

<u>Auswertungs-Bericht</u> Laborvergleichsuntersuchung

DLA 47/2017

Freie Aminosäuren

in Nahrungsergänzungsmittel (Kapselpulver)

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)

EP-Anbieter PT-Provider	DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany Tel. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de
EP-Nummer PT-Number	DLA 47/2017
EP-Koordinator PT-Coordinator	Dr. Matthias Besler
Status des EP-Bericht Status of PT-Report	Abschlussbericht / Final report (27. Dezember 2017) 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.
EP-Bericht Freigabe PT-Report Authorization	Dr. Matthias Besler (Technischer Leiter / Technical Manager) - gezeichnet / signed M. Besler Dr. Gerhard Wichmann (QM-Beauftragter / Quality Manager) - gezeichnet / signed G. Wichmann Datum / Date: 27. Dezember 2017
Unteraufträge Subcontractors	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.
Vertraulichkeit Confidentiality	Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.

Inhalt

1.	Einleitung	5
2.	Durchführung	5
	2.1 Untersuchungsmaterial	5
	2.1.1 Homogenität	6
	2.1.2 Stabilität	7
	2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung	
	2.3 Ergebnisübermittlung	8
3.	Auswertung	9
	3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)	9
	3.2 Robuste Standardabweichung	
	3.3 Wiederholstandardabweichung	9
	3.4 Vergleichsstandabweichung	10
	3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer	10
	3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).	
	3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz	
	3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision	
	3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	
	3.7 z-Score	
	3.8 z'-Score	
	3.9 Variationskoeffizient (VKR)	
	3.10 Quotient S*/opt	
	3.11 Standardunsicherheit	18
4.	Ergebnisse	
	4.1 L-Alanin/L-Alanine in g/100g	
	4.2 L-Arginin/L-Arginine in g/100g	
	4.3 L-Asparaginsäure/L-Aspartic acid in g/100g	
	4.4 L-Cystein/L-Cysteine in g/100g	
	4.5 L-Cystin/L-Cystine in g/100g	
	4.6 L-Glutaminsäure/L-Glutamic acid in g/100g	
	4.7 Glycin/Glycine in g/100g	
	4.8 L-Histidin/L-Histidine in g/100g	
	4.9 L-Isoleucin/L-Isoleucine in g/100g	
	4.10 L-Leucin/L-Leucine in g/100g	
	4.11 L-Lysin/L-Lysine in g/100g	
	4.12 L-Methionin/L-Methionine in g/100g	
	4.13 L-Phenylalanin/L-Phenylalanine in g/100g	
	4.14 L-Prolin/L-Proline in g/100g	
	4.15 L-Serin/L-Serine in g/100g	
	4.16 L-Threonin/L-Threonine in g/100g	
	4.17 L-Tryptophan in g/100g	
	4.18 L-Tyrosin/L-Tyrosine in g/100g	
	4.19 L-Valin/L-Valine in g/100g	57

5.	Dokumentation
	5.1 Angaben der Teilnehmer59
	5.1.1 Primärdaten
	5.1.2 Analytische Methoden69
	5.2 Homogenität
	5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung88
	5.2.3 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse89
	5.3 Stabilität
	5.3.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse91
	5.4 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse93
	5.5 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)9
6.	Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge98
7.	Verzeichnis relevanter Literatur99

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 eine Mischung handelsüblicher Nahrungsergänzungsmittel von Europäischen Anbietern mit freien Aminosäuren mit einem Protein-Äquivalentgehalt > 20%. Weitere Zutaten sind L-Glutaminsäure und Maltodextrin. Die Kapselhüllen der Nahrungsergänzungsmittel wurden entfernt, alle Rohstoffe gesiebt (mesh 600 $\mu m)$, zusammen gegeben und homogenisiert.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 10 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Die Zusammensetzung (Verzeichnis der Zutaten) und die auf Basis der Herstellerangaben berechneten Gehalte an Aminosäuren sind in Tabelle 1 bzw. 2 angegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Aminosäure-Kapselpulver

<u>Zutaten</u> (1. Nahrungsergänzungsmittel, ohne Kapselhülle): Füllstoff Dicalciumphosphat, L-Leucin, L-Lysin, L-Cystein, L-Valin, L-Isoleucin, L-Arginin, L-Tyrosin, L-Histidin, L-Threonin, L-Phenylalanin, L-Tryptophan, L-Methionin, Trennmittel Magnesiumsalze der Speisefettsäuren und Siliciumdioxid, Farbstoff Titandioxid.

<u>Zutaten</u> (2. Nahrungsergänzungsmittel, ohne Kapselhülle): L-Lysin HCl, L-Leucin, L-Asparaginsäure, L-Isoleucin, L-Tryptophan, Füllstoff: Reismehl, L-Prolin, L-Serin, L-Alanin, L-Threonin, L-Valin, L-Phenylalanin, L-Methionin, Glycin, L-Histidin.

weitere Zutaten:
L-Glutaminsäure, Maltodextrin

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

<u>Tabelle 2:</u> Aus den Angaben des Herstellers (deklarierte Gehalte) berechnete Gehalte der Parameter

L-Arginin1,5 gL-Methionin1,1L-Asparaginsäure3,4 gL-Phenylalanin1,8L-Cystein1,5 gL-Prolin2,1L-Glutaminsäure1,5 gL-Serin1,7	ter Gehalt pro 100 g Parameter Gehalt pro 100 g	Parameter
L-Histidin 1,8 g L-Tryptophan 2,7 L-Isoleucin 3,8 g L-Tyrosin 1,2	1,7 g L-Lysin 5,0 g 1,5 g L-Methionin 1,1 g ginsäure 3,4 g L-Phenylalanin 1,8 g 1,5 g L-Prolin 2,1 g tinsäure 1,5 g L-Serin 1,7 g 0,68 g L-Threonin 2,6 g n 1,8 g L-Tryptophan 2,7 g sin 3,8 g L-Tyrosin 1,2 g	L-Alanin L-Arginin L-Asparaginsäure L-Cystein L-Glutaminsäure Glycin L-Histidin L-Isoleucin

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 ≥ 5% ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von \geq 25% mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 90% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Für die Beurteilung sind HorRat-Werte zwischen 0,3 und 1,3 unter Wiederholbedingungen (Messungen innerhalb des Labors) zu akzeptieren [16, 17]. Es wurde ein HorRat-Wert von 0,64 für die vorliegende LVU-Probe erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für alle Analyten bei < 10% (2,8% - 9,8%) außer für Alanin und Serin (s. Tab. 3). Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU §64, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 4) [18]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.19).

<u>Tabelle 3:</u> Wiederholstandardabweichungen S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer (Variationskoeffizienten VK_r in %)

Parameter	VK _r	Parameter	VK _r	
L-Alanin	16,7 %	L-Lysin	5,3 %	
L-Arginin	2,8 %	L-Methionin	3,9 %	
L-Asparaginsäure	5,3 %	L-Phenylalanin	3,0 %	
L-Cystein	-	L-Prolin	3,8 %	
L-Glutaminsäure	8,1 %	L-Serin	11,5 %	
Glycin	13,7 %	L-Threonin	2,9 %	
L-Histidin	9,8 %	L-Tryptophan	3,6 %	
L-Isoleucin	3,6 %	L-Tyrosin	3,6 %	
L-Leucin	3,2 %	L-Valin	4,4 %	

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** charakterisiert. Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen für L-Arginin, L-Phenylalanin und L-Tyrosin im Bereich von 8,8 bis 13,4% der Zielstandardabweichungen σ_{pt} bzw. σ_{pt} , (s. 5.2 Homogenität) und können daher als niedrig betrachtet werden.

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

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. Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

Darüberhinaus wurden die **Messergebnisse der Teilnehmer** dem zugehörigen **Analysendatum** gegenüber gestellt, um die Stabilität des LVU-Materials anhand der Trendlinien-Funktion über den **Durchführungszeitraum** (40 Tage) der LVU zu charakterisieren.

Die maximalen Abweichungen der Trendlinie vom Mittelwert lagen für L-Phenylalanin und L-Tyrosin bei 12% und 2,4% der Zielstandardabweichungen σ_{pt} bzw. σ_{pt} , (s. 5.3 Stabilität) und können daher als niedrig betrachtet werden. Für L-Arginin wurde eine maximale Abweichung der Trendlinie von 58% erhalten, was auf die höhere Vergleichsstandardabweichung der Teilnehmerergebnisse (VKR 14,8%) zurückzuführen ist.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 38. Kalenderwoche 2017 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 03. November 2017.

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

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben eines Nahrungsergänzungsmittels mit den zu bestimmenden Parametern freie Aminosäuren in der Matrix Kaspelpulver (ohne Kapselhülle). Der Proteinäquivalentgehalt beträgt > 20 %. Die Analysenmethoden sind freigestellt.

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung. (siehe Dokumentation unter Punkt 5.5 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.

Alle 17 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse abgegeben.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

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

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 (Xpti) 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 Sr 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 Wiederholstandabweichung Sr, auch als Standardabweichung innerhalb der Laboratorien Sw bezeichnet, nach: [3, 4].

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient $VK_{\rm r}$ bei den statistischen Kenndaten im Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

3.4 Vergleichsstandabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

Ergebnisse können vorab von der statistischen Auswertung ausgeschlossen werden, wenn offensichtliche grobe Fehler, wie z. B. falsche Einheiten, Dezimalstellen 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_{P^t} vorliegt, wird für die Eignungsbeurteilung bevorzugt die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz verwendet, da diese in der Regel für Auswertungen von Laborvergleichsuntersuchungen, bei denen von den Teilnehmern unterschiedliche Analysenmethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysenmethode ab.

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle nachstehenden Parameter die Zielstandardabweichung nach dem <u>allgemeinen Modell nach Horwitz</u> herangezogen $(s.\ 3.6.1)$:

Alanin und Arginin.

Die Zielstandardabweichung der Auswertung eines <u>Versuchs zur Präzision</u> (s. 3.6.2) wurde für die nachstehenden Parameter herangezogen (ASU §64 Methoden: 18):

Asparaginsäure, Glutaminsäure, Glycin, Histidin, Isoleucin, Leucin, Lysin, Phenylalanin, Prolin, Serin, Threonin, Tryptophan, Tyrosin und Valin.

<u>Zusätzlich</u> wurde für <u>Alanin, Asparaginsäure, Glycin, Isoleucin, Serin</u> und <u>Valin</u> die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).

Aufgrund der Anzahl von < 7 wurden die Ergebnisse für <u>Cystein</u> und <u>Cystin</u> nicht mittels z-Scores bewertet.

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 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 µg/kg
$\sigma_R = 0,02c^{0,8495}$	$1,2 \times 10^{-7} \le c \le 0,138$	≥ 120 µg/kg
$\sigma_R = 0,01c^{0,5}$	c > 0,138	> 13,8 g/100g

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der 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]:

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

Die in Tabelle 4 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandabweichungen (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 angegebenen.

<u>Tabelle 4:</u> Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [18]

Parameter	Matrix (Aminosäurege- misch)	Mittel- werte [g/100g]	RSD _r	RSD_R	σpt	Methode / Literatur
L-Alanin	Diätetisches LM	3,09	2,75%	4,37%	3,91% 1	ASU 49.07-1
L-Arginin	Diätetisches LM	2,94	3,41%	13,8%	13,6% ¹	ASU 49.07-1
L-Asparagin- säure	Diätetisches LM	7,48	2,41%	5,88%	5,62% ¹	ASU 49.07-1
L-Cystein	Diätetisches LM	2,21	7,71%	18,6%	17,8% ¹	ASU 49.07-1
L-Cystin	Diätetisches LM	2,21	7,92%	18,4%	17,5% ¹	ASU 49.07-1
L-Glutaminsäu- re	Diätetisches LM	16,6	2,50%	6,93%	6,70% ¹	ASU 49.07-1
Glycin	Diätetisches LM	1,79	3,07%	5,59%	5,15% ¹	ASU 49.07-1
L-Histidin	Diätetisches LM	1,92	4,69%	16,4%	16,1% ¹	ASU 49.07-1
L-Isoleucin	Diätetisches LM	4,56	2,63%	4,93%	4,57% ¹	ASU 49.07-1
L-Methionin	Diätetisches LM	1,88	4,79%	7,45%	6,63% ¹	ASU 49.07-1
L-Leucin	Diätetisches LM	7,35	2,59%	4,69%	4,32% 1	ASU 49.07-1
L-Lysin	Diätetisches LM	5,87	2,81%	12,9%	12,7% ¹	ASU 49.07-1
L-Phenylalanin	Diätetisches LM	3,19	5,64%	7,21%	6,01% ¹	ASU 49.07-1
L-Prolin	Diätetisches LM	7,09	3,60%	6,56%	6,05% ¹	ASU 49.07-1
L-Serin	Diätetisches LM	4,00	2,63%	7,63%	7,40% 1	ASU 49.07-1
L-Threonin	Diätetisches LM	3,59	3,34%	6,41%	5,96% ¹	ASU 49.07-1
L-Tryptophan	Diätetisches LM	1,32	4,92%	20,1%	19,8% 1	ASU 49.07-1
L-Tyrosin	Diätetisches LM	4,04	5,07%	8,17%	7,34% 1	ASU 49.07-1
L-Valin	Diätetisches LM	5,20	2,60%	5,20%	4,86% 1	ASU 49.07-1

¹ in der Auswertung (s. Abschnitt 4) verwendete/angegebene Werte Angegebene Werte aus ASU 49.07-1 sind Mittelwerte der Proben I und II (Ausnahme: Methionin nur Probe I, Phenylalanin nur Probe II)

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

In der vorliegenden LVU wurden die Zielstandardabweichungen gemäß 3.6.1 oder 3.6.2 als geeignet angesehen.

Tabelle 5 zeigt ausgewählte Kenndaten der Teilnehmer-Ergebnisse der vorliegenden LVU im Vergleich zu LVU Ergebnissen der Vorjahre.

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:

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

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

$$-2 \le z \le 2$$
.

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 \geq 10 Ergebnisse vorliegen [3].

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mit- telwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK _{s*}) [%]	Quotient S*/σ _{Pt}	DLA- Bericht
L-Alanin	Diäteti- sches LM	0,460	0,0369	8,02	1,8	DLA 43/2015
L-Alanin	Diäteti- sches LM	1,95	0,170	8 , 75	1,9 ¹	DLA 47/2017
L-Arginin	Diäteti- sches LM	0,749	0,0616	8,22	0,61	DLA 43/2015
L-Arginin	Diäteti- sches LM	1,42	0,222	15,6	1,1	DLA 47/2017
L-Asparag- insäure	Diäteti- sches LM	0,740	0,0332	4,49	1,1	DLA 43/2015
L-Asparag- insäure	Diäteti- sches LM	3,86	0,470	12,2	1,81	DLA 47/2017
L-Cystein L-Cystin	Diäteti- sches LM	**	-	-	_	DLA 43/2015
L-Cystein L-Cystin	Diäteti- sches LM	**	-	-	-	DLA 47/2017
L-Glut- aminsäure	Diäteti- sches LM	**	-	_	_	DLA 43/2015
L-Glut- aminsäure	Diäteti- sches LM	1,48	0,177	12,0	1,8	DLA 47/2017
Glycin	Diäteti- sches LM	0,688	0,0964	14,0	1,9 ¹	DLA 43/2015
Glycin	Diäteti- sches LM	0,755	0,0863	11,4	1,8 ¹	DLA 47/2017
L-Histidin	Diäteti- sches LM	0,435	0,0354	8,14	0,51	DLA 43/2015
L-Histidin	Diäteti- sches LM	1,66	0,404	24,4	1,5	DLA 47/2017
L-Isoleu- cin	Diäteti- sches LM	0,686	0,0246	3,59	0,85	DLA 43/2015
L-Isoleu- cin	Diäteti- sches LM	3,76	0,381	10,1	1,81	DLA 47/2017
L-Leucin	Diäteti- sches LM	1,17	0,0237	2,03	0,52	DLA 43/2015
L-Leucin	Diäteti- sches LM	6,56	0,532	8,12	1,9	DLA 47/2017

Fortsetzung Tabelle 5:

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mit- telwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK _{s*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA- Bericht
L-Lysin	Diäteti- sches LM	0,797	0,0666	8,36	0,66	DLA 43/2015
L-Lysin	Diäteti- sches LM	4,01	0,435	10,9	0,85	DLA 47/2017
L-Methio- nin	Diäteti- sches LM	0,179	0,0164	9,16	1,8	DLA 43/2015
L-Methio- nin	Diäteti- sches LM	1,17	0,108	9,21	1,4	DLA 47/2017
L-Phenyl- alanin	Diäteti- sches LM	0,515	0,0273	5,30	1,8	DLA 43/2015
L-Phenyl- alanin	Diäteti- sches LM	1,89	0,157	8,28	1,4	DLA 47/2017
L-Prolin	Diäteti- sches LM	0,837	0,0915	10,9	1,9	DLA 43/2015
L-Prolin	Diäteti- sches LM	2,23	0,263	11,8	2,0	DLA 47/2017
L-Serin	Diäteti- sches LM	0,500	0,0594	11,9	1,7	DLA 43/2015
L-Serin	Diäteti- sches LM	1,80	0,256	14,2	1,6 ¹	DLA 47/2017
L-Threonin	Diäteti- sches LM	0,608	0,0666	11,0	1,9	DLA 43/2015
L-Threonin	Diäteti- sches LM	2,77	0,236	8,52	1,4	DLA 47/2017
L-Trypto- phan	Diäteti- sches LM	**	-	-	-	DLA 43/2015
L-Trypto- phan	Diäteti- sches LM	2,75	0,199	7,25	0,37	DLA 47/2017
L-Tyrosin	Diäteti- sches LM	0,524	0,0213	4,06	0,92	DLA 43/2015
L-Tyrosin	Diäteti- sches LM	1,18	0,0878	7,47	1,0	DLA 47/2017
L-Valin	Diäteti- sches LM	0,762	0,0320	4,20	1,0	DLA 43/2015
L-Valin	Diäteti- sches LM	3,04	0,327	10,7	1,8 ¹	DLA 47/2017

 $^{^{1}}$ mit Zielstandardabweichung $\sigma_{ t P}$ t'

^{**} keine statistische Auswertung (< 7 Ergebnisse)

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 (xi) 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

$$-2 \le z' \le 2$$
.

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 Vergleichsstandabweichung S_R und dem Mittelwert [4, 13]:

$$VK_R = \underbrace{S_R * 100}_{X}$$

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

3.10 Quotient S*/opt

In Anlehnung an den HorRat-Wert kann die Bewertung einer Laborvergleichs- untersuchung 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 σ_{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

Anmerkung zur Verteilung der Ergebnisse:

Die Kerndichte-Schätzungen zeigen für alle Parameter annähernd eine Normalverteilung der Ergebnisse (Abb. siehe Dokumentation 5.4). Teilweise sind leichte Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer zurückzuführen sind.

Im Fall von Isoleucin und Leucin ist jeweils eine Verteilung der Ergebnisse mit zwei Gipfeln erkennbar. Die Angaben der Teilnehmer zu den Methoden geben jedoch keine offensichtlichen Hinweise auf eine derartige Gruppierung der Ergebnisse. Die Verteilungen gehen bei Verwendung der robusten Standardabweichung als Schätzer h in eingipfelige Verteilungen über, sodass eine Auswertung durchgeführt wurde.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Für die Parameter Cystein/Cystin lagen < 7 plausible Ergebnisse vor, sodass keine statistische Auswertung vorgenommen werden konnte.

Die Zielstandardabweichungen wurden für alle anderen Parameter nach dem Modell nach Horwitz bzw. nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) berechnet. Dabei wurde bevorzugt die Bewertung nach Horwitz verwendet, solange die Quotienten S*/ σ_{pt} im Bereich von \leq 2,0 lagen. In allen anderen Fällen wurde die aus ASU §64 Präzisionsdaten berechnete Zielstandardabweichung verwendet. Für Tyrosin wurde die Zielstandardabweichung nach ASU § 64 berechnet, weil eine Bewertung nach Horwitz für diesen Ergebnissatz als zu streng angesehen wurde.

Für alle Parameter zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen alle im Bereich von 0,37 bis 2,0 (s. Tab. 5).

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

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}$ bzw. $U(X_{pt})/\sigma_{pt'}$ liegt für Lysin und Tryptophan bei < 0,3, für alle anderen Parameter leicht erhöht im Bereich von 0,38 bis 0,61, aufgrund der anderen Kenndaten jedoch akzeptabel.

Es liegen 71% bis 93% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich.

Die robusten Mittelwerte der Teilnehmer-Ergebnisse lagen im Bereich von 80% bis 120% der Aminosäuregehalte gemäß Herstellerangaben (s. Tabelle 2).

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 (Xpt)
Robuste Standardabweichung (S*)
Anzahl mit m Wiederholmessungen
Wiederholstandardabweichung (S _r)
Variationskoeffizient (VK _r)in %
$\label{eq:continuous} \textbf{Vergleichsstandardabweichung (S_R)}$
$Variationskoeffizient$ (VK_R) in $\%$
Zielkenndaten:
Zielstandardabweichung σ_{pt} oder σ_{pt} '
Zielstandardabweichung zur Information
untere Grenze des Zielbereichs ($Xpt - 2\sigma_{pt}$)*
obere Grenze des Zielbereichs (Xpt + $2\sigma_{pt}$)*
Quotient S*/opt oder S*/opt'
$Standardunsicherheit\ U(Xpt)$
Quotient U(Xpt)/opt oder U(Xpt)/opt'
Ergebnisse im Zielbereich
Prozent im Zielbereich
* 7ielbereich berechnet mit g-Coore oder gl-Coore

^{*} Zielbereich berechnet mit z-Score oder z'-Score

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

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

 $^{^{\}star\star}$ Im Dokumentationsteil sind die Ergebnisse so angegeben wie sie von den Teilnehmern übermittelt wurden.

4.1 L-Alanin/L-Alanine in q/100q

15
1
1,98
1,92
1,95
0,170
14
0,323
16,7%
-
-
0,0893
0,0762
1,77
2,13
1,91
0,0550
0,62
12
80%

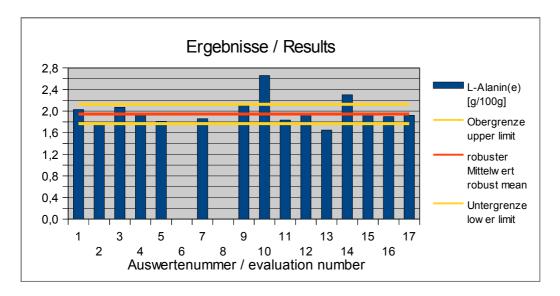


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse L-Alanin / Results L-Alanine

Auswerte- nummer	L-Alanin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ _{pt})	(Info)	Remark
1	2,03	0,0835	0,9	1,1	
2	1,77	-0,177	-2,0	-2,3	
3	2,07	0,126	1,4	1,7	
4	1,92	-0,0265	-0,3	-0,3	
5	1,81	-0,137	-1,5	-1,8	
6					
7	1,86	-0,0865	-1,0	-1,1	
8					
9	2,10	0,153	1,7	2,0	
10	2,66	0,713	8,0	9,4	Ausreisser / Outlier
11	1,84	-0,111	-1,2	-1,5	
12	1 , 93	-0,0215	-0,2	-0,3	
13	1 , 65	-0,297	-3,3	-3,9	
14	2,30	0,353	4,0	4,6	
15	1,96	0,0135	0,2	0,2	
16	1,90	-0,0465	-0,5	-0,6	
17	1,92	-0,0265	-0,3	-0,3	

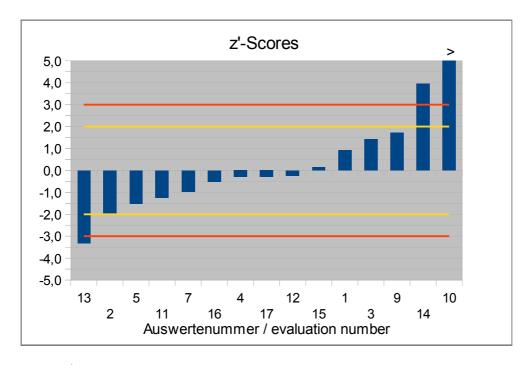


Abb. / Fig. 2: Z'-Scores L-Alanin / L-Alanine

4.2 L-Arginin/L-Arginine in g/100g

Kenndaten	
	1.0
Anzahl der Messergebnisse*	14
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,41
Median	1,44
Robuster Mittelwert (Xpt)	1,42
Robuste Standardabweichung (S*)	0,222
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0399
Variationskoeffizient (VK _r)	2,82%
	0,209
$Variationskoeffizient (VK_R)$	14,8%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{P^t}	0,193
Zielstandardabweichung (zur	0,0539
Information)	,
Untere Grenze des Zielbereichs	1,03
Obere Grenze des Zielbereichs	1,81
Quotient S*/opt	1,1
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0741
Quotient U(Xpt)/Opt	0,38
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	93%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr. 10

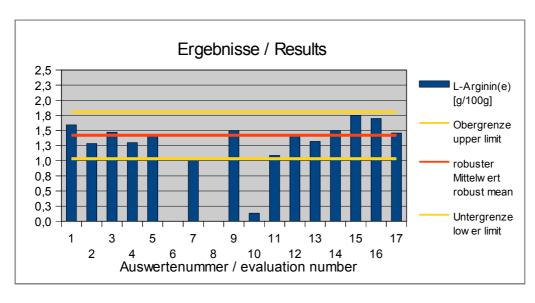


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse L-Arginin / Results L-Arginine

Auswerte- nummer	L-Arginin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	1,60	0,174	0,90	3,2	
2	1 , 29	-0,136	-0,70	-2,5	
3	1,47	0,0525	0,27	1,0	
4	1,30	-0,121	-0,63	-2,2	
5	1,41	-0,0107	-0,056	-0,20	
6					
7	1,00	-0,421	-2,2	-7,8	
8					
9	1 , 50	0,0793	0,41	1,5	
10	0,134				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	1,09	-0,333	-1,7	-6,2	
12	1,42	-0,0007	0,00	-0,01	
13	1,32	-0,101	-0,52	-1,9	
14	1,50	0,0793	0,41	1,5	
15	1 , 75	0,329	1,7	6,1	
16	1,70	0,279	1,4	5,2	
17	1,46	0,0393	0,2	0,7	

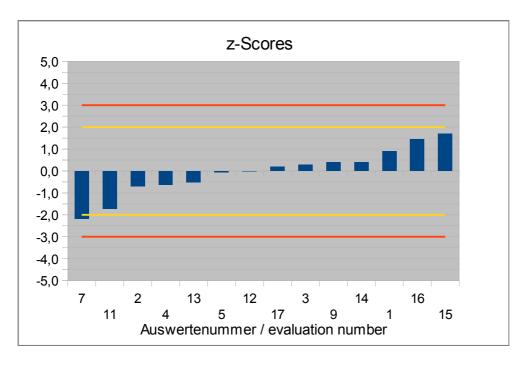


Abb. / Fig. 4: Z-Scores L-Arginin / L-Arginine

4.3 L-Asparaginsäure/L-Aspartic acid in g/100g

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	14
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	3,88
Median	3,82
Robuster Mittelwert (Xpt)	3,86
Robuste Standardabweichung (S*)	0,470
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,204
Variationskoeffizient (VK _r)	5,26%
$Vergleichsstandardabweichung (S_R)$	0,547
Variationskoeffizient (VK _R)	14,1%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{Pt'}$	0,268
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,126
Untere Grenze des Zielbereichs	3
Obere Grenze des Zielbereichs	4
Quotient S*/opt'	1,8
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,157
Quotient U(Xpt)/Opt'	0,59
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	71%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr. 10 und 15 $\,$

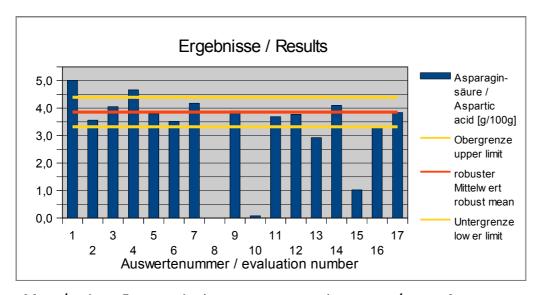


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse L-Assparginsäure / Results L-Aspartic acid

Auswerte- nummer	Asparaginsäure / Aspartic acid	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number	[g/100g]	Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	5,01	1,15	4,3	9,2	
2	3 , 57	-0,291	-1,1	-2,3	
3	4,05	0,197	0,7	1,6	
4	4,66	0,804	3,0	6,4	
5	3 , 79	-0,066	-0,2	-0,5	
6	3,52	-0,336	-1,3	-2,7	
7	4,18	0,324	1,2	2,6	
8					
9	3,90	0,044	0,2	0,3	
10	0,0800				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	3,69	-0,165	-0,6	-1,3	
12	3,78	-0,081	-0,3	-0,6	
13	2,93	-0,926	-3, 5	-7,4	
14	4,10	0,244	0,9	1,9	
15	1,02				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
16	3,30	-0,556	-2,1	-4,4	
17	3,84	-0,016	-0,1	-0,1	

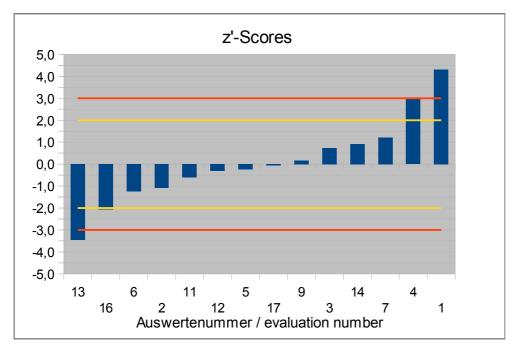


Abb. / Fig. 6: Z'-Scores L-Asparaginsäure / L-Aspartic acid

4.4 L-Cystein/L-Cysteine in g/100g

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	4
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,11
Median	1,30
Robuster Mittelwert (Xpt)	1,11
Robuste Standardabweichung (S*)	0,734
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	
Wiederholstandardabweichung (S_r)	
Variationskoeffizient (VK _r)	
Variationskoeffizient (VK _R)	
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!P} t$	
Zielstandardabweichung (zur	
Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
Quotient S*/opt	
Standardunsicherheit U(Xpt)	
Quotient U(Xpt)/Opt	
Ergebnisse im Zielbereich	
Prozent im Zielbereich	

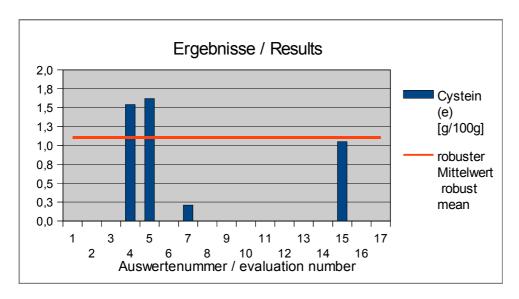


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse L-Cystein / Results L-Cysteine

Auswerte- nummer	Cystein (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1					
2					
3					
4	1 , 54	0,435			
5	1,62	0,515			
6					
7	0,210	-0,895			
8					
9					
10					
11					
12					
13					
14					
15	1,05	-0,055			
16					
17					

4.5 L-Cystin/L-Cystine in g/100q

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	6
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,247
Median	0,199
Robuster Mittelwert (Xpt)	0,216
Robuste Standardabweichung (S*)	0,192
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	
Wiederholstandardabweichung (S_r)	
Variationskoeffizient (VK _r)	
Variationskoeffizient (VK _R)	
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!\scriptscriptstyle \mathcal{P}}$ t	
Zielstandardabweichung (zur	
Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
Quotient S*/opt	
Standardunsicherheit U(Xpt)	
Quotient U(Xpt)/Opt	
Ergebnisse im Zielbereich	
Prozent im Zielbereich	

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr. 16

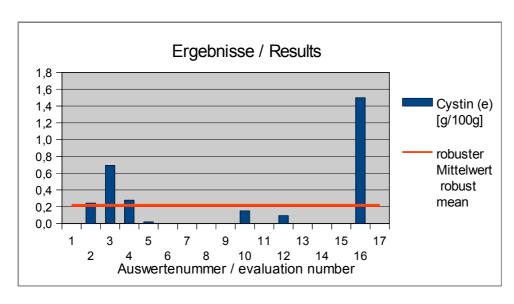


Abb. / Fig. 8: Ergebnisse L-Cystin / Results L-Cystine

Auswerte- nummer Evaluation number	Cystin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1		[9/1009]			
2	0,246	0,030			
3	0,692	0,476			
4	0,280	0,064			
5	0,0200	-0,196			
6					
7					
8					
9					
10	0,152	-0,064			
11					
12	0,0950	-0,121			
13					
14					
15					
16	1,50				Summe Cystein + Cystin Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
17					

4.6 L-Glutaminsäure/L-Glutamic acid in g/100g

	I
Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	14
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,49
Median	1,48
Robuster Mittelwert (Xpt)	1,48
Robuste Standardabweichung (S*)	0,177
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,121
Variationskoeffizient (VK _r)	8,11%
$Vergleichsstandardabweichung (S_R)$	0,199
Variationskoeffizient (VK _R)	13,3%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!\scriptscriptstyle P}$ t	0,0991
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0558
Untere Grenze des Zielbereichs	1
Obere Grenze des Zielbereichs	2
Quotient S*/opt	1,8
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0592
Quotient U(Xpt)/Opt	0,60
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	79%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr. 10

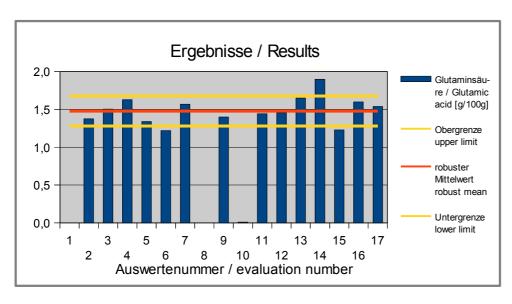


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse L-Glutaminsäure/ Results L-Glutamic acid

Auswerte- nummer	Glutaminsäure / Glutamic acid	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number	[g/100g]	Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1					
2	1,38	-0,104	-1,0	-1,9	
3	1,50	0,0259	0,3	0,5	
4	1,63	0,151	1,5	2,7	
5	1,34	-0,139	-1,4	-2,5	
6	1,22	-0,259	-2,6	-4,6	
7	1,57	0,0914	0,9	1,6	
8					
9	1,40	-0,0786	-0,8	-1,4	
10	0,0100				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	1,44	-0,0367	-0,4	-0,7	
12	1,46	-0,0236	-0,2	-0,4	
13	1,65	0,171	1,7	3,1	
14	1,90	0,421	4,3	7,6	
15	1,23	-0,249	-2, 5	-4,5	
16	1,60	0,121	1,2	2,2	
17	1,54	0,0614	0,6	1,1	

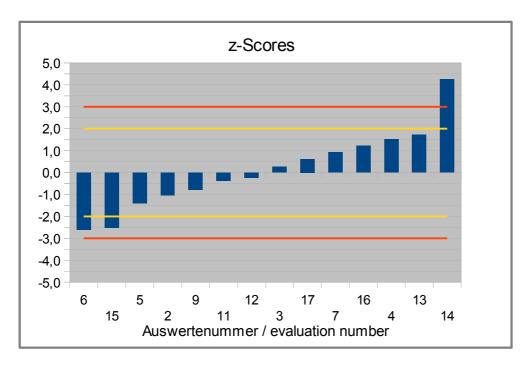


Abb. / Fig. 10: Z-Scores L-Glutaminsäure / L-Glutamic acid

4.7 Glycin/Glycine in g/100g

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	14
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,757
Median	0,754
Robuster Mittelwert (Xpt)	0,755
Robuste Standardabweichung (S*)	0,0863
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,104
Variationskoeffizient (VK _r)	13,7%
	0,109
$Variationskoeffizient (VK_R)$	14,4%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{pt'}$	0,0484
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0315
Untere Grenze des Zielbereichs	0,658
Obere Grenze des Zielbereichs	0,852
Quotient S*/opt'	1,8
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0288
Quotient U(Xpt)/Opt'	0,60
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	71%

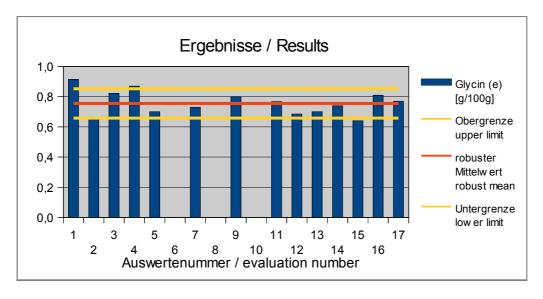


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse Glycin/ Results Glycine

Auswerte- nummer	Glycin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ _{pt})	(Info)	Remark
1	0,915	0,160	3,3	5,1	
2	0,654	-0,102	-2,1	-3,2	
3	0,822	0,067	1,4	2,1	
4	0,870	0,115	2,4	3,6	
5	0,700	-0,055	-1,1	-1,8	
6					
7	0,730	-0,025	-0,5	-0,8	
8					
9	0,800	0,045	0,9	1,4	
10					
11	0,768	0,012	0,3	0,4	
12	0,685	-0,070	-1,5	-2,2	
13	0,700	-0,055	-1,1	-1,8	
14	0,740	-0,015	-0,3	-0,5	
15	0,640	-0,115	-2,4	-3,7	
16	0,810	0,055	1,1	1,7	
17	0,770	0,015	0,3	0,5	

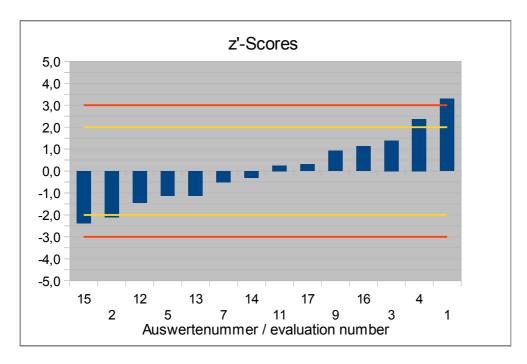


Abb. / Fig. 12: Z'-Scores Glycin / Glycine

4.8 L-Histidin/L-Histidine in g/100q

14
2
1,63
1,80
1,66
0,404
12
0,169
9,82%
0,252
14,7%
0,267
0,174
1 12
1,13
2,19
1 , 5
0,135
0,51
11
79%

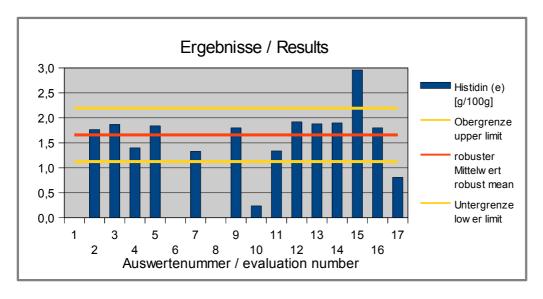


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse L-Histidin/ Results L-Histidine

Auswerte- nummer Evaluation	Histidin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation	z-Score (opt)	z-Score (Info)	Hinweis Remark
number		[g/100g]			
1					
2	1,77	0,106	0,40	0,61	
3	1,87	0,210	0,79	1,2	
4	1,40	-0,259	-1,0	-1,5	
5	1,84	0,181	0,68	1,0	
6					
7	1,33	-0,329	-1,2	-1,9	
8					
9	1,80	0,141	0,53	0,81	
10	0,239	-1,420	-5 , 3	-8,2	Ausreisser / Outlier
11	1,34	-0,322	-1,2	-1,8	
12	1 , 92	0,261	1,0	1,5	
13	1,88	0,221	0,83	1,3	
14	1,90	0,241	0,90	1,4	
15	2,96	1,301	4,9	7,5	Ausreisser / Outlier
16	1,80	0,141	0,53	0,81	
17	0,810	-0,849	-3,2	-4,9	

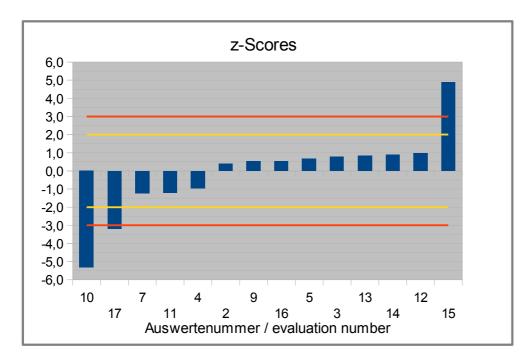


Abb. / Fig. 14: Z-Scores L-Histidin / L-Histidine

4.9 L-Isoleucin/L-Isoleucine in g/100q

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	15
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	3,75
Median	3,83
Robuster Mittelwert (Xpt)	3,76
Robuste Standardabweichung (S*)	0,381
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,133
Variationskoeffizient (VK _r)	3,55%
	0,378
Variationskoeffizient (VK _R)	10,1%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{P^{t'}}$	0,211
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,123
Untere Grenze des Zielbereichs	3,34
Obere Grenze des Zielbereichs	4,18
Quotient S*/opt'	1,8
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,123
Quotient U(Xpt)/Opt'	0,58
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	73%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr. 10

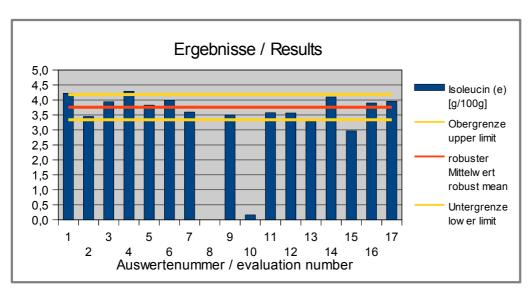


Abb. / Fig. 15: Ergebnisse L-Isoleucin/ Results L-Isoleucine

Auswerte- nummer	Isoleucin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	4,23	0,465	2,2	3,8	
2	3,45	-0,310	-1,5	-2,5	
3	3,94	0,182	0,9	1,5	
4	4,29	0,530	2,5	4,3	
5	3,83	0,070	0,3	0,6	
6	3,99	0,230	1,1	1,9	
7	3,60	-0,160	-0,8	-1,3	
8					
9	3 , 50	-0,260	-1,2	-2,1	
10	0,165				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	3,58	-0,182	-0,9	-1,5	
12	3 , 57	-0,195	-0,9	-1,6	
13	3,28	-0,480	-2,3	-3,9	
14	4,10	0,340	1,6	2,8	
15	2,97	-0,790	-3,7	-6,4	
16	3,90	0,140	0,7	1,1	
17	3,96	0,200	0,9	1,6	

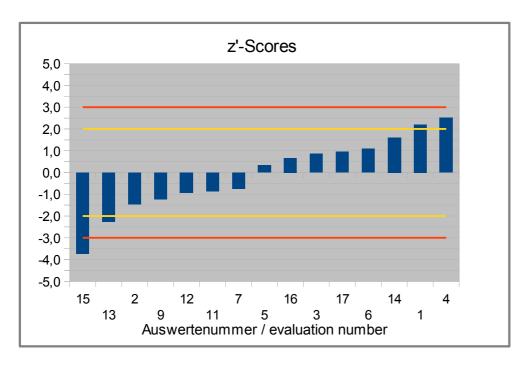


Abb. / Fig. 16: Z'-Scores L-Isoleucin / L-Isoleucine

4.10 L-Leucin/L-Leucine in g/100g

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	15
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	6 , 55
Median	6,58
Robuster Mittelwert (Xpt)	6,56
Robuste Standardabweichung (S*)	0,532
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,206
Variationskoeffizient (VK _r)	3,15%
$Vergleichsstandardabweichung (S_R)$	0,557
Variationskoeffizient (VK _R)	8,52%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!\scriptscriptstyle P} t$	0,283
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,198
Untere Grenze des Zielbereichs	6
Obere Grenze des Zielbereichs	7
Quotient S*/opt	1,9
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,172
Quotient U(Xpt)/Opt	0,61
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

^{*} ohne Teilnehmerergebniss Nr. 10

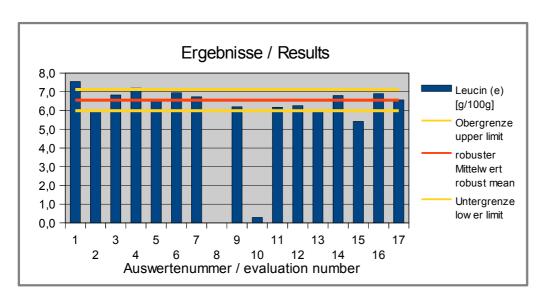


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse L-Leucin/ Results L-Leucine

Auswerte- nummer	Leucin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	7 , 55	0,995	3,51	5,03	
2	5 , 99	-0 , 565	-2,00	-2,86	
3	6,83	0,276	0,97	1,40	
4	7,20	0,645	2,27	3,26	
5	6 , 58	0,025	0,09	0,12	
6	6 , 95	0,395	1,39	2,00	
7	6 , 73	0,175	0,62	0,88	
8					
9	6,20	-0,355	-1, 25	-1,80	
10	0,292				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	6,18	-0,376	-1,33	-1,90	
12	6,26	-0,295	-1,04	-1,50	
13	6,03	-0,525	-1,85	-2,66	
14	6,80	0,245	0,86	1,24	
15	5,42	-1,14	-4,01	-5, 75	
16	6,90	0,345	1,22	1,74	
17	6 , 57	0,015	0,05	0,07	

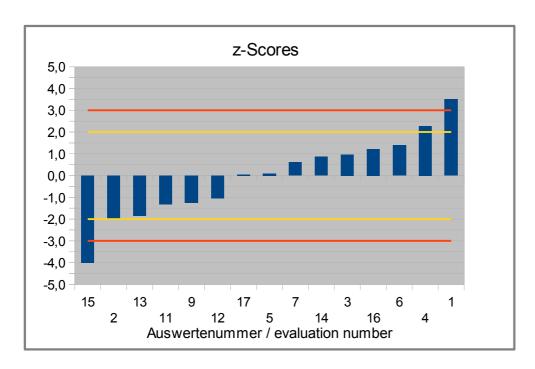


Abb. / Fig. 18: Z-Scores L-Leucin / L-Leucine

4.11 L-Lysin/L-Lysine in q/100q

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	3,94
Median	4,02
Robuster Mittelwert (Xpt)	4,01
Robuste Standardabweichung (S*)	0,435
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,2
Variationskoeffizient (VK _r)	5,26%
	0,4
Variationskoeffizient (VK _R)	10,86%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!P}t$	0,510
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,130
Untere Grenze des Zielbereichs	2,99
Obere Grenze des Zielbereichs	5,03
Quotient S*/opt	0,85
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,136
Quotient U(Xpt)/Opt	0,27
Ergebnisse im Zielbereich	14
Prozent im Zielbereich	88%

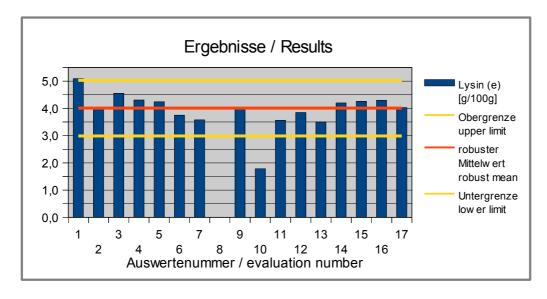


Abb. / Fig. 19: Ergebnisse L-Lysin/ Results L-Lysine

Auswerte- nummer Evaluation number	Lysin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	5,10	1,09	2,1	8,3	
2	4,00	-0,015	0,0	-0,1	
3	4 , 55	0,544	1,1	4,2	
4	4,31	0,300	0,6	2,3	
5	4,24	0,230	0,5	1,8	
6	3 , 75	-0,260	-0,5	-2,0	
7	3 , 58	-0,430	-0,8	-3,3	
8					
9	4,00	-0,010	0,0	-0,1	
10	1,78	-2,23	-4,4	-17,1	Ausreisser / Outlier
11	3 , 57	-0,443	-0,9	-3,4	
12	3 , 85	-0,160	-0,3	-1,2	
13	3 , 50	-0,510	-1,0	-3,9	
14	4,20	0,190	0,4	1,5	
15	4,26	0,250	0,5	1,9	
16	4,30	0,290	0,6	2,2	
17	4,03	0,020	0,0	0,2	

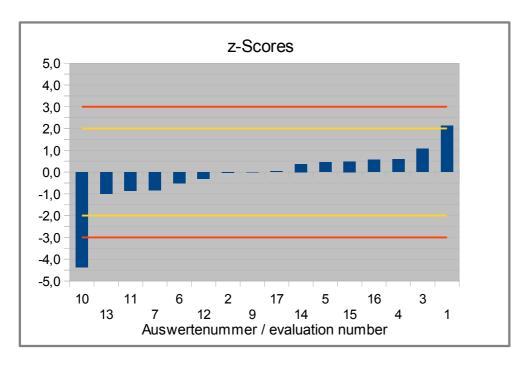


Abb. / Fig. 20: Z-Scores L-Lysin / L-Lysine

4.12 L-Methionin/L-Methionine in g/100g

	T
Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	14
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,18
Median	1,17
Robuster Mittelwert (Xpt)	1,17
Robuste Standardabweichung (S*)	0,108
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0
Variationskoeffizient (VK _r)	3,85%
$Vergleichsstandardabweichung (S_R)$	0,127
Variationskoeffizient (VK _R)	10,9%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!\scriptscriptstyle P}$ t	0,0779
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0458
Untere Grenze des Zielbereichs	1,02
Obere Grenze des Zielbereichs	1,33
Quotient S*/opt	1,4
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0361
Quotient U(Xpt)/Opt	0,46
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	79%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr.10

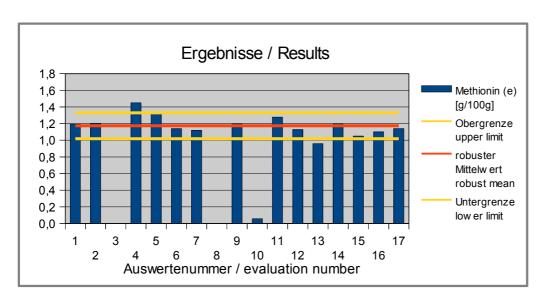


Abb. / Fig. 21: Ergebnisse L-Methionin / Results L-Methionine

Auswerte- nummer	Methionin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	1,20	0,0210	0,3	0,5	
2	1,21	0,0310	0,4	0,7	
3					
4	1,45	0,276	3,5	6,0	
5	1,33	0,156	2,0	3,4	
6	1,14	-0,0340	-0,4	-0,7	
7	1,12	-0,0540	-0,7	-1,2	
8					
9	1,20	0,0260	0,3	0,6	
10	0,0575				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	1,28	0,104	1,3	2,3	
12	1,13	-0,0440	-0,6	-1,0	
13	0,960	-0,214	-2,7	-4,7	
14	1,20	0,0260	0,3	0,6	
15	1,05	-0,124	-1,6	-2,7	
16	1,10	-0,0740	-0,9	-1,6	
17	1,14	-0,0340	-0,4	-0,7	

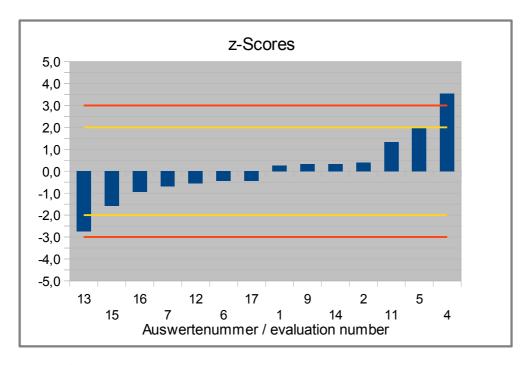


Abb. / Fig. 22: Z-Scores L-Methionin / L-Methionine

4.13 L-Phenylalanin/L-Phenylalanine in g/100g

Kenndaten	
	1.0
Anzahl der Messergebnisse*	16
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	1,93
Median	1,90
Robuster Mittelwert (Xpt)	1,89
Robuste Standardabweichung (S*)	0,157
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0550
Variationskoeffizient (VK _r)	2,96%
	0,113
Variationskoeffizient (VK _R)	6,07%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!\scriptscriptstyle P}$ t	0,114
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0687
Untere Grenze des Zielbereichs	1,66
Obere Grenze des Zielbereichs	2,12
Quotient S*/opt	1,4
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0489
Quotient U(Xpt)/Opt	0,43
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	81%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr.10

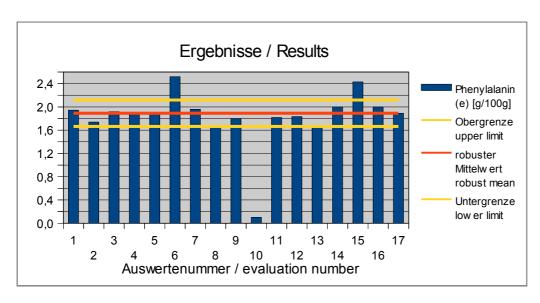


Abb. / Fig. 23: Ergebnisse L-Phenylalanin/ Results L-Phenylalanine

Auswerte- nummer Evaluation	Phenyl- alanin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
number		[g/100g]			- Norman
1	1 , 95	0,0541	0,5	0,8	
2	1,74	-0,151	-1,3	-2,2	
3	1,92	0,0281	0,2	0,4	
4	1,87	-0,0209	-0,2	-0,3	
5	1,90	0,0091	0,1	0,1	
6	2,52	0,629	5 , 5	9,2	Ausreisser / Outlier
7	1,96	0,0691	0,6	1,0	
8	1,67	-0,221	-1,9	-3,2	
9	1,80	-0,0909	-0,8	-1,3	
10	0,102				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	1,82	-0,0727	-0,6	-1,1	
12	1,84	-0,0559	-0,5	-0,8	
13	1,65	-0,241	-2,1	-3, 5	
14	2,00	0,109	1,0	1,6	
15	2,43	0,539	4,7	7,8	Ausreisser / Outlier
16	2,00	0,109	1,0	1,6	
17	1,89	-0,0009	0,0	0,0	

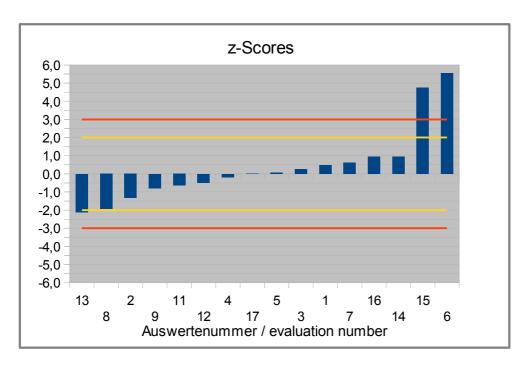


Abb. / Fig. 24: Z-Scores L-Phenylalanin / L-Phenylalanine

4.14 L-Prolin/L-Proline in g/100g

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	2,28
Median	2,22
Robuster Mittelwert (Xpt)	2,23
Robuste Standardabweichung (S*)	0,263
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
$Wiederholstandardabweichung (S_r)$	0,0833
Variationskoeffizient (VK _r)	3,77%
	0,258
Variationskoeffizient (VK _R)	11,7%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!\scriptscriptstyle P}$ t	0,135
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0790
Untere Grenze des Zielbereichs	1,96
Obere Grenze des Zielbereichs	2,50
Quotient S*/opt	2,0
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0848
Quotient U(Xpt)/Opt	0,63
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

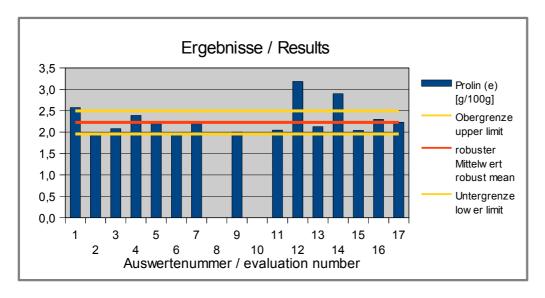


Abb. / Fig. 25: Ergebnisse L-Prolin/ Results L-Proline

Auswerte- nummer	Prolin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ _{pt})	(Info)	Remark
1	2 , 58	0,347	2,6	4,4	
2	1 , 97	-0,258	-1,9	-3,3	
3	2,08	-0,144	-1,1	-1,8	
4	2,39	0,162	1,2	2,1	
5	2,23	0,0021	0,0	0,0	
6	1,96	-0,268	-2,0	-3,4	
7	2,22	-0,0079	-0,1	-0,1	
8					
9	2,00	-0,228	-1,7	-2,9	
10					
11	2,05	-0,181	-1,3	-2,3	
12	3 , 19	0,957	7,1	12,1	Ausreisser / Outlier
13	2,13	-0,0979	-0,7	-1,2	
14	2,90	0,672	5,0	8,5	
15	2,04	-0,188	-1,4	-2,4	
16	2,30	0,0721	0,5	0,9	
17	2,23	0,0021	0,0	0,0	

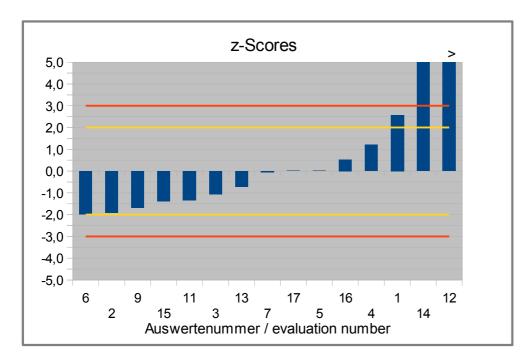


Abb. / Fig. 26: Z-Scores L-Prolin / L-Proline

4.15 L-Serin/L-Serine in g/100g

1 .	
Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	15
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,79
Median	1,82
Robuster Mittelwert (Xpt)	1,80
Robuste Standardabweichung (S*)	0,256
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,205
Variationskoeffizient (VK _r)	11,5%
	0,294
Variationskoeffizient (VK _R)	16,5%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{Pt}	0,157
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,066
Untere Grenze des Zielbereichs	1,49
Obere Grenze des Zielbereichs	2,12
Quotient S*/opt'	1,6
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0826
Quotient U(Xpt)/Opt'	0,53
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	87%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr.10

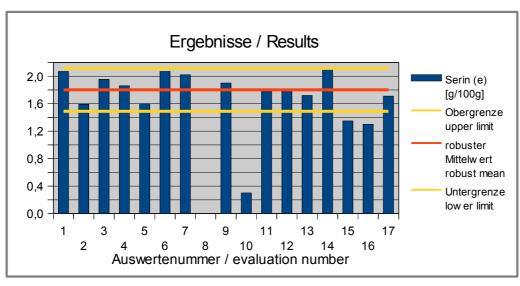


Abb. / Fig. 27: Ergebnisse L-Serin/ Results L-Serine

Auswerte- nummer	Serin (e) [g/100g]	[g/100g]				z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ _{pt})	(Info)	Remark		
1	2,07	0,268	1,7	4,1			
2	1 , 59	-0,212	-1,3	-3,2			
3	1 , 95	0,152	1,0	2,3			
4	1,86	0,0584	0,4	0,9			
5	1,60	-0,202	-1,3	-3,1			
6	2,07	0,268	1,7	4,1			
7	2,02	0,218	1,4	3,3			
8							
9	1,90	0,0984	0,6	1,5			
10	0,300				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded		
11	1,78	-0,0210	-0,1	-0,3			
12	1,82	0,0134	0,1	0,2			
13	1,72	-0,0816	-0,5	-1,2			
14	2,10	0,298	1,9	4,5			
15	1,35	-0,452	-2,9	-6,8			
16	1,30	-0,502	-3,2	-7,6			
17	1,71	-0,0916	-0,6	-1,4			

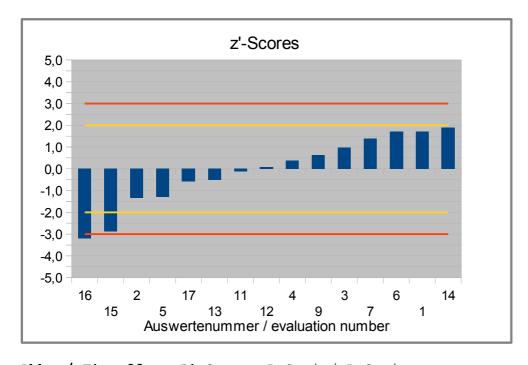


Abb. / Fig. 28: Z'-Scores L-Serin/ L-Serine

4.16 L-Threonin/L-Threonine in q/100q

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	14
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2,77
Median	2,74
Robuster Mittelwert (Xpt)	2,77
Robuste Standardabweichung (S*)	0,236
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0800
Variationskoeffizient (VK _r)	2,89%
$Vergleichsstandardabweichung (S_R)$	0,231
Variationskoeffizient (VK _R)	8,35%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!P} t$	0,165
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0949
Untere Grenze des Zielbereichs	2,44
Obere Grenze des Zielbereichs	3,09
Quotient S*/opt	1,4
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0787
Quotient U(Xpt)/Opt	0,48
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	86%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr.10

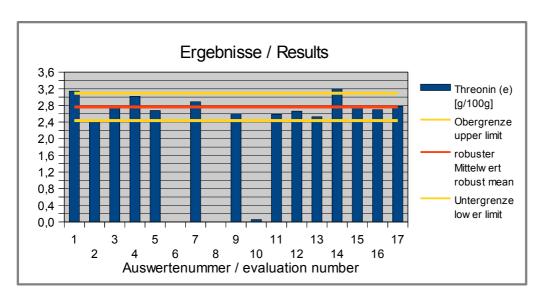


Abb. / Fig. 29: Ergebnisse L-Threonin/ Results L-Threonine

Auswerte- nummer	Threonin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	3,15	0,380	2,3	4,0	
2	2,46	-0,310	-1,9	-3,3	
3	2,77	0,0084	0,1	0,1	
4	3,02	0,255	1,5	2,7	
5	2,68	-0,0851	-0,5	-0,9	
6					
7	2,89	0,125	0,8	1,3	
8					
9	2,60	-0,165	-1,0	-1,7	
10	0,0587				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	2,59	-0,173	-1,1	-1,8	
12	2,67	-0,100	-0,6	-1,1	
13	2,53	-0,235	-1,4	-2,5	
14	3,20	0,435	2,6	4,6	
15	2,79	0,0249	0,2	0,3	
16	2,70	-0,0651	-0,4	-0,7	
17	2,78	0,0149	0,1	0,2	

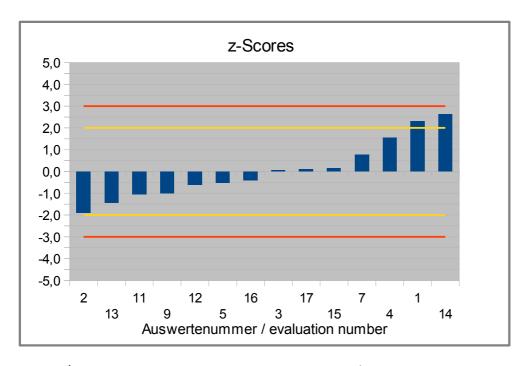


Abb. / Fig. 30: Z-Scores L-Threonin / L-Threonine

4.17 L-Tryptophan in g/100g

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	2,81
Median	2,79
Robuster Mittelwert (Xpt)	2,75
Robuste Standardabweichung (S*)	0,199
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0974
Variationskoeffizient (VK _r)	3,58%
	0,180
Variationskoeffizient (VK _R)	6,61%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!\scriptscriptstyle P}$ t	0,543
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0944
Untere Grenze des Zielbereichs	1,66
Obere Grenze des Zielbereichs	3,83
Quotient S*/opt	0,37
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0690
Quotient U(Xpt)/opt	0,13
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	92%

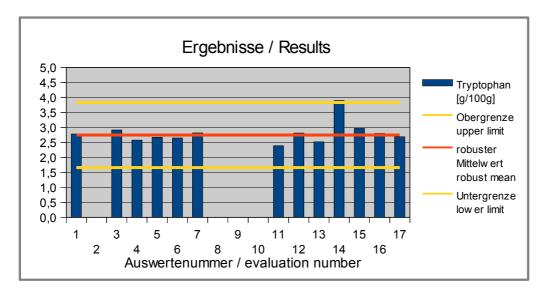


Abb. / Fig. 31: Ergebnisse L-Tryptophan / Results L-Tryptophan

Auswerte- nummer	Tryptophan [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	2 , 79	0,0378	0,1	0,4	
2					
3	2,92	0,172	0,3	1,8	
4	2,58	-0,167	-0,3	-1,8	
5	2,67	-0,0772	-0,1	-0,8	
6	2,65	-0,0972	-0,2	-1,0	
7	2,82	0,0728	0,1	0,8	
8					
9					
10					
11	2,39	-0,356	-0,7	-3,8	
12	2,82	0,0678	0,1	0,7	
13	2,52	-0,227	-0,4	-2,4	
14	3,90	1,15	2,1	12,2	Ausreisser / Outlier
15	2 , 97	0,223	0,4	2,4	
16	2,80	0,0528	0,1	0,6	
17	2,69	-0,0572	-0,1	-0,6	

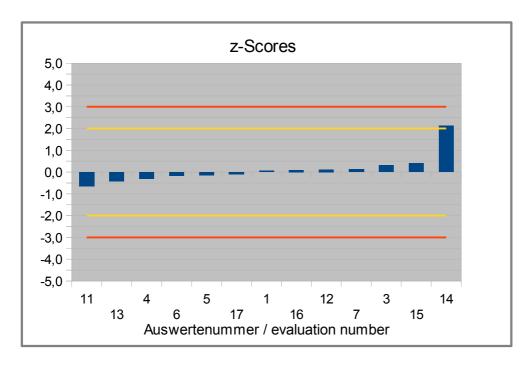


Abb. / Fig. 32: Z-Scores L-Tryptophan

4.18 L-Tyrosin/L-Tyrosine in g/100g

	I
Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	15
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	1,15
Median	1,19
Robuster Mittelwert (Xpt)	1,18
Robuste Standardabweichung (S*)	0,0878
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0422
Variationskoeffizient (VK _r)	3,57%
	0,0709
Variationskoeffizient (VK _R)	5,99%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!P} t$	0,0862
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0459
Untere Grenze des Zielbereichs	1,00
Obere Grenze des Zielbereichs	1,35
Quotient S*/opt	1,0
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,0283
Quotient U(Xpt)/Opt	0,33
Ergebnisse im Zielbereich	14
Prozent im Zielbereich	93%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr.10

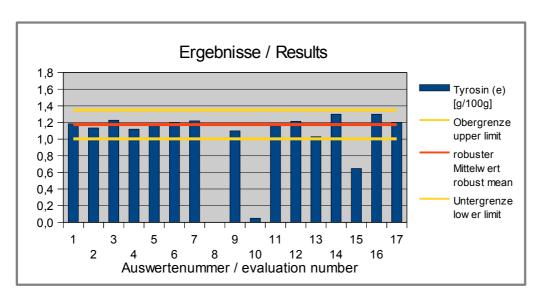


Abb. / Fig. 33: Ergebnisse L-Tyrosin/ Results L-Tyrosine

Auswerte- nummer	Tyrosin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ _{pt})	(Info)	Remark
1	1 , 19	0,0096	0,1	0,2	
2	1,14	-0,0404	-0,5	-0,9	
3	1,23	0,0530	0,6	1,2	
4	1,12	-0,0554	-0,6	-1,2	
5	1,18	0,0046	0,1	0,1	
6	1,20	0,0246	0,3	0,5	
7	1,22	0,0446	0,5	1,0	
8					
9	1,10	-0,0754	-0,9	-1,6	
10	0,0504				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	1,16	-0,0160	-0,2	-0,3	
12	1,22	0,0396	0,5	0,9	
13	1,03	-0,145	-1,7	-3,2	
14	1,30	0,125	1,4	2,7	
15	0,647	-0,528	-6,1	-11,5	Ausreisser / Outlier
16	1,30	0,125	1,4	2,7	
17	1,20	0,0246	0,3	0,5	

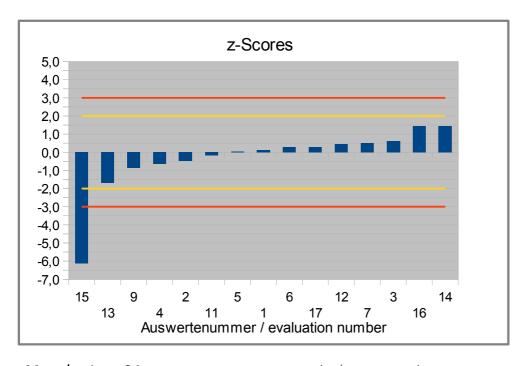


Abb. / Fig. 34: Z-Scores L-Tyrosin/ L-Tyrosine

4.19 L-Valin/L-Valine in q/100q

<u>Vergleichsuntersuchung</u> / <u>Proficiency Test</u>

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse*	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	3,05
Median	2,94
Robuster Mittelwert (Xpt)	3,04
Robuste Standardabweichung (S*)	0,327
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
$Wiederholstandardabweichung (S_r)$	0,134
Variationskoeffizient (VK _r)	4,39%
	0,319
Variationskoeffizient (VK _R)	10,4%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung $\sigma_{\!P}t$	0,186
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,103
Untere Grenze des Zielbereichs	2,67
Obere Grenze des Zielbereichs	3,41
Quotient S*/opt	1,8
Standardunsicherheit U(Xpt)	0,113
Quotient U(Xpt)/Opt	0,61
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	77%

^{*} ohne Teilnehmerergebnis Nr.10

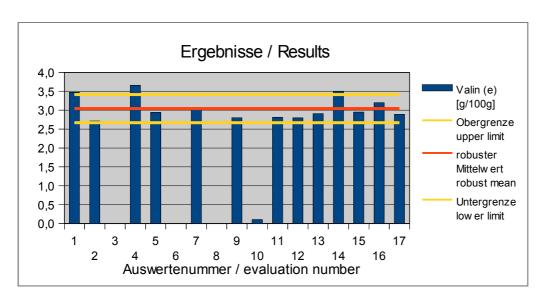


Abb. / Fig. 35: Ergebnisse L-Valin/ Results L-Valine

 $\frac{\text{Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit schriftlicher Genehmigung von DLA-Ahrensburg}{\text{Seite } 57 \text{ von } 100}$

Auswerte- nummer	Valin (e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(o pt)	(Info)	Remark
1	3 , 47	0,428	2,3	4,2	
2	2 , 72	-0,327	-1,8	-3,2	
3					
4	3,66	0,618	3,3	6,0	
5	2,94	-0,102	-0,5	-1,0	
6					
7	3,03	-0,0117	-0,1	-0,1	
8					
9	2,80	-0,242	-1,3	-2,3	
10	0,1080				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
11	2,81	-0,230	-1,2	-2,2	
12	2,80	-0,247	-1,3	-2,4	
13	2,91	-0,132	-0,7	-1,3	
14	3 , 50	0,458	2,5	4,5	
15	2 , 95	-0,092	-0,5	-0,9	
16	3,20	0,158	0,8	1,5	
17	2,89	-0,152	-0,8	-1,5	

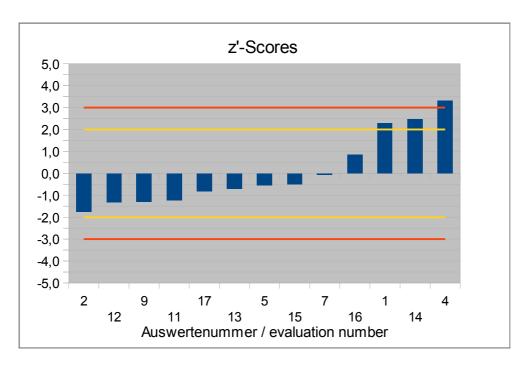


Abb. / Fig. 36: Z'-Scores L-Valin/ L-Valine

5. Dokumentation

 $\underline{\text{Hinweis:}}$ 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

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	2,03	2,8	1,26		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,77	1,73	1,81			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	2,0729	2,1931	1,9528	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,92	1,93	1,91	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,81	1,91	1,71	0,01	nein	nicht bestimmt
	6	g/100g	8	84	25.10.17					nein	
	7	g/100g	21	71	25.10.17	1,86	2,08	1,64		nein	92,6
I Alemin(s)	8	g/100g	14	78							
L-Alanin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	2,1	2	2,2	0,03	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	2,6595	2,9110	2,4080			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,8353	1,7720	1,8984	0,02	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,925	1,76	2,09	<0,01	ja	101,5
	13	g/100g	3	89	10.10.17	1,65	1,65	1,64	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55	14.10.17	2,3	2,2	2,4		nein	-
	15	g/100g	44	48		1,96	1,98	1,93	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,9	2	1,8	0,05	nein	80-120
	17	g/100g	43	49	4.10.	1,92	1,86	1,97		nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	1,595	1,53	1,66		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,285	1,28	1,29			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	1,47321	1,45710	1,48932	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,3	1,24	1,37	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,41	1,42	1,4	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84							
	7	g/100g	21	71		1	1,02	0,99		nein	94,7
	8	g/100g	14	78							
L-Arginin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	1,5	1,5	1,5	0,07	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,1335	0,142	0,125			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,0878	1,1116	1,0640	0,03	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,42	1,4	1,44	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	1,32	1,33	1,31	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		1,5	1,5	1,5			
	15	g/100g	44	48		1,75	1,78	1,72	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,7	1,7	1,7	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	1,46	1,45	1,47			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	5,01	5,36	4,66		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	3,565	3,66	3,47			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	4,05316	4,10548	4,00084	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	4,66	4,38	4,93	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	3,79	3,84	3,74	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		3,52	3,49	3,55	0,03		
	7	g/100g	21	71		4,18	4,12	4,23		nein	91,8
L-Asparag-	8	g/100g	14	78							
insäure / L-	9	g/100g	15	77	01.11.17	3,9	3,9	3,9	0,07	nein	
Aspartic aci	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,079	0,086	0,072			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	3,69083	3,70040	3,68127	0,03	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	3,775	3,85	3,7	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	2,93	2,87	2,98	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		4,1	4,1	4			
	15	g/100g	44	48		1,02	0,93	1,1	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	3,3	3	3,5	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	3,84	3,83	3,84			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17					nein	
	2	g/100g	42	50							
	3	g/100g	22	70	-	NT	NT	NT	-	-	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,54	1,22	1,86	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52		1,62	1,59	1,65	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84							
	7	g/100g	21	71		0,21	0,2	0,21		nein	102,8
	8	g/100g	14	78							
L-Cystein(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	< 0,20	< 0,20	< 0,20	0,07	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	-	-	-			
	11	g/100g	28	64							
	12	g/100g	19	73	23.09.17					ja	
	13	g/100g	3	89							
	14	g/100g	37	55							
	15	g/100g	44	48		1,05	1,11	0,982	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17						
	17	g/100g	43	49	4.10.						

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17					nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	0,2455	0,235	0,26			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	0,69212	0,67815	0,70608	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	0,28	0,3	0,26	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	0,02	0,02	0,02	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84							
	7	g/100g	21	71							
	8	g/100g	14	78							
L-Cystin(e)	9	g/100g	15	77							
	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,1515	0,169	0,134			
	11	g/100g	28	64							
	12	g/100g	19	73	23.09.17	0,1	0,05	0,14	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	<0,1	<0,1	<0,1	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		nb	nb	nb	0,4		
	15	g/100g	44	48					0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,5	1,5	1,4	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.						

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17					nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,375	1,39	1,36			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	1,50451	1,53441	1,47460	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,63	1,59	1,67	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,34	1,36	1,32	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		1,22	1,23	1,2	0,03		
	7	g/100g	21	71		1,57	1,55	1,58		nein	97,1
L-Glutamin-	8	g/100g	14	78							
säure / L- Glutaminc	9	g/100g	15	77	01.11.17	1,4	1,4	1,5	0,07	nein	
acid	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,01165	0,0097	0,0136			
acia	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,44188	1,47947	1,40430	0,07	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,455	1,4	1,51	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	1,65	1,93	1,37	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		1,9	1,9	1,9			
	15	g/100g	44	48		1,23	1,17	1,29	0		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,6	1,7	1,5	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	1,54	1,53	1,55			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	0,915	1	0,83		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	0,6535	0,629	0,678			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	0,82238	0,85379	0,79097	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	0,87	0,7	1,04	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	0,7	0,77	0,63	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84							
	7	g/100g	21	71		0,73	0,8	0,67		nein	93,1
	8	g/100g	14	78							
Glycin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	0,8	0,74	0,85	0,07	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	-	-	-			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	0,7676	0,7817	0,7535	0,02	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	0,685	0,7	0,67	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	0,7	0,65	0,75	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		0,74	0,73	0,75			
	15	g/100g	44	48		0,64	0,58	0,7	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	0,81	0,68	0,94	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	0,77	0,81	0,72			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17					nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,765	1,69	1,84			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	1,86902	1,88642	1,85163	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,4	1,2	1,6	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,84	1,89	1,79	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84							
	7	g/100g	21	71		1,33	1,2	1,46		nein	95,1
	8	g/100g	14	78							
L-Histidin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	1,8	1,9	1,7	0,07	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,2385	0,244	0,233			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,34	1,28	1,4	0,04	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,92	2,07	1,77	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	1,88	1,81	1,94	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		1,9	1,7	2			
	15	g/100g	44	48		2,96	2,86	3,06	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,8	1,6	2	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	0,81	1,86	1,76		•	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	4,225	4,25	4,2		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	3,45	3,48	3,42			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	3,94139	3,99108	3,89171	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	4,29	4,12	4,47	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	3,83	3,84	3,82	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		3,99	3,75	4,22	0,03		
	7	g/100g	21	71		3,6	3,67	3,54		nein	90,4
	8	g/100g	14	78							
L- Isoleucin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	3,5	3,4	3,6	0,03	nein	
isoledeli (e)	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,1645	0,155	0,174			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	3,57755	3,6534	3,5017	0,04	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	3,57	3,61	3,52	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	3,28	3,21	3,35	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		4,1	4,1	4,1			
	15	g/100g	44	48		2,97	2,97	2,97	0		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	3,9	3,9	3,9	0,05	•	
	17	g/100g	43	49	4.10.	3,96	3,83	4,08			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	7,55	7,57	7,53		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	5,99	6,01	5,97			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	6,83159	6,93853	6,72465	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	7,2	7,09	7,31	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	6,58	6,47	6,69	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		6,95	6,95	6,95	0,03		
	7	g/100g	21	71		6,73	6,67	6,79		nein	83,7
	8	g/100g	14	78							
L-Leucin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	6,2	6,1	6,3	0,03	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,292	0,279	0,304			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	6,17938	6,27047	6,0883	0,05	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	6,26	6,32	6,2	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	6,03	6,01	6,04	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		6,8	6,9	6,6			
	15	g/100g	44	48		5,42	5,81	5,02	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	6,9	7,1	6,6	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	6,57	6,45	6,69			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	5,095	5,39	4,8		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	3,995	3,89	4,1			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	4,55332	4,73719	4,36944	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	4,31	4,1	4,53	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	4,24	4,3	4,17	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		3,75	3,66	3,84	0,03		
	7	g/100g	21	71		3,58	3,82	3,35		nein	92,7
	8	g/100g	14	78							
L-Lysin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	4	3,8	4,2	0,05	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	1,782	1,935	1,629			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	3,56617	3,54530	3,58703	0,02	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	3,85	4,05	3,65	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	3,5	3,45	3,55	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		4,2	4,1	4,2			
	15	g/100g	44	48		4,26	4,36	4,16	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	4,3	4,2	4,3	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	4,03	4,05	4			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	1,195	1,22	1,17		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,205	1,21	1,2			
	3	g/100g	22	70	-	NT	NT	NT	-	-	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,45	1,43	1,47	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,33	1,32	1,34	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		1,14	1,18	1,09	0,03		
	7	g/100g	21	71		1,12	1,12	1,11		nein	94,9
	8	g/100g	14	78							
L- Methionin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	1,2	1,1	1,2	0,05	nein	
ivieti iloriii i(e)	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,0575	0,0593	0,0557			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,27752	1,26383	1,2912	0,02	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,13	1,1	1,16	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	0,96	0,97	0,95	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		1,2	1,2	1,2			
	15	g/100g	44	48		1,05	1,03	1,08	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,1	1	1,1	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	1,14	1,07	1,2			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	1,945	1,97	1,92		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,74	1,74	1,74			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	1,91900	1,94783	1,89017	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,87	1,89	1,84	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,9	1,91	1,88	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		2,52	2,55	2,49	0,03		
	7	g/100g	21	71		1,96	1,99	1,93		nein	93,7
I Dhonyd	8	g/100g	14	78	02.11.17	1,67	1,68	1,66	0,0001	nein	80
L-Phenyl- alanin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	1,8	1,8	1,9	0,03	nein	
aiai iii i(e)	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,1015	0,1180	0,0850			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,81815	1,84117	1,79513	0,03	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,835	1,82	1,85	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	1,65	1,62	1,69	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		2	1,9	2			
	15	g/100g	44	48		2,43	2,57	2,28	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	2	2,1	1,9	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	1,89	1,86	1,92			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	2,575	2,56	2,59		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,97	2,01	1,93			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	2,08343	2,13239	2,03447	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	2,39	2,33	2,46	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	2,23	2,21	2,24	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		1,96	1,97	1,95	0,03		
	7	g/100g	21	71		2,22	2,17	2,28		nein	93
	8	g/100g	14	78							
L-Prolin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	2	2	2	0,03	no	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	-	-	-			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	2,04653	2,07937	2,0137	0,06	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	3,185	3,15	3,22	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	2,13	2,16	2,1	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		2,9	2,8	2,9			
	15	g/100g	44	48		2,04	2,2	1,88	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	2,3	2,3	2,2	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	2,23	2,16	2,29			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	2,07	2,29	1,85		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,59	1,38	1,8			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	1,95413	1,92439	1,98387	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,86	1,53	2,2	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,6	1,64	1,56	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		2,07	2,09	2,05	0,03		
	7	g/100g	21	71		2,02	2,18	1,87		nein	90,4
	8	g/100g	14	78							
L-Serin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	1,9	1,9	1,8	0,07	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,3	0,33	0,27			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,78068	1,8945	1,66687	0,03	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,82	1,91	1,72	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	1,72	1,61	1,83	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		2,1	2,1	2,1			
	15	g/100g	44	48		1,35	1,26	1,44	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,3	1,3	1,2	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	1,71	1,9	1,52			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	3,145	3,21	3,08		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	2,455	2,48	2,43			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	2,77351	2,78262	2,76441	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	3,02	2,92	3,12	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	2,68	2,68	2,68	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84							
	7	g/100g	21	71		2,89	2,88	2,9		nein	91,9
	8	g/100g	14	78							
L- Threonin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	2,6	2,6	2,6	0,03	nein	
Trii coriii (c)	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,05865	0,06020	0,05710			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	2,59197	2,6272	2,5567	0,03	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	2,665	2,68	2,65	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	2,53	2,47	2,59	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		3,2	3,1	3,3			
	15	g/100g	44	48		2,79	2,9	2,68	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	2,7	2,7	2,6	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	2,78	2,79	2,77			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	2,79	2,73	2,84		nein	
	2	g/100g	42	50							
	3	g/100g	22	70	03.11.17	2,91873	3,00034	2,83712	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	2,58	2,61	2,55	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	2,67	2,65	2,69	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		2,65	2,62	2,68	0,03		
	7	g/100g	21	71		2,82	2,79	2,85		nein	94
	8	g/100g	14	78							
L- Tryptophan	9	g/100g	15	77							
Пургорпан	10	g/100g	26	66	02.11.17	-	-	-			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	2,39138	2,42680	2,35597	0,09	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	2,815	2,78	2,85	<0,01	ja	101,4
	13	g/100g	3	89	10.10.17	2,52	2,52	2,53	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		3,9	3,5	4,3			
	15	g/100g	44	48		2,97	3	2,93	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	2,8	3	2,6	0,05		
	17	g/100g	43	49	6.10.	2,69	2,71	2,67		nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	1,185	1,17	1,2		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	1,135	1,12	1,15			
	3	g/100g	22	70	03.11.17	1,22837	1,25415	1,20259	0,3	nein	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	1,12	1,07	1,18	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	1,18	1,18	1,18	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84		1,2	1,17	1,23	0,03		
	7	g/100g	21	71		1,22	1,25	1,19		nein	95
	8	g/100g	14	78							
L-Tyrosin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	1,1	1,1	1,2	0,03	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,05035	0,0509	0,0498			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	1,15938	1,17930	1,13947	0,02	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	1,215	1,23	1,2	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	1,03	1,06	1	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		1,3	1,2	1,3			
	15	g/100g	44	48		0,647	0,657	0,636	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	1,3	1,3	1,3	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	1,2	1,19	1,2			

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Proben- Nr. A	Proben- Nr. B	Datum d. Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis A	Bestim- mungsgren- ze	Inkl. WF	Wiederfin- dungsrate [%]
Analyte	Participant	Unit	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result A	LOQ	Incl. RR	Recovery rate [%]
	1	g/100g	6	86	27.10.17	3,47	3,47	3,47		nein	
	2	g/100g	42	50	04.10.17	2,715	2,74	2,69			
	3	g/100g	22	70	-	NT	NT	NT	-	-	-
	4	g/100g	25	67	27.10.17	3,66	3,35	3,97	0,01	nein	
	5	g/100g	40	52	27.10.17	2,94	2,93	2,95	0,01	nein	
	6	g/100g	8	84							
	7	g/100g	21	71		3,03	3	3,06		nein	90,9
	8	g/100g	14	78							
L-Valin(e)	9	g/100g	15	77	01.11.17	2,8	2,8	2,9	0,03	nein	
	10	g/100g	26	66	02.11.17	0,10815	0,1084	0,1079			
	11	g/100g	28	64	01.10.17	2,81217	2,86793	2,75640	0,02	nein	
	12	g/100g	19	73	23.09.17	2,795	2,79	2,8	<0,01	ja	
	13	g/100g	3	89	10.10.17	2,91	2,9	2,93	<0,1	nein	
	14	g/100g	37	55		3,5	3,5	3,5			
	15	g/100g	44	48		2,95	2,97	2,93	0,00001		100
	16	g/100g	11	81	18.10.17	3,2	3,3	3,1	0,05		
	17	g/100g	43	49	4.10.	2,89	2,83	2,94			

5.1.2 Analytische Methoden

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbe- richt / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix		Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1	Waters AccqTag Ultra Derivatisie- rungsmethode			Externe Standard Kalibrierung	nein	nein	
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	Extraktion und Verdünnen	LCMS/MS mit ISTD	div. Referenzsubstanzen /Regelkarten- material	nein	ja	
	5	Die Bestimmung der freien Aminosäuren erfolgte mit einem Aminosäureanalysator (Hausverfahren AS 02).	Proben gemörsert	In Anlehnung an Ph. Eur. 2.2.56, Methode 1, Nachsäulenderivatisierung mit Ninhydrin	amino acid mix solution 79248 (Sigma- Aldrich), Einzelreferenzsubstanzen		ja	
	6	HPAEC-IPAD			externer Standard, AAS 18 Sigma so- wie Einzelsubstanzen		ja	
	7		Einwaage: 125 mg; saure Extraktion mit HCl 0.01 M, inkl. Carrez Klärung. Filtriert und mit dem ACCQ Tag Deriva- tization Kit von Waters derivatisiert.	UPLC mit UV PDA Detektor	1 Punkt Kalibrierung mit Waters Std+IS (Norvalin), Tau, Trp, B-Ala und Om.	ja	nein	
	8							
L-Alanin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11	Bestimmung von freien Aminosäuren mittels HPLC mit Nachsäulenderivatisierung	wässriger Extrakt nach Proteinfällung mit 5-Sulfosalicylsäure-lösung	lonenaustauschchromatogra-phie mit Nachsäulen-derivatisierung (Ninhydrin)	Externer Standard, Einpunkt-Kalibration, Teewurst		ja	
	12	in Lebensmitteln mittels Aminosäure- analysator	Extraktion mit 0,1 M HCl	Nachsäulen-derivatisierung mit Ninhy- drin	internes Referenzmaterial; interne Standard Mehrpunkt-kalibrierung	ja	ja	
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14	Bestimmung freier Aminosäuren mittels Aminosäureanalysator (P 20247 02x)	-	-	interner Standard	-	ja	-
	15	EZ:faast-Kit Phenomenex, LC-MS/MS	saure Extraktion	LC-MS/MS	Mehrpunktkalibrierung, interne Kalibr., hauseigener LST	nein	ja	
	16	HPLC/FLD nach Derivatisierung	Derivatisierung mit AQC		Ext. Kalibr. mit internem Standard	nein	ja	
	17	freie Aminosäuren (analog VO (EG) 152/2009)	0,1 mol/L HCL, bei 40°C im Ultraschall- bad	ca. 0,2 g Einwaage	interner Std., 1-PktKalibrierung; Nahrungs-ergänzungsmittel		ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbe- richt / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Arginin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode		Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte		Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
I Assessa	8							
L-Asparagin- säure / L-As- partic Acid		Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix		Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2							
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5	Freies L-Cystein wurde mit einem Aminosäurenanalysator bestimmt (Hausverfahren AS 11).	Proben gemörsert, Stabilisiert mit Natriumsulfit		Einzelreferenzsubstanz		ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Cystein(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10							
	11							
	12							
	13						ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5	Die Bestimmung der freien Aminosäuren erfolgte mit einem Aminosäureanalysator (Hausverfahren AS 02).	Proben gemörsert		amino acid mix solution 79248 (Sigma- Aldrich), Einzelreferenzsubstanzen		ja	
	6							
	7					ja	nein	
L-Cystin(e)	8							
	9							
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							Summe Cy- stein/Cystin
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbe- richt / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
-	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
L-Glutamin-	8							
säure / L- Glutamic Acid	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
Glycin	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10							
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Histidin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer		Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix		Sonstige Hinweise
Analyte		Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L- Isoleucin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbe- richt / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Leucin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbe- richt / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix		Sonstige Hinweise
Analyte		Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Lysin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L- Methionin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter		Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode		Wiederfindung mit gleicher Matrix		Sonstige Hinweise
Analyte		Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
I. Dhamalala	8	HPLC-MS/MS	ISO 13903	keine	sigma	nein	ja	Probe A ist 14 und B 78
L-Phenylala- nin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter		richt / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode		Wiederfindung mit gleicher Matrix		Sonstige Hinweise
Analyte		Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Prolin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10							
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Serin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
_	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L- Threonin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter			Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix		Sonstige Hinweise
Analyte		Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix		Further Re- marks
	1							
	2							
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Tryptohan	9							
	10							
	11							
	12					ja	ja	
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
		HPLC (analog Nr. 4.11.2 VDLUFA Methodenbuch III, 2. Erg. 1988)			3-PktKalibrierung; Futtermittel		ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode		Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Tyrosin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkr. ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
Analyte	Participant	Method description, like in a analysis report / norm / literature	Notes to sample preparation	Notes to analytical method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accr. ISO/IEC 17025	Further Re- marks
	1							
	2						nein	
	3	-	Wasserextraktion	Derivatisierung, HPLC-DAD/ HPLC-FLD/ HPLC-MS-MS	-	nein	ja	-
	4	SOP M 3123	dto.	dto.	dto.	nein	ja	
	5						ja	
	6							
	7					ja	nein	
	8							
L-Valin(e)	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Handbuch / Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993			Thermo Scientific Aminosäure-Standard H	nein	ja	
	10						ja	mit IC
	11							
	12							
	13	ASU §64 LFGB L49.07-2/ mod.	Einwaage 0,5g	Aminosäurenanalysator	Kalibrierung mittels Internem Standard		ja	
	14							
	15							
	16							
	17							

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest DLA 47-2017

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,06	131	51,8
2	4,99	117	46,9
3	5,02	125	49,8
4	5,06	121	47,8
5	5,06	118	46,6
6	5,04	116	46,0
7	4,96	127	51,2
8	4,99	134	53,7

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	123,6	Partikel
Standardabweichung	7,05	Partikel
χ² (CHI-Quadrat)	2,81	
Wahrscheinlichkeit	90	%
Wiederfindungsrate	117	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	8	
Mittelwert	49,2	mg/kg
Standardabweichung	2,81	mg/kg
rel. Standardabweichung	5,70	%
Horwitz Standardabweichung	8,90	%
HorRat-Wert	0,64	
Wiederfindungsrate	117	%

5.2.3 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:

L-Arginin				
Zielstandardabweichung σ_{P} t	0,193			g/100g
Probennummern	3 - 89			
Anzahl der Proben	28			
Steigung	0,00124			
Trendlinienbereich	1,397	-	1,432	g/100g
Abweichung Trendlinie	1,415	±	0,0174	g/100g
Prozent von opt	9,0	용		

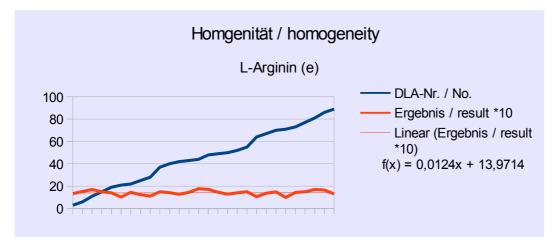
ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3,0|

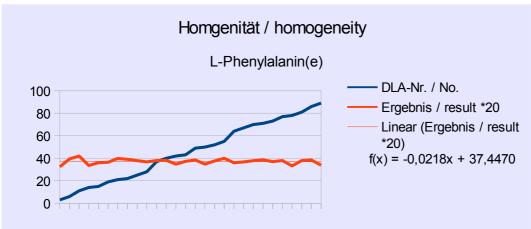
L-Phenylalanin				
Zielstandardabweichung $\sigma_{ extit{ iny pt}}$	0,114			g/100g
Probennummern	3 - 89			
Anzahl der Proben	28			
Steigung	-0,00109			
Trendlinienbereich	1,872	-	1,842	g/100g
Abweichung Trendlinie	1,857	±	0,0153	g/100g
Prozent von σ_{Pt}	13,4	용		

ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3,0|

L-Tyrosin				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0862			g/100g
Probennummern	3 - 89			
Anzahl der Proben	28			
Steigung	0,00054			
Trendlinienbereich	1,176	-	1,191	g/100g
Abweichung Trendlinie	1,184	±	0,00756	g/100g
Prozent von σ_{Pt}	8,8	용		

ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3,0|





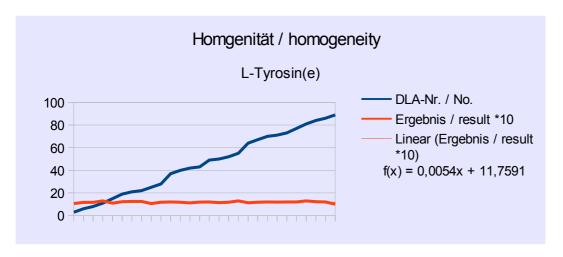


Abb./Fig. 37:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: L-Arginin, L-Phenylalanin und L-Tyrosin (x10, x20 und x10 dargestellt) trend line function sample number vs. results: L-arginine, L-phenylalanine and L-tyrosine (x10, x20 and x10 shown)

5.3 Stabilität

5.3.1 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

Aus der Gegenüberstellung der Messergebnisse der Teilnehmer mit dem zugehörigen Analysendatum lässt sich die Stabilität des LVU-Materials über den Durchführungszeitraum der LVU (von 40 Tagen) anhand der Trendlinien-Funktion charakterisieren:

L-Arginin				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,193			g/100g
Analysenzeitraum	40			Tage
Anzahl Ergebnisse	11			
Steigung	0,0204			
Trendlinienbereich	1,291	-	1,516	g/100g
Abweichung Trendlinie	1,403	±	0,1122	g/100g
Prozent von opt	58,1	용		

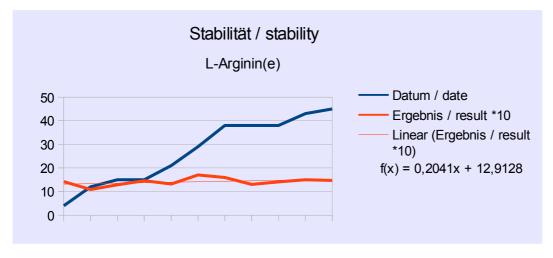
ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3,0|

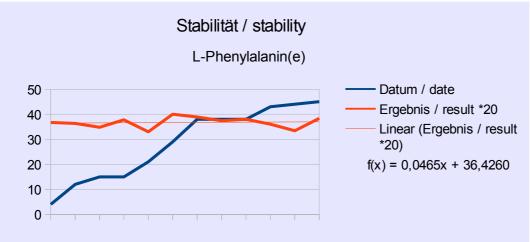
L-Phenylalanin				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,114			g/100g
Analysenzeitraum	40			Tage
Anzahl Ergebnisse	12			
Steigung	0,00230			
Trendlinienbereich	1,821	_	1,849	g/100g
Abweichung Trendlinie	1,835	±	0,0138	g/100g
Prozent von σ _{pt}	12,1	્રે		

ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3,0|

L-Tyrosin				
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0862			g/100g
Analysenzeitraum	40			Tage
Anzahl Ergebnisse	11			
Steigung	-0,00037			
Trendlinienbereich	1,171	_	1,167	g/100g
Abweichung Trendlinie	1,169	±	0,0020	g/100g
Prozent von σ_{Pt}	2,4	90		

ohne Ergebnisse mit z-Scores > |3,0|





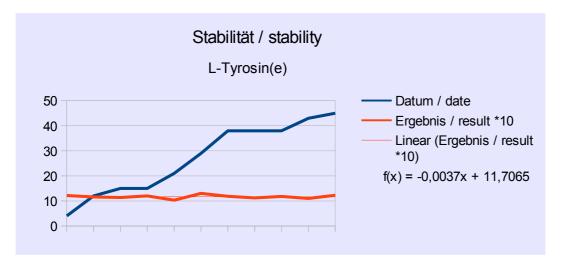


Abb./Fig. 38:

Trendfunktion Analysendatum vs. Ergebnisse: L-Arginin, L-Phenylalanin und L-Tyrosin (x10, x20 und x10 dargestellt) trend line function date of analysis vs. results: L-arginine, L-phenylalanine and L-tyrosine (x10, x20 and x10 shown)

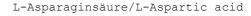
5.4 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

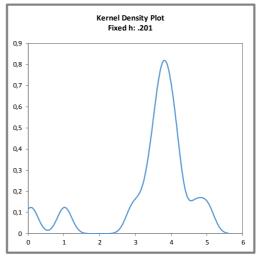
<u>Abbildungen:</u>

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

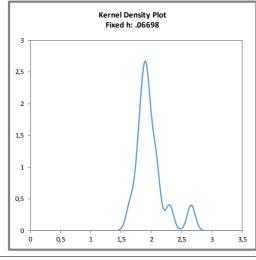
Figures:

Kernel density plots of participants' results (with h = 0,75 x σ_{pt} of Xpt)





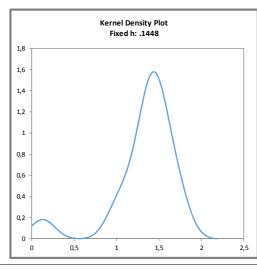
L-Alanin/L-Alanine



L-Cystein/L-Cysteine

<8 Ergebnisse
<8 Results</pre>

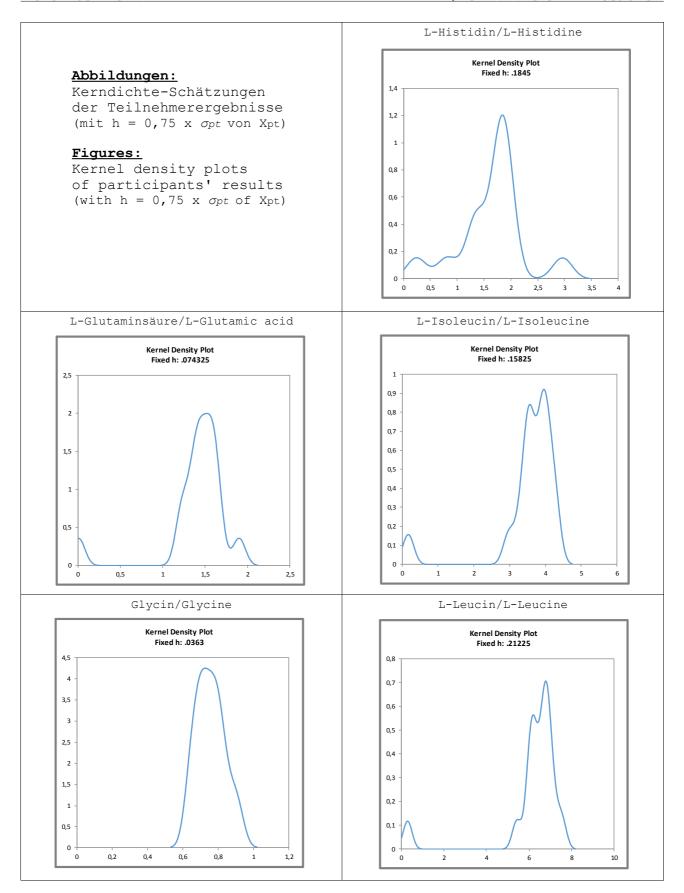
L-Arginin/L-Arginine

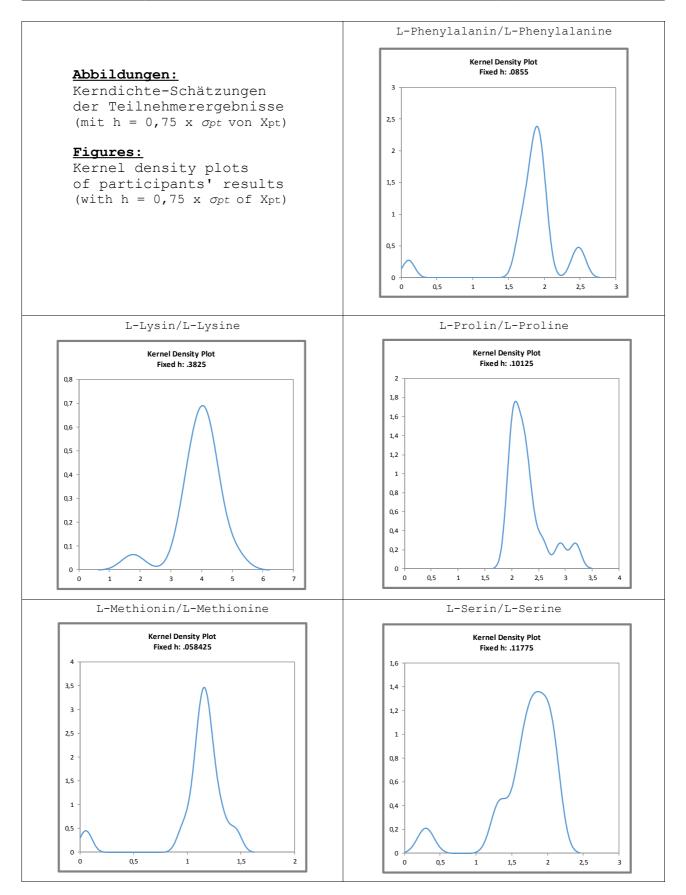


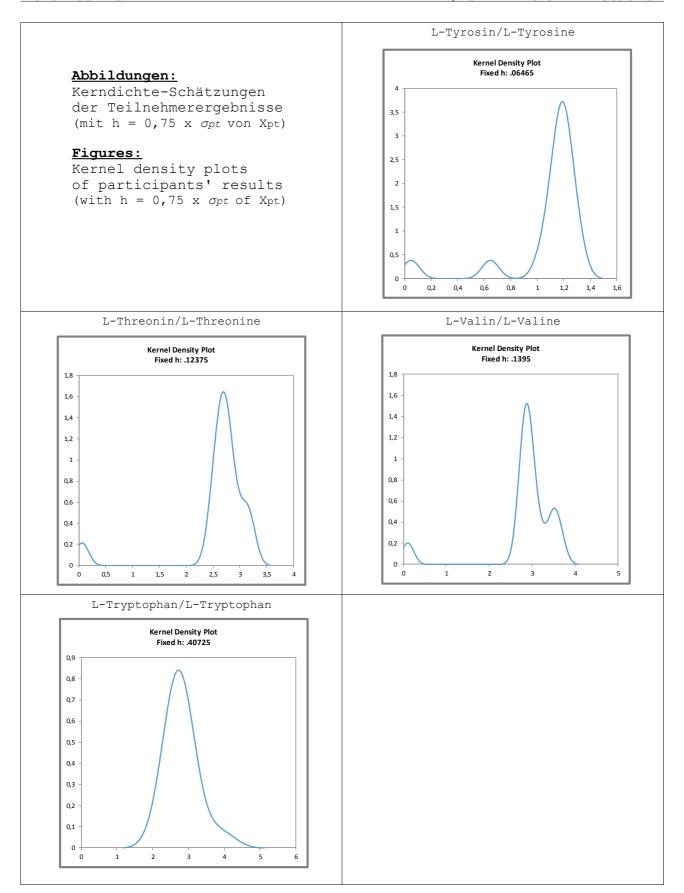
L-Cystin/L-Cystine

<8 Ergebnisse

<8 Results







5.5 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 47-2017	
EP-Name	Freie Aminosäuren in einem Lebensmittel	
Probenmatrix*	Proben A + B: Nahrungsergänzungsmittel Kapselpulver (ohne Kapselhülle) / Zutaten: Freie Aminosäuren (als Zusatzstoffe), Maltodextrin und weitere Zusatzstoffe (Füllstoffe, Trennmittel, Farbstoff Titandioxid); Proteinäquivalentgehalt > 20 %	
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben A + B: je 10 g	
Lagerungsinformation	Proben A + B: gekühlt 2 - 10 °C (trocken und dunkel)	
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)	
Parameter	quantitativ: diverse freie Aminosäuren (s. Ergebnisabgabedatei)	
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt	
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.	
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe A und B sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe A und B), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.	
Einheiten	g/100g	
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2	
Weitere Angaben:	Zur Information ist u.a. anzugeben: - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe A und B - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert	
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de	
Abgabetermin	Spätestens 03. November 2017	
Auswertebericht	Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.	

^{*} Die Kontrolle der Mischungshomogentitä 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
		UNGARN
		Deutschland
		TSCHECHIEN
		Deutschland
		Deutschland
		USA
		Deutschland
		Deutschland
		SCHWEIZ
		SPANIEN
		Deutschland
		INDIEN

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

- 1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- 2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment General requirements for proficiency testing
- 3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
- $4.~\mathrm{ASU}$ §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
- 5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über 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 Ananlytical 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.
- $15. {
 m MTSE}$ SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
- 16. Horwitz Equation as Quality Benchmark in ISO/IEC 17025 Testing Laboratory, Rivera & Rodriguez, Bufete de ingenieros industriales, S.C. (Corrigendum 2014)
- 17.AOAC Official Methods of Analysis: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Appendix F, p. 2, AOAC Int (2016)
- 18.ASU §64 LFGB L 49.07-1 Bestimmung der Aminosäuren in Aminosäurengemischen (1985) [Determination of amino acids in amino acid mixtures]
- 19.ASU §64 LFGB L 49.07-2 Bestimmung der Aminosäuren in diätetischen Lebensmitteln auf Basis von Proteinhydrolysaten (1986) [Determination of amino acids in dietetic foods on the basis of protein hydrolysates]
- 20.ASU §64 LFGB L 49.07-3 Bestimmung des Tryptophangehaltes in diätetischen Lebensmitteln auf Basis von Proteinhydrolysaten (1989) [Determination of tryptophan in dietetic foods on the basis of protein hydrolysates]
- 21. Verordnung 152/2009/EG zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln / Regulation 152/2009/EC laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed

DLA 47/2017 - Freie Aminosäuren

Alle 17 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung der freien Aminosäuren in der Matrix Nahrungsergänzungsmittel (Kapselpulver) erfolgte wahlweise mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz oder nach den Präzisionsdaten der entsprechenden ASU §64 Methode. Für L-Cystein/L-Cystin lagen weniger als 7 Ergebnisse vor, sodass keine Auswertung vorgenommen wurde. Bezüglich der anderen Parameter lagen 71 – 93 % der Ergebnisse der Teilnehmer im jeweiligen Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebericht zu entnehmen.

5 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Großbritannien, Tschechien, Schweiz, Spanien, Ungarn) und je ein Teilnehmer in Indien und USA.