



## **Auswertungs-Bericht**

Laborvergleichsuntersuchung

### **DLA ptAI01 (2021)**

## **Lactose und Fructose**

### **in „lactosefreiem“ Lebensmittel - Getreidebreipulver**

***DLA - Proficiency Tests GmbH***

*Hauptstr. 80*

*23845 Oering/Germany*

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

*Koordinator der LVU:*

*Alexandra Scharf MSc.*

#### **1. Korrektur 01.08.2021:**

Nachstehende Fehler wurden in der vorliegenden Auswertung korrigiert:

Für die Teilnehmer 9 und 17 wurden auf Seite 25 die qualitativen Ergebnisse für Probe A (Lactose negativ) nachgetragen.

Für Teilnehmer 9 wurde auf Seite 32 die Berechnung der Wiederfindungsrate inklusive z-Score für Probe B nachgetragen. Auf Seite 41 wurde der z-Score ergänzt.

Bei der Auswertung von Fructose (Dotierungsniveauprobe) wurde für Teilnehmer 6 irrtümlich ein falscher Wert verwendet. Das korrekt übermittelte Ergebnis wurde in den Abbildungen 5 und 6 (S. 23) sowie in den Tabellen auf Seite 24 und 44 nachgetragen.

Die Bewertungen anderer Teilnehmer-Ergebnisse sind von den Korrekturen nicht betroffen.

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

|  |   |
|--|---|
| <i>EP-Anbieter<br/>PT-Provider</i>                     | <p><b>DLA - Proficiency Tests GmbH</b><br/>Hauptstr. 80, 23845 Oering, Germany</p> <p>Geschäftsführer/CEO: Dr. Matthias Besler-Scharf<br/>Stellv. Leitung/Deputy Lead: Alexandra Scharf MSc.</p> <p>Tel. ++49-(0)4532-9183358<br/>Mob. ++49(0)171-1954375<br/>Fax. ++49(0)4102-9944976<br/>eMail. proficiency-testing@dla-lvu.de</p>  |
| <i>EP-Nummer<br/>PT-Number</i>                         | DLA ptAI01 (2021)   |
| <i>EP-Koordinator<br/>PT-Coordinator</i>               | Alexandra Scharf MSc.   |
| <i>Status des EP-Bericht<br/>Status of PT-Report</i>   | <p>Abschlussbericht / Final report (1. September 2021)<br/>1. Korrektur / 1st Correction</p> <p>Gültig ist die jeweils letzte Version/Korrektur des Berichts. Sie ersetzt alle vorangegangenen Versionen.<br/>Only the latest version/correction of the report is valid. It replaces all preceding versions.</p>  |
| <i>EP-Bericht Freigabe<br/>PT-Report Authorization</i> | <p>Dr. Matthias Besler-Scharf (Technischer Leiter / Technical Manager)<br/>- <i>gezeichnet / signed M. Besler-Scharf</i><br/>Alexandra Scharf MSc. (QM-Beauftragte / Quality Manager)<br/>- <i>gezeichnet / signed A. Scharf</i><br/>Datum / Date: 1. September 2021</p>  |
| <i>Unteraufträge<br/>Subcontractors</i>                | <p>Im Rahmen dieser Eignungsprüfung wurden nachstehende Leistungen im Unterauftrag vergeben: Keine<br/>As part of the present proficiency test the following services were subcontracted:<br/>none</p>  |
| <i>Vertraulichkeit<br/>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.<br/>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 Vergleichsuntersuchung 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 Vergleichsuntersuchung Lactose.....                          | 25 |
| 4.2.1 Qualitative Auswertung Probe A und Probe B.....            | 25 |
| 4.2.2 Lactose Probe B (in mg/100g).....                          | 26 |
| 4.2.3 Lactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g).....            | 29 |
| 4.2.4 Wiederfindungsraten mit z-Scores für Lactose.....          | 32 |
| 4.3 Vergleichsuntersuchung 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).....          | 37 |
| 4.4 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle.....              | 40 |
| 5. Dokumentation.....  | 42 |
| 5.1 Angaben der Teilnehmer.....                                  | 42 |
| 5.1.1 Primärdaten.....   | 42 |
| 5.1.2 Analytische Methoden.....                                  | 51 |
| 5.2 Homogenität.....   | 54 |
| 5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung.....                | 54 |
| 5.3 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

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 Getreidebreipulver für Kinder mit weiterem Zusatz von Maismehl. 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 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-<br>niveauprobe |
|---|-------------|--------------|----------------------------|
| Bio-Getreidebrei-Mischung,<br>Kinderbrei ab dem 4. Monat<br>Zutaten: Hafervollkornmehl, Hirsevoll-<br>kornmehl, Maismehl, Reisgrieß, Vit-<br>amin B1<br>Nährwertangaben pro 100 g:<br>Fett 4,3 g, Kohlenhydrate 73 g, Bal-<br>lastoffe 6,2 g, Eiweiß 11 g | 100 g/100 g | 99,5 g/100g  | -                          |
| Kartoffelpulver<br>Zutaten:<br>Kartoffeln, E471, E304, E223, E100   | -           | -            | 99,5 g/100 g               |
| Lactose*  | -           | 180 mg/100g  | 176 mg/100g                |
| Fructose*   | -           | 34,5 mg/100g | 333 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  $\mu\text{m}$ -Größe zur Probe gegeben und die Partikelzahl wird nach der Homogenisierung in entnommenen Aliquoten bestimmt. Die Bewertung der Mischungshomogenität erfolgt auf Grundlage der Poissonverteilung anhand des chi-Quadrat-Tests. 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 75% bzw. 92% 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 0,98 und 0,84 erhalten. Die Ergebnisse der Microtracer-Analyse sind in der Dokumentation angegeben.

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

### 2.1.2 Stabilität

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

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

Der  $a_w$ -Wert der EP-Proben lag bei ca.  $0,24$  ( $20^\circ\text{C}$ ) bzw.  $0,34$  ( $18^\circ$ ). 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 2021 je eine Portion der Untersuchungsmaterialien A und B sowie eine Dotierungsniveauprobe verschickt. Die Untersuchungsverfahren wurden freigestellt. Die Untersuchungen waren durchzuführen bis spätestens 18. Juni 2021 (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 Getreidebreipulver** (lactosefrei). 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.

Von 19 Teilnehmern haben 18 Teilnehmer mindestens ein Ergebnis abgegeben. Ein Teilnehmer hat keine Ergebnisse eingereicht.

### 3. Auswertung

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

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

#### 3.3 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 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  $\sigma_{pt}$  (= Standardabweichung für die Eignungsbeurteilung) kann nach unten dargestellten, unterschiedlichen Verfahren bestimmt werden.

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

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

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

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

***Zur Bewertung der Ergebnisse für Lactose und Galactose 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 Galactose (Dotierungsniveauprobe) die Standardunsicherheit berücksichtigt und die Ergebnisse mittels z'-Score bewertet (s. 3.6.8).***

#### 3.6.1 Allgemeines Modell nach Horwitz

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

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

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

3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision

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

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

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  $\sigma_{pt}$  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  $\sigma_{pt}$  [18-23]

| Parameter | Matrix                                | Mittelwerte                   | $RSD_r$                 | $RSD_R$                 | $\sigma_{pt}$                                     | Methode / Literatur     |
|-----------|---------------------------------------|-------------------------------|-------------------------|-------------------------|---|-------------------------|
| Fructose  | Zwieback                              | 7,0%                          | 1,59%                   | 2,59%                   | 2,33% <sup>1</sup>                                | ASU §64<br>L 48.02.07-1 |
| Lactose   | Säuglingsnahrung                      | 28,7%                         | 1,66%                   | 3,33%                   | 3,12%   | ASU §64<br>L 48.02.07-1 |
| Lactose   | "lactosefreie"<br>entrahmte Milch     | 0,13%                         | 20%                     | 30%                     | 26,5%   | ASU §64<br>L 01.00-17   |
| Lactose   | "lactosefreie"<br>Milch<br>(3 Proben) | 0,0282%<br>0,0804%<br>0,1257% | 6,74%<br>1,71%<br>6,25% | 10,9%<br>3,95%<br>7,33% | 9,76% <sup>1</sup><br>3,76%<br>5,85% <sup>1</sup> | ASU §64<br>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               |

<sup>1</sup>in der Auswertung (s. Abschnitt 4) verwendete oder zur Information angegebene Werte, bei Lactose und Galactose 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<br>[mg/100g] | rob. SD<br>(S*)<br>[mg/100g] | rel. SD<br>(VK <sub>S</sub> *)<br>[%] | Quotient<br>S*/ $\sigma_{pt}$ | DLA-Bericht                  |
|-----------|--------------------|------------------------------|------------------------------|---------------------------------------|-------------------------------|------------------------------|
| Fructose  | Brotbackmischung   | 880<br>660                   | 105<br>187                   | 11,9<br>28,3                          | 1,6*<br>2,1*                  | DLA 14/2016<br>(Probe B)**   |
| Fructose  | Brotbackmischung   | 999                          | 287                          | 28,7                                  | 2,3*                          | DLA 18/2017<br>(Probe B)     |
| Fructose  | Getreidebreipulver | 544                          | 41,3                         | 7,6                                   | 1,7                           | DLA 18/2018<br>(Probe A)     |
| Fructose  | Kuchenbackmischung | 525                          | 38,1                         | 7,3                                   | 1,6                           | DLA 18/2019<br>(Probe B)     |
| Fructose  | Kekse              | 2390                         | 506                          | 21,2                                  | 2,5*                          | DLA ptAI01 2020<br>(Probe B) |
| Fructose  | Getreidebreipulver | 102                          | 38,7                         | 37,9                                  | 2,0*                          | DLA ptAI01 2021<br>(Probe B) |
| Lactose   | Brotbackmischung   | 154                          | 26,7                         | 17,3                                  | 1,6*                          | DLA 14/2016<br>(Probe B)     |
| Lactose   | Brotbackmischung   | 77,7                         | 10,5                         | 13,5                                  | 1,9*                          | DLA 18/2017<br>(Probe B)     |
| Lactose   | Getreidebreipulver | 289                          | 29,2                         | 10,1                                  | 1,3                           | DLA 18/2018<br>(Probe A)     |
| Lactose   | Kuchenbackmischung | 104                          | 13,1                         | 12,6                                  | 1,6                           | DLA 18/2019<br>(Probe B)     |
| Lactose   | Kekse              | 209                          | 35,2                         | 16,8                                  | 1,9*                          | DLA ptAI01 2020<br>(Probe B) |
| Lactose   | Getreidebreipulver | 172                          | 15,1                         | 8,8                                   | 1,1                           | DLA ptAI01 2021<br>(Probe B) |

\* mit Zielstandardabweichung  $\sigma_{pt}$

\*\* 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 ( $\sigma_{pt}$ ) das Ergebnis ( $x_i$ ) des betreffenden Teilnehmers vom zugewiesenen Wert ( $x_{pt}$ ) abweicht [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

#### 3.7.1 Warn- und Eingriffssignale

Gemäß der ISO 13528 für statistische Verfahren für Eignungsprüfungen wird empfohlen, dass ein Ergebnis, das einen z-Wert  $> 3,0$  oder  $< -3,0$  ergibt, als „Eingriffssignal“ zu werten ist [3]. 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  $\geq 10$  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 ( $\sigma_{pt}$ ) und Standardunsicherheit ( $U(x_{pt})$ ) aus [3].

Die Berechnung erfolgt nach:

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

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

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

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

Zu Warn- und Eingriffssignalen siehe 3.7.1.

### 3.9 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 $S^*/\sigma_{pt}$**

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

### **3.11 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:

|   |
|---|
| <b>Kenndaten</b>  |
| Anzahl der Messergebnisse                                   |
| Anzahl der Ausreißer  |
| Mittelwert  |
| Median  |
| Robuster Mittelwert ( $X_{pt}$ )                            |
| Robuste Standardabweichung ( $S^*$ )                        |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                       |
| Zielstandardabweichung $\sigma_{pt}$ oder $\sigma_{pt}'$    |
| Zielstandardabweichung zur Information                      |
| untere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} - 2\sigma_{pt}$ )* |
| obere Grenze des Zielbereichs ( $X_{pt} + 2\sigma_{pt}$ )*  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$ oder $S^*/\sigma_{pt}'$          |
| Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$                         |
| Ergebnisse im Zielbereich                                   |
| Prozent im Zielbereich                                      |

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

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

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

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

**4.1 Vergleichsuntersuchung Fructose**4.1.1 Fructose Probe A (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Kenndaten</b>  |             |
| Anzahl der Messergebnisse                               | 6           |
| Anzahl der Ausreißer                                    | 0           |
| Mittelwert  | 65,7        |
| Median  | 61,7        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>\bar{x}_{pt}</math>)</b>  | <b>65,7</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>    | <b>20,6</b> |
| Zielkenndaten:  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b> | <b>11,2</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)                | 1,53        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>43,2</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                    | <b>88,1</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$                             | 1,8         |
| Standardunsicherheit $U(\bar{x}_{pt})$                  | 10          |
| Ergebnisse im Zielbereich                               | 4           |
| Prozent im Zielbereich                                  | 67%         |

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  $S^*/\sigma_{pt}'$  über 2 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels  $z'$ -Score ausgewertet. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag dann bei 1,8. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

67% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

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

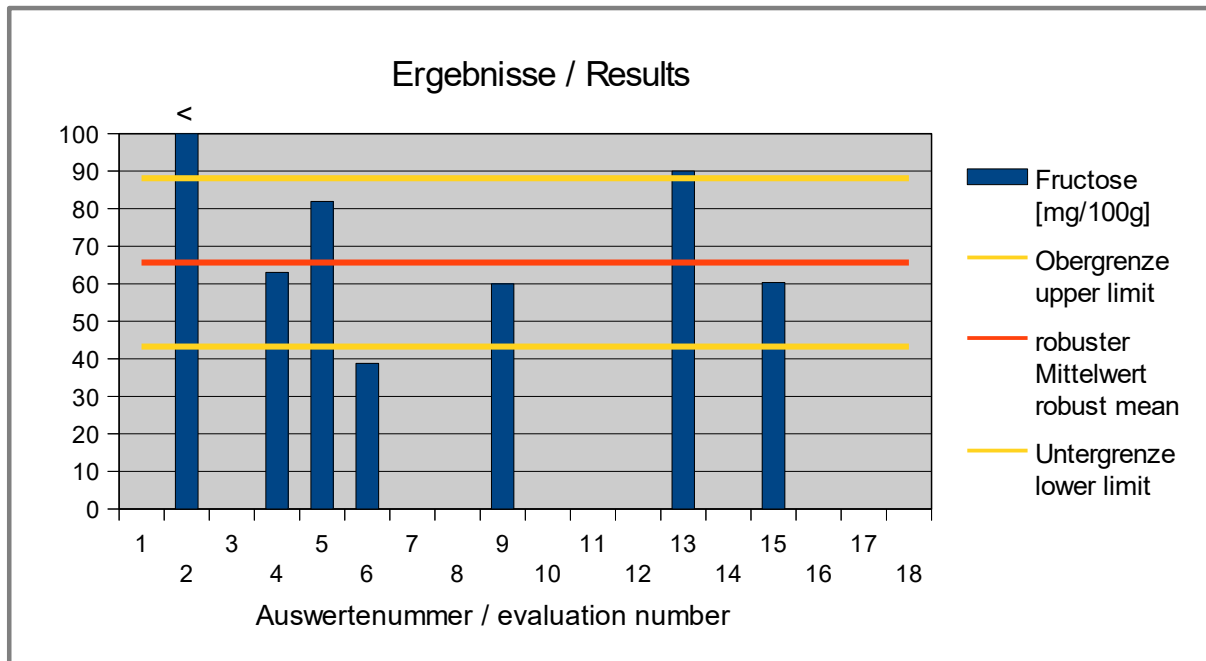


Abb. / Fig. 1: Ergebnisse Fructose Probe A/ Results fructose sample A

Anmerkung:

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

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Fructose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z'-Score<br>( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score<br>(Info) | Hinweis<br>Remark                            |
|-------------------------------------|--------------------|---|-------------------------------|-------------------|--|
| 1                                   |                    |   |                               |                   |  |
| 2                                   | < 100              |   |                               |                   |  |
| 3                                   |                    |   |                               |                   |  |
| 4                                   | 63                 | -2,7  | -0,24                         | -1,7              |  |
| 5                                   | 82                 | 16,2  | 1,4                           | 11                |  |
| 6                                   | 39                 | -26,9                                       | -2,4                          | -18               |  |
| 7                                   |                    |   |                               |                   |  |
| 8                                   |                    |   |                               |                   |  |
| 9                                   | 60                 | -5,7  | -0,51                         | -3,7              |  |
| 10                                  | 0                  |   |                               |                   | Ergebnis ausgeschlossen<br>/ Result excluded |
| 11                                  |                    |   |                               |                   |  |
| 12                                  |                    |   |                               |                   |  |
| 13                                  | 90                 | 24,3  | 2,2                           | 16                |  |
| 14                                  |                    |   |                               |                   |  |
| 15                                  | 60                 | -5,4  | -0,48                         | -3,5              |  |
| 16                                  |                    |   |                               |                   |  |
| 17                                  |                    |   |                               |                   |  |
| 18                                  | < LOD              |   |                               |                   |  |

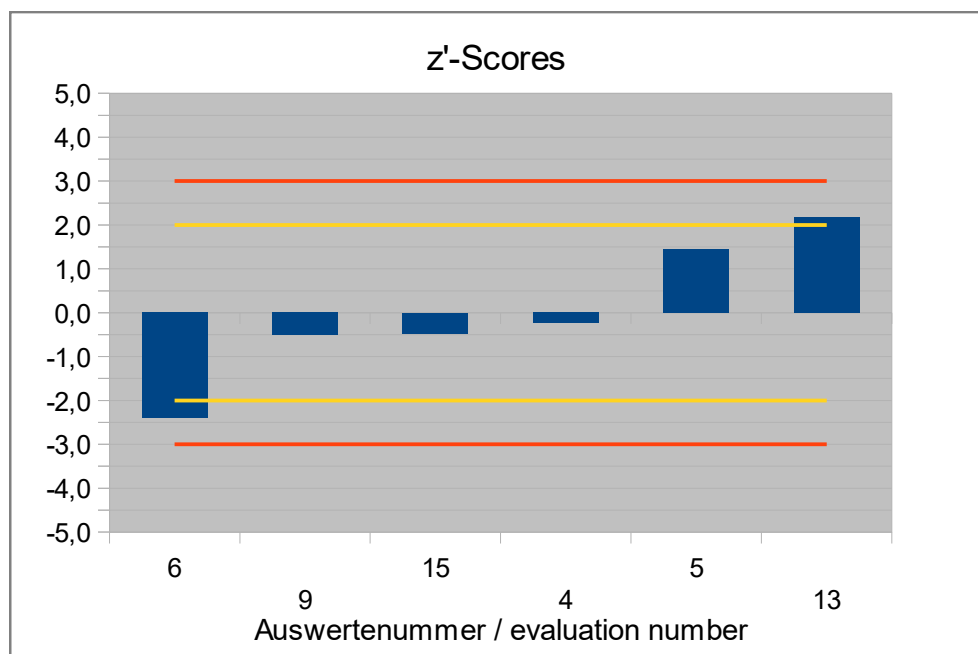


Abb. / Fig. 2: z'-Scores Fructose Probe A / fructose sample A

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

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Kenndaten</b>  |             |
| Anzahl der Messergebnisse                               | 7           |
| Anzahl der Ausreißer                                    | -           |
| Mittelwert  | 116         |
| Median  | 105         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>        | <b>102</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>    | <b>38,7</b> |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                   |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b> | <b>19,2</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)                | 2,38        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>63,5</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                    | <b>140</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$                             | 2,0         |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                        | 18          |
| Ergebnisse im Zielbereich                               | 5           |
| Prozent im Zielbereich                                  | 71%         |

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  $S^*/\sigma_{pt}'$  deutlich über 2 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag dann bei 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.

Die Differenz der zugewiesenen Werte der Teilnehmerergebnisse von Probe B und Probe A (36,3 mg/100g) lag bei 105 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Probe B (vgl. S. 5).

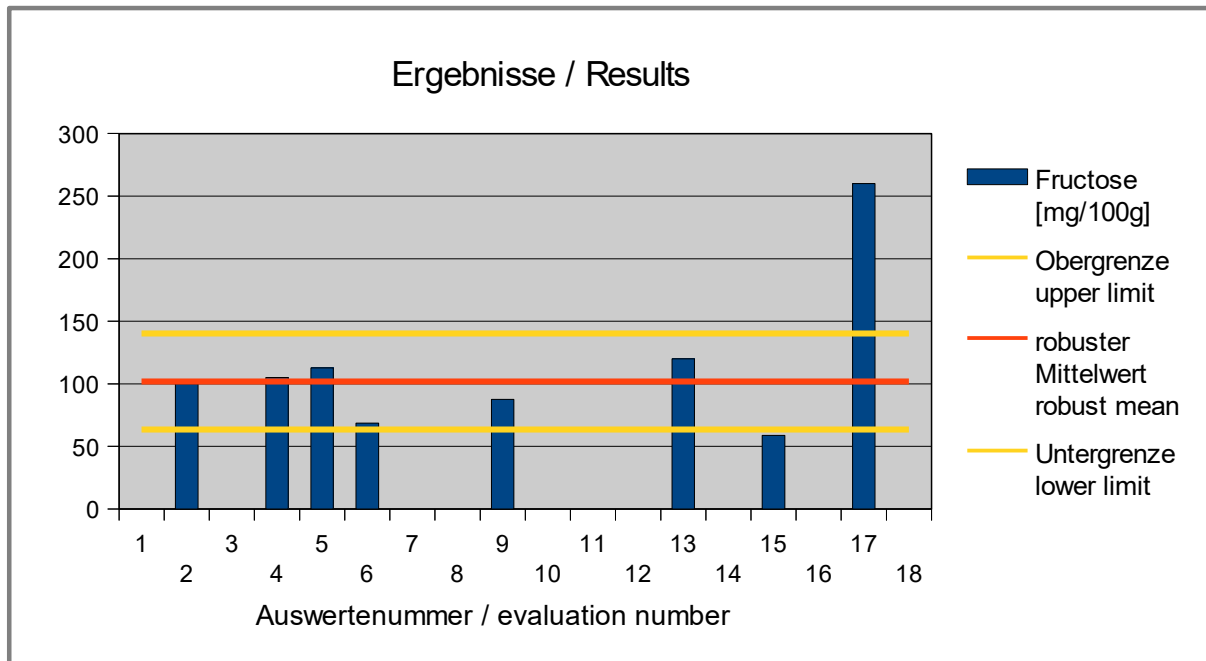


Abb. / Fig. 3: Ergebnisse Fructose Probe B / Results fructose sample B

Anmerkung:

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

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Fructose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z'-Score (σ <sub>pt</sub> ) | z-Score (Info) | Hinweis<br>Remark                         |
|-------------------------------------|--------------------|---|-----------------------------|----------------|---|
| 1                                   |                    |   |                             |                |   |
| 2                                   | < 100              |   |                             |                |   |
| 3                                   |                    |   |                             |                |   |
| 4                                   | 105                | 3,2   | 0,17                        | 1,3            |   |
| 5                                   | 113                | 11,0  | 0,57                        | 4,6            |   |
| 6                                   | 68,6               | -33,2                                       | -1,7                        | -14            |   |
| 7                                   |                    |   |                             |                |   |
| 8                                   |                    |   |                             |                |   |
| 9                                   | 87,7               | -14,1                                       | -0,74                       | -5,9           |   |
| 10                                  | 0                  |   |                             |                | Ergebnis ausgeschlossen / Result excluded |
| 11                                  |                    |   |                             |                |   |
| 12                                  |                    |   |                             |                |   |
| 13                                  | 120                | 18,2  | 0,95                        | 7,7            |   |
| 14                                  |                    |   |                             |                |   |
| 15                                  | 58,7               | -43,1                                       | -2,2                        | -18,1          |   |
| 16                                  |                    |   |                             |                |   |
| 17                                  | 260                | 158   | 8,2                         | 66,6           |   |
| 18                                  | < LOD              |   |                             |                |   |

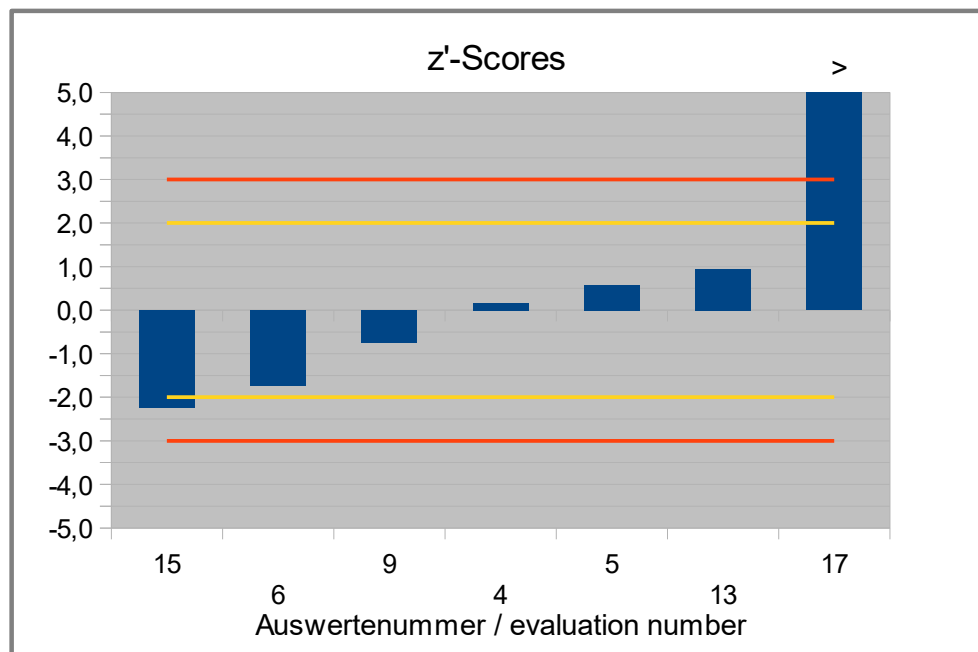


Abb. / Fig. 4: z'-Scores Fructose Probe B / fructose sample B

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

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Kenndaten</b>  |             |
| Anzahl der Messergebnisse <sup>°</sup>                  | 8           |
| Anzahl der Ausreißer                                    | 1           |
| Mittelwert  | 556         |
| Median  | 579         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>        | <b>556</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>    | <b>45,8</b> |
| Zielkenndaten:  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b> | <b>31,6</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)                | 13,0        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>493</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                    | <b>620</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$                             | 1,4         |
| Standardunsicherheit $U(X_{pt})$                        | 20          |
| Ergebnisse im Zielbereich                               | 8           |
| Prozent im Zielbereich                                  | 100%        |

<sup>°</sup> Messergebnisse ohne Ergebnis Nr. 6 (ausgeschlossen)

Anmerkungen zu den Kenndaten:

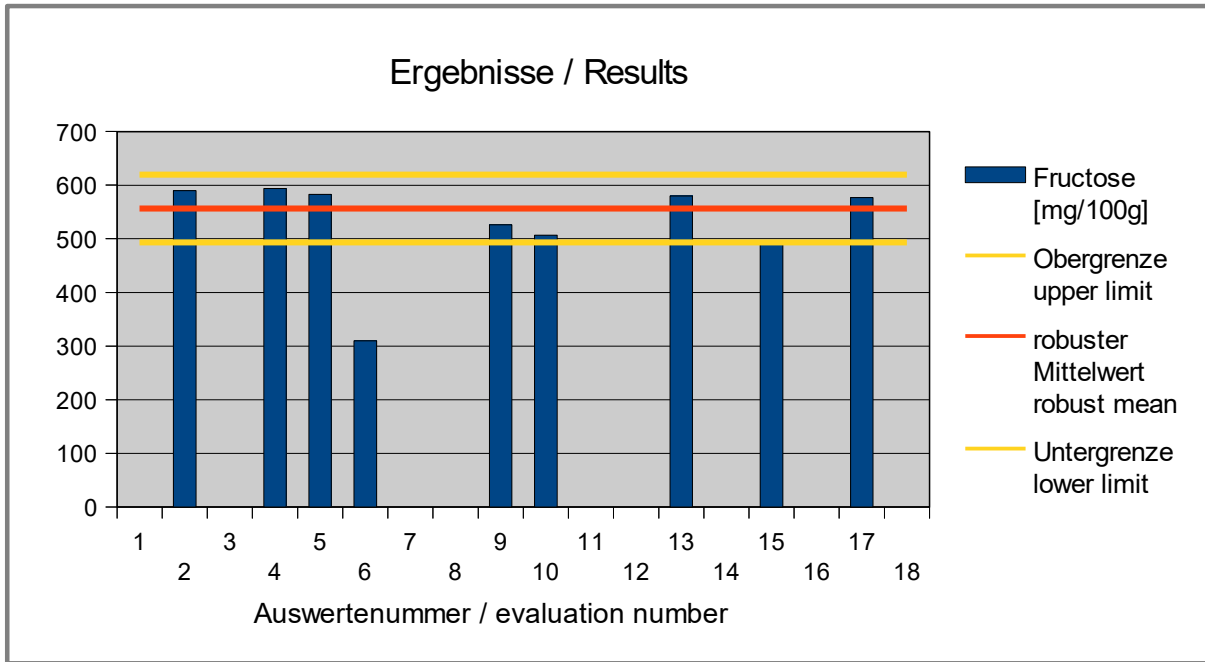
Die Zielstandardabweichung wurde nach dem Modell nach Horwitz berechnet (s. 3.6.1). Zusätzlich wurde zur Information die Zielstandardabweichung nach 3.6.2 Auswertung eines Versuchs zur Präzision angegeben (ASU §64 L 48.02.07-1 [22]).

Die Verteilung der Ergebnisse wies eine leicht erhöhte Variabilität auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag dann bei 1,4. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

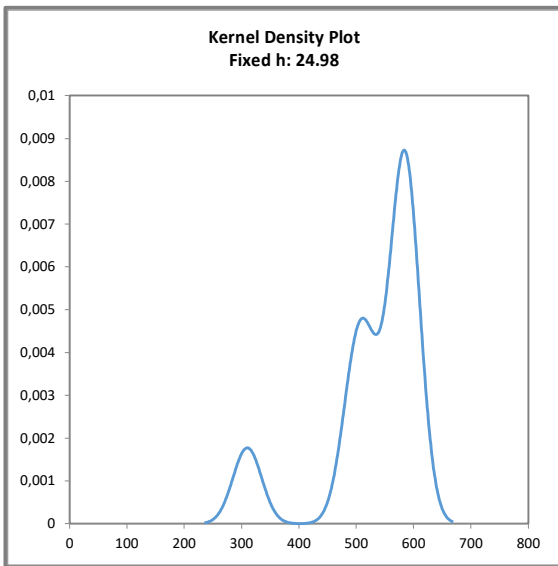
100% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 167 % vom Zusatzniveau von Fructose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5). Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Matrix Kartoffelpulver ebenfalls Fructosegehalte aufweisen kann.





**Abb. / Fig. 5:** Ergebnisse Fructose Dotierungsniveauprobe / Results Fructose spiking level sample



**Abb. / Fig. 6:**

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 deutlichen Schulter bei etwa 500 mg/100g und einem kleinen Nebenpeak 310 mg/100g, der auf ein Teilnehmerergebnis außerhalb des Zielbereichs zurückgeht.

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer    | Fructose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g] | z'-Score (σ <sub>pt</sub> ) | z-Score (Info) | Hinweis                                     |
|-------------------|--------------------|----------------------|-----------------------------|----------------|---|
| Evaluation number |                    | Deviation [mg/100g]  |                             |                | Remark                                      |
| 1                 |                    |                      |                             |                |   |
| 2                 | 590                | 34                   | 1,1                         | 2,6            |   |
| 3                 |                    |                      |                             |                |   |
| 4                 | 594                | 37,6                 | 1,2                         | 2,9            |   |
| 5                 | 583                | 26,3                 | 0,83                        | 2,0            |   |
| 6                 | 310                |                      |                             |                | Ausreißer ausgeschlossen / Outlier excluded |
| 7                 |                    |                      |                             |                |   |
| 8                 |                    |                      |                             |                |   |
| 9                 | 526                | -30,4                | -0,96                       | -2,3           |   |
| 10                | 507                | -49,4                | -1,6                        | -3,8           |   |
| 11                |                    |                      |                             |                |   |
| 12                |                    |                      |                             |                |   |
| 13                | 580                | 23,6                 | 0,75                        | 1,8            |   |
| 14                |                    |                      |                             |                |   |
| 15                | 495                | -61,9                | -2,0                        | -4,8           |   |
| 16                |                    |                      |                             |                |   |
| 17                | 577                | 21                   | 0,65                        | 1,6            |   |
| 18                |                    |                      |                             |                |   |

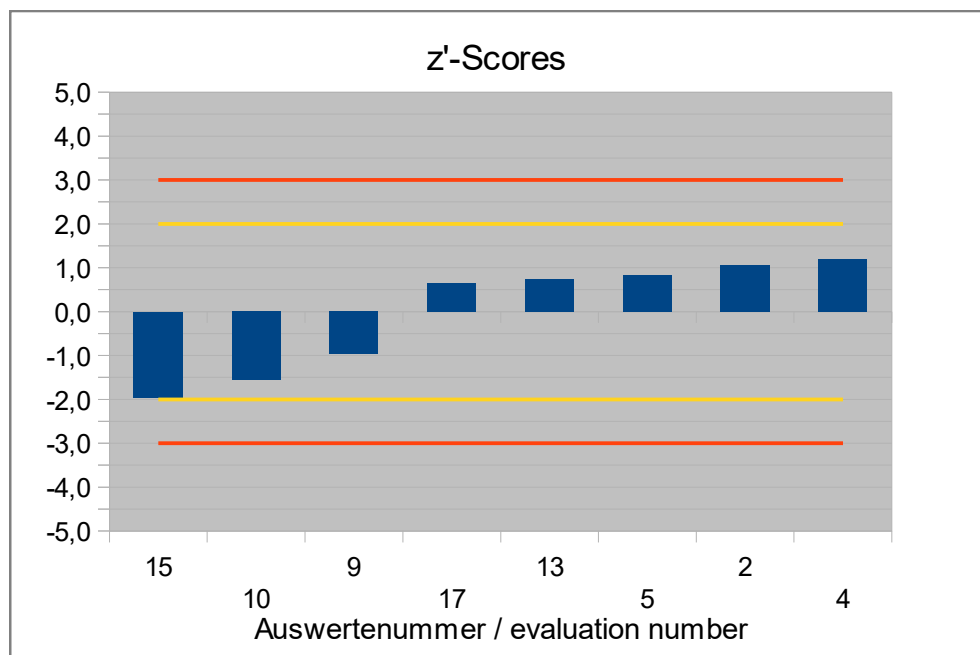


Abb. / Fig. 7: z'-Scores Fructose Dotierungsniveauprobe / fructose spiking level sample

### 4.2 Vergleichsuntersuchung 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/100g] | pos/neg | [mg/100g] | Übereinstimmungen mit Konsenswerten |         |
| 1              | negativ | < 2       | positiv | 168       | 2/2 (100%)                          |         |
| 2              | negativ | < 10      | positiv | 270       | 2/2 (100%)                          |         |
| 3              | negativ | < 10      | positiv | 185       | 2/2 (100%)                          |         |
| 4              | negativ | < 2.5     | positiv | 169       | 2/2 (100%)                          |         |
| 5              | negativ | < 10,0    | positiv | 171       | 2/2 (100%)                          |         |
| 6              | negativ | < 6       | positiv | 174       | 2/2 (100%)                          |         |
| 7              | negativ | < 3       | positiv | 170       | 2/2 (100%)                          |         |
| 8              | negativ | < 100     | positiv | 153       | 2/2 (100%)                          |         |
| 9              | negativ |           | positiv | 162       | 2/2 (100%)                          |         |
| 10             | negativ | 0         | positiv | 180       | 2/2 (100%)                          |         |
| 11             | negativ | 0         | positiv | 20        | 2/2 (100%)                          |         |
| 12             | negativ | < 5       | positiv | 190       | 2/2 (100%)                          |         |
| 13             | negativ | < 50      | positiv | 170       | 2/2 (100%)                          |         |
| 14             | negativ | < 30      | positiv | 191       | 2/2 (100%)                          |         |
| 15             | negativ | 0         | positiv | 173       | 2/2 (100%)                          |         |
| 16             | negativ | < 3.64    | positiv | 170       | 2/2 (100%)                          |         |
| 17             | negativ |           | positiv | 180       | 2/2 (100%)                          |         |
| 18             | negativ | < LOD     | positiv | 136       | 2/2 (100%)                          |         |

|                 | Probe A |  | Probe B |  |
|-----------------|---------|--|---------|--|
| Anzahl positiv  | 0       |  | 18      |  |
| Anzahl negativ  | 18      |  | 0       |  |
| Prozent positiv | 0       |  | 100     |  |
| Prozent negativ | 100     |  | 0       |  |
| Konsenswert     | negativ |  | positiv |  |

Anmerkungen:

Die Konsenswerte der Ergebnisse stehen in qualitativer Übereinstimmung mit der Dotierung von Probe B.

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

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 18          |
| Anzahl der Ausreißer                                   | -           |
| Mittelwert   | 168         |
| Median   | 170         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>x_{pt}</math>)</b>       | <b>172</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>15,1</b> |
| Zielkenndaten:   |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>13,5</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 8,98        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>145</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>199</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,1         |
| Standardunsicherheit $U(x_{pt})$                       | 4,45        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 15          |
| Prozent im Zielbereich                                 | 83%         |

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 normale Variabilität mit einem Quotienten  $S^*/\sigma_{pt}$  von deutlich  $< 2,0$  auf. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

85% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 96 % vom Zusatzniveau von Lactose zu Probe B (vgl. S. 5).

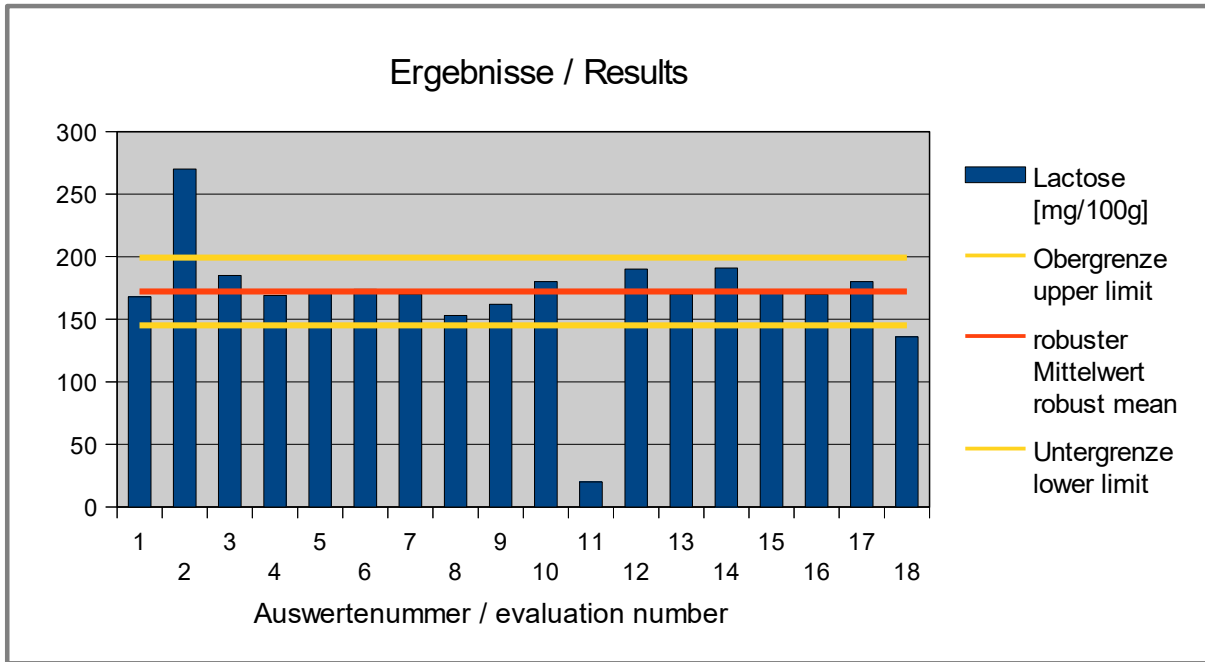


Abb. / Fig. 8: Ergebnisse Lactose Probe B / Results lactose sample B

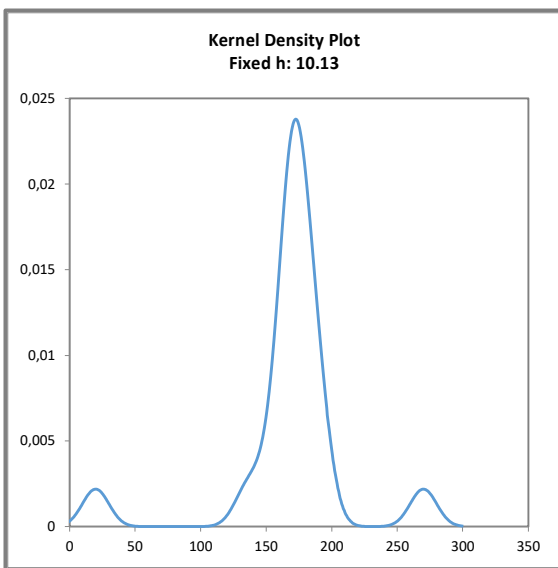


Abb. / Fig. 9:

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 kleinen Nebenpeaks, die auf zwei Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.

Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Lactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z-Score (σ <sub>pt</sub> ) | z-Score (Info) | Hinweis<br>Remark |
|-------------------------------------|-------------------|---|----------------------------|----------------|-------------------|
| 1                                   | 168               | -4,2  | -0,31                      | -0,47          |                   |
| 2                                   | 270               | 97,8  | 7,2                        | 11             |                   |
| 3                                   | 185               | 12,8  | 0,95                       | 1,4            |                   |
| 4                                   | 169               | -3,2  | -0,24                      | -0,35          |                   |
| 5                                   | 171               | -1,4  | -0,10                      | -0,15          |                   |
| 6                                   | 174               | 1,8   | 0,13                       | 0,20           |                   |
| 7                                   | 170               | -2,2  | -0,16                      | -0,24          |                   |
| 8                                   | 153               | -19,2                                       | -1,4                       | -2,1           |                   |
| 9                                   | 162               | -10,2                                       | -0,75                      | -1,1           |                   |
| 10                                  | 180               | 7,8   | 0,58                       | 0,87           |                   |
| 11                                  | 20                | -152  | -11                        | -17            |                   |
| 12                                  | 190               | 17,8  | 1,3                        | 2,0            |                   |
| 13                                  | 170               | -2,2  | -0,16                      | -0,24          |                   |
| 14                                  | 191               | 18,8  | 1,4                        | 2,1            |                   |
| 15                                  | 173               | 0,6   | 0,05                       | 0,07           |                   |
| 16                                  | 170               | -2,4  | -0,18                      | -0,27          |                   |
| 17                                  | 180               | 7,8   | 0,58                       | 0,87           |                   |
| 18                                  | 136               | -36,2                                       | -2,7                       | -4,0           |                   |

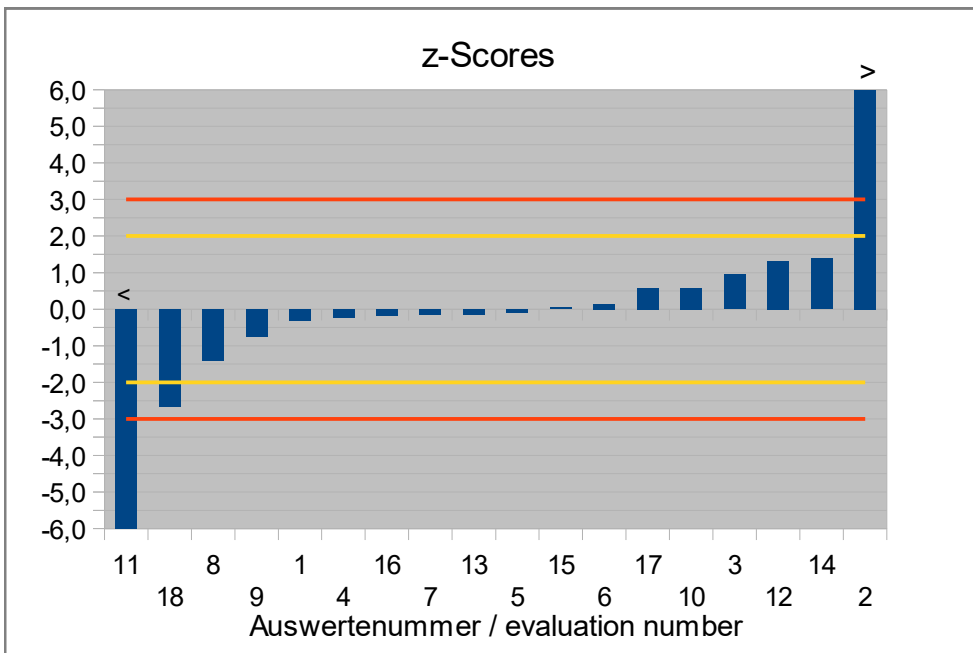


Abb. / Fig. 10: z-Scores Lactose Probe B / lactose sample B

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

|  |             |
|--|-------------|
| <b>Kenndaten</b>                                       |             |
| Anzahl der Messergebnisse                              | 17          |
| Anzahl der Ausreißer                                   | -           |
| Mittelwert   | 180         |
| Median   | 165         |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>       | <b>163</b>  |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>   | <b>14,7</b> |
| Zielkenndaten:   |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}</math></b> | <b>12,8</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)               | 8,6         |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                  | <b>138</b>  |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>189</b>  |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}$                             | 1,1         |
| Standardunsicherheit $U(X_{pt})$                       | 4,46        |
| Ergebnisse im Zielbereich                              | 15          |
| Prozent im Zielbereich                                 | 88%         |

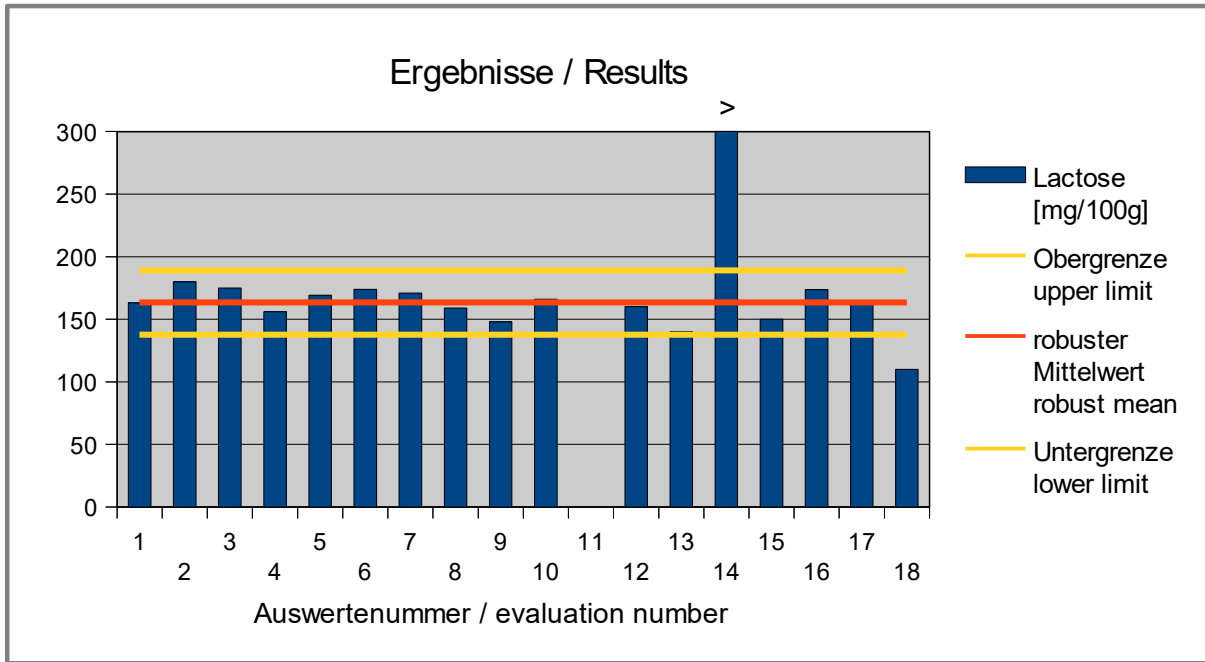
Anmerkungen zu den Kenndaten:

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.

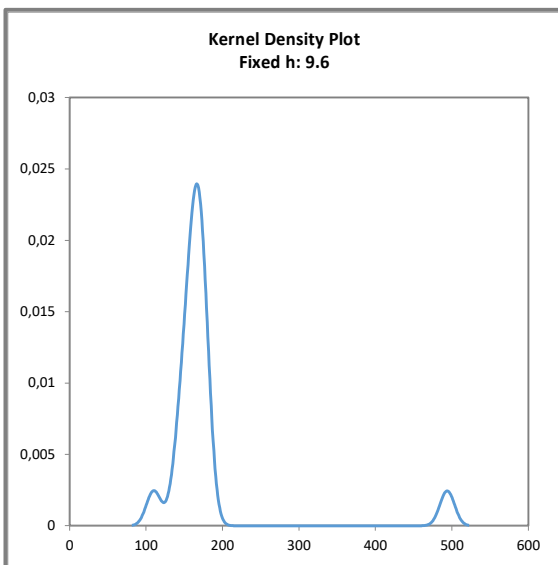
Die Verteilung der Ergebnisse zeigte eine normale Variabilität. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}$  lag unter 2,0. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

88% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Der robuste Mittelwert der Teilnehmerergebnisse lag bei 93 % vom Zusatzniveau von Lactose zur Dotierungsniveauprobe (vgl. S. 5).



**Abb. / Fig. 11:** Ergebnisse Lactose Dotierungsniveauprobe / Results lactose spiking level sample



**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 zwei kleinen Nebenpeaks, die auf zwei Teilnehmerergebnisse außerhalb des Zielbereichs zurückgehen.



Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer    | Lactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g] | z-Score (σ <sub>pt</sub> ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|-------------------|----------------------|----------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                   | Deviation [mg/100g]  |                            | (Info)         | Remark  |
| 1                 | 163               | -0,4                 | -0,03                      | -0,05          |         |
| 2                 | 180               | 16,6                 | 1,3                        | 1,9            |         |
| 3                 | 175               | 11,6                 | 0,90                       | 1,3            |         |
| 4                 | 156               | -7,4                 | -0,58                      | -0,87          |         |
| 5                 | 169               | 5,9                  | 0,46                       | 0,68           |         |
| 6                 | 174               | 10,6                 | 0,82                       | 1,2            |         |
| 7                 | 171               | 7,6                  | 0,59                       | 0,88           |         |
| 8                 | 159               | -4,4                 | -0,34                      | -0,52          |         |
| 9                 | 148               | -15,4                | -1,2                       | -1,8           |         |
| 10                | 166               | 2,6                  | 0,20                       | 0,30           |         |
| 11                |                   |                      |                            |                |         |
| 12                | 160               | -3,4                 | -0,27                      | -0,40          |         |
| 13                | 140               | -23,4                | -1,8                       | -2,7           |         |
| 14                | 494               | 331                  | 26                         | 39             |         |
| 15                | 150               | -13,4                | -1,0                       | -1,6           |         |
| 16                | 174               | 10,3                 | 0,81                       | 1,2            |         |
| 17                | 165               | 1,6                  | 0,12                       | 0,18           |         |
| 18                | 110               | -53,4                | -4,2                       | -6,2           |         |

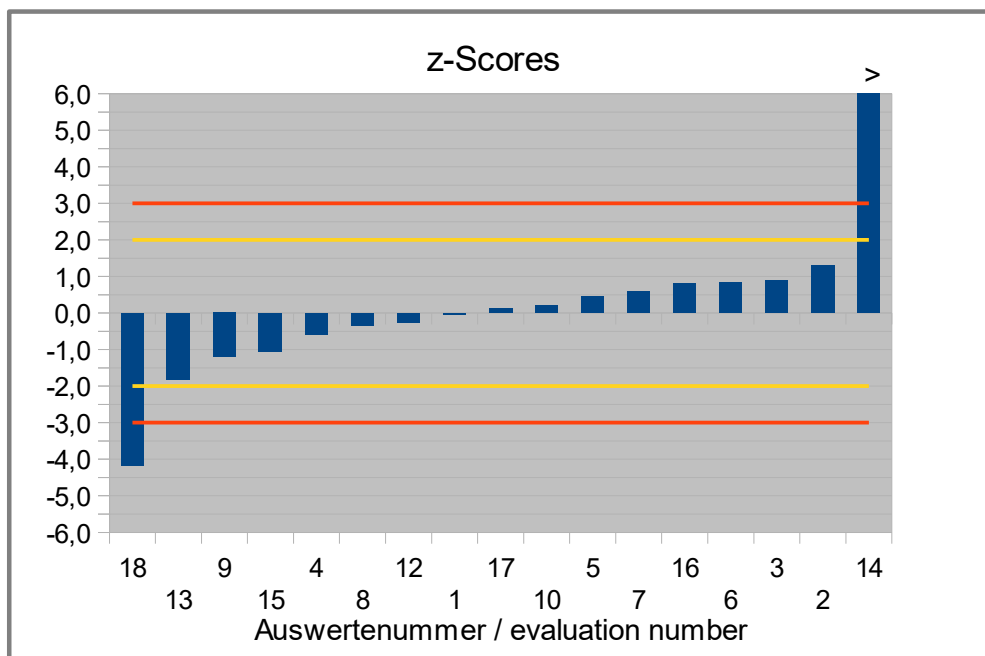


Abb. / Fig. 13: z-Scores Lactose Dotierungsniveauprobe / lactose spiking level sample

4.2.4 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/100g]             | [%]                 | [Z <sub>RR</sub> ] | [mg/100g] | [%]                 | [Z <sub>RR</sub> ] |         |
| 1              | 163                   | 93                  | -0,98              | 168       | 93                  | -0,89              |         |
| 2              | 180                   | 102                 | 0,30               | 270       | 150                 | 6,7                |         |
| 3              | 175                   | 99                  | -0,08              | 185       | 103                 | 0,37               |         |
| 4              | 156                   | 89                  | -1,5               | 169       | 94                  | -0,81              |         |
| 5              | 169                   | 96                  | -0,51              | 171       | 95                  | -0,68              |         |
| 6              | 174                   | 99                  | -0,15              | 174       | 97                  | -0,44              |         |
| 7              | 171                   | 97                  | -0,38              | 170       | 94                  | -0,74              |         |
| 8              | 159                   | 90                  | -1,3               | 153       | 85                  | -2,0               |         |
| 9              | 148                   | 84                  | -2,1               | 162       | 90                  | -1,3               |         |
| 10             | 166                   | 94                  | -0,76              | 180       | 100                 | 0,00               |         |
| 11             |                       |                     |                    | 20        | 11                  | -12                |         |
| 12             | 160                   | 91                  | -1,2               | 190       | 106                 | 0,74               |         |
| 13             | 140                   | 80                  | -2,7               | 170       | 94                  | -0,74              |         |
| 14             | 494                   | 281                 | 24                 | 191       | 106                 | 0,81               |         |
| 15             | 150                   | 85                  | -2,0               | 173       | 96                  | -0,53              |         |
| 16             | 174                   | 99                  | -0,17              | 170       | 94                  | -0,76              |         |
| 17             | 165                   | 94                  | -0,83              | 180       | 100                 | 0,00               |         |
| 18             | 110                   | 63                  | -5,0               | 136       | 76                  | -3,3               |         |

| AB**          | 85-115 % | AB**          | 85-115 % |
|---------------|----------|---------------|----------|
| Anzahl im AB  | 13       | Anzahl im AB  | 17       |
| Prozent im AB | 62       | Prozent im AB | 74       |

\* 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 73% (16) der Wiederfindungsraten in diesem Bereich.

### 4.3 Vergleichsuntersuchung Galactose

#### 4.3.1 Galactose Probe A (in mg/100g)

#### Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test

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

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Kenndaten</b>  |             |
| Anzahl der Messergebnisse                               | 3           |
| Anzahl der Ausreißer                                    |             |
| Mittelwert  | 29,2        |
| Median  | 7,70        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>        | <b>29,2</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>    | <b>44,0</b> |
| <i>Zielkenndaten:</i>                                   |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b> |             |
| Zielstandardabweichung (zur Information)                |             |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                   |             |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                    |             |
| <i>Quotient <math>S^*/\sigma_{pt}'</math></i>           |             |
| <i>Standardunsicherheit <math>U(X_{pt})</math></i>      |             |
| <i>Ergebnisse im Zielbereich</i>                        |             |
| <i>Prozent im Zielbereich</i>                           |             |

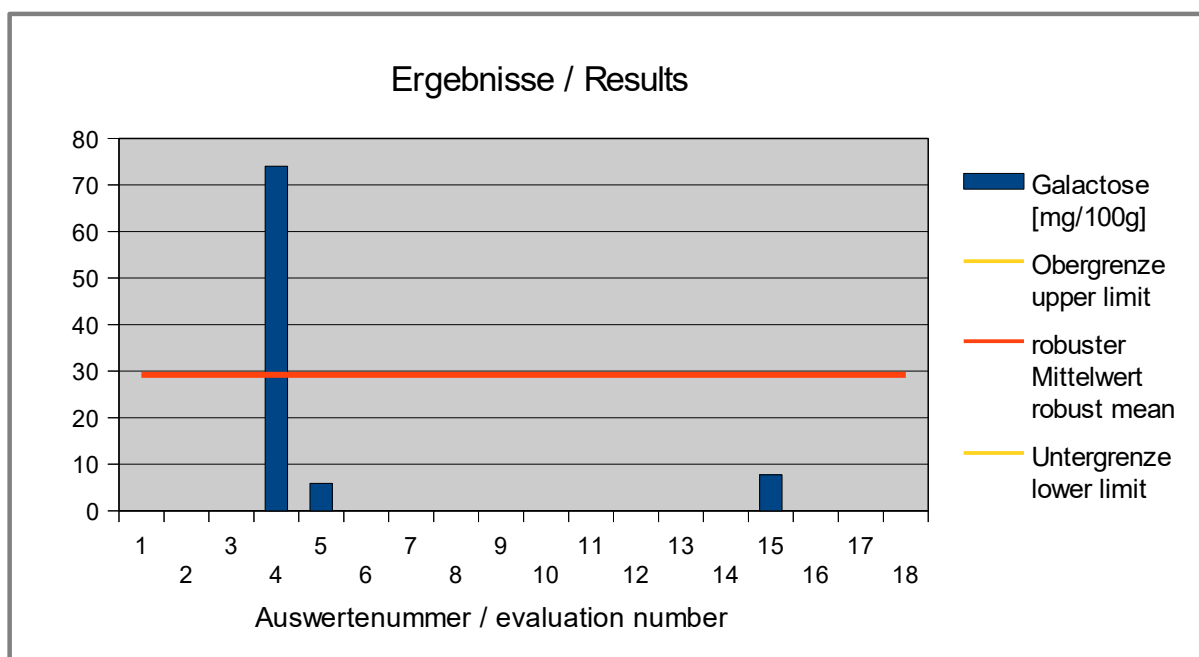


Abb. / Fig. 14: Ergebnisse Galactose Probe A / Results galactose sample A

## Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer    | Galactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g] | z'-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                     | Deviation [mg/100g]  |                            |                | Remark  |
| 1                 |                     |                      |                            |                |         |
| 2                 | < 100               |                      |                            |                |         |
| 3                 | < 10                |                      |                            |                |         |
| 4                 | 74,0                | 44,8                 |                            |                |         |
| 5                 | 5,9                 | -23,3                |                            |                |         |
| 6                 | < 10                |                      |                            |                |         |
| 7                 |                     |                      |                            |                |         |
| 8                 | < 100               |                      |                            |                |         |
| 9                 |                     |                      |                            |                |         |
| 10                | 0                   |                      |                            |                |         |
| 11                |                     |                      |                            |                |         |
| 12                |                     |                      |                            |                |         |
| 13                | < 50                |                      |                            |                |         |
| 14                | < 30                |                      |                            |                |         |
| 15                | 7,7                 | -21,5                |                            |                |         |
| 16                |                     |                      |                            |                |         |
| 17                |                     |                      |                            |                |         |
| 18                |                     |                      |                            |                |         |

4.3.2 Galactose Probe B (in mg/100g)

**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

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

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Kenndaten</b>  |             |
| Anzahl der Messergebnisse                               | 3           |
| Anzahl der Ausreißer                                    | 0           |
| Mittelwert  | 28,3        |
| Median  | 6,30        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>        | <b>28,3</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>    | <b>43,9</b> |
| Zielkenndaten:  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b> |             |
| Zielstandardabweichung (zur Information)                |             |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                   |             |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                    |             |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$                             |             |
| Standardunsicherheit $U(X_{pt})$                        |             |
| Ergebnisse im Zielbereich                               |             |
| Prozent im Zielbereich                                  |             |

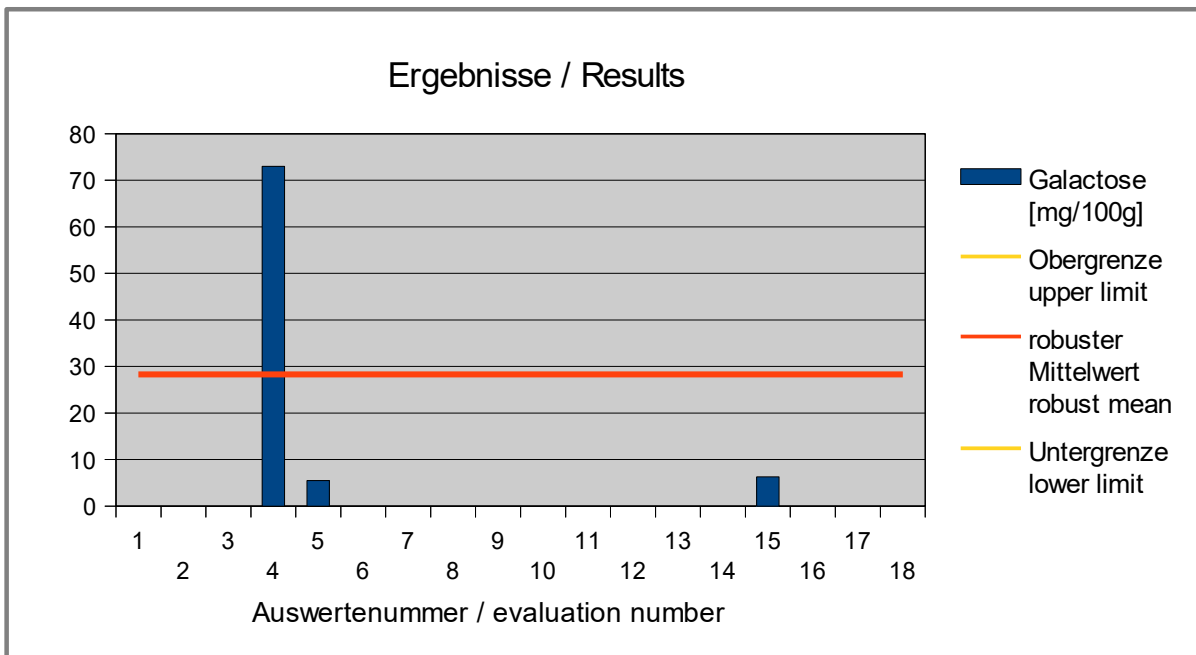


Abb. / Fig. 15: Ergebnisse Galactose Probe B / Results galactose sample B

## Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer    | Galactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g] | z'-Score ( $\sigma_{pt}$ ) | z-Score (Info) | Hinweis |
|-------------------|---------------------|----------------------|----------------------------|----------------|---------|
| Evaluation number |                     | Deviation [mg/100g]  |                            |                | Remark  |
| 1                 |                     |                      |                            |                |         |
| 2                 | < 100               |                      |                            |                |         |
| 3                 | < 10                |                      |                            |                |         |
| 4                 | 73,0                | 44,7                 |                            |                |         |
| 5                 | 5,5                 | -22,8                |                            |                |         |
| 6                 | < 10                |                      |                            |                |         |
| 7                 |                     |                      |                            |                |         |
| 8                 | < 100               |                      |                            |                |         |
| 9                 |                     |                      |                            |                |         |
| 10                | 0                   |                      |                            |                |         |
| 11                |                     |                      |                            |                |         |
| 12                |                     |                      |                            |                |         |
| 13                | < 50                |                      |                            |                |         |
| 14                | < 30                |                      |                            |                |         |
| 15                | 6,3                 | -22,0                |                            |                |         |
| 16                |                     |                      |                            |                |         |
| 17                |                     |                      |                            |                |         |
| 18                |                     |                      |                            |                |         |

4.3.3 Galactose Dotierungsniveauprobe (in mg/100g)**Vergleichsuntersuchung / Proficiency Test**

|   |             |
|---|-------------|
| <b>Kenndaten</b>  |             |
| Anzahl der Messergebnisse                               | 5           |
| Anzahl der Ausreißer                                    | 0           |
| Mittelwert  | 12,4        |
| Median  | 12,0        |
| <b>Robuster Mittelwert (<math>X_{pt}</math>)</b>        | <b>12,4</b> |
| <b>Robuste Standardabweichung (<math>S^*</math>)</b>    | <b>3,43</b> |
| Zielkenndaten:  |             |
| <b>Zielstandardabweichung <math>\sigma_{pt}'</math></b> | <b>2,15</b> |
| Zielstandardabweichung (zur Information)                | 0,96        |
| <b>Untere Grenze des Zielbereichs</b>                   | <b>8,12</b> |
| <b>Obere Grenze des Zielbereichs</b>                    | <b>16,7</b> |
| Quotient $S^*/\sigma_{pt}'$                             | 1,6         |
| Standardunsicherheit $U_{(X_{pt})}$                     | 1,92        |
| Ergebnisse im Zielbereich                               | 5           |
| Prozent im Zielbereich                                  | 100%        |

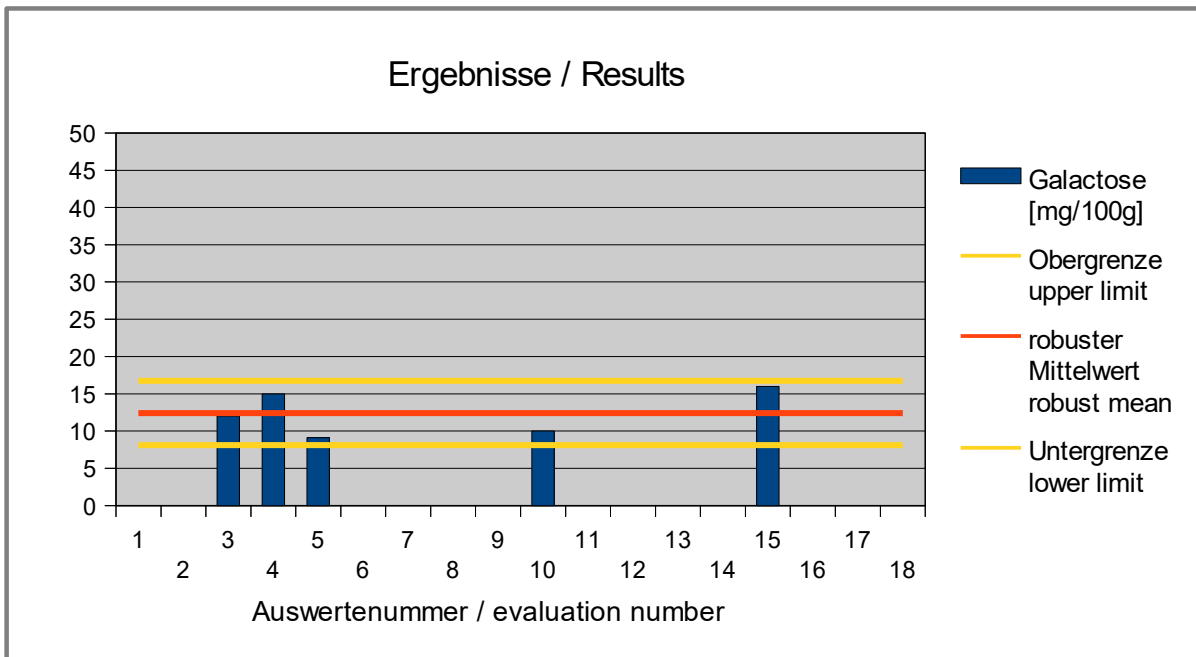
Anmerkungen zu den Kenndaten:

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 auf. Daher wurde unter Berücksichtigung der Standardunsicherheit mittels z'-Score ausgewertet. Der Quotient  $S^*/\sigma_{pt}'$  lag dann bei 1,6. Die robuste Standardabweichung liegt im Bereich von vorangegangenen LVUs (vgl. 3.6.3). Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse ist gegeben.

100% der Ergebnisse lagen im Zielbereich.

Den Proben wurde keine Galactose zugesetzt, eine Wiederfindungsrate kann daher nicht angegeben werden (vgl. S. 5).



**Abb. / Fig. 16:** Ergebnisse Galactose Dotierungsniveauprobe / Results Fructose spiking level sample

Anmerkung:

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



Ergebnisse der Teilnehmer / Results of Participants:

| Auswertenummer<br>Evaluation number | Galactose [mg/100g] | Abweichung [mg/100g]<br>Deviation [mg/100g] | z'-Score (σ <sub>pt</sub> ) | z-Score (Info) | Hinweis<br>Remark |
|-------------------------------------|---------------------|---|-----------------------------|----------------|-------------------|
| 1                                   |                     |   |                             |                |                   |
| 2                                   | < 100               |   |                             |                |                   |
| 3                                   | 12,0                | -0,4  | -0,20                       | -0,44          |                   |
| 4                                   | 15,0                | 2,6   | 1,2                         | 2,7            |                   |
| 5                                   | 9,10                | -3,3  | -1,5                        | -3,5           |                   |
| 6                                   | < 10                |   |                             |                |                   |
| 7                                   |                     |   |                             |                |                   |
| 8                                   | < 100               |   |                             |                |                   |
| 9                                   |                     |   |                             |                |                   |
| 10                                  | 10,0                | -2,4  | -1,1                        | -2,5           |                   |
| 11                                  |                     |   |                             |                |                   |
| 12                                  |                     |   |                             |                |                   |
| 13                                  | < 50                |   |                             |                |                   |
| 14                                  | < 30                |   |                             |                |                   |
| 15                                  | 16,0                | 3,6   | 1,7                         | 3,7            |                   |
| 16                                  |                     |   |                             |                |                   |
| 17                                  |                     |   |                             |                |                   |
| 18                                  |                     |   |                             |                |                   |

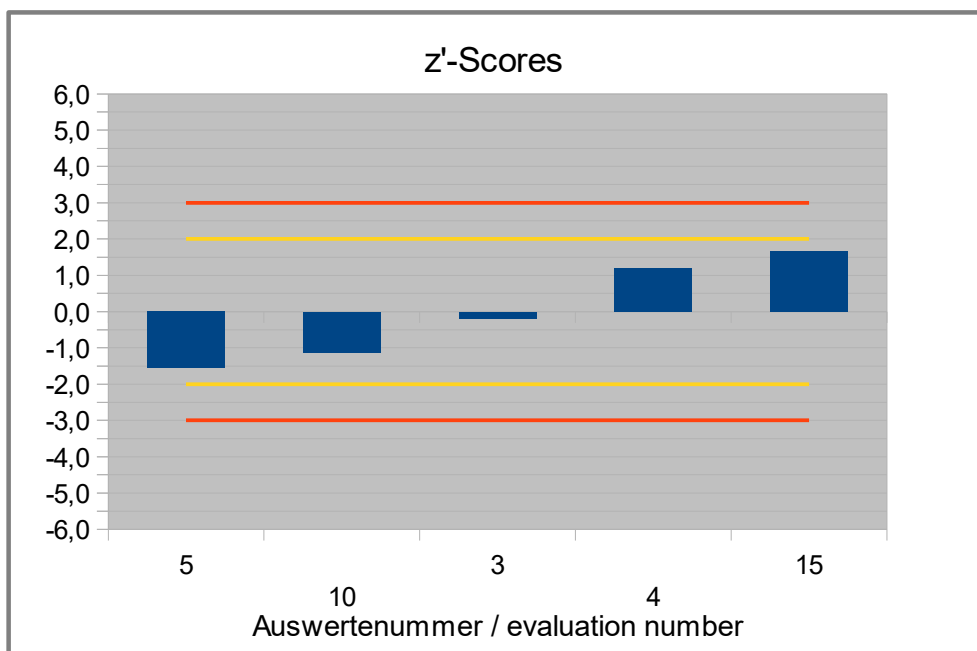


Abb. / Fig. 17: z-Scores Galactose Dotierungs-niveauprobe / galactose spiking level sample

**4.4 z-Scores der Teilnehmer: Übersichtstabelle**

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

| Auswertenummer | Fructose |          |             | Lactose |            | Galactose   |
|----------------|----------|----------|-------------|---------|------------|-------------|
|                | Probe A° | Probe B° | Dot.-Probe° | Probe B | Dot.-Probe | Dot.-Probe° |
| 1              |          |          |             | -0,31   | -0,03      |             |
| 2              |          |          | 1,1         | 7,2     | 1,3        |             |
| 3              |          |          |             | 1,0     | 0,90       | -0,20       |
| 4              | -0,24    | 0,17     | 1,2         | -0,24   | -0,58      | 1,2         |
| 5              | 1,4      | 0,57     | 0,83        | -0,10   | 0,46       | -1,5        |
| 6              | -2,4     | -1,7     |             | 0,13    | 0,82       |             |
| 7              |          |          |             | -0,16   | 0,59       |             |
| 8              |          |          |             | -1,4    | -0,34      |             |
| 9              | -0,51    | -0,74    | -1,0        | -0,75   | -1,2       |             |
| 10             |          |          | -1,6        | 0,58    | 0,20       | -1,1        |
| 11             |          |          |             | -11     |            |             |
| 12             |          |          |             | 1,3     | -0,27      |             |
| 13             | 2,2      | 0,90     | 0,75        | -0,16   | -1,8       |             |
| 14             |          |          |             | 1,4     | 26         |             |
| 15             | -0,48    | -2,2     | -2,0        | 0,05    | -1,0       | 1,7         |
| 16             |          |          |             | -0,18   | 0,81       |             |
| 17             |          | 8,2      | 0,65        | 0,58    | 0,12       |             |
| 18             |          |          |             | -2,7    | -4,2       |             |

° z'-Score

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)

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

| Auswertenummer | Lactose |            |
|----------------|---------|------------|
|                | Probe B | Dot.-Probe |
| 1              | -0,89   | -0,98      |
| 2              | 6,7     | 0,30       |
| 3              | 0,37    | -0,08      |
| 4              | -0,81   | -1,5       |
| 5              | -0,68   | -0,51      |
| 6              | -0,44   | -0,15      |
| 7              | -0,74   | -0,38      |
| 8              | -2,0    | -1,3       |
| 9              | -1,3    | -2,1       |
| 10             | 0,00    | -0,76      |
| 11             | -12     |            |
| 12             | 0,74    | -1,2       |
| 13             | -0,74   | -2,7       |
| 14             | 0,81    | 24         |
| 15             | -0,53   | -2,0       |
| 16             | -0,76   | -0,17      |
| 17             | 0,00    | -0,83      |
| 18             | -3,3    | -5,0       |

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 | 10.05.21          | <100                     | ja                   | 10              | 100               | nein                       | N/A                |
|           | 3              | mg/100g |                   |                          |                      |                 |                   |                            |                    |
|           | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 63                       | ja                   | 10              | 10                | nein                       | NA                 |
|           | 5              | mg/100g | 10.05.21          | 81,9                     | ja                   | 5               | 10                | nein                       |                    |
|           | 6              | mg/100g | 26.05.21          | 38,8                     | ja                   | 1               | 10                | nein                       |                    |
|           | 7              | mg/100g |                   |                          |                      |                 |                   |                            |                    |
|           | 8              | mg/100g |                   | n.t.                     |                      |                 |                   |                            |                    |
|           | 9              | mg/100g | 31.05.21          | 60                       |                      | 3               | 10                | nein                       |                    |
|           | 10             | mg/100g | 17.05.21          | 0                        | nein                 | 5               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 11             | mg/100g |                   |                          |                      |                 |                   |                            |                    |
|           | 12             | mg/100g |                   |                          |                      |                 |                   |                            |                    |
|           | 13             | mg/100g | 18.05.21          | 90                       | ja                   |                 | 50                |                            |                    |
|           | 14             | mg/100g |                   |                          |                      |                 |                   |                            |                    |
|           | 15             | mg/100g | 09.06.21          | 60,3                     | ja                   | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|           | 16             | mg/100g |                   |                          |                      |                 |                   |                            |                    |
|           | 17             | mg/100g | 14.06.21          |                          | nein                 | 30              | 100               | nein                       |                    |
|           | 18             | mg/100g | 08.06.21          |                          | < Limit of detection | nein            | 100               | 300                        | nein               |

## 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   | mg/100g         | mg/100g           | ja / nein                  | in %               |
| Fructose  | 1              | mg/100g |                   |                           |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 2              | mg/100g | 10.05.21          | <100                      | ja          | 10              | 100               | nein                       | N/A                |
|           | 3              | mg/100g |                   |                           |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 105                       | ja          | 10              | 10                | nein                       | NA                 |
|           | 5              | mg/100g | 10.05.21          | 112,8                     | ja          | 5               | 10                | nein                       |                    |
|           | 6              | mg/100g | 26.05.21          | 68,6                      | ja          | 1               | 10                | nein                       |                    |
|           | 7              | mg/100g |                   |                           |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 8              | mg/100g |                   | n.t.                      |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 9              | mg/100g | 31.05.21          | 87,7                      |             | 3               | 10                | nein                       |                    |
|           | 10             | mg/100g | 17.05.21          | 0                         | nein        | 5               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 11             | mg/100g |                   |                           |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 12             | mg/100g |                   |                           |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 13             | mg/100g | 18.05.21          | 120                       | ja          |                 | 50                |                            |                    |
|           | 14             | mg/100g |                   |                           |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 15             | mg/100g | 10.06.21          | 58,7                      | ja          | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|           | 16             | mg/100g |                   |                           |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 17             | mg/100g | 14.06.21          | 260                       | ja          | 30              | 100               | nein                       |                    |
|           | 18             | mg/100g | 08.06.21          | < Limit of quantification | ja          | 100             | 300               | nein                       |                    |

## 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 | 10.05.21          | 590                      | ja          | 10              | 100               | nein                       | N/A                |
|                       | 3              | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 594                      | ja          | 10              | 10                | nein                       | NA                 |
|                       | 5              | mg/100g | 10.05.21          | 582,7                    | ja          | 5               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 6              | mg/100g | 26.05.21          | 310                      | ja          | 1               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 7              | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 8              | mg/100g |                   | n.t.                     |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 9              | mg/100g | 31.05.21          | 526                      |             | 3               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 10             | mg/100g | 17.05.21          | 507                      | ja          | 5               | 5                 | nein                       |                    |
|                       | 11             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 12             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 13             | mg/100g | 18.05.21          | 580                      | ja          |                 | 50                |                            |                    |
|                       | 14             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 15             | mg/100g | 10.05.21          | 494,5                    | ja          | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|                       | 16             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 17             | mg/100g | 14.06.21          | 577                      | ja          | 30              | 100               | nein                       |                    |
|                       | 18             | mg/100g |                   | nicht analysiert         |             |                 |                   |                            |                    |

## 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 | 28.04.21          | <2                       | nein        |                 | 2                 | ja                         | 97                 |
|           | 2              | mg/100g | 10.05.21          | <10                      | nein        | 1               | 10                | nein                       | N/A                |
|           | 3              | mg/100g | 21.05.21          | <10                      | nein        | 5               | 10                | nein                       |                    |
|           | 4              | mg/100g | 27.05.21          | <2,5                     | nein        | 1               | 2,5               | nein                       | NA                 |
|           | 5              | mg/100g | 10.05.            | < 10,0                   | nein        | 1               | 10                | nein                       |                    |
|           | 6              | mg/100g | 26.05.21          | < 6                      | nein        | 1               | 6                 | nein                       | 104                |
|           | 7              | mg/100g | 14.06.21          | < 3                      | nein        | 1               | 3                 |                            |                    |
|           | 8              | mg/100g | 11.06.21          | < 100                    | nein        | 100mg/kg        | 100mg/kg          | nein                       | 100,9              |
|           | 9              | mg/100g | 31.05.21          |                          | nein        | 3               | 10                | nein                       |                    |
|           | 10             | mg/100g | 10.06.21          | 0                        | nein        | 1               | 2                 | nein                       |                    |
|           | 11             | mg/100g | 18.05.21          | 0                        | nein        |                 | 10 mg/100g        | ja                         | 76,5               |
|           | 12             | mg/100g | 04.05.21          | <5                       |             | -               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 13             | mg/100g | 18.05.21          | <50                      | nein        |                 | 50                |                            |                    |
|           | 14             | mg/100g |                   | < 30                     | nein        | 15              | 30                | nein                       |                    |
|           | 15             | mg/100g | 09.06.21          | 0                        | nein        | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|           | 16             | mg/100g | 12.05.21          | <3.643                   | nein        | 3,643           | 3,643             | nein                       | N/A                |
|           | 17             | mg/100g | 14.06.21          |                          | nein        | 30              | 100               | nein                       |                    |
|           | 18             | mg/100g | 08.06.21          | < Limit of detection     | nein        | 1,4             | 5                 | nein                       |                    |

## 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   | mg/100g         | mg/100g           | ja / nein                  | in %               |
| Lactose   | 1              | mg/100g | 14.05.21          | 168                      | ja          |                 | 2                 | ja                         | 99                 |
|           | 2              | mg/100g | 10.05.21          | 270                      | ja          | 1               | 10                | nein                       | N/A                |
|           | 3              | mg/100g | 20.05.21          | 185                      | ja          | 5               | 10                | nein                       |                    |
|           | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 169                      | ja          | 1               | 2,5               | nein                       | NA                 |
|           | 5              | mg/100g | 10.05.            | 170,8                    | ja          | 1               | 10                | nein                       |                    |
|           | 6              | mg/100g | 26.05.21          | 174                      | ja          | 1               | 6                 | nein                       | 104                |
|           | 7              | mg/100g | 14.06.21          | 170                      | ja          | 1               | 3                 |                            |                    |
|           | 8              | mg/100g | 11.06.21          | 153                      | ja          | 100mg/kg        | 100mg/kg          | nein                       | 99,9               |
|           | 9              | mg/100g | 31.05.21          | 162                      |             | 3               | 10                | nein                       |                    |
|           | 10             | mg/100g | 10.06.21          | 180                      | ja          | 1               | 2                 | nein                       |                    |
|           | 11             | mg/100g | 18.05.21          | 20                       | ja          |                 | 10 mg/100g        | ja                         | 76,5               |
|           | 12             | mg/100g | 04.05.21          | 190                      |             | -               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 13             | mg/100g | 18.05.21          | 170                      | ja          |                 | 50                |                            |                    |
|           | 14             | mg/100g |                   | 191                      | ja          | 15              | 30                | nein                       |                    |
|           | 15             | mg/100g | 10.06.21          | 172,8                    | ja          | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|           | 16             | mg/100g | 16.06.21          | 169,766                  | ja          | 3,643           | 3,643             | nein                       | N/A                |
|           | 17             | mg/100g | 14.06.21          | 180                      | ja          | 30              | 100               | nein                       |                    |
|           | 18             | mg/100g | 08.06.21          | 136                      | ja          | 1,4             | 5                 | nein                       |                    |



## 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 | 14.05.21          | 163                      | ja          |                 | 2                 | ja                         | 88                 |
|                       | 2              | mg/100g | 10.05.21          | 180                      | ja          | 1               | 10                | nein                       | N/A                |
|                       | 3              | mg/100g | 21.05.21          | 175                      | ja          | 5               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 156                      | ja          | 1               | 2,5               | nein                       | NA                 |
|                       | 5              | mg/100g | 10.05.            | 169,3                    | ja          | 1               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 6              | mg/100g | 26.05.21          | 174                      | ja          | 1               | 6                 | nein                       | 104                |
|                       | 7              | mg/100g | 14.06.21          | 171                      | ja          | 1               | 3                 |                            |                    |
|                       | 8              | mg/100g | 11.06.21          | 159                      | ja          | 100mg/kg        | 100mg/kg          | nein                       | 100                |
|                       | 9              | mg/100g | 31.05.21          | 148                      |             | 3               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 10             | mg/100g | 10.06.21          | 166                      | ja          | 1               | 2                 | nein                       |                    |
|                       | 11             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 12             | mg/100g | 04.05.21          | 160                      |             | -               | 5                 | nein                       |                    |
|                       | 13             | mg/100g | 18.05.21          | 140                      | ja          |                 | 50                |                            |                    |
|                       | 14             | mg/100g |                   | 494                      | ja          | 15              | 30                | nein                       |                    |
|                       | 15             | mg/100g | 10.05.21          | 150                      | ja          | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|                       | 16             | mg/100g | 12.05.21          | 173,773                  | ja          | 3,643           | 3,643             | nein                       | N/A                |
|                       | 17             | mg/100g | 14.06.21          | 165                      | ja          | 30              | 100               | nein                       |                    |
|                       | 18             | mg/100g | 08.06.21          | 110                      | ja          | 1,4             | 5                 | nein                       |                    |

## 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 | 10.05.21          | <100                     | nein        | 10              | 100               | nein                       | N/A                |
|           | 3              | mg/100g | 20.05.21          | <10                      | ja          | 5               | 10                | nein                       |                    |
|           | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 74                       | ja          | 10              | 10                | nein                       | NA                 |
|           | 5              | mg/100g | 10.05.21          | 5,9                      | ja          | 1               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 6              | mg/100g | 26.05.21          | < 10                     | ja          | 1               | 10                | nein                       |                    |
|           | 7              | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 8              | mg/100g | 11.06.21          | < 100                    | nein        | 100mg/kg        | 100mg/kg          | nein                       |                    |
|           | 9              | mg/100g | 31.05.21          |                          | ja          | 3               | 10                | nein                       |                    |
|           | 10             | mg/100g | 17.05.21          | 0                        | nein        | 5               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 11             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 12             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 13             | mg/100g | 18.05.21          | <50                      | nein        |                 | 50                |                            |                    |
|           | 14             | mg/100g |                   | < 30                     | nein        | 15              | 30                | nein                       |                    |
|           | 15             | mg/100g | 09.06.21          | 7,7                      | ja          | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|           | 16             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 17             | mg/100g | 14.06.21          |                          | nein        | 30              | 100               | nein                       |                    |
|           | 18             | mg/100g |                   | nicht analysiert         |             |                 |                   |                            |                    |

## 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   | mg/100g         | mg/100g           | ja / nein                  | in %               |
| Galactose | 1              | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 2              | mg/100g | 10.05.21          | <100                     | nein        | 10              | 100               | nein                       | N/A                |
|           | 3              | mg/100g | 19.05.21          | <10                      | ja          | 5               | 10                | nein                       |                    |
|           | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 73                       | ja          | 10              | 10                | nein                       | NA                 |
|           | 5              | mg/100g | 10.05.21          | 5,5                      | ja          | 1               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 6              | mg/100g | 26.05.21          | < 10                     | ja          | 1               | 10                | nein                       |                    |
|           | 7              | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 8              | mg/100g | 11.06.21          | < 100                    | nein        | 100mg/kg        | 100mg/kg          | nein                       |                    |
|           | 9              | mg/100g | 31.05.21          |                          | ja          | 3               | 10                | nein                       |                    |
|           | 10             | mg/100g | 17.05.21          | 0                        | nein        | 5               | 5                 | nein                       |                    |
|           | 11             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 12             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 13             | mg/100g | 18.05.21          | <50                      | nein        |                 | 50                |                            |                    |
|           | 14             | mg/100g |                   | < 30                     | nein        | 15              | 30                | nein                       |                    |
|           | 15             | mg/100g | 10.06.21          | 6,3                      | ja          | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|           | 16             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|           | 17             | mg/100g | 14.06.21          |                          | nein        | 30              | 100               | nein                       |                    |
|           | 18             | mg/100g |                   | nicht analysiert         |             |                 |                   |                            |                    |

## 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 | 10.05.21          | <100                     | ja          | 10              | 100               | nein                       | N/A                |
|                       | 3              | mg/100g | 20.05.21          | 12                       | ja          | 5               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 4              | mg/100g | 27.05.21          | 15                       | ja          | 10              | 10                | nein                       | NA                 |
|                       | 5              | mg/100g | 10.05.21          | 9,1                      | ja          | 1               | 5                 | nein                       |                    |
|                       | 6              | mg/100g | 26.05.21          | < 10                     | ja          | 1               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 7              | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 8              | mg/100g | 11.06.21          | < 100                    | nein        | 100mg/kg        | 100mg/kg          | nein                       |                    |
|                       | 9              | mg/100g | 31.05.21          |                          | ja          | 3               | 10                | nein                       |                    |
|                       | 10             | mg/100g | 17.05.21          | 10                       | ja          | 5               | 5                 | nein                       |                    |
|                       | 11             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 12             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 13             | mg/100g | 18.05.21          | <50                      | nein        |                 | 50                |                            |                    |
|                       | 14             | mg/100g |                   | < 30                     | nein        | 15              | 30                | nein                       |                    |
|                       | 15             | mg/100g | 10.05.21          | 16                       | ja          | nicht ermittelt | nicht ermittelt   | nein                       | nicht ermittelt    |
|                       | 16             | mg/100g |                   |                          |             |                 |                   |                            |                    |
|                       | 17             | mg/100g | 14.06.21          |                          | nein        | 30              | 100               | nein                       |                    |
|                       | 18             | mg/100g |                   | nicht analysiert         |             |                 |                   |                            |                    |

5.1.2 Analytische Methoden**Fructose Proben A, B und Dotierungsniveauprobe**

| Parameter | Auswertenummer  | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur           | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung  | Hinweise zur Messmethode   | Kalibrierung und Referenzmaterial                                    | Wiederfindung mit gleicher Matrix<br>ja / nein   | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025<br>ja / nein | Sonstige Hinweise |
|-----------|-----------------|---|---|--|--|--|--|-------------------|
| Fructose  | 1               |   |   |  |  | ja / nein  | ja / nein  |                   |
|           | 2               | HPAEC-PAD   | N/A   | N/A  | N/A  | N/A  | Yes  |                   |
|           | 3               |   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 4               | CHROM/344   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 5               | PA_A-203:2019-01 (HPAEC/PAD)                                    | wässrige Extraktion   | HPAEC/PAD  | externe Kalibrierung   |  | ja   |                   |
|           | 6               | IC-PAD  | wässrige Extraktion   | IC-PAD   | Matrixkalibrierung mit Weizenmehl, Referenzmaterial DLA 18/2019      | nein   | nein   |                   |
|           | 7               |   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 8               |   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 9               | IC-PAD  | Dialyse   |  |  | externe Kalibrierung   |  | ja                |
|           | 10              | HPAE-PAD  |   |  | Methode in Validierungsphase   | ja und ok  |  | ja                |
|           | 11              |   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 12              |   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 13              |   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 14              |   |   |  |  |  |  |                   |
|           | 15              |   | für vorliegende Matrix keine bestehende Methode vorhanden; die Aufarbeitung der Probe erfolgte identisch wie bei der Bestimmung von Kohlenhydraten in Milchprodukten und veganen Milchersatzprodukten | ein Aliquot wurde in Wasser gelöst, im Ultraschallbad behandelt, dann abzentrifugiert, die wässrige Phase zusätzlich abfiltriert und das erhaltene Filtrat mittels eines Ionenchromatographen mit PAD-Detektor und eingebauter Inline-Dialyse gemessen | für die vorliegende Matrix besteht noch keine validierte Messmethode | Kalibrierung linear im Konzentrationsbereich 0,05-20,0 mg/L je Kohlenhydrat; kein Referenzmaterial vorhanden | Wiederfindung wurde nicht bestimmt                   | nein              |
| 16        |                 |   |   |  |  |  |  |                   |
| 17        | Enzymatik       | homogenisieren, wässrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration |   |  | Standards aus Enzym-Kit r-biopham                                    | nein   | ja   |                   |
| 18 *      | MP.0002.R2.2020 | Extraktion mit Wasser   |   | IC Quantifizierung des Probenextrakts  | Externer Std Fructose Merck  | nein   | ja   |                   |

\* Teilnehmer 18: nur Proben A und B

## Lactose Proben A, B und 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                            |
|-----------|---|--|--|--|---|-----------------------------------|---|--|
|           |   |  |  |  |   | ja / nein                         | ja / nein                               |  |
| Lactose   | 1   | HPLC-MS  |  | recovery calculated by C13-Lactose internal standard   | Anhydrous lactose (Sigma)                                       | ja                                | ja                                      |  |
|           | 2   | HPAEC-PAD  | N/A  | N/A  | N/A   | N/A                               | ja                                      |  |
|           | 3   | r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06   | lt. Herstellerangaben  |  |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 4   | CHROM/356  |  |  |   |                                   |   |  |
|           | 5   | PA_A-203:2019-01 (HPAEC/PAD)   | wässrige Extraktion  | HPAEC/PAD  | externe Kalibrierung  |                                   | ja                                      |  |
|           | 6   | IC-PAD   | wässrige Extraktion  | IC-PAD   | Matrixkalibrierung mit Weizenmehl, Referenzmaterial DLA 18/2019 | nein                              | nein                                    | Wiederfindung in Realproben (Backmischungen) |
|           | 7   | Interne Methode: Extraktion und Bestimmung mittels LC-MS/MS  |  |  |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 8   | Lactose/D-Galactose 101763035 rbiopharm  | lt. Manual   | lt. Manual   | lt. Manual  | ja                                | ja                                      |  |
|           | 9   | IC-PAD   | Dialyse  |  | externe Kalibrierung  |                                   | ja                                      |  |
|           | 10  | PV-448-Lac-HPAE-PAD : 2019-04 (b)  |  |  | ja und ok   |                                   | ja                                      |  |
|           | 11 *  | INTERNAL METHOD  |  |  |   |                                   | ja                                      |  |
|           | 12  | Extraktion in Wasser und Bestimmung mittels Ionenchromatographie   |  |  | patron lactosa Merck  | ja                                | nein                                    |  |
|           | 13  |  |  |  |   |                                   |   |  |
|           | 14  | Megazyme K-LACGAR 01/20  |  |  |   |                                   | ja                                      |  |
| 15        | für vorliegende Matrix keine bestehende Methode vorhanden; die Aufarbeitung der Probe erfolgte identisch wie bei der Bestimmung von Kohlenhydraten in Milchprodukten und veganen Milchersatzprodukten | ein Aliquot wurde in Wasser gelöst, im Ultraschallbad behandelt, dann abzentrifugiert, die wässrige Phase zusätzlich abfiltriert und das erhaltene Filtrat mittels eines Ionenchromatographen mit PAD-Detektor und eingebauter Inline-Dialyse gemessen | für die vorliegende Matrix besteht noch keine validierte Messmethode | Kalibrierung linear im Konzentrationsbereich 0,05-20,0 mg/L je Kohlenhydrat; kein Referenzmaterial vorhanden | Wiederfindung wurde nicht bestimmt                              | nein                              |   |  |
| 16        | Megazyme LOLAC Enzymatic Kit  | Water and Carrez Extraction  | Spectrophotometer  | Internal Quality Control Material  | N/A   | ja                                |   |  |
| 17        | Enzymatik   | homogenisieren, wässrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration  |  | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm   | nein  | ja                                |   |  |
| 18        | MP.0002.R2.2020   | Extraktion mit Wasser  | IC Quantifizierung des Probenextrakts                                | Externer Std Lactose Merck   | nein  | ja                                |   |  |

\* Teilnehmer 11: nur Proben A und B

## Galactose Proben A, B und Dotierungsniveauprobe

| Parameter | Auswertenummer  | Methodenangabe, wie in Prüfbericht / Norm / Literatur  | Hinweise zu Probenvorbereitung und -aufarbeitung                     | Hinweise zur Messmethode   | Kalibrierung und Referenzmaterial                               | Wiederfindung mit gleicher Matrix<br>ja / nein | Methode akkreditiert nach ISO/IEC 17025<br>ja / nein | Sonstige Hinweise |
|-----------|---|--|--|--|---|--|--|-------------------|
| Galactose | 1   |  |  |  |   | ja / nein                                      | ja / nein  |                   |
|           | 2   | HPAEC-PAD  | N/A  | N/A  | N/A   | N/A  | ja   |                   |
|           | 3   | r-biopharm Test-Combination 10 176 303 035:2011-06   | lt. Herstellerangaben  |  |   |  | ja   |                   |
|           | 4   | CHROM/344  |  |  |   |  |  |                   |
|           | 5   | PA_A-203:2019-01 (HPAEC/PAD)   | wässrige Extraktion  | HPAEC/PAD  | externe Kalibrierung  |  | ja   |                   |
|           | 6   | IC-PAD   | wässrige Extraktion  | IC-PAD   | Matrixkalibrierung mit Weizenmehl, Referenzmaterial DLA 18/2019 | nein   | nein   |                   |
|           | 7   |  |  |  |   |  |  |                   |
|           | 8   | Lactose/D-Galactose 101763035 rbiopharm  | lt. Manual   | lt. Manual   | lt. Manual  |  |  |                   |
|           | 9   | IC-PAD   | Dialyse  |  | externe Kalibrierung  |  | nein   |                   |
|           | 10  | HPAE-PAD   |  | Methode in Validierungsphase   | ja und ok   |  | ja   |                   |
|           | 11  |  |  |  |   |  |  |                   |
|           | 12  |  |  |  |   |  |  |                   |
|           | 13  |  |  |  |   |  |  |                   |
|           | 14  | Megazyme K-LACGAR 01/20  |  |  |   |  | ja   |                   |
| 15        | für vorliegende Matrix keine bestehende Methode vorhanden; die Aufarbeitung der Probe erfolgte identisch wie bei der Bestimmung von Kohlenhydraten in Milchprodukten und veganen Milchersatzprodukten | ein Aliquot wurde in Wasser gelöst, im Ultraschallbad behandelt, dann abzentrifugiert, die wässrige Phase zusätzlich abfiltriert und das erhaltene Filtrat mittels eines Ionenchromatographen mit PAD-Detektor und eingebauter Inline-Dialyse gemessen | für die vorliegende Matrix besteht noch keine validierte Messmethode | Kalibrierung linear im Konzentrationsbereich 0,05-20,0 mg/L je Kohlenhydrat; kein Referenzmaterial vorhanden | Wiederfindung wurde nicht bestimmt                              | nein   |  |                   |
| 16        |   |  |  |  |   |  |  |                   |
| 17        | Enzymatik   | homogenisieren, wässrige Extraktion, Carrez-Klärung, Filtration  |  |  | Standards aus Enzym-Kit r-biopharm                              | nein   | ja   |                   |
| 18        |   |  |  |  |   |  |  |                   |

## 5.2 Homogenität

### 5.2.1 Mischungshomogenität vor der Abfüllung

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA ptAI01 (2021) Probe B

|                      |              |       |
|----------------------|--------------|-------|
| Gewicht Gesamtprobe  | 2,56         | kg    |
| Microtracer          | FSS-rot lake |       |
| Teilchengröße        | 75 – 300     | µm    |
| Gewicht pro Partikel | 2,0          | µg    |
| Tracerzugabe         | 20,1         | mg/kg |

#### Analysenergebnisse:

| Probe | Einwaage [g] | Partikel Anzahl | Partikel [mg/kg] |
|-------|--------------|-----------------|------------------|
| 1     | 5,00         | 65              | 26,0             |
| 2     | 5,01         | 69              | 27,5             |
| 3     | 5,00         | 72              | 28,8             |
| 4     | 5,03         | 60              | 23,9             |
| 5     | 4,97         | 69              | 27,8             |
| 6     | 4,98         | 60              | 24,1             |
| 7     | 5,01         | 72              | 28,7             |
| 8     | 4,98         | 55              | 22,1             |

| Poisson-Verteilung           |           |          |
|------------------------------|-----------|----------|
| Probenanzahl                 | 8         |          |
| Freiheitsgrad                | 7         |          |
| Mittelwert                   | 65,2      | Partikel |
| Standardabweichung           | 6,29      | Partikel |
| χ <sup>2</sup> (CHI-Quadrat) | 4,24      |          |
| <b>Wahrscheinlichkeit</b>    | <b>75</b> | %        |
| Wiederfindungsrate           | 130       | %        |

| Normalverteilung           |             |       |
|----------------------------|-------------|-------|
| Probenanzahl               | 8           |       |
| Mittelwert                 | 26,1        | mg/kg |
| Standardabweichung         | 2,52        | mg/kg |
| rel. Standardabweichung    | 9,63        | %     |
| Horwitz Standardabweichung | 9,79        | %     |
| <b>HorRat-Wert</b>         | <b>0,98</b> |       |
| Wiederfindungsrate         | 130         | %     |

#### Microtracer Homogenitätstest

##### DLA ptAI01 (2021) Dotierungsniveauprobe

|                      |              |       |
|----------------------|--------------|-------|
| Gewicht Gesamtprobe  | 1,84         | kg    |
| Microtracer          | FSS-rot lake |       |
| Teilchengröße        | 75 – 300     | µm    |
| Gewicht pro Partikel | 2,0          | µg    |
| Tracerzugabe         | 20,2         | mg/kg |

#### Analysenergebnisse:

| Probe | Einwaage [g] | Partikel Anzahl | Partikel [mg/kg] |
|-------|--------------|-----------------|------------------|
| 1     | 5,01         | 54              | 21,6             |
| 2     | 5,03         | 50              | 19,9             |
| 3     | 4,97         | 42              | 16,9             |
| 4     | 4,97         | 50              | 20,1             |
| 5     | 5,00         | 53              | 21,2             |
| 6     | 5,03         | 50              | 19,9             |
| 7     | 4,97         | 57              | 22,9             |
| 8     | 5,01         | 52              | 20,8             |

| Poisson-Verteilung           |           |          |
|------------------------------|-----------|----------|
| Probenanzahl                 | 8         |          |
| Freiheitsgrad                | 7         |          |
| Mittelwert                   | 51,0      | Partikel |
| Standardabweichung           | 4,37      | Partikel |
| χ <sup>2</sup> (CHI-Quadrat) | 2,62      |          |
| <b>Wahrscheinlichkeit</b>    | <b>92</b> | %        |
| Wiederfindungsrate           | 101       | %        |

| Normalverteilung           |             |       |
|----------------------------|-------------|-------|
| Probenanzahl               | 8           |       |
| Mittelwert                 | 20,4        | mg/kg |
| Standardabweichung         | 1,75        | mg/kg |
| rel. Standardabweichung    | 8,57        | %     |
| Horwitz Standardabweichung | 10,2        | %     |
| <b>HorRat-Wert</b>         | <b>0,84</b> |       |
| Wiederfindungsrate         | 101         | %     |



### 5.3 Informationen zur Eignungsprüfung (EP)

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

|   |   |
|---|---|
| EP-Nummer                                 | <b>ptAI01 - 2021</b>  |
| EP-Name                                   | <b>Lactose + Fructose in "lactosefreiem" Lebensmittel</b>   |
| Probenmatrix<br>(Prozessierung)           | <b>Proben A + B: Getreidebreipulver / Zutaten: Hafervollkornmehl, Hirsevollkornmehl, Reisgrieß, Maismehl, Thiamin, sowie Lactose und Fructose (eine der beiden Proben)</b><br><b>Dotierungsniveauprobe: Kartoffelpulver sowie Lactose und Fructose</b>  |
| Probenzahl und<br>Probenmenge             | 2 unterschiedliche Proben A + B: je 25 g<br>+ 1 Dotierungsniveauprobe: 15 g   |
| Lagerungsinformation                      | Proben A + B: Raumtemperatur (Langzeit 2 - 10°C)<br>Dotierungsniveauprobe: Raumtemperatur   |
| Verwendungszweck                          | Ausschließlich für Laboruntersuchungen (Qualitätskontrollproben)  |
| Parameter                                 | qualitativ + quantitativ: <b>Lactose</b> (optional: Galactose) + <b>Fructose</b><br>Proben A + B: Lactose < 500 mg/100g<br>Dotierungsniveauprobe: Lactose < 500 mg/100g   |
| Untersuchungsmethoden                     | Methode ist freigestellt  |
| Hinweis zur Analyse                       | Die Untersuchung der Eignungsprüfung soll entsprechend einer laborüblichen Routineanalyse vorgenommen werden.<br>Generell empfehlen wir vor der Analyse, insbesondere bei kleinen Analyseeinwaagen, eine repräsentative Probenmenge entsprechend guter Laborpraxis zu homogenisieren. Von den <b>Proben A + B</b> soll jeweils die <b>Gesamtmenge homogenisiert</b> werden. |
| Ergebnisangabe                            | Es werden für jede Probe A , B und Dotierungsniveauprobe je ein Ergebnis ermittelt.<br>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:<br><b>pt@dla-lvu.de</b>   |
| Letzter Abgabetermin                      | <b>spätestens 18. Juni 2021 (verlängert)</b>  |
| Auswertebereich                           | Der Auswertebereich wird voraussichtlich 6 Wochen nach Abgabetermin der Ergebnisse fertiggestellt und per eMail als PDF-Datei zugesandt.  |
| Koordinator und<br>Ansprechpartner der EP | Alexandra Scharf MSc.   |

\* 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  |
|--------------------------|------------|-----------------|
|                          |            | ITALIEN         |
|                          |            | ITALIEN         |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | ITALIEN         |
|                          |            | SPANIEN         |
|                          |            | GROSSBRITANNIEN |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | Deutschland     |
|                          |            | GROSSBRITANNIEN |
|                          |            | GROSSBRITANIEN  |
|                          |            | SPANIEN         |
|                          |            | ITALIEN         |
|                          |            | SPANIEN         |

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

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

## 7. Verzeichnis relevanter Literatur

1. DIN EN ISO/IEC 17025:2005; Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Prüf- und Kalibrierlaboratorien / General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. DIN EN ISO/IEC 17043:2010; Konformitätsbewertung – Allgemeine Anforderungen an Eignungsprüfungen / Conformity assessment – General requirements for proficiency testing
3. ISO 13528:2015 & DIN ISO 13528:2009; Statistische Verfahren für Eignungsprüfungen durch Ringversuche / Statistical methods for use in proficiency testing by inter-laboratory comparisons
4. ASU §64 LFGB: Planung und statistische Auswertung von Ringversuchen zur Methodenvalidierung / DIN ISO 5725 series part 1, 2 and 6 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results
5. Verordnung / Regulation 882/2004/EU; Verordnung über 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 (2021) - Lactose und Fructose**

18 Teilnehmer haben mindestens ein Ergebnis eingereicht. Die Auswertung von Lactose und Fructose in Getreidebreypulver für Kinder erfolgte mit der Zielstandardabweichung des allgemeinen Modells nach Horwitz (Fructose, Galactose) bzw. anhand von Präzisionsdaten einer ASU-Methode (Lactose). Es lagen 67% bis 100% der Ergebnisse der Teilnehmer im Zielbereich. Details zu den einzelnen Parametern sind dem Auswertebereicht zu entnehmen.

10 Teilnehmer hatten ihren Sitz im Europäischen Ausland (Großbritannien, Italien, Spanien).