

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 18/2018

Lactose und Fructose

in "lactosefreiem" Lebensmittel - Getreidebreipulver (Kindernahrung)

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-Scharf

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler-Scharf Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 18/2018
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	Abschlussbericht / Final report (28. August 2018) Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Dr. Gerhard Wichmann (QM-Beauftragter / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed G. Wichmann</i> Datum / Date: 28. August 2018
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	Falls im Rahmen der Eignungsprüfung eine Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern durchgeführt wurde, hat DLA diese im Unterauftrag vergeben. In case the analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters was part of the proficiency test, the determinations were subcontracted by DLA.
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben. Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.

Inhalt

1. Einleitung.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	5
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	6
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	10
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen.....	11
3.7 z-Score.....	12
3.8 z'-Score.....	13
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	13
3.10 Quotient S^*/opt	14
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	14
3.12 Wiederfindungsraten: Dotierung.....	14
4. Ergebnisse.....	15
4.1 Fructose.....	16
4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g).....	16
4.1.2 Fructose Probe B (in mg/100g).....	19
4.1.3 Fructose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....	20
4.2 Lactose.....	23
4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B.....	23
4.2.2 Lactose Probe A (in mg/100g).....	24
4.2.3 Lactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....	27
4.2.4 Wiederfindungsraten für Lactose.....	30
4.3 Galactose.....	31
5. Dokumentation.....	32
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	32
5.1.1 Primärdaten.....	32
5.1.2 Analytische Methoden.....	41
5.2 Homogenität.....	50
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	50
5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	51
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	52
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	53

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

Zur Untersuchung wurden zwei verschiedene LVU-Proben mit gleicher Lebensmittelmatrix für den Nachweis und die quantitative Bestimmung von Lactose/Galactose und Fructose im mg/100g-Bereich und eine Dotierungsniveauprobe mit einfacher Matrix zur Verfügung gestellt. Einer der beiden LVU-Proben (dotierte Probe) sowie der Dotierungsniveauprobe wurden die betreffenden EP-Parameter Lactose und Fructose in ähnlichem Konzentrationsbereich zugesetzt. Die Untersuchungsergebnisse der Dotierungsniveauprobe sollen im Vergleich zur dotierten LVU-Probe die Möglichkeit geben, die Bestimmbarkeit ohne und mit Einfluss der Lebensmittelmatrix bzw. -prozessierung zu charakterisieren.

Bei dem Untersuchungsmaterial der Lebensmittelmatrixproben handelt es sich um eine Mischung handelsüblicher Kindernahrungsmittel "Getreide-Brei" ab dem 4. und 6. Monat (gekennzeichnet als milchfrei und glutenfrei). Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1).

Nach Zerkleinern und Sieben mittels Schlagmühle (mesh 1,5 mm) wurde die Grundmischung homogenisiert.

Anschließend wurde die **dotierte Probe A** folgendermaßen hergestellt:

Die Dotierungsmaterialien Lactose und Fructose wurden mittels Zentrifugalmühle gesiebt (mesh 250 µm), dann zu einem Aliquot der Grundmatrix gegeben und die Mischung homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix in 3 weiteren Schritten zugegeben und jeweils homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.

Die **Dotierungsniveauprobe** wurde mit den oben genannten Dotierungsmaterialien unter mehrstufiger Zugabe von Kartoffelpulver (mesh 500 µm) und Homogenisierung hergestellt.

Die Proben A und B wurden zu Portionen von ca. 25 g und die Dotierungsniveauprobe von ca. 15 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Probe A	Probe B	Dotierungs-niveauprobe
Bio-Getreidebrei für Kinder, ab dem 4. bzw. 6. Monat Zutaten: Hirsevollkornmehl (62%), Reismehl (38%), Thiamin Nährwerte pro 100 g: Fett 3,6 g, Kohlenhydrate 79 g, Zucker 0,7 g, Ballaststoffe 3,5 g, Protein 9,9 g, Salz 0,01 g	99,2 g/100g	100 g/100g	-
Kartoffelpulver Zutaten: Kartoffeln, E471, E304, E223, E100	-	-	99,3 g/100g
Lactose*	298 mg/100g	-	288 mg/100g
Fructose*	536 mg/100g	-	458 mg/100g

* Alle Gehalte gemäß gravimetrischer Mischung

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

2.1.1 Homogenität

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 8-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht. Es handelt sich um eine normierte Methode, die Bestandteil des internationalen GMP-Zertifizierungssystems für Futtermittel ist [14]. Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in μm -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von $\geq 5\%$ ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von $\geq 25\%$ mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe A und der Dotierungsmaterialprobe hat eine Wahrscheinlichkeit von 97% bzw. 94% 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 [17]. Es wurden HorRat-Werte von 0,75 bzw. 0,85 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

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

Eine Wasseraktivität (a_w) von $< 0,5$ ist ein wichtiger Faktor um die Stabilität von trockenen und getrockneten Produkten während der Lagerung zu gewährleisten, optimale Bedingung für die Lagerung ist der a_w -Wert-Bereich von $0,15 - 0,3$, in diesem Bereich ist die geringstmögliche Degraderationsrate zu erwarten [16].

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Materialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität (a_w -Wert $< 0,5$) eine gute Haltbarkeit der EP-Proben und Lagerstabilität gegenüber mikrobiellem Verderb und bezüglich des Gehalts an den EP-Parametern.

Der a_w -Wert der EP-Proben lag bei ca. $0,13$ ($23,6^\circ\text{C}$). Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 15. Kalenderwoche 2018 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien A und B sowie eine Dotierungsmaterialprobe verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 25. Mai 2018.

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

*Es handelt sich um **zwei unterschiedliche Proben A und B** mit möglichen Gehalten an den Parametern Lactose/Galactose und Fructose im für die Kennzeichnung (von Lactose) relevanten mg/100g Bereich in der Matrix Kindernahrung (Getreidebreipulver). Eine der beiden Proben sowie die "Dotierungsniveauprobe" wurden mit den Zutaten Lactose und Fructose hergestellt. Die "**Dotierungsniveauprobe**" enthält die Parameter in einfacher Matrix **mit ähnlichen Gehalten**. Die Dotierungsniveauprobe soll wie eine normale Probe untersucht werden.*

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

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

Von 15 Teilnehmern haben 14 Teilnehmer ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben. Ein Teilnehmer hat keine 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 (X_{pti}) vorgenommen.

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

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

3.2 Robuste Standardabweichung

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

3.3 Wiederholstandardabweichung

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

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

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

3.4 Vergleichsstandabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

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

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

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

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik (Algorithmus A) geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, können danach als Ausreißer eingestuft werden [3]. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer i.d.R. nicht von der Auswertung ausgeschlossen, sofern keine anderen Gründe vorliegen (s.o.) [3]. Ermittelte Ausreißer werden im Ergebnisteil nur genannt, wenn sie von der statistischen Auswertung ausgeschlossen wurden.

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

Die Zielstandardabweichung des zugewiesenen Wertes σ_{pt} (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) kann nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt werden.

Sofern ein akzeptabler Quotient S^*/σ_{pt} vorliegt, wird für die Eignungsbeurteilung bevorzugt die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz verwendet, da diese in der Regel für Auswertungen von Laborvergleichsuntersuchungen, bei denen von den Teilnehmern unterschiedliche Analysemethoden eingesetzt werden, geeignet ist. Die Zielstandardabweichung aus der Auswertung von Präzisionsdaten eines Versuchs leitet sich dagegen aus Ringversuchen mit vorgegebener Analysemethode ab.

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde in der vorliegenden LVU für den Parameter Fructose die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.6.1) verwendet und für den Parameter Lactose die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2).

Zusätzlich wurde bei der Auswertung der Dotierungsniveauprobe für beide EP-Parameter die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.8).

Da für Galactose keine quantitativen Ergebnisse vorlagen, wurde keine Bewertung durchgeführt.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

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

Die dort gekennzeichneten resultierenden Zielstandardabweichungen σ_{pt} wurden zur Bewertung der Ergebnisse herangezogen bzw. zur Information zusätzlich bei den Kennzahlen angegebenen.

Tabelle 2: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [18-23]

Parameter	Matrix	Mittelwerte	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Fructose	Zwieback	7,0%	1,59%	2,59%	2,33% ¹	ASU §64 L 48.02.07-1
Lactose	Säuglingsnahrung	28,7%	1,66%	3,33%	3,12%	ASU §64 L 48.02.07-1
Lactose	"lactosefreie" entrahmte Milch	0,13%	20 %	30 %	26,5 %	ASU §64 L 01.00-17
Lactose	"lactosefreie" Milch (3 Proben)	0,0282% 0,0804% 0,1257%	6,74% 1,71% 6,25%	10,9% 3,95% 7,33%	9,76% ¹ 3,76% 5,85% ¹	ASU §64 L 01.00-90
Lactose	Milch	4,55%	0,48%	1,01%	1,01%	ISO 22662
Lactose	Sahne	3,04%	0,66%	4,41%	4,41%	ISO 22662
Lactose	Milchpulver	44,5%	0,30%	2,36%	2,36%	ISO 22662

¹in der Auswertung (s. Abschnitt 4) verwendete oder zur Information angegebene Werte, bei Lactose aus den Mittelwerten der Standardabweichungen berechnet (7,85%)

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 und 3.6.2 unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit (s. 3.8 u. 3.11) als geeignet angesehen.

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

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2013 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [mg/100g]	rob. SD (S*) [mg/100g]	rel. SD (VK _{s*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA-Bericht
Fructose	Kekse	288	119	41,3	(9,0)	DLA 8/2013 (Probe B)
Fructose	Knäcke- brot	657	30,7	4,7	1,1	DLA 8/2014 (Probe B)
Fructose	Kekse	1130	122	10,8	1,7*	DLA 9/2015 (Probe B)
Fructose	Brotback- mischung	880 660	105 187	11,9 28,3	1,6* 2,1*	DLA 14/2016 (Probe B)**
Fructose	Brotback- mischung	999	287	28,7	2,3*	DLA 18/2017 (Probe B)
Fructose	Getreide- breipul- ver	544	41,3	7,6	1,7	DLA 18/2018 (Probe A)
Lactose	Kekse	142	37,1	26,1	(4,9)	DLA 8/2013 (Probe A)
Lactose	Knäcke- brot	269	56,6	21,1	2,5*	DLA 8/2014 (Probe B)
Lactose	Kekse	116	37,3	32,2	2,8*	DLA 9/2015 (Probe B)
Lactose	Brotback- mischung	154	26,7	17,3	1,6*	DLA 14/2016 (Probe B)
Lactose	Brotback- mischung	77,7	10,5	13,5	1,9*	DLA 18/2017 (Probe B)
Lactose	Getreide- breipul- ver	289	29,2	10,1	1,3	DLA 18/2018 (Probe A)

* mit Zielstandardabweichung σ_{pt}

** Angaben für enzymatische (1.Zeile) und andere Methoden (2. Zeile)

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

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

3.8 z'-Score

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss (s. 3.8). Der z'-Score drückt das Verhältnis der Abweichung des Ergebnisses (x_i) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert zur Wurzel aus der Quadratsumme von Zielstandardabweichung (σ_{pt}) und Standardunsicherheit ($U(x_{pt})$) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

3.9 Variationskoeffizient (VK_R)

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

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

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

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit

Jeder zugewiesene Wert ist mit einer Standardunsicherheit behaftet, die von der Analysenmethode, Unterschieden der eingesetzten Analysenmethoden, dem Probenmaterial und der Anzahl der Teilnehmer (P) einer LVU beeinflusst wird. Die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes ($U_{(x_{pt})}$) wird für die vorliegende LVU wie folgt berechnet [3]:

$$u_{(x_{pt})} = 1,25 \times \frac{s^*}{\sqrt{p}}$$

Ist $U_{(x_{pt})} \leq 0,3 \sigma_{pt}$ muss die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes nicht berücksichtigt werden [3]. Ein deutliches Überschreiten des Wertes von 0,3 ist ein Hinweis darauf, dass die Zielstandardabweichung ggf. zu gering für die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes gewählt wurde.

Die Rückführbarkeit des zugewiesenen Wertes wird anhand des Konsenswertes als robuster Mittelwert der Teilnehmerergebnisse gewährleistet.

3.12 Wiederfindungsraten: Dotierung

Für die Ergebnisse von Dotierungsniveauprobe und dotierter Probe werden Wiederfindungsraten in Bezug auf die zugesetzte Menge Lactose von DLA berechnet. Die Bezugswerte ergeben sich aus den unter 2.1 Untersuchungsmaterial in Tabelle 1 angegebenen Gehalten. Als Akzeptanzbereich AB für die Bewertung der Teilnehmerergebnisse wurde in Anlehnung an veröffentlichte Methoden ein Bereich von 85 - 115% für die Wiederfindungsraten festgelegt [18-23].

Für die Lactose-Ergebnisse der Dotierungsniveauprobe und der dotierten Probe wurden anhand der bekannten Zusammensetzung Wiederfindungsraten berechnet und zur Information angegeben. Hierbei erfolgte keine statistische Auswertung. Die angegebenen Wiederfindungsraten dienen ausschließlich einer Einschätzung von Matrix- und/oder Prozessierungseinflüssen.

4. Ergebnisse

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

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

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

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

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

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

4.1 Fructose

4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse *	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	536
Median	540
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	544
Robuste Standardabweichung (S^*)	41,3
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	23,9
Zielstandardabweichung (zur Information)	12,7
Untere Grenze des Zielbereichs	496
Obere Grenze des Zielbereichs	592
Quotient S^*/σ_{pt}	1,7
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	17,2
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	89%

* ohne Ergebnis Nr. 12 (vorab ausgeschlossen)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 48.02.07-1) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich vorangegangener LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

89% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 101 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).

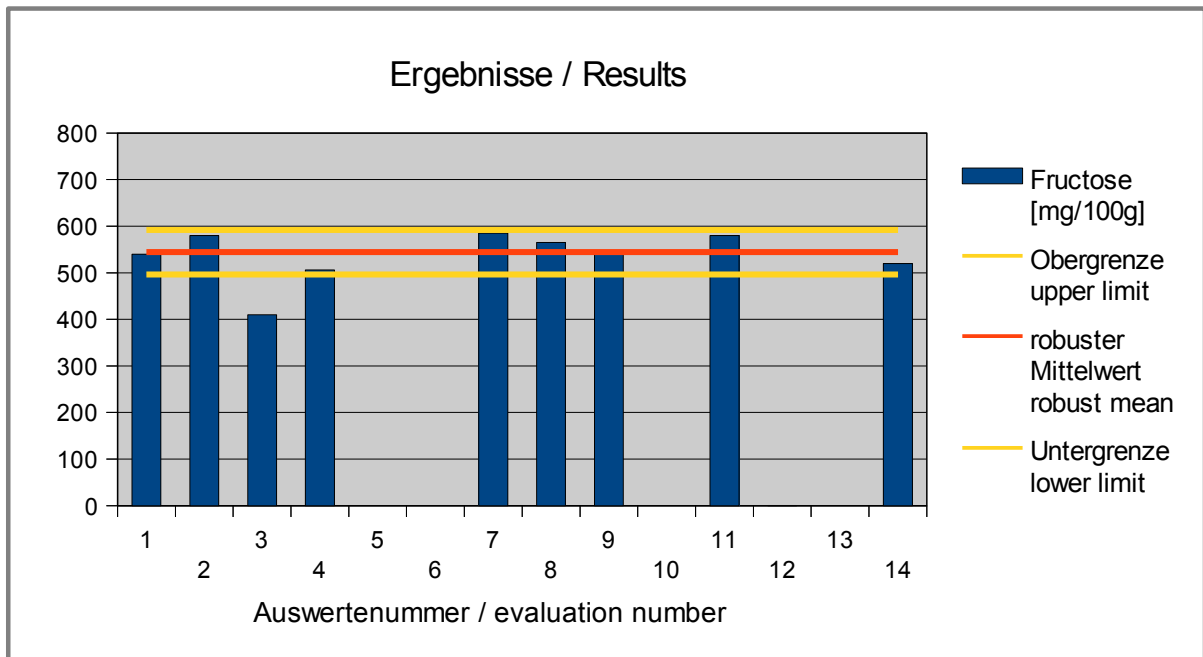


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Fructose / Results Fructose

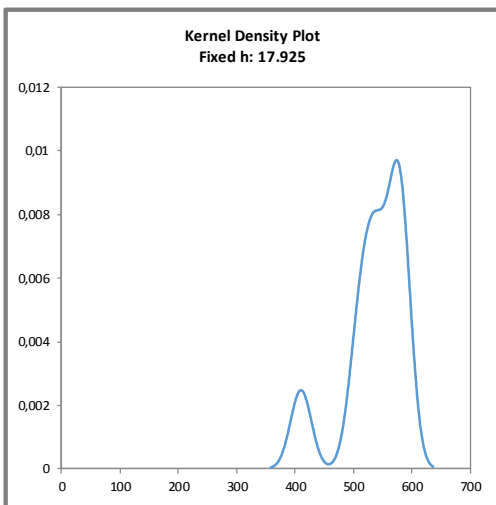


Abb. / Fig. 2:
 Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})
 Kernel density plot of results
 (with $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ of X_{pt})

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer Schulter und einem Nebenpeak bei ca. 400 mg/100g, der auf ein Einzelergebnis außerhalb des Zielbereichs zurück.

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	540	-4	-0,17	-0,33	
2	580	36	1,5	2,8	
3	410	-134	-5,6	-11	
4	506	-38	-1,6	-3,0	
5					
6					
7	585	41	1,7	3,2	
8	565	21	0,87	1,6	
9	539	-5	-0,22	-0,40	
10					
11	580	36	1,5	2,8	
12	0,540				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
13					
14	520	-24	-1,0	-1,9	

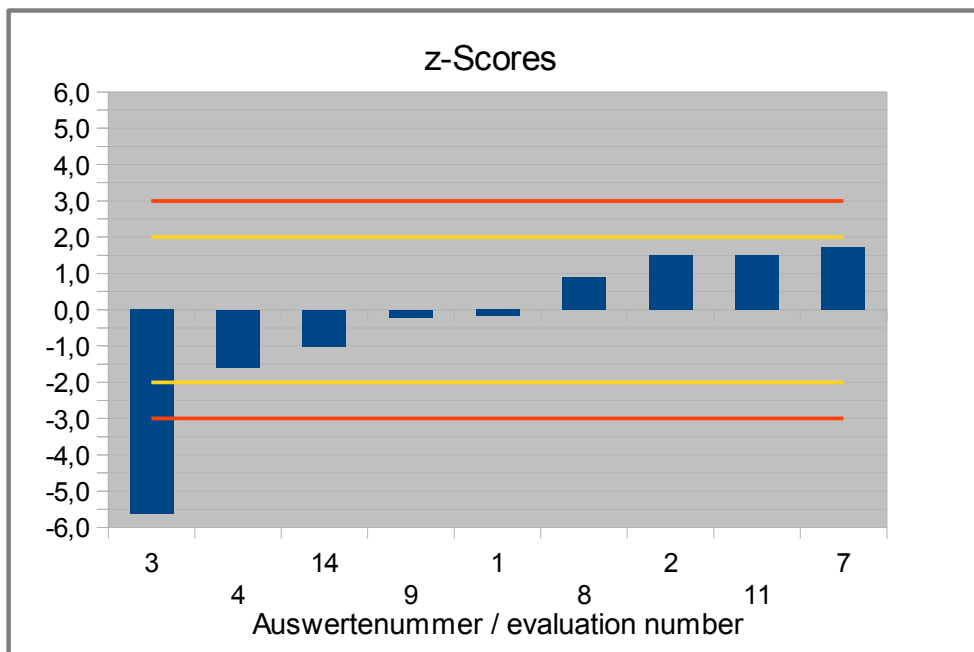


Abb. / Fig. 3: Z-Scores Fructose (Probe A / Sample A)

4.1.2 Fructose Probe B (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

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

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

Auswertenummer	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]			Remark
1	16,0				
2					
3	14,0				
4	<50				
5	-				
6					
7	<BG				
8	<50				
9	<20				
10					
11	n.n.				
12	<0,1				
13					
14	<100				

Anmerkung:

Probe B wurde keine Fructose zugesetzt. Zwei Teilnehmer haben Gehalte von ca. 15 mg/100g in Probe B nachgewiesen.

4.1.3 Fructose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse *	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	451
Median	475
Robuster Mittelwert (x_{pt})	452
Robuste Standardabweichung (S^*)	91,1
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	43,1
Zielstandardabweichung (zur Information)	10,5
Untere Grenze des Zielbereichs	366
Obere Grenze des Zielbereichs	538
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,1
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	37,9
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

* ohne Ergebnis Nr. 12 (vorab ausgeschlossen)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 48.02.07-1) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag bei 2,1. Die robuste Standardabweichung liegt mit 20% höher als Werte von etablierten, genormten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

78% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 98 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).

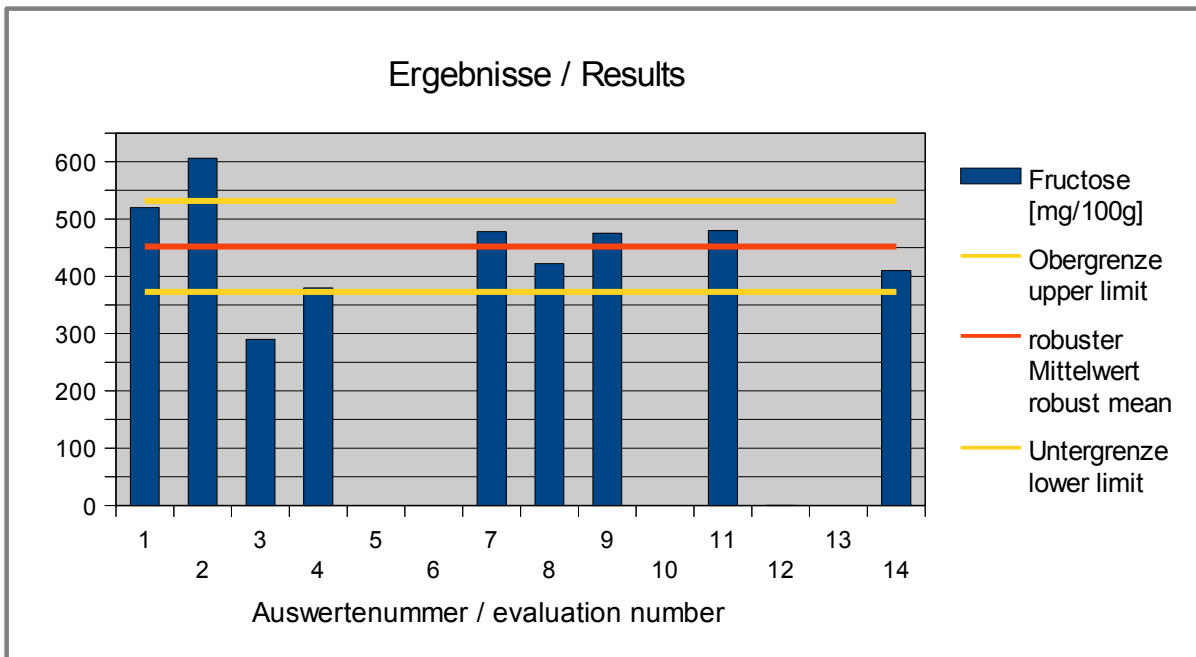


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse Fructose / Results Fructose

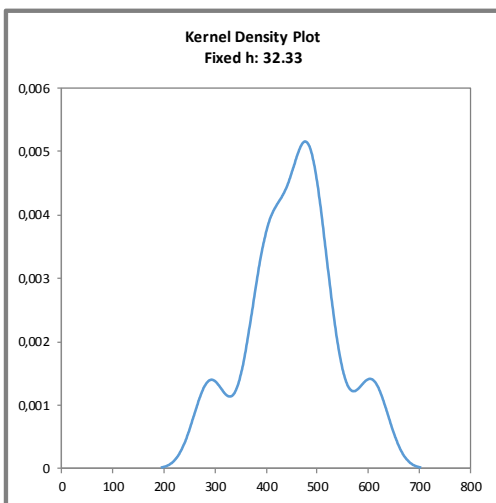


Abb. / Fig. 5:
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit $h = 0,75 \times \sigma_{pt}$ von X_{pt})

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer Schulter und zwei Nebenpeaks von Einzelergebnissen unterhalb bzw. oberhalb des Zielbereichs.

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z'-Score (σ _{opt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]			Remark
1	520	68	1,6	6,4	
2	606	154	3,6	15	
3	290	-162	-3,8	-15	
4	380	-72	-1,7	-6,8	
5					
6					
7	478	26	0,60	2,5	
8	422	-30	-0,70	-2,9	
9	475	23	0,53	2,2	
10					
11	480	28	0,65	2,6	
12	0,42				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
13					
14	410	-42	-1,0	-4,0	

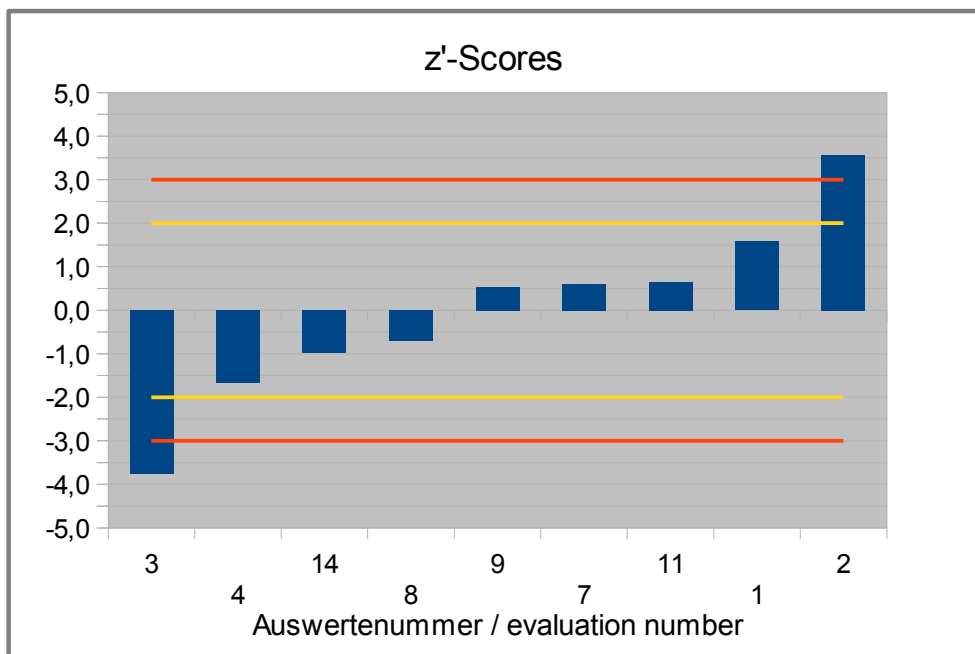


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Fructose (Dotierungsniveauprobe / Spiking Level Sample)

4.2 Lactose

4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Hinweis
	pos/neg	[mg/100g]	pos/neg	[mg/100g]	Übereinstimmungen mit Konsenswerten	
1	positiv	270	positiv	39	1/2 (50%)	
2	positiv	287	negativ		2/2 (100%)	
3	positiv	230	negativ	< NWG	2/2 (100%)	
4	positiv	265	negativ	<50	2/2 (100%)	
5	positiv	291	positiv	15	1/2 (50%)	
6	positiv	300	positiv	< 10	1/2 (50%)	
7	positiv	303	negativ	<BG	2/2 (100%)	
8	positiv	283	negativ	<50	2/2 (100%)	
9	positiv	558	negativ	<20	2/2 (100%)	
10	positiv	455	negativ	<14,5	2/2 (100%)	
11	positiv	285	negativ	n.n.	2/2 (100%)	
12	positiv	0,300	negativ	<0,01	2/2 (100%)	
13	positiv	274	negativ	0	2/2 (100%)	
14	positiv	370	negativ	<5	2/2 (100%)	

	Probe A		Probe B	
Anzahl positiv	14		3	
Anzahl negativ	0		11	
Prozent positiv	100		21	
Prozent negativ	0		79	
Konsenswert	positiv		negativ	

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Konsenswerte stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe A. 3 der 14 Teilnehmer haben für Probe B ein positives Ergebnis, teils unterhalb der Bestimmungsgrenze, angegeben.

4.2.2 Lactose Probe A (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse *	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	301
Median	286
Robuster Mittelwert (X_{pt})	289
Robuste Standardabweichung (S^*)	29,2
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	22,7
Zielstandardabweichung (zur Information)	13,9
Untere Grenze des Zielbereichs	244
Obere Grenze des Zielbereichs	334
Quotient S^*/σ_{pt}	1,3
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	10,5
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	75%

* ohne Ergebnisse Nr. 9 u. 12 (vorab ausgeschlossen)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 01.00-90) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag deutlich unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich der Vorjahres-LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

75% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 97 % vom Zusatzniveau von Lactose zu Probe A (vgl. S. 5).

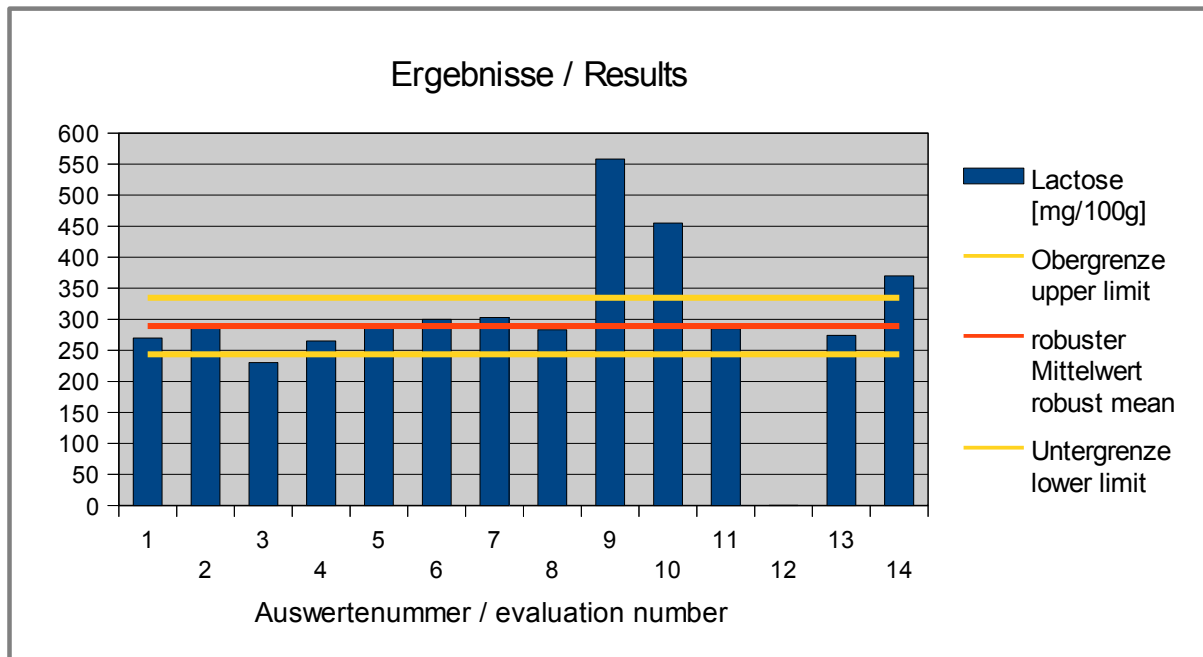


Abb./Fig. 7: Ergebnisse Lactose / Results Lactose

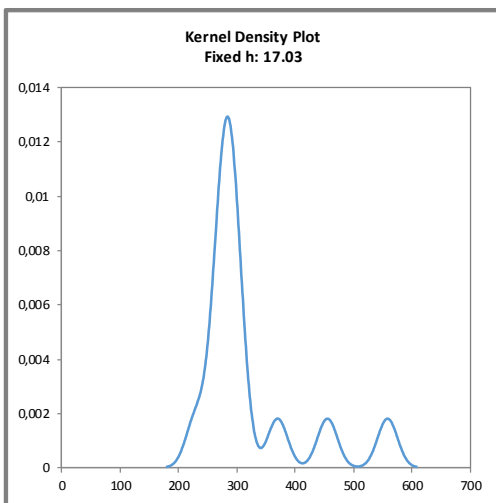


Abb. / Fig. 8:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit drei kleinen Nebenpeaks, die auf drei Einzelergebnisse oberhalb des Zielbereichs zurückgehen.

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

Auswertenummer	Lactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]		(Info)	Remark
1	270	-19	-0,84	-1,4	
2	287	-2	-0,09	-0,15	
3	230	-59	-2,6	-4,2	
4	265	-24	-1,1	-1,7	
5	291	2	0,09	0,14	
6	300	11	0,48	0,78	
7	303	14	0,61	1,0	
8	283	-6	-0,27	-0,44	
9	558				Ausreisser ausgeschlossen
10	455	166	7,3	12	
11	285	-4	-0,18	-0,29	
12	0,300				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
13	274	-15	-0,67	-1,1	
14	370	81	3,6	5,8	

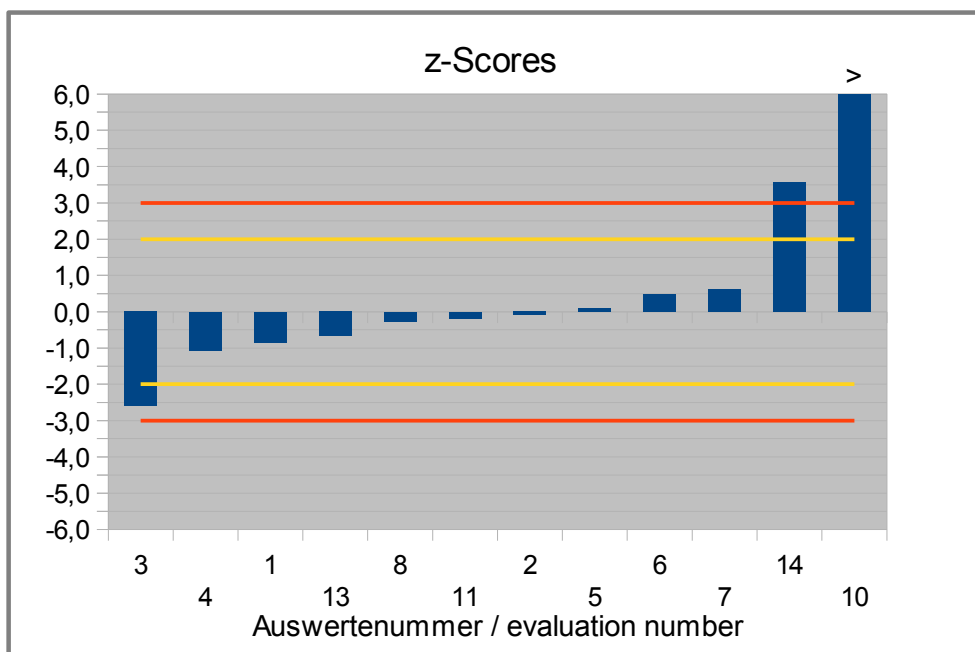


Abb. / Fig. 9: z-Scores Lactose (Probe A / Sample A)

4.2.3 Lactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	281
Median	270
Robuster Mittelwert (X_{pt})	279
Robuste Standardabweichung (S^*)	62,1
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	30,7
Zielstandardabweichung (zur Information)	13,5
Untere Grenze des Zielbereichs	218
Obere Grenze des Zielbereichs	340
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,0
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	21,5
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$	0,70
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	62%

Anmerkungen zu den Kenndaten und Vergleich der Bezugswerte:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 01.00-90) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine erhöhte Variabilität. Es wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z' -Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag bei 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt mit 22% höher als Werte von etablierten, genormten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

62% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 97 % vom Zusatzniveau von Lactose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).

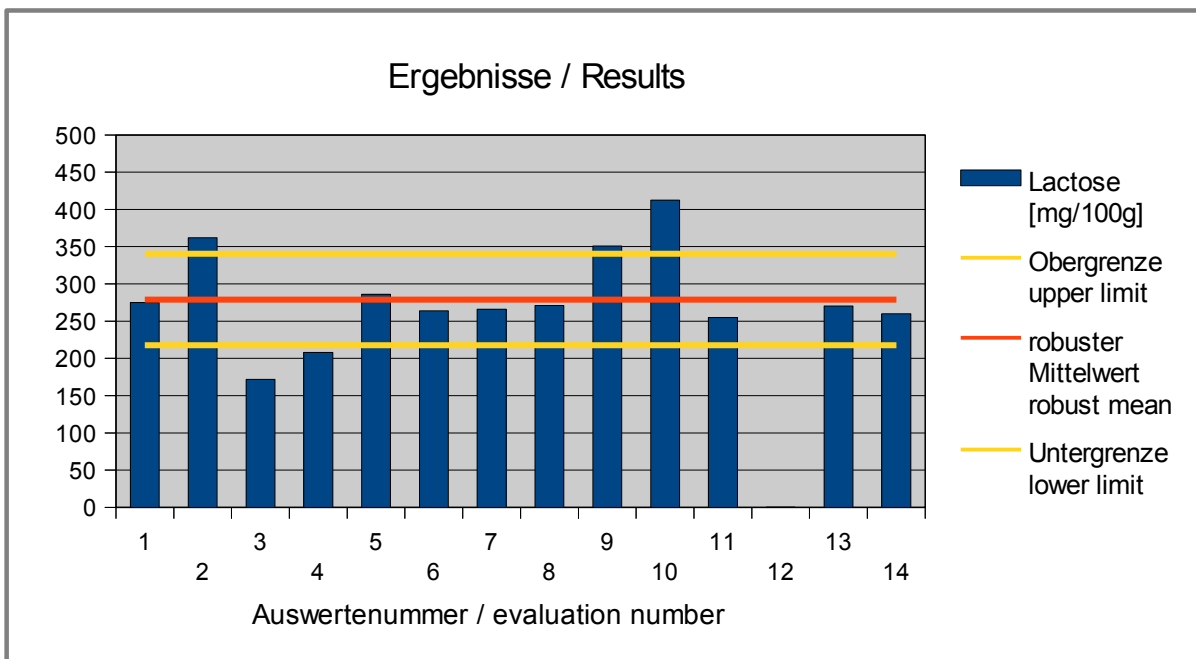


Abb./Fig. 10: Ergebnisse Lactose / Results Lactose

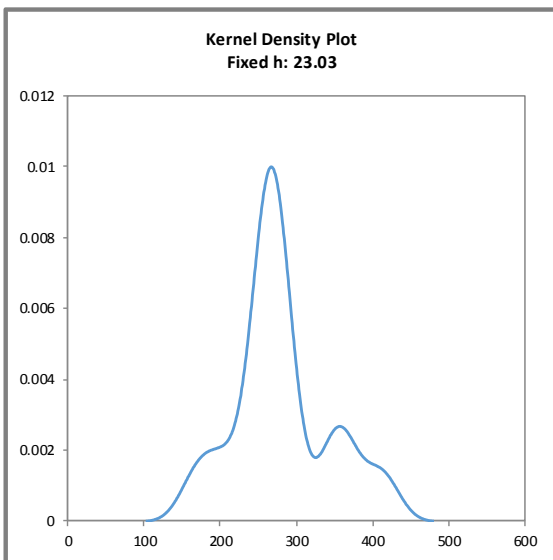


Abb. / Fig. 11:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einem breiten Nebenpeak, der auf drei Ergebnisse oberhalb des Zielbereichs zurückgeht und einer Schulter, die auf zwei Ergebnisse unterhalb des Zielbereichs zurückzuführen ist.

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

Auswertenummer	Lactose [mg/100g]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]			Remark
1	275	-4	-0,13	-0,29	
2	362	83	2,7	6,1	
3	172	-107	-3,5	-7,9	
4	208	-71	-2,3	-5,2	
5	286	7	0,23	0,52	
6	264	-15	-0,49	-1,1	
7	266	-13	-0,42	-1,0	
8	271	-8	-0,26	-0,59	
9	351	72	2,3	5,3	
10	412	133	4,3	9,9	
11	255	-24	-0,78	-1,8	
12	0,275				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
13	270	-9	-0,28	-0,63	
14	260	-19	-0,62	-1,4	

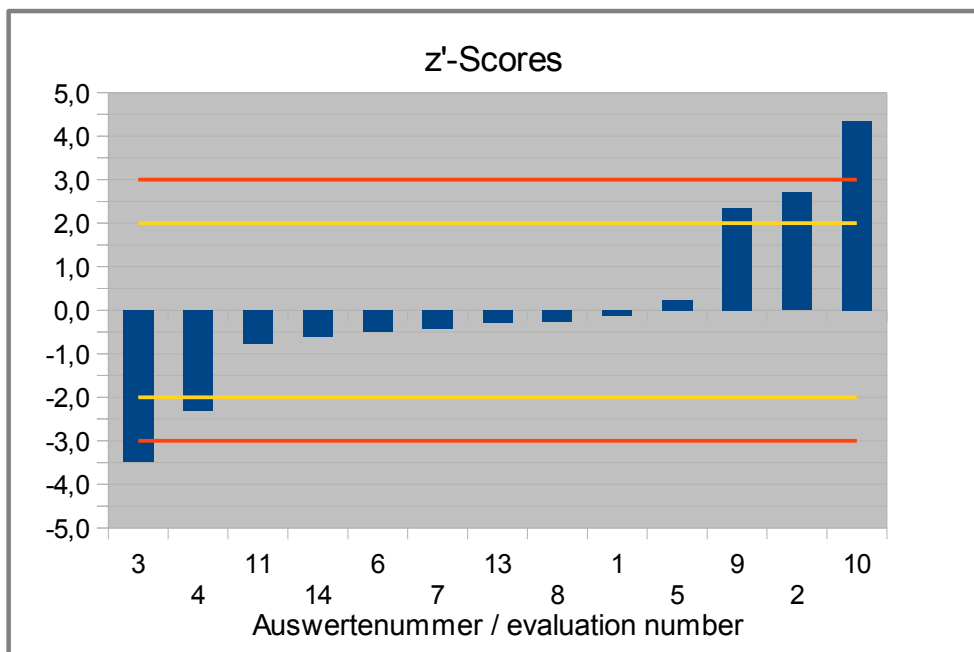


Abb. / Fig. 12: z'-Scores Lactose

4.2.4 Wiederfindungsraten für Lactose

Nachstehend sind die von DLA berechneten Wiederfindungsraten der Teilnehmer-Ergebnisse gegenüber dem Zusatzniveau (Seite 5, Tab. 1) informativ angegeben.

Dotierungsniveauprobe und Probe A

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*	Probe A	Wiederfindungsrate*	Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[mg/kg]	[%]	
1	275	95	270	91	
2	362	126	287	96	
3	172	60	230	77	
4	208	72	265	89	
5	286	99	291	98	
6	264	92	300	101	
7	266	92	303	102	
8	271	94	283	95	
9	351	122	558	187	
10	412	143	455	153	
11	255	89	285	96	
12	0,275	0	0,300	0	
13	270	94	274	92	
14	260	90	370	124	

AB**	85-115 %	AB**	85-115 %
Anzahl im AB	8	Anzahl im AB	9
Prozent im AB	57	Prozent im AB	64

* Wiederfindungsrate 100% Bezugsgröße: Lactosegehalte, s. Seite 5

** Akzeptanzbereich s. 3.12 (S. 15)

Anmerkung:

57% (8) der Teilnehmer haben mit der Dotierungsniveauprobe eine Wiederfindungsrate im Bereich von 85-115% erhalten. Bei der dotierten Lebensmittelmatrix-Probe A lagen 64% (9) der Wiederfindungsraten in diesem Bereich.

4.3 Galactose

Für Galactose wurden keine Ergebnisse oberhalb der Nachweis- oder Bestimmungsgrenzen angegeben (s. Dokumentation).

5. Dokumentation

5.1 Angaben der Teilnehmer

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

5.1.1 Primärdaten

Fructose Probe A

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Fructose	1	mg/100g	30.05.18	540	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g	25.05.18	580	ja		20	nein	
	3	mg/100g	24.05.18	410	ja	10	30	nein	89,3
	4	mg/100g	22.05.	506	ja	50	200	nein	
	5	mg/100g	-	-					
	6	mg/100g							
	7	mg/100g	03.05.	585	ja	10	30	nein	
	8	mg/100g	02.05.18	565	ja	-	50	nein	-
	9	mg/100g	18.05.18	539	ja	20	100	ja	nicht bestimmt
	10	mg/100g							
	11	mg/100g	03.05.18	580			80	nein	102
	12	mg/100g	16.04.18	0,54	ja		0,1		
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	16.04.18	520	ja	100		nein	

Fructose Probe B

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Fructose	1	mg/100g	30.05.18	16	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g	25.05.18	<LC	nein		20		
	3	mg/100g	24.05.18	14	ja	10	30	nein	89,3
	4	mg/100g	22.05.	<50	nein	50	200	nein	
	5	mg/100g	-	-					
	6	mg/100g							
	7	mg/100g	03.05.	<BG	nein	10	30	nein	
	8	mg/100g	02.05.18	<50	nein	-	50	nein	-
	9	mg/100g	18.05.18	<20	nein	20	100	ja	nicht bestimmt
	10	mg/100g							
	11	mg/100g	03.05.18	n.n.	nein		80	nein	107
	12	mg/100g	16.04.18	<0,1	nein		0,1		
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	16.04.18	<100	nein	100		nein	

Fructose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Fructose	1	mg/100g	30.05.18	520	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g	25.05.18	606	ja		20	nein	
	3	mg/100g	24.05.18	290	ja	10	30	nein	89,3
	4	mg/100g	22.05.	380	ja	50	200	nein	
	5	mg/100g	-	-					
	6	mg/100g							
	7	mg/100g	03.05.	478	ja	10	30	nein	
	8	mg/100g	02.05.18	422	ja	-	50	nein	-
	9	mg/100g	18.05.18	475	ja	20	100	ja	nicht bestimmt
	10	mg/100g							
	11	mg/100g	03.05.18	480			80	nein	99
	12	mg/100g	19.04.18	0,42	ja		0,1		
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	16.04.18	410	ja	100		nein	

Lactose Probe A

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Lactose	1	mg/100g	30.05.18	270	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g	25.05.18	287	ja		1	nein	
	3	mg/100g	24.05.18	230	ja	1,4	5	nein	96,1
	4	mg/100g	22.05.	265	ja	50	200	nein	
	5	mg/100g	02.05.18	291	ja	0,6 mg/100g	1,8 mg/100g	nein	101,7
	6	mg/100g	22/05	300	ja	5	25	nein	
	7	mg/100g	03.05.	303	ja	10	30	nein	
	8	mg/100g	02.05.18	283	ja	-	50	nein	-
	9	mg/100g	18.05.18	558	ja	20	100	ja	nicht bestimmt
	10	mg/100g	18.04.18	455,2	ja	14,5	14,5	nein	
	11	mg/100g	03.05.18	285			22	nein	112
	12	mg/100g	16.04.18	0,3	ja		0,01		
	13	mg/100g	26.04.18	273,9	ja		2	ja	99
	14	mg/100g	16.04.18	370	ja	5		nein	

Lactose Probe B

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Lactose	1	mg/100g	30.05.18	39	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g	25.05.18	<LC	nein		1		
	3	mg/100g	24.05.18	< lod	nein	1,4	5	nein	
	4	mg/100g	22.05.	<50	nein	50	200	nein	
	5	mg/100g	02.05.18	15	ja	0,6 mg/100g	1,8 mg/100g	nein	101,24
	6	mg/100g	17/05	< 10	ja	2	10	nein	
	7	mg/100g	03.05.	<BG	nein	10	30	nein	
	8	mg/100g	02.05.18	<50	nein	-	50	nein	-
	9	mg/100g	18.05.18	<20	nein	20	100	ja	nicht bestimmt
	10	mg/100g	18.04.18	<14,5	nein	14,5	14,5	nein	
	11	mg/100g	03.05.18	n.n.	nein		22	nein	106
	12	mg/100g	16.04.18	<0,01	nein		0,01		
	13	mg/100g	26.04.18	0	nein		2	ja	99
	14	mg/100g	16.04.18	<5	nein	5		nein	

Lactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Lactose	1	mg/100g	30.05.18	275	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g	25.05.18	362	ja		1	nein	
	3	mg/100g	24.05.18	172	ja	1,4	5	nein	96,1
	4	mg/100g	22.05.	208	ja	50	200	nein	
	5	mg/100g	02.05.18	286	ja	0,6 mg/100g	1,8 mg/100g	nein	101,24
	6	mg/100g	22/05	264	ja	5	25	nein	
	7	mg/100g	03.05.	266	ja	10	30	nein	
	8	mg/100g	02.05.18	271	ja	-	50	nein	-
	9	mg/100g	18.05.18	351	ja	20	100	ja	nicht bestimmt
	10	mg/100g	18.04.18	412,4	ja	14,5	14,5	nein	
	11	mg/100g	03.05.18	255			22	nein	112
	12	mg/100g	11.05.18	0,275	ja		0,01		
	13	mg/100g	26.04.18	270,4	ja		2	ja	99
	14	mg/100g	16.04.18	260	ja	5		nein	

Galactose Probe A

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Galactose	1	mg/100g	30.05.18	<10	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g							
	3	mg/100g							
	4	mg/100g							
	5	mg/100g	-	-					101,24
	6	mg/100g	22/05	< 25	ja	5	25	nein	
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	02.05.18	<50	nein	-	50	nein	-
	9	mg/100g							
	10	mg/100g							
	11	mg/100g	03.05.18	n.n.	nein		40	nein	
	12	mg/100g	16.04.18	<0,01	nein		0,01		
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	16.04.18	<100	nein	100		ja	100

Galactose Probe B

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Galactose	1	mg/100g	30.05.18	<10	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g							
	3	mg/100g							
	4	mg/100g							
	5	mg/100g	-	-					
	6	mg/100g	17/05	< 10	ja	2	10	nein	
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	02.05.18	<50	nein	-	50	nein	-
	9	mg/100g							
	10	mg/100g							
	11	mg/100g	03.05.18	n.n.	nein		40	nein	
	12	mg/100g	16.04.18	<0,01	nein		0,01		
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	16.04.18	<100	nein	100		nein	

Galactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teiln.	Einheit	Datum der Analyse	Ergebnis	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Galactose	1	mg/100g	30.05.18	<10	ja	5	10	nein	-
	2	mg/100g							
	3	mg/100g							
	4	mg/100g							
	5	mg/100g	-	-					
	6	mg/100g	22/05	< 25	ja	5	25	nein	
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	02.05.18	<50	nein	-	50	nein	-
	9	mg/100g							
	10	mg/100g							
	11	mg/100g	03.05.18	n.n.	nein		40	nein	
	12	mg/100g	16.04.18	<0,01	nein		0,01		
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	16.04.18	<100	nein	100		nein	

5.1.2 Analytische Methoden

Fructose Probe A

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Re- ferenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Ma- trix	Methode akkre- ditiert	Sonstige Hin- weise	
Probe A						ja / nein	ja / nein		
Fructose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2	HPLC/MS-MS				nein	nein		
	3	MP.0002.R1.2018	Wasser Extraktion	IC-PAD	D-(-)-Fructose Sigma	nein	ja		
	4	HPLC/ELSD	Extraktion mit Wasser						
	5								
	6								
	7	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r- biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 525 mg/100g
	8	HPAE-PAD - internal method PNTA0179				Externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9	ISO 22662			ELSD Detektion		nein	ja	Wiederfindungsk orrektur über internem Standard
	10								
	11	ASU § 64 LFGB L31.00-12, modifiziert, 1997-01	wie oben		enzymatisch, Testsatz r-biopharm	Fructose	ja	ja	
	12	Thermo Fisher Scientificv 984302						ja	
	13								
	14	HPAEC-PAD						nein	

Fructose Probe B

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Re- ferenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Ma- trix	Methode akkre- ditiert	Sonstige Hin- weise	
Probe B									
Fructose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2	HPLC/MS-MS				nein	nein		
	3	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC-PAD	D-(-)-Fructose Sigma	nein	ja		
	4	HPLC/ELSD	Extraktion mit Wasser						
	5								
	6								
	7	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r- biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: n.b.
	8	HPAE-PAD - interne Methode PNTA0179				externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9	ISO 22662			ELSD Detektion		nein	ja	
	10								
	11	ASU § 64 LFGB L31.00-12, modifiziert, 1997-01	wie oben		enzymatisch, Testsatz r- biopharm	Fructose	ja	ja	
	12	Thermo Fisher Scientificv 984302						ja	
	13								
	14	HPAEC-PAD						nein	

Fructose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Re- ferenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Ma- trix	Methode akkre- ditiert	Sonstige Hin- weise	
Dotierungsniveauprobe									
Fructose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2	HPLC/MS-MS				nein	nein		
	3	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC-PAD	D-(-)-Fructose Sigma	nein	ja		
	4	HPLC/ELSD	Extraktion mit Wasser						
	5								
	6								
	7	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r- biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 439 mg/100g
	8	HPAE-PAD - interne Methode PNTA0179				externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9	ISO 22662			ELSD Detektion		nein	ja	Wiederfindungsk orrektur über internem Standard
	10								
	11	ASU § 64 LFGB L31.00-12, modifiziert, 1997-01	wie oben		enzymatisch, Testsatz r-biopharm	Fructose	ja	ja	
	12	Thermo Fisher Scientificv 984302						ja	
	13								
	14	HPAEC-PAD						nein	

Lactose Probe A

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise	
Lactose	Probe A					ja / nein	ja / nein		
	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2	HPLC/MS-MS				nein	nein		
	3	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC-PAD	Lactose Monohydrat Merck	nein	ja		
	4	HPLC/ELSD	Extraktion mit Wasser						
	5	Enzymatische Methode: Boehringer/R-Biopharm Test-Combination kit für die quantitative Bestimmung von Lactose in jeder Lebensmittelmatrix. Die Methode wurde auf Pulvergetränke für Aromen (PBA) validiert und angepasst, um die Quantifizierung von Lactose in lactosefreier Säuglingsnahrung zu ermöglichen	Die gesamte Laborprobe (Originalbehälter) auf Raumtemperatur bringen und durch Mischen homogenisieren. Nehmen Sie den Testportion zur Analyse von der homogenen Probe.		DS81 REF012 interne Referenzprobe	nein	nein		
	6	Enzymatisch	2,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung				nein		
	7	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration		Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 310 mg/100g	
	8	HPAE-PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalibrierkurve und interne RM	nein	nein		
	9	ISO 22662			ELSD Detektion		nein	ja	Wiederfindungskorrektur über internem Standard
	10	Enzymatik	Extraktion mit Wasser	Megazyme Low-lac Kit	Hausmethode			nein	
	11	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	enzymatisch, Testsatz r-biopharm	Lactosemonohydrat	ja	ja		
	12	r Biopharm Test-Combination 10176303035						ja	
	13	HPLC-MS			Wiederfindung mit C13-Lactose als internem Standard berechnet	wasserfreie Lactose (Sigma)	ja	ja	
14	HPAEC-PAD						nein		

Lactose Probe B

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise	
Probe B									
Lactose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2	HPLC/MS-MS				nein	nein		
	3	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC-PAD	Lactosemonohydrat Merck	nein	ja		
	4	HPLC/ELSD	Extraktion mit Wasser						
	5	Enzymatische Methode: Boehringer/R-Biopharm Test-Combination kit für die quantitative Bestimmung von Lactose in jeder Lebensmittelmatrix. Die Methode wurde auf Pulvergetränke für Aromen (PBA) validiert und angepasst, um die Quantifizierung von Lactose in lactosefreier Säuglingsnahrung zu ermöglichen	Die gesamte Laborprobe (Originalbehälter) auf Raumtemperatur bringen und durch Mischen homogenisieren. Nehmen Sie den Testportion zur Analyse von der homogenen Probe.		DS81 REF012 interne Referenzprobe	nein	nein	-	
	6	Enzymatisch	5,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung					nein	
	7	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: n.b.
	8	HPAEC-PAD – interne Methode PNTA0179				Externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9	ISO 22662			ELSD Detektion		nein	ja	
	10	Enzymatik	Extraktion mit Wasser		Megazyme Low-lac Kit	Hausmethode		nein	
	11	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung		enzymatisch, Testsatz r-biopharm	Lactosemonohydrat	ja	ja	
	12	r Biopharm Test-Combination 10176303035						ja	
	13	HPLC-MS			Wiederfindung mit C13-Lactose als internem Standard berechnet	Wasserfreie Lactose (Sigma)	ja	ja	
	14	HPAEC-PAD						nein	

Lactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise	
Dot.probe									
Lactose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2	HPLC/MS-MS				nein	nein		
	3	MP.0002.R1.2018	Extraktion mit Wasser	IC-PAD	Lactosemonohydrat Merck	nein	ja		
	4	HPLC/ELSD	Extraktion mit Wasser						
	5	Enzymatische Methode: Boehringer/R-Biopharm Test-Combination kit für die quantitative Bestimmung von Lactose in jeder Lebensmittelmatrix. Die Methode wurde auf Pulvergetränke für Aromen (PBA) validiert und angepasst, um die Quantifizierung von Lactose in lactosefreier Säuglingsnahrung zu ermöglichen	Die gesamte Laborprobe (Originalbehälter) auf Raumtemperatur bringen und durch Mischen homogenisieren. Nehmen Sie den Testportion zur Analyse von der homogenen Probe.		DS81 REF012 interne Referenzprobe	nein	nein	-	
	6	Enzymatisch	2,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung					nein	
	7	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 291 mg/100g
	8	HPAE-PAD – interne Methode PNTA0179				Externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9	ISO 22662			ELSD Detektion		nein	ja	Wiederfindungskorrektur über internem Standard
	10	Enzymatik	Extraktion mit Wasser	Megazyme Low-lac Kit	Hausmethode			nein	
	11	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	enzymatisch, Testsatz r-biopharm	Lactosemonohydrat	ja	ja		
	12	r Biopharm Test-Combination 10176303035						ja	
	13	HPLC-MS			Wiederfindung mit C13-Lactose als internem Standard berechnet	wasserfreie Lactose (Sigma)	ja	ja	
	14	HPAEC-PAD						nein	

Galactose Probe A

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Re- ferenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Ma- trix	Methode akkre- ditiert	Sonstige Hin- weise	
Probe A						ja / nein	ja / nein		
Galactose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2								
	3								
	4								
	5	Wiederfindungsrate Lactose							
	6	Enzymatisch	2,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez- Fällung				nein		
	7							HPAEC-PAD: n.b.	
	8	HPAE-PAD – interne Methode PNTA0179				Externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9								
	10								
	11	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	wie oben	enzymatisch, Testsatz r-biopharm	Galactose			ja	
	12	r Biopharm Test-Combination 10176303035						ja	
	13								
	14	HPAEC-PAD						nein	

Galactose Probe B

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Re- ferenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Ma- trix	Methode akkre- ditiert	Sonstige Hin- weise
Probe B								
Galactose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja	
	2							
	3							
	4							
	5							
	6	Enzymatisch	5,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez- Fällung				nein	
	7							HPAEC-PAD: n.b.
	8	HPAE-PAD – interne Methode PNTA0179			Externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9							
	10							
	11	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	wie oben	enzymatisch, Testsatz r- biopharm	Galactose		ja	
	12	r Biopharm Test-Combination 10176303035					ja	
	13							
	14	HPAEC-PAD					nein	

Galactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe wie in Prüfbericht/ Norm /Literatur	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung/ Re- ferenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Ma- trix	Methode akkre- ditiert	Sonstige Hin- weise	
Dotierungsniveauprobe									
Galactose	1	HPIEC-PAD	Extraktion mit Wasser				ja		
	2								
	3								
	4								
	5								
	6	Enzymatisch	2,0 g / 100 ml; 70 °C 15 Min., Carrez-Fällung				nein		
	7							HPAEC-PAD: n.b.	
	8	HPAE-PAD – interne Methode PNTA0179				Externe Kalibrierkurve und internes RM	nein	nein	
	9								
	10								
	11	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	wie oben	enzymatisch, Testsatz r-biopharm	Galactose			ja	
	12	r Biopharm Test-Combination 10176303035						ja	
	13								
	14	HPAEC-PAD						nein	

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA 18-2018 Probe A

Gewicht Gesamtprobe	2,83	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	14,9	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,02	35	13,9
2	5,03	39	15,5
3	5,08	44	17,3
4	4,99	42	16,8
5	5,05	42	16,6
6	4,98	42	16,9
7	5,04	46	18,3
8	4,97	40	16,1

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	41,2	Partikel
Standardabweichung	3,24	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	1,78	
Wahrscheinlichkeit	97	%
Wiederfindungsrate	110	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	16,4	mg/kg
Standardabweichung	1,29	mg/kg
rel. Standardabweichung	7,85	%
Horwitz Standardabweichung	10,5	%
HorRat-Wert	0,75	
Wiederfindungsrate	110	%

Microtracer Homogenitätstest

DLA 18-2018 Dotierungsniveauprobe

Gewicht Gesamtprobe	1,80	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	14,7	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	4,99	41	16,4
2	5,04	47	18,7
3	5,03	38	15,1
4	5,05	46	18,2
5	4,97	38	15,3
6	4,96	45	18,1
7	5,05	41	16,2
8	5,02	38	15,1

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	41,7	Partikel
Standardabweichung	3,72	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	2,32	
Wahrscheinlichkeit	94	%
Wiederfindungsrate	113	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	16,7	mg/kg
Standardabweichung	1,48	mg/kg
rel. Standardabweichung	8,91	%
Horwitz Standardabweichung	10,5	%
HorRat-Wert	0,85	
Wiederfindungsrate	113	%

5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 18-2018
EP-Name	Lactose + Fructose in "lactosefreiem" Lebensmittel
Probenmatrix*	Proben A + B: Kindernahrung (Getreidebreipulver) Zutaten: Hirsevollkornmehl, Reismehl, Thiamin sowie Kartoffelpulver, Lactose und Fructose (eine der beiden Proben) Dotierungsniveauprobe: Kartoffelpulver sowie Lactose und Fructose
Probenzahl und Probenmenge	2 unterschiedliche Proben A + B: je 25 g + 1 Dotierungsniveauprobe: 25 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur (Langzeit 2 - 10°C) Dotierungsniveauprobe: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	qualitativ + quantitativ: Lactose (optional: Galactose) + Fructose Proben A + B: Lactose < 500 mg/100g Dotierungsniveauprobe: Lactose < 500 mg/100g
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 für jede Probe A , B und Dotierungsniveauprobe je ein Ergebnis zur Abgabe ermittelt. Die Einzelergebnisse sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen, bei Mehrfachbestimmungen der Mittelwert.
Einheiten	mg/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe A und B - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	spätestens 25. Mai 2018
Auswertebericht	Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Matthias Besler-Scharf

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		ITALIEN
		ITALIEN
		Deutschland
		Deutschland
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		SPANIEN
		Deutschland
		ITALIEN
		GROSSBRITANNIEN
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		ÖSTERREICH
		Deutschland
		SPANIEN

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 - 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 - 196 (2006)
12. AMC Kernel Density - Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. Homogeneity and stability of reference materials; Linsinger et al.; Accred Qual Assur, 6, 20-25 (2001)
17. AOAC Official Methods of Analysis: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Appendix F, p. 2, AOAC Int (2016)
18. ASU §64 LFGB L 01.00-17 (2010) / DIN 10344 : Bestimmung des Lactose- und Galactosegehaltes von Milch und Milchprodukten; Enzymatisches Verfahren / Milk and milk products - Determination of lactose and D-galactose content - Enzymatic method
19. ASU §64 LFGB L 01.00-90 Bestimmung des Lactosegehaltes in lactosereduzierter Milch und lactosereduzierten Milchprodukten in Gegenwart von Glucose; Enzymatisches Verfahren (2014) [Milk and milk products - Determination of lactose in lactose-reduced milk products in the presence of glucose - Enzymatic method]
20. ASU §64 LFGB L 17.00-7 Bestimmung von Lactose in Brot einschließlich

- Kleingebäck aus Brotteigen (1983) [Determination of lactose in bread including small pastries from bread doughs]
21. ASU §64 LFGB L 48.01-4 Bestimmung von Lactose in teiladaptierter Säuglingsnahrung auf Milchbasis (1985) [Determination of lactose in partially-adapted infant milk-based food]
 22. ASU §64 LFGB L 48.02.07-1 Bestimmung von Glucose und Fructose in Kinder-Zwieback und Zwiebackmehl (1985) [Determination of glucose and fructose in children's rusk and rusk flour]
 23. ISO 22662:2012; Milch und Milchprodukte - Bestimmung des Lactosegehalts mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (Referenzverfahren) / Milk and milk products - Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method)

DLA 18/2018 - Lactose und Fructose

14 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung erfolgte hinsichtlich der Parameter Fructose und Lactose. Für Galactose lagen keine quantitativen Ergebnisse vor. Die Ergebnisse wurden quantitativ ausgewertet und für Lactose zusätzlich qualitativ (Proben A und B) sowie eine Bewertung der Wiederfindungsraten für Probe B und die Dotierungsmaterialprobe angegeben. Es lagen 62% bis 89% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

9 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Großbritannien, Österreich, Italien, Spanien, Niederlande).