

**DLA**  
Dienstleistung  
Lebensmittel  
Analytik GbR

**Auswertungs-Bericht**  
Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 41/2016**

**Zuckeralkohole  
in pflanzlichem Produkt:  
E 420, E 421, E 953, E 966 und E 967**

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

## Inhalt / Content

1. Einleitung.....	3
2. Durchführung.....	3
2.1 Untersuchungsmaterial.....	3
2.1.1 Homogenität.....	3
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	4
2.3 Ergebnisübermittlung.....	4
3. Auswertung.....	5
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	5
3.2 Robuste Standardabweichung.....	5
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	5
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	6
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	6
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	6
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	7
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	7
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen .....	8
3.7 z-Score.....	8
3.8 z'-Score.....	9
3.8.1 Warn- und Eingriffssignale.....	9
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	10
3.10 Quotient S*/opt.....	10
3.11 Standardunsicherheit.....	10
4. Ergebnisse.....	11
4.1 Sorbit (E420) in g/100g.....	13
4.2 Mannit (E421) in g/100g.....	16
4.3 Isomalt (E953) in g/100g.....	19
4.4 Lactit (E966) in g/100g.....	22
4.5 Xylit (E967) in g/100g.....	25
5. Dokumentation.....	28
5.1 Primärdaten.....	28
5.1.1 Sorbit E 420.....	28
5.1.2 Mannit E 421.....	28
5.1.3 Isomalt E 953.....	29
5.1.4 Lactit E 966.....	29
5.1.5 Xylit E 967.....	30
5.1.6 Weitere Ergebnisse.....	30
5.2 Homogenität.....	31
5.2.1 Homogenitätsuntersuchung vor der LVU.....	31
5.2.2 Wiederholstandardabweichung der Doppelbestimmungen der Teilnehmer.....	32
5.2.3 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte.....	32
5.3 Analytische Methoden.....	33
5.3.1 Zuckeralkohole E420, E421, E953, E966 u. E 967.....	33
5.3.2 Weitere Hinweise der Teilnehmer.....	35
6. Verzeichnis der teilnehmenden Institute.....	36
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	37

## 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

Es handelt sich um ein Soßenpulver (Zutaten: Maisstärke, Salz, Aroma, Farbstoff: Riboflavin, Norbixin), dem Sorbit (E 420/ 4,0%), Mannit (E 421/ 4,0%), Isomalt (E 953/ 4,0%), Lactit (E 966/ 4,0%) und Xylit (E 967/ 4,0%) zugemischt wurden. Der Mischung wurden zusätzlich Microtracer-Eisen-Partikel (FSS-rot lake) zur Homogenitäts-Überprüfung zugegeben.

Ca. 650 g des Materials wurden gemischt, gesiebt, homogenisiert und anschließend in Portionen zu ca. 10 Gramm abgepackt. Die Portionen wurden chronologisch nummeriert.

#### 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 [13].

Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in  $\mu\text{m}$ -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von  $\geq 5\%$  ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von  $\geq 25\%$  mit einer exzellenten Mischung [13, 14]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 68% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Es wurden HorRat-Werte von 0,78 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der Wiederholstandardabweichung der Teilnehmer für die Zuckeralkohole E 420, E 421, E 953, E 966 und E 967 wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie ist vergleichbar mit der Wiederholstandardabweichung der ASU §64 LFGB L 00.00-59 [15].

Die Wiederholstandardabweichung der Teilnehmer ist in der Dokumentation und bei den Kennzahlen (4.1 bis 4.5) angegeben.

In der Dokumentation sind zudem die Portionsnummern graphisch den Messwerten der Teilnehmer für Xylit gegenübergestellt. Es ist keinerlei Instituts-unabhängige Tendenz in den Messergebnissen erkennbar, die Inhomogenitäten nahelegen könnte.

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].

## 2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jedes teilnehmende Institut wurden in der 19. Woche 2016 zwei Portionen Untersuchungsmaterial verschickt. Das Untersuchungsverfahren wurde freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 24. Juni 2016.

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

*Bei den zwei Proben handelt es sich um gleiche Muster pflanzlichen Pulvers mit handelsüblichem Gehalt an mehreren Zuckeralkoholen wie z.B. Isomalt (E 953), Lactit (E 966), Mannit (E 421), Sorbit (E 420) oder Xylit (E 967).*

*Die Ergebnisangabe und Auswertung erfolgt quantitativ.*

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

## 2.3 Ergebnisübermittlung

Die Ergebnisabgabe erfolgte einheitlich mittels, an die teilnehmenden Institute übergebenen, Übermittlungstabellen (per eMail). Zur statistischen Auswertung kamen die abschließend für die nummerierten Proben angegebenen Gehalte der Analyten. Für die Berechnung der Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung wurden auch die Einzelwerte der Doppelbestimmungen herangezogen.

Abgefragt und dokumentiert wurden Einzelergebnisse von E 420, E 421, E 953, E 966, E 967 und weitere Zuckeralkohole, Angaben zur Bestimmungsgrenze, zum Datum der Analysedurchführung und Stichpunkte zur durchgeführten Methode.

Von den 10 Teilnehmern haben 9 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Ein Teilnehmer hat keine Ergebnisse eingereicht.

### 3. Auswertung

#### 3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

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

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

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

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

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

#### 3.2 Robuste Standardabweichung

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

#### 3.3 Wiederholstandardabweichung

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

Die Berechnung der Wiederholstandardabweichung  $S_r$  erfolgt nach: [3, 4].

### 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  $S_r$  als auch die Standardabweichung innerhalb den Laboratorien  $S_w$ . Vergleichsstandardabweichungen von LVUs können von Vergleichsstandabweichungen von Ringversuchen (RV) 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].

### 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  $\sigma_{pt}$  (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) wird nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt.

Sofern ein akzeptabler Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  vorliegt, wird für die Eignungsbeurteilung bevorzugt die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz verwendet, da diese in der Regel für Auswertungen von Laborvergleichsuntersuchungen, bei denen von den Teilnehmern unterschiedliche Analysenmethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die

Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysenmethode ab.

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

### 3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

**Für die anschließende Auswertung für die Zuckeralkohole E 420, E 421, E 953, E 966 und E 967 wurde die Zielstandardabweichung nach Horwitz [6, 8, 9] verwendet.**

### 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Die in Tabelle 1 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relativen Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.

Tabelle 1: Relative Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relative Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) für Zuckeralkohole gemäß Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  [15, 16]

Parameter	Matrix	Mittelwert	$RSD_r$	$RSD_R$	$\sigma_{pt}$	Methode/ Literatur
Xylit (E967)*	Kekse	3,03%	1,62%	3,76%	3,58%	HPLC-RI/15
Sorbit (E420)*	Kekse	3,76%	1,52%	3,91%	3,76%	HPLC-RI/15
Sorbit (E420)	Kekse	4,66%	1,65%	2,66%	2,66%	Enzymatisch/16
Mannit (E421)*	Kekse	4,34%	1,24%	3,55%	3,44%	HPLC-RI/15
GPS <sup>1</sup> (E953)*	Kekse	13,5%	0,52%	3,41%	3,41%	HPLC-RI/15
GPM <sup>1</sup> (E953)	Kekse	12,6%	0,66%	4,47%	4,47%	HPLC-RI/15
Lactit (E966)*	Kekse	6,11%	1,82%	7,83%	7,73%	HPLC-RI/15

<sup>1</sup> Chemisch wird Isomalt (E953) als eine Mischung von 6-O- $\alpha$ -D-Gucopyranosyl-D-sorbit (1,6-GPS) und 1-O- $\alpha$ -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) beschrieben.

\* Die Präzisionsdaten werden für die Berechnung der Zielstandardabweichung nach ASU herangezogen und zur Information zusätzlich bei den Kennzahlen angegeben.

### 3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

**In der vorliegenden LVU wurde die Auswertung nach dem Model nach Horwitz gewählt.**

### 3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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



### 3.8 z'-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

**In der vorliegenden LVU lag für die Parameter Sorbit (E 420) und Lactit (E 966) ein erhöhter HorRat-Quotient ( $> 2,0$ ) vor. Aus diesem Grunde wurden diese Parameter mit der Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}'$  ausgewertet.**

#### 3.8.1 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  $\geq 10$  Ergebnisse vorliegen [3].

### 3.9 Variationskoeffizient ( $VK_R$ )

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

$$VK_R = \frac{S_R \cdot 100}{\bar{X}}$$

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

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

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

### 3.11 Standardunsicherheit

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

In der vorliegenden LVU wurden die Zuckeralkohole E 420, E 421, E 953, E 966 und E 967 jeweils in einer Konzentration von 4,0% der zu untersuchenden Probe zugemischt. Zur Vergleich der jeweiligen Wiederfindungen und der Messgenauigkeiten haben wir die Kennzahlen der Ergebnisse in der Tabelle 2 zusammengestellt.

Tabelle 2: Zusammenstellung der Kenndaten für die untersuchten Zuckeralkohole E 420, E 421, E 953, E 966 und E 967

<b>Parameter</b>	<b>E 420</b>	<b>E 421</b>	<b>E 953</b>	<b>E 966</b>	<b>E 967</b>
Robuster Mittelwert ( $x_{pt}$ )	4,29%	4,19%	4,16%	4,31%	4,39%
Wiederfindung	107,3%	104,8%	104,0%	107,8%	109,8%
Rob. Standardabweichung ( $S^*$ )	0,325	0,159	0,253	0,426	0,277
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,138	0,096	0,276	0,270	0,110
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,343	0,205	0,530	0,569	0,287
Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ oder $\sigma_{pt}'$	0,193	0,134	0,134	0,244	0,140
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	8,0	4,9	12,7	13,2	6,5
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,140	0,066	0,120	0,201	0,120
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$ oder $S^*/\sigma_{pt}'$	1,7	1,2	1,9	1,7	2,0
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}$ oder $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,70	0,49	0,84	0,82	0,82

Die Vergleichs-Variationskoeffizienten liegen im Bereich von 4,9 - 13,2 und sind damit als niedrig zu beurteilen. Die Wiederfindung liegt wenig über 100% (104% - 110%).

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

<b>Kenndaten</b>
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )
<b>Zielkenndaten:</b>
Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ oder $\sigma_{pt}'$
Zielstandardabweichung zur Information
untere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} - 2\sigma_{pt}$ ) oder ( $X_{pt} - 2\sigma_{pt}'$ )*
obere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} + 2\sigma_{pt}$ ) oder ( $X_{pt} + 2\sigma_{pt}'$ )*
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$ oder $S^*/\sigma_{pt}'$
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$ oder $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$
<b>Ergebnisse im Zielbereich</b>
<b>Prozent im Zielbereich</b>

\* Der Zielbereich wurde mit z-Score oder z'-Score berechnet

In der unteren Tabelle sind die Einzelergebnisse der teilnehmenden Labore aufgeführt:

<b>Auswertenummer</b>	<b>Parameter [Einheit/ Unit]</b>	<b>Abweichung</b>	<b>Z-Score</b>	<b>z-Score (Info)</b>	<b>Hinweis</b>
<b>Evaluation number</b>		<b>Deviation</b>	$\sigma_{pt}$		<b>Remark</b>

**4.1 Sorbit (E420) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	4,52
Median	4,30
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	4,29
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	0,325
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,138
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,343
<b>Zielkenndaten:</b>	
Zielstandardabweichung Horwitz ( $\sigma_{pt}'$ )	0,193
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	0,161
Untere Grenze des Zielbereichs	3,91
Obere Grenze des Zielbereichs	4,68
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	8,0
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	1,7
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	0,14
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,70
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	89

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz als  $\sigma_{pt}'$  berechnet.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag unter 2,0. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,70 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist niedrig. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

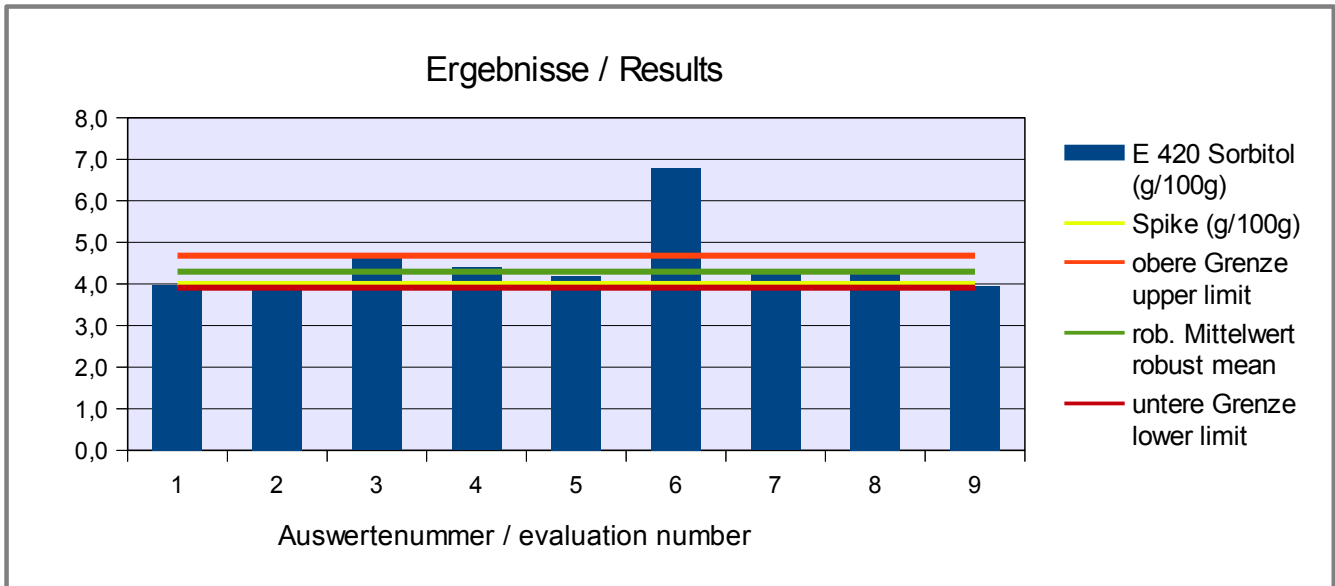


Abb. 1: Ergebnisse E 420

Fig. 1: Results E 420

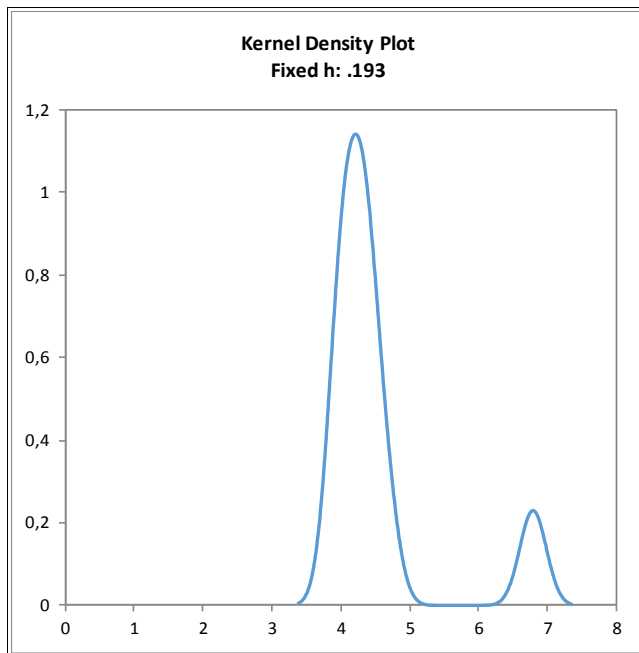


Abb. 2: Kern Dichte Plot der Ergebnisse E 420 mit  $h =$  Zielstandardabweichung (0,193 g/100g)

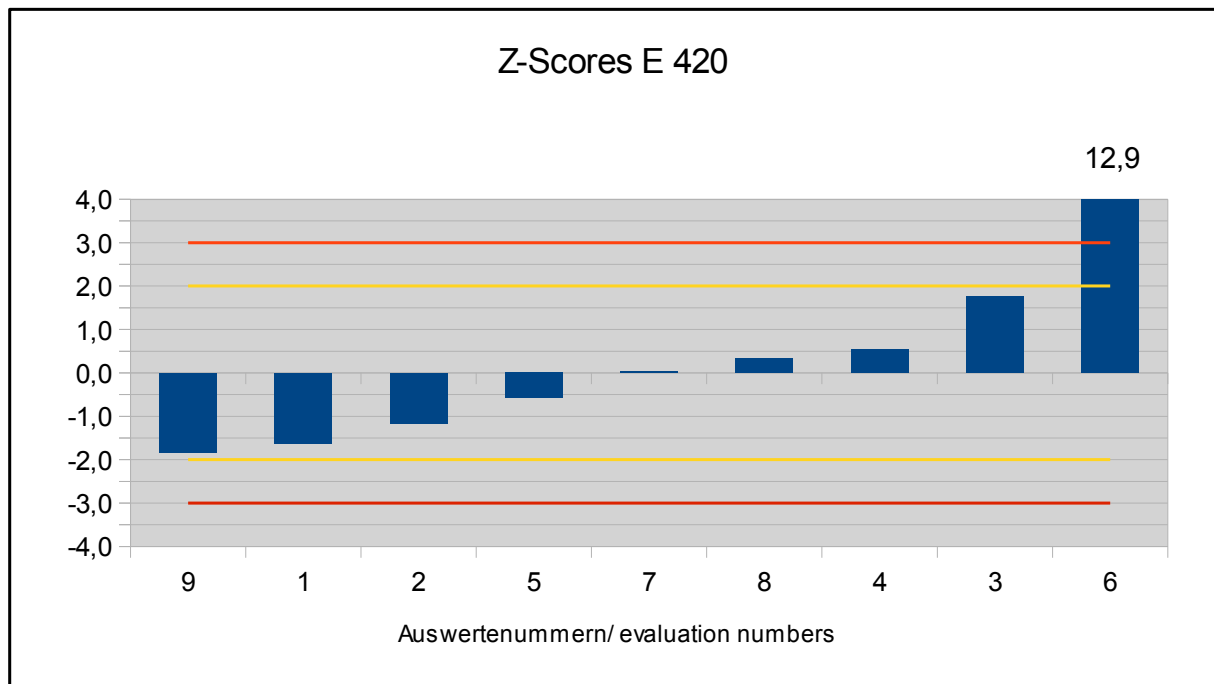
Fig. 2: Kernel density plot of the E 420 results with  $h =$  target standard deviation (0,193 g/100g)

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse. Der Neben-Peak bei 6,8 g/100g kennzeichnet den Ausreißer (Nr. 6).

**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	E 420 Sorbitol (g/100g)	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	Z-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	3,98	-0,315	-1,6	-1,9	
2	4,07	-0,225	-1,2	-1,4	
3	4,64	0,342	1,8	2,1	
4	4,40	0,105	0,5	0,7	
5	4,18	-0,112	-0,6	-0,7	
6	6,79	2,50	12,9	15,5	Ausreisser / Outlier
7	4,30	0,005	0,0	0,0	
8	4,36	0,065	0,3	0,4	
9	3,94	-0,355	-1,8	-2,2	



**Abb. 3:** Z-Scores E 420  
**Fig. 3:** Z-Scores E 420

**4.2 Mannit (E421) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	4,10
Median	4,20
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	4,16
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	0,159
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,096
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,205
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung Horwitz ( $\sigma_{pt}$ )	0,134
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	0,143
Untere Grenze des Zielbereichs	3,89
Obere Grenze des Zielbereichs	4,43
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	4,9
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	1,2
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	0,066
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,49
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	89

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz berechnet.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine geringe Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag unter 2,0. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$  liegt mit 0,49 wenig über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist niedrig. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.



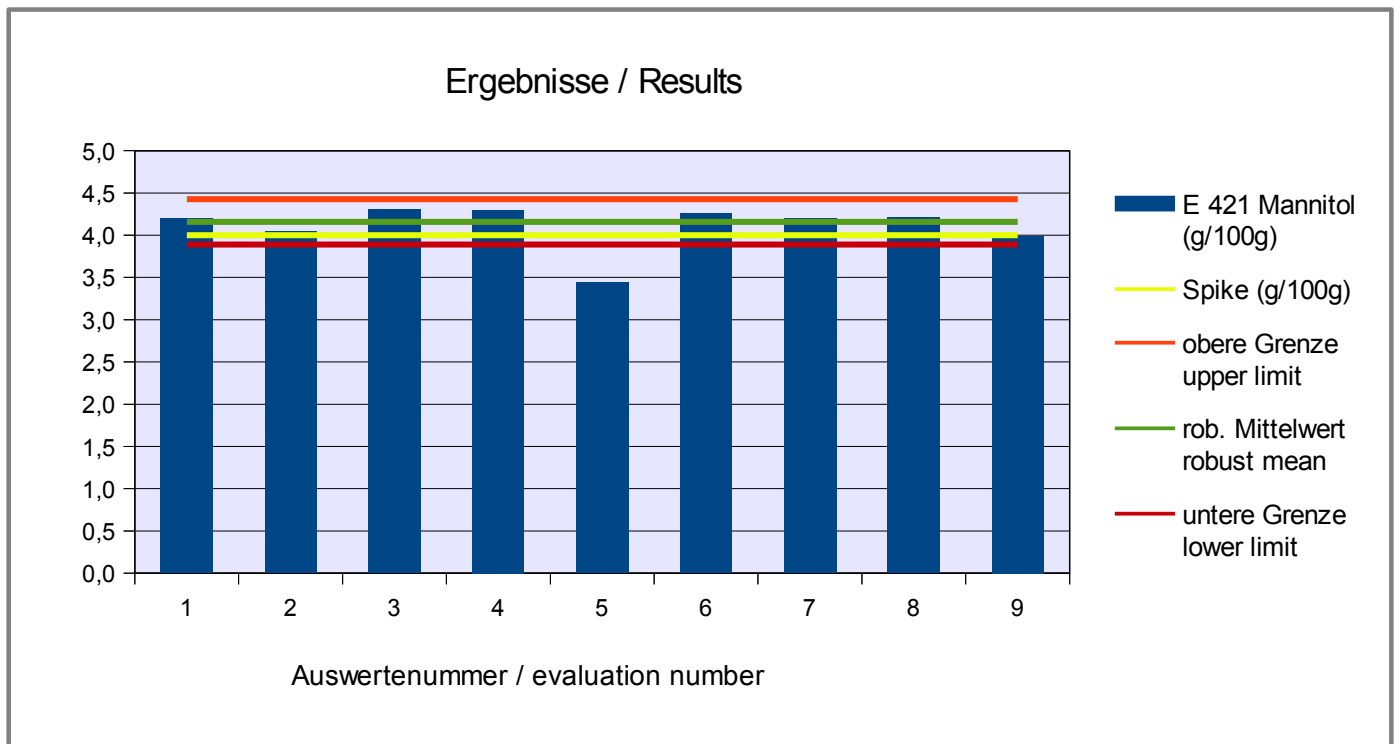


Abb. 4: Ergebnisse E 421

Fig. 4: Results E 421

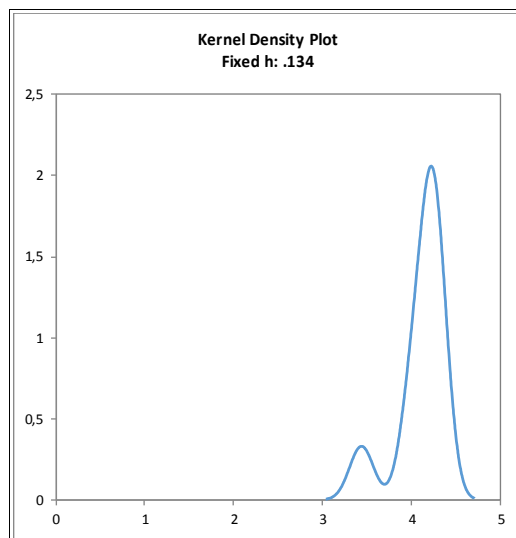


Abb. 5: Kern Dichte Plot der Ergebnisse E 421 mit  $h =$  Zielstandardabweichung (0,134 g/100g)

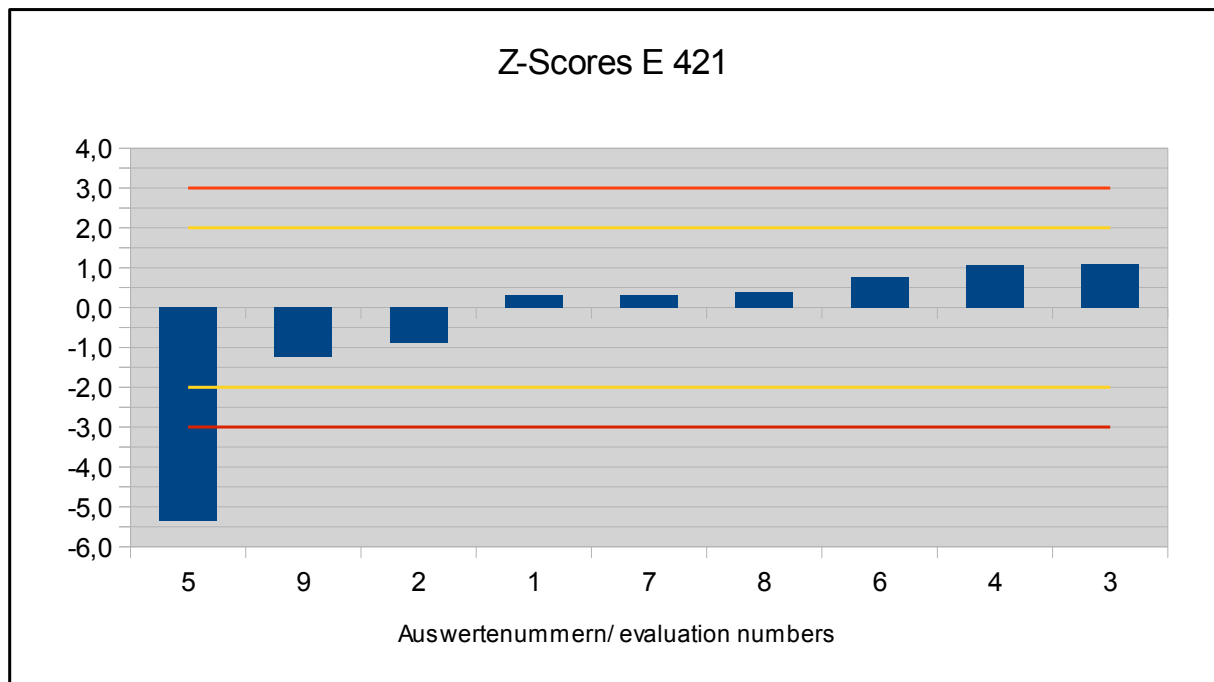
Fig. 5: Kernel density plot of the E 421 results with  $h =$  target standard deviation (0,134 g/100g)

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse. Der Neben-Peak bei 3,4 g/100g kennzeichnet den Ausreißer (Nr. 5).

**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	E 421 Mannitol (g/100g)	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	Z-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	4,20	0,042	0,3	0,3	
2	4,04	-0,118	-0,9	-0,8	
3	4,30	0,146	1,1	1,0	
4	4,30	0,142	1,1	1,0	
5	3,44	-0,718	-5,4	-5,0	Ausreisser / Outlier
6	4,26	0,102	0,8	0,7	
7	4,20	0,042	0,3	0,3	
8	4,21	0,052	0,4	0,4	
9	3,99	-0,168	-1,3	-1,2	



**Abb. 6:** Z-Scores E 421  
**Fig. 6:** Z-Scores E 421

**4.3 Isomalt (E953) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	4,16
Median	4,14
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	4,16
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	0,253
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,276
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,530
<b>Zielkenndaten:</b>	
Zielstandardabweichung Horwitz ( $\sigma_{pt}$ )	0,134
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	0,141
Untere Grenze des Zielbereichs	3,90
Obere Grenze des Zielbereichs	4,43
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	12,7
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	1,9
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	0,120
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,89
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	86

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz berechnet.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag unter 2,0. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$  liegt mit 0,89 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist relativ niedrig. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

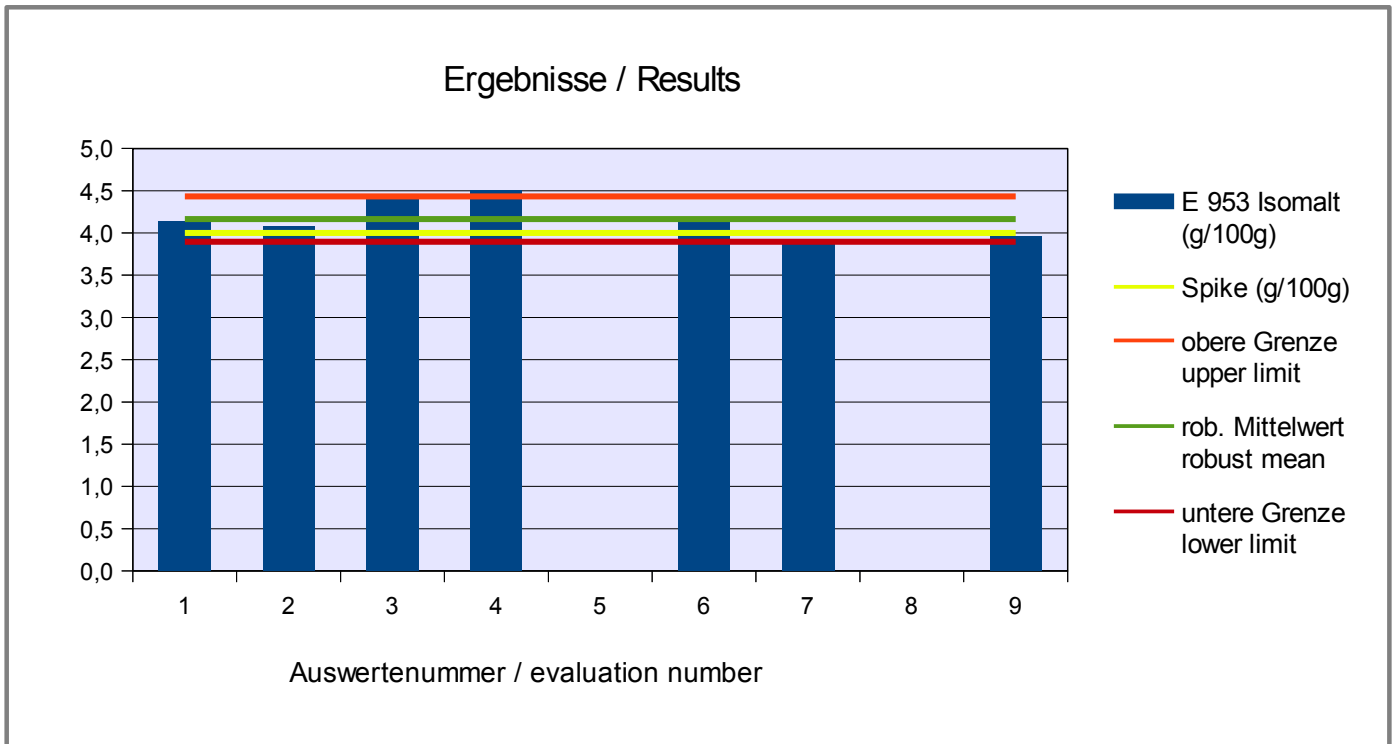


Abb. 7: Ergebnisse E 953

Fig. 7: Results E 953

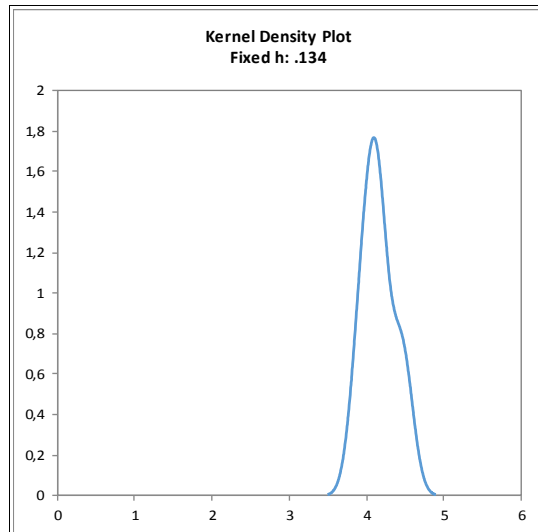


Abb. 8: Kern Dichte Plot der Ergebnisse E 953 mit  $h =$  Zielstandardabweichung (0,134 g/100g)

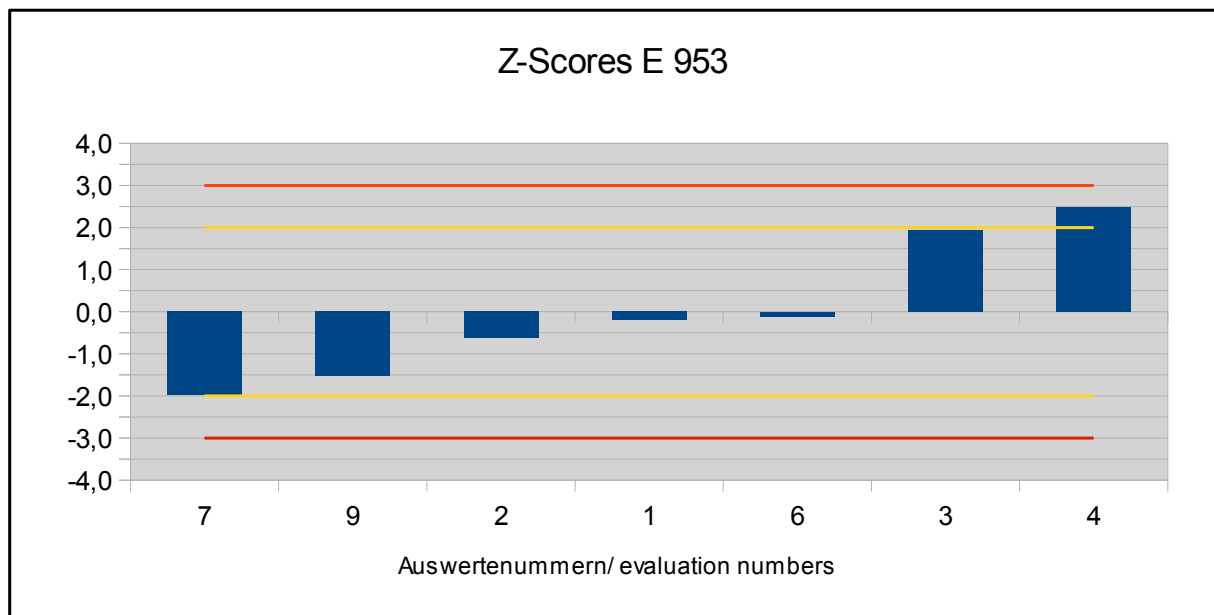
Fig. 8: Kernel density plot of the E 953 results with  $h =$  target standard deviation (0,134 g/100g)

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse. Die leichte Schulter bei 4,5 g/100g hat ihre Ursache in den erhöhten Ergebnissen von Teilnehmer 3 und 4.

**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	E 953 Isomalt (g/100g)	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	Z-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	4,14	-0,025	-0,2	-0,2	
2	4,08	-0,085	-0,6	-0,6	
3	4,42	0,259	1,9	1,8	
4	4,50	0,335	2,5	2,4	
5					
6	4,15	-0,015	-0,1	-0,1	
7	3,90	-0,265	-2,0	-1,9	
8					
9	3,96	-0,205	-1,5	-1,5	



**Abb. 9:** Z-Scores E 953

**Fig. 9:** Z-Scores E 953

#### 4.4 Lactit (E966) in g/100g

##### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

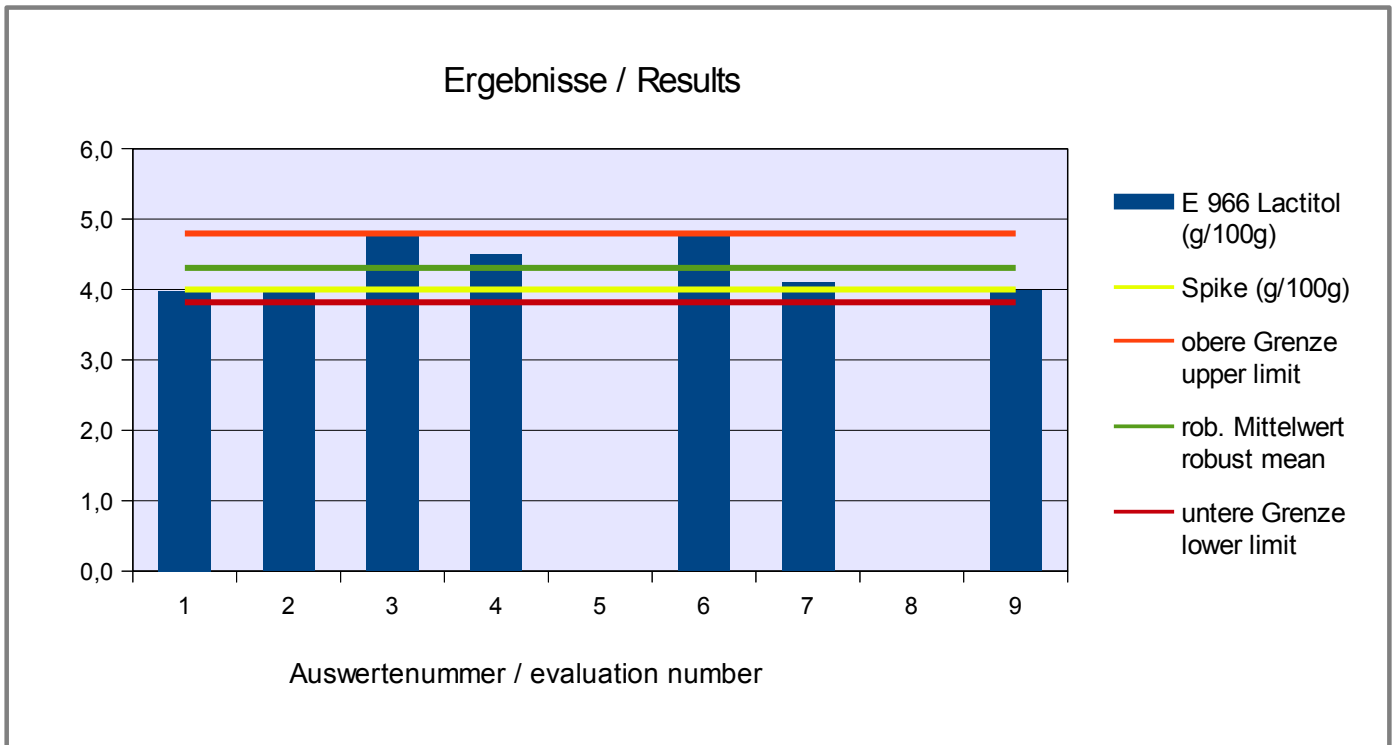
<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	4,31
Median	4,10
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	4,31
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	0,426
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,270
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,569
<b>Zielkenndaten:</b>	
Zielstandardabweichung Horwitz ( $\sigma_{pt}'$ )	0,244
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	0,333
Untere Grenze des Zielbereichs	3,82
Obere Grenze des Zielbereichs	4,80
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	13,2
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	1,7
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	0,201
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,82
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	100

##### Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz als  $\sigma_{pt}'$  berechnet.

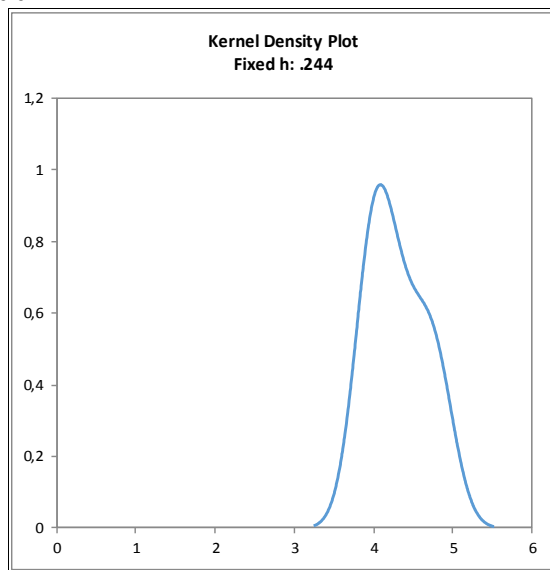
Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag unter 2,0. Der Quotient  $u(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,82 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist relativ niedrig. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.



**Abb. 10:** Ergebnisse E 966

**Fig. 10:** Results E 966



**Abb. 11:** Kern Dichte Plot der Ergebnisse E 966 mit  $h =$  Zielstandardabweichung (0,244 g/100g)

**Fig. 11:** Kernel density plot of the E 966 results with  $h =$  target standard deviation (0,244 g/100g)

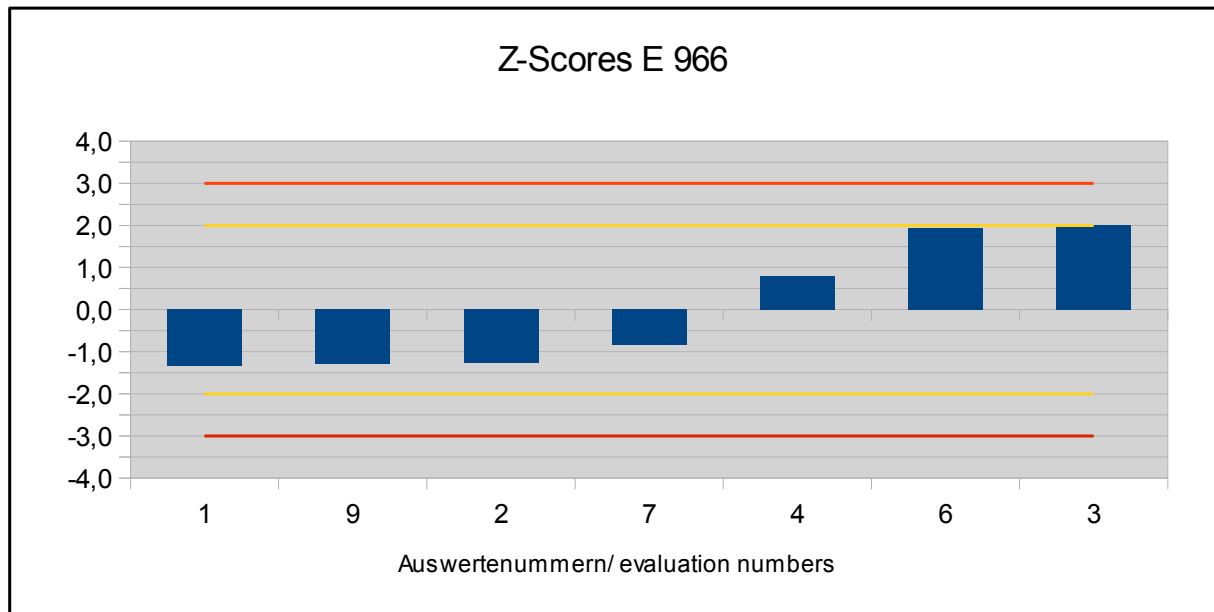
Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse. Die leichte Schulter bei 4,8 g/100g hat ihre Ursache in den erhöhten Ergebnissen von Teilnehmer 3 und 6.

**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	E 966 Lactitol (g/100g)	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	Z-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	3,98	-0,327	-1,3	-1,0	
2	4*	-0,307	-1,3	-0,9	
3	4,80	0,492	2,0	1,5	
4	4,50	0,193	0,8	0,6	
5					
6	4,78	0,473	1,9	1,4	
7	4,10	-0,207	-0,8	-0,6	
8					
9	3,99	-0,317	-1,3	-1,0	

\* Angabe nur informativ. Es wird von Teilnehmer Nr. 2 unter „Hinweise“ angegeben: Lactit gehört nicht zu unserem Standardumfang und ist daher nicht einkalibriert. Unter der Annahme dass Lactit einen ähnlichen Response wie die anderen Zuckeralkohole besitzt ergibt sich für Lactit ebenfalls ein Wert in der Größenordnung von 4 g / 100 g.



**Abb. 12:** Z-Scores E 966

**Fig. 12:** Z-Scores E 966



**4.5 Xylit (E967) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	4,57
Median	4,40
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	4,39
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )	0,277
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,110
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,287
<b>Zielkenndaten:</b>	
Zielstandardabweichung Horwitz ( $\sigma_{pt}$ )	0,140
Zielstandardabweichung nach ASU (zur Information)	0,157
Untere Grenze des Zielbereichs	4,11
Obere Grenze des Zielbereichs	4,67
Variationskoeffizient ( $VK_R$ ) in %	6,5
Quotient $S^*/\sigma_{pt}$	2,0
Standardunsicherheit $u(X_{pt})$	0,12
Quotient $u(X_{pt})/\sigma_{pt}$	0,82
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde nach Horwitz berechnet.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag bei 2,0. Der Quotient  $u(X_{pt})/\sigma_{pt}$  liegt mit 0,82 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist niedrig. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

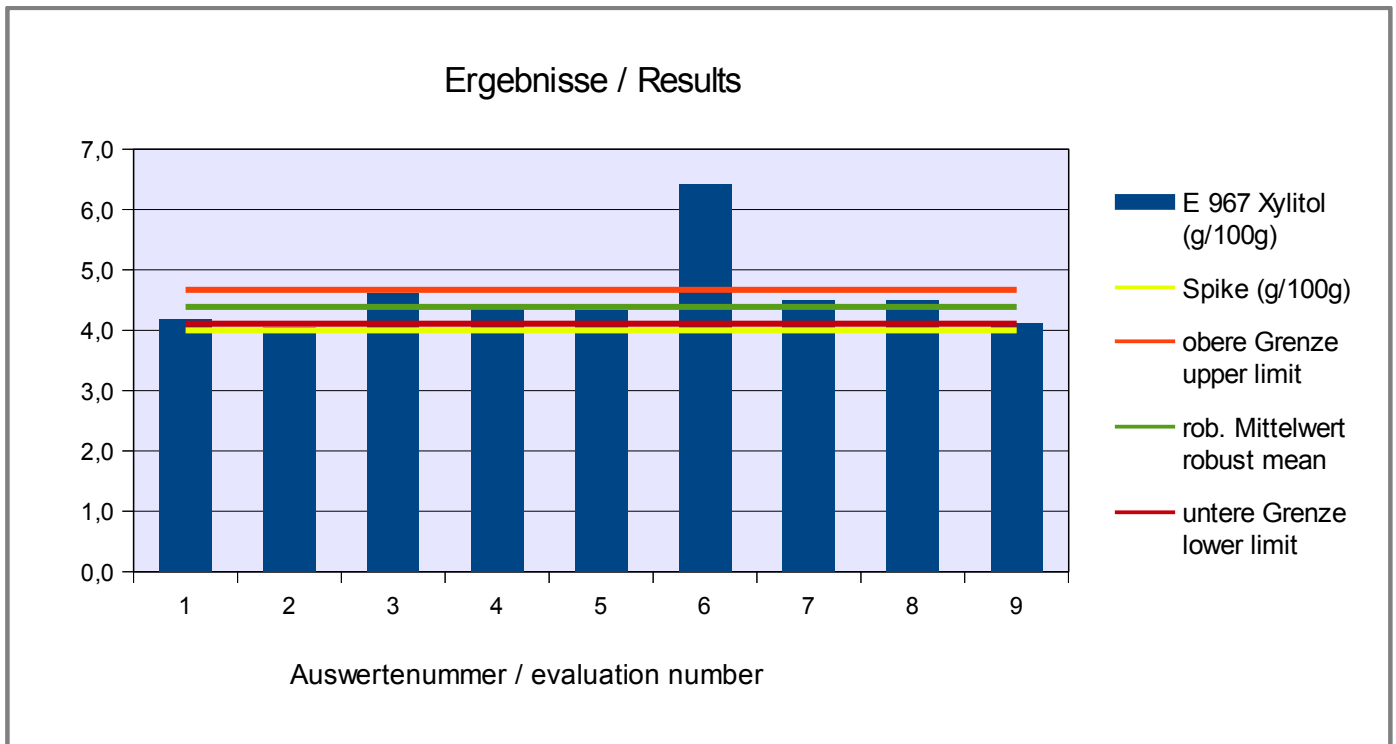


Abb. 13: Ergebnisse E 967

Fig. 13: Results E 967

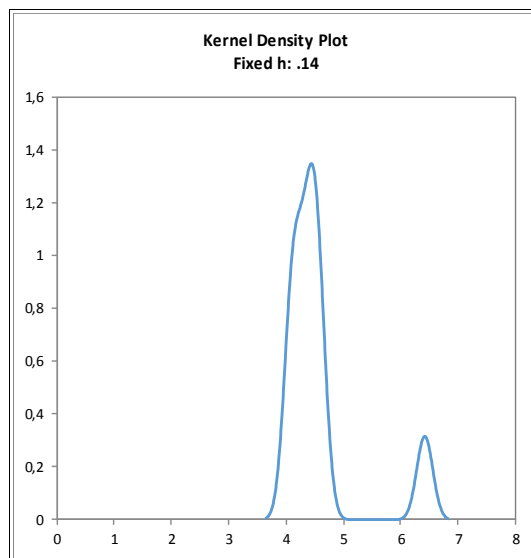


Abb. 14: Kern Dichte Plot der Ergebnisse E 967 mit  $h =$  Zielstandardabweichung (0,140 g/100g)

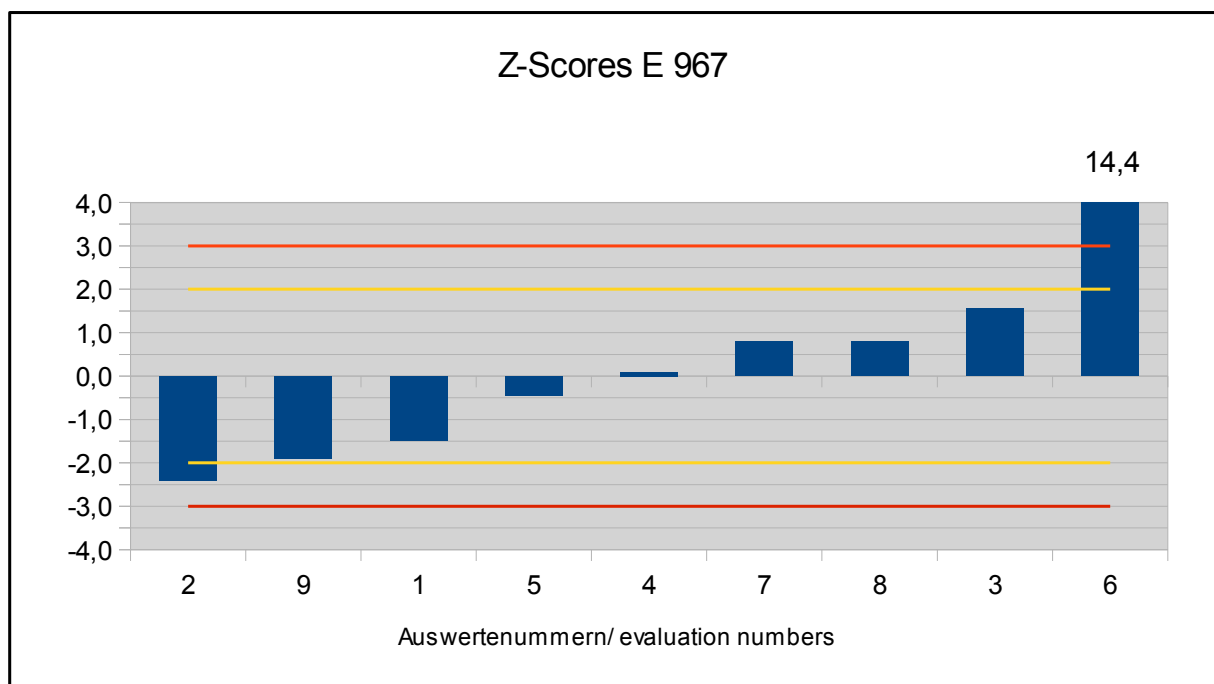
Fig. 14: Kernel density plot of the E 967 results with  $h =$  target standard deviation (0,140 g/100g)

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Normalverteilung der Ergebnisse. Der Neben-Peak bei 6,4 g/100g kennzeichnet den Ausreißer (Nr. 6).

**Ergebnisse der teilnehmenden Institute:  
Results of Participants:**

Auswertenummer Evaluation number	E 967 Xylitol (g/100g)	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	Z-Score $\sigma_{pt}$	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	4,18	-0,207	-1,5	-1,3	
2	4,05	-0,337	-2,4	-2,1	
3	4,61	0,219	1,6	1,4	
4	4,40	0,013	0,1	0,1	
5	4,33	-0,062	-0,4	-0,4	
6	6,41	2,02	14,4	12,9	Ausreisser / Outlier
7	4,50	0,113	0,8	0,7	
8	4,50	0,113	0,8	0,7	
9	4,12	-0,267	-1,9	-1,7	



**Abb. 15:** Z-Scores E 967

**Fig. 15:** Z-Scores E 967

## 5. Dokumentation

### 5.1 Primärdaten

#### 5.1.1 Sorbit E 420

Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe I/ sample I	DLA-Nr Probe II/ sample II	Datum der Analyse/ Date of analysis	Ergebnis I/ result I	Ergebnis II/ result II	Bestimmungs- grenze/ Limit of quantifica- tion
	g/100g			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g
1	3,98	11	30	22/06	4,1	3,86	0,05
2	4,07	18	44	13.06.16	4,1	4,03	0,1
3	4,637	6	39	06.06.2016	4,726	4,548	0,1
4	4,4	24	47	09.06.2016	4,43	4,38	0,1
5	4,1825	15	37		4,125	4,24	0,04
6	6,79	2	50	13.06.2016			0,1
7	4,3	27	51	25.Mai	4,4	4,2	0,5
8	4,36		33	28.Mai	4,38	4,34	1
9	3,94	22	31	11.7.	3,94	3,94	0,025

#### 5.1.2 Mannit E 421

Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe I/ sample I	DLA-Nr Probe II/ sample II	Datum der Analyse/ Date of analysis	Ergebnis I/ result I	Ergebnis II/ result II	Bestimmungs- grenze/ Limit of quantifica- tion
	g/100g			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g
1	4,2	11	30	22/06	4,31	4,08	0,05
2	4,04	18	44	13.Juni	4,06	4,02	0,1
3	4,304	6	39	06.06.2016	4,331	4,277	0,1
4	4,3	24	47	09.06.2016	4,26	4,29	0,1
5	3,44	15	37		3,36	3,54	0,04
6	4,26	2	50	13.06.2016			0,1
7	4,2	27	51	25.Mai	4,2	4,2	0,5
8	4,21		33	28.Mai	4,25	4,17	1
9	3,99	22	31	11.7.	3,95	4,03	0,025

## 5.1.3 Isomalt E 953

Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe I/ sample I	DLA-Nr Probe II/ sample II	Datum der Analyse/ Date of analysis	Ergebnis I/ result I	Ergebnis II/ result II	Bestimmungs- grenze/ Limit of quantifica- tion
	g/100g			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g
1	4,14	11	30	22/06	4,18	4,09	0,1
2	4,08	18	44	13.Juni	3,97	4,18	0,1
3	4,424	6	39	06.06.2016	4,6	4,248	0,1
4	4,5	24	47	09.06.2016	4,71	4,27	0,1
5							
6	4,15	2	50	13.06.2016			0,1
7	3,9	27	51	25.Mai	4,0	3,8	0,5
8							
9	3,96	22	31	11.7.	4,07	3,85	0,025

## 5.1.4 Lactit E 966

Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe I/ sample I	DLA-Nr Probe II/ sample II	Datum der Analyse/ Date of analysis	Ergebnis I/ result I	Ergebnis II/ result II	Bestimmungs- grenze/ Limit of quantifica- tion
	g/100g			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g
1	3,98	11	30	22/06	3,76	4,19	0,1
2	(4) *	18	44	13.Juni			
3	4,799	6	39	06.06.2016	4,92	4,679	0,1
4	4,5	24	47	09.06.2016	4,73	4,38	0,1
5							
6	4,78	2	50	13.06.2016			0,1
7	4,1	27	51	25.Mai	4,4	4,2	0,5
8							
9	3,99	22	31	11.7.	3,9	4,08	0,025

\* Sonstiger Hinweis: Lactit gehört nicht zu unserem Standardumfang und ist daher nicht einkalibriert. Unter der Annahme dass Lactit einen ähnlichen Response wie die anderen Zuckeralkohole besitzt und unter Berücksichtigung der o.g. Annahme zu GPM/GPS ergibt sich für Lactit ebenfalls ein Wert in der Größenordnung von 4 g / 100 g.

## 5.1.5 Xylit E 967

Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe I/ sample I	DLA-Nr Probe II/ sample II	Datum der Analyse/ Date of analysis	Ergebnis I/ result I	Ergebnis II/ result II	Bestimmungs- grenze/ Limit of quantifica- tion
	g/100g			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g
1	4,18	11	30	22/06	4,24	4,12	0,05
2	4,05	18	44	13.Juni	4,11	3,99	0,1
3	4,606	6	39	06.06.2016	4,695	4,517	0,1
4	4,4	24	47	09.06.2016	4,38	4,41	0,1
5	4,325	15	37		4,255	4,395	0,04
6	6,41	2	50	13.06.2016			0,1
7	4,5	27	51	25.Mai	4,5	4,4	0,5
8	4,5		33	28.Mai	4,52	4,48	1
9	4,12	22	31	11.7.	4,09	4,16	0,025

## 5.1.6 Weitere Ergebnisse

Parameter	Teilnehmer/ participant	Ergebnis/ result	DLA-Nr Probe I/ sample I	DLA-Nr Probe II/ sample II	Datum der Analyse/ Date of analysis	Ergebnis I/ result I	Ergebnis II/ result II	Bestimmungs- grenze/ Limit of quantifica- tion
		g/100g			Tag/Monat	g/100g	g/100g	g/100g
E 968 Erythrit	7	<0,5	27	51	25.Mai	<0,5	<0,5	0,5
E 965 Maltit	7	<0,5	27	51	25.Mai	<0,5	<0,5	0,5

## 5.2 Homogenität

### 5.2.1 Homogenitätsuntersuchung vor der LVU

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 10-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht.

#### Microtracer Homogenitätstest

Gewicht Gesamtprobe	0,65	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75-300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	23,2	mg/kg

#### Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	9,95	124	24,9
2	10,54	138	26,2
3	11,52	149	25,9
4	10,07	126	25,0
5	10,22	126	24,7
6	10,48	127	24,2
7	9,41	116	24,7
8	9,8	103	21,0
9	9,97	105	21,1
10	9,83	129	26,2

#### Poisson-Verteilung

Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9	
Mittelwert	121,9	Partikel
Standardabweichung	9,45	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	6,59	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>68</b>	%
Wiederfindungsrate	105	%

#### Normalverteilung

Probenanzahl	10	
Mittelwert	24,39	mg/kg
Standardabweichung	1,89	mg/kg
rel. Standardabweichung	7,7	%
Horwitz Standardabweichung	9,9	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,8</b>	
Wiederfindungsrate	105	%

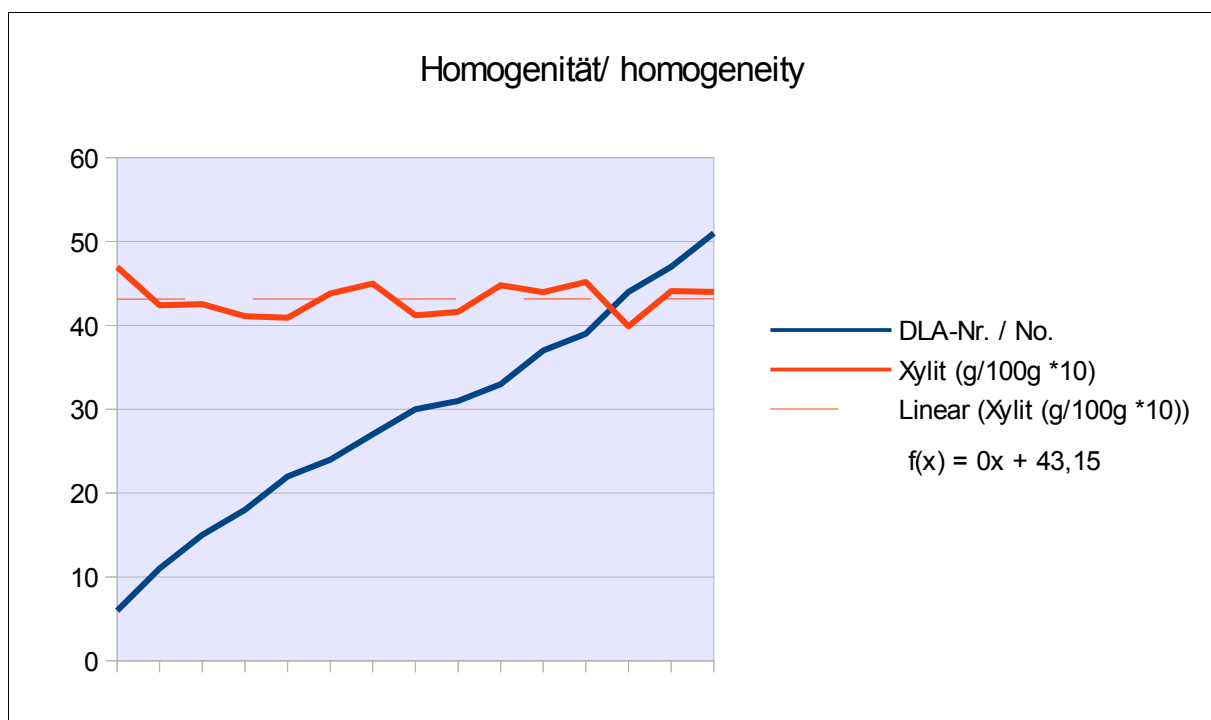
5.2.2 Wiederholstandardabweichung der Doppelbestimmungen der Teilnehmer

Die Wiederholstandardabweichung wurde aus den Daten wie unter 5.1 dokumentiert berechnet, siehe auch unter Kenndaten 4.1 bis 4.5. Sie beträgt 0,14 g/100g = 3,2 % von X (E 420), sie beträgt 0,096 g/100g = 2,3 % von X (E 421), sie beträgt 0,28 g/100g = 6,6 % von X (E 963), sie beträgt 0,27 g/100g = 6,3 % von X (E 966) und sie beträgt 0,11 g/100g = 2,5 % von X (E 967).

In der ASU L00.00-59 wurden für Kekse relative Wiederholstandardabweichungen in vergleichbarer Größenordnung bestimmt [15].

5.2.3 Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der betreffenden Einzel-Messwerte

Aus der Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und der gemessenen Xylit-Konzentrationen lässt sich die Homogenität des Untersuchungsmaterials erkennen. (Steigung der Trendlinie = 0)



**Abb. 16:** Gegenüberstellung Probennummern/ Xylit-Ergebnisse (\*10)  
**Fig. 16:** Comparison of sample number/ Xylitol results



**5.3 Analytische Methoden***Angaben der Teilnehmer*

## 5.3.1 Zuckeralkohole E420, E421, E953, E966 u. E 967

<b>Teilnehmer/ participant</b>	<b>Methode/ method</b>	<b>Angaben zur Methode/ details about the method*</b>	<b>Hinweise/ further remarks</b>
1	LAM- MGC.M.0007HPAEC- PAD	1. ja 2. Wasser 3. 1g 4. - 5. ISTD 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: nein	
2	HPAEC-PAD	1. ja 2. Wasserextraktion, Ultraschall 60°C 3. 1g auf 100 ml 4. - 5. extern 6. Für E450, E421, E953 u. E967: Ja	
3	LG3Z8 Zuckeralkohole: interne Methode, SOP: 00.15610.L, GC-FID	1. ja, mittels Labormühle 2. warmes Wasser + Ultraschall + Methanol 3. 5g 4. nein 5. interner Standard, Messung von Zuckermodellmischung für Korrekturfaktor 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: ja	
4	Hausmethode GC- FID	1. mischen 2. Carrezklärung 3. 5g 4. dotierte Stärke 5. interner Standard 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: ja	
5	HPLC	1. - 2. Wasser-Ultraschallbad 3. 1g 4. Zuckeralkohol in Cellulose 5. - 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: nein	

6	Hausmethode PM DE01.277	1. Ultraturrax 2. wässrige Extraktion 3. 1g 4. - 5. extern, 6-Punkt 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: ja	
7	HPLC/RI - interne Methode PNTQ1039	1. - 2. keine Angabe 3. 2g 4. intern RM 5. externe kalib. Kurve 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: nein	
8	LC-RID	1. ja, Wasser 2. nein 3. 5g 4. - 5. 0,05 - 1 g/100 ml 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: nein	
9	HPAEC-PAD	1. - 2. wässrige Extraktion 3. 0,4g/100 ml 4. : 1. D-Sorbitol für Sorbit 2. D-Mannit für Mannit 3. Isomalt für Isomalt 4. Lactit-Monohydrat für Lactit 5. Xylit für Xylit 5. externer Standard 6. Für alle angegebenen Ergebnisse: ja	

★

1. Homogenisierung
2. Aufschlussmethode/ Extraktion
3. Einwaage
4. Referenzmaterial
5. Kalibrierverfahren
6. Akkreditiert

## 5.3.2 Weitere Hinweise der Teilnehmer

**Teilnehmer 2:**

<b>Parameter</b>	<b>akkreditiert/ accredited</b>	<b>weitere Hinweise/ further remarks</b>
E 953 Isomalt	ja	Da bei der von uns durchgeführten Methode keine Trennung zwischen Lactit und GPS erreicht wird beruht die Berechnung des Isomalt-Wertes auf der Annahme, dass GPM und GPS zu gleichen Anteilen vorliegen.
E 966 Lactit		Lactit gehört nicht zu unserem Standardumfang und ist daher nicht einkalibriert. Unter der Annahme dass Lactit einen ähnlichen Response wie die anderen Zuckeralkohole besitzt und unter Berücksichtigung der o.g. Annahme zu GPM/GPS ergibt sich für Lactit ebenfalls ein Wert in der Größenordnung von 4 g / 100 g.

## 6. Verzeichnis der teilnehmenden Institute in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer/ Participant	Ort/ Town	Land/ Country
		Deutschland
		SCHWEDEN
		Deutschland
		Deutschland
		SPANIEN
		Deutschland
		Deutschland
		GROSSBRITANIEN
		Deutschland
		SPANIEN

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

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



## 7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by 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) 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.
14. 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
15. ASU §64 LFGB: L 00.00-59; Bestimmung von Isomalt, Lactit, Maltit, Mannit, Sorbit und Xylit in Lebensmitteln; HPLC-Verfahren (2008)
16. ASU §64 LFGB: L 18.00-14; Bestimmung von D-Sorbit in Feinen Backwaren; Enzymatische Verfahren (1994)

**DLA 41/2016 - Zuckeralkohole**

Von den 10 Teilnehmern haben 9 die Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Parameter E420, E 421, E953, E966 und E967.

Für E420 lagen von 9 teilnehmenden Instituten 8 (89%) im Zielbereich.

Für E421 lagen von 9 teilnehmenden Instituten 8 (89%) im Zielbereich.

Für E953 lagen von 7 teilnehmenden Instituten 6 (86%) im Zielbereich.

Für E966 lagen von 7 teilnehmenden Instituten 7 (100%) im Zielbereich.

Für E967 lagen von 9 teilnehmenden Instituten 7 (78%) im Zielbereich.

Weitere Details sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

4 Teilnehmer haben ihren Sitz im europäischen Ausland (Großbritannien, Schweden, Spanien)