

Trinkwasserringversuch 3-2014 - Abschlussbericht -

**E. coli, coliforme Bakterien
Koloniezahlen bei 22 °C und 36 °C
Enterokokken, Legionellen und C. perfringens**

**Gemäß den Empfehlungen des Umweltbundesamtes bzw. DIN:
Mikrobiologie: Bundesgesundheitsblatt 2002, Bd. 45, S. 905
Chemie: Bundesgesundheitsblatt 2003, Bd. 46, S. 1094
und unter Berücksichtigung der DIN 38402-45 und DIN EN ISO 17043**



Organisiert und durchgeführt durch:
Niedersächsisches Landesgesundheitsamt
Standort Aurich
Lüchtenburger Weg 24
26603 Aurich



**Im Auftrage des Niedersächsischen Ministeriums für
Soziales, Gesundheit und Gleichstellung**

Postfach 141, 30001 Hannover

Verantwortlich:

Programmkoordinator und wissenschaftlicher Leiter:

Dr. rer. nat. Dipl.-Biol. Ernst-August Heinemeyer

Ab Ringversuch 4-2014 Dr. rer. nat. Dipl. Biol. Katrin Luden

Stellvertreter:

Dr. rer. nat. Dipl.-Umweltwiss. Sven Gebhardt (Chemie)

Unter Mitarbeit von:

Dipl. Ing. Usha Hafermann, Biotechnologie

MTA Grete Höfes

Niedersächsisches Landesgesundheitsamt

- Standort Aurich -

Lüchtenburger Weg 24

26603 Aurich

Tel.: 04941 – 9171-0

FAX: 04941 – 9171-10

E-Mail: ringversuch.aurich@nlga.niedersachsen.de

Unteraufträge:

Unteraufträge wurden nicht vergeben!

Der Transport erfolgte durch Firma TNT.

Ausgabedatum: 28.07.2014 **(Endbericht)**

Freigegeben: Dr. E.A. Heinemeyer

Inhaltsverzeichnis:

1	ALLGEMEINE HINWEISE	4
1.1	Auswerteverfahren (Mikrobiologie und Chemie)	5
1.1.1	Hinweis zu den z- bzw. z(u)-Scores bei den mikrobiologischen Proben	5
1.1.2	Limitierung der Standardabweichung bei den chemischen Parametern	6
1.1.3	Rückführbarkeit des zugewiesenen Wertes.....	6
1.1.4	Unsicherheit des zugewiesenen Wertes.....	7
2	PROBENLAUFZEITEN UND TEILNEHMERANZAHL.....	8
3	MIKROBIOLOGISCHER TEIL	9
3.1	Zusammensetzung der mikrobiologischen Proben und Untersuchungsverfahren....	9
3.2	Übersicht über Messungen außerhalb der Sollbereiche	11
3.3	Qualitätssicherung im mikrobiologischen RV Labor.....	11
4	CHEMISCHER TEIL.....	13
5	ERGEBNISTABELLEN.....	14

1 Allgemeine Hinweise

Gemäß TrinkwV 2001 §15 (4) müssen sich Untersuchungsstellen mindestens einmal pro Jahr erfolgreich an Qualitätssicherungsprogrammen beteiligen. Diese Anforderungen wurden durch Empfehlungen des Umweltbundesamtes konkretisiert:

Mikrobiologische Ringversuche: Bundesgesundheitsblatt 2002, Bd. 45, S. 905

Chemische Ringversuche: Bundesgesundheitsblatt 2003, Bd. 46, S. 1094

Die Art und Weise der Durchführung des chemischen Teils richtet nach DIN 38402-45. Der mikrobiologische Ringversuch orientiert sich ebenfalls an dieser Norm, wobei ggf. eine Abweichung von den Auswertemethoden vorbehalten bleibt, da bei den mikrobiologischen Proben nicht immer sicher angenommen werden kann, dass diese stetig messbar sind.

Die Durchführung und Auswertung der Ringversuche ist auch Gegenstand regelmäßiger Konsultationen in einem gemeinsamen **Lenkungsgremium** mit Nordrhein-Westfalen bestehend aus Vertretern zuständiger Behörden, Teilnehmer-Laboren und Ringversuchsausrichtern und ggf. weiterer Berater.

Bitte beachten Sie unsere *Rahmenbedingungen*, die Sie unter folgender Internet-Adresse finden können:

<http://www.nlga.niedersachsen.de>

Pfad: Umwelt und Gesundheit → Wasser → Ringversuche

Auf dieser Seite finden Sie auch eine aktualisierte Beschreibung des Ringversuchssystems des Niedersächsischen Landesgesundheitsamtes:

„Allgemeine Hinweise zu Ringversuchen und Preise“

die als pdf-Datei heruntergeladen werden kann. Diese Hinweise gelten wie die Rahmenbedingungen, die wichtige Anforderungen noch speziell hervorheben.

Im Ringversuch 3-2014 gilt die Version 8 vom Mai 2014, die bei Bedarf per E-Mail angefordert werden kann.

Ab Ringversuch 4-2014 gilt die neue Version 9 vom Juli 2014.

1.1 Auswerteverfahren (Mikrobiologie und Chemie)

Die Auswertung der mikrobiologischen und chemischen Ergebnisse erfolgte nach DIN 38402-45 „Ringversuche zur externen Qualitätskontrolle von Laboratorien“.

Zur Ermittlung der Vorgabewerte (Sollwerte) und der Standardabweichung werden ausschließlich die Ergebnisse der Teilnehmer herangezogen. Eine Berücksichtigung etwaiger Einwaagen findet nicht statt.

Als Verfahren der robusten Statistik wurden das Schätzverfahren nach Hampel und die Q-Methode verwendet. Als Sollwert \bar{X} dient der nach dem Hampel-Schätzverfahren ermittelte Mittelwert. Die mit der Q-Methode berechneten Vergleichsstandardabweichungen s_R werden in der Regel als Sollstandardabweichungen s_{soll} festgelegt. Gelegentlich wird eine Limitierung der Standardabweichung vorgenommen (siehe Kap.1.1.2). Anhand der Sollstandardabweichung werden die Ausschlussgrenzen festgelegt, die zur Bewertung der Einzelwerte herangezogen werden. Die Berechnung der z-Scores für jeden Messwert erfolgte aus Sollwert und Sollstandardabweichung entsprechend folgender Formel:

$$z - score = \frac{x - \bar{X}}{s_{soll}}$$

x ... Ergebnis Teilnehmer

\bar{X} ... Sollwert (Mittelwert nach Hampel)

s_{soll} ... Sollstandardabweichung

Für die Festlegung der Ausschlussgrenzen wurden entsprechend der Empfehlung des Umweltbundesamtes die z(u)-Scores herangezogen. Die z-Scores wurden mit einem Faktor k zu z(u)-Scores modifiziert, um eine Schiefe der statistischen Verteilung zu berücksichtigen.

Als Toleranzbereich wurde $|z(u)\text{-Score}| \leq 2$ festgelegt.

1.1.1 Hinweis zu den z- bzw. z(u)-Scores bei den mikrobiologischen Proben

Die vorgenannte Berechnungsmethodik der Sollwerte und Toleranzen kommt aus der Chemie (A-45) und gilt zunächst für Inhaltsstoffe, die stetig messbar sind. Diese Berechnungsarten sind von uns in den Jahren 2004/5 auf ihre Anwendbarkeit auch für die mikrobiologischen Ringversuche geprüft worden.

Auf Beschluss der Lenkungsgruppe Niedersachsen - Nordrhein-Westfalen und in Abstimmung mit dem Umweltbundesamt werden seit Beginn des Jahres 2005 zum Bestehen des Ringversuchs für die Parameter: Koloniezahlen, *E. coli*, coliforme Bakterien, *Pseudomonas aeruginosa* und Enterokokken ebenfalls die $|z(u)\text{-Scores}| \leq 2$ für die untere Grenze und für die obere Grenze des Sollbereichs herangezogen. Mittlerweile werden alle mikrobiologischen Parameter entsprechend bewertet. Die Verwendbarkeit dieser Berechnung wird

von uns weiterhin geprüft und wir müssen uns Abweichungen von diesem Verfahren vorbehalten.

Geringfügige Abweichungen bei den mikrobiologischen Sollbereichen auf dem Anlageblatt zum Zertifikat gegenüber den Sollbereichen in den Tabellen resultieren aus der Tatsache, dass Bruchteile von Bakterien zu Gunsten der Teilnehmer gerundet werden.

Bei der Bewertung werden die nach TrinkwV zulässigen und gleichwertigen Verfahren gemeinsam und getrennt ausgewertet.

Die gemeinsame Auswertung bei 1.) E. coli / Coliforme Bakterien (DIN 9308-1 / Colilert) und 2.) Enterokokken (DIN 7899-2 / Chromokult/Enterolert-DW) wird für das Zertifikat herangezogen.

In seltenen Fällen kommt es hierbei zu Konflikten, bei denen ein Labor nach der gemeinsamen Auswertung nicht besteht, nach der methodenspezifischen Auswertung möglicherweise noch bestanden hätte **und** umgekehrt. Die Werte für die getrennte Auswertung finden Sie mit in der Datei: *Tabellen-Mikrobiologie*. Wenn in Ihrem speziellen Fall einmal ein solcher Konflikt auftritt, so erhalten Sie mit diesen Zusatzangaben im Bedarfsfall gute Argumente gegenüber der Akkreditierung für den Nachweis, die Methode ggf. doch zu beherrschen.

Sonstige Verfahren (Hausmethoden, p/a-Teste) und fehlerhafte Ergebnisse (z.B. Anzahl E. coli > Anzahl coliforme Bakterien) werden nicht in die mathematische Auswertung einbezogen. Sonstige Verfahren können aber teilweise (Hausmethoden, p/a-Teste) anschließend im Zertifikat und Anlage 1 (ohne Angabe eines z(u)-Scores) berücksichtigt und bewertet werden. Die Zertifikate werden ggf. mit einem Zusatz versehen, dass die verwendete Methode keine zulässige Methode nach TrinkwV 2001 (Deutschland) ist. **Es kann auch sein, dass Angaben mit „>“ oder „<“ Zeichen erforderlich sind. Das war auch in der Vergangenheit so. Solche Ergebnisse können zwar mathematisch nicht ausgewertet werden aber durchaus korrekt sein.**

1.1.2 Limitierung der Standardabweichung bei den chemischen Parametern

Bei der Bestimmung bestimmter Parameter kann es zu sehr hohen Standardabweichungen kommen, die analytisch und fachlich in der Trinkwasseranalytik nicht mehr zu vertreten sind. Bei der Bestimmung von analytisch „einfachen“ Parametern hingegen (z. B. Nitrit) treten meist sehr niedrige Standardabweichungen auf, die analytisch und fachlich in der Trinkwasseranalytik nicht erforderlich scheinen. Im Zuge einer Harmonisierung zwischen den Ausrichtern der Ringversuche wurden ab dem Jahr 2008 zur Limitierung der Standardabweichung eine Obergrenze von 25% und eine Untergrenze von 5% für die chemischen Parameter festgesetzt. Ausgenommen davon ist der Parameter el. Leitfähigkeit, bei dem eine untere Limitierung von 1% festgesetzt ist. Beim Parameter pH-Wert findet seit 2013 keine Limitierung mehr statt.

1.1.3 Rückführbarkeit des zugewiesenen Wertes

Präparate-Mikrobiologie:

Bei der Präparation der mikrobiologischen Proben wird nicht auf zertifiziertes quantitatives Referenzmaterial sondern auf Stämme aus anerkannten Sammlungen (z.B. DSMZ), Fremdisolaten, Wildstämmen o.ä. zurückgegriffen. Alle Stämme sind biochemisch, teilweise molekularbiologisch nach international üblichen Verfahren typisiert und prägen die gesuchten biochemischen Eigenschaften aus. Sie werden regelmäßig auf Reinheit und Funktionsfähigkeit überprüft.

Präparate -Chemie:

Die Präparation der chemischen Proben erfolgt durch Dotierung des Analyten (mit Chemikalien entsprechender Reinheit, z.T. zertifiziertes Referenzmaterial) zu Reinstwasser oder zu Trinkwasser.

Rückführbarkeit-Mikrobiologie und Chemie:

Mit Hilfe des Hampel-Schätzers wird für alle Parameter der robuste Mittelwert bestimmt und als zugewiesener Wert festgelegt. Dabei handelt es sich um einen Konsenswert, bei dem - anders als bei einem (zertifizierten) Referenzmaterial - eine metrologische Rückführbarkeit nicht möglich ist und primär auch nicht angestrebt wird.

Bei den mikrobiologischen Verfahren ist in den Fällen, in denen eine methodenspezifische Auswertung erfolgt, eine Art „Rückführung“ des zugewiesenen Wertes auf die jeweilige Norm (Untersuchungsverfahren) gegeben. Rückführung ist hier also nicht als Rückführung auf einen zertifizierten Referenz-Wert zu verstehen, sondern als Rückführung auf einen, mit der jeweiligen Norm ermittelbaren Wert.

1.1.4 Unsicherheit des zugewiesenen Wertes

Wird ein Konsenswert als zugewiesener Wert verwendet, so wird dessen Unsicherheit wie nachfolgend bestimmt:

$$u_x = 1,25 \cdot \frac{s_R}{\sqrt{n}}$$

Dabei ist:

u_x ... Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes

s_R ... Vergleichsstandardabweichung der Ergebnisse

n ... Anzahl der Teilnehmer

Die erweiterte Unsicherheit des zugewiesenen Wertes ergibt sich durch Multiplikation von u_x mit einem Erweiterungsfaktor $k=2$.

Die Einschränkungen dieses Ansatzes bestehen darin, dass a) möglicherweise kein tatsächlicher Konsens unter den Teilnehmern besteht oder b) der Konsens auf Grund von allgemein üblichen Verfahrensfehlern eine systematische Abweichungskomponente enthalten kann, die sich nicht in der Standardunsicherheit des zugewiesenen Werts, die wie oben beschrieben berechnet wird, widerspiegelt (siehe auch ISO 13528).

Da die Unsicherheit des zugewiesenen Wertes mit steigender Anzahl auswertbarer Ergebnisse abnimmt, wird bei der Einteilung der Gruppen (Niveaus) für einen Ringversuch darauf geachtet, dass diese jeweils eine ausreichend hohe Anzahl an Teilnehmern erreichen (mind. 18). Dabei wird die Unsicherheit des zugewiesenen Wertes mit steigender Anzahl zunehmend vernachlässigbar. Diese Teilnehmerzahl ist bei selten verwendeten mikrobiologischen Verfahren nicht immer gegeben. Eine Angabe der Unsicherheit ist dann nicht mehr sinnvoll.

2 Probenlaufzeiten und Teilnehmeranzahl

Die Proben wurden in Aurich am Montag, dem 23.06.2014 mit einem Paketlieferdienst (TNT) versendet. Es haben sich 433 Labore an diesem Ringversuch beteiligt (**Tab. 1**). Die Ergebnisse waren bis zum 09.07.2014 abzugeben. 551 Pakete wurden versendet, von 548 liegen Ergebnisse vor.

Die Temperaturen der Proben bei der Ankunft in ihrem Labor finden Sie in der Grafikdatei: *Diagramme-Qualitätskontrolle*. Die Kühlakkus, die mit den Paketen mitgeschickt werden, werden unmittelbar vor dem Verschließen in die Pakete gegeben. Die Temperaturen variierten in einem relativ engen Bereich von ca. ~ 2°C bis ~10°C bei der Probenankunft, wobei der überwiegende Anteil der Proben Temperaturen unter 6 °C aufwies. Einzelne Temperaturmessungen weichen hiervon ab, einige im Bereich um 18 °C. Bitte messen Sie die Temperaturen für diese Kontrolle **unmittelbar** nach dem Öffnen der Pakete in der hierfür vorgesehenen beigefügten Wasserprobe. Bei den Ergebnissen sind negative Einflüsse durch die Eingangs-Temperaturen nicht erkennbar.

Tabelle 1: Teilnehmer an den Ringversuchen 1- bis 4-2014

	RV 1	RV 2	RV 3	RV 4
Chemische Parameter	207	218	---	
<i>E. coli</i> & coliforme Bakterien	581	522	395	
Enterokokken	519	440	341	
Koloniezahlen	564	498	375	
<i>Clostridium perfringens</i>	---	423	289	---
<i>Legionella (pneumophila)</i>	463	----	330	---
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	472	----	---	
Badegewässer-RV: <i>E. coli</i>	---	157	---	---
Badegewässer-RV: Enterokokken	---	158	---	---
Gesamtanzahl-Labore ¹⁾	552	528	433	

Die Gesamtanzahl der Labore ist aufgrund von Doppelbestellungen teilweise kleiner als die Anzahl bei Einzelparametern

Tabelle 2: Probenlaufzeiten

Versanddauer	24 Stunden	48 Stunden	> 48 Stunden	ohne Angabe
Anzahl Pakete	537	11	0	3

3 Mikrobiologischer Teil

3.1 Zusammensetzung der mikrobiologischen Proben und Untersuchungsverfahren

Bei den mikrobiologischen Ringversuchen sind grundsätzlich die Verfahren nach TrinkwV 2001 Anlage 5, bzw. die vom Umweltbundesamt zugelassenen alternativen Verfahren zu verwenden. Nur wenn diese Verfahren korrekt angewendet werden, ist eine statistische Berechnung der Sollwerte möglich. In diesem Ringversuch wurde für den Parameter *Clostridium perfringens* auch das TSC-Verfahren nach ISO 14189 als Untersuchungsverfahren zur Auswahl angeboten. Die Teilnehmer, die dieses Verfahren angemeldet hatten, wurden zu einer gesonderten Gruppe zusammengefasst, um ggf. eine statistisch sinnvolle, methodenspezifische Auswertung vornehmen zu können.

Koloniezahlen bei 22 °C und 36 °C (TrinkwV 2001 Anl 5 I d)bb)

Unabhängig von der Bezeichnung der Parameterwerte in der TrinkwV 2001 müssen die in den jeweiligen Nachweisverfahren (TrinkwV, DIN EN ISO 6222) angegebenen Inkubationstemperaturen und -zeiten unbedingt eingehalten werden.

In diesem Ringversuch wurde zur Koloniezahlbestimmung *Klebsiella pneumoniae* und *Serratia marcescens* in Gruppe A und in Gruppe B eingesetzt. Die Proben waren folgendermaßen zusammengesetzt (Messung an je 20 Rückstellproben im Ringversuchslabor). Die aus den Teilnehmerwerten ermittelten Sollwerte finden Sie in der pdf - Datei Soll- und Toleranzwerte:

Gruppe A) 22°C etwa 38 KBE/ml und 36°C etwa 36 KBE/ml

Gruppe B) 22°C etwa 41 KBE/ml und 36°C etwa 42 KBE/ml

***E. coli* / coliforme Bakterien in 100 ml (DIN EN ISO 9308-1)**

Die Proben für den Nachweis von *E. coli* / coliformen Bakterien (*Klebsiella pneumoniae*) in 100 ml waren folgendermaßen zusammengesetzt (Messung an je 20 Rückstellproben im Ringversuchslabor):

Gruppe A) Coliforme Bakterien ca. 21 KBE, davon 0 KBE *E. coli*.
Gruppe A erhielt somit als coliforme Bakterien *K. pneumoniae*

Gruppe B) Coliforme Bakterien ca. 19 KBE, davon 19 KBE *E. coli*.
Gruppe B erhielt somit als coliforme Bakterien *E. coli*

Gruppe C) Coliforme Bakterien ca. 28 KBE, davon 16 KBE *E. coli*.
Gruppe C erhielt somit als coliforme Bakterien *E. coli* + *K. pneumoniae*.

Gruppe D) Coliforme Bakterien ca. 28 KBE, davon 11 KBE *E. coli*.
Gruppe D erhielt somit als coliforme Bakterien *E. coli* + *K. pneumoniae*

Enterokokken (DIN EN ISO 7899-2)

Die Proben für Enterokokken waren folgendermaßen zusammengesetzt (Messung an je 20 Rückstellproben im Ringversuchslabor):

Gruppe A)	Enterokokken ca.	21 KBE / 100 ml
Gruppe B)	Enterokokken ca.	64 KBE / 100 ml
Gruppe C)	Enterokokken ca.	43 KBE / 100 ml
Gruppe D)	Enterokokken ca.	54 KBE / 100 ml

***P. aeruginosa* (DIN EN ISO 16266):**

P. aeruginosa war kein Parameter im Ringversuch 3-2014

Legionellen (ISO 11731 und DIN EN ISO 11731-2):

Die Proben für Legionella waren folgendermaßen zusammengesetzt (Messung an je 20 Rückstellproben im Ringversuchslabor):

Gruppe B)	<i>Legionella pneumophila</i> Sero Gr. 1 ca.	27 KBE / 100 ml
Gruppe C)	<i>Legionella pneumophila</i> Sero Gr. 6 ca.	25 KBE / 100 ml

Achtung: für diese Proben wurde nur die Membranfiltration ausgewertet !

Gruppe A)	<i>Legionella pneumophila</i> Sero Gr. 1 ca.	78 KBE / 1 ml
-----------	--	---------------

Achtung: für diese Proben wurde nur der Direktansatz ausgewertet !

Bitte beachten Sie, dass im RV beide Verfahren unabhängig voneinander anzuwenden sind und keine Verrechnungen miteinander durchgeführt werden dürfen!

***Clostridium perfringens* (ISO 14189):**

Die Teilnehmer an diesem Parameter waren auf die Gruppen A, B und C verteilt. In der Gruppe A nahmen 52 Teilnehmer mit dem ISO 14189 (TSC) und 43 Teilnehmer mit dem Verfahren nach TrinkwV 2001 Anl. 5 teil. Alle Teilnehmer der Gruppen B und C waren für das TrinkwV (mCP) Verfahren angemeldet. In der Datei Diagramme-20er-Tests im In-ternet sind nur die Daten aus den TSC-Testen im RV-Labor dargestellt.

Die Proben für *Clostridium perfringens* waren folgendermaßen zusammengesetzt (Messung an je 20 Rückstellproben im Ringversuchslabor, TSC):

Gruppe A)	<i>Clostridium perfringens</i> ca.	44 KBE / 100 ml
Gruppe B)	<i>Clostridium perfringens</i> ca.	81 KBE / 100 ml
Gruppe C)	<i>Clostridium perfringens</i> ca.	27 KBE / 100 ml

3.2 Übersicht über Messungen außerhalb der Sollbereiche

Tab. 3: Messungen außerhalb der Sollbereiche bei mikrob. Parametern im Jahr 2014

Parameter	Fehlbestimmungen in [%]											
	RV 1			RV 2			RV 3			RV 4		
	Ergebnisse [n]	Fehler [n]	Fehler [%]	Ergebnisse [n]	Fehler [n]	Fehler [%]	Ergebnisse [n]	Fehler [n]	Fehler [%]	Ergebnisse [n]	Fehler [n]	Fehler [%]
Koloniezahlen TrinkwV 2001 Anl 5 Idbb	768	35	4,6	698	34	4,9	514	30	5,8			
Koloniezahlen ISO 6222	525	27	5,1	424	21	5,0	335	18	5,3			
<i>E. coli</i>	560	22	3,9	518	17	3,3	382	15	3,9			
Coliforme Bakterien	563	11	1,9	518	26	5,0	384	29	7,6			
Enterokokken	516	29	5,6	438	34	7,8	337	17	5,0			
Legionellen	455	48	10,5	---	---	---	332	35	10,5			
<i>Pseudomonas aeruginosa</i>	467	19	4,1	---	---	---	---	---	---			
<i>Clostridium perfringens</i>	---	---	---	421	38	9,0	282	32	11,3			
EU-Badegewässer <i>E. coli</i>	---	---	---	154	19	12,3	---	---	---			
EU-Badegewässer Enterokokken ISO 7899-1	---	---	---	92	5	5,4	---	---	---			
EU-Badegewässer Enterokokken ISO 7899-2	---	---	---	86	5	5,8	---	---	---			
Bakteriophage	---	---	---	---	---	---	---	---	---			

--- in diesem Ringversuch *nicht angeboten*

3.3 Qualitätssicherung im mikrobiologischen RV Labor

- 1) Zu jedem Parameter und jedem Niveau gibt es Rückstellproben. Nach Aussendung werden hiervon täglich während der gesamten ersten Woche Messungen durchgeführt. Am Tag nach der Aussendung, an dem bei Ihnen in der Regel die Versuche angesetzt werden, werden von jedem mikrobiologischen Parameter und Niveau 20 Parallelmessungen in unserem Ringversuchslabor durchgeführt und in Kontrollkarten dargestellt: *Diagramme Rückstellproben*. An diesen jeweils 20 Rückstellproben (Stichproben) wurde mittels Shapiro-Wilk-Test die Grundgesamtheit auf Normalverteilung geprüft.
- 2) Die Teilnehmerergebnisse werden untersucht, ob es durch den Transport zu ungewöhnlichen Temperaturen in den Proben kommt: *Diagramme-Qualitätskontrolle*.
- 3) Die Teilnehmerergebnisse werden darauf untersucht, ob Einflüsse in Folge der Eingangstemperaturen erkennbar sind. Solche Einflüsse wurden nicht gefunden: *Diagramme-Qualitätskontrolle*.

- 4) Es sind weitere Prüfungen zur Homogenität und Stabilität in der Erprobung, die hier nicht weiter dargestellt werden. Sollten konkrete Auffälligkeiten auftreten erfolgt ggf. eine gezielte Information betroffener Teilnehmer. Sind diese von allgemeinem Interesse würden sie an dieser Stelle diskutiert.

Homogenitäts- und Stabilitätsprüfungen

Die Proben befinden sich vor der Abfüllung in Großbindeeinheiten von üblicherweise 20 Litern. Diese werden bis zur Abfüllung über 3 Tage hinweg kontinuierlich unter Kühlung gerührt, wodurch die Bakterien zu einer möglichst homogenen Verteilung gebracht werden sollen. Die folgenden Prüfungen sind zurzeit in der Erprobung:

Zur Prüfung der Homogenität der Präparation wird u. a. die Standardabweichung der 20er Rückstellteste mit der Vergleichsstandardabweichung der Teilnehmerergebnisse verglichen. Die Standardabweichungen der Rückstellteste im RV-Labor sollte < der Vergleichsstandardabweichungen der Teilnehmer beim entsprechenden Parameter und der jeweiligen Gruppe sein. Diese Anforderung wurde in 14 von 18 Fällen erfüllt.

Abweichungen traten bei den Koloniezahlen (3) auf. Dieses seit langem bekannte Phänomen resultiert daraus, dass von den Teilnehmern i.a.R. gemittelte Werte oder der Medianwert angegeben wird. In RV Labor resultiert die Standardabweichung dagegen aus je 20 Einzeltesten. Die den Enterokokken der Gruppe D ergab sich eine minimale Abweichung. Auswertungen auf die Teilnehmerergebnisse sind nicht zu erwarten.

Die Ergebnisse der Teilnehmer wurden auf **Abfüllhomogenität** geprüft. Dazu wurden die Ergebnisse jeder Gruppe nach Abfüllreihenfolge sortiert und auf Trends oder regelmäßige Muster untersucht. Es zeigten sich keine Auffälligkeiten, die auf eine inhomogene Abfüllung hinwiesen.

Bezüglich der **Stabilität der mikrobiologischen Proben** werden die Medianwerte der Teilnehmerergebnisse mit den Medianwerten der 20 Rückstellproben verglichen. Der Medianwert der Teilnehmerergebnisse sollte dabei vom Medianwert der Rückstellproben um nicht mehr als eine Standardabweichung ($\pm 1s$) abweichen.

Diese Anforderung wurde in 15 von 18 Fällen erfüllt. In zwei Fällen lag der Medianwert der Teilnehmerergebnisse um mehr als eine Standardabweichung über dem Medianwert der Ergebnisse aus dem Ringversuchslabor, in einem Fall darunter. Hieraus resultierende Auswirkungen auf die Bewertung der Teilnehmer sind nicht zu erwarten.

4 Chemischer Teil

Im Ringversuch 3-2014 wurden keine chemischen Parameter angeboten.

5 Ergebnistabellen

Ihre Ergebnisse, Angaben zu den Soll- und Toleranzbereichen, z(u)-Scores sowie Angaben zu Qualitätskontrollen finden Sie in den Auswertungs-Tabellen (*.pdf-Dateien auf der Internet-Seite des NLGA bzw. CD, Tab. 3) sowie in den Grafiken und auf dem Ergebnisblatt (Anlage 1).

Tabelle 5: Dateinamen und Inhalte zum Ringversuch RV 3-2014

Datei (*.pdf)	Inhalt in Stichworten
Abschlussbericht-RV_3-2014	Erläuterungen zur Zusammensetzung der Proben u.a. (Diese geöffnete Datei)
Diagramme-Mikrobiologie-RV_3-2014	Graphische Darstellung der Teilnehmerergebnisse
Tabellen-Mikrobiologie-RV_3-2014	Tabellarische Darstellung der Teilnehmerergebnisse z(u)-Scores sortiert nach gefundener Bakterienanzahl
Diagramme-Qualitätskontrollen-RV_3-2014	Enthält Probenlaufzeiten, mikrobiologische Daten in Abhängigkeit von der Eingangstemperatur etc.
Diagramme-20iger-Test-RV_3-2014	Graphische Darstellung der Auswertung der Rückstellproben im Ringversuchslabor
Sollbereich-Mikrobiologie-RV_3-2014	Zusammenfassung der Sollbereiche aller Gruppen und Parameter in der Mikrobiologie

In den z(u)-Score Tabellen finden Sie bei den Parametern, für die es mehrere Verfahren gibt, unter dem Parameternamen, gruppenbezogen z.B. Coliforme Bakterien a) eine Gesamtauswertung dann b) eine Auswertung bezogen nur auf das Kollektiv für das Referenz-Verfahren (DIN) und dann für das zugelassene alternative Verfahren (hier: Colilert).

Der Anlage 1, die Ihnen mit dem Zertifikat zugesendet wurde, können Sie die Zugehörigkeit zur jeweiligen Gruppe und Ihre 4-stellige Codenummer für diesen Ringversuch entnehmen. Darüber können Sie dann in der Tabellen-Datei bzw. Diagramm-Datei unter Benutzung der Suchfunktion im Acrobat-Reader Ihr Ergebnis sehr schnell finden (siehe Anschreiben).

Mit freundlichem Gruß



Dr. Heinemeyer (Dipl. Biol.)



Dr. S. Gebhardt