

DLA
Dienstleistung
Lebensmittel
Analytik GbR

Auswertungs-Bericht
Laborvergleichsuntersuchung

DLA 36/2016

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. Matthias Besler

Inhalt / Content

1. Einleitung.....	3
2. Durchführung.....	3
2.1 Untersuchungsmaterial.....	3
2.1.1 Homogenität.....	4
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	5
2.3 Ergebnisübermittlung.....	5
3. Auswertung.....	6
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	6
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	7
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	7
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	8
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	9
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	10
3.7 z-Score.....	11
3.8 z'-Score.....	12
3.9 Variationskoeffizient (VK_R).....	12
3.10 Quotient S^*/opt	13
3.11 Standardunsicherheit.....	13
4. Ergebnisse.....	14
4.1 Gesamtballaststoffe in g/100g.....	15
4.2 Lösliche Ballaststoffe in g/100g.....	18
4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g.....	19
4.4 Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.....	20
4.5 Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.....	20
4.6 Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.....	20
4.7 Inulin in g/100g.....	21
5. Dokumentation.....	24
5.1 Primärdaten.....	24
5.2 Homogenität.....	28
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	28
5.2.2 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben.....	28
5.2.3 Wiederholstandardabweichung der Doppelbestimmungen der Teilnehmer.....	29
5.2.3 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte.....	29
5.3 Analytische Methoden.....	31
6. Verzeichnis der teilnehmenden Institute.....	33
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	34

1. Einleitung

Die Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen (LVU) ist ein unverzichtbarer Baustein 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 Instituten 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 Brotbackmischung mit einem weiteren Zusatz eines Getreide-Halbfertigerzeugnisses mit Inulin von Europäischen Anbietern. Die Materialien wurden zerkleinert, zusammengegeben und homogenisiert. Vor dem Homogenisieren wurden Microtracer-Partikel für die Überprüfung der Mischungshomogenität zugegeben. Nach dem Homogenisieren wurden Aliquote für die Microtracer-Analyse entnommen (s. 2.1.1). Anschließend wurde in Portionen zu ca. 20 Gramm lichtgeschützt abgepackt. Die Portionen wurden chronologisch nummeriert.

Die Zusammensetzung der Proben ist in Tabelle 1 angegeben. Der Fettgehalt der Proben liegt bei < 10%.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Anteil
Brot-Backmischung Zutaten: Weizenmehl, Weizenvollkornmehl, Roggenmehl, Meersalz, Roggensauerteig getrocknet, Trockenhefe, Weizenmalzmehl, Milcheiweißpulver, Ballaststoff (Apfelfaser), Säuerungsmittel: Apfelsäure. Nährwerte pro 100 g: Fett 1,5 g, Kohlenhydrate 64 g davon Zucker 2,6 g, Ballaststoffe 6 g, Protein 11 g	84,5 g/100g
Getreide-Halbfertigerzeugnis mit 25% Inulin	15,5 g/100g

2.1.1 Homogenität

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 8-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht. Es handelt sich um eine normierte Methode, die Bestandteil des internationalen GMP-Zertifizierungssystems für Futtermittel ist [14]. Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in μm -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von $\geq 5\%$ ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von $\geq 25\%$ mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 28% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Es wurde ein HorRat-Wert von 1,4 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die **Homogenität der abgefüllten nummerierten DLA-Proben** wurde anhand von 5 fach Bestimmungen von Natrium mittels ICP-MS geprüft. Die Wiederholstandardabweichung liegt mit 10,8 % im Bereich der Wiederholstandardabweichung der Methode ASU §64 L 00.00-144 für Natrium in Weizenmehl (8,15%). Die Ergebnisse der Homogenitätsuntersuchung sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie ist für die Gesamtballaststoffe und Inulin vergleichbar mit der Wiederholstandardabweichung der jeweiligen Methoden ASU §64 LFGB L 17.03-1 und ASU §64 LFGB L 00.00-94 (vgl. Tab. 2) [19, 21]. Die Wiederholstandardabweichung der Teilnehmer ist bei den statistischen Kennzahlen (4.1 und 4.7) und in der Dokumentation der Homogenitätsprüfungen (5.2) angegeben.

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** charakterisiert. Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen im Bereich von 30% der Zielstandardabweichung σ_{pt} (s. 5.2 Homogenität) und können daher als niedrig betrachtet werden.

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]. Für die Auswertung von Inulin wurde der z'-Score herangezogen, obwohl die Homogenitätskriterien erfüllt waren.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jedes teilnehmende Institut wurden in der 7. Woche 2016 zwei Portionen Untersuchungsmaterial verschickt. Das Untersuchungsverfahren wurde freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 1. April 2016.

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

Hinweise zur Analyse:

Die Proben enthalten einen Fettgehalt unter 10%.

Bitte rechnen Sie für die "Gesamtballaststoffe" nicht den ggf. analytisch bestimmten Inulin-Gehalt zum Ergebnis der enzymatisch-gravimetrischen Ballstoff-Analyse hinzu.

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.

Von den 15 Teilnehmern haben 14 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Ein Teilnehmer hat die Ergebnisse nach Rücksprache mit DLA verspätet 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].

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

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

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

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

3.2 Robuste Standardabweichung

Zum Vergleich mit der Zielstandardabweichung 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.

Die Berechnung der Wiederholstandardabweichung S_r , auch als Standardabweichung innerhalb der Laboratorien S_w bezeichnet, erfolgt nach: [3, 4].

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient VK_r bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben.

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.

Die Berechnung der Vergleichsstandabweichung S_R erfolgt nach: [3, 4].

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Alle Ergebnisse sollen mit mindestens 2 signifikanten Dezimalstellen angegeben werden. Die Angabe von 3 Dezimalstellen ist i.d.R. ausreichend.

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

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

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 Analysenmethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysenmethode ab.

In Fällen, in denen beide o.g. Modelle ungeeignet sind, wird die Zielstandardabweichung anhand von Werten aus Erkenntnissen nach 3.6.3 ermittelt.

Zur Information werden, sofern verfügbar, jeweils die z-Scores beider Modelle in der Auswertung angegeben.

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde in der vorliegenden LVU für die Gesamtballaststoffe und Inulin die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.4.2) verwendet (ASU §64 Methoden: 19, 21). Zusätzlich wurde für Inulin die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6).

Die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz wurde zur Information in der Auswertung angegeben.

Für alle anderen 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. $1 \text{ mg/kg} = 1 \text{ ppm} = 10^{-6} \text{ kg/kg}$)

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

Die dort gekennzeichneten resultierenden Zielstandardabweichungen σ_{pt} wurden zur Bewertung der Ergebnisse herangezogen.

Zur Information werden die Zielstandardabweichungen nach Horwitz zusätzlich bei den Kennzahlen angegebenen.

Tabelle 2: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [19, 21]

Parameter	Matrix	Mittel-werte	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Gesamtballaststoffe	Roggenmischbrot	8,83 %	2,49 %	5,10 %	4,6 % ¹	ASU §64 L 17.03-1
unlösliche Ballaststoffe	Roggenmischbrot	5,45 %	5,14 %	8,44 %	7,6 %	ASU §64 L 17.03-1
lösliche Ballaststoffe	Roggenmischbrot	3,02 %	14,6 %	20,9 %	18,2 %	ASU §64 L 17.03-1
Inulin	Fertigmehl	16,7 %	1,86 %	3,60 %	3,4 %	ASU §64 L 00.00-94
	Säuglingsnahrung	0,61 %	4,92 %	8,20 %	7,4 % ¹	
	Schokolade	5,95 %	2,35 %	4,03 %	3,7 %	

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].

In der vorliegenden LVU wurde die Zielstandardabweichung gemäß 3.6.2 als geeignet angesehen.

3.7 z-Score

Der z-Score wird herangezogen zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore. Er besagt um welches Vielfache der Zielstandardabweichung (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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

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

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. 3.8). 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]:

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

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

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.

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 Einzelergebnisse der teilnehmenden Labore aufgeführt:

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

4.1 Gesamtballaststoffe in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	8,15
Median	8,05
Robuster Mittelwert (X_{pt})	8,15
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,579
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,254
Variationskoeffizient (VK_r)	3,10%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,556
Variationskoeffizient (VK_R)	6,80%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,390
Zielstandardabweichung nach Horwitz (zur Information)	0,238
Untere Grenze des Zielbereichs	7,37
Obere Grenze des Zielbereichs	8,93
Quotient S^*/σ_{pt}	1,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,209
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,54
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	100%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach ASU §64 L 17.03-1 berechnet.

Die Auswertung zeigte eine normale Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag deutlich unter 2,0. Die robuste Standardabweichung sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Der Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$ liegt mit 0,54 über 0,3 und ist aufgrund der anderen Kenndaten und der Verwendung unterschiedlicher Bestimmungsmethoden akzeptabel.

Alle Ergebnisse lagen im Zielbereich.

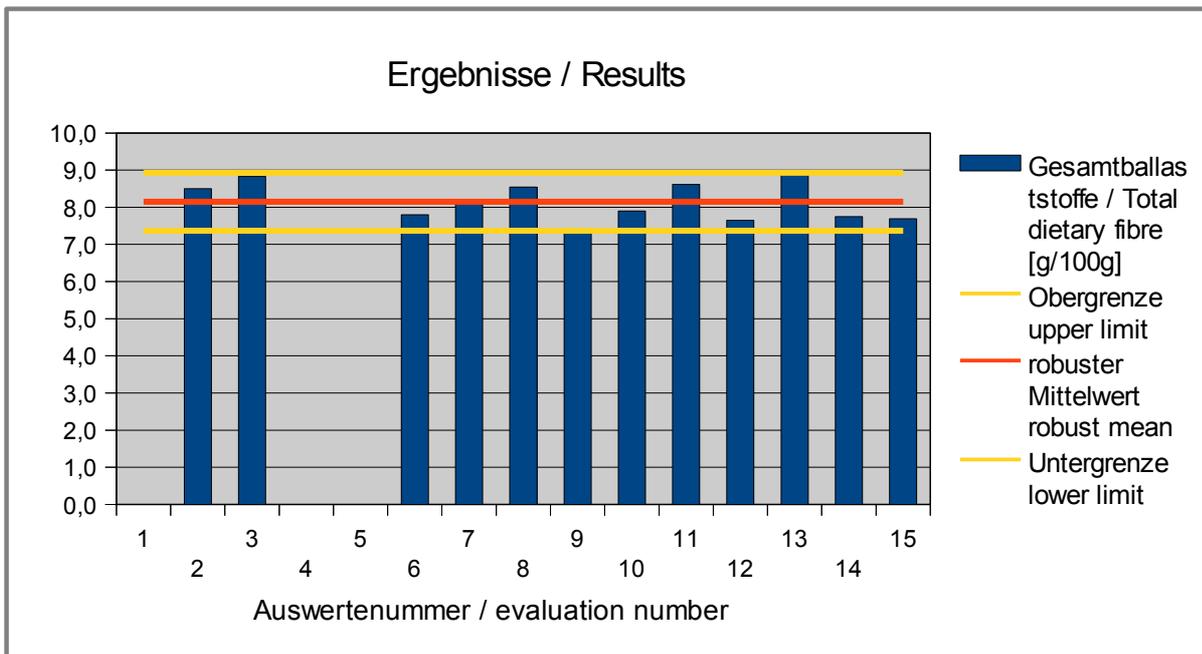


Abb. 1: Ergebnisse Gesamtballaststoffe

Fig. 1: Results total dietary fibre

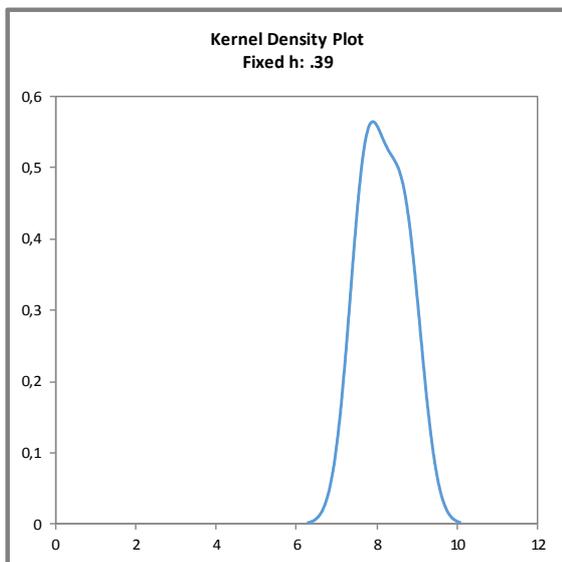


Abb. 2: Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse für Gesamtballaststoffe (mit $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Fig. 2: Kernel density plot of total fiber results (with $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer leichten Schulter bei ca. 8,9 g/100g (s. Abb. 2).

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

Auswertenummer	Gesamtballaststoffe / Total dietary fibre [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1					
2	8,5	0,35	0,9	1,5	
3	8,83	0,68	1,7	2,9	
4					
5					
6	7,8	-0,35	-0,9	-1,5	
7	8,2	0,05	0,1	0,2	
8	8,54	0,39	1,0	1,6	
9	7,41	-0,74	-1,9	-3,1	
10	7,9	-0,25	-0,6	-1,0	
11	8,615	0,47	1,2	2,0	
12	7,65	-0,50	-1,3	-2,1	
13	8,9	0,75	1,9	3,2	
14	7,75	-0,40	-1,0	-1,7	
15	7,69	-0,46	-1,2	-1,9	

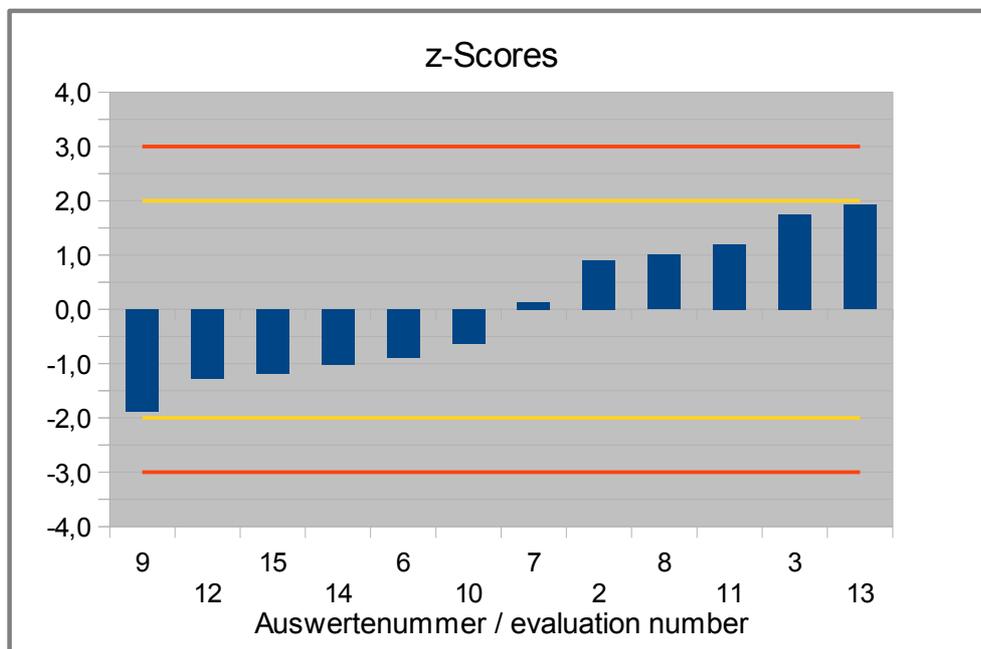


Abb. 3: Z-Scores Gesamtballaststoffe
Fig. 3: Z-Scores total dietary fibre

4.2 Lösliche Ballaststoffe in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	4
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2,17
Median	2,00
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,13
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,380

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

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

Auswertenummer	Lösliche Ballaststoffe / Soluble dietary fiber [g/100g]	Abweichung [g/100g]	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	Remark
1			
2			
3	2,77	0,64	
4			
5			
6			
7	1,9	-0,23	
8			
9			
10			
11			
12	1,95	-0,18	
13			
14			
15	2,05	-0,08	

4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	6,06
Median	6,05
Robuster Mittelwert (X_{pt})	6,06
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,460

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

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

Auswertenummer	Unlösliche Ballaststoffe / Unsoluble dietary fiber [g/100g]	Abweichung [g/100g]	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	Remark
1			
2			
3	6,05	-0,01	
4			
5			
6			
7	6,3	0,24	
8			
9			
10			
11			
12	5,75	-0,31	
13	6,6	0,54	
14			
15	5,6	-0,46	

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Es liegt nur ein Ergebnis vor (Teilnehmer 12: 7,2 g/100g).
Weitere Angaben sind der Dokumentation zu entnehmen.

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Es liegt kein Ergebnis vor.

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Es liegt kein Ergebnis vor.

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	3,10
Median	3,20
Robuster Mittelwert (x_{pt})	3,14
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,524
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,108
Variationskoeffizient (VK_r)	3,41%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,484
Variationskoeffizient (VK_R)	15,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,288
Zielstandardabweichung nach Horwitz (zur Information)	0,106
Untere Grenze des Zielbereichs	2,56
Obere Grenze des Zielbereichs	3,72
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,8
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,169
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,59
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	73%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach ASU §64 L 00.00-94 berechnet.

Die Auswertung zeigte eine leicht erhöhte Variabilität der Ergebnisse. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag über 2,0 und der Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$ lag über 0,3. Die Auswertung erfolgte daher mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes (s. 3.8 und 3.11).

Der resultierende Quotient S^*/σ_{pt}' liegt unter 2,0. Die robuste Standardabweichung und die Wiederholstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden, während die Vergleichsstandardabweichung bzw. der Variationskoeffizient VK_R höher liegen (vgl. 3.6.2).

Es lagen 73% der Ergebnisse im Zielbereich. Im Vergleich zu den im Leitfaden zur Lebensmittel-Informations-VO zulässigen Toleranzen für die Nährwertangaben lagen alle Ergebnisse innerhalb der Anforderung von $\pm 2g$ für Gehalte $< 10 g/100g$ und bis auf 3 Ergebnisse innerhalb von $\pm 20\%$ (2,73 - 4,09%) [16].

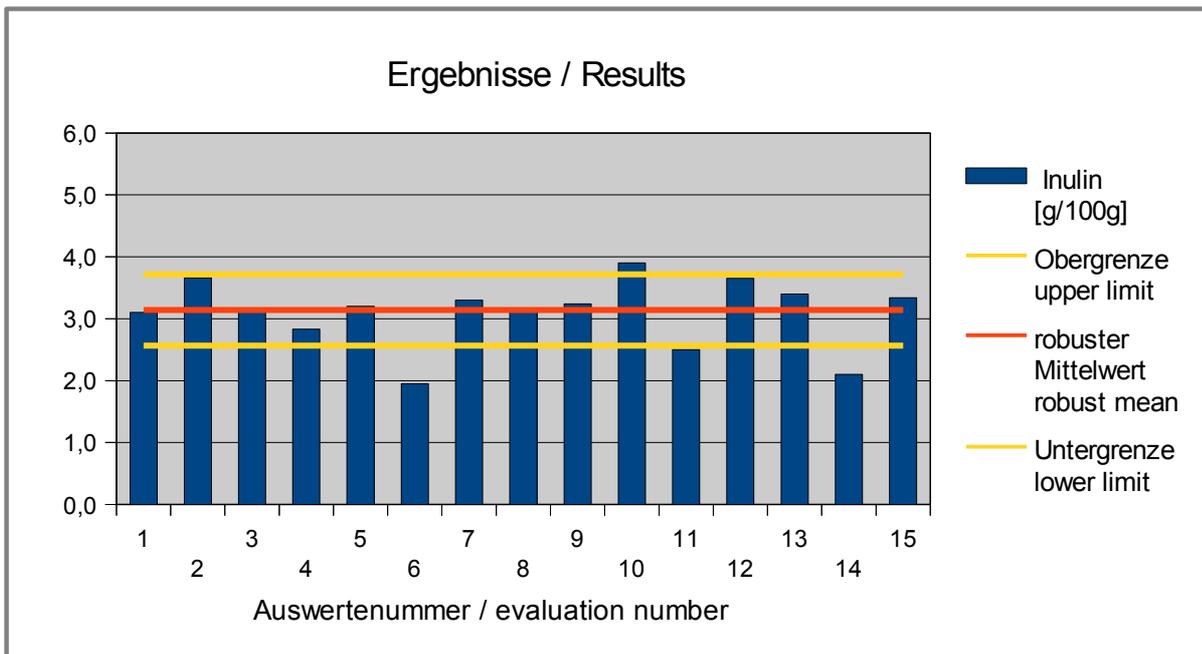


Abb. 4: Ergebnisse Inulin

Fig. 4: Results Inulin

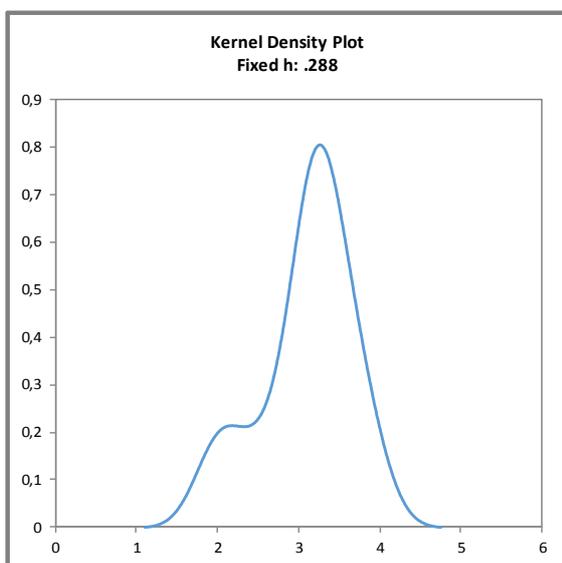


Abb. 5: Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse für Inulin (mit $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Fig. 5: Kernel density plot of inulin results (with $h = \sigma_{pt}$ von X_{pt})

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei ca. 2,0 g/100g, die auf zwei Ausreißer zurückzuführen ist (s. Abb. 5).

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

Auswertenummer	Inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]			Remark
1	3,1	-0,040	-0,1	-0,4	
2	3,66	0,520	1,8	4,9	
3	3,14	0,000	0,0	0,0	
4	2,83	-0,310	-1,1	-2,9	
5	3,2	0,060	0,2	0,6	
6	1,951	-1,189	-4,1	-11,2	Ausreißer / outlier
7	3,3	0,160	0,6	1,5	
8	3,125	-0,015	-0,1	-0,1	
9	3,24	0,100	0,3	0,9	
10	3,9	0,760	2,6	7,2	
11	2,5	-0,640	-2,2	-6,1	
12	3,65	0,510	1,8	4,8	
13	3,4	0,260	0,9	2,5	
14	2,1	-1,040	-3,6	-9,8	Ausreißer / outlier
15	3,34	0,200	0,7	1,9	

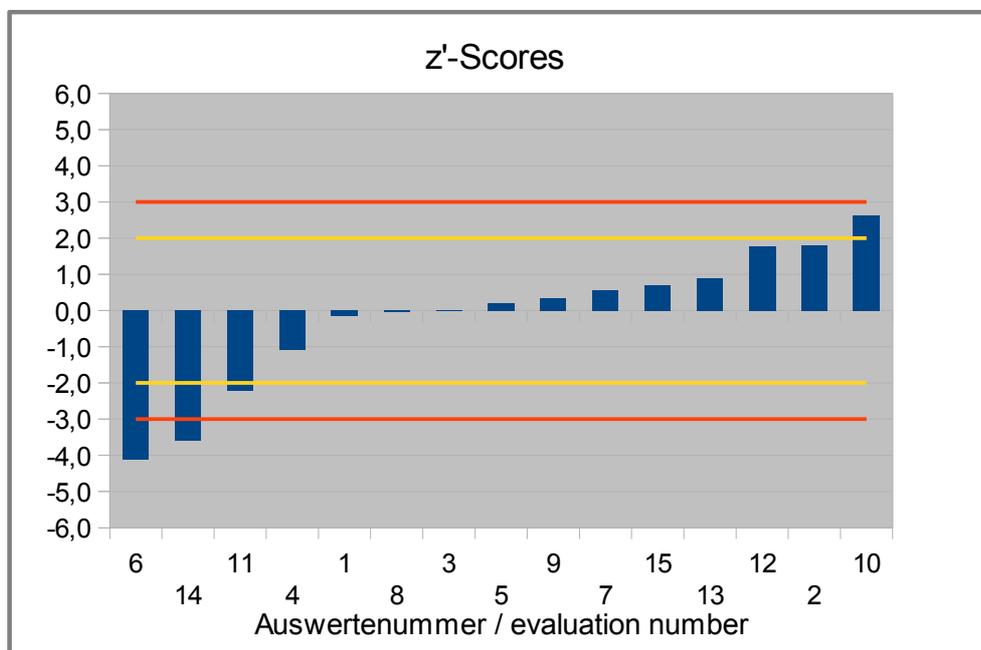


Abb. 6: z'-Scores Inulin
Fig. 6: z'-Scores Inulin

5. Dokumentation

5.1 Primärdaten

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Result (Mean)	Result A	Result B
Gesamt- ballaststoffe / total dietary fibre	1	g/100g					
	2	g/100g	17	29	8,5	8,8	8,2
	3	g/100g	2	31	8,83	8,9	8,75
	4	g/100g					
	5	g/100g					
	6	g/100g			7,8		
	7	g/100g	10	41	8,2	7,9	8,4
	8	g/100g	18	46	8,54	8,65	8,43
	9	g/100g	12	30	7,41	7,29	7,53
	10	g/100g	39	50	7,9	7,8	7,9
	11	g/100g	33	57	8,62	8,63	8,6
	12	g/100g	6	28	7,65	7,7	7,6
	13	g/100g	43	71	8,9	8,5	9,3
	14	g/100g	5	26	7,75	7,8	7,7
	15	g/100g	11	36	7,69	7,72	7,65
Lösliche Ballaststoffe / soluble dietary fibre	1	g/100g					
	2	g/100g	17	29	N/A	N/A	N/A
	3	g/100g	2	31	2,77	2,69	2,84
	4	g/100g					
	5	g/100g					
	6	g/100g					
	7	g/100g	10	41	1,9	1,9	1,8
	8	g/100g	18	46			
	9	g/100g	12	30			
	10	g/100g	39	50			
	11	g/100g	33	57			
	12	g/100g	6	28	1,95	2,1	1,8
	13	g/100g	43	71	nicht getestet	nicht getestet	nicht getestet
	14	g/100g	5	26			
	15	g/100g	11	36	2,05	2,06	2,04

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Result (Mean)	Result A	Result B
Unlösliche Ballaststoffe / insoluble dietary fibre	1	g/100g					
	2	g/100g	17	29	N/A	N/A	N/A
	3	g/100g	2	31	6,05	6,11	5,98
	4	g/100g					
	5	g/100g					
	6	g/100g					
	7	g/100g	10	41	6,3	6	6,6
	8	g/100g	18	46			
	9	g/100g	12	30			
	10	g/100g	39	50			
	11	g/100g	33	57			
	12	g/100g	6	28	5,75	5,6	5,9
	13	g/100g	43	71	6,6	6,6	6,6
	14	g/100g	5	26			
	15	g/100g	11	36	5,6	5,69	5,5
Gesamtballast- stoffe nach Inulinase- Reaktion / total dietary fibre with Inulinase reaction	1	g/100g					
	2	g/100g	17	29	N/A	N/A	N/A
	3	g/100g	2	31			
	4	g/100g					
	5	g/100g					
	6	g/100g					
	7	g/100g	10	41			
	8	g/100g	18	46			
	9	g/100g	12	30			
	10	g/100g	39	50			
	11	g/100g	33	57			
	12	g/100g	6	28	7,2	7,2	7,2
	13	g/100g	43	71	nicht getestet	nicht getestet	nicht getestet
	14	g/100g	5	26			
	15	g/100g	11	36			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Result (Mean)	Result A	Result B
Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion / soluble dietary fibre with Inulinase reaction	1	g/100g					
	2	g/100g	17	29	N/A	N/A	N/A
	3	g/100g	2	31			
	4	g/100g					
	5	g/100g					
	6	g/100g					
	7	g/100g	10	41			
	8	g/100g	18	46			
	9	g/100g	12	30			
	10	g/100g	39	50			
	11	g/100g	33	57			
	12	g/100g	6	28			
	13	g/100g	43	71	nicht getestet	nicht getestet	nicht getestet
	14	g/100g	5	26			
	15	g/100g	11	36			
Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion / insoluble dietary fibre with Inulinase reaction	1	g/100g					
	2	g/100g	17	29	N/A	N/A	N/A
	3	g/100g	2	31			
	4	g/100g					
	5	g/100g					
	6	g/100g					
	7	g/100g	10	41			
	8	g/100g	18	46			
	9	g/100g	12	30			
	10	g/100g	39	50			
	11	g/100g	33	57			
	12	g/100g	6	28			
	13	g/100g	43	71	nicht getestet	nicht getestet	nicht getestet
	14	g/100g	5	26			
	15	g/100g	11	36			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben-Nr. A	Proben-Nr. B	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Result (Mean)	Result A	Result B
Inulin	1	g/100g	20	59	3,1	3,1	3,1
	2	g/100g	17	29	3,66	3,49	3,82
	3	g/100g	2	31	3,14	3,11	3,16
	4	g/100g	25	63	2,83	2,84	2,82
	5	g/100g	16	58	3,2	3,2	3,2
	6	g/100g			1,95		
	7	g/100g	10	41	3,3	3,4	3,2
	8	g/100g	18	46	3,13	3,1	3,15
	9	g/100g	12	30	3,24	3,29	3,19
	10	g/100g	39	50	3,9	3,8	3,9
	11	g/100g	33	57	2,5	2,6	2,4
	12	g/100g	6	28	3,65	3,6	3,7
	13	g/100g	43	71	3,4	3,3	3,5
	14	g/100g	5	26	2,1	2	2,2
	15	g/100g	11	36	3,34	3,35	3,32

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

Gewicht Gesamtprobe	1,77	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	3,5	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	20,32	31	3,1
2	19,84	43	4,3
3	20,62	43	4,2
4	15,46	39	5,0
5	18,71	35	3,7
6	21,53	36	3,3
7	20,65	33	3,2
8	23,46	40	3,4

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	37,9	Partikel
Standardabweichung	6,83	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	8,61	
Wahrscheinlichkeit	28	%
Wiederfindungsrate	107	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	8	
Mittelwert	3,79	mg/kg
Standardabweichung	0,68	mg/kg
rel. Standardabweichung	18,0	%
Horwitz Standardabweichung	13,1	%
HorRat-Wert	1,4	
Wiederfindungsrate	107	%

5.2.2 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben

Homogenitätsprüfung anhand der Bestimmung von Natrium (angegeben als NaCl) mittels ICP-MS:

Wiederholmessungen	g/100g
1	1,76
2	1,88
3	2,23
4	1,75
5	1,77

Allgemeiner Mittelwert	1,88	
Wiederholstandardabweichung	0,204	10,8%

5.2.3 Wiederholstandardabweichung der Doppelbestimmungen der Teilnehmer

Die Wiederholstandardabweichungen S_r wurden aus den Daten wie unter 5.1 dokumentiert berechnet und sind bei den Kenndaten unter 4.1 und 4.7 angegeben.

Sie beträgt 0,254 g/100g = 3,10 % von X für Gesamtballaststoffe.

Sie beträgt 0,108 g/100g = 3,41 % von X für Inulin.

5.2.3 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte

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

Gesamtballaststoffe

Probennummern: 2 - 57 (ohne Nr. 43 und 71 Ausreißer Horwitz)

Messergebnisse: 20

Trendlinienbereich: $8,09 \pm 0,128$ g/100g (= $\pm 0,33 \times \sigma_{pt}$)

Maximale relative Abweichung zum Mittelwert: $\pm 1,58\%$

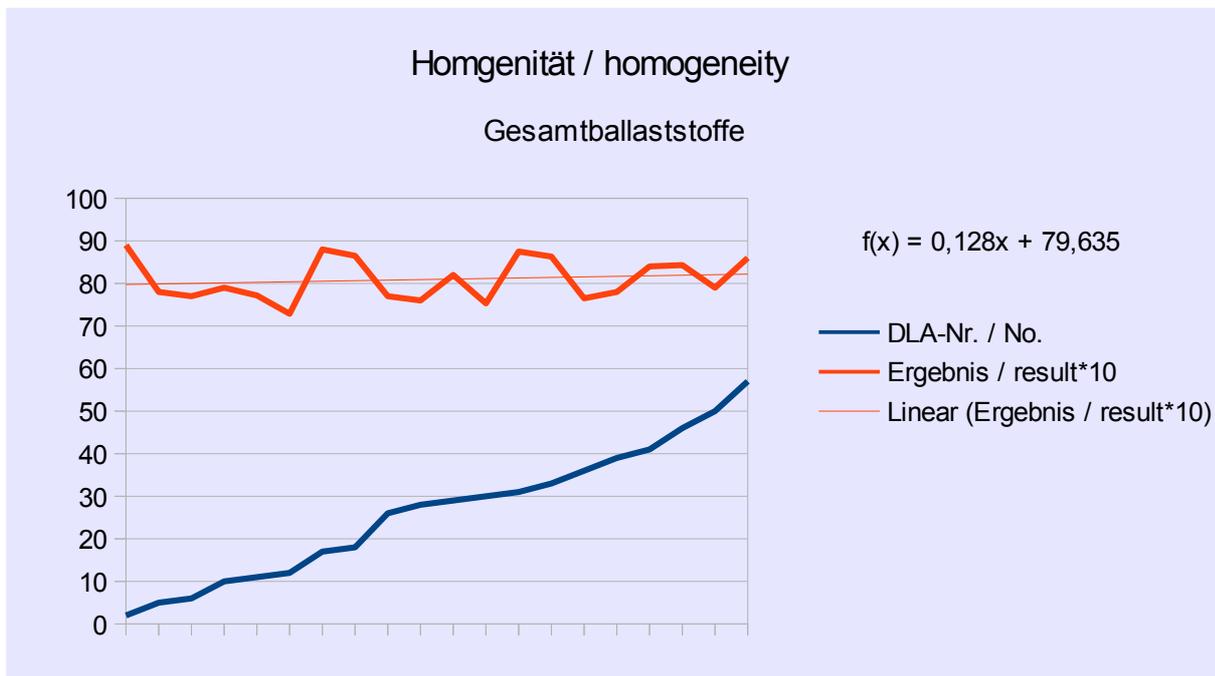


Abb. 7: Trendfunktion Probennummern / Gesamtballaststoffe
Ergebnisse (x 10 dargestellt)

Fig. 7: trend line function sample number / total dietary fiber
results (x 10 shown)

Inulin

Probennummern: 2 - 71

Messergebnisse: 26

Trendlinienbereich: $3,18 \pm 0,072 \text{ g}/100\text{g}$ ($= \pm 0,25 \times \sigma_{pt}$)

Maximale relative Abweichung zum Mittelwert: $\pm 2,25\%$

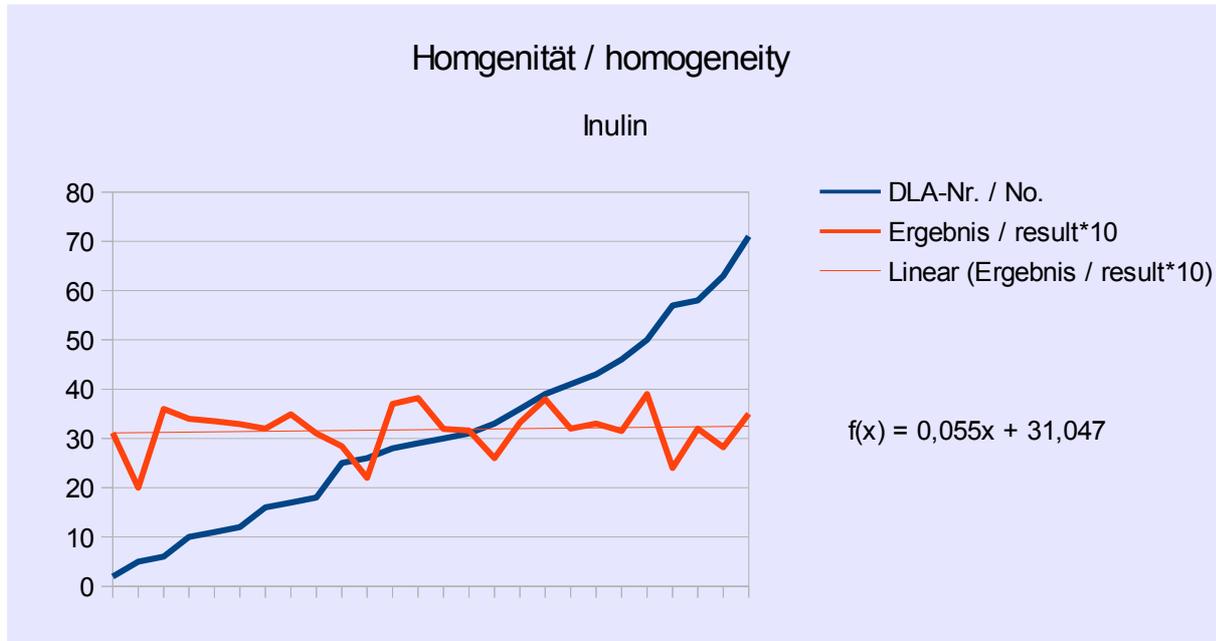


Abb. 8: Trendfunktion Probennummern / Ergebnisse Inulin (Ergebnisse x 10 dargestellt)

Fig. 8: trend line function sample number / results inulin (results x 10 shown)

5.3 Analytische Methoden

Angaben der Teilnehmer

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Frittdurchmesser	Porendurchmesser	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Methode ohne Inulinase ist akkreditiert	Methode mit Inulinase ist akkreditiert
Analyte	Participant	Method description	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Method is accredited without Inulinase	Method ist accredited with Inulinase
Ballaststoffe / dietary fibre	1									
	2	AOAC 985.29		p.2	Megazyme K-TDFR	Megazyme K-TDFR	Megazyme K-TDFR	N/A	ja	n/a
	3		40 mm	Porosität 2	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme		ja	
	4									
	5									
	6	§64 LFGB L00.00-18	4 cm	16-40 µm	Sigma A3306-10ML	Sigma P-3910-500MG	Sigma A9913-10ML	-	ja	nein
	7	AOAC 991.43	3.3 cm	40-100 µm	α-Amylase, 3000 units/ml (Megazyme)	Protease, 350 Tyrosin units/ml (Megazyme)	Amyloglucosidase, 3300 units/ml (Megazyme)	-	nein	-
	8	§64 LFGB L.00.00-18	Filterpapier MN 640W		Sigma A 3306; Lot SLB-J0135V	Sigma P 3910; Lot SLB-M9416V	Sigma A 9913; Lot SLB-P1905V		ja	
	9	AOAC 2009.01	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	ja	N/A
	10	AOAC 991.43		2	Megazyme Kit AOAC 991.43	Megazyme Kit AOAC 991.43	Megazyme Kit AOAC 991.43		nein	
	11	internal method			sigma tdf kit	sigma tdf kit	sigma tdf kit		ja	
	12	AOAC 991.43	30 mm	40-90µm	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		nein	-
	13	AOAC 991,43	40 mm	40-60µm	3.6 Thermostabile alpha-Amylase (B. licheniformis) (120.000 Units). Megazyme E-BLAAM	3.7 Gereinigte Protease (Subtilisin A from B. licheniformis) (2 g/40 mL). Megazyme E-BSPRT	3.8 Gereinigte Amyloglucosidase (A. niger) (140.000 Units). Megazyme		ja	
	14	§64 LFGB L00.00-178, mod.							ja	
	15	ASU L 00.00-18 Untersuchung von Lebensmitteln - Bestimmung der Ballaststoffe in Lebensmitteln; 1997-01 ber. 2002-12	4,1 cm; 50 ml	Por. 2	Reagenziensatz von Merck; Gesamtballaststoffe, 1.12979.0001; Status 2013-11				ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenbeschreibung	UV-Testkit Hersteller	HPLC Säule	Detektor	Methode ist akkreditiert	Angaben zur Inulinase
Analyte	Participant	Method description	UV-Testkit manufacturer	HPLC column	Detector	Method is accredited	Notes to Inulinase
Inulin	1	HPAEC		Carbopack PA1	PAD	nein	
	2	AOAC 997.03	Megazyme	N/A	UV	nein	
	3			Dr. Maisch Reprosil 100 NH2, 5µm, 250*4mm	RID	ja	
	4	Enzymatik	EnzymeFast			ja	
	5	LAV 21.0051.01	r-Biopharm			ja	
	6	VDLUFA 7.4.1	-	-	-	ja	
	7	AOAC 999.03	-	Dionex CarboPac PA1	PAD	nein	Exo- und Endo-Inulinase (Megazyme)
	8	§64 LFGB L.00.00-94	r-biopharm 10716260; Lot 11852400 Oct 2016			ja	
	9	AOAC 2009.01	N/A	Sugar-Pak (Waters)	Refraktionsindex (Agilent)	ja	
	10	AOAC 997.08			GC-FID	nein	
	11	AOAC 997 08/99		PA100 dionex	PAD	nein	sigma
	12	AOAC 997.08 modified	-	Dionex PA1	PAD	nein	
	13	AOAC 997,08 modified		Zorbax Carbohydrate 5µ 4.6x150mm	IR	nein	
	14	Interene Methode, HPLC-RID				ja	
	15	Bestimmung von Inulin in Lebensmitteln	R-Biopharm AG,			ja	

6. Verzeichnis der teilnehmenden Institute in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		GROSSBRITANIEN
		KANADA
		ITALIEN
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		BELGIEN
		SPANIEN
		BELGIEN

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

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

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. 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)
17. ASU §64 LFGB: L 00.00-18: Bestimmung der Ballaststoffe in Lebensmitteln
18. ASU §64 LFGB: L 16.08-1: Bestimmung der Ballaststoffe in Getreidekleie
19. ASU §64 LFGB: L 17.03-1: Bestimmung der Ballaststoffe in Mischbrot
20. ASU §64 LFGB: L 48.01-25: Bestimmung der Ballaststoffe in Säuglings- und Kindernahrung auf Milchbasis
21. ASU §64 LFGB: L 00.00-94: Bestimmung von Inulin in Lebensmitteln

DLA 36/2016 - Ballaststoffe und Inulin

Alle 15 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Parameter Gesamtballaststoffe und Inulin. Für die statistische Auswertung wurden die Präzisionsdaten aus Ringversuchen der ASU §64 LFGB Methoden, für Inulin unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit, herangezogen. Es lagen jeweils 100% der Ergebnisse für die Gesamtballaststoffe und 73 % der Ergebnisse für Inulin im jeweiligen Zielbereich.

Für die folgenden Parameter lagen weniger als 7 Ergebnisse vor, daher wurde keine statistische Auswertung vorgenommen: Lösliche und unlösliche Ballaststoffe sowie Gesamtballaststoffe, lösliche und unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion.

Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

7 Teilnehmer haben ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, England, Italien, Niederlande) und ein Teilnehmer im außereuropäischen Ausland (Kanada).