



Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA 46/2019

Nahrungsergänzungsmittel I:

**Vitamine B1, B2, B6, B12, Biotin,
Vitamin C, Folsäure, Niacin und Pantothensäure**

in Multivitamin-Pulver

DLA - Proficiency Tests GmbH

Kalte Weide 21

24641 Sievershütten/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 - Proficiency Tests GmbH Kalte Weide 21, 24641 Sievershütten, Germany</p> <p>Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc.</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 46/2019
<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 (11. September 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: 11. September 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.....	4
2. Durchführung.....	4
2.1 Untersuchungsmaterial.....	4
2.1.1 Homogenität.....	6
2.1.2 Stabilität.....	7
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	7
2.3 Ergebnisübermittlung.....	7
3. Auswertung.....	8
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	8
3.2 Robuste Standardabweichung.....	8
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	8
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	9
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	9
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	10
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	11
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	11
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	13
3.7 z-Score.....	13
3.8 z'-Score.....	16
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	16
3.10 Quotient S*/opt.....	17
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	17
4. Ergebnisse.....	18
4.1 Vitamin B1 (als Thiamin-Kation in mg/100g).....	20
4.2 Vitamin B2 (als Riboflavin in mg/100g).....	23
4.3 Vitamin B6 (als Pyridoxin in mg/100g).....	26
4.4 Vitamin B12 (als Cyanocobalamin in µg/100g).....	29
4.5 Biotin (in µg/100g).....	32
4.6 Vitamin C (als Ascorbinsäure in mg/100g).....	35
4.7 Folsäure (als Pteroylmonoglutaminsäure in µg/100g).....	38
4.8 Niacin (in mg/100g).....	41
4.9 Pantothensäure (in mg/100g).....	44
5. Dokumentation.....	47
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	47
5.1.1 Primärdaten.....	47
5.1.2 Analytische Methoden.....	56
5.2 Homogenität.....	65
5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben....	65
5.2.2 Trendlinienfunktion der Teilnehmerergebnisse.....	66
5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse.....	68
5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	70
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	71
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	72

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 ein Multivitamin-Pulver mit Maltodextrin-Zusatz für die Herstellung handelsüblicher Nahrungsergänzungsmittel eines Europäischen Anbieters.

Die Rohstoffe wurden gesiebt, zusammen gegeben und homogenisiert.

Anschließend wurden die Proben zu Portionen von ca. 50 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

Die Zusammensetzung (Verzeichnis der Zutaten) und die Gehalte an Vitaminen wurden aufgrund der Herstellerangaben berechnet und sind in Tabelle 1 bzw. 2 angegeben.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Multivitamin-Pulver
<p><u>Zutaten:</u> Ascorbinsäure, Nicotinamid, Calcium-D-Pantothenat, Riboflavin, Pyridoxinhydrochlorid, Thiamin-Mononitrat, Folsäure, Biotin (Trägerstoff: Mannit) und Cyanocobalamin (Trägerstoff: Mannit) (sowie Retinylacetat und Cholecalciferol).</p> <p><u>weitere Zutat:</u> Maltodextrin</p>

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

Tabelle 2: Aus den Angaben der Hersteller (Spezifikationen) berechnete Gehalte an Vitaminen

Vitamin	Gehalt pro 100 g	
Vitamin B1	590	mg
Vitamin B2	780	mg
Vitamin B6	910	mg
Vitamin B12	870	µg
Biotin	62000	µg
Vitamin C	33000	mg
Folsäure	110000	µg
Niacinamid	8500	mg
Pantothensäure	2500	mg

2.1.1 Homogenität

Die **Homogenität der abgefüllten nummerierten DLA-Proben** wurde anhand einer 10-fach Bestimmung der Parameter Niacinamid, Pantothensäure, Vitamin B1, B2 und B6 mittels HPLC-DAD überprüft. Die Wiederholstandardabweichungen lagen mit 1,08% – 2,34% im Bereich üblicher relativer Wiederholstandardabweichungen genormter Methoden (z.B. ASU-Methoden, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 4) [18-26]. Die Ergebnisse der Homogenitätsuntersuchungen sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für alle Analyten bei < 6% (s. Tab. 3). Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (z.B. ASU-Methoden, s. 3.6.2) [18-25]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.9).

Tabelle 3: Wiederholstandardabweichungen S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer (Variationskoeffizienten VK_r in %)

Parameter	VK_r
Vitamin B1	2,62 %
Vitamin B2	2,43 %
Vitamin B6	1,92 %
Vitamin B12	4,82 %
Biotin	5,39 %
Vitamin C	2,41 %
Folsäure	2,47 %
Niacin	3,05 %
Pantothensäure	5,15 %

Des weiteren wurde die Homogenität anhand der **Trendlinien-Funktion der Teilnehmerergebnisse für die chronologisch abgefüllten Einzel-Proben** graphisch zur Information charakterisiert (s. 5.2.2).

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. $0,18$ ($20,0^\circ\text{C}$). 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 19. Kalenderwoche 2019 zwei Portionen des Untersuchungsmaterials verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 21. Juni 2019.

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

Bei den beiden Mustern handelt es sich um zwei gleiche Proben eines Nahrungsergänzungsmittels mit den o.g. Parametern in der Matrix Multivitamin-Kapselpulver (ohne Kapselhülle). Die Analysenmethode ist freigestellt. Die Ergebnisangabe der Vitamine soll jeweils als Summe der Äquivalente in Form der in der Ergebnistabelle angegebenen Vitamin-Verbindung erfolgen.

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 25 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse abgegeben.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

Für die Auswertung wurde als zugewiesener Wert (X_{pt}) der robuste Mittelwert der eingesandten Ergebnisse verwendet („Konsenswert der Teilnehmer“). Die Berechnung erfolgt nach Algorithmus A gemäß Anhang C der ISO 13528 [3]. Liegen < 12 quantitative Ergebnisse und eine große Differenz zwischen robustem Mittelwert und Median vor, ist ggf. der Median als zugewiesener Wert zu verwenden (Kriterium: Δ Median – rob. Mittelwert $> 0,3 \sigma_{pt}$) [3].

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

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

Die Durchführung der Bewertung wird in der Regel ab 7 Ergebnissen durchgeführt, in begründeten Fällen ist eine Bewertung auch ab 5 Ergebnissen zulässig.

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

3.2 Robuste Standardabweichung

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

3.3 Wiederholstandardabweichung

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

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

Die relative Wiederholstandardabweichung in Prozent des Mittelwerts ist als Variationskoeffizient VK_r bei den statistischen Kenndaten im Ergeb-

nisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

3.4 Vergleichsstandabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

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

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

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

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

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle nachstehenden Parameter die Zielstandardabweichung nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz herangezogen (s. 3.6.1): Folsäure, Niacin, Pantothersäure und Vitamin B12

Die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) wurde für die nachstehenden Parameter herangezogen (ASU §64 / EN-Normen) [18, 19, 21, 22, 25]: Biotin, Vitamin B1, B2, B6 und Vitamin C

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

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 4 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 4: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [18-26]

Parameter	Matrix	Mittelwerte	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Biotin	Müsli-Pulver	197 $\mu\text{g}/100\text{ g}$	4,5%	17,4%	17,1% ¹	HPLC [24] EN 15607
	Kinder-Milchpulver	18,0 $\mu\text{g}/100\text{ g}$	11,6%	29,8%	27,5%	HPLC [24] EN 15607
	Futtermittel	15-58 $\mu\text{g}/100\text{g}$	7,2- 9,4%	9,4- 22,4%*	-	HPLC-MS/MS [26]
Vitamin C	Frühstückscerealien	102,6 mg/100g	9,9%	19,3%	18,0%	HPLC [23] EN 14130
	Milchpulver	100,3 mg/100 g	6,3%	11,4%	10,5% ¹	HPLC [23] EN 14130
Niacin	Frühstückscerealien (Schoko)	21,03 mg/100g	1,1%	4,3%	4,23%	HPLC [25] EN 15652
	Milchpulver	16,66 mg/100 g	2,8%	4,3%	3,82% ¹	HPLC [25] EN 15652
	Weizenmehl	0,72 mg/100 g	3,9%	29,2%	29,1%	HPLC [25] EN 15652
Vitamin B1	Nahrungsergänzungsmittel	486 mg/100g	8,0 %	15,4%	14,3% ¹	HPLC [18] ASU L00.00-83
	Schokoladenpulver	1,55 mg/100g	8,0%	18,1%	17,2%	HPLC [18] ASU L00.00-83
Vitamin B2	Nahrungsergänzungsmittel	87,1 mg/100g	3,9%	6,8%	6,2% ¹	HPLC [19] ASU L00.00-84
	Schokoladenpulver	1,26 mg/100g	3,7%	10,3%	9,7%	HPLC [19] ASU L00.00-84
Vitamin B6	Säuglingsnahrung	0,106 mg/100g	3,8%	6,6%	6,3% ¹	HPLC [21] ASU L00.00-130
	Säuglingsnahrung	0,101 mg/100g	4,0%	5,9%	5,2% ¹	HPLC [21] ASU L00.00-130
Folsäure	Milchpulver	-	-	-	15,9	mikrobiologisch [22] ASU L00.00-87

¹ in der Auswertung (s. Abschnitt 4) verwendete/zur Information angegebene Werte, bei Vitamin B6 als Mittelwert

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

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

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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]. Gleichmaßen 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 5: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu vorangegangenen LVUs (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mittelwert	rob. SD (S*)	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{opt}	DLA-Bericht
Vitamin B1	Multivitamin-Getränkpulver	3,11 mg/100g	0,606 mg/100g	19,5%	1,7*	DLA 32/2015
Vitamin B1	Multivitamin-Kapselpulver	1290 mg/100g	205 mg/100g	15,8%	1,1	DLA 43/2017
Vitamin B1	Multivitamin-Kapselpulver	690 mg/100g	98,1 mg/100g	14,2%	1,0	DLA 46/2019
Vitamin B2	Multivitamin-Getränkpulver	2,89 mg/100g	0,890 mg/100g	30,8%	2,0*	DLA 32/2015
Vitamin B2	Multivitamin-Kapselpulver	1320 mg/100g	111 mg/100g	8,41%	1,4	DLA 43/2017
Vitamin B2	Multivitamin-Kapselpulver	783 mg/100g	58,3 mg/100g	7,45%	1,2	DLA 46/2019
Vitamin B6	Multivitamin-Getränkpulver	3,86 mg/100g	0,329 mg/100g	8,5%	0,93	DLA 32/2015
Vitamin B6	Multivitamin-Kapselpulver	377 mg/100g	36,9 mg/100g	9,78%	1,4	DLA 43/2017
Vitamin B6	Multivitamin-Kapselpulver	749 mg/100g	58,4 mg/100g	7,80%	1,3	DLA 46/2019
Vitamin B12	Multivitamin-Getränkpulver	7,90 µg/100g	2,66 µg/100g	33,7%	1,4	DLA 32/2015
Vitamin B12	Multivitamin-Kapselpulver	2380 µg/100g	597 µg/100g	25,1%	2,0*	DLA 43/2017
Vitamin B12	Multivitamin-Kapselpulver	1018 µg/100g	102 µg/100g	10,0%	0,89	DLA 46/2019

Fortsetzung nächste Seite

Fortsetzung Tabelle 5:

Parameter	Matrix (Pulver)	rob. Mittel- wert	rob. SD (S*)	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/ σ_{pt}	DLA- Bericht
Biotin	Multivit- amin-Kap- selpulver	11200 $\mu\text{g}/100\text{g}$	1190 $\mu\text{g}/100\text{g}$	10,6%	1,4	DLA 48/2016
Biotin	Multivit- amin-Kap- selpulver	15000 $\mu\text{g}/100\text{g}$	1840 $\mu\text{g}/100\text{g}$	12,3%	1,6	DLA 43/2017
Biotin	Multivit- amin-Kap- selpulver	67368 $\mu\text{g}/100\text{g}$	9709 $\mu\text{g}/100\text{g}$	14,4%	0,84	DLA 46/2019
Folsäure	Multivit- amin-Ge- tränkepul- ver	710 $\mu\text{g}/100\text{g}$	148 $\mu\text{g}/100\text{g}$	20,8%	1,8	DLA 32/2015
Folsäure	Multivit- amin-Kap- selpulver	226000 $\mu\text{g}/100\text{g}$	39900 $\mu\text{g}/100\text{g}$	17,6%	1,1	DLA 43/2017
Folsäure	Multivit- amin-Kap- selpulver	88412 $\mu\text{g}/100\text{g}$	9691 $\mu\text{g}/100\text{g}$	11,0%	1,9	DLA 46/2019
Niacin	Multivit- amin-Kap- selpulver	1530 $\text{mg}/100\text{g}$	107 $\text{mg}/100\text{g}$	6,98%	1,9	DLA 48/2016
Niacin	Multivit- amin-Kap- selpulver	14400 $\text{mg}/100\text{g}$	1150 $\text{mg}/100\text{g}$	7,98%	1,9	DLA 43/2017
Niacin	Multivit- amin-Kap- selpulver	8062 $\text{mg}/100\text{g}$	324 $\text{mg}/100\text{g}$	4,02%	1,4	DLA 46/2019
Pantothen- säure	Multivit- amin-Kap- selpulver	598 $\text{mg}/100\text{g}$	41,1 $\text{mg}/100\text{g}$	6,88%	1,6	DLA 48/2016
Pantothen- säure	Multivit- amin-Kap- selpulver	7100 $\text{mg}/100\text{g}$	1040 $\text{mg}/100\text{g}$	14,6%	2,9*	DLA 43/2017
Pantothen- säure	Multivit- amin-Kap- selpulver	2667 $\text{mg}/100\text{g}$	196 $\text{mg}/100\text{g}$	7,35%	1,8*	DLA 46/2019
Vitamin C	Multivit- amin-Kap- selpulver	6133 $\text{mg}/100\text{g}$	365 $\text{mg}/100\text{g}$	5,96%	1,4	DLA 48/2016
Vitamin C	Multivit- amin-Kap- selpulver	21200 $\text{mg}/100\text{g}$	839 $\text{mg}/100\text{g}$	3,96%	1,6	DLA 43/2017
Vitamin C	Multivit- amin-Kap- selpulver	34257 $\text{mg}/100\text{g}$	2644 $\text{mg}/100\text{g}$	7,72%	0,74	DLA 46/2019

* mit Zielstandardabweichung σ_{pt}

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]:

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

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 zurückzuführen sind. Auf Basis der Kerndichte-Schätzung wurden einzelne Ergebnisse vorab ausgeschlossen.

Anmerkungen zu den Kenndaten:

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

Für Pantothenensäure 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 1,8 (s. Tab. 4).

Für die anderen Parameter zeigte die Verteilung der Ergebnisse eine normale Variabilität. Die Quotienten S^*/σ_{pt} lagen alle im Bereich von 0,74 bis 1,9 (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 75% bis 94% der Ergebnisse im jeweiligen Zielbereich.

Die robusten Mittelwerte der Teilnehmer-Ergebnisse lagen für alle Parameter im Bereich von 82% bis 116% der Vitamingehalte gemäß Herstellerangaben (s. Tabelle 2).

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

In der oberen Tabelle sind die Kenndaten aufgeführt:

Kenndaten
Anzahl der Messergebnisse
Anzahl der Ausreißer
Mittelwert
Median
Robuster Mittelwert (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 Vitamin B1 (als Thiamin-Kation in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	21
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	715
Median	667
Robuster Mittelwert (X_{pt})	690
Robuste Standardabweichung (S^*)	98,1
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	18
Wiederholstandardabweichung (S_r)	17,8
Variationskoeffizient (VK_r)	2,62%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	85,7
Variationskoeffizient (VK_R)	12,6%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	98,8
Zielstandardabweichung (zur Information)	29,2
Untere Grenze des Zielbereichs	492
Obere Grenze des Zielbereichs	888
Quotient S^*/σ_{pt}	1,0
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	26,8
Ergebnisse im Zielbereich	19
Prozent im Zielbereich	90%

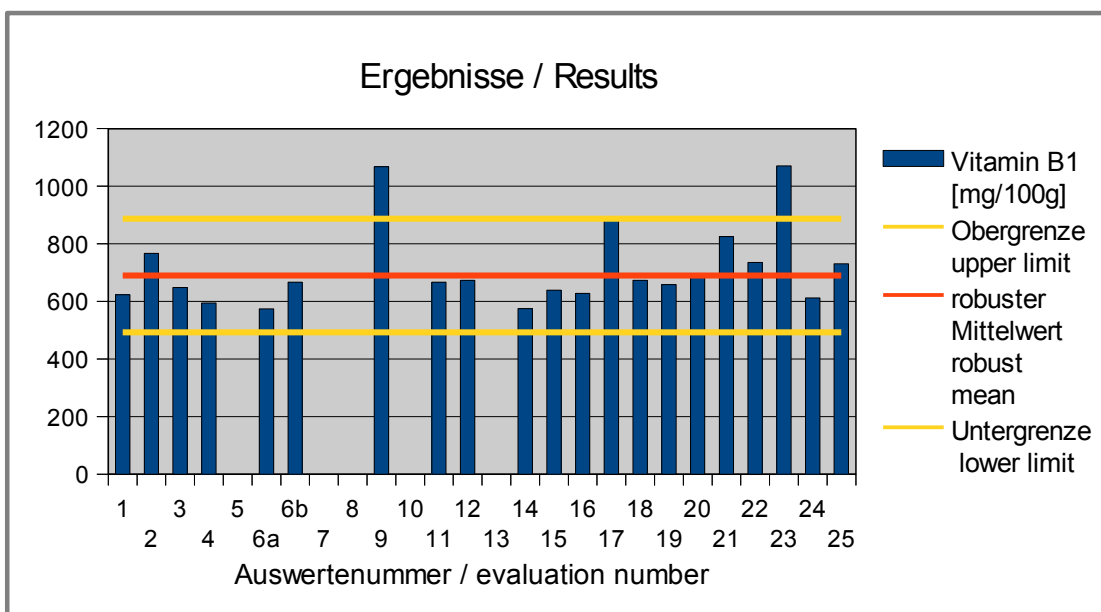


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Vitamin B1 / Results Vitamin B1

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Vitamin B1 [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	623	-67,0	-0,68	-2,3	
2	767 *	76,5	0,77	2,6	
3	648	-42,0	-0,42	-1,4	
4	594	-96,0	-1,0	-3,3	
5					
6a	574	-116,0	-1,2	-4,0	
6b	667	-23,0	-0,23	-0,79	
7					
8					
9	1068 *	377,5	3,8	13	
10					
11	667	-22,7	-0,23	-0,78	
12	674	-16,5	-0,17	-0,56	
13					
14	576 *	-114,5	-1,16	-3,9	
15	639	-51,0	-0,52	-1,7	
16	628 *	-61,7	-0,62	-2,1	
17	892	201,5	2,0	6,9	
18	673	-17,0	-0,17	-0,58	
19	659	-31,5	-0,32	-1,1	
20	687	-3,0	-0,03	-0,10	
21	825	134,7	1,4	4,6	
22	735	45,0	0,46	1,5	
23	1071	381,0	3,9	13	
24	613	-77,5	-0,78	-2,7	
25	731	41,0	0,42	1,4	

* Mittelwert von DLA berechnet

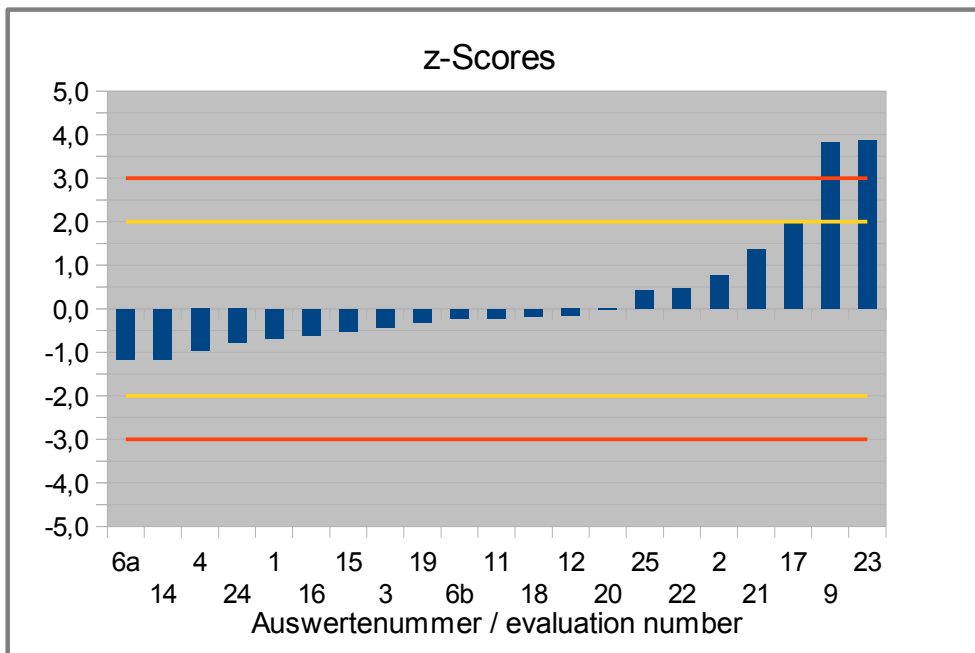


Abb. / Fig. 2: z-Scores Vitamin B1

4.2 Vitamin B2 (als Riboflavin in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	20
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	803
Median	780
Robuster Mittelwert (X_{pt})	783
Robuste Standardabweichung (S^*)	58,3
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	18
Wiederholstandardabweichung (S_r)	18,8
Variationskoeffizient (VK_r)	2,43%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	54,5
Variationskoeffizient (VK_R)	7,04%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	48,7
Zielstandardabweichung (zur Information)	32,5
Untere Grenze des Zielbereichs	686
Obere Grenze des Zielbereichs	880
Quotient S^*/σ_{pt}	1,2
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	16,3
Ergebnisse im Zielbereich	16
Prozent im Zielbereich	80%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer Ergebnis Nr. 15

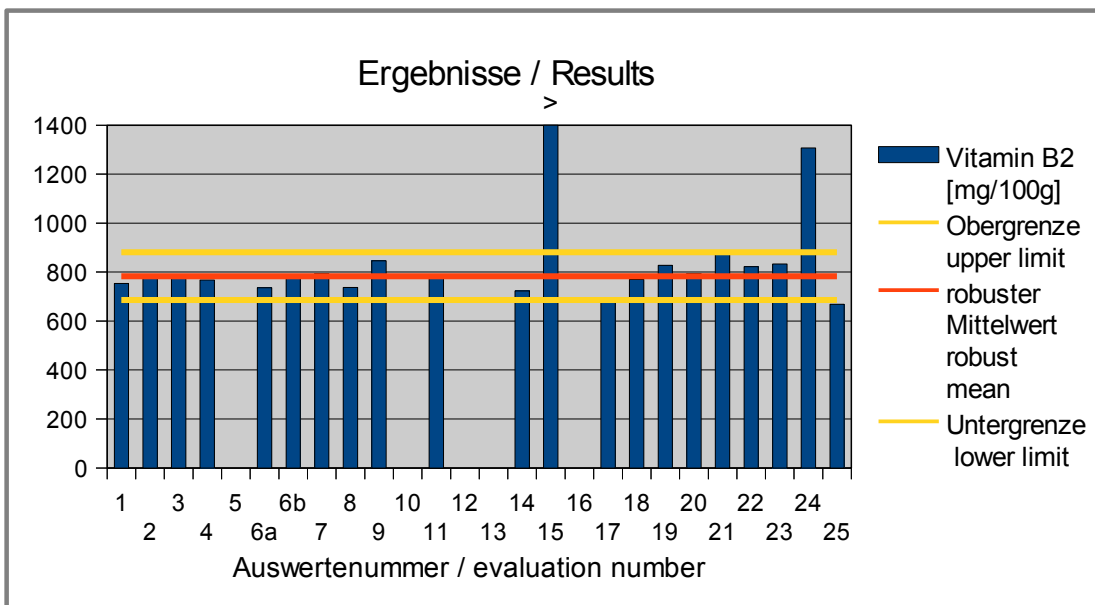


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse Vitamin B2 / Results Vitamin B2

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Vitamin B2 [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]			Remark
1	753	-29,9	-0,62	-0,92	
2	777 *	-6,4	-0,13	-0,20	
3	775	-7,9	-0,16	-0,24	
4	768	-14,9	-0,31	-0,46	
5					
6a	736	-46,9	-1,0	-1,4	
6b	789	6,1	0,12	0,19	
7	793	10,3	0,21	0,32	
8	737 *	-45,9	-0,94	-1,4	
9	846	63,5	1,3	2,0	
10					
11	783	0,1	0,00	0,00	
12					
13					
14	723 *	-59,9	-1,2	-1,8	
15	7494				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
16					
17	682	-101,4	-2,1	-3,1	
18	770	-12,9	-0,27	-0,40	
19	828	45,1	0,93	1,4	
20	794	11,1	0,23	0,34	
21	886	102,8	2,1	3,2	
22	822	39,1	0,80	1,2	
23	833	50,1	1,0	1,5	
24	1307	524,4	11	16	
25	668	-114,9	-2,4	-3,5	

* Mittelwert von DLA berechnet

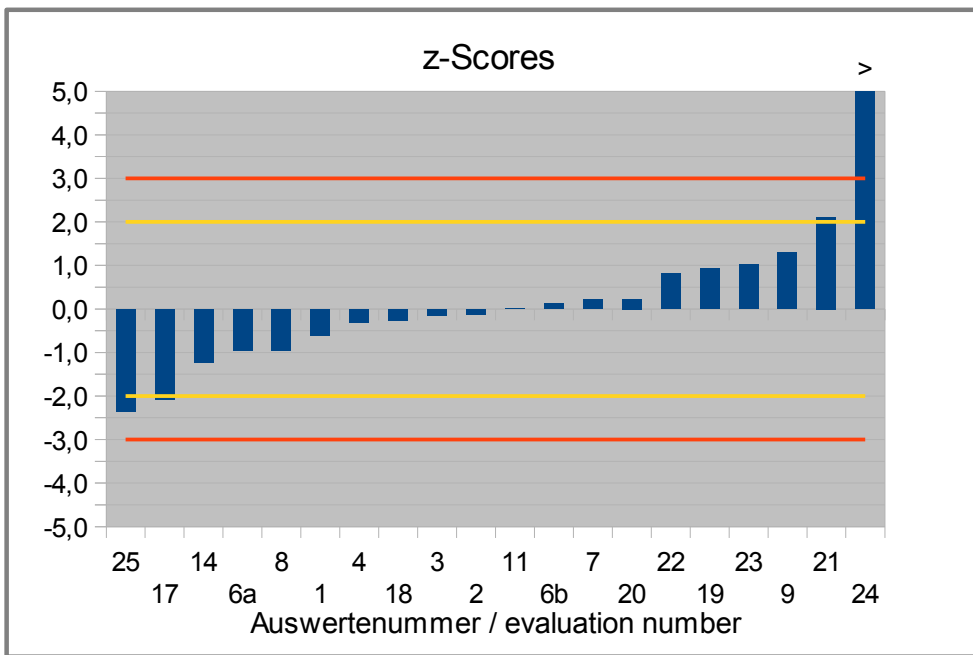


Abb. / Fig. 4: z-Scores Vitamin B2

4.3 Vitamin B6 (als Pyridoxin in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	17
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	749
Median	747
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	749
Robuste Standardabweichung (S^*)	58,4
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	17
Wiederholstandardabweichung (S_f)	14,4
Variationskoeffizient (VK_f)	1,92%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	62,1
Variationskoeffizient (VK_R)	8,29%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	45,2
Zielstandardabweichung (zur Information)	31,3
Untere Grenze des Zielbereichs	659
Obere Grenze des Zielbereichs	839
Quotient S^*/σ_{pt}	1,3
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	17,7
Ergebnisse im Zielbereich	15
Prozent im Zielbereich	88%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer Ergebnisse Nr. 8 und 15

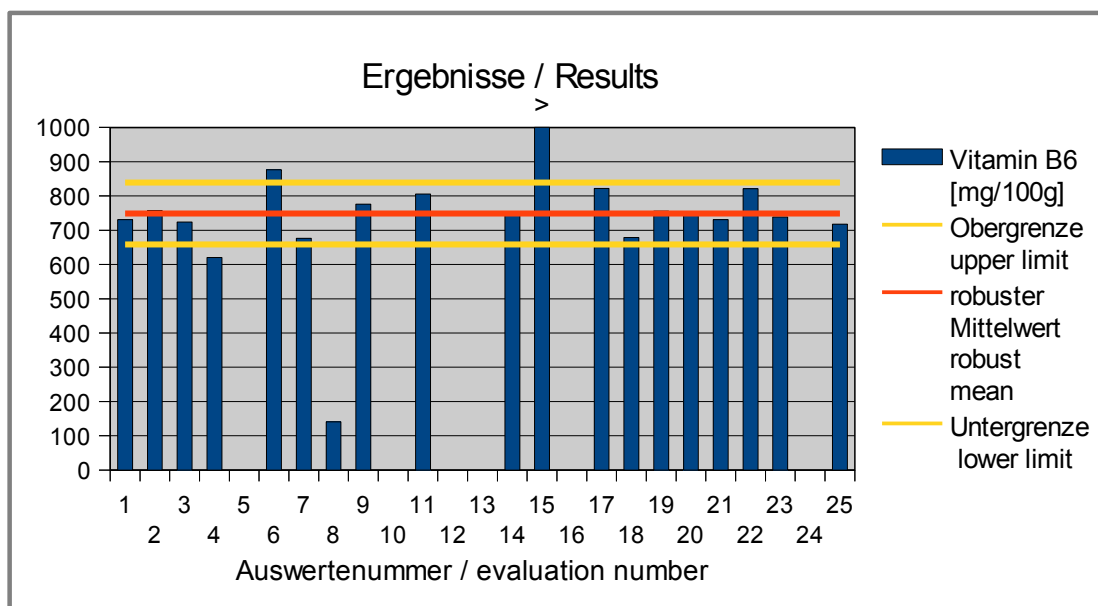


Abb. / Fig. 5: Ergebnisse Vitamin B6 / Results Vitamin B6

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Vitamin B6 [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σpt)	(Info)	Remark
1	731	-18,0	-0,40	-0,58	
2	758 *	8,5	0,19	0,27	
3	724	-25,0	-0,55	-0,80	
4	620	-129,0	-2,9	-4,1	
5					
6	877	127,5	2,8	4,1	
7	676	-72,7	-1,6	-2,3	
8	141				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
9	776 *	26,8	0,59	0,86	
10					
11	805	56,4	1,2	1,8	
12					
13					
14	753	3,5	0,08	0,11	
15	7437 *				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
16					
17	822 *	73,0	1,6	2,3	
18	679	-70,0	-1,6	-2,2	
19	756	7,0	0,15	0,22	
20	747	-2,0	-0,04	-0,06	
21	731	-18,4	-0,41	-0,59	
22	821	72,0	1,6	2,3	
23	739	-10,0	-0,22	-0,32	
24					
25	718	-31,0	-0,69	-0,99	

* Mittelwert von DLA berechnet

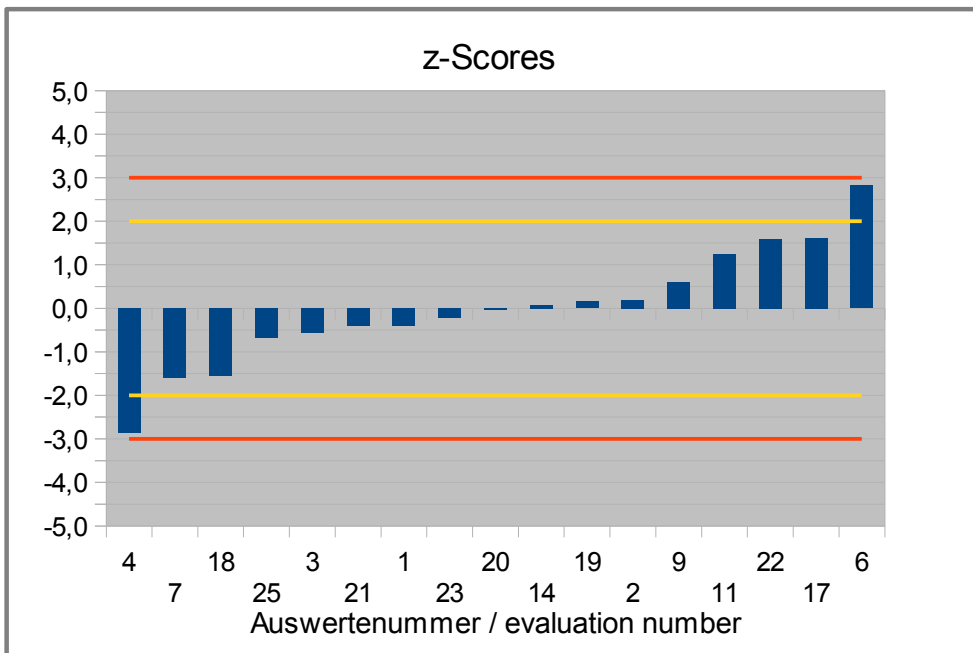


Abb. / Fig. 6: z-Scores Vitamin B6

4.4 Vitamin B12 (als Cyanocobalamin in µg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	15
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	1040
Median	1001
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1018
Robuste Standardabweichung (S^*)	102
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	49,0
Variationskoeffizient (VK_r)	4,82%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	115
Variationskoeffizient (VK_R)	11,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	115
Untere Grenze des Zielbereichs	788
Obere Grenze des Zielbereichs	1247
Quotient S^*/σ_{pt}	0,89
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	32,9
Ergebnisse im Zielbereich	13
Prozent im Zielbereich	87%

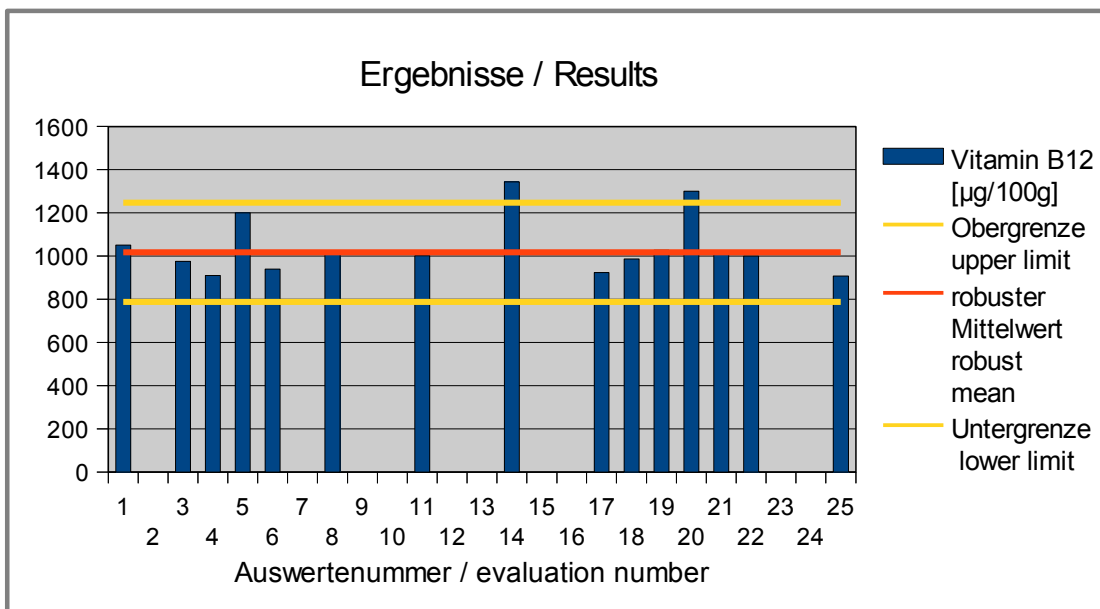


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Vitamin B12 / Results Vitamin B12

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

Auswertenummer	Vitamin B12 [µg/100g]	Abweichung [µg/100g]	z-Score (σ_{pt})	Hinweis
Evaluation number		Deviation [µg/100g]		Remark
1	1050	32	0,28	
2				
3	976	-42	-0,36	
4	910	-108	-0,94	
5	1200 *	182	1,6	
6	939	-79	-0,69	
7				
8	1020	2	0,02	
9				
10				
11	1001	-17	-0,15	
12				
13				
14	1344	326	2,8	
15				
16				
17	924 *	-94	-0,82	
18	986	-32	-0,28	
19	1028	10	0,09	
20	1300	282	2,5	
21	1013	-4	-0,04	
22	1000	-18	-0,16	
23				
24				
25	908	-110	-1,0	

* Mittelwert von DLA berechnet

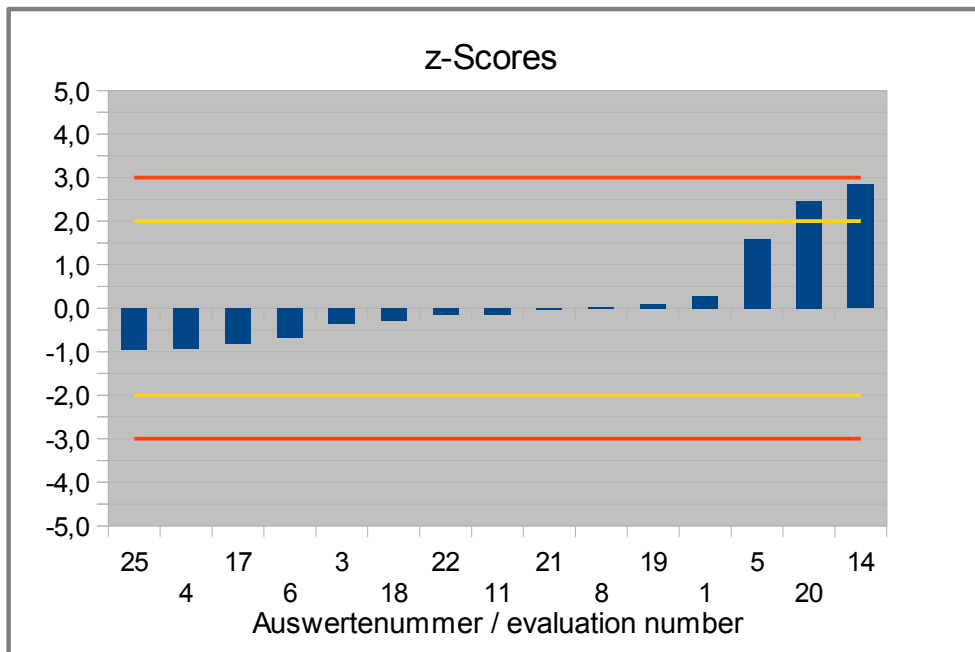


Abb. / Fig. 8: z-Scores Vitamin B12

4.5 Biotin (in µg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	66754
Median	66551
Robuster Mittelwert (X_{pt})	67368
Robuste Standardabweichung (S^*)	9709
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_F)	3709
Variationskoeffizient (VK_F)	5,39%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	9214
Variationskoeffizient (VK_R)	13,4%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	11524
Zielstandardabweichung (zur Information)	1430
Untere Grenze des Zielbereichs	44319
Obere Grenze des Zielbereichs	90417
Quotient S^*/σ_{pt}	0,84
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	3134
Ergebnisse im Zielbereich	14
Prozent im Zielbereich	93%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer Ergebnisse Nr. 7 und 18

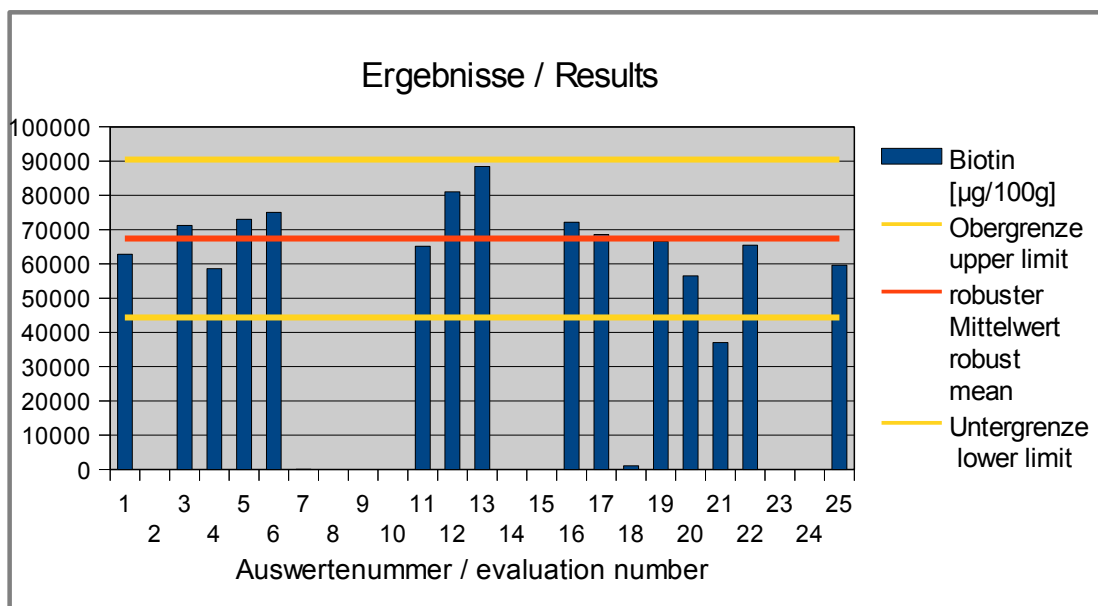


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Biotin / Results Biotin

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Biotin [$\mu\text{g}/100\text{g}$]	Abweichung [$\mu\text{g}/100\text{g}$]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [$\mu\text{g}/100\text{g}$]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	62800	-4568	-0,40	-3,2	
2					
3	71247	3879	0,34	2,7	
4	58600	-8768	-0,76	-6,1	
5	73000 *	5632	0,49	3,9	
6	75050	7682	0,67	5,4	
7	63,6				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
8					
9					
10					
11	65162	-2206	-0,19	-1,5	
12	81015	13647	1,2	9,5	
13	88449	21081	1,8	15	
14					
15					
16	72184	4816	0,42	3,4	
17	68600 *	1232	0,11	0,86	
18	1058				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
19	66551	-817	-0,07	-0,57	
20	56500	-10868	-0,94	-7,6	
21	37077	-30291	-2,6	-21	
22	65475	-1893	-0,16	-1,3	
23					
24					
25	59600	-7768	-0,67	-5,4	

* Mittelwert von DLA berechnet

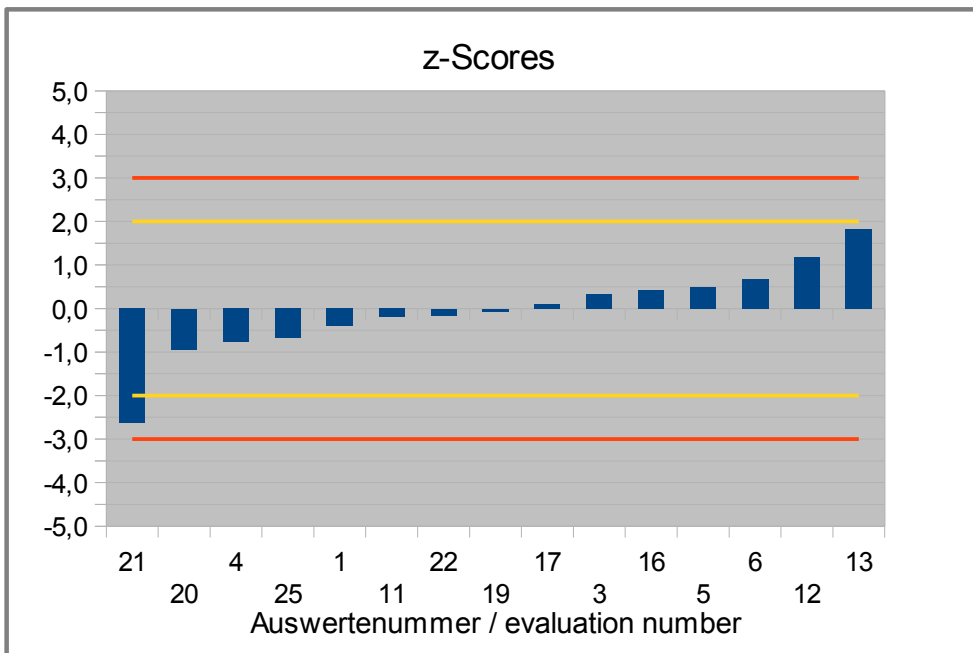


Abb. / Fig. 10: z-Scores Biotin

4.6 Vitamin C (als Ascorbinsäure in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	18
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	36298
Median	33925
Robuster Mittelwert (X_{pt})	34257
Robuste Standardabweichung (S^*)	2644
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	17
Wiederholstandardabweichung (S_r)	819
Variationskoeffizient (VK_r)	2,41%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	2507
Variationskoeffizient (VK_R)	7,38%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	3595
Zielstandardabweichung (zur Information)	805
Untere Grenze des Zielbereichs	27067
Obere Grenze des Zielbereichs	41446
Quotient S^*/σ_{pt}	0,74
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	779
Ergebnisse im Zielbereich	17
Prozent im Zielbereich	94%

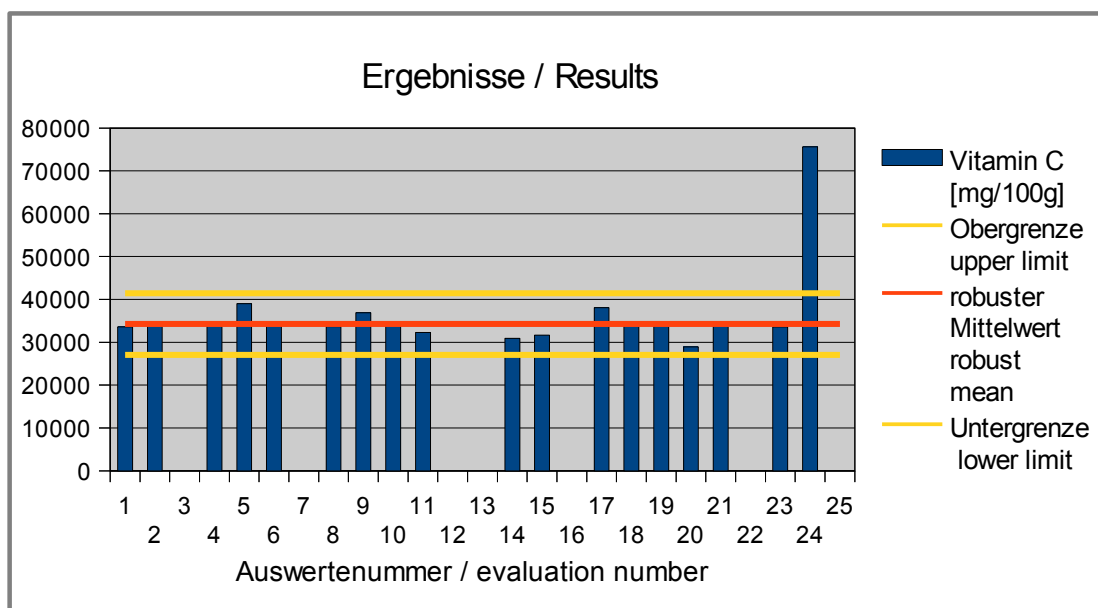


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse Vitamin C / Results Vitamin C

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Vitamin C [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]			Remark
1	33610	-647	-0,18	-0,80	
2	34850	* 593	0,17	0,74	
3					
4	34547	290	0,08	0,36	
5	39000	* 4743	1,3	5,9	
6	34050	-207	-0,06	-0,26	
7					
8	33648	-609	-0,17	-0,76	
9	36898	* 2641	0,73	3,3	
10	33881	-376	-0,10	-0,47	
11	32264	-1993	-0,55	-2,5	
12					
13					
14	30926	-3331	-0,93	-4,1	
15	31668	* -2589	-0,72	-3,2	
16					
17	38043	* 3786	1,1	4,7	
18	34107	-150	-0,04	-0,19	
19	33837	-420	-0,12	-0,52	
20	28900	-5357	-1,5	-6,7	
21	33969	-288	-0,08	-0,36	
22					
23	33589	-668	-0,19	-0,83	
24	75586	41330	11	51	
25					

* Mittelwert von DLA berechnet

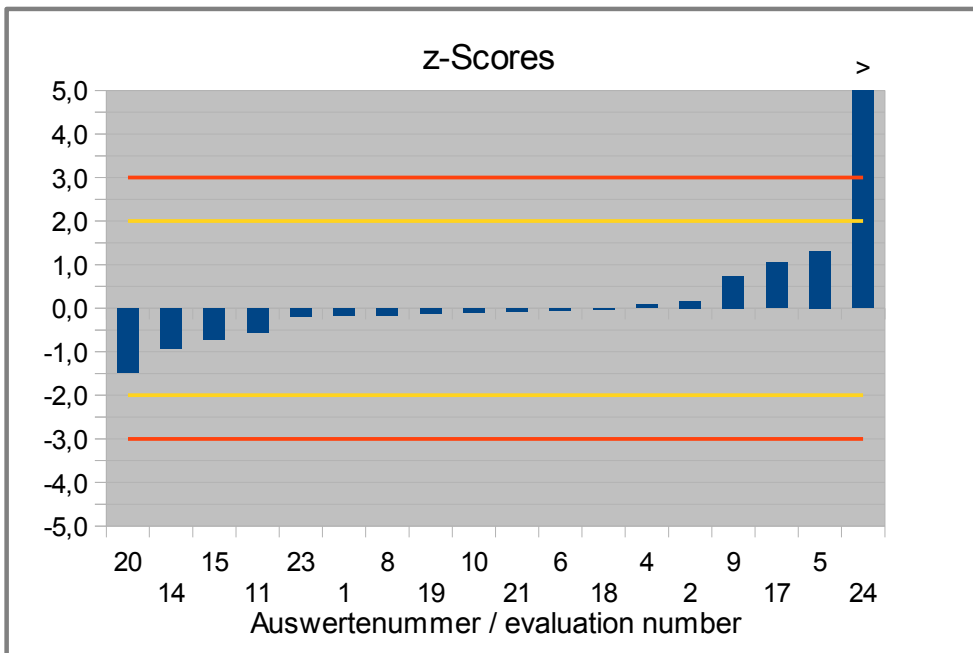


Abb. / Fig. 12: z-Scores Vitamin C

4.7 Folsäure (als Pteroylmonoglutaminsäure in µg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	15
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	88642
Median	87785
Robuster Mittelwert (\bar{X}_{pt})	88412
Robuste Standardabweichung (S^*)	9691
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	14
Wiederholstandardabweichung (S_r)	3691
Variationskoeffizient (VK_r)	4,27%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	10134
Variationskoeffizient (VK_R)	11,7%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	5095
Untere Grenze des Zielbereichs	78223
Obere Grenze des Zielbereichs	98602
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(\bar{X}_{pt})$	3128
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	80%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer Nr. 9 und 23

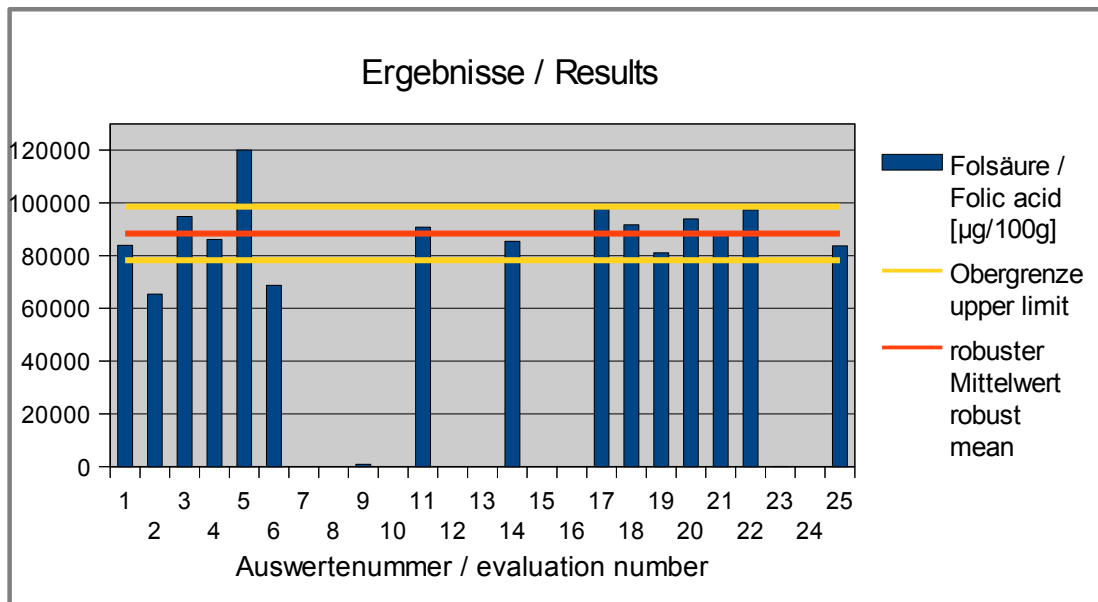


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse Folsäure / Results Folic Acid

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Folsäure / Folic acid [$\mu\text{g}/100\text{g}$]	Abweichung [$\mu\text{g}/100\text{g}$]	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [$\mu\text{g}/100\text{g}$]	(σ_{pt})	Remark
1	83950	-4462	-0,88	
2	65450 *	-22962	-4,5	
3	94865	6453	1,3	
4	86100	-2312	-0,45	
5	120000 *	31588	6,2	
6	68700	-19712	-3,9	
7				
8				
9	888 *			Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
10				
11	90827	2414	0,47	
12				
13				
14	85386	-3027	-0,59	
15				
16				
17	98825 *	10413	2,0	
18	91683	3271	0,64	
19	81065	-7347	-1,4	
20	93900	5488	1,1	
21	87785	-627	-0,12	
22	97400	8988	1,8	
23	92,7			Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
24				
25	83700	-4712	-0,92	

* Mittelwert von DLA berechnet

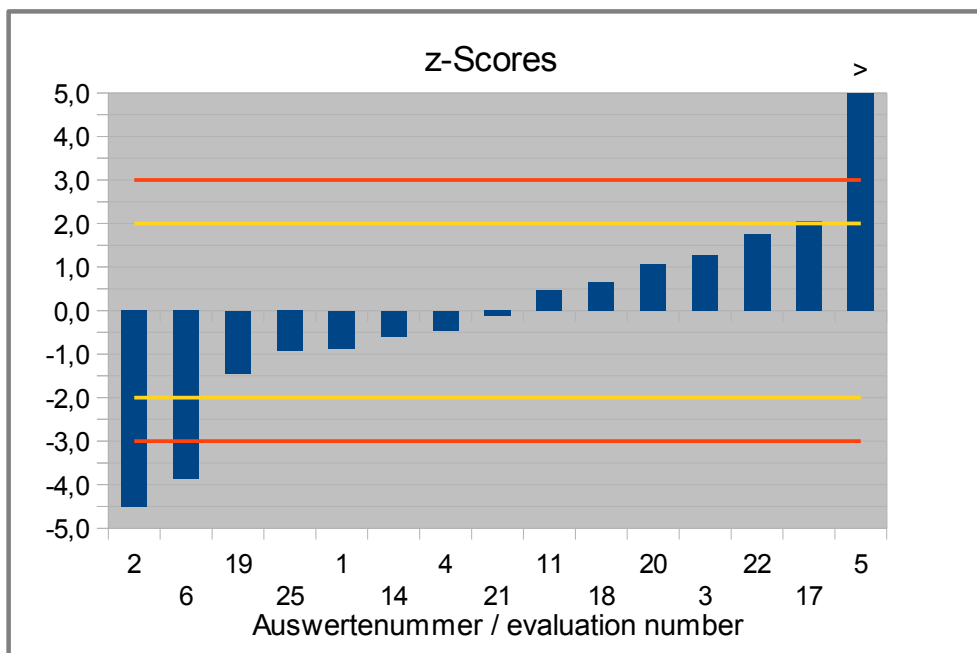


Abb. / Fig. 14: z-Scores Folsäure / Folic Acid

4.8 Niacin (in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	18
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	8043
Median	8035
Robuster Mittelwert (X_{pt})	8062
Robuste Standardabweichung (S^*)	324
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	18
Wiederholstandardabweichung (S_r)	246
Variationskoeffizient (VK_r)	3,05%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	470
Variationskoeffizient (VK_R)	5,84%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	236
Zielstandardabweichung (zur Information)	308
Untere Grenze des Zielbereichs	7591
Obere Grenze des Zielbereichs	8533
Quotient S^*/σ_{pt}	1,4
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	95
Ergebnisse im Zielbereich	15
Prozent im Zielbereich	83%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer Ergebnisse Nr. 19 und 25

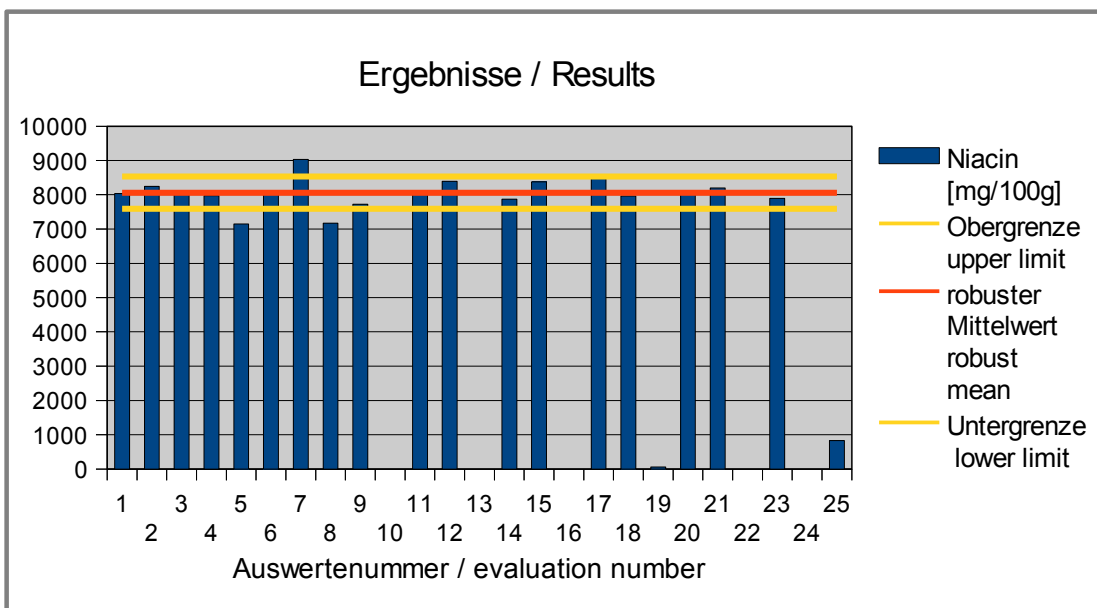


Abb. / Fig. 15: Ergebnisse Niacin / Results Niacin

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Niacin [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σpt)	(Info)	Remark
1	8030	-32	-0,14	-0,10	
2	8245	*	183	0,78	0,59
3	8005	-57	-0,24	-0,19	
4	7969	-93	-0,40	-0,30	
5	7150	*	-912	-3,9	-3,0
6	8115	53	0,22	0,17	
7	9031	968	4,1	3,1	
8	7170	-892	-3,8	-2,9	
9	7727	*	-336	-1,4	-1,09
10					
11	8070	8	0,03	0,03	
12	8392	330	1,4	1,1	
13					
14	7871	-192	-0,81	-0,62	
15	8379	*	317	1,3	1,0
16					
17	8525	*	463	2,0	1,5
18	7966	-96	-0,41	-0,31	
19	61,5				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
20	8040	-22	-0,09	-0,07	
21	8196	133	0,57	0,43	
22					
23	7891	-171	-0,73	-0,56	
24					
25	831				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded

* Mittelwert von DLA berechnet

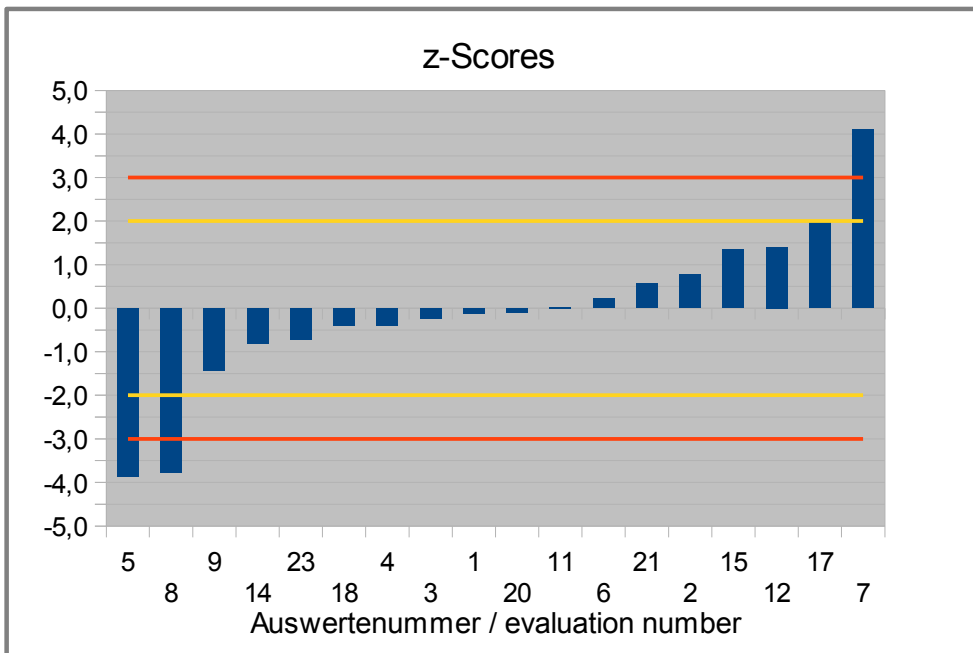


Abb. / Fig. 16: z-Scores Niacin

4.9 Pantothensäure (in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	2664
Median	2641
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2667
Robuste Standardabweichung (S^*)	196
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_f)	140
Variationskoeffizient (VK_f)	5,15%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	233
Variationskoeffizient (VK_R)	8,60%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	111
Zielstandardabweichung (zur Information)	92,0
Untere Grenze des Zielbereichs	2446
Obere Grenze des Zielbereichs	2888
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,8
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	61,3
Ergebnisse im Zielbereich	12
Prozent im Zielbereich	75%

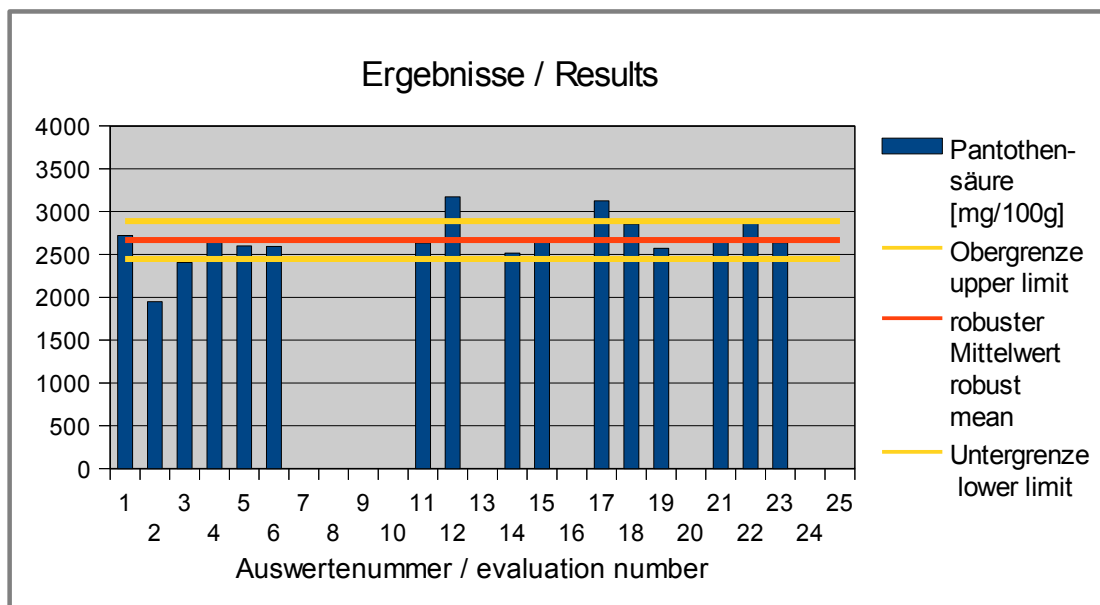


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse Pantothensäure / Results Pantothenic Acid

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

Auswertenummer	Pantothensäure [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z'-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	Remark
1	2720	53	0,48	
2	1950 *	-717	-6,5	
3	2407	-260	-2,3	
4	2645	-22	-0,20	
5	2600 *	-67	-0,60	
6	2595	-72	-0,65	
7				
8				
9				
10				
11	2633	-33	-0,30	
12	3172	505	4,6	
13				
14	2516	-151	-1,4	
15	2685 *	18	0,17	
16				
17	3125 *	458	4,1	
18	2855	188	1,7	
19	2573	-94	-0,85	
20				
21	2643	-23	-0,21	
22	2863	196	1,8	
23	2638	-29	-0,26	
24				
25				

* Mittelwert von DLA berechnet

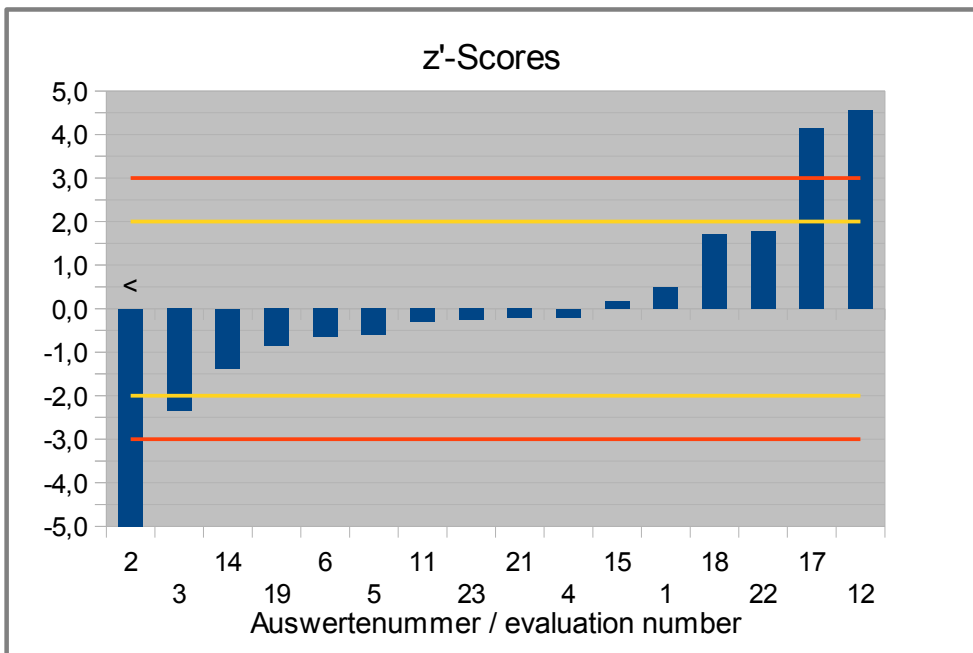


Abb. / Fig. 18: z'-Scores Pantothensäure / Pantothenic Acid

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	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungs- grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfin- dungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Vitamin B1 (als Thiamin-Kation) / Vitamin B1 (as Thiamine-cation)	1	mg/100g	25	71	14. Mai	623	635	610			
	2	mg/100g	38	58			757	776		nein	
	3	mg/100g	3	93	20. Jun	648	624	672	0,179	nein	nicht bestimmt
	4	mg/100g	19	77	24. Mai	594	591	598	0,2	nein	
	5	mg/100g									
	6	mg/100g	20	76	28. Mai	574	540	608	0,1	nein	77
	7	mg/100g									
	8	mg/100g									
	9	mg/100g	18	78	11. Jun		1089	1046	22	nein	
	10	mg/100g									
	11	mg/100g	40	55		667,21	668,29	666,12			
	12	mg/100g	46	50	22.05.2019	673,5	671,1	676		nein	
	13	mg/100g									
	14	mg/100g	42	54	23.05.2019	575,5	571	580	48	nein	100,78
	15	mg/100g			17.06.		641	637	2,5	nein	
	16	mg/100g	29	68	28.05.2019	628,22	623,74	632,69		nein	
	17	mg/100g	30	66	24.05.2019		885	898		nein	
	18	mg/100g	80	16	23. Mai	673	675,64	670,54	0,1	nein	
	19	mg/100g	5	91	11. Jun	658,5	651	666	n/a	nein	n/a
	20	mg/100g	8	88		687	689	684			
	21	mg/100g	13	84	27. Mai	824,7	842,4	807		nein	
	22	mg/100g	1	95	30. Mai	735	716	753	3	nein	120
	23	mg/100g	24	72	05. Jun	1071	1070	1072		nein	
	24	mg/100g	36	60	21.06.	612,5	611,1	613,9	0,1	ja	87
	25	mg/100g	31	65	20.06.	731	736	726	0,1	nein	90

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse Tag/Monat	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %
Vitamin B2 (als Riboflavin) / Vitamin B2 (as Riboflavin)	1	mg/100g	25	71	14. Mai	753	769	736			
	2	mg/100g	38	58			755	798		nein	
	3	mg/100g	3	93	20. Jun	775	768	782	0,05	nein	nicht bestimmt
	4	mg/100g	19	77	24. Mai	768	768	767	0,2	nein	
	5	mg/100g									
	6	mg/100g	20	76	28. Mai	736	712	760	0,1	nein	93
	7	mg/100g	11	87	07. Jun	793,2	778,5	807,9			
	8	mg/100g	21	73	05. Jun	737	731	742	0,05		
	9	mg/100g	18	78	11. Jun		841,6	851,2	7	nein	
	10	mg/100g									
	11	mg/100g	40	55		783,01	787,13	778,88			
	12	mg/100g									
	13	mg/100g									
	14	mg/100g	42	54	22.05.2019	723	718	728	35	nein	93,63
	15	mg/100g			17.06.		7516	7471	2,5	nein	
	16	mg/100g									
	17	mg/100g	30	66	24.05.2019		693	670		nein	
	18	mg/100g	80	16	23. Mai	770	772,66	767,03	0,01	nein	
	19	mg/100g	5	91	11. Jun	828	826	830	n/a	nein	n/a
	20	mg/100g	8	88		794	808	779			
	21	mg/100g	13	84	27. Mai	885,7	848,4	867		nein	
	22	mg/100g	1	95	30. Mai	822	851	792	3	nein	106
	23	mg/100g	24	72	20. Mai	833	838	827		nein	
	24	mg/100g	36	60	21.06.	1307,3	1125,2	1489,3	0,1	ja	91
	25	mg/100g	31	65	20.06.	668	681	654	0,1	nein	106

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Vitamin B6 (als Pyridoxin) / Vitamin B6 (as Pyridoxine)	1	mg/100g	25	71	14. Mai	731	745	717			
	2	mg/100g	38	58			746	769		nein	
	3	mg/100g	3	93	20. Jun	724	730	718	0,11	nein	nicht bestimmt
	4	mg/100g	19	77	24. Mai	620	616	624	0,2	nein	
	5	mg/100g									
	6	mg/100g	20	76	28. Mai	876,5	902	851	0,1	nein	97
	7	mg/100g	11	87	13. Jun	676,3	672,9	679,7			
	8	mg/100g	21	73	17. Jun	141	143	139	0,05		
	9	mg/100g	18	78	11. Jun		768,8	782,9	9	nein	
	10	mg/100g									
	11	mg/100g	40	55		805,36	796,47	814,26			
	12	mg/100g									
	13	mg/100g									
	14	mg/100g	42	54	21.05.2019	752,5	745	760	14	nein	99,7
	15	mg/100g			17.06.		7502	7371	5	nein	
	16	mg/100g									
	17	mg/100g	30	66	27.05.2019		812	832		nein	
	18	mg/100g	80	16	23. Mai	679	689,67	667,83	4	nein	
	19	mg/100g	5	91	11. Jun	756	752	760	n/a	nein	n/a
	20	mg/100g	8	88		747	746	748			
	21	mg/100g	13	84	27. Mai	730,6	722,4	738,8		nein	
	22	mg/100g	1	95	30. Mai	821	817	824	3	nein	115
	23	mg/100g	24	72	20. Mai	739	750	727		nein	
	24	mg/100g									
	25	mg/100g	31	65	28.06.	718	709	727	0,1	nein	105

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse Tag/Monat	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %
Vitamin B12 (als Cyanocobalamin) / Vitamin B12 (as Cyanocobalamine)	1	µg/100g	25	71	16. Mai	1050	1010	1010			
	2	µg/100g	38	58							
	3	µg/100g	3	93	06. Jun	976	887	1065	0,03	nein	nicht bestimmt
	4	µg/100g	19	77	24. Mai	910	970	850	0,03	nein	
	5	µg/100g	52	44	29.05.2019	31.05.2019	1200	1200			
	6	µg/100g	20	76	28. Mai	939	901	977	0,2	nein	95
	7	µg/100g									
	8	µg/100g	21	73	14. Jun	1020	1060	985	0,5		
	9	µg/100g									
	10	µg/100g									
	11	µg/100g	40	55		1.001,00	997,27	1.004,74			
	12	µg/100g									
	13	µg/100g									
	14	µg/100g	42	54	21.05.2019	1343,5	1354	1333	600	nein	-
	15	µg/100g			17.06.						
	16	µg/100g									
	17	µg/100g	30	66	18.06.2019		944	904		nein	
	18	µg/100g	80	16	24. Mai	986	999,22	973	25	nein	
	19	µg/100g	5	91	10. Jun	1027,5	1011	1044	n/a	nein	n/a
	20	µg/100g	8	88		1300	1300	1300			
	21	µg/100g	13	84	03. Jun	1013,3	1001,4	1025,3		ja	89
	22	µg/100g	1	95	28.05.2019	999,8	1029,8	969,8	0,5	nein	
	23	µg/100g									
	24	µg/100g									
	25	µg/100g	31	65	31.05.	908	885	930	0,03	nein	106

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse Tag/Monat	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %
Biotin	1	µg/100g	25	71	16. Mai	62800	62700	62900			
	2	µg/100g	38	58							
	3	µg/100g	3	93	20. Jun	71247	69209	73284	0,08	nein	nicht bestimmt
	4	µg/100g	19	77	29. Mai	58600	58300	58900	0,08	nein	
	5	µg/100g	52	44	28.05.2019	30.05.2019	75000	71000			
	6	µg/100g	20	76	28. Mai	75050	71200	78900	4	nein	110
	7	µg/100g	11	87	31. Mai	63,6	62,7	64,5			
	8	µg/100g									
	9	µg/100g									
	10	µg/100g									
	11	µg/100g	40	55		65.161,60	64.721,16	65.602,04			
	12	µg/100g	46	50	17.05.2019	81015	77100	84900		nein	
	13	µg/100g	47	49	18. Jun	88449,46	84496,97	92401,95	0,5	ja	98
	14	µg/100g	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	15	µg/100g			17.06.						
	16	µg/100g	29	68	17.06.2019	72184	72416	71952		nein	
	17	µg/100g	30	66	18.06.2019		63000	74200		nein	
	18	µg/100g	80	16	29. Mai	1058	1078,76	1038,05	0,1	nein	
	19	µg/100g	5	91	17. Jun	66551	68136	64966	n/a	nein	n/a
	20	µg/100g	8	88		56500	56000	57000			
	21	µg/100g	13	84	17. Mai	37076,5	39283	34870		ja	91,6
	22	µg/100g	1	95	13.05.2019	65475	68300	62650	0,08	nein	
	23	µg/100g									
	24	µg/100g									
	25	µg/100g	31	65	29.05.	59600	59400	59800	0,08	nein	96

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
					Tag/Monat					ja / nein	in %
Vitamin C (als Ascorbinsäure) / Vitamin C (as Ascorbic acid)	1	mg/100g	25	71	15. Mai	33610	33830	33390			
	2	mg/100g	38	58			35200	34500		nein	
	3	mg/100g			nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt
	4	mg/100g	19	77	Mai	34547	35230	33864		nein	
	5	mg/100g	52	44	14.06.2019	14.06.2019	39000	39000			
	6	mg/100g	20	76	03. Jun	34050	32800	35300	1	nein	98
	7	mg/100g									
	8	mg/100g	21	73	17. Jun	33648	33369	33927	5		
	9	mg/100g	18	78	04. Jun		37731	36064	5	nein	
	10	mg/100g	15	79	27.05.2019	33881	33965	33797	10	ja	99,5
	11	mg/100g	40	55		32.263,52	32.591,63	31.935,40			
	12	mg/100g									
	13	mg/100g									
	14	mg/100g	42	54	03.+04.+05.06.2019	30925,5	30815	31036	2814	nein	89,30%
	15	mg/100g			17.06.		31797	31539		nein	
	16	mg/100g									
	17	mg/100g	30	66	24.05.2019		38929	37157		nein	
	18	mg/100g	80	16	23. Mai	34107	34567,7	33645,31	3	nein	
	19	mg/100g	5	91	07. Jun	33837	33856	33818	n/a	nein	n/a
	20	mg/100g	8	88		28900	30100	27700			
	21	mg/100g	13	84	15. Mai	33969	34314	33624		nein	
	22	mg/100g									
	23	mg/100g	24	72	13. Mai	33589	33770	33409		nein	
	24	mg/100g	36	60	21.06.	75586,3	75673,9	75498,6	0,1	ja	90
	25	mg/100g									

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse Tag/Monat	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %
Folsäure (als Pteroylmonoglutaminsäure) / Folic acid (as Pteroylmonoglutamic acid)	1	µg/100g	25	71	15. Mai	83950	85400	82500			
	2	µg/100g	38	58			63100	67800		nein	
	3	µg/100g	3	93	20. Jun	94865	96300	93430	0,181	nein	nicht bestimmt
	4	µg/100g	19	77	13. Jun	86100	91400	80800	0,2	nein	
	5	µg/100g	52	44	21.05.2019	23.05.2019	130000	110000			
	6	µg/100g	20	76	28. Mai	68700	66900	70500	16	nein	76
	7	µg/100g									
	8	µg/100g									
	9	µg/100g	18	78	11. Jun		885	890	7000	nein	
	10	µg/100g									
	11	µg/100g	40	55			90.826,85	89.193,83	92.459,86		
	12	µg/100g									
	13	µg/100g									
	14	µg/100g	42	54	14.05.2019	85385,5	83524	87247	40000	nein	-
	15	µg/100g			17.06.						
	16	µg/100g									
	17	µg/100g	30	66	24.05.2019		97150	100500		nein	
	18	µg/100g	80	16	23. Mai	91683	93125,03	90239,92	1	nein	
	19	µg/100g	5	91	06. Jun	81065	80967	81163	n/a	nein	n/a
	20	µg/100g	8	88		93900	97000	90800			
	21	µg/100g	13	84	15. Mai	87785	89412	86158		ja	95,3
	22	µg/100g	1	95	21.05.2019	97400	102867	91817	0,16	nein	
	23	µg/100g	24	72	20. Mai	92,7	93,1	92,2		nein	
	24	µg/100g									
	25	µg/100g	31	65	31.05.	83700	82950	84450	0,16	nein	104

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse Tag/Monat	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %
Niacin	1	mg/100g	25	71	14. Mai	8030	8150	7910			
	2	mg/100g	38	58			8140	8350		nein	
	3	mg/100g	3	93	20. Jun	8005	7963	8046	0,128	nein	nicht bestimmt
	4	mg/100g	19	77	24. Mai	7969	8077	7861	0,2	nein	
	5	mg/100g	52	44	20.05.2019	22.05.2019	7300	7000			
	6	mg/100g	20	76	28. Mai	8115	8450	7780	0,3	nein	98
	7	mg/100g	11	87	05. Jun	9030,5	9184	8877			
	8	mg/100g	21	73	21. Jun	7170	7180	7160	0,5		
	9	mg/100g	18	78	11. Jun		7915	7538	7	nein	
	10	mg/100g									
	11	mg/100g	40	55		8.070,03	8.146,72	7.993,35			
	12	mg/100g	46	50	20.05.2019	8392,1	8351,3	8432,9		nein	
	13	mg/100g									
	14	mg/100g	42	54	12.06.2019	7870,5	7740	8001	1	nein	108,5 % und 109,9%
	15	mg/100g			17.06.		8362	8396	2,5	nein	
	16	mg/100g									
	17	mg/100g	30	66	18.06.2019		9040	8010		nein	
	18	mg/100g	80	16	23. Mai	7966	7952,97	7978,4	0,5	nein	
	19	mg/100g	5	91	11. Jun	61,5	63	60	n/a	nein	n/a
	20	mg/100g	8	88		8040	8010	8070			
	21	mg/100g	13	84	27. Mai	8195,7	8059,2	8332,3		nein	
	22	mg/100g									
	23	mg/100g	24	72	20. Mai	7891	7899	7883		nein	
	24	mg/100g									
	25	mg/100g	31	65	20.06.	831	818	845	0,016	nein	103

Parameter	Teilnehmer	Einheit	Probe I DLA Nr.	Probe II DLA Nr.	Datum der Analyse Tag/Monat	Endergebnis (Mittelwert)	Ergebnis Probe I	Ergebnis Probe II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung ja / nein	Wiederfindungsrate in %
Pantothensäure / Pantothenic acid	1	mg/100g	25	71	14. Mai	2720	2530	2900			
	2	mg/100g	38	58			1900	2000		nein	
	3	mg/100g	3	93	20. Jun	2407	2342	2472	0,195	nein	nicht bestimmt
	4	mg/100g	19	77	21. Jun	2645	2576	2714	0,04	nein	
	5	mg/100g	52	44	24.05.2019	25.05.2019	2700	2500			
	6	mg/100g	20	76	28. Mai	2595	2450	2740	0,2	nein	100
	7	mg/100g									
	8	mg/100g									
	9	mg/100g									
	10	mg/100g									
	11	mg/100g	40	55		2.633,32	2.616,77	2.649,88			
	12	mg/100g	46	50	13.06.2019	3171,9	3368,6	2975,2		nein	
	13	mg/100g									
	14	mg/100g	42	54	22.05.2019	2515,5	2373	2658	2000	nein	-
	15	mg/100g			17.06.		2740	2630	0,05	nein	
	16	mg/100g									
	17	mg/100g	30	66	18.06.2019		3080	3170		nein	
	18	mg/100g	80	16	23. Mai	2855	2895,95	2813,95	0,02	nein	
	19	mg/100g	5	91	11. Jun	2572,5	2548	2597	n/a	nein	n/a
	20	mg/100g	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	21	mg/100g	13	84	27. Mai	2643,2	2647,7	2638,8		nein	
	22	mg/100g	1	95	15.05.2019	2863	2795	2930	0,04	nein	
	23	mg/100g	24	72	20. Mai	2638	2664	2613		nein	
	24	mg/100g									
	25	mg/100g									

5.1.2 Analytische Methoden

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Vitamin B1 (als Thiamin-Kation) / Vitamin B1 (as Thiamine-cation)	1	SOP M843, HPLC-UV		HPLC-UV	vorhanden		ja		
	2						ja		
	3	Quantitative Bestimmung von wasserlöslichen Vitaminen mittels HPLC in Nahrungsergänzungsmitteln			LVU-Material		ja		
	4	internes Verfahren HPLC		HPLC in Anlehnung an VDLUFA Methodenbuch III Nr. 13.9.1			ja		
	5								
	6	Hausmethode , LCMSMS					ja	nein	alte Methode : 667 mg/kg
	7								
	8								
	9							ja	
	10								
	11				HPLC			ja	
	12								
	13								
	14	2.019/006-05	ohne enzym. Aufreinigung / Probenaufarbeitung	HPLC	Thiamin-HCl	ja	ja	-	
	15	Hausmethode, Premix, N04_22ME						ja	
	16	ASU L00.00-83, Juni 2015						ja	
	17	DIN EN 14122:2006						ja	
	18	Hausverfahren	Extraktion in 0,1% H3PO4	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.	nein	ja		
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0153	USP	nein	ja	n/a	
	20							ja	MW = 265.37
	21				HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22	internes Verfahren HPLC-MS-MS (P4-02-01-12-2423)	enzymatischer Aufschluss, Zentrifugieren, Filtrieren, Verdünnen; Zusatz ISTD	HPLC-MS/MS	externe Kalibrierung mit ISTD	nein	ja		Wiederfindung mit NIST-SRM-3280 bestimmt.
	23	LAV 21.0010-02; HPLC-FLD						ja	
	24	Hausmethode	Extraktion mit Wasser	UPLC-MS/MS		ja	nein		
	25	HPLC			LVU-Lippold Nr. 17-20	nein	ja		

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Vitamin B2 (als Riboflavin) / Vitamin B2 (as Riboflavin)	1	SOP M843, HPLC-UV		HPLC-UV	vorhanden		ja		
	2						ja		
	3	Quantitative Bestimmung von wasserlöslichen Vitaminen mittels HPLC in Nahrungsergänzungsmitteln			LVU-Material		ja		
	4	internes Verfahren HPLC		HPLC in Anlehnung an VDLUFA Methodenbuch III Nr. 13.9.1			ja		
	5								
	6	Hausmethode, LCMSMS					ja	nein	alte Methode: 789mg/kg
	7	HPLC fluo (Hausmethode)				Ja (10 Kalibrationspunkte + Referenzmaterial)	ja	ja	
	8	HPLC mit FL						ja	
	9							ja	
	10								
	11				HPLC			ja	
	12								
	13								
	14	2.019/005-05	ohne enzym. Aufreinigung / Probenaufarbeitung	HPLC	Riboflavin		ja	ja	-
	15	Hausmethode, Premix, N04_22ME						ja	
	16								
	17	DIN EN 14152:2006						ja	
	18	Hausverfahren	Extraktion in 0,1% H3PO4	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.		nein	ja	
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0153	USP		nein	ja	n/a
	20							ja	
	21				HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22	internes Verfahren HPLC-MS-MS (P4-02-01-12-2423)	enzymatischer Aufschluss, Zentrifugieren, Filtrieren, Verdünnen; Zusatz ISTD	HPLC-MS/MS	externe Kalibrierung mit ISTD		nein	ja	Wiederfindung mit NIST-SRM-3280 bestimmt.
	23	LAV 21.0017-02; HPLC-FLD						ja	
	24	Hausmethode	Extraktion mit Wasser	UPLC-MS/MS			ja	nein	
	25	HPLC				LVU-Lippold Nr.17-20	nein	ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Vitamin B6 (als Pyridoxin) / Vitamin B6 (als Pyridoxine)	1	SOP M843, HPLC-UV		HPLC-UV	vorhanden		ja		
	2						ja		
	3	Quantitative Bestimmung von wasserlöslichen Vitaminen mittels HPLC in Nahrungsergänzungsmitteln			LVU-Material		ja		
	4	internes Verfahren HPLC		HPLC in Anlehnung an VDLUFA Methodenbuch III Nr. 13.9.1			ja		
	5								
	6	Hausmethode, LCMSMS					ja	nein	
	7	HPLC fluo (Hausmethode)				Ja (9 Kalibrationspunkte + Referenzmaterial)	ja	nein	
	8	HPLC mit FL						ja	
	9							ja	
	10								
	11				HPLC			ja	
	12								
	13								
	14	2.019/008-06	ohne enzym. Aufreinigung / Probenaufarbeitung	HPLC	Pyridoxin-HCl		ja	ja	-
	15	Hausmethode, Premix, N04_22ME						ja	
	16								
	17	DIN EN 14663:2006						ja	
	18	Hausverfahren	Extraktion in 0,1% H3PO4	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.		nein	ja	
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0153	USP		nein	ja	n/a
	20							ja	
	21			HPLC/UV	externe Kalibration		nein	nein	
	22	internes Verfahren HPLC-MS-MS (P4-02-01-12-2423)	enzymatischer Aufschluss, Zentrifugieren, Filtrieren, Verdünnen; Zusatz ISTD	HPLC-MS/MS	externe Kalibrierung mit ISTD		nein	ja	Wiederfindung mit NIST-SRM-3280 bestimmt.
	23	LAV 21.0017-02; HPLC-FLD						ja	
	24								
	25	HPLC				LVU-Lippold Nr. 17-20	nein	ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Vitamin B12 (als Cyanocobalamin) / Vitamin B12 (as Cyanocobalamine)	1	SOP M844, HPLC-UV		HPLC-UV	vorhanden		ja		
	2						ja		
	3	R-Biopharm VitaFast Vitamin B12 P1002, 2016-10			LVU-Material		ja		
	4	Vita Fast Vitamin B12 (R-Biopharm)					ja		
	5	Gebrauchsanweisung VitaFast Vitamin B12 (Cyanocobalamin) der Firma R-Biopharm AG	gemäß den Anweisungen	Mikrobiologische Methode - Mikrotiterplatte mit spektrophotometrischer Messung			nein	ja	
	6	Hausmethode, LCMSMS					ja	nein	
	7								
	8	HPLC mit DAD						ja	
	9								
	10								
	11				HPLC			ja	
	12								
	13								
	14	VitaFast P1002	laut Testkit	VitaFast	Cyanocobalamin	-	nein	-	
	15								
	16								
	17	USP 39, Methode 171:2016, mod.						ja	
	18	Hausverfahren	Immunoaffinitätssäule	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.	nein	ja		
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0107	USP	nein	ja	n/a	
	20							ja	
	21				HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22	RIDASCREEN® FAST Vitamin B12 Elisa Kit (R2103)	gemäß Testkitanleitung			gemäß Testkitanleitung		nein	Methode noch nicht abschliessend validiert. LVU teilnahme als Test.
	23								keine Angabe, da Vitamin B2 von B12 trotz IAS-Aufreinigung nicht ausreichend abtrennbar
	24								
	25	Mikrobiologisch (VitaFast Vitamin B12 - Cyanocobalamin / r-biopharm Art. Nr. P1002)				SRM 3280	nein	ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Biotin	1	SOP M3532, LC-MS/MS		LC-MS/MS	vorhanden		ja		
	2								
	3	R-Biopharm VitaFast Biotin P1003, 2016-10			LVU-Material		ja		
	4	Vita Fast Biotin (R-Biopharm)					ja		
	5	VitaFast Biotin Testanleitung der R-Biopharm AG	gemäß Anweisungen	Mikrobiologische Methode - Mikrotiterplatte mit spektrophotometrischer Messung		nein	ja		
	6	Hausmethode, LCMSMS				ja	nein		
	7	LC-MS/MS (Hausmethode)			ja (9 Kalibrationspunkte + Referenzmaterial)	ja	ja		
	8								
	9								
	10								
	11				HPLC			ja	
	12								
	13	Elisa Demeditec						nein	
	14	-	-	-	-	-	-	-	-
	15								
	16	VitaFast Testkit						ja	
	17	USP 21,3. suppl, Methode 88:1986						ja	
	18	Hausverfahren	Immunoaffinitätsäule	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.	nein	ja		
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0155	USP	nein	ja	n/a	
	20							ja	
	21				HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22	internes Verfahren Mikrobiologie (P2-02-02-02-0393)	gemäß Testkitanleitung			gemäß Testkitanleitung		ja	Vita Fast®Vitamin B7 (P1003)
	23								
	24								
	25	Mikrobiologisch (VitaFast Vitamin B7 - Biotin / r-biopharm Art. Nr. P1003)				SRM 3280	nein	ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / neinrm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
Vitamin C (als Ascorbinsäure) / Vitamin C (as Ascorbic acid)	1	SOP M547, HPLC/FI		HPLC-FI	vorhanden		ja	
	2						ja	
	3	nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt	nicht bestimmt		nicht bestimmt	
	4	internes Verfahren HPLC		UV-Detektor			ja	
	5	PN - EN 14130, PB-257/LF	gemäß Methode	HPLC-UV			ja	
	6	Hausmethode, HPLC-DAD				nein	ja	
	7							
	8	HPLC mit DAD					nein	
	9						ja	
	10	HPLC				ja	ja	
	11			HPLC			ja	
	12							
	13							
	14	Enzymatik 10409677035	laut Testkit	Enzymatik	L+Ascorbinsäure	ja	ja	-
	15	AOAC 2012.22, HPLC					ja	
	16							
	17	DIN EN 14130:2003 mod.					ja	
	18	Hausverfahren	Extraktion in Extraktionslösung (Tween+ HCl in Wasser)	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.	nein	ja	
	19	Titration	n/a	MQLTM-0149	n/a	nein	ja	n/a
	20						ja	Beim Öffnen getestet
	21			HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22							
	23	LAV 21.0052-01; HPLC-DAD					ja	
	24	Hausmethode	Extraktion mit Wasser	UPLC-MS/MS		ja	nein	
	25							

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
						ja / nein	ja / nein	
	1	SOP M851, HPLC-UV		HPLC-UV	vorhanden		ja	
	2						ja	
	3	Quantitative Bestimmung von wasserlöslichen Vitaminen mittels HPLC in Nahrungsergänzungsmitteln			LVU-Material		ja	
	4	Vita Fast Folsäure (R-Biopharm)					ja	
	5	Testanleitung von VitaFast Folsäure der Firma R-Biopharm AG	gemäß Anweisungen	Mikrobiologische Methode - Mikrotiterplatte mit spektrophotometrischer Messung		nein	ja	
	6	Hausmethode, LCMSMS				ja	nein	
	7							
	8							
	9						ja	
	10							
	11			HPLC			ja	
	12							
	13							
	14	VitaFast P1001	laut Testkit	VitaFast	Folsäure	-	nein	-
	15							
	16							
	17	SLMB 62/11.2.2 mod.					ja	
	18	Hausverfahren	Extration in 0,1 M NaOH	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.	nein	ja	
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0150	USP	nein	ja	n/a
	20						ja	Nur freie Folsäure
	21			HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22	internes Verfahren Mikrobiologie (P2-02-02-02-0390)	gemäß Testkitanleitung		gemäß Testkitanleitung		ja	Vita Fast®Folsäure (P1001)
	23	LAV 21.0017-02; HPLC-DAD					ja	
	24							
	25	Mikrobiologisch (VitaFast Vitamin B9 - Folsäure / r-biopharm Art. Nr. P1001)			SRM 3280	nein	ja	

Folsäure (als Pteroylmonoglutaminsäure) / Folic acid (as Pteroylmonoglutaminic acid)

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Niacin	1	SOP M843, HPLC-UV		HPLC-UV	vorhanden		ja		
	2						ja		
	3	Quantitative Bestimmung von wasserlöslichen Vitaminen mittels HPLC in Nahrungsergänzungsmitteln			LVU-Material		ja		
	4	internes Verfahren HPLC		HPLC in Anlehnung an VDLUFA Methodenbuch III Nr. 13.9.1			ja	Messung mit Vita Fast Niacin (R-Biopharm) ergab im Mittel 8250 mg/100g	
	5	VitaFast Vitamin B3 (Niacin) Testanleitung der Firma R-Biopharm AG	gemäß Anweisungen	Mikrobiologische Methode - Mikrotiterplatte mit spektrophotometrischer Messung			nein	ja	
	6	Hausmethode, LCMSMS					ja	nein	
	7	HPLC-Fluo (NF EN 15652)				ja (6 Kalibrationspunkte + Referenzmaterial)	ja	ja	
	8	HPLC mit DAD						ja	
	9							ja	
	10								
	11				HPLC			ja	
	12								
	13								
	14	2.019/016-03	Nicotinsäure + Nicotinamid	HPLC	Nicotinamid / Nicotinsäure		ja	nein	-
	15	Hausmethode, Premix, N04_22ME						ja	
	16								
	17	USP 34, Methode 441:2011, mod.						ja	
	18	Hausverfahren	Extraktion in 0,1% H3PO4	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.		nein	ja	
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0153	USP		nein	ja	n/a
	20							ja	
	21				HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22								
	23	LAV 21.0017-02; HPLC-DAD						ja	
	24								
	25	Mikrobiologisch (VitaFast Vitamin B3 - Niacin / r-biopharm Art. Nr. P1004)				DLA 43-2017	nein	ja	

Parameter	Teilnehmer	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Hinweise zur Messmethode	Kalibrierung und Referenzmaterial	Wiederfindung mit gleicher Matrix	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise	
						ja / nein	ja / nein		
Pantothensäure / Pantothenic acid	1	SOP M856, HPLC-UV		HPLC-UV	vorhanden		ja		
	2						ja		
	3	Quantitative Bestimmung von wasserlöslichen Vitaminen mittels HPLC in Nahrungsergänzungsmitteln			LVU-Material		ja		
	4	Vita Fast Pantothensäure (RBiopharm)					ja		
	5	VitaFast Pantothensäure Testanleitung der Firma R-Biopharm AG	gemäß Anweisungen	Mikrobiologische Methode - Mikrotiterplatte mit spektrophotometrischer Messung		nein	ja		
	6	in-house method , LCMSMS				ja	nein		
	7								
	8								
	9								
	10								
	11				HPLC			ja	
	12								
	13								
	14	VitaFast P1003	laut Testkit	VitaFast	Pantothensäure	-	nein	-	
	15	ISO 20639:2015-11					ja		
	16								
	17	USP 39, Methode					ja		
	18	Hausverfahren	Extraktion in 0,1% H3PO4	HPLC DAD C18 Säule	3-5-Punkt-Kal.	nein	ja		
	19	HPLC	n/a	MQLTM-0153	USP	nein	ja	n/a	
	20	-	-	-	-	-	-	-	nicht durchgeführt
	21				HPLC/UV	externe Kalibration	nein	nein	
	22	internes Verfahren Mikrobiologie (P2-02-02-02-0391)	gemäß Testkitanleitung			gemäß Testkitanleitung		ja	VitaFast® Pantothensäure (P1005)
	23	LAV 21.0017-02; HPLC-DAD						ja	
	24								
	25								

5.2 Homogenität**5.2.1 Homogenitätsuntersuchung der abgefüllten LVU-Proben**

Homogenitätsprüfungen anhand der Bestimmung von Niacinamid, Pantothensäure, Vitamin B1, B2, B6 mittels HPLC-DAD:

Vitamin B1

Wiederholmessungen	g/kg
1	6,33
2	6,24
3	6,21
4	6,25
5	6,19
6	6,12
7	6,16
8	6,37
9	6,35
10	6,05

Allgemeiner Mittelwert 6,23
Wiederholstandardabweichung 0,103 1,66%

Vitamin B2

Wiederholmessungen	g/kg
1	7,65
2	7,59
3	7,48
4	7,45
5	7,64
6	7,70
7	7,35
8	7,11
9	7,43
10	7,59

Allgemeiner Mittelwert 7,50
Wiederholstandardabweichung 0,176 2,34%

Vitamin B6

Wiederholmessungen	g/kg
1	7,25
2	7,32
3	7,33
4	7,26
5	7,52
6	7,27
7	7,04
8	7,14
9	7,24
10	7,19

Allgemeiner Mittelwert 7,26
Wiederholstandardabweichung 0,128 1,76%

Niacinamid

Wiederholmessungen	g/kg
1	81,5
2	81,3
3	82,0
4	83,4
5	81,7
6	81,7
7	83,2
8	82,4
9	81,3
10	83,6

Allgemeiner Mittelwert 82,2
Wiederholstandardabweichung 0,891 1,08%

Pantothensäure

Wiederholmessungen	g/kg
1	25,5
2	25,1
3	25,0
4	25,4
5	25,7
6	25,9
7	25,3
8	25,2
9	25,2
10	25,8

Allgemeiner Mittelwert 25,4
Wiederholstandardabweichung 0,318 1,25%

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:

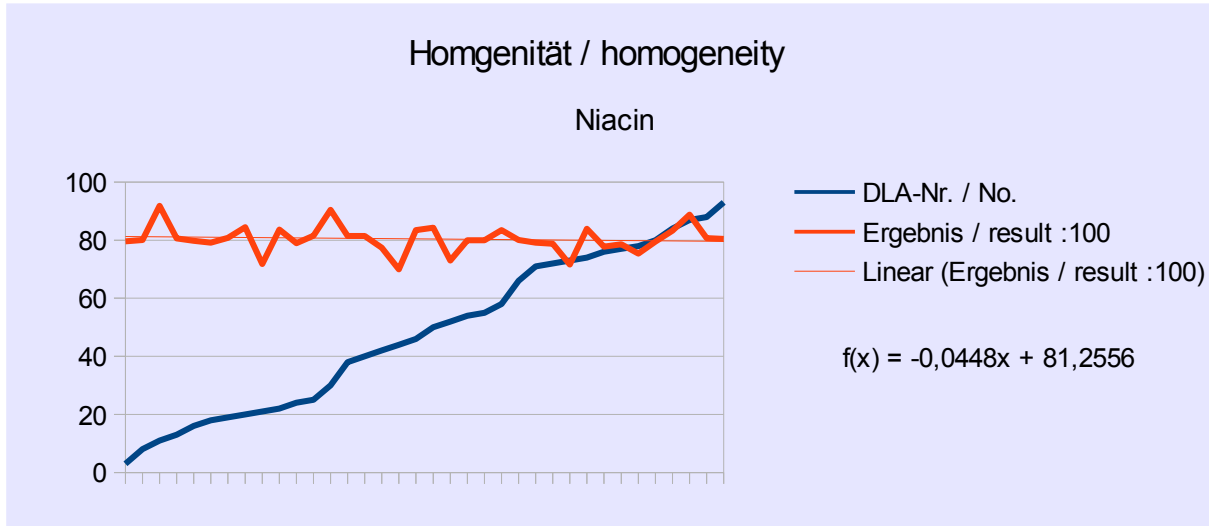


Abb./Fig. 19:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse (1*100 dargestellt)
 trend line function sample number vs. results (1*100 shown)
 (ohne Ausreißer / without outliers)

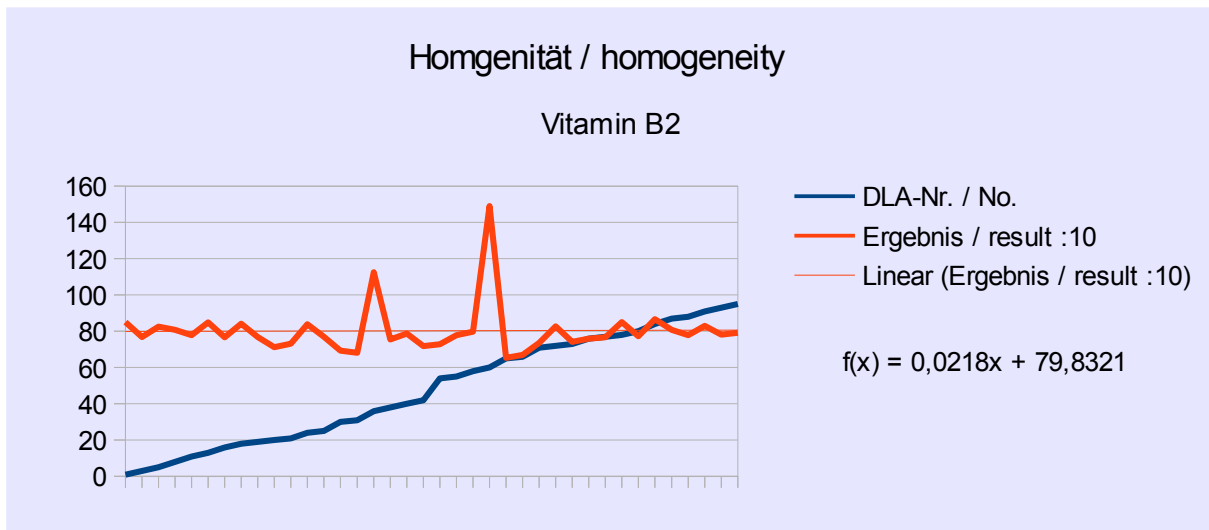


Abb./Fig. 20:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse (1*10 dargestellt)
 trend line function sample number vs. results (1*10 shown)
 (ohne Ausreißer / without outliers)

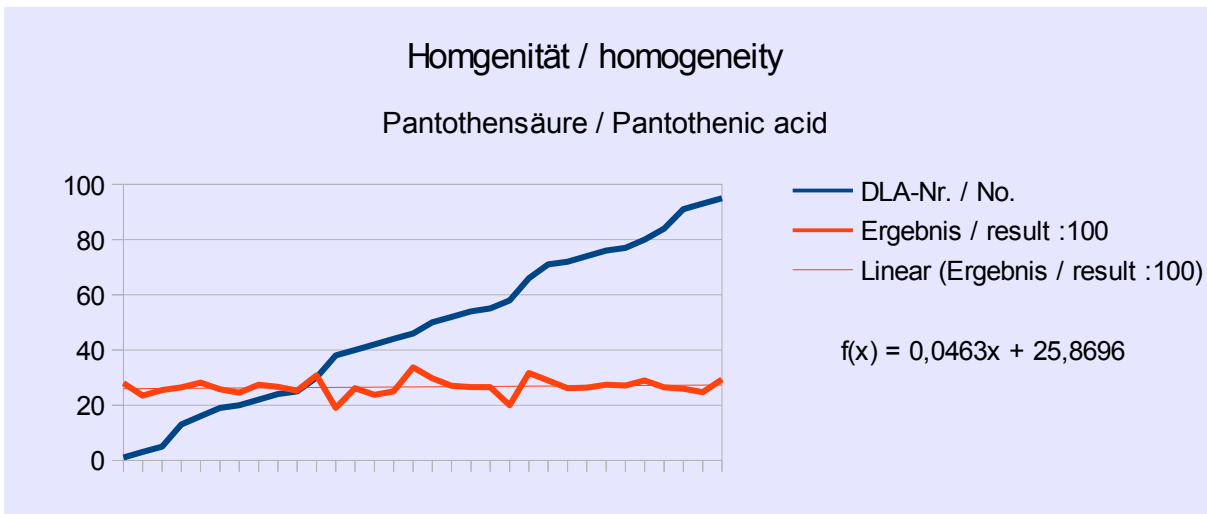


Abb./Fig. 21:

Trendfunktion Probennummern vs. Ergebnisse (1*100 dargestellt)
trend line function sample number vs. results (1*100 shown)

5.3 Kerndichte-Verteilungen der Ergebnisse

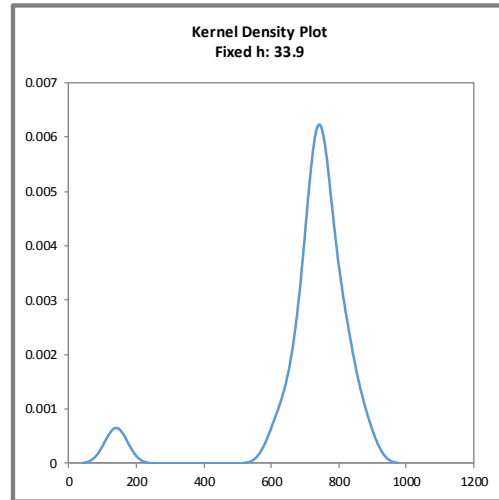
Abbildungen:

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

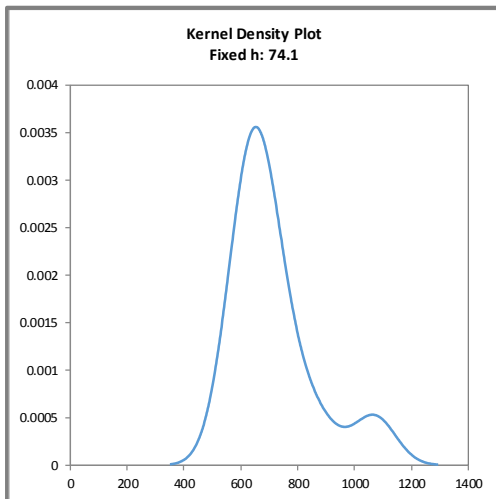
Figures:

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

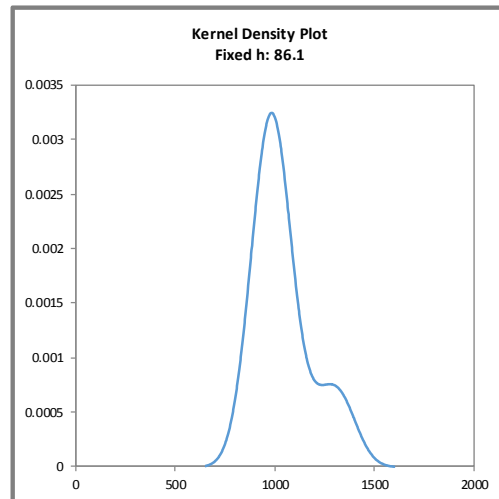
Vitamin B6



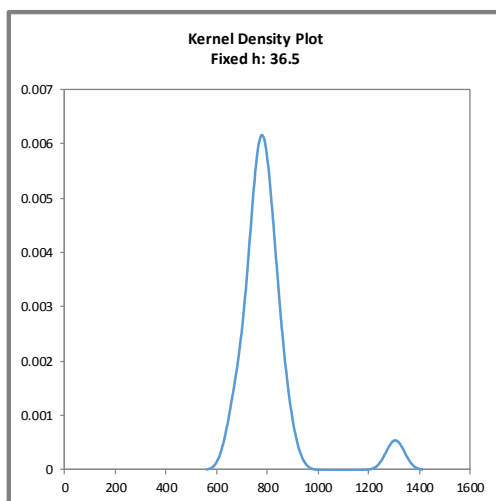
Vitamin B1



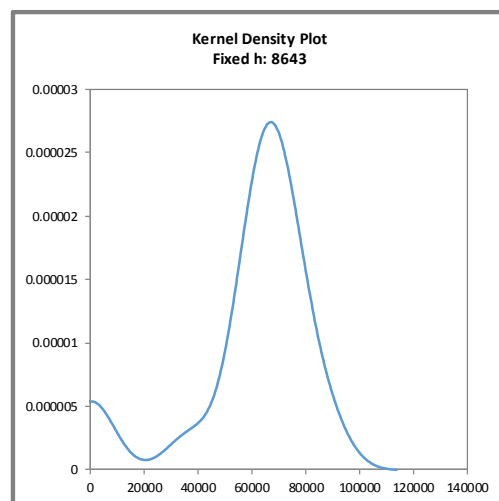
Vitamin B12



Vitamin B2



Biotin



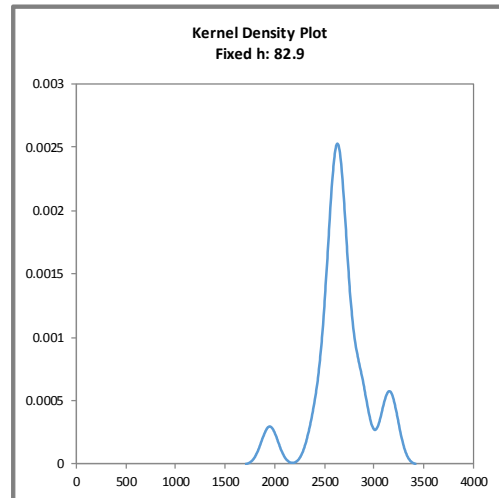
Abbildungen:

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

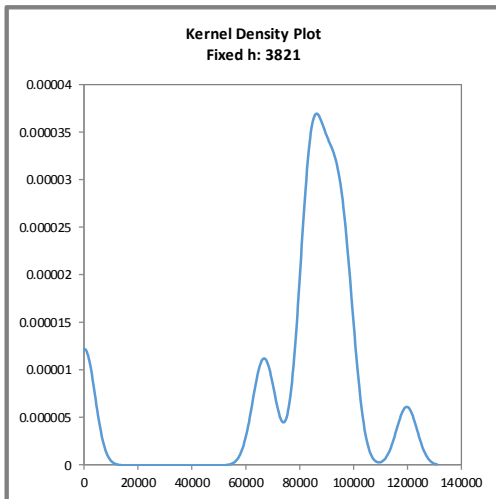
Figures:

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

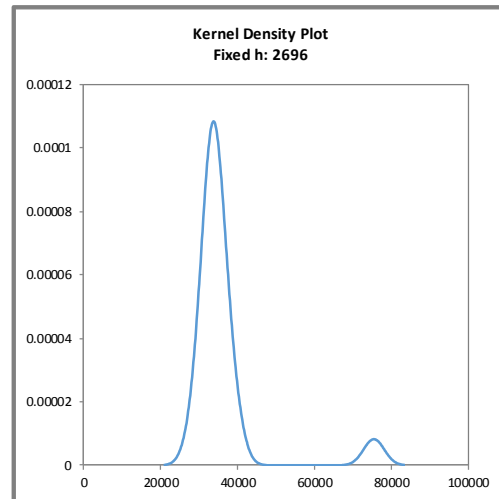
Pantothensäure / Pantothenic Acid



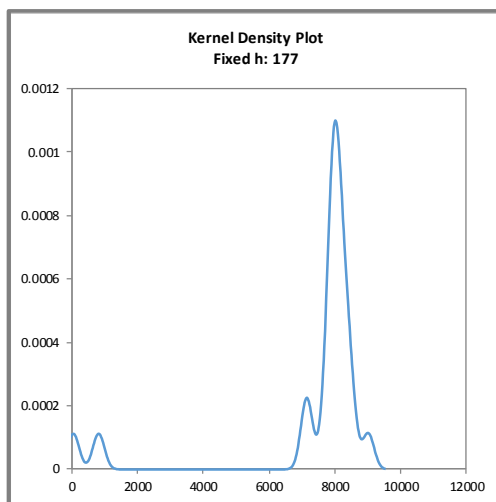
Folsäure / Folic Acid



Vitamin C



Niacin



5.4 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA 46-2019
EP-Name	Nahrungsergänzungsmittel I: Vitamine B1, B2, B6, B12, Biotin, Vitamin C, Folsäure, Niacin und Pantothensäure
Probenmatrix*	Proben I + II: Multivitaminpulver (ohne Kapselhülle) / Zutaten: Maltodextrin, Vitamine und Trägerstoff: Mannitol
Probenzahl und Probenmenge	2 identische Proben I + II: je 50 g
Lagerungsinformation	Proben I + II: gekühlt 2 - 10 °C
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Vitamine B1, B2, B6, B12, Biotin, Vitamin C, Folsäure, Niacin und Pantothensäure Gehalte: Die Gehalte liegen in der Größenordnung der Nährstoffbezugswerte pro empfohlener Tagesdosis (1-3 Kapseln ca. 0,2 - 1 g)
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 Analyseeinwaagen, 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), als Summe Vitamin-Äquivalente in die Ergebnisabgabe-Datei eingetragen. Die Wiederfindung, wenn durchgeführt, ist in die Rechnung mit einzubeziehen.
Einheiten	mg/100g und µg/100g (siehe Ergebnistabelle)
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 21. Juni 2019
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
		ÖSTERREICH
		FRANKREICH
		TSCHECHIEN
		GROSSBRITANNIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		BELGIEN
		Deutschland
		Deutschland
		POLEN
		BELGIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		USA
		Deutschland
		Deutschland
		KROATIEN
		Deutschland

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

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

7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment – General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by 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 00.00-83 / EN 14122:2014 Bestimmung von Vitamin B1 in Lebensmitteln mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie, Juni 2015 / Foodstuffs – Determination of vitamin B1 by high performance liquid chromatography
19. ASU §64 LFGB: L 00.00-84 / EN 14152:2014 Bestimmung von Vitamin B2 in Lebensmitteln mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie, Juni 2015 / Foodstuffs – Determination of vitamin B2 by high performance liquid chromatography
20. ASU §64 LFGB: L 00.00-97 / EN 14663:2006 Bestimmung von Vitamin B6 (einschließlich glucosidisch gebundener Verbindungen) in Lebensmitteln HPLC-Verfahren, Dezember 2006 / Foodstuffs – Determination of vitamin B6 (including its glycosylated forms) by HPLC
21. ASU §64 LFGB: L 00.00-130 / EN 14164:2014 Bestimmung von Vitamin B6 in Lebensmitteln mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie, Juni 2015 / Foodstuffs – Determination of vitamin B6 by high performance liquid chromatography
22. ASU §64 LFGB: L 00.00-87 / EN 14131:2003 Mikrobiologische Bestimmung von Folat, Juli 2004 / Foodstuffs – Determination of folate by microbiological assay
23. EN 14130:2003; Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Vitamin C mit HPLC

- (zurückgezogen) / Foodstuffs. Determination of vitamin C by HPLC (withdrawn)
24. EN 15607:2009; Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von D-Biotin mit HPLC / Foodstuffs. Determination of d-biotin by HPLC
 25. EN 15652:2009; Untersuchung von Lebensmitteln: Bestimmung von Niacin mit HPLC / Foodstuffs. Determination of niacin by HPLC
 26. EURL Evaluation Report on Analytical Methods D(+)Biotin, European Reference Laboratory Feed Additives, 2011
 27. Rychlik M, Fortified Foods with Vitamins: Analytical Concepts to Assure Better and Safer Products, John Wiley & Sons, 2011
 28. Brause et al., Determination of Total Vitamin C in Fruit Juices and Related Products by Liquid Chromatography: Interlaboratory Study, J AOAC Int 86(3): 367-374, 2003
 29. Heudi et al., Separation of water-soluble vitamins by reversed-phase high performance liquid chromatography with ultra-violet detection: application to polyvitaminated premixes, J Chromatogr A. 1070(1-2):49-56 (2005)
 30. Ministry of Health and Welfare, JSM, Japan 2006
 31. Blake CJ (2007), Analytical procedures for water-soluble vitamins in foods and dietary supplements: a review. Anal Bioanal Chem 389(1):63-76

DLA 46/2019 - Nahrungsergänzungsmittel I

Alle 25 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von Vitamin B12, Folsäure, Niacin und Pantothensäure erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz. Für Pantothensäure wurde zusätzlich die Standardunsicherheit berücksichtigt. Für die anderen Parameter Vitamin B1, B2, B6, Biotin und Vitamin C erfolgte die Auswertung mit der Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision. Es lagen 75 - 94% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

8 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, Frankreich, Großbritannien, Kroatien, Österreich, Polen, Tschechien) und ein Teilnehmer in den USA.