

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 35/2017

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

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	<p>DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler</p> <p>Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany</p> <p>Tel. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 35/2017
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	<p>Abschlussbericht / Final report (13. Juni 2017)</p> <p>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.</p>
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	<p>Dr. Matthias Besler (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler</i></p> <p>Dr. Gerhard Wichmann (QM-Beauftragter / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed G. Wichmann</i></p> <p>Datum / Date: 13. Juni 2017</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern wird von DLA im Unterauftrag vergeben. The analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters are subcontracted by DLA.</p>
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	<p>Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	5
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	6
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	10
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen.....	11
3.7 z-Score.....	13
3.8 z'-Score.....	14
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	14
3.10 Quotient S^*/opt	15
3.11 Standardunsicherheit.....	15
4. Ergebnisse.....	16
4.1 Gesamtballaststoffe in g/100g.....	17
4.2 Lösliche Ballaststoffe in g/100g.....	20
4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g.....	22
4.4 Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.....	24
4.5 Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.....	26
4.6 Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reak. in g/100g.....	26
4.7 Inulin in g/100g.....	27
5. Dokumentation.....	30
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	30
5.1.1 Primärdaten und analytische Methoden.....	30
5.2 Homogenität.....	44
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	44
5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	45
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	47
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	48
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	49

1. Einleitung

Die Teilnahme an Laborvergleichsuntersuchungen (LVU) bzw. Eignungsprüfungen (PT) ist ein unverzichtbares Element für das Qualitäts-Management-System eines jeden, mit der Untersuchung von Lebensmitteln, Futtermitteln, kosmetischen Mitteln und Bedarfsgegenständen befassten Labors. Die Durchführung von Laborvergleichsuntersuchungen ermöglicht den teilnehmenden Laboren die eigene analytische Kompetenz unter realen Bedingungen nachzuweisen. Gleichzeitig erhalten sie wertvolle Daten für die erforderliche Verifizierung oder Validierung der durchgeführten Untersuchungsmethode [1, 5].

Das Ziel von DLA ist es, LVU für ausgesuchte Parameter in praxisrelevanten Konzentrationen und Matrices anzubieten.

Durchführung und Auswertung der vorliegenden Laborvergleichsuntersuchung erfolgten nach den technischen Anforderungen der DIN EN ISO/IEC 17043 (2010) und DIN ISO 13528-2009 bzw. ISO 13528-2015 [2, 3].

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um handelsüblichen Zwieback eines Europäischen Anbieters mit weiterem Zusatz von Inulin.

Die Grundmatrix Zwieback wurde zerkleinert (mesh < 1,5 mm) und ein Aliquot mit zuvor gesiebttem Inulin (mesh 400 µm) gemischt und homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix in 3 weiteren Schritten zugegeben und jeweils maschinell homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 20 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Die Zusammensetzung der Proben ist in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Anteil
Zwieback Zutaten: Weizenmehl, Zucker, pflanzliche Fette und Öle, Hefe, Salz, Weizenmalzmehl, Weizengluten Nährwerte pro 100 g: Fett 5,2 g, Kohlenhydrate 72 g davon Zucker 14 g, Protein 12 g	96,9 g/100g *
- davon Ballaststoffe (5,7 %) **	5,5 g/100g **
Inulin	3,08 g/100g *

* Gehalte gemäß gravimetrischer Mischung

** Gehalte gemäß Deklaration (nach AOAC-Methode 2009.01)

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

2.1.1 Homogenität

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 8-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht. Es handelt sich um eine normierte Methode, die Bestandteil des internationalen GMP-Zertifizierungssystems für Futtermittel ist [14]. Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in μm -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von $\geq 5\%$ ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von $\geq 25\%$ mit einer exzellenten Mischung [14, 15].

Die Microtracer-Analyse der Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 83% 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 0,82 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für die Gesamtballaststoffe bei 8,5% und für Inulin bei 3,3%. Die Wiederholstandardabweichung ist somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der betreffenden genormten Methode (ASU L 00.00-18 / L 17.03-1 bzw. ASU L 00.00-94, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [16-19]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 u. 4.7).

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse der Gesamtballaststoffe und Inulin für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** charakterisiert. Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen für Gesamtballaststoffe bei 40% der Zielstandardabweichung σ_{pt} und für Inulin bei 25% (s. 5.2 Homogenität) und sind damit als leicht erhöht bzw. niedrig einzustufen.

Falls die Kriterien für eine ausreichende Homogenität des Probenmaterials bezüglich eines Parameters nicht erfüllt sind, werden die Auswirkungen auf die Zielstandardabweichung geprüft und ggf. erfolgt die Bewertung der Ergebnisse der Teilnehmer mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes (s. 3.8 und 3.11) [3].

2.1.2 Stabilität

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Referenzmaterialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität (a_w -Wert $< 0,5$) eine gute Lagerstabilität bezüglich der Haltbarkeit der Probe (mikrobieller Verderb) und des Gehalts an den EP-Parametern Ballaststoffe und Inulin. Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 7. Kalenderwoche 2017 je zwei Portionen der Untersuchungsmaterials verschickt. Das Untersuchungsverfahren wurde freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 31. März 2017.

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

Bei den beiden Mustern handelt es sich um gleiche Proben von gemahlenem, handelsüblichen Zwieback mit Inulin-Zusatz.

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.

(siehe Dokumentation unter Punkt 5.3 EP-Informationen)

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Von 13 Teilnehmern haben 12 fristgerecht Ergebnisse abgegeben. Ein Teilnehmer hat auf Anfrage eine Probennachlieferung und Abgabeverlängerung erhalten.

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.

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Wiederholstandardabweichung S_r , auch als Standardabweichung innerhalb der Laboratorien S_w bezeichnet, nach: [3, 4].

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient VK_r bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

3.4 Vergleichsstandabweichung

Die Vergleichsstandabweichung S_R stellt eine laborübergreifende Schätzung der Standardabweichung für die Bestimmung des jeweiligen Parameters anhand der (ausreißerfreien) Einzelergebnisse der Teilnehmer dar. Sie berücksichtigt sowohl die Wiederholstandardabweichung als auch die Standardabweichung zwischen den Laboratorien. Vergleichsstandardabweichungen von LVUs können von Vergleichsstandardabweichungen von RVs abweichen, da die beteiligten Laboratorien bei LVUs i.d.R. unterschiedliche interne Bedingungen und Methoden zur Bestimmung der Messwerte benutzen. In der vorliegenden Auswertung bezieht sich die Angabe der Vergleichsstandardabweichung daher nicht auf eine spezifische Messmethode, sondern charakterisiert annähernd die Vergleichbarkeit der Ergebnisse der Laboratorien untereinander. Vorausgesetzt der Einfluss von Homogenität und Stabilität des Probenmaterials sind zu vernachlässigen.

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen oder Angaben für einen falschen Prüfgegenstand vorliegen [2]. Auch wenn ein Ergebnis z.B. mit einem Faktor >10 deutlich vom Mittelwert abweicht und einen Einfluss auf die robuste Statistik hat, kann ein Ergebnis von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden [3].

Alle Ergebnisse sollen mit mindestens 2 signifikanten Stellen (gültige Ziffern) angegeben werden. Die Angabe von 3 Stellen ist i.d.R. ausreichend.

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

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik 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 Analysemethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysemethode ab.

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse für die Parameter Gesamtballaststoffe und Inulin wurde die Zielstandardabweichung nach Abschnitt 3.6.2 (Auswertung eines Versuchs zur Präzision) unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score (vgl. 3.8) ausgewertet.

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

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der Vergleichstandardabweichung σ_R und der Wiederholstandardabweichung σ_r eines Versuchs zur Präzision einer Methode (Ringversuch oder LVU) kann unter Berücksichtigung der Anzahl der Wiederholmessungen m der Teilnehmer in der vorliegenden Vergleichsuntersuchung die Zielstandardabweichung σ_{pt} abgeleitet werden [3]:

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

Die in Tabelle 2 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt. Die dort gekennzeichneten resultierenden Zielstandardabweichungen σ_{pt} wurden zur Bewertung der Ergebnisse herangezogen bzw. zur Information zusätzlich bei den Kennzahlen angegeben.

Tabelle 2: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [16, 17, 18, 19]

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

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

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

Die **enzymatisch-gravimetrische Methoden** ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 (Lee et al. 1992) und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin, Oligosacchariden, resistenter Stärke und anderen Ballaststoffen kommen kann [20, 21].

Die **enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie** AOAC 2009.01, die lösliche und unlösliche Ballaststoffe, resistente Stärken und niedermolekulare Ballaststoffe wie Inulin und Oligosaccharide mit erfasst [20, 21].

Die Methode AOAC 2009.01 wurde nur von einem Teilnehmer in Kombination mit der Inulin-Bestimmung zur Berechnung des Gesamtballaststoff-Gehalts nach Inulinase-Behandlung eingesetzt.

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

Die **enzymatisch-photometrischen Methoden** ASU L 00.00-94 bzw. AOAC 999.03 sowie die **enzymatische Bestimmung in Kombination mit der Ionenaustausch-Chromatographie (IEC)** AOAC 997.08.

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2015 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK_{S*}) [%]	Quotient S*/opt	DLA-Bericht
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	6,06	0,840	13,9	2,0	DLA 26/2015
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	8,15	0,579	7,10	1,5	DLA 36/2016
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	4,32	1,06	24,5	2,2	DLA 35/2017
Lösliche Ballaststoffe	Getreideerzeugnis	2,57	0,694	27,0	-	DLA 26/2015
Lösliche Ballaststoffe	Getreideerzeugnis	2,17	0,380	17,5	-	DLA 36/2016
Lösliche Ballaststoffe	Getreideerzeugnis	1,17	0,896	76,6	-	DLA 35/2017
Unlösliche Ballaststoffe	Getreideerzeugnis	3,31	1,06	32,0	-	DLA 26/2015
Unlösliche Ballaststoffe	Getreideerzeugnis	6,06	0,460	7,59	-	DLA 36/2016
Unlösliche Ballaststoffe	Getreideerzeugnis	2,99	0,965	32,3	-	DLA 35/2017
Inulin	Getreideerzeugnis	3,68	0,690	18,8	1,9	DLA 26/2015
Inulin	Getreideerzeugnis	3,14	0,524	16,7	1,8	DLA 36/2016
Inulin	Getreideerzeugnis	3,35	0,468	14,0	2,2	DLA 35/2017

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

Der für die Eignungsprüfung gültige z-Score wird in der Auswertung mit z-Score (σ_{pt}) bezeichnet, während der als z-Score (Info) bezeichnete Wert rein informativen Charakter hat. Die beiden z-Scores werden mit den unterschiedlichen Zielstandardabweichungen nach 3.6 berechnet.

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

Gemäß der ISO 13528 für statistische Verfahren für Eignungsprüfungen wird empfohlen, dass ein Ergebnis, das einen z-Wert $> 3,0$ oder $< -3,0$ ergibt, als „Eingriffssignal“ zu werten ist [3]. 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]:

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

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

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.11 Standardunsicherheit

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_x) in %
Vergleichsstandardabweichung (S_R)
Variationskoeffizient (VK_R) in %
Zielkenndaten:
Zielstandardabweichung σ_{pt} oder σ_{pt}'
Zielstandardabweichung zur Information
untere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} - 2\sigma_{pt}$) *
obere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} + 2\sigma_{pt}$) *
Quotient S^*/σ_{pt} oder S^*/σ_{pt}'
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}$ oder $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$
Ergebnisse im Zielbereich
Prozent im Zielbereich

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

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

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

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

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	4,36
Median	4,20
Robuster Mittelwert (X_{pt})	4,32
Robuste Standardabweichung (S^*)	1,06
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung (S_x)	0,367
Variationskoeffizient (VK_x)	8,45%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	1,05
Variationskoeffizient (VK_R)	24,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,489
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,139
Untere Grenze des Zielbereichs	3,34
Obere Grenze des Zielbereichs	5,30
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,2
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	0,443
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$	0,91
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	67%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

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

Es wurden ausschließlich enzymatisch-gravimetrische Methoden von den Teilnehmern eingesetzt (vgl. 3.6.2). Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' von 5,2 auf. Die Auswertung erfolgte daher mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann leicht erhöht bei 2,2. Die robuste Standardabweichung sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

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

67% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Im Vergleich zu den im Leitfaden zur Lebensmittel-Informations-VO zulässigen Toleranzen für die Nährwertangaben lagen mit Ausnahme des ausgeschlossenen Ergebnisses alle anderen Ergebnisse innerhalb der Anforderung von $\pm 2g$ für Gehalte $< 10 g/100g$ [22].

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse liegt unterhalb des erwarteten Wertes von ca. $5,5 g/100g$ für die Gesamtballaststoffe ohne Inulin (vgl. S. 4).

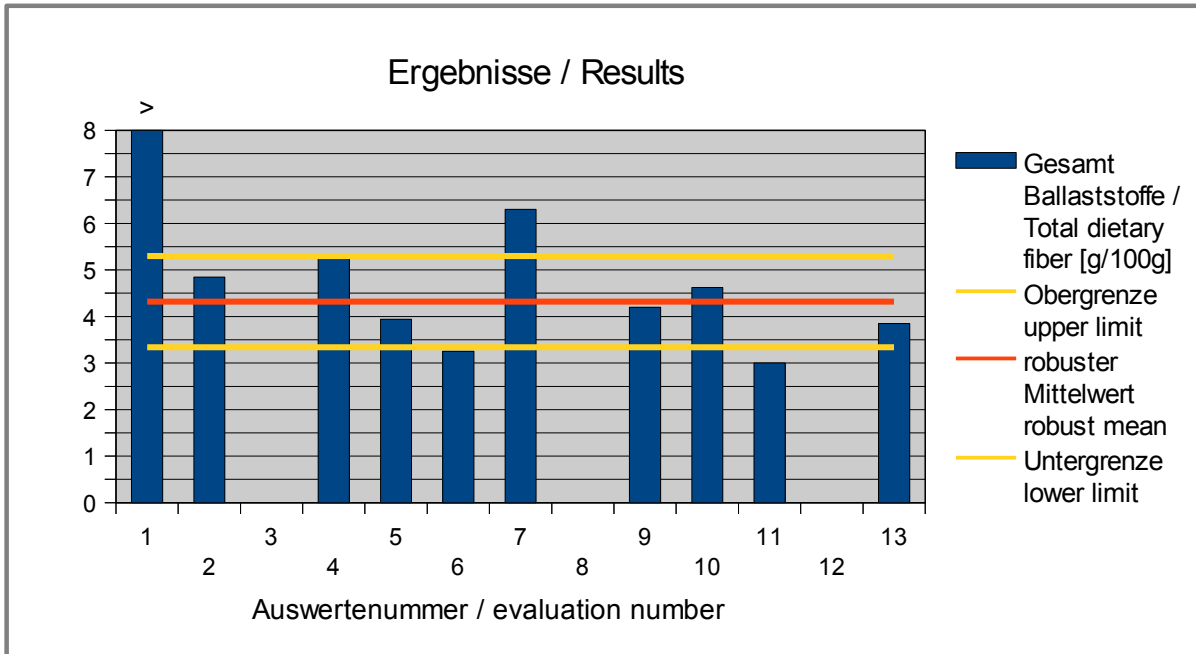


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Gesamtballaststoffe / Results Total dietary fiber

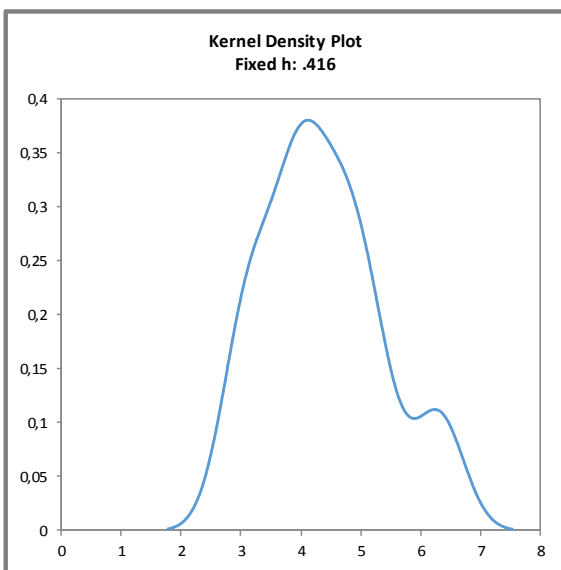


Abb. / Fig. 2:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei ca. $6,5 g/100 g$, die auf ein Teilnehmerergebnis oberhalb des Zielbereichs zurückgeht. Das Ergebnis mit der Auswertenummer 1 wurde vorab ausgeschlossen.

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

Auswertenummer Evaluation number	Gesamt Ballaststoffe / Total dietary fiber [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	39,9 1)				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded (Faktor/factor 10?)
2	4,85 1)	0,525	1,1	3,8	
3					
4	5,25 2)	0,930	1,9	6,7	
5	3,94 1)	-0,380	-0,8	-2,7	
6	3,25 1)	-1,07	-2,2	-7,7	
7	6,30 3)	1,98	4,1	14,3	
8					
9	4,20 1)	-0,120	-0,2	-0,9	
10	4,63 1)	0,305	0,6	2,2	
11	3,00 1)	-1,32	-2,7	-9,5	
12					
13	3,85 1)	-0,470	-1,0	-3,4	

- 1) ASU L 00.00-18 / AOAC 991.43 enzymatisch-gravimetrisch
- 2) AOAC 985.29 enzymatisch-gravimetrisch
- 3) AOAC 991.42 enzymatisch-gravimetrisch

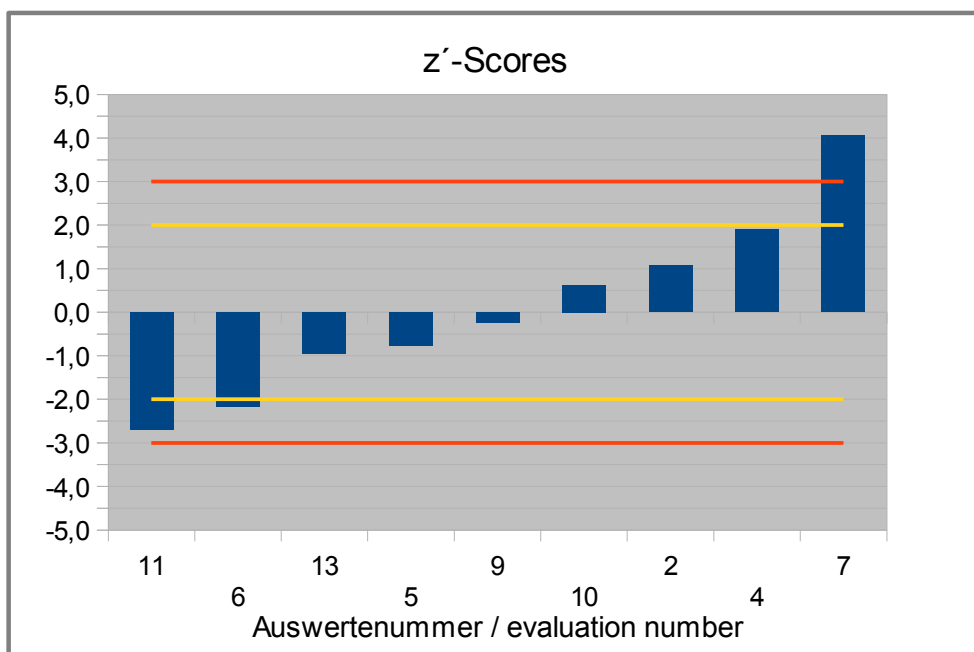


Abb. / Fig. 3: z'-Scores Gesamtballaststoffe / Total dietary fiber

4.2 Lösliche Ballaststoffe in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	4
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,17
Median	1,05
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,17
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,896
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	3
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0952
Variationskoeffizient (VK_r)	7,20%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,893
Variationskoeffizient (VK_R)	67,5%

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

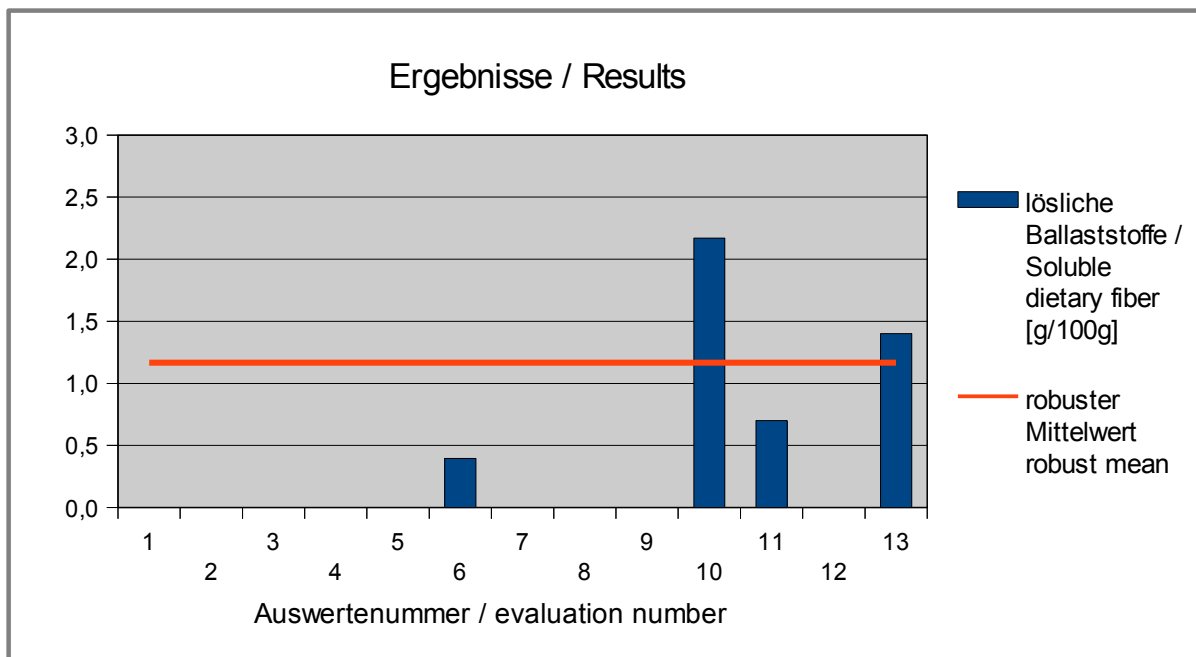


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse lösliche Ballaststoffe / Results soluble dietary fiber

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	lösliche Ballaststoffe / Soluble dietary fiber [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis Remark
1				
2				
3				
4				
5				
6	0,40			
7				
8				
9				
10	2,17			
11	0,70			
12				
13	1,40			

4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	3,17
Median	2,86
Robuster Mittelwert (x_{pt})	2,99
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,965
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	5
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,234
Variationskoeffizient (VK_r)	7,35%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	1,26
Variationskoeffizient (VK_R)	39,5%

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

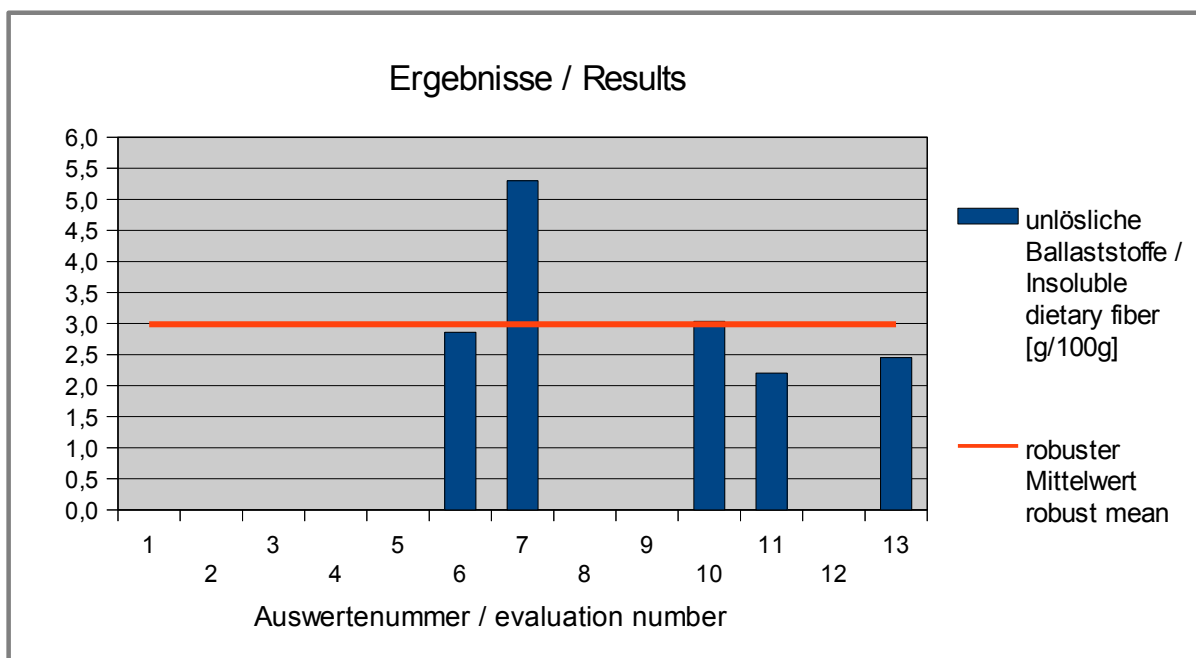


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse unlösliche Ballaststoffe / Results insoluble dietary fiber

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	unlösliche Ballaststoffe / Insoluble dietary fiber [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		Remark
1				
2				
3				
4				
5				
6	2,86			
7	5,30			
8				
9				
10	3,04			
11	2,20			
12				
13	2,45			

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	3
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	4,89
Median	4,83
Robuster Mittelwert (X_{pt})	4,89
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,714
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	3
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,175
Variationskoeffizient (VK_r)	3,58%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,642
Variationskoeffizient (VK_R)	13,1%

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

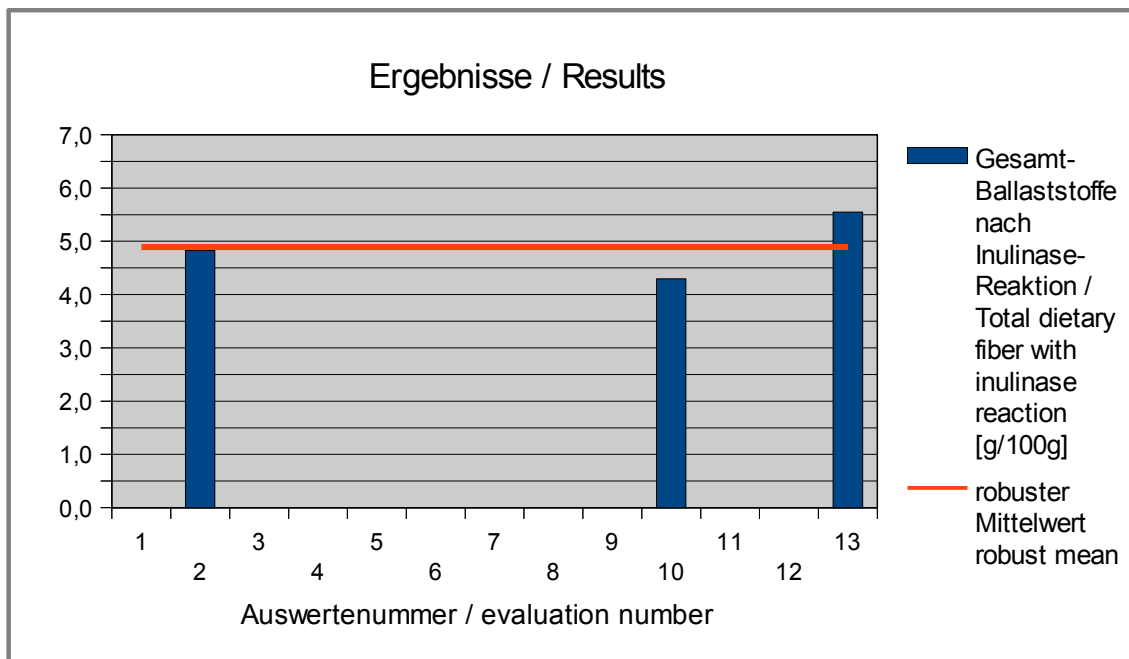


Abb. / Fig. 6: Ergebnisse Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Behandlung / Results total dietary fiber

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion / Total dietary fiber with inulinase reaction[g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		Remark
1				
2	4,83			
3				
4				
5				
6				
7				
8				
9				
10	4,30			
11				
12				
13	5,55			

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Es lag nur ein Ergebnis vor (Teilnehmer 10: 1,91 g/100g).
Weitere Angaben sind der Dokumentation zu entnehmen.

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Es lag nur ein Ergebnis vor (Teilnehmer 10: 2,91 g/100g).
Weitere Angaben sind der Dokumentation zu entnehmen.

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	3,57
Median	3,41
Robuster Mittelwert (X_{pt})	3,53
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,468
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_x)	0,115
Variationskoeffizient (VK_x)	3,18%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,494
Variationskoeffizient (VK_R)	13,7%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,212
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,117
Untere Grenze des Zielbereichs	3,10
Obere Grenze des Zielbereichs	3,95
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,2
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	0,176
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$	0,83
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	73%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

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

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' von 4,0 auf. Die Auswertung erfolgte daher mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann leicht erhöht bei 2,2. Die robuste Standardabweichung sowie Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Der Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$ liegt mit 0,8 deutlich über 0,3 und ist aufgrund der anderen Kenndaten und der Verwendung unterschiedlicher Bestimmungsmethoden akzeptabel.

73% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Im Vergleich zu den im Leitfaden zur Lebensmittel-Informations-VO zulässigen Toleranzen für die Nährwertangaben lagen mit Ausnahme des ausgeschlossenen Ergebnisses alle anderen Ergebnisse innerhalb der Anforderung von $\pm 2g$ für Gehalte $< 10 g/100g$ [22].

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse liegt etwas oberhalb des erwarteten Wertes von ca. $3,1 g/100g$ für zugesetztes Inulin (vgl. S. 4).

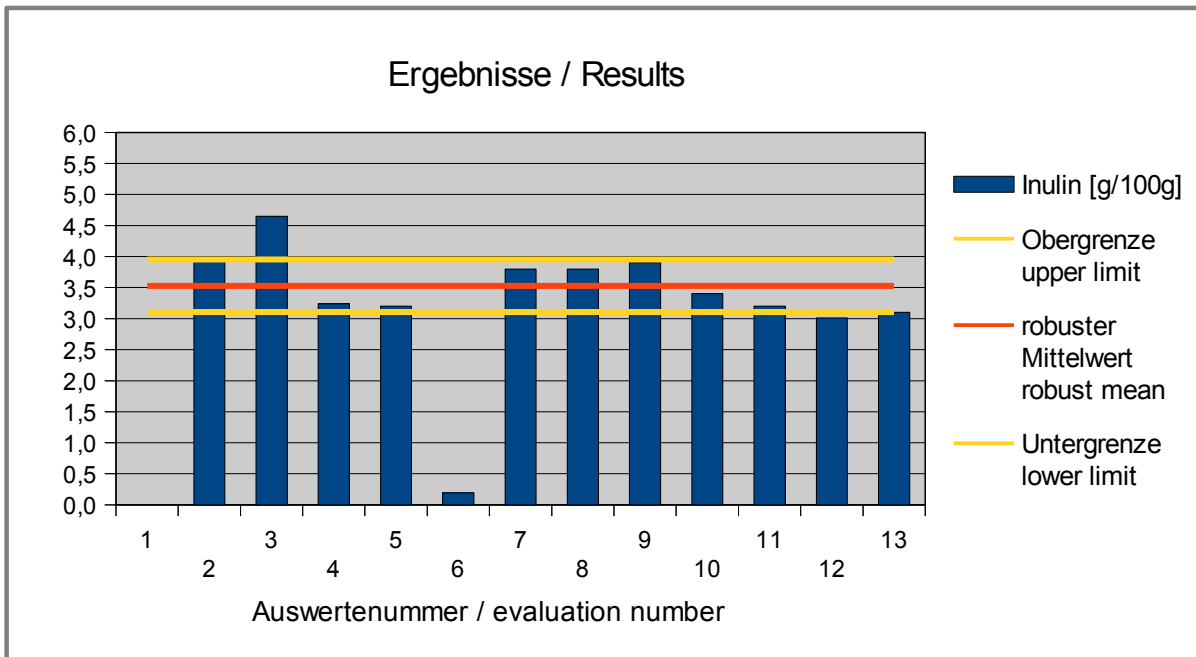


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Inulin / Results Inulin

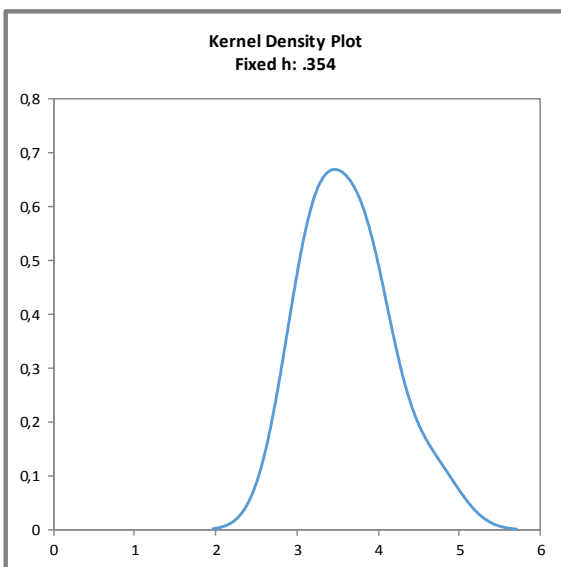


Abb. / Fig. 8:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse. Das Ergebnis mit der Auswertenummer 6 wurde vorab ausgeschlossen.

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Inulin [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2	3,93	0,397	1,9	3,4	
3	4,65 2)	1,12	5,3	9,6	
4	3,24	-0,288	-1,4	-2,5	
5	3,20 1)	-0,328	-1,5	-2,8	
6	0,19 1)				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
7	3,80 2)	0,272	1,3	2,3	
8	3,80	0,272	1,3	2,3	
9	3,90 2)	0,372	1,8	3,2	
10	3,41 1)	-0,123	-0,6	-1,1	
11	3,20 1)	-0,328	-1,5	-2,8	
12	3,01	-0,518	-2,4	-4,4	
13	3,10 2)	-0,428	-2,0	-3,7	Einzelergebnis

1) ASU L 00.00-94 / AOAC 999.03 enzymatisch-photometrisch

2) AOAC 997.08 enzymatisch-IEC oder mod.

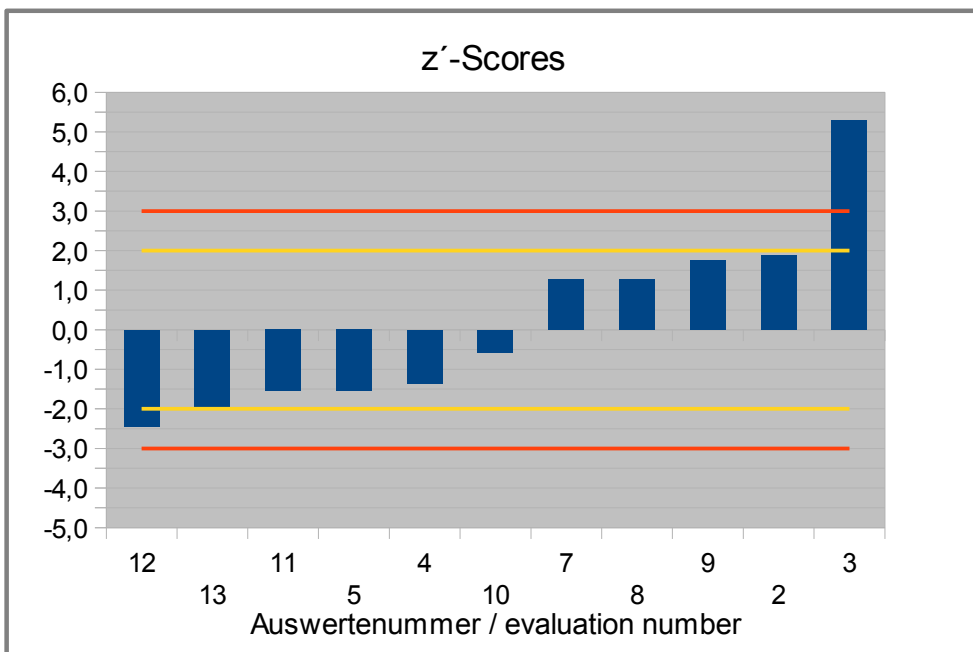


Abb. / Fig. 9: z'-Scores Inulin

5. Dokumentation

Hinweis: Angaben in englischer Sprache wurden von DLA nach bestem Wissen ins Deutsche übersetzt (ohne Gewähr der Richtigkeit).

5.1 Angaben der Teilnehmer

5.1.1 Primärdaten und analytische Methoden

Parameter: Gesamtballaststoffe

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Analyte	Participant	Unit	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quanti- fication	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
Gesamt Ballaststoffe / Total dietary fiber	1	g/100g	38	95		39,85						§64 LFGB L00.00-18
	2	g/100g	21	112	02/03 // 17/03	4,845	4,91	4,78		nein		PV 2202-04
	3	g/100g	46	78								
	4	g/100g	41	92	14.03.17	5,25	5,6	4,9	0,5	N/A	N/A	AOAC 985.29
	5	g/100g	37	96	15.03.17	3,94	3,91	3,97		nein		§64 LFGB L.00.00-18
	6	g/100g	53	80	08.03.17	3,254	3,349	3,159	0,05	nein	99,6	ASU L00.00-18
	7	g/100g	66	68	16.02.17	6,3	6,4	6,1	0,5	nein		PNTA0066/AOAC 991,42
	8	g/100g	57	76								
	9	g/100g	31	102	23.03.17	4,2	4,1	4,2	0,1	nein		AOAC 991.43
	10	g/100g	35/2017 (103)	35/2017 (30)	27.02.17	4,625	4,63	4,62	0,02	nein		SOP M 1010 nach ASU L 00.00-18, mod.
	11	g/100g	11	122	24.02.17	3	2,3	3,6	2	nein	-	AOAC 991.43
	12	g/100g	54	79								
	13	g/100g	106	28	06.04.17	3,85	4	3,7		nein		AOAC 991.43

Parameter	Teilnehmer	Frittendurchmesser	Porendurchmesser	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
Ballaststoffe / dietary fibre	1	4 cm	16-40 µm						ja	
	2	30 mm	40 - 100 µm	Bioquant 112979 LOT: HC 563819	Bioquant 112979 LOT: HC 563819	Bioquant 112979 LOT: HC 563819			ja	
	3									
	4	N/A	P.2	Megazyme K-TDFR	Megazyme K-TDFR	Megazyme K-TDFR	N/A	Internes Referenzmaterial	ja	N/A
	5	Filterpapier MN 640W	Filterpapier MN 640W	Sigma A 3306; Lot SLBJ0135V	Sigma P 3910; Lot SLBQ9441V	Sigma A 9913; Lot SLBP1905V	Fluka 57620; Lot BCBP7930V	Bran Breakfast CerialNo. 0558	ja	
	6							ja	ja	keine
	7	4,5cm	40-60 µm	Megazyme E-BLAAM	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		Intern	ja	
	8									
	9		2	Megazyme Kit AOAC 991.43	Megazyme Kit AOAC 991.43	Megazyme Kit AOAC 991.43			nein	
	10	40mm	Por. 3 16-40 µm / 25-50 µm	3000 U/mL; 54 U/mg	50 mg/mL	3,26 U/mL (lösliche Stärke); 200 U/mL 8p- NP Bets-Maltoside)	Fructanase Maxture Exo-Inulinase 2000 U/mL + Endo-Inulinase 80 U/mL ; In 50% Glycerol	Regelkarte Weetabix	ja	Ballaststoffe (berechnet): 5,17 % &
	11	3.3 cm	40-100 µm	α-amylase, 3000 units/ml (Megazyme)	protease, 350 tyrosine units/ml (Megazyme)	amyloglucosidase, 3300 units/ml (Megazyme)	nicht anwendbar	bd518 Dried Bran Breakfast Cereal	nein	-
	12									
	13	30 mm	40-90µm	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		nein	-	

Parameter: Lösliche Ballaststoffe

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Analyte	Participant	Unit	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifi- cation	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
Lösliche Ballaststoffe / Soluble dietary fiber	1	g/100g	38	95								
	2	g/100g	21	112								
	3	g/100g	46	78								
	4	g/100g	41	92	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5	g/100g	37	96								
	6	g/100g	53	80	08.03.17	0,395	0,394	0,396	0,05	nein	99,6	ASU L00.00-18
	7	g/100g	66	68								
	8	g/100g	57	76								
	9	g/100g	31	102								
	10	g/100g	35/2017 (103)	35/2017 (30)	13.03.17	2,17	2,11	2,23	0,04	nein		SOP M 2477 nach ASU L 00.00-18, mod.
	11	g/100g	11	122	24.02.17	0,7	0	1,4	2	nein	-	
	12	g/100g	54	79								
	13	g/100g	106	28	06.04.17	1,4	1,5	1,3		nein		AOAC 991.43

Parameter	Teilnehmer	Frittendurchmesser	Porendurchmesser	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
Lösliche Ballaststoffe / Soluble dietary fibre	1									
	2									
	3									
	4	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5									
	6							ja	ja	keine
	7									
	8									
	9									
	10	40mm	Por. 3 16-40 µm / 25-50 µm	3000 U/mL; 54 U/mg	50 mg/mL	3,26 U/mL (lösliche Stärke); 200 U/mL 8p-NP Bets-Maltoside)	Fructanase Maxture Exo-Inulinase 2000 U/mL + Endo-Inulinase 80 U/mL ; in 50% Glycerol	Regelkarte Weetabix	ja	
	11									
	12									
	13	30 mm	40-90µm	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		nein		

Parameter: Unlösliche Ballaststoffe

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Analyte	Participant	Unit	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifi- cation	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
Unlösliche Ballaststoffe / Insoluble dietary fiber	1	g/100g	38	95								
	2	g/100g	21	112								
	3	g/100g	46	78								
	4	g/100g	41	92	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5	g/100g	37	96								
	6	g/100g	53	80	08.03.17	2,859	2,955	2,763	0,05	nein	99,6	ASU L00.00-18
	7	g/100g	66	68	28.03.17	5,3	5,7	5	0,5	nein		PNTA0066/AOAC 991,42
	8	g/100g	57	76								
	9	g/100g	31	102								
	10	g/100g	35/2017 (103)	35/2017 (30)	13.03.17	3,035	3,06	3,01	0,04	nein		SOP M 2477 nach ASU L 00.00-18, mod.
	11	g/100g	11	122	24.02.17	2,2	2,3	2,2	2	nein	-	
	12	g/100g	54	79								
	13	g/100g	106	28	06.04.17	2,45	2,5	2,4		nein		AOAC 991.43

Parameter	Teilnehmer	Frittendurchmesser	Porendurchmesser	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
Unlösliche Ballaststoffe / Insoluble dietary fiber	1									
	2									
	3									
	4	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5									
	6							ja	ja	keine
	7	4,5cm	40-60 µm	Megazyme E-BLAAM	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		Intern	ja	
	8									
	9									
	10	40mm	Por. 3 16-40 µm / 25-50 µm	3000 U/mL; 54 U/mg	50 mg/mL	3,26 U/mL (lösliche Stärke); 200 U/mL 8p-NP Bets-Maltoside)	Fructanase Maxture Exo-Inulinase 2000 U/mL + Endo-Inulinase 80 U/mL ; In 50% Glycerol	Regelkarte Weetabix	ja	
	11									
	12									
	13	30 mm	40-90µm	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF		nein		

Parameter: Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Reaktion

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Analyte	Participant	Unit	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifi- cation	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
Gesamtballaststoffe nach Inulinase- Reaktion/ Total dietary fiber with inulinase reaction	1	g/100g	38	95								
	2	g/100g	21	112	02/03 // 08/03	4,83	4,71	4,95		nein		PV 2202-04
	3	g/100g	46	78								
	4	g/100g	41	92	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5	g/100g	37	96								
	6	g/100g	53	80								
	7	g/100g	66	68								
	8	g/100g	57	76								
	9	g/100g	31	102								
	10	g/100g	35/2017 (103)	35/2017 (30)	06.03.17	4,295	4,2	4,39	0,02	nein		ASU L 00.00-18 mod., enzymatisch- gravimetrisch
	11	g/100g	11	122								
	12	g/100g	54	79								
	13	g/100g	106	28	06.04.17	5,55	5,4	5,7		no		AOAC2009.01 korrigiert mit AOAC 997.08 modifizierte Werte sind unten wiedergegeben (siehe Kommentar in Zelle M33 etc)

Parameter	Teilnehmer	Frittendurchmesser	Porendurchmesser	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Method akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
Gesamtballaststoffe nach Inulinase-Reaktion/ Total dietary fiber with inulinase reaction	1									
	2	30 mm	40 - 100 µm	Bioquant 112979 LOT: HC 563819	Bioquant 112979 LOT: HC 563819	Bioquant 112979 LOT: HC 563819	Megazyme Fructanase Mixture LOT: 121001		ja	
	3									
	4	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5									
	6									
	7									
	8									
	9									
	10	40mm	Por. 3 16-40 µm / 25-50 µm	3000 U/mL; 54 U/mg	50 mg/mL	3,26 U/mL (lösliche Stärke); 200 U/mL 8p-NP Bets-Maltoside)	Fructanase Mixture Exo-Inulinase 2000 U/mL + Endo-Inulinase 80 U/mL ; In 50% Glycerol	Regelkarte Weetabix	ja	
	11									
	12									
	13	30 mm	40-90µm	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	Megazyme FRMXLQ	nein		

Parameter: Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Analyte	Participant	Unit	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifi- cation	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase- Reaktion/ Soluble dietary fiber with inulinase reaction	1	g/100g	38	95								
	2	g/100g	21	112								
	3	g/100g	46	78								
	4	g/100g	41	92	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5	g/100g	37	96								
	6	g/100g	53	80								
	7	g/100g	66	68								
	8	g/100g	57	76								
	9	g/100g	31	102								
	10	g/100g	35/2017 (103)	35/2017 (30)	13.03.17	1,905	1,91	1,9	0,04	nein		SOP M 2477 nach ASU L 00.00-18, mod.
	11	g/100g	11	122								
	12	g/100g	54	79								
	13	g/100g	106	28		nicht gemessen	nicht gemessen	nicht gemessen	nicht gemessen	-		

Parameter	Teilnehmer	Frittdurchmesser	Porendurchmesser	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
Lösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion/ Soluble dietary fiber with inulinase reaction	1									
	2									
	3									
	4	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5									
	6									
	7									
	8									
	9									
	10	40mm	Por. 3 16-40 µm / 25-50 µm	3000 U/mL; 54 U/mg	50 mg/mL	3,26 U/mL (lösliche Stärke); 200 U/mL 8p-NP Bets-Maltoside)	Fructanase Maxture Exo-Inulinase 2000 U/mL + Endo-Inulinase 80 U/mL ; In 50% Glycerol	Regelkarte Weetabix	ja	
	11									
	12									
	13									

Parameter: Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Analyte	Participant	Unit	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifi- cation	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion/ Insoluble dietary fiber with inulinase reaction	1	g/100g	38	95								
	2	g/100g	21	112								
	3	g/100g	46	78								
	4	g/100g	41	92	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5	g/100g	37	96								
	6	g/100g	53	80								
	7	g/100g	66	68								
	8	g/100g	57	76								
	9	g/100g	31	102								
	10	g/100g	35/2017 (103)	35/2017 (30)	13.03.17	2,905	2,75	3,06	0,04	nein		SOP M 2477 nach ASU L 00.00-18, mod.
	11	g/100g	11	122								
	12	g/100g	54	79								
	13	g/100g	106	28		nicht gemessen	nicht gemessen	nicht gemessen	nicht gemessen	-		

Parameter	Teilnehmer	Frittdurchmesser	Porendurchmesser	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zur Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Method akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Frit diameter	Pore diameter	Notes to Amylase	Notes to Protease	Notes to Amyloglucosidase	Notes to Inulinase	Calibration and reference material	Method accred. accord. ISO/IEC 17025	Further remarks
Unlösliche Ballaststoffe nach Inulinase-Reaktion/ Insoluble dietary fiber with inulinase reaction	1									
	2									
	3									
	4	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A
	5									
	6									
	7									
	8									
	9									
	10	40mm	Por. 3 16-40 µm / 25-50 µm	3000 U/mL; 54 U/mg	50 mg/mL	3,26 U/mL (lösliche Stärke); 200 U/mL 8p-NP Bets-Maltoside)	Fructanase Maxture Exo-Inulinase 2000 U/mL + Endo-Inulinase 80 U/mL ; In 50% Glycerol	Regelkarte Weetabix	ja	
	11									
	12									
	13									

Parameter: Inulin

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe A DLA Nr.	Probe B DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate	Methodenbeschreibung
Analyte	Participant	Unit	Sample A DLA No.	Sample B DLA No.	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of quantifi- cation	Incl. Recovery rate	Recovery rate [%]	Method description
Inulin	1	g/100g	38	95								
	2	g/100g	21	112	24.02.17	3,925	3,82	4,03		nein		PV 2255
	3	g/100g	46	78	31.03.17	4,65	4,6	4,7	0,05	nein	-	AOAC 997.08: „Fructans in Food Products (Ion Exchange Chromatographic Method)“, modifiziert
	4	g/100g	41	92	14.03.17	3,24	3,28	3,2	<0.1	nein	n/a	Fruktane total (inklusive Inulin)
	5	g/100g	37	96	28.03.17	3,2	3,15	3,24		nein		§64 LFGB L.00.00-94
	6	g/100g	53	80	08.03.17	0,194	0,193	0,194	0,1	nein	95	ASU L00.00-94
	7	g/100g	66	68	23.02.17	3,8	3,7	3,8	0,5	nein		PNTQ1038/AOAC 997,08
	8	g/100g	57	76	22.03.17	3,8	3,8	3,8	0,3	nein		LAV 21.0051.01 enzymatisch
	9	g/100g	31	102	24.02.17	3,9	3,9	3,8	0,1			AOAC 997.08
	10	g/100g	35/2017 (103)	35/2017 (30)	17.03.17	3,405	3,6	3,21	0,2	nein		ASU L 00.00-94 mod.
	11	g/100g	11	122	03.03.17	3,2	3,2	3,3	< 1	nein	-	AOAC 999.03
	12	g/100g	54	79	27.02.	3,01	3,06	2,95				interne Methode, HPLC-RID
	13	g/100g	106	28	17.03.17		nicht gemessen	3,1			nein	

Parameter	Teilnehmer	UV-Test Kit Hersteller	HPLC Säule	Detektor	Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
Analyte	Participant	UV-test kit manufacturer	HPLC column	Detector	Notes to Protease	Calibration and reference material	Method accord. ISO/IEC 17025	Further remarks	
Inulin	1								
	2	r-biopharm Art. Nr. 10139106035 LOT: 15244720	Eurospher 100-5 NH2	RI			ja		
	3	-	Carbopac™ PA20; 3 x	PAD	-	Referenzmaterial: DLA 3	ja	Es wurden folgende Modifikationen vorgenommen: Glucose-Gehalt wird rechnerisch auf Basis des Polymerisierungsgrads berücksichtigt. Andere Eluentenzusammensetzung Gradientenprogramm von 83 auf 47 min gekürzt	
	4	Megazyme	N/A	UV/VIS	no prep	Fructose Standard	nein	Diese Analyse beinhaltet nicht FOS	
	5	r-biopharm 10716260; Lot 14111700 JUL17					ja		
	6	r-biopharm				ja	ja	keine	
	7		Zorbax Carbohydrate 5µ 4.6x150mm. Agilent 843300-908	RI			Fructose/Glucose/Saccharose von Sigma	nein	
	8	r-Biopharm						ja	
	9	/			FID			nein	GC
	10	Boehringer Mannheim	Nicht belegt	Nicht belegt	gemäß §64 LFGB, L 00.	Regelkarte Weetabix		ja	Da es sich um eine photometrische Methode gemäß § 64 LFGB, L 00.00-94 handelt, gibt es keine HPLC Säule bzw. Detektor.
	11	not applicable	Dionex CarboPac PA1	PAD	-		Control Flour (Megazyme)	nein	-
	12							ja	
	13	-	Dionex PA1	PAD	nein			-	Eurofins Heerenveen nutzt routinemäßig AOAC 2009.01 für niedermolekulare Ballaststoffe hitiges Material (bspw. FOS, inulin GOS, polydextrose)

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA 35-2017

Gewicht Gesamtprobe	2,80	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	32,7	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,07	78	30,8
2	5,11	89	34,8
3	5,02	75	29,9
4	5,16	87	33,7
5	5,08	83	32,7
6	5,06	80	31,6
7	5,07	95	37,5
8	5,06	90	35,6

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	84,6	Partikel
Standardabweichung	6,54	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	3,54	
Wahrscheinlichkeit	83	%
Wiederfindungsrate	102	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	33,3	mg/kg
Standardabweichung	2,58	mg/kg
rel. Standardabweichung	7,73	%
Horwitz Standardabweichung	9,44	%
HorRat-Wert	0,82	
Wiederfindungsrate	102	%

5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

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

Gesamtballaststoffe	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,490 g/100g
Probennummern	11 - 122
Anzahl der Proben	18
Steigung	0,0218
Trendlinienbereich	4,14 - 4,53 g/100g
Abweichung Trendlinie	4,34 ± 0,196 g/100g
Prozent von σ_{pt}	40,0 %

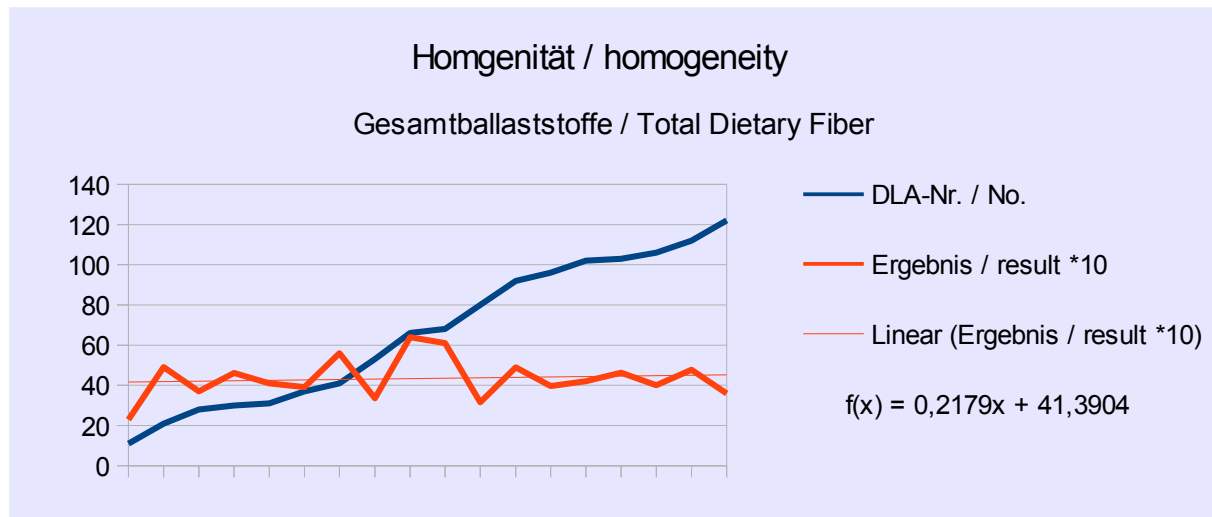


Abb./Fig. 10:
 Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse
 trend line function sample number vs. results

Inulin				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,211			g/100g
Probennummern	11 - 122			
Anzahl der Proben	20			
Steigung	0,00529			
Trendlinienbereich	3,55	-	3,66	g/100g
Abweichung Trendlinie	3,60	±	0,053	g/100g
Prozent von σ_{pt}	25,1	%		

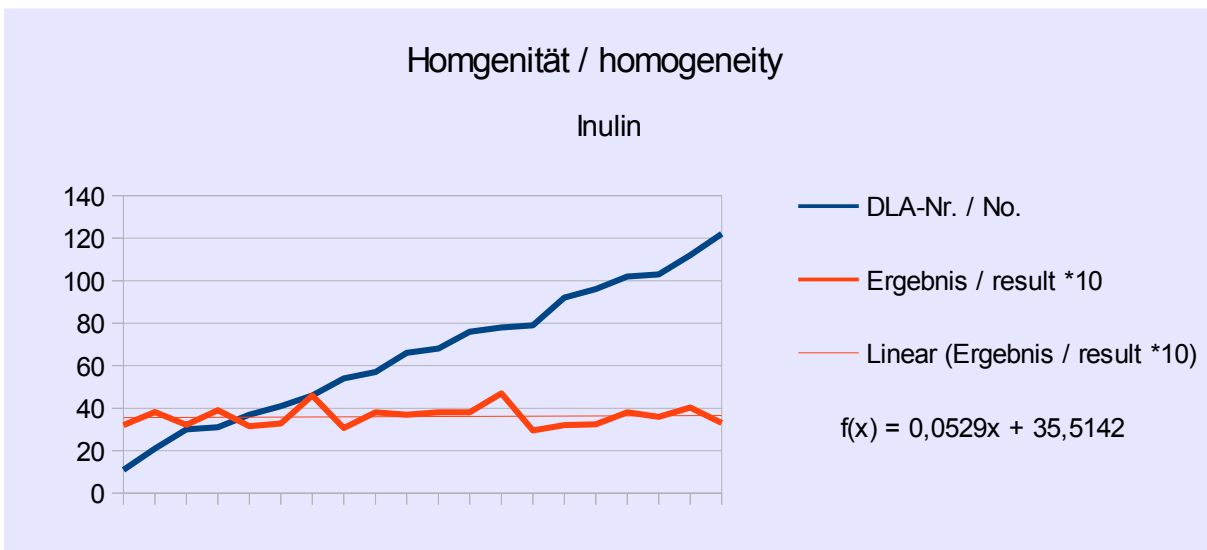


Abb./Fig. 11:
Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse
trend line function sample number vs. results

5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

EP-Nummer	DLA 35-2017
EP-Name	Gesamtballaststoffe und Inulin in Getreideerzeugnis
Probenmatrix*	Zwieback, gemahlen / Zutaten: Weizenmehl, Zucker, pflanzliche Fette und Öle, Hefe, Salz, Weizenmalzmehl, Weizengluten sowie weiterem Zusatz von Inulin; Fettgehalt: < 10%
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben: je 20 g
Lagerungsinformation	Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Gesamtballaststoffe, lösliche und unlösliche Ballaststoffe (jeweils ohne oder mit Inulinase-Behandlung) und Inulin
Untersuchungsmethoden	Methoden sind freigestellt
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe A und B sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe A und B), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	g/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist u.a. anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe A und B - Bestimmungsgrenze - Methodenangabe - Methode ist akkreditiert - Sonstige Hinweise
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	spätestens 31. März 2017.
Auswertebericht	Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Matthias Besler

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		GROSSBRITANNIEN
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		SPANIEN
		BELGIEN

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 - 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 - 196 (2006)
12. AMC Kernel Density - Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. ASU §64 LFGB: L 00.00-18: Bestimmung der Ballaststoffe in Lebensmitteln [Determination of dietary fiber in food]
17. ASU § 64 LFGB L 17.03-1 Bestimmung der Ballaststoffe in Mischbrot [Determination of dietary fiber in mixed-type bread].
18. ASU § 64 LFGB L 00.00-94 Bestimmung von Inulin in Lebensmitteln - Enzymatisches Verfahren [Determination of inulin in food - Enzymatic method]
19. Determination of total dietary fiber (CODEX definition) by Enzymatic-Gravimetric method and liquid chromatography: Collaborative Study, McCleary et al. (2010), J AOAC Int 93:221
20. Positionspapier der Lebensmittelchemischen Gesellschaft [der GDCh] „Ballaststoffe: aktuelle Betrachtung aus rechtlicher und analytischer Sicht“ erarbeitet durch die Arbeitsgruppe "Fragen der Ernährung", (2012) [Position paper on dietary fiber legal and analytical issues, Food Chemistry Society of the GDCh]
21. Dietary fibre fractions in cereal foods measured by a new integrated AOAC

- method, Hollmann et al. (2013), Food Chem 140(3):586-9
22. LEITFADEN FÜR ZUSTÄNDIGE BEHÖRDEN - KONTROLLE DER EINHALTUNG DER EU-RECHTSVORSCHRIFTEN: Verordnung (EU) Nr. 1169/2011 über Information der Verbraucher über Lebensmittel (Dezember 2012) / GUIDANCE DOCUMENT FOR COMPETENT AUTHORITIES FOR THE CONTROL OF COMPLIANCE WITH EU LEGISLATION ON: Regulation (EU) No 1169/2011 on the provision of food information to consumers (December 2012)

DLA 35/2017 - Ballaststoffe und Inulin

Alle 13 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Bestimmungen der Gesamtballaststoffe und Inulin. Für die weiteren Parameter lagen jeweils zuwenige Ergebnisse vor. Die Zielstandardabweichungen wurden anhand der Kenndaten der entsprechenden ASU §64 Methoden ermittelt. Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität auf, sodass die Bewertung der Teilnehmerergebnisse mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit erfolgte. Es lagen 67% bzw. 73% der Ergebnisse der Teilnehmer im jeweiligen Zielbereich für die Gesamtballaststoffe und Inulin. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen. 5 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, Großbritannien, Niederlande und Spanien).