



Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA ptAI01 (2020)

Lactose und Fructose

**in „lactosefreiem“ Lebensmittel -
Kekse „Braune Kuchen“**

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 / Alexandra Scharf MSc.

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 ptAI01 (2020)
<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 (16. September 2020)</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: 16. September 2020</p>
<i>Unteraufträge</i> <i>Subcontractors</i>	<p>Im Rahmen dieser Eignungsprüfung wurden nachstehende Leistungen im Unterauftrag vergeben: Keine As part of the present proficiency test the following services were subcontracted: none</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. 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.....	5
2.1.2 Stabilität.....	6
2.2 Probenversand und Informationen zur Untersuchung.....	6
2.3 Ergebnisübermittlung.....	6
3. Auswertung.....	7
3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert).....	7
3.2 Robuste Standardabweichung.....	7
3.3 Wiederholstandardabweichung.....	7
3.4 Vergleichsstandardabweichung.....	8
3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer.....	8
3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung).....	9
3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz.....	9
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	10
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	11
3.7 z-Score.....	12
3.7.1 Warn- und Eingriffssignale.....	12
3.8 z'-Score.....	13
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	13
3.10 Quotient S*/opt.....	14
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	14
3.12 Wiederfindungsraten: Dotierung.....	14
4. Ergebnisse.....	15
4.1 Fructose.....	16
4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g).....	16
4.1.2 Fructose Probe B (in mg/100g).....	19
4.1.3 Fructose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....	22
4.2 Lactose.....	25
4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B.....	25
4.2.2 Lactose Probe A (in mg/100g).....	26
4.2.3 Lactose Probe B (in mg/100g).....	26
4.2.4 Lactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....	29
4.2.5 Wiederfindungsraten mit z-Scores für Lactose.....	32
4.3 Galactose.....	33
4.3.1 Galactose Probe A (in mg/100g).....	33
4.3.2 Galactose Probe B (in mg/100g).....	35
4.3.3 Galactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....	36
4.4 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle.....	37
5. Dokumentation.....	39
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	39
5.1.1 Primärdaten.....	39
5.1.2 Analytische Methoden.....	48
5.2 Homogenität.....	55
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	55
5.3 Probenanschriften: Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	56
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	57
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	58

1. Einleitung

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

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

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

2. Durchführung

2.1 Untersuchungsmaterial

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

Bei dem Untersuchungsmaterial der Lebensmittelmatrixproben handelt es sich um handelsübliche Kekse ohne Lactose. Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1).

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

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

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

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

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

Die Zusammensetzung der EP-Proben ist Tabelle 1 zu entnehmen.

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Probe A	Probe B	Dotierungs- niveauprobe
Kekse „braune Kuchen“ Zutaten: Weizenmehl, Invertzuckersirup, Glucose- sirup, Zuckerablaufsirup, Zucker, pflanzliches Fett (Palm), Backtriebmit- tel: Kaliumcarbonat, Ammoniumhydrogen- carbonat, Gewürze (Zimt, Nelken), Salz, Zitronenschale Nährwertangaben pro 100 g: Fett 12 g, Kohlenhydrate 74 g, Ei- weiß 6,7 g	100 g/100 g	99,3 g/100g	-
Kartoffelpulver Zutaten: Kartoffeln, E471, E304, E223, E100	-	-	99,4 g/100 g
Lactose*	-	224 mg/100g	213 mg/100g
Fructose*	-	440 mg/100g	417 mg/100g

*Alle Gehalte gemäß gravimetrischer Mischung

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

2.1.1 Homogenität

Die **Mischungshomogenität vor der Abfüllung** wurde in 8-fach Bestimmung mittels **Microtracer-Analyse** untersucht. Es handelt sich um eine normierte Methode, die Bestandteil des internationalen GMP-Zertifizierungssystems für Futtermittel ist [14]. Vor der Mischung werden mit Farbstoff beschichtete Eisenpartikel in μm -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. Eine Wahrscheinlichkeit von $\geq 5\%$ ist gleichzusetzen mit einer guten homogenen Mischung und von $\geq 25\%$ mit einer exzellenten Mischung [14, 15]. Die Microtracer-Analyse der vorliegenden LVU-Probe B und Dotierungsniveauprobe hat eine Wahrscheinlichkeit von 77% bzw. 93% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Für die Beurteilung sind HorRat-Werte zwischen 0,3 und 1,3 unter Wiederholbedingungen (Messungen innerhalb des Labors) zu akzeptieren [17]. Es wurden HorRat-Werte von 1,1 und 0,71 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Falls die Kriterien für eine ausreichende Homogenität des Probenmaterials bezüglich eines Parameters nicht erfüllt sind, werden die Auswirkungen auf die Zielstandardabweichung geprüft und ggf. erfolgt die Bewertung der Ergebnisse der Teilnehmer mittels z'-Score unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes (s. 3.8 und 3.11) [3].

2.1.2 Stabilität

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

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

Der a_w -Wert der EP-Proben lag bei ca. $0,27$ (22°C) bzw. $0,29$ (23°). 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 16. Kalenderwoche 2020 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien A und B sowie eine Dotierungsniveauprobe verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 26. Juni 2020 (verlängert).

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

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

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

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

Alle 23 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 Ergebnisteil mit angegeben, sofern die Einzelergebnisse der Teilnehmer vorliegen.

3.4 Vergleichsstandabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

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

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

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

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

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde in der vorliegenden LVU für Fructose die Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (s. 3.6.1) verwendet.

Zur Bewertung der Ergebnisse für Lactose wurde die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) verwendet (ASU §64 Methoden: L 01.00-90, [19]).

Zusätzlich wurde für Fructose (Proben A, B und Dotierungsniveauprobe) und Lactose (Probe B) die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).

Aufgrund der Anzahl von < 7 wurden die Ergebnisse für Galactose 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 µg/kg
$\sigma_R = 0,02c^{0,8495}$	$1,2 \times 10^{-7} \leq c \leq 0,138$	≥ 120 µg/kg
$\sigma_R = 0,01c^{0,5}$	$c > 0,138$	> 13,8 g/100g

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

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

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

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

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

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

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

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

Tabelle 3: Kenndaten der aktuellen LVU (dunkelgrau unterlegt) im Vergleich zu den vorangegangenen LVUs ab 2016 (SD = Standardabweichung, VK = Variationskoeffizient)

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [mg/100g]	rob. SD (S*) [mg/100g]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{pt}	DLA-Bericht
Fructose	Brotbackmischung	880 660	105 187	11,9 28,3	1,6* 2,1*	DLA 14/2016 (Probe B)**
Fructose	Brotbackmischung	999	287	28,7	2,3*	DLA 18/2017 (Probe B)
Fructose	Getreidebreipulver	544	41,3	7,6	1,7	DLA 18/2018 (Probe A)
Fructose	Kuchenbackmischung	525	38,1	7,3	1,6	DLA 18/2019 (Probe B)
Fructose	Kekse	2390	506	21,2	2,5*	DLA ptAI01 2020 (Probe B)
Lactose	Brotbackmischung	154	26,7	17,3	1,6*	DLA 14/2016 (Probe B)
Lactose	Brotbackmischung	77,7	10,5	13,5	1,9*	DLA 18/2017 (Probe B)
Lactose	Getreidebreipulver	289	29,2	10,1	1,3	DLA 18/2018 (Probe A)
Lactose	Kuchenbackmischung	104	13,1	12,6	1,6	DLA 18/2019 (Probe B)
Lactose	Kekse	209	35,2	16,8	1,9*	DLA ptAI01 2020 (Probe B)

* mit Zielstandardabweichung σ_{pt}'

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

3.7 z-Score

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

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

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

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

3.8 z'-Score

Der z'-Score kann u.a. zur Beurteilung der Ergebnisse der teilnehmenden Labore herangezogen werden, wenn die Standardunsicherheit des zugewiesenen Wertes berücksichtigt werden muss (s. 3.11). 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 Laboren ggf. nicht mehr gegeben sein kann [3].

3.10 Quotient S^*/σ_{pt}

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

3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit

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

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

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

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

3.12 Wiederfindungsraten: Dotierung

Für die Lactose-Ergebnisse von Dotierungsniveauprobe und dotierter Probe werden Wiederfindungsraten in Bezug auf die zugesetzte Menge Lactose von DLA berechnet. Die Bezugswerte ergeben sich aus den unter 2.1 Untersuchungsmaterial in Tabelle 1 angegebenen Gehalten. Als Akzeptanzbereich AB für die Bewertung der Teilnehmerergebnisse wurde in Anlehnung an veröffentlichte Methoden ein Bereich von 85 - 115% für die Wiederfindungsraten festgelegt [18-23]. Die Berechnung der zugehörigen z-Scores erfolgte gemäß 3.5 mit der Zielstandardabweichung von 7,5%.

4. Ergebnisse

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^*)
<i>Zielkenndaten:</i>
Zielstandardabweichung σ_{pt} oder σ_{pt}'
Zielstandardabweichung zur Information
untere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} - 2\sigma_{pt}$)*
obere Grenze des Zielbereichs ($X_{pt} + 2\sigma_{pt}$)*
Quotient S^*/σ_{pt} oder S^*/σ_{pt}'
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$
Ergebnisse im Zielbereich
Prozent im Zielbereich

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

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

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

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

4.1 Fructose

4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	11
Anzahl der Ausreißer	2
Mittelwert	1940
Median	1820
Robuster Mittelwert (X_{pt})	1940
Robuste Standardabweichung (S^*)	322
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	140
Zielstandardabweichung (zur Information)	45,2
Untere Grenze des Zielbereichs	1660
Obere Grenze des Zielbereichs	2220
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,3
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	121
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	64%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnisse Nr. 4 und 13)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz berechnet (s. 3.6.1). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision angegeben (ASU §64 L 48.02.07-1 [22]).

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' deutlich über 2 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann bei 2,3. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

64% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Probe A wurde keine Fructose zugesetzt, der Gehalt stammt aus den Zutaten der Grundmatrix (vgl. S. 5.)

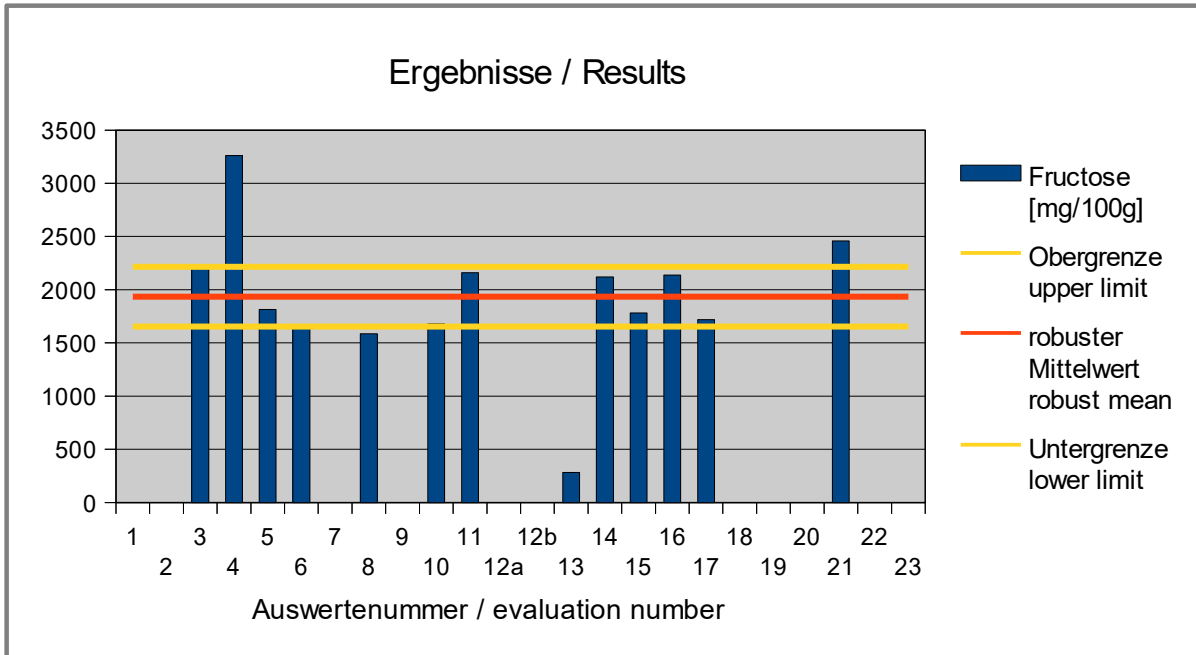


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Fructose Probe A/ Results fructose sample A

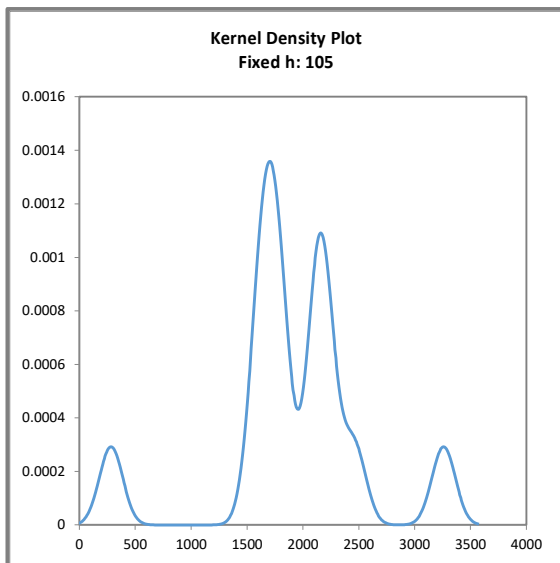


Abb. / Fig. 2:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Verteilung der Ergebnisse mit zwei Maxima und zwei kleinen Nebenpeaks, die auf die beiden Ausreißer zurückgehen. Da keine Methodenabhängigkeit der Unterschiede der Ergebnisse festgestellt werden konnte, erfolgte eine gemeinsame Auswertung aller Ergebnisse (s. Dokumentation).

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2					
3	2230	295	2,1	6,5	
4	3260				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
5	1820	-120	-0,86	-2,7	
6	1640	-296	-2,1	-6,6	
7					
8	1590	-350	-2,5	-7,8	
9					
10	1680	-255	-1,8	-5,7	
11	2160	225	1,6	5,0	
12a					
12b					
13	283				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
14	2120	185	1,3	4,1	
15	1780	-154	-1,1	-3,4	
16	2140	204	1,5	4,5	
17	1720	-215	-1,5	-4,8	
18					
19					
20					
21	2460	525	3,7	11,6	
22					
23					

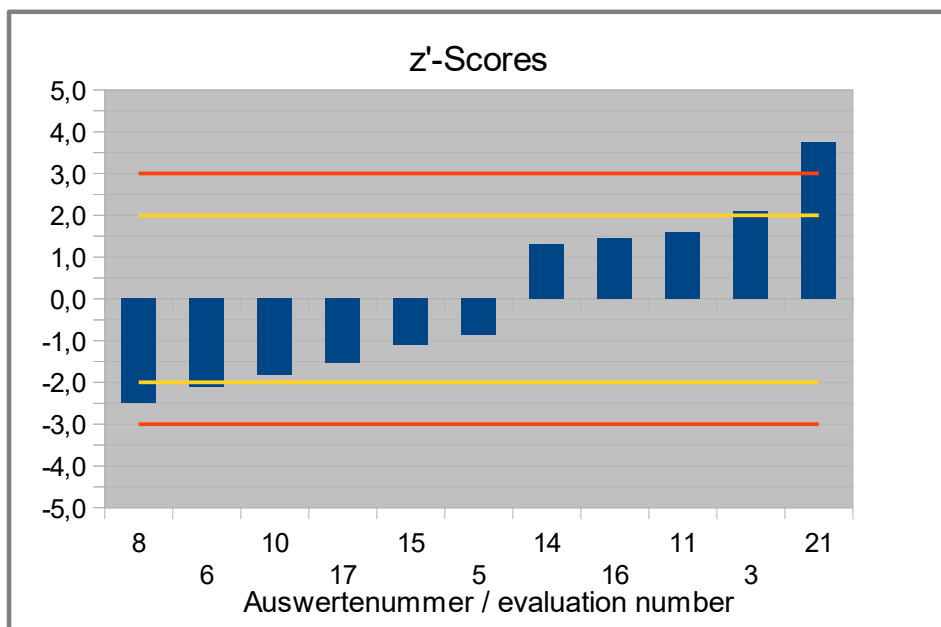


Abb. / Fig. 3: z'-Scores Fructose Probe A / fructose sample A

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	12
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	2420
Median	2370
Robuster Mittelwert (\bar{x}_{pt})	2390
Robuste Standardabweichung (S^*)	506
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	201
Zielstandardabweichung (zur Information)	55,7
Untere Grenze des Zielbereichs	1990
Obere Grenze des Zielbereichs	2790
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,5
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	183
Ergebnisse im Zielbereich	7
Prozent im Zielbereich	58%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnisse Nr. 13)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz berechnet (s. 3.6.1). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision angegeben (ASU §64 L 48.02.07-1 [22]).

Die Verteilung der Ergebniss wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' deutlich über 2 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann bei 2,5. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

58% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Die Differenz der robusten Mittelwerte der Teilnehmerergebnisse von Probe B und Probe A (450 mg/100g) lag bei 103 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Probe B (vgl. S. 5).

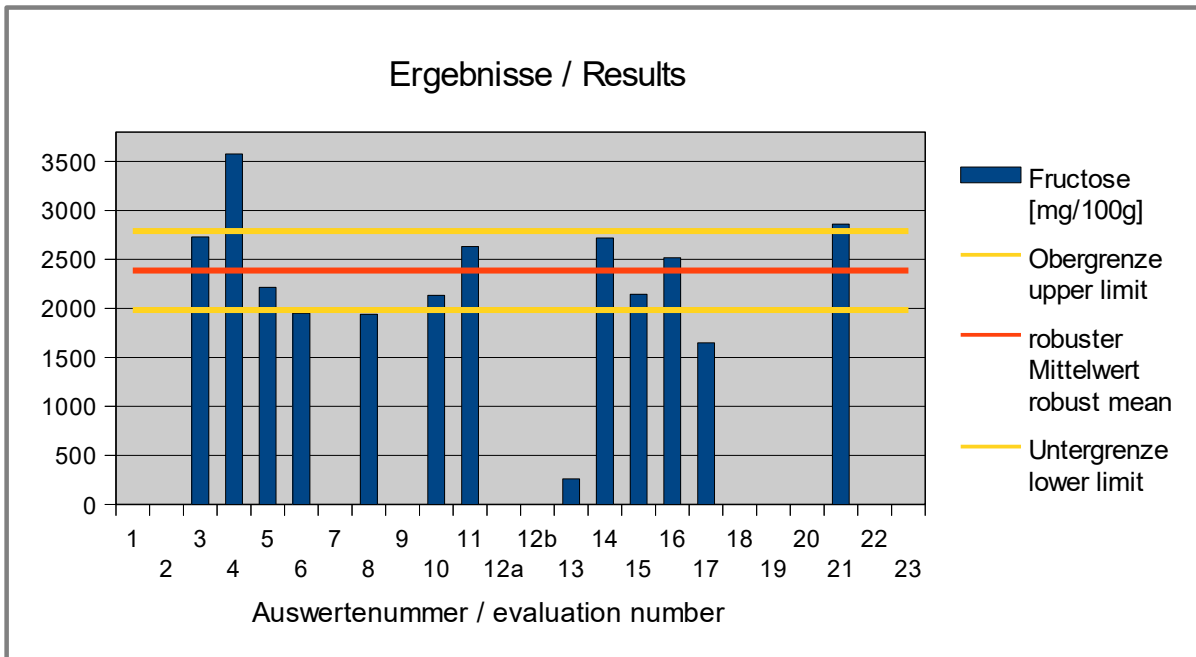


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse Fructose Probe B / Results fructose sample B

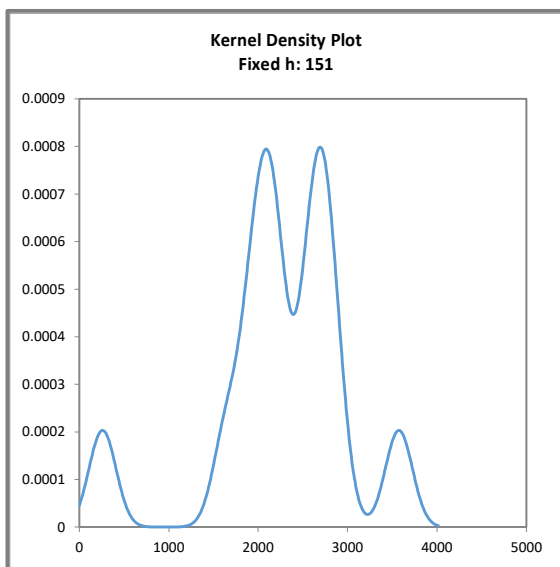


Abb. / Fig. 5:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt eine Verteilung der Ergebnisse mit zwei Maxima und zwei kleinen Nebenpeaks, die auf die beiden Ausreißer zurückgehen. Da keine Methodenabhängigkeit der Unterschiede der Ergebnisse festgestellt werden konnte, erfolgte eine gemeinsame Auswertung aller Ergebnisse (s. Dokumentation).

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2					
3	2730	344	1,7	6,2	
4	3580	1189	5,9	21,4	
5	2220	-171	-0,85	-3,1	
6	1950	-435	-2,2	-7,8	
7					
8	1940	-446	-2,2	-8,0	
9					
10	2130	-254	-1,3	-4,6	
11	2630	244	1,2	4,4	
12a					
12b					
13	260				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
14	2720	334	1,7	6,0	
15	2140	-242	-1,2	-4,4	
16	2520	131	0,65	2,3	
17	1650	-736	-3,7	-13,2	
18					
19					
20					
21	2860	474	2,4	8,5	
22					
23					

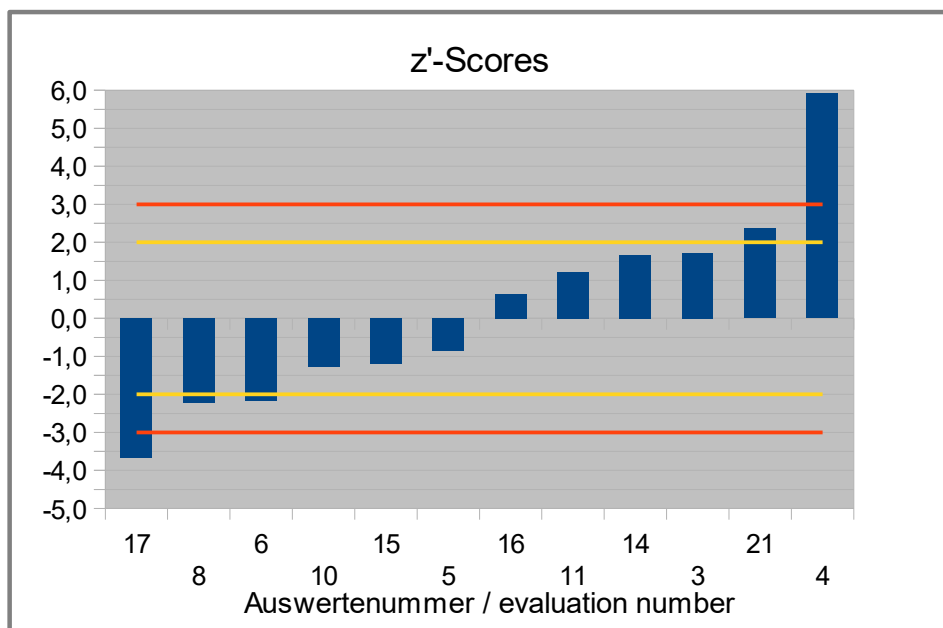


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Fructose Probe B / fructose sample B

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	12
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	478
Median	480
Robuster Mittelwert (X_{pt})	482
Robuste Standardabweichung (S^*)	55,9
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	29,5
Zielstandardabweichung (zur Information)	11,2
Untere Grenze des Zielbereichs	423
Obere Grenze des Zielbereichs	541
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$	20,2
Ergebnisse im Zielbereich	9
Prozent im Zielbereich	75%

[°] Messergebnisse ohne Ergebnis Nr. 14 (ausgeschlossen)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz berechnet (s. 3.6.1). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision angegeben (ASU §64 L 48.02.07-1 [22]).

Die Verteilung der Ergebniss wies eine leicht erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' von 2,6 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

75% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 116 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).

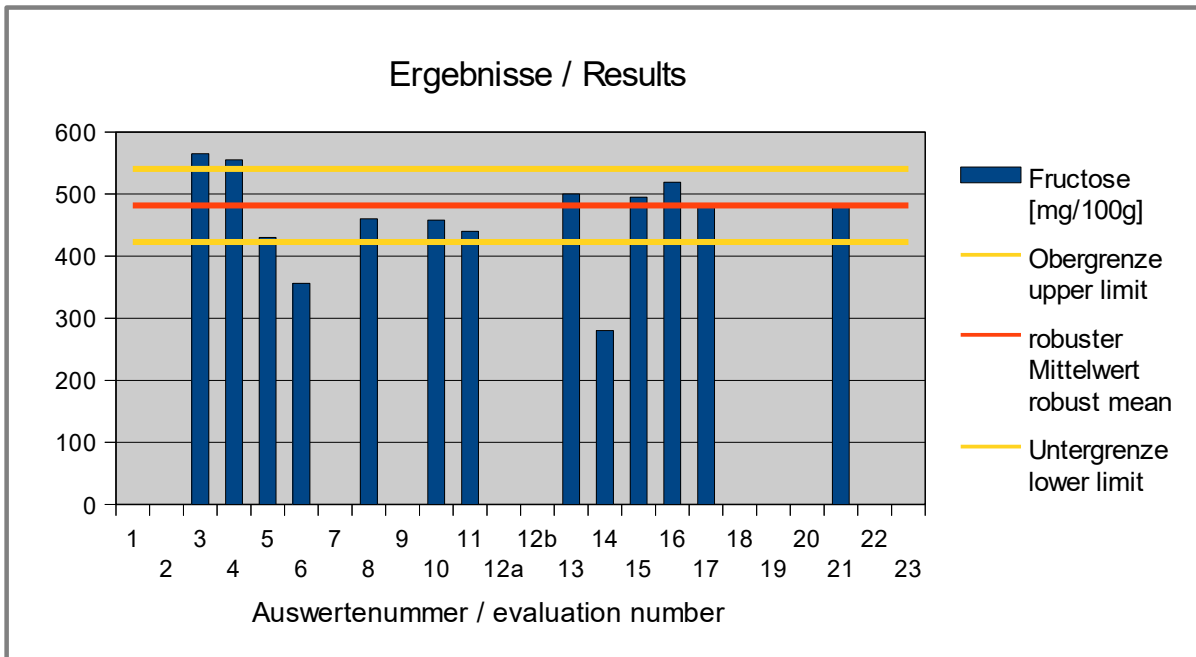


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Fructose Dotierungsniveauprobe / Results Fructose spiking level sample

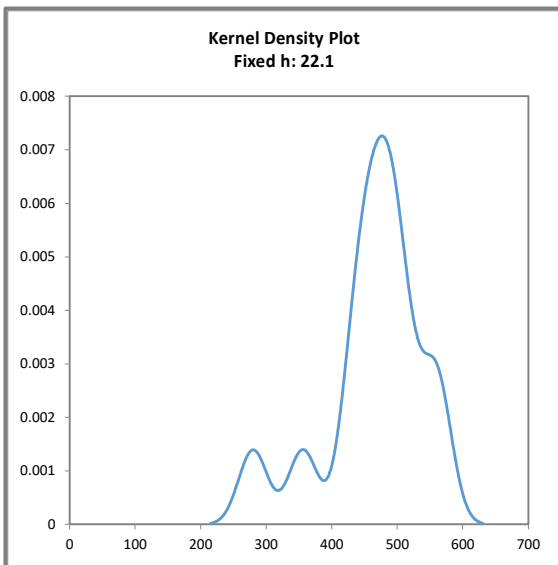


Abb. / Fig. 8:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer Schulter bei etwa 550 mg/100g und mit zwei Nebenpeaks < 400 mg/100g, die auf zwei Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Fructose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2					
3	565	83,4	2,8	7,4	
4	555	73,4	2,5	6,5	
5	430	-51,6	-1,8	-4,6	
6	356	-125,6	-4,3	-11	
7					
8	460	-21,6	-0,73	-1,9	
9					
10	458	-23,8	-0,81	-2,1	
11	440	-41,6	-1,4	-3,7	
12a					
12b					
13	500	18,4	0,62	1,6	
14	280				Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded
15	495	13,4	0,45	1,2	
16	519	37,4	1,3	3,3	
17	480	-1,6	-0,06	-0,15	
18					
19					
20					
21	480	-1,6	-0,06	-0,15	
22					
23					

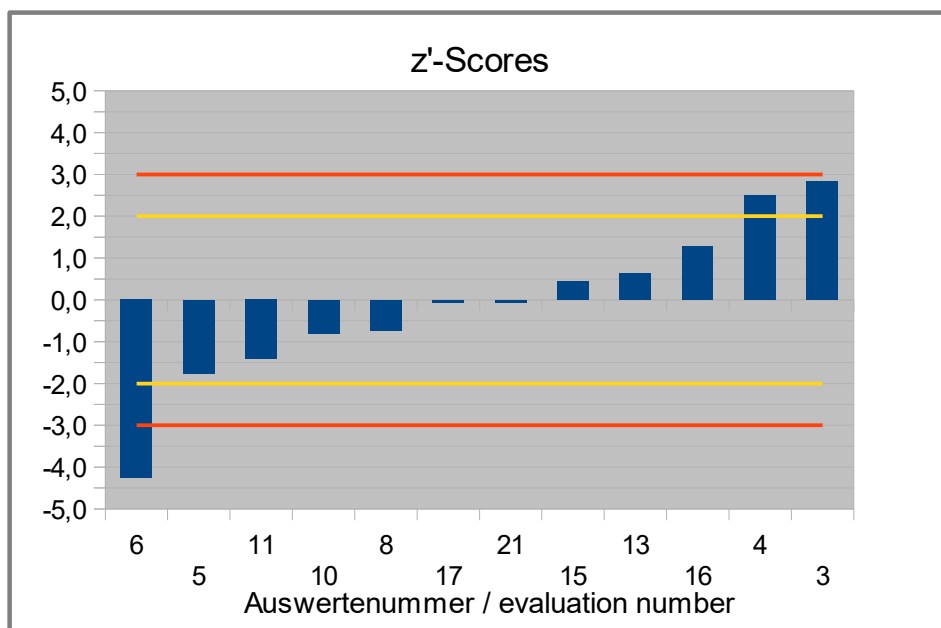


Abb. / Fig. 9: z'-Scores Fructose Dotierungsniveauprobe / fructose spiking level sample

4.2 Lactose

4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B

Auswertenummer	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Qualitative Bewertung	Hinweis
	pos/neg	[mg/kg]	pos/neg	[mg/kg]		
1	negativ	-	positiv	210	1/1 (100%)	
2	negativ	0	positiv	>100	1/1 (100%)	
3	positiv	<BG	positiv	105	1/1 (100%)	
4	positiv	145	positiv	160	1/1 (100%)	
5	negativ	0	positiv	201	1/1 (100%)	
6	negativ	<2	positiv	235	1/1 (100%)	
7	negativ	<2	positiv	202	1/1 (100%)	
8	negativ	<20	positiv	219	1/1 (100%)	
9						
10	positiv	119	positiv	316	1/1 (100%)	
11	positiv	160	positiv	170	1/1 (100%)	
12a	negativ	<10	positiv	220	1/1 (100%)	
12b	negativ	<5	positiv	225	1/1 (100%)	
13	positiv	2,85	positiv	199	1/1 (100%)	
14	negativ	<10	positiv	200	1/1 (100%)	
15	negativ		positiv	213	1/1 (100%)	
16	positiv	81,4	positiv	260	1/1 (100%)	
17	negativ	<LOD	positiv	200	1/1 (100%)	
18	negativ	<20	positiv	>200	1/1 (100%)	
19	negativ	<20	positiv	181	1/1 (100%)	
20	positiv	450	positiv	164	1/1 (100%)	
21	negativ	<5	positiv	234	1/1 (100%)	
22	negativ	<3,64	positiv	220	1/1 (100%)	
23	positiv	40,8	positiv	255	1/1 (100%)	

	Probe A		Probe B	
Anzahl positiv	8		23	
Anzahl negativ	15		0	
Prozent positiv	35		100	
Prozent negativ	65		0	
Konsenswert	keiner		positiv	

Anmerkungen:

Der Konsenswert der Ergebnisse für Probe B steht in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung der Probe. Für Probe A (ohne Lactosezusatz) wurden uneinheitliche Ergebnisse erhalten, sodass kein Konsenswert $\geq 75\%$ positiver oder negativer Ergebnisse festgestellt werden konnte.

4.2.2 Lactose Probe A (in mg/100g)

Aufgrund der geringen Anzahl der vorliegenden quantitativen Ergebnisse (7) und deren hoher Variabilität wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	21
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	209
Median	210
Robuster Mittelwert (X_{pt})	209
Robuste Standardabweichung (S^*)	35,2
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	19,0
Zielstandardabweichung (zur Information)	10,6
Untere Grenze des Zielbereichs	171
Obere Grenze des Zielbereichs	247
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	9,59
Ergebnisse im Zielbereich	15
Prozent im Zielbereich	71%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision berechnet (ASU §64 L 01.00-90, [19]). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) angegeben.

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine leicht erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' von 2,1 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

71% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 93 % vom Zusatzniveau von Lactose zu Probe B (vgl. S. 5).

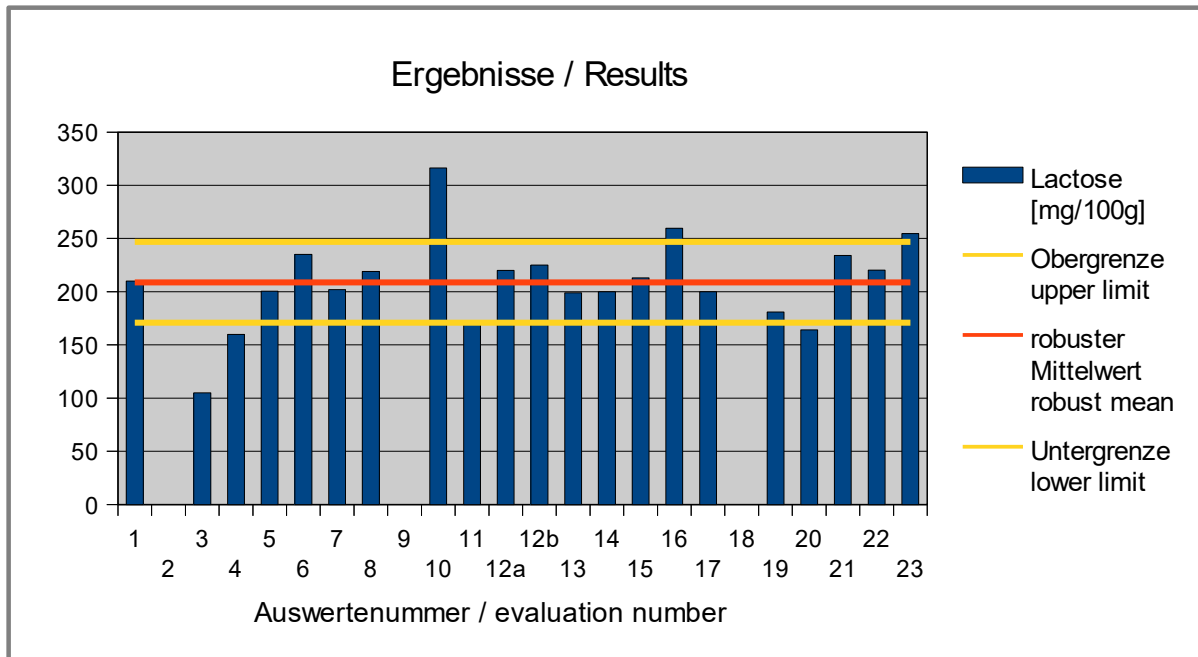


Abb. / Fig. 10: Ergebnisse Lactose Probe B / Results lactose sample B

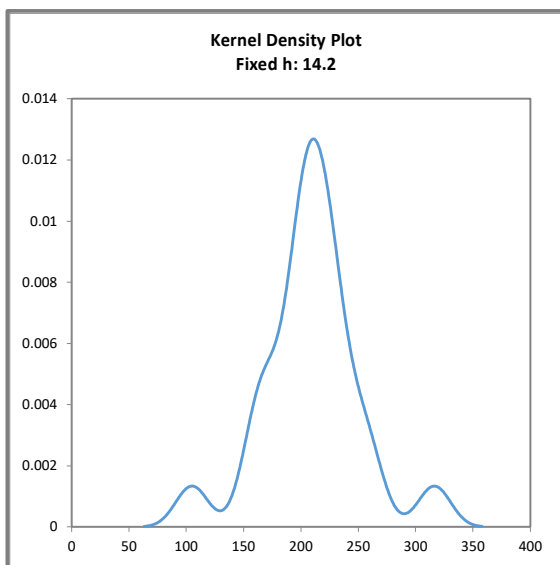


Abb. / Fig. 11:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse und einer Schulter bei etwa 170 mg/100g und mit zwei Nebenpeaks bei 105 mg/100g und 316 mg/100g, die auf zwei Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Lactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1	210	1,2	0,06	0,11	
2	>100				
3	105	-103,8	-5,5	-9,8	
4	160	-48,8	-2,6	-4,6	
5	201	-8,3	-0,44	-0,78	
6	235	26,2	1,4	2,5	
7	202	-6,8	-0,36	-0,64	
8	219	10,2	0,54	0,97	
9					
10	316	107,6	5,7	10	
11	170	-38,8	-2,0	-3,7	
12a	220	11,2	0,59	1,1	
12b	225	16,2	0,85	1,5	
13	199	-9,8	-0,52	-0,93	
14	200	-8,8	-0,46	-0,83	
15	213	4,2	0,22	0,40	
16	260	50,8	2,7	4,8	
17	200	-8,8	-0,46	-0,83	
18	>200				
19	181	-27,8	-1,5	-2,6	
20	164	-44,8	-2,4	-4,2	
21	234	25,2	1,3	2,4	
22	220	11,6	0,61	1,1	
23	255	45,7	2,4	4,3	

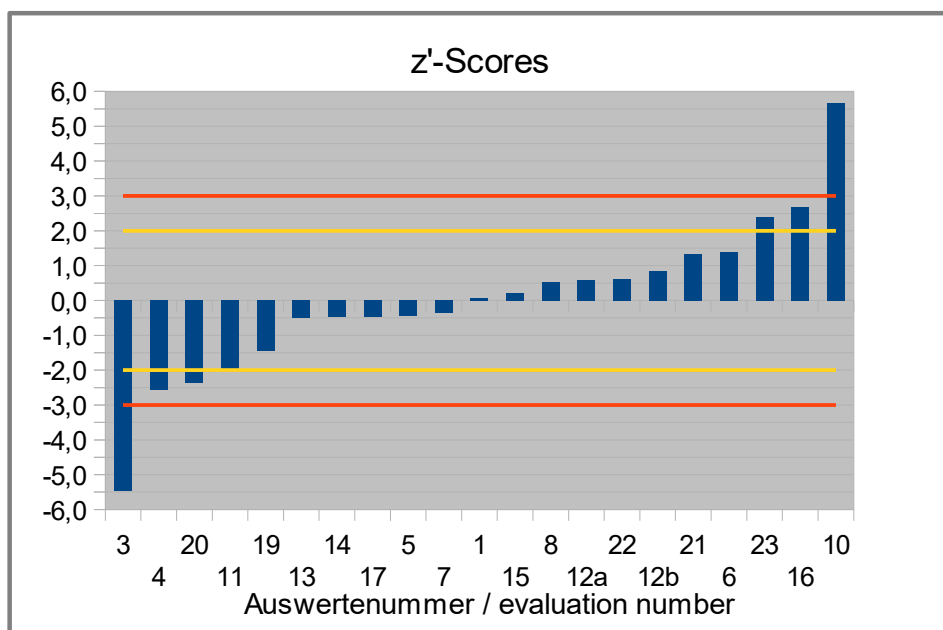


Abb. / Fig. 12: z'-Scores Lactose Probe B / lactose sample B

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

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse [°]	20
Anzahl der Ausreißer	1
Mittelwert	190
Median	193
Robuster Mittelwert (X_{pt})	190
Robuste Standardabweichung (S^*)	27,8
Zielkenndaten:	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	14,9
Zielstandardabweichung (zur Information)	9,76
Untere Grenze des Zielbereichs	160
Obere Grenze des Zielbereichs	220
Quotient S^*/σ_{pt}	1,9
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	7,77
Ergebnisse im Zielbereich	15
Prozent im Zielbereich	75%

[°] Messergebnisse ohne Ausreißer (Ergebnisse Nr. 9)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision berechnet (ASU §64 L 01.00-90, [19]). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach dem Modell nach Horwitz (s. 3.6.1) angegeben.

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

75% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 89 % vom Zusatzniveau von Lactose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).

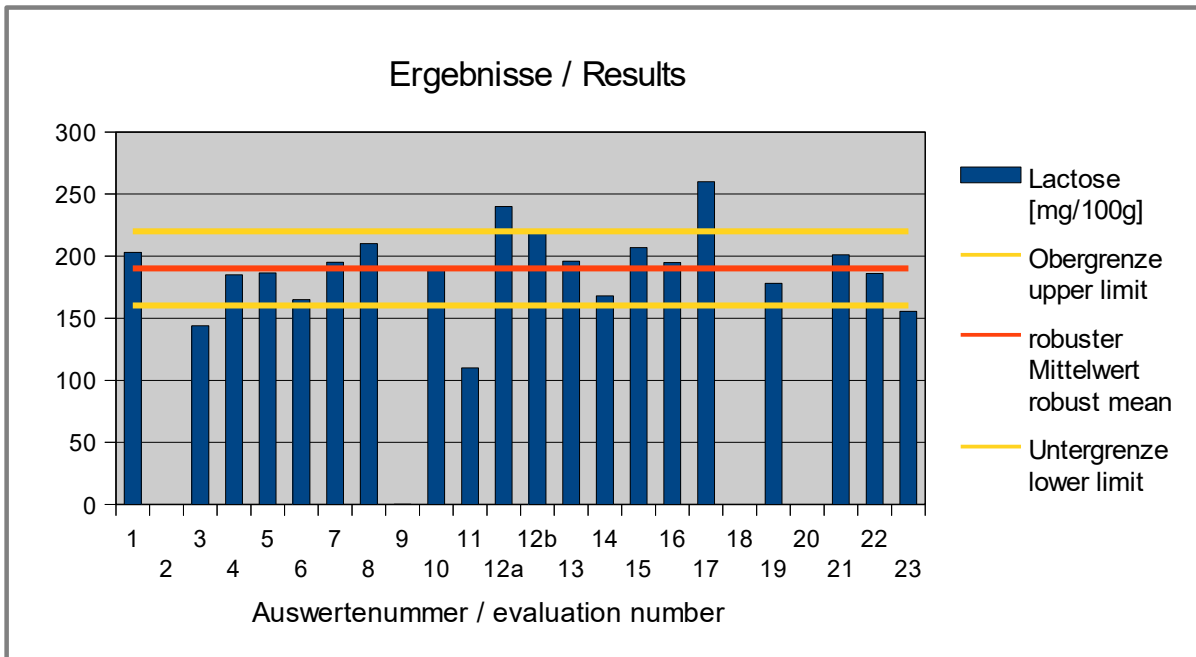


Abb. / Fig. 13: Ergebnisse Lactose Dotierungsniveauprobe / Results lactose spiking level sample

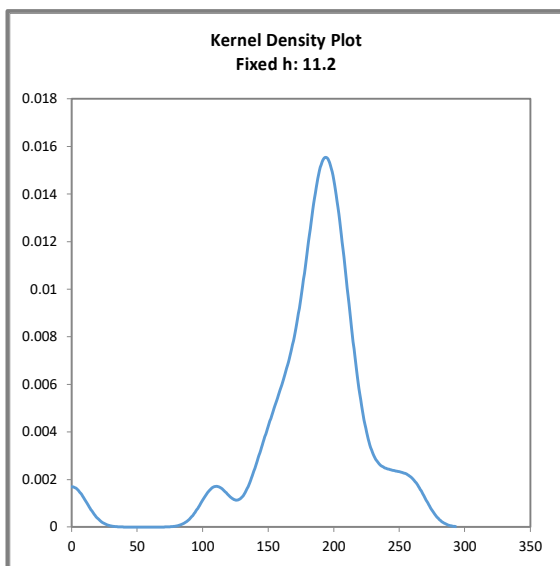


Abb. / Fig. 14:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit drei Nebenpeaks bei $< 130 \text{ mg/100g}$ und bei $> 240 \text{ mg/100g}$, die auf einzelne Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

Auswertenummer	Lactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g]	z-Score	z-Score	Hinweis
Evaluation number		Deviation [mg/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Remark
1	203	12,9	0,87	1,3	
2	>100				
3	144	-46,1	-3,1	-4,7	
4	185	-5,1	-0,34	-0,52	
5	187	-3,6	-0,24	-0,36	
6	165	-25,1	-1,7	-2,6	
7	195	4,9	0,33	0,51	
8	210	19,9	1,3	2,0	
9	0,180				Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded
10	190	0,1	0,00	0,01	
11	110	-80,1	-5,4	-8,2	
12a	240	49,9	3,3	5,1	
12b	220	29,9	2,0	3,1	
13	196	5,9	0,40	0,61	
14	168	-22,1	-1,5	-2,3	
15	207	16,9	1,1	1,7	
16	195	4,8	0,32	0,50	
17	260	69,9	4,7	7,2	
18	>200				
19	178	-12,1	-0,81	-1,2	
20					
21	201	10,9	0,73	1,1	
22	186	-4,1	-0,27	-0,42	
23	156	-34,6	-2,3	-3,5	

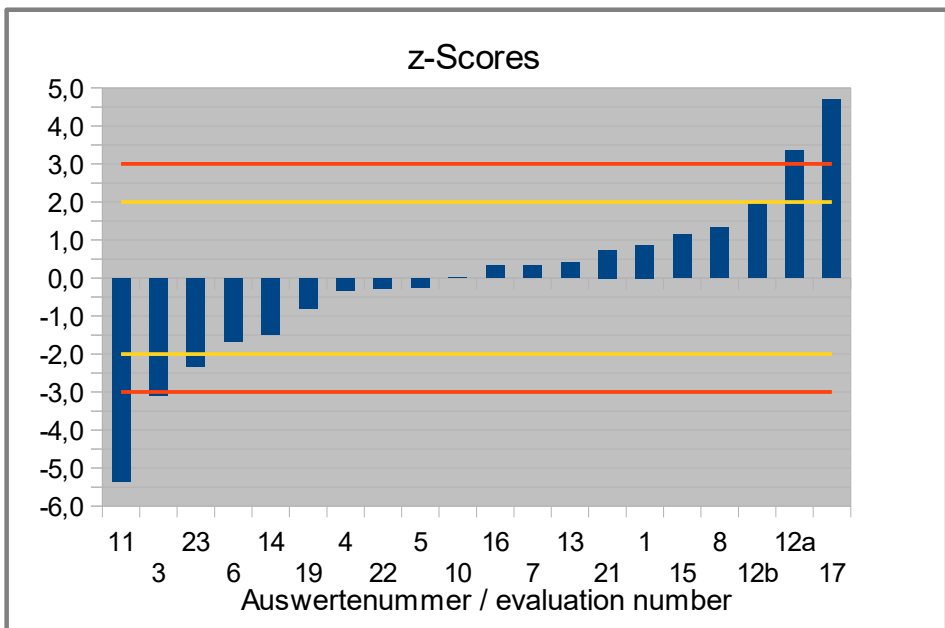


Abb. / Fig. 15: z-Scores Lactose Dotierungsniveauprobe / lactose spiking level sample

4.2.5 Wiederfindungsraten mit z-Scores für Lactose

Nachstehend sind die von DLA berechneten Wiederfindungsraten der Teilnehmer-Ergebnisse gegenüber dem Zusatzniveau (Seite 5, Tab. 1) informativ angegeben. Die zugehörigen z-Scores basieren auf der Zielstandardabweichung von 7,5%.

Dotierungsniveauprobe und Probe B

Auswertenummer	Dotierungsniveauprobe	Wiederfindungsrate*		Probe B	Wiederfindungsrate*		Hinweis
	[mg/kg]	[%]	[Z _{RR}]	[mg/kg]	[%]	[Z _{RR}]	
1	203	95	-0,63	210	94	-0,83	
2	>100			>100			
3	144	68	-4,3	105	47	-7,1	
4	185	87	-1,8	160	71	-3,8	
5	187	88	-1,7	201	90	-1,4	
6	165	77	-3,0	235	105	0,65	
7	195	92	-1,1	202	90	-1,3	
8	210	99	-0,19	219	98	-0,30	
9	0,180	0	-13				
10	190	89	-1,4	316	141	5,5	
11	110	52	-6,4	170	76	-3,2	
12a	240	113	1,7	220	98	-0,24	
12b	220	103	0,44	225	100	0,06	
13	196	92	-1,1	199	89	-1,5	
14	168	79	-2,8	200	89	-1,4	
15	207	97	-0,38	213	95	-0,65	
16	195	92	-1,1	260	116	2,1	
17	260	122	2,9	200	89	-1,4	
18	>200			>200			
19	178	84	-2,2	181	81	-2,6	
20				164	73	-3,6	
21	201	94	-0,75	234	104	0,60	
22	186	87	-1,7	220	98	-0,21	
23	156	73	-3,6	255	114	1,8	

AB**	85-115 %	AB**	85-115 %
Anzahl im AB	13	Anzahl im AB	14
Prozent im AB	62	Prozent im AB	67

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

** Akzeptanzbereich Kapitel 3.12 (S. 14)

Anmerkung:

62% (13) der Teilnehmer haben mit der Dotierungsniveauprobe eine Wiederfindungsrate im Bereich von 85-115% erhalten. Bei der dotierten Lebensmittelmatrix-Probe B lagen 67% (14) der Wiederfindungsraten in diesem Bereich.

4.3 Galactose

4.3.1 Galactose Probe A (in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Auf Grund der geringen Anzahl an Ergebnissen von <7 und hoher Variabilität wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	69,8
Median	28,0
Robuster Mittelwert (X_{pt})	69,8
Robuste Standardabweichung (S^*)	
Zielkenndaten:	
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	

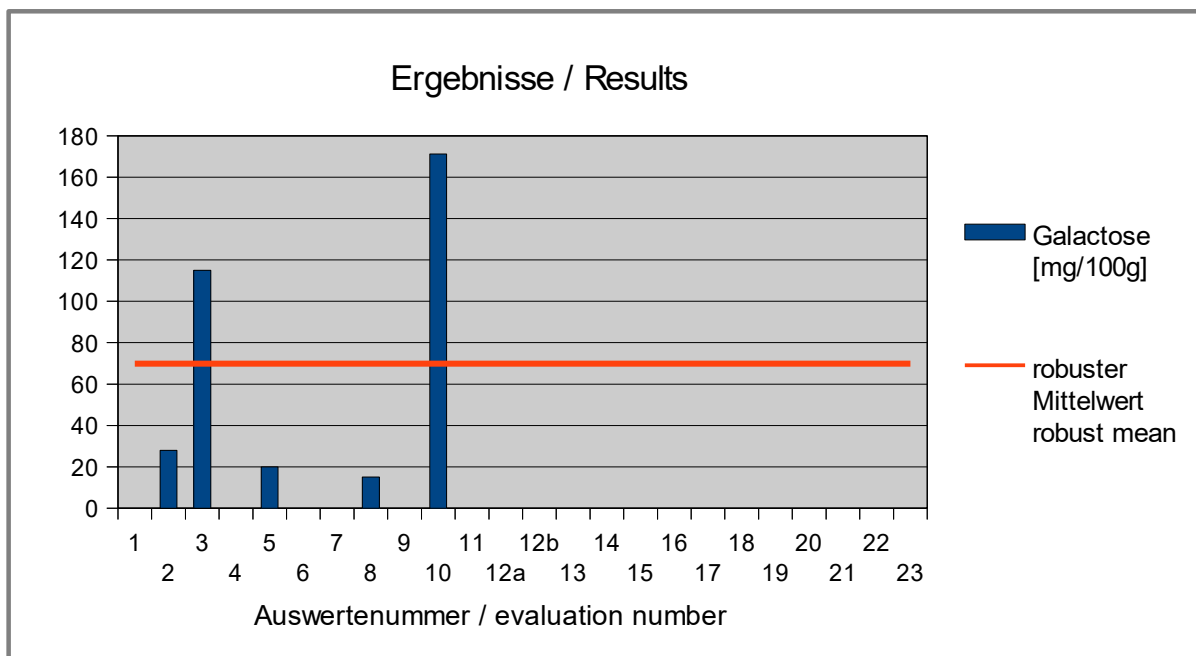


Abb. / Fig. 16: Ergebnisse Galactose Probe A / Results galactose sample A

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Galactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2	28,0				
3	115				
4					
5	20,0				
6	<50				
7					
8	15,0				
9					
10	171				
11					
12a					
12b					
13					
14	<200				
15					
16	<100				
17					
18					
19	<10				
20					
21	<100				
22					
23					

4.3.2 Galactose Probe B (in mg/100g)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Auf Grund der geringen Anzahl an Ergebnissen von <5 wurde keine statistische Auswertung vorgenommen.

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	4
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	80,9
Median	74,5
Robuster Mittelwert (x_{pt})	80,9
Robuste Standardabweichung (S^*)	
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	
Zielstandardabweichung (zur Information)	
Untere Grenze des Zielbereichs	
Obere Grenze des Zielbereichs	
<i>Quotient S^*/σ_{pt}</i>	
<i>Standardunsicherheit $U(x_{pt})$</i>	
<i>Ergebnisse im Zielbereich</i>	
<i>Prozent im Zielbereich</i>	

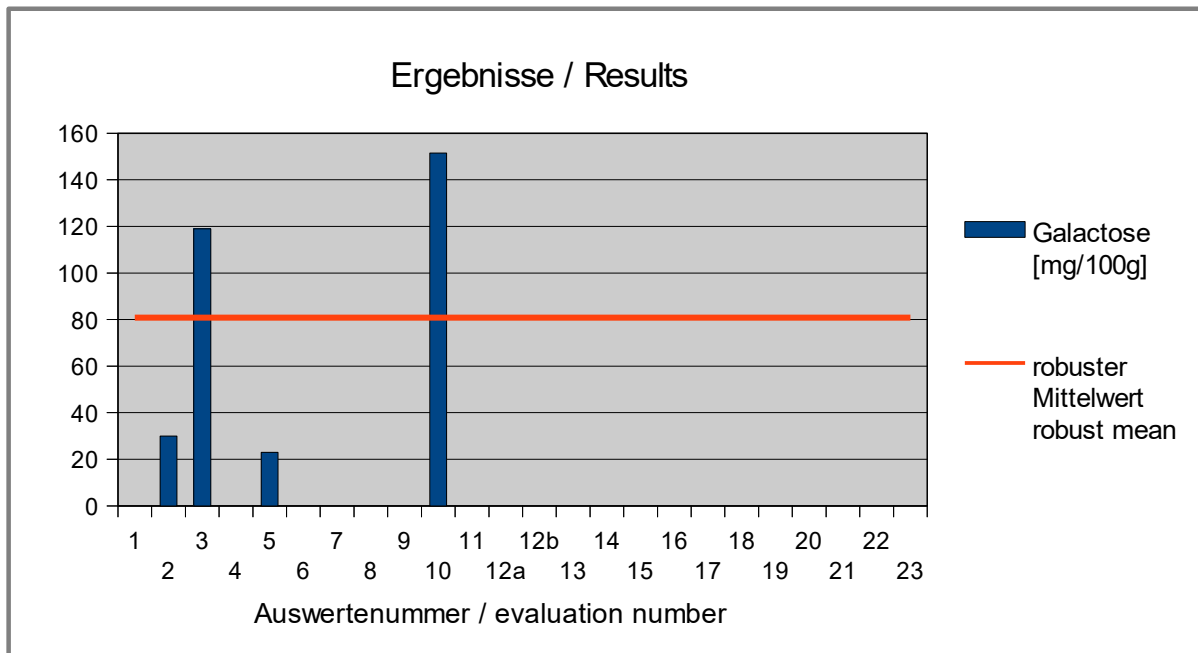


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse Galactose Probe B / Results galactose sample B

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Galactose [mg/100g]	Abweichung [mg/100g] Deviation [mg/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Hinweis Remark
1					
2	30				
3	119				
4					
5	23				
6	<50				
7					
8	<20				
9					
10	151				
11					
12a					
12b					
13					
14	<200				
15					
16	<100				
17					
18					
19	<10				
20					
21	<100				
22					
23					

4.3.3 Galactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)

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

4.4 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle

Z-Scores für die zugewiesenen Werte der Teilnehmer-Ergebnisse (Konsenswerte)

Auswertenummer	Fructose			Lactose	
	Probe A°	Probe B°	Dot.-Probe°	Probe B°	Dot.-Probe
1				0,06	0,87
2					
3	2,1	1,7	2,8	-5,5	-3,1
4		5,9	2,5	-2,6	-0,34
5	-0,86	-0,85	-1,8	-0,44	-0,24
6	-2,1	-2,2	-4,3	1,4	-1,7
7				-0,36	0,33
8	-2,5	-2,2	-0,73	0,54	1,3
9					
10	-1,8	-1,3	-0,81	5,7	0,00
11	1,6	1,2	-1,4	-2,0	-5,4
12a				0,59	3,3
12b				0,85	2,0
13			0,62	-0,52	0,40
14	1,3	1,7		-0,46	-1,5
15	-1,1	-1,2	0,45	0,22	1,1
16	1,5	0,65	1,3	2,7	0,32
17	-1,5	-3,7	-0,06	-0,46	4,7
18					
19				-1,5	-0,81
20				-2,4	
21	3,7	2,4	-0,06	1,3	0,73
22				0,61	-0,27
23				2,4	-2,3

° z'-Score

**Z-Scores für die zugewiesenen Werte des Zusatzniveaus
(Wiederfindungsraten)**

Auswertenummer	Lactose	
	Probe B°	Dot.-Probe
1	-0,83	-0,63
2		
3	-7,1	-4,3
4	-3,8	-1,8
5	-1,4	-1,7
6	0,65	-3,0
7	-1,3	-1,1
8	-0,30	-0,19
9		-13
10	5,5	-1,4
11	-3,2	-6,4
12a	-0,24	1,7
12b	0,06	0,44
13	-1,50	-1,1
14	-1,40	-2,8
15	-0,65	-0,4
16	2,1	-1,1
17	-1,40	2,9
18		
19	-2,6	-2,2
20	-3,6	
21	0,6	-0,75
22	-0,21	-1,7
23	1,8	-3,6

Bewertung des z-Scores / valuation of z-score (DIN ISO 13528:2009-01):

$-2 \leq z\text{-score} \leq 2$ erfolgreich / successful (in green)

$-2 > z\text{-score} > 2$ „Warnsignal“ / warning signal (in yellow)

$-3 > z\text{-score} > 3$ „Eingriffssignal“ / action signal (in red)

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

Fructose Probe A

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Fructose	1	mg/100g							
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	06.05.20	2230	ja	500	1600	nein	98
	4	mg/100g	07.05.20	3260	ja			nein	
	5	mg/100g	20.05.20	1815	ja			nein	
	6	mg/100g	15.05.20	1639	ja	-	50	nein	-
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	11.05.20	1585	ja		100	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	10/06	1679,99	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g		2160	ja				
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g	19.06.20	283	ja		2	nein	
	14	mg/100g	12.05.20	2120	ja	100	200	nein	
	15	mg/100g	05.05.20	1781	ja	30	100	nein	
	16	mg/100g	04.05.20	2139	ja	20	100	nein	
	17	mg/100g	18.05.20	1720	ja	100	300	nein	
	18	mg/100g	-	-	-	-	-	-	-
	19	mg/100g							
	20	mg/100g							
	21	mg/100g	11.05.20	2460	ja		100	nein	
	22	mg/100g							
23	mg/100g								

Fructose Probe B

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Fructose	1	mg/100g							
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	06.05.20	2730	ja	500	1600	nein	98
	4	mg/100g	07.05.20	3575	ja			nein	
	5	mg/100g	20.05.20	2215	ja			nein	
	6	mg/100g	15.05.20	1951	ja	-	50	nein	-
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	11.05.20	1940	ja		100	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	10/06	2132,41	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g		2630	ja				
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g	19.06.20	260	ja		2	nein	
	14	mg/100g	12.05.20	2720	ja	100	200	nein	
	15	mg/100g	05.05.20	2144	ja	30	100	nein	
	16	mg/100g	04.05.20	2517	ja	20	100	nein	
	17	mg/100g	18.05.20	1650	ja	100	300	nein	
	18	mg/100g	-	-	-	-	-	-	-
	19	mg/100g							
	20	mg/100g							
	21	mg/100g	11.05.20	2860	ja		100	nein	
	22	mg/100g							
23	mg/100g								

Fructose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Fructose	1	mg/100g							
	2	mg/100g							
	3	mg/100g	06.05.20	565	ja	500	1600	nein	98
	4	mg/100g	07.05.20	555	ja			nein	
	5	mg/100g	20.05.20	430	ja			nein	
	6	mg/100g	15.05.20	356	ja	-	50	nein	-
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	11.05.20	460	ja		100	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	28/05	457,87	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g		440	ja				
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g	19.06.20	500	ja		9	nein	
	14	mg/100g	12.05.20	280	ja	100	200	nein	
	15	mg/100g	05.05.20	495	ja	30	100	nein	
	16	mg/100g	04.05.20	519	ja	20	100	nein	
	17	mg/100g	18.05.20	480	ja	100	300	nein	
	18	mg/100g	-	-	-	-	-	-	-
	19	mg/100g							
	20	mg/100g							
	21	mg/100g	11.05.20	480	ja		100	nein	
	22	mg/100g							
23	mg/100g								

Lactose Probe A

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Lactose	1	mg/100g	21.-28.04.20	negativ	nein	40 (nicht verifiziert, deshalb Bestimmungsgrenze auch als Nachweisgrenze verwendet)	40	nein	104
	2	mg/100g	29.04.20	0	nein	7			
	3	mg/100g	06.05.20	< BG	ja	14	46	nein	98
	4	mg/100g	07.05.20	145	ja			nein	
	5	mg/100g	25.05.20	0	nein	4	14	nein	
	6	mg/100g	18.05.20	<2	nein	-	2	nein	-
	7	mg/100g	26.05.20	< 2	nein		2	ja	100
	8	mg/100g	05.05.20	<20	nein		20	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	10/06	118,58	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g		160	ja				
	12a	mg/100g	28.05.20	<10	nein	10	50	nein	
	12b	mg/100g	19.06.20	<5	nein	5	15	nein	
	13	mg/100g	19.06.20	2,85	ja		17	nein	
	14	mg/100g	22.06.20	<10	nein	5	10	nein	
	15	mg/100g	05.05.20		nein	30	100	nein	
	16	mg/100g	15.06.20	81,4	ja	1	2,5	nein	
	17	mg/100g	18.05.20	<LOD	nein	100	300	nein	
	18	mg/100g	24.06.20	<20	nicht detektiert	20			
	19	mg/100g	26.05.2020, 27.05.2020	<20	Nein	20	60	Nein	95
	20	mg/100g	24.06.20	450	ja		2,5	nein	
	21	mg/100g	11.05.20	< 5	nein	2	5	nein	
	22	mg/100g	08.05.20	<3.64	nein	3,64	0,0036	nein	N/A
23	mg/100g	16.04.20	40,8	ja	0.6 mg/100g	1.8 mg/100g	nein	0,9925	

Lactose Probe B

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Lactose	1	mg/100g	21.-28.04.20	210	ja	40 (nicht verifiziert, deshalb Bestimmungsgrenze auch als Nachweisgrenze verwendet)	40	nein	104
	2	mg/100g	29.04.20	> 100	ja	7			
	3	mg/100g	06.05.20	105	ja	14	46	nein	98
	4	mg/100g	07.05.20	160	ja			nein	
	5	mg/100g	25.05.20	200,5	ja	4	14	nein	
	6	mg/100g	15.05.20	235	ja	-	50	nein	-
	7	mg/100g	26.05.20	202	ja		2	ja	100
	8	mg/100g	05.05.20	219	ja		20	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	10/06	316,38	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g		170	ja				
	12a	mg/100g	28.05.20	220	ja	10	50	nein	
	12b	mg/100g	19.06.20	225	ja	5	15	nein	
	13	mg/100g	19.06.20	199	ja		17	nein	
	14	mg/100g	22.06.20	200	ja	5	10	nein	
	15	mg/100g	05.05.20	213	ja	30	100	nein	
	16	mg/100g	15.06.20	259,6	ja	1	2,5	nein	
	17	mg/100g	18.05.20	200	ja	100	300	nein	
	18	mg/100g	24.06.20	>200	detektiert	20			
	19	mg/100g	26.05.2020, 27.05.2020	181	ja	20	60	Nein	95
	20	mg/100g	24.06.20	164	ja		2,5	nein	
	21	mg/100g	11.05.20	234	ja	2	5	nein	
	22	mg/100g	08.05.20	220,4	ja	3,64	0,0036	nein	N/A
23	mg/100g	16.04.20	254,5	ja	0.6 mg/100g	1.8 mg/100g	nein	0,9925	

Lactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Lactose	1	mg/100g	21.-28.04.20	203	ja	100 (nicht verifiziert, deshalb Bestimmungsgrenze auch als Nachweisgrenze verwendet)	100	nein	95
	2	mg/100g	29.04.20	> 100	ja	7			
	3	mg/100g	06.05.20	144	ja	14	46	nein	98
	4	mg/100g	07.05.20	185	ja			nein	
	5	mg/100g	25.05.20	186,5	ja	4	14	nein	
	6	mg/100g	15.05.20	165	ja	-	50	nein	-
	7	mg/100g	26.05.20	195	ja		2	ja	100
	8	mg/100g	05.05.20	210	ja		20	nein	
	9	mg/100g	16th June 2020	0,18	ja	0,01	0,01	nein	
	10	mg/100g	28/05	190,13	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g		110	ja				
	12a	mg/100g	28.05.20	240	ja	10	50	nein	
	12b	mg/100g	19.06.20	220	ja	5	15	nein	
	13	mg/100g	19.06.20	196	ja		73	nein	
	14	mg/100g	22.06.20	168	ja	5	10	nein	
	15	mg/100g	05.05.20	207	ja	30	100	nein	
	16	mg/100g	15.06.20	194,9	ja	1	2,5	nein	
	17	mg/100g	18.05.20	260	ja	100	300	nein	
	18	mg/100g	24.06.20	>200	detektiert	20			
	19	mg/100g	26.05.2020, 27.05.2020	178	ja	20	60	Nein	95
	20	mg/100g							
	21	mg/100g	11.05.20	201	ja	2	5	nein	
	22	mg/100g	08.05.20	185,96	ja	3,64	0,0036	nein	N/A
23	mg/100g	16.04.20	155,5	ja	0.6 mg/100g	1.8 mg/100g	nein	0,9925	

Galactose Probe A

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe A			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein	mg/100g	mg/100g	ja / nein	in %
Galactose	1	mg/100g							
	2	mg/100g	29.04.20	28	ja	4			
	3	mg/100g	06.05.20	115	ja	15	50	nein	98
	4	mg/100g	n.a.	n.a.					
	5	mg/100g	25.05.20	20	ja			nein	
	6	mg/100g	15.05.20	<50	nein	-	50	nein	-
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	05.05.20	15	ja		10	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	10/06	171,13	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	12.05.20	<200	nein	100	200	nein	
	15	mg/100g	05.05.20		nein	30	100	nein	
	16	mg/100g	04.05.20	<100	nein	20	100	nein	
	17	mg/100g							
	18	mg/100g	-	-	-	-	-	-	-
	19	mg/100g	26.05.2020, 27.05.2020	<10	Nein	10	30	Nein	95
	20	mg/100g							
	21	mg/100g	11.05.20	< 100	nein		100	nein	
	22	mg/100g							
23	mg/100g								

Galactose Probe B

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Probe B			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Galactose	1	mg/100g							
	2	mg/100g	29.04.20	30	ja	4			
	3	mg/100g	06.05.20	119	ja	15	50	nein	98
	4	mg/100g	n.a.	n.a.					
	5	mg/100g	25.05.20	23	ja			nein	
	6	mg/100g	15.05.20	<50	nein	-	50	nein	-
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	05.05.20	<20	nein		20	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	10/06	151,48	ja	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	12.05.20	<200	nein	100	200	nein	
	15	mg/100g	05.05.20		nein	30	100	nein	
	16	mg/100g	04.05.20	<100	nein	20	100	nein	
	17	mg/100g							
	18	mg/100g	-	-	-	-	-	-	-
	19	mg/100g	26.05.2020, 27.05.2020	<10	Nein	10	30	Nein	95
	20	mg/100g							
	21	mg/100g	11.05.20	< 100	nein		100	nein	
	22	mg/100g							
23	mg/100g								

Galactose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Auswertenummer	Einheit	Datum der Analyse	Endergebnis (Mittelwert)	Nachweisbar	Nachweisgrenze	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate
Dotierungsniveauprobe			Tag/Monat	mg/100g	ja / nein				
Galactose	1	mg/100g							
	2	mg/100g	29.04.20	0	nein	4			
	3	mg/100g	06.05.20	< NG	nein	15	50	nein	98
	4	mg/100g	n.a.	n.a.					
	5	mg/100g	25.05.20	0	ja			nein	
	6	mg/100g	15.05.20	<50	nein	-	50	nein	-
	7	mg/100g							
	8	mg/100g	05.05.20	<20	nein		20	nein	
	9	mg/100g							
	10	mg/100g	28/05	<5	nein	2	5	nein	>90%
	11	mg/100g							
	12a	mg/100g							
	12b	mg/100g							
	13	mg/100g							
	14	mg/100g	12.05.20	<200	nein	100	200	nein	
	15	mg/100g	05.05.20		nein	30	100	nein	
	16	mg/100g	04.05.20	<100	nein	20	100	nein	
	17	mg/100g							
	18	mg/100g	-	-	-	-	-	-	-
	19	mg/100g	26.05.2020, 27.05.2020	<10	Nein	10	30	Nein	95
	20	mg/100g							
	21	mg/100g	11.05.20	< 100	nein		100	nein	
	22	mg/100g							
23	mg/100g								

5.1.2 Analytische Methoden**Fructose Probe A**

Parameter	Auswertenummer	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	
Probe A						ja / nein	ja / nein		
Fructose	1								
	2								
	3	Hausmethode GC-FID	lösen in 70 % MeOH, Derivatisiert mit HxdroxylaminHCl und BSTFA	GC-FID	in Lösungsmittel (70% MeOH)	nein	ja	keine	
	4	Ionenchromatographie	in H2O aufgelöst, gefiltert und verdünnt		Merck: D-Fructose, Art. Nr. 1.04007	nein	nein	Methodenentwicklung	
	5	ASU L 48.01-3				nein	ja		
	6	HPLC/PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja		
	7								
	8	r-biopharm Test-Combination 10 139 106 035:2011-05						ja	
	9								
	10	Basierend auf AOAC 2000.17	Verdünnung mit heißem Wasser	Ionen Chromatografie		nein	nein		
	11	Hausmethode PV DE02.365 2019-03		HPLC-ELSD				ja	
	12a								
	12b								
	13	ASU § 64 LFGB L31.00-12, modifiziert, 1997-01	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	Enzymatik, r-biopharm	Fructose		ja	ja	
	14	Hausmethode GCFID						ja	
	15	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 2056 mg/100g
	16							ja	
	17	HPLC-RID				STANDARD KALIBRATION		nein	
	18	-	-	-	-	-	-	-	
	19								
	20								
	21	HPAEC-PAD							
	22								
23									

Fructose Probe B

Parameter	Auswertenummer	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
Probe B								
Fructose	1							
	2							
	3	Hausmethode GC-FID	lösen in 70 % MeOH, Derivatisiert mit HxdroxylaminHCl und BSTFA	GC-FID	in Lösungsmittel (70% MeOH)	nein	ja	keine
	4	Ionenchromatographie	in H2O aufgelöst, gefiltert und verdünnt		Merck: D-Fructose, Art. Nr. 1.04007	nein	nein	Methodenentwicklung
	5	ASU L 48.01-3				nein	ja	
	6	HPLC/PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
	7							
	8	r-biopharm Test-Combination 10 139 106 035:2011-05					ja	
	9							
	10	Basierend auf AOAC 2000.17	Verdünnung mit heißem Wasser	Ionen Chromatografie		nein	nein	
	11	Hausmethode PV DE02.365 2019-03		HPLC-ELSD			ja	
	12a							
	12b							
	13	ASU § 64 LFGB L31.00-12, modifiziert, 1997-01	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	Enzymatik, r-biopharm	Fructose	ja	ja	
	14	Hausmethode GCFID					ja	
	15	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration		Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 2315 mg/100g
	16						ja	
	17	HPLC-RID			STANDARD KALIBRATION		nein	
	18	-	-	-	-	-	-	-
	19							
	20							
	21	HPAEC-PAD						
	22							
23								

Fructose Dotierungsniveauprobe

Parameter	Auswertenummer	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	
Dotierungsniveauprobe									
Fructose	1								
	2								
	3	Hausmethode GC-FID	lösen in 70 % MeOH, Derivatisiert mit HxdroxylaminHCl und BSTFA	GC-FID	in Lösungsmittel (70% MeOH)	nein	ja	keine	
	4	Ionenchromatographie	in H2O aufgelöst, gefiltert und verdünnt		Merck: D-Fructose, Art. Nr. 1.04007	nein	nein	Methodenentwicklung	
	5	ASU L 48.01-3				nein	ja	.2016	
	6	HPLC/PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja		
	7								
	8	r-biopharm Test-Combination 10 139 106 035:2011-05					ja		
	9								
	10	Basierend auf AOAC 2000.17	Verdünnung mit heißem Wasser	Ionen Chromatografie		nein	nein		
	11	Hausmethode PV DE02.365 2019-03		HPLC-ELSD			ja		
	12a								
	12b								
	13	ASU § 64 LFGB L31.00-12, modifiziert, 1997-01	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	Enzymatik, r-biopharm	Fructose		ja	ja	
	14	Hausmethode GCFID						ja	
	15	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration		Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 515 mg/100g	
	16							ja	
	17	HPLC-RID				STANDARD KALIBRATION		nein	
	18	-	-	-	-	-	-	-	
	19								
	20								
	21	HPAEC-PAD							
	22								
23									

Lactose Probe A

Parameter	Auswertenummer	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
Probe A						ja / nein	ja / nein	
Lactose	1	ASU L 01.00-90, 2014-02 - Untersuchung von Lebensmitteln – Bestimmung des Lactosegehaltes in lactosereduzierter Milch und lactosereduzierten Milchprodukten in Gegenwart von Glucose – Enzymatisches Verfahren: Abweichung: Erweiterung auf andere Matrices, Verwendung des Testkits R-Biopharm AG, Glucose Remover, E3400, 2017-10	2,5 g Einwaage; Heizwasserextraktion bei 70 °C; Carrez-Klärung; Glucoseabbau mit Glucoseoxidase/ H2O2, R-Biopharm E3400	enzymatisch	Berechnung über Extinktionsdifferenzen, Extinktionskoeffizienten/Wiederfindungsraten mit Lactose-Monohydrat, Merck 1.07660	ja	ja	Lactose-Bestimmung mit Boehringer Mannheim/R-Biopharm Lactose/D-Glucose-Enzymtestkit 10 986 119 035, Ergebnis als wasserfreie Lactose angegeben
	2	UV-Detektion, Differenzierung zwischen Lactose und D-Galactose	zzgl. Entfärbung	Messbereich zwischen 0-1.000 mg/kg Laktose (100 mg/100g)			ja	Lactose/D-Galactose BioAnalysis (Art. Nr. 10176303035)
	3	Hausmethode GC-FID	lösen in 70 % MeOH, Derivatisiert mit HxdroxylaminHCl und BSTFA	GC-FID	in Lösungsmittel (70% MeOH)	nein	ja	keine
	4	Ionenchromatographie	in H2O aufgelöst, gefiltert und verdünnt		Merck: Lactose, Art. Nr. 1.07660	nein	nein	Methodenentwicklung
	5	L01.00-17 § 64 LFGB				nein	ja	
	6	LC/MS/MS - interne Methode PNTA0189			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja	
	7	HPLC-MS			Wiederfindung berechnet nach internem C13-Lactose-Standard	ja	ja	
	8	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06					ja	
	9							
	10	Basierend auf AOAC 2000.17	Verdünnung mit heißem Wasser	Ionen Chromatografie		nein	ja	
	11	Hausmethode PV DE02.365 2019-03		HPLC-ELSD			ja	
	12a	ISO 22662		HPLC-ELSD		nein	ja	
	12b	interne Methode		LC-MS		nein	nein	
	13	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	Enzymatik, r-biopharm	Lactosemonohydrat	ja	ja	
	14	Hausmethode GCMS					ja	
	15	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration		Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: <25 mg/100g
	16						ja	
	17	HPLC-RID			STANDARD KALIBRATION		nein	
	18							nur zur Information
	19	enzymatisch					nein	
	20	kolorimetrisch				CMR MUVA-MP-0218 Sprühtrocknetes Vollmilchpulver		nein
	21	LC-MS/MS						
	22	Megazyme K-LOLAC, Enzymatisch	Gemäß Kit-Anleitung	Gemäß Kit-Anleitung	N/A		nein	ja
23	Enzymatische Methode unter Verwendung des Boehringer / R-Biopharm-Test-Kombinationskits zur quantitativen Bestimmung von Laktose in jedem Lebensmittel. Die Methode wurde am NRC für pulverförmige Getränke für Aroma (PBA) validiert und wurde angepasst und validiert, um die Quantifizierung von Laktose in laktosefreien Säuglingsanfangsnahrung zu ermöglichen	Bringen Sie die gesamte Laborprobe (Originalbehälter) auf Raumtemperatur und homogenisieren Sie sie durch Mischen. Nehmen Sie den Testteil zur Analyse aus der homogenen Testprobe.			DS81 REF012 interne Referenz Probe	nein	nein	

Lactose Probe B

Parameter	Auswertenummer	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	
Lactose	Probe B								
	1	ASU L 01.00-90, 2014-02 - Untersuchung von Lebensmitteln – Bestimmung des Lactosegehaltes in lactosereduzierter Milch und lactosereduzierten Milchprodukten in Gegenwart von Glucose – Enzymatisches Verfahren: Abweichung: Erweiterung auf andere Matrices, Verwendung des Testkits R-Biopharm AG, Glucose Remover, E3400, 2017-10	2,5 g Einwaage; Heizwasserextraktion bei 70 °C; Carrez-Klärung; Glucoseabbau mit Glucoseoxidase/ H2O2, R-Biopharm E3400	enzymatisch	Berechnung über Extinktionsdifferenzen, Extinktionskoeffizienten/Wiederfindungsraten mit Lactose-Monohydrat, Merck 1.07660	ja	ja	Lactose-Bestimmung mit Boehringer Mannheim/R-Biopharm Lactose/D-Glucose-Enzymtestkit 10 986 119 035, Ergebnis als wasserfreie Lactose angegeben	
	2	UV-Detektion, Differenzierung zwischen Lactose und D-Galactose	zzgl. Entfärbung	Messbereich zwischen 0-1.000 mg/kg Laktose (100 mg/100g)			ja	Lactose/D-Galactose BioAnalysis (Art. Nr. 10176303035)	
	3	Hausmethode GC-FID	lösen in 70 % MeOH, Derivatisiert mit HdroxylaminHCl und BSTFA	GC-FID	in Lösungsmittel (70% MeOH)	nein	ja	keine	
	4	Ionenchromatographie	in H2O aufgelöst, gefiltert und verdünnt		Merck: Lactose, Art. Nr. 1.07660	nein	nein	Methodenentwicklung	
	5	L01.00-17 § 64 LFGB				nein	ja		
	6	HPLC/PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. kurve und internes RM	nein	ja		
	7	HPLC-MS			Wiederfindung berechnet nach internem C13-Lactose-Standard	Wasserfreie Lactose (Sigma)	ja	ja	
	8	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06						ja	
	9								
	10	Basierend auf AOAC 2000.17	Verdünnung mit heißem Wasser	Ionen Chromatografie			nein	ja	
	11	Hausmethode PV DE02.365 2019-03			HPLC-ELSD			ja	
	12a	ISO 22662			HPLC-ELSD		nein	ja	
	12b	interne Methode			LC-MS		nein	nein	
	13	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	Enzymatik, r-biopharm	Lactosemonohydrat		ja	ja	
	14	Hausmethode GCMS						ja	
	15	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration			Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 215 mg/100g
	16							ja	
	17	HPLC-RID				STANDARD KALIBRATION		nein	
	18								nur zur Information
	19	enzymatisch					nein		
	20	kolorimetrisch				CMR MUVA-MP-0218 Sprühtrocknetes Vollmilchpulver		nein	
	21	LC-MS/MS							
22	Megazyme K-LOLAC, Enzymatisch	Gemäß Kit-Anleitung	Gemäß Kit-Anleitung	N/A		nein	ja		
23	Enzymatische Methode unter Verwendung des Boehringer / R-Biopharm-Test-Kombinationskits zur quantitativen Bestimmung von Laktose in jedem Lebensmittel. Die Methode wurde am NRC für pulverförmige Getränke für Aroma (PBA) validiert und wurde angepasst und validiert, um die Quantifizierung von Laktose in laktosefreien Säuglingsanfangsnahrung zu ermöglichen	Bringen Sie die gesamte Laborprobe (Originalbehälter) auf Raumtemperatur und homogenisieren Sie sie durch Mischen. Nehmen Sie den Testteil zur Analyse aus der homogenen Testprobe.	-		DS81 REF012 interne Referenz Probe	nein	nein	-	

Lactose Dotierungs-niveauprobe

Parameter	Auswertenummer	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
Dotierungs-niveauprobe								
Lactose	1	ASU L 01.00-90, 2014-02 - Untersuchung von Lebensmitteln – Bestimmung des Lactosegehaltes in lactosereduzierter Milch und lactosereduzierten Milchprodukten in Gegenwart von Glucose – Enzymatisches Verfahren: Abweichung: Erweiterung auf andere Matrices, Verwendung des Testkits R-Biopharm AG, Glucose Remover, E3400, 2017-10	1 g Einwaage; Heizwasserextraktion bei 70 °C; Carrez-Klärung; Glucoseabbau mit Glucoseoxidase/ H ₂ O ₂ , R-Biopharm E3400	enzymatisch	Berechnung über Extinktionsdifferenzen, Extinktionskoeffizienten/Wiederfindungsraten mit Lactose-Monohydrat, Merck 1.07660	ja	ja	Lactose-Bestimmung mit Boehringer Mannheim/R-Biopharm Lactose/D-Glucose-Enzymtestkit 10 986 119 035, Ergebnis als wasserfreie Lactose angegeben
	2	UV-Detektion, Differenzierung zwischen Lactose und D-Galactose	zzgl. Fettabscheidung	Messbereich zwischen 0-1.000 mg/kg Laktose (100 mg/100g)			ja	Lactose/D-Galactose BioAnalysis (Art. Nr. 10176303035)
	3	Hausmethode GC-FID	lösen in 70 % MeOH, Derivatisiert mit HxdroxylaminHCl und BSTFA	GC-FID	in Lösungsmittel (70% MeOH)	nein	ja	keine
	4	Ionenchromatographie	in H ₂ O aufgelöst, gefiltert und verdünnt		Merck: Lactose, Art. Nr. 1.07660	nein	nein	Methodenentwicklung
	5	L01.00-17 § 64 LFGB				nein	ja	
	6	HPLC/PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. kurve und internes RM	nein	ja	
	7	HPLC-MS			Wiederfindung berechnet nach internem C13-Lactose-Standard	ja	ja	
	8	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06					ja	
	9	LACTOSE/D-GALACTOSE UV- METHODE					nein	
	10	Basierend auf AOAC 2000.17	Verdünnung mit heißem Wasser	Ionen Chromatografie		nein	ja	
	11	Hausmethode PV DE02.365 2019-03			HPLC-ELSD		ja	
	12a	ISO 22662			HPLC-ELSD	nein	ja	
	12b	interne Methode			LC-MS	nein	nein	
	13	ASU § 64 LFGB L01.00-17, modifiziert, 2010-09	5 g Probe in 100 ml Kolben mit dest. Wasser bei 70°C im Ultraschallbad extrahiert, nach dem Abkühlen Carrez-Klärung	Enzymatik, r-biopharm	Lactosemonohydrat	ja	ja	
	14	Hausmethode GCMS					ja	
	15	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration		Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja	HPAEC-PAD: 221 mg/100g
	16						ja	
	17	HPLC-RID			STANDARD KALIBRATION		nein	
	18							nur zur Information
	19	enzymatisch				nein		
	20							
	21	LC-MS/MS						
	22	Megazyme K-LOLAC, Enzymatisch	Gemäß Kit-Anleitung	Gemäß Kit-Anleitung	N/A	nein	ja	
23	Enzymatische Methode unter Verwendung des Boehringer / R-Biopharm-Test-Kombinationskits zur quantitativen Bestimmung von Laktose in jedem Lebensmittel. Die Methode wurde am NRC für pulverförmige Getränke für Aroma (PBA) validiert und wurde angepasst und validiert, um die Quantifizierung von Laktose in laktosefreien Säuglingsanfangsnahrung zu ermöglichen	Bringen Sie die gesamte Laborprobe (Originalbehälter) auf Raumtemperatur und homogenisieren Sie sie durch Mischen. Nehmen Sie den Testteil zur Analyse aus der homogenen Testprobe.		DS81 REF012 interne Referenz Probe	nein	nein		

Galactose Probe A / Probe B / Spiking Level Sample

Parameter	Auswertenummer	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	
	1					ja / nein	ja / nein		
	2	UV-Detektion, Differenzierung zwischen Lactose und D-Galactose	zzgl. Entfärbung	Messbereich zwischen 0-1.000 mg/kg Laktose (100 mg/100g)			ja	Lactose/D-Galactose BioAnalysis (Art. Nr. 10176303035)	
	3	Hausmethode GC-FID	lösen in 70 % MeOH, Derivatisiert mit HxdroxylaminHCl und BSTFA	GC-FID	in Lösungsmittel (70% MeOH)	nein	ja	keine	
	4							n.a. nicht analysiert	
	5	L01.00-17 § 64 LFGB				nein	ja		
	6	HPLC/PAD - interne Methode PNTA0179			externe Kalib. Kurve und internes RM	nein	ja		
	7								
	8	r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06					ja		
	9								
	10	Basierend auf AOAC 2000.17	Verdünnung mit heißem Wasser	Ionen Chromatografie		nein	nein		
Galactose	11								
	12a								
	12b								
	13								
	14	Hausmethode GCFID					ja		
	15	Enzymatik	homogenisieren, wäßrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration		Standards aus Enzym-Kit r-biopharm	nein	ja		
	16						ja		
	17								
	18	-	-	-	-	-	-	-	
	19	enzymatisch					nein		
	20								
	21	HPAEC-PAD							
	22								
	23								

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA -ptAI01 Probe B

Gewicht Gesamtprobe	2,19	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	24,3	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,02	50	19,9
2	5,03	53	21,1
3	5,01	45	18,0
4	5,02	39	15,5
5	4,98	47	18,9
6	5,06	44	17,4
7	5,05	38	15,0
8	4,98	44	17,7

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	45,0	Partikel
Standardabweichung	5,12	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	4,07	
Wahrscheinlichkeit	77	%
Wiederfindungsrate	74	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	17,9	mg/kg
Standardabweichung	2,04	mg/kg
rel. Standardabweichung	11,4	%
Horwitz Standardabweichung	10,4	%
HorRat-Wert	1,1	
Wiederfindungsrate	74	%

Microtracer Homogenitätstest

DLA -ptAI01 Dotierungsniveauprobe

Gewicht Gesamtprobe	1,73	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	27,6	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	4,96	73	29,4
2	5,01	78	31,1
3	5,03	73	29,0
4	5,01	84	33,5
5	4,97	80	32,2
6	5,02	74	29,5
7	4,97	75	30,2
8	4,95	86	34,7

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	77,9	Partikel
Standardabweichung	5,24	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	2,47	
Wahrscheinlichkeit	93	%
Wiederfindungsrate	113	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	31,2	mg/kg
Standardabweichung	2,10	mg/kg
rel. Standardabweichung	6,7	%
Horwitz Standardabweichung	9,5	%
HorRat-Wert	0,71	
Wiederfindungsrate	113	%

5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	ptAI01 - 2020
EP-Name	Lactose + Fructose in "lactosefreiem" Lebensmittel
Probenmatrix (Prozessierung)	Proben A + B: Kekse / Zutaten: Weizenmehl, Invertzuckersirup, Glukosesirup, Zuckerablaufsirup, Zucker, pflanzliches Fett (Palm), Backtriebmittel: Kaliumcarbonat, Ammoniumhydrogencarbonat), Gewürze (Zimt, Nelken), Salz, Zitronenschalenpaste, sowie Lactose und Fructose (eine der beiden Proben) Dotierungsniveauprobe: Kartoffelpulver sowie Lactose und Fructose
Probenzahl und Probenmenge	2 unterschiedliche Proben A + B: je 25 g + 1 Dotierungsniveauprobe: 15 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur (Langzeit 2 - 10°C) Dotierungsniveauprobe: Raumtemperatur
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	qualitativ + quantitativ: Lactose (optional: Galactose) + Fructose Proben A + B: Lactose < 500 mg/100g Dotierungsniveauprobe: Lactose < 500 mg/100g
Untersuchungsmethoden	Methode ist freigestellt
Hinweis 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. Von den Proben A + B soll jeweils die Gesamtmenge homogenisiert werden.
Ergebnisangabe	Es werden für jede Probe A , B und Dotierungsniveauprobe je ein Ergebnis ermittelt. Die Einzelergebnisse sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen.
Einheiten	mg/100g
Anzahl von Stellen	mindestens 2 signifikante Stellen
Ergebnisabgabe	Die Ergebnisabgabe-Datei wird per eMail übermittelt an: pt@dla-lvu.de
Letzter Abgabetermin	spätestens 26. Juni 2020 (verlängert)
Auswertebereich	Der Auswertebereich wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.
Koordinator und Ansprechpartner der EP	Alexandra Scharf MSc.

* 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
		SCHWEIZ
		SPANIEN
		ITALIEN
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		ITALIEN
		GROSSBRITANNIEN
		ITALIEN
		Deutschland
		SCHWEIZ
		BELGIEN
		Deutschland
		Deutschland
		SPANIEN
		GROSSBRITANNIEN
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		ÖSTERREICH
		SPANIEN
		GRIECHENLAND

[Die Adressdaten der Teilnehmer wurden für die allgemeine Veröffentlichung des Auswerte-Berichts 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 01.00-17 (2010) / DIN 10344 : Bestimmung des Lactose- und Galactosegehaltes von Milch und Milchprodukten; Enzymatisches Verfahren / Milk and milk products – Determination of lactose and D-galactose content – Enzymatic method
19. ASU §64 LFGB L 01.00-90 Bestimmung des Lactosegehaltes in lactosereduzierter Milch und lactosereduzierten Milchprodukten in Gegenwart von Glucose; Enzymatisches Verfahren (2014) [Milk and milk products – Determination of lactose in lactose-reduced milk products in the presence of glucose – Enzymatic method]
20. ASU §64 LFGB L 17.00-7 Bestimmung von Lactose in Brot einschließlich Kleingebäck aus Brotteigen (1983) [Determination of lactose in bread including small pastries from bread doughs]
21. ASU §64 LFGB L 48.01-4 Bestimmung von Lactose in teiladaptierter Säuglingsnahrung auf Milchbasis (1985) [Determination of lactose in partially-adapted infant milk-based food]
22. ASU §64 LFGB L 48.02.07-1 Bestimmung von Glucose und Fructose in Kinder-Zwieback und Zwiebackmehl (1985) [Determination of glucose and fructose in children's rusk and rusk flour]

- 23.ISO 22662:2012; Milch und Milchprodukte - Bestimmung des Lactosegehalts mit Hochleistungs-Flüssigchromatographie (Referenzverfahren) / Milk and milk products - Determination of lactose content by high-performance liquid chromatography (Reference method)

DLA ptAI01 (2020) - Lactose und Fructose

Alle 23 Teilnehmer haben fristgerecht Ergebnisse eingereicht. Die Auswertung von Lactose und Fructose in Keksen erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (Fructose) bzw. anhand von Präzisionsdaten einer ASU-Methode (Lactose). Für Galactose lagen zu wenige bzw. inhomogene, quantitative Ergebnisse vor. Es lagen 58% bis 75% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

15 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, Griechenland, Großbritannien, Italien, Niederlande, Österreich, Schweiz, Spanien).