

Proficiency Tests

**DLA**

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

**Auswertungs-Bericht**

Laborvergleichsuntersuchung

**DLA 41/2018**

**16-O-Methylcafestol**

**in 3 Röstkaffeemischungen**

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 41/2018
<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 (24. November 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 (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: 24. November 2018
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	Die Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern wird von DLA im Unterauftrag vergeben. The analysis of the content, homogeneity and stability of PT-parameters are subcontracted by DLA.
<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 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	7
3.4 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	8
3.4.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	9
3.4.3 Werte aus Erkenntnissen .....	10
3.5 z-Score.....	10
3.6 z'-Score.....	11
3.7 Präzision und Variationskoeffizient (VKS*).....	11
3.8 Quotient $S^*/\sigma_{pt}$ .....	12
3.9 Standardunsicherheit.....	12
4. Ergebnisse.....	13
4.1 16-O-Methylcafestol in Probe A (mg/kg).....	15
4.2 16-O-Methylcafestol in Probe B (mg/kg).....	18
4.3 16-O-Methylcafestol in Probe C (mg/kg).....	21
5. Dokumentation.....	24
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	24
5.1.1 Primärdaten.....	24
5.1.2 Analytische Methoden.....	25
5.2 Homogenität.....	26
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	26
5.3 Probenanschreiben: Inform. zur Eignungsprüfung (EP).....	28
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	29
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	30

## 1. Einleitung

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

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

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

## 2. Durchführung

### 2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um drei Röstkaffee-Mischungen mit unterschiedlichen Anteilen an Arabica/ Robusta:

#### Mischung A (3,5 % Robusta):

Zutat	Anteil
Röstkaffee 100% Robusta	3,5%
Röstkaffee 100% Arabica	96,3%
Premix Microtracer	0,2%

#### Mischung B (20 % Robusta)\*:

Zutat	Anteil
Röstkaffee (gemahlen) aus dem Handel, Zutaten: 20% Robusta/ 80% Arabica*	100,00%

\* Angabe auf der Verpackung

#### Mischung C (25 % Robusta)\*:

Zutat	Anteil
Röstkaffee 100% Robusta	25,0 %
Röstkaffee 100% Arabica	74,5 %
Premix Microtracer	0,2 %

Den Proben A und C wurde 0,2% Premix Microtracer für die Bestimmung der Homogenität vor dem homogenisieren zugemischt.

1 kg des jeweiligen Materials wurde homogenisiert, in Portionen zu ca. 20 g lichtgeschützt abgepackt und auf Homogenität getestet. 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 und auf Grundlage der Normalverteilung anhand des HorRat-Wertes. Für die Beurteilung nach Poisson: Eine Wahrscheinlichkeit von  $\geq 5\%$  ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von  $\geq 25\%$  mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Für die Beurteilung nach der Normalverteilung: Nach [16, 17] sind die HorRat-Werte zwischen 0,3 und 1,3 unter Wiederholbedingungen (Messungen innerhalb des Labors) zu akzeptieren.

Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Proben A und C hat eine Wahrscheinlichkeit von 66% bzw. 43% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Es wurden HorRat-Werte von 1,0 bzw. 1,1 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 Degraderate 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. 0,25 (24,5°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 37. Kalenderwoche 2018 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien Proben A bis C verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 26. Oktober 2018.

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

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

**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.

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.

9 Teilnehmer haben ihre Ergebnisse fristgerecht abgegeben.

### 3. Auswertung

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

Für die Auswertung als zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ ) wird in der Regel der robuste Mittelwert der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer“). Die Berechnung erfolgt dann 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]. **Im vorliegenden Fall wurde für die Proben A, B und C der Median als zugewiesener Wert ( $X_{pt}$ ) verwendet, da  $< 12$  quantitative Ergebnisse vorlagen und durch abweichende Einzelergebnisse eine relativ große Differenz zwischen dem Median und dem rob. Mittelwert vorliegt.**

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.

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 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.

### 3.4 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 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 die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) verwendet (ASU §64 LFGB I 46.02-4). Zusätzlich wurde die Standardunsicherheit für die Proben berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6).**

**Die angegebene Zielstandardabweichung „zur Information“ wurde nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet.**



### 3.4.1 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  $\sigma_R$  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.  $1 \text{ mg/kg} = 1 \text{ ppm} = 10^{-6} \text{ kg/kg}$ )

### 3.4.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

Aus der Vergleichsstandardabweichung  $\sigma_R$  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]:

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

Da von fast allen teilnehmenden Instituten die Untersuchungen nach ASU §64 LFGB L 46.02-4 (bzw. DIN 10779/2011) durchgeführt wurden, wurden die dort angegebenen Präzisionsdaten verwendet.

Für die anschließenden Tabellen wurde mit der Zielstandardabweichung nach der ASU § 64 LFGB L 46.02-4 ausgewertet. Aus den Präzisionsdaten der ASU §64 LFGB L 46.02-4 für die quantitative Bestimmung mit HPLC (Anteil Robusta = 20%) lagen die Wiederholstandardabweichungen  $\sigma_r$  für die Bestimmung von 16-O-Methylcafestol bei 4,5% und die Vergleichsstandardabweichungen  $\sigma_R$  bei 11,6% für die Röstkaffee-Mischungen.

Die Zielstandardabweichung nach Horwitz wird zusätzlich rein informativ in der Auswertung angegeben.

### 3.4.3 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].

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

### 3.6 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.

### 3.7 Präzision und Variationskoeffizient ( $VK_{S^*}$ )

Die Präzision beschreibt die zufällige Abweichung von Werten um den Mittelwert. Die wird als Standardabweichung  $S^*$  oder als Variationskoeffizient  $V_K$  (relative Standardabweichung) angegeben.

Der Variationskoeffizient ( $VK_{S^*}$ ) errechnet sich aus der Standardabweichung  $S^*$  und dem Mittelwert:

$$VK_{S^*} = \frac{S^*}{\bar{x}} * 100$$

Der  $VK_{S^*}$  wird darüber zum Nachweis der Variabilität herangezogen. Je höher der  $VK_{S^*}$  ist, umso größer ist die Streuung. Im Gegensatz zur Standardabweichung als ein Maß für die absolute Variabilität gibt die  $VK_{S^*}$  die relative Variabilität innerhalb eines Datenbereichs an.

Ein  $VK_{S^*}$  von mehr als 50% deutet auf eine „starke Inhomogenität der statistischen Masse“ hin.

### 3.8 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].

### 3.9 Standardunsicherheit

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

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

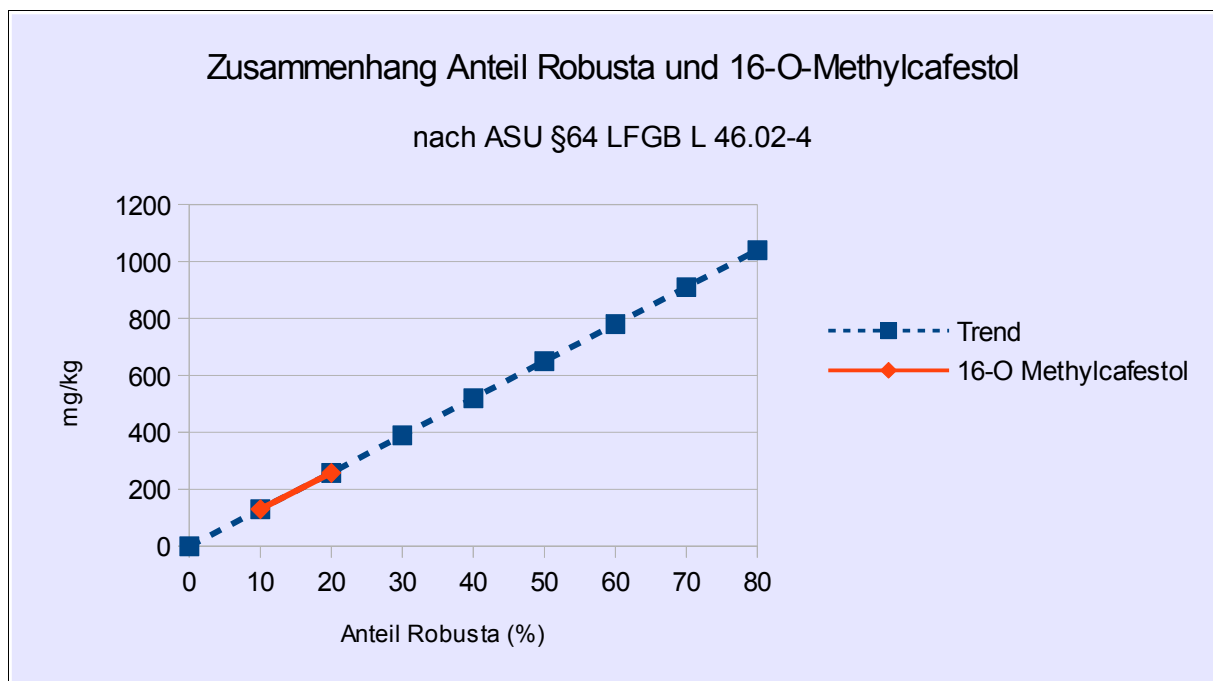
Ist  $U_{(x_{pt})} \leq 0,3 \sigma_{pt}$  muss die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes nicht berücksichtigt werden [3]. Ein deutliches Überschreiten des Wertes von 0,3 ist ein Hinweis darauf, dass die Zielstandardabweichung ggf. zu gering für die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes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

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

## 4. Ergebnisse

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

Aus der ASU §64 LFGB L 46.02-4 (13) bzw. DIN 10779 (März 2011), an dessen Ringversuch 8 Laboratorien teilgenommen haben, ergibt sich folgender Zusammenhang zwischen der 16-O-Methylcafestol-Konzentration und dem Robusta-Anteil im Arabica-Röstkaffe:



In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

<b>Kenndaten</b>
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median ( $X_{pt}$ )
Robuster Mittelwert
Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )
Variationskoeffizient ( $VK_{S^*}$ )
<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 16-O-Methylcafestol in Probe A (mg/kg)****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	7
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	53,5
<b>Median (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>45,1</b>
Robuster Mittelwert	53,5
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>23,7</b>
<b>Variationskoeffizient (<math>VK_{S^*}</math>)</b>	<b>52,6%</b>
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>12,3</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	4,07
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>20,5</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>69,7</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	1,9
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	11,2
Quotient $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$	0,91
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	71%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 LFGB L 46.02-4) berechnet. Zusätzlich wurde die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6). Zur Information wurde die Zielstandardabweichung berechnet nach dem Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

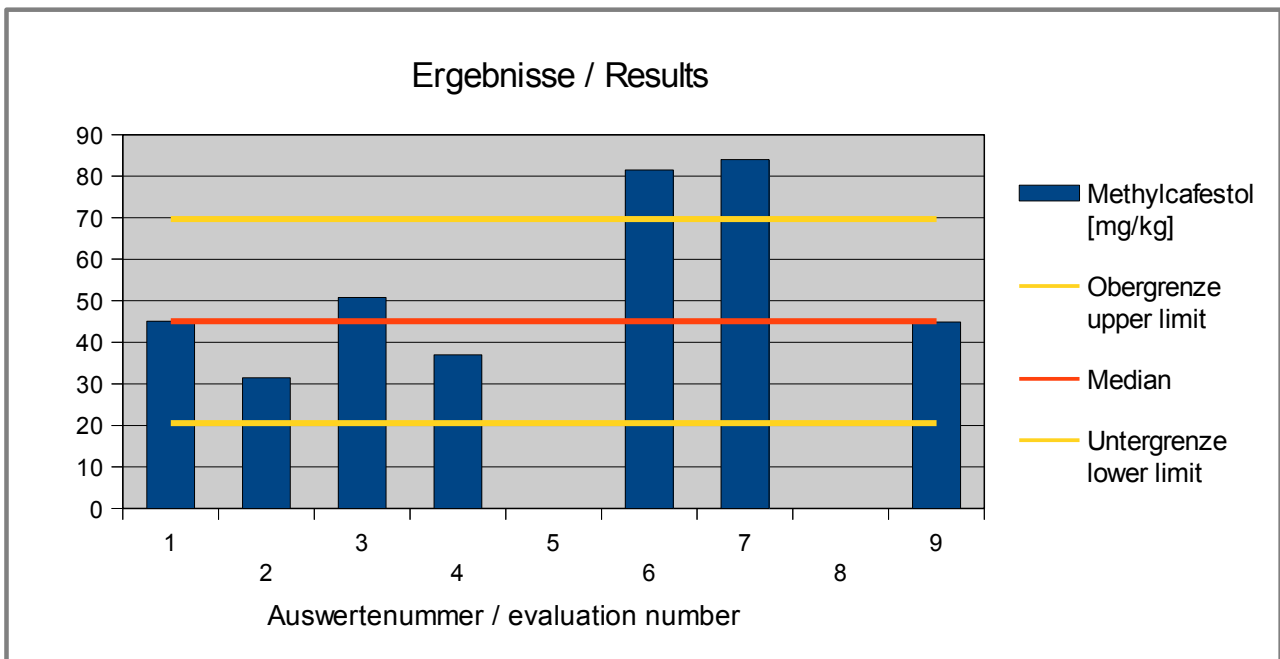
Die robuste Standardabweichung zeigt eine erhöhte Variabilität der Messergebnisse. Sie liegt relativ hoch im Vergleich zu erzielten Vergleichsstandardabweichungen der ASU § 64 LFGB L 46.02-4. Dies ist zu Begründen mit dem relativ niedrigen Gehalt an 16-O-Methylcafestol. Die ASU §64 LFGB L 46.02-4 ist erprobt für einen Massenanteil von 50 mg bis 300 mg 16-O-Methylcafestol je kg Röstkaffee.

Der Quotient  $U_{(X_{pt})}/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,91 über 0,3 und ist aufgrund der anderen Kenndaten und der Verwendung unterschiedlicher Bestimmungsmethoden akzeptabel.

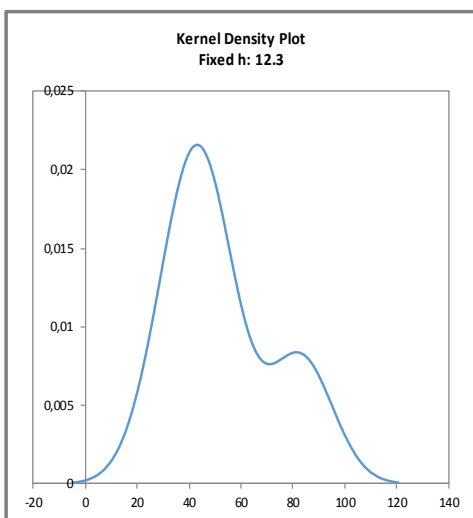
71% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Bei Probe A handelte es sich um eine Röstkaffee-Mischung mit einem Robusta-Anteil von 3,5 %.

**Aus dem Median ( $X_{pt}$ ) und den angegebenen Werten in der ASU § 64 LFGB L 46.02-4 lässt sich ein Anteil von Robusta-Kaffee von 3,5 % errechnen.**



**Abb. / Fig. 1:** Ergebnisse/ Results Methylcafestol



**Abb. / Fig. 2:**

Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit  $h = \sigma_{pt}'$  von  $X_{pt}$ )

Kernel density plot of results (with  $h = \sigma_{pt}'$  of  $X_{pt}$ )

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Der Nebenpeak bei 80 mg/kg kennzeichnet Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs.



## Ergebnisse der Teilnehmer:

## Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Methylcafestol [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score ( $\sigma_{pt}$ )	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	45,1	0,00	0,0	0,0	
2	31,5	-13,6	-1,1	-3,3	
3	50,8	5,70	0,46	1,40	
4	37,0	-8,10	-0,66	-2,0	
5	< BG				
6	81,5	36,4	3,0	8,9	
7	84,0	38,9	3,2	9,6	
8	< 100				
9	44,9	-0,200	-0,016	-0,049	

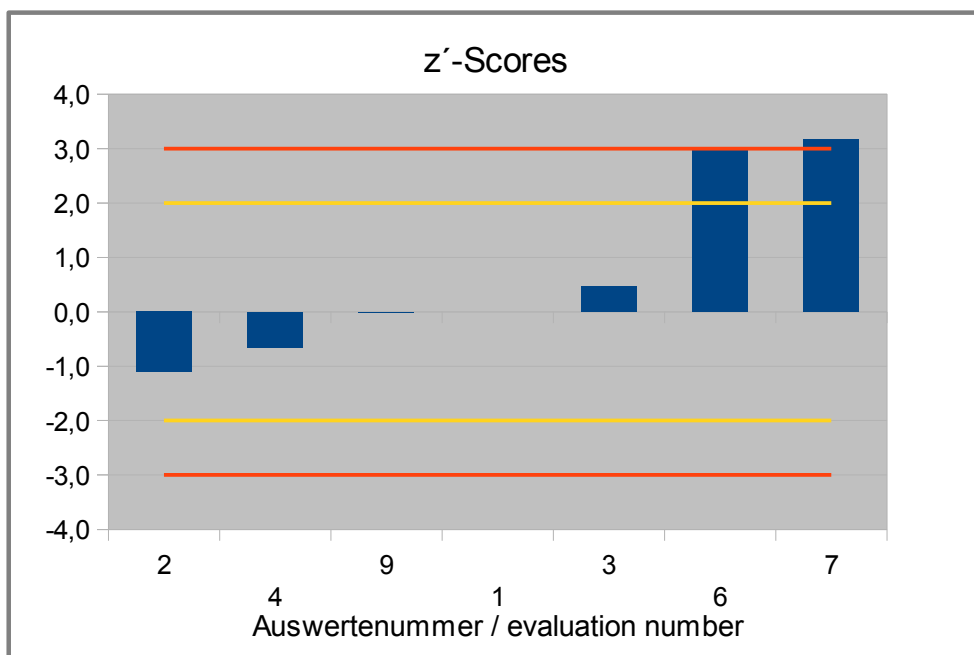


Abb. / Fig. 3: z'-Scores Methylcafestol

**4.2 16-O-Methylcafestol in Probe B (mg/kg)****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	868
<b>Median (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>730</b>
Robuster Mittelwert	851
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>246</b>
<b>Variationskoeffizient (<math>VK_{S^*}</math>)</b>	<b>33,7%</b>
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>131</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	43,3
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>468</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>992</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	102
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,78
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) verwendet (ASU §64 LFGB L 46.02-4). Zusätzlich wurde die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6). Die angegebene Zielstandardabweichung „zur Information“ wurde nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet.

Die robuste Standardabweichung zeigt eine erhöhte Variabilität der Messergebnisse. Sie ist vergleichbar mit der erzielten Vergleichsstandardabweichungen der ASU § 64 LFGB L 46.02-4.

Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,78 über 0,3 und ist aufgrund der anderen Kenndaten und der Verwendung unterschiedlicher Bestimmungsmethoden akzeptabel.

78% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Bei Probe A handelte es sich um eine Röstkaffee-Mischung mit einem deklarierten Robusta-Anteil von 20 %.

**Aus dem Median ( $X_{pt}$ ) und den angegebenen Werten in der ASU § 64 LFGB L 46.02-4 lässt sich ein Anteil von Robusta-Kaffee von 57 % errechnen.**

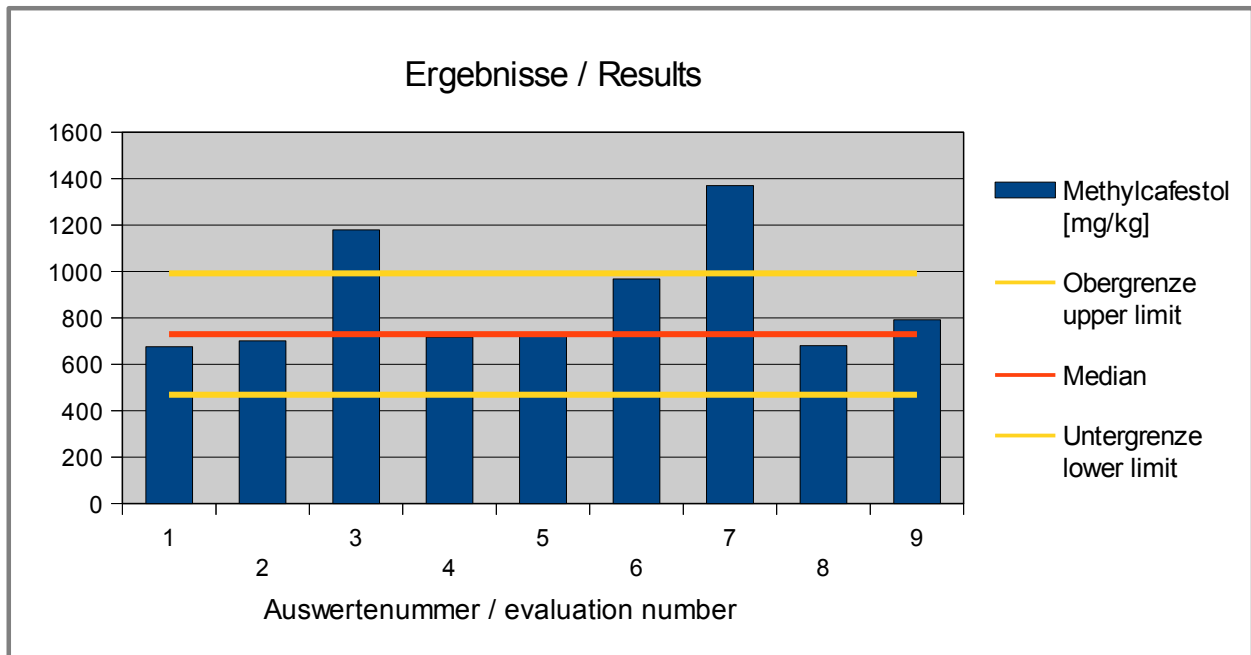


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse/ Results Methylcafestol

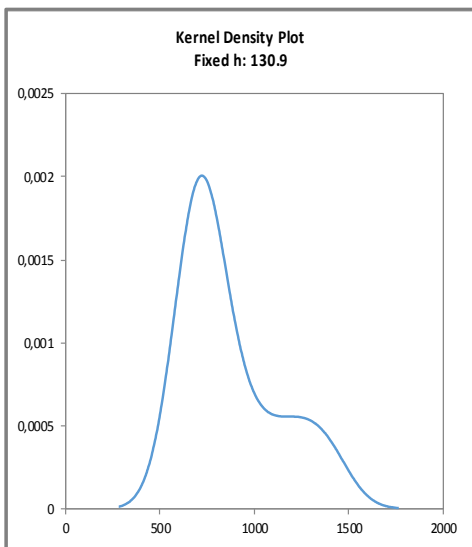


Abb. / Fig. 5:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine annähernd symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Der Nebenpeak bei 1300 mg/kg kennzeichnet Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs.

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

Auswertenummer Evaluation number	Methylcafestol [mg/kg]	Abweichung [mg/kg] Deviation [mg/kg]	z'-Score ( $\sigma_{pt}$ )	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	676	-53,8	-0,41	-1,2	
2	701	-28,8	-0,22	-0,67	
3	1179	449	3,4	10	
4	717	-12,8	-0,10	-0,30	
5	730	0,0	0,0	-2,8	
6	968	238	1,8	5,5	
7	1370	640	4,9	15	
8	680	-49,8	-0,38	-4,0	
9	791	61,2	0,47	1,4	

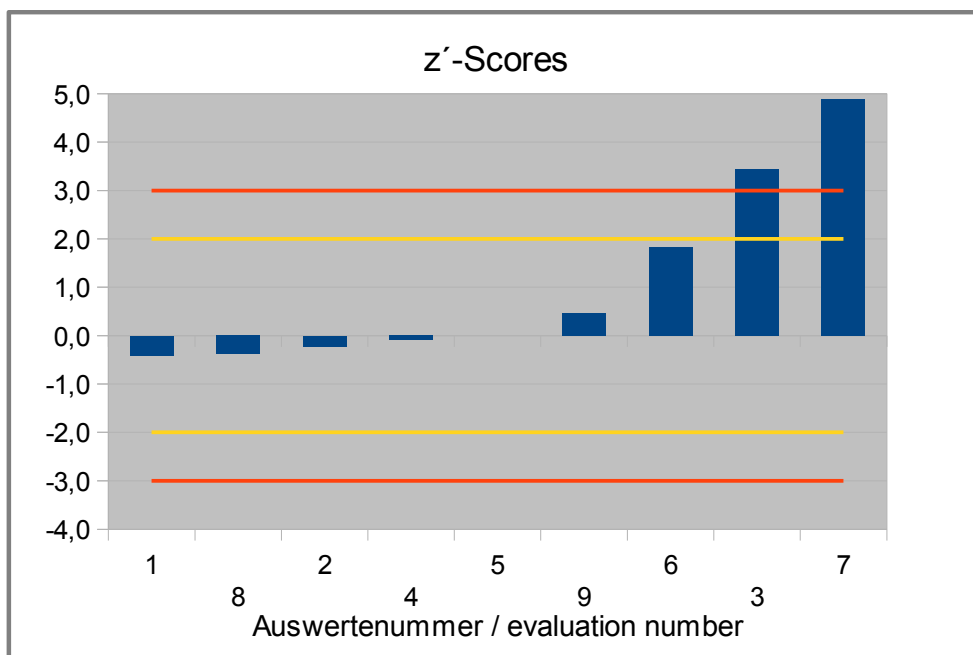


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Methylcafestol

**4.3 16-O-Methylcafestol in Probe C (mg/kg)****Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

<b>Kenndaten</b>	
Anzahl der Messergebnisse	9
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	278
<b>Median (<math>X_{pt}</math>)</b>	<b>215</b>
Robuster Mittelwert	274
<b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>	<b>146</b>
<b>Variationskoeffizient (<math>VK_{S^*}</math>)</b>	<b>68,0%</b>
<i>Zielkenndaten:</i>	
<b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b>	<b>65,5</b>
Zielstandardabweichung (zur Information)	15,3
<b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>84,1</b>
<b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>	<b>346</b>
Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$	2,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	60,9
Quotient $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$	0,93
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	78%

**Anmerkungen zu den Kenndaten:**

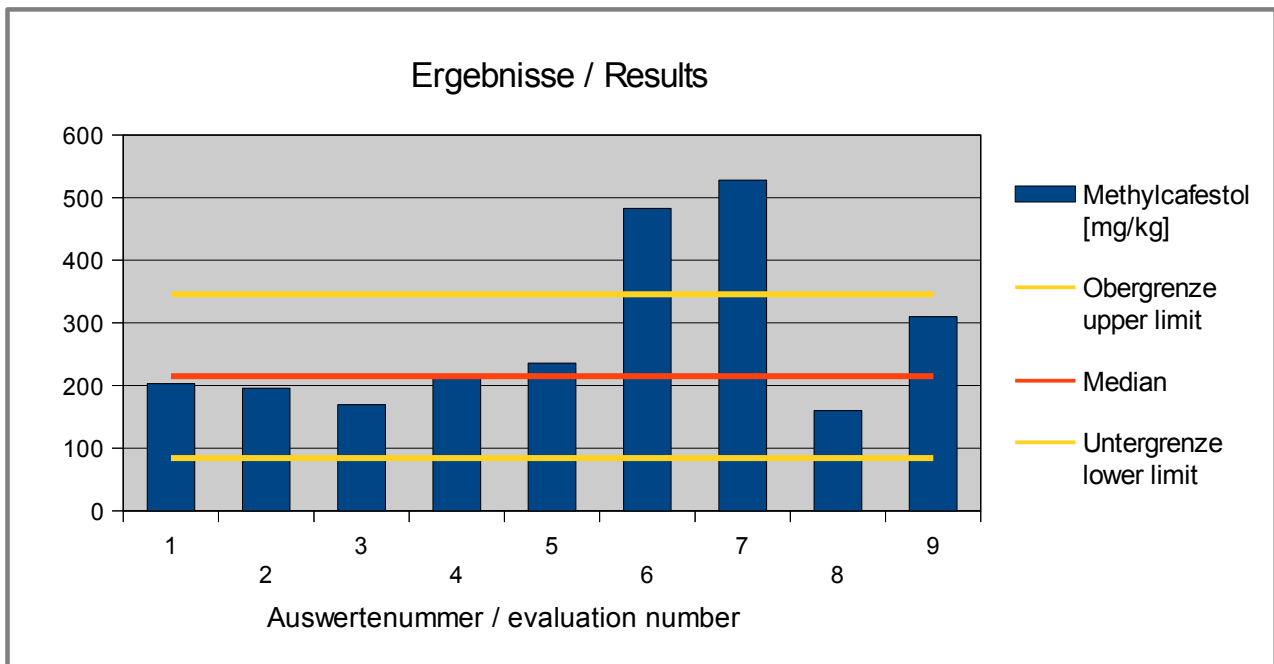
Zur Bewertung der Ergebnisse wurde die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) verwendet (ASU §64 LFGB L 46.02-4). Zusätzlich wurde die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6). Die angegebene Zielstandardabweichung „zur Information“ wurde nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) berechnet.

Die robuste Standardabweichung zeigt eine hohe Variabilität der Messergebnisse, die ihre Ursache in zwei rel. hohen Einzelergebnissen hat. Der Quotient  $U(X_{pt})/\sigma_{pt}'$  liegt mit 0,93 über 0,3 und ist aufgrund der anderen Kenndaten und der Verwendung unterschiedlicher Bestimmungsmethoden akzeptabel.

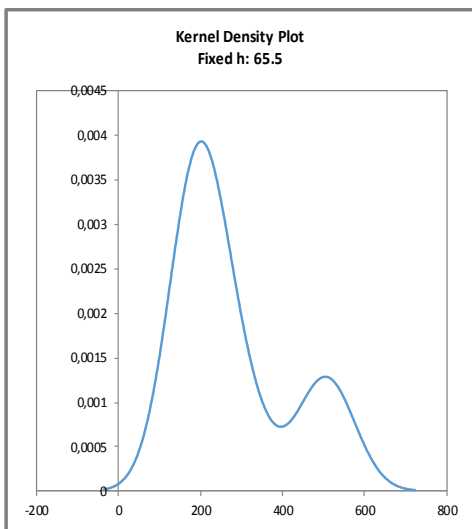
78% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Bei Probe C handelte es sich um eine Röstkaffee-Mischung mit einem Robusta-Anteil von 25 %.

**Aus dem Median ( $X_{pt}$ ) und den angegebenen Werten in der ASU § 64 LFGB L 46.02-4 lässt sich ein Anteil von Robusta-Kaffee von 17 % errechnen.**



**Abb. / Fig. 7:** Ergebnisse/ Results Methylcafestol



**Abb. / Fig. 8:**  
Kerndichte-Schätzung der Ergebnisse (mit  $h = \sigma_{pt}'$  von  $X_{pt}$ )  
Kernel density plot of results (with  $h = \sigma_{pt}'$  of  $X_{pt}$ )

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine annähernd symmetrische Verteilung der Ergebnisse. Der Nebenpeak bei 500 mg/kg kennzeichnet Ergebnisse außerhalb des Zielbereichs.

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

Auswertenummer	Methylcafestol [mg/kg]	Abweichung [mg/kg]	z'-Score ( $\sigma_{pt}$ )	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/kg]			Remark
1	203	-12,0	-0,18	-0,78	
2	196	-19,0	-0,29	-1,2	
3	170	-45,5	-0,69	-3,0	
4	215	0,00	0,0	0,0	
5	236	20,6	0,31	-2,5	
6	483	268	4,1	17	
7	528	313	4,8	20	
8	160	-55,0	-0,84	-7,4	
9	310	95,0	1,5	6,2	

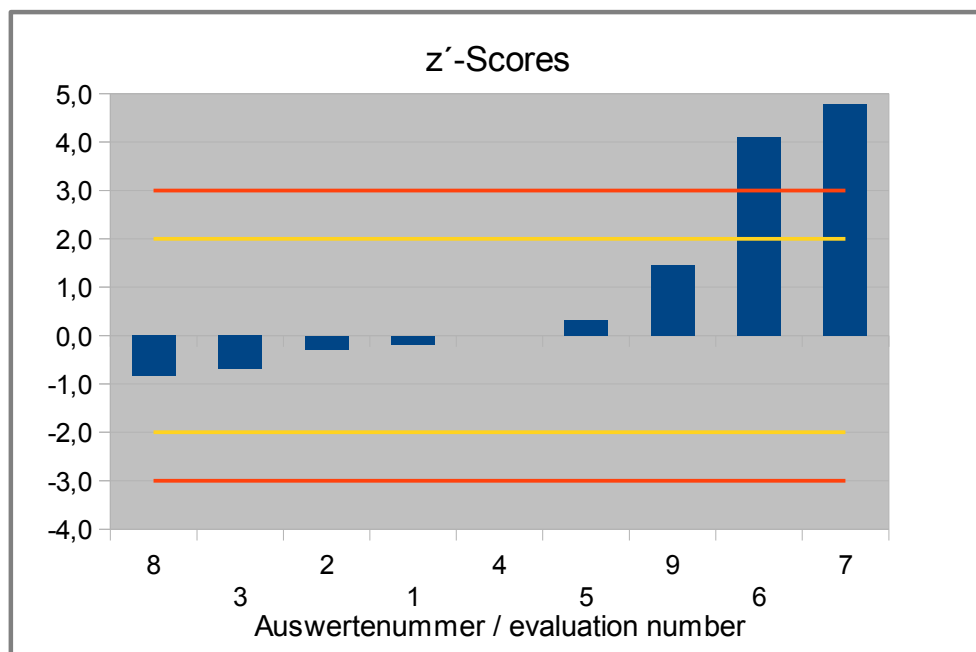


Abb. / Fig. 9: z'-Scores Methylcafestol

## 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

Participant	Date of analysis	Result sample A	Result sample B	Result sample C	Limit of quantification	incl. RR	Recovery rate
Teilnehmer	Datum der Analyse	Ergebnis Probe A	Ergebnis Probe B	Ergebnis Probe C	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
	Tag/Monat	mg/kg	mg/kg	mg/kg	mg/kg	ja / nein	in %
1	23- 25.10	45,1	676	203	20	ja	99,5
2	08.10.2018 - 25.10.2018	31,5	701	196	24	ja	-
3	18.10.18	50,8	1179,2	169,5	5	nein	101
4	18.10.	37	717	215	7	nein	101
5	23.10.18	< BG	729,8	235,6	60	ja / nein	73,5
6	05.10.2018	81,5	968	483	15		
7	18.10.18	84	1370	528	15	ja	30
8	18.09.18	<100	680	160	100	no	
9	15.09.	44,9	791	310	30		



## 5.1.2 Analytische Methoden

Teilnehmer	Methodenbeschreibung	Probenvorbereitung	Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert	Sonstige Hinweise
Participant	Method description	Sample preparation	Measuring method	Calibration and reference material	Recovery with same matrix	Method accredited	Further remarks
					ja / nein	ja / nein	
1	S64 46.02-4 HPLC-Verfahren	nicht gesiebt	HPLC/DAD		ja	ja	
2	Literaturbasiert, interne Optimierung	Homogenisierung und Mahlen der Proben, Extraktion in Chloroform-d	<sup>1</sup> H-NMR	Kalibrierung über Referenzprobe des Geräteherstellers; Mitführung eines Standards bekannter Konzentration	ja	ja	-
3	BVL L 46.02-4				ja	ja	
4	Schnellbestimmung mittels Kernspinresonanzspektroskopie (NMR)	Extraktion mittels CDCl <sub>3</sub>	NMR		ja	ja	
5	ASU L 46.02-4				ja	ja	
6							
7	nein	Direktverseifung Säulenaufreinigung	HPLC/TOF	16-o-Methylcafestol	ja	nein	
8	intern, RMN				nein	ja	
9	LC-MS/MS					ja	

**5.2 Homogenität****5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung****Microtracer Homogenitätstest****DLA 41-2018 Probe Nr A**

Gewicht Gesamtprobe	1,000	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	21,5	mg/kg

**Analysenergebnisse:**

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	8,07	62	15,4
2	10,06	76	15,1
3	7,89	51	12,9
4	8,41	49	11,7
5	8,74	62	14,2
6	9,03	54	12,0
7	8,65	53	12,3
8	8,83	51	11,6
9	9,55	72	15,1
10	9,19	59	12,8

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9	
Mittelwert	58,8	Partikel
Standardabweichung	6,67	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	6,82	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>66</b>	<b>%</b>
Wiederfindungsrate	62	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	10	
Mittelwert	13,3	mg/kg
Standardabweichung	1,51	mg/kg
rel. Standardabweichung	11,4	%
Horwitz Standardabweichung	10,8	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>1,0</b>	
Wiederfindungsrate	62	%

**Microtracer Homogenitätstest****DLA 41-2018 Probe Nr C**

Gewicht Gesamtprobe	1,000	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	21,6	mg/kg

**Analysenergebnisse:**

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	8,38	54	12,9
2	9,60	67	14,0
3	11,03	71	12,9
4	10,26	68	13,3
5	8,40	76	18,1
6	10,91	76	13,9
7	11,02	89	16,2
8	8,62	59	13,7
9	9,14	67	14,7
10	9,25	58	12,5

Poisson-Verteilung		
Probenanzahl	10	
Freiheitsgrad	9	
Mittelwert	68,6	Partikel
Standardabweichung	8,32	Partikel
$\chi^2$ (CHI-Quadrat)	9,08	
<b>Wahrscheinlichkeit</b>	<b>43</b>	%
Wiederfindungsrate	66	%

Normalverteilung		
Probenanzahl	10	
Mittelwert	14,2	mg/kg
Standardabweichung	1,72	mg/kg
rel. Standardabweichung	12,1	%
Horwitz Standardabweichung	10,7	%
<b>HorRat-Wert</b>	<b>1,1</b>	
Wiederfindungsrate	66	%

**5.3 Probenanschreiben: Inform. zur Eignungsprüfung (EP)**

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

**Informationen zur Eignungsprüfung (EP)**

EP-Nummer	<b>DLA 41-2018</b>
EP-Name	<b>Methylcafestol in 3 Röstkaffeemischungen</b>
Probenmatrix*	<b>3 Proben: Röstkaffee-Mischungen</b> (mit unterschiedlichem Verhältnis Arabica : Robusta)
Probenzahl und Probenmenge	3 unterschiedliche Proben: je 15g
Lagerungsinformation	Proben A, B + C: gekühlt 2 - 10 °C
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: <b>Methylcafestol</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 A, B und C sowie die Mittelwerte als Endergebnisse, berechnet aus der Doppelbestimmung (Probe A, B und C), in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	mg/kg
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 A, B und C</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 26. Oktober 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

Teilnehmer/ participant	Ort/ location	Land/ country
		SCHWEIZ
		Deutschland
		Deutschland
		FRANKREICH
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		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. HORWITZ EQUATION AS QUALITY BENCHMARK IN ISO/IEC 17025 TESTING LABORATORY, C. Rivera, R. Rodriguez, Pimentel 4104 -B; Col. Las Granjas. Chihuahua Chihuahua Mexico. C.P. 31160
17. AOAC Guidelines for Standard Method Performance Requirements (2016)
18. ASU §64 LFGB L46.02-4; Bestimmung des Gehaltes an 16-O-Methylcafestol in Röstkaffee, HPLC-Verfahren (Januar 2012) (Übernahme der gleichnamigen Norm DIN 10779, Ausgabe März 2011)

**DLA 41/2018 - 16-O-Methylcafestol**

9 Teilnehmern haben Ergebnisse eingereicht. Zur Bewertung der Ergebnisse wurde die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision verwendet. Zusätzlich wurde die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet.

Für Probe A lag 71%, für die Proben B und C jeweils 78% der Ergebnisse im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

2 Teilnehmer haben ihren Sitz im Europäischen Ausland (Schweiz, Frankreich).