



**Auswertungs-Bericht**

Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 35/2019**

**Ballaststoffe und Inulin:**

**in Getreideerzeugnis**

***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>	<b>DLA - Proficiency Tests GmbH</b> 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 35/2019
<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 (10. 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: 10. 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.....	6
2.1.2 Stabilität.....	7
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.....	10
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	11
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen . . . . .	12
3.7 z-Score.....	12
3.8 z'-Score.....	15
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	15
3.10 Quotient $S^*/opt$ .....	16
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	16
4. Ergebnisse.....	17
4.1 Gesamtballaststoffe ohne Inulin in g/100g.....	18
4.1.1 Probe A.....	18
4.1.2 Probe B.....	21
4.2 Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin in g/100g.....	24
4.2.1 Probe A.....	24
4.2.2 Probe B.....	27
4.3 Inulin in g/100g.....	30
4.3.1 Probe A.....	30
4.3.2 Probe B.....	33
4.3.3 Differenz Probe B - Probe A (Delta Inulin).....	36
5. Dokumentation.....	39
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	39
5.1.1 Primärdaten und analytische Methoden.....	39
5.2 Homogenität.....	45
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	45
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	46
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge. . . .	47
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	48

## 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

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um handelsübliche Waffeln aus Dinkel eines Europäischen Anbieters. Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1). Probe B wurde zusätzlich Inulin zugegeben.

Nach Zerkleinern und Sieben (mesh 2,0 mm) der Dinkelwaffeln wurde die Grundmischung homogenisiert.

Anschließend wurde die dotierte Probe B folgendermaßen hergestellt:

Zuvor gesiebtes Inulin (mesh 400 µm) wurde zu einem Aliquot der Grundmatrix gegeben und die Mischung homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix zugegeben und jeweils homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.

Die Proben wurden zu Portionen von ca. 40 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

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

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Probe A	Probe B
Dinkel-Waffeln, Bio Zutaten: Dinkel (99,5%), Meersalz  Nährwerte pro 100 g: Fett 3,2 g, Kohlenhydrate 65 g davon Zucker 2,5 g, Protein 14 g  - davon Ballaststoffe (10 %) **	100 g/100g *     10,0 g/100g **	95,7 g/100g *     9,57 g/100g **
Inulin	-	4,34 g/100g *

\* Gehalte gemäß gravimetrischer Mischung

\*\* Gehalte gemäß Deklaration

**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  $\mu\text{m}$ -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 hat eine Wahrscheinlichkeit von 96% bzw. 85% 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 [16, 17]. Es wurde ein HorRat-Wert von 0,73 bzw. 0,94 für die vorliegenden LVU-Proben erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung  $S_r$  der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für die Parameter Gesamt-Ballaststoffe mit und ohne Inulin bei ca. 1,6% bzw. 3,2% und für Inulin bei 11,5 % (Probe A ohne Inulinzusatz) bzw. bei 2,5% (Probe B mit Inulinzusatz). Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (ASU L 00.00-18 / L 17.03-1 bzw. ASU L 00.00-94, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [18-21]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.3).

Tabelle 2: Wiederholstandardabweichungen  $S_r$  der Doppelbestimmungen der Teilnehmer (Variationskoeffizienten  $VK_r$  in %)

Parameter	$VK_r$ Probe A	$VK_r$ Probe B
Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin	3,21 %	3,24 %
Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin	1,56 %	1,77 %
Inulin	11,5 %*	2,49 %

\* Probe A ohne Inulin-Zusatz

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 Degraderate 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 Ballaststoffe und Inulin.

Der  $a_w$ -Wert der EP-Proben lag bei ca.  $0,16$  und  $0,17$  ( $22,5^\circ\text{C}$ ). 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 8. Kalenderwoche 2019 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien Probe A und B verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 05. April 2019.

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

*Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei unterschiedliche Proben von Waffeln aus Dinkel. Einer der beiden Proben A oder B wurde Inulin zugesetzt. Der Fettgehalt der Proben liegt bei < 10%. Die Parameter Gesamtballaststoffe und Inulin sollen für jede Probe jeweils in Doppelbestimmung 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 Doppelbestimmungen 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.

Alle 10 Teilnehmer haben fristgerecht 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:  $\Delta$  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 Durchführung der Bewertung wird in der Regel ab 7 Ergebnissen durchgeführt, in begründeten Fällen ist eine Bewertung auch ab 5 Ergebnissen zulässig.

***In der vorliegenden Auswertung wurde für die Parameter Gesamt-Ballaststoffe mit und ohne Inulin die Bewertung ab 5 Ergebnissen durchgeführt, da die statistischen Kennzahlen dies zulassen. Es ist zu beachten, dass die Aussagekraft aufgrund der wenigen Ergebnisse eingeschränkt ist.***

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 Wiederholstandardabweichung  $S_r$ , auch als Standardabweichung inner-



halb 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 Vergleichsstandardabweichung

Die Vergleichsstandardabweichung  $S_R$  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 Vergleichsstandardabweichung  $S_R$  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  $\sigma_{pt}$  (= 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 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 für alle Parameter jeweils die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) verwendet (ASU §64 Methoden: L 17.03-1, L 00.00-94; AOAC 2009.01).**

**Zusätzlich wurde für Inulin die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).**

#### 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  $\sigma_R$  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
$\sigma_R = 0,22c$	$c < 1,2 \times 10^{-7}$	$< 120 \mu\text{g}/\text{kg}$
$\sigma_R = 0,02c^{0,8495}$	$1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138$	$\geq 120 \mu\text{g}/\text{kg}$
$\sigma_R = 0,01c^{0,5}$	$c > 0,138$	$> 13,8 \text{ g}/100\text{g}$

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  $\sigma_R$  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]:

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

Die in Tabelle 3 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relativen Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) 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 3:** Relative Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relative Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  [18 - 21]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [g/100g]	$RSD_r$	$RSD_R$	$\sigma_{pt}$	Methode / Literatur
Gesamtballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Roggenmischbrot	8,83	2,49 %	5,10 %	4,8 % <sup>1</sup>	ASU §64 L 17.03-1
unlösliche Ballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Roggenmischbrot	5,45	5,14 %	8,44 %	7,6 %	ASU §64 L 17.03-1
lösliche Ballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Roggenmischbrot	3,02	14,6 %	20,9 %	18,2 %	ASU §64 L 17.03-1
Inulin (enzymatisch-photometrisch)	Fertigmehl	16,7	1,86 %	3,60 %	3,4 % <sup>1</sup>	ASU §64 L 00.00-94
	Säuglingsnahrung	0,61	4,92 %	8,20 %	7,4 %	
	Schokolade	5,95	2,35 %	4,03 %	3,7 %	
Gesamtballaststoffe u.a. inkl. Inulin (enzymatisch-gravimetrisch + Flüssigchromatographie)	Vollkornbrot	11,6	12,3 %	18,0 %	15,8 % <sup>1</sup>	AOAC 2009.01
	Vollkornnudeln	12,7	4,47 %	11,3 %	10,8 %	

<sup>1</sup> in der Auswertung (s. Abschnitt 4) verwendete Werte

Zur Bestimmung der **Gesamtballaststoffe** wurden in der vorliegenden LVU von den Teilnehmern nachstehende Methoden verwendet:

Die **enzymatisch-gravimetrischen Methoden** ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 (Lee et al. 1992) und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin, Oligosacchariden, resistenter Stärke und anderen Ballaststoffen kommen kann [23, 24].

Die **enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie** AOAC 2009.01, die lösliche und unlösliche Ballaststoffe, resistente Stärken und niedermolekulare Ballaststoffe wie Inulin und Oligosaccharide mit erfasst [23, 24]. Ein Teilnehmer hat die Methode AOAC 2011.25 verwendet.

Zur Bestimmung des **Inulingehalts** wurden in der vorliegenden LVU von den Teilnehmern nachstehende Methoden verwendet:

Die **enzymatisch-photometrischen Methoden** ASU L 00.00-94 bzw. AOAC 999.03 sowie die **enzymatische Bestimmung in Kombination mit der Ionenaustausch-Chromatographie (IEC)** AOAC 997.08. Ein Teilnehmer hat die Ergebnisse der Flüssigchromatographie der Methode AOAC 2009.01 angegeben.

### 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 3.6.2 als geeignet angesehen.

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

#### Rechtliche Anforderungen:

Im Leitfaden zur Lebensmittel-Informations-VO liegen die zulässigen Toleranzen für die Nährwertangaben u.a. für Ballaststoffe bei  $\pm 2$  g für Gehalte von  $< 10$  g/100g und bei  $\pm 20$  % für Gehalte von 10-40 g/100g [22].

### 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:

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

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 ( $\sigma_{pt}$ ) 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]. Gleichermäßen 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  $\geq 10$  Ergebnisse vorliegen [3].

Tabelle 4: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2015 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK <sub>S*</sub> ) [%]	Quotient S*/ $\sigma_{pt}$	DLA-Bericht
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	6,06	0,840	13,9	2,0	DLA 26/2015
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	8,15	0,579	7,10	1,5	DLA 36/2016
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	4,32	1,06	24,5	2,2*	DLA 35/2017
Gesamtballaststoffe mit Inulin	Getreideerzeugnis	11,1 14,3	1,00 1,15	8,98 8,01	0,57 0,51	DLA 35/2019 Proben ***
Gesamtballaststoffe ohne Inulin	Getreideerzeugnis	8,82 8,50	0,795 0,803	9,02 9,44	1,9 2,0	DLA 35/2019 Proben ***
Inulin	Getreideerzeugnis	3,68	0,690	18,8	1,9	DLA 26/2015
Inulin	Getreideerzeugnis	3,14	0,524	16,7	1,8	DLA 36/2016
Inulin	Getreideerzeugnis	3,35	0,468	14,0	2,2	DLA 35/2017
Inulin	Getreideerzeugnis	0,730** 4,73	0,332 0,628	41,0 13,3	2,6* 2,2*	DLA 35/2019 Proben ***

\* mit Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$

\*\* Median

\*\*\* Ergebnisse: 1. Zeile Probe A, 2. Zeile Probe B

### 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 Vergleichsstandardabweichung  $S_R$  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].

### 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 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.



### 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:

<b>Kenndaten</b>
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )
Anzahl mit $m$ Wiederholmessungen
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )
Variationskoeffizient ( $VK_x$ ) in %
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %
<b>Zielkenndaten:</b>
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 $U_{(X_{pt})}$
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 $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation			Remark

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

**4.1 Gesamtballaststoffe ohne Inulin in g/100g****4.1.1 Probe A****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	8,49
Median	8,90
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>8,82</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,795</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	4
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,283
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	3,14%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,545
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	6,05%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>0,422</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,254
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>7,98</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>9,67</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,406
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	83%

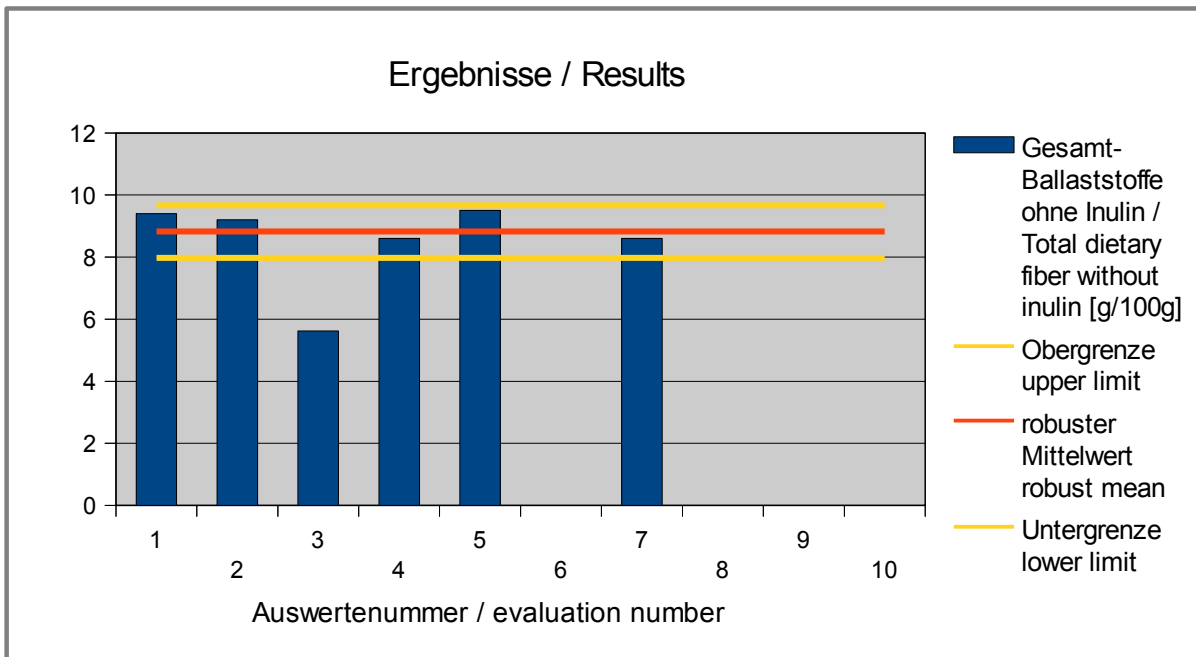
**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 17.03-1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

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

Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

83% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.



**Abb. / Fig. 1:** Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe A / Results total dietary fiber without inulin sample A

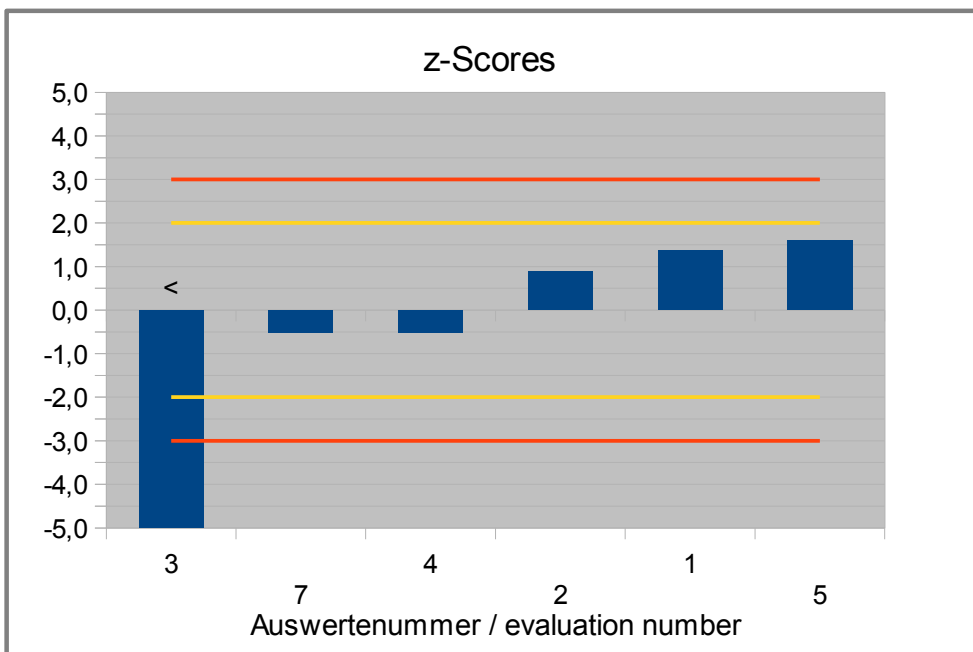
Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

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

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin / Total dietary fiber without inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	( $\sigma_{pt}$ )	(Info)	Remark
1	9,40	0,579	1,4	2,3	
2	9,20	0,379	0,90	1,5	
3	5,62	-3,201	-7,6	-12,6	unlösliche Ballaststoffe
4	8,60	-0,221	-0,52	-0,87	
5	9,50	0,679	1,6	2,7	
6					
7	8,60	-0,221	-0,52	-0,87	
8					
9					
10					

Methoden: enzymatisch-gravimetrische Methoden (ASU L 00.00-18, ASU L 17.03-1, bzw. AOAC 991.43, AOAC 985.29)



**Abb. / Fig. 2:** z-Scores Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe A / Total dietary fiber without inulin sample A

## 4.1.2 Probe B

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	8,24
Median	8,51
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>8,50</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,803</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	4
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,275
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	3,11%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,461
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	5,20%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>0,407</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,246
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>7,69</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>9,32</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,410
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	83%

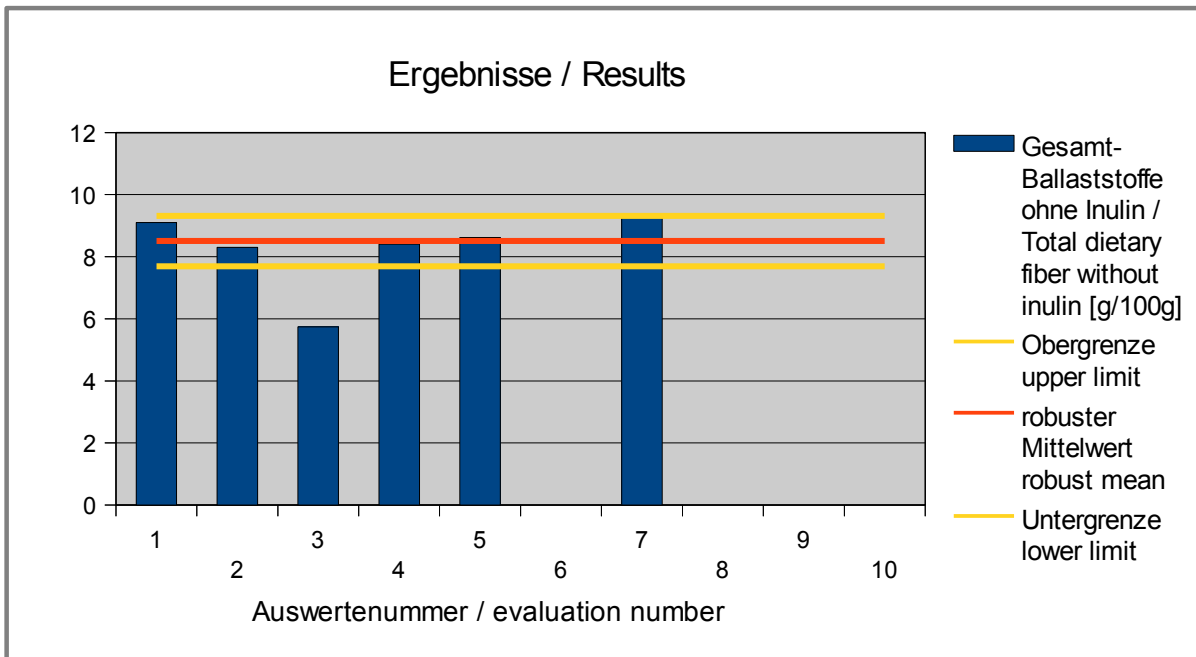
Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 17.03-1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

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

Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

83% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.



**Abb. / Fig. 3:** Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe B / Results total dietary fiber without inulin sample B

Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

Ergebnisse der Teilnehmer:  
Results of Participants:

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin / Total dietary fiber without inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score ( $\sigma_{pt}$ )	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	9,10	0,597	1,5	2,4	
2	8,30	-0,203	-0,50	-0,82	
3	5,74	-2,763	-6,8	-11	unlösliche Ballaststoffe
4	8,40	-0,103	-0,25	-0,42	
5	8,62	0,117	0,29	0,47	
6					
7	9,30	0,797	2,0	3,2	
8					
9					
10					

Methoden: enzymatisch-gravimetrische Methoden (ASU L 00.00-18, ASU L 17.03-1, bzw. AOAC 991.43, AOAC 985.29)

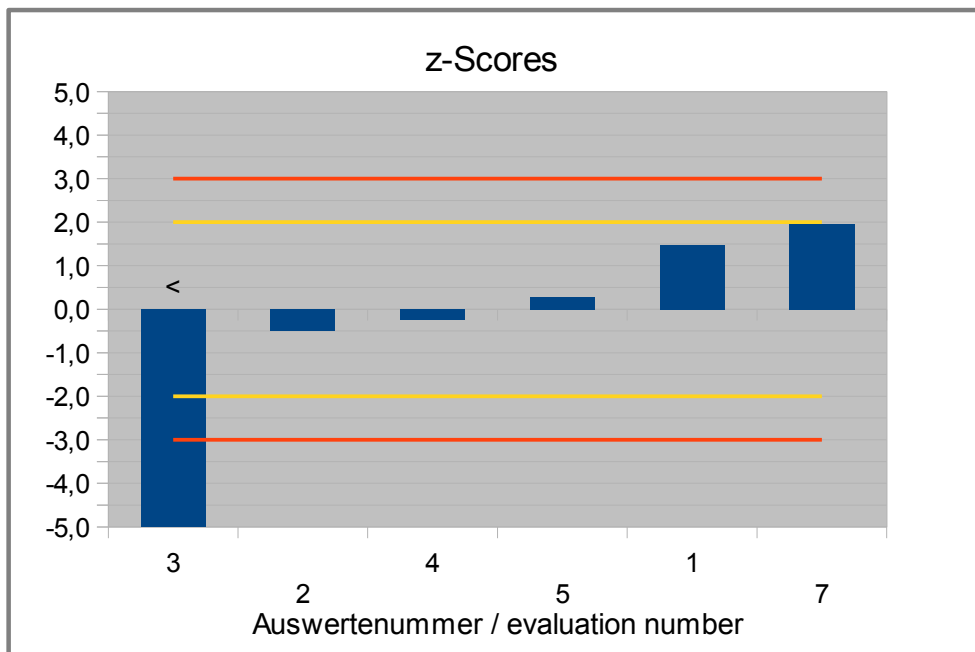


Abb. / Fig. 4: z-Scores Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe B / Total dietary fiber without inulin sample B

**4.2 Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin in g/100g****4.2.1 Probe A****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	10,7
Median	11,2
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>11,1</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>1,00</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	4
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,173
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	1,65%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	1,84
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	17,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>1,75</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,309
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>7,60</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>14,6</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	0,57
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,557
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	100%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

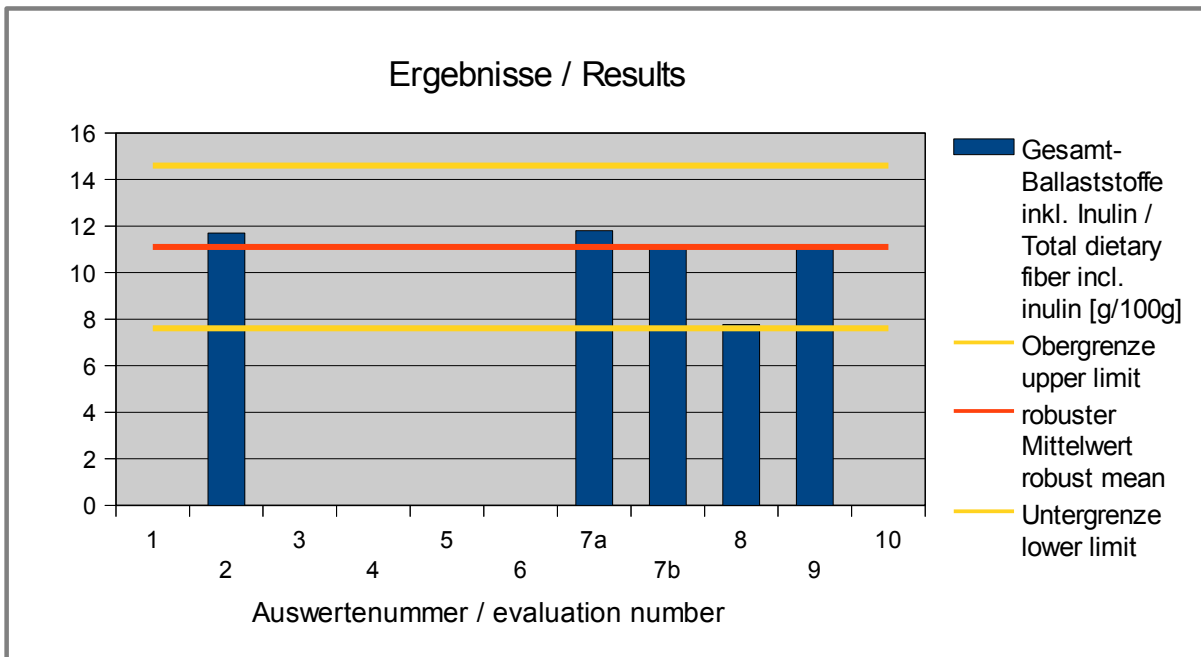
Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (AOAC 2009.01) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine geringe Variabilität. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag unter 1,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

Alle Ergebnisse lagen im Zielbereich.





**Abb. / Fig. 5:** Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe A / Results total dietary fiber incl. inulin sample A

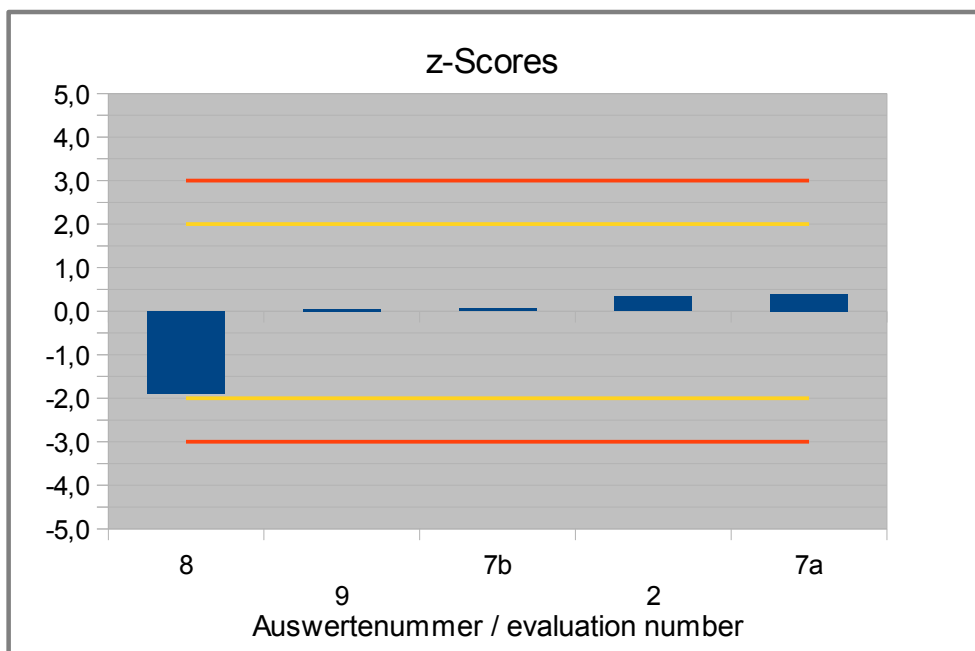
Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

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

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin / Total dietary fiber incl. inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score ( $\sigma_{pt}$ )	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1					
2	11,7	0,60	0,34	1,9	
3					
4					
5					
6					
7a	11,8	0,70	0,4	2,3	
7b	11,2	0,10	0,06	0,32	
8	7,77	-3,33	-1,9	-10,8	
9	11,2	0,09	0,05	0,29	
10					

Methoden: enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie  
 (AOAC 2009.01, AOAC 2011.25)



**Abb. / Fig. 6:** z-Scores Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe A / Total dietary fiber incl. inulin sample A

## 4.2.2 Probe B

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	14,3
Median	14,4
<b>Robuster Mittelwert (<math>\bar{x}_{pt}</math>)</b>	<b>14,3</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>1,15</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	4
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,254
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	1,76%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	1,16
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	8,07%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b>	<b>2,26</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,384
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>9,82</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>18,9</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	0,51
Standardunsicherheit $U(\bar{x}_{pt})$	0,642
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	100%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (AOAC 2009.01) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine geringe Variabilität. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag unter 1,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

Alle Ergebnisse lagen im Zielbereich.

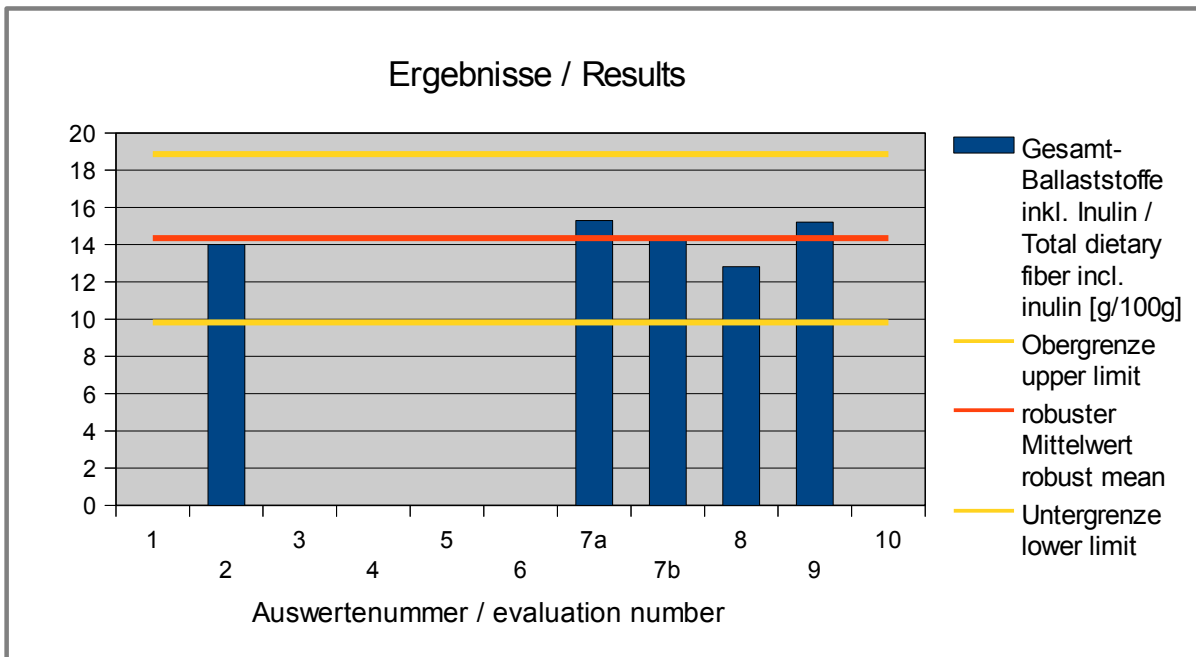


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe B / Results total dietary fiber incl. inulin sample B

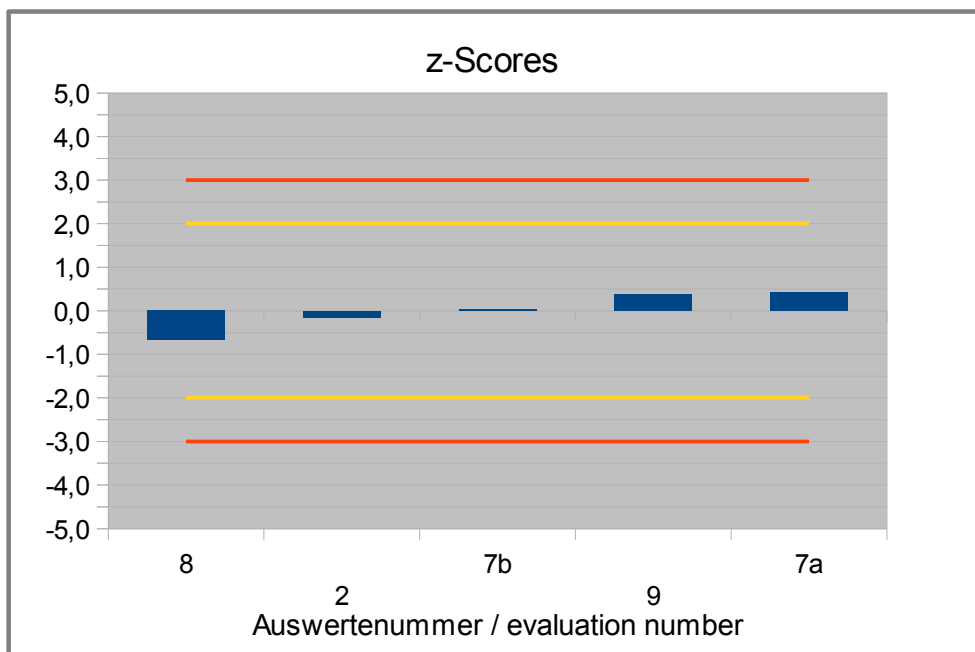
Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

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

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin / Total dietary fiber incl. inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	( $\sigma_{pt}$ )	(Info)	Remark
1					
2	14,0	-0,35	-0,15	-0,90	
3					
4					
5					
6					
7a	15,3	0,95	0,42	2,5	
7b	14,4	0,05	0,02	0,14	
8	12,8	-1,53	-0,67	-4,0	
9	15,2	0,86	0,38	2,2	
10					

Methoden: enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie (AOAC 2009.01, AOAC 2011.25)



**Abb. / Fig. 8:** z-Scores Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe B / Total dietary fiber incl. inulin sample B

### 4.3 Inulin in g/100g

#### 4.3.1 Probe A

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	0,860
Robuster Mittelwert	0,810
<b>Median (<math>x_{pt}</math>)</b>	<b>0,730</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,332</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,0840
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	9,84%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,433
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	50,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,127</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0306
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>0,475</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>0,985</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,6
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,125
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	64%

#### Anmerkungen zu den Kenndaten:

Als zugewiesener Wert wurde der Median verwendet (vgl. 3.1).

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 00.00-94) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten  $S^*/\sigma_{pt}'$  von  $>10,0$  auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag dann bei 2,6.

Probe A wurde kein Inulin zugesetzt, die gemessenen Gehalte sind somit auf die natürlichen Gehalte der Matrix Dinkel zurückzuführen. Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen über dem Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

64% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

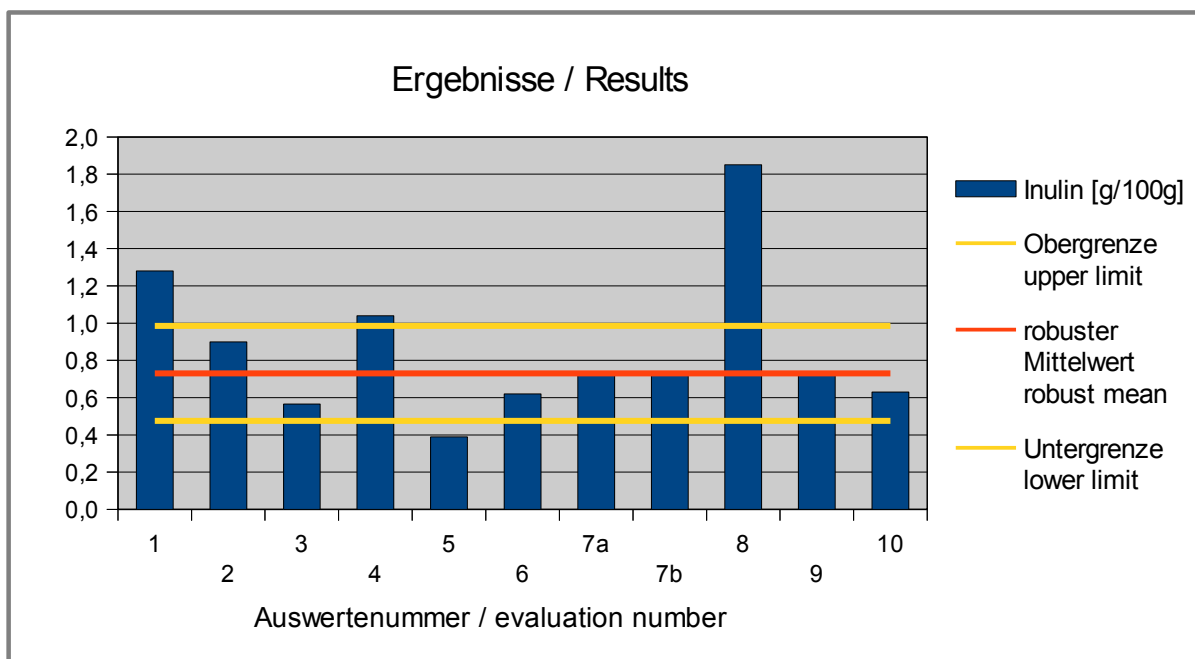


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Inulin Probe A / Results inulin sample A

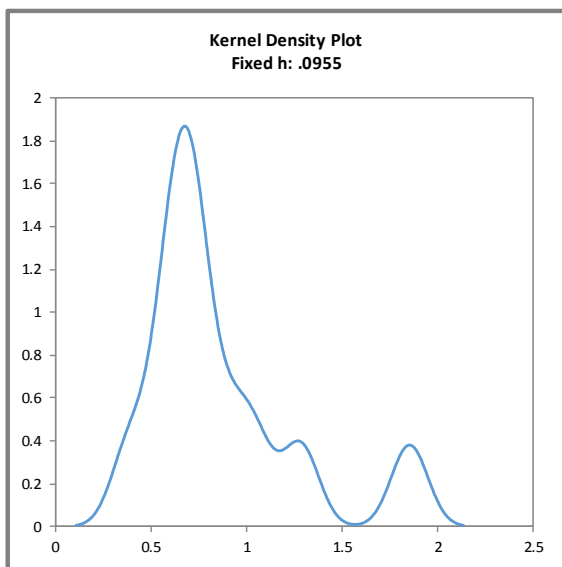


Abb. / Fig. 10:

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 einer Schulter bei ca. 1,0 g/100g und zwei Nebenpeaks bei 1,3 g/100g und 1,8 g/100g, die auf Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

Ergebnisse der Teilnehmer:  
Results of Participants:

Auswertenummer	Inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	( $\sigma_{pt}$ )	(Info)	Remark
1	1,28	0,550	4,3	18	
2	0,900	0,170	1,3	5,6	
3	0,565	-0,165	-1,3	-5,4	
4	1,04	0,310	2,4	10	
5	0,390	-0,340	-2,7	-11	
6	0,620	-0,110	-0,86	-3,6	
7a	0,730	0,000	0,00	0,00	
7b	0,730	0,000	0,00	0,00	
8	1,85	1,120	8,8	37	
9	0,720	-0,010	-0,08	-0,33	
10	0,630	-0,100	-0,79	-3,3	

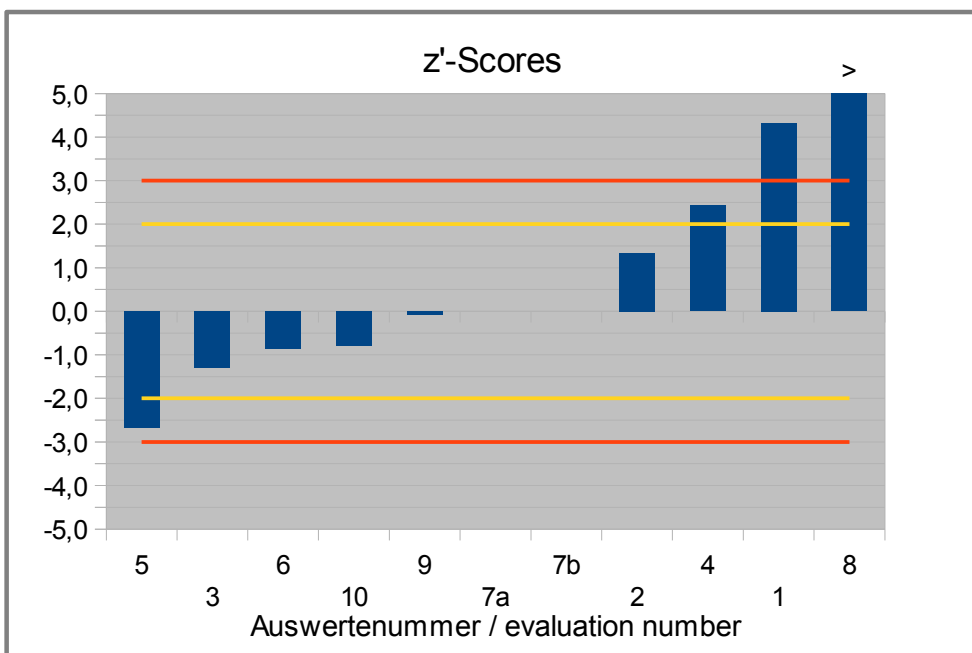


Abb. / Fig. 11: z'-Scores Inulin Probe A / inulin sample A



## 4.3.2 Probe B

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	5,03
Robuster Mittelwert	4,65
<b>Median (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>4,73</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,628</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung ( $S_x$ )	0,118
Variationskoeffizient ( $VK_x$ )	2,34%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	1,28
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	25,4%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,285</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,150
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>4,16</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>5,30</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,237
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	73%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Als zugewiesener Wert wurde der Median verwendet (vgl. 3.1).

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 00.00-94) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten  $S^*/\sigma_{pt}'$  von 4,0 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag dann bei 2,2. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Die Wiederholstandardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden während die Vergleichsstandardabweichung erhöht ist (vgl. 3.6.2).

73% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

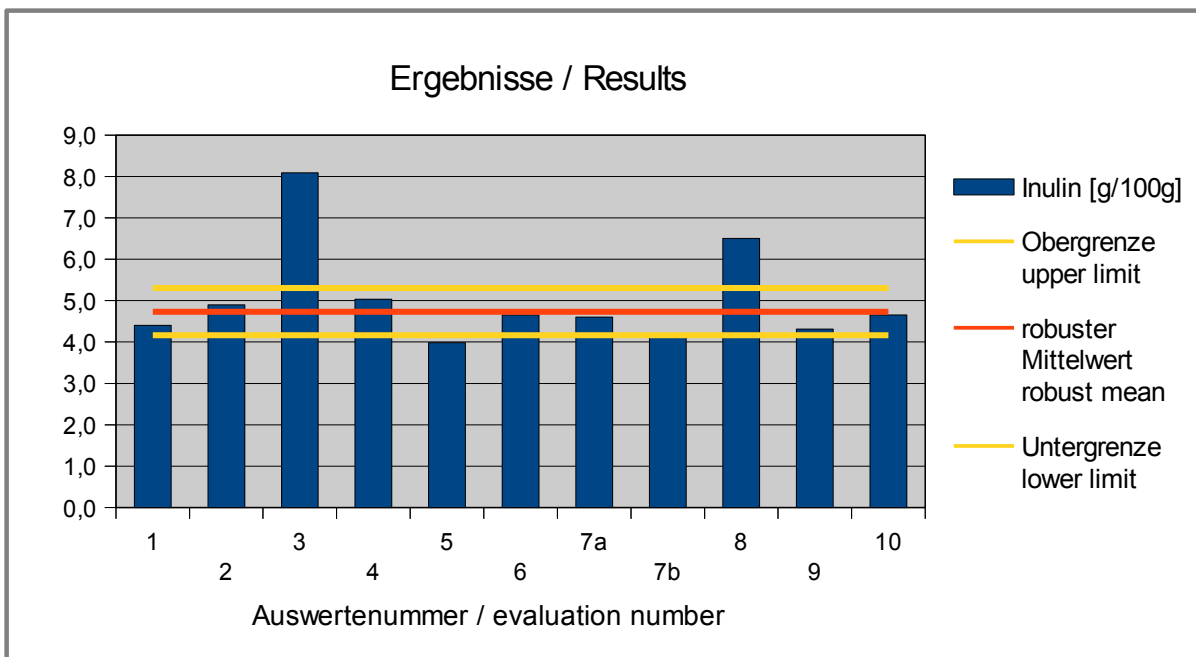


Abb. / Fig. 12: Ergebnisse Inulin Probe B / Results inulin sample B

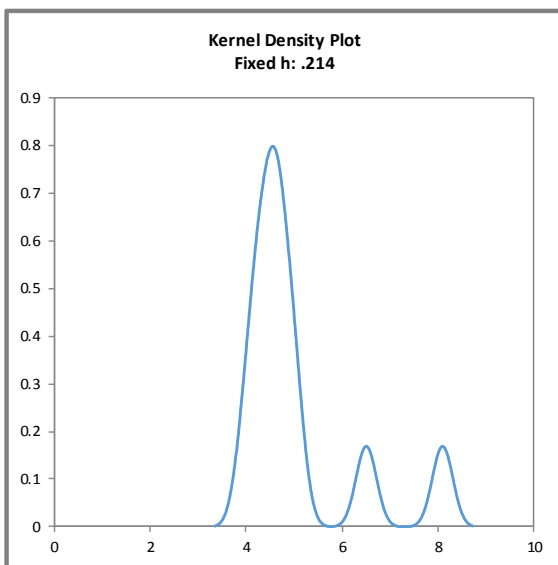


Abb. / Fig. 13:  
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse  
(mit  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  von  $X_{pt}$ )

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit zwei Nebenpeaks bei ca. 7 g/100g und 8 g/100g, die auf Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

Ergebnisse der Teilnehmer:  
Results of Participants:

Auswertenummer	Inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	( $\sigma_{pt}$ )	(Info)	Remark
1	4,40	-0,334	-1,2	-2,2	
2	4,90	0,166	0,58	1,1	
3	8,09	3,356	12	22	
4	5,03	0,296	1,0	2,0	
5	3,98	-0,754	-2,6	-5,0	
6	4,65	-0,084	-0,29	-0,56	
7a	4,60	-0,134	-0,47	-0,89	
7b	4,20	-0,534	-1,9	-3,6	
8	6,50	1,766	6,2	12	
9	4,31	-0,424	-1,5	-2,8	
10	4,65	-0,084	-0,29	-0,56	

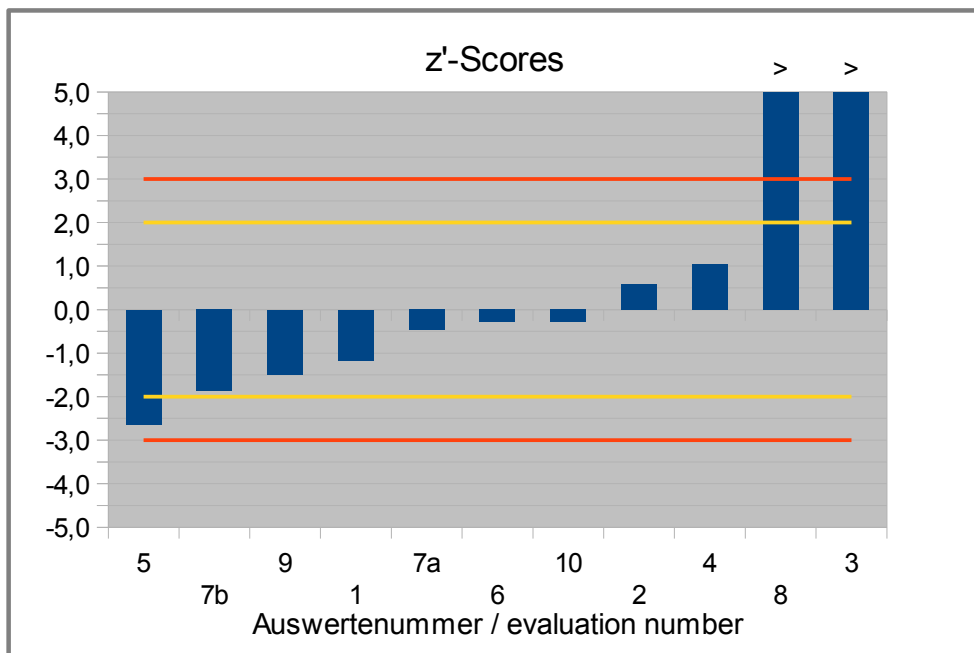


Abb. / Fig. 14: z'-Scores Inulin Probe B / inulin sample B

### 4.3.3 Differenz Probe B – Probe A (Delta Inulin)

Die Grundmatrix Dinkelwaffeln war für Probe A und Probe B gleich. Inulin wurde nur Probe B zugesetzt. Daher wurde von DLA die Differenz der Inulin-Ergebnisse von Probe B und Probe A berechnet und statistisch zur Information ausgewertet.

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	4,17
Robuster Mittelwert	3,99
<b>Median (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>3,91</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,541</b>
Zielkenndaten:	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,243</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,127
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>3,43</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>4,40</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,2
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	0,204
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	73%

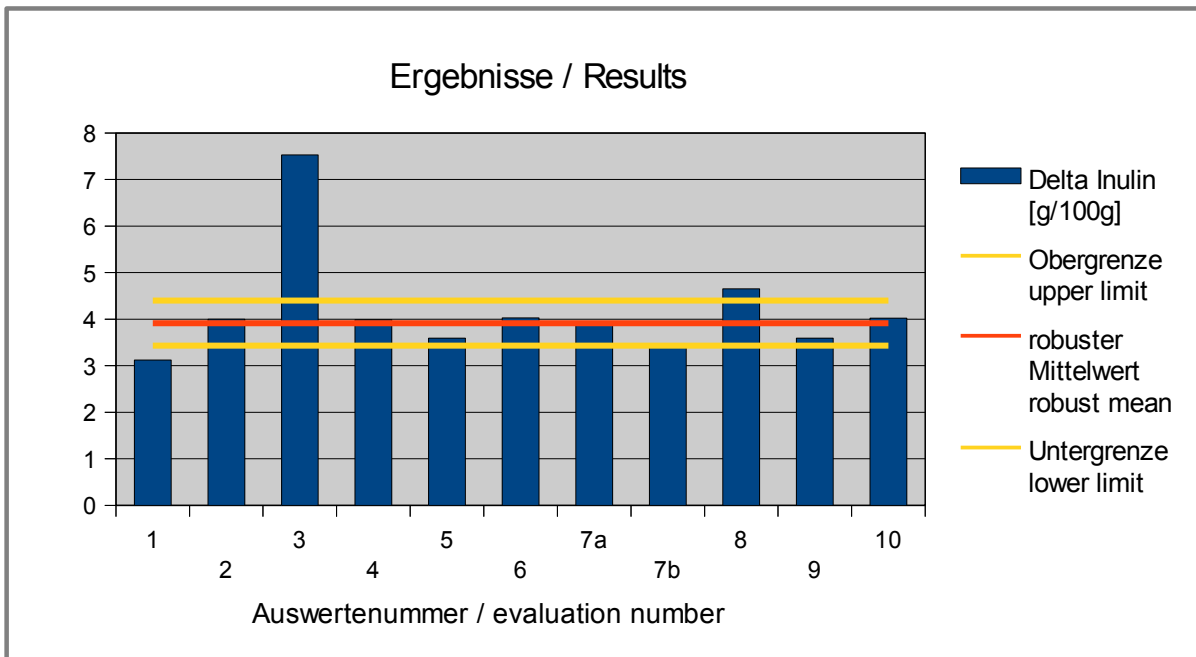
#### Anmerkungen zu den Kenndaten:

Als zugewiesener Wert wurde der Median verwendet (vgl. 3.1).

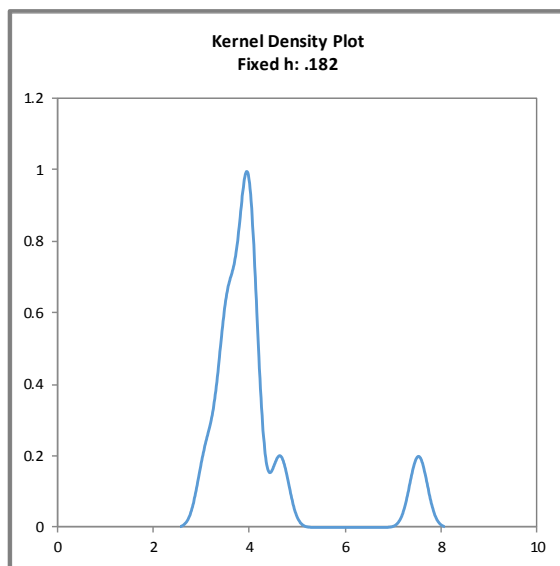
Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 00.00-94) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten  $S^*/\sigma_{pt}'$  von 4,1 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag dann bei 2,2. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

73% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.



**Abb. / Fig. 15:** Ergebnisse Delta Inulin (Probe B - Probe A) / Results delta inulin (sample B - sample A)



**Abb. / Fig. 16:**

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

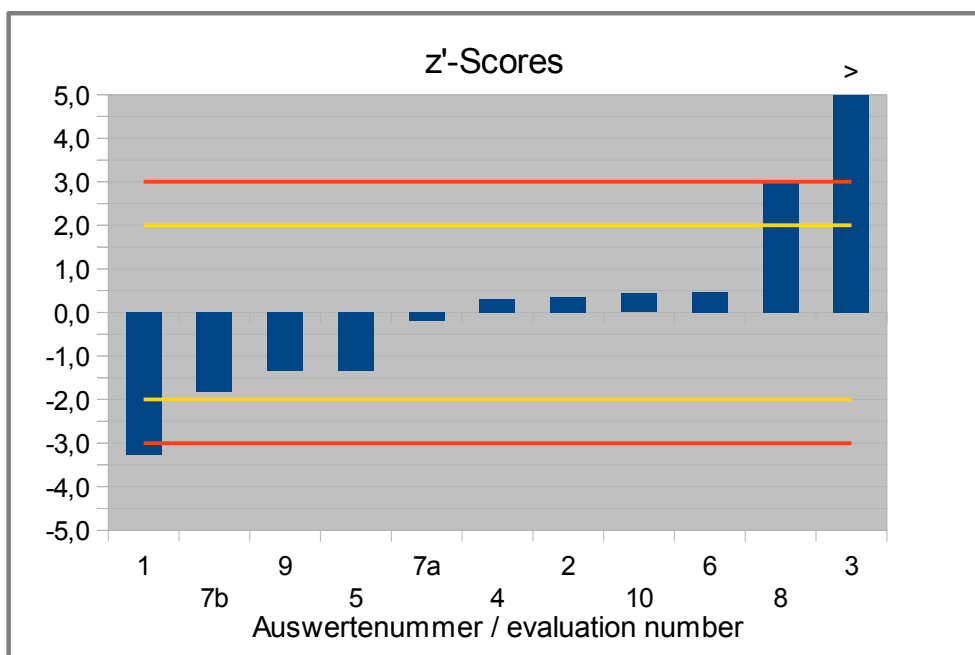
Kernel density plot of results (with  $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$  von  $X_{pt}$ )

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei ca. 3,0 g/100g und zwei Nebenpeaks bei ca. 4,6 g/100g und 7,5 g/100g, die auf Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

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

Auswertenummer	Delta Inulin [g/100g]	Abweichung g/100g	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	( $\sigma_{pt}$ )	(Info)	Remark
1	3,12	-0,794	-3,3	-6,2	
2	4,00	0,086	0,35	0,67	
3	7,53	3,611	15	28	
4	3,99	0,076	0,31	0,59	
5	3,59	-0,324	-1,3	-2,5	
6	4,03	0,116	0,48	0,91	
7a	3,87	-0,044	-0,18	-0,35	
7b	3,47	-0,444	-1,8	-3,5	
8	4,65	0,736	3,0	5,8	
9	3,59	-0,324	-1,3	-2,5	
10	4,02	0,106	0,44	0,83	



**Abb. / Fig. 17:** z'-Scores Delta Inulin (Probe B - Probe A)

## 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 und analytische Methoden

##### Parameter: Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur
			Tag/Monat	Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B		ja / nein		
Gesamt-Ballaststoffe, ohne Inulin/ Total Dietary Fiber, without Inulin	1	g/100g	26.02.19	9,4	9,3	9,5	9,1	9,05	9,15	0,5	nein		AOAC 991.43
	2	g/100g	21.03.19	9,2			8,3			0,5	nein		
	3	g/100g	19.03.19	5,62			5,74				nein		L00.00-18:1997-01
	4	g/100g	21.03.19	8,6	8,9	8,3	8,4	8,5	8,3	0,5	nein		AOAC991.43
	5	g/100g	12.03.19	9,5	9,26	9,74	8,62	8,3	8,93		nein	93,5	ASU L 00.00-18 1997-01 Berichtigung 2002-12; Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung der Ballaststoffe in Lebensmitteln
	6	g/100g											
	7	g/100g	14.03.19	8,6	8,5	8,6	9,3	9,1	9,5	0,4	nein		AOAC 991.43
	8	g/100g											
	9	g/100g											
	10	g/100g											

Fortsetzung:

Parameter	Teilnehmer	Fritten-durchmesser	Porenweite	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zu Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
									ja / nein	
Gesamt-Ballaststoffe, ohne Inulin/ Total Dietary Fiber, without Inulin	1							Referenzmaterial D LA 2018	ja	
	2								ja	
	3		2						ja	Angegeben ist das Ergebnis für unlösliche Ballaststoffe. Normalerweise werden lösliche & unlösliche von uns nicht getrennt bestimmt.
	4	/	2	Megazyme kit	Megazyme kit	Megazyme kit	nicht verwendet		nein	Probe nicht getrocknet und entfettet (<10%) vor der Bestimmung
	5	41 mm	2	α-Amylase von Merck	Testkit von Merck	Testkit von Merck	Fructanase Mixture von Megazyme		ja	Probenvorbereitung: wurde entfettet
	6									
	7	30 mm	40-90um	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	Keine Inulinase	nein	-	
	8									
	9									
	10									



**Parameter: Gesamt-Ballaststoffe mit Inulin**

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur
				Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B				
			Tag/Monat								ja / nein	in %	
Gesamt-Ballaststoffe, inklusive Inulin/ Total Dietary Fiber, including Inulin	1	g/100g	26.02.19										
	2	g/100g		11,7			14			0,1	nein		
	3	g/100g											
	4	g/100g											
	5	g/100g											
	6	g/100g											
	7a	g/100g	13.03.19	11,8	11,8	11,8	15,3	15,1	15,5	0,3	nein		AOAC 2009.01
	7b	g/100g	13.03.19	11,2	11,4	11	14,4	14,6	14,2	0,5	nein		AOAC 2011.25
	8	g/100g	20.03.19	7,77	7,76	7,77	12,82	12,72	12,91	0.144 g/100g	nein	N/A	AOAC 2009.01
	9	g/100g	26.2-5.3.19	11,19	11,33	11,05	15,21	15,41	15,01	1,0 g/100g	nein		AOAC 2001.03
10	g/100g												

*Fortsetzung:*

Parameter	Teilnehmer	Fritten-durchmesser	Porenweite	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zu Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
									ja / nein	
Gesamt-Ballaststoffe, inklusive Inulin/ Total Dietary Fiber, including Inulin	1									
	2								ja	
	3									
	4									
	5									
	6									
	7a	30 mm	40-90um	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	nein	-	
	7b	30 mm	40-90um	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	nein	-	
	8	30 mm	40-60 µm	alpha- Amylase 50 units/mL + 3.4 units/mL AMG (Megazyme)	350 Tyrosin units/mL (Megazyme)	AMG 3300 units/mL (Megazyme)	N/A	Sigma-Aldrich	ja	N/A
	9	3,0 cm	40-60 µm	A 3306 aus TDF100A Sigma	P 3910 aus TDF100A Sigma	A 9913 aus TDF100A Sigma			nein	
10										

Parameter: Inulin

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur
			Tag/Monat	Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B		ja / nein	in %	
Inulin	1	g/100g	27.02.19	1,28	1,15	1,4	4,4	4,3	4,5	0,05	nein		AOAC 997.08: „Fructans in Food Products (Ion Exchange Chromatographic Method)“, modifiziert
	2	g/100g	22.03.19	0,9			4,9			0,5	nein		
	3	g/100g	31.03.+03.04.	0,565	0,68	0,45	8,09	8,23	7,95		nein		L00.00-94:2008-12
	4	g/100g	26.03.19	1,04	1	1,1	5,03	5,1	4,9	0,1	nein		AOAC997.08
	5	g/100g	28.03.19	0,39	0,42	0,36	3,98	4,03	3,92		nein	109,98	ASU L 00.00-94 2006-09; Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung von Inulin in Lebensmitteln - Enzymatisches Verfahren Abweichung: Verwendung des Testkits R-Biopharm AG, Saccharose, D-Glucose und D-Fructose, 10 716 260 035, 2014-01, Bei Backwaren auch Extraktion bei RT
	6	g/100g	27.02.19	0,62	0,59	0,64	4,65	4,64	4,66	0,3	nein		ASU § 64 LFGB 00.00-94
	7a	g/100g	19.03.19	0,73	0,77	0,68	4,6	4,6	4,6	0,3	nein		AOAC 997.08 modifiziert
	7b	g/100g	20.03.19	0,73	0,72	0,73	4,2	4,3	4,1	0,2	nein		AOAC 999.03 modifiziert
	8	g/100g	20.03.19	1,85	1,84	1,85	6,5	6,4	6,59	0.138 g/100g	nein	N/A	AOAC 2009.01
	9	g/100g	11.-18.3.19	0,72	0,71	0,73	4,31	4,35	4,27	0,1 g/100g	nein		AOAC 997.08
10	g/100g	13.03.19	0,63	0,61	0,64	4,65	4,57	4,73		nein		ASU L 00.00-94 (modifiziert)	

Fortsetzung:

Parameter	Teilnehmer	UV-Test Kit Hersteller	HPLC Säule	Detektor	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
							ja / nein	
Inulin	1		Carbopac™ PA20; 3 x 150 mm	PAD	-	Referenzmaterial DLA 2018	ja	Es wurden folgende Modifikationen vorgenommen: Glucose-Gehalt wird rechnerisch auf Basis des Polymerisierungsgrads berücksichtigt Andere Eluentenzusammensetzung Gradientenprogramm von 83 auf 47 min gekürzt
	2						nein	
	3		NUCLEOGEL Sugar 810 Ca	RI	Aufreinigung über C18 SPE-Kartuschen		nein	
	4		GC	FID			nein	
	5	R-Biopharm					ja / nein	
	6	r-Biopharm					ja	
	7a	_	Dionex PA1	PAD	nein		-	
	7b	_	Dionex PA1	PAD	nein		-	
	8	N/A	TSK Gel (G2500PWXL)	RID	N/A	Sigma-Aldrich	nein	LC Ergebnisse von AOAC 2009.01
	9	_	Carbopac PA20	PAD	wässrige Extraktion, Hydrolyse mit Fructanase	DLA-Material 36-2018	nein	
10	r-Biopharm		UV/Vis-Spektrometer	Inulinase von Sigma Aldrich		ja		

## 5.2 Homogenität

### 5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA 35-2019 Probe A

Gewicht Gesamtprobe	1,71	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	19,8	mg/kg

#### Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,08	58	22,8
2	5,09	56	22,0
3	5,00	52	20,8
4	5,06	46	18,2
5	4,96	56	22,6
6	5,05	50	19,8
7	4,99	51	20,4
8	4,97	52	20,9

#### Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8
Freiheitsgrad	7
Mittelwert	52,6 Partikel
Standardabweichung	3,87 Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	1,99
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>96</b> %
Wiederfindungsrate	106 %

#### Normalverteilung

Probenanzahl	8
Mittelwert	20,9 mg/kg
Standardabweichung	1,54 mg/kg
rel. Standardabweichung	7,35 %
Horwitz Standardabweichung	10,1 %
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,73</b>
Wiederfindungsrate	106 %

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA 35-2019 Probe B

Gewicht Gesamtprobe	1,92	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	54	21,3
2	4,97	49	19,7
3	4,99	50	20,0
4	5,00	62	24,8
5	5,00	53	21,2
6	5,01	47	18,8
7	4,97	54	21,7
8	5,05	60	23,8

#### Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8
Freiheitsgrad	7
Mittelwert	53,6 Partikel
Standardabweichung	5,09 Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	3,38
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>85</b> %
Wiederfindungsrate	110 %

#### Normalverteilung

Probenanzahl	8
Mittelwert	21,4 mg/kg
Standardabweichung	2,03 mg/kg
rel. Standardabweichung	9,49 %
Horwitz Standardabweichung	10,1 %
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,94</b>
Wiederfindungsrate	110 %

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

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

**Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

EP-Nummer	<b>DLA 35-2019</b>
EP-Name	<b>Gesamtballaststoffe und Inulin in Getreideerzeugnis</b>
Probenmatrix*	<b>Proben A + B: Waffeln / Zutaten: Dinkel, Salz sowie Inulin (eine der beiden Proben), Fettgehalt: &lt; 10%</b>
Probenzahl und Probenmenge	2 unterschiedliche Proben A + B: je 40 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: <b>Gesamtballaststoffe und Inulin</b>
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 Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren. Vorzugsweise wird jeweils die Gesamtmenge homogenisiert.
Ergebnisangabe	Es werden für jede Probe A und B zwei Ergebnisse (Doppelbestimmung) pro Parameter abgefragt. Die Einzelergebnisse sowie der Mittelwert für Probe A und für Probe B sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen.
Einheiten	g/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Datum der Analyse</li> <li>- Bestimmungsgrenze</li> <li>- Angabe inkl. Wiederfindung</li> <li>- Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt.</li> <li>- Methode ist akkreditiert</li> </ul>
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: <b>pt@dla-lvu.de</b>
Abgabetermin	<b>spätestens 05. April 2019</b>
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

\* 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
		CANADA
		Deutschland
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		BELGIEN
		SPANIEN

*[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 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 00.00-18: Bestimmung der Ballaststoffe in Lebensmitteln [Determination of dietary fiber in food]
19. ASU § 64 LFGB L 17.03-1 Bestimmung der Ballaststoffe in Mischbrot [Determination of dietary fiber in mixed-type bread].
20. ASU § 64 LFGB L 00.00-94 Bestimmung von Inulin in Lebensmitteln - Enzymatisches Verfahren [Determination of inulin in food - Enzymatic method]
21. Determination of total dietary fiber (CODEX definition) by Enzymatic-Gravimetric method and liquid chromatography: Collaborative Study, McCleary et al. (2010), J AOAC Int 93:221
22. LEITFADEN FÜR ZUSTÄNDIGE BEHÖRDEN - KONTROLLE DER EINHALTUNG DER EU-RECHTSVORSCHRIFTEN: Verordnung (EU) Nr. 1169/2011 über Information der Verbraucher über Lebensmittel (Dezember 2012) / GUIDANCE DOCUMENT FOR COMPETENT AUTHORITIES FOR THE CONTROL OF COMPLIANCE WITH EU LEGISLATION ON: Regulation (EU) No 1169/2011 on the provision of food information to consumers (December 2012)



23. Positionspapier der Lebensmittelchemischen Gesellschaft [der GDCh] „Ballaststoffe: aktuelle Betrachtung aus rechtlicher und analytischer Sicht“ erarbeitet durch die Arbeitsgruppe "Fragen der Ernährung", (2012) [Position paper on dietary fiber legal and analytical issues, Food Chemistry Society of the GDCh]
24. Dietary fibre fractions in cereal foods measured by a new integrated AOAC method, Hollmann et al. (2013), Food Chem 140(3):586-9

**DLA 35/2019 - Ballaststoffe und Inulin**

Alle 10 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von Gesamt-Ballaststoffen und Inulin in Getreideerzeugnis erfolgte mit der Zielstandardabweichung nach Auswertung eines Versuchs zur Präzision. Es lagen mindestens 64% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

3 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, Niederlande, Spanien) und ein Teilnehmer in Kanada.

---