



Auswertungs-Bericht

Laborvergleichsuntersuchung

DLA ptAU01 (2021)

Ballaststoffe, lösliche/unlösliche Ballaststoffe und Inulin

in Getreideerzeugnis (Zwieback)

DLA - Proficiency Tests GmbH

Hauptstr. 80

23845 Oering/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 Hauptstr. 80, 23845 Oering, 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 ptAU01 (2021)
<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. Oktober 2021)</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. Oktober 2021</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.....	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.....	10
3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision.....	11
3.6.3 Werte aus Erkenntnissen	12
3.7 z-Score.....	12
3.7.1 Warn- und Eingriffssignale.....	12
3.8 z'-Score.....	14
3.9 Variationskoeffizient (VKR).....	14
3.10 Quotient S*/opt.....	15
3.11 Standardunsicherheit und Rückführbarkeit.....	15
4. Ergebnisse.....	16
4.1 Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin in g/100g.....	18
4.1.1 Probe A (Methoden: 1).....	18
4.1.2 Probe B (Methoden: 1).....	21
4.2 Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin in g/100g.....	24
4.2.1 Probe A (Methoden: 2+3).....	24
4.2.2 Probe B (Methoden: 2+3).....	27
4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g.....	30
4.3.1 Probe A (Methoden: 1a, 2a, 3a).....	30
4.3.2 Probe B (Methoden: 1a, 2a, 3a).....	33
4.4 Lösliche Ballaststoffe in g/100g.....	36
4.4.1 Probe A (Methoden: 1b, 2b, 3b+c).....	36
4.4.2 Probe B (Methoden: 1b, 2b, 3b+c).....	37
4.5 Inulin / Fructane in g/100g.....	38
4.5.1 Probe A (Methoden: 5 + 6).....	38
4.5.2 Probe B (Methoden: 5 + 6).....	41
4.6 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle.....	44
5. Dokumentation.....	45
5.1 Angaben der Teilnehmer.....	45
5.1.1 Primärdaten.....	45
5.2 Homogenität.....	54
5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....	54
5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP).....	55
6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge.....	56
7. Verzeichnis relevanter Literatur.....	57

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 handelsüblichen Zwieback aus Dinkel eines Europäischen Anbieters. Die Grundzusammensetzung war für beide Proben A und B gleich (s. Tabelle 1). Probe A wurde zusätzlich Inulin zugegeben.

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

Anschließend wurde die dotierte Probe A folgendermaßen hergestellt:

Zuvor gesiebttes Inulin (mesh 400 µm) wurde zu einem Aliquot der Grundmatrix gegeben und die Mischung homogenisiert. Anschließend wurde portionsweise erneut Grundmatrix zugegeben und jeweils homogenisiert bis die Gesamtmenge erreicht war.

Die Proben wurden zu Portionen von ca. 40 g in metallisierte PET-Folienbeutel abgefüllt und chronologisch nummeriert.

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

Tabelle 1: Zusammensetzung der DLA-Proben

Zutaten	Probe A	Probe B
Dinkel-Zwieback, Bio Zutaten: Dinkelmehl (83%), Dinkelvollkornschrot (9%), Sonnenblumenöl, Hefe, Salz, Koriander Nährwerte pro 100 g: Fett 6,8 g, Kohlenhydrate 70 g davon Zucker 2,2 g, Protein 13 g, Salz 0,98 g - davon Ballaststoffe (4,3 %) **	96,7 g/100g * 4,2 g/100g **	100 g/100g * 4,3 g/100g **
Inulin	3,05 g/100g *	-

* Gehalte gemäß gravimetrischer Mischung

** Gehalte gemäß Deklaration

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 A hat eine Wahrscheinlichkeit von 91% ergeben. Die Partikel-Ergebnisse wurden zusätzlich in Konzentrationen umgerechnet, statistisch als Normalverteilung ausgewertet und mit der Standardabweichung nach Horwitz verglichen. Für die Beurteilung sind HorRat-Werte zwischen 0,3 und 1,3 unter Wiederholbedingungen (Messungen innerhalb des Labors) zu akzeptieren [16, 17]. Es wurde ein HorRat-Wert von 1,1 für die vorliegenden LVU-Proben erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

Die Berechnung der **Wiederholstandardabweichung S_r der Doppelbestimmungen der Teilnehmer** wurde ebenfalls als Homogenitätskriterium für diese LVU herangezogen. Sie liegt für die Parameter Gesamt-Ballaststoffe (Methoden 1) mit und ohne Inulin bei ca. 5,2% bzw. 5,4% und für Inulin/Fructane bei 2,0 % (Probe A mit Inulinzusatz) bzw. bei 5,3% (Probe B mit Inulinzusatz). Die Wiederholstandardabweichungen sind somit vergleichbar mit den Präzisionsdaten der jeweiligen genormten Methoden (ASU L 00.00-18 / L 16.08-1 / L 17.03-1 bzw. ASU L 00.00-94, s. 3.6.2) (vgl. Tab. 2) [18-21]. Die Wiederholstandardabweichungen der Teilnehmer sind bei den statistischen Kennzahlen angegeben (4.1 bis 4.3).

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

Parameter	VK_r Probe A	VK_r Probe B*
Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin (1)	5,16 %	5,44 %
Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin (2+3)	1,98 %	1,19 %
Unlösliche Ballaststoffe (1a, 2a, 3a)	8,39 %	5,34 %
Inulin / Fructane (5+6)	2,00 %	5,31 %*

* Probe B ohne Inulin-Zusatz
(1 - 6) Methoden siehe Seite 16

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 Ballaststoffe und Inulin.

Der a_w -Wert der EP-Proben lag bei ca. 0,17 und 0,19 (20-21°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 18. Kalenderwoche 2021 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien Probe A und B verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 02. Juli 2021.

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

Es handelt sich um zwei unterschiedliche Proben von Zwieback. Einer der beiden Proben A oder B wurde Inulin zugesetzt. Der Fettgehalt der Proben liegt bei < 10%.

Die Parameter Gesamtballaststoffe, lösliche/unlösliche Ballaststoffe und Inulin sollen für jede Probe jeweils in Doppelbestimmung untersucht werden.

Hinweis: Die Analysemethoden sind freigestellt. Bitte beachten Sie jedoch sorgfältig die vorgegebenen Methodenzeilen in der Ergebnisabgabe-Datei. Direkt unter der Tabelle finden sich Fußnoten mit Hinweisen zu den Verfahren und Normen.

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

2.3 Ergebnisübermittlung

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

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

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

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

Alle 17 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis abgegeben.

3. Auswertung

3.1 Konsenswert der Teilnehmer (zugewiesener Wert)

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

In der vorliegenden Auswertung wurde für die Parameter Gesamt-Ballaststoffe Methoden 2+3 die Bewertung ab 5 Ergebnissen durchgeführt, da die statistischen Kennzahlen dies zulassen. Es ist zu beachten, dass die Aussagekraft aufgrund der wenigen Ergebnisse eingeschränkt ist.

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 Berech-

nung der Wiederholstandabweichung 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 Vergleichsstandardabweichung

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

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

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

3.5 Ausschluss von Ergebnissen und Ausreißer

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

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

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

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

3.6 Zielstandardabweichung (für die Eignungsbeurteilung)

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

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

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

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

Zur Bewertung der Ergebnisse wurde für alle Parameter jeweils die Zielstandardabweichung der Auswertung eines Versuchs zur Präzision (s. 3.6.2) verwendet (ASU §64 Methoden: L 16.08-1, L 17.03-1, L 00.00-94; AOAC 2009.01).

Zusätzlich wurde für die Methoden 1 (Gesamt-Ballaststoffe) und 1a+2a+3a (unlös.) die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).

Hinweis: Methoden 1-6 siehe Seite 16

3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

Anhand der in zahlreichen LVUs für unterschiedliche Parameter und Analysenmethoden erhaltenen statistischen Kenndaten hat Horwitz ein allgemeines Modell für die Schätzung der Vergleichsstandardabweichung 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 3 angegebenen relativen Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relativen Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) wurden in Ringversuchen mittels der angegebenen Methoden ermittelt.

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

Tabelle 3: Relative Wiederholstandardabweichungen (RSD_r) und relative Vergleichsstandardabweichungen (RSD_R) gemäß ausgewählter Auswertungen von Versuchen zur Präzision und die resultierende Zielstandardabweichung σ_{pt} [18 – 21]

Parameter	Matrix	Mittelwerte [g/100g]	RSD_r	RSD_R	σ_{pt}	Methode / Literatur
Gesamtballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Roggenmischbrot	8,83	2,49 %	5,10 %	4,8 %	ASU §64
	Getreidekleie	13,62	5,87 %	12,4 %	11,7 % ¹	L 17.03-1 L 16.08-1
Unlösliche Ballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Roggenmischbrot	5,45	5,14 %	8,44 %	7,6 %	ASU §64
	Getreidekleie	10,21	6,46 %	14,5 %	13,8 % ¹	L 17.03-1 L 16.08-1
lösliche Ballaststoffe (enzymatisch-gravimetrisch)	Roggenmischbrot	3,02	14,6 %	20,9 %	18,2 %	ASU §64 L 17.03-1
Inulin (enzymatisch-photometrisch)	Fertigmehl	16,7	1,86 %	3,60 %	3,4 %	ASU §64
	Säuglingsnahrung	0,61	4,92 %	8,20 %	7,4 % ¹	L 00.00-94
	Schokolade	5,95	2,35 %	4,03 %	3,7 %	
Gesamtballaststoffe u.a. inkl. Inulin (enzymatisch-gravimetrisch + Flüssigchromatographie)	Vollkornbrot	11,6	12,3 %	18,0 %	15,8 % ¹	AOAC
	Vollkornnudeln	12,7	4,47 %	11,3 %	10,8 %	2009.01

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

3.6.3 Werte aus Erkenntnissen

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

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

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

Rechtliche Anforderungen:

Im Leitfaden zur Lebensmittel-Informationen-VO liegen die zulässigen Toleranzen für die Nährwertangaben u.a. für Ballaststoffe bei ± 2 g für Gehalte von < 10 g/100g und bei ± 20 % für Gehalte von 10-40 g/100g [22].

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

Parameter	Matrix	rob. Mittelwert [g/100g]	rob. SD (S*) [g/100g]	rel. SD (VK _{S*}) [%]	Quotient S*/σ _{opt}	DLA-Bericht
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	6,06	0,840	13,9	2,0	DLA 26/2015
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	8,15	0,579	7,10	1,5	DLA 36/2016
Gesamtballaststoffe	Getreideerzeugnis	4,32	1,06	24,5	2,2*	DLA 35/2017
Gesamtballaststoffe mit Inulin	Getreideerzeugnis	11,1 14,3	1,00 1,15	8,98 8,01	0,57 0,51	DLA 35/2019 Proben ***
Gesamtballaststoffe ohne Inulin	Getreideerzeugnis	8,82 8,50	0,795 0,803	9,02 9,44	1,9 2,0	DLA 35/2019 Proben ***
Gesamtballaststoffe mit Inulin (2+3)	Getreideerzeugnis	7,51 5,41	0,765 0,480	10,2 8,88	0,65 0,56	DLA ptAU01 (2021) Proben ***
Gesamtballaststoffe ohne Inulin (1)	Getreideerzeugnis	4,36 4,30	0,797 0,621	18,3 14,4	1,4* 1,2*	DLA ptAU01 (2021) Proben ***
Inulin	Getreideerzeugnis	3,68	0,690	18,8	1,9	DLA 26/2015
Inulin	Getreideerzeugnis	3,14	0,524	16,7	1,8	DLA 36/2016
Inulin	Getreideerzeugnis	3,35	0,468	14,0	2,2	DLA 35/2017
Inulin	Getreideerzeugnis	0,730** 4,73	0,332 0,628	41,0 13,3	2,6* 2,2*	DLA 35/2019 Proben ***
Inulin/Fruktane (5+6)	Getreideerzeugnis	2,85 0,196	0,241 0,0925	8,46 47,3	1,1 2,1	DLA ptAU01 (2021) Proben ***

* mit Zielstandardabweichung σ_{opt}

** Median

*** Ergebnisse: 1. Zeile Probe A, 2. Zeile Probe B

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

Zur **Ergebnisübermittlung** und **Auswertung** wurden in der vorliegenden LVU von DLA nachstehende Methoden-Einteilungen vorgegeben/verwendet:

Parameter (Methoden)
Gesamt-Ballaststoffe , ohne Inulin (1)
Unlösliche Ballaststoffe, ohne Inulin (1a)
Lösliche Ballaststoffe, ohne Inulin (1b)
Gesamt-Ballaststoffe , einschließlich Inulin (2)
Unlösliche Ballaststoffe (2a)
Lösliche Ballaststoffe, einschließlich Inulin (2b)
Gesamt-Ballaststoffe , Summe von IDF, HMW SDF und LMW SDF (3)
Unlösliche Ballaststoffe (insoluble dietary fiber) IDF (3a)
Lösliche Ballaststoffe (High molecular weight soluble dietary fiber HMW SDF) (3b)
Lösliche Ballaststoffe (Low molecular weight soluble dietary fiber LMW SDF) (3c)
Gesamt-Ballaststoffe , andere (4)
Inulin (5)
Fructane (6)

- (1) enzymatisch-gravimetrische Methoden wie ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin kommen kann oder Inulin abgebaut wurde (1a + 1b) z.B. nach Inulinase-Reaktion
- (2) enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie wie AOAC 2009.01, bei der Inulin mit erfasst wird (2a + 2b) z.B. ohne Inulinase-Reaktion
- (3) Gesamt-Ballaststoffe als Summe von unlöslichen Ballaststoffen (Insoluble DF) und löslichen Ballaststoffen (High Molecular Weight Soluble DF und Low Molecular Weight Soluble DF) (AOAC 2017.16)
- (4) andere Methoden
- (5) enzymatische Methoden (z.B. ASU L 00.00-94)
- (6) Flüssigchromatographie nach enzymatischer Behandlung (z.B. ISO 22579 (IDF 241):2020/AOAC 2016.14)

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 %
<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**:

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 Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin in g/100g

4.1.1 Probe A (Methoden: 1)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	18
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	4,32
Median	4,42
Robuster Mittelwert (X_{pt})	4,36
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,797
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	17
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,220
Variationskoeffizient (VK_r)	5,16%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,802
Variationskoeffizient (VK_R)	18,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,561
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,140
Untere Grenze des Zielbereichs	3,24
Obere Grenze des Zielbereichs	5,49
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,4
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,235
Ergebnisse im Zielbereich	16
Prozent im Zielbereich	89%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 16.08-1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine leicht erhöhte Variabilität. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann $< 2,0$.

Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

89% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

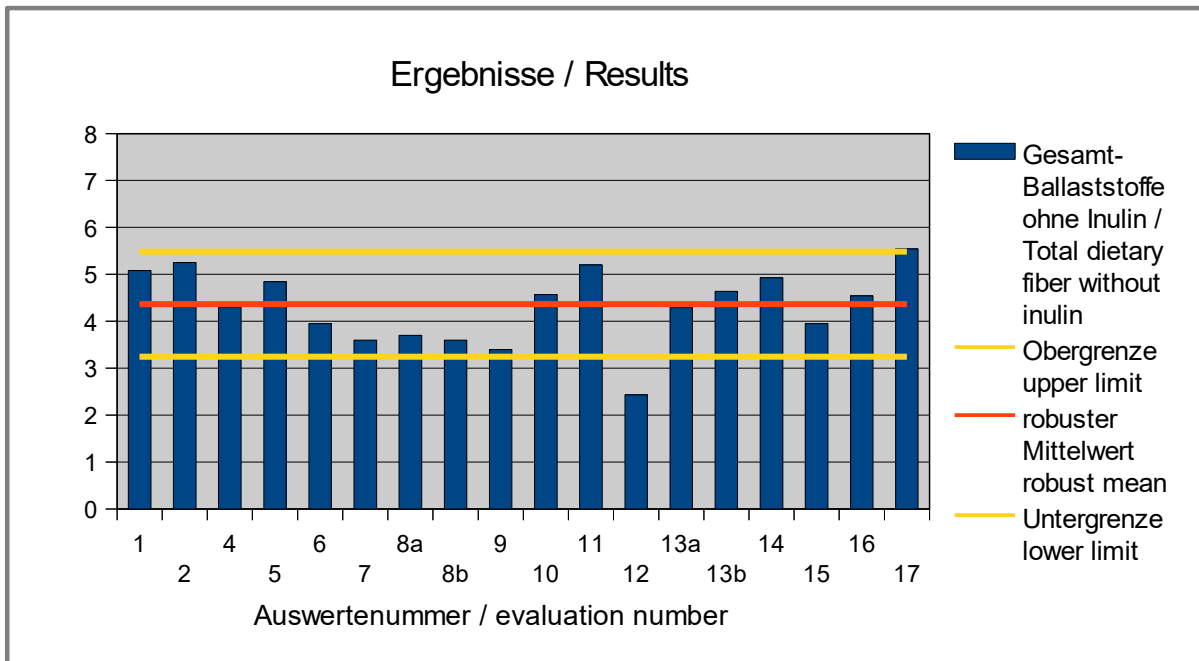


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe A / Results total dietary fiber without inulin sample A

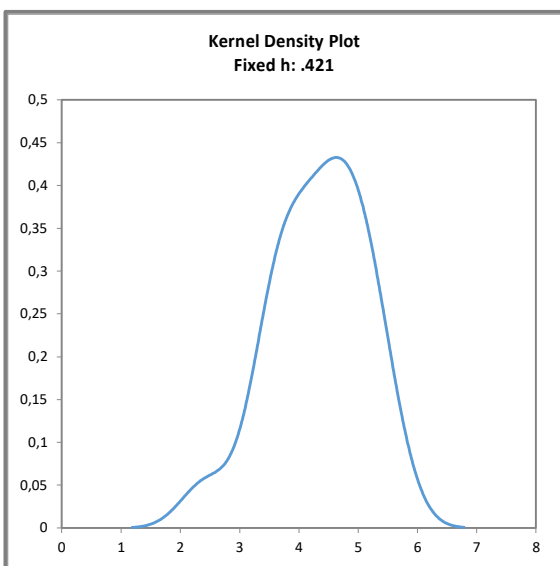


Abb. / Fig. 2:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit zwei leichten Schultern.

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

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin / Total dietary fiber without inulin	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Methode	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Method	Remark
1	5,08	0,716	1,3	5,1	4 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
2	5,25	0,886	1,6	6,3	1	
4	4,30	-0,069	-0,12	-0,49	2 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
5	4,84	0,476	0,85	3,4	1	
6	3,95	-0,414	-0,74	-3,0	1	
7	3,60	-0,764	-1,4	-5,5	1	
8a	3,70	-0,664	-1,2	-4,7	1	
8b	3,60	-0,764	-1,4	-5,5	4 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
9	3,40	-0,964	-1,7	-6,9	2 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
10	4,57	0,206	0,37	1,5	1	
11	5,20	0,836	1,5	6,0	1	
12	2,43	-1,934	-3,4	-14	1	
13a	4,29	-0,074	-0,13	-0,53	1	
13b	4,64	0,276	0,49	2,0	4 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
14	4,93	0,566	1,0	4,1	1	
15	3,95	-0,414	-0,74	-3,0	1	
16	4,54	0,176	0,31	1,3	1	
17	5,54	1,176	2,1	8,4	1	

(1) enzymatisch-gravimetrische Methoden wie ASUL 00.00-18 (ASUL 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin kommen kann oder Inulin abgebaut wurde

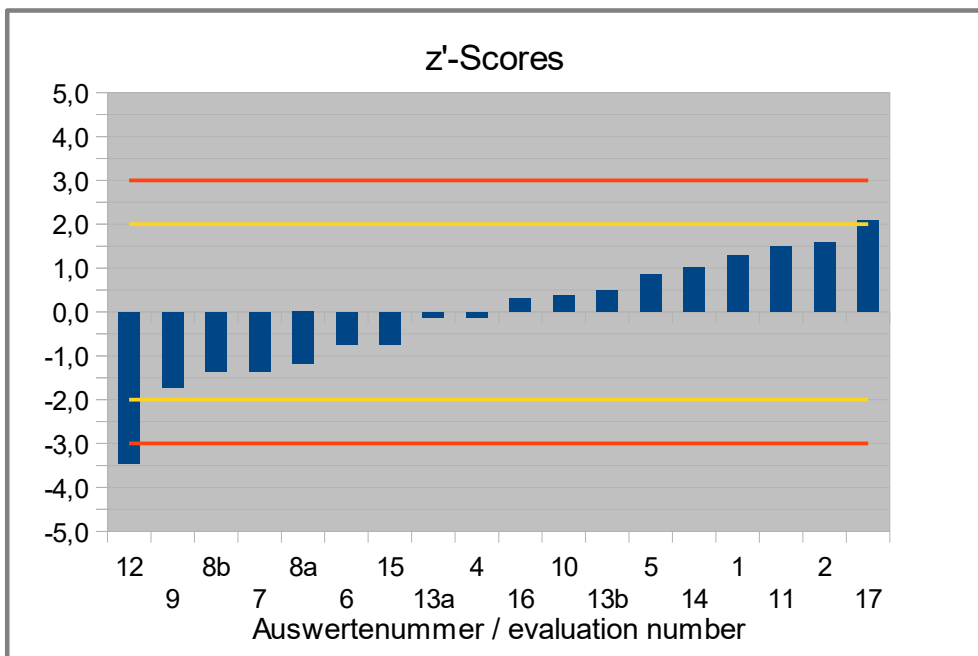


Abb. / Fig. 3: z'-Scores Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe A / Total dietary fiber without inulin sample A

4.1.2 Probe B (Methoden: 1)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	18
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	4,26
Median	4,19
Robuster Mittelwert (x_{pt})	4,30
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,621
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	17
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,230
Variationskoeffizient (VK_r)	5,44%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,714
Variationskoeffizient (VK_R)	16,9%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,535
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,138
Untere Grenze des Zielbereichs	3,23
Obere Grenze des Zielbereichs	5,4
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,2
Standardunsicherheit $U(x_{pt})$	0,183
Ergebnisse im Zielbereich	16
Prozent im Zielbereich	89%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 16.08-1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine leicht erhöhte Variabilität. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann $< 2,0$.

Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

89% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Hinweis: Für Methode 1 betrug die Differenz der robusten Mittelwerte von Probe A (mit Zusatz von 3,05 g/100g Inulin) und Probe B 0,06 g/100g.

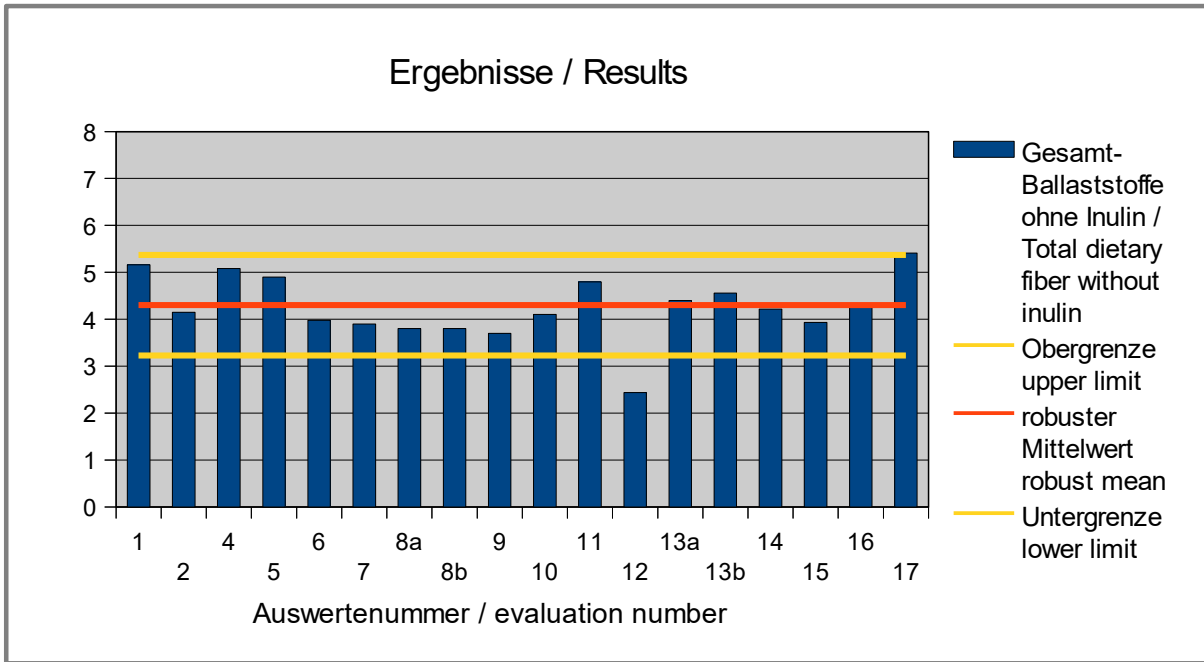


Abb. / Fig. 4: Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe B / Results total dietary fiber without inulin sample B

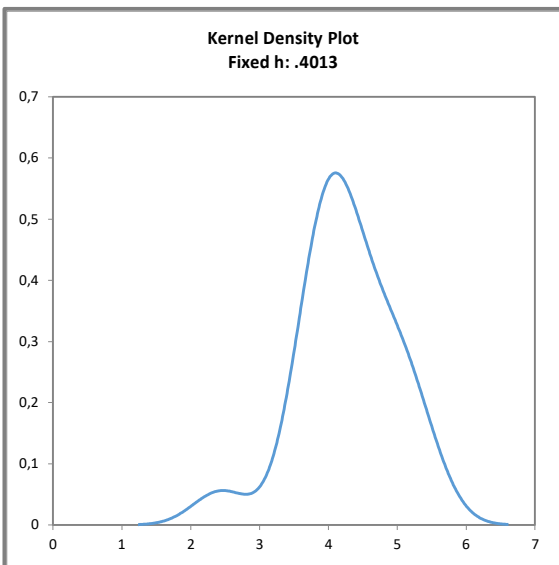


Abb. / Fig. 5:

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

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

Anmerkung:

Die Kerndichte-Schätzung zeigt annähernd eine symmetrische Verteilung der Ergebnisse mit einer leichten Schulter und einem kleinen Nebenpeak.

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin / Total dietary fiber without inulin	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Methode	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Method	Remark
1	5,16	0,861	1,6	6,2	4 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
2	4,15	-0,149	-0,28	-1,1	1	
4	5,08	0,781	1,5	5,7	2 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
5	4,90	0,601	1,1	4,4	1	
6	3,98	-0,319	-0,60	-2,3	1	
7	3,90	-0,399	-0,75	-2,9	1	
8a	3,80	-0,499	-0,93	-3,6	1	
8b	3,80	-0,499	-0,93	-3,6	4 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
9	3,70	-0,599	-1,1	-4,3	2 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
10	4,11	-0,194	-0,36	-1,4	1	
11	4,80	0,501	0,94	3,6	1	
12	2,44	-1,859	-3,5	-13	1	
13a	4,40	0,101	0,19	0,73	1	
13b	4,56	0,261	0,49	1,9	4 = 1	Methode 1 von DLA zugeordnet
14	4,22	-0,079	-0,15	-0,57	1	
15	3,93	-0,369	-0,69	-2,7	1	
16	4,30	0,001	0,00	0,01	1	
17	5,41	1,111	2,1	8,0	1	

(1) enzymatisch-gravimetrische Methoden wie ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin kommen kann oder Inulin abgebaut wurde

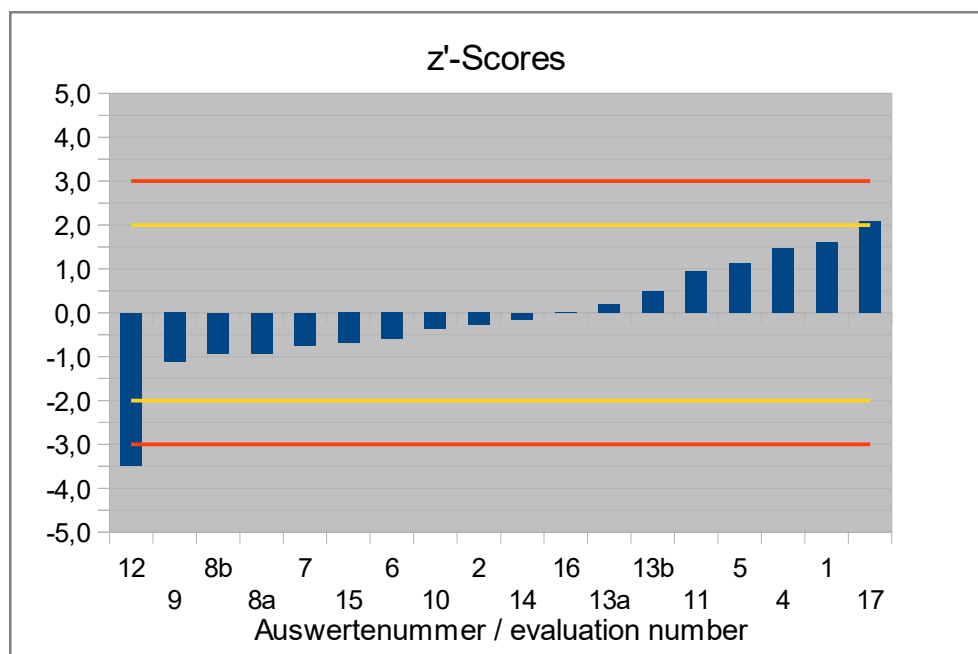


Abb. / Fig. 6: z'-Scores Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin Probe B / Total dietary fiber without inulin sample B

4.2 Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin in g/100g

4.2.1 Probe A (Methoden: 2+3)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	7,51
Median	7,50
Robuster Mittelwert (X_{pt})	7,51
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,765
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	3
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,143
Variationskoeffizient (VK_r)	1,98%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,727
Variationskoeffizient (VK_R)	10,1%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	1,18
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,222
Untere Grenze des Zielbereichs	5,14
Obere Grenze des Zielbereichs	9,87
Quotient S^*/σ_{pt}	0,65
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,428
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	100%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (AOAC 2009.01) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine geringe Variabilität mit einem Quotienten $S^*/\sigma_{pt} < 1,0$.

Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

100% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

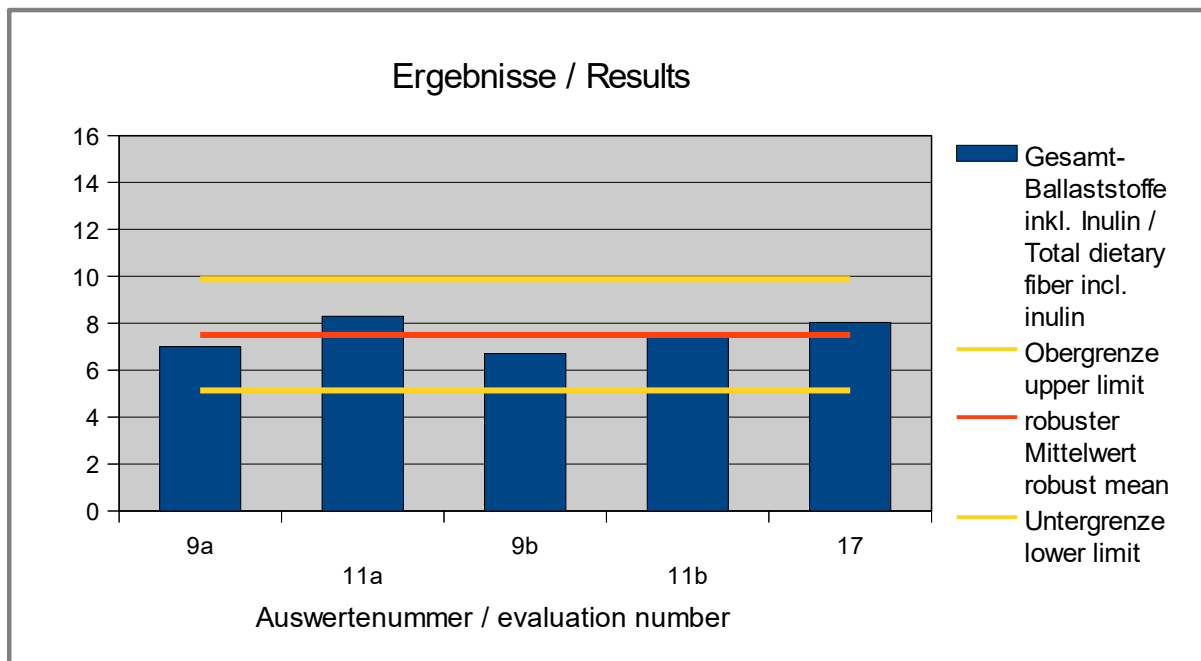


Abb. / Fig. 7: Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe A / Results total dietary fiber with inulin sample A

Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

Ergebnisse der Teilnehmer:
Results of Participants:

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin / Total dietary fiber incl. inulin	Abweichung [g/100g]	z-Score	z-Score	Methode	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Method	Remark
9a	7,00	-0,508	-0,43	-2,3	4 = 2	Methode 2 von DLA zugeordnet
11a	8,30	0,792	0,67	3,6	2	
9b	6,70	-0,808	-0,68	-3,6	3	
11b	7,50	-0,008	-0,01	-0,04	3	
17	8,04	0,532	0,45	2,4	3	

(2) enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie wie AOAC 2009.01, bei der Inulin mit erfasst wird

(3) Gesamt-Ballaststoffe als Summe von unlöslichen Ballaststoffen (Insoluble DF) und löslichen Ballaststoffen (High Molecular Weight Soluble DF und Low Molecular Weight Soluble DF) (AOAC 2017.16)



Abb. / Fig. 8: z-Scores Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe A / Total dietary fiber with inulin sample A

4.2.2 Probe B (Methoden: 2+3)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	5
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	5,41
Median	5,40
Robuster Mittelwert (X_{pt})	5,41
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,480
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	3
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,063
Variationskoeffizient (VK_r)	1,19%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,129
Variationskoeffizient (VK_R)	2,45%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,852
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,168
Untere Grenze des Zielbereichs	3,70
Obere Grenze des Zielbereichs	7,11
Quotient S^*/σ_{pt}	0,56
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,268
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	100%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (AOAC 2009.01) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine geringe Variabilität mit einem Quotienten $S^*/\sigma_{pt} < 1,0$.

Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

100% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Hinweis: Für die Methoden 2+3 betrug die Differenz der robusten Mittelwerte von Probe A (mit Zusatz von 3,05 g/100g Inulin) und Probe B 2,10 g/100g.

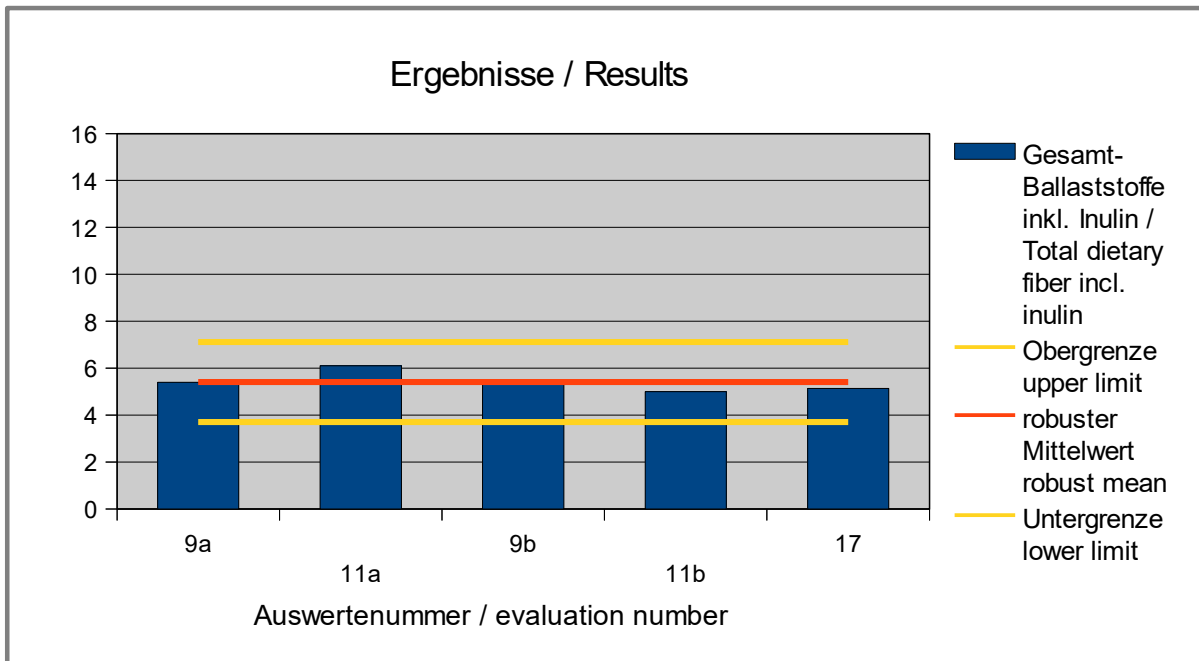


Abb. / Fig. 9: Ergebnisse Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe B / Results total dietary fiber with inulin sample B

Anmerkung:

Eine Kerndichte-Schätzung wurde aufgrund der Anzahl von < 8 Ergebnissen nicht vorgenommen.

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

Auswertenummer	Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin / Total dietary fiber incl. inulin	Abweichung [g/100g]	z-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Methode	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]			Method	Remark
9a	5,40	-0,008	-0,01	-0,05	4 = 2	Methode von DLA zugeordnet
11a	6,10	0,692	0,81	4,1	2	
9b	5,40	-0,008	-0,01	-0,05	3	
11b	5,00	-0,408	-0,48	-2,4	3	
17	5,14	-0,268	-0,31	-1,6	3	

(2) enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie wie AOAC 2009.01, bei der Inulin mit erfasst wird

(3) Gesamt-Ballaststoffe als Summe von unlöslichen Ballaststoffen (Insoluble DF) und löslichen Ballaststoffen (High Molecular Weight Soluble DF und Low Molecular Weight Soluble DF) (AOAC 2017.16)

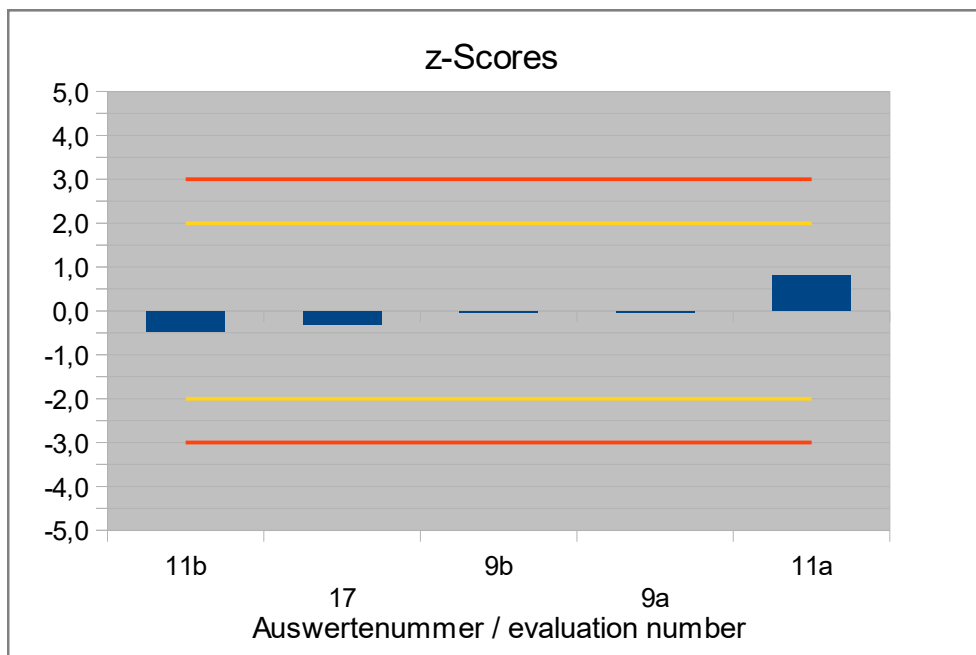


Abb. / Fig. 10: z-Scores Gesamt-Ballaststoffe inkl. Inulin Probe B / Total dietary fiber with inulin sample B

4.3 Unlösliche Ballaststoffe in g/100g

4.3.1 Probe A (Methoden: 1a, 2a, 3a)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2,72
Median	2,90
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,75
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,493
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	11
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,227
Variationskoeffizient (VK_r)	8,39%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,523
Variationskoeffizient (VK_R)	19,3%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,421
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,094
Untere Grenze des Zielbereichs	1,91
Obere Grenze des Zielbereichs	3,59
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,17
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,186
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	91%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 16.08-1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine leicht erhöhte Variabilität. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann $< 2,0$.

Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

91% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

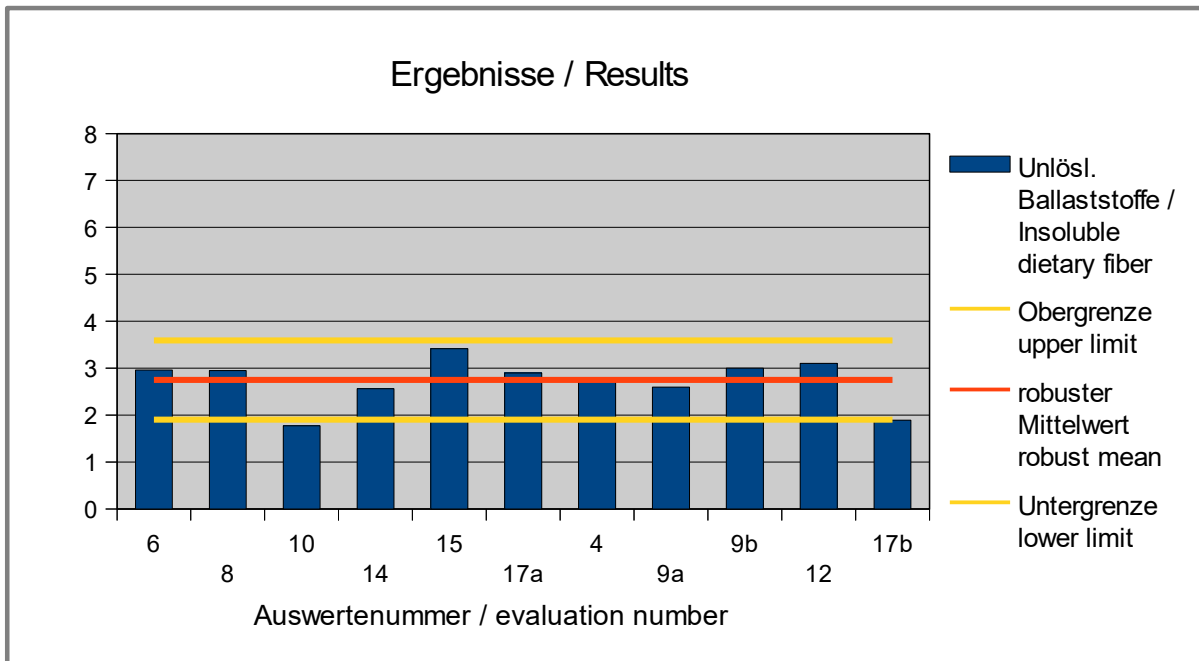


Abb. / Fig. 11: Ergebnisse unlösliche Ballaststoffe Probe A / Results insoluble dietary fiber sample A

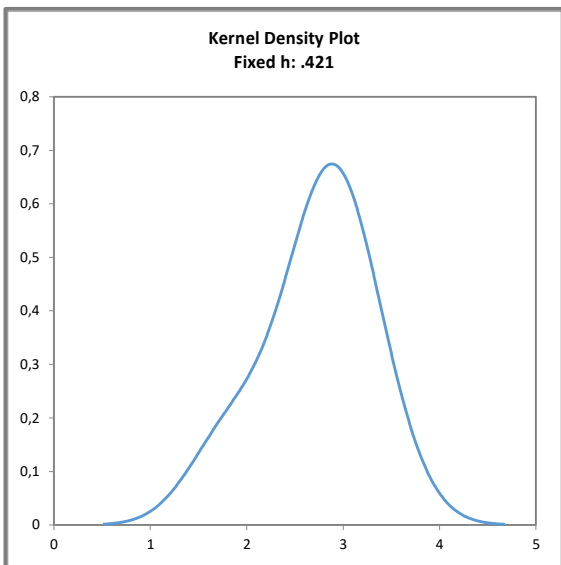


Abb. / Fig. 12:

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.

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

Auswertenummer Evaluation number	Unlösliche Ballaststoffe / Insoluble dietary fiber	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Methode Method	Hinweis Remark
6	2,96	0,211	0,50	2,2	1a	
8	2,95	0,201	0,48	2,1	1a	
10	1,77	-0,979	-2,3	-10	1a	
14	2,56	-0,189	-0,45	-2,0	1a	
15	3,42	0,666	1,6	7,1	1a	
17a	2,90	0,151	0,36	1,6	1a	
4	2,74	-0,014	-0,03	-0,15	2a = 1a	Methode 1a von DLA zugeordnet
9a	2,60	-0,149	-0,35	-1,6	2a = 1a	Methode 1a von DLA zugeordnet
9b	3,00	0,251	0,60	2,7	3a	
12	3,10	0,351	0,83	3,7	3a	
17b	1,89	-0,859	-2,0	-9,1	3a	

(1) enzymatisch-gravimetrische Methoden wie ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin kommen kann oder Inulin abgebaut wurde

(1a + 1b) z.B. nach Inulinase-Reaktion

(2) enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie wie AOAC 2009.01, bei der Inulin mit erfasst wird

(2a + 2b) z.B. ohne Inulinase-Reaktion

(3) Gesamt-Ballaststoffe als Summe von unlöslichen Ballaststoffen (Insoluble DF) und löslichen Ballaststoffen (High Molecular Weight Soluble DF und Low Molecular Weight Soluble DF) (AOAC 2017.16)

(3a) unlösliche Ballaststoffe (Insoluble DF)

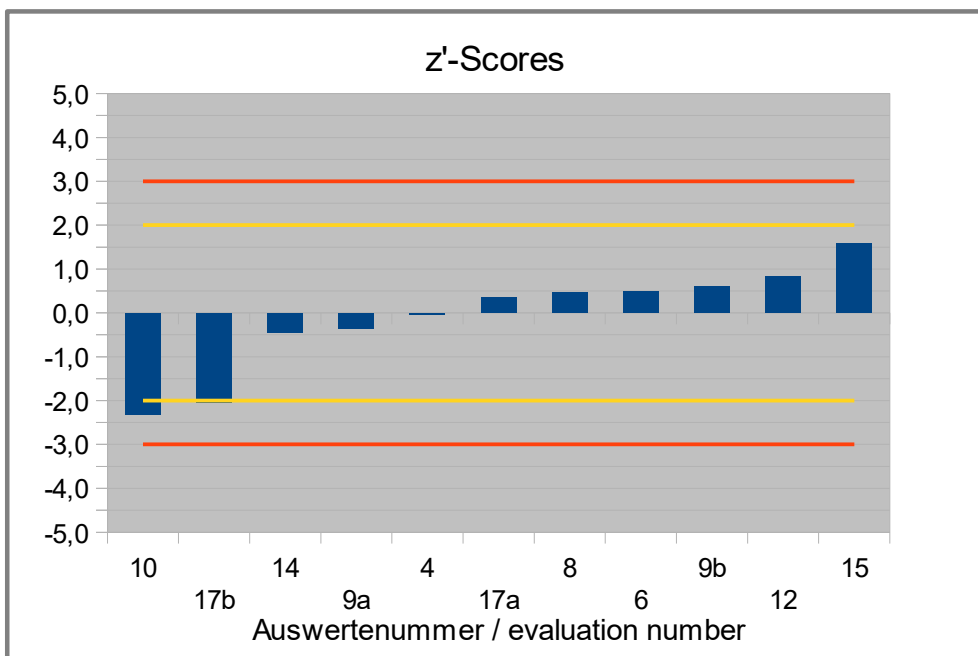


Abb. / Fig. 13: z'-Scores unlösliche Ballaststoffe Probe A / insoluble dietary fiber sample A

4.3.2 Probe B (Methoden: 1a, 2a, 3a)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	11
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	2,64
Median	2,90
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,75
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,569
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	10
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,150
Variationskoeffizient (VK_r)	5,34%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,445
Variationskoeffizient (VK_R)	15,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,434
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,094
Untere Grenze des Zielbereichs	1,88
Obere Grenze des Zielbereichs	3,61
Quotient S^*/σ_{pt}'	1,3
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,214
Ergebnisse im Zielbereich	10
Prozent im Zielbereich	91%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 16.08-1) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine leicht erhöhte Variabilität. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann $< 2,0$. Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

91% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

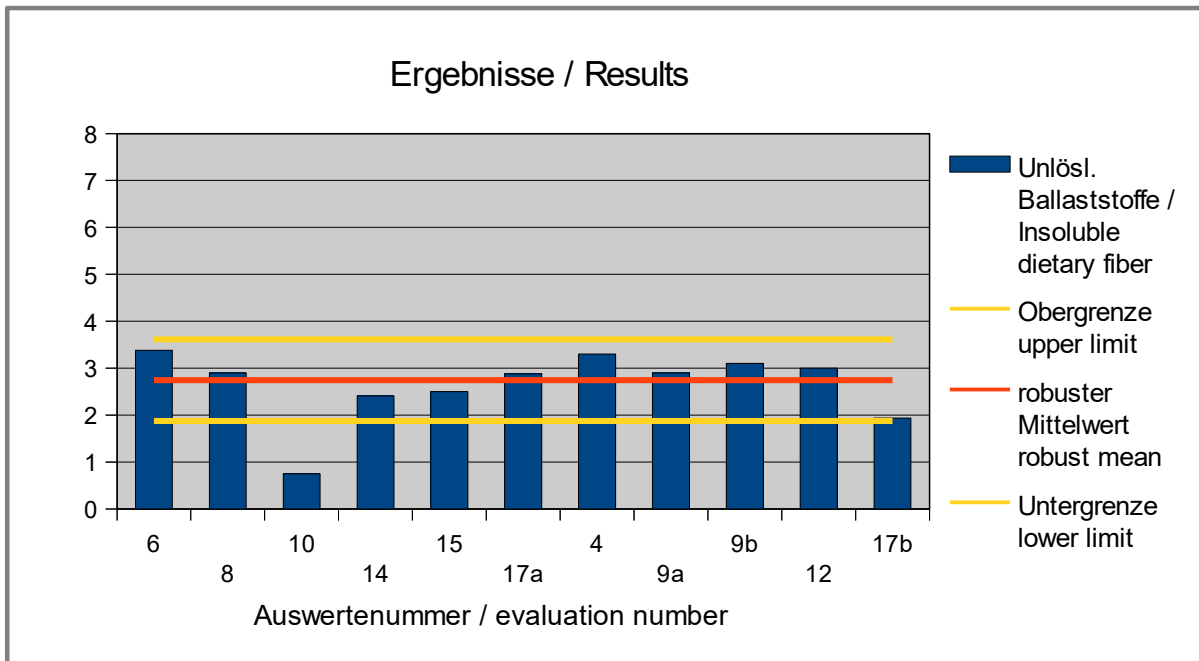


Abb. / Fig. 14: Ergebnisse unlösliche Ballaststoffe Probe B / Results insoluble dietary fiber sample B

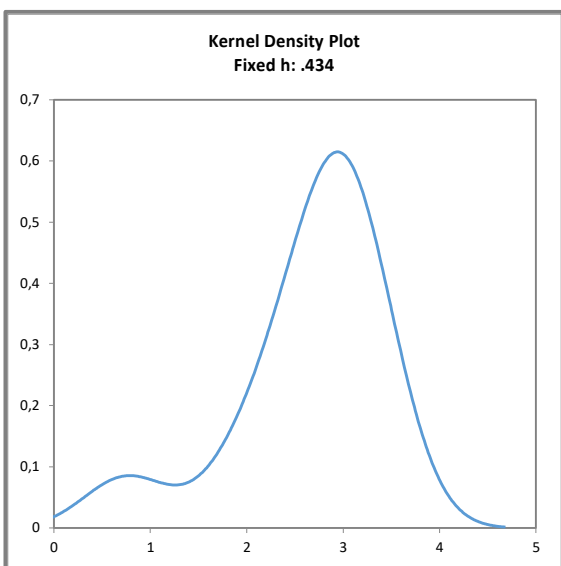


Abb. / Fig. 15:

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 einem kleinen Nebenpeak.

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

Auswertenummer Evaluation number	Unlösliche Ballaststoffe / Insoluble dietary fiber	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Methode Method	Hinweis Remark
6	3,38	0,634	1,5	6,7	1a	
8	2,90	0,154	0,36	1,6	1a	
10	0,75	-1,996	-4,6	-21	1a	
14	2,41	-0,336	-0,77	-3,6	1a	
15	2,50	-0,246	-0,57	-2,6	1a	
17a	2,88	0,134	0,31	1,4	1a	
4	3,30	0,554	1,3	5,9	2a = 1a	Methode 1a von DLA zugeordnet
9a	2,90	0,154	0,36	1,6	2a = 1a	Methode 1a von DLA zugeordnet
9b	3,10	0,354	0,82	3,8	3a	
12	3,00	0,254	0,59	2,7	3a	
17b	1,94	-0,806	-1,9	-8,5	3a	

(1) enzymatisch-gravimetrische Methoden wie ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin kommen kann oder Inulin abgebaut wurde

(1a + 1b) z.B. nach Inulinase-Reaktion

(2) enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie wie AOAC 2009.01, bei der Inulin mit erfasst wird

(2a + 2b) z.B. ohne Inulinase-Reaktion

(3) Gesamt-Ballaststoffe als Summe von unlöslichen Ballaststoffen (Insoluble DF) und löslichen Ballaststoffen (High Molecular Weight Soluble DF und Low Molecular Weight Soluble DF) (AOAC 2017.16)

(3a) unlösliche Ballaststoffe (Insoluble DF)

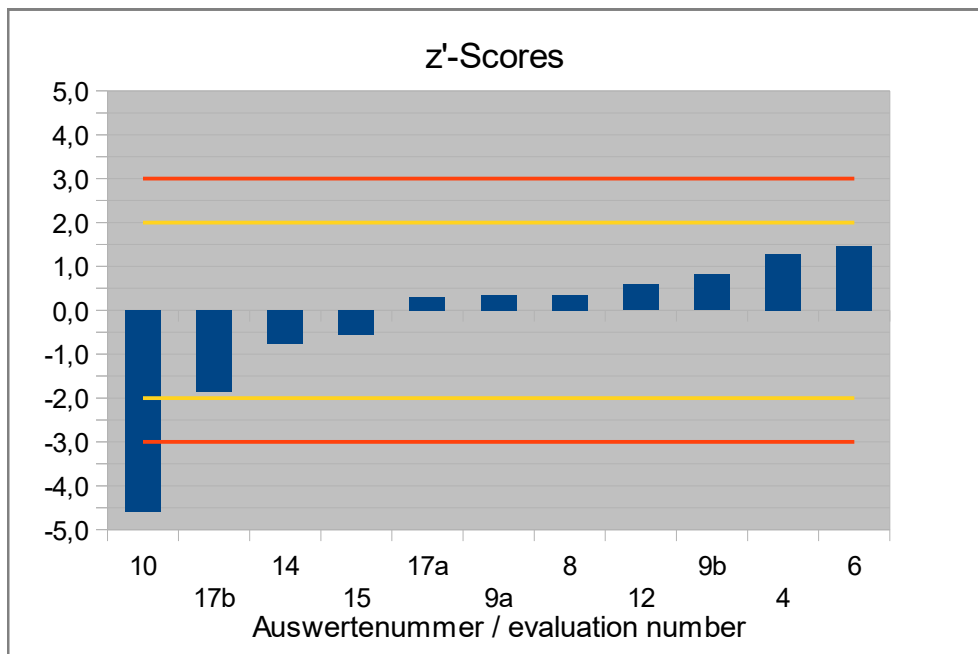


Abb. / Fig. 16: z'-Scores unlösliche Ballaststoffe Probe B / insoluble dietary fiber sample B

4.4 Lösliche Ballaststoffe in g/100g

4.4.1 Probe A (Methoden: 1b, 2b, 3b+c)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Anmerkung:

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine stark erhöhte Variabilität innerhalb der Methoden (1b, 3b) und teilweise lagen für die Methoden weniger als 5 Ergebnisse vor (3b, 3c). Eine statistische Auswertung der Ergebnisse wurde daher nicht durchgeführt.

Ergebnisse der Teilnehmer:

Results of Participants:

Auswertenummer Evaluation number	Lösliche Ballaststoffe / Soluble dietary fiber	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Methode Method	Hinweis Remark
6	< 1,0				1b	
8	0,75				1b	
10	2,80				1b	
14	1,82				1b	
15	0,92				1b	
17a	2,64				1b	
4	1,56				2b = 1b	Methode von DLA zugeordnet
9a	0,80				2b = 1b	Methode von DLA zugeordnet
9b	1,20				3b	
12a	< 0,50				3b	
17b	2,44				3b	
9c	2,60				3c	
12b	3,12				3c	
17c	3,71				3c	

(1) enzymatisch-gravimetrische Methoden wie ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin kommen kann oder Inulin abgebaut wurde

(1a + 1b) z.B. nach Inulinase-Reaktion

(2) enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie wie AOAC 2009.01, bei der Inulin mit erfasst wird

(2a + 2b) z.B. ohne Inulinase-Reaktion

(3) Gesamt-Ballaststoffe als Summe von unlöslichen Ballaststoffen (Insoluble DF) und löslichen Ballaststoffen (High Molecular Weight Soluble DF und Low Molecular Weight Soluble DF) (AOAC 2017.16)

(3b + 3c) lösliche Ballaststoffe: b) High Molecular Weight Soluble DF und c) Low Molecular Weight Soluble DF (AOAC 2017.16)

4.4.2 Probe B (Methoden: 1b, 2b, 3b+c)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency TestAnmerkung:

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine stark erhöhte Variabilität innerhalb der Methoden (1b, 3b) und teilweise lagen für die Methoden weniger als 5 Ergebnisse vor (3b, 3c). Eine statistische Auswertung der Ergebnisse wurde daher nicht durchgeführt.

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

Auswertenummer	Lösliche Ballaststoffe / Soluble dietary fiber	Abweichung [g/100g]	z'-Score	z-Score	Methode	Hinweis
Evaluation number		Deviation [g/100g]	(σ_{pt})	(Info)	Method	Remark
6	< 1,0				1b	
8	0,90				1b	
10	3,36				1b	
14	2,09				1b	
15	1,47				1b	
17a	2,53				1b	
4	1,78				2b = 1b	Methode von DLA zugeordnet
9a	0,90				2b = 1b	Methode von DLA zugeordnet
9b	1,40				3b	
12a	< 0,50				3b	
17b	2,35				3b	
9c	0,90				3c	
12b	1,70				3c	
17c	0,85				3c	

(1) enzymatisch-gravimetrische Methoden wie ASU L 00.00-18 (ASU L 17.03-1) bzw. AOAC 991.43 und AOAC 985.29, bei denen es zu Minderbefunden von Inulin kommen kann oder Inulin abgebaut wurde

(1a + 1b) z.B. nach Inulinase-Reaktion

(2) enzymatisch-gravimetrische Methode kombiniert mit der Flüssigchromatographie wie AOAC 2009.01, bei der Inulin mit erfasst wird

(2a + 2b) z.B. ohne Inulinase-Reaktion

(3) Gesamt-Ballaststoffe als Summe von unlöslichen Ballaststoffen (Insoluble DF) und löslichen Ballaststoffen (High Molecular Weight Soluble DF und Low Molecular Weight Soluble DF) (AOAC 2017.16)

(3b + 3c) lösliche Ballaststoffe: b) High Molecular Weight Soluble DF und c) Low Molecular Weight Soluble DF (AOAC 2017.16)

4.5 Inulin / Fructane in g/100g

4.5.1 Probe A (Methoden: 5 + 6)

Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	16
Anzahl der Ausreißer	0
Mittelwert	2,86
Median	2,82
Robuster Mittelwert (X_{pt})	2,85
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,241
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	15
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0569
Variationskoeffizient (VK_r)	2,00%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,245
Variationskoeffizient (VK_R)	8,63%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}	0,212
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,097
Untere Grenze des Zielbereichs	2,43
Obere Grenze des Zielbereichs	3,28
Quotient S^*/σ_{pt}	1,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,075
Ergebnisse im Zielbereich	15
Prozent im Zielbereich	94%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 00.00-94) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität mit einem Quotienten $S^*/\sigma_{pt} < 2,0$.

Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen im Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

94% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

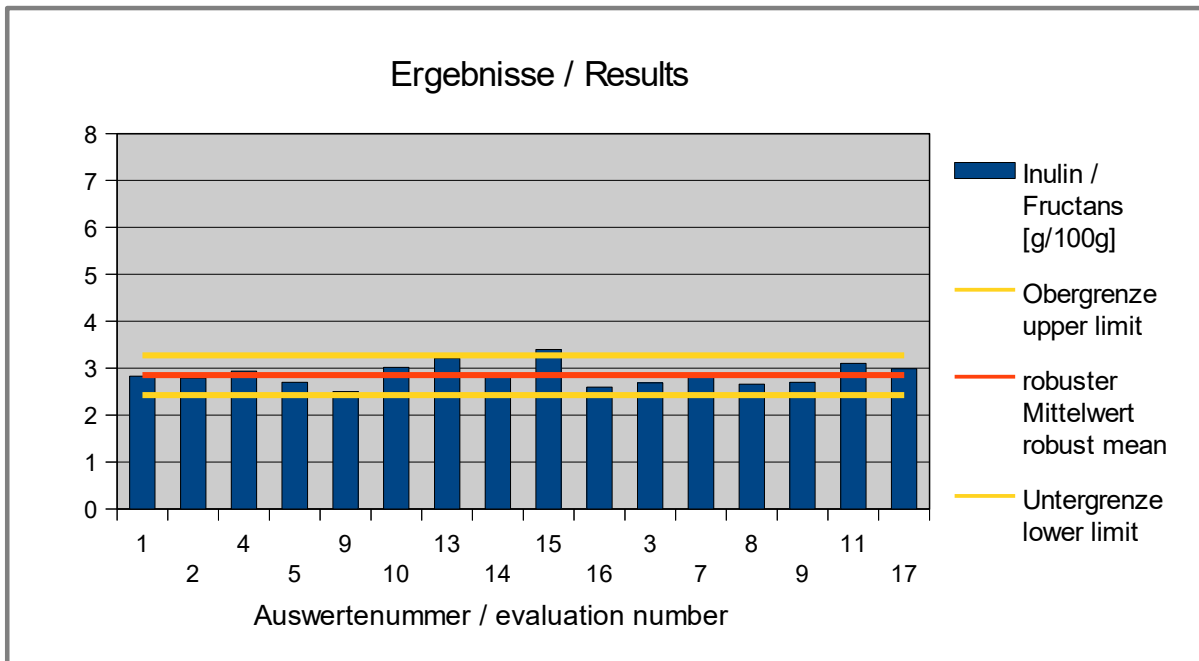


Abb. / Fig. 17: Ergebnisse Inulin/Fructane Probe A / Results inulin/fructans sample A

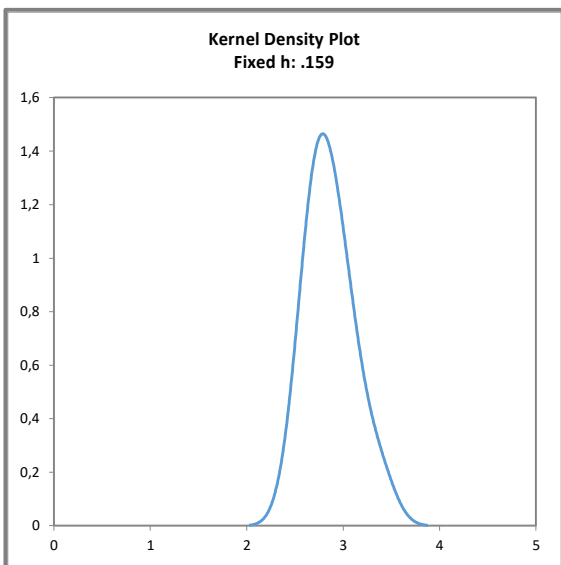


Abb. / Fig. 18:

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.

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

Auswertenummer Evaluation number	Inulin / Fructans [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z-Score (σ _{pt})	z-Score (Info)	Methode Method	Hinweis Remark
1	2,83	-0,022	-0,11	-0,23	5	
2	2,79	-0,062	-0,29	-0,64	5	
4	2,94	0,088	0,41	0,90	5	
5	2,70	-0,152	-0,72	-1,6	5	
9a	2,50	-0,352	-1,7	-3,6	5	
10	3,02	0,163	0,77	1,7	5	
13	3,21	0,358	1,7	3,7	5	
14	2,81	-0,042	-0,20	-0,44	5	
15	3,40	0,548	2,6	5,6	5	
16	2,60	-0,252	-1,2	-2,6	5	
3	2,69	-0,162	-0,77	-1,7	6	
7	2,89	0,038	0,18	0,39	6	
8	2,66	-0,192	-0,91	-2,0	6	
9b	2,70	-0,152	-0,72	-1,6	6	
11	3,10	0,248	1,2	2,5	6	
17	2,99	0,138	0,65	1,4	6	

(5) enzymatische Methoden (z.B. ASUL 00.00-94)

(6) Flüssigchromatographie nach enzymatischer Behandlung (z.B. ISO 22579 (IDF 241):2020/AOAC 2016.14)

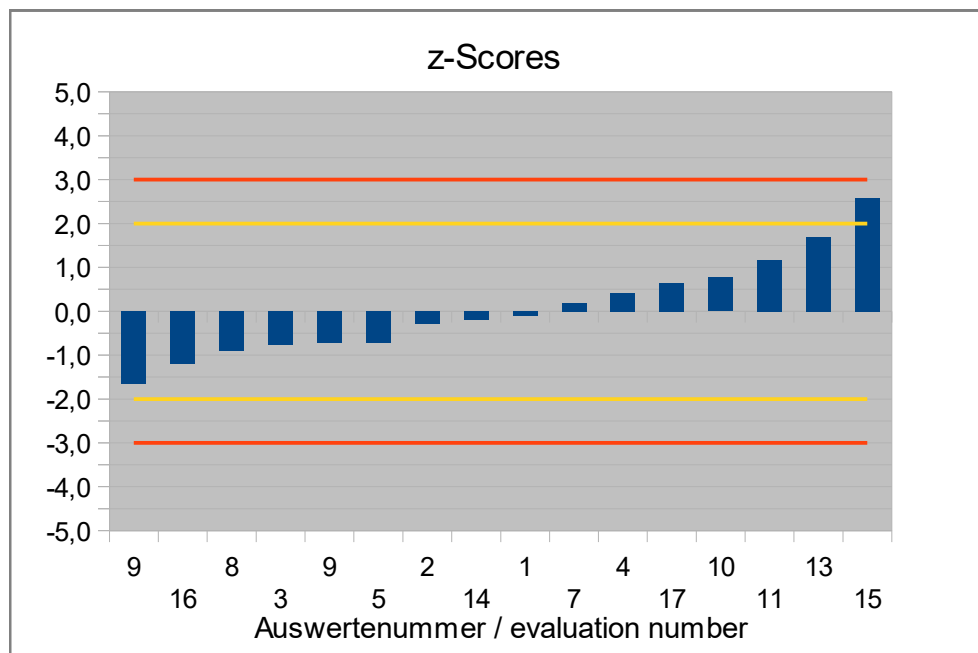


Abb. / Fig. 19: z-Scores Inulin/Fructane Probe A / inulin/fructans sample A

4.5.2 Probe B (Methoden: 5 + 6)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

Kenndaten	
Anzahl der Messergebnisse	8
Anzahl der Ausreißer	-
Mittelwert	0,228
Median	0,175
Robuster Mittelwert (X_{pt})	0,196
Robuste Standardabweichung (S^*)	0,0925
Anzahl mit 2 Wiederholmessungen	8
Wiederholstandardabweichung (S_r)	0,0120
Variationskoeffizient (VK_r)	5,31%
Vergleichsstandardabweichung (S_R)	0,157
Variationskoeffizient (VK_R)	69,8%
<i>Zielkenndaten:</i>	
Zielstandardabweichung σ_{pt}'	0,0434
Zielstandardabweichung (zur Information)	0,010
Untere Grenze des Zielbereichs	0,109
Obere Grenze des Zielbereichs	0,282
Quotient S^*/σ_{pt}'	2,1
Standardunsicherheit $U(X_{pt})$	0,041
Ergebnisse im Zielbereich	5
Prozent im Zielbereich	63%

Anmerkungen zu den Kenndaten:

Die Zielstandardabweichung wurde nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision (ASU §64 L 00.00-94) berechnet. Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung berechnet nach dem allgemeinen Modell nach Horwitz angegeben (s. 3.6.1).

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine erhöhte Variabilität mit einem Quotienten S^*/σ_{pt}' von $>6,0$ auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient S^*/σ_{pt}' lag dann bei 2,1.

Probe B wurde kein Inulin zugesetzt, die gemessenen Gehalte sind somit auf die natürlichen Gehalte der Matrix Dinkel zurückzuführen. Wiederhol- und Vergleichsstandardabweichung liegen über dem Bereich von etablierten Werten für die eingesetzten Bestimmungsmethoden (vgl. 3.6.2).

63% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Hinweis: Für die Methoden 5+6 betrug die Differenz der robusten Mittelwerte von Probe A (mit Zusatz von 3,05 g/100g Inulin) und Probe B 2,65 g/100g.

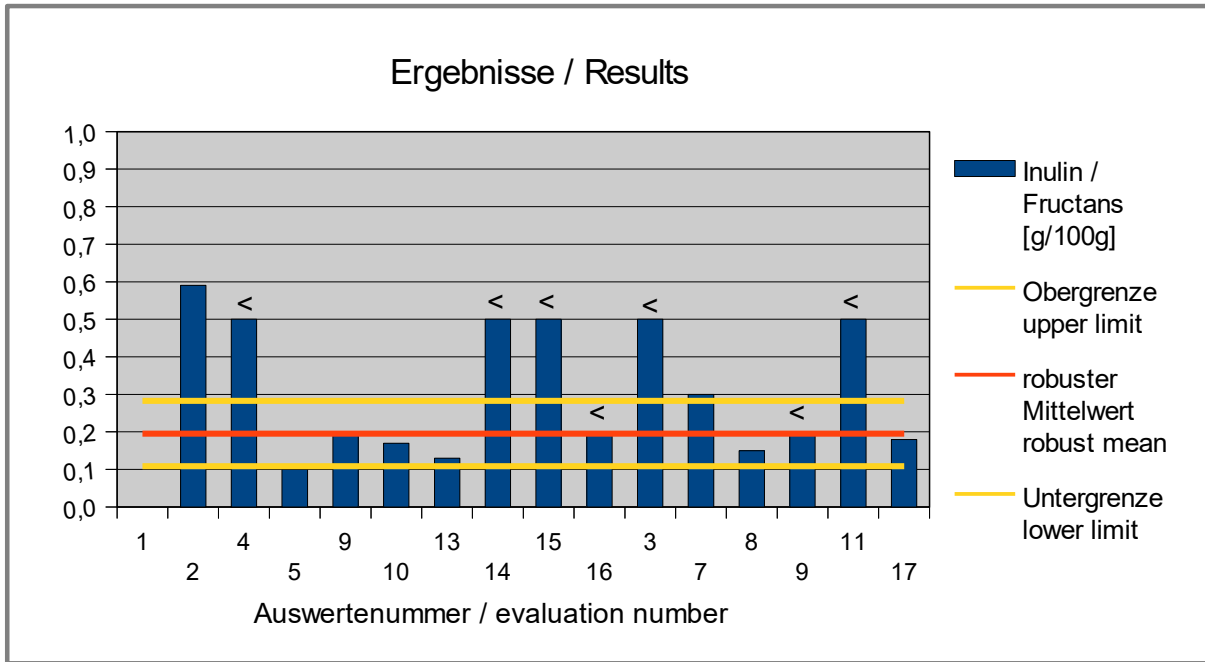


Abb. / Fig. 20: Ergebnisse Inulin/Fructane Probe B / Results inulin/fructans sample B

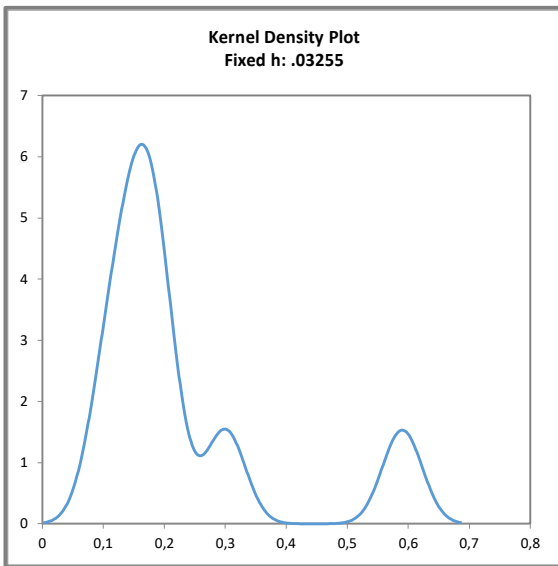


Abb. / Fig. 21:

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 zwei kleineren Nebenpeaks.

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

Auswertenummer Evaluation number	Inulin / Fructans [g/100g]	Abweichung [g/100g] Deviation [g/100g]	z'-Score (σ_{pt})	z-Score (Info)	Methode Method	Hinweis Remark
1					5	
2	0,59	0,394	9,1	39	5	
4	< 0,50				5	
5	0,10	-0,096	-2,2	-9,6	5	
9a	0,20	0,004	0,10	0,4	5	
10	0,17	-0,026	-0,59	-2,6	5	
13	0,13	-0,066	-1,5	-6,6	5	
14	< 0,50				5	
15	< 0,50				5	
16	< 0,20				5	
3	< 0,50				6	
7	0,30	0,104	2,4	10,4	6	
8	0,15	-0,046	-1,0	-4,6	6	
9b	< 0,20				6	
11	< 0,50				6	
17	0,18	-0,016	-0,36	-1,6	6	

(5) enzymatische Methoden (z.B. ASUL 00.00-94)

(6) Flüssigchromatographie nach enzymatischer Behandlung (z.B. ISO 22579 (IDF 241):2020/AOAC 2016.14)

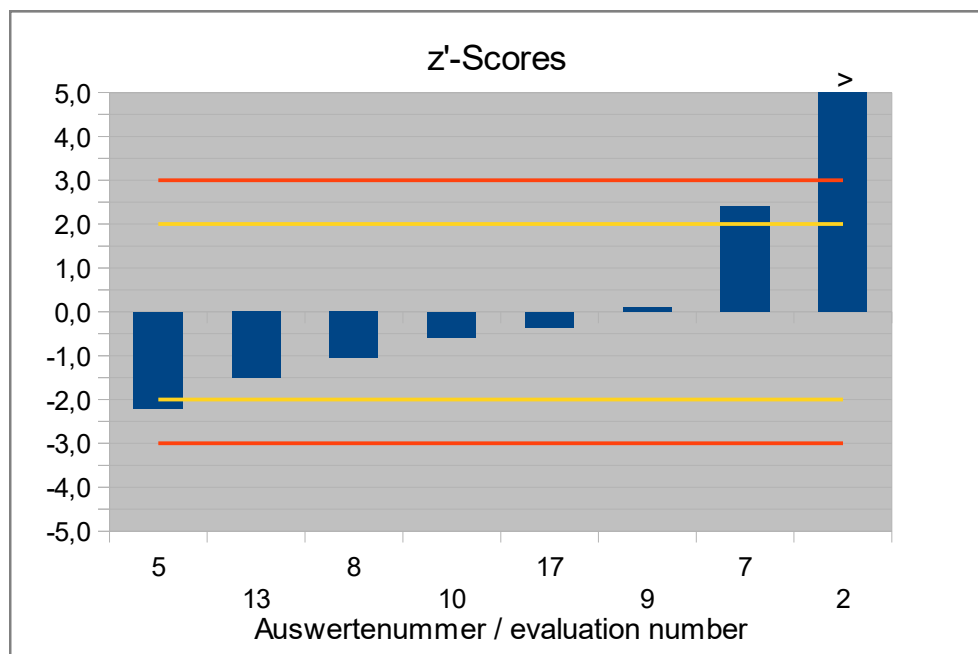


Abb. / Fig. 22: z'-Scores Inulin/Fructane Probe B / inulin/fructans sample B

4.6 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle

Auswertenummer	TDF (1)°		TDF (2+3)		IDF (1a,2a,3a)°		Inulin / Fructane (5+6)°	
	Probe A	Probe B	Probe A	Probe B	Probe A	Probe B	Probe A	Probe B
1	1,3	1,6					-0,11	
2	1,6	-0,28					-0,29	9,1
3							-0,77	
4	-0,12	1,5			-0,03	1,30	0,41	
5	0,85	1,1					-0,72	-2,2
6	-0,74	-0,60			0,50	1,5		
7	-1,4	-0,75					0,18	2,4
8/8a	-1,2	-0,93			0,48	0,36	-0,91	-1,0
8b	-1,4	-0,93						
9/9a	-1,7	-1,1	-0,43	-0,01	-0,35	0,36	-1,7	0,10
9b			-0,68	-0,01	0,60	0,82	-0,72	
10	0,37	-0,36			-2,3	-4,6	0,77	-0,59
11/11a	1,5	0,94	0,67	0,81			1,2	
11b			-0,01	-0,48				
12	-3,4	-3,5			0,83	0,59		
13/13a	-0,13	0,19					1,7	-1,5
13b	0,49	0,49						
14	1,0	-0,15			-0,45	-0,77	-0,20	
15	-0,74	-0,69			1,6	-0,57	2,6	
16	0,31	0,00					-1,2	
17/17a	2,1	2,1	0,45	-0,31	0,36	0,31	0,65	-0,36
17b					-2,0	-1,9		

° z'-Score

(1 - 6) Methoden siehe Seite 17

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

-2 ≤ z-score ≤ 2 erfolgreich / successful (in green)

-2 > z-score > 2 „Warnsignal“ / warning signal (in yellow)

-3 > z-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

Parameter: Gesamt-Ballaststoffe ohne Inulin (Methoden: 1)

Meth.	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur
			Tag/Monat	Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B		ja / nein		
4 = 1	1	g/100g	31.05.21	5,08	5	5,15	5,16	5,02	5,29		nein		Testkit Gesamtballaststoffe Fa. Merck (1.12979.0001)
1	2	g/100g	07.06.21	5,25	5	5,5	4,15	4	4,3	0,5	nein		AOAC 991.43
2 = 1	4	g/100g	10.05.21	4,295	4,48	4,11	5,08	5,03	5,13	2			Berechnng
1	5	g/100g	16.06.21	4,84	5,12	4,57	4,9	5,22	4,58		nein		ASU § 64 LFGB, L 00.00-18, 2017-10
1	6	g/100g	20.05.21	3,95	3,88	4,01	3,98	4,04	3,93	1	nein		AOAC 991.43 mod
1	7	g/100g	09.06.21	3,6	3,6	3,7	3,9	3,9	3,9		nein		AOAC991.43
1	8a	g/100g	18.06.21	3,7	3,8	3,6	3,8	3,8	3,8	0,5	nein		ASU L 00.00-18: 1997-01
4 = 1	8b	g/100g	18.06.21	3,6	3,6	3,6	3,8	3,8	3,8	0,5	nein		ASU L 00.00-18: 1997-01
2 = 1	9	g/100g	04.06.21	3,4	3,7	3	3,7	3,9	3,5	0,5	nein		AOAC 991.43
1	10	g/100g	09.06.21	4,57	4,81	4,33	4,105	4,21	4		nein		ASU L 00.00-18 modifiziert
1	11	g/100g	21.05.21	5,20			4,80						
1	12	g/100g	25.06.21	2,43	2,53	2,32	2,44	2,47	2,4	0,5	nein		AOAC 991.43
1	13a	g/100g	18.05.//20.05.	4,29	4,31	4,26	4,4	4,32	4,48		nein		PV 2202; analog ASU L 00.00-18, mit Inulinasezusatz
4 = 1	13b	g/100g	18.05.//20.05.	4,64	4,65	4,62	4,56	4,7	4,42		nein		PV 2202; analog ASU L 00.00-18, ohne Inulinasezusatz
1	14	g/100g	22.06.21	4,93	4,8	5,05	4,22	4,56	3,87	< 0,5	nein		ASU L 00.00-18 : 1997-01 Ber. 2002-12
1	15	g/100g	30.06.21	3,95	3,9	4,00	3,93	3,84	4,02	0,1	nein		
1	16	g/100g	17.06.21	4,54	4,49	4,58	4,3	4,26	4,36	0,50 g/100g	nein		SOP M 1010 nach ASU L 00.00-18, mod.
1	17	g/100g	21/06	5,54	5,46	5,62	5,41	5,72	5,11		nein		

Fortsetzung:

Meth.	Teilnehmer	Fritten-durchmesser	Porenweite	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zu Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
									ja / nein	
4 = 1	1	40mm	G2	gemäß Testkit	gemäß Testkit	gemäß Testkit			ja	Messung mittels Ankom Fibreanalyzer
1	2							Referenzmaterial DLA 2020	ja	
2 = 1	4								ja	
1	5	30 mm	2	Bioquant Gesamtballaststoffe Merck 1.12979.001					ja	
1	6								ja	
1	7	/	2	Megazyme kit	Megazyme kit	Megazyme kit	Novozyme SP230		no	Ergebnisse direkt angegeben in g/100g und nicht vor der Best. entfettet (<10%)
1	8a	30 mm	40 - 90 µm	Merck Kit	Merck Kit	Merck Kit	Mix aus exo- und endo-Inulinase		ja	
4 = 1	8b	30 mm	40 - 90 µm	Merck Kit	Merck Kit	Merck Kit	Mix aus exo- und endo-Inulinase		ja	ohne Inulin, GS-Methode
2 = 1	9	30 mm	40-90µm	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	no	–	
1	10								ja	
1	11								ja	
1	12								ja	
1	13a	30 mm	40 - 100 µm	Merck 1.12979.001; LOT: HC041950			Megazyme Fructanase Mixture; LOT: 170301a		ja	
4 = 1	13b	30 mm	40 - 100 µm	Merck 1.12979.001; LOT: HC041950					ja	
1	14	40 mm	40-100 µm	Ballaststoffkit von Merck					ja	Probe mit PE entfettet
1	15	Behrotest CFT 30 3 cm	Porosität 2	Testkit von Megazyme					ja	behrotest Filtertiegel 30 ml
1	16	40mm	Por. 3 16-40 µm / 25-50 µm	3000 U/mL; 54 U/mg	50 mg/mL	3,26 U/mL (souble starch); 200 U/mL 8p-NP Bets-Maltoside)	Fructanase Mixture Exo-Inulinase 2000 U/mL + Endo-Inulinase 80 U/mL ; In 50% Glycerol	Regelkarte Wee-tabix	ja	
1	17								ja	

Parameter: Unlösliche und lösliche Ballaststoffe (Methoden: 1a + 1b)

Meth.	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Abschließendes Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Bestimmungsgrenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur
			Tag/Monat	Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B		ja / nein		
1a	6	g/100g	25.05.21	2,96	2,99	2,92	3,38	3,35	3,42	1	nein		AOAC 991.43 mod
1a	8	g/100g	18.06.21	2,95	3	2,9	2,9	2,7	3	0,5	nein		ASU L 00.00-18: 1997-01
1a	10	g/100g	23.06.21	1,77	1,73	1,81	0,75	0,68	0,82		nein		ASU L 00.00-18 modifiziert
1a	14	g/100g	22.06.21	2,56	2,44	2,67	2,41	2,56	2,25	< 0,5	nein		ASU L 00.00-18 : 1997-01 Ber. 2002-12
1a	15	g/100g	18.06.21	3,415	3,25	3,58	2,5	2,47	2,53	0,1	nein		
1a	17	g/100g	21/06	2,9	3,02	2,79	2,88	3,05	2,71		nein		
2a = 1a	4	g/100g	10.05.21	2,735	2,46	3,01	3,3	3,22	3,38	1			ASU L 00.00-18, 2017-10
2a = 1a	9	g/100g	04.06.21	2,6	2,9	2,2	2,9	3	2,7	0,3	nein		AOAC 991.43
1b	6	g/100g	-	<1			<1			1	nein		
1b	8	g/100g	18.06.21	0,75	0,8	0,7	0,9	1,1	0,8	0,5	nein		ASU L 00.00-18: 1997-01
1b	10	g/100g	23.06.21	2,8	3	2,6	3,355	3,39	3,32		nein		ASU L 00.00-18 modifiziert
1b	14	g/100g	22.06.21	1,82	1,61	2,03	2,09	2,15	2,03	< 0,5	nein		ASU L 00.00-18 : 1997-01 Ber. 2002-12
1b	15	g/100g	18.06.21	0,92	0,91	0,92	1,47	1,45	1,48	0,1	nein		
1b	17	g/100g	21/06	2,64	2,44	2,83	2,53	2,67	2,4		nein		
2b = 1b	4	g/100g	10.05.21	1,56	2,02	1,1	1,78	1,81	1,75	1			ASU L 00.00-18, 2017-10
2b = 1b	9	g/100g	04.06.21	0,8	0,8	0,8	0,9	0,9	0,8	0,2	nein		AOAC 991.43

Fortsetzung:

Meth.	Teilnehmer	Fritten-durchmesser	Porenweite	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zu Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
									ja / nein	
1a	6								ja	
1a	8	30 mm	40 - 90 µm	Merck Kit	Merck Kit	Merck Kit	Mix aus exo- und endo-Inulinase		ja	
1a	10								ja	
1a	14	40 mm	40-100 µm	Ballaststoffkit von Merck	Ballaststoffkit von Merck	Ballaststoffkit von Merck			ja	Probe mit PE entfettet
1a	15	Behrotest CFT 30 3 cm	Porosität 2	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme			ja	behrotest Filtertiegel 30 ml
1a	17								ja	
2a = 1a	4								ja	
2a = 1a	9	30 mm	40-90um	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	no inulinase	no	–	
1b	6								ja	Berechnung aus Gesamt und Unlöslich
1b	8	30 mm	40 - 90 µm	Merck Kit	Merck Kit	Merck Kit	Mix aus exo- und endo-Inulinase		ja	
1b	10								ja	
1b	14	40 mm	40-100 µm	Ballaststoffkit von Merck	Ballaststoffkit von Merck	Ballaststoffkit von Merck			ja	Probe mit PE entfettet
1b	15	Behrotest CFT 30 3 cm	Porosität 2	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme	Testkit von Megazyme			ja	behrotest Filtertiegel 30 ml
1b	17								ja	
2b = 1b	4								ja	
2b = 1b	9	30 mm	40-90um	Megazyme E-Blaam	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	no inulinase	no	–	

Parameter: Gesamt-Ballaststoffe einschließlich Inulin (Methoden: 2)

Meth.	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließen-	Ergebnis	Ergebnis	Abschließen-	Ergebnis	Ergebnis	Bestimmungs-	Angabe	Wiederfin-	Methodenangabe, wie in Prüf-
				des Ergebnis	I	II	des Ergebnis	I	II		inkl. Wie-		
			Tag/Monat	Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B	grenze	ja / nein	in %	
4 = 2	9	g/100g	04.06.21	7	6,9	7,1	5,4	5,3	5,4	0,3	nein		AOAC 2009.01
2	11	g/100g	12.05.21	8,30			6,10						

Meth.	Teilnehmer	Fritten-	Poren-	Angaben zu	Angaben zu Pro-	Angaben zu	Angaben zu Inuli-	Kalibrierung	Methoden ak-	Sonstige Hinweise
		durch-	weite	Amylase	tease	Amyloglucosi-	nase	und Referenz-	kreditiert nach	
		messer				dase		material	ISO/IEC 17025	
									ja / nein	
4 = 2	9	30 mm	40-90um	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	nein		
2	11								ja	

Angaben anderer Teilnehmer siehe unter Methoden 1.

Parameter: Unlösliche und lösliche Ballaststoffe (Methoden: 2a + 2b)

Angaben der Teilnehmer siehe unter Methoden 1a und 1b.

Parameter: Gesamt-Ballaststoffe, IDF, HMW SDF und LMW SDF (Methoden: 3, 3a, 3b + 3c)

Meth.	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließen-	Ergebnis	Ergebnis	Abschließen-	Ergebnis	Ergebnis	Bestimmungs-	Angabe	Wiederfin-	Methodenangabe, wie in Prüf-	
				des Ergebnis	I	II	des Ergebnis	I	II		inkl. Wie-			dungsrate
			Tag/Monat	Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B	grenze	ja / nein	in %		
3	9	g/100g	07.06.21	6,7	6,6	6,7	5,4	5,4	5,3	0,5	nein		AOAC 2011.25	
3	11	g/100g	21.06.21	7,50			5,00							
3	17	g/100g	22/06	8,04	8,17	7,9	5,14	5,11	5,17		nein			
3a	9	g/100g	07.06.21	3	2,9	3	3,1	3	3,1	0,2	nein		AOAC 2011.25	
3a	12	g/100g	11.05.21	3,1	3,1	3,1	3	2,9	3	0,5	nein		AOAC2009.01	
3a	17	g/100g	22/06	1,89	1,73	2,04	1,94	1,9	1,97		nein			
3b	9	g/100g	07.06.21	1,2	1,3	1	1,4	1,5	1,3	0,2	nein		AOAC 2011.25	
3b	12	g/100g	11.05.21	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	0,5	nein		AOAC2009.01	
3b	17	g/100g	22/06	2,44	2,63	2,24	2,35	2,37	2,33		nein			
3c	9	g/100g	07.06.21	2,6	2,4	2,7	0,9	0,9	0,9	0,3	nein		AOAC 2011.25	
3c	12	g/100g	01.06.21	3,12	3,2	3,05	1,7	1,76	1,64	0,32	nein		AOAC2009.01	
3c	17	g/100g	22/06	3,71	3,81	3,62	0,85	0,84	0,87		nein			

Fortsetzung:

Meth.	Teilnehmer	Fritten-durchmesser	Porenweite	Angaben zu Amylase	Angaben zu Protease	Angaben zu Amyloglucosidase	Angaben zu Inulinase	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
									ja / nein	
3	9	30 mm	40-90um	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	nein	–	
3	11									
3	17								ja	
3a	9	30 mm	40-90um	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	nein	–	
3a	12								ja	
3a	17								ja	
3b	9	30 mm	40-90um	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	nein	–	
3b	12								ja	
3b	17								ja	
3c	9	30 mm	40-90um	Megazyme E-PANAA	Megazyme E-BSPRT	Megazyme E-AMGDF	keine Inulinase	nein	–	
3c	12							NIST 3233	ja	
3c	17								ja	

Parameter: Gesamt-Ballaststoffe, andere Methoden (4)

Angaben der Teilnehmer siehe unter Methoden 1 und 2.

Parameter: Inulin / Fructane (Methoden: 5 + 6)

Meth.	Teilnehmer	Einheit	Datum der Analyse	Abschließen-des Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Abschließen-des Ergebnis (Mittelwert)	Ergebnis I	Ergebnis II	Bestimmungs-grenze	Angabe inkl. Wiederfindung	Wiederfindungsrate in %	Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur
			Tag/Monat	Probe A	Probe A	Probe A	Probe B	Probe B	Probe B		ja / nein		
5	1	g/100g	20.05.21	2,83	2,8	2,85	-	-	-		nein	-	ASU L 00.00-94 mod.
5	2	g/100g	07.06.21	2,79	2,78	2,79	0,59	0,58	0,59	0,05	nein		AOAC 997.08: „Fructans in Food Products (Ion Exchange Chromatographic Method)“, modifiziert
5	4	g/100g	10.05.21	2,94	2,95	2,93	<0,50	<0,50	<0,50	0,5			ASU L 00.00–94, 2006-09
5	5	g/100g	16.06.21	2,7	2,686	2,71	0,1	0,11	0,09		nein		ASU § 64 LFGB, L 00.00-94, 2006-09
5	9	g/100g	03.06.21	2,5	2,5	2,4	0,2	0,2	0,2	0,2	nein		AOAC 999.03 modified
5	10	g/100g	01.06.21	3,015	3,02	3,01	0,17	0,17	0,17		nein		ASU L 00.00-94
5	13	g/100g	02.06.	3,21	3,14	3,27	0,13	0,14	0,11		nein		PV 2202; anaolog ASU L 00.00-94 mit Modifizierung
5	14	g/100g	23.06.21	2,81	2,87	2,74	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	nein		ASU L 00.00-94 : 2006-09
5	15	g/100g	02.06.21	3,4	3,5	3,3	<0,5	<0,5	<0,5	0,5	nein		HH-MA-M 02-051, HPLC: 2008-10 ^a A
5	16	g/100g	05.07.21	2,6	2,59	2,61	<0,20	<0,20	<0,20	0,20 g/100g	nein		ASU L 00.00-94 mod.
6	3	g/100g	08.06.21	2,69	2,72	2,66	<0,5	<0,5	<0,5	0,5			interne Methode LC-RI
6	7	g/100g	27 may -	2,89	2,88	2,9	0,3	0,31	0,29		nein		AOAC997.08 with GC
6	8	g/100g	07.06.21	2,66	2,63	2,69	0,15	0,15	0,14	0,1	nein		AOAC 997.08: 2013-08, mod.
6	9	g/100g	14.06.21	2,7	2,7	2,7	<0,2	<0,2	<0,2	0,2	nein		AOAC2016.14
6	11	g/100g	01.06.21	3,10			<0,5%						
6	17	g/100g	13/06	2,99	2,97	3,01	0,18	0,19	0,17		nein		

Fortsetzung:

Meth.	Teilnehmer	UV-Test Kit Hersteller	HPLC Säule	Detektor	Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung	Kalibrierung und Referenzmaterial	Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025	Sonstige Hinweise
5	1	Test-Kit r-Biopharm Nr. 10 716 260 035	-	-	gemäß ASU L 00.00-94 mod. (Korngrößenvorgabe wird vernachlässigt)		ja	Inulinase: Sigma Aldrich
5	2		Carbopac™ PA20; 3 x 150 mm	PAD	-	Referenzmaterial DLA 2020	ja	Es wurden folgende Modifikationen vorgenommen: Glucose-Gehalt wird rechnerisch auf Basis des Polymerisierungsgrads berücksichtigt. Andere Eluentenzusammensetzung. Gradientenprogramm von 83 auf 47 min gekürzt
5	4	r-biopharm					ja	
5	5	r-biopharm 10716260035					ja	
5	9	Megazyme	Thermo PA1	PAD			ja	
5	10	r-biopharm					nein	
5	13	r-biopharm 10139106035; LOT: 42288200	Metrohm Metrosep Carb 2 mit Vorsäule	PAD 35°C	die Bestimmung der Saccharose erfolgt mittels IC-PAD		ja (der IC-Teil ist beantragt)	
5	14						ja	
5	15		Dr. Maisch Reprosil 100 NH2, 5µm, 250*4mm	RID			ja	zu wenig Material
5	16	Boehringer Mannheim von R-Biopharm	Nicht belegt	Nicht belegt	gemäß §64 LFGB, L 00.00-94	Regelkarte Weetabix	ja	Da es sich um eine photometrische Methode gemäß § 64 LFGB, L 00.00-94 handelt, gibt es keine HPLC Säule bzw. Detektor.
6	3				enzymatische Behandlung, Bestimmung der freigesetzten Zucker mittels HPLC		ja	angegeben als Inulin
6	7			FID	after silylation	standards+reference inulin	nein	
6	8		Carbopac PA20	elektrochemischer (AEC)	Messung von präexis. Zuckern	externe Kalibrierung, zert. Referenzmat.	nein	Auswertung als Inulin
6	9	Megazyme	Thermo PA1	PAD			nein	
6	11						nein	Internal method - AOAC 997.08
6	17						ja	

5.2 Homogenität

5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

Microtracer Homogenitätstest

DLA ptAU01 (2021) Probe A

Gewicht Gesamtprobe	2,79	kg
Microtracer	FSS-rot lake	
Teilchengröße	75 – 300	µm
Gewicht pro Partikel	2,0	µg
Tracerzugabe	27,2	mg/kg

Analysenergebnisse:

Probe	Einwaage [g]	Partikel Anzahl	Partikel [mg/kg]
1	5,02	69	27,5
2	4,99	71	28,5
3	4,96	61	24,6
4	5,04	61	24,2
5	5,00	62	24,8
6	4,99	55	22,0
7	4,95	63	25,5
8	5,01	50	20,0

Poisson-Verteilung

Probenanzahl	8	
Freiheitsgrad	7	
Mittelwert	61,5	Partikel
Standardabweichung	6,82	Partikel
χ^2 (CHI-Quadrat)	5,29	
Wahrscheinlichkeit	62	%
Wiederfindungsrate	91	%

Normalverteilung

Probenanzahl	8	
Mittelwert	24,6	mg/kg
Standardabweichung	2,73	mg/kg
rel. Standardabweichung	11,1	%
Horwitz Standardabweichung	9,88	%
HorRat-Wert	1,1	
Wiederfindungsrate	91	%

5.3 Probenanschreiben: Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

EP-Nummer	DLA ptAU01 - 2021
EP-Name	Gesamtballaststoffe, lösliche/unlösliche Ballaststoffe und Inulin in Getreideerzeugnis
Probenmatrix*	Proben A + B: Zwieback / Zutaten: Dinkelmehl, Dinkelvollkornschrot, Sonnenblumenöl, Hefe, Salz, Koriander und Inulin (eine der beiden Proben)
Probenzahl und Probenmenge	2 unterschiedliche Proben A+ B: je 40 g
Lagerungsinformation	Proben A + B: Raumtemperatur (EP-Zeitraum)
Verwendungszweck	Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)
Parameter	quantitativ: Gesamtballaststoffe, lösliche/unlösliche Ballaststoffe und Inulin/Fructane
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 für jede Probe A und B zwei Ergebnisse (Doppelbestimmung) pro Parameter abgefragt. Die Einzelergebnisse sowie der Mittelwert für Probe A und für Probe B sind in die Ergebnisabgabe-Datei einzutragen.
Einheiten	g/100g
Anzahl von signifikanten Stellen	Mindestens 2
Weitere Angaben:	Zur Information ist anzugeben: <ul style="list-style-type: none"> - Datum der Analyse - DLA-Nr. der Probe A und B - 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
Letzter Abgabetermin	Spätestens 2. Juli 2021.
Auswertebericht	Der Auswertebericht wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.

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

6. Verzeichnis der Teilnehmer in alphabetischer Reihenfolge

Teilnehmer / Participant	Ort / Town	Land / Country
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Schweden
		NIEDERLANDE
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		Deutschland
		BELGIEN
		Deutschland
		Deutschland
		BELGIEN
		Deutschland
		VIETNAM
		SPANIEN

[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 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 00.00-18: Bestimmung der Ballaststoffe in Lebensmitteln [Determination of dietary fiber in food]
19. ASU § 64 LFGB L 17.03-1 Bestimmung der Ballaststoffe in Mischbrot [Determination of dietary fiber in mixed-type bread].
20. ASU § 64 LFGB L 00.00-94 Bestimmung von Inulin in Lebensmitteln – Enzymatisches Verfahren [Determination of inulin in food – Enzymatic method]
21. Determination of total dietary fiber (CODEX definition) by Enzymatic-Gravimetric method and liquid chromatography: Collaborative Study, McCleary et al. (2010), J AOAC Int 93:221
22. LEITFADEN FÜR ZUSTÄNDIGE BEHÖRDEN – KONTROLLE DER EINHALTUNG DER EU-RECHTSVORSCHRIFTEN: Verordnung (EU) Nr. 1169/2011 über Information der Verbraucher über Lebensmittel (Dezember 2012) / GUIDANCE DOCUMENT FOR COMPETENT AUTHORITIES FOR THE CONTROL OF COMPLIANCE WITH EU LEGISLATION ON: Regulation (EU) No 1169/2011 on the provision of food information to consumers (December 2012)

23. Positionspapier der Lebensmittelchemischen Gesellschaft [der GDCh] „Ballaststoffe: aktuelle Betrachtung aus rechtlicher und analytischer Sicht“ erarbeitet durch die Arbeitsgruppe "Fragen der Ernährung", (2012) [Position paper on dietary fiber legal and analytical issues, Food Chemistry Society of the GDCh]
24. Dietary fibre fractions in cereal foods measured by a new integrated AOAC method, Hollmann et al. (2013), Food Chem 140(3):586-9

DLA ptAU01 (2021) - Ballaststoffe und Inulin

Alle 17 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung von Gesamt-Ballaststoffen, unlöslichen Ballaststoffen und Inulin/Fructane in Getreideerzeugnis erfolgte mit der Zielstandardabweichung nach Auswertung eines Versuchs zur Präzision. Es lagen mindestens 64% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereich zu entnehmen.

4 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Belgien, Niederlande, Schweden, Spanien) und ein Teilnehmer in Vietnam.