

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 36/2018

Ballaststoffe und Inulin

in Getreideerzeugnis

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

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

Koordinator der LVU:
Dr. Gerhard Wichmann

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler-Scharf Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany 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 36/2018
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Gerhard Wichmann
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	Abschlussbericht / Final report (4. Mai 2018) 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> Dr. Gerhard Wichmann (QM-Beauftragter / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed G. Wichmann</i> Datum / Date: 4. Mai 2018
<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.....	6
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
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.....	13
3.8 z'-Score.....	13
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	14
3.10 Quotient S^*/opt	14
3.11 Standardunsicherheit.....	15
4. Ergebnisse.....	16
4.1 Gesamtballaststoffe in g/100g.....	17
4.2 Lösliche Ballaststoffe in g/100g.....	20
4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g.....	22
4.4 Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.....	24
4.5 Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g. .	26
4.6 Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.	26
4.7 Inulin in g/100g.....	27
5. Dokumentation.....	30
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	30
5.1.1 Primärdaten und analytische Methoden.....	30
5.2 Homogenität.....	41
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	41
5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP).	42
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	43
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	44

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 Backmischung eines Europäischen Anbieters mit weiterem Zusatz von Inulin.

Dem Untersuchungsmaterial wurde zusätzlich 0,2% Premix Microtracer für die Bestimmung der Homogenität vor dem homogenisieren zugemischt.

Ca. 2 kg des Untersuchungsmaterials wurde homogenisiert und anschließend zu Portionen von ca. 20 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt, chronologisch nummeriert und auf Homogenität getestet.

Die Zusammensetzung der Proben ist in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Anteil
Backmischung Zutaten: Weizenvollkornmehl (64%), Hafergrütze (9%), Roggenmehl (5%), Leinsamen, Sonnenblumenkerne, getrockneter Sauerteig (Roggenmehl, natürlich fermentiert), Sesam, iodiertes Speisesalz, Trockenhefe, Gerstenmalzmehl, Traubenzucker, Malzextrakt (Gerste, Roggen), Säureregulator: Natriumacetat, Säuerungsmittel: Äpfelsäure, Mehlbehandlungsmittel: Calciumphosphate und Ascorbinsäure. Nährwerte pro 100 g: Fett 6,3 g, Kohlenhydrate 58 g davon Zucker 1,1 g, Protein 14 g, Salz 1,8 g, Brennwert 1517 kJ/ 360 kcal.	97,2 g/100g *
Inulin	2,6 g/100g *
Premix Microtracer	0,2 g/100g *

* 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 10-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-Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 57% 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 0,9 für die vorliegende LVU-Probe 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 Gesamt-Ballaststoffe bei 6,5 % und für Inulin bei 2,2 %. Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU EN etc, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [18-22]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.7).

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

Für das Untersuchungsmaterial wurde ein **a_w -Wert von 0,41** bestimmt. Die Erfahrungen mit diversen DLA-Referenzmaterialien zeigten bei vergleichbarer Trockenmasse (a_w -Wert < 0,5) und Matrix eine gute Lagerstabilität bezüglich der Haltbarkeit der Probe (Verderb) und des Gehalts an Ballaststoffen. Das Proben-Material ist somit bei Raumtemperatur und trockener lichtgeschützter Lagerung stabil gegenüber mikrobiellem Verderb.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 7. Kalenderwoche 2018 je zwei Portion des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 29. März 2018.

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

Bei den beiden Mustern handelt es sich um gleiche Proben (Backmischung mit Inulin-Zusatz) aus einem großen Ansatz, die es Ihnen ermöglichen eine vollständige Doppelbestimmung durchzuführen.

Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.

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

2.3 Ergebnisübermittlung

Die Ergebnisabgabe erfolgte einheitlich mittels an die teilnehmenden Labore übergebenen Übermittlungstabellen (per eMail).

Zur statistischen Auswertung kamen die abschließend als Mittelwert der nummerierten Proben angegebenen Gehalte der Analyten. Für die Berechnung der Wiederhol- und Vergleichsstandabweichung wurden auch die Einzelwerte der Doppelbestimmungen herangezogen.

Abgefragt und dokumentiert wurden Einzelergebnisse, Angaben zur Wiederfindung und Stichpunkte zur durchgeführten Methode.

Falls Teilnehmer mehrere Ergebnisse für denselben Parameter abgegeben haben, die mit unterschiedlichen Methoden erhalten wurden, wurden diese Ergebnisse mit derselben Auswertenummer mit einem Buchstaben als Suffix unter Angabe der jeweiligen Methode ausgewertet.

Von 15 Teilnehmern haben 13 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: $\Delta \text{Median} - \text{rob. Mittelwert} > 0,3 \sigma_{pt}$) [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 Ergebnisse zulässig.

Die tatsächlichen Messergebnisse sind anzugeben. Einzelergebnisse die außerhalb des angegebenen Messbereiches eines teilnehmenden Labors liegen (z.B. mit der Angabe $> 25 \text{ mg/kg}$ oder $< 2,5 \text{ mg/kg}$) 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 Vergleichsstandabweichungen von RVs abweichen, da die beteiligten Laboratorien bei LVUs i.d.R. unterschiedliche interne Bedingungen und Methoden zur Bestimmung der Messwerte benutzen. In der vorliegenden Auswertung bezieht sich die Angabe der Vergleichsstandardabweichung daher nicht auf eine spezifische Messmethode, sondern charakterisiert annähernd die Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Laboratorien untereinander. Vorausgesetzt der Einfluss von Homogenität und Stabilität des Probenmaterials sind zu vernachlässigen.

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen, 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 für die Parameter Gesamtballaststoffe und Inulin wurde die Zielstandardabweichung nach Abschnitt 3.6.2 (Auswertung eines Versuchs zur Präzision) unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score (vgl. 3.8) ausgewertet.

Für alle weiteren Parameter lagen weniger als 7 quantitative Ergebnisse vor, sodass keine statistische Bewertung vorgenommen wurde.

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

mit c = Massenanteil des Analyten (als relative Größe, z.B. 1 mg/kg = 1 ppm = 10^{-6} kg/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 3 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 - 22]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [g/100g]	RSD _r	RSD _R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Gesamtballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Roggenmischbrot	8,83	2,49 %	5,10 %	4,8 % ¹	ASU §64 L 17.03-1
Gesamtballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Getreidekleie	13,6	5,87 %	12,4 %	13,8 %	ASU §64 L 16.08-1
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 % ¹	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 %	AOAC 2009.01
	Vollkornnudeln	12,7	4,47 %	11,3 %	10,8 %	

¹ in der Auswertung (s. Abschnitt 4) verwendete Werte

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].

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 2015 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{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	Getreideerzeugnis	8,72	1,94	22,2	2,1	DLA 36/2018
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	3,35	0,542	16,2	2,2	DLA 36/2018

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 metrologische 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.

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

Die metrologische 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:

Kenndaten
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert (X_{pt})
Robuste Standardabweichung (S^*)
Anzahl mit m Wiederholmessungen
Wiederholstandardabweichung (S_r)
Variationskoeffizient (VK_r) in %
Vergleichsstandardabweichung (S_R)
Variationskoeffizient (VK_R) in %
Zielkenndaten:
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 $U_{(X_{pt})}$
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$ oder $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$
Ergebnisse im Zielbereich
Prozent im Zielbereich

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

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

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 Gesamtballaststoffe in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	9,74
Median	8,00
Robuster Mittelwert (X_{pt})	8,75
Robuste Standardabweichung (S^*)	1,94
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,544
Variationskoeffizient (VK_r)	6,51%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	1,46
Variationskoeffizient (VK_R)	17,5%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,912
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,253
Untere Grenze des Zielbereichs	6,93
Obere Grenze des Zielbereichs	10,6
Quotient S^*/σ_{pt}	2,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,810
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,89
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

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).

Es wurden ausschließlich enzymatisch-gravimetrische Methoden (Teilnehmer 2 zusätzlich mit HPLC-RI) von den Teilnehmern eingesetzt. Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt} von 4,6 auf. Die Auswertung erfolgte daher mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag dann leicht erhöht bei 2,1. Die robuste Standardabweichung sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Der Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$ liegt mit 0,9 deutlich über 0,3 und ist aufgrund der anderen Kenndaten und Leistungsfähigkeit der Bestimmungsmethoden akzeptabel.

78% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

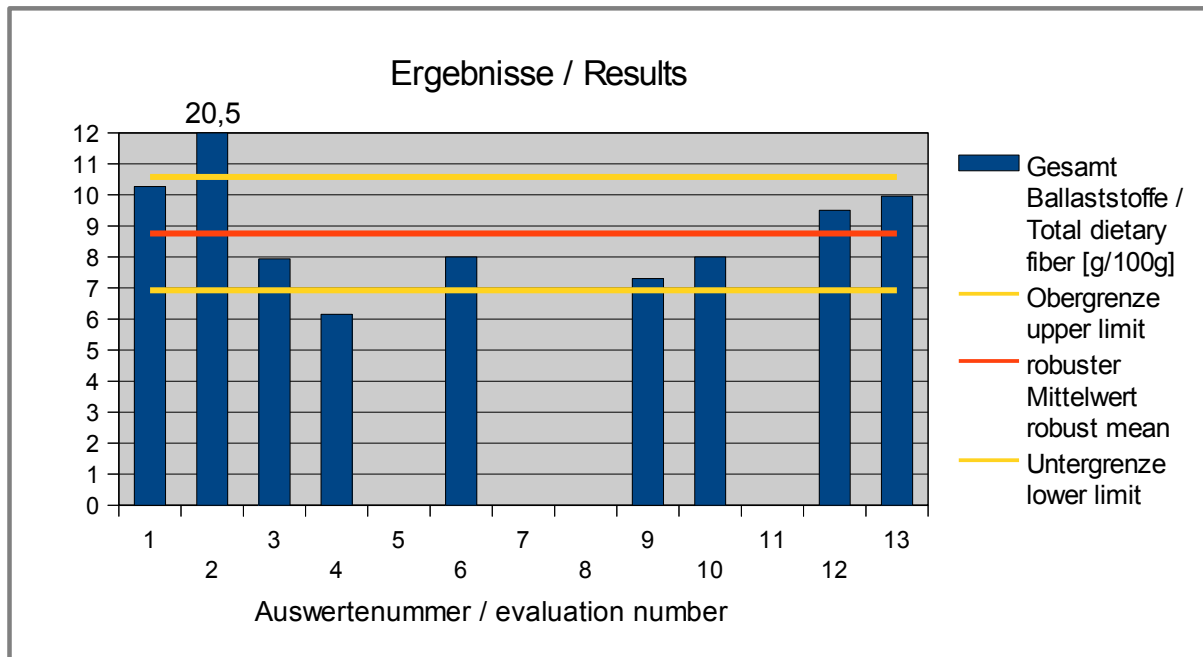


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe / Results Total dietary fiber

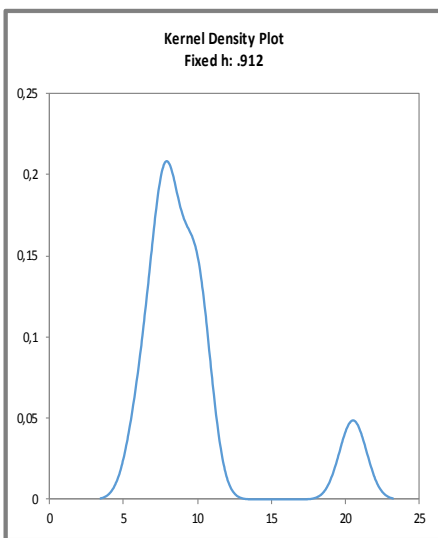


Abb. / Fig. 2:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer Schulter und einem Nebenpeak bei 20 g/100g, der auf ein Teilnehmerergebnis außerhalb des Zielbereichs zurückgeht.

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Gesamt Ballaststoffe / Total dietary fiber [g/100g]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	10,3	1,52	1,7	6,0	
2	20,5	11,7	13	46	
3	7,94	-0,814	-0,89	-3,2	
4	6,15	-2,60	-2,9	-10	
5					
6	8,00	-0,754	-0,83	-3,0	
7					
8					
9	7,30	-1,45	-1,6	-5,8	
10	8,00	-0,754	-0,83	-3,0	
11					
12	9,50	0,746	0,82	3,0	
13	9,96	1,21	1,3	4,8	

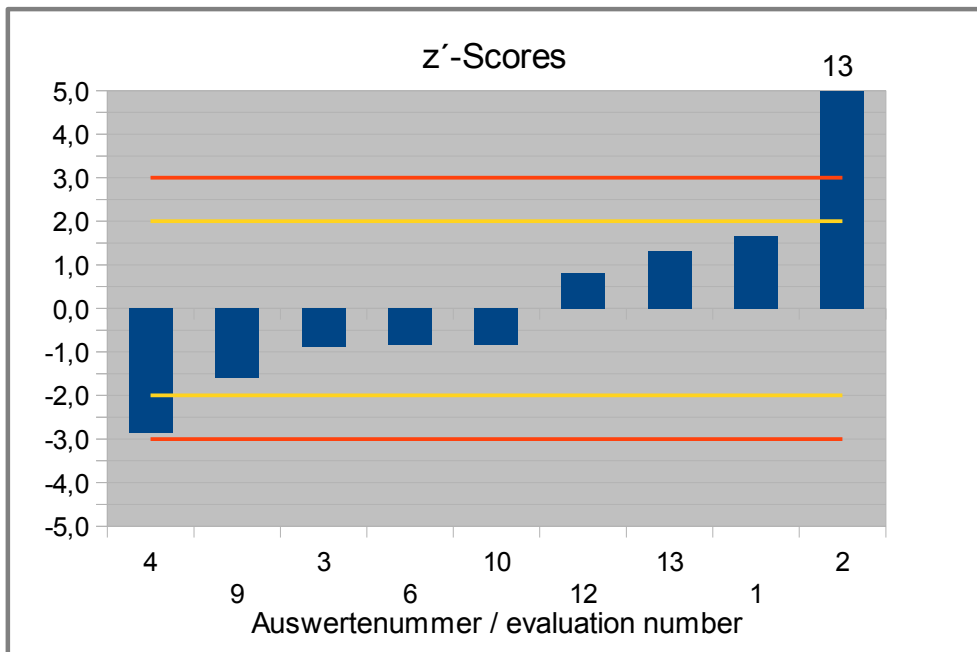


Abb. / Fig. 3: z-Scores Gesamt-Ballaststoffe / Total dietary fiber

4.2 Lösliche Ballaststoffe in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	3
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2,17
Median	2,37
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,17
Robuste Standardabweichung (S^*)	1,57
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	3
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,218
Variationskoeffizient (VK_r)	10,1%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	1,39
Variationskoeffizient (VK_R)	64,2%

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

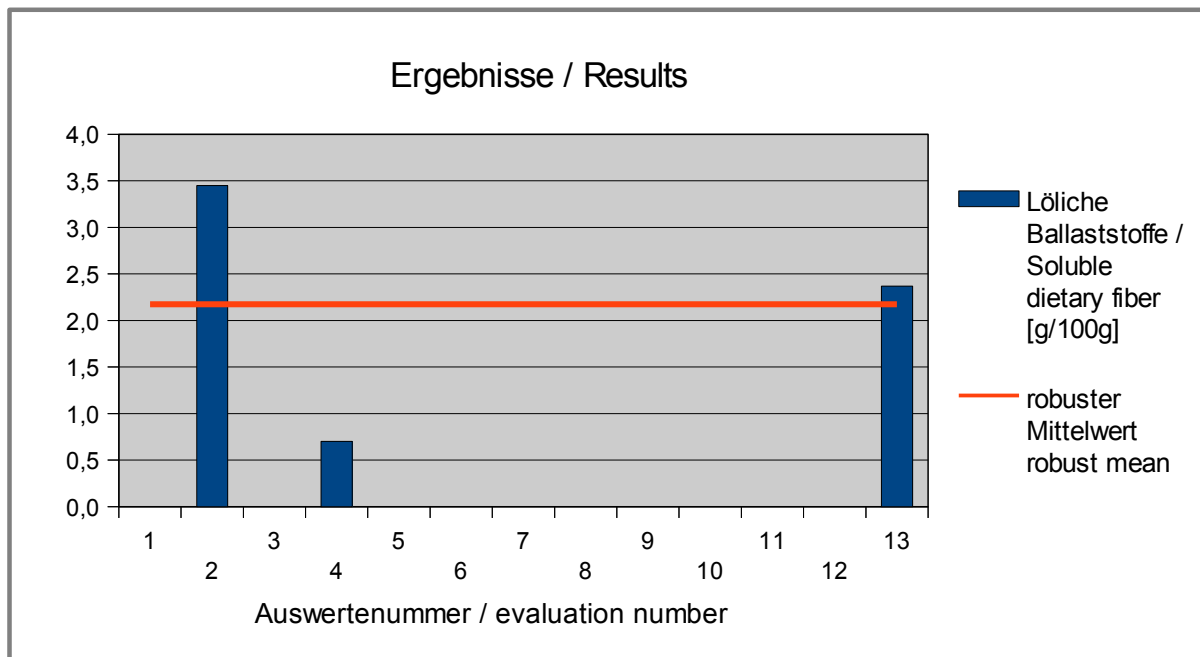


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse lösliche Ballaststoffe / Results soluble dietary fiber

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Löliche Ballaststoffe / Soluble dietary fiber [g/100g]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2	3,45				
3					
4	0,700				
5					
6					
7					
8					
9					
10					
11					
12					
13	2,37				

4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	4
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	9,51
Median	7,65
Robuster Mittelwert (X_{pt})	9,51
Robuste Standardabweichung (S^*)	6,01
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	4
Wiederholstandardabweichung (S_r)	1,376
Variationskoeffizient (VK_r)	14,5%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	5,39
Variationskoeffizient (VK_R)	56,8%

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

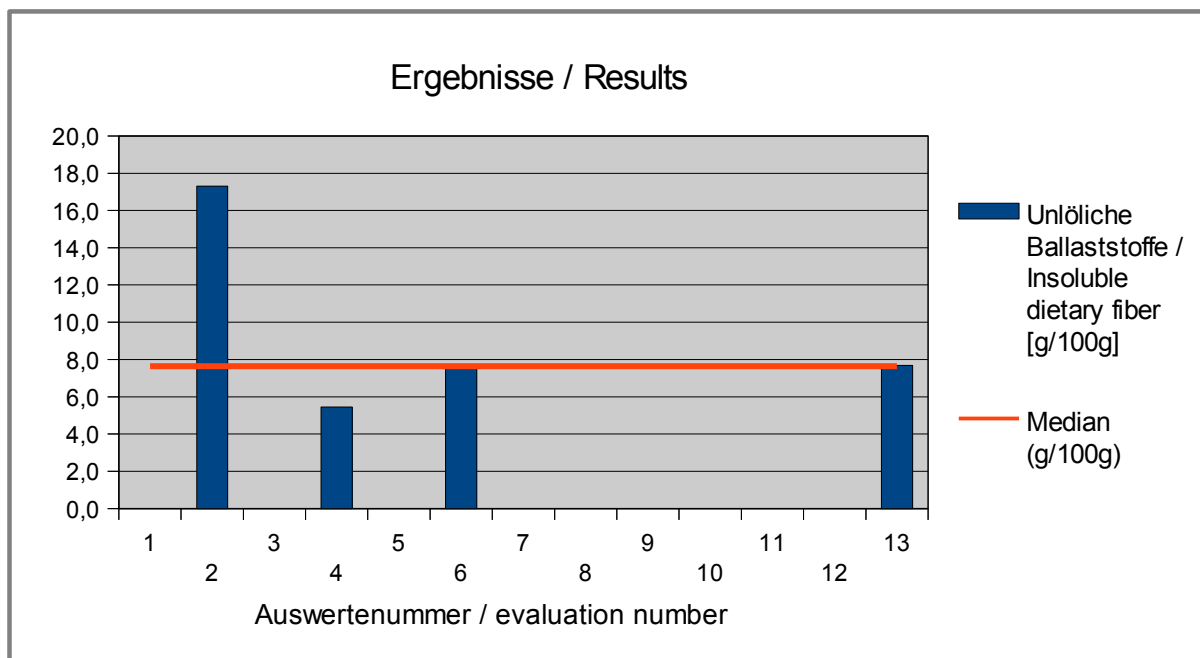


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse unlösliche Ballaststoffe / Results insoluble dietary fiber

Ergebnisse der Teilnehmer:
 Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Unlösliche Ballaststoffe / Insoluble dietary fiber [g/100g]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1				
2	17,3			
3				
4	5,45			
5				
6	7,60			
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13	7,69			

4.4 Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	2
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	8,85
Median	8,85
Robuster Mittelwert (X_{pt})	8,85
Robuste Standardabweichung (S^*)	2,08
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	2
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,326
Variationskoeffizient (VK_r)	3,69%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	1,85
Variationskoeffizient (VK_R)	20,9%

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

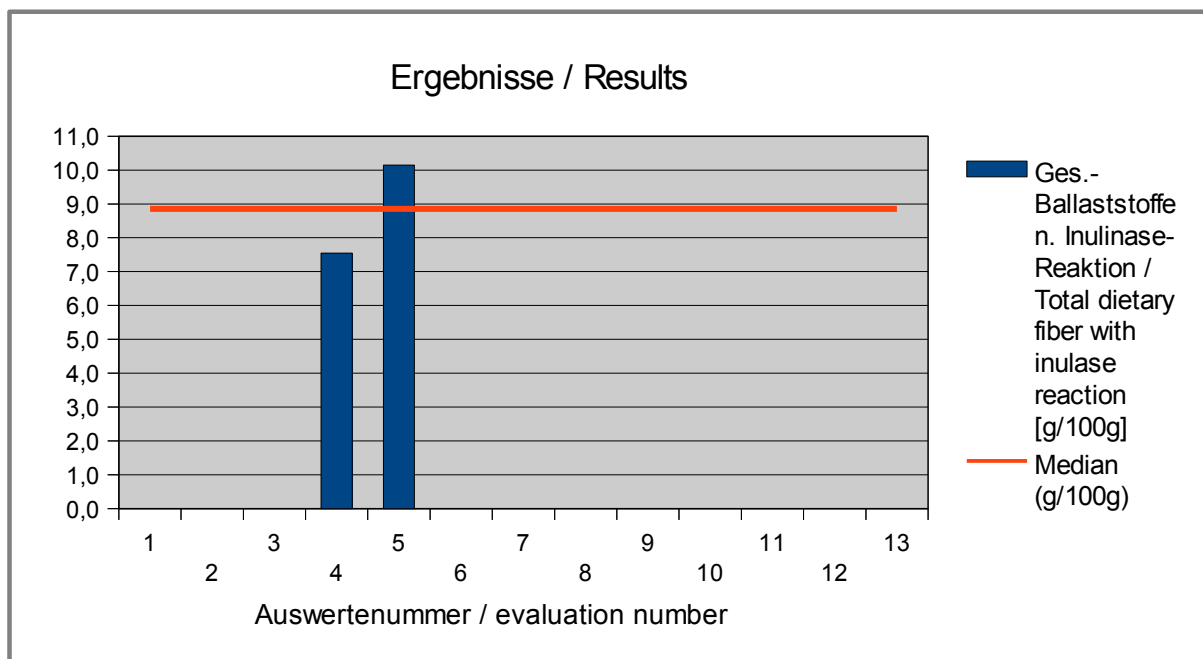


Abb. / Fig. 6: Ergebnisse Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Behandlung / Results total dietary fiber

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Ges.-Ballaststoffe n. Inulinase-Reaktion / Total dietary fiber with inulase reaction [g/100g]	Abweichung [mg/kg]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]		Remark
1				
2				
3				
4	7,55			
5	10,2			
6				
7				
8				
9				
10				
11				
12				
13				

4.5 Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Es lag kein Ergebnis vor.

4.6 Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Es lag kein Ergebnis vor.

4.7 Inulin in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	3,50
Median	3,41
Robuster Mittelwert (X_{pt})	3,35
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,542
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0821
Variationskoeffizient (VK_r)	2,18%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	1,27
Variationskoeffizient (VK_R)	33,8%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,242
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,112
Untere Grenze des Zielbereichs	2,87
Obere Grenze des Zielbereichs	3,84
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,214
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,89
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	70%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

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^*/σ_{pt}' von 4,8 auf. Die Auswertung erfolgte daher mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann leicht erhöht bei 2,2. Die robuste Standardabweichung sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Der Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$ liegt mit 0,9 deutlich über 0,3 und ist aufgrund der anderen Kenndaten und der Verwendung unterschiedlicher Bestimmungsmethoden akzeptabel.

70% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

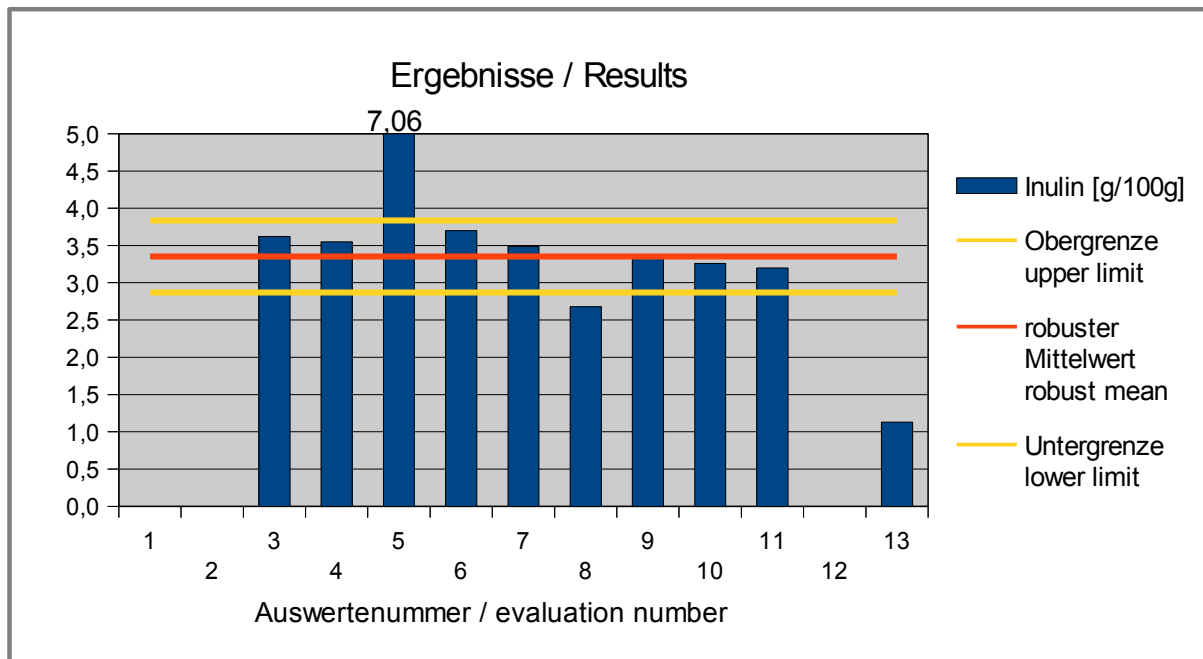


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Inulin / Results Inulin

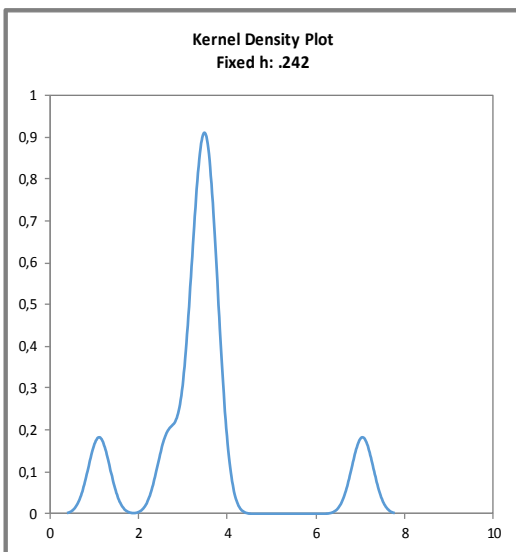


Abb. / Fig. 8:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer Schulter (bei 2,7 g/100g) und zwei Nebenpeaks (bei 1 g/100g und 7g/100g), die auf die drei Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

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

Auswertenummer Evaluation number	Inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2					
3	3,62	0,266	1,1	2,4	
4	3,55	0,196	0,81	1,8	
5	7,06	3,71	15	33	
6	3,70	0,346	1,4	3,1	
7	3,49	0,136	0,56	1,2	
8	2,68	-0,674	-2,8	-6,0	
9	3,33	-0,0238	-0,10	-0,21	
10	3,26	-0,0938	-0,39	-0,84	
11	3,20	-0,154	-0,64	-1,4	
12					
13	1,13	-2,22	-9,2	-20	

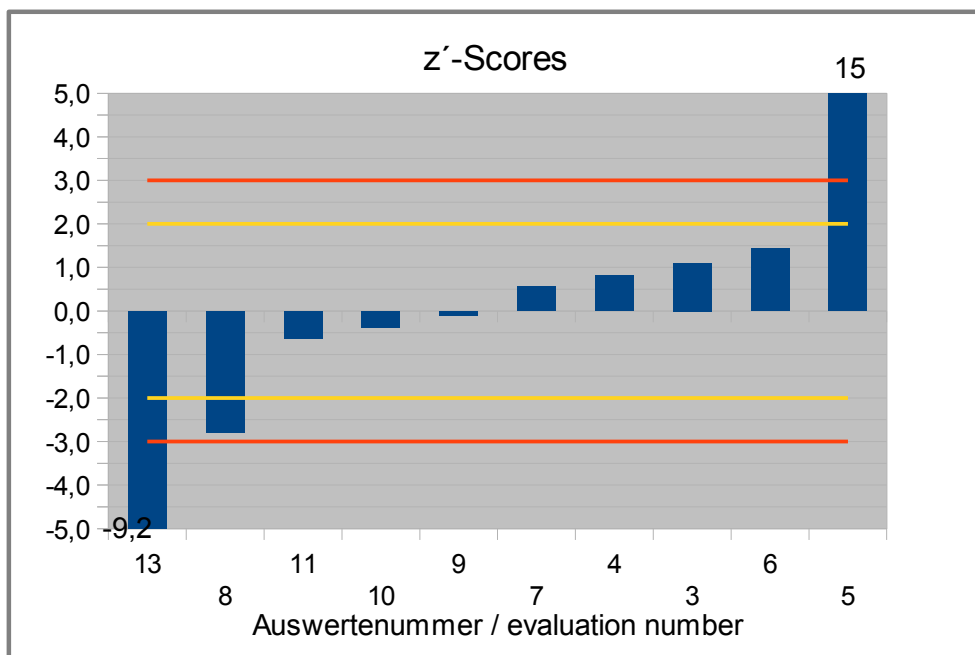


Abb. / Fig. 9: Z-Scores Inulin

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

5.1.1.1 Gesamt-Ballaststoffe/ Total dietary fiber

Teilnehmer	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließen- des Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestim- mungsgren- ze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Parti- cipant	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifi- cation	Incl. Recove- ry rate	Recovery rate [%]	Methode description
			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	ja / nein	in %	
1	44	52	21.03.18	10,27	10,81	9,73		nein		§ 64 LFGB L 00.00-18 ^a
2	78	18	15.03.18	20,5	19	22	n/a	nein		Enzyme/- Gravimetrisch/HPLC-RI
3	21	75	19.03.18	7,94	8,5	7,1		nein		ASU § 64 LFGB, L 00.00-18, 2017-10
4	20	76	28.02.18	6,15	6,3	6		nein		AOAC 991.43
5	38	58								
6	10	86	28.02.18	8,0	8,2	7,8	0,5	nein		Ballaststoffe mit hohem Molekulargewicht
7	33	63								
8	35	61								
9	31	65	02.03.18	7,3	7,2	7,4	0,5	nein		AOAC985.29
10	2	94	06.03.2018	8,0	8,1	7,9	0,1	nein		AOAC991.43
11	12	84								
12	36	60	22.03.18	9,5	9	9,9				
13	28	68	16.03.18	9,96	9,61	10,3	0,1	ja	102	ASU L 00.00.-18

Teilnehmer	Fritten- durch- messer	Poren- durch- messer	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
								ja / nein	
1	40 mm	40 bis 90 µm (G 2)					Referenzmaterial	ja	
2								ja	
3	30 mm	2	Bioquant Gesamtballast- stoffe Merck 1.12979.001	Bioquant Gesamtballast- stoffe Merck 1.12979.001	Bioquant Gesamtballast- stoffe Merck 1.12979.001			ja	
4	30 mm	40-90µm	Megazyme E- Blaam	Megazyme E- BSPRT	Megazyme E-AMGDF		no	-	
5									
6		40-60µm						AOAC 991,43	
7									
8									
9								ja	
10	/	2	Megazyme Kit AOAC 991.43	Megazyme Kit AOAC 991.43	Megazyme Kit AOAC 991.43	/	/	nein	
11									
12	40 mm	Porosi- tät 2	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme		ja	ja	
13	4cm	2	Enzymkit Biopharm						

5.1.1.2 Lösliche Ballaststoffe/ Soluble dietary fiber

Teilnehmer	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenbeschreibung
Participant	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantification	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Methode description
			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	ja / nein	in %	
1	44	52								
2	78	18	15.03.18	3,45	3,6	3,3	n/a	nein		Enzyme/Gravimetrisch/HPLC-RI
3	21	75								
4	20	76	28.02.18	0,7	0,9	0,5		nein		AOAC 991.43
5	38	58								
6	10	86								
7	33	63								
8	35	61								
9	31	65								
10	2	94								
11	12	84								
12	36	60								
13	28	68	16.03.18	2,37	2,46	2,27	0,1	nein		ASU L 00.00.-18

Teilnehmer	Fritten- durch- messer	Poren- durch- messer	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amylogluco- sidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenz- material	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amylogluco- sidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
								ja / nein	
1									
2								ja	
3									
4	30 mm	40-90um	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		nein	-	
5									
6									
7									
8									
9									
10									
11									
12									
13	4 cm	2	Enzymkit Biochem						

5.1.1.3 Unlösliche Ballaststoffe/ Insoluble dietary fiber

Teilnehmer	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenbeschreibung
Participant	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantification	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	ja / nein	in %	
1	44	52								
2	78	18	15.03.18	17,3	15,4	19,2	n/a	nein		Enzyme/Gravimetrisch/HPLC-RI
3	21	75								
4	20	76	28.02.18	5,45	5,4	5,5		nein		AOAC 991.43
5	38	58								
6	10	86	28.02.18	7,6	7,7	7,4	0,5	nein		Unlösliche Ballaststoffe/ Fibra alimentaria insoluble (fracción alto peso molecular)
7	33	63								
8	35	61								
9	31	65								
10	2	94								
11	12	84								
12	36	60								
13	28	68	16.03.18	7,69	8,08	7,30	0,1	nein		ASU L 00.00.-18

Teilnehmer	Fritten-durch-messer	Poren-durch-messer	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amylogluco-sidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenz-material	Method akkreditier t nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Patricipant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amylogluco- sidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
								ja / nein	
1									
2								ja	
3									
4	30 mm	40-90um	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		nein	-	
5									
6		40-60µm						AOAC 991,42	
7									
8									
9									
10									
11									
12									
13	4cm	2	Enzymkit Biopharm						

5.1.1.4 Gesamt-Ballaststoffe nach Inulinase Reaktion/ Total dietary fiber with inulinase reaction

Teilnehmer	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschlie- ßendes Er- gebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestim- mungsgrenze	Angabe inkl. Wie- derfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Parti- cipant	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifica- tion	Incl. Reco- very rate	Recovery rate [%]	Methode description
			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	ja / nein	in %	
1	44	52								
2	78	18								
3	21	75								
4	20	76	22. Feb. und 26. Feb.	7,55	7,7	7,4		nein		AOAC2009.01 korrigiert mit Inulin AOAC 997.08 modifizierter Wert wie unten angegeben*
5	38	58	20.03.18	10,15	10,44	9,86				
6	10	86								
6	33	63								
7	35	61								
8	31	65								
9	2	94								
10	12	84								
11	36	60								
12	28	68								
13										

* Wir verwenden AOAC 2009.01 routinemäßig für niedermolekulare ballaststoffhaltige Materialien (Z.B. FOS, Inulin GOS, Polydextrose). Dies ist nach unserer Auffassung der beste Weg, um Ballaststoffe zu analysieren, die Inulin enthalten. Wir haben die LVU-Proben auch nach AOAC 2009.01 analysiert und die Gesamtballaststoffe ohne Inulin berechnet, indem wir von den Gesamtballaststoffe (nach AOAC 2009.01) den Inulin-Wert (gemessen nach AOAC 997.08) abgezogen haben. AOAC 2009.01 unterscheidet nicht zwischen löslichen und unlöslichen Ballaststoffen (im Gegensatz zu AOAC 2011.25), so dass keine Werte für lösliche und unlösliche Ballaststoffe ohne Inulin angegeben werden können.

Teilnehmer	Fritten- durch- messer	Poren- durch- messer	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amylogluco- sidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Method akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amylogluco- sidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
								ja / nein	
1									
2									
3									
4	30 mm	40-90um	Megazyme E- PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	Megazyme FRMXLQ	nein	-	
5									
6									
7									
8									
9									
10									
11									
12									
13									

5.1.1.5 Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase Reaktion/ Soluble dietary fiber with inulinase reaction

Hierfür wurden keine Ergebnisse abgegeben.

5.1.1.6 Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase Reaktion/ Insoluble dietary fiber with inulinase reaction

Hierfür wurden keine Ergebnisse abgegeben.

5.1.1.7 Inulin

Teilnehmer	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenbeschreibung
Participant	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantification	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Methode description
			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g	g/100g	ja / nein	in %	
1	44	52								
2	78	18								
3	21	75	28.03.18	3,62	3,66	3,58		nein		ASU § 64 LFGB, L 00.00-94, 2006-09
4	20	76	26.02.18	3,55	3,5	3,6		nein		AOAC 997.08 modif.
5	38	58	15.03.18	7,06	7,05	7,06	0,1	nein		AOAC 997.08 (modif.)
6	10	86	28.02.18	3,7	3,7	3,7	0,5	nein		Beta-Fruktose
7	33	63	07.03.	3,49	3,48	3,5	0,3	nein		LAV 21.0051.01 enzymatisch
8	35	61	1.3.	2,68	2,79	2,56	0,5			interne Methode, LC-RI
9	31	65	02.03.18	3,33	3,35	3,31	0,1	nein		AOAC999.03
10	2	94	01.03.18	3,26	3,2	3,3	0,1	nein		AOAC 997.08
11	12	84	23.02.18	3,2	3,3	3,1	<1	nein	-	AOAC 999.03
12	36	60								
13	28	68	28.03.18	1,13		1,13		nein		BfR Methode

Teilnehmer	UV-Test Kit Hersteller	HPLC Säule	Detektor	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Kalibrierung und Referenzmaterial 1	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Participant	UV-Test kit manufacturer	HPLC coulumnn	Detector	Notes to Protease	Calibration and reference material	Method accred. according ISO/IEC 17025	Further remarks
						ja / nein	
1							
2							
3	r-biopharm 10716260035					ja	
4	-	Dionex PA1	PAD	no		-	
5	-	Carbopac PA 20	PAD	Hydrol. des Extraktes mit Fructanase	DLA 26/2015	nein	
6		Zorbax Carbohydrate 5µ 4.6x150mm	Brechungs-Index			nein	
7	r-Biopharm					ja	
8						ja	
9	Megazyme					nein	
10	/	GC	FID			nein	
11	nicht zutreffend	Dionex CarboPac PA1	PAD	-	Kontrollmehl (Megazyme)	nein	-
12							
13							

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA 36-2018

Gewicht Gesamtprobe	2,064	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	21,8	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	8,50	95	22,4
2	8,78	104	23,7
3	10,29	95	18,5
4	11,77	136	23,1
5	8,38	96	22,9
6	10,46	111	21,2
7	8,59	88	20,5
8	10,33	100	19,4
9	9,91	106	21,4
10	9,89	91	18,4

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9	
Mittelwert	102,4	Partikel
Standardabweichung	9,32	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	7,63	
Wahrscheinlichkeit	57	%
Wiederfindungsrate	97	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	10	
Mittelwert	21,1	mg/kg
Standardabweichung	1,92	mg/kg
rel. Standardabweichung	9,1	%
Horwitz Standardabweichung	10,1	%
HorRat-Wert	0,9	
Wiederfindungsrate	97	%

5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

EP-Nummer	DLA 36-2018
EP-Name	Gesamtballaststoffe und Inulin in Getreideerzeugnis
Probenmatrix*	Proben A + B: Backmischung
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben A + B: je 20 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Gesamtballaststoffe, lösliche und unlösliche Ballaststoffe (jeweils ohne oder mit Inulinase-Behandlung) und Inulin
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.
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe A und B sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe A und B), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	g/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 29. März 2018.
Auswertebereich	Der Auswertebereich wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Gerhard Wichmann

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

<u>Teilnehmer/ Participant</u>	<u>Ort/ Town</u>	<u>Land/ Country</u>
		GROSSBRITANNIEN
		Deutschland
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		USA
		BELGIEN
		SPANIEN
		BELGIEN

[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 interlaboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodvalidierung / 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. HORWITZ EQUATION AS QUALITY BENCHMARK IN ISO/IEC 17025 TESTING LABORATORY, C. Rivera, R. Rodriguez, Pimentel 4104 -B; Col. Las Granjas. Chihuahua Chihuahua Mexico. C.P. 31160
17. AOAC Guidelines for Standard Method Performance Requirements (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 16.0-1: Bestimmung der Ballaststoffe in Getreidekleie [Determination of dietary fiber in cereal bran] (Nov. 1999)
20. ASU § 64 LFGB L 17.03-1 Bestimmung der Ballaststoffe in Mischbrot [Determination of dietary fiber in mixed-type bread].
21. ASU § 64 LFGB L 00.00-94 Bestimmung von Inulin in Lebensmitteln - Enzymatisches Verfahren [Determination of inulin in food - Enzymatic method]
22. Determination of total dietary fiber (CODEX definition) by Enzymatic-Gra-

- vimetric method and liquid chromatography: Collaborative Study, McCleary et al. (2010), J AOAC Int 93:221
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
 25. 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)

DLA 36/2018 - Ballaststoffe und Inulin

Vom 15 Teilnehmern haben 13 Teilnehmer mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Bestimmungen der Gesamtballaststoffe und Inulin. Für die weiteren Parameter lagen jeweils zu wenige Ergebnisse vor. Die Zielstandardabweichungen wurden anhand der Kenndaten der entsprechenden ASU §64 Methoden ermittelt. Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität auf, sodass die Bewertung der Teilnehmerergebnisse mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit erfolgte. Es lagen 78% bzw. 70% der Ergebnisse der Teilnehmer im jeweiligen Zielbereich für die Gesamtballaststoffe und Inulin. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

6 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, Großbritannien, Niederlande und Spanien) und ein Teilnehmer in den USA.