemessen.

Bei der muva kempten GmbH werden die z -Werte im Normalfall auf der Grundlage der Präzisionsdaten (Vergleichsstandardabweichung, Wiederholstandardabweichung) der Referenzmethoden bzw. von national und international standardisierten, direkten Methoden berechnet.

Dies begründet sich darin, dass vor allem in der Milchanalytik die direkten Methoden sowie die Referenzmethoden eine tragende Rolle spielen, da amtliche Untersuchungslaboratorien

verpflichtet sind, diese Methoden zur Analyse einzusetzen. Ergebnisse die mit Hilfe von Routine- bzw. Screeningmethoden (z.B. Butyrometrie oder Infrarot-Spektrometrie) ermittelt werden, welche vorzugsweise in Betriebslaboratorien eingesetzt werden, müssen sich daher mit den Ergebnissen der Referenzmethoden vergleichen lassen.

In sehr seltenen Fällen wird der z-Wert auf der Grundlage der Horwitz-Standardabweichung berechnet [5, 6, 7].

Die Grenzen für die z-Werte definieren sich wie folgt [1]:

- ♦ $|z| \leq 2$ = die analytische Leistung ist zufriedenstellend
- ♦ $2 < |z| < 3$ = die analytische Leistung ist fragwürdig (Warnsignal)
- ♦ $|z| \geq 3$ = die analytische Leistung ist nicht zufriedenstellend (Eingriffssignal)

6.5.2 z'-Wert

In manchen Fällen lässt sich der z-Wert nicht ermitteln

- ♦ Es liegen keine Präzisionsdaten vor
- ♦ Die Konzentrationsbereiche des Analyten im Validierungs-Ringversuch passen nicht zum Konzentrationsbereich des Parameters in der vorliegenden Eignungsprüfung
- ♦ Die Homogenität eines einzelnen Parameters erfüllt die Kriterien zur Berechnung des z-Wertes nicht.

Hier kann zur Bewertung auch auf den z'-Wert zurückgegriffen werden. Die Berechnung basiert auf den statistischen Daten aus der vorliegenden Eignungsprüfung (Standardabweichung des zugewiesenen Wertes und Standardabweichung zur Homogenität des Parameters im Material).

Die Grenzen der z'-Werte entsprechen den Grenzen der z-Werte.

Falls der z'-Wert zur Bewertung der Laborleistung herangezogen werden soll, wird dies in der Zusammenfassung des Berichtes mitgeteilt.

6.5.3 CRD

Die relative „Kritische Differenz“ (CRD) ist ebenfalls ein von der vorliegenden Eignungsprüfung unabhängiges Kriterium zur Bewertung der Laborleistung. Die Berechnung basiert auf der Grundlage der Präzisionsdaten (Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit) der Referenzmethoden bzw. der standardisierten, direkten Methoden.

Die Grenzen sind wie folgt festgelegt:

- ♦ $ICRDI < 1$ = die analytische Leistung ist zufriedenstellend
- ♦ $ICRDI > 1$ = die analytische Leistung ist nicht zufriedenstellend (Eingriffssignal)


6.5.4 Zertifikat

Die Teilnehmer erhalten am Ende der Eignungsprüfung ein Zertifikat, in dem die Bewertungskriterien z-Wert und z'-Wert für die einzelnen Parameter gelistet sind.

Dieses Zertifikat enthält keine Zusammenfassung (Mittelwerte) der erreichten Bewertungskriterien, da dies zur Verfälschung des Eindruckes über die Gesamtkompetenz in der Eignungsprüfung führen kann [1, 2]. Darüber hinaus sind dann folgende Einzelinformationen nicht mehr ersichtlich

- ♦ analytischen Kompetenz für die einzelnen Parameter
- ♦ eventuelle systematische Fehler in der Analytik (Bewertungskriterien eines Parameter haben für beide Proben negative oder positive Vorzeichen)
- ♦ eventuelle zufällige Fehler in der Analytik (Bewertungskriterien eines Parameter haben in der einen Probe ein negatives und in der anderen Probe ein positives Vorzeichen)

Das Zertifikat erhält außerdem keine bewertende Aussage (z.B. mit großem Erfolg bestanden, mit Erfolg bestanden, nicht bestanden etc.). Die muva kempten GmbH sieht sich

Verantwortlich: Anita Schott Revisions-Nr.: 2 Seite: 8 von 14	Revision erstellt von: Anita Schott, 27.6.2016 Revision geprüft von: Sabine Klee, 27.6.2016 Revision genehmigt von: Ute Braun, 27.6.2016	
---	--	---

als Dienstleistungsunternehmen mit dem vorrangigen Ziel, ihre Kunden wertneutral auf eventuelle Defizite in der Analytik hinzuweisen und damit in der Qualitätssicherung wertvolle Hilfestellungen zu geben.

Falls die analytische Leistung nicht zufriedenstellend ist sollte das Labor nach den Ursachen suchen und diese durch geeignete Maßnahmen schnellstmöglich beheben. Hierfür empfehlen wir den Einsatz des Referenzmaterials, das in der Eignungsprüfung charakterisiert wurde.

Selbstverständlich steht die muva kempten GmbH ihren Kunden für Fragen und Anregungen gern zur Verfügung.

7 Beschreibung der sensorischen Eignungsprüfungssysteme

7.1 Rangordnung

Die Prüfpersonen erhalten eine Prüfprobenreihe mit vier Proben, die nach dem Zufallsprinzip angeordnet sind. Die Proben sind mit dreistelligen Zufallszahlen verschlüsselt. Durch Schmecken bzw. Riechen der Prüfproben ist zunächst das zu prüfende Kriterium (z.B. Grundgeschmacksart, Aroma) zu erkennen. Anschließend ist das erkannte Attribut in den vier Prüfproben hinsichtlich der aufsteigenden Intensität in eine Rangordnung zu bringen (Rangordnungstest DIN ISO 8587:2010 [8]). Die Ergebnisse werden in ein Prüfformular eingetragen. An diesen Prüfungen können einzelne Prüfer oder Panels teilnehmen, wobei die Prüfung in Einzelprüfung erfolgen muss.

7.2 Profilprüfung

Die Prüfpersonen erhalten insgesamt drei Proben. Zwei sind als Referenzen, die Dritte ist als Prüfprobe gekennzeichnet. Die Aufgabe der Prüfperson ist es, diese Prüfprobe auf einer Skala von 0 – 10 für das jeweilige Attribut einzuordnen. Als Anhaltspunkte gelten die beiden Referenzen, die auf dieser Skala als feste Werte eingezeichnet sind. Als Attribute werden verschiedene Merkmale in Geruch, Geschmack, Konsistenz und Farbe gefragt. Die Ergebnisse werden in die Skalen auf dem Ergebnisblatt eingetragen. Die Teilnahme ist ab einer Panelgröße von 3 Prüfpersonen von Bedeutung. Auch hier erfolgt die Prüfung in Einzelprüfung

7.3 Dreieckstest

Die Prüfpersonen erhalten je 6 Prüfprobensets bestehend aus 3 Prüfproben. Zwei Prüfproben sind identisch, die dritte Prüfprobe ist abweichend. Die Aufgabe ist das Erkennen der abweichenden Prüfprobe und gegebenenfalls Nennung des abweichenden Merkmals (Geruch, Geschmack, Konsistenz, Farbe). Um die Ergebnisse signifikant auswerten zu können, muss jeder Prüfer diese Verkostung an sechs Dreieckstests durchführen. Die Prüfung erfolgt in Einzelprüfung. Die Teilnahme ist ab einer Panelgröße von 3 Prüfpersonen von Bedeutung.

7.4 Intensitätsprüfung Verpackung

Bei dieser Eignungsprüfung zur Kompetenzprüfung handelt es sich um eine Kombination aus einer Methodenprüfung nach DIN 10955:2004-06 zur Probenvorbereitung und einer Eignungsprüfung [9]. Dazu sind zunächst sind die Prüfproben nach einer gegebenen Beschreibung für die Geruchs- bzw. Geschmacksprüfung herzustellen (Methodenprüfung) und anschließend sensorisch wie folgt zu beurteilen

- ♦ Intensitätsprüfung: Geruch und Geschmack der Prüfproben
- ♦ Dreieckstest: Erkennen der abweichenden Prüfprobe (Geschmack)

7.5 Sensorische Beurteilung von kaltgepresstem, nativen Öl (z.B. Rapsöl)

Verantwortlich: Anita Schott
Revisions-Nr.: 2
Seite: 9 von 14

Revision erstellt von: Anita Schott, 27.6.2016
Revision geprüft von: Sabine Klee, 27.6.2016
Revision genehmigt von: Ute Braun, 27.6.2016



In dieser Eignungsprüfung ist die sensorische Prüfung nach den Vorgaben der Einheitsmethode C-II (2009) der DGF (=Deutsche Gesellschaft für Fettwissenschaft e.V.) hinsichtlich arteigener und artfremder Attribute durchzuführen. Zur Bewertung der arteigenen Attribute wird ein Punkteschema herangezogen, während die artfremden Attribute qualitativ festgestellt werden. Die Teilnahme ist ab einer Panelgröße von 3 Prüfpersonen von Bedeutung.

7.6 Beurteilung von Milchprodukten nach dem Beurteilungsschema DIN ISO 22935

Die sensorische Beurteilung von Lebensmitteln anhand DIN ISO 22935 erfolgt nach einem Punkteschema, wobei bei auftretenden Fehlern entsprechend Punkte abgezogen werden. An diesen Prüfungen können einzelne Prüfer oder Panels teilnehmen, wobei die Prüfung in Einzelprüfung erfolgen muss.

7.7 Absicherung des Prüfmaterials

Das Material für die Rangfolgen wird anhand sensorischer und chemischer Analysen auf seine Homogenität über ein spezielles Verfahren in Anlehnung an BCR/48/93 überprüft [4], wobei die sensorische Messung durch regelmäßig sensorisch geschulte Prüfpersonen der muva kempten GmbH durchgeführt wird (vgl. Statistisches Protokoll [5]). Durch das muva Labor erfolgt die synchrone chemische und mikrobiologische Qualitätssicherung des anzubietenden Materials.

Für die Prüfung auf Homogenität und Ähnlichkeit des Probenmaterials für die Dreieckstests wird das Verfahren der DIN EN ISO 4120: 2007; 8.2 „Prüfung auf Ähnlichkeit“ angewendet [10]. Einer Charge wird eine unabhängige Stichprobe von 10 Proben entnommen. Aus diesen werden 18 zufällige Dreieckstests gebildet, die von 18 unabhängigen Prüfern zu verkosten sind. Die erhaltenen Daten werden anhand der Tabelle A.2 aus DIN EN ISO 4120: 2007 ausgewertet. Das Material wird mit dem Ergebnis auf „Ähnlichkeit der Proben“ freigegeben.

7.8 Auswertung der sensorischen Eignungsprüfungen (Eignungsprüfungsberichte)

Die Aussage über die Eignung der Prüfer für sensorische Messungen kann für das Panel als Ganzes, wie auch für jeden einzelnen Prüfer getroffen werden.

7.8.1 Rangordnung

Jeder Prüfer erhält als Ergebnis seiner Leistung eine Fehlersumme, die sich aus der Vergabe der Rangordnung der vier Proben ergibt. Die Fehlersummen der einzelnen Prüfer innerhalb eines Panels werden jeweils tabellarisch und grafisch dargestellt. Des Weiteren werden in Anlehnung an den Page-Test sowie mit Berücksichtigung des richtig erkannten Attributes (Grundgeschmacksart bzw. Aroma) 0 – 10 Punkte vergeben. Die Höchstpunktzahl 10 erhalten die Teilnehmer bei korrekter Rangfolge und korrekt erkanntem Attribut. Je nach Intensität des/der Fehler/s in der Rangfolge werden Punkte abgezogen. Wird das Attribut nicht richtig erkannt, wird die in der Rangfolge vergebene Punktzahl durch die Zahl 2 dividiert.

Außerdem werden die durchschnittlichen Fehlersummen eines Panels, sowie auch die Erkennung der Grundgeschmacksart bzw. des Aromas im direkten Vergleich zu allen Panels dargestellt. Mit Hilfe des Page Testes wird zudem für jedes Panel statistisch nachgewiesen, ob es fähig ist, die vorgegebene Probenreihenfolge richtig zu erkennen.

7.8.2 Profilprüfung

Innerhalb eines Panels werden die Ergebnisse der einzelnen Prüfer in Form eines Spinnennetzes dargestellt, wobei die Ergebnisse aus den Skalen abgemessen und die Abstände eingetragen werden. Aus allen Ergebnissen der Prüfpersonen eines Panels werden für jedes Attribut der Mittelwert, die Standardabweichung und die Messunsicherheit berechnet.

Außerdem werden die Ergebnisse über alle Panelmittelwerte in einem weiteren Spinnennetz abgebildet. Der Gesamtmittelwert über alle Panels sowie die korrespondierende Standardabweichung werden berechnet und angegeben.

7.8.3 Dreieckstest

Die Ergebnisse der einzelnen Prüfer werden in eine Tabelle eingetragen. Anschließend wird ermittelt ob die Angabe der abweichenden Prüfprobe korrekt ist oder nicht. Aus der Anzahl der durchgeführten Analysen sowie aus der Anzahl der richtigen Antworten der Prüfperson werden die Signifikanzen des Panellisten nach der Signifikanztabelle aus DIN EN ISO 4120: 2007 ermittelt [10]. Diese Auswertung wird zudem für jedes Panel als Gesamtheit durchgeführt.

7.8.4 Intensitätsprüfung in Verpackung

Die Ergebnisse der Intensitätsprüfung im Geruch und Geschmack werden von jedem Prüfer tabellarisch und grafisch dargestellt. Für jedes Panel werden die statistischen Kenngrößen Anzahl, Mittelwert, Median, Standardabweichung und Vertrauensbereich ermittelt. Anschließend werden die Mittelwerte der einzelnen Panels miteinander verglichen und die statistischen Kenngrößen über sämtliche Panels berechnet.

7.8.5 Sensorische Beurteilung von kaltgepresstem, nativen Öl

Die sensorische Beurteilung der arteigenen Attribute wird für jeden Prüfer in Form der vergebenen Punkte tabellarisch dargestellt. Außerdem sind die qualitativen Bewertungen der artfremden Attribute (vorhanden „ja“ bzw. „nein“) sowie andere genannte artfremde Attribute in der Tabelle aufgeführt.

Aus allen Ergebnissen der Prüfpersonen eines Panels werden für jedes arteigene Attribut der Mittelwert, die Standardabweichung sowie der Median angegeben.

Die Resultate werden für jedes Panel sowohl als Spinnennetz (arteigene Attribute) als auch in Form von Tortendiagrammen (artfremde Attribute) verdeutlicht.

Außerdem werden die Ergebnisse über alle Panelmittelwerte in einem weiteren Spinnennetz bzw. Tortendiagramm abgebildet. Der Gesamtmittelwert über alle Panels sowie die korrespondierende Standardabweichung werden berechnet und angegeben.

7.8.6 Sensorische Beurteilung von Milchprodukten DIN ISO 22935

In dieser Eignungsprüfung werden die Ergebnisse in Anlehnung an die sensorische Beurteilung von kaltgepresstem, nativen Öl ausgewertet und dargestellt.

8 Darstellung des analytischen Leistungsverlaufes für chemische und mikrobiologische Eignungsprüfungen

Eine einzelne Eignungsprüfungsteilnahme gleicht einer Momentaufnahme und sagt noch nichts über die tatsächliche analytische Kompetenz eines Laboratoriums aus [1].

So kann ein Labor mit einer üblicherweise hohen analytischen Kompetenz in einer Eignungsprüfung einmalig ungenügende Bewertungen erhalten und umgekehrt. Daher empfiehlt es sich in regelmäßigen Abständen an Eignungsprüfungen teilzunehmen und den Verlauf der Leistung zu beobachten.

Die Darstellung der Leistungsentwicklung kann mit Hilfe unterschiedlicher Grafiken erfolgen [2]

- Als Qualitätsregelkarte nach Shewhart

Hier werden die Warn- und Eingriffsgrenzen eingezeichnet und der Leistungsverlauf wird anhand der Bewertungskriterien (z-Wert; z'-Wert) dargestellt. Mit Hilfe dieser Darstellung lässt sich die Kompetenz eines Laboratoriums über einen längeren Zeitraum hinweg effektiv dokumentieren.

- Als CUSUM-Regelkarte

In dieser Grafik werden die Bewertungskriterien von Eignungsprüfung zu Eignungsprüfung addiert. Durch diese Darstellung lassen sich versteckte Trends bzw. systematische Fehler oder Abweichungen in der Analytik sichtbar machen.

- Als Punktwolken-Regelkarte

In der Abbildung werden die Bewertungskriterien in Abhängigkeit der unterschiedlichen Konzentrationen eines Analyten dargestellt. Dadurch werden konzentrationsbedingte Tendenzen deutlich.

Darüber hinaus empfehlen wir zwischen den einzelnen Eignungsprüfungsteilnahmen die analytische Leistung mit Hilfe von muva-Referenzmaterialien und Qualitätsregelkarten kontinuierlich zu überwachen.

9 Teilnahmebedingungen

- Das Jahresprogramm wird im letzten Quartal des Vorjahres erstellt und den Kunden zugesendet bzw. auf der Homepage sämtlichen Interessenten zur Verfügung gestellt.
- Zunächst wird eine Anmeldefrist bis ca. Ende November gesetzt. Allerdings ist eine Anmeldung zu den Eignungsprüfungen ganzjährig erfolgen. Aus organisatorischen Gründen wird gebeten, eine Teilnahme bis spätestens 4 Wochen vor Durchführung der Eignungsprüfung anzumelden.
- Im Anmeldeformular finden sich eine Übersicht über die angebotenen Eignungsprüfungsrunden, die voraussichtlichen Termine für die Durchführung der Eignungsprüfungen sowie die Preise für eine Teilnahme bzw. für zusätzlich abgegebene Ergebnisse. Es besteht die Möglichkeit die Teilnahme an bestimmten Eignungsprüfungsrunden zu abonnieren. In diesem Fall ist nur bei Änderungen ein neues Anmeldeformular auszufüllen.
- Die Preise verstehen sich als Nettopreise, wobei der Eignungsprüfungsbericht im PDF-Format als e-Mail versendet wird. Auf Wunsch wird, gegen einen Aufpreis von 8,00 €, der Bericht in gedruckter Form per Post versendet. Die Versandkosten sind im Anmeldeformular nicht aufgeführt und werden nach Aufwand gesondert berechnet.
- Die muva kempten GmbH behält sich vor, das Jahresprogramm zu ändern bzw. falls nötig Prüfmaterialien durch ähnliche Materialien zu ersetzen, wobei die Kunden rechtzeitig über die Änderungen in schriftlicher Form informiert werden.
- Die muva kempten GmbH behält sich vor, den Umfang des Parameterangebotes in einer Prüfungsrunde zu reduzieren bzw. zu erweitern. Der Preis der Eignungsprüfung wird bei vermindertem Parameterangebot entsprechend angepasst. Eine Erweiterung der zu

analysierenden Parameter hat auf den Preis der Eignungsprüfungen keine Auswirkung. Die Teilnehmer werden über diese Änderungen im Ankündigungsschreiben informiert.

- Falls eine Eignungsprüfung aus Gründen, die durch die muva kempten GmbH nicht zu beeinflussen sind, nicht stattfindet, werden die Teilnehmer rechtzeitig schriftlich darüber informiert. In diesem Fall erfolgt keine Rechnungsstellung.
- Falls die Ergebnisse einer Eignungsprüfung aus Gründen, die durch die muva kempten GmbH nicht zu beeinflussen sind, nicht statistisch auswertbar sind, so wird die Eignungsprüfung entweder wiederholt oder die Teilnehmer erhalten für diese Runde keine bzw. eine reduzierte Rechnung.
- Die Teilnahme an einer Eignungsprüfung kann bis zwei Wochen nach Erhalt des Ankündigungsschreibens gekündigt werden. Nach dieser Frist gilt die Teilnahme durch den Kunden bestätigt.
- Teilnehmer, die nach Versand der Proben die Teilnahme an der Eignungsprüfung kündigen bzw. keine Ergebnisse liefern, erhalten den Eignungsprüfungsbericht und die Rechnung.
- Der Umfang der Analyse bleibt den Teilnehmern selbst überlassen, d.h. es müssen nicht sämtliche angebotenen Parameter analysiert werden. Dies beeinflusst jedoch den Preis der Eignungsprüfung nicht.
- Zusammen mit der Rechnung und dem Eignungsprüfungsbericht erhalten die Teilnehmer eine Teilnahmebescheinigung sowie ein Zertifikat in dem die Bewertungskriterien z-Wert und/oder z'-Wert aufgelistet sind. Einsprüche die Leistungsbewertung betreffend sind der Abteilung Eignungsprüfungen / Referenzmaterialien innerhalb von 14 Tagen nach Erhalt des Eignungsprüfungsberichtes schriftlich mitzuteilen.
- Die muva kempten GmbH bietet allen Teilnehmern einen Leistungsverlauf nach kontinuierlicher Eignungsprüfungsteilnahme ab dem Jahr 2007 in Form von verschiedenen Regelkarten an. Diese Leistung wird gesondert berechnet. (s. Punkt 8)

Literatur

[1]	DIN EN ISO/IEC 17043-05:2010	Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen
[2]	DIN ISO 13528:2009-1	Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche
[3]	Thomson, M., Ellison S.L.R., Wood R.	The (IUPAC) international harmonized protocol for the proficiency testing of analytical chemistry laboratories, 2006
[4]	BCR 48/93: 15.12.1994	Guidelines for the production and certification of BCR reference materials
[5]	Statistisches Protokoll der muva kempten	http://www.muva.de / Ringversuche / Statistisches Protokoll
[6]	Horwitz, W.	Evaluation of analytical methods used for regulation of foods and drugs. Anal Chem 54 (1): 67A-76A, 1982
[7]	Horwitz, W., Britton, P., Chirtel, St. J.	Journal of AOAC International <u>81</u> , 1257-1265, 1998
[8]	DIN EN ISO 8587:2010-08	Sensorische Analyse – Prüfverfahren – Rangordnungsprüfung
[9]	DIN 10955:2004-06	Sensorische Prüfung – Prüfung von Packstoffen und Packmitteln für Lebensmittel
[10]	DIN EN ISO 4120: 2007	Sensorische Analyse – Prüfverfahren – Dreiecksprüfung
[11]	ISO/TS 19036:2006, (Technical Specification)	Microbiology of food and animal feeding stuffs. Guidelines for the estimation of measurement uncertainty for quantitative determinations
[12]	Niemelä, S., I.: MIKES J4, 2003; http://www.mikes.fi	Uncertainty of quantitative determinations derived by cultivation of microorganisms.