



Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 18/2019

Lactose und Fructose

**in „lactosefreiem“ Lebensmittel -
Kuchen-Backmischung**

DLA - Proficiency Tests GmbH

Kalte Weide 21

24641 Sievershütten/Germany

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

Koordinator der LVU:

Dr. Matthias Besler-Scharf / Alexandra Scharf MSc.

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	DLA - Proficiency Tests GmbH Kalte Weide 21, 24641 Sievershütten, Germany Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc. Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 18/2019
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	Abschlussbericht / Final report (22. Juli 2019) Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i> Datum / Date: 22. Juli 2019
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	Falls im Rahmen der Eignungsprüfung eine Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern durchgeführt wurde, hat DLA diese im Unterauftrag vergeben. In case the analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters was part of the proficiency test, the determinations were subcontracted by DLA.
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	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. 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.

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	5
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	7
2.3 Ergebnisübermittlung.....	7
3. Auswertung.....	8
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	8
3.2 Robuste Standardabweichung.....	8
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	8
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	9
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	9
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung) . . .	10
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.....	14
3.8 z'-Score.....	15
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	15
3.10 Quotient S*/opt.....	16
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	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).....	19
4.1.3 Fructose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....	23
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).....	32
4.2.4 Wiederfindungsraten für Lactose.....	36
4.3 Galactose.....	38
4.3.1 Galactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....	38
5. Dokumentation.....	39
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	39
5.1.1 Primärdaten.....	39
5.1.2 Analytische Methoden.....	48
5.2 Homogenität.....	57
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	57
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	59
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	61

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 der Lebensmittelmatrixproben handelt es sich um eine handelsübliche Backmischung „Marmorkuchen“ (gekennzeichnet als lactosefrei). Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1).

Die Grundmischung wurde homogenisiert. Anschließend wurde die **dotierte Probe B** folgendermaßen hergestellt:

Die Dotierungsmaterialien Lactose und Fructose wurden mittels Zentrifugalmühle gesiebt (mesh <250 µm), dann zu einem Aliquot der Grundmatrix gegeben und die Mischung homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix in 3 weiteren Schritten zugegeben und jeweils homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.

Die **Dotierungsniveauprobe** wurde mit den oben genannten Dotierungsmaterialien unter mehrstufiger Zugabe von Kartoffelpulver (mesh 500 µm) und Homogenisierung hergestellt.

Die Proben A und B wurden zu Portionen von ca. 25 g und die Dotierungsniveauprobe von ca. 25 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Probe

Zutaten	Probe A	Probe B	Dotierungs- niveauprobe
Marmorkuchen, Backmischung mit Kakao- mischung Zutaten: BACKMISCHUNG (93%): Weizen- mehl, Zucker, Stärke, Backpulver (Säuerungsmittel: Diphosphate, Back- triebmittel: Natriumhydrogencarbo- nat), Emulgator: E475, Aroma, Speise- salz. KAKAOMISCHUNG (6,7%): Zucker, fettarmes Kakaopulver (40%) Nährwertangaben pro 100 g: Fett 1,9 g, Kohlenhydrate 80 g, Bal- laststoffe 2,6 g, Eiweiß 4,6 g, Salz 0,6 g	100 g/100g	99,4 g/100g	-
Kartoffelpulver Zutaten: Kartoffeln, E471, E304, E223, E100		-	99,3 g/100g
Lactose*		115 mg/100g	111 mg/100g
Fructose*		495 mg/100g	551 mg/100g

* Alle Gehalte gemäß gravimetrischer Mischung

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

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 $\geq 5\%$ ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von $\geq 25\%$ mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Proben B und Dotierungsmaterialprobe hat eine Wahrscheinlichkeit von 100% bzw. 88% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Für die Beurteilung sind HorRat-Werte zwischen 0,3 und 1,3 unter Wiederholbedingungen (Messungen innerhalb des Labors) zu akzeptieren [17]. Es wurden HorRat-Werte von 0,27 bzw. 0,72 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

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].

2.1.2 Stabilität

Eine Wasseraktivität (a_w) von $< 0,5$ ist ein wichtiger Faktor um die Stabilität von trockenen und getrockneten Produkten während der Lagerung zu gewährleisten, optimale Bedingung für die Lagerung ist der a_w -Wert-Bereich von $0,15 - 0,3$, in diesem Bereich ist die geringstmögliche Degradationsrate zu erwarten [16].

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Materialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität (a_w -Wert $< 0,5$) eine gute Haltbarkeit der EP-Proben und Lagerstabilität gegenüber mikrobiellem Verderb und bezüglich des Gehalts an den EP-Parametern.

Der a_w -Wert der EP-Proben lag bei ca. $0,43$ ($23,6^\circ\text{C}$). 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 14. Kalenderwoche 2019 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien A und B sowie eine Dotierungsmaterialprobe verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 17. Mai 2019.

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 Kuchen-Backmischung**. 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).

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 22 Teilnehmern haben 21 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Ein Teilnehmer hat keine Ergebnisse abgegeben.

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]. Liegen < 12 quantitative Ergebnisse und eine große Differenz zwischen robustem Mittelwert und Median vor, ist ggf. der **Median** als zugewiesener Wert zu verwenden (Kriterium: Δ Median - rob. Mittelwert $> 0,3 \sigma_{pt}$) [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 Durchführung der Bewertung wird in der Regel ab 7 Ergebnissen durchgeführt, in begründeten Fällen ist eine Bewertung auch ab 5 Ergebnisse zulässig.

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 σ_{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 Wiederholstandardabweichung 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.

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 Vergleichsstandardabweichungen 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, zu geringe Anzahl signifikanter Stellen (gültige Ziffern) 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 (Algorithmus A) geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, können danach als Ausreißer eingestuft werden [3]. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer i.d.R. nicht von der Auswertung ausgeschlossen, sofern keine anderen Gründe vorliegen (s.o.) [3]. Ermittelte Ausreißer werden im Ergebnisteil

nur genannt, wenn sie von der statistischen Auswertung ausgeschlossen wurden.

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

Sofern ein akzeptabler Quotient S^*/σ_{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 Analysemethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysemethode 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 Fructose die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.6.1) verwendet.

Zur Bewertung der Ergebnisse für Lactose wurde die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) verwendet (ASU §64 Methoden: L 01.00-90, [19]).

Zusätzlich wurde für Fructose in der Dotierungsniveauprobe 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 quantitativ bewertet.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

Anhand der in zahlreichen LVUs für unterschiedliche Parameter und Analysemethoden erhaltenen statistischen Kenndaten hat Horwitz ein allgemeines Modell für die Schätzung der Vergleichsstandardabweichung σ_R abgeleitet [6]. Später wurde das Modell von Thompson für bestimmte Konzentrationsbereiche modifiziert [10]. Die Vergleichsstandardabweichung σ_R kann als relative Zielstandardabweichung σ_{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
$\sigma_R = 0,22c$	$c < 1,2 \times 10^{-7}$	$< 120 \mu\text{g}/\text{kg}$
$\sigma_R = 0,02c^{0,8495}$	$1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138$	$\geq 120 \mu\text{g}/\text{kg}$
$\sigma_R = 0,01c^{0,5}$	$c > 0,138$	$> 13,8 \text{ g}/100\text{g}$

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der Vergleichsstandardabweichung σ_R und der Wiederholstandardabweichung σ_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 σ_{pt} abgeleitet werden [3]:

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

Die in Tabelle 2 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.

Die dort gekennzeichneten resultierenden Zielstandardabweichungen σ_{pt} wurden zur Bewertung der Ergebnisse herangezogen bzw. zur Information zusätzlich bei den Kennzahlen angegeben.

Tabelle 2: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [18-23]

Parameter	Matrix	Mittelwerte	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Fructose	Zwieback	7,0%	1,59%	2,59%	2,33% ¹	ASU §64 L 48.02.07-1
Lactose	Säuglingsnahrung	28,7%	1,66%	3,33%	3,12%	ASU §64 L 48.02.07-1
Lactose	"lactosefreie" entrahmte Milch	0,13%	20 %	30 %	26,5 %	ASU §64 L 01.00-17
Lactose	"lactosefreie" Milch (3 Proben)	0,0282% 0,0804% 0,1257%	6,74% 1,71% 6,25%	10,9% 3,95% 7,33%	9,76% ¹ 3,76% 5,85% 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

¹in der Auswertung (s. Abschnitt 4) verwendete oder zur Information angegebene Werte, bei Lactose aus den Mittelwerten der Standardabweichungen berechnet (7,805%)

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 oder 3.6.2 als geeignet angesehen.

Tabelle 3 zeigt ausgewählte Kenndaten der Teilnehmer-Ergebnisse der vorliegenden LVU im Vergleich zu LVU Ergebnissen der Vorjahre.

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2016 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [mg/100g]	rob. SD (S*) [mg/100g]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA-Bericht
Fructose	Brotbackmischung	880 660	105 187	11,9 28,3	1,6* 2,1*	DLA 14/2016 (Probe B)**
Fructose	Brotbackmischung	999	287	28,7	2,3*	DLA 18/2017 (Probe B)
Fructose	Getreidebreipulver	544	41,3	7,6	1,7	DLA 18/2018 (Probe A)
Fructose	Kuchenbackmischung	525	38,1	7,3	1,6	DLA 18/2019 (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)
Lactose	Getreidebreipulver	289	29,2	10,1	1,3	DLA 18/2018 (Probe A)
Lactose	Kuchenbackmischung	104	13,1	12,6	1,6	DLA 18/2019 (Probe B)

* mit Zielstandardabweichung σ_{pt}

** Angaben für enzymatische (1. Zeile) und andere Methoden (2. Zeile)

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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 (σ_{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]. Gleichmaßen 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].

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 (σ_{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 σ_{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 Vergleichsstandardabweichung S_R und dem Mittelwert [4, 13]:

$$VK_R = \frac{S_R * 100}{\bar{x}}$$

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].

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

In Anlehnung an den HorRat-Wert kann die Bewertung einer Laborvergleichsuntersuchung als aussagekräftig gelten, wenn der Quotient von robuster Standardabweichung S^* und Zielstandardabweichung σ_{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 und Rückführbarkeit

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.

Die Rückführbarkeit des zugewiesenen Wertes wird anhand des Konsenswertes als robuster Mittelwert der Teilnehmerergebnisse gewährleistet.

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 [18-23].

Für die Lactose-Ergebnisse der Dotierungsniveauprobe und der dotierten Probe B 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.

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^*)
<i>Zielkenndaten:</i>
Zielstandardabweichung σ_{pt} oder σ_{pt}'
Zielstandardabweichung zur Information
untere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} - 2\sigma_{pt}$)*
obere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} + 2\sigma_{pt}$)*
Quotient S^*/σ_{pt} oder S^*/σ_{pt}'
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$
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**:

Auswertenummer	Parameter [Einheit / Unit]	Abweichung	z-Score σ_{pt}	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation			Remark

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

4.1 Fructose**4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g)****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

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

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

Auswertenummer	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	<10				
2					
3	<500				
4	<100				
5					
6	<LOD				
7					
8	15				
9					
10					
11					
12a					
12b					
13	< 25				
14a					
14b					
15a	<50				
15b	<100				
16					
17					
18					
19					
20	30				
21	<100				

Anmerkung:

Probe A wurde keine Fructose zugesetzt. Zwei Teilnehmer haben Gehalte von 15 bzw. 30 mg/100g in Probe A angegeben.

4.1.2 Fructose Probe B (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	534
Median	525
Robuster Mittelwert (X_{pt})	525
Robuste Standardabweichung (S^*)	38,1
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	23,1
Zielstandardabweichung (zur Information)	12,3
Untere Grenze des Zielbereichs	479
Obere Grenze des Zielbereichs	572
Quotient S^*/σ_{pt}	1,6
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	13,7
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	92%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision angegeben (ASU §64 L 48.02.07-1 [22]).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

92% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 106 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Probe B (vgl. S. 5).

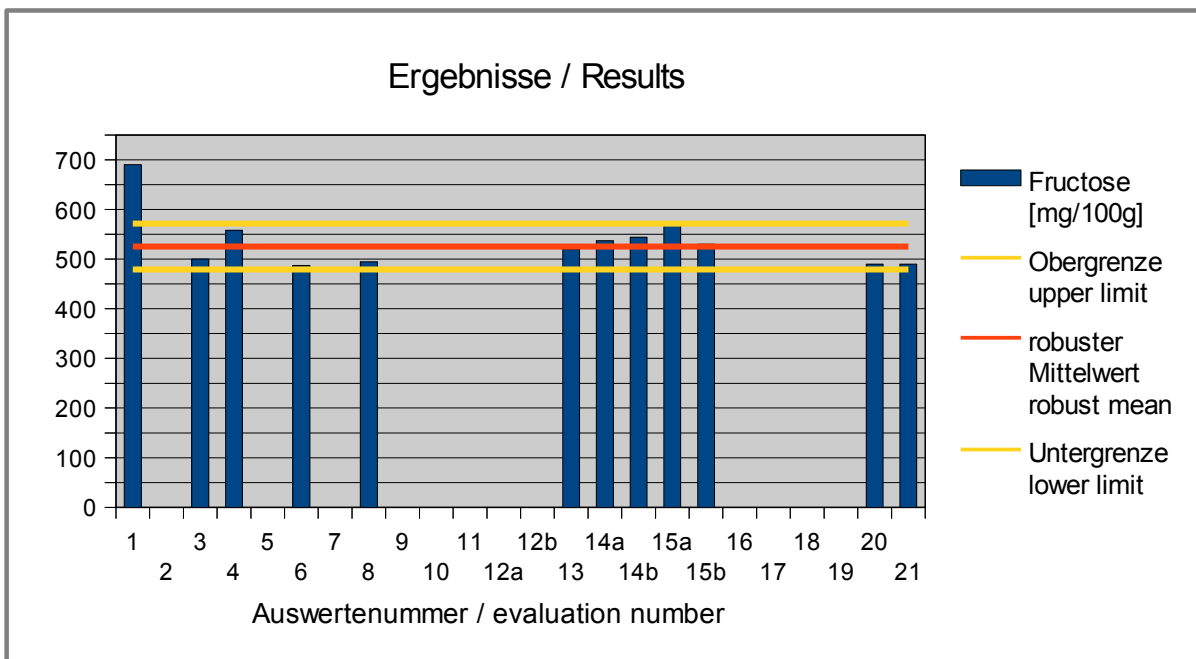


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Fructose Probe B/ Results fructose sample B

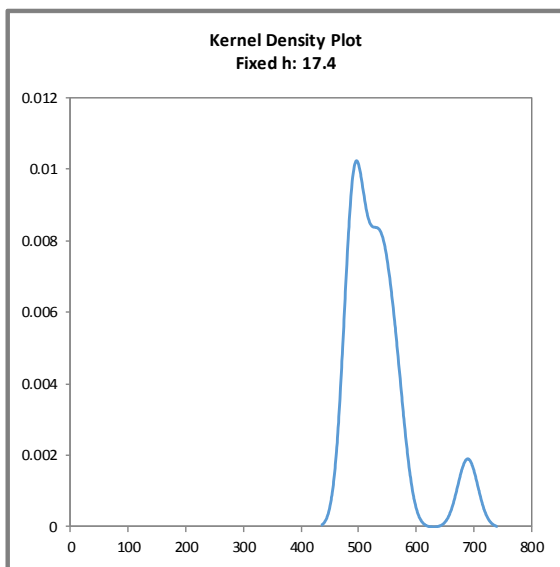


Abb. / Fig. 2:

Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse
(mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei etwa 550 mg/100g sowie einem Nebenpeak bei etwa 700 mg/100g, der auf ein Teilnehmerergebnis außerhalb des Zielbereichs zurückgeht.

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	690	164,8	7,1	13	
2					
3	500	-25,2	-1,1	-2,1	
4	558	32,8	1,4	2,7	
5					
6	487	-38,2	-1,7	-3,1	
7					
8	494	-30,8	-1,3	-2,5	
9					
10					
11					
12a					
12b					
13	520	-5,2	-0,23	-0,43	
14a	537	11,8	0,51	1,0	
14b	544	18,8	0,81	1,5	
15a	570	44,8	1,9	3,7	
15b	530	4,8	0,21	0,39	
16					
17					
18					
19					
20	490	-35,2	-1,5	-2,9	
21	490	-35,2	-1,5	-2,9	

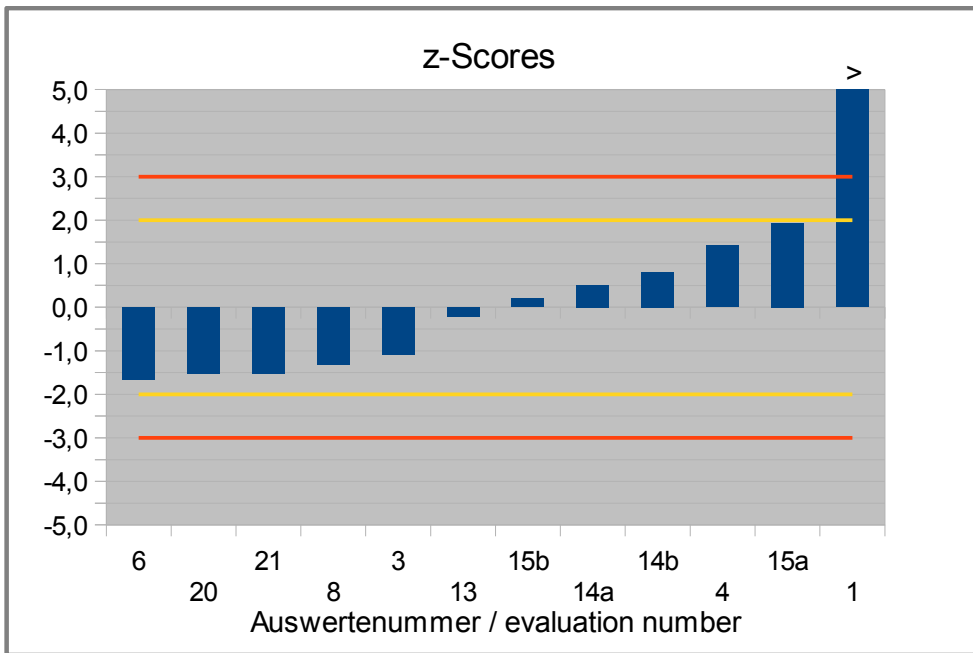


Abb. / Fig. 3: z-Scores Fructose Probe B / fructose sample B

4.1.3 Fructose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	571
Median	550
Robuster Mittelwert (X_{pt})	566
Robuste Standardabweichung (S^*)	64,9
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	34,7
Zielstandardabweichung (zur Information)	13,2
Untere Grenze des Zielbereichs	496
Obere Grenze des Zielbereichs	635
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	24,5
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	64%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision angegeben (ASU §64 L 48.02.07-1 [22]).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität mit einem Quotient S^*/σ_{pt} von über 2,0. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann bei 1,9. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

64% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 103 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).

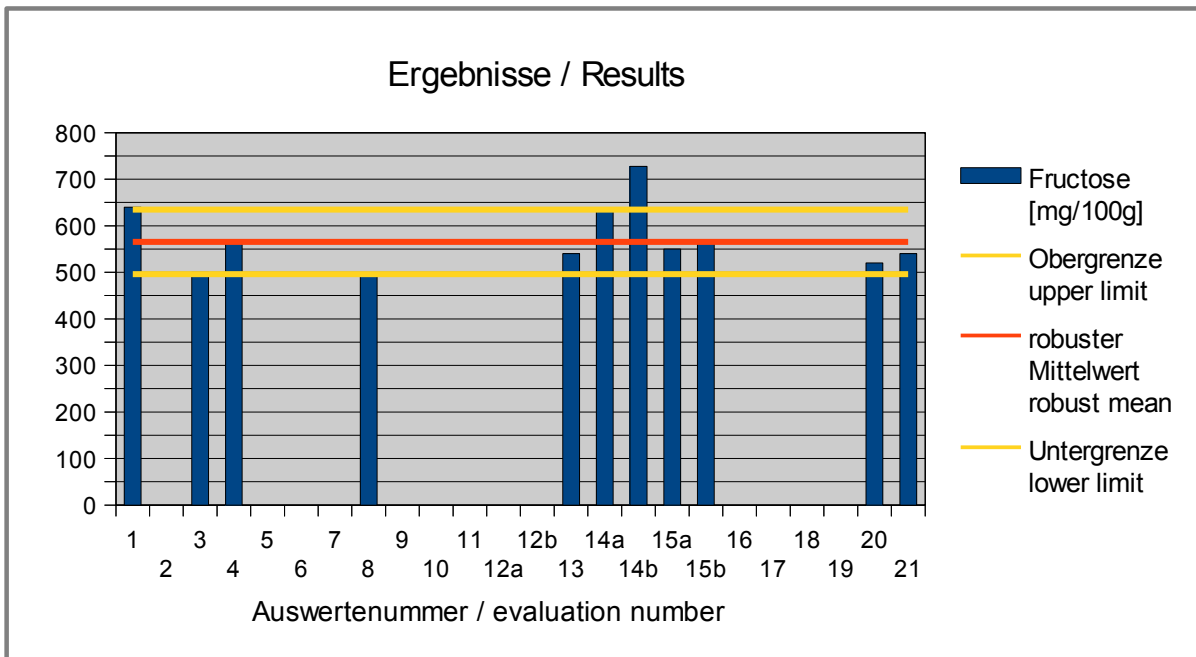


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse Fructose Dotierungsniveauprobe / Results Fructose spiking level sample

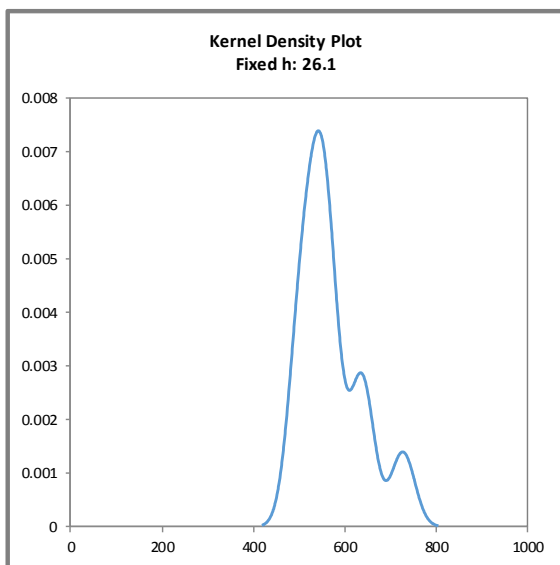


Abb. / Fig. 5:

Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit zwei Nebenpeaks bei etwa 640 mg/100g und 730 mg/100g oberhalb des Zielbereichs.

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	640	74,5	2,1	5,6	
2					
3	500	-65,5	-1,9	-5,0	
4	567	1,5	0,04	0,11	
5					
6					
7					
8	495	-70,2	-2,0	-5,3	
9					
10					
11					
12a					
12b					
13	540	-25,5	-0,73	-1,9	
14a	636	70,0	2,0	5,3	
14b	728	162,5	4,7	12	
15a	550	-15,5	-0,45	-1,2	
15b	570	4,5	0,13	0,34	
16					
17					
18					
19					
20	520	-45,5	-1,3	-3,4	
21	540	-25,5	-0,73	-1,9	

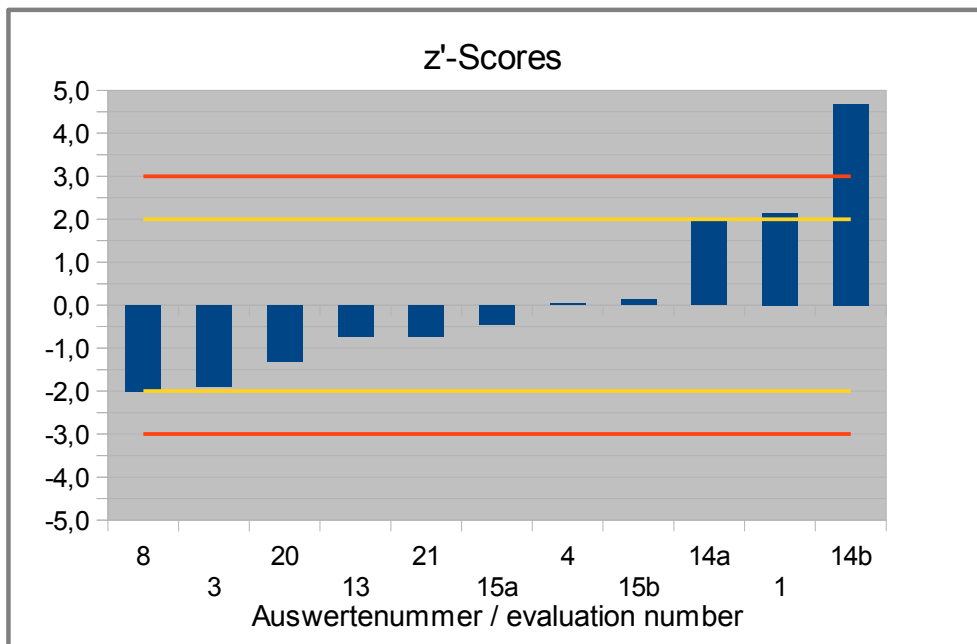


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Fructose Dotierungsniveauprobe / fructose spiking level sample

4.2 Lactose

4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Hinweis
	pos/neg	[mg/100g]	pos/neg	[mg/100g]		
1	negativ	<10	positiv	100	2/2 (100%)	
2	negativ	<LOQ	positiv	103	2/2 (100%)	
3	negativ	<2	positiv	94,9	2/2 (100%)	
4	negativ	<6	positiv	106	2/2 (100%)	
5	negativ	<10	positiv	438000	2/2 (100%)	
6	negativ	<LOD	positiv	87,0	2/2 (100%)	
7	negativ		positiv	104	2/2 (100%)	
8	negativ		positiv	50,7	2/2 (100%)	
9	negativ	<100	positiv	<100	2/2 (100%)	
10	negativ	<3,4	positiv	108	2/2 (100%)	
11	negativ	< LOQ	positiv	112	2/2 (100%)	
12a	negativ	<20	positiv	100	2/2 (100%)	zur LOQ s. Dokumentation
12b	negativ	<5	positiv	107	2/2 (100%)	
13	negativ	< 10	positiv	100	2/2 (100%)	
14a	negativ		positiv	99,0	2/2 (100%)	
14b			positiv	115	1/1 (100%)	
15a	negativ	<50	positiv	70,0	2/2 (100%)	
15b	negativ	<50	positiv	110	2/2 (100%)	
16	positiv	158	positiv	265	1/2 (50%)	
17	positiv	<7,286	positiv	118	1/2 (50%)	
18	negativ	0	positiv	132	2/2 (100%)	
19	positiv	0,535	positiv	0,660	1/2 (50%)	
20	negativ	n.n.	positiv	90,0	2/2 (100%)	
21	negativ	<5	positiv	110	2/2 (100%)	

	Probe A	Probe B
Anzahl positiv	3	24
Anzahl negativ	20	0
Prozent positiv	13	100
Prozent negativ	87	0
Konsenswert	negativ	positiv

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe B. Es wurden 3 positive Ergebnisse für Probe A, teils unterhalb der Bestimmungsgrenze, angegeben.

4.2.2 Lactose Probe B (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	21
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	109
Median	104
Robuster Mittelwert (X_{pt})	104
Robuste Standardabweichung (S^*)	13,1
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	8,15
Zielstandardabweichung (zur Information)	5,84
Untere Grenze des Zielbereichs	87,5
Obere Grenze des Zielbereichs	120
Quotient S^*/σ_{pt}	1,6
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	3,57
Ergebnisse im Zielbereich	16
Prozent im Zielbereich	76%

* ohne Ergebnisse Nr. 5 u. 19 (vorab ausgeschlossen)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision berechnet (ASU §64 L 01.00-90, [19]). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres-LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

76% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 91 % vom Zusatzniveau von Lactose zu Probe B (vgl. S. 5).

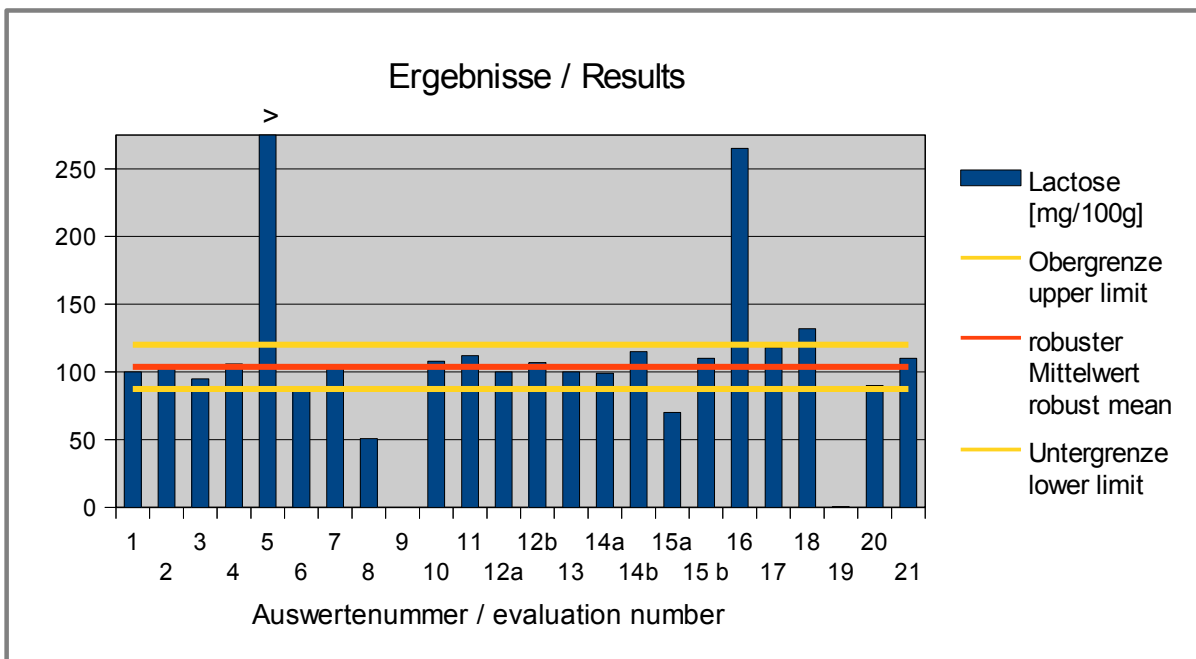


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Lactose Probe B / Results lactose sample B

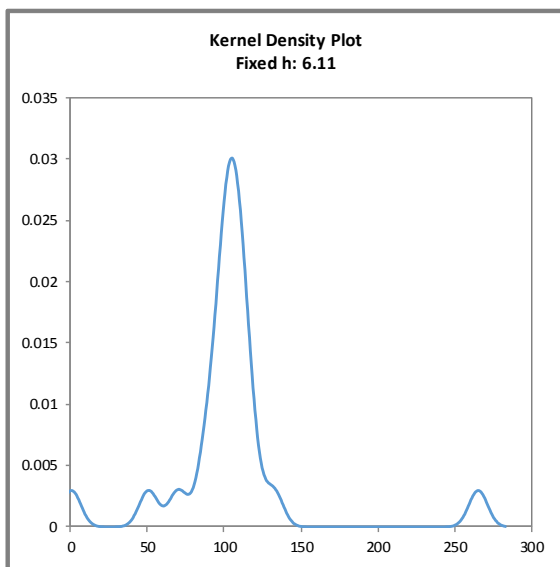


Abb. / Fig. 8:

Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit drei Nebenpeaks < 80 mg/100g und einem Nebenpeak bei etwa 260 mg/100g, die auf Einzelergebnisse unter- bzw. oberhalb des Zielbereiches zurückzuführen sind. Ergebnis Nr. 5 wurde nicht dargestellt.

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Lactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	100	-3,8	-0,46	-0,64	
2	103	-0,8	-0,09	-0,13	
3	94,9	-8,9	-1,1	-1,5	
4	106	2,2	0,27	0,38	
5	438000				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
6	87,0	-16,8	-2,1	-2,9	
7	104	0,2	0,03	0,04	
8	50,7	-53,1	-6,5	-9,1	
9	<100				
10	108	4,2	0,52	0,73	
11	112	8,2	1,0	1,4	
12a	100	-3,8	-0,46	-0,64	LOQ s. Dokumentation
12b	107	3,2	0,40	0,55	
13	100	-3,8	-0,46	-0,64	
14a	99,0	-4,8	-0,58	-0,82	
14b	115	11,2	1,4	1,9	
15a	70,0	-33,8	-4,1	-5,8	
15b	110	6,2	0,77	1,1	
16	265	161,2	20	28	
17	118	14,3	1,8	2,4	
18	132	28,2	3,5	4,8	
19	0,660				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
20	90	-13,8	-1,7	-2,4	
21	110	6,24	0,77	1,1	

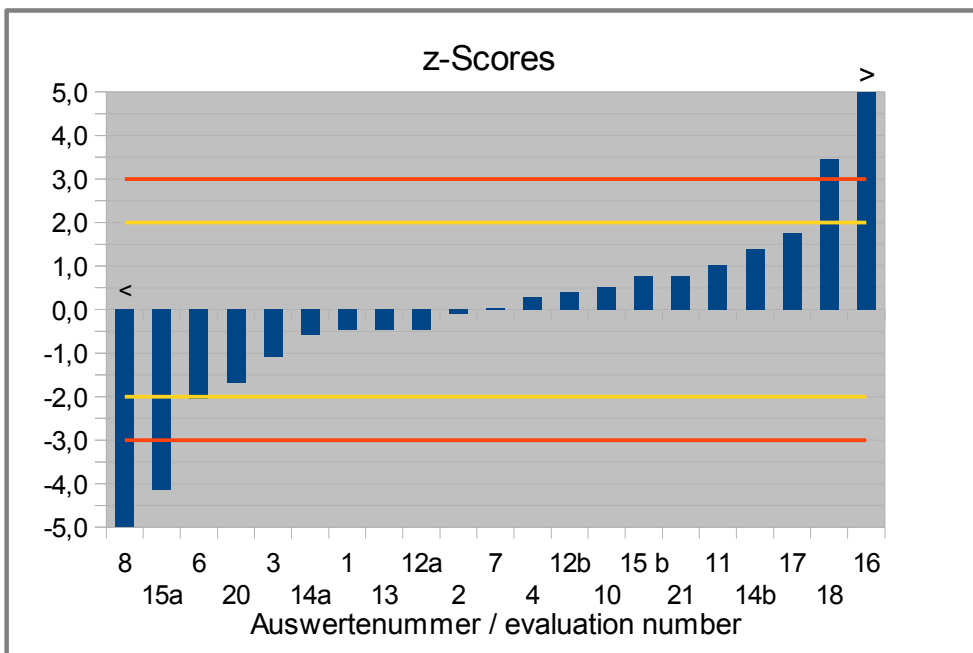


Abb. / Fig. 9: z-Scores Lactose Probe B / lactose sample B

4.2.3 Lactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	20
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	104
Median	98,3
Robuster Mittelwert (X_{pt})	96,7
Robuste Standardabweichung (S^*)	10,5
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	7,60
Zielstandardabweichung (zur Information)	5,50
Untere Grenze des Zielbereichs	81,5
Obere Grenze des Zielbereichs	112
Quotient S^*/σ_{pt}	1,4
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	2,93
Ergebnisse im Zielbereich	17
Prozent im Zielbereich	85%

* ohne Ergebnis Nr. 19 (vorab ausgeschlossen)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision berechnet (ASU §64 L 01.00-90, [19]). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres-LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

85% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 87 % vom Zusatzniveau von Lactose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).

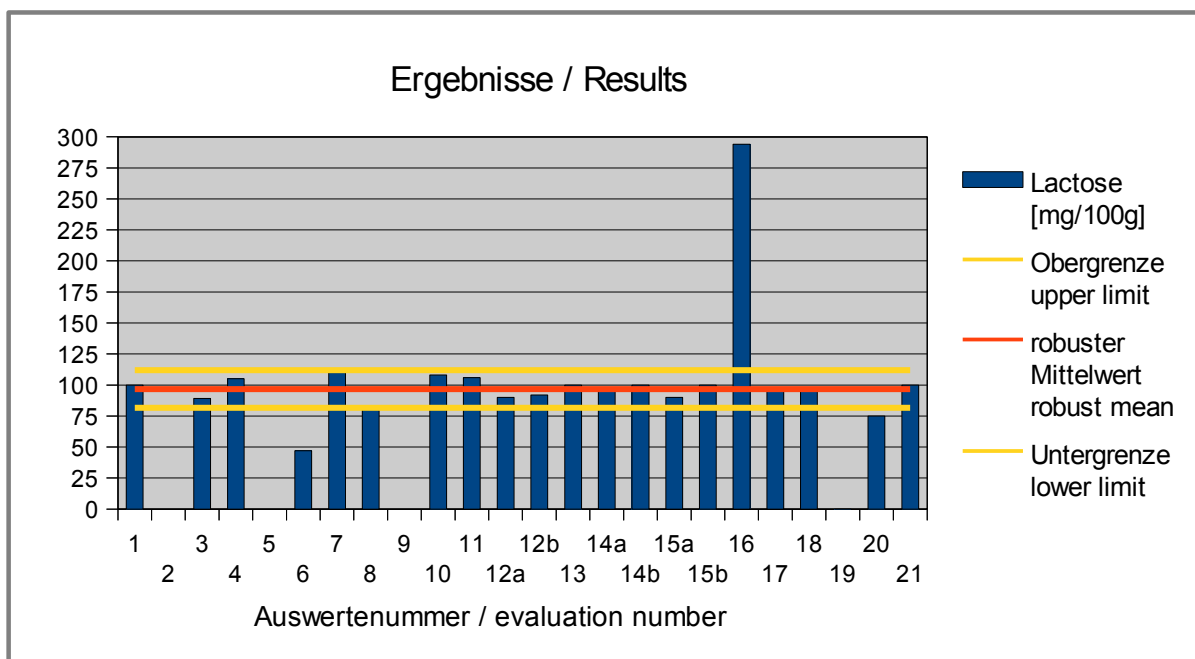


Abb. / Fig. 10: Ergebnisse Lactose Dotierungsniveauprobe / Results lactose spiking level sample

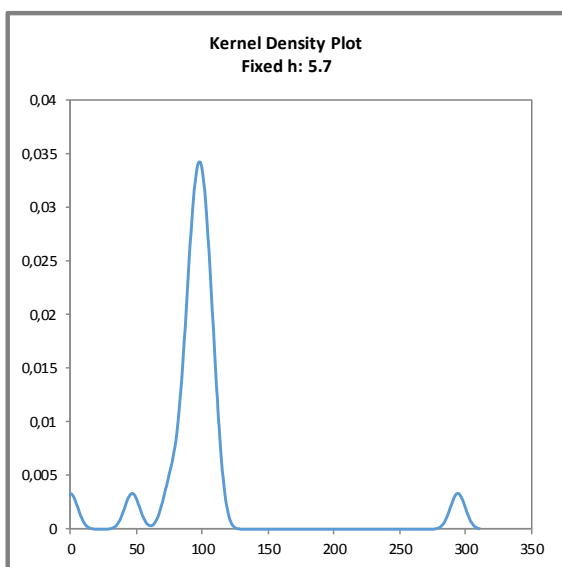


Abb. / Fig. 11:

Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit zwei Nebenpeaks < 60 mg/100g und einem Nebenpeak bei etwa 290 mg/100g, die jeweils auf Einzelergebnisse unter- bzw. oberhalb des Zielbereiches zurückzuführen sind.

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Lactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	100	3,3	0,43	0,60	
2	<LOQ				
3	89,2	-7,5	-1,0	-1,4	
4	105	8,3	1,1	1,5	
5					
6	47,0	-49,7	-6,5	-9,0	
7	110	13,3	1,7	2,4	
8	82,8	-14,0	-1,8	-2,5	
9	<100				
10	108	11,3	1,5	2,1	
11	106	9,3	1,2	1,7	
12a	90,0	-6,7	-0,88	-1,2	<LOQ
12b	92,0	-4,7	-0,62	-0,86	
13	100	3,3	0,43	0,60	
14a	96,5	-0,2	-0,03	-0,04	
14b	100	3,3	0,43	0,60	
15a	90,0	-6,7	-0,88	-1,2	
15b	100	3,3	0,43	0,60	
16	294	197,3	26	36	
17	95,6	-1,1	-0,14	-0,20	
18	94,9	-1,8	-0,24	-0,33	
19	0,0100				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
20	75,0	-21,7	-2,9	-4,0	
21	100	3,3	0,43	0,60	

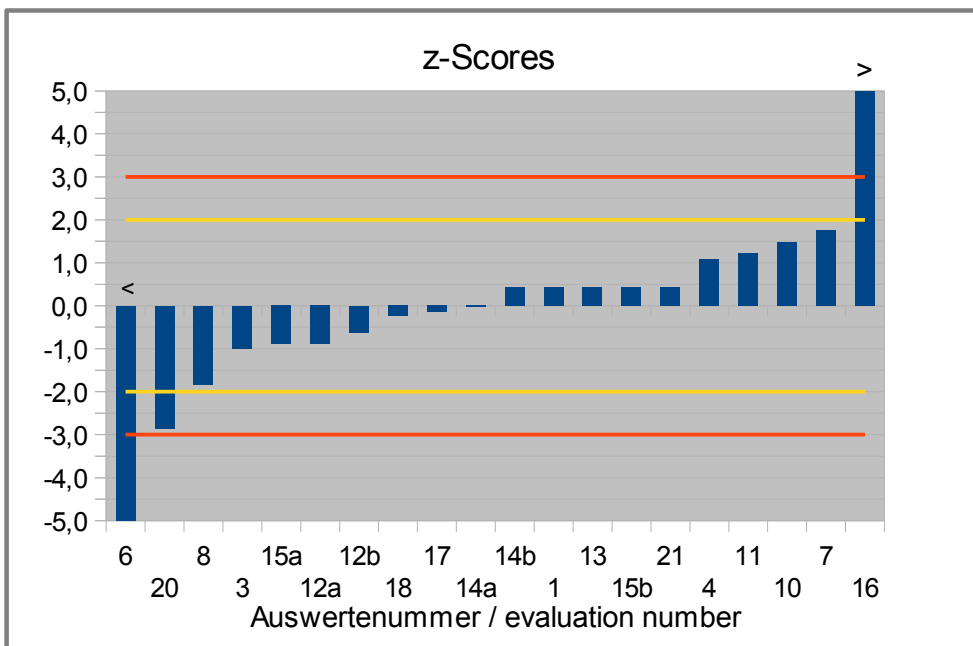


Abb. / Fig. 12: z-Scores Lactose Dotierungsniveauprobe / lactose spiking level sample

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.

Dotierungsniveauprobe und Probe B

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*	Probe B	Wiederfindungsrate*	Hinweis
	[mg/100g]	[%]	[mg/100g]	[%]	
1	100	90	100	87	
2	<LOQ		103	90	
3	89,2	80	94,9	83	
4	105	95	106	93	
5			438000	382533	
6	47,0	42	87,0	76	
7	110	99	104	91	
8	82,8	75	50,7	44	
9	<100		<100		
10	108	97	108	94	
11	106	95	112	98	
12a	90,0	81	100	87	LOQ s. Dokumentation
12b	92,0	83	107	93	
13	100	90	100	87	
14a	96,5	87	99,0	86	
14b	100	90	115	100	
15a	90,0	81	70,0	61	
15b	100	90	110	96	
16	294	265	265	231	
17	95,6	86	118	103	
18	94,9	85	132	115	
19	0,0100	0,0090	0,660	0,58	
20	75,0	68	90,0	79	
21	100	90	110	96	

AB**	85-115 %	AB**	85-115 %
Anzahl im AB	12	Anzahl im AB	15
Prozent im AB	57	Prozent im AB	65

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

** Akzeptanzbereich . 3.12 (S. 15)

Anmerkung:

57% (12) der Teilnehmer haben mit der Dotierungsniveauprobe eine Wiederfindungsrate im Bereich von 85-115% erhalten. Bei der dotierten Lebensmittelmatrix-Probe B lagen 65% (15) der Wiederfindungsraten in diesem Bereich.

4.3 Galactose

Für Galactose wurden keine Ergebnisse oberhalb der Nachweis- oder Bestimmungsgrenzen für die Proben A und B angegeben (s. Dokumentation).

4.3.1 Galactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

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

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Galactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1					
2					
3	<50				
4	5				
5					
6					
7					
8					
9	<100				
10					
11					
12a					
12b					
13					
14a					
14b					
15a	nicht anwendbar				
15b	<20				
16					
17					
18					
19					
20	5				
21	<100				

Anmerkung:

Zwei Teilnehmer haben Gehalte von 5 mg/100g in der Dotierungsniveauprobe nachgewiesen.

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	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Fructose	1	mg/100g	10.05.19	<0,01 g/100g	nein	0,003	0,01		
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	15.05.19	<500	nein	-	500	nein	-
	4	mg/100g		<100			<100	nein	
	5	mg/100g							
	6	mg/100g	13.05.19	<Limit of detection	nein	100	300	nein	
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	16.05.19	15,47		25	25	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g							
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g	24.04.19	< 25	nein	10	25	nein	
	14	mg/100g	08.05.19		nein	10	30	nein	
	15a	mg/100g	09.05.19	<50	nein		50		
	15 b	mg/100g	11.4.	<100	nein		100		
	16	mg/100g							
	17	mg/100g							
	18	mg/100g							
	19	mg/100g							
20	mg/100g	11.04.19	30	ja			nein		
21	mg/100g	10.04.19	<100	nein	100				

Fructose Probe B

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Fructose	1	mg/100g	10.05.19	0,69 g/100g	ja	0,003	0,01		
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	15.05.19	500	ja		500	nein	
	4	mg/100g		558	ja		<100	nein	
	5	mg/100g							
	6	mg/100g	13.05.19	487	ja	100	300	nein	
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	16.05.19	494,46		25	25	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g							
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g	24.04.19	520	ja	10	25	nein	
	14	mg/100g	08.05.19	537	ja	10	30	nein	
	15a	mg/100g	09.05.19	570	ja		50		
	15 b	mg/100g	11.4.	530	ja		100		
	16	mg/100g							
	17	mg/100g							
	18	mg/100g							
	19	mg/100g							
20	mg/100g	11.04.19	490	ja				nein	
21	mg/100g	10.04.19	490	ja	100				

Fructose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Fructose	1	mg/100g	10.05.19	0,64 g/100g	ja	0,003	0,01		
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	15.05.19	500	ja		500	nein	-
	4	mg/100g		567	ja		<100	nein	
	5	mg/100g							
	6	mg/100g	13.05.19	<Limit of quantification	ja	100	300	nein	
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	16.05.19	495,3		25	25	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g							
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g	24.04.19	540	ja	10	25	nein	101
	14	mg/100g	08.05.19	635,5	ja	10	30	nein	
	15a	mg/100g	09.05.19	550	ja		50		
	15 b	mg/100g	11.4.	570	ja		100		
	16	mg/100g							
	17	mg/100g							
	18	mg/100g							
	19	mg/100g							
20	mg/100g	11.04.19	520	ja			nein		
21	mg/100g	10. Apr	540	ja	100				

Lactose Probe A

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Lactose	1	mg/100g	10.05.19	<0,01 g/100g	nein	0,003	0,01		
	2	mg/100g	14.05.19	<LOQ	nein	40	75	nein	
	3	mg/100g	13.05.19	<2	nein	-	2	nein	-
	4	mg/100g	13.05.19	<6			<6	nein	
	5	mg/100g	08.05.19	<10	nein	10	10	nein\	
	6	mg/100g	13.05.19	<Limit of detection	nein	1,4	5	nein	
	7	mg/100g	09.05.19		nein	14	70	nein	103
	8	mg/100g	16.05.19		nein	25	25	nein	
	9	mg/100g	16.05.	<100	nein	10	100	nein	99
	10	mg/100g	15.05.19	<3.4	nein	1,1	3,4	ja	98,56
	11	mg/100g	11.04.19	< LOQ	nein	2	5	nein	0,98
	12a	mg/100g	08.05.19	<20	nein	20	50	nein	
	12b	mg/100g	10.05.19	<5	nein	5	15	nein	
	13	mg/100g	24.04.19	< 10	nein	3	10	nein	
	14	mg/100g	08.05.19		nein	10	30	nein	
	15a	mg/100g	09.05.19	<50	nein		50		
	15 b	mg/100g	12.4.	<50	nein		50		
	16	mg/100g	13.05.19	158	ja		10	nein	
	17	mg/100g	24.05.19	<7.286	ja	7,286	7,286	nein	
	18	mg/100g	23.04.19	0	nein		2	ja	99
	19	mg/100g	19.04.19	0,535	ja				
20	mg/100g	08.04.19	n.n.	nein	4	14	nein		
21	mg/100g	10.04.19	<5	nein	5				

Lactose Probe B

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Lactose	1	mg/100g	10.05.19	0,1 g/100g	ja	0,003	0,01		
	2	mg/100g	14.05.19	103	ja	40	75	nein	
	3	mg/100g	13.05.19	94,9	ja	-	2	nein	-
	4	mg/100g	13.05.19	106	ja		<6	nein	
	5	mg/100g	08.05.19	438000	ja	10	10	nein\	
	6	mg/100g	13.05.19	87	ja	1,4	5	nein	
	7	mg/100g	09.05.19	104	ja	14	70	nein	103
	8	mg/100g	16.05.19	50,71		25	25	nein	
	9	mg/100g	16.05.	<100	ja	10	100	nein	99,4
	10	mg/100g	15.05.19	108	ja	1,1	3,4	ja	98,56
	11	mg/100g	11.04.19	112	ja	2	5	nein	0,98
	12a	mg/100g	08.05.19	<200	ja	50	200	nein	
	12b	mg/100g	10.05.19	107	ja	3	10	nein	
	13	mg/100g	24.04.19	100	ja	3	10	nein	103
	14	mg/100g	08.05.19	99	ja	10	30	nein	
	15a	mg/100g	09.05.19	70	ja		50		
	15 b	mg/100g	12.4.	110	ja		20		
	16	mg/100g	13.05.19	265	ja		10	nein	
	17	mg/100g	24.05.19	118,035	ja	7,286	7,286	nein	
	18	mg/100g	07.05.19	132	ja		2	ja	99
	19	mg/100g	19.04.19	0,66	ja				
20	mg/100g	08.04.19	90	ja	4	14	nein		
21	mg/100g	10.04.19	110	ja	5				

Lactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Lactose	1	mg/100g	10.05.19	0,1 g/100g	ja	0,003	0,01		
	2	mg/100g	14.05.19	<LOQ	ja	40	75	nein	
	3	mg/100g	13.05.19	89,2	ja	-	2	nein	-
	4	mg/100g	13.05.19	105	ja		<6	nein	
	5	mg/100g							
	6	mg/100g	13.05.19	47	ja	1,4	5	nein	
	7	mg/100g	09.05.19	110	ja	29	144	nein	103
	8	mg/100g	16.05.19	82,75		25	25	nein	
	9	mg/100g	16.05.	<100	ja	10	100	nein	99,2
	10	mg/100g	15.05.19	108	ja	1,1	3,4	ja	98,56
	11	mg/100g	11.04.19	106	ja	2	5	nein	0,98
	12a	mg/100g	08.05.19	<200	ja	50	200	nein	
	12b	mg/100g	10.05.19	92	ja	3	10	nein	
	13	mg/100g	24.04.19	100	ja	3	10	nein	100
	14	mg/100g	08.05.19	96,5	ja	10	30	nein	
	15a	mg/100g	09.05.19	90	ja		50		
	15 b	mg/100g	12.4.	100	ja		20		
	16	mg/100g	13.05.19	294	ja		10	nein	
	17	mg/100g	24.05.19	95,63	ja	7,286	7,286	nein	
	18	mg/100g	30.04.19	94,9	ja		2	ja	99
	19	mg/100g	19.04.19	0,01	ja				
20	mg/100g	08.04.19	75	ja	4	14	nein		
21	mg/100g	10. Apr	100	ja	5				

Galactose Probe A

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Galactose	1	mg/100g							
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	15.05.19	<50	nein	-	50	nein	-
	4	mg/100g		<3			<3	nein	
	5	mg/100g							
	6	mg/100g							
	7	mg/100g	09.05.19		nein	7,5	38	nein	103
	8	mg/100g	16.05.19		nein	25	25	nein	
	9	mg/100g	16.05.	<100	nein	10	100	nein	
	10	mg/100g							
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g							
	14	mg/100g							
	15a	mg/100g	09.05.19	nicht anwendbar			50		
	15 b	mg/100g	12.4.	<50	nein		50		
	16	mg/100g							
	17	mg/100g							
	18	mg/100g							
	19	mg/100g							
20	mg/100g	08.04.19	n.n.	nein			nein		
21	mg/100g	10.04.19	<100	nein	100				

Galactose Probe B

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Galactose	1	mg/100g							
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	15.05.19	<50	nein	-	50	nein	-
	4	mg/100g		<3	nein		<3	nein	
	5	mg/100g							
	6	mg/100g							
	7	mg/100g	09.05.19		nein	7,5	38	nein	103
	8	mg/100g	16.05.19		nein	25	25	nein	
	9	mg/100g	16.05.	<100	nein	10	100	nein	
	10	mg/100g							
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g							
	14	mg/100g							
	15a	mg/100g	09.05.19	nicht anwendbar			50		
	15 b	mg/100g	12.4.	<20	nein		20		
	16	mg/100g							
	17	mg/100g							
	18	mg/100g							
	19	mg/100g							
20	mg/100g	08.04.19	n.n.	nein				nein	
21	mg/100g	10.04.19	<100	nein		100			

Galactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Galactose	1	mg/100g							
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	15.05.19	<50	nein	-	50	nein	-
	4	mg/100g		5	ja		<3	nein	
	5	mg/100g							
	6	mg/100g							
	7	mg/100g	08.05.19		nein	38	189	nein	103
	8	mg/100g	16.05.19		nein	25	25	nein	
	9	mg/100g	16.05.	<100	nein	10	100	nein	
	10	mg/100g							
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g							
	14	mg/100g							
	15a	mg/100g	09.05.19	nicht anwendbar			50		
	15 b	mg/100g	12.4.	<20	nein		20		
	16	mg/100g							
	17	mg/100g							
	18	mg/100g							
	19	mg/100g							
20	mg/100g	08.04.19	5	nein			nein		
21	mg/100g	10. Apr	<100	nein	100				

5.1.2 Analytische Methoden**Fructose Probe A**

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Probe A						ja / nein	ja / nein		
Fructose	1	Fructose, HPLC SOP Code: 084L02xx (inhouse)	Extraktion wässrig, Carrez Klärung	HPAEC-PAD	ja		ja	Angabe in g/100g	
	2								
	3	HPLC-IR - interne Methode PNTA0101			externe kalib. Kurve und interne RM	nein	ja		
	4	enzymatisch					ja		
	5								
	6	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC Quantifizierung des Proben-Extraktes	Extemer Std Fructose Sigma	nein	ja		
	7								
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie							
	9								
	10								
	11								
	12a								
	12b								
	13	interne Methode A/75			HPLC/PAD	Sigma Aldrich		ja	
	14	Enzymatik	homogenisieren, wässrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung		HPAEC-PAD			ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 139 106 035:2011-05						ja	
	16								
	17								
	18								
	19								
20	ASU L 48.01-3, modifiziert					nein	ja		
21	HPAEC-PAD						nein		

Fructose Probe B

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / neinm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Probe B									
Fructose	1	Fructose, HPLC SOP Code: 084L02xx (inhouse)	Extraktion wässrig, Carrez Klärung	HPAEC-PAD	ja		ja	Angabe in g/100g	
	2								
	3	HPLC-IR – interne Methode PNTA0101			externe Kalib. Kurve und interne RM	nein	ja		
	4	enzymatisch					ja		
	5								
	6	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC Quantifizierung des Proben-Extraktes	Externer Std Fructose Sigma	nein	ja		
	7								
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie							
	9								
	10								
	11								
	12a								
	12b								
	13	interne Method A/75			HPLC/PAD	Sigma Aldrich		ja	
	14a	Enzymatik	homogenisieren, wässrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	
	14b								HPAEC-PAD: 544 mg/100g
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung		HPAEC-PAD			ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 139 106 035:2011-05						ja	
	16								
	17								
	18								
19									
20	ASU L 48.01-3, modifiziert					nein	ja		
21	HPAEC-PAD						nein		

Fructose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / neinrm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Dotierungsniveauprobe									
Fructose	1	Fructose, HPLC SOP Code: 084L02xx (inhouse)	Extraktion wässrig, Carrez Klärung	HPAEC-PAD	ja		ja	Angabe in g/100g	
	2								
	3	HPLC-IR - interne Methode PNTA0101			externe Kalib. Kurve und interne RM	nein	ja		
	4	enzymatisch					ja		
	5								
	6	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC Quantifizierung des Proben-Extraktes	Externer Std Fructosa Sigma	nein	ja		
	7								
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie							
	9								
	10								
	11								
	12a								
	12b								
	13	interne Methode A/75			HPLC/PAD	Sigma Aldrich	ja	ja	
	14a	Enzymatik	homogenisieren, wässrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	
	14b								HPAEC-PAD: 728 mg/100g
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung		HPAEC-PAD			ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 139 106 035:2011-05						ja	
	16								
	17								
	18								
19									
20	ASU L 48.01-3, modifiziert					nein	ja		
21	HPAEC-PAD						nein		

Lactose Probe A

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / nein/m / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Probe A						ja / nein	ja / nein		
Lactose	1	Lactose Moneinhydrat, HPLC SOP Code: 081L02xx (in-house)	Extraktion wässrig, Carrez Klärung	HPAEC-PAD	ja		ja	Angabe in g/100g	
	2	ENZYMATIC			R-BIOPHARM		nein		
	3	LC/MS/MS - interne Methode PNTA0189			externe Kalib. Kurve und interne RM	nein	ja		
	4	FOOD-PA 591, in Anl. an ASU L07.00-23, enzymatisch					ja		
	5	Roche Lactose/Galactose Kit (ld N° 10 176 303 035)					ja		
	6	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC quantification of sample extract	Externer Std Lactose Sigma	nein	ja		
	7	r-biopharm 10 176 303 035			Lactose-Testkontroll-Lösung	nein	ja		
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie							
	9	enzymatisch	lt. Manual			ja	ja		
	10	Enzymatische Methode mit Boehringer / R-Biopharm Test-Combination Kit zur quantitativen Bestimmung von Laktose in Lebensmitteln. Die Methode wurde am NRC für Aromapulver (PBA) validiert und für die Quantifizierung von Laktose in laktosefreien Säuglingsanfangsnahrung angepasst und validiert.	Bringe die gesamte Probe (original Verpackung) auf Raumtemperatur und Homogenisiere durch Mischen. Nimm die Testportion zur Analyse aus der homogenen Testprobe.		Interne Referenzprobe, gespiked	nein	nein	nein	
	11	Hausmethode				ja	ja		
	12a	ISO 22662			HPLC-ELSD	DLA 18/2018 ProbeA	nein	ja	
	12b	Interne Methode (Bestimmung von Lactose mittels LC-MS)			LC-MS	DLA 18/2018 ProbeA	nein	nein	
	13	interne Methode A/75			HPLC/PAD	Sigma Aldrich		ja	
	14	Enzymatik	homogenisieren, wässrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung	HPAEC-PAD				ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06						ja	
	16	Megazyme K-LACGAR						ja	
	17	Enzymatic Test Megazyme LOLAC	Wasserextraktion, Carrez Klärung	Messungen bei 340nm	Hausintern verifiziertes Material			nein	
	18	HPLC-MS			Wiederfindung berechnet mit C13-Lactose internem Standard	Wasserfreie Lactose (Sigma)	ja	ja	
	19	Foodlab Jr.			Photometer	ext. Standards			
20	ASU L 01.00-17, modifiziert					nein	ja		
21	HPAEC-PAD						nein		

Lactose Probe B

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Probe B									
Lactose	1	Lactose Monohydrat, HPLC SOP Code: 081L02xx (inhouse)	Extraktion wässrig, Carrez Klärung	HPAEC-PAD	ja		ja	Angabe in g/100g	
	2	ENZYMATIC			R-BIOPHARM		nein		
	3	LC/MS/MS - interne Methode PNTA0189			externe Kalib. Kurve und interne RM	nein	ja		
	4	FOOD-PA 591, in Anl. an ASU L07.00-23, enzymatisch					ja		
	5	Roche Lactose/Galactose Kit (ld N° 10 176 303 035)					ja		
	6	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC Quantifizierung des Proben-Extraktes	Externer Std Lactose Sigma	nein	ja		
	7	r-biopharm 10 176 303 035			Lactose-Testkontroll-Lösung	nein	ja		
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie							
	9	enzymatisch	lt. Manual			ja	ja		
	10	Enzymatische Methode mit Boehringer / R-Biopharm Test-Combination Kit zur quantitativen Bestimmung von Laktose in Lebensmitteln. Die Methode wurde am NRC für Aromapulver (PBA) validiert und für die Quantifizierung von Laktose in laktosefreien Säuglingsanfangsnahrung angepasst und validiert.	Bringe die gesamte Probe (original Verpackung) auf Raumtemperatur und Homogenisiere durch Mischen. Nimm die Testportion zur Analyse aus der homogenen Testprobe.		Interne Referenzprobe, gespiked	nein	nein	nein	
	11	in house method				ja	ja		
	12a	ISO 22662			HPLC-ELSD	DLA 18/2018 ProbeA	nein	ja	trotz kleiner LOQ quantifiziert: 100mg/100g
	12b	Interne Methode (Bestimmung von Lactose mittels LC-MS)			LC-MS	DLA 18/2018 ProbeA	nein	nein	
	13	interne Methode A/75			HPLC/PAD	Sigma Aldrich	ja	ja	
	14	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 115 mg/100g
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung		HPAEC-PAD			ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06						ja	
	16	Megazyme K-LACGAR						ja	
	17	Enzymatischer Test Megazyme LOLAC	Wasserextraktion, Carrez Klärung	Messungen bei 340nm		Hausintern verifiziertes Material		nein	
	18	HPLC-MS			Wiederfindung berechnet mit C13-Lactose internem Standard	Wasserfreie Lactose (Sigma)	ja	ja	
	19	Foodlab Jr.			Photometer	ext. Standards			
20	ASU L 01.00-17, modifiziert					nein	ja		
21	HPAEC-PAD						nein		

Lactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Dotierungsniveauprobe									
Lactose	1	Lactose Moneinhydrat, HPLC SOP Code: 081L02xx (inhouse)	Extraktion wässrig, Carrez Klärung	HPAEC-PAD	ja		ja	Angabe in g/100g	
	2	ENZYMATISCH			R-BIOPHARM		nein		
	3	LC/MS/MS - interne Methode PNTA0189			externe Kalib. Kurve und interne RM	nein	ja		
	4	FOOD-PA 591, in Anl. an ASU L07.00-23, enzymatisch					ja		
	5								
	6	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC Quantifizierung des Proben-Extraktes	Externer Std Lactose Sigma	nein	ja		
	7	r-biopharm 10 176 303 035			Lactose-Testkontroll-Lösung	nein	ja		
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie						43601	
	9	enzymatisch	lt. Manual			ja	ja		
	10	Enzymatische Methode mit Boehringer / R-Biopharm Test-Combination Kit zur quantitativen Bestimmung von Laktose in Lebensmitteln. Die Methode wurde am NRC für Aromapulver (PBA) validiert und für die Quantifizierung von Laktose in laktosefreien Säuglingsanfangsnahrung angepasst und validiert.	Bringe die gesamte Probe (original Verpackung) auf Raumtemperatur und Homogenisiere durch Mischen. Nimm die Testportion zur Analyse aus der homogenen Testprobe.		Interne Referenzprobe, gespiked	nein	nein	nein	
	11	Hausmethode				ja	ja		
	12a	ISO 22662			HPLC-ELSD	DLA 18/2018 ProbeA	nein	ja	trotz kleiner LOQ quantifiziert: 90mg/100g
	12b	Interne Methode (Bestimmung von Lactose mittels LC-MS)			LC-MS	DLA 18/2018 ProbeA	nein	nein	
	13	interne Methode A/75			HPLC/PAD	Sigma Aldrich	ja	ja	
	14	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 100 mg/100g
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung		HPAEC-PAD			ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06						ja	
	16	Megazyme K-LACGAR						ja	
	17	Enzymatischer Test Megazyme LOLAC	Wasserextraktion, Carrez Klärung	Messungen bei 340nm		Hausintern verifiziertes Material		nein	
	18	HPLC-MS			Wiederfindung berechnet mit C13-Lactose internem Standard	Wasserfreie Lactose (Sigma)	ja	ja	
	19	Foodlab Jr.			Photometer	ext. Standards			
20	ASU L 01.00-17, modifiziert					nein	ja		
21	HPAEC-PAD						nein		

Galactose Probe A

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / neinm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Probe A						ja / nein	ja / nein	
Galactose	1							
	2							
	3	HPAE-PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. kurve und interne RM	nein	nein	
	4	FOOD-PA 591, in Anl. an ASU L07.00-23, enzymatisch					ja	
	5							
	6							
	7	r-biopharm 10 176 303 035			Lactose-Testkontroll-Lösung	nein	ja	
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie						
	9	enzymatisch	lt. Manual					
	10							
	11							
	12a							
	12b							
	13							
	14							
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung	HPAEC-PAD			ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06					ja	
	16							
	17							
	18							
	19							
20	Enzymatisch mit Testkit					nein	nein	Galactose nicht validiert
21	HPAEC-PAD						nein	

Galactose Probe B

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / neinrm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Probe B								
Galactose	1							
	2							
	3	HPAE-PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. Kurve und interne RM	nein	nein	
	4	FOOD-PA 591, in Anl. an ASU L07.00-23, enzymatisch					ja	
	5							
	6							
	7	r-biopharm 10 176 303 035				Lactose-Testkontroll-Lösung	nein	ja
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie						
	9	enzymatisch	lt. Manual					
	10							
	11							
	12a							
	12b							
	13							
	14							
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung	HPAEC-PAD				ja
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06						ja
	16							
	17							
	18							
	19							
20	Enzymatisch mit Testkit					nein	nein	Galactose nicht validiert
21	HPAEC-PAD						nein	

Galactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / neinm / Literatur	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Dotierungsniveauprobe								
Galactose	1							
	2							
	3	HPAE-PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. Kurve und interne RM	nein	nein	
	4	FOOD-PA 591, in Anl. an ASU L07.00-23, enzymatisch					ja	
	5							
	6							
	7	r-biopharm 10 176 303 035			Lactose-Testkontroll-Lösung	nein	ja	
	8	Kohlenhydrate mittels Ionenchromatographie						
	9	enzymatisch	lt. Manual					
	10							
	11							
	12a							
	12b							
	13							
	14							
	15a	Interne Methode HPAEC-PAD	Extraktion mit Wasser und Präzipitation mit Carrez-Lösung	HPAEC-PAD			ja	
	15 b	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06					ja	
	16							
	17							
	18							
	19							
20	Enzymatisch mit Testkit					nein	nein	Galactose nicht validiert
21	HPAEC-PAD						nein	

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA 18-2019 Probe B

Gewicht Gesamtprobe	2,63	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	28,6	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,06	82	32,4
2	5,05	80	31,7
3	4,99	82	32,9
4	5,07	83	32,7
5	4,98	85	34,1
6	5,00	81	32,4
7	5,00	85	34,0
8	5,01	84	33,5

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	82,8	Partikel
Standardabweichung	2,14	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	0,39	
Wahrscheinlichkeit	100	%
Wiederfindungsrate	115	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	33,0	mg/kg
Standardabweichung	0,85	mg/kg
rel. Standardabweichung	2,59	%
Horwitz Standardabweichung	9,45	%
HorRat-Wert	0,27	
Wiederfindungsrate	115	%

Microtracer Homogenitätstest

DLA 18-2019 Dotierungsniveauprobe

Gewicht Gesamtprobe	1,82	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	31,9	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	4,97	87	35,0
2	5,09	104	40,9
3	5,04	102	40,5
4	5,03	103	41,0
5	5,02	96	38,2
6	5,04	97	38,5
7	5,00	90	36,0
8	5,09	108	42,4

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	98,3	Partikel
Standardabweichung	6,52	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	3,03	
Wahrscheinlichkeit	88	%
Wiederfindungsrate	122	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	39,1	mg/kg
Standardabweichung	2,59	mg/kg
rel. Standardabweichung	6,63	%
Horwitz Standardabweichung	9,22	%
HorRat-Wert	0,72	
Wiederfindungsrate	122	%

5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 18-2019
EP-Name	Lactose + Fructose in "lactosefreiem" Lebensmittel mit „Dotierungsniveauprobe“
Probenmatrix*	Proben A + B: Kuchenbackmischung / Zutaten: Weizenmehl, Zucker, Stärke, fettarmes Kakaopulver, Säuerungsmittel: Diphosphate, Backtriebmittel: Natriumcarbonate, Emulgatoren: E475 und E471, Aroma, Salz sowie Lactose und Fructose (eine der beiden Proben) Dotierungsniveauprobe: Kartoffelpulver sowie Lactose und Fructose
Probenzahl und Probenmenge	2 unterschiedliche Proben A + B: je 25 g + 1 Dotierungsniveauprobe: 25 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur (Langzeit 2 - 10°C) Dotierungsniveauprobe: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	qualitativ + quantitativ: Lactose (optional: Galactose) + Fructose Proben A + B: Lactose < 500 mg/100g Dotierungsniveauprobe: Lactose < 500 mg/100g
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseeinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden für jede Probe A , B und Dotierungsniveauprobe je ein Ergebnis zur Abgabe ermittelt. Die Einzelergebnisse sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen, bei Mehrfachbestimmungen der Mittelwert.
Einheiten	mg/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe A und B - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	spätestens 17. Mai 2019
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-Scharf / Alexandra Scharf MSc.

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		ITALIEN
		ITALIEN
		Deutschland
		Deutschland
		TSCHECHIEN
		Deutschland
		ITALIEN
		NIEDERLANDE
		GROSSBRITANNIEN
		ITALIEN
		ITALIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		GROSSBRITANNIEN
		NIEDERLANDE
		ÖSTERREICH
		ÖSTERREICH
		SPANIEN
		TSCHECHIEN
		Deutschland

[Die Adressdaten der Teilnehmer wurden für die allgemeine Veröffentlichung des Auswertebereichs nicht angegeben.]

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

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 inter-laboratory 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 Analytical 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. Homogeneity and stability of reference materials; Linsinger et al.; Accred Qual Assur, 6, 20-25 (2001)
17. AOAC Official Methods of Analysis: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Appendix F, p. 2, AOAC Int (2016)
18. 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
19. 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]
20. 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]
21. 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]

22. 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 children's rusk and rusk flour]
23. 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 18/2019 - Lactose und Fructose

21 von 22 Teilnehmern haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von Lactose und Fructose in der Matrix Kuchenbackmischung erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (Fructose) bzw. anhand von Präzisionsdaten einer ASU-Methode. Für Galactose lagen zu wenige quantitative Ergebnisse vor. Es lagen 64% bis 92% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

14 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Großbritannien, Italien, Niederlande, Österreich, Spanien, Tschechien).