

Proficiency Tests

**DLA**

food  
cosmetics  
consumer goods  
[www.dla-lvu.de](http://www.dla-lvu.de)

## **Auswertungs-Bericht**

Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 39/2018**

### **Zusatzstoffe:**

### **Zuckeralkohole**

**(E420, E421, E953, E 965, E 966, E967, E968) in pflanzlichem Produkt**

Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR  
Waldemar-Bonsels-Weg 170  
22926 Ahrensburg, Germany

[proficiency-testing@dla-lvu.de](mailto:proficiency-testing@dla-lvu.de)    [www.dla-lvu.de](http://www.dla-lvu.de)

Koordinator der LVU:  
Dr. Gerhard Wichmann

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	<b>DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR</b> Gesellschafter: Dr. Gerhard Wichmann und Dr. Matthias Besler-Scharf  Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany  Tel. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 39/2018
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Gerhard Wichmann
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	Abschlussbericht / Final report (21. Oktober 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: 21. Oktober 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.....	5
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.....	11
3.8 z'-Score.....	12
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	12
3.10 Quotient $S^*/opt$ .....	13
3.11 Standardunsicherheit.....	13
4. Ergebnisse.....	14
4.1 Sorbit (E 420) in g/100g.....	16
4.2 Mannit (E 421) in g/100g.....	19
4.3 Isomalt (E 953) in g/100g.....	22
4.4 Lactit (E 966) in g/100g.....	25
4.5 Xylit (E 967) in g/100g.....	28
4.6 Erythrit (E 968) in g/100g.....	31
4.7 Maltitol (E 965) in g/100g.....	34
5. Dokumentation.....	35
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	35
5.1.1 Primärdaten.....	35
5.1.2 Analytische Methoden.....	41
5.2 Homogenität.....	47
5.2.1 Mischungshomogenität vor dem Abfüllen.....	47
5.4 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP).	
48	
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	49
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	50

## 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

Es handelt sich um ein Puddingpulver „Vanille Geschmack“ (Zutaten: Maisstärke, Kochsalz, natürliches Vanille-Aroma, Farbstoff: Riboflavin, Norbixin), dem Sorbit (E 420/ 3,0%), Mannit (E 421/ 2,0%), Isomalt (E 953/ 3,0%), Lactit (E 966/ 2,0%), Xylit (E 967/ 2,0%) und Erythrit (E 968/3,0%) zugemischt wurden. Der Mischung wurden zusätzlich Microtracer-Eisen-Partikel (FSS-rot lake) zur Homogenitäts-Überprüfung zugegeben.

Ca. 1.000 g des Materials wurden gemischt, gesiebt, homogenisiert und anschließend in Portionen zu ca. 10 Gramm abgepackt. Die Portionen wurden chronologisch nummeriert.

**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 10-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  $\mu\text{m}$ -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von  $\geq 5\%$  ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von  $\geq 25\%$  mit einer exzellenten Mischung [14, 15].

Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 77% 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 0,80 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 Sorbit (E 420) bei 3,1%, für Mannit (E 421) bei 2,3% und für Erythrit (E 968) bei 2,8%. Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU EN etc, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 1) [16-17]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.6).

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  $< 0,6$  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 Degradationsrate zu erwarten [16].

Die Erfahrungen mit diversen DLA-Materialien zeigen bei vergleichbarer Matrix und Wasseraktivität ( $a_w$ -Wert  $< 0,6$ ) 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 0,53 (19,9°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 30. Kalenderwoche 2018 zwei Portionen Untersuchungsmaterial verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 21. September 2018.

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

*Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben Puddingpulver „Vanille Geschmack“, dem die Zuckeralkohole Sorbit (E 420), Mannit (E 421), Isomalt (E 953), Lactit (E 966), Xylit (E 967) und Erythrit (E 968) zugemischt wurden.*

**Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.**

(siehe Dokumentation unter Punkt 5.3 EP-Informationen)

## 2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Von den 13 Teilnehmer haben alle Teilnehmer mindestens ein Ergebnis 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]. Liegen  $< 12$  quantitative Ergebnisse und eine große Differenz zwischen robustem Mittelwert und Median vor, ist ggf. der **Median** als zugewiesener Wert zu verwenden (Kriterium:  $\Delta$  Median - rob. Mittelwert  $> 0,3 \sigma_{pt}$ ) [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 Durchführung der Bewertung wird in der Regel ab 7 Ergebnissen durchgeführt, in begründeten Fällen ist eine Bewertung auch ab 5 Ergebnisse zulässig. Es ist zu beachten, dass die Bedeutung aufgrund der geringen Anzahl von Ergebnissen begrenzt sein kann.

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

#### 3.2 Robuste Standardabweichung

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

#### 3.3 Wiederholstandardabweichung

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

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Wiederholstandardabweichung  $S_r$ , auch als Standardabweichung inner-

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

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

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

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

**Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle Zuckeralkohole außer Erythrit die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) berechnet. Für die Bewertung von Erythrit wurde das allgemeine Modell nach Horwitz herangezogen. Zusätzlich wurde für alle Parameter die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse wurden mittels z'-Score bewertet (s. 3.8). Als zusätzliche Information wurde für alle Zuckeralkohole (außer für Erythrit) die Zielstandardabweichung, berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz, angegeben (s. 3.6.1).**

#### 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  $\sigma_R$  abgeleitet [6]. Später wurde das Modell von Thompson für bestimmte Konzentrationsbereiche modifiziert [10]. Die Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  kann als relative Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  in % des zugewiesenen Wertes verwendet werden und nach untenstehenden Gleichungen berechnet werden [3]. Dabei wird für die Konzentration  $c$  der zugewiesene Wert  $X_{pt}$  eingesetzt.

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

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

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

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

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

Tabelle 1: Relative Wiederholstandardabweichungen ( $RSD_r$ ) und relative Vergleichsstandardabweichungen ( $RSD_R$ ) für Zuckeralkohole gemäß Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$  [16, 17]

Parameter	Matrix	Mittelwert	$RSD_r$	$RSD_R$	opt	Methode/ Literatur
Xylit (E967)*	Kekse	3,03%	1,62%	3,76%	3,58%	HPLC-RI/16
Sorbit (E420)*	Kekse	3,76%	1,52%	3,91%	3,76%	HPLC-RI/16
Sorbit (E420)	Kekse	4,66%	1,65%	2,66%	2,66%	Enzymatisch/17
Mannit (E421)*	Kekse	4,34%	1,24%	3,55%	3,44%	HPLC-RI/16
GPS <sup>1</sup> (E953)	Kekse	13,5%	0,52%	3,41%	3,41%	HPLC-RI/16
GPM <sup>1</sup> (E953)*	Kekse	12,6%	0,66%	4,47%	4,45%	HPLC-RI/16
Lactit (E966)*	Kekse	6,11%	1,82%	7,83%	7,72%	HPLC-RI/16

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

\* Die Präzisionsdaten werden für die Berechnung der Zielstandardabweichung nach ASU herangezogen.

### 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].

### 3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

Der für die Eignungsprüfung gültige z-Score wird in der Auswertung mit z-Score ( $\sigma_{pt}$ ) 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].

### 3.8 z'-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

### 3.9 Variationskoeffizient ( $VK_R$ )

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

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

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

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

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

### 3.11 Standardunsicherheit

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

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

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

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

Der Quotient  $U_{(x_{pt})}/\sigma_{pt}$  ist in den Kenndaten angegeben.

## 4. Ergebnisse

In der vorliegenden LVU wurden die Zuckeralkohole E 420, E 421, E 953, E 966 E 967 und E 968 zugemischt. Zum Vergleich der jeweiligen Wiederfindungen und der Messgenauigkeiten haben wir die Kennzahlen der Ergebnisse in der Tabelle 2 zusammengestellt.

Tabelle 2: Zusammenstellung der Kenndaten für die untersuchten Zuckeralkohole E 420, E 421, E 953, E 966 und E 967 (in g/100g)

Parameter	E 420	E 421	E 953	E 966	E 967	E 968
Dotierung	3,0	2,0	3,0	2,0	2,0	3,0
Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )	2,93	1,93	2,87	1,91	2,10	3,18
Wiederfindung	97,7%	96,5%	95,7%	95,5%	105%	106%
Rob. Standardabweichung ( $S^*$ )	0,446	0,322	0,765	0,217	0,304	0,532
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,0904	0,0430	0,250	0,109	0,0715	0,0866
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,413	0,355	0,693	0,227	0,297	0,643
Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}'$	0,192	0,138	0,343	0,185	0,130	0,236
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	14,1%	18,7%	24,3%	12,0%	14,2%	20,7%
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	0,158	0,121	0,319	0,111	0,106	0,210
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,3	2,3	2,2	1,2	2,3	2,3
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$	0,82	0,88	0,93	0,60	0,81	0,89

Die Vergleichs-Variationskoeffizienten liegen im Bereich von 12% - 24% und sind damit als akzeptabel zu beurteilen. Die Wiederfindung liegt bei ca. 100% (96% - 106%).

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

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

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

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

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

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

**4.1 Sorbit (E 420) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	2,93
Median	2,97
<b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>	<b>2,93</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,436</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,0904
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	3,09%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,413
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	14,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,192</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,100
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>2,54</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>3,31</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,3
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,158
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,82
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	67%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde berechnet mittels der Zielstandardabweichung nach ASU (Versuche zur Präzision) und als  $\sigma_{pt}'$  berechnet. Zur Information wurde zusätzlich die Zielstandardabweichung nach Horwitz angegeben.

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

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist niedrig (14%). Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

67 % der Ergebnisse liegen im Zielbereich.



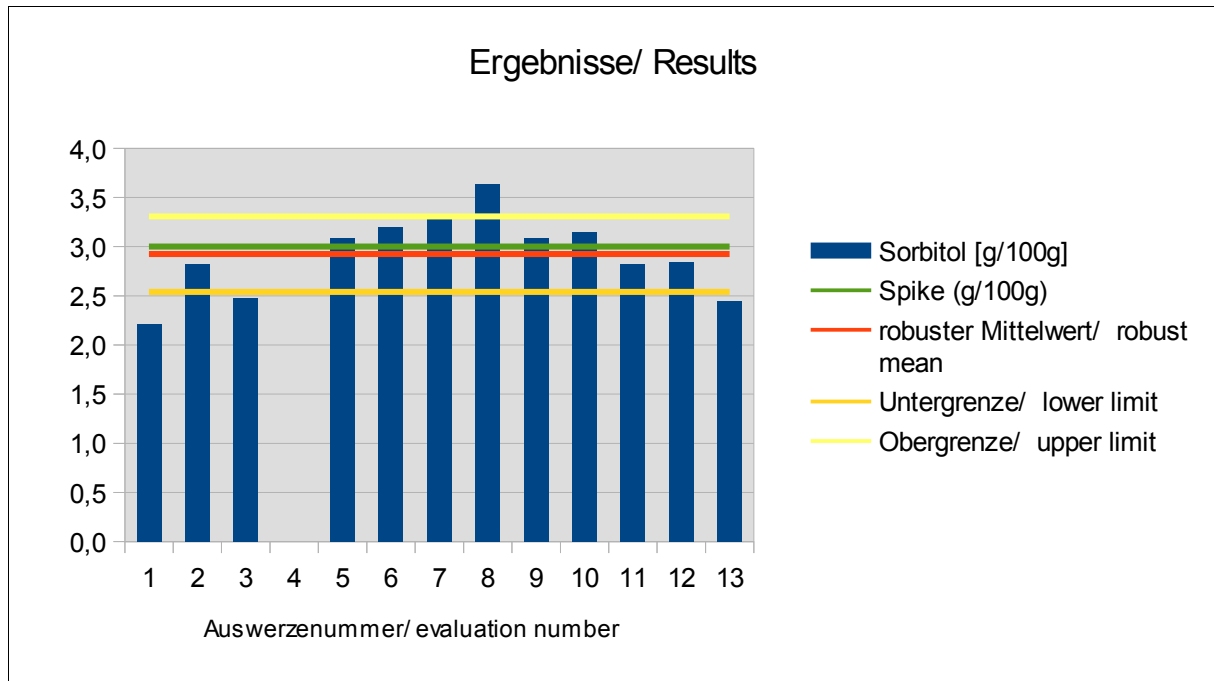


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse / Results E 420

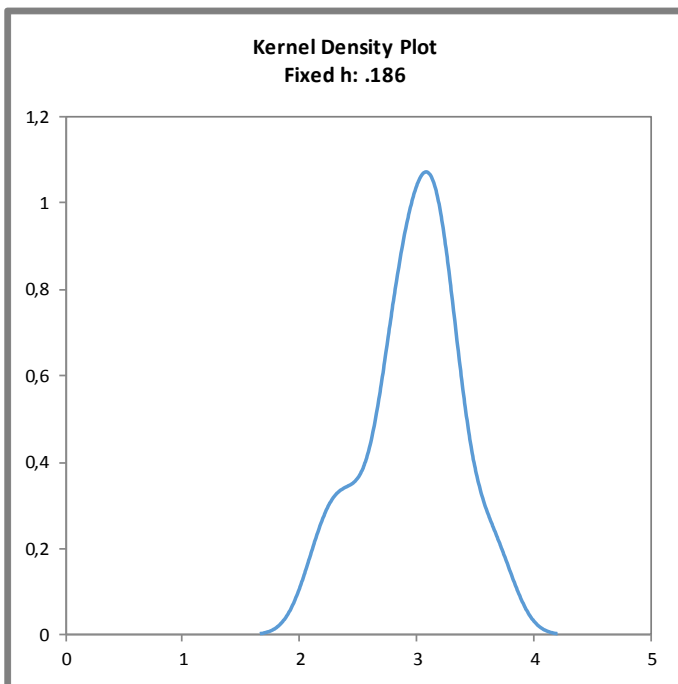


Abb. 2: Kerndichte Plot der Ergebnisse E 420 mit  $h =$  Zielstandardabweichung

Fig. 2: Kernel density plot of the E 420 results with  $h =$  target standard deviation

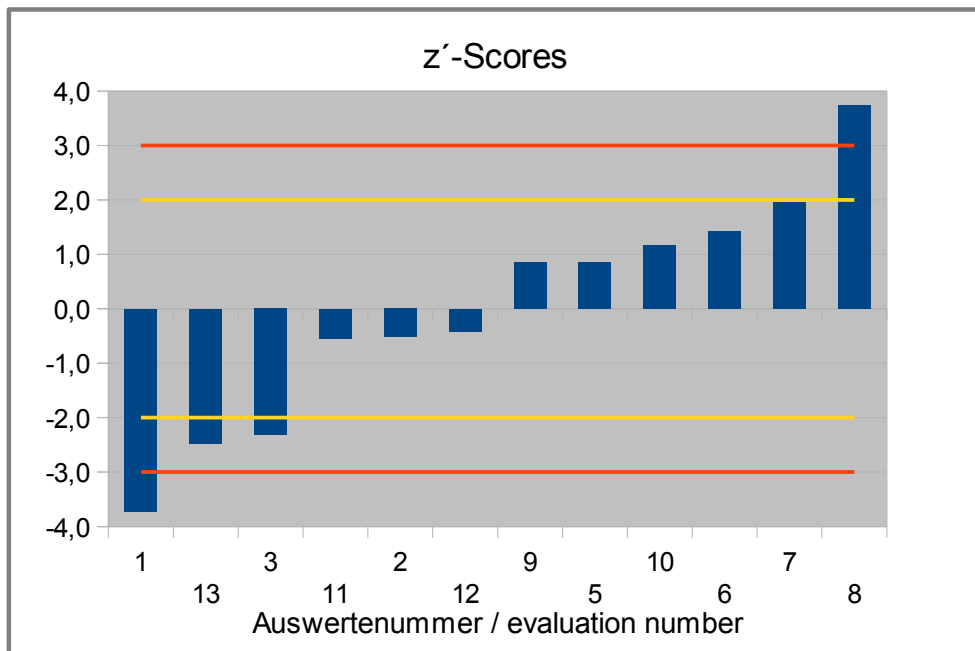
Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Die Schulter bei 2,4 g/100g kennzeichnet Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs.

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

Auswertenummer	Sorbitol [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ <sub>pt</sub> )	(Info)	Remark
1	2,21	-0,715	-3,7	-7,2	
2	2,83*	-0,100	-0,52	-1,0	
3	2,48	-0,445	-2,3	-4,5	
4					
5	3,09	0,165	0,86	1,7	
6	3,20	0,275	1,4	2,8	
7	3,30	0,375	2,0	3,8	
8	3,64	0,718	3,7	7,2	
9	3,09	0,165	0,86	1,7	
10	3,15	0,225	1,2	2,3	
11	2,82	-0,105	-0,5	-1,1	
12	2,85	-0,080	-0,4	-0,8	
13	2,45	-0,475	-2,5	-4,8	

\* Mittelwert von DLA berechnet



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

**4.2 Mannit (E 421) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	1,90
Median	1,90
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>1,93</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,322</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,0430
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	2,27%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,355
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	18,7%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,138</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0699
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>1,65</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>2,21</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,3
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,121
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,88
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	73%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde berechnet mittels der Zielstandardabweichung nach ASU (Versuche zur Präzision) und als  $\sigma_{pt}'$  berechnet. Zur Information wurde zusätzlich die Zielstandardabweichung nach Horwitz angegeben.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, LC-RID, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag wenig über 2,0. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,88 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist normal (19%). Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

73 % der Ergebnisse liegen im Zielbereich.

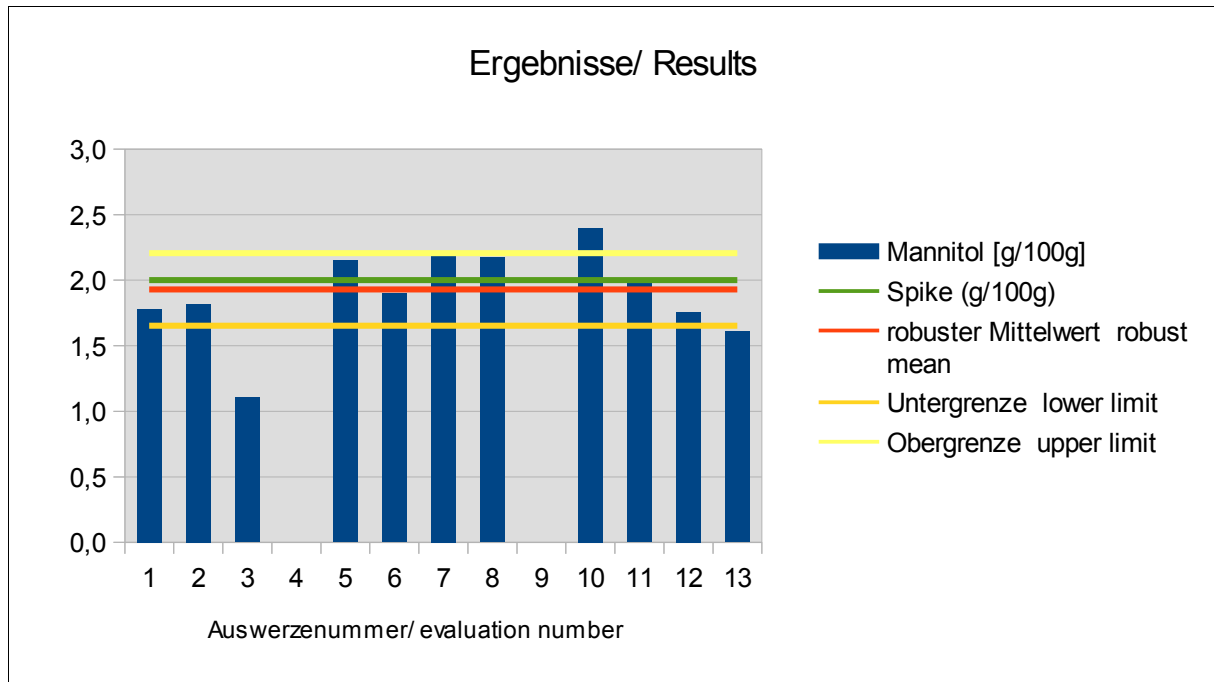


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse / Results E 421

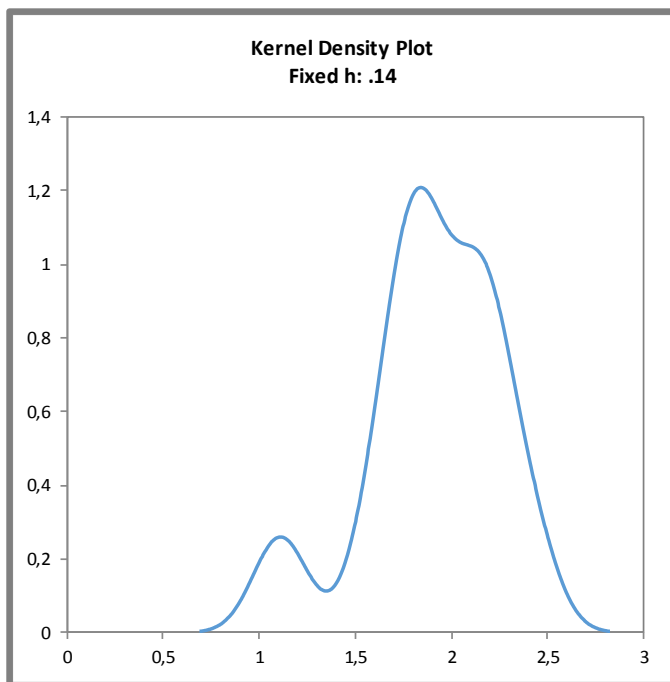


Abb. 5: Kerndichte Plot der Ergebnisse E 421 mit  $h =$  Zielstandardabweichung

Fig. 5: Kernel density plot of the E 421 results with  $h =$  target standard deviation

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Die Schulter bei 2,4 g/100g und der Neben-Peak bei 1,1 g/100g kennzeichnet Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs.

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

Auswertenummer Evaluation number	Mannitol [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ <sub>pt</sub> )	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	1,78	-0,150	-1,1	-2,1	
2	1,82*	-0,110	-0,79	-1,6	
3	1,11	-0,825	-6,0	-12	
4					
5	2,15	0,220	1,6	3,1	
6	1,90	-0,030	-0,22	-0,43	
7	2,20	0,270	2,0	3,9	
8	2,17	0,244	1,8	3,5	
9					
10	2,40	0,470	3,4	6,7	
11	1,99	0,0602	0,44	0,86	
12	1,76	-0,172	-1,2	-2,5	
13	1,61	-0,320	-2,3	-4,6	

\* Mittelwert von DLA berechnet

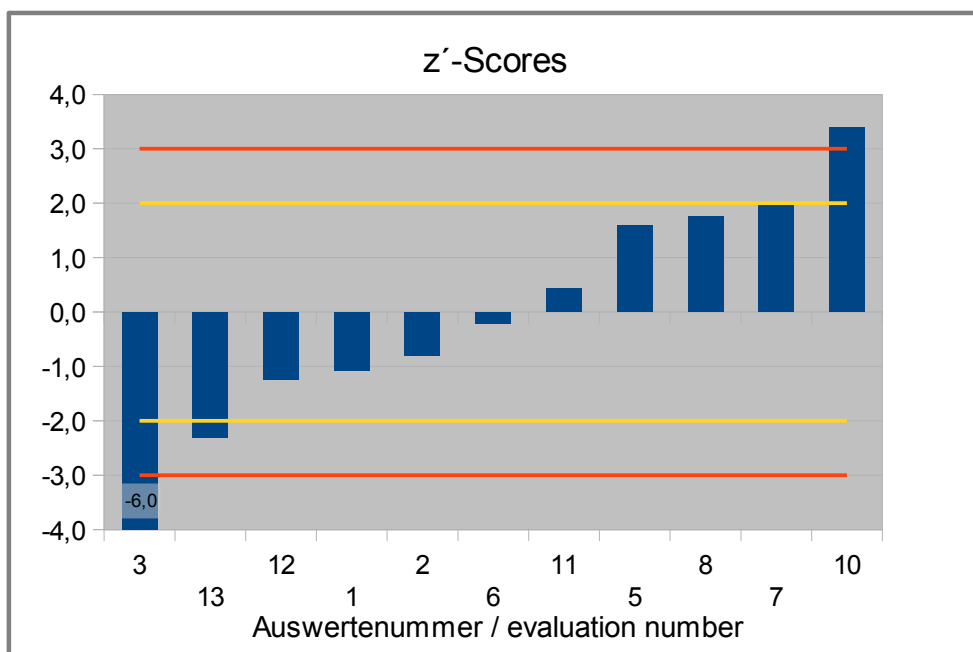


Abb. / Fig. 6: Z-Scores E 421

**4.3 Isomalt (E 953) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	2,87
Median	3,03
<b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>	<b>2,87</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,765</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	9
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,250
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	8,74%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,693
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	24,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,343</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0979
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>2,18</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>3,56</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,2
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,319
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,93
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	56%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde berechnet mittels der Zielstandardabweichung nach ASU (Versuche zur Präzision) und als  $\sigma_{pt}'$  berechnet. Zur Information wurde zusätzlich die Zielstandardabweichung nach Horwitz angegeben.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, LC-RID, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag wenig über 2,0. Der Quotient  $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,93 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist akzeptabel (24%). Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

56 % der Ergebnisse liegen im Zielbereich.

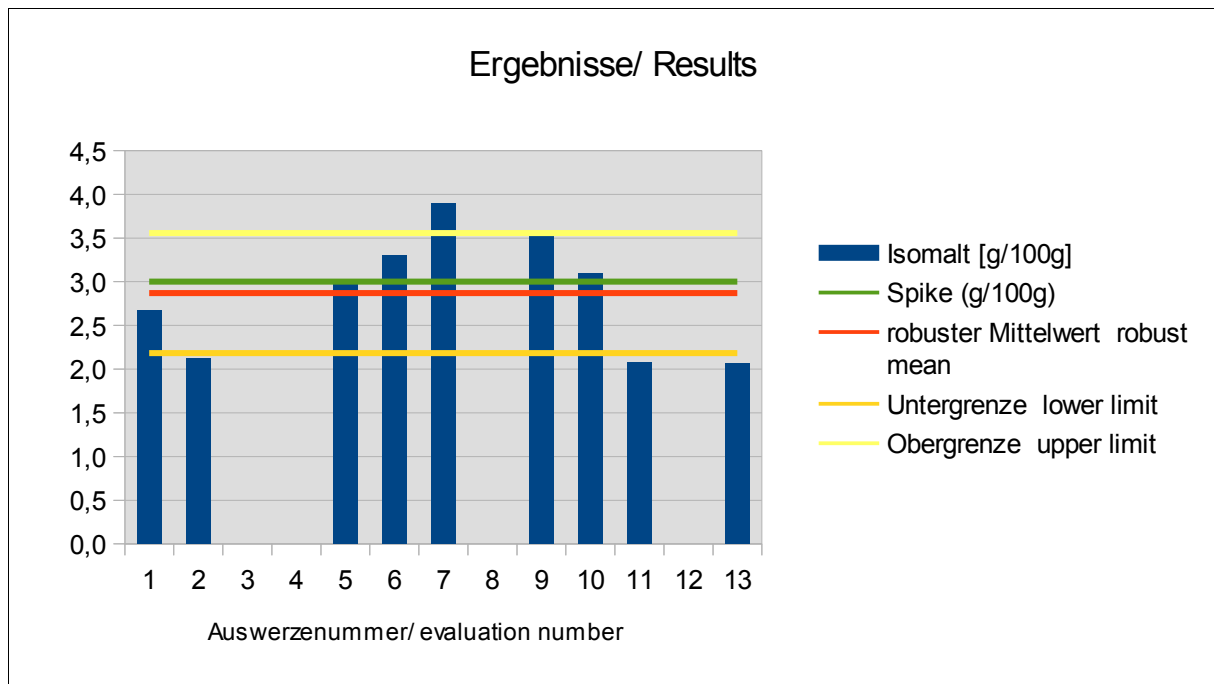


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse / Results E 953

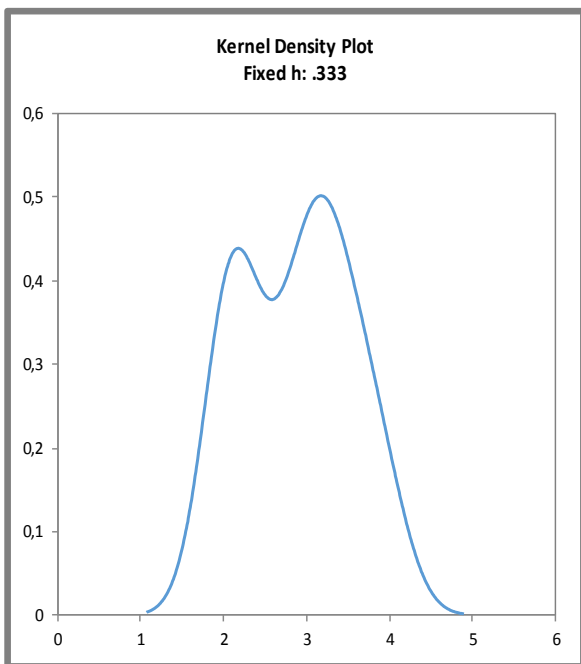


Abb. 8: Kerndichte Plot der Ergebnisse E 953 mit  $h =$  Zielstandardabweichung  
 Fig. 8: Kernel density plot of the E 953 results with  $h =$  target standard deviation

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Der Neben-Peak bei 2,1 g/100g kennzeichnet Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs. Systematische Gründe für den relativ starken Neben-Peak sind nicht klar zu identifizieren. Teilnehmer 11 hat eine HPLC-Methode verwendet und die Teilnehmer 11 und 13 GC-Methoden. Der robuste Mittelwert (2,87 g/100g) stimmt recht gut mit der Dotierung (3,0%) überein (-4,3%).

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

Auswertenummer Evaluation number	Isomalt [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ <sub>pt</sub> )	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	2,67	-0,199	-0,58	-2,0	
2	2,13*	-0,744	-2,2	-7,6	
3					
4					
5	3,03	0,161	0,47	1,6	
6	3,30	0,431	1,3	4,4	
7	3,90	1,03	3,0	10,5	
8					
9	3,55	0,676	2,0	6,9	
10	3,10	0,231	0,67	2,4	
11	2,08	-0,789	-2,3	-8,1	
12					
13	2,07	-0,799	-2,3	-8,2	

\* Mittelwert von DLA berechnet

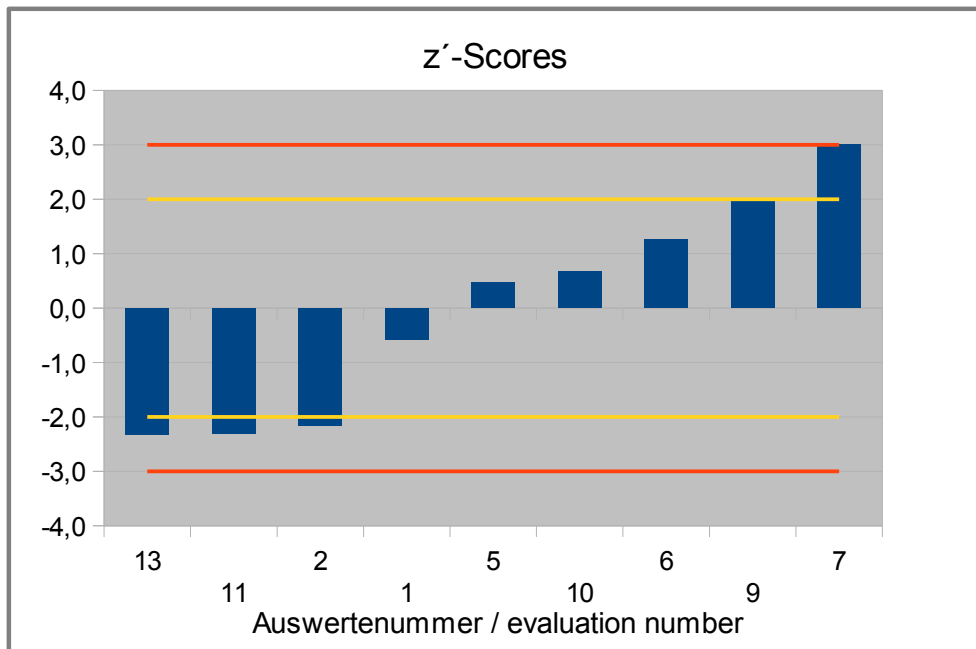


Abb. / Fig. 9: Z-Scores E 953



**4.4 Lactit (E 966) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	6
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	1,90
Median	1,98
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>1,91</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,217</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	6
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,109
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	5,78%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,227
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	12,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,185</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0694
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>1,54</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>2,28</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	1,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,111
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,60
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	83%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde berechnet mittels der Zielstandardabweichung nach ASU (Versuche zur Präzision) und als  $\sigma_{pt}'$  berechnet. Zur Information wurde zusätzlich die Zielstandardabweichung nach Horwitz angegeben.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, LC-RID, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag unter 2,0. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,60 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist niedrig (12%). Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

83 % der Ergebnisse liegen im Zielbereich.

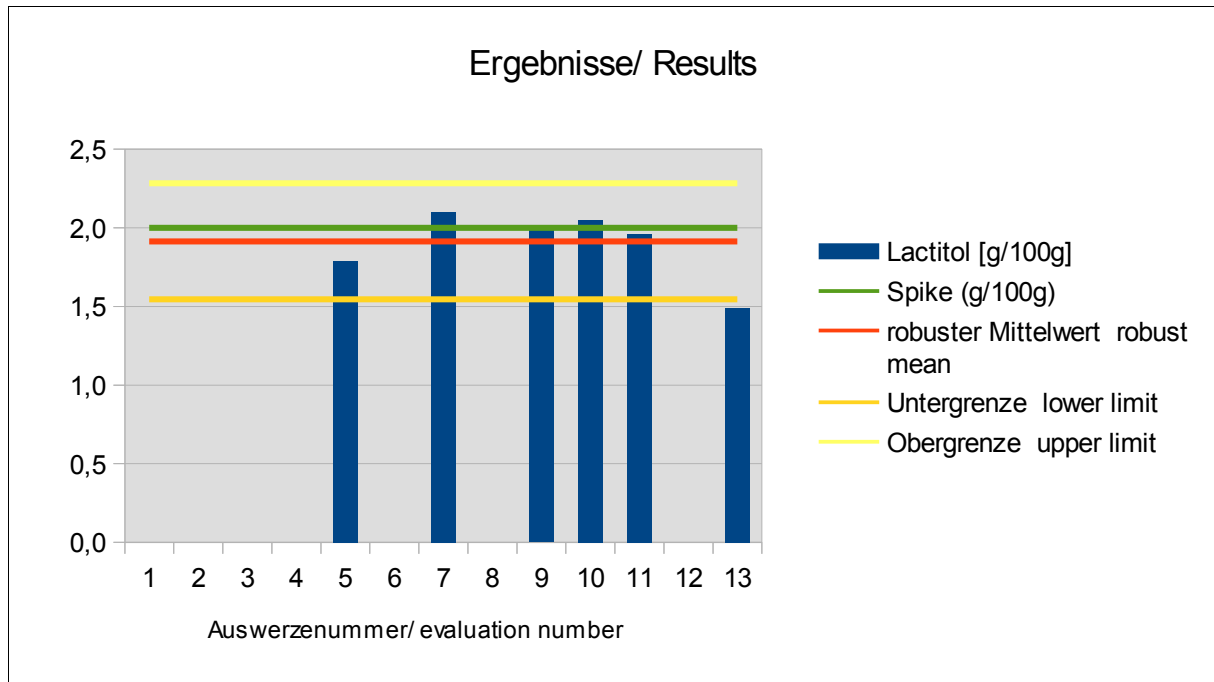


Abb. / Fig. 10: Ergebnisse / Results E 966

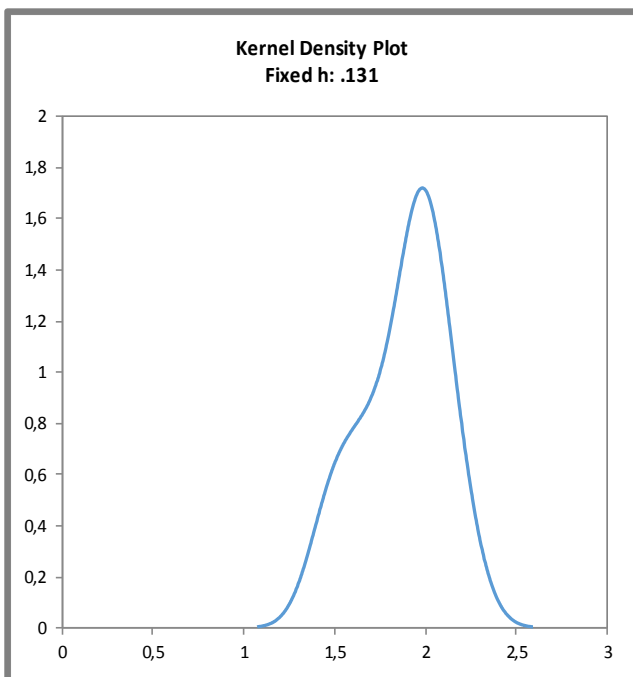


Abb. 11: Kerndichte Plot der Ergebnisse E 966 mit h = Zielstandardabweichung

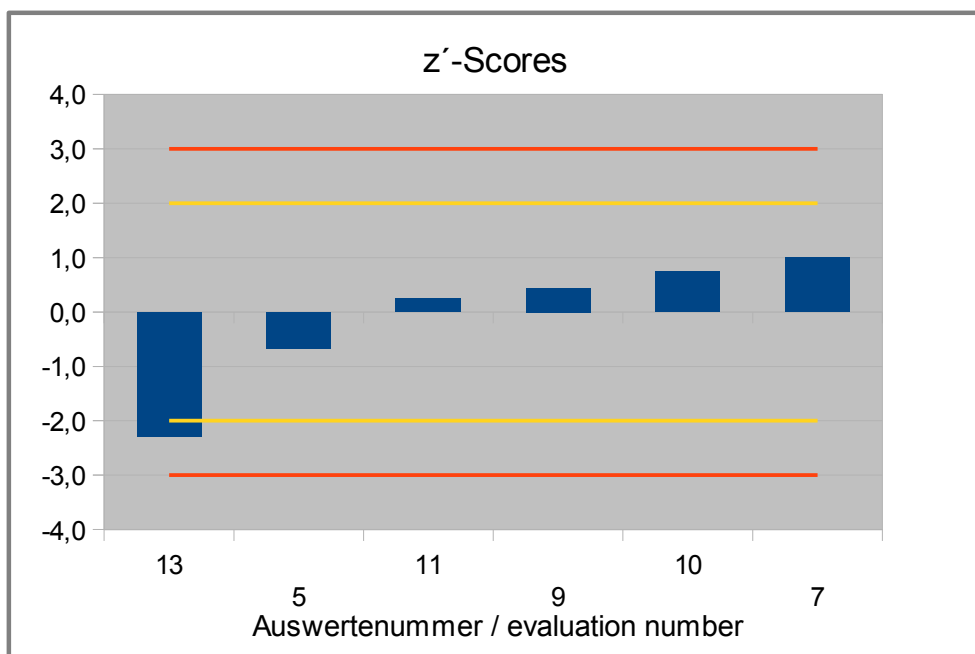
Fig. 11: Kernel density plot of the E 966 results with h = target standard deviation

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Die Schulter bei 1,5 g/100g kennzeichnet ein Ergebnis außerhalb des Zielbereichs.

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

Auswertenummer	Lactitol [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ <sub>pt</sub> )	(Info)	Remark
1					
2					
3					
4					
5	1,79	-0,124	-0,671	-1,78	
6					
7	2,10	0,186	1,01	2,7	
8					
9	2,00	0,0811	0,439	1,17	
10	2,05	0,136	0,74	1,96	
11	1,96	0,0461	0,25	0,66	
12					
13	1,49	-0,424	-2,3	-6,1	



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

**4.5 Xylit (E 967) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	2,10
Median	2,06
<b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>	<b>2,10</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,304</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,0715
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	3,42%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,297
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	14,2%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,130</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0751
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>1,84</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>2,36</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,3
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,106
Quotient $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,81
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	69%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde berechnet mittels der Zielstandardabweichung nach ASU (Versuche zur Präzision) und als  $\sigma_{pt}'$  berechnet. Zur Information wurde zusätzlich die Zielstandardabweichung nach Horwitz angegeben.

Die Auswertungen der Ergebnisse zeigten eine akzeptable Variabilität der Ergebnisse, insbesondere da die Untersuchungen mit unterschiedlichen Methoden (HPAEC-PAD, HPLC-RI, LC-RID, GC-FID) durchgeführt wurden. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag wenig über 2,0. Der Quotient  $U(x_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,81 über 0,3, ist aber aufgrund der unterschiedlichen Methoden zu akzeptieren.

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist niedrig (14%). Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

69 % der Ergebnisse liegen im Zielbereich.

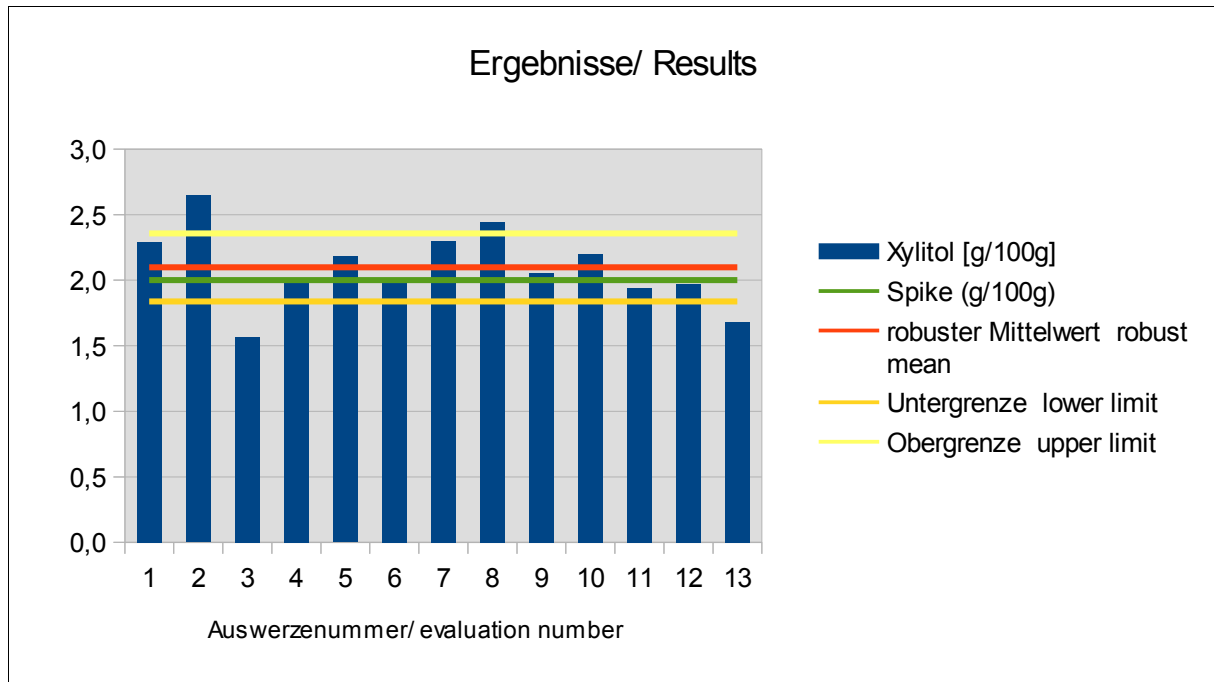


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse / Results E 967

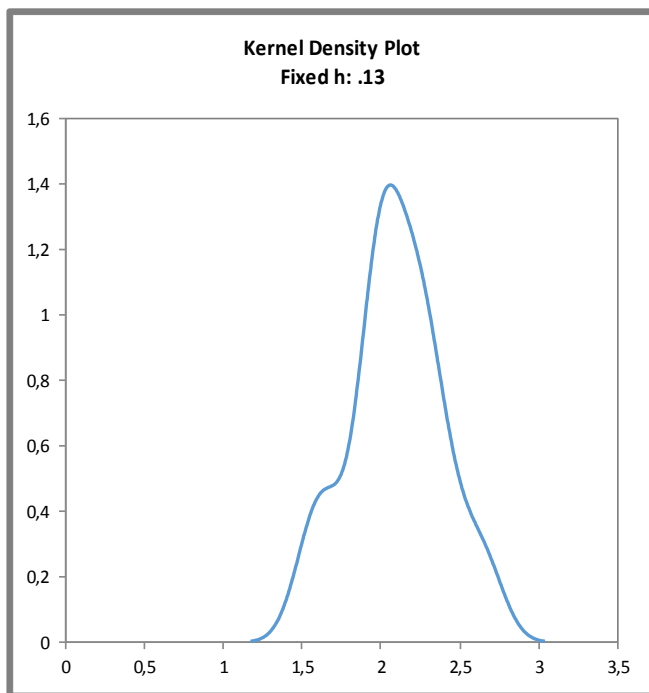


Abb. 14: Kerndichte Plot der Ergebnisse E 967 mit h = Zielstandardabweichung

Fig. 14: Kernel density plot of the E 967 results with h = target standard deviation

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Die Schulter bei 1,6 g/100g kennzeichnet Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs.

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

Auswertenummer	Xylitol [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ <sub>pt</sub> )	(Info)	Remark
1	2,29	0,192	1,5	2,6	
2	2,65*	0,547	4,2	7,3	
3	1,57	-0,533	-4,1	-7,1	
4	2,02	-0,0780	-0,60	-1,0	
5	2,18	0,0820	0,63	1,1	
6	2,00	-0,098	-0,76	-1,3	
7	2,30	0,202	1,6	2,7	
8	2,44	0,345	2,7	4,6	
9	2,06	-0,0430	-0,33	-0,57	
10	2,20	0,102	0,79	1,4	
11	1,94	-0,158	-1,2	-2,1	
12	1,97	-0,128	-0,99	-1,7	
13	1,68	-0,418	-3,2	-5,6	

\* Mittelwert von DLA berechnet

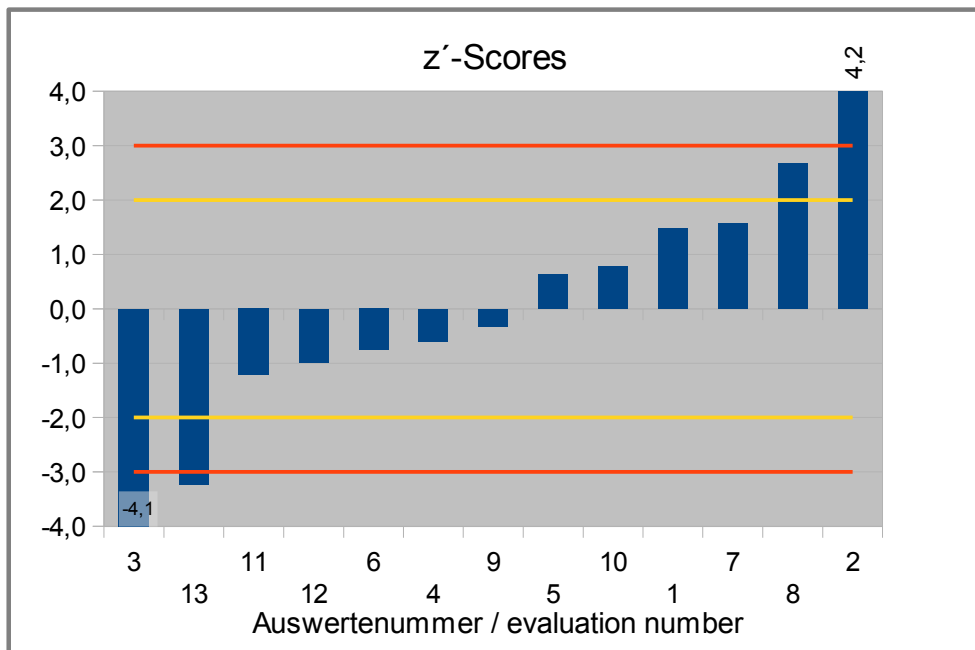


Abb. / Fig. 15: Z-Scores E 967

**4.6 Erythrit (E 968) in g/100g****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	
Mittelwert	3,11
Median	3,22
<b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>3,18</b>
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>0,532</b>
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung ( $S_r$ )	0,0866
Variationskoeffizient ( $VK_r$ )	2,79%
Vergleichsstandardabweichung ( $S_R$ )	0,643
Variationskoeffizient ( $VK_R$ )	20,7%
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>0,236</b>
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>2,71</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>3,66</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,3
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,210
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,89
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	60%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

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

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

Der Vergleichs-Variationskoeffizient ist akzeptabel (21%). Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von etablierten Werten für die Vergleichsstandardabweichung der eingesetzten Bestimmungsmethoden. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

60 % der Ergebnisse liegen im Zielbereich.

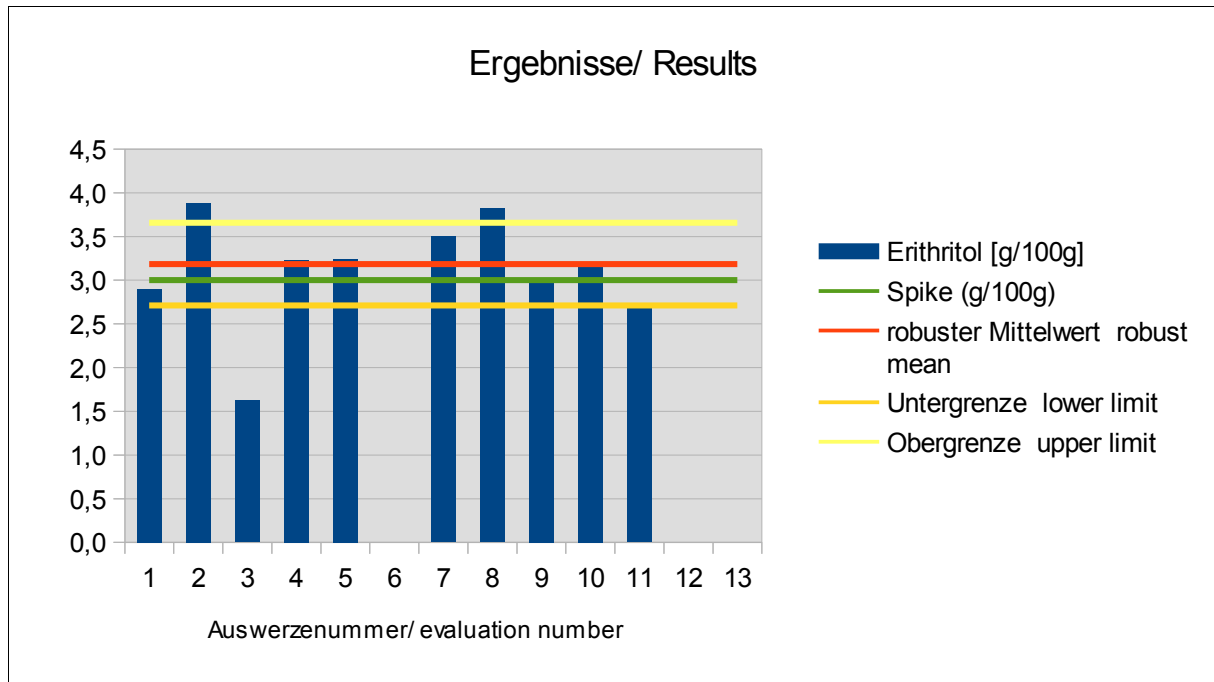


Abb. / Fig. 16: Ergebnisse / Results E 968

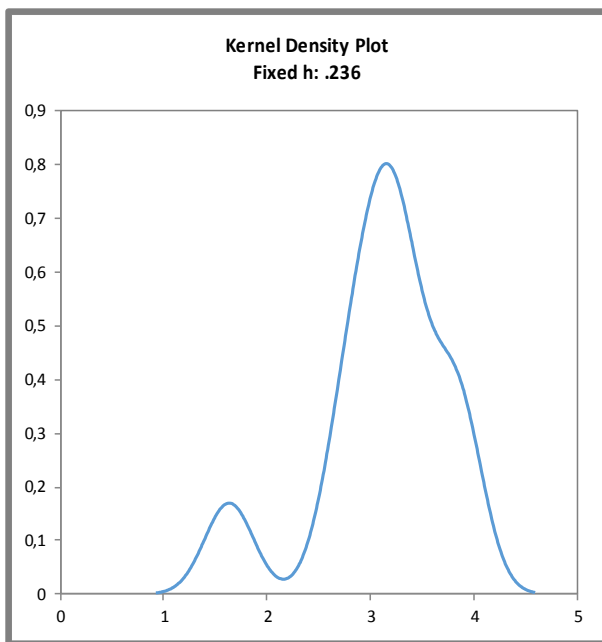


Abb. 17: Kerndichte Plot der Ergebnisse E 968 mit  $h =$  Zielstandardabweichung

Fig. 17: Kernel density plot of the E 968 results with  $h =$  target standard deviation

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Die Schulter bei 3,8 g/100g und der Neben-Peak bei 1,6 g/100g kennzeichnen Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs.



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

Auswertenummer Evaluation number	Erithritol [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ <sub>pt</sub> )	Hinweis Remark
1	2,90	-0,285	-1,2	
2	3,88*	0,695	2,9	
3	1,63	-1,56	-6,6	
4	3,23	0,0455	0,19	
5	3,24	0,0555	0,24	
6				
7	3,50	0,315	1,3	
8	3,82	0,634	2,7	
9	2,99	-0,195	-0,82	
10	3,20	0,0155	0,066	
11	2,70	-0,485	-2,1	
12				
13				

\* Mittelwert von DLA berechnet

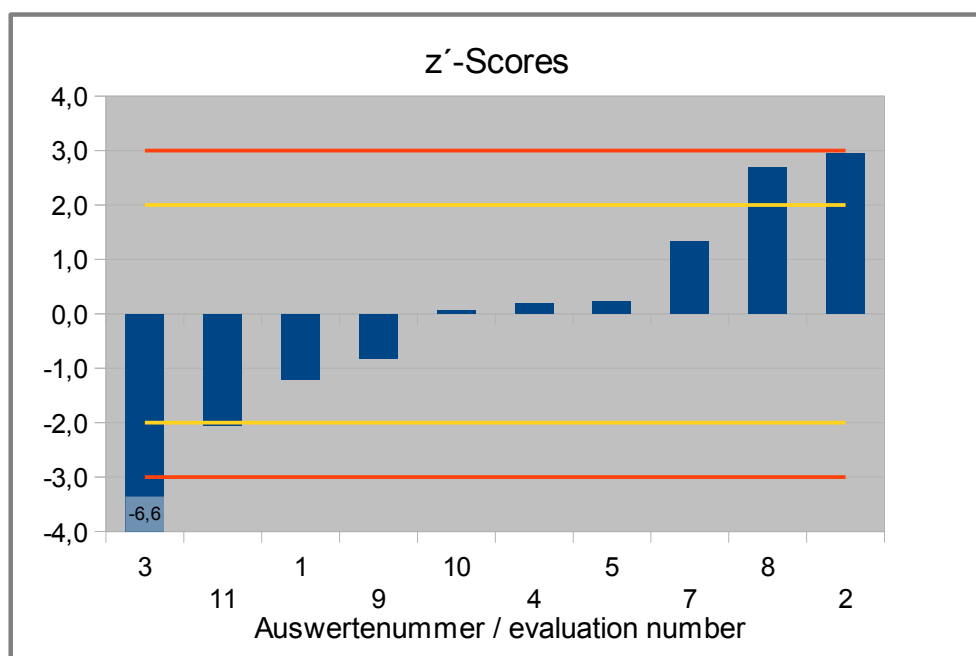


Abb. / Fig. 18: Z-Scores E 968

#### **4.7 Maltitol (E 965) in g/100g**

Unter „Weitere Zuckeralkohole“ wurde von 3 Teilnehmern die LVU-Proben auf Maltitol (E 965) untersucht.

##### **Untersuchungsergebnisse:**

<b>Auswertenummer/ Evaluation number</b>	<b>Maltitol (g/100g)</b>	<b>Ergebnis Probe A/ Result sample A</b>	<b>Ergebnis Probe B/ Result sample B</b>	<b>Bestimmungs- grenze/ limit of determination</b>
7	nicht nachweisbar	<0,5	<0,5	0,5
9	nicht nachweisbar	< 0,2	< 0,2	0,2
13	nicht nachweisbar	0	0	0,1

##### Anmerkungen zu den Ergebnissen:

Den Proben wurde kein Maltitol zugemischt. Alle drei Teilnehmer haben übereinstimmend bestätigt, dass über der jeweiligen Bestimmungsgrenze kein Maltitol nachweisbar war.

Die Bestimmungsgrenzen lagen im Bereich von 0,1 - 0,5 g/100g.

## 5. Dokumentation

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

### 5.1 Angaben der Teilnehmer

#### 5.1.1 Primärdaten

##### 5.1.1.1 Sorbit ((E 420))

Teilnehmer	Proben Nr. A	Proben Nr. B	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				g/100g	g/100g	g/100g	g/100g		in %
1	20	50	18.09.18	2,21	2,12	2,28		nein	
2	8	62	02.08.- 13.08.	ja*	2,98	2,67	0,005	nein	
3	23	47	09.18.	2,48	2,45	2,51		ja	-
4	24	46							
5	14	56	11.9.	3,09	3,07	3,11	0,05	nein	
6	19	51	12.09.18	3,2	3,2	3,2	0,4	nein	104
7	26	44	01.08.18	3,3	3,3	3,3	0,5	nein	-
8	12	58	23.08.18	3,6425	3,5465	3,7368	1	nein	
9	34	36	20.01.00	3,09	3,08	3,1	0,2	nein	99
10	5	65	23.08.18	3,15	3,2	3,1	0,5	no	
11	32	38	08.08.18	2,82	2,87	2,76		nein	
12	10	60	27.07.18	2,845	2,835	2,855	0,04	no	
13	6	64	01.08.	2,45	2,38	2,48	0,1	nein	

\* Mittelwert von DLA berechnet

## 5.1.1.2 Mannit (E 421)

Teilnehmer	Proben Nr. A	Proben Nr.B	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Bestimmungs-grenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Particip-pant	Sample No.A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				g/100g	g/100g	g/100g	g/100g		in %
1	20	50	18.09.18	1,78	1,78	1,77		nein	
2	8	62	02.08.- 13.08.	ja*	1,86	1,78	0,005	nein	
3	23	47	09.18.	1,105	1,05	1,16		ja	-
4	24	46							
5	14	56	11.9.	2,15	2,14	2,16	0,05	nein	
6	19	51	12.09.18	1,9	1,9	1,8	0,4	nein	97
7	26	44	01.08.18	2,2	2,2	2,2	0,5	nein	-
8	12	58	23.08.18	2,1736	2,2155	2,1316	1	nein	
9	34	36	20.01.00	n.a.	n.a.	n.a.			
10	5	65	23.08.18	2,4	2,4	2,4	0,5	nein	
11	32	38	08.08.18	1,99	1,98	1,99		nein	
12	10	60	27.07.18	1,7575	1,735	1,78	0,04	nein	
13	6	64	01.08.	1,61	1,58	1,63	0,1	nein	

\* Mittelwert von DLA berechnet

## 5.1.1.3 Isomalt (E 953)

Teilnehmer	Proben Nr. A	Proben Nr. B	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				g/100g	g/100g	g/100g	g/100g		in %
1	20	50	18.09.18	2,67	2,77	2,56		nein	
2	8	62	02.08.- 13.08.	ja*	2,29	1,96	0,005	nein	
3	23	47	-	n.a.	n.a.	n.a.	-	-	-
4	24	46							
5	14	56	11.9.	3,03	2,91	3,15	0,05	nein	
6	19	51	12.09.18	3,3	3,6	3	0,4	nein	89
7	26	44	01.08.18	3,9	3,7	4	0,5	nein	-
8	12	58							
9	34	36	20.01.00	3,545	3,34	3,75	0,2	nein	95
10	5	65	23.08.18	3,1	3,2	3	0,5	nein	
11	32	38	08.08.18	2,08	2,3	1,86		nein	
12	10	60							
13	6	64	01.08.	2,07	1,91	2,16	0,1	nein	

\* Mittelwert von DLA berechnet

## 5.1.1.4 Xylit (E 967)

Teilnehmer	Proben Nr. A	Proben Nr. B	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				g/100g	g/100g	g/100g	g/100g		in %
1	20	50	18.09.18	2,29	2,33	2,1		nein	
2	8	62	02.08.- 13.08.	ja*	2,68	2,61	0,005	nein	
3	23	47	09.18.	1,565	1,56	1,57		ja	-
4	24	46	22.08.18	2,02	1,99	2,05		nein	
5	14	56	11.9.	2,18	2,17	2,2	0,05	nein	
6	19	51	12.09.18	2	2	2	0,4	nein	99
7	26	44	01.08.18	2,3	2,3	2,3	0,5	nein	-
8	12	58	23.08.18	2,4435	2,4073	2,4797	1	nein	
9	34	36	20.01.00	2,055	2,02	2,09	0,2	nein	98
10	5	65	23.08.18	2,2	2,2	2,2	0,5	nein	
11	32	38	08.08.18	1,94	1,82	2,05		nein	
12	10	60	27.07.18	1,97	1,985	1,955	0,04	nein	
13	6	64	01.08.	1,68	1,62	1,7	0,1	nein	

\* Mittelwert von DLA berechnet

## 5.1.1.5 Erythrit (E 968)

Teilnehmer	Proben Nr. A	Proben Nr. B	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Participant	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
				g/100g	g/100g	g/100g	g/100g		in %
1	20	50	18.09.18	2,9	2,83	2,97		nein	
2	8	62	02.08.- 13.08.	ja*	3,9	3,86	0,005	nein	
3	23	47	09.18.	1,625	1,6	1,65		ja	-
4	24	46	22.08.18	3,23	3,16	3,3		nein	
5	14	56	11.9.	3,24	3,26	3,23	0,05	nein	
6	19	51							
7	26	44	01.08.18	3,5	3,4	3,5	0,5	nein	-
8	12	58	23.08.18	3,8188	3,9008	3,7368	1	nein	
9	34	36	20.01.00	2,99	3,03	2,95	0,1	nein	xx
10	5	65	23.08.18	3,2	3,1	3,3	0,5	nein	
11	32	38	08.08.18	2,7	2,62	2,77		nein	
12	10	60							
13	6	64							

\* Mittelwert von DLA berechnet

## 5.1.1.6 Weitere

Paramter	Teilnehmer	Proben Nr. A	Proben Nr. B	Datum der Analyse	Ergebnis (Mittel)	Ergebnis A	Ergebnis B	Bestimmungsgrenze	Inkl. WF	Wiederfindungsrate [%]
Paramter	Participant	Sample No. A	Sample No. B	Date of analysis	Result (Mean)	Result A	Result B	Limit of determination	Incl. RR	Recovery rate [%]
					g/100g	g/100g	g/100g	g/100g		in %
Sorbit + Xylit kombin.	1	20	50	18.09.18	4,49	4,47	4,52		nein	
E 966 Lactit	4	24	46							
Lactit	5	14	56	11.9.	1,79	1,71	1,88	0,05	nein	
Lactit	7	26	44	01.08.18	2,1	2,1	2	0,5	nein	-
Maltit	7	26	44	01.08.18	<0,5	<0,5	<0,5	0,5	nein	-
E996 Lactit	9	34	36	20.01.00	1,995	1,98	2,01	0,2	nein	96
E965 Maltit	9	34	36	20.01.00	< 0,2	< 0,2	< 0,2	0,2	nein	90
Lactit	10	5	65	23.08.18	2,05	2,2	1,9	0,5	nein	
E 966 Lactit	11	32	38	08.08.18	1,96	2,01	1,91		nein	
E 966 Lactit	13	6	64	01.08.	1,49	1,53	1,47	0,1	nein	
E 965 Maltit	13	6	64	01.08.	0	0	0	0,1	nein	



**5.1.2 Analytische Methoden****5.1.2.1 Sorbit (E 420)**

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
1	ASU L 00.00-59		HPLC-RI			ja	
2			HPIC-PAD			ja	
3	MSZ EN 15086:2006	-	-	Standardaddition	nein	ja	-
4							
5	HPAEC-PAD	wässrige Extraktion, Membranfiltration		externer Standard		ja	
6	ASU L 00.00-59 (2008-12)	keine Carrez-Klärung			ja	ja	
7	HPLC/RI - Hausmethode PNTA0177			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
8	LC-RID	Homogenisieren mit Wasser		0,05-1 g/100ml	nein	ja	
9	L00.00-59	Extraktion mit warmen Wasser, Filtration, Carrez-Klärung	HPLC-RI, Kationenaustauscher Säule 70°C	externe Kalibration, VWR	nein	ja	
10	Hausmethode			Sigma	nein	nein	
11	GC-FID	TMS-Derivatisierung				nein	
12		Extraktion mit Water	HPLC		nein	nein	
13	SLMB Nr. 501.2:1976-01, Akt. 2008 mod.,	Standard; keine Carrez-Klärung; Ext. 60 °C; Silylierung mittels BSTFA; GC-Bed.				ja	

## 5.1.2.2 Mannit (E 421)

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
1	2008-12		HPLC-RI			ja	
2			HPIC-PAD			ja	
3	MSZ EN 15086:2006	-	-	Standardaddition	nein	ja	-
4							
5	HPAEC-PAD	wässrige Extraktion, Membranfiltration		externer Standard		ja	
6	ASU L 00.00-59 (2008-12)	keine Carrez-Klärung			ja	ja	
7	HPLC/RI - Hausmethode PNTA0177			Externale Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
8	LC-RID	Homogenisierung mit Wasser		0,05-1 g/100ml	nein	ja	
9							
10	Hausmethode			Sigma	nein	nein	
11	GC-FID	TMS-Derivatisierung				nein	
12		Extraktion mit Wasser	HPLC		nein	nein	
13	SLMB Nr. 501.2:1976-01, Akt. 2008 mod.,	Standard; keine Carrez-Klärung; Ext. 60 °C; Silylierung mittels BSTFA; GC-Bed.				ja	

## 5.1.2.3 Isomalt (E 953)

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
1	Säule: MN Ca2+		HPLC-RI			ja	
2			HPIC-PAD			ja	
3	-	-	-	-	-	-	-
4							
5	HPAEC-PAD	wässrige Extraktion, Membranfiltration		externer Standard		ja	
6	ASU L 00.00-59 (2008-12)	keine Carrez-Klärung			ja	ja	
7	HPLC/RI - Hausmethode PNTA0177			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
8							
9	L00.00-59			Alcum	nein	ja	
10	Hausmethode			Sigma	nein	nein	
11	GC-FID	TMS-Derivatisierung				nein	
12							
13	SLMB Nr. 501.2:1976-01, Akt. 2008 mod.,	Standard; keine Carrez-Klärung; Ext. 60 °C; Silylierung mittels BSTFA; GC-Bed.				ja	

## 5.1.2.4 Xylit (E 967)

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
1	s.o.		HPLC-RI			ja	
2			HPIC-PAD			ja	
3	MSZ EN 15086:2006	-	-	Standardaddition	nein	ja	-
4	ASU L 00.00-59 mod.	Aufarbeitung mit MeOH	HPLC/RI	extern, ja	nein	ja	
5	HPAEC-PAD	wässrige Extraktion, Membranfiltration		externer Standard		ja	
6	ASU L 00.00-59 (2008-12)	keine Carrez-Klärung			ja	ja	
7	HPLC/RI - Hausmethode PNTA0177			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
8	LC-RID	Homogenisieren mit Wasser		0,05-1 g/100ml	nein	ja	
9	L00.00-59			Sigma Aldrich	nein	ja	
10	Hausmethode			Sigma	nein	nein	
11	GC-FID	TMS-Derivatisierung				nein	
12		Extraktion mit Wasser	HPLC		nein	nein	
13	SLMB Nr. 501.2:1976-01, Akt. 2008 mod.,	Standard; keine Carrez-Klärung; Ext. 60 °C; Silylierung mittels BSTFA; GC-Bed.				ja	

## 5.1.2.5 Erythrit (E 968)

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
1	S.O.		HPLC-RI			ja	
2			HPIC-PAD			ja	
3	MSZ EN 15086:2006	-	-	Standardaddition	nein	ja	-
4	ASU L 00.00-59 mod.	Aufarbeitung mit MeOH	HPLC/RI	extern, ja	nein	ja	
5	HPAEC-PAD	wässrige Extraktion, Membranfiltration		externer Standard		nein	
6							
7	HPLC/RI - Hausmethode PNTA0177			Externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
8	LC-RID	Homogenisieren mit Wasser		0,05-1 g/100ml	nein	ja	
9	L00.00-59 (zusätzlich)			Serva	nein	ja	
10	Hausmethode			Sigma	nein	nein	
11	GC-FID	TMS-Derivatisierung				nein	
12							
13							

## 5.1.2.6 Weitere

Teilnehmer	Parameter	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Parameter	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
1	Sorbit + Xylit kombin.	s.o.		HPLC-RI			ja	Xylit und Sorbit überlagern sich. Die Einzelergebnisse sind angegeben nach dem Gehalt laut Standard, geteilt durch 2
4	E 966 Lactit							
5	Lactit	HPAEC-PAD	wässrige Extraktion, Membranfiltration		externer Standard		ja	
7	Lactit	HPLC/RI - Hausmethode PNTA0177			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
7	Maltit	HPLC/RI - Hausmethode PNTA0177			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
9	E996 Lactit	L00.00-59			Alfa Aesar	nein	ja	
9	E965 Maltit	L00.00-59			Sigma Aldrich	nein	ja	
10	Lactit	Hausmethode			Sigma	nein	nein	
11	E 966 Lactit	GC-FID	TMS-Derivatisierung				nein	
13	E 966 Lactit	SLMB Nr. 501.2:1976-01, Akt. 2008 mod.,	Standard; keine Carrez-Klärung; Ext. 60 °C; Silylierung mittels BSTFA; GC-Bed.				ja	
13	E 965 Maltit	SLMB Nr. 501.2:1976-01, Akt. 2008 mod.,	Standard; keine Carrez-Klärung; Ext. 60 °C; Silylierung mittels BSTFA; GC-Bed.				ja	

**5.2 Homogenität****5.2.1 Mischungshomogenität vor dem Abfüllen****Microtracer Homogenitätstest****DLA 39-2018 Probe**

Gewicht Gesamtprobe	1,000	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	32,1	mg/kg

**Analysenergebnisse:**

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	6,24	102	32,7
2	5,70	99	34,7
3	8,73	142	32,5
4	8,71	134	30,8
5	8,40	122	29,0
6	7,94	149	37,5
7	5,41	82	30,3
8	5,65	88	31,2
9	6,04	94	31,1
10	5,77	96	33,3

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9	
Mittelwert	110,8	Partikel
Standardabweichung	8,40	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	5,73	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>77</b>	%
Wiederfindungsrate	101	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	10	
Mittelwert	32,3	mg/kg
Standardabweichung	2,45	mg/kg
rel. Standardabweichung	7,6	%
Horwitz Standardabweichung	9,5	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>0,80</b>	
Wiederfindungsrate	101	%

**5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

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

**Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

EP-Nummer	<b>DLA 39-2018</b>
EP-Name	<b>Zuckeralkohole (E420, E421, E953, E967, E968) in pflanzlichem Produkt</b>
Probenmatrix*	Proben I + II: <b>Puddingpulver</b>
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I + II: je 10 g
Lagerungsinformation	Proben I + II: gekühlt 2 - 10 °C
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: <b>Zuckeralkohole (E420, E421, E953, E967, E968, weitere)</b>
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 I und II sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe I und II), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	<b>g/100g</b>
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> <li>- Datum der Analyse</li> <li>- DLA-Nr. der Probe I und II</li> <li>- Bestimmungsgrenze</li> <li>- Angabe inkl. Wiederfindung</li> <li>- Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt.</li> <li>- Methode ist akkreditiert</li> </ul>
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: <b>pt@dla-lvu.de</b>
Abgabetermin	<b>spätestens 21. September 2018</b>
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. Gerhard Wichmann

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



## 6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

<u>Teilnehmer/ Participant</u>	<u>Ort/ Town</u>	<u>Land/ Country</u>
		UNGARN
		Deutschland
		ITALIEN
		Schweden
		Deutschland
		Deutschland
		SPANIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		SPANIEN
		Deutschland

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

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

## 7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 - 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 - 196 (2006)
12. AMC Kernel Density - Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.

- 15.MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
- 16.ASU §64 LFGB: L 00.00-59; Bestimmung von Isomalt, Lactit, Maltit, Mannit, Sorbit und Xylit in Lebensmitteln; HPLC-Verfahren (2008)
- 17.ASU §64 LFGB: L 18.00-14; Bestimmung von D-Sorbit in Feinen Backwaren; Enzymatische Verfahren (1994)

**DLA 39/2018 - Zuckeralkohole**

Von 13 Teilnehmer haben alle Teilnehmer mindestens 1 Ergebnisse eingereicht. Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle Zuckeralkohole außer Erythrit die Zielstandardabweichung nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) berechnet. Für die Bewertung von Erythrit wurde das allgemeine Modell nach Horwitz herangezogen. Zusätzlich wurde für alle Parameter die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse wurden mittels z'-Score bewertet. Es lagen 56% bis 83% Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

5 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Ungarn, Spanien, Italien, Schweden).