*Proficiency Tests*
**DLA**
food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

**Auswertungs-Bericht**
Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 18/2017**

# Lactose und Fructose:

## in „lactosefreiem“ Lebensmittel - Brotbackmischung

Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR
Waldemar-Bonsels-Weg 170
22926 Ahrensburg, Germany

proficiency-testing@dla-lvu.de www.dla-lvu.de

Koordinator der LVU:
Dr. Matthias Besler

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Allgemeine Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**
**General Information on the proficiency test (PT)**

| | |
|---|---|
| *EP-Anbieter*<br>*PT-Provider* | **DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR**<br>Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler<br><br>Waldemar-Bonsels-Weg 170,<br>22926 Ahrensburg, Germany<br><br>Tel. ++49(0)171-1954375<br>Fax. ++49(0)4102-9944976<br>eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de |
| *EP-Nummer*<br>*PT-Number* | DLA 18/2017 |
| *EP-Koordinator*<br>*PT-Coordinator* | Dr. Matthias Besler |
| *Status des EP-Bericht*<br>*Status of PT-Report* | Abschlussbericht / Final report (16. August 2017)<br><br>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen.<br>Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions. |
| *EP-Bericht Freigabe*<br>*PT-Report Authorization* | Dr. Matthias Besler (Technischer Leiter / Technical Manager)<br>- *gezeichnet / signed M. Besler*<br>Dr. Gerhard Wichmann (QM-Beauftragter / Quality Manager)<br>- *gezeichnet / signed G. Wichmann*<br>Datum / Date: 16. August 2017 |
| *Unteraufträge*<br>*Subcontractors* | Die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern wird von DLA im Unterauftrag vergeben.<br>The analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters are subcontracted by DLA. |
| *Vertraulichkeit*<br>*Confidentiality* | Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben.<br>Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant. |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# Inhalt

1. Einleitung.....5
2. Durchführung.....5
2.1 Untersuchungsmaterial.....5
2.1.1 Homogenität.....7
2.1.2 Stabilität.....8
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....8
2.3 Ergebnisübermittlung.....8
3. Auswertung.....9
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....9
3.2 Robuste Standardabweichung.....9
3.3 Wiederholstandardabweichung.....9
3.4 Vergleichsstandabweichung.....10
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....10
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)....11
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....11
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....12
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen .....13
3.7 z-Score.....13
3.8 z'-Score.....15
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....15
3.10 Quotient S*/σpt.....16
3.11 Standardunsicherheit.....16
3.12 Wiederfindungsraten: Dotierung.....16
4. Ergebnisse.....17
4.1 Fructose.....18
4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g).....18
4.1.2 Fructose Probe B (in mg/100g).....21
4.1.3 Fructose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....24
4.2 Lactose.....27
4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B.....27
4.2.2 Lactose Probe B (in mg/100g).....28
4.2.3 Lactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....31
4.2.4 Wiederfindungsraten für Lactose.....34
4.3 Galactose.....35
4.3.1 Galactose Probe A (in mg/100g).....35
4.3.2 Galactose Probe B (in mg/100g).....37
4.3.3 Galactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....39
5. Dokumentation.....41
5.1 Angaben der Teilnehmer.....41
5.1.1 Primärdaten.....41
5.1.2 Analytische Methoden.....50
5.2 Homogenität.....59
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....59
5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....61
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....63

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....64**
**7. Verzeichnis relevanter Literatur.....65**

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 1. Einleitung

Die Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen (LVU) bzw. Eignungsprüfungen (PT) ist ein unverzichtbares Element für das Qualitäts-Management-System eines jeden, mit der Untersuchung von Lebensmitteln, Futtermitteln, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen befassten Labors. Die Durchführung von Laborvergleichsuntersuchungen ermöglicht den teilnehmenden Laboren die eigene analytische Kompetenz unter realen Bedingungen nachzuweisen. Gleichzeitig erhalten sie wertvolle Daten für die erforderliche Verifizierung oder Validierung der durchgeführten Untersuchungsmethode [1, 5].
Das Ziel von DLA ist es, LVU für ausgesuchte Parameter in praxisrelevanten Konzentrationen und Matrices anzubieten.
Durchführung und Auswertung der vorliegenden Laborvergleichsuntersuchung erfolgten nach den technischen Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17043 (2010) und DIN ISO 13528-2009 bzw. ISO 13528-2015 [2, 3].

# 2. Durchführung

## 2.1 Untersuchungsmaterial

Zur Untersuchung wurden zwei verschiedene LVU-Proben mit gleicher Lebensmittelmatrix für den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Lactose/Galactose und Fructose im mg/100g-Bereich und eine Dotierungsniveauprobe mit einfacher Matrix zur Verfügung gestellt. Einer der beiden LVU-Proben (dotierte Probe) sowie der Dotierungsniveauprobe wurden die betreffenden EP-Parameter Lactose und Fructose in ähnlichem Konzentrationsbereich zugesetzt. Die Untersuchungsergebnisse der Dotierungsniveauprobe sollen im Vergleich zur dotierten LVU-Probe die Möglichkeit geben, die Bestimmbarkeit ohne und mit Einfluss der Lebensmittelmatrix bzw. -prozessierung zu charakterisieren.

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um eine handelsübliche lactosefreie Brotbackmischung. Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1).
Nach dem Homogenisieren der Grundmischung wurde die **dotierte Probe B** folgendermaßen hergestellt:
Die Dotierungsmaterialien Lactose und Fructose wurden gemahlen und gesiebt (mesh 400 µm), dann zu einem Aliquot der Grundmatrix gegeben und die Mischung homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix in 3 weiteren Schritten zugegeben und jeweils maschinell homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.
Die **Dotierungsniveauprobe** wurde mit den oben genannten Dotierungsmaterialien unter mehrstufiger Zugabe von Kartoffelpulver bzw. Kartoffelmehl und Homogenisierung hergestellt. Anschließend wurde die gesamte Menge mittels Zentrifugalmühle (mesh 500 µm) gesiebt.
Die Proben A, B und die Dotierungsniveauprobe wurden zu Portionen von ca. 25 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Die Zusammensetzung der LVU-Proben und der Dotierungsniveauprobe ist Tabelle 1 zu entnehmen.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

| **Zutaten** | **Probe A** | **Probe B** | **Dotierungs-niveauprobe** |
|---|---|---|---|
| Backmischung Weißbrot<br>Zutaten: Weizenmehl, Salz, Trockenhefe, Glucose, Zucker, Emulgator: E 481, Malzextrakt (Gerste, Roggen), Mehlbehandslungsmittel: Ascorbinsäure<br>Nährwerte pro 100 g: Protein 12 g, Kohlenhydrate 69 g, Zucker 0,5 g, Fett 1,0 g, Ballaststoffe 4,3 g, Salz 1,9 g | 100 g/100g | 99,6 g/100g | - |
| Kartoffelpulver<br>Zutaten:<br>Kartoffeln, E471, E304, E223, E100 | - | - | 80,7 g/100g |
| Kartoffelmehl | - | - | 19,0 g/100g |
| Lactose | - | 82,0 mg/100g | 78,6 mg/100g |
| Fructose | - | 310 mg/100g ** | 185 mg/100g |

* Alle Gehalte gemäß gravimetrischer Mischung
** Probe B enthält zusätzlich Fructose aus der Matrix Brotbackmischung

***Hinweis:*** *Die metrologische Rückführung von Temperatur, Masse und Volumen bei der Herstellung der LVU-Proben wird mittels DAkkS-kalibrierter Referenzmaterialien gewährleistet.*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

*2.1.1 Homogenität*

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 8-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht. Es handelt sich um eine normierte Methode, die Bestandteil des internationalen GMP-Zertifizierungssystems für Futtermittel ist [14]. Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in µm-Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von ≥ 5% ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von ≥ 25% mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Proben A, B und die Dotierungsniveauprobe hat eine Wahrscheinlichkeit von 13%, 83% bzw. 88% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Es wurden HorRat-Werte von 1,8, 0,90 bzw. 0,80 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung $S_r$ der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** konnte nicht als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen werden, weil jeweils nur ein Ergebnis pro Teilnehmer abgefragt wurde.

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** (Lactose Probe B und Lactose Dotierungsniveauprobe) charakterisiert. Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen für Lactose bei ca. 40% bzw. ca. 26% der Zielstandardabweichungen $\sigma_{pt'}$ (s. 5.2 Homogenität) und sind als normal bzw. niedrig einzustufen, da bei dieser LVU nicht zwei symmetrisch verteilte Proben, sondern nur eine Probe pro Teilnehmer untersucht wurde.

Falls die Kriterien für eine ausreichende Homogenität des Probenmaterials bezüglich eines Parameters nicht erfüllt sind, werden die Auswirkungen auf die Zielstandardabweichung geprüft und ggf. erfolgt die Bewertung der Ergebnisse der Teilnehmer mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes (s. 3.8 und 3.11) [3].

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

### *2.1.2 Stabilität*

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Referenzmaterialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität ($a_W$-Wert < 0,5) eine gute Lagerstabilität bezüglich der Haltbarkeit der Probe (mikrobieller Verderb) und des Gehalts an den EP-Parametern Fructose, Lactose und Galactose. Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

## 2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 17. Kalenderwoche 2017 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien (Probe A, Probe B und Dotierungsniveauprobe) verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 9. Juni 2017.

Mit dem Proben-Anschreiben wurden den Teilnehmern u.a. nachstehende Informationen mitgeteilt:

*Es handelt sich um **zwei unterschiedliche Proben A und B** mit möglichen Gehalten an den Parametern Lactose/Galactose und Fructose im für die Kennzeichnung (von Lactose) relevanten mg/100g Bereich in der Matrix Brotbackmischung. Eine der beiden Proben sowie die "Dotierungsniveauprobe" wurden mit den Zutaten Lactose und Fructose hergestellt. Die **"Dotierungsniveauprobe"** enthält die Parameter in einfacher Matrix **mit ähnlichen Gehalten.** Die Dotierungsniveauprobe soll wie eine normale Probe untersucht werden.*

***Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.***
(siehe Dokumentation unter Punkt 5.3 EP-Informationen)

## 2.3 Ergebnisübermittlung

Die Ergebnisabgabe erfolgte einheitlich mittels an die teilnehmenden Labore übergebenen Übermittlungstabellen (per eMail).
Zur statistischen Auswertung kamen die abschließend als Mittelwert der nummerierten Proben angegebenen Gehalte der Analyten. Für die Berechnung der Wiederhol- und Vergleichsstandabweichung wurden auch die Einzelwerte der Doppelbestimmungen herangezogen.
Abgefragt und dokumentiert wurden Einzelergebnisse, Angaben zur Wiederfindung und Stichpunkte zur durchgeführten Methode.
Falls Teilnehmer mehrere Ergebnisse für denselben Parameter abgegeben haben, die mit unterschiedlichen Methoden erhalten wurden, wurden diese Ergebnisse mit derselben Auswertenummer mit einem Buchstaben als Suffix unter Angabe der jeweiligen Methode ausgewertet.

Von 20 angemeldeten Teilnehmern haben 18 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Ein Teilnehmer hat in Absprache mit DLA verspätet Ergebnisse eingereicht und ein Teilnehmer hat keine Ergebnisse eingereicht.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 3. Auswertung

## 3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

Für die Auswertung wurde als zugewiesener Wert ($X_{pt}$) der robuste Mittelwert der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer"). Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3].

Voraussetzung ist, dass die Mehrzahl der Ergebnisse der teilnehmenden Laboratorien einer Normalverteilung unterliegen bzw. unimodal und symmetrisch verteilt sind. Hierzu erfolgt eine Prüfung der Verteilung u.a. anhand der Kern-Dichte-Schätzung [3, 12].

Falls Hinweise für Quellen von höherer Variabilität, wie z.B. eine bimodale Verteilung der Ergebnisse, vorliegen, werden Ursachen dafür gesucht. In Frage kommt häufig die Verwendung unterschiedlicher Untersuchungsmethoden. Ist dies der Fall, werden nach Möglichkeit getrennte Auswertungen mit eigenen zugewiesenen Werten ($X_{pti}$) vorgenommen.

Die statistische Auswertung erfolgt für alle Parameter, für die mindestens 7 Werte vorliegen.

Die tatsächlichen Messergebnisse sind anzugeben. Einzelergebnisse die außerhalb des angegebenen Messbereiches eines teilnehmenden Labors liegen (z.B. mit der Angabe > 25 mg/kg oder < 2,5 mg/kg) oder die Angabe „0" werden für die statistische Auswertung nicht berücksichtigt [3].

## 3.2 Robuste Standardabweichung

Zum Vergleich mit der Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ (Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) wird die robuste Standardabweichung (S*) der eingesandten Ergebnisse verwendet. Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3].

## 3.3 Wiederholstandardabweichung

Die Wiederholstandardabweichung $S_r$ basiert auf den laborinternen Standardabweichungen der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer, die jeweils unter Wiederholbedingungen, d.h. Analysen an derselben Probe von demselben Bearbeiter mit demselben Gerät im gleichen Labor innerhalb kurzer Zeit, ermittelt wurden. Sie charakterisiert die mittlere Streuung der Ergebnisse innerhalb der Laboratorien [3] und wird von DLA als Hinweis für die Homogenität des Untersuchungsmaterials herangezogen.

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Wiederholstandabweichung $S_r$, auch als Standardabweichung innerhalb der Laboratorien $S_w$ bezeichnet, nach: [3, 4].

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient $VK_r$ bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 3.4 Vergleichsstandabweichung

Die Vergleichsstandabweichung $S_R$ stellt eine laborübergreifende Schätzung der Standardabweichung für die Bestimmung des jeweiligen Parameters anhand der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer dar. Sie berücksichtigt sowohl die Wiederholstandardabweichung als auch die Standardabweichung zwischen den Laboratorien. Vergleichsstandardabweichungen von LVUs können von Vergleichsstandabweichungen von RVs abweichen, da die beteiligten Laboratorien bei LVUs i.d.R. unterschiedliche interne Bedingungen und Methoden zur Bestimmung der Messwerte benutzen. In der vorliegenden Auswertung bezieht sich die Angabe der Vergleichsstandardabweichung daher nicht auf eine spezifische Messmethode, sondern charakterisiert annähernd die Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Laboratorien untereinander. Vorausgesetzt der Einfluss von Homogenität und Stabilität des Probenmaterials sind zu vernachlässigen.

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Vergleichsstandabweichung $S_R$ nach: [3, 4].

Die relative Vergleichsstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient $VK_R$ bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, und die Bedeutung unter 3.9 näher erläutert.

## 3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Auch wenn ein Ergebnis z.B. mit einem Faktor >10 deutlich vom Mittelwert abweicht und einen Einfluss auf die robuste Statistik hat, kann ein Ergebnis von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden [3].

Alle Ergebnisse sollen mit mindestens 2 signifikanten Stellen (gültige Ziffern) angegeben werden. Die Angabe von 3 Stellen ist i.d.R. ausreichend.

Ergebnisse, die mit unterschiedlichen Verfahren erhalten wurden und zu einer erhöhten Variabilität und/oder zu einer bi- oder mehrmodalen Verteilung der Ergebnisse führen, werden separat behandelt oder, wenn dafür zu wenige Ergebnisse vorliegen, ausgeschlossen. Hierfür erfolgt die Prüfung der Ergebnisse anhand der Kern-Dichte-Schätzung [3, 12].

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, werden als Ausreißer eingestuft [3]. Ermittelte Ausreißer werden informativ genannt sofern gleichzeitig der z-Score des Teilnehmers $< -2$ oder $> 2$ ist. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer nicht ausgeschlossen, sofern keine anderen Gründe vorliegen [3].

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

Die Zielstandardabweichung des zugewiesenen Wertes $\sigma_{pt}$ (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) kann nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt werden.

Sofern ein akzeptabler Quotient $S^*/\sigma_{pt}$ vorliegt, wird für die Eignungsbeurteilung bevorzugt die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz verwendet, da diese in der Regel für Auswertungen von Laborvergleichsuntersuchungen, bei denen von den Teilnehmern unterschiedliche Analysenmethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysenmethode ab.
In Fällen, in denen beide o.g. Modelle ungeeignet sind, wird die Zielstandardabweichung anhand von Werten aus Erkenntnissen nach 3.6.3 ermittelt.
Zur Information werden, sofern verfügbar, jeweils die z-Scores beider Modelle in der Auswertung angegeben.

***Zur Bewertung der Ergebnisse wurde in der vorliegenden LVU für die Parameter Fructose und Lactose die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.6.1) verwendet. Zusätzlich wurde für diese EP-Parameter die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).***

***Aufgrund der Anzahl von < 7 wurden die Ergebnisse für Galactose nicht mittels z-Scores bewertet.***

### *3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz*

Anhand der in zahlreichen LVUs für unterschiedliche Parameter und Analysenmethoden erhaltenen statistischen Kenndaten hat Horwitz ein allgemeines Modell für die Schätzung der Vergleichsstandardabweichung $\sigma_R$ abgeleitet [6]. Später wurde das Modell von Thompson für bestimmte Konzentrationsbereiche modifiziert [10]. Die Vergleichsstandardabweichung $\sigma_R$ kann als relative Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ in % des zugewiesenen Wertes verwendet werden und nach untenstehenden Gleichungen berechnet werden [3]. Dabei wird für die Konzentration c der zugewiesene Wert $X_{pt}$ eingesetzt.

| **Gleichungen** | **Konzentrationsbereiche** | **entspricht** |
|---|---|---|
| $\sigma_R = 0{,}22c$ | $c < 1{,}2 \times 10^{-7}$ | < 120 µg/kg |
| $\sigma_R = 0{,}02c^{0{,}8495}$ | $1{,}2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0{,}138$ | ≥ 120 µg/kg |
| $\sigma_R = 0{,}01c^{0{,}5}$ | $c > 0{,}138$ | > 13,8 g/100g |

mit c = Massenanteil des Analyten (als relative Größe, z.B. 1 mg/kg = 1 ppm = $10^{-6}$ kg/kg)

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

*3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision*

Aus der Vergleichstandardabweichung $\sigma_R$ und der Wiederholstandardabweichung $\sigma_r$ eines Versuchs zur Präzision einer Methode (Ringversuch oder LVU) kann unter Berücksichtigung der Anzahl der Wiederholmessungen m der Teilnehmer in der vorliegenden Vergleichsuntersuchung die Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ abgeleitet werden [3]:

$$\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(m - 1/m\right)}$$

Die in Tabelle 2 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen ($RSD_r$) und relativen Vergleichsstandabweichungen ($RSD_R$) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.
Die dort gekennzeichneten resultierenden Zielstandardabweichungen $\sigma_{pt}$ wurden zur Bewertung der Ergebnisse herangezogen bzw. zur Information zusätzlich bei den Kennzahlen angegebenen.

Tabelle 2: Relative Wiederholstandardabweichungen ($RSD_r$) und relative Vergleichsstandabweichungen ($RSD_R$) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ [16-21]

| **Parameter** | **Matrix** | **Mittel -werte** | **$RSD_r$** | **$RSD_R$** | **$\sigma_{pt}$** | **Methode / Literatur** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Fructose | Zwieback | 7,0% | 1,59% | 2,59% | 2,59%[1] | ASU §64 L 48.02.07-1 |
| Lactose | Säuglingsnahrung | 28,7% | 1,66% | 3,33% | 3,33% | ASU §64 L 48.02.07-1 |
| Lactose | "lactosefreie" entrahmte Milch | 0,13% | 20 % | 30 % | 30 % | ASU §64 L 01.00-17 |
| Lactose | "lactosefreie" Milch (3 Proben) | 0,0282%<br>0,0804%<br>0,1257% | 6,74%<br>1,71%<br>6,25% | 10,86%<br>3,95%<br>7,33% | 10,86%[1]<br>3,95%<br>7,33%[1] | ASU §64 L 01.00-90 |
| Lactose | Milch | 4,55% | 0,48% | 1,01% | 1,01% | ISO 22662 |
| Lactose | Sahne | 3,04% | 0,66% | 4,41% | 4,41% | ISO 22662 |
| Lactose | Milchpulver | 44,5% | 0,30% | 2,36% | 2,36% | ISO 22662 |

[1] *in der Auswertung (s. Abschnitt 4) zur Information angegebene Werte, bei Lactose als Mittelwert (9,10%)*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

*3.6.3 Werte aus Erkenntnissen*

Die Zielstandardabweichung kann für die Eignungsbeurteilung auf einen Wert festgesetzt werden, der dem Leistungsfähigkeitsniveau entspricht, das der Koordinator für ein wünschenswertes Ziel für die teilnehmenden Laboratorien hält [3].

In der vorliegenden LVU wurden die Zielstandardabweichungen gemäß 3.6.1 unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit(s. 3.6.8) als geeignet angesehen.

## 3.7 z-Score

Der z-Score wird herangezogen zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore. Er besagt um welches Vielfache der Zielstandardabweichung ($\sigma_{pt}$) das Ergebnis ($x_i$) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert ($X_{pt}$) abweicht [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

$$z_i = \frac{\left(x_i - x_{pt}\right)}{\sigma_{pt}}$$

Die Anforderungen an die Analytik gelten im Allgemeinen als erfüllt, wenn

$$-2 \leq z \leq 2 \ .$$

Der für die Eignungsprüfung gültige z-Score wird in der Auswertung mit z-Score ($\sigma_{pt}$) bezeichnet, während der als z-Score (Info) bezeichnete Wert rein informativen Charakter hat. Die beiden z-Scores werden mit den unterschiedlichen Zielstandardabweichungen nach 3.6 berechnet.

### 3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

Gemäß der ISO 13528 für statistische Verfahren für Eignungsprüfungen wird empfohlen, dass ein Ergebnis, das einen z-Wert > 3,0 oder < - 3,0 ergibt, als „Eingriffssignal" zu werten ist [3]. Gleichermaßen ist ein z-Wert > 2,0 oder < -2,0 als „Warnsignal" zu beurteilen. Ein einzelnes „Eingriffssignal" oder aber „Warnsignale" bei zwei aufeinander folgenden LVU-Runden sind als Beleg dafür zu werten, dass eine Anomalie aufgetreten ist, die untersucht werden muss. Eine Fehler- bzw. Ursachenanalyse kann durch Prüfung des Analysenablaufs inkl. Verständnis und Umsetzung der Messung durch das Personal, Einzelheiten des Messablaufs, Kalibrierung von Geräten und Zusammensetzung von Reagenzien, Übertragungs- bzw. Berechnungsfehler, Richtigkeit und Präzision sowie Einsatz von Referenzmaterial durchgeführt werden. Falls notwendig, muss auf die Probleme durch angemessene Korrekturmaßnahmen reagiert werden [3].

DLA stellt in den z-Score-Abbildungen die Grenzen für die Warn- und Eingriffssignale als gelbe bzw. rote Linien dar. Die jeweiligen Werte haben gemäß ISO 13528 nur Gültigkeit sofern ≥ 10 Ergebnisse vorliegen [3].

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2013 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

| **Parameter** | **Matrix** | **rob. Mittelwert [mg/100g]** | **rob. SD (S*) [mg/100g]** | **rel. SD ($VK_{S*}$) [%]** | **Quotient $S^*/\sigma_{pt'}$** | **DLA-Bericht** |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Fructose | Kekse | 288 | 119 | 41,3 | (9,0)* | DLA 8/2013 (Probe B) |
| Fructose | Knäckebrot | 657 | 30,7 | 4,7 | 1,1* | DLA 8/2014 (Probe B) |
| Fructose | Kekse | 1130 | 122 | 10,8 | 1,7 | DLA 9/2015 (Probe B) |
| Fructose | Brotbackmischung | 880<br>660 | 105<br>187 | 11,9<br>28,3 | 1,6<br>2,1 | DLA 14/2016 (Probe B)** |
| Fructose | Brotbackmischung | 999 | 287 | 28,7 | 2,3 | DLA 18/2017 (Probe B) |
| Lactose | Kekse | 142 | 37,1 | 26,1 | (4,9)* | DLA 8/2013 (Probe A) |
| Lactose | Knäckebrot | 269 | 56,6 | 21,1 | 2,5 | DLA 8/2014 (Probe B) |
| Lactose | Kekse | 116 | 37,3 | 32,2 | 2,8 | DLA 9/2015 (Probe B) |
| Lactose | Brotbackmischung | 154 | 26,7 | 17,3 | 1,6 | DLA 14/2016 (Probe B) |
| Lactose | Brotbackmischung | 77,7 | 10,5 | 13,5 | 1,9 | DLA 18/2017 (Probe B) |

** mit Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$*
*** Angaben für enzymatische (1.Zeile) und andere Methoden (2. Zeile)*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 3.8 z'-Score

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss (s. 3.11). Der z'-Score drückt das Verhältnis der Abweichung des Ergebnisses ($x_i$) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert zur Wurzel aus der Quadratsumme von Zielstandardabweichung ($\sigma_{pt}$) und Standardunsicherheit ($U(x_{pt})$) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

$$z'_i = \frac{x_i - x_{pt}}{\sqrt{\sigma_{pt}^2 + u_{(x_{pt})}^2}}$$

Sofern eine Bewertung der Ergebnisse mittels z'-Score erfolgt, haben wir im Folgenden den Ausdruck im Nenner als Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}'$ definiert.

Die Anforderungen an die Analytik gelten im Allgemeinen als erfüllt, wenn

$$-2 \leq z' \leq 2 \ .$$

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

## 3.9 Variationskoeffizient ($VK_R$)

Der Variationskoeffizient ($VK_R$) der Vergleichspräzision (= relative Vergleichsstandardabweichung) errechnet sich aus der Vergleichsstandabweichung $S_R$ und dem Mittelwert [4, 13]:

$$VK_R = \frac{S_R * 100}{X}$$

Im Gegensatz zur Standardabweichung als ein Maß für die absolute Variabilität gibt der $VK_R$ die relative Variabilität innerhalb eines Datenbereichs an. Während ein niedriger $VK_R$ von z.B. < 5-10% als Beleg für einen homogenen Ergebnissatz gelten kann, deutet ein $VK_R$ von mehr als 50% auf eine „starke Inhomogenität der statistischen Masse" hin, sodass die Eignung für bestimmte Anwendungszwecke wie die Beurteilung von Höchstwertüberschreitungen oder die Leistungsbeurteilung der teilnehmenden Laboratorien ggf. nicht mehr gegeben sein kann [3].

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 3.10 Quotient S*/$\sigma_{pt}$

In Anlehnung an den HorRat-Wert kann die Bewertung einer Laborvergleichsuntersuchung als aussagekräftig gelten, wenn der Quotient von robuster Standardabweichung S* und Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ nicht über 2 liegt. Ein über 2 liegender Wert bedeutet, dass die Präzision nicht zufriedenstellend ist, d.h., dass die Präzision aus analytischen Gründen zu variabel ist oder die festgestellte Variation höher ist als für die angewandte Methode geschätzt wurde. Somit ist eine Vergleichbarkeit der Messergebnisse nicht gewährleistet [3].

## 3.11 Standardunsicherheit

Jeder zugewiesene Wert ist mit einer Standardunsicherheit behaftet, die von der Analysenmethode, Unterschieden der eingesetzten Analysenmethoden, dem Probenmaterial und der Anzahl der Teilnehmer (P) einer LVU beeinflusst wird. Die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes ($U_{(x_{pt})}$) wird für die vorliegende LVU wie folgt berechnet [3]:

$$u_{(x_{pt})} = 1{,}25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

Ist $U_{(x_{pt})} \leq 0{,}3\ \sigma_{pt}$ muss die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes nicht berücksichtigt werden [3]. Ein deutliches Überschreiten des Wertes von 0,3 ist ein Hinweis darauf, dass die Zielstandardabweichung ggf. zu gering für die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes gewählt wurde.

Der Quotient $U_{(x_{pt})}/\sigma_{pt}$ ist in den Kenndaten angegeben.

## 3.12 Wiederfindungsraten: Dotierung

Für die Ergebnisse von Dotierungsniveauprobe und dotierter Probe werden Wiederfindungsraten in Bezug auf die zugesetzte Menge Lactose von DLA berechnet. Die Bezugswerte ergeben sich aus den unter 2.1 Untersuchungsmaterial in Tabelle 1 angegebenen Gehalten. Als Akzeptanzbereich AB für die Bewertung der Teilnehmerergebnisse wurde in Anlehnung an veröffentlichte Methoden ein Bereich von 85 - 115% für die Wiederfindungsraten festgelegt [16-21].
*Für die Lactose-Ergebnisse der Dotierungsniveauprobe und der dotierten Probe wurden anhand der bekannten Zusammensetzung Wiederfindungsraten berechnet und zur Information angegeben. Hierbei erfolgte keine statistische Auswertung. Die angegebenen Wiederfindungsraten dienen ausschließlich einer Einschätzung von Matrix- und/oder Prozessierungseinflüssen.*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 4. Ergebnisse

Alle folgenden Tabellen sind anonymisiert. Den teilnehmenden Instituten wird mit dem Versand dieser Auswertung ihre individuelle Auswertenummer mitgeteilt.

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

| **Kenndaten** |
|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* |
| *Anzahl der Ausreißer* |
| Mittelwert |
| Median |
| Robuster Mittelwert ($X_{pt}$) |
| Robuste Standardabweichung (S*) |
| *Zielkenndaten:* |
| Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ oder $\sigma_{pt}'$ |
| Zielstandardabweichung zur Information |
| untere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} - 2\sigma_{pt}$)* |
| obere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} + 2\sigma_{pt}$)* |
| *Quotient* S*/$\sigma_{pt}$ *oder* S*/$\sigma_{pt}'$ |
| *Standardunsicherheit* $U_{(X_{pt})}$ |
| *Quotient* $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$ *oder* $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$ |
| *Ergebnisse im Zielbereich* |
| *Prozent im Zielbereich* |

* Zielbereich berechnet mit z-Score oder z'-Score

In der unteren Tabelle sind die Ergebnisse der teilnehmenden Labore auf 3 gültige Stellen formatiert dargestellt**:

| **Auswerte-nummer** / **Evaluation number** | **Parameter [Einheit / Unit]** | **Abweichung** / **Deviation** | **z-Score $\sigma_{pt}$** | **z-Score** (Info) | **Hinweis** / **Remark** |
|---|---|---|---|---|---|

** Im Dokumentationsteil sind die Ergebnisse so angegeben wie sie von den Teilnehmern übermittelt wurden.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 4.1 Fructose

## 4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g)

**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 9 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 0 |
| Mittelwert | 762 |
| Median | 802 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **762** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | **354** |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$´** | **151** |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | 17,8 |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | **460** |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | **1060** |
| *Quotient S*/$\sigma_{pt}$´* | *2,3* |
| *Standardunsicherheit $U_{(Xpt)}$* | *148* |
| *Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´* | *1,0* |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | *6* |
| *Prozent im Zielbereich* | *67%* |

*Anmerkungen zu den Kenndaten:*

*Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1)berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 48.02.07-1) angegeben.*

*Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S*/$\sigma_{pt}$´ lag bei 2,3. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres LVUs (vgl. 3.6.3), aber höher als Werte von etablierten, genormten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Der Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´ ist mit 1,0 ebenfalls erhöht. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist eingeschränkt.*

*67% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.*

*Probe A wurde keine Fructose zugesetzt, der Gehalt stammt aus den Zutaten der Grundmatrix (vgl. S. 6.).*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

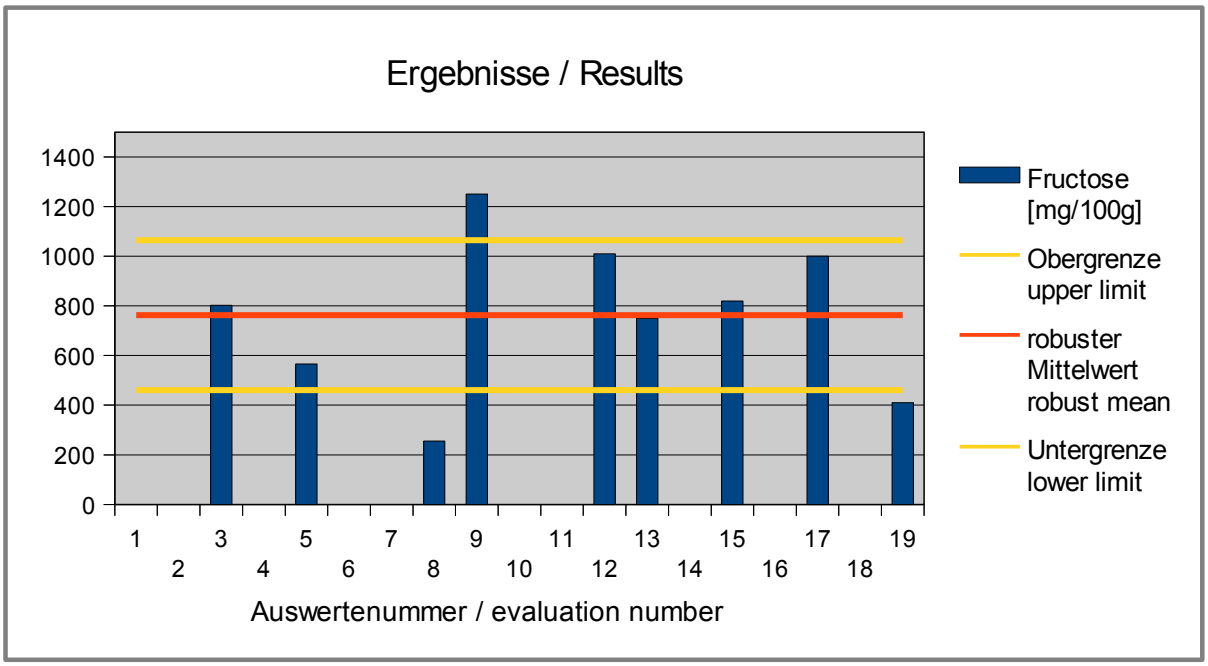


**Abb. / Fig. 1:** Ergebnisse Fructose / Results Fructose

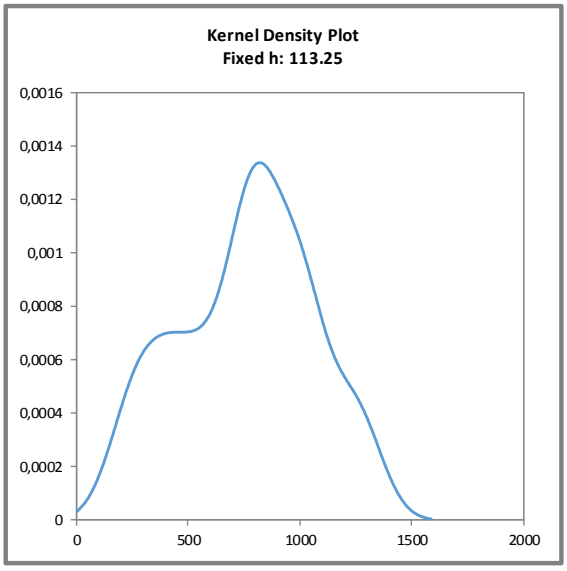


**Abb. / Fig. 2:**
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse
(mit h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ von $X_{pt}$)

Kernel density plot of results
(with h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ of $X_{pt}$)

*Anmerkung:*
Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer Schulter, die auf die zwei Teilnehmerergebnisse unterhalb des Zielbereichs zurückgeht.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer<br>Evaluation number | Fructose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z'-Score<br>($\sigma_{pt}$) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | 802 | 39,6 | 0,26 | 2,2 | |
| 4 | | | | | |
| 5 | 566 | -196 | -1,3 | -11 | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | 255 | -507 | -3,4 | -29 | |
| 9 | 1250 | 488 | 3,2 | 27 | |
| 10 | | | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | 1010 | 248 | 1,6 | 14 | |
| 13 | 750 | -12,4 | -0,08 | -0,7 | |
| 14 | | | | | |
| 15 | 819 | 56,6 | 0,37 | 3,2 | |
| 16 | | | | | |
| 17 | 1000 | 238 | 1,6 | 13 | |
| 18 | | | | | |
| 19 | 410 | -352 | -2,3 | -20 | |

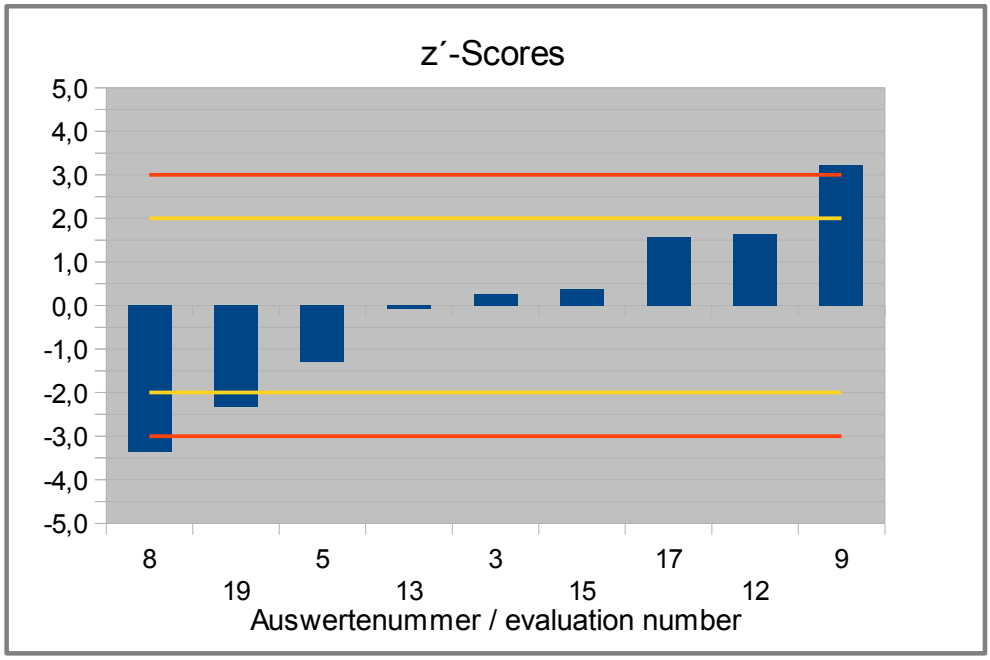


**Abb. / Fig. 3:** Z´-Scores Fructose (Probe A / Sample A)

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

### 4.1.2 Fructose Probe B (in mg/100g)

**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 9 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 0 |
| Mittelwert | 991 |
| Median | 1030 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **999** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | **287** |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$´** | **126** |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | 23,3 |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | **747** |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | **1250** |
| *Quotient S*/$\sigma_{pt}$´* | *2,3* |
| *Standardunsicherheit $U_{(Xpt)}$* | *120* |
| *Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´* | *0,95* |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | *5* |
| *Prozent im Zielbereich* | *56%* |

*Anmerkungen zu den Kenndaten:*

*Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1)berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 48.02.07-1) angegeben.*

*Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S*/$\sigma_{pt}$´ lag bei 2,3. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres LVUs (vgl. 3.6.3), aber höher als Werte von etablierten, genormten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Der Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´ ist mit 0,95 ebenfalls erhöht. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist eingeschränkt.*

*56% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.*

*Die Differenz der robusten Mittelwerte der Teilnehmerergebnisse für Probe A und Probe B (= 237 mg/100g) lag bei 76 % vom Zusatzniveau von Fructose zu Probe B (vgl. S. 6).*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

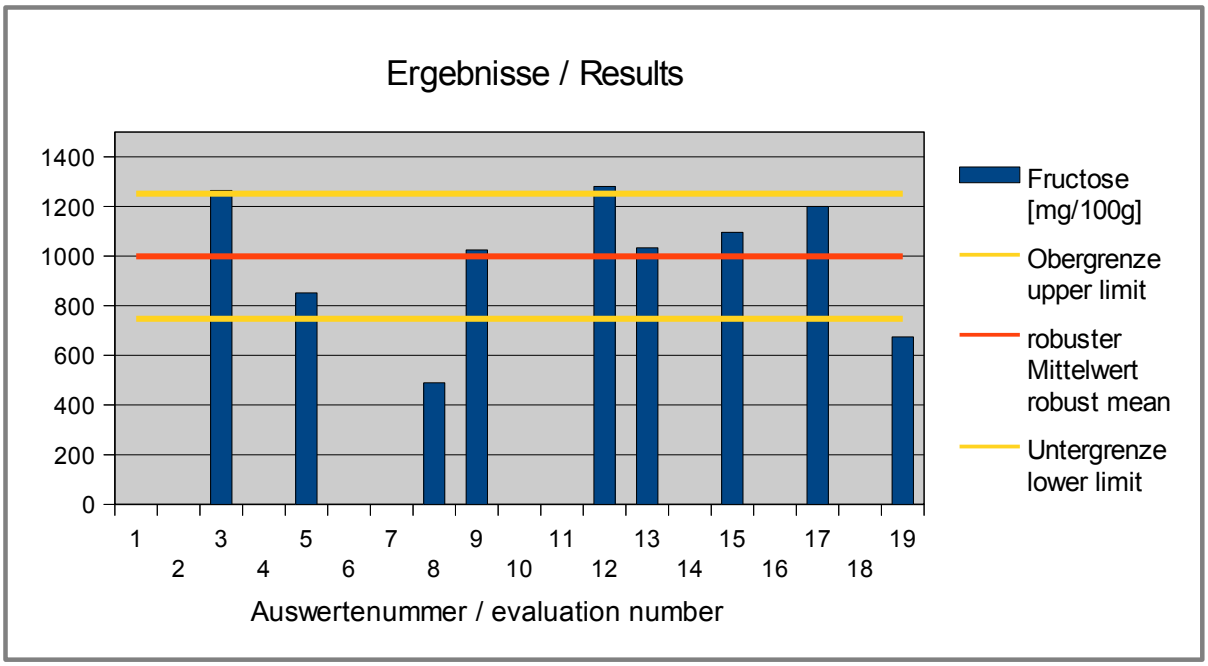


**Abb. / Fig. 4:** Ergebnisse Fructose / Results Fructose

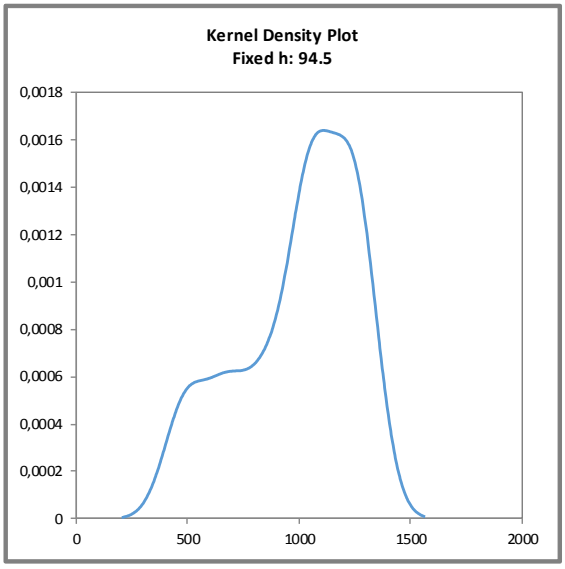


**Abb. / Fig. 5:**
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse
(mit h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ von $X_{pt}$)

Kernel density plot of results
(with h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ of $X_{pt}$)

*Anmerkung:*
Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer Schulter, die auf die zwei Teilnehmerergebnisse unterhalb des Zielbereichs zurückgeht.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer / Evaluation number | Fructose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g] / Deviation [mg/100g] | z'-Score ($\sigma_{pt}$) | z-Score (Info) | Hinweis / Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | 1264 | 265 | 2,1 | 11 | |
| 4 | | | | | |
| 5 | 852 | -147 | -1,2 | -6,3 | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | 490 | -509 | -4,0 | -22 | |
| 9 | 1025 | 25,7 | 0,20 | 1,1 | |
| 10 | | | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | 1280 | 281 | 2,2 | 12 | |
| 13 | 1033 | 33,7 | 0,27 | 1,4 | |
| 14 | | | | | |
| 15 | 1096 | 96,7 | 0,77 | 4,1 | |
| 16 | | | | | |
| 17 | 1200 | 201 | 1,6 | 8,6 | |
| 18 | | | | | |
| 19 | 675 | -324 | -2,6 | -14 | |

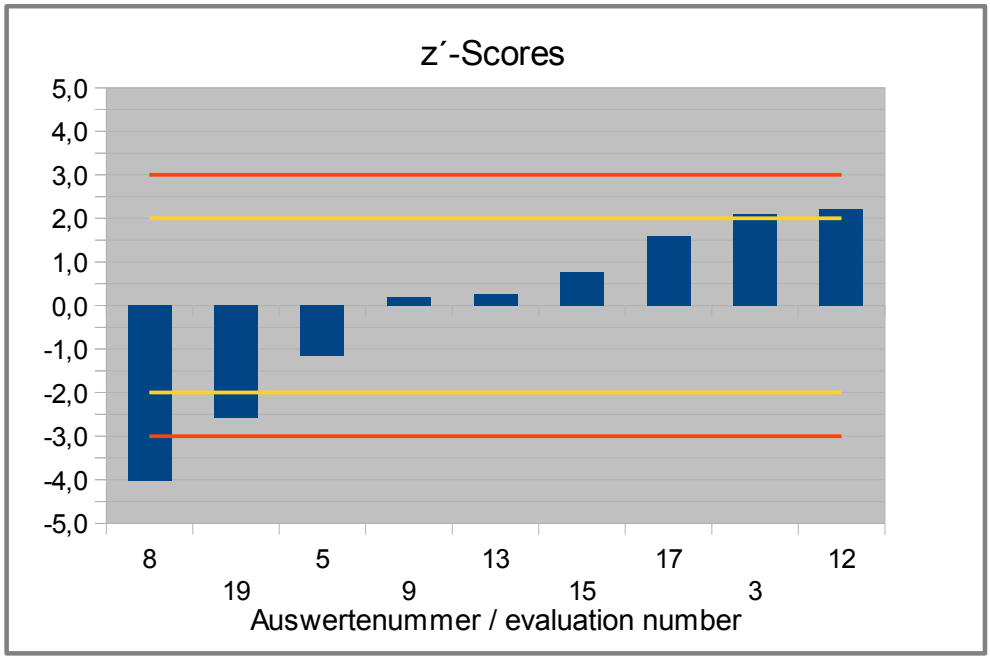


Abb. / Fig. 6: Z´-Scores Fructose (Probe B / Sample B)

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

### 4.1.3 Fructose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)

**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 8 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 0 |
| Mittelwert | 197 |
| Median | 213 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **197** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | **51,9** |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$´** | **25,0** |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | 4,59 |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | **147** |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | **247** |
| *Quotient S*/$\sigma_{pt}$´* | *2,1* |
| *Standardunsicherheit $U_{(Xpt)}$* | *22,9* |
| *Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´* | *0,92* |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | *6* |
| *Prozent im Zielbereich* | *75%* |

*Anmerkungen zu den Kenndaten:*

*Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 48.02.07-1) angegeben.*

*Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S*/$\sigma_{pt}$´ lag bei 2,1. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres LVUs (vgl. 3.6.3), aber höher als Werte von etablierten, genormten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Der Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´ ist mit 0,92 ebenfalls erhöht. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist eingeschränkt.*

*75% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.*

*Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 106 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 6).*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

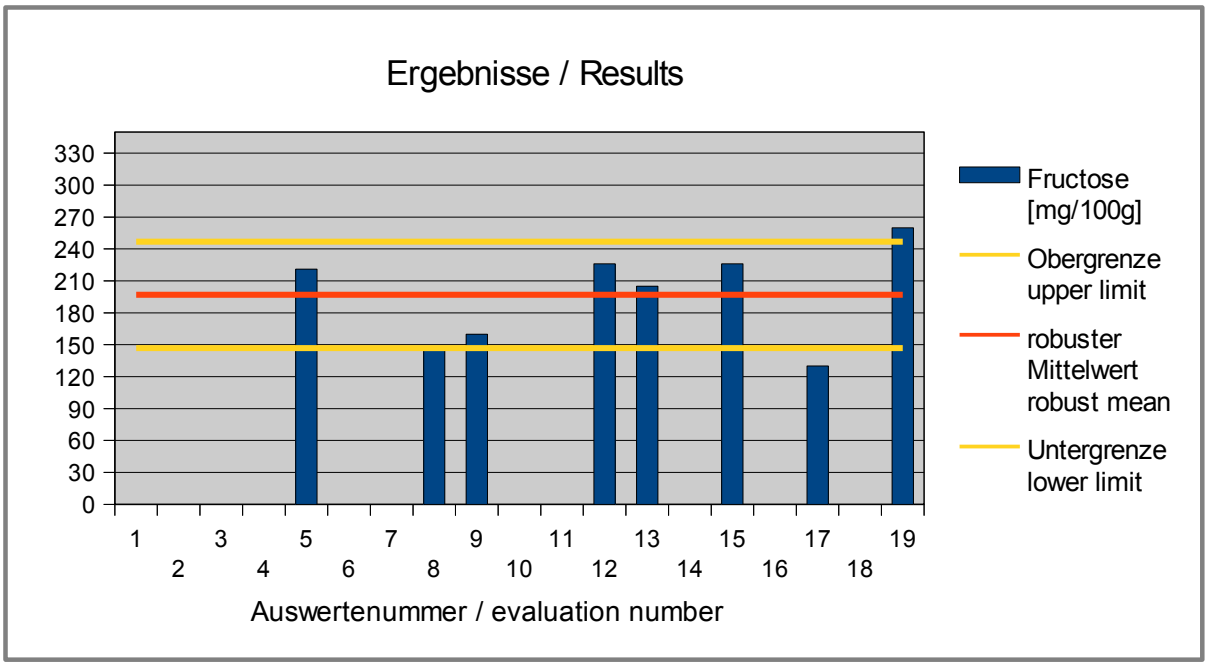


**Abb. / Fig. 7:** Ergebnisse Fructose / Results Fructose

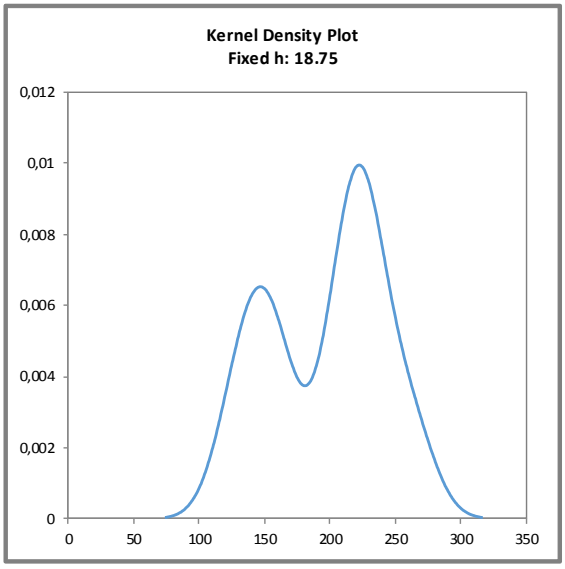


**Abb. / Fig. 8:**
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse
(mit h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ von $X_{pt}$)

Kernel density plot of results
(with h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ of $X_{pt}$)

*Anmerkung:*
Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine zweigipflige Verteilung der Ergebnisse, die nicht eindeutig methodischen Unterschieden zuzuordnen ist. Der kleinere Peak geht auf drei niedrigere Ergebnisse zurückgeht.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer / Evaluation number | Fructose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g] / Deviation [mg/100g] | z'-Score ($\sigma_{pt}$) | z-Score (Info) | Hinweis / Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | 221 | 24,1 | 1,0 | 5,3 | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | 147 | -49,9 | -2,0 | -11 | |
| 9 | 160 | -36,9 | -1,5 | -8,0 | |
| 10 | | | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | 226 | 29,1 | 1,2 | 6,3 | |
| 13 | 205 | 8,13 | 0,32 | 1,8 | |
| 14 | | | | | |
| 15 | 226 | 29,1 | 1,2 | 6,3 | |
| 16 | | | | | |
| 17 | 130 | -66,9 | -2,7 | -15 | |
| 18 | | | | | |
| 19 | 260 | 63,1 | 2,5 | 14 | |
| 20 | | | | | |

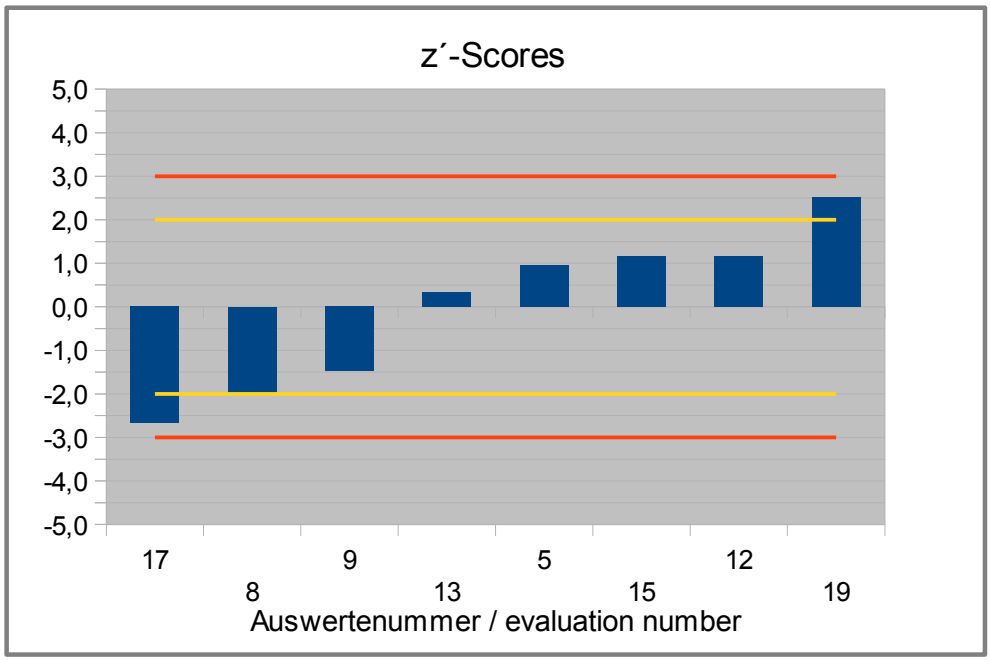


Abb. / Fig. 9: Z´-Scores Fructose

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 4.2 Lactose

## 4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B

## Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

| Auswerte-nummer | Probe A | Probe A | Probe B | Probe B | Qualitative Bewertung | Hinweis |
|---|---|---|---|---|---|---|
| | pos/neg | [mg/100g] | pos/neg | [mg/100g] | Übereinstimmungen mit Konsenswerten | |
| 1 | positiv | 11,7 | positiv | 87,5 | 1/1 (100%) | |
| 2 | negativ | <2 | positiv | 68,8 | 1/1 (100%) | |
| 3 | positiv | <10 | positiv | 64,0 | 1/1 (100%) | |
| 4 | positiv | 113 | positiv | 169 | 1/1 (100%) | |
| 5 | negativ | n.n. | positiv | 78,6 | 1/1 (100%) | |
| 6 | positiv | 2128 | positiv | < 300 | 1/1 (100%) | Proben A + B vertauscht? |
| 7 | negativ | <10 | positiv | 77,0 | 1/1 (100%) | |
| 8 | negativ | n.n. | positiv | 66,0 | 1/1 (100%) | |
| 9 | negativ | <2,0 | positiv | 73,0 | 1/1 (100%) | |
| 10 | negativ | <100 | positiv | 126 | 1/1 (100%) | |
| 11 | negativ | 0 | positiv | 89,6 | 1/1 (100%) | |
| 12 | negativ | < 4 | positiv | 74,0 | 1/1 (100%) | |
| 13 | negativ | <10 | positiv | 76,0 | 1/1 (100%) | |
| 14 | positiv | < BG | positiv | 73,0 | 1/1 (100%) | |
| 15 | negativ | < BG | positiv | 76,0 | 1/1 (100%) | |
| 16 | positiv | < 10 | positiv | 87,0 | 1/1 (100%) | |
| 17 | negativ | | positiv | 76,0 | 1/1 (100%) | |
| 18 | negativ | <10 | positiv | 80,0 | 1/1 (100%) | |
| 19 | negativ | <10 | positiv | 65,0 | 1/1 (100%) | |

| | Probe A | | Probe B | |
|---|---|---|---|---|
| Anzahl positiv | 6 | | 19 | |
| Anzahl negativ | 13 | | 0 | |
| Prozent positiv | 32 | | 100 | |
| Prozent negativ | 68 | | 0 | |
| Konsenswert | keiner | | positiv | |

*Anmerkungen zu den Kenndaten:*
*Für Probe B wurden 100% positive Ergebnisse erhalten. Ein Konsenswert von > 75% wurde für Probe A nicht erhalten. 6 der 19 Teilnehmer haben für Probe A ein positives Ergebnis angegeben. Davon lagen 3 unterhalb der jeweiligen Bestimmungsgrenze und sowie 2 Ergebnisse über 100 mg/100g.*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

### 4.2.2 Lactose Probe B (in mg/100g)

**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 18 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 2 |
| Mittelwert | 83,7 |
| Median | 76,0 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **77,7** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | **10,5** |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$´** | **5,51** |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | 6,10 |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | **66,7** |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | **88,7** |
| *Quotient S*/$\sigma_{pt}$´* | *1,9* |
| *Standardunsicherheit $U_{(Xpt)}$* | *3,09* |
| *Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´* | *0,56* |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | *12* |
| *Prozent im Zielbereich* | *67%* |

*Anmerkungen zu den Kenndaten:*

*Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 01.00-17) angegeben.*

*Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S*/$\sigma_{pt}$´ lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres LVUs (vgl. 3.6.3). Der Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$´ ist mit 0,56 leicht erhöht. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.*

*67% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.*

*Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 95 % vom Zusatzniveau von Lactose zu Probe B (vgl. S. 6).*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

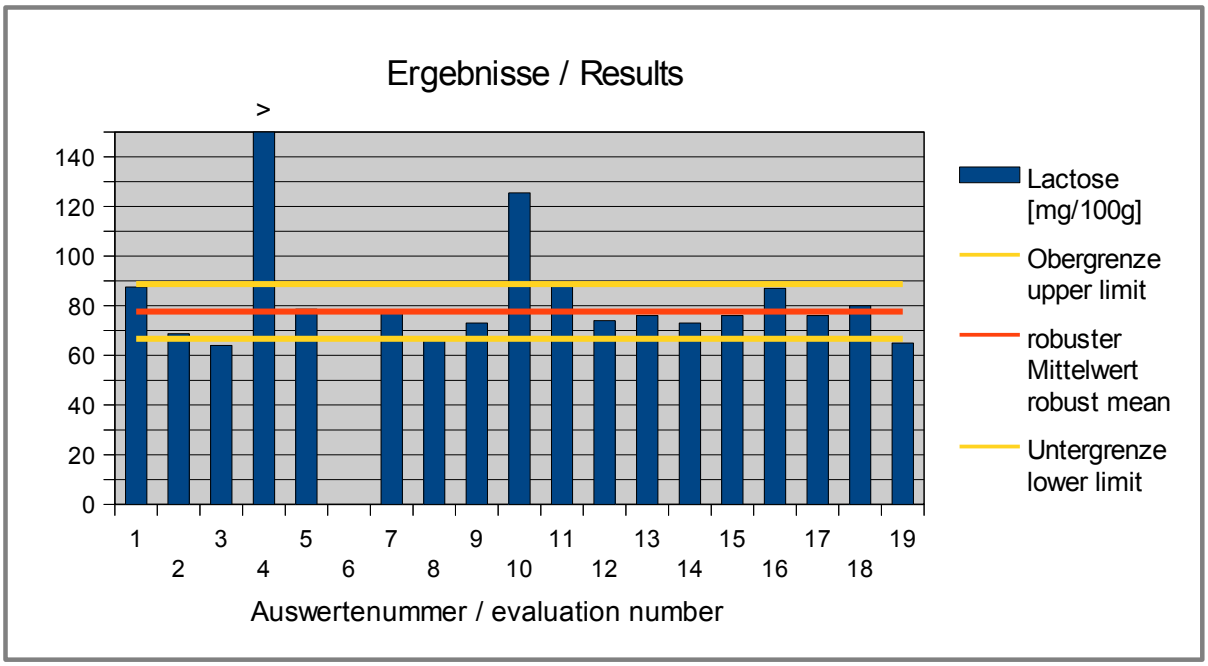


**Abb. / Fig. 10:** Ergebnisse Lactose / Results Lactose

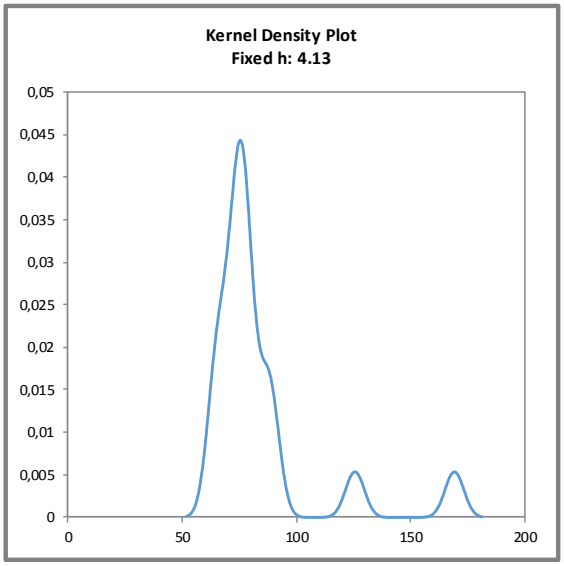


**Abb. / Fig. 11:**
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse
(mit h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ von $X_{pt}$)

Kernel density plot of results
(with h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ of $X_{pt}$)

*Anmerkung:*
Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse mit zwei kleinen Nebenpeaks, die auf zwei Ausreißer zurückgehen.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer<br>Evaluation number | Lactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z'-Score<br>($\sigma_{pt}$) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 87,5 | 9,81 | 1,8 | 1,6 | |
| 2 | 68,8 | -8,89 | -1,6 | -1,5 | |
| 3 | 64,0 | -13,7 | -2,5 | -2,2 | |
| 4 | 169 | 91,3 | 16,6 | 15,0 | Ausreisser / Outlier |
| 5 | 78,6 | 0,913 | 0,2 | 0,1 | |
| 6 | | | | | |
| 7 | 77,0 | -0,687 | -0,1 | -0,1 | |
| 8 | 66,0 | -11,7 | -2,1 | -1,9 | |
| 9 | 73,0 | -4,69 | -0,8 | -0,8 | |
| 10 | 126 | 47,8 | 8,7 | 7,8 | Ausreisser / Outlier |
| 11 | 89,6 | 11,9 | 2,2 | 2,0 | |
| 12 | 74,0 | -3,69 | -0,7 | -0,6 | |
| 13 | 76,0 | -1,69 | -0,3 | -0,3 | |
| 14 | 73,0 | -4,69 | -0,8 | -0,8 | |
| 15 | 76,0 | -1,69 | -0,3 | -0,3 | |
| 16 | 87,0 | 9,31 | 1,7 | 1,5 | |
| 17 | 76,0 | -1,69 | -0,3 | -0,3 | |
| 18 | 80,0 | 2,31 | 0,4 | 0,4 | |
| 19 | 65,0 | -12,7 | -2,3 | -2,1 | |

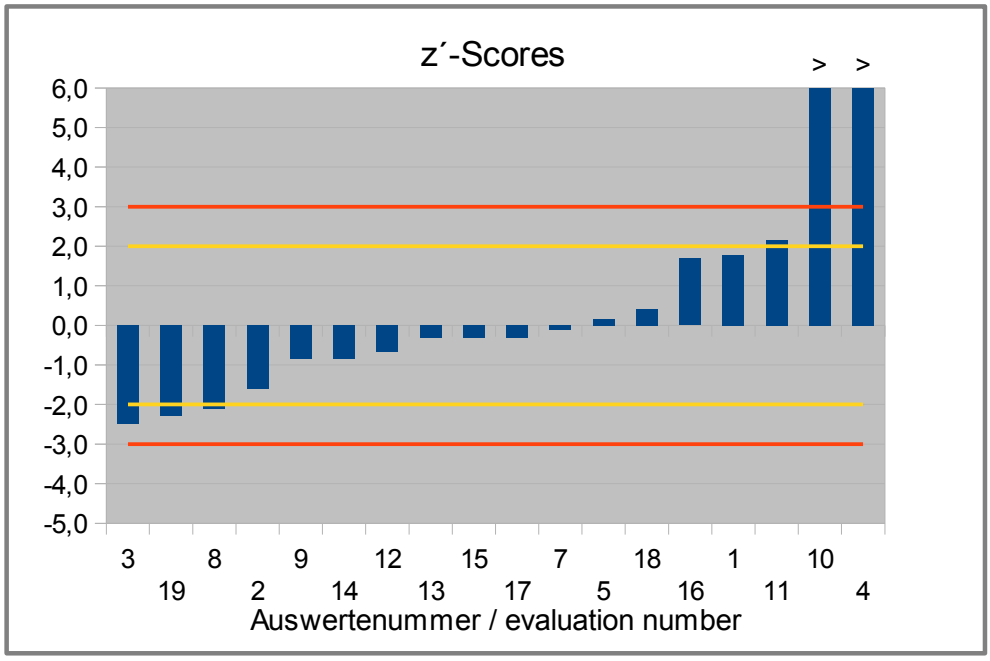


Abb. / Fig. 12: Z´-Scores Lactose (Probe B / Sample B)

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 4.2.3 Lactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)

## Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 17 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 3 |
| Mittelwert | 81,4 |
| Median | 71,1 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **73,9** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | **13,0** |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$** | **5,88** |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | 5,80 |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | **62,1** |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | **85,6** |
| *Quotient $S^*/\sigma_{pt}$* | *2,2* |
| *Standardunsicherheit $U_{(Xpt)}$* | *3,93* |
| *Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}$* | *0,67* |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | *11* |
| *Prozent im Zielbereich* | *65%* |

*Anmerkungen zu den Kenndaten:*

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1)berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung eines Versuchs zur Präzision (*ASU §64 L 01.00-17*) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$ lag bei 2,2. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres LVUs (vgl. 3.6.3). Der Quotient $U_{(Xpt)}/\sigma_{pt}'$ ist mit 0,67 ebenfalls leicht erhöht. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist eingeschränkt.

65% der Ergebnisse lagen im Zielbereich. Ein Ergebnis (Auswertenummer 6) wurde vorab ausgeschlossen.

*Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 94 % vom Zusatzniveau von Lactose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 6).*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

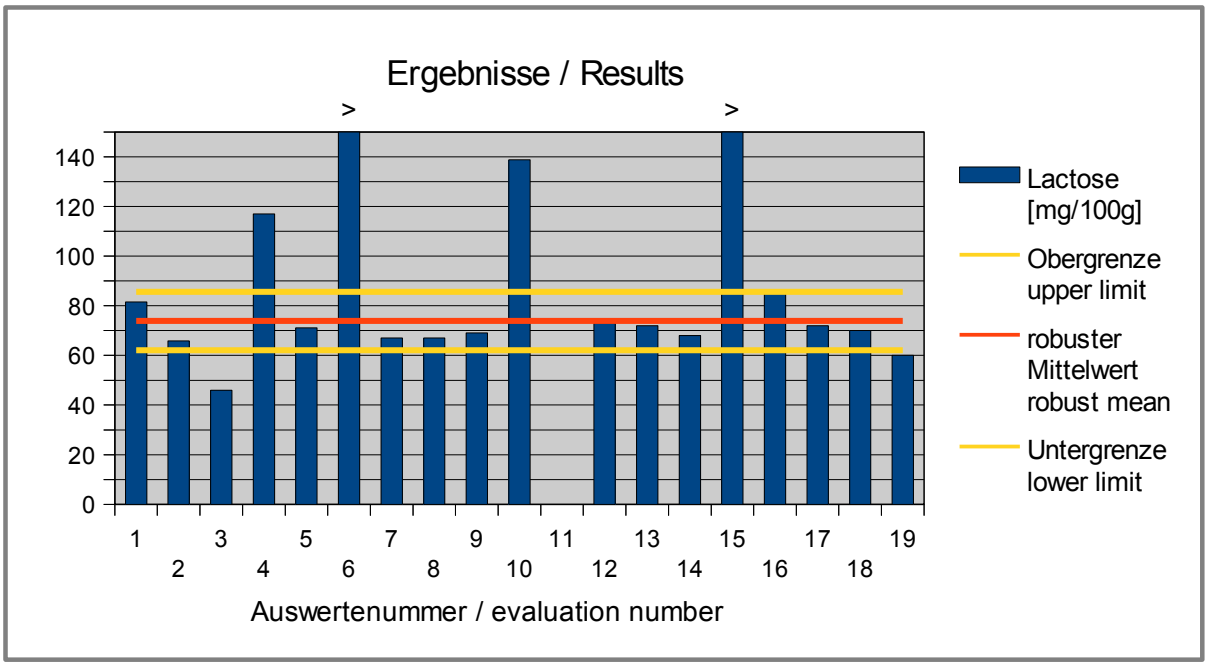


**Abb. / Fig. 13:** Ergebnisse Lactose / Results Lactose

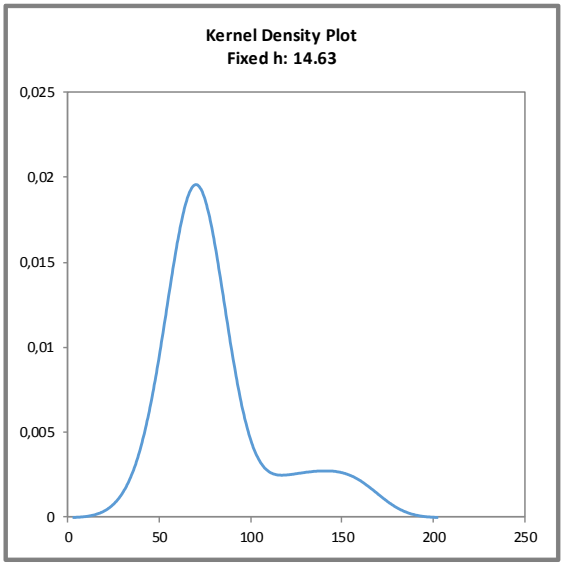


**Abb. / Fig. 14:**
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse
(mit h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ von $X_{pt}$)

Kernel density plot of results
(with h = 0,75 x $\sigma_{pt}$ of $X_{pt}$)

*Anmerkung:*
Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einem Nebenpeak, der auf die drei Ausreißer oberhalb des Zielbereichs zurückgeht.

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer<br>Evaluation number | Lactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z'-Score<br>($\sigma_{pt}$) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 81,5 | 7,62 | 1,3 | 1,3 | |
| 2 | 65,9 | -8,0 | -1,4 | -1,4 | |
| 3 | 46,0 | -27,9 | -4,7 | -4,8 | |
| 4 | 117 | 43,1 | 7,3 | 7,4 | Ausreisser / Outlier |
| 5 | 71,1 | -2,78 | -0,5 | -0,5 | |
| 6 | 5350 | | | | Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded |
| 7 | 67,0 | -6,88 | -1,2 | -1,2 | |
| 8 | 67,0 | -6,88 | -1,2 | -1,2 | |
| 9 | 69,1 | -4,78 | -0,8 | -0,8 | |
| 10 | 139 | 65,0 | 11,0 | 11,2 | Ausreisser / Outlier |
| 11 | | | | | |
| 12 | 73,0 | -0,88 | -0,1 | -0,2 | |
| 13 | 72,0 | -1,88 | -0,3 | -0,3 | |
| 14 | 68,0 | -5,88 | -1,0 | -1,0 | |
| 15 | 159 | 85,1 | 14,5 | 14,7 | Ausreisser / Outlier |
| 16 | 86,0 | 12,12 | 2,1 | 2,1 | |
| 17 | 72,0 | -1,88 | -0,3 | -0,3 | |
| 18 | 70,0 | -3,88 | -0,7 | -0,7 | |
| 19 | 60,0 | -13,9 | -2,4 | -2,4 | |

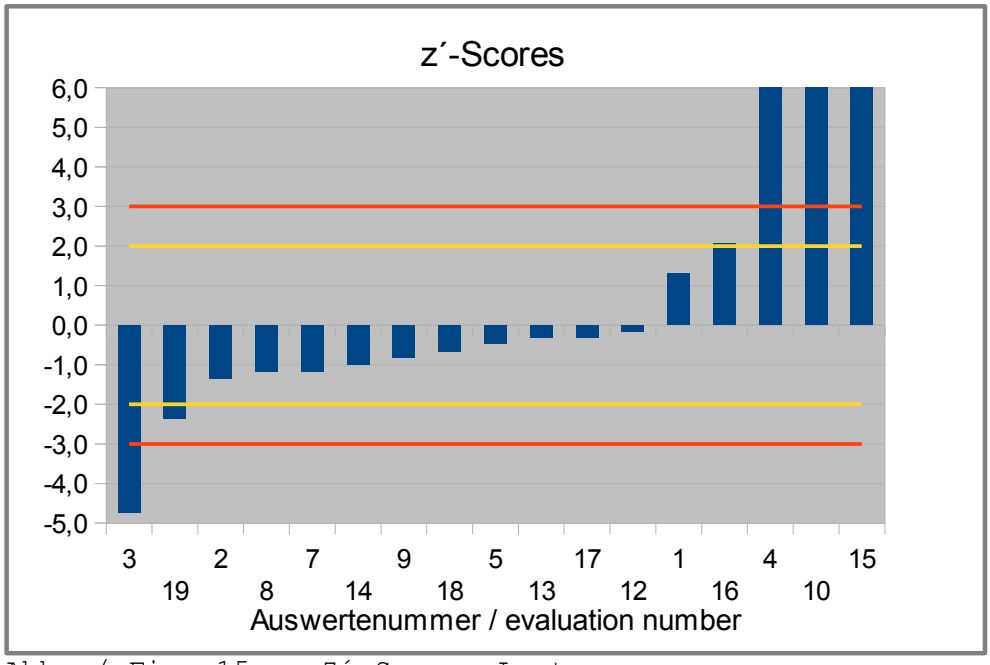


Abb. / Fig. 15: Z´-Scores Lactose

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 4.2.4 Wiederfindungsraten für Lactose

Nachstehend sind die von DLA berechneten Wiederfindungsraten der Teilnehmer-Ergebnisse gegenüber dem Zusatzniveau (Seite 5, Tab. 1) informativ angegeben.

***Dotierungsmniveauprobe und Probe B***

| Auswerte-nummer | Dotierungs-niveauprobe | Wiederfin-dungsrate* | Probe B | Wiederfin-dungsrate* | Hinweis |
|---|---|---|---|---|---|
| | [mg/100g] | [%] | [mg/100g] | [%] | |
| 1 | 81,5 | **104** | 87,5 | **107** | |
| 2 | 65,9 | 84 | 68,8 | 84 | |
| 3 | 46,0 | 59 | 64,0 | 78 | |
| 4 | 117 | 149 | 169 | 206 | |
| 5 | 71,1 | **90** | 78,6 | **96** | |
| 6 | | | | | |
| 7 | 67,0 | **85** | 77,0 | **94** | |
| 8 | 67,0 | **85** | 66,0 | 80 | |
| 9 | 69,1 | **88** | 73,0 | **89** | |
| 10 | 139 | 177 | 126 | 153 | |
| 11 | | | 89,6 | **109** | |
| 12 | 73,0 | **93** | 74,0 | **90** | |
| 13 | 72,0 | **92** | 76,0 | **93** | |
| 14 | 68,0 | **87** | 73,0 | **89** | |
| 15 | 159 | 202 | 76,0 | **93** | |
| 16 | 86,0 | **109** | 87,0 | **106** | |
| 17 | 72,0 | **92** | 76,0 | **93** | |
| 18 | 70,0 | **89** | 80,0 | **98** | |
| 19 | 60,0 | 76 | 65,0 | 79 | |

| AB** | 85-115 % | AB** | 85-115 % |
|---|---|---|---|
| Anzahl im AB | **11** | Anzahl im AB | **12** |
| | | | |
| Prozent im AB | **65** | Prozent im AB | **67** |
| | | | |

* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Lactosegehalte, s. Seite 5

** Akzeptanzbereich s. 3.12 (S. 15)

*Anmerkung:*
*65% der Teilnehmer haben in der Dotierungsniveauprobe eine Wiederfindungsrate im Bereich von 85-115% erhalten. Bei der mit dem Dotierungsmaterial hergestellten Lebensmittel-Probe B lagen 67% der Wiederfindungsraten in diesem Bereich.*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 4.3 Galactose

## 4.3.1 Galactose Probe A (in mg/100g)

### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<7) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 3 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 1 |
| Mittelwert | 145 |
| Median | 9,00 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **23,2** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$** | |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | |
| *Quotient S*/$\sigma_{pt}$* | |
| *Standardunsicherheit $U(x_{pt})$* | |
| *Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$* | |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | |
| *Prozent im Zielbereich* | |

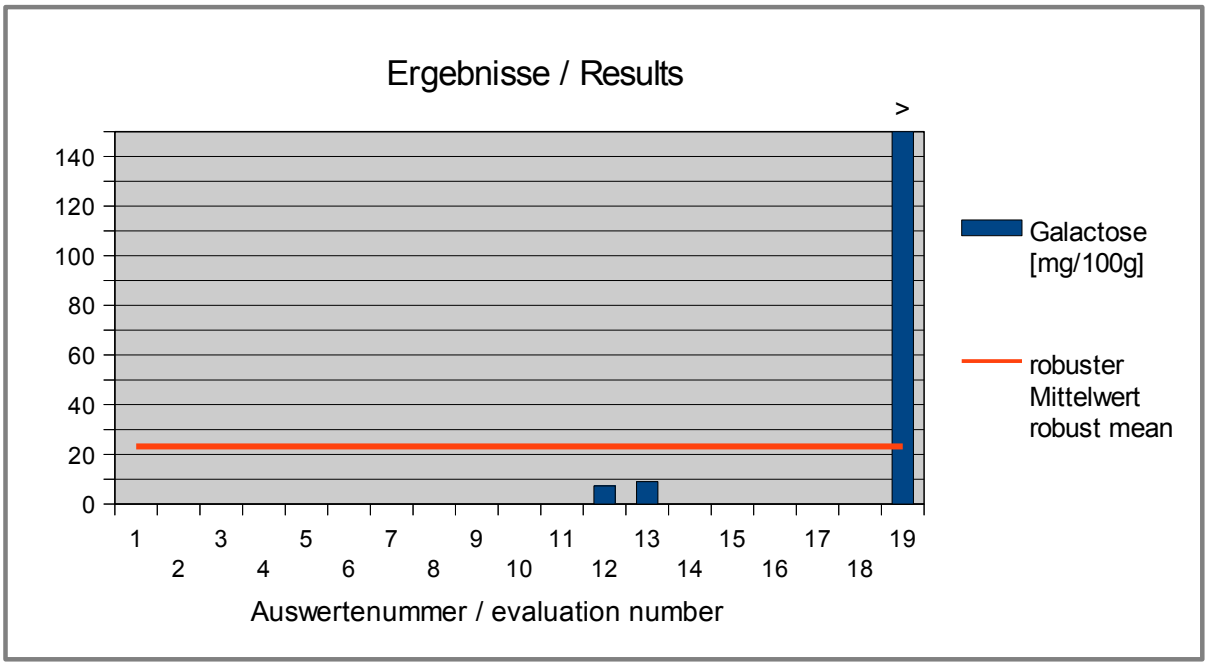


**Abb. / Fig. 16:** Ergebnisse Galactose / Results Galactose

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer<br>Evaluation number | Galactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z-Score<br>($\sigma_{pt}$) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | | | | | |
| 9 | <500 | | | | |
| 10 | | | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | 7,30 | -15,9 | | | |
| 13 | 9,00 | -14,2 | | | |
| 14 | | | | | |
| 15 | <BG | | | | |
| 16 | < 10 | | | | |
| 17 | - | | | | |
| 18 | | | | | |
| 19 | 420 | 397 | | | |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 4.3.2 Galactose Probe B (in mg/100g)

### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<7) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 4 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 1 |
| Mittelwert | 100 |
| Median | 9,65 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **13,9** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$** | |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | |
| *Quotient S*/$\sigma_{pt}$* | |
| *Standardunsicherheit $U(x_{pt})$* | |
| *Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$* | |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | |
| *Prozent im Zielbereich* | |

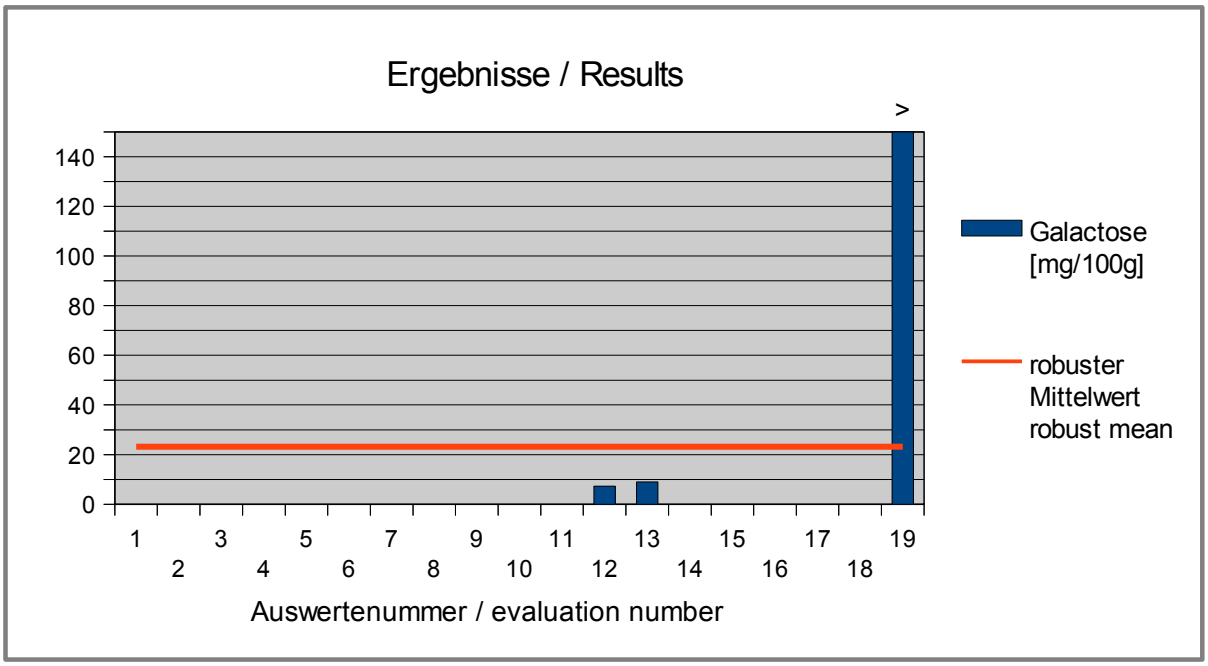


**Abb. / Fig. 17:** Ergebnisse Galactose / Results Galactose

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer<br>Evaluation number | Galactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z-Score<br>($\sigma_{pt}$) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | | | | | |
| 9 | <500 | | | | |
| 10 | | | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | 8,30 | -5,60 | | | |
| 13 | 11,0 | -2,90 | | | |
| 14 | | | | | |
| 15 | <BG | | | | |
| 16 | < 10 | | | | |
| 17 | 6,00 | -7,90 | | | |
| 18 | | | | | |
| 19 | 375 | 361 | | | |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 4.3.3 Galactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)

### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden Ergebnisse (<7) wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

| **Kenndaten** | |
|---|---|
| *Anzahl der Messergebnisse* | 2 |
| *Anzahl der Ausreißer* | 0 |
| Mittelwert | 37,9 |
| Median | 37,9 |
| **Robuster Mittelwert ($x_{pt}$)** | **37,9** |
| **Robuste Standardabweichung (S*)** | |
| *Zielkenndaten:* | |
| **Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$** | |
| Zielstandardabweichung (zur Information) | |
| **Untere Grenze des Zielbereichs** | |
| **Obere Grenze des Zielbereichs** | |
| *Quotient S*/$\sigma_{pt}$* | |
| *Standardunsicherheit $U(x_{pt})$* | |
| *Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$* | |
| *Ergebnisse im Zielbereich* | |
| *Prozent im Zielbereich* | |

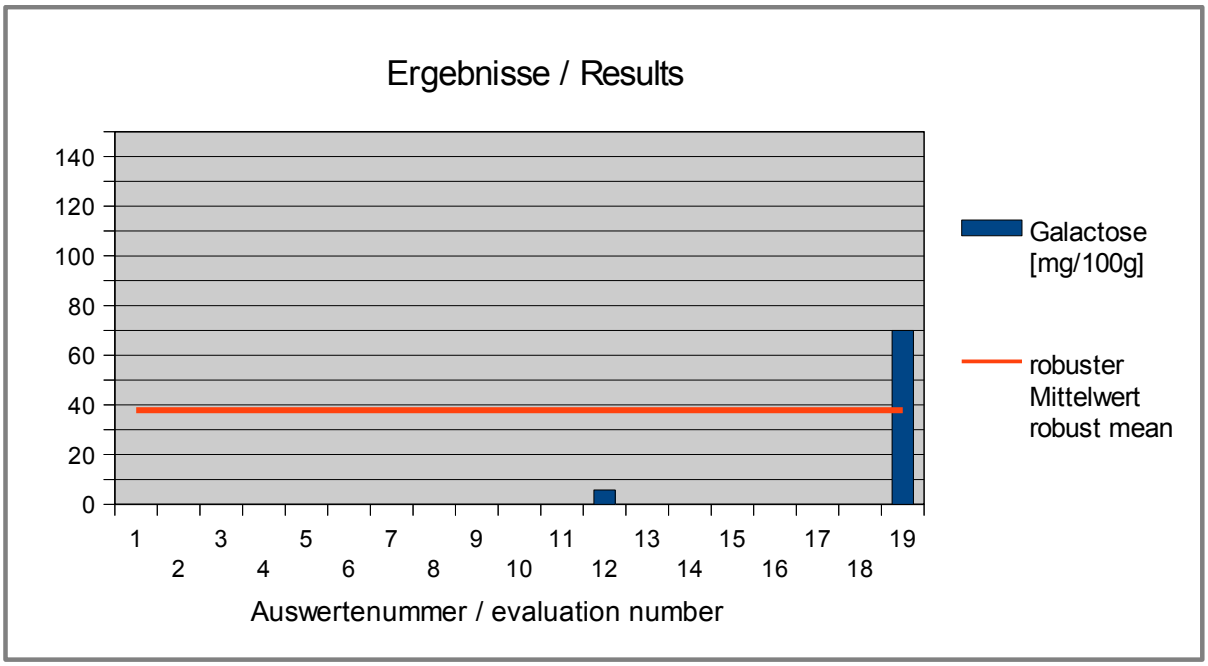


**Abb. / Fig. 18:** Ergebnisse Galactose / Results Galactose

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Ergebnisse der Teilnehmer:**
**Results of Participants:**

| Auswerte-nummer<br>Evaluation number | Galactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z-Score<br>($\sigma_{pt}$) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | | | | | |
| 9 | <500 | | | | |
| 10 | | | | | |
| 11 | | | | | |
| 12 | 5,80 | -32,1 | | | |
| 13 | <10 | | | | |
| 14 | | | | | |
| 15 | <BG | | | | |
| 16 | < 20 | | | | |
| 17 | | | | | |
| 18 | | | | | |
| 19 | 70,0 | 32,1 | | | |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 5. Dokumentation

Hinweis: Angaben in englischer Sprache wurden von DLA nach bestem Wissen ins Deutsche übersetzt (ohne Gewähr der Richtigkeit).

## 5.1 Angaben der Teilnehmer

### 5.1.1 Primärdaten

**Fructose Probe A**

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Fructose | 1 | mg/100g | ? | | | | | | | |
| | 2 | mg/100g | 24 | | | | | | | |
| | 3 | mg/100g | 23 | | 802 | ja | 100 | | nein | |
| | 4 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 5 | mg/100g | 49 | 42893 | 566 | ja | 2,7 | 9,3 | nein | entfällt |
| | 6 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | | | | | | | |
| | 8 | mg/100g | 35 | 09.+15.05. | 255 | ja | 3 | 10 | nein | |
| | 9 | mg/100g | 50 | 42870 | 1250 | ja | - | 50 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Probe A | | | | | | | |
| | 11 | mg/100g | 22 | | | | | | | |
| | 12 | mg/100g | 55 | | 1010 | ja | | 100 | nein | - |
| | 13 | mg/100g | 38/18 | 31.5. | 750 | ja | | 100 | | |
| | 14 | mg/100g | | | | nein | | | | |
| | 15 | mg/100g | | 08.05. | 819 | ja | 10 | 30 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 31 | | | | | | | |
| | 17 | mg/100g | 57 | 02.05-15.05 | 1000 | ja | 110 | 120 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 12 | | | | | | | |
| | 19 | mg/100g | 19 | 07. Jun | 410 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Fructose Probe B**

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Fructose | 1 | mg/100g | ? | | | | | | | |
| | 2 | mg/100g | 59 | | | | | | | |
| | 3 | mg/100g | 56 | | 1264 | ja | 100 | | nein | |
| | 4 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 5 | mg/100g | 33 | 42893 | 852 | ja | 2,7 | 9,3 | nein | entfällt |
| | 6 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | | | | | | | |
| | 8 | mg/100g | 5 | 09.+15.05. | 490 | ja | 3 | 10 | nein | |
| | 9 | mg/100g | 4 | 42870 | 1025 | ja | - | 50 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Probe B | | | | | | | |
| | 11 | mg/100g | 12 | | | | | | | |
| | 12 | mg/100g | 61 | | 1280 | ja | | 100 | nein | - |
| | 13 | mg/100g | 66/13 | 31.5. | 1033 | ja | | 100 | | |
| | 14 | mg/100g | | | | nein | | | | |
| | 15 | mg/100g | | 08.05. | 1096 | ja | 10 | 30 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 65 | | | | | | | |
| | 17 | mg/100g | 20 | 02.05-15.05 | 1200 | ja | 110 | 120 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 2 | | | | | | | |
| | 19 | mg/100g | 70 | 07. Jun | 675 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Fructose Dotierungsniveauprobe

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate** [%] |
| Fructose | 1 | mg/100g | ? | | | | | | | |
| | 2 | mg/100g | 53 | | | | | | | |
| | 3 | mg/100g | 2 | | | | | | | |
| | 4 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 5 | mg/100g | 26 | 42893 | 221 | ja | 2,7 | 9,3 | nein | entfällt |
| | 6 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | | | | | | | |
| | 8 | mg/100g | 9 | 29.05. | 147 | ja | 3 | 10 | nein | |
| | 9 | mg/100g | 31 | 15. Mai | 160 | ja | - | 50 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Dotierungsniveauprobe | | | | | | | |
| | 11 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 12 | mg/100g | 37 | | 226 | ja | | 100 | nein | - |
| | 13 | mg/100g | 43/08 | 31.5. | 205 | ja | | 100 | | |
| | 14 | mg/100g | | | | nein | | | | |
| | 15 | mg/100g | 18/2017 | 08.05. | 226 | ja | 10 | 30 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 15 | | | | | | | |
| | 17 | mg/100g | 60 | 02.05-15.05 | 130 | ja | 110 | 120 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 71 | | | | | | | |
| | 19 | mg/100g | 22 | 07. Jun | 260 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Lactose Probe A

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Lactose | 1 | mg/100g | ? | 42870 | 11,7 | ja | 0,6 mg/100g | 1,8 mg/100g | nein | 101,7 |
| | 2 | mg/100g | 24 | 42895 | <2 | | 2 | 5 | | |
| | 3 | mg/100g | 23 | | <10 | ja | 10 | | nein | |
| | 4 | mg/100g | | 42893 | 113 | ja | 3 | 5 | nein | |
| | 5 | mg/100g | 49 | 42893 | n.n. | nein | 4,1 | 14,8 | nein | entfällt |
| | 6 | mg/100g | | 42884 | 2128,1 | ja | 300 | 300 | nein | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | 42885 | <10 | nein | | | | |
| | 8 | mg/100g | 35 | 09.+15.05. | n.n. | nein | 3 | 10 | nein | |
| | 9 | mg/100g | 50 | 42883 | <2,0 | nein | - | 2 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Probe A | 42894 | <100 | nein | | <100 | | |
| | 11 | mg/100g | 22 | 42880 | 0 | nein | | 2 | ja | 99 |
| | 12 | mg/100g | 55 | 3.5.17 und 18.5.17 | < 4 | nein | | 4 | ja | 102 bzw. 101 |
| | 13 | mg/100g | 38/18 | 19.5. | <10 | nein | | 10 | | |
| | 14 | mg/100g | | 42881 | < LQ | ja | 0,5 | 1 | nein | 98,9 |
| | 15 | mg/100g | | 08.05. | <BG | nein | 10 | 30 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 31 | 31/05 | < 10 | ja | 2 | 10 | nein | 81 |
| | 17 | mg/100g | 57 | 02.05-15.05 | | nein | 7 | 10 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 12 | 24.05./31.5.2017 | <10 | nein | 10 | 20 | nein | 100,48 |
| | 19 | mg/100g | 19 | 07. Jun | <10 | nein | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Lactose Probe B

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Lactose | 1 | mg/100g | ? | 42870 | 87,5 | ja | 0,6 mg/100g | 1,8 mg/100g | nein | 101,7 |
| | 2 | mg/100g | 59 | 42895 | 68,8 | | 2 | 5 | | |
| | 3 | mg/100g | 56 | | 64 | ja | 10 | | nein | |
| | 4 | mg/100g | | 42893 | 169 | ja | 3 | 5 | nein | |
| | 5 | mg/100g | 33 | 42893 | 78,6 | ja | 4,1 | 14,8 | nein | entfällt |
| | 6 | mg/100g | | 42884 | <300 | ja | 300 | 300 | nein | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | 42885 | 77 | ja | | | | |
| | 8 | mg/100g | 5 | 29.05. | 66 | ja | 3 | 10 | nein | |
| | 9 | mg/100g | 4 | 42883 | 73 | ja | - | 2 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Probe B | 42894 | 125,51 | ja | | <100 | | |
| | 11 | mg/100g | 12 | 42880 | 89,6 | ja | | 2 | ja | 99 |
| | 12 | mg/100g | 61 | 3.5.17 und 18.5.17 | 74 | ja | | 4 | ja | 102 bzw. 101 |
| | 13 | mg/100g | 66/13 | 19.5. | 76 | ja | | 10 | | |
| | 14 | mg/100g | | 42881 | 73 | ja | 0,5 | 1 | nein | |
| | 15 | mg/100g | | 08.05. | 76 | ja | 10 | 30 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 65 | 31/05 | 87 | ja | 2 | 10 | nein | 125 |
| | 17 | mg/100g | 20 | 02.05-15.05 | 76 | ja | 7 | 10 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 2 | 24.05./31.5.2017 | 80 | ja | 10 | 20 | nein | 100,48 |
| | 19 | mg/100g | 70 | 07. Jun | 65 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Lactose Dotierungsniveauprobe

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Lactose | 1 | mg/100g | ? | 42870 | 81,5 | ja | 0,6 mg/100g | 1,8 mg/100g | nein | 101,7 |
| | 2 | mg/100g | 53 | 42895 | 65,9 | | | | | |
| | 3 | mg/100g | 2 | | 46 | ja | 10 | | nein | |
| | 4 | mg/100g | | 42893 | 117 | ja | 3 | 5 | nein | |
| | 5 | mg/100g | 26 | 42893 | 71,1 | ja | 4,1 | 14,8 | nein | entfällt |
| | 6 | mg/100g | | 42884 | 5349,9 | ja | 300 | 300 | nein | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | 42885 | 67 | ja | | | | |
| | 8 | mg/100g | 9 | 29.05. | 67 | ja | 3 | 10 | nein | |
| | 9 | mg/100g | 31 | 42883 | 69,1 | ja | - | 2 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Dotierungs-niveauprobe | 42894 | 138,83 | ja | | <100 | | |
| | 11 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 12 | mg/100g | 37 | 3.5.17 und 18.5.17 | 73 | ja | | 4 | ja | 102 bis 101 |
| | 13 | mg/100g | 43/08 | 19.5. | 72 | ja | | 10 | | |
| | 14 | mg/100g | | 42881 | 68 | ja | 0,5 | 1 | nein | |
| | 15 | mg/100g | 18/2017 | 06.06. | 159 | ja | 10 | 30 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 15 | 31/05 | 86 | ja | 4 | 20 | nein | 103 |
| | 17 | mg/100g | 60 | 02.05-15.05 | 72 | ja | 7 | 10 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 71 | 24.05./31.5.2017 | 70 | ja | 10 | 20 | nein | 100,48 |
| | 19 | mg/100g | 22 | 07. Jun | 60 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Galactose Probe A

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Galactose | 1 | mg/100g | ? | | | | | | | |
| | 2 | mg/100g | 24 | | | | | | | |
| | 3 | mg/100g | 23 | | | | | | | |
| | 4 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 5 | mg/100g | 49 | | | | | | | |
| | 6 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | | | | | | | |
| | 8 | mg/100g | 35 | | | | | | | |
| | 9 | mg/100g | 50 | 42870 | <500 | nein | - | 500 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Probe A | | | | | | | |
| | 11 | mg/100g | 22 | | | | | | | |
| | 12 | mg/100g | 55 | | 7,3 | ja | | 2 | ja | - |
| | 13 | mg/100g | 38/18 | 19.5. | 9 | ja | | 10 | | |
| | 14 | mg/100g | | | | nein | | | | |
| | 15 | mg/100g | | 08.05. | <BG | nein | 20 | 60 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 31 | 31/05 | < 10 | ja | 2 | 10 | nein | |
| | 17 | mg/100g | 57 | 02.05-15.05 | - | | | | | - |
| | 18 | mg/100g | 12 | | | | | | | |
| | 19 | mg/100g | 19 | 07. Jun | 420 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Galactose Probe B

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Galactose | 1 | mg/100g | ? | | | | | | | |
| | 2 | mg/100g | 59 | | | | | | | |
| | 3 | mg/100g | 56 | | | | | | | |
| | 4 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 5 | mg/100g | 33 | | | | | | | |
| | 6 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | | | | | | | |
| | 8 | mg/100g | 5 | | | | | | | |
| | 9 | mg/100g | 4 | 42870 | <500 | nein | - | 500 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Probe B | | | | | | | |
| | 11 | mg/100g | 12 | | | | | | | |
| | 12 | mg/100g | 61 | | 8,3 | ja | | 2 | ja | - |
| | 13 | mg/100g | 66/13 | 19.5. | 11 | ja | | 10 | | |
| | 14 | mg/100g | | | | nein | | | | |
| | 15 | mg/100g | | 08.05. | <BG | nein | 20 | 60 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 65 | 31/05 | < 10 | ja | 2 | 10 | nein | |
| | 17 | mg/100g | 20 | 02.05-15.05 | 6 | ja | 4 | 5 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 2 | | | | | | | |
| | 19 | mg/100g | 70 | 07. Jun | 375 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Galactose Dotierungsniveauprobe

| Parameter | Teilnehmer | Einheit | Proben-Nr. | Datum d. Analyse | Nach-weisbar | NWG | BG | Ergebnis | Inkl. WF | Wiederfin-dungsrate [%] |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Unit** | **Sample-No.** | **Date of ana-lysis** | **Detecta-ble** | **LOD** | **LOQ** | **Result** | **Incl. RR** | **Recovery rate [%]** |
| Galactose | 1 | mg/100g | ? | | | | | | | |
| | 2 | mg/100g | 53 | | | | | | | |
| | 3 | mg/100g | 2 | | | | | | | |
| | 4 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 5 | mg/100g | 26 | | | | | | | |
| | 6 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 7 | mg/100g | 18-2017 | | | | | | | |
| | 8 | mg/100g | 9 | | | | | | | |
| | 9 | mg/100g | 31 | 42870 | <500 | nein | - | 500 | nein | - |
| | 10 | mg/100g | Dotierungsniveauprobe | | | | | | | |
| | 11 | mg/100g | | | | | | | | |
| | 12 | mg/100g | 37 | | 5,8 | ja | | 2 | ja | - |
| | 13 | mg/100g | 43/08 | 19.5. | <10 | nein | | 10 | | |
| | 14 | mg/100g | | | | nein | | | | |
| | 15 | mg/100g | 18/2017 | 06.06. | <BG | nein | 20 | 60 | nein | |
| | 16 | mg/100g | 15 | 31/05 | < 20 | ja | 4 | 20 | nein | |
| | 17 | mg/100g | 60 | 02.05-15.05 | | nein | 4 | 5 | nein | - |
| | 18 | mg/100g | 71 | | | | | | | |
| | 19 | mg/100g | 22 | 07. Jun | 70 | ja | 5 | 10 | - | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 5.1.2 Analytische Methoden

### Fructose Probe A

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Referenzmate-rial | Wiederfin-dung mit glei-cher Matrix | Methode akkre-ditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Analyte | Partici-pant | Method description as in test report / norm / literature | Sample preparation | Measuring method | Calibration / Re-ference materi-al | Recovery with same matrix | Method accredi-ted | Further remarks |
| Fructose Probe A / Sample A | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | enzymatisch | | | ja | |
| | 4 | | | | | | | |
| | 5 | Bestimmung von Lactose in lactosefreien Produkten mittels Ionenchromatografie | 1,0 g Einwaage, Carrez-Klärung, 100 ml Endvolumen, Filtration | IC mit amperometrischer Detektion | Externe Einpunkt-Kalibrierung | entfällt | nein | |
| | 6 | | | | | | | |
| | 7 | | | | | | | |
| | 8 | Ionenchromatographie | Herstellung eines wässrigen Extraktes, 70°C | IC mit Dialyse, gepulster amperometrischer Detektor | Sigma Aldrich, F0127-100G | | ja | NG+BG ermittelt aus matrixfreien Kalibrierlösungen |
| | 9 | HPAE-PAD - interne Methode PNTA0179 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | ja | |
| | 10 | | | | | | | |
| | 11 | | | | | | | |
| | 12 | enzymatisch | | | | | ja | |
| | 13 | Thermo Fisher Scientific 984302, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | | | | | | | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | Proben A und B waren deutlich inhomogen |
| | 16 | | | | | | | |
| | 17 | RI Detektor, Zorbax Carbohydrate Säule | Extraktion, Protein Fällung, Filtration | HPLC | Milchshake Pulver | nein | ja | |
| | 18 | | | | | | | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Fructose Probe B

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Referenzmate-rial | Wiederfin-dung mit glei-cher Matrix | Methode akkre-ditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Partici-pant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Re-ference materi-al** | **Recovery with same matrix** | **Method accredi-ted** | **Further remarks** |
| **Fructose Probe B / Sample B** | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | enzymatisch | | | ja | |
| | 4 | | | | | | | |
| | 5 | Bestimmung von Lactose in lactosefreien Produkten mittels Ionenchromatografie | 1,0 g Einwaage, Carrez-Klärung, 100 ml Endvolumen, Filtration | IC mit amperometrischer Detektion | Externe Einpunkt-Kalibrierung | entfällt | nein | |
| | 6 | | | | | | | |
| | 7 | | | | | | | |
| | 8 | Ionenchromatographie | Herstellung eines wässrigen Extraktes, 70°C | IC mit Dialyse, gepulster amperometrischer Detektor | Sigma Aldrich, F0127-100G | | ja | NG+BG ermittelt aus matrixfreien Kalibrierlösungen |
| | 9 | HPAE-PAD - internal method PNTA0179 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | ja | |
| | 10 | | | | | | | |
| | 11 | | | | | | | |
| | 12 | enzymatisch | | | | | ja | |
| | 13 | Thermo Fisher Scientific 984302, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | | | | | | | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | Proben A und B waren deutlich inhomogen |
| | 16 | | | | | | | |
| | 17 | RI Detektor, Zorbax Carbohydrate Säule | Extraktion, Protein Fällung, Filtration | HPLC | Milchshake Pulver | nein | ja | |
| | 18 | | | | | | | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Fructose Dotierungsniveauprobe

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Referenzmate-rial | Wiederfin-dung mit glei-cher Matrix | Methode akkre-ditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Partici-pant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Re-ference materi-al** | **Recovery with same matrix** | **Method accredi-ted** | **Further remarks** |
| **Fructose Dotierungsniveauprobe / Spiking Level Sample** | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| | 4 | | | | | | | |
| | 5 | Bestimmung von Lactose in lactosefreien Produkten mittels Ionenchromatografie | 1,0 g Einwaage, Carrez-Klärung, 100 ml Endvolumen, Filtration | IC mit amperometrischer Detektion | Externe Einpunkt-Kalibrierung | entfällt | nein | |
| | 6 | | | | | | | |
| | 7 | | | | | | | |
| | 8 | Ionenchromatographie | Herstellung eines wässrigen Extraktes, 70°C | IC mit Dialyse, gepulster amperometrischer Detektor | Sigma Aldrich, F0127-100G | | ja | NG+BG ermittelt aus matrixfreien Kalibrierlösungen |
| | 9 | HPAE-PAD - internal method PNTA0179 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | ja | |
| | 10 | | | | | | | |
| | 11 | | | | | | | |
| | 12 | enzymatisch | | | | | ja | |
| | 13 | Thermo Fisher Scientific 984302, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | | | | | | | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | ungewöhnlich niedrige Gehalte für eine Dotierungsprobe |
| | 16 | | | | | | | |
| | 17 | RI Detektor, Zorbax Carbohydrate Säule | Extraktion, Protein Fällung, Filtration | HPLC | Milchshake Pulver | nein | ja | |
| | 18 | | | | | | | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Lactose Probe A

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Referenzmaterial | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Reference material** | **Recovery with same matrix** | **Method accredited** | **Further remarks** |
| **Lactose Probe A /Sample A** | 1 | Enzymatische Methode Boehringer/R-Biopharm Test-Kombinationskit für die quant. Bestimmung von Laktose in Lebensmitteln. Die Methode wurde Validiert beim BRC in Gemüsepulver für Aromen und wurde adaptiert und validiert um zu ermöglichen | Die ganze Probe wurde in der Orignalverpackung auf Raumtemperatur gebracht und durch mischen homogenisiert. Zur Analyse wurde ein Teil der homogenisierten Probe entnommen. | - | DS81 REF012 interne Referenz Probe | nein | nein | - |
| | 2 | | | | | nein | | |
| | 3 | | | enzymatisch | | | ja | |
| | 4 | Enzymatisches Kit (spectrophotometer) | | MPI25C | | nein | nein | |
| | 5 | Bestimmung von Lactose in lactosefreien Produkten mittels Ionenchromatografie | 1,0 g Einwaage, Carrez-Klärung, 100 ml Endvolumen, Filtration | IC mit amperometrischer Detektion | Externe Kalibrierung, Lactose als zertifiziertes Referenzmaterial Sigma Nr. 61339 BioUltra 99,5 % | entfällt | nein | |
| | 6 | Enzyme | 50°C Wasser Extraktion und Clean up | Megazyme Lactose/D-Galactose Kit | interne Kontrolle | nein | nein | |
| | 7 | UV-Test r-biopharm 10176303035 | nach Testanweisung | nach Testanweisung | | | ja | |
| | 8 | Ionenchromatographie | Herstellung eines wässrigen Extraktes, 70°C | IC mit Dialyse, gepulster amperometrischer Detektor | Sigma Aldrich, 61339-25G | | ja | NG+BG ermittelt aus matrixfreien Kalibrierlösungen |
| | 9 | LC-MS/MS - interne Methode PNTA0189 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | nein | |
| | 10 | HPLC-IR | 1 g/ 20 mL | | | | nein | |
| | 11 | HPLC-MS | | Wiederfindung berechnet mit C13-Lactose interem Standard | Wasserfreie Lactose (Fluka) | ja | ja | |
| | 12 | enzymatisch | | | | ja | ja | |
| | 13 | r-biopharm Test-Kombination 10 176 303 035, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | Internal method (07(S189) rev0 2015) | | LCMS | Sigma-Aldrich lot. BCBM2068V | ja | ja | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | Proben A und B waren deutlich inhomogen |
| | 16 | Enzymatisch | 5,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung | | | ja | nein | |
| | 17 | R-Biopharm enzymatische Kits: Glucose Entferner, Lactose/d-Glucose, Lactose/d-Galactose | Extraktion, Protein Fällung, Filtration | Spectrophotometrie | 1g/l Lactose+25 g/l Glucose | nein | nein | Nicht akkreditiert für diese Matrix |
| | 18 | enzymatisch, ASU L 01.00-17 | | Lactose/Galactose | Enzyme Fast Romer Kit | nein | nein | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Lactose Probe B

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Referenzmaterial | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Reference material** | **Recovery with same matrix** | **Method accredited** | **Further remarks** |
| **Lactose Probe B /Sample B** | 1 | Enzymatische Methode Boehringer/R-Biopharm Test-Kombinationskit für die quant. Bestimmung von Laktose in Lebensmitteln. Die Methode wurde Validiert beim BRC in Gemüsepulver für Aromen und wurde adaptiert und validiert um zu ermöglichen | Die ganze Probe wurde in der Orignalverpackung auf Raumtemperatur gebracht und durch mischen homogenisiert. Zur Analyse wurde ein Teil der homogenisierten Probe entnommen. | - | DS81 REF012 interne Referenz Probe | nein | nein | - |
| | 2 | | | | | nein | | |
| | 3 | | | enzymatisch | | | ja | |
| | 4 | Enzymatisches Kit (spectrophotometer) | | MPI25C | | nein | nein | |
| | 5 | Bestimmung von Lactose in lactosefreien Produkten mittels Ionenchromatografie | 1,0 g Einwaage, Carrez-Klärung, 100 ml Endvolumen, Filtration | IC mit amperometrischer Detektion | Externe Kalibrierung, Lactose als zertifiziertes Referenzmaterial Sigma Nr. 61339 BioUltra 99,5 % | entfällt | nein | |
| | 6 | Enzym | 50°C Wasser Extraktion und Clean up | Megazyme Lactose/D-Galactose Kit | interne Kontrolle | nein | nein | |
| | 7 | UV-Test r-biopharm 10176303035 | nach Testanweisung | nach Testanweisung | | | ja | |
| | 8 | Ionenchromatographie | Herstellung eines wässrigen Extraktes, 70°C | IC mit Dialyse, gepulster amperometrischer Detektor | Sigma Aldrich, 61339-25G | | ja | NG+BG ermittelt aus matrixfreien Kalibrierlösungen |
| | 9 | LC-MS/MS - interne methode PNTA0189 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | nein | |
| | 10 | HPLC-IR | 1 g/ 20 mL | | | | nein | |
| | 11 | HPLC-MS | | Wiederfindung berechnet mit C13-Lactose interem Standard | Wasserfreie Lactose (Fluka) | ja | ja | |
| | 12 | enzymatisch | | | | ja | ja | |
| | 13 | r-biopharm Test-Kombination 10 176 303 035, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | Interne Methode (07(S189) rev0 2015) | | LCMS | Sigma-Aldrich lot. BCBM2068V | nein | ja | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | Proben A und B waren deutlich inhomogen |
| | 16 | Enzymatisch | 5,0g/100 ml; 70°C 15 Min., Carrez-Fällung | | | ja | nein | |
| | 17 | R-Biopharm enzymatische Kits: Glucose Entferner, Lactose/d-Glucose, Lactose/d-Galactose | Extraktion, Protein Fällung, Filtration | Spectrophotometrie | 1g/l Lactose+25 g/l Glucose | nein | nein | Nicht akkreditiert für diese Matrix |
| | 18 | enzymatisch, ASU L 01.00-17 | | Lactose/Galactose | Enzyme Fast Romer Kit | | nein | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Lactose Dotierungsniveauprobe

| Parameter | Teilnehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Referenzmaterial | Wiederfindung mit gleicher Matrix | Methode akkreditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Participant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Reference material** | **Recovery with same matrix** | **Method accredited** | **Further remarks** |
| **Lactose Dotierungsniveauprobe / Spiking Level Sample** | 1 | Enzymatische Methode Boehringer/R-Biopharm Test-Kombinationskit für die quant. Bestimmung von Laktose in Lebensmitteln. Die Methode wurde Validiert beim BRC in Gemüsepulver für Aromen und wurde adaptiert und validiert um zu ermöglichen | Die ganze Probe wurde in der Orignalverpackung auf Raumtemperatur gebracht und durch mischen homogenisiert. Zur Analyse wurde ein Teil der homogenisierten Probe entnommen. | - | DS81 REF012 interne Referenz Probe | nein | nein | - |
| | 2 | | | | | nein | | |
| | 3 | | | enzymatisch | | | ja | |
| | 4 | Enzymatisches Kit (spectrophotometer) | | MPI25C | | nein | nein | |
| | 5 | Bestimmung von Lactose in lactosefreien Produkten mittels Ionenchromatografie | 1,0 g Einwaage, Carrez-Klärung, 100 ml Endvolumen, Filtration | IC mit amperometrischer Detektion | Externe Kalibrierung, Lactose als zertifiziertes Referenzmaterial Sigma Nr. 61339 BioUltra 99,5 % | entfällt | nein | |
| | 6 | Enzym | 50°C Wasser Extraktion und Clean up | Megazyme Lactose/D-Galactose Kit | interne Kontrolle | nein | nein | |
| | 7 | UV-Test r-biopharm 10176303035 | nach Testanweisung | nach Testanweisung | | | ja | |
| | 8 | Ionenchromatographie | Herstellung eines wässrigen Extraktes, 70°C | IC mit Dialyse, gepulster amperometrischer Detektor | Sigma Aldrich, 61339-25G | | ja | NG+BG ermittelt aus matrixfreien Kalibrierlösungen |
| | 9 | LC-MS/MS - interne Methode PNTA0189 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | nein | |
| | 10 | HPLC-IR | 1 g/ 20 mL | | | | nein | |
| | 11 | HPLC-MS | | Wiederfindung berechnet mit C13-Lactose interem Standard | Wasserfreie Lactose (Fluka) | ja | ja | |
| | 12 | enzymatisch | | | | ja | ja | |
| | 13 | r-biopharm Test-Kombination 10 176 303 035, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | Interne Methode (07(S189) rev0 2015) | | LCMS | Sigma-Aldrich lot. BCBM2068V | nein | ja | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | ungewöhnlich niedrige Gehalte für eine Dotierungsprobe |
| | 16 | Enzymatisch | 5,0g/100 ml; 70°C 15 Min., Carrez-Fällung | | | ja | nein | |
| | 17 | R-Biopharm enzymatische Kits: Glucose Entferner, Lactose/d-Glucose, Lactose/d-Galactose | Extraktion, Protein Fällung, Filtration | Spectrophotometrie | 1g/l Lactose+25 g/l Glucose | nein | nein | Nicht akkreditiert für diese Matrix |
| | 18 | enzymatisch, ASU L 01.00-17 | | Lactose/Galactose | Enzyme Fast Romer Kit | | nein | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Galactose Probe A

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Re-ferenzmaterial | Wiederfin-dung mit glei-cher Matrix | Methode akkre-ditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Partici-pant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Re-ference material** | **Recovery with same matrix** | **Method accredi-ted** | **Further remarks** |
| **Galactose Probe A / Sample A** | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| | 4 | | | | | | | |
| | 5 | | | | | | | |
| | 6 | | | | | | | |
| | 7 | | | | | | | |
| | 8 | | | | | | | |
| | 9 | HPAE-PAD - interne Methode PNTA0149 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | nein | |
| | 10 | | | | | | | |
| | 11 | | | | | | | |
| | 12 | enzymatisch | | | | ja | ja | |
| | 13 | r-biopharm Test-Kombination 10 176 303 035, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | | | | | | | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | Proben A und B waren deutlich inhomogen |
| | 16 | Enzymatisch | 5,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung | | | | | |
| | 17 | R-Biopharm Enzymatic Kits: Glucose Entferner, Lactose/d-Galactose | Extraktion, Protein Fällung, Filtration | Spectrophotometrie | 0,506 g/l Lactose | nein | nein | |
| | 18 | | | | | | | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Galactose Probe B

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Re-ferenzmaterial | Wiederfin-dung mit glei-cher Matrix | Methode akkre-ditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Partici-pant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Re-ference material** | **Recovery with same matrix** | **Method accredi-ted** | **Further remarks** |
| **Galactose Probe B / Sample B** | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| | 4 | | | | | | | |
| | 5 | | | | | | | |
| | 6 | | | | | | | |
| | 7 | | | | | | | |
| | 8 | | | | | | | |
| | 9 | HPAE-PAD - interne Methode PNTA0149 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | nein | |
| | 10 | | | | | | | |
| | 11 | | | | | | | |
| | 12 | enzymatisch | | | | ja | ja | |
| | 13 | r-biopharm Test-Kombination 10 176 303 035, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | | | | | | | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, w äßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | Proben A und B w aren deutlich inhomogen |
| | 16 | Enzymatisch | 5,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung | | | | | |
| | 17 | R-Biopharm Enzymatic Kits: Glucose Entferner, Lactose/d-Galactose | Extraktion, Proteinfällung, Filtration | Spectrophotometrie | 0,506 g/l Lactose | nein | nein | |
| | 18 | | | | | | | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## Galactose Dotierungsniveauprobe

| Parameter | Teil-nehmer | Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur | Probenvorbereitung | Messmethode | Kalibrierung/ Re-ferenzmaterial | Wiederfin-dung mit glei-cher Matrix | Methode akkre-ditiert | Sonstige Hinweise |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Analyte** | **Partici-pant** | **Method description as in test report / norm / literature** | **Sample preparation** | **Measuring method** | **Calibration / Re-ference material** | **Recovery with same matrix** | **Method accredi-ted** | **Further remarks** |
| **Galactose Dotierungs niveauprob e / Spiking Level Sam ple** | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| | 3 | | | | | | | |
| | 4 | | | | | | | |
| | 5 | | | | | | | |
| | 6 | | | | | | | |
| | 7 | | | | | | | |
| | 8 | | | | | | | |
| | 9 | HPAE-PAD - interne Methode PNTA0149 | | | Externe Kalibrierungskurve und interne RM | nein | nein | |
| | 10 | | | | | | | |
| | 11 | | | | | | | |
| | 12 | enzymatisch | | | | ja | ja | |
| | 13 | r-biopharm Test-Kombination 10 176 303 035, Spektrophotometrie | | | | | ja | |
| | 14 | | | | | | | |
| | 15 | Enzymatik | homogenisieren, w äßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration | | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm | nein | ja | ungew öhnlich niedrige Gehalte für eine Dotierungsprobe |
| | 16 | Enzymatisch | 2,5 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung | | | | | |
| | 17 | R-Biopharm Enzymatic Kits: Glucose Entferner, Lactose/d-Galactose | Extraktion, Proteinfällung, Filtration | Spectrophotometry | 0,506 g/l Lactose | nein | nein | |
| | 18 | | | | | | | |
| | 19 | HPIEC-PAD | Ultraschall-Extraktion, 60°C | - | extern | nein | ja | - |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

## 5.2 Homogenität

### 5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

**Microtracer Homogenitätstest**
**DLA 18-2017 Probe A**

| | | |
|---|---|---|
| Gewicht Gesamtprobe | 1,79 | kg |
| Microtracer | FSS-rot lake | |
| Teilchengröße | 75 – 300 | µm |
| Gewicht pro Partikel | 2,0 | µg |
| Tracerzugabe | 19,4 | mg/kg |

**Analysenergebnisse:**

| Probe | Einwaage [g] | Partikel Anzahl | Partikel [mg/kg] |
|---|---|---|---|
| 1 | 5,06 | 40 | 15,8 |
| 2 | 5,15 | 36 | 14,0 |
| 3 | 5,05 | 49 | 19,4 |
| 4 | 5,00 | 56 | 22,4 |
| 5 | 5,03 | 49 | 19,5 |
| 6 | 4,98 | 40 | 16,1 |
| 7 | 5,06 | 43 | 17,0 |
| 8 | 5,09 | 61 | 24,0 |

| **Poisson-Verteilung** | | |
|---|---|---|
| Probenanzahl | 8 | |
| Freiheitsgrad | 7 | |
| Mittelwert | 46,8 | Partikel |
| Standardabweichung | 8,69 | Partikel |
| $\chi^2$ (CHI-Quadrat) | 11,29 | |
| **Wahrscheinlichkeit** | **13** | % |
| Wiederfindungsrate | 95 | % |

| **Normalverteilung** | | |
|---|---|---|
| Probenanzahl | 8 | |
| Mittelwert | 18,5 | mg/kg |
| Standardabweichung | 3,44 | mg/kg |
| rel. Standardabweichung | 18,6 | % |
| Horwitz Standardabweichung | 10,3 | % |
| **HorRat-Wert** | **1,8** | |
| Wiederfindungsrate | 95 | % |

**Microtracer Homogenitätstest**
**DLA 18-2017 Probe B**

| | | |
|---|---|---|
| Gewicht Gesamtprobe | 2,24 | kg |
| Microtracer | FSS-rot lake | |
| Teilchengröße | 75 – 300 | µm |
| Gewicht pro Partikel | 2,0 | µg |
| Tracerzugabe | 17,7 | mg/kg |

**Analysenergebnisse:**

| Probe | Einwaage [g] | Partikel Anzahl | Partikel [mg/kg] |
|---|---|---|---|
| 1 | 5,32 | 67 | 25,2 |
| 2 | 4,93 | 53 | 21,5 |
| 3 | 5,83 | 69 | 23,7 |
| 4 | 5,65 | 70 | 24,8 |
| 5 | 4,99 | 68 | 27,3 |
| 6 | 5,23 | 63 | 24,1 |
| 7 | 5,65 | 65 | 23,0 |
| 8 | 5,27 | 54 | 20,5 |

| **Poisson-Verteilung** | | |
|---|---|---|
| Probenanzahl | 8 | |
| Freiheitsgrad | 7 | |
| Mittelwert | 63,6 | Partikel |
| Standardabweichung | 5,71 | Partikel |
| $\chi^2$ (CHI-Quadrat) | 3,58 | |
| **Wahrscheinlichkeit** | **83** | % |
| Wiederfindungsrate | 134 | % |

| **Normalverteilung** | | |
|---|---|---|
| Probenanzahl | 8 | |
| Mittelwert | 23,7 | mg/kg |
| Standardabweichung | 2,13 | mg/kg |
| rel. Standardabweichung | 8,97 | % |
| Horwitz Standardabweichung | 9,93 | % |
| **HorRat-Wert** | **0,90** | |
| Wiederfindungsrate | 134 | % |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

**Microtracer Homogenitätstest**
**DLA 18-2017 Dotierungsniveauprobe**

| | | |
|---|---|---|
| Gewicht Gesamtprobe | 2,08 | kg |
| Microtracer | FSS-rot lake | |
| Teilchengröße | 75 – 300 | µm |
| Gewicht pro Partikel | 2,0 | µg |
| Tracerzugabe | 18,1 | mg/kg |

**Analysenergebnisse:**

| Probe | Einwaage [g] | Partikel Anzahl | Partikel [mg/kg] |
|---|---|---|---|
| 1 | 5,59 | 62 | 22,2 |
| 2 | 5,62 | 72 | 25,6 |
| 3 | 5,58 | 69 | 24,7 |
| 4 | 5,71 | 72 | 25,2 |
| 5 | 5,45 | 77 | 28,3 |
| 6 | 5,70 | 65 | 22,8 |
| 7 | 5,39 | 62 | 23,0 |
| 8 | 5,61 | 68 | 24,2 |

| **Poisson-Verteilung** | | |
|---|---|---|
| Probenanzahl | 8 | |
| Freiheitsgrad | 7 | |
| Mittelwert | 68,4 | Partikel |
| Standardabweichung | 5,43 | Partikel |
| $\chi^2$ (CHI-Quadrat) | 3,02 | |
| **Wahrscheinlichkeit** | **88** | % |
| Wiederfindungsrate | 135 | % |

| **Normalverteilung** | | |
|---|---|---|
| Probenanzahl | 8 | |
| Mittelwert | 24,5 | mg/kg |
| Standardabweichung | 1,95 | mg/kg |
| rel. Standardabweichung | 7,94 | % |
| Horwitz Standardabweichung | 9,89 | % |
| **HorRat-Wert** | **0,80** | |
| Wiederfindungsrate | 135 | % |

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

### 5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

Aus der Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und den Messergebnissen der Teilnehmer lässt sich die Homogenität des chronologisch abgefüllten LVU-Materials anhand der Trendlinien-Funktion charakterisieren:

| **Lactose Probe B** | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ | 5,51 | | | mg/100g |
| Probennummern | 4 - 71 | | | |
| Anzahl der Proben | 16 | | | |
| Steigung | -0,276 | | | |
| Trendlinienbereich | 78,1 | - | 73,6 | mg/100g |
| Abweichung Trendlinie | 75,9 | ± | 2,21 | mg/100g |
| **Prozent von $\sigma_{pt}$** | 40,1 | % | | |

* ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3,0|

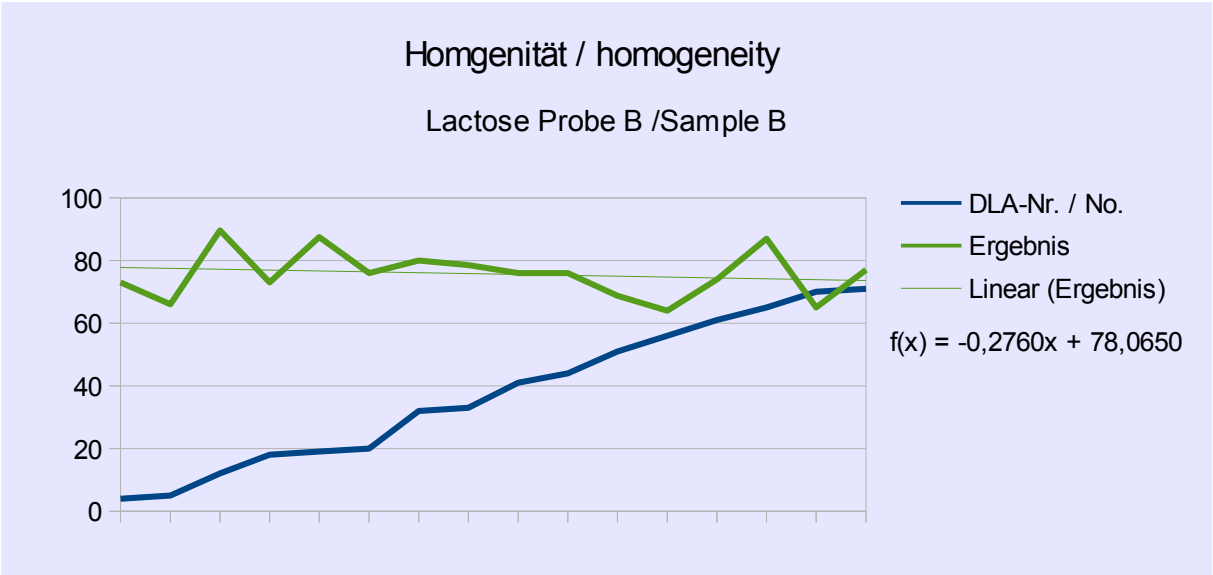


**Abb./Fig. 19:**
Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse
Trend line function sample number vs. results

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

| **Lactose Dotierungsniveauprobe** | | | | |
|---|---|---|---|---|
| Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ | 5,88 | | | mg/100g |
| Probennummern | 9 - 71 | | | |
| Anzahl der Proben | 13 | | | |
| Steigung | -0,236 | | | |
| Trendlinienbereich | 72,6 | - | 69,6 | mg/100g |
| Abweichung Trendlinie | 71,1 | ± | 1,53 | mg/100g |
| **Prozent von $\sigma_{pt}$** | 26,1 | % | | |

* ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3

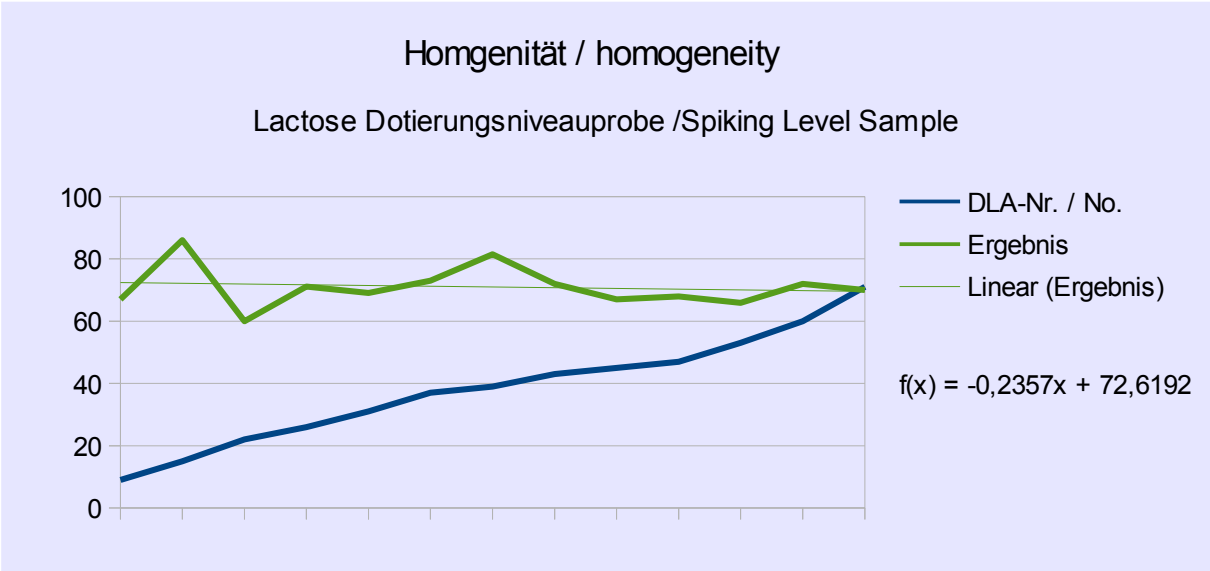


**Abb./Fig. 20:**
Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse
Trend line function sample number vs. results

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

### *5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)*

Vor der LVU werden dem Teilnehmern im Proben-Anschreiben folgende Informationen mitgeteilt:

**Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

| | |
|---|---|
| *EP-Nummer* | ***DLA 18-2017*** |
| *EP-Name* | ***Lactose + Fructose in "lactosefreiem" Lebensmittel mit „Dotierungsniveauprobe“*** |
| *Probenmatrix** | ***Proben A + B:***<br>*„Lactose-freie“ Brot-Backmischung Weissbrot (Pulver)/ Zutaten: Weizenmehl, Salz, Trockenhefe, Glucose, Zucker, Emulgator: 481, Malzextrakt (Gerste, Roggen), Mehlbehandlungsmittel: Ascorbinsäure sowie Lactose und Fructose (eine der beiden Proben)*<br>***Dotierungsniveauprobe:*** *Kartoffelpulver, Kartoffelmehl sowie Lactose und Fructose* |
| *Probenzahl und Probenmenge* | *2 unterschiedliche Proben A + B: je 25 g*<br>*sowie eine Dotierungsniveauprobe 25 g* |
| *Lagerungsinformation* | *Proben A + B: Raumtemperatur (Langzeit 2 - 10°C)*<br>*Dotierungsniveauprobe: Raumtemperatur* |
| *Verwendungszweck* | *Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)* |
| *Parameter* | *qualitativ + quantitativ: Lactose (optional: Galactose) + Fructose*<br>*Proben A + B: Lactose < 500 mg/100g*<br>*Dotierungsniveauprobe: Lactose < 500 mg/100g* |
| *Untersuchungsmethoden* | *Methode ist freigestellt* |
| *Hinweise zur Analyse* | *Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden.*<br>*Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren. Vorzugsweise ist die Gesamtmenge zu homogenisieren.* |
| *Ergebnisangabe* | *Es werden für jede Probe A , B und Dotierungsniveauprobe je ein Ergebnis zur Abgabe ermittelt.*<br>*Die Einzelergebnisse sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen, bei Mehrfachbestimmungen der Mittelwert.* |
| *Einheiten* | *mg/100 g* |
| *Anzahl von signifikanten Stellen* | *Mindestens 2* |
| *Weitere Angaben:* | *Zur Information für Veranstalter und Teilnehmer sollen weitere Angaben in der Ergebnisabgabedatei gemacht werden.* |
| *Ergebnisabgabe* | *Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an:*<br>***pt@dla-lvu.de*** |
| *Abgabetermin* | ***Spätestens 09. Juni 2017*** |
| *Auswertebericht* | *Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.* |
| *Koordinator und Ansprechpartner der EP* | *Dr. Matthias Besler* |

** Die Kontrolle der Mischungshomogentität wird von DLA durchgeführt. Die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern wird von DLA im Unterauftrag vergeben.*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

| Teilnehmer / Participant | Ort / Town | Land / Country |
|---|---|---|
| | | Deutschland |
| | | SCHWEIZ |
| | | ITALIEN |
| | | Deutschland |
| | | Deutschland |
| | | SPANIEN |
| | | Deutschland |
| | | ITALIEN |
| | | Deutschland |
| | | Deutschland |
| | | Deutschland |
| | | ITALIEN |
| | | Deutschland |
| | | SCHWEDEN |
| | | GROSSBRITANNIEN |
| | | ITALIEN |
| | | NIEDERLANDE |
| | | Deutschland |
| | | SPANIEN |
| | | ESTLAND |

*[Die Adressdaten der Teilnehmer wurden für die allgemeine Veröffentlichung des Auswerte-Berichts nicht angegeben.]*

*[The address data of the participants were deleted for publication of the evaluation report.]*

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

# 7. Verzeichnis relevanter Literatur


1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment – General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Ananlytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 – 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 – 196 (2006)
12. AMC Kernel Density - Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. ASU §64 LFGB L 01.00-17 (2010) / DIN 10344 : Bestimmung des Lactose- und Galactosegehaltes von Milch und Milchprodukten; Enzymatisches Verfahren / Milk and milk products - Determination of lactose and D-galactose content - Enzymatic method
17. ASU §64 LFGB L 01.00-90 Bestimmung des Lactosegehaltes in lactosereduzierter Milch und lactosereduzierten Milchprodukten in Gegenwart von Glucose; Enzymatisches Verfahren (2014) [Milk and milk products - Determination of lactose in lactose-reduced milk products in the presence of glucose - Enzymatic method]
18. ASU §64 LFGB L 17.00-7 Bestimmung von Lactose in Brot einschließlich Kleingebäck aus Brotteigen (1983) [Determination of lactose in bread including small pastries from bread doughs]
19. ASU §64 LFGB L 48.01-4 Bestimmung von Lactose in teiladaptierter Säuglingsnahrung auf Milchbasis (1985) [Determination of lactose in partially-adapted infant milk-based food]
20. ASU §64 LFGB L 48.02.07-1 Bestimmung von Glucose und Fructose in Kinder-Zwieback und Zwiebackmehl (1985) [Determination of glucose and fructose in


Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg

children's rusk and rusk flour]
21. ISO 22662:2012; Milch und Milchprodukte - Bestimmung des Lactosegehalts mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (Referenzverfahren) / Milk and milk products – Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method)

**DLA 18/2017 - Lactose und Fructose**

19 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Parameter Fructose und Lactose. Für Galactose lagen zuwenig Ergebnisse vor. Die Ergebnisse wurden quantitativ ausgewertet und für Lactose zusätzlich qualitativ (Proben A und B) sowie eine Wiederfindungsbewertung für Probe B und die Dotierungsmaterialprobe angegeben. Die Auswertung von Fructose und Lactose erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz. Es lagen 56% bis 75% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebericht zu entnehmen.
11 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Großbritannien, Italien, Niederlande, Schweiz, Estland, Schweden, Spanien).

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg