

Proficiency Tests

DLA

food
cosmetics
consumer goods
www.dla-lvu.de

Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 50/2018

**Gesamt-Aminosäuren-
Zusammensetzung:**

in Kindermilchpulver

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

proficiency-testing@dla-lvu.de www.dla-lvu.de

Koordinator der LVU:
Dr. Matthias Besler-Scharf

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

<i>EP-Anbieter</i> <i>PT-Provider</i>	<p>DLA - Dienstleistung Lebensmittel Analytik GbR Gesellschafter: Dr. Matthias Besler-Scharf und Alexandra Scharf MSc.</p> <p>Waldemar-Bonsels-Weg 170, 22926 Ahrensburg, Germany</p> <p>Tel. ++49-(0)4532-9183358 Mob. ++49(0)171-1954375 Fax. ++49(0)4102-9944976 eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>
<i>EP-Nummer</i> <i>PT-Number</i>	DLA 50/2018
<i>EP-Koordinator</i> <i>PT-Coordinator</i>	Dr. Matthias Besler-Scharf
<i>Status des EP-Bericht</i> <i>Status of PT-Report</i>	<p>Abschlussbericht / Final report (25. Januar 2019)</p> <p>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen. Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.</p>
<i>EP-Bericht Freigabe</i> <i>PT-Report Authorization</i>	<p>Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager) - <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i> Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager) - <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i> Datum / Date: 25. Januar 2019</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Falls im Rahmen der Eignungsprüfung eine Prüfung der Gehalte, Homogenität und Stabilität von EP-Parametern durchgeführt wurde, hat DLA diese im Unterauftrag vergeben.</p> <p>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.</p>
<i>Vertraulichkeit</i> <i>Confidentiality</i>	<p>Die Teilnehmerergebnisse sind im EP-Bericht in anonymisierter Form mit Auswertenummern benannt. Daten einzelner Teilnehmer werden ausschließlich nach vorheriger Zustimmung des Teilnehmers an Dritte weitergegeben.</p> <p>Participant result are named anonymously with evaluation numbers in the PT report. Data of individual participants will be passed on to third parties only with prior consent of the participant.</p>

Inhalt

1. Einleitung.....	5
2. Durchführung.....	5
2.1 Untersuchungsmaterial.....	5
2.1.1 Homogenität.....	7
2.1.2 Stabilität.....	9
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	9
2.3 Ergebnisübermittlung.....	9
3. Auswertung.....	10
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	10
3.2 Robuste Standardabweichung.....	10
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	10
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	11
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	11
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung) . . .	12
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	13
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	13
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	15
3.7 z-Score.....	15
3.8 z'-Score.....	19
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	19
3.10 Quotient S*/opt.....	20
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	20
4. Ergebnisse.....	21
4.1 L-Alanin/L-Alanine in g/100g.....	23
4.2 L-Arginin/L-Arginine in g/100g.....	25
4.3 L-Asparaginsäure/L-Aspartic acid in g/100g.....	27
4.4 L-Cystein/L-Cysteine in g/100g.....	29
4.5 L-Cystin/L-Cystine in g/100g.....	31
4.6 L-Glutaminsäure/L-Glutamic acid in g/100g.....	33
4.7 Glycin/Glycine in g/100g.....	35
4.8 L-Histidin/L-Histidine in g/100g.....	37
4.9 L-Isoleucin/L-Isoleucine in g/100g.....	39
4.10 L-Leucin/L-Leucine in g/100g.....	41
4.11 L-Lysin/L-Lysine in g/100g.....	43
4.12 L-Methionin/L-Methionine in g/100g.....	45
4.13 L-Phenylalanin/L-Phenylalanine in g/100g.....	47
4.14 L-Prolin/L-Proline in g/100g.....	49
4.15 L-Serin/L-Serine in g/100g.....	51
4.16 L-Threonin/L-Threonine in g/100g.....	53
4.17 L-Thryptophan in g/100g.....	55
4.18 L-Tyrosin/L-Tyrosine in g/100g.....	57
4.19 L-Valin/L-Valine in g/100g.....	59

5. Dokumentation.....	61
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	61
5.1.1 Primärdaten.....	61
5.1.2 Analytische Methoden.....	72
5.2 Homogenität.....	83
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	83
5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	84
5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	85
5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	89
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	90
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	91

1. Einleitung

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

Bei dem Untersuchungsmaterial handelt es sich um eine Mischung von handelsüblichen diätetischen Lebensmitteln „Kindermilchpulver, Getränkpulver für Kinder ab 2 Jahren“ mit einem Proteingehalt < 20% auf Basis von Milchprotein von Europäischen Anbietern.

Das Rohstoffmaterial wurde mittels Zentrifugalmühle gesiebt (mesh 500 µm), zusammen gegeben und homogenisiert.

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

Die Zusammensetzung (Verzeichnis der Zutaten) ist in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Kindermilchpulver ab 2 Jahren**Getränkpulver 1:**Zutaten:

Magermilch, Molkenerzeugnis (demineralisierte Molke, Molkenproteinkonzentrat), Oligosaccharide (Galactooligosaccharide, Fructooligosaccharide), Palmöl, Lactose, Sonnenblumenöl, Rapsöl, Kaliumorthophosphat, Calciumorthophosphat, **Fischöl**, Magnesiumcitrat, Calciumcarbonat, Emulgator (**Sojalecithin**), Vitamin C, Eisen-II-sulfat, Magnesiumorthophosphat, Vitamin E, Vitamin D, Vitamin B12, Pantothenensäure, Folsäure, Vitamin A, Vitamin B2, Biotin, Niacin, Vitamin B6, Vitamin B1, Kaliumjodid, Vitamin K

Nährwertangaben pro 100 g: Fett 19 g, Kohlenhydrate 45 g davon Zucker 43 g, Ballaststoffe 8,2 g, Eiweiß 16 g, Salz 0,6 g

Getränkpulver 2:Zutaten:

Magermilch, Lactose, Palmfett, pflanzliches Öl (Rapsöl, Sonnenblumenöl), Calciumcitrate, Calciumorthophosphate, Emulgator Lecithine (Soja), Vitamin C, Vitamin E, Pantothenensäure, Niacin, Vitamin B1 (Thiamin), Vitamin A, Vitamin B6, Vitamin B2, Folsäure, Vitamin K, Biotin, Vitamin D, Vitamin B12, Kaliumiodid.

Nährwertangaben pro 100 g: Fett 16 g, Kohlenhydrate 60 g davon Zucker 55 g, Eiweiß 17 g, Salz 0,5 g

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

2.1.1 Homogenität

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 8-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht. Es handelt sich um eine normierte Methode, die Bestandteil des internationalen GMP-Zertifizierungssystems für Futtermittel ist [14]. Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in μm -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von $\geq 5\%$ ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von $\geq 25\%$ mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe hat eine Wahrscheinlichkeit von 86% 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 0,8 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 14 Analyten im Bereich $< 2,4\%$ (0,9% - 2,3%), für Cystin, Histidin und Methionin im Bereich von 3,2% - 8,6% und deutlich erhöht für Tryptophan bei ca. 23%. Die Wiederholstandardabweichungen sind somit mit Ausnahme von Tryptophan vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU L 49.07-2, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 3) [18-20]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.19).

Tabelle 2: Wiederholstandardabweichungen S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer (Variationskoeffizienten VK_r in %)

Parameter	VK_r	Parameter	VK_r
L-Alanin	2,31 %	L-Lysin	1,48 %
L-Arginin	1,77 %	L-Methionin	4,03 %
L-Asparaginsäure	2,21 %	L-Phenylalanin	2,03 %
L-Cystin	8,56 %	L-Prolin	0,91 %
L-Glutaminsäure	1,49 %	L-Serin	1,43 %
Glycin	1,95 %	L-Threonin	1,55 %
L-Histidin	3,21 %	L-Tryptophan	22,7 %
L-Isoleucin	1,92 %	L-Tyrosin	2,09 %
L-Leucin	1,42 %	L-Valin	1,78 %

Desweiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** exemplarisch für L-Alanin, L-Asparaginsäure und L-Methionin graphisch zur Information charakterisiert (s. 5.2.1).

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 Degradationsrate 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. $0,21$ ($23,2^\circ\text{C}$). Die Stabilität des Probenmaterials war somit während des Untersuchungszeitraums unter den angegebenen Lagerbedingungen gewährleistet.

2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung

An jeden Teilnehmer wurden in der 37. Kalenderwoche 2018 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials 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:

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben eines Kindermilchpulvers ab 2 Jahren mit den zu bestimmenden Parametern Gesamt-Aminosäure-Gehalte nach Proteinhydrolyse. Der Proteinäquivalentgehalt beträgt < 20 %. Die Analysemethoden sind freigestellt.

Bitte beachten Sie die beiliegenden Informationen zur Eignungsprüfung.

(siehe Dokumentation unter Punkt 5.4 EP-Informationen)

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Alle 13 Teilnehmer haben ihre Ergebnisse fristgerecht 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: $\Delta \text{Median} - \text{rob. Mittelwert} > 0,3 \text{ opt}$) [3].

Voraussetzung ist, dass die Mehrzahl der Ergebnisse der teilnehmenden Laboratorien einer Normalverteilung unterliegen bzw. unimodal und symmetrisch verteilt sind. Hierzu erfolgt eine Prüfung der Verteilung u.a. anhand der Kern-Dichte-Schätzung [3, 12].

Falls Hinweise für Quellen von höherer Variabilität, wie z.B. eine bimodale Verteilung der Ergebnisse, vorliegen, werden Ursachen dafür gesucht. In Frage kommt häufig die Verwendung unterschiedlicher Untersuchungsmethoden. Ist dies der Fall, werden nach Möglichkeit getrennte Auswertungen mit eigenen zugewiesenen Werten (X_{pti}) vorgenommen.

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

Die 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 $> 25 \text{ mg/kg}$ oder $< 2,5 \text{ mg/kg}$) oder die Angabe „0“ werden für die statistische Auswertung nicht berücksichtigt [3].

3.2 Robuste Standardabweichung

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

3.3 Wiederholstandardabweichung

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

Sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen, erfolgt die Berechnung der Wiederholstandardabweichung S_r , auch als Standardabweichung 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 Vergleichsstandardabweichung

Die Vergleichsstandardabweichung 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 Vergleichsstandardabweichung S_R nach: [3, 4].

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

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

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

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

Auf Ausreißer wird mittels robuster Statistik (Algorithmus A) geprüft: Ergebnisse, die um mehr als das Dreifache der robusten Standardabweichung vom robusten Mittelwert abweichen, können danach als Ausreißer eingestuft werden [3]. Aufgrund der Anwendung der robusten Statistik werden Ausreißer i.d.R. nicht von der Auswertung ausgeschlossen, sofern keine anderen

Gründe vorliegen (s.o.) [3]. Ermittelte Ausreißer werden im Ergebnisteil nur genannt, wenn sie von der statistischen Auswertung ausgeschlossen wurden.

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle nachstehenden Parameter die Zielstandardabweichung nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz herangezogen (s. 3.6.1): Glycin und L-Phenylalanin.

Die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) wurde für alle anderen Parameter herangezogen (ASU §64 [18, 19]): L-Alanin, L-Arginin, L-Asparaginsäure, L-Cystin, L-Glutaminsäure, L-Histidin, L-Isoleucin, L-Leucin, L-Lysin, L-Methionin, L-Prolin, L-Serin, L-Threonin, L-Tryptophan, L-Tyrosin und L-Valin.

Zusätzlich wurde für L-Tryptophan die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).

Aufgrund der Anzahl von < 7 wurden die Ergebnisse für L-Cystein nicht mittels z-Scores bewertet.

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

Die in Tabelle 3 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.

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

Tabelle 3: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [18-20]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [g/100g]	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
L-Alanin	Diätetisches LM	2,15	2,33%	5,12%	4,8% ¹	ASU 49.07-2
L-Arginin	Diätetisches LM	1,86	2,69%	6,99%	6,7% ¹	ASU 49.07-2
L-Asparaginsäure	Diätetisches LM	4,16	1,92%	7,45%	7,3% ¹	ASU 49.07-2
L-Cystein / L-Cystin	Diätetisches LM Eiweißkonzentrat	1,07 0,506	5,61% 2,6%	15,0% 12,3%	14,5% ¹ 12,2%	ASU 49.07-2 VO 152/ 2009/EG
L-Glutaminsäure	Diätetisches LM	4,72	1,91%	5,08%	4,9% ¹	ASU 49.07-2
Glycin	Diätetisches LM	1,60	2,50%	6,88%	6,6% ¹	ASU 49.07-2
L-Histidin	Diätetisches LM	1,10	2,73%	10,90%	10,7% ¹	ASU 49.07-2
L-Isoleucin	Diätetisches LM	1,91	2,09%	5,24%	5,0% ¹	ASU 49.07-2
L-Leucin	Diätetisches LM	3,09	1,62%	5,50%	5,4% ¹	ASU 49.07-2
L-Lysin	Diätetisches LM Eiweißkonzentrat	3,61 4,77	1,94% 2,4%	8,95% 3,0%	8,8% ¹ 2,5%	ASU 49.07-2 VO 152/ 2009/EG
L-Methionin	Diätetisches LM Eiweißkonzentrat	1,30 1,2	5,38% 2,2%	7,69% 13%	6,7% ¹ 12,9%	ASU 49.07-2 VO 152/ 2009/EG
L-Phenylalanin	Diätetisches LM	-	-	-	-	ASU 49.07-2
L-Prolin	Diätetisches LM	2,33	3,00%	8,15%	7,9% ¹	ASU 49.07-2
L-Serin	Diätetisches LM	2,28	2,63%	4,82%	4,4% ¹	ASU 49.07-2
L-Threonin	Diätetisches LM Eiweißkonzentrat	2,74 2,23	2,19% 2,7%	5,84% 3,8%	5,6% ¹ 3,3%	ASU 49.07-2 VO 152/ 2009/EG
L-Tryptophan	Diätetisches LM	0,30/0,24	3,75%	7,50%	7,0% ¹	ASU 49.07-3
L-Tyrosin	Diätetisches LM	3,05	2,62%	6,89%	6,6% ¹	ASU 49.07-2
L-Valin	Diätetisches LM	2,48	2,02%	6,05%	5,9% ¹	ASU 49.07-2

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

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

Tabelle 4 zeigt ausgewählte Kenndaten der Teilnehmer-Ergebnisse der vorliegenden LVU im Vergleich zu LVU Ergebnissen der Vorjahre.

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

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

Tabelle 4: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2015 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mittelwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA-Bericht
L-Alanin	Diätetisches LM	0,432	0,0150	3,47	0,77	DLA 42/2015
L-Alanin	Diätetisches LM	1,70	0,0562	3,31	0,90	DLA 59/2016
L-Alanin	Diätetisches LM	0,593	0,0528	8,91	1,68	DLA 50/2018
L-Arginin	Diätetisches LM	0,282	0,0384	13,6	1,69	DLA 42/2015
L-Arginin	Diätetisches LM	2,72	0,218	8,01	1,19	DLA 59/2016
L-Arginin	Diätetisches LM	0,524	0,0511	9,75	1,45	DLA 50/2018
L-Asparaginsäure	Diätetisches LM	0,915	0,0369	4,03	0,55	DLA 42/2015
L-Asparaginsäure	Diätetisches LM	4,55	0,130	2,86	0,90	DLA 59/2016
L-Asparaginsäure	Diätetisches LM	1,38	0,131	9,49	1,30	DLA 50/2018
L-Cystin	Diätetisches LM	-	-	-	-	DLA 42/2015
L-Cystin	Diätetisches LM	0,487	0,133	27,3	1,89	DLA 59/2016
L-Cystin	Diätetisches LM	0,165	0,0229	13,9	0,89	DLA 50/2018
L-Glutaminsäure	Diätetisches LM	1,906	0,124	6,51	1,36	DLA 42/2015
L-Glutaminsäure	Diätetisches LM	8,29	0,502	6,05	1,23	DLA 59/2016
L-Glutaminsäure	Diätetisches LM	3,52	0,253	7,17	1,29	DLA 50/2018
Glycin	Diätetisches LM	0,191	0,0116	6,07	1,20	DLA 42/2015
Glycin	Diätetisches LM	1,54	0,0933	6,06	1,62	DLA 59/2016
Glycin	Diätetisches LM	0,325	0,0300	9,20	1,94	DLA 50/2018
L-Histidin	Diätetisches LM	0,246	0,0662	26,9	1,62	DLA 42/2015
L-Histidin	Diätetisches LM	1,10	0,0915	8,32	0,78	DLA 59/2016
L-Histidin	Diätetisches LM	0,429	0,0485	11,3	1,05	DLA 50/2018

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mittelwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/ σ_{pt}	DLA-Bericht
L-Isoleucin	Diätetisches LM	0,540	0,0276	5,11	1,16	DLA 42/2015
L-Isoleucin	Diätetisches LM	1,94	0,173	8,92	1,78	DLA 59/2016
L-Isoleucin	Diätetisches LM	0,862	0,0635	7,37	1,31	DLA 50/2018
L-Leucin	Diätetisches LM	1,02	0,0388	3,80	0,95	DLA 42/2015
L-Leucin	Diätetisches LM	3,45	0,248	7,19	1,34	DLA 59/2016
L-Leucin	Diätetisches LM	1,61	0,104	6,47	1,20	DLA 50/2018
L-Lysin	Diätetisches LM	0,817	0,0529	6,47	1,57	DLA 42/2015
L-Lysin	Diätetisches LM	2,71	0,168	6,20	1,81	DLA 59/2016
L-Lysin	Diätetisches LM	1,33	0,0968	7,30	0,83	DLA 50/2018
L-Methionin	Diätetisches LM	0,215	0,0123	5,72	0,94	DLA 42/2015
L-Methionin	Diätetisches LM	0,572	0,0608	10,6	1,59	DLA 59/2016
L-Methionin	Diätetisches LM	0,398	0,0486	12,2	1,54	DLA 50/2018
L-Phenylalanin	Diätetisches LM	0,408	0,0201	4,93	1,07	DLA 42/2015
L-Phenylalanin	Diätetisches LM	2,14	0,144	6,73	1,88	DLA 59/2016
L-Phenylalanin	Diätetisches LM	0,761	0,0551	7,24	1,74	DLA 50/2018
L-Prolin	Diätetisches LM	0,744	0,0329	4,42	0,57	DLA 42/2015
L-Prolin	Diätetisches LM	2,42	0,161	6,65	0,85	DLA 59/2016
L-Prolin	Diätetisches LM	1,54	0,0726	4,71	0,60	DLA 50/2018
L-Serin	Diätetisches LM	0,538	0,0762	14,2	1,77	DLA 42/2015
L-Serin	Diätetisches LM	2,23	0,110	4,93	1,39	DLA 59/2016
L-Serin	Diätetisches LM	0,897	0,0739	8,24	1,54	DLA 50/2018
L-Threonin	Diätetisches LM	0,535	0,0203	3,79	0,86	DLA 42/2015
L-Threonin	Diätetisches LM	1,60	0,0914	5,71	1,53	DLA 59/2016
L-Threonin	Diätetisches LM	0,761	0,0516	6,79	1,21	DLA 50/2018

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mittelwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA- Bericht
L-Tryptophan	Diätetisches LM	-	-	-	-	DLA 42/2015
L-Tryptophan	Diätetisches LM	0,563	0,0590	10,5	1,49	DLA 59/2016
L-Tryptophan	Diätetisches LM	0,213	0,0512	24,0	2,03	DLA 50/2018
L-Tyrosin	Diätetisches LM	0,314	0,0560	17,8	1,67	DLA 42/2015
L-Tyrosin	Diätetisches LM	1,56	0,166	10,6	1,61	DLA 59/2016
L-Tyrosin	Diätetisches LM	0,653	0,0669	10,2	1,35	DLA 50/2018
L-Valin	Diätetisches LM	0,598	0,0335	5,60	1,29	DLA 42/2015
L-Valin	Diätetisches LM	2,06	0,197	9,56	1,63	DLA 59/2016
L-Valin	Diätetisches LM	1,01	0,0600	5,92	0,95	DLA 50/2018

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 (σ_{pt}) und Standardunsicherheit ($U_{(x_{pt})}$) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

3.9 Variationskoeffizient (VK_R)

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

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

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

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit

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

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

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

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

4. Ergebnisse

Anmerkung zur Verteilung der Ergebnisse:

Die Kerndichte-Schätzungen zeigen für alle Parameter annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse (Abb. siehe Dokumentation 5.3). Teilweise sind leichte Schultern und separate kleinere Peaks zu erkennen, die auf Einzelwerte und Ausreißer bzw. Werte außerhalb des Zielbereichs zurückzuführen sind.

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

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Für Cystein lagen < 7 Ergebnisse vor, sodass keine statistische Auswertung vorgenommen werden konnte.

Die Zielstandardabweichungen wurden für alle anderen Parameter nach dem Modell nach Horwitz bzw. nach Kenndaten eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 Methode) berechnet. Dabei wurde bevorzugt die Bewertung nach Horwitz verwendet, solange die Quotienten S^*/σ_{pt} im Bereich von $\leq 2,0$ lagen. In allen anderen Fällen wurde die aus ASU §64 Präzisionsdaten berechnete Zielstandardabweichung verwendet (siehe 3.6).

Für alle Parameter mit Ausnahme von Tryptophan zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen alle im Bereich von 0,60 bis 1,9 (s. Tab. 4).

Für L-Tryptophan zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine erhöhte Variabilität. Der Quotient S^*/σ_{pt} lag über 2,0. Der Parameter wurde daher unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z' -Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann bei 2,0 (s. Tab. 4).

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

Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

Es liegen 60% bis 100% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich.

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

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

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

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

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

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

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	0,596
Median	0,593
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,593
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0528
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0135
Variationskoeffizient (VK_r)	2,31%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0489
Variationskoeffizient (VK_R)	8,40%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0287
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0256
Untere Grenze des Zielbereichs	0,535
Obere Grenze des Zielbereichs	0,650
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0183
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	69%

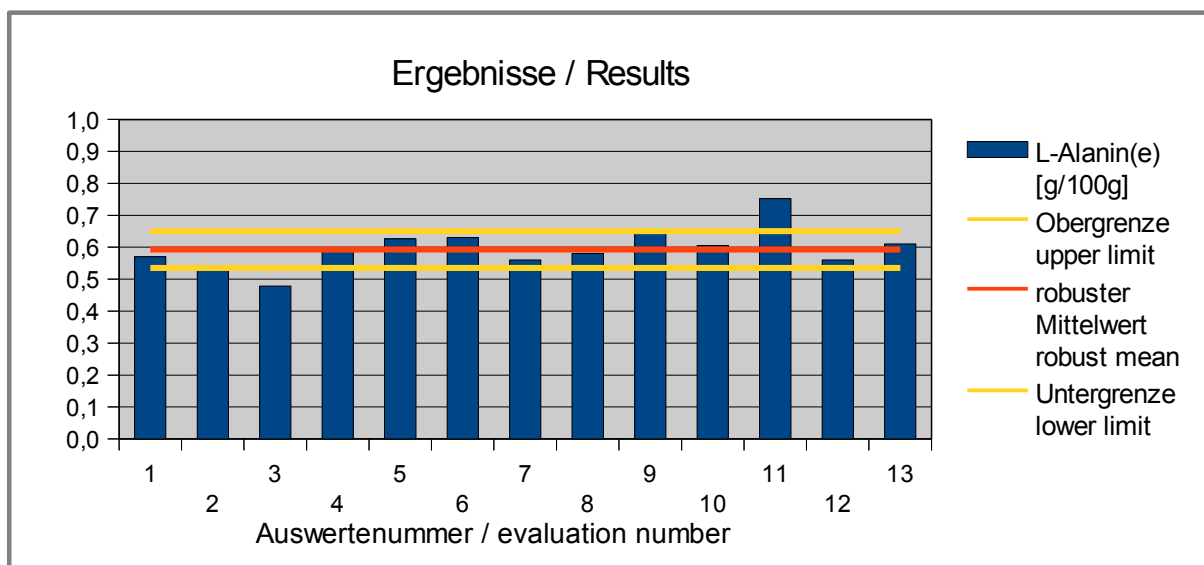


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse L-Alanin / Results L-Alanine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Alanin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,570	-0,023	-0,8	-0,9	
2	0,530	-0,063	-2,2	-2,4	
3	0,478	-0,11	-4,0	-4,5	
4	0,593	0,00	0,0	0,0	
5	0,626	0,033	1,2	1,3	
6	0,630	0,037	1,3	1,5	
7	0,560	-0,033	-1,1	-1,3	
8	0,580	-0,013	-0,4	-0,5	
9	0,654	0,061	2,1	2,4	
10	0,605	0,012	0,4	0,5	
11	0,753	0,16	5,6	6,2	
12	0,560	-0,033	-1,1	-1,3	
13	0,610	0,017	0,6	0,7	

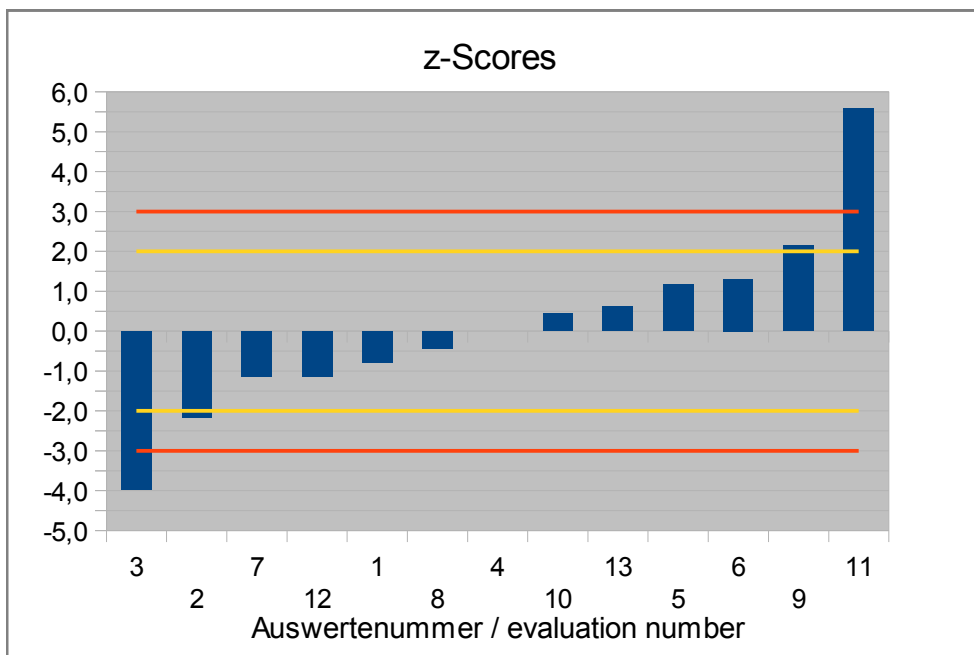


Abb. / Fig. 2: z-Scores L-Alanin / L-Alanine

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,524
Median	0,517
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,524
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0511
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0093
Variationskoeffizient (VK_r)	1,77%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0617
Variationskoeffizient (VK_R)	11,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0352
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0231
Untere Grenze des Zielbereichs	0,454
Obere Grenze des Zielbereichs	0,595
Quotient S^*/σ_{pt}	1,4
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0184
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	75%

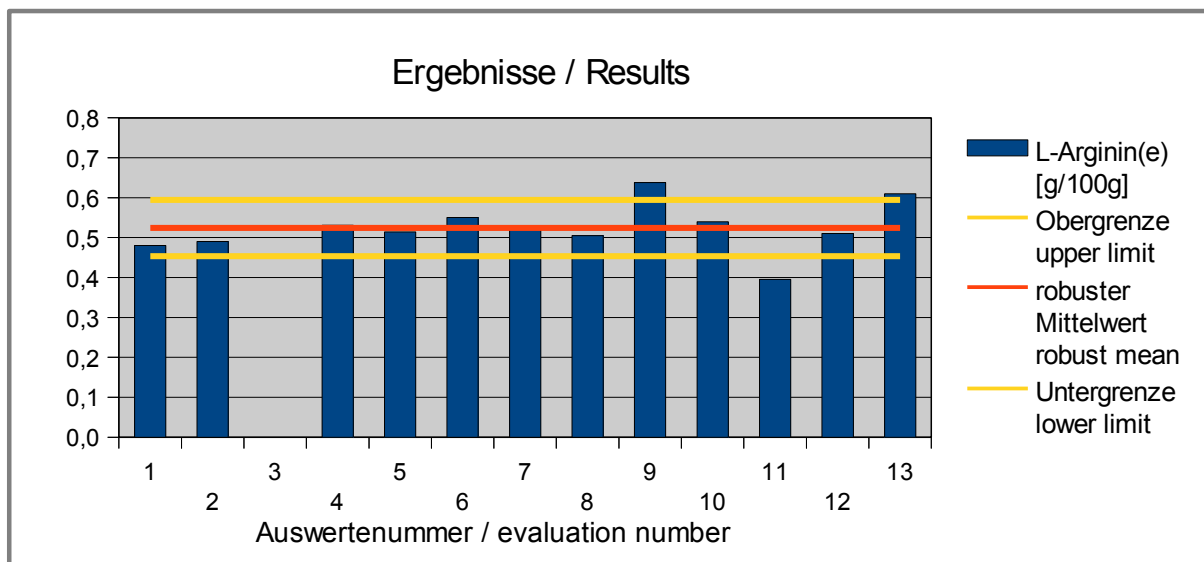


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse L-Arginin / Results L-Arginine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Arginin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,480	-0,044	-1,2	-1,9	
2	0,490	-0,034	-1,0	-1,5	
3					
4	0,531	0,007	0,2	0,3	
5	0,514	-0,010	-0,3	-0,4	
6	0,550	0,026	0,7	1,1	
7	0,520	-0,004	-0,1	-0,2	
8	0,505	-0,019	-0,5	-0,8	
9	0,638	0,114	3,2	4,9	
10	0,540	0,016	0,5	0,7	
11	0,396	-0,129	-3,6	-5,6	
12	0,510	-0,014	-0,4	-0,6	
13	0,610	0,086	2,4	3,7	

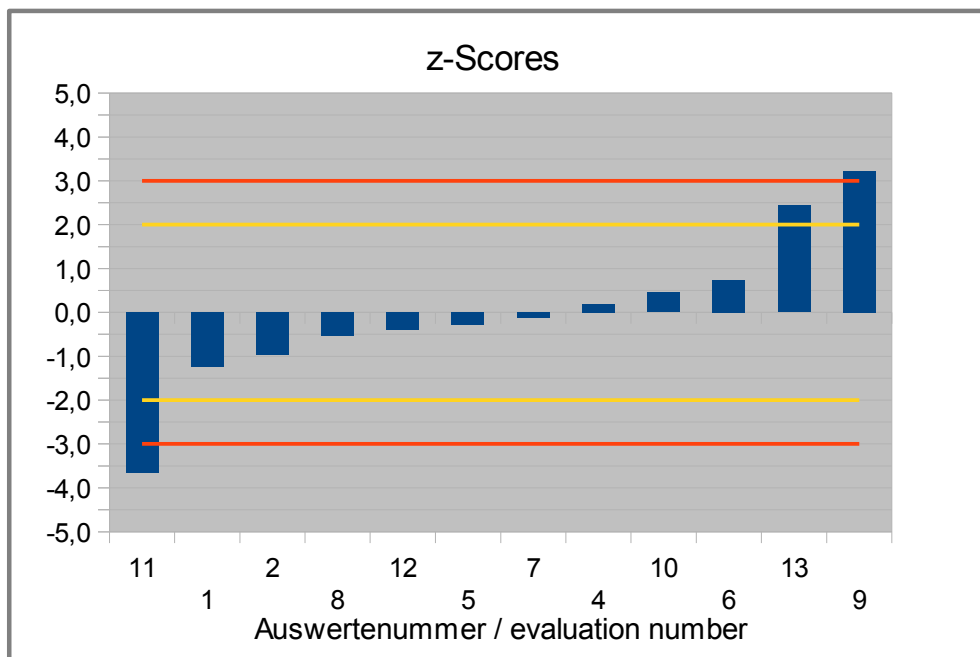


Abb. / Fig. 4: z-Scores L-Arginin / L-Arginine

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,39
Median	1,34
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,38
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,131
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0308
Variationskoeffizient (VK_r)	2,21%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,135
Variationskoeffizient (VK_R)	9,72%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,101
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0527
Untere Grenze des Zielbereichs	1,18
Obere Grenze des Zielbereichs	1,59
Quotient S^*/σ_{pt}	1,3
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0455
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	92%

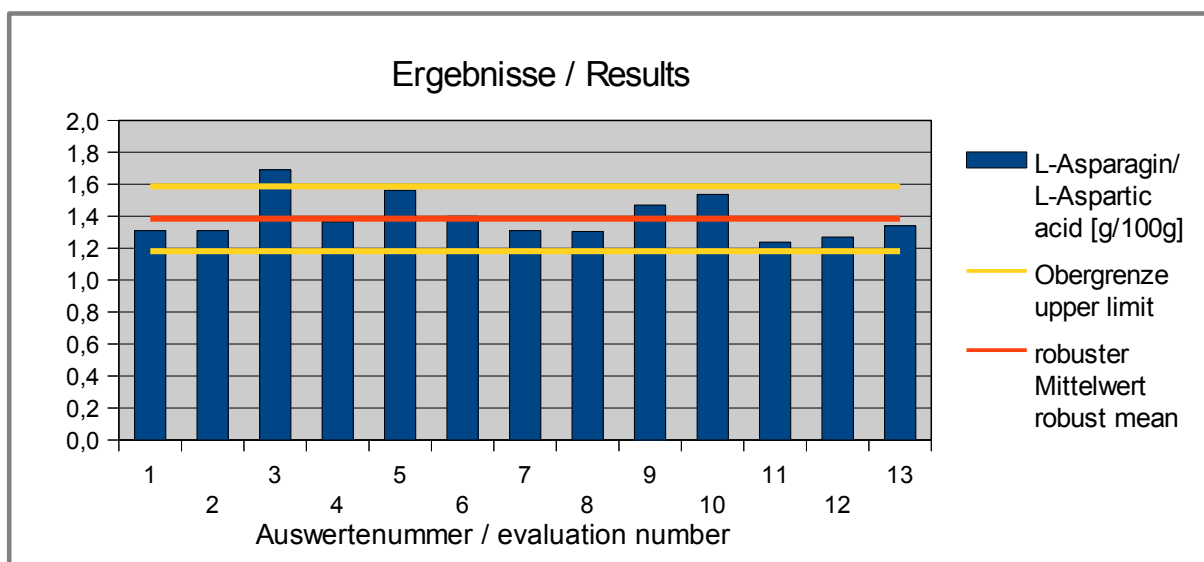


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse L-Asparaginsäure / Results L-Aspartic acid

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Asparagin / L-Aspartic acid [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	1,31	-0,074	-0,7	-1,4	
2	1,31	-0,074	-0,7	-1,4	
3	1,69	0,306	3,0	5,8	
4	1,37	-0,019	-0,2	-0,4	
5	1,56	0,178	1,8	3,4	
6	1,40	0,016	0,2	0,3	
7	1,31	-0,074	-0,7	-1,4	
8	1,31	-0,079	-0,8	-1,5	
9	1,47	0,086	0,8	1,6	
10	1,54	0,152	1,5	2,9	
11	1,24	-0,147	-1,5	-2,8	
12	1,27	-0,114	-1,1	-2,2	
13	1,34	-0,044	-0,4	-0,8	

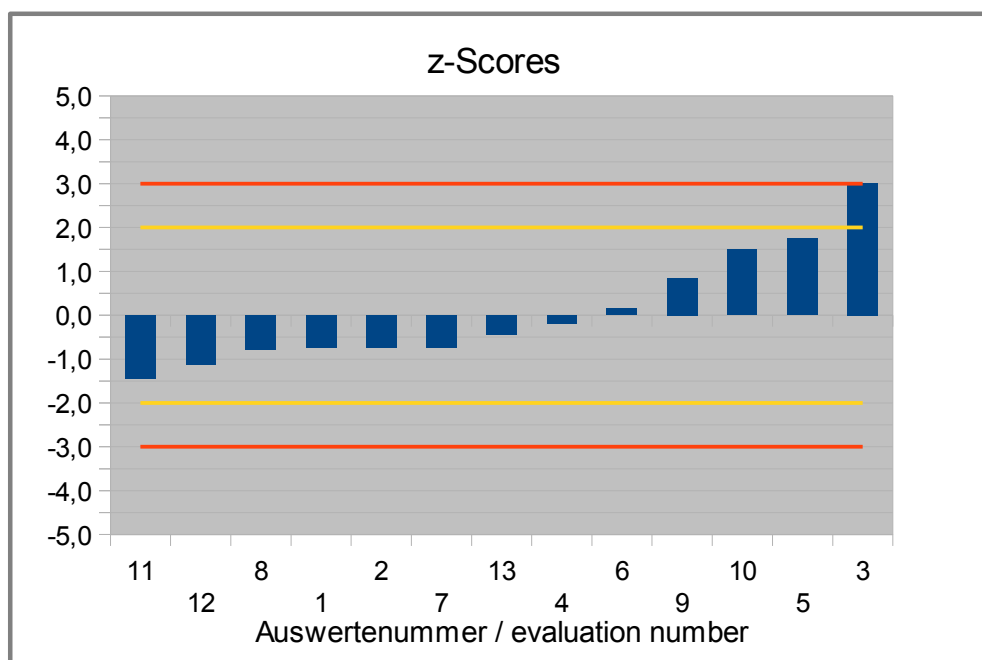


Abb. / Fig. 6: z-Scores L-Asparaginsäure / L-Aspartic acid

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	2
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,172
Median	0,172
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,172
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0192
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	
Wiederholstandardabweichung (S_r)	
Variationskoeffizient (VK_r)	
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	
Variationskoeffizient (VK_R)	
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	
Zielstandardabweichung (zur Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
Quotient S^*/σ_{pt}	
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	
Ergebnisse im Zielbereich	
Prozent im Zielbereich	

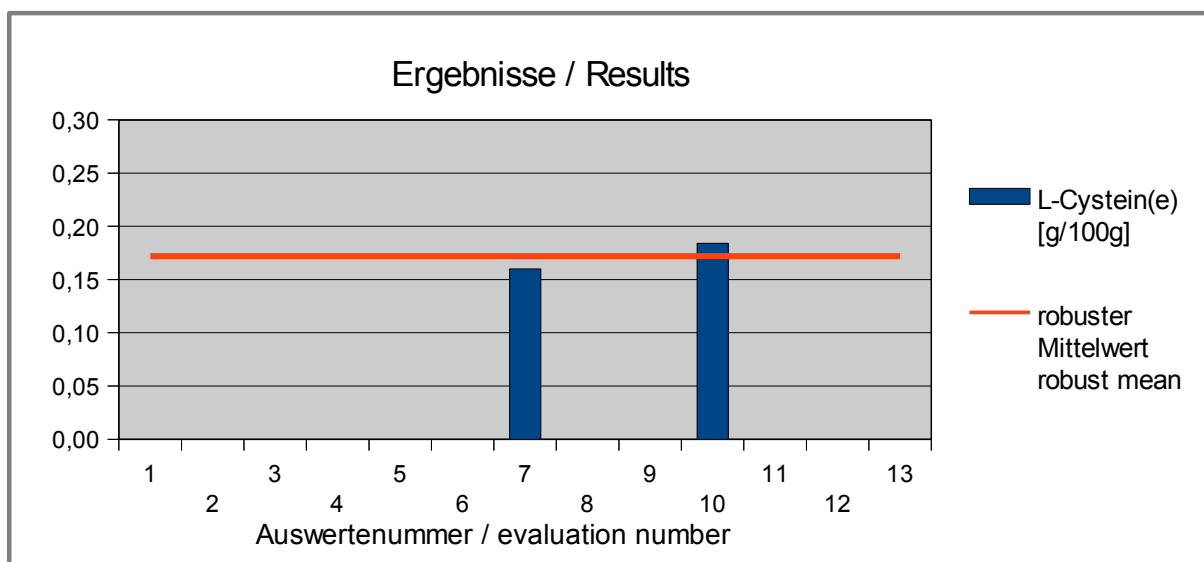


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse L-Cystein / Results L-Cysteine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Cystein(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]			Remark
1					
2					
3					
4					
5					
6					
7	0,160	-0,0120			
8					
9					
10	0,184	0,0120			
11					
12					
13					

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,163
Median	0,165
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,165
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0229
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0138
Variationskoeffizient (VK_r)	8,56%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0261
Variationskoeffizient (VK_R)	16,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0238
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,00864
Untere Grenze des Zielbereichs	0,117
Obere Grenze des Zielbereichs	0,212
Quotient S^*/σ_{pt}	0,96
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0101
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	88%

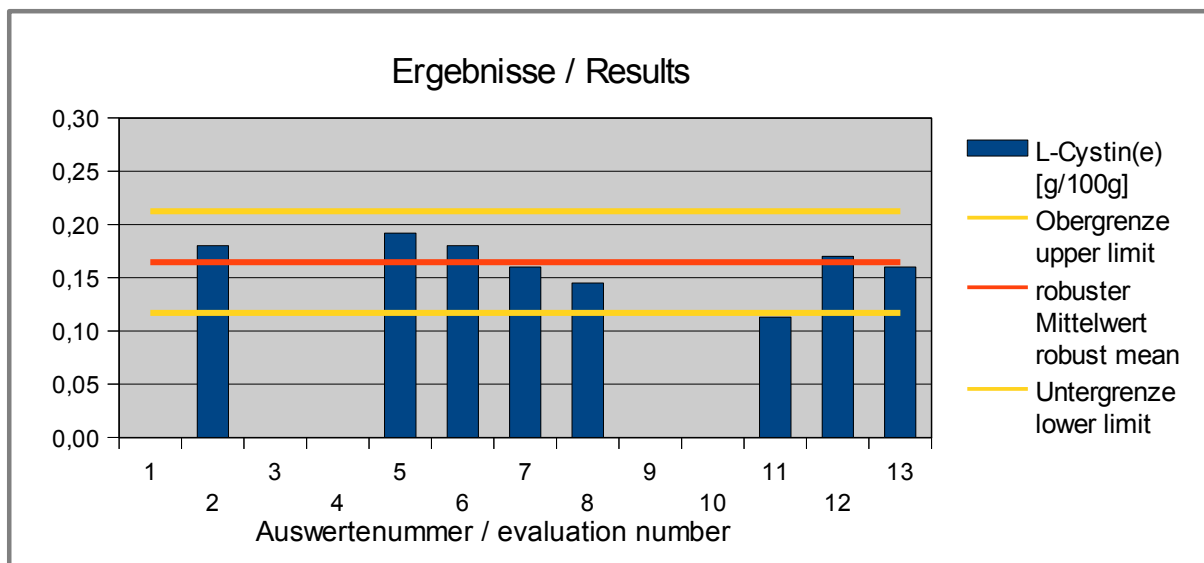


Abb. / Fig. 8: Ergebnisse L-Cystin / Results L-Cystine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Cystin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1					
2	0,180	0,015	0,6	1,8	
3					
4					
5	0,192	0,027	1,1	3,2	
6	0,180	0,015	0,6	1,8	
7	0,160	-0,005	-0,2	-0,5	
8	0,145	-0,020	-0,8	-2,3	
9					
10					
11	0,113	-0,052	-2,2	-6,0	
12	0,170	0,005	0,2	0,6	
13	0,160	-0,005	-0,2	-0,5	

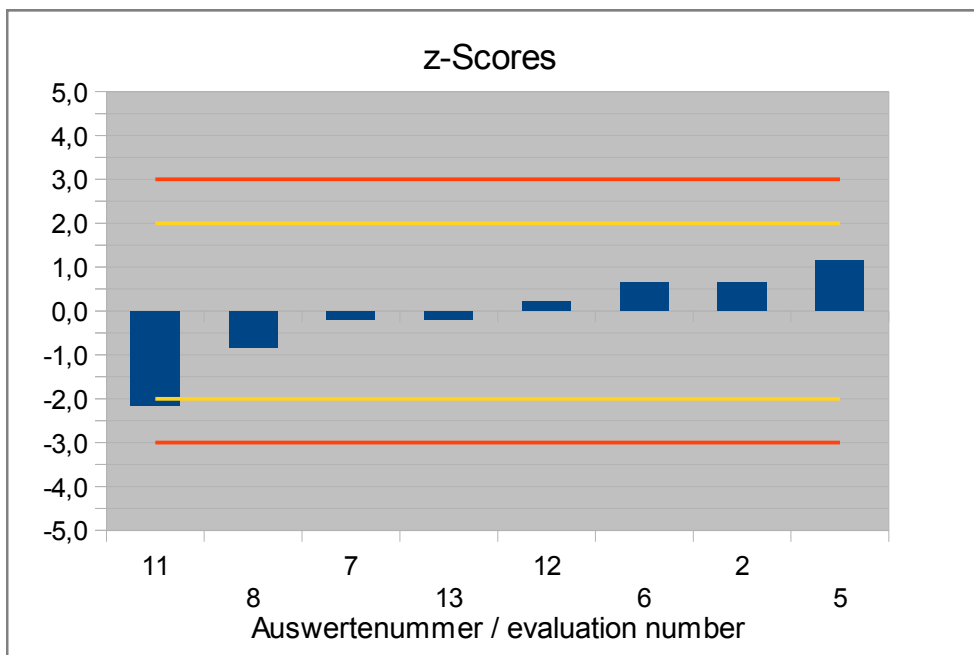
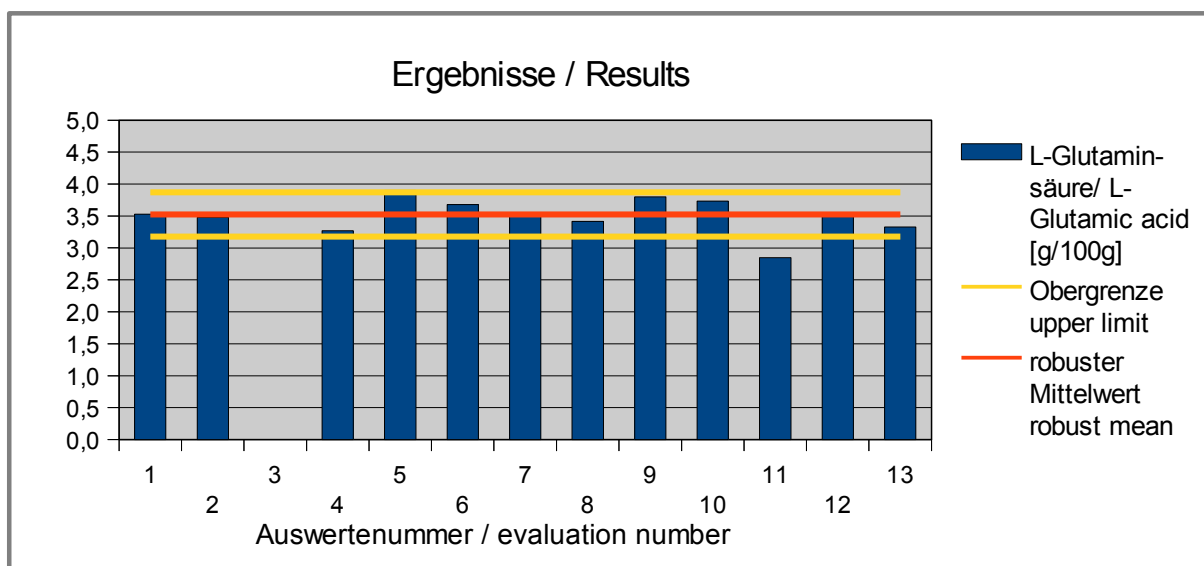


Abb. / Fig. 9: z-Scores L-Cystin / L-Cystine

4.6 L-Glutaminsäure/L-Glutamic acid in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	3,50
Median	3,50
Robuster Mittelwert (x_{pt})	3,52
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,253
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0519
Variationskoeffizient (VK_r)	1,49%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,274
Variationskoeffizient (VK_R)	7,83%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,173
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,117
Untere Grenze des Zielbereichs	3,18
Obere Grenze des Zielbereichs	3,87
Quotient S^*/σ_{pt}	1,5
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0912
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	83%

**Abb. / Fig. 10:** Ergebnisse L-Glutaminsäure / Results L-Glutamic acid

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Glutaminsäure/ L-Glutamic acid [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	3,53	0,006	0,0	0,1	
2	3,48	-0,044	-0,3	-0,4	
3					
4	3,27	-0,253	-1,5	-2,2	
5	3,90	0,375	2,2	3,2	
6	3,68	0,156	0,9	1,3	
7	3,51	-0,014	-0,1	-0,1	
8	3,42	-0,109	-0,6	-0,9	
9	3,80	0,276	1,6	2,4	
10	3,73	0,210	1,2	1,8	
11	2,85	-0,679	-3,9	-5,8	
12	3,49	-0,034	-0,2	-0,3	
13	3,33	-0,194	-1,1	-1,7	

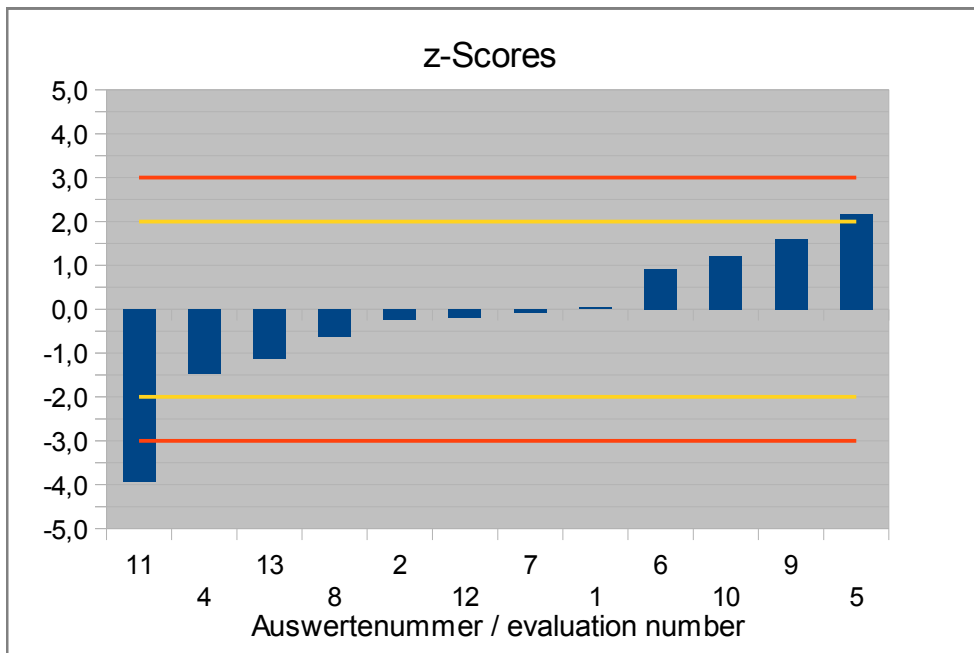


Abb. / Fig. 11: z-Scores L-Glutaminsäure / L-Glutamic acid

4.7 Glycin/Glycine in g/100g

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	0,330
Median	0,325
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,325
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0300
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,00624
Variationskoeffizient (VK_r)	1,95%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0168
Variationskoeffizient (VK_R)	5,23%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0154
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0216
Untere Grenze des Zielbereichs	0,295
Obere Grenze des Zielbereichs	0,356
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0104
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	77%

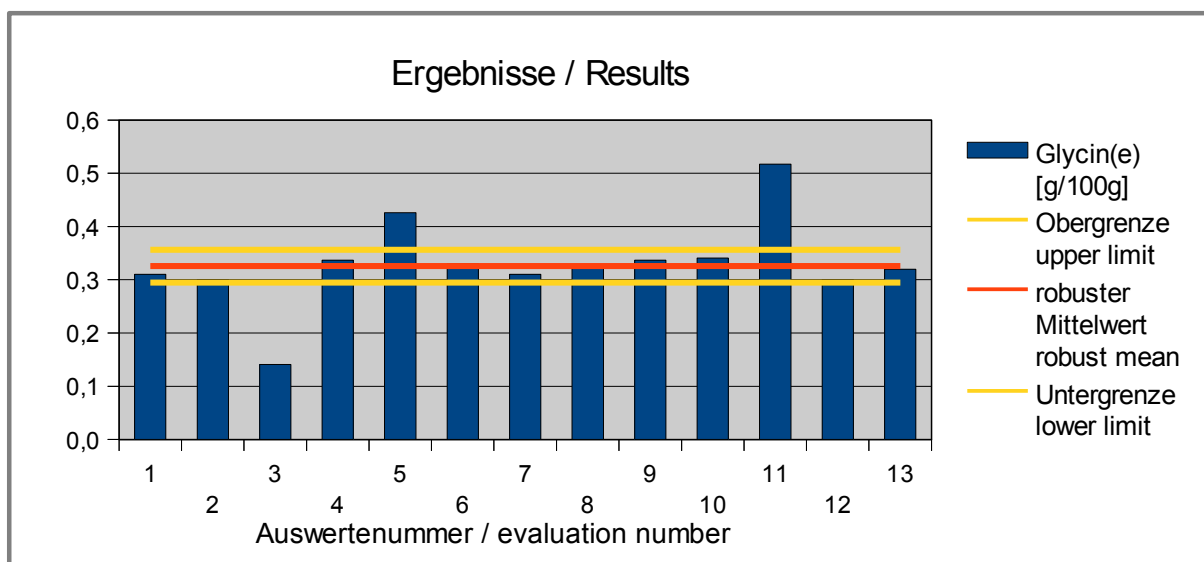


Abb. / Fig. 12: Ergebnisse Glycin / Results Glycine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Glycin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,310	-0,0154	-1,0	-0,7	
2	0,300	-0,0254	-1,7	-1,2	
3	0,141	-0,1844	-12,0	-8,5	
4	0,337	0,0111	0,7	0,5	
5	0,426	0,1006	6,5	4,6	
6	0,330	0,0046	0,3	0,2	
7	0,310	-0,0154	-1,0	-0,7	
8	0,325	-0,0004	0,0	0,0	
9	0,337	0,0116	0,7	0,5	
10	0,341	0,0156	1,0	0,7	
11	0,517	0,192	12,4	8,9	
12	0,300	-0,0254	-1,7	-1,2	
13	0,320	-0,0054	-0,4	-0,3	

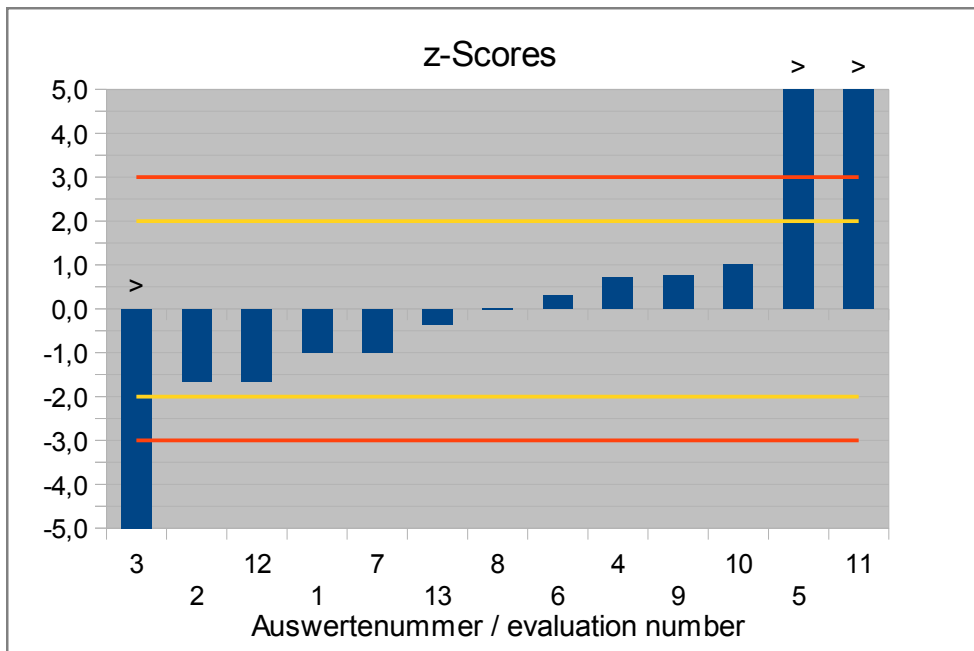


Abb. / Fig. 13: z-Scores Glycin / Glycine

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,430
Median	0,423
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,429
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0485
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0138
Variationskoeffizient (VK_r)	3,21%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0469
Variationskoeffizient (VK_R)	10,9%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0460
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0195
Untere Grenze des Zielbereichs	0,337
Obere Grenze des Zielbereichs	0,520
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0175
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	100%

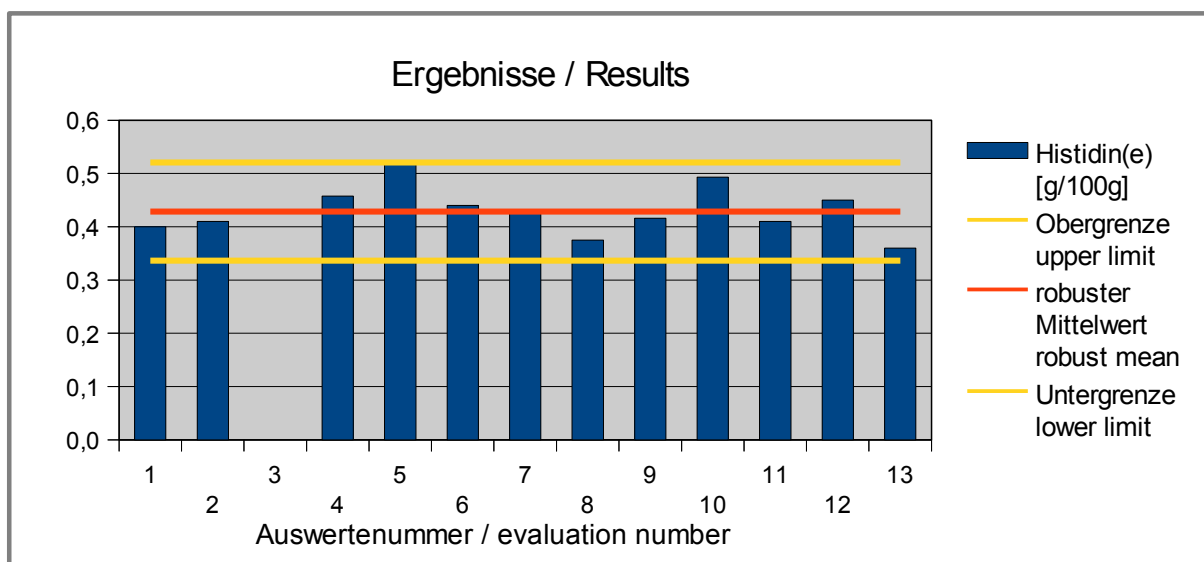


Abb. / Fig. 14: Ergebnisse L-Histidin / Results L-Histidine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Histidin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,400	-0,0285	-0,6	-1,5	
2	0,410	-0,0185	-0,4	-1,0	
3					
4	0,458	0,0290	0,6	1,5	
5	0,518	0,0895	1,9	4,6	
6	0,440	0,0115	0,2	0,6	
7	0,430	0,0015	0,0	0,1	
8	0,375	-0,0535	-1,2	-2,7	
9	0,416	-0,0125	-0,3	-0,6	
10	0,493	0,0645	1,4	3,3	
11	0,410	-0,0187	-0,4	-1,0	
12	0,450	0,0215	0,5	1,1	
13	0,360	-0,0685	-1,5	-3,5	

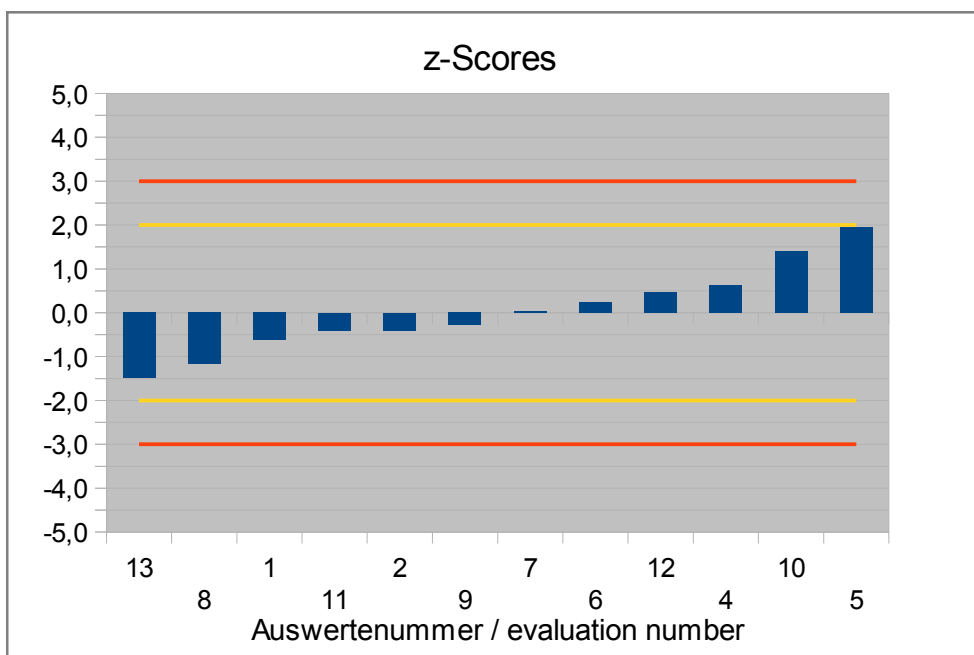
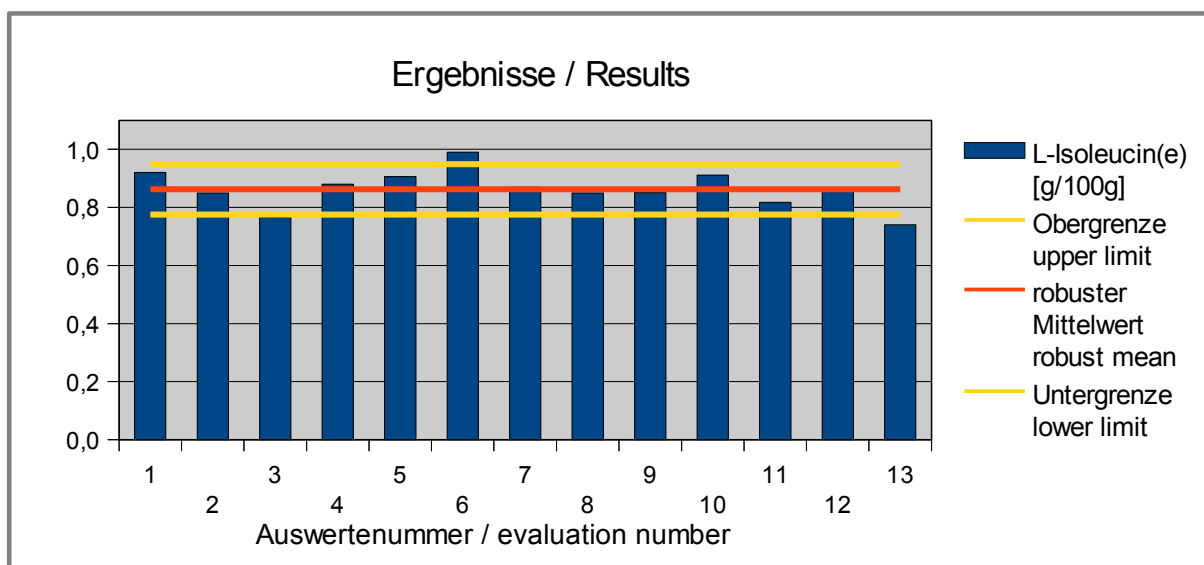


Abb. / Fig. 15: z-Scores L-Histidin / L-Histidine

4.9 L-Isoleucin/L-Isoleucine in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,862
Median	0,860
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,862
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0635
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0166
Variationskoeffizient (VK_r)	1,92%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0659
Variationskoeffizient (VK_R)	7,65%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0433
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0353
Untere Grenze des Zielbereichs	0,775
Obere Grenze des Zielbereichs	0,949
Quotient S^*/σ_{pt}	1,5
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0220
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	77%

**Abb. / Fig. 16:** Ergebnisse L-Isoleucin / Results L-Isoleucine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Isoleucin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,920	0,0579	1,3	1,6	
2	0,850	-0,0121	-0,3	-0,3	
3	0,765	-0,0971	-2,2	-2,8	
4	0,880	0,0179	0,4	0,5	
5	0,906	0,0439	1,0	1,2	
6	0,990	0,1279	3,0	3,6	
7	0,870	0,0079	0,2	0,2	
8	0,850	-0,0121	-0,3	-0,3	
9	0,851	-0,0111	-0,3	-0,3	
10	0,911	0,0489	1,1	1,4	
11	0,818	-0,0441	-1,0	-1,2	
12	0,860	-0,0021	0,0	-0,1	
13	0,740	-0,122	-2,8	-3,5	

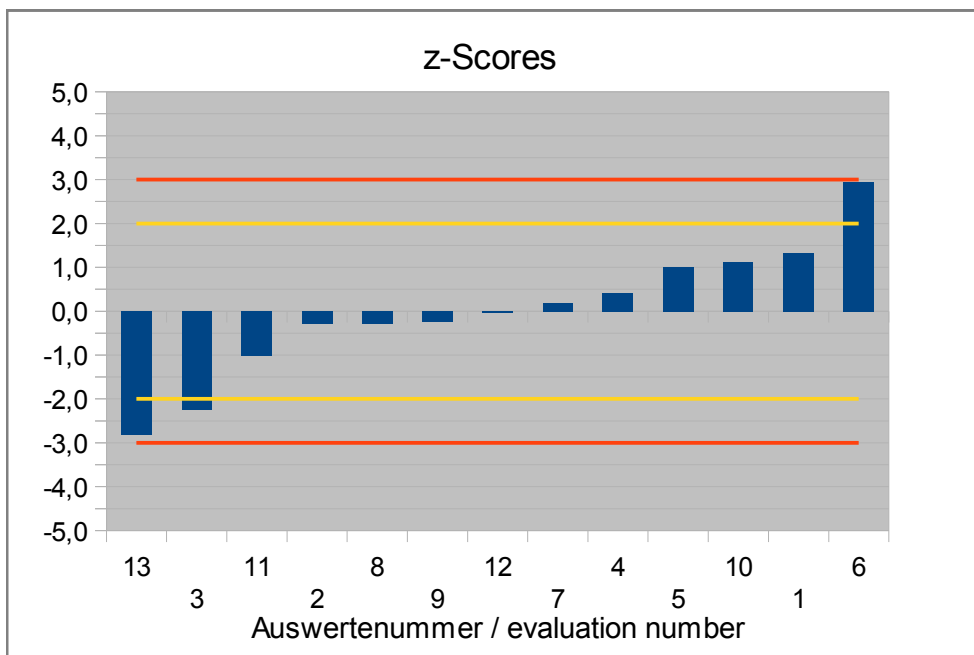


Abb. / Fig. 17: z-Scores L-Isoleucin / L-Isoleucine

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,61
Median	1,61
Robuster Mittelwert (x_{pt})	1,61
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,104
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0228
Variationskoeffizient (VK_r)	1,42%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0936
Variationskoeffizient (VK_R)	5,82%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0865
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0599
Untere Grenze des Zielbereichs	1,43
Obere Grenze des Zielbereichs	1,78
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0361
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	100%

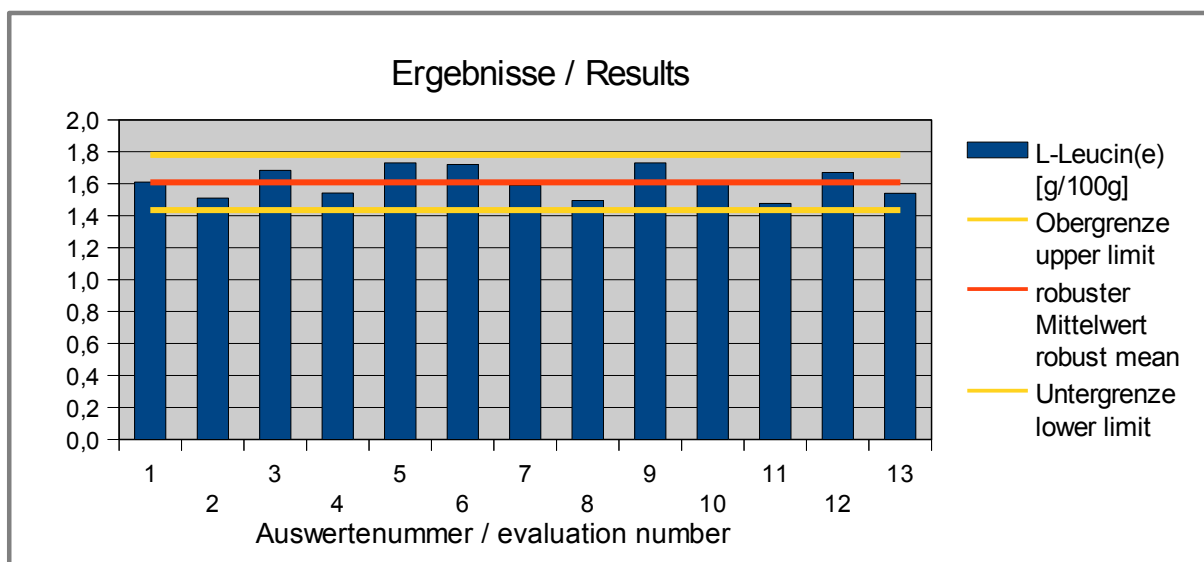


Abb. / Fig. 18: Ergebnisse L-Leucin / Results L-Leucine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Leucin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	1,61	0,002	0,0	0,0	
2	1,51	-0,098	-1,1	-1,6	
3	1,68	0,076	0,9	1,3	
4	1,54	-0,067	-0,8	-1,1	
5	1,73	0,122	1,4	2,0	
6	1,72	0,112	1,3	1,9	
7	1,59	-0,018	-0,2	-0,3	
8	1,50	-0,113	-1,3	-1,9	
9	1,73	0,122	1,4	2,0	
10	1,61	-0,003	0,0	0,0	
11	1,48	-0,131	-1,5	-2,2	
12	1,67	0,062	0,7	1,0	
13	1,54	-0,068	-0,8	-1,1	

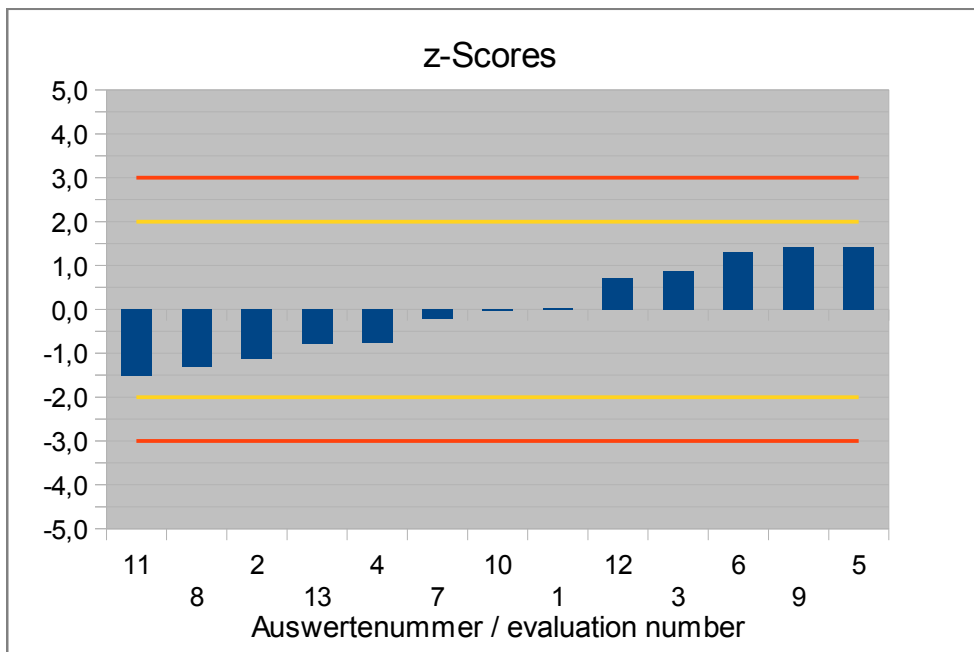
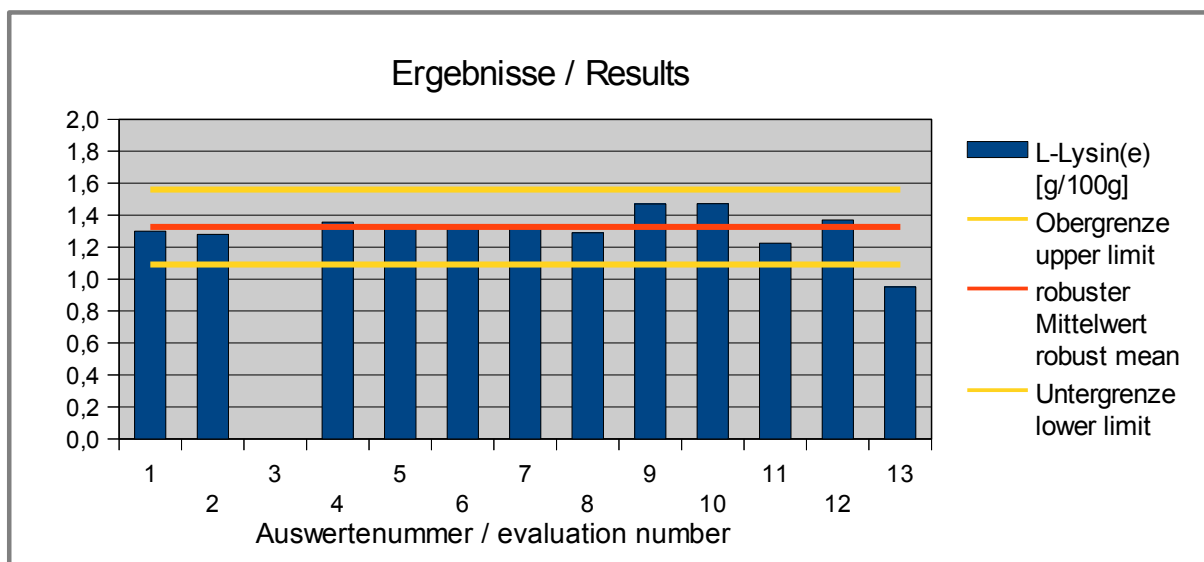


Abb. / Fig. 19: z-Scores L-Leucin / L-Leucine

4.11 L-Lysin/L-Lysine in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	1,31
Median	1,32
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1,33
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0968
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0198
Variationskoeffizient (VK_r)	1,48%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0768
Variationskoeffizient (VK_R)	5,73%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,117
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0508
Untere Grenze des Zielbereichs	1,09
Obere Grenze des Zielbereichs	1,56
Quotient S^*/σ_{pt}	0,83
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0349
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	92%

**Abb. / Fig. 20:** Ergebnisse L-Lysin / Results L-Lysine

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	L-Lysin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	1,30	-0,0261	-0,2	-0,5	
2	1,28	-0,0461	-0,4	-0,9	
3					
4	1,36	0,0304	0,3	0,6	
5	1,32	-0,0061	-0,1	-0,1	
6	1,33	0,0039	0,0	0,1	
7	1,32	-0,0061	-0,1	-0,1	
8	1,29	-0,0361	-0,3	-0,7	
9	1,47	0,144	1,2	2,8	
10	1,47	0,146	1,2	2,9	
11	1,22	-0,101	-0,9	-2,0	
12	1,37	0,0439	0,4	0,9	
13	0,950	-0,376	-3,2	-7,4	

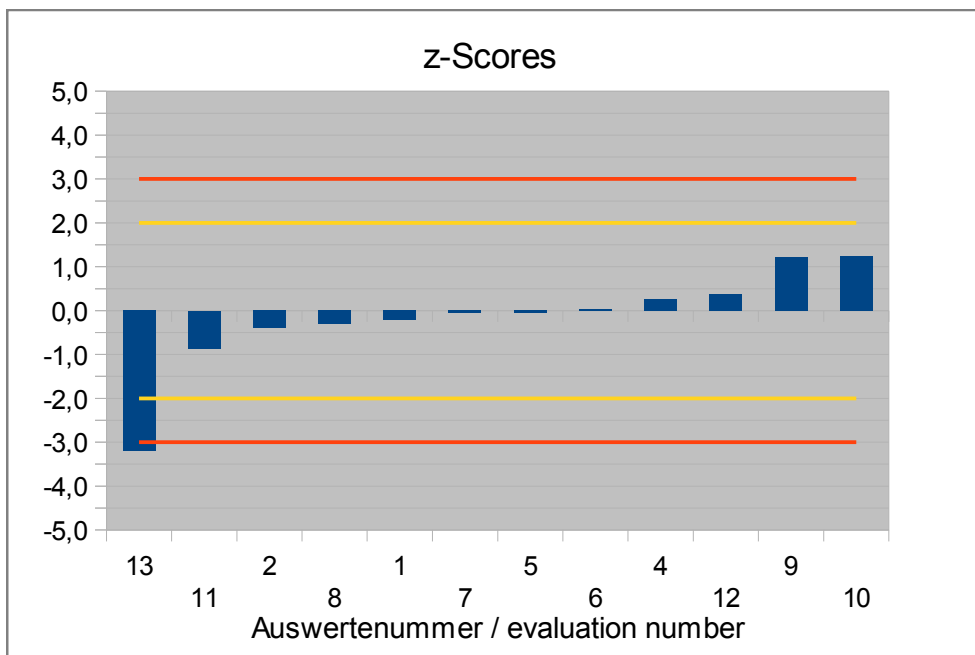


Abb. / Fig. 21: z-Scores L-Lysin / L-Lysine

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,396
Median	0,390
Robuster Mittelwert (x_{pt})	0,398
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0486
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0159
Variationskoeffizient (VK_r)	4,03%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0474
Variationskoeffizient (VK_R)	12,0%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0266
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0183
Untere Grenze des Zielbereichs	0,345
Obere Grenze des Zielbereichs	0,451
Quotient S^*/σ_{pt}	1,8
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0168
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	77%

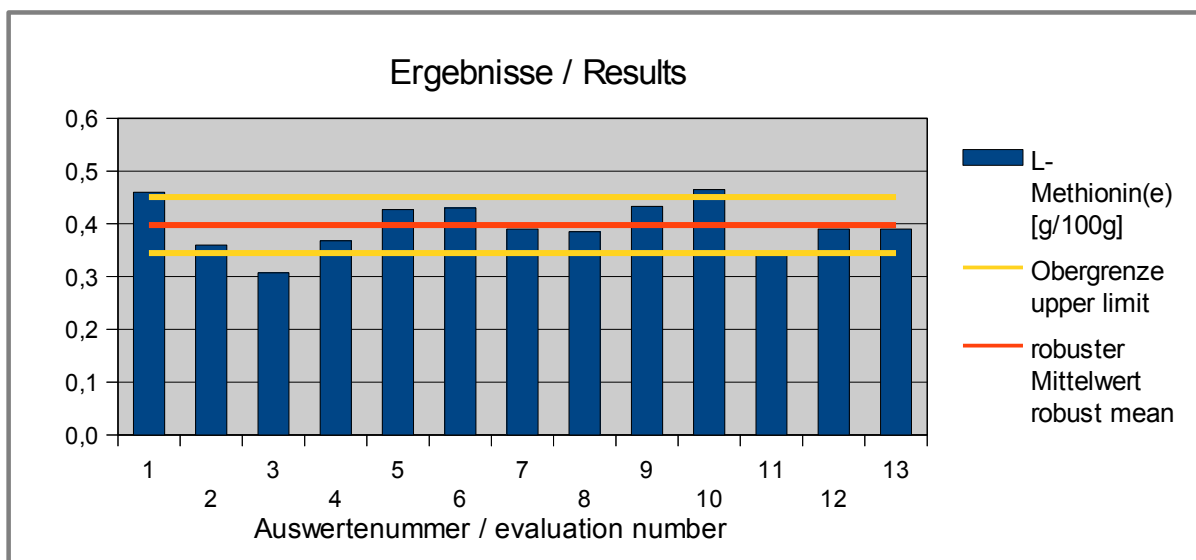


Abb. / Fig. 22: Ergebnisse L-Methionin / Results L-Methionine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Methionin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,460	0,0623	2,3	3,4	
2	0,360	-0,0377	-1,4	-2,1	
3	0,307	-0,0907	-3,4	-5,0	
4	0,368	-0,0297	-1,1	-1,6	
5	0,427	0,0293	1,1	1,6	
6	0,430	0,0323	1,2	1,8	
7	0,390	-0,0077	-0,3	-0,4	
8	0,385	-0,0127	-0,5	-0,7	
9	0,433	0,0353	1,3	1,9	
10	0,465	0,0673	2,5	3,7	
11	0,348	-0,0502	-1,9	-2,7	
12	0,390	-0,0077	-0,3	-0,4	
13	0,390	-0,0077	-0,3	-0,4	

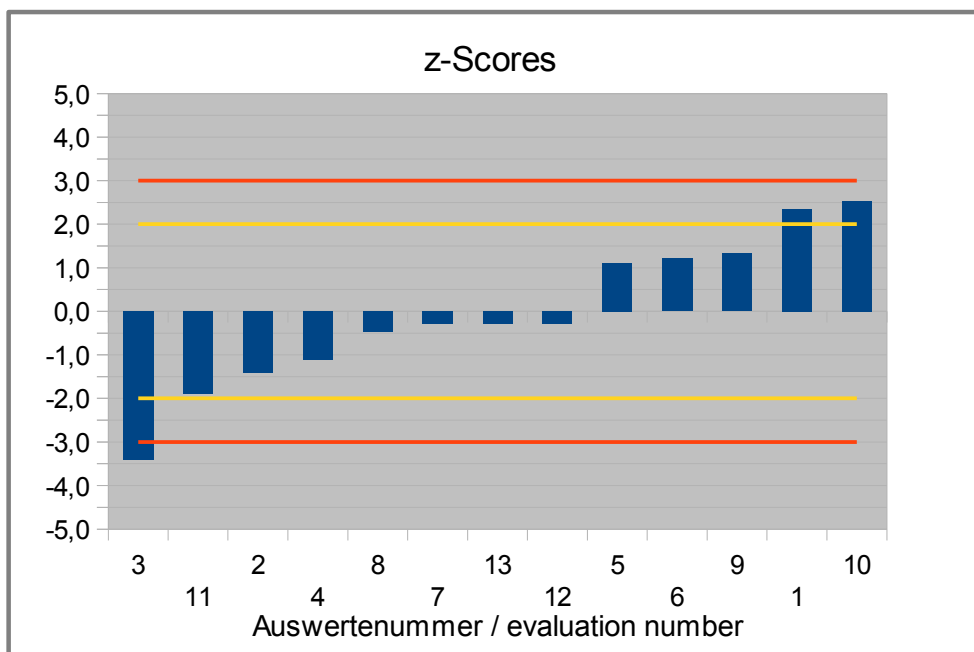
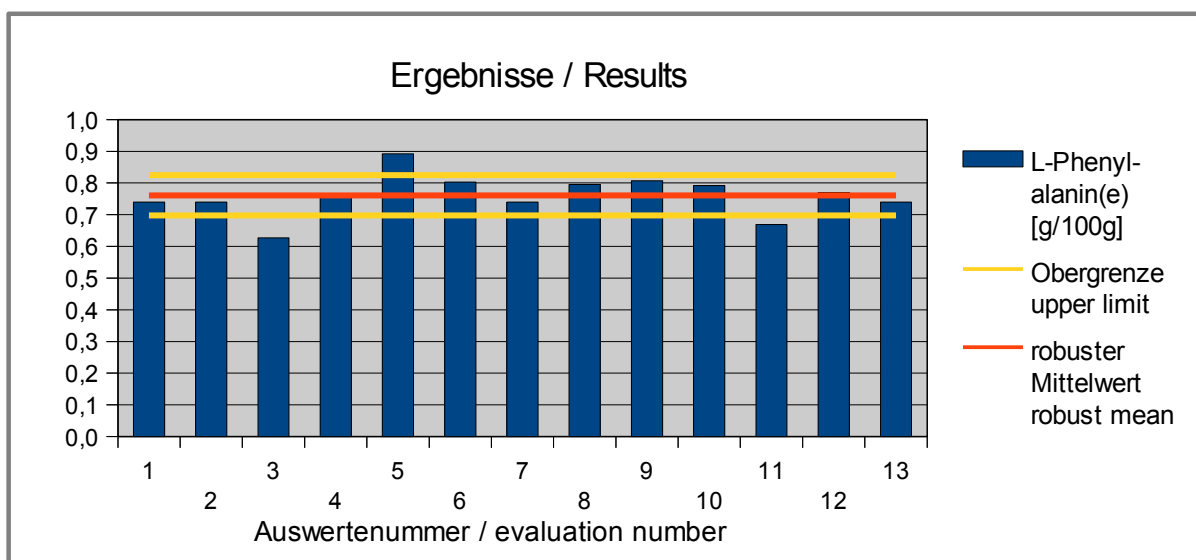


Abb. / Fig. 23: z-Scores L-Methionin / L-Methionine

4.13 L-Phenylalanin/L-Phenylalanine in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,760
Median	0,767
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,761
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0551
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0154
Variationskoeffizient (VK_r)	2,03%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0672
Variationskoeffizient (VK_R)	8,86%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0317
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0370
Untere Grenze des Zielbereichs	0,698
Obere Grenze des Zielbereichs	0,825
Quotient S^*/σ_{pt}	1,7
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0191
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	77%

**Abb. / Fig. 24:** Ergebnisse L-Phenylalanin / Results L-Phenylalanine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Phenylalanin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number	[g/100g]	Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,740	-0,0211	-0,7	-0,6	
2	0,740	-0,0211	-0,7	-0,6	
3	0,627	-0,1341	-4,2	-3,6	
4	0,767	0,0054	0,2	0,1	
5	0,892	0,1309	4,1	3,5	
6	0,803	0,0419	1,3	1,1	
7	0,740	-0,0211	-0,7	-0,6	
8	0,795	0,0339	1,1	0,9	
9	0,807	0,0459	1,4	1,2	
10	0,792	0,0309	1,0	0,8	
11	0,669	-0,0918	-2,9	-2,5	
12	0,770	0,0089	0,3	0,2	
13	0,740	-0,0211	-0,7	-0,6	

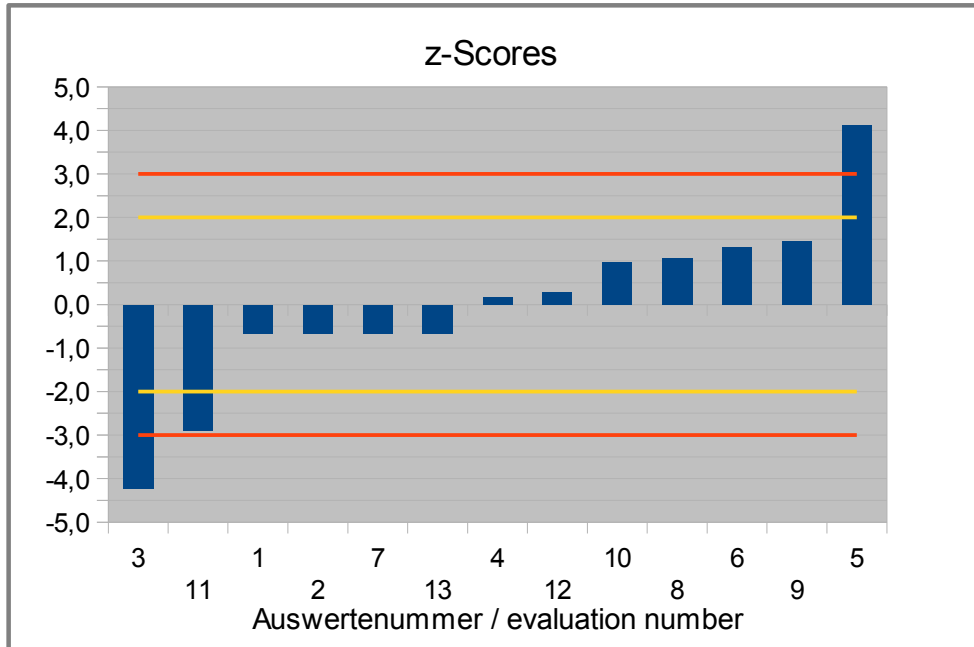


Abb. / Fig. 25: z-Scores L-Phenylalanin / L-Phenylalanine

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	1,61
Median	1,55
Robuster Mittelwert (x_{pt})	1,54
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0726
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0139
Variationskoeffizient (VK_r)	0,91%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0633
Variationskoeffizient (VK_R)	4,12%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,121
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0578
Untere Grenze des Zielbereichs	1,30
Obere Grenze des Zielbereichs	1,79
Quotient S^*/σ_{pt}	0,60
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0252
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	92%

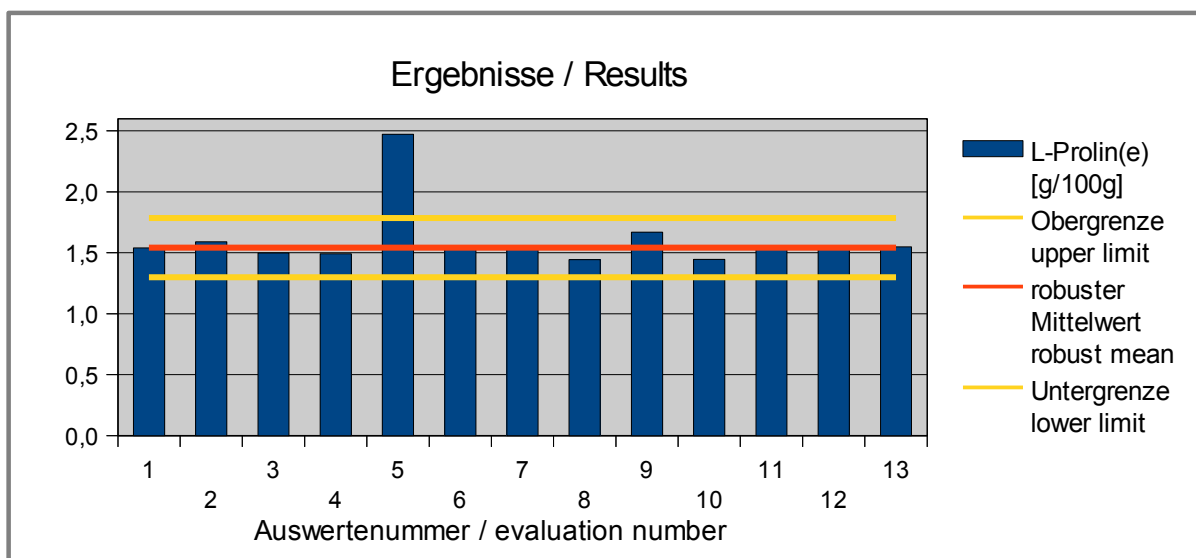


Abb. / Fig. 26: Ergebnisse L-Prolin / Results L-Proline

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Prolin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	1,54	-0,002	0,0	0,0	
2	1,59	0,048	0,4	0,8	
3	1,50	-0,043	-0,4	-0,8	
4	1,49	-0,050	-0,4	-0,9	
5	2,47	0,930	7,7	16,1	
6	1,55	0,008	0,1	0,1	
7	1,55	0,008	0,1	0,1	
8	1,45	-0,097	-0,8	-1,7	
9	1,67	0,128	1,1	2,2	
10	1,45	-0,095	-0,8	-1,7	
11	1,55	0,003	0,0	0,1	
12	1,54	-0,002	0,0	0,0	
13	1,55	0,008	0,1	0,1	

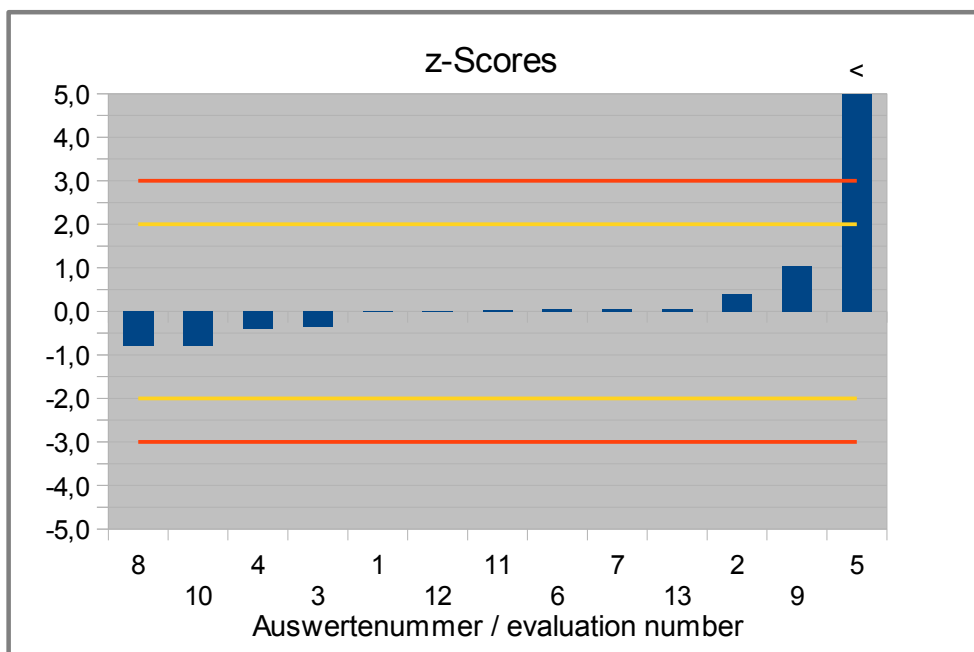


Abb. / Fig. 27: z-Scores L-Prolin / L-Proline

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,899
Median	0,891
Robuster Mittelwert (x_{pt})	0,897
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0739
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0128
Variationskoeffizient (VK_r)	1,43%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0691
Variationskoeffizient (VK_R)	7,70%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0399
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0365
Untere Grenze des Zielbereichs	0,817
Obere Grenze des Zielbereichs	0,977
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0267
Ergebnisse im Zielbereich	8
Prozent im Zielbereich	67%

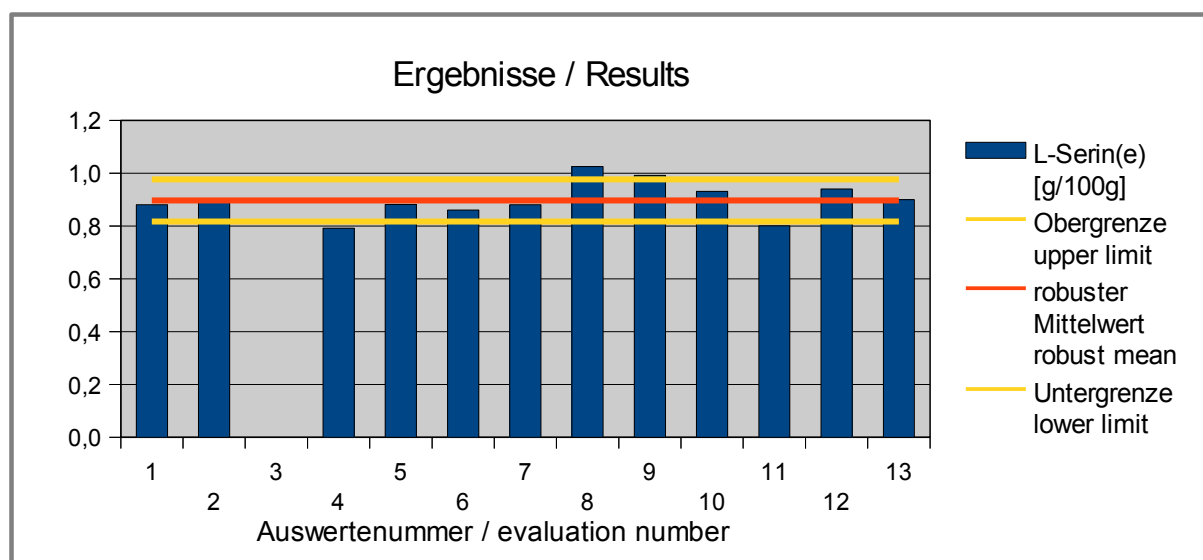


Abb. / Fig. 28: Ergebnisse L-Serin / Results L-Serine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Serin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,880	-0,0172	-0,4	-0,5	
2	0,900	0,0028	0,1	0,1	
3					
4	0,792	-0,1052	-2,6	-2,9	
5	0,882	-0,0152	-0,4	-0,4	
6	0,860	-0,0372	-0,9	-1,0	
7	0,880	-0,0172	-0,4	-0,5	
8	1,03	0,1278	3,2	3,5	
9	0,992	0,0948	2,4	2,6	
10	0,931	0,0338	0,8	0,9	
11	0,801	-0,0959	-2,4	-2,6	
12	0,940	0,0428	1,1	1,2	
13	0,900	0,0028	0,1	0,1	

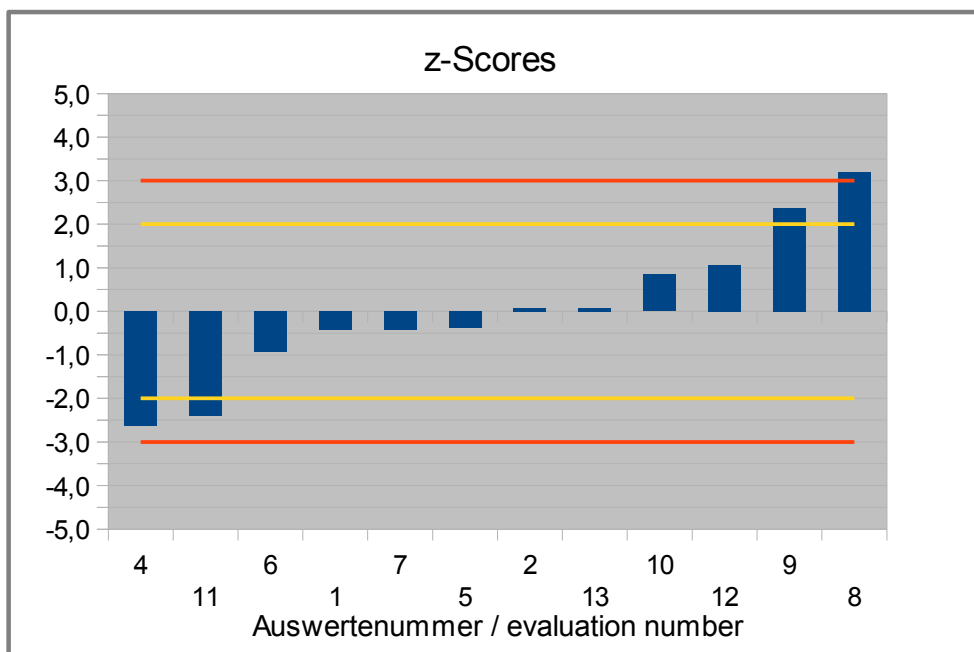


Abb. / Fig. 29: z-Scores L-Serin / L-Serine

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

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	12
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	0,761
Median	0,762
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,761
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0516
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0118
Variationskoeffizient (VK_r)	1,55%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0459
Variationskoeffizient (VK_R)	6,04%
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0428
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0317
Untere Grenze des Zielbereichs	0,675
Obere Grenze des Zielbereichs	0,846
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0186
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	100%

[°] ohne Ergebnisse Nr. 3 (vorab ausgeschlossen)

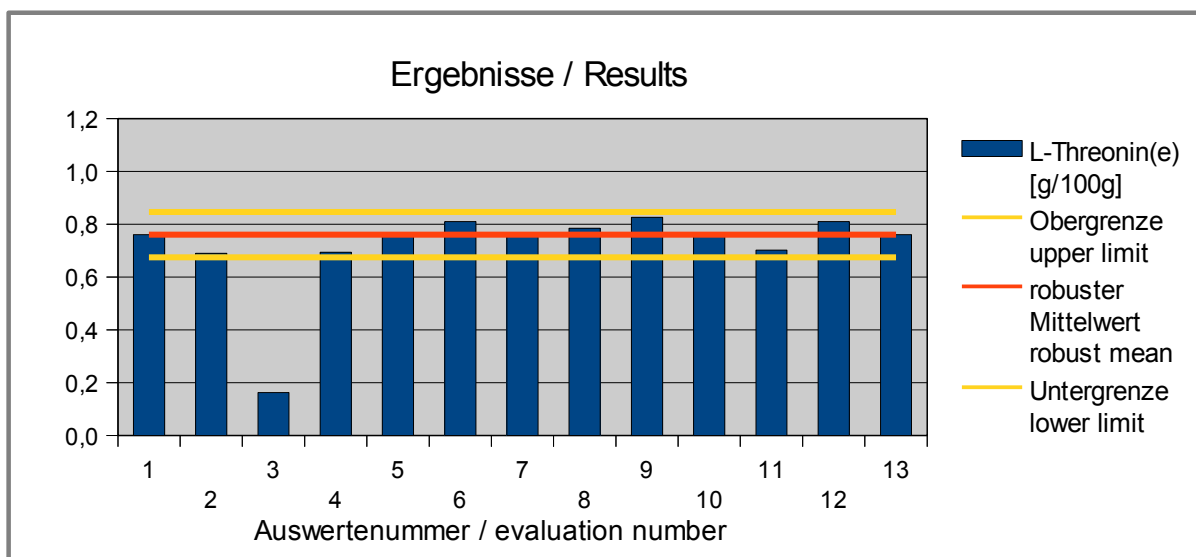


Abb. / Fig. 30: Ergebnisse L-Threonin / Results L-Threonine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Threonin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,760	-0,0006	0,0	0,0	
2	0,690	-0,0706	-1,6	-2,2	
3	0,162				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded, Mittelwert von DLA berechnet
4	0,694	-0,0671	-1,6	-2,1	
5	0,767	0,0064	0,1	0,2	
6	0,810	0,0494	1,2	1,6	
7	0,760	-0,0006	0,0	0,0	
8	0,785	0,0244	0,6	0,8	
9	0,826	0,0654	1,5	2,1	
10	0,764	0,0034	0,1	0,1	
11	0,702	-0,0591	-1,4	-1,9	
12	0,810	0,0494	1,2	1,6	
13	0,760	-0,0006	0,0	0,0	

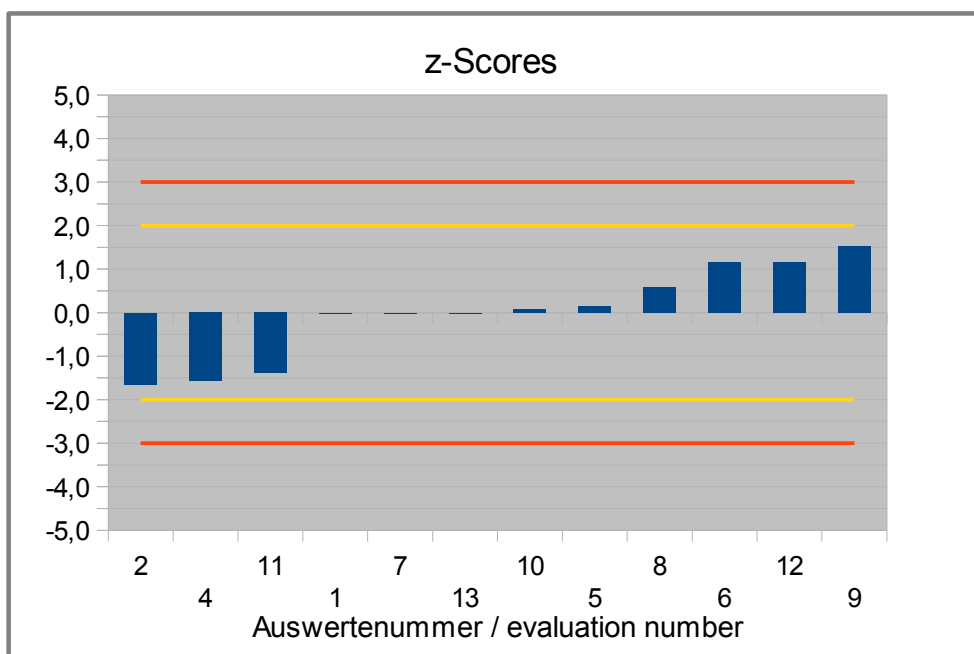
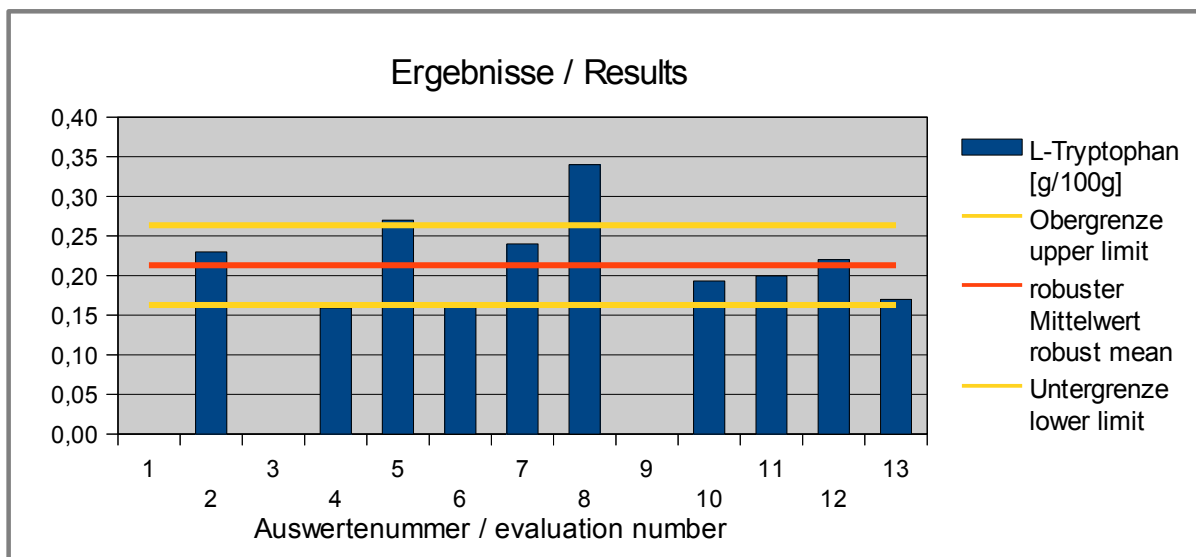


Abb. / Fig. 31: z-Scores L-Threonin / L-Threonine

4.17 L-Thryptophan in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	10
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,218
Median	0,210
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,213
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0512
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0493
Variationskoeffizient (VK_r)	22,7%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0664
Variationskoeffizient (VK_R)	30,5%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,0252
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0108
Untere Grenze des Zielbereichs	0,163
Obere Grenze des Zielbereichs	0,264
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,0203
Ergebnisse im Zielbereich	6
Prozent im Zielbereich	60%

**Abb. / Fig. 32:** Ergebnisse / Results L-Tryptophan

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Tryptophan [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1					
2	0,230	0,0168	0,7	1,6	
3					
4	0,159	-0,0539	-2,1	-5,0	
5	0,270	0,0568	2,3	5,3	
6	0,160	-0,0532	-2,1	-4,9	
7	0,240	0,0268	1,1	2,5	
8	0,340	0,1268	5,0	11,8	
9					
10	0,193	-0,0202	-0,8	-1,9	
11	0,200	-0,0134	-0,5	-1,2	
12	0,220	0,0068	0,3	0,6	
13	0,170	-0,0432	-1,7	-4,0	

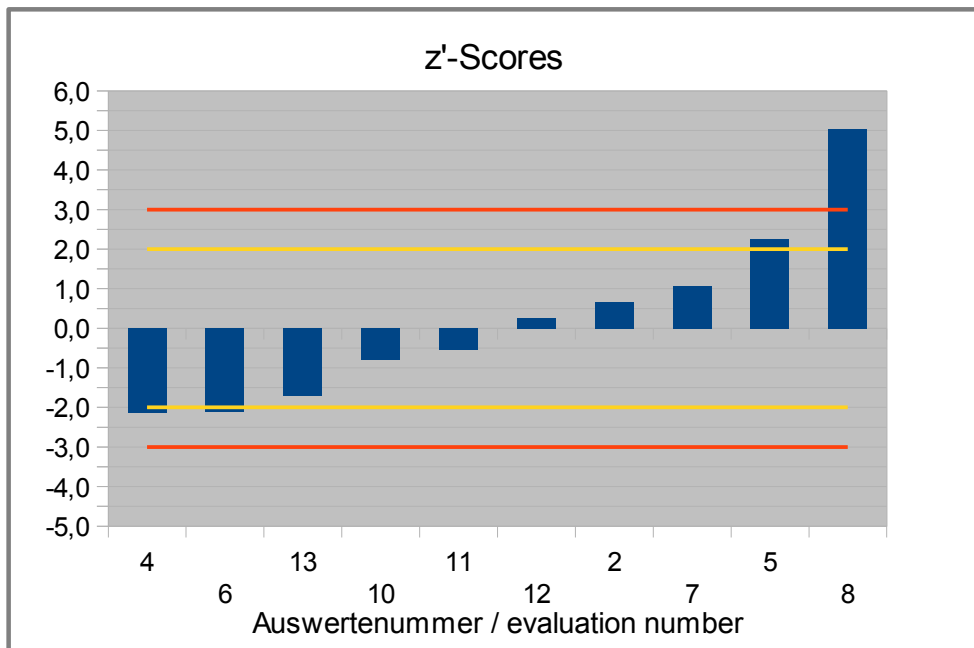
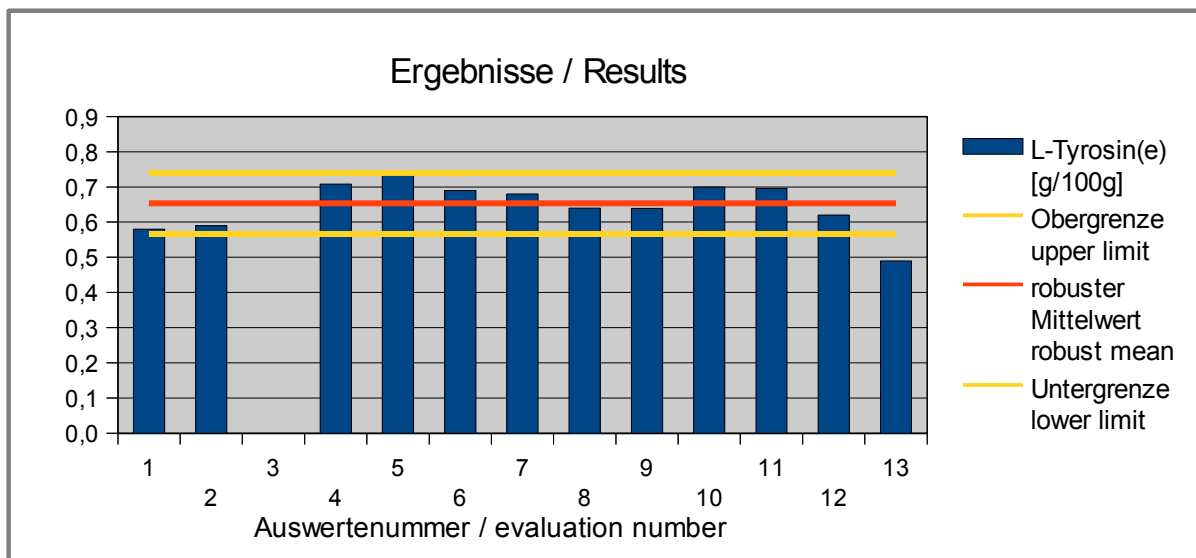


Abb. / Fig. 33: z-Scores L-Tryptophan

4.18 L-Tyrosin/L-Tyrosine in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	0,648
Median	0,660
Robuster Mittelwert (x_{pt})	0,653
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0669
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	12
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0136
Variationskoeffizient (VK_r)	2,09%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0703
Variationskoeffizient (VK_R)	10,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0434
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0279
Untere Grenze des Zielbereichs	0,567
Obere Grenze des Zielbereichs	0,740
Quotient S^*/σ_{pt}	1,5
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0241
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	83%

**Abb. / Fig. 34:** Ergebnisse L-Tyrosin / Results L-Tyrosine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Tyrosin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	0,580	-0,0733	-1,7	-2,6	
2	0,590	-0,0633	-1,5	-2,3	
3					
4	0,708	0,0542	1,2	1,9	
5	0,745	0,0917	2,1	3,3	
6	0,690	0,0367	0,8	1,3	
7	0,680	0,0267	0,6	1,0	
8	0,640	-0,0133	-0,3	-0,5	
9	0,639	-0,0143	-0,3	-0,5	
10	0,700	0,0467	1,1	1,7	
11	0,696	0,0422	1,0	1,5	
12	0,620	-0,0333	-0,8	-1,2	
13	0,490	-0,163	-3,8	-5,9	

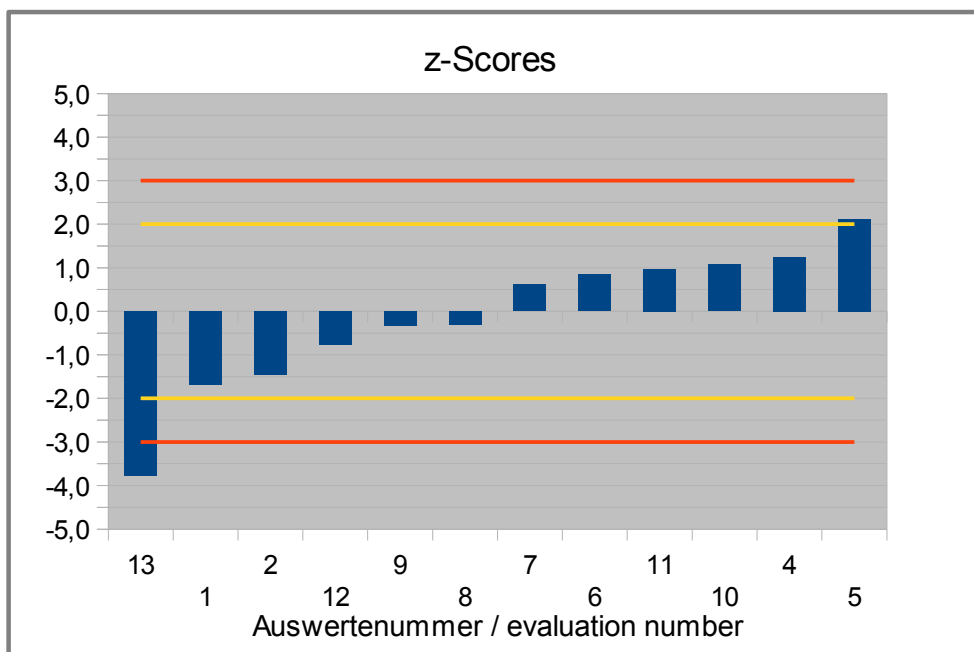
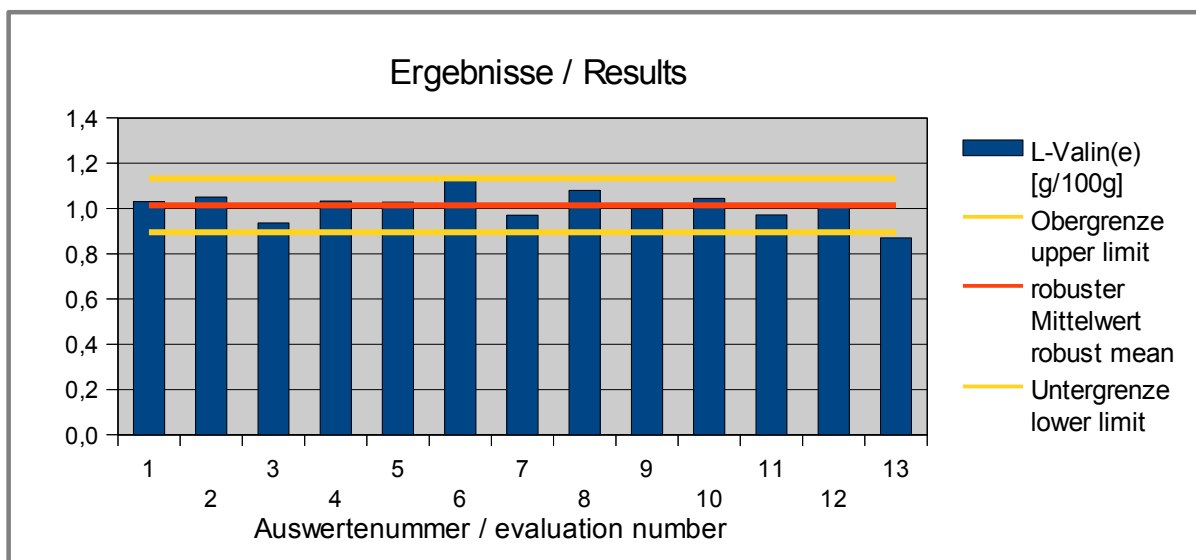


Abb. / Fig. 35: z-Scores L-Tyrosin / L-Tyrosine

4.19 L-Valin/L-Valine in g/100g**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	13
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	1,01
Median	1,03
Robuster Mittelwert (x_{pt})	1,01
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0600
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	13
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0180
Variationskoeffizient (VK_r)	1,78%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,0681
Variationskoeffizient (VK_R)	6,73%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,0596
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,0405
Untere Grenze des Zielbereichs	0,895
Obere Grenze des Zielbereichs	1,13
Quotient S^*/σ_{pt}	1,0
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,0208
Ergebnisse im Zielbereich	11
Prozent im Zielbereich	85%

**Abb. / Fig. 36:** Ergebnisse L-Valin / Results L-Valine

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	L-Valin(e) [g/100g]	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]		(Info)	Remark
1	1,03	0,0160	0,3	0,4	
2	1,05	0,0360	0,6	0,9	
3	0,936	-0,0780	-1,3	-1,9	
4	1,03	0,0190	0,3	0,5	
5	1,03	0,0140	0,2	0,3	
6	1,14	0,126	2,1	3,1	
7	0,970	-0,0440	-0,7	-1,1	
8	1,08	0,0660	1,1	1,6	
9	1,00	-0,0140	-0,2	-0,3	
10	1,05	0,0310	0,5	0,8	
11	0,972	-0,0420	-0,7	-1,0	
12	1,01	-0,0040	-0,1	-0,1	
13	0,870	-0,144	-2,4	-3,6	

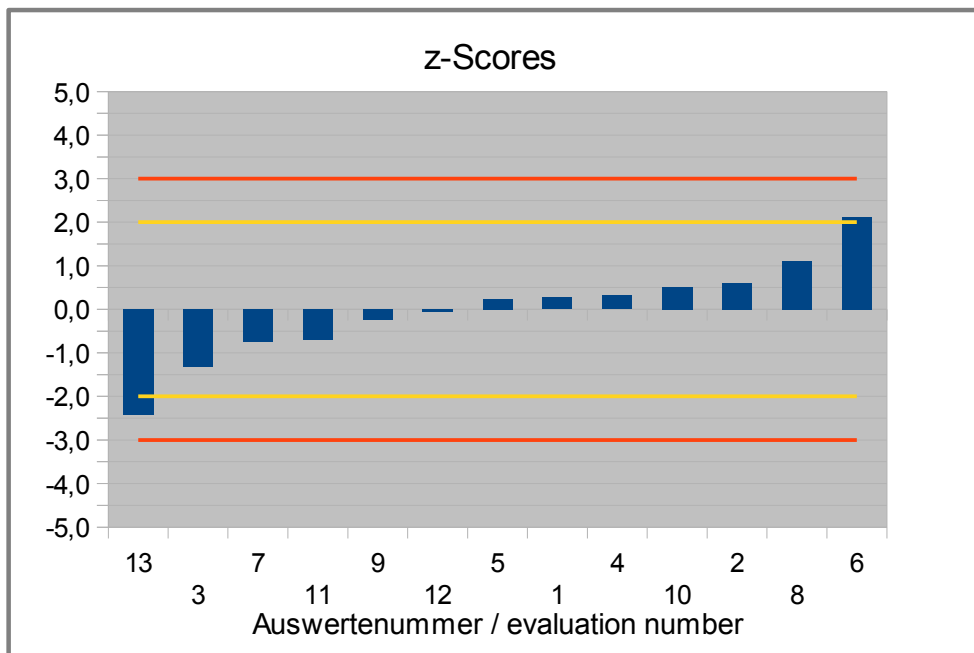


Abb. / Fig. 37: z-Scores L-Valin / L-Valine

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

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Alanin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,57	0,57	0,57		nein	
	2	g/100g	52	34	29.09.18	0,53	0,53	0,53		nein	
	3	g/100g	66	20	23.10.18	0,478	0,452	0,504		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,5925	0,587	0,598	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	27.09.18	0,626	0,628	0,624	0,006	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,63	0,63	0,63	0,03	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,56	0,56	0,56	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,58	0,59	0,57		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,654	0,651	0,658	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	27.09.18	0,605	0,59	0,621	0,02	nein	
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,7525	0,7525	0,7525	0,0018	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	0,56	0,56	0,56		nein	
	13	g/100g	21	65	18/09	0,61	0,61	0,6	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Arginin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,48	0,48	0,49		nein	
	2	g/100g	52	34		0,49	0,47	0,5			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,531	0,526	0,536	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	04.10.18	0,514	0,507	0,52	0,013	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,55	0,55	0,54	0,07	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,52	0,52	0,52	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,505	0,51	0,5		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,638	0,641	0,635	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,54	0,529	0,552	0,08		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,3955	0,398	0,393	0,0096	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	0,51	0,51	0,51			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,61	0,61	0,61	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Asparagin- säure	1	g/100g	8	78	13.10.	1,31	1,31	1,32		nein	
	2	g/100g	52	34		1,31	1,32	1,3			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	1,69	1,743	1,636		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	1,365	1,361	1,369	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	25.09.18	1,562	1,559	1,565	0,009	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	1,4	1,4	1,39	0,04	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	1,31	1,3	1,31	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	1,305	1,32	1,29		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	1,47	1,49	1,46	0,1	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	1,536	1,488	1,585	0,02		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	1,237	1,2505	1,2235	0,0065	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	1,27	1,28	1,27			
	13	g/100g	21	65	18/09	1,34	1,35	1,33	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Cystein	1	g/100g	8	78							
	2	g/100g	52	34							
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18				0,05	nein	
	5	g/100g	18	68							
	6	g/100g	10	76							
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,16	0,16	0,16	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12							
	9	g/100g	30	56							
	10	g/100g	11	75	15.10.18	0,184	0,19	0,178	0,04		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	N/A	N/A	N/A	N/A	nein	
	12	g/100g	9	77							
	13	g/100g	21	65	-	-	-	-	-	-	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Cystin	1	g/100g	8	78							
	2	g/100g	52	34		0,18	0,17	0,18			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18				0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	19.10.18	0,192	0,211	0,173	0,03	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,18	0,17	0,18	<0,1	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,16	0,16	0,16	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,145	0,15	0,14		nein	
	9	g/100g	30	56							
	10	g/100g	11	75							
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,113	0,1305	0,0955	0,0155	nein	
	12	g/100g	9	77	26.09.	0,17	0,17	0,18			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,16	0,16	0,16	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Glutamin- säure	1	g/100g	8	78	13.10.	3,53	3,52	3,54		nein	
	2	g/100g	52	34		3,48	3,45	3,5			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18	3,2705	3,296	3,245	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	24.09.18	3,899	3,854	3,823	0,01	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	3,68	3,69	3,66	0,05	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	3,51	3,5	3,51	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	3,415	3,39	3,44		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	3,8	3,84	3,76	0,1	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	3,734	3,632	3,837	0,03		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	2,845	2,82	2,87	0,0038	nein	
	12	g/100g	9	77	26.09.	3,49	3,5	3,49			
	13	g/100g	21	65	18/09	3,33	3,36	3,3	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Glycin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,31	0,31	0,31		nein	
	2	g/100g	52	34		0,3	0,3	0,29			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	0,141	0,161	0,12		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,3365	0,335	0,338	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	17.10.18	0,426	0,426	0,425	0,006	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,33	0,33	0,33	0,03	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,31	0,31	0,31	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,325	0,33	0,32		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,337	0,336	0,337	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,341	0,335	0,348	0,03		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,517	0,5155	0,5185	0,0044	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	0,3	0,3	0,3			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,32	0,33	0,31	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Histidin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,4	0,4	0,4		nein	
	2	g/100g	52	34		0,41	0,38	0,43			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,4575	0,464	0,451	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	17.10.18	0,518	0,506	0,529	0,009	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,44	0,44	0,44	0,07	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,43	0,43	0,43	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,375	0,37	0,38		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,416	0,423	0,41	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,493	0,482	0,504	0,2		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,4098	0,4045	0,415	0,0071	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	0,45	0,45	0,46			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,36	0,37	0,35	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Isoleucin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,92	0,91	0,92		nein	
	2	g/100g	52	34		0,85	0,85	0,85			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	0,765	0,77	0,761		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,88	0,885	0,875	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	27.09.18	0,906	0,928	0,883	0,009	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,99	0,99	0,99	0,05	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,87	0,87	0,87	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,85	0,83	0,87		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,851	0,859	0,843	0,1	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,911	0,887	0,936	0,02		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,818	0,822	0,814	0,0084	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	0,86	0,86	0,85			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,74	0,75	0,73	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Leucin	1	g/100g	8	78	13.10.	1,61	1,61	1,62		nein	
	2	g/100g	52	34		1,51	1,51	1,51			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	1,684	1,66	1,709		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	1,541	1,522	1,56	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	25.09.18	1,73	1,737	1,723	0,01	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	1,72	1,73	1,71	0,05	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	1,59	1,58	1,59	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	1,495	1,48	1,51		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	1,73	1,72	1,74	0,1	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	1,605	1,565	1,645	0,02		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	1,477	1,4895	1,4645	0,0054	nein	
	12	g/100g	9	77	26.09.	1,67	1,68	1,66			
	13	g/100g	21	65	18/09	1,54	1,54	1,53	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Lysin	1	g/100g	8	78	13.10.	1,3	1,3	1,31		nein	
	2	g/100g	52	34		1,28	1,28	1,28			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18	1,3565	1,369	1,344	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	27.09.18	1,32	1,301	1,339	0,06	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	1,33	1,33	1,32	0,06	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	1,32	1,32	1,32	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	1,29	1,27	1,31		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	1,47	1,48	1,46	0,15	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	1,472	1,44	1,505	0,1		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	1,2248	1,224	1,2255	0,007	nein	
	12	g/100g	9	77	26.09.	1,37	1,37	1,36			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,95	0,92	0,97	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Methionin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,46	0,45	0,47		nein	
	2	g/100g	52	34		0,36	0,35	0,36			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	0,307	0,303	0,31		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,368	0,364	0,372	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	04.10.18	0,427	0,418	0,435	0,03	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,43	0,397	0,46	<0,1	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,39	0,39	0,38	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,385	0,39	0,38		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,433	0,438	0,428	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	15.10.18	0,465	0,448	0,482	0,03		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,3475	0,341	0,354	0,0049	nein	
	12	g/100g	9	77	26.09.	0,39	0,39	0,39			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,39	0,39	0,38	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Phenylalanin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,74	0,74	0,74		nein	
	2	g/100g	52	34		0,74	0,74	0,73			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	0,627	0,605	0,641		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,7665	0,76	0,773	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	17.10.18	0,892	0,876	0,907	0,01	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,803	0,803	0,803	0,06	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,74	0,74	0,74	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,795	0,78	0,81		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,807	0,81	0,805	0,1	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,792	0,769	0,815	0,03		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,6693	0,675	0,6635	0,008	nein	
	12	g/100g	9	77	26.09.	0,77	0,78	0,76			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,74	0,73	0,74	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Prolin	1	g/100g	8	78	13.10.	1,54	1,54	1,54		nein	
	2	g/100g	52	34		1,59	1,59	1,58			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	1,499				nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	1,492	1,493	1,491	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	17.10.18	2,472	2,502	2,442	0,01	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	1,55	1,55	1,55	0,04	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	1,55	1,54	1,55	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	1,445	1,43	1,46		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	1,67	1,67	1,67	0,1	nein	
	10	g/100g	11	75	09.10.18	1,447	1,468	1,425	0,1		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	1,5453	1,543	1,5475	0,0043	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	1,54	1,55	1,53			
	13	g/100g	21	65	18/09	1,55	1,53	1,56	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Serin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,88	0,87	0,88		nein	
	2	g/100g	52	34		0,9	0,91	0,89			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,792	0,798	0,786	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	04.10.18	0,882	0,879	0,884	0,007	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,86	0,87	0,85	0,03	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,88	0,87	0,88	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	1,025	1,02	1,03		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,992	0,995	0,989	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,931	0,91	0,952	0,02		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,8013	0,811	0,7915	0,0031	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	0,94	0,94	0,95			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,9	0,91	0,89	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Threonin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,76	0,75	0,77		nein	
	2	g/100g	52	34		0,69	0,68	0,7			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	1,611	0,158	0,166		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,6935	0,699	0,688	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	27.09.18	0,767	0,772	0,762	0,055	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,81	0,81	0,802	0,04	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,76	0,76	0,76	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,785	0,78	0,79		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,826	0,824	0,828	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,764	0,748	0,781	0,05		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,7015	0,7075	0,6955	0,0049	nein	
	12	g/100g	9	77	26.09.	0,81	0,81	0,81			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,76	0,77	0,74	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Tryptophan	1	g/100g	8	78							
	2	g/100g	52	34		0,23	0,23	0,23			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,1593	0,1575	0,161	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	19.10.18	0,27	0,267	0,272	0,008	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,16	0,16	0,16	0,09	nein	
	7	g/100g	29	57	28.09.18	0,24	0,24	0,24	0,02	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,34	0,23	0,45		nein	
	9	g/100g	30	56							
	10	g/100g	11	75	04.10.18	0,193	0,198	0,188	0,01		
	11a	g/100g	37	49	24.09.18	0	0	0	0,0047	nein	
	11b	g/100g	9	77	24.09.18	0,1998	0,196	0,2035	0,0047	nein	
	12	g/100g	21	65	25.09.	0,22	0,22	0,22		nein	
13	g/100g			18/09	0,17	0,17	0,16	0,05	nein	-	

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Tyrosin	1	g/100g	8	78	13.10.	0,58	0,58	0,59		nein	
	2	g/100g	52	34		0,59	0,58	0,6			
	3	g/100g	66	20							
	4	g/100g	1	85	15.10.18	0,7075	0,725	0,69	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	17.10.18	0,745	0,746	0,743	0,02	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	0,69	0,69	0,69	0,07	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,68	0,67	0,68	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	0,64	0,63	0,65		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	0,639	0,627	0,652	0,2	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	0,7	0,684	0,717	0,04		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,6955	0,686	0,705	0,0065	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	0,62	0,62	0,63			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,49	0,49	0,49	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
L-Valin	1	g/100g	8	78	13.10.	1,03	1,03	1,03		nein	
	2	g/100g	52	34		1,05	1,05	1,04			
	3	g/100g	66	20	23.10.18	0,936	0,927	0,946		nein	
	4	g/100g	1	85	15.10.18	1,033	1,032	1,034	0,05	nein	
	5	g/100g	18	68	27.09.18	1,028	1,04	1,015	0,008	nein	x
	6	g/100g	10	76	19.10.18	1,14	1,14	1,13	0,04	nein	
	7	g/100g	29	57	08.10.18	0,97	0,97	0,97	0,05	nein	na
	8	g/100g	74	12	24.09.18	1,08	1,06	1,1		nein	
	9	g/100g	30	56	10.10.18	1	1,01	0,991	0,15	nein	
	10	g/100g	11	75	26.09.18	1,045	1,011	1,079	0,02		
	11	g/100g	37	49	24.09.18	0,972	0,978	0,966	0,0052	nein	
	12	g/100g	9	77	21.09.	1,01	1	1,02			
	13	g/100g	21	65	18/09	0,87	0,86	0,87	0,05	nein	-

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Abschließendes verbindliches Endergebnis	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wieder- findung	Wiederfind- ungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Taurin	11	g/100g			24.09.18	0,088	0,092	0,083	0,0049	nein	

5.1.2 Analytische Methoden

* Bei Verwendung derselben Methode waren Hinweise zur Methode nur bei L-Alanin anzugeben.

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
L-Alanin	1	Gesamtaminosäuren nach saurer Hydrolyse mittels Aminosäureanalysator (mit Nachsäulenderivatisierung)	saure Hydrolyse mit 6 M HCl, 24 h bei 110°C	Aminosäureanalysator mit Nachsäulenderivatisierung (Ninhydrin)	Externer Standard, Einpunkt-Kalibration, Referenzmaterial: Milcheiweiß		ja		
	2	ASU § 64	Hydrolyse	Aminosäureanalysator	ja		ja		
	3	Phenomenex EZ faast GC FID	16 Stunden bei 110°C mit 6 mol HCl	GC FID			nein		
	4	SOP M 3123	Probe wird eingewogen, in der Mikrowelle aufgeschlossen, verdünnt, derivatisiert und gemessen.				ja		
	5	§64 LFGB L 49.07-2	Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja		
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach saurer Hydrolyse			interner Standard		ja		
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja		
	8	Saure Hydrolyse gefolgt von HPLC mit Fluoreszenz Detektion						Akkreditiert für Gesamt Aminosäuren, nicht für freie Aminosäuren	
	9	Waters - ACCQ.TAG Chemistry Package – Instruction Manual, WAT 052 874 TP, rev. 0 April, 1993 *				Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10	HPLC-FLD	saure Hydrolyse, OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD	LVU 2014	nein	ja		
	11	AOAC (2000) 999.13 Ch4 p17	Alkalische Hydrolyse	Interne Methode QC0601	Einpunkt	nein	ja		
	12	Gesamtaminosäuren (analog VO(EG) Nr. 152/2009)	Hydrolyse		interner Std, 1-Pkt. Kalibrierung, Futtermittel			ja	
	13	HPLC/UV-FLD – interne Methode PNTQ1339			externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein		

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
L-Arginin	1						ja	
	2							
	3							
	4						ja	
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja	
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach saurer Hydrolyse			interner Standard		ja	
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	
	8							Arginin kann bei der Anwesenheit von Taurin mit einem hohen systematischen Fehler auftreten.
	9				Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10		saure Hydrolyse, OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD				
	11		Saure Hydrolyse		Kalibration und	nein	ja	
	12		Hydrolyse					
	13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339				externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
L-Asparaginsäure, Glycin, L-Isoleucin, L-Leucin, L-Phenyl-alanin, L-Threonin, L-Valin	1						ja		
	2						nein		
	3						ja		
	4						nein		
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja		
	6		Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach saurer Hydrolyse			interner Standard	nein	ja	
	7		VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	
	8								
	9					Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10			saure Hydrolyse, OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD				
	11			Saure Hydrolyse		interner QC verwendet.	nein	ja	
	12			Hydrolyse					
	13		HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339			externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
L-Cystein	1						ja		
	2								
	3								
	4						ja		
	5								
	6								
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	na	nein	ja	Bestimmt als Cysteinsäure
	8								
	9								
	10		Oxid./saure Hydrol., OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD					
	11	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	N/A	Kann derzeit nicht ermittelt werden
	12								
	13	-				-	-	-	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
L-Cystin	1						ja	
	2							
	3							
	4						ja	
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja	
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach Oxidation und saurer Hydrolyse			interner Standard		ja	
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	Bestimmt als Cysteinsäure
	8	Vor der Analyse ebenfalls mit Perameisensäure oxidiert						
	9							
	10							
	11		alkalische Hydrolyse			nein	ja	
	12		Oxidation					
	13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339				externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
L- Glutamin- säure	1						ja	
	2							
	3							
	4						ja	
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja	
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach saurer Hydrolyse			interner Standard		ja	
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	
	8							
	9				Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10		saure Hydrolyse, OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD				
	11		alkalische Hydrolyse			nein	ja	
	12		Hydrolyse					
	13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339				externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
L-Histidin, L-Lysin, L-Serin	1						ja	
	2							
	3							
	4						ja	
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja	
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach saurer Hydrolyse			interner Standard		ja	
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	
	8							
	9				Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10		saure Hydrolyse, OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD				
	11		saure Hydrolyse			nein	ja	
	12		Hydrolyse					
	13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339				externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
L-Methionin	1						ja	
	2							
	3						nein	
	4						ja	
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja	
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach Oxidation und saurer Hydrolyse			interner Standard		ja	
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	Bestimmt als Methioninsulfon
	8	ebenfalls vor der Analyse in Perameisensäure oxidiert						
	9				Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10		Oxid./saure Hydrol., OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD				
	11		alkalische Hydrolyse			nein	ja	
	12		Oxidation					
	13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339				externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
L-Prolin	1						ja	
	2							
	3						nein	
	4						ja	
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja	
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach saurer Hydrolyse			interner Standard		ja	
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	
	8							
	9				Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10		saure Hydrolyse, Deriv. m. NBDCI	HPLC-FLD; ext.STD				
	11		saure Hydrolyse			nein	ja	
	12		Hydrolyse					
	13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339				externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
L-Tryptophan	1						ja		
	2								
	2	RP-HPLC und Fluoreszenzdetektor Hausmethode							
	3								
	4						ja		
	4		Probe wird mit Bariumhydroxyd eingewogen, im Autoklaven aufgeschlossen, verdünnt, derivatisiert und gemessen					ja	
	5								
	5	VDLUFA III 4.11.2	alkalische Hydrolyse mit LiOH	HPLC isogratisch	DLA 59 / 2016		nein	ja	
	6								
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach alkalischer Hydrolyse				interner Standard		ja	
	7								
	7	FO(EF) 152/2009 App. III, G : 2009-02	na	na	na		nein	ja	
	8								
	8	alkalische Hydrolyse gefolgt von HPLC mit Fluoreszenzdetektion						nur für Gesamttryptophan akkreditiert	
	9								
	9								
	10		alkal. Hydrolyse	HPLC-FLD; ext.STD					
11		saure Hydrolyse				nein	ja		
11		alkalische Hydrolyse				nein	ja		
12									
12	HPLC (analog Nr 4.11.2 VDLUFA Methodenbuch III, 2. Erg. 1988)	Hydrolyse			3-Pkt.Kalibrierung, Futtermittel		ja		
13	-				-	-	-		
13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339				externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein		

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
L-Tyrosin	1						ja	
	2							
	3							
	4						ja	
	5		Hydrolyse mit 6 N HCL	Derivatisierung mit Ninhydrin	DLA 59 / 2016	nein	ja	
	6	Bestimmung mittels Aminosäureanalysator nach saurer Hydrolyse			interner Standard		ja	
	7	VO(EG) 152/2009, III, F : 2009-02	na	na	na	nein	ja	
	8							
	9				Thermo Scientific Amino Acids Standard H		ja	
	10		saure Hydrolyse, OPA-Deriv.	HPLC-FLD; ISTD				
	11		alkalische Hydrolyse			nein	ja	
	12		Hydrolyse					
	13	HPLC/UV-FLD - interne Methode PNTQ1339			externe Kalib.-kurve und internes RM	nein	nein	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur*	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung*	Hinweise zur Messmethode*	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Taurin	11		saure Hydrolyse			nein	ja	

5.2 Homogenität**5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung****Microtracer Homogenitätstest****DLA 50-2018**

Gewicht Gesamtprobe	0,97	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	33,9	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,00	98	39,2
2	5,03	101	40,2
3	5,03	92	36,6
4	5,02	86	34,3
5	5,05	99	39,2
6	5,02	97	38,6
7	5,00	90	36,0
8	5,00	82	32,8

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	93,1	Partikel
Standardabweichung	6,61	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	3,29	
Wahrscheinlichkeit	86	%
Wiederfindungsrate	109	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	37,1	mg/kg
Standardabweichung	2,64	mg/kg
rel. Standardabweichung	7,10	%
Horwitz Standardabweichung	9,29	%
HorRat-Wert	0,76	
Wiederfindungsrate	109	%

5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse

Aus der Gegenüberstellung der aufsteigenden Probennummern und den Messergebnissen der Teilnehmer lässt sich die Homogenität des chronologisch abgefüllten LVU-Materials zur Information darstellen:

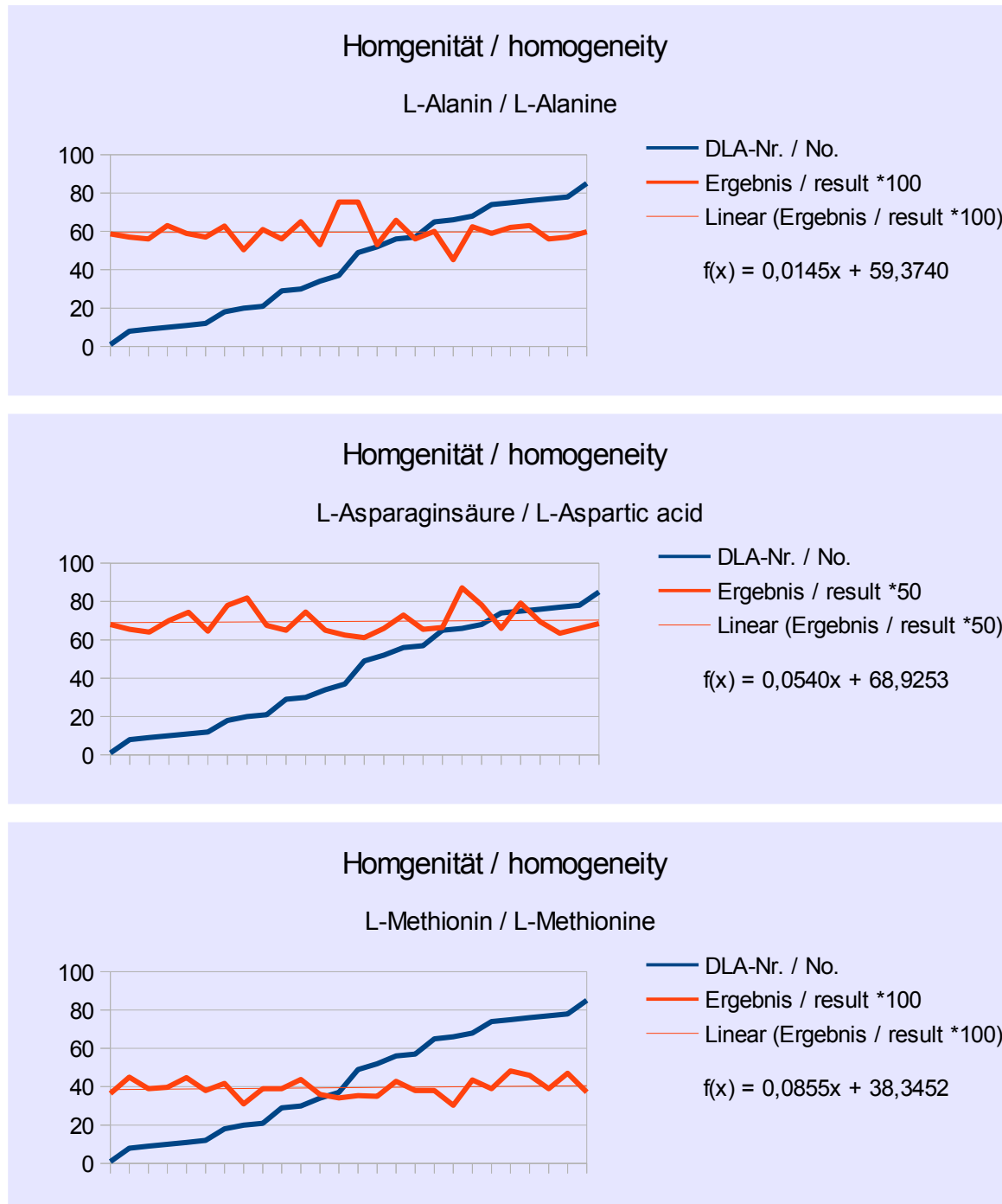


Abb./Fig. 38: Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse: L-Alanin, L-Asparaginsäure und L-Methionin (1*100, 1*50 und 1*100 dargestellt) trend line function sample number vs. results: L-Alanine, L-Aspartic acid and L-Methionine (1*100, 1*50 and 1*100 shown)

5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

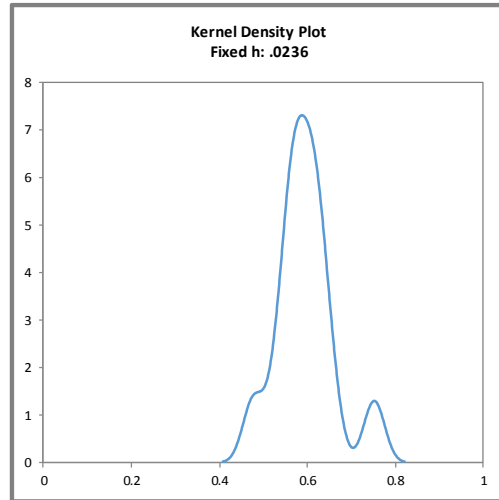
Abbildungen:

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

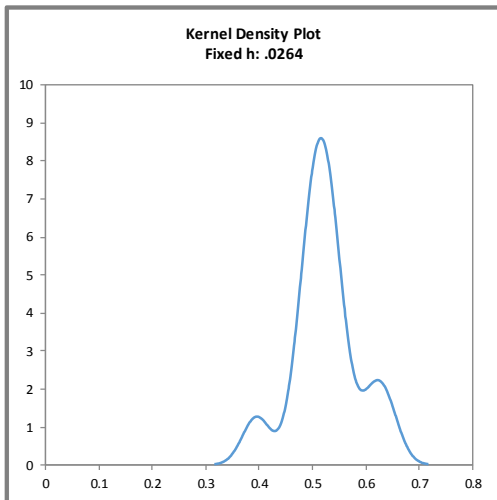
Figures:

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

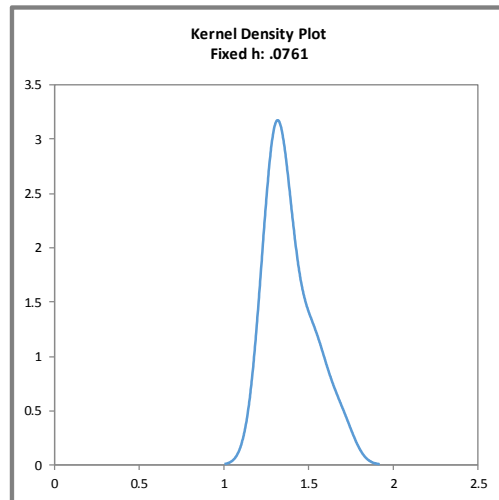
L-Alanin / L-Alanine



L-Arginin / L-Arginine



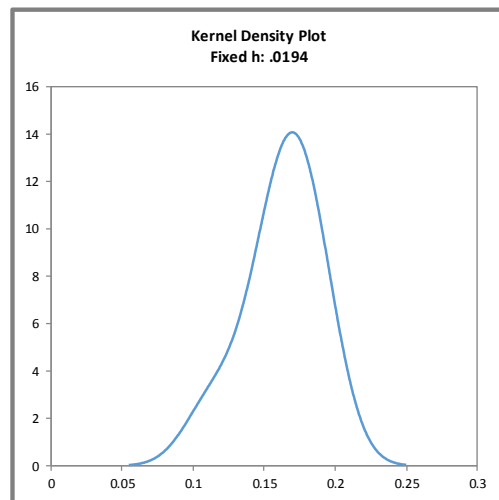
L-Asparaginsäure / L-Aspartic acid



L-Cystein / L-Cysteine

<8 Ergebnisse
<8 Results

L-Cystin / L-Cystine



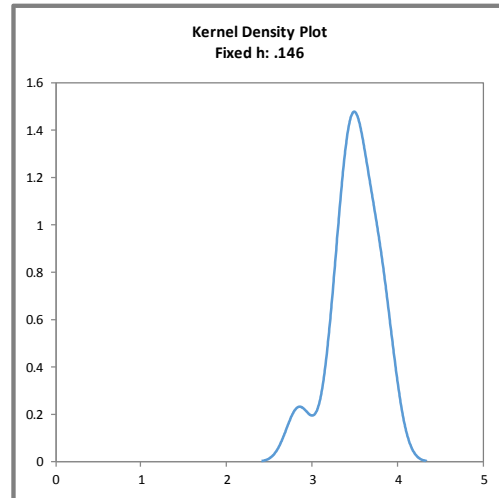
Abbildungen:

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

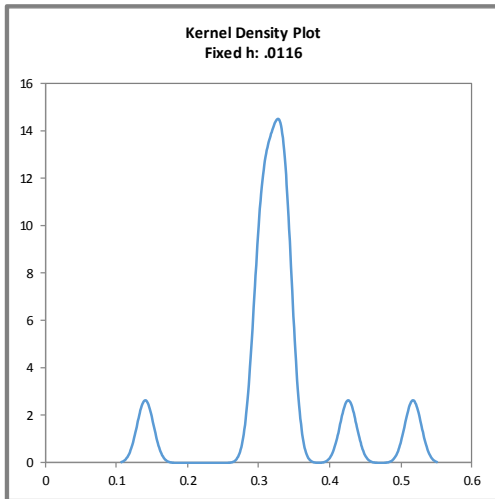
Figures:

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

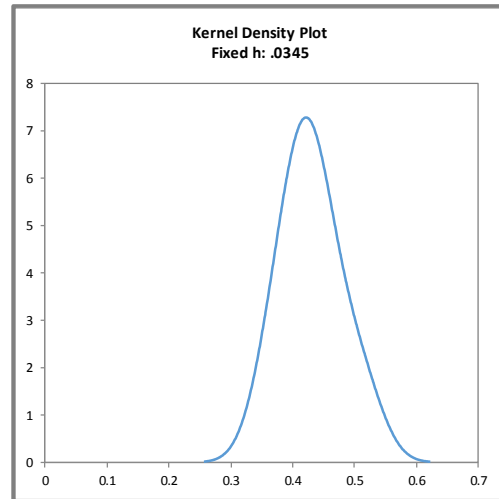
L-Glutaminsäure / L-Glutamic acid



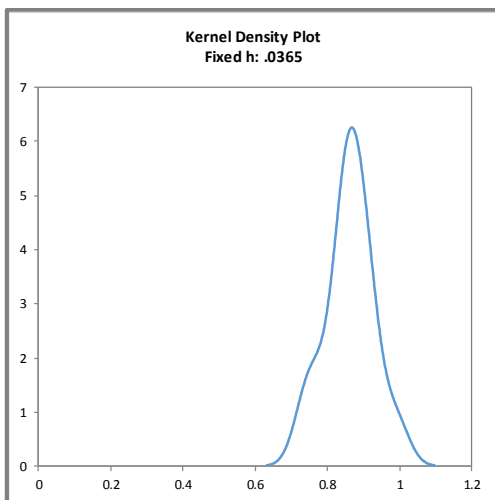
Glycin / Glycine



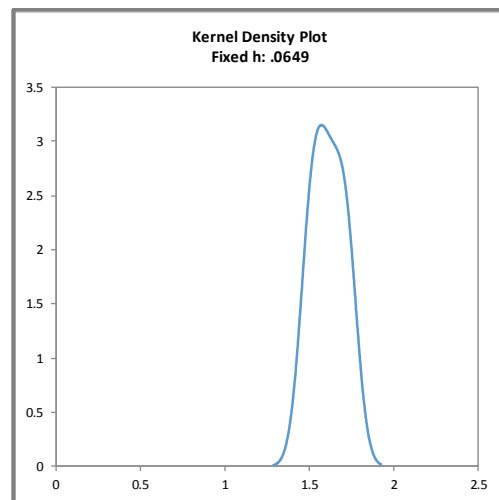
L-Histidin / L-Histidine



L-Isoleucin / L-Isoleucine



L-Leucin / L-Leucine



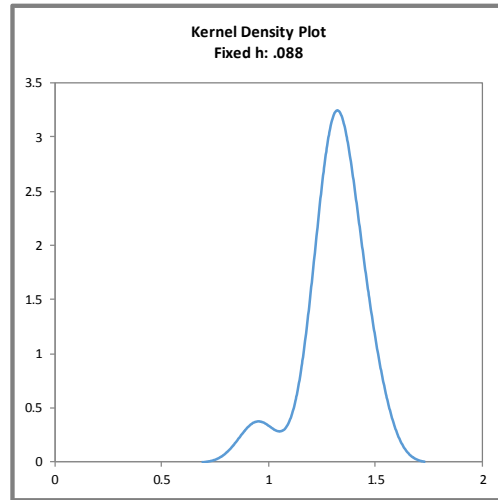
Abbildungen:

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

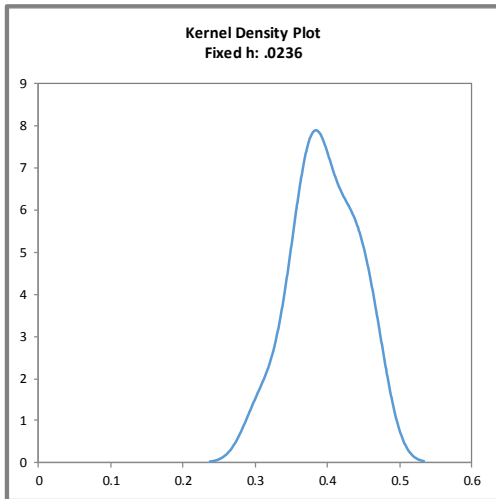
Figures:

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

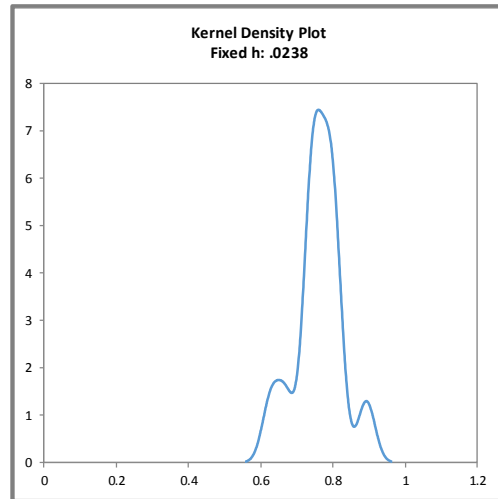
L-Lysin / L-Lysine



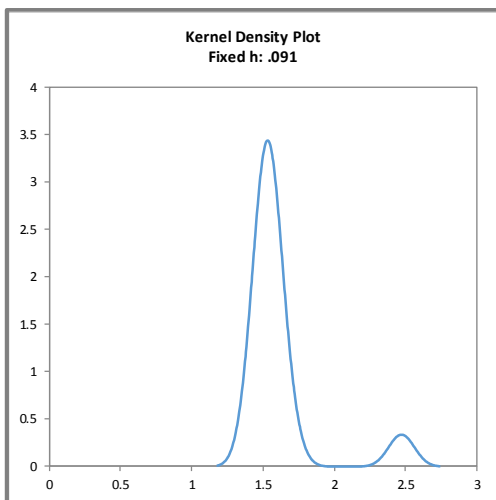
L-Methionin / L-Methionine



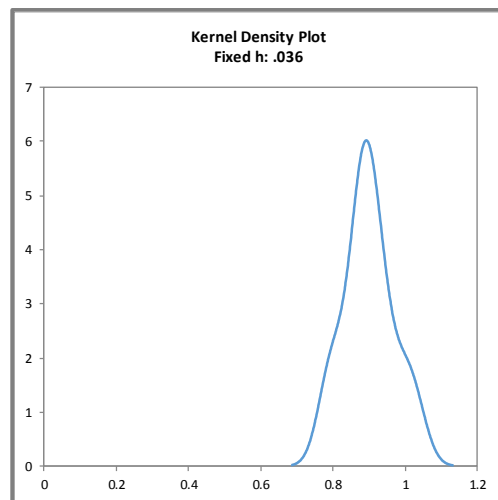
L-Phenylalanin / L-Phenylalanine



L-Prolin / L-Proline



L-Serin / L-Serine



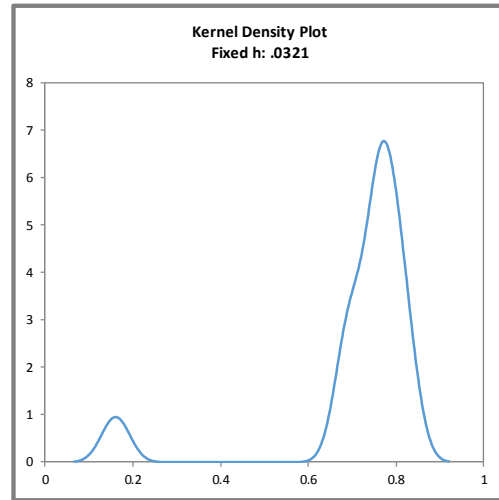
Abbildungen:

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

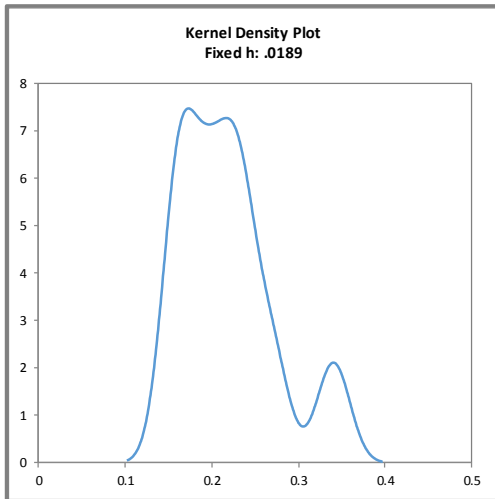
Figures:

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

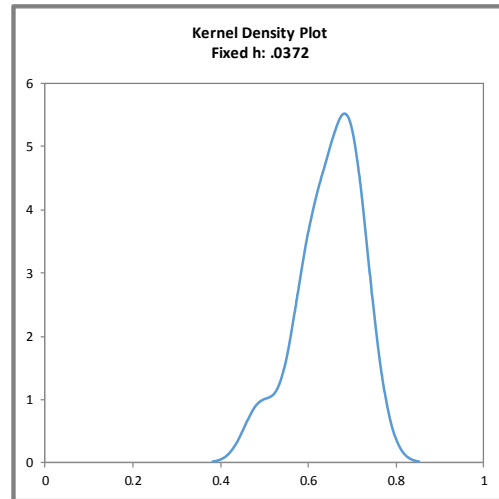
L-Threonin / L-Threonine



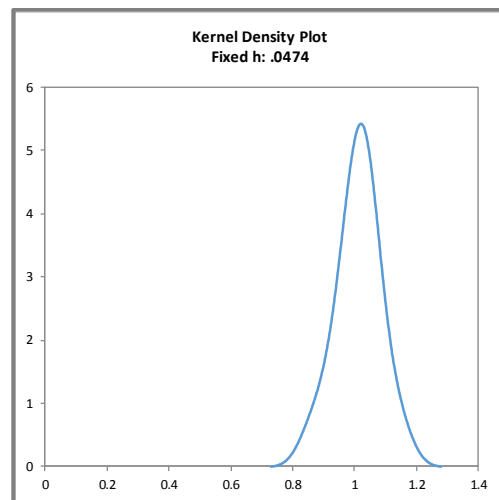
L-Tryptophan / L-Tryptophan



L-Tyrosin / L-Tyrosine



L-Valin / L-Valine



5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 50-2018
EP-Name	Gesamt-Aminosäuren-Zusammensetzung in einem Lebensmittel
Probenmatrix*	Proben I + II: Getränkpulver für Kinder mit einem Proteingehalt <20% aus Milchprotein, Zutaten: Magermilchpulver, Molkenprodukte, Oligosaccharide, Fette, Lactose, Mineralstoffe und Vitamine
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I + II: je 10 g
Lagerungsinformation	Proben I + II: Raumtemperatur (trocken und dunkel)
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: div. Aminosäuren nach Proteinhydrolyse (siehe Ergebnisabgabedatei)
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweise zur Analyse	Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden. Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseneinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren.
Ergebnisangabe	Es werden die Einzelergebnisse für Probe 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	g/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe I und II - Bestimmungsgrenze - Angabe inkl. Wiederfindung - Wiederfindung wurde mit gleicher Matrix bestimmt. - Methode ist akkreditiert
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Abgabetermin	spätestens 26. Oktober 2018
Auswertebereich	Der Auswertebereich wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Dr. Matthias Besler-Scharf

* Die Kontrolle der Mischungshomogenität wird von DLA durchgeführt. 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 / Town	Land / Country
		GROSSBRITANNIEN
		GROSSBRITANNIEN
		TSCHECHIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		SPANIEN

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung - Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment - General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über amtliche Kontrollen zur Überprüfung der Einhaltung des Lebensmittel- und Futtermittelrechts sowie der Bestimmungen über Tiergesundheit und Tierschutz / Regulation on official controls performed to ensure the verification of compliance with feed and food law, animal health and animal welfare rules
6. Evaluation of analytical methods used for regulation of food and drugs; W. Horwitz; Analytical Chemistry, 54, 67-76 (1982)
7. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Laboratories ; J.AOAC Int., 76(4), 926 - 940 (1993)
8. A Horwitz-like funktion describes precision in proficiency test; M. Thompson, P.J. Lowthian; Analyst, 120, 271-272 (1995)
9. Protocol for the design, conduct and interpretation of method performance studies; W. Horwitz; Pure & Applied Chemistry, 67, 331-343 (1995)
10. Recent trends in inter-laboratory precision at ppb and sub-ppb concentrations in relation to fitness for purpose criteria in proficiency testing; M. Thompson; Analyst, 125, 385-386 (2000)
11. The International Harmonised Protocol for the Proficiency Testing of Analytical Chemistry Laboratories; Pure Appl Chem, 78, 145 - 196 (2006)
12. AMC Kernel Density - Representing data distributions with kernel density estimates, amc technical brief, Editor M Thompson, Analytical Methods Committee, AMCTB No 4, Revised March 2006 and Excel Add-in Kernel.xla 1.0e by Royal Society of Chemistry
13. EURACHEM/CITAC Leitfaden, Ermittlung der Messunsicherheit bei analytischen Messungen (2003); Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement (1999)
14. GMP+ Feed Certification scheme, Module: Feed Safety Assurance, chapter 5.7 Checking procedure for the process accuracy of compound feed with micro tracers in GMP+ BA2 Control of residues, Version: 1st of January 2015 GMP+ International B.V.
15. MTSE SOP No. 010.01 (2014): Quantitative measurement of mixing uniformity and carry-over in powder mixtures with the rotary detector technique, MTSE Micro Tracers Services Europe GmbH
16. Homogeneity and stability of reference materials; Linsinger et al.; Accred Qual Assur, 6, 20-25 (2001)
17. AOAC Official Methods of Analysis: Guidelines for Standard Method Performance Requirements, Appendix F, p. 2, AOAC Int (2016)
18. ASU §64 LFGB L 49.07-2 Bestimmung der Aminosäuren in diätetischen Lebensmitteln auf Basis von Proteinhydrolysaten (1986) [Determination of amino acids in dietetic foods on the basis of protein hydrolysates]
19. ASU §64 LFGB L 49.07-3 Bestimmung des Tryptophangehaltes in diätetischen Lebensmitteln auf Basis von Proteinhydrolysaten (1989) [Determination of tryptophan in dietetic foods on the basis of protein hydrolysates]
20. Verordnung 152/2009/EG zur Festlegung der Probenahmeverfahren und Analysemethoden für die amtliche Untersuchung von Futtermitteln / Regulation 152/2009/EC laying down the methods of sampling and analysis for the official control of feed

DLA 50/2018 - Gesamt-Aminosäuren-Zusammensetzung

Alle 13 Teilnehmer fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung der Aminosäuren in der Matrix diätisches Kindermilchpulver erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz oder nach den Präzisionsdaten der entsprechenden ASU §64 Methode. Für L-Cystein lagen weniger als 7 Ergebnisse vor, sodass keine Auswertung vorgenommen wurde. Es lagen bezüglich der anderen Parameter 60 - 100% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

4 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Großbritannien, Tschechien, Spanien).